



HAL
open science

Mise en œuvre et optimisation des propriétés d'une structure sandwich en matériaux biosourcés (fibres et bois de chanvre) avec une matrice en polystyrène expansé pour le bâtiment

Aqil Mousa Almusawi

► To cite this version:

Aqil Mousa Almusawi. Mise en œuvre et optimisation des propriétés d'une structure sandwich en matériaux biosourcés (fibres et bois de chanvre) avec une matrice en polystyrène expansé pour le bâtiment. Matériaux. Université Bourgogne Franche-Comté, 2017. Français. NNT : 2017UBFCA009 . tel-01870446

HAL Id: tel-01870446

<https://theses.hal.science/tel-01870446>

Submitted on 7 Sep 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

SPIM

Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques
UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE BELFORT-MONTBÉLIARD

Titre

Mise en Œuvre et Optimisation des Propriétés d'une Structure Sandwich en Matériaux Biosourcés (Fibre et Bois de Chanvre) avec une Matrice en Polystyrène Expandé pour le Bâtiment

■ AQIL MOUSA ALMUSAWI



SPIM

Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques
UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE BELFORT-MONTBÉLIARD

N° 9

THÈSE présentée par

AQIL MOUSA ALMUSAWI

pour obtenir le

Grade de Docteur de

l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

Spécialité : **Matériaux** (Unité de Recherche: **ICB-UMR 6306 CNRS**)

Titre

Mise en Œuvre et Optimisation des Propriétés d'une Structure Sandwich en
Matériaux Biosourcés (Fibre et Bois de Chanvre) avec une Matrice en
Polystyrène Expansé pour le Bâtiment

Soutenue publiquement le 12 Mai 2017 devant le Jury composé de :

M. ROMAIN CREAÇ'HCADÉC	Rapporteur	Associate Professor, PhD, HDR, ENSTA de Bretagne
M. JULES ASSIH	Rapporteur	Associate Professor, PhD, HDR, Université de Reims Champagne Ardenne
M. ABDELLATIF IMAD	Membre	Professeur des Universités, Polytech'Lille Polytech'Lille
M. CHEDLY BRADAI	Président	Professeur des Universités, ENI de Sfax, Tunisie
M. SÉBASTIEN CHEVALIER	Membre	Professeur des Universités, Université de Bourgogne Franche-Comté
M. SAMUEL GOMES	Membre	Professeur des Universités, Université de Bourgogne Franche-Comté
M. REMY LACHAT	Membre	Enseignant-Chercheur Contractuel, PhD, Université de Bourgogne Franche-Comté
M. KOKOU ESSO NICOLAS ATCHOLI	Directeur de thèse	Associate Professor PhD, HDR, Université de Bourgogne Franche-Comté

REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué au sein du Laboratoire Mécatronique-3M, Méthodes, Modèles et Métiers (**M3M**), unité de recherche de l'Institut de Recherche sur les Transports, l'Energie et la Société (**IRTES**) maintenant devenu le Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne (**ICB**) et a nécessité une contribution importante de tous ses acteurs. Je leur dois beaucoup. C'est grâce à eux que cette recherche a pu être menée à son terme avec le soutien du gouvernement Irakien qui a financé en octroyant une bourse.

Tout d'abord, j'exprime particulièrement toute ma gratitude à Monsieur **Kokou-Esso ATCHOLI**, mon directeur de thèse. Il a réussi à me convaincre de m'investir jusqu'aux résultats que l'on voit à présent, et ce n'était pas une mince affaire.

Je remercie vivement Monsieur **Remy LACHAT** co-encadrant de la thèse. Il a apporté un soutien scientifique constant à mon travail de recherche. Sa disponibilité et ses conseils avisés ont permis d'aplanir bien des difficultés. Je lui dois beaucoup et notamment sa connaissance dans le domaine des matériaux composites.

je souhaite exprimer mes remerciements à **Mme Dominique CHAMORET** et **M.Gustave SOME** pour leur aide, conseil et assistance dans l'utilisation du logiciel ANSYS tout au long de cette étude.

Je tiens à remercier **M.CREAC'HCADEC** et **M.ASSIH** d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce mémoire de thèse en apportant leurs remarques et critiques constructives. Je tiens également à remercier tout les membres de jury pour leur contribution à cette présentation scientifique.

je remercie mes collègues **SOULAMA S., TRAORE B., LOBBE J., LARIQUE M.** et **MAYSSE J.** pour m'ont encouragé et aidé en français.

Je remercie chaleureusement tous les membres de ma famille (mes frères, mes sœurs) et mes amies. Ils m'ont été d'un grand support dans tous les moments difficiles. Enfin, j'exprime toute ma gratitude à mon épouse **Manal** et mes enfants (**Haider, Hawraa, Tbarek, Mohammed et Rehf**) pour leurs amours, patiences et réconforts dans l'accomplissement de ce travail.

SOMMAIRE

1	Introduction	1
1.1	General Introduction in english	1
1.2	Introduction générale en Français	6
1.2.1	Contexte	6
1.2.2	Problématique	6
2	Etude bibliographique	9
2.1	Introduction	9
2.2	Renforts végétaux	10
2.2.1	Avantages et inconvénients des fibres végétales	10
2.2.2	Classification des fibres	11
2.2.3	Le chanvre	12
2.2.3.1	Constituants et Structure mécanique	13
2.2.3.2	Compositions chimiques	17
2.2.3.3	Constituants de la tige du chanvre	20
2.2.3.4	Extraction des fibres du chanvre	21
2.2.3.5	Les fibres de chanvre	22
2.2.3.6	La chènevotte	25
2.2.4	Traitement sur les fibres végétales	28
2.2.4.1	Le traitement thermique	28
2.2.4.2	Le traitement au plasma	28
2.2.4.3	Les agents de couplage	28

2.2.4.4	La copolymérisation par greffage	29
2.2.4.5	Le traitement au permanganate de potassium	29
2.2.4.6	Le traitement Peroxyde	30
2.2.4.7	Le traitement Alkali de fibre végétale, ou le Mercerisage	30
2.2.4.8	Le traitement Acétylation, ou l'Estérification	30
2.3	Matrice polymérique	32
2.3.1	Thermodurcissables	32
2.3.2	Thermostables	33
2.3.3	Thermoplastiques	33
2.3.3.1	Polystyrène (PS)	34
2.3.3.2	Recyclage du polystyrène expansé	34
2.4	Agro-composites pour les bâtiments	38
2.4.1	Mise en œuvre d'un composite agro-thermoplastique	39
2.4.1.1	Mise en forme à froid	40
2.4.1.2	Thermoformage	40
2.4.2	Comportement et performances mécaniques	41
2.4.2.1	Influence de la compressibilité	41
2.4.2.2	Influence de la porosité	43
2.4.2.3	Influence de recyclage	46
2.5	Composites en forme Sandwich	46
2.5.1	Comportement mécanique d'une structure sandwich	48
2.5.1.1	Comportement mécanique d'un sandwich simple en flexion trois points	49
2.6	Conclusion	52
3	Matériaux Etudies et Techniques Utilisées	53
3.1	Matières premières	53

3.1.1	Chanvre	53
3.1.1.1	La chènevotte (copeau de chanvre)	53
3.1.1.2	Fils simples et Tissus de chanvre	54
3.1.2	Polystyrène Expandé recyclé	56
3.1.3	Acétone	58
3.2	Méthodes de fabrication des composites	58
3.2.1	Composite à 100% de Chènevotte (sans liant)	58
3.2.2	Composites de chènevotte avec une matrice de polystyrène	59
3.2.3	Composite de fil simple et de tissu de chanvre	62
3.3	Processus de thermoformage	63
3.3.1	Température	64
3.3.2	Durée de thermoformage	65
3.3.3	Pression	66
3.4	Essais physique et mécanique	67
3.4.1	Temps de malaxage et d'évaporation de l'acétone	67
3.4.2	Densité et porosité des composites	67
3.4.2.1	Densité des composites	68
3.4.2.2	Porosité des composites	68
3.4.3	Absorption d'eau et gonflement	68
3.4.4	Essai de flexion 3 points	68
3.4.5	Analyse Thermogravimétrique (TGA)	70
3.4.6	Analyse microscopique	70
3.5	Conclusion	71
4	Résultats expérimentaux et Discussions	73
4.1	Introduction	73

4.2	Composite à 100% de Chènevotte (sans liant)	74
4.2.1	Densité et Compressibilité de la chènevotte	74
4.2.2	Contrainte de flexion 3 points	76
4.2.3	Analyse thermogravimétrique	77
4.2.4	Absorption d'eau	79
4.2.5	Analyse microscopique	80
4.2.6	Conclusion	81
4.3	Composite de chènevotte et de polystyrène expansé recyclé.	82
4.3.1	Evaporation de l'acétone de la pâte de polystyrène	83
4.3.2	Densité et porosité des composites	84
4.3.3	Résistance à la flexion 3 points et module d'élasticité	88
4.3.4	Effet de l'acétone sur le composite	91
4.3.5	Analyse thermogravimétrique	92
4.3.6	Conclusion	93
4.4	Composite à 60% de chènevotte avec 40% de pâte de polystyrène	95
4.4.1	Densité et porosité du composite	95
4.4.2	Contrainte à la flexion 3 points	97
4.4.3	Absorption d'eau	98
4.4.4	Etude microscopique	100
4.4.5	Conclusion	101
4.4.6	Modèle de la compressibilité.	102
4.5	Composite de fil simple et de tissu de chanvre	107
4.5.1	Caractérisation des propriétés du fil simple et du fil issu de tissu	108
4.5.2	Contrainte à la flexion 3 points des composites Unidirectionnelle (UD) et Bidirectionnelle (BD)	111

4.5.3	Effet de la pression sur un composite à base de 60% de tissu de chanvre et 40 % de pâte de Polystyrène.	114
4.5.4	Etude microscopique	115
4.5.5	Conclusion	116
5	Optimisation d'une structure Sandwich	117
5.1	Introduction	117
5.2	Choix de la modélisation	118
5.3	Sandwich et ses constituants	118
5.3.1	Choix des Peaux	119
5.3.2	Choix de l'âme	120
5.3.3	L'adhésion	121
5.4	Réalisation et caractérisation des Sandwichs tri-couches	121
5.4.1	Réalisation des sandwichs	121
5.4.1.1	Sandwich simple avec âme à 100% de chènevotte	121
5.4.1.2	Sandwich simple avec âme de 60% chènevotte	122
5.4.2	Résistance à la flexion	124
5.4.2.1	Sandwich simple avec âme à 100% de chènevotte	124
5.4.2.2	Sandwich simple avec âme de 60% chènevotte	127
5.4.3	Simulation numérique	129
5.4.3.1	Sandwich simple avec âme de 100% chènevotte thermoformé à 20 MPa	130
5.4.3.2	Sandwich simple avec âme de 60% chènevotte sans thermoformage	132
5.4.3.3	Sandwich simple avec âme de 60% chènevotte thermoformé à 0,5 MPa	134

5.4.3.4	Sandwich simple avec âme de 60% chènevotte thermo- formé à 2,5 MPa	136
5.4.3.5	Sandwich simple avec âme de 60% chènevotte thermo- formé à 5 MPa	138
5.4.3.6	Sandwich simple avec âme de 60% chènevotte thermo- formé à 20 MPa	140
5.4.4	Comparaison des résultats expérimentaux avec la simulation numérique	142
5.5	Bloc de construction pour le bâtiment	143
5.5.1	Simulation numérique du processus	144
5.5.2	Évaluation des propriétés en fonction du processus de fabrication .	147
5.6	Conclusion	149
6	CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	151
6.1	Conclusion générale	151
6.2	Perspectives	154
7	Contribution	155
7.1	List des contributions	155
7.2	Détails de la contribution	156

INTRODUCTION

1.1/ GENERAL INTRODUCTION IN ENGLISH

This research is marked by the emergence of environmental issues, which explains the recent increase in the use of bio-based materials to manufacture polymer-matrix composites.

France is the leading producer of hemp in Europe. The stem of the hemp plant consists of two components : the hemp fibers, which are used industrially to make yarn (single and tissue), and the hemp shive particles, which, because they are considered an agricultural waste after fiber extraction, should be utilized for manufacturing purposes as well.

Plastic waste takes up significant volume and pollutes the environment due to its non-biodegradability. Of all the many types of plastics wastes, expanded polystyrene represents the worst negative impact on the environment due to its low price, which leads to high commercial production, and its light weight, which causes few companies to be interested in recycling it. These two factors can lead to an enormous increase in the volume of expanded polystyrene waste in landfills. Therefore, an effective recycling process must be adopted to reduce this expanded volume.

The concept of a composite material is to obtain, from two or more components, a new material of improved properties. Three main steps are involved in the design of a composite material : the raw materials, the manufacturing process, and the final product (Figure 1.1), as well as the following three essential parameters :

1. **Ecology**, which relates to the biodegradable and recyclable characteristics of the product.
2. **The properties of the product**, which are a function of the properties of each

component and the manufacturing process.

- 3. The price**, which is a very flexible parameter because it depends on many sub-factors.

The aim of this study is to explore the possibilities of developing new composites from hemp waste and recycled expanded polystyrene with an anticipated use in the building sector. Therefore, the objective is to manufacture a material as an alternative to the traditional multilayers (wall) used in construction. The production of a composite material involves three main factors : the choice of the raw materials, the choice of the elaboration process, and the evaluation of the physical and mechanical properties of the final product. To achieve these objectives, the following approach was adopted :

First, a literature review was conducted. This review discusses the concepts of composite materials, as well as much of the research that has been conducted in the field.

Second, the raw materials were chosen (wastes) and prepared, and an evaluation of their physical and mechanical properties was presented.

Next, the manufacturing and the characterization of various composites were examined to evaluate the influence of the manufacturing parameters on the physical and mechanical properties of the composites.

Then, the use of the abovementioned composites made it possible to produce a sandwich material, the mechanical properties and the elaboration parameters of which were evaluated and validated by a model of numerical simulation of finite elements (Microsoft ANSYS). The results obtained were discussed in each part.

Finally, a general conclusion on the overall results and the prospects for further work concludes this study.

The raw materials in this study are :

- 1. The thermoplastic matrix.**

The greatest challenge of the recycling process is obtaining high quality recycled plastic. The need for high purity and compatibility between the different types of plastic required us to pass through many steps (collection, sorting, chipping, washing and pelleting). Several researchers have suggested dissolving the expanded polystyrene waste with many organic solvents in order to economically satisfy the collection step from the point of view of waste management. Doing this can also separate the polystyrene from the other types of plastics, labels, oils, colors, etc.

Acetone was chosen because it has low health hazards and is quite solvent, able to reduce the volume of the EPS by 98.5 %. This choice enabled us to eliminate most of the recycling steps, especially for EPS waste. In addition, acetone can be recycled and reused due to its volatility and its immiscibility with water. However, there were problems with recycling acetone : the heating or vacuum distillation processes increased the volume of acetone gas bubbles, and the hardening process at ambient temperature took about 21 days and created many small gas bubbles. Therefore, it was necessary to mix this polystyrene solution with absorption reinforcement material.

- 2. The hemp yarn and hemp shive particles.** The hemp fiber and hemp shive particles were chosen because they are very hydrophilic substances by nature. In addition, the hemp shive particle contains about 78% air voids, which represents a good refuge chamber for the acetone. These particles represent an industrial waste after the extraction of hemp fiber. These materials will absorb the acetone from the fresh polystyrene paste and reduce the hardening time (acetone evaporation) from 21 days to 1 day at the ambient temperature.

The process of recycling expanded polystyrene and mixing it with hemp fiber or hemp shive particles produced a lightweight thermoplastic composite of good mechanical properties, and the thermoforming process further improved the mechanical properties of this composite. The fresh dissolved expanded polystyrene (DisEPS) paste enveloped the hemp shive particles and the particles tried to absorb the acetone and attract the polystyrene during the mixing process. Equally important, the expanded gas bubbles inside the fresh DisEPS paste pushed the polystyrene to contact the particles' surface. This phenomenon would modify the compounding and the mechanical interlocking between the particles and the polystyrene matrix. By using the thermogravimetric analysis test, it was determined that the residual amount of acetone that was trapped inside the matrix after the thermoforming process was about 3.82 - 5.02 %.

In order to investigate the optimum mix proportion, we prepared all the mixtures of more than 40% hemp shive particles and thermoformed them at a pressure of 20 MPa. The optimum mix proportion was 60% hemp shive particles with DisEPS and 70% hemp shive particles with ground expanded polystyrene (GrEPS). The GrEPS was prepared to investigate the acetone effect and to obtain a thermoplastic composite of minimum polystyrene content. In addition, the theoretical resistance of the composites (without voids) were cal-

culated to estimate the mechanical properties of hemp shive particles. The results were a modulus of rupture of about 81 MPa and a modulus of elasticity of about 7.4 GPa. The void contents were calculated by comparing the experimental apparent density with the theoretical density (according to the rule of mixture) of each composite mix proportion. We clearly observed that the intra-particle porosity increased proportionally when the hemp shive particles were increased in the composite, but the voids increased dramatically after the mix proportion of maximum density value was reached because the matrix was not sufficient to fill all the inter-particle porosity.

After determining the best mix proportion, we studied the effect of thermoforming pressure on the density (void contents) and the mechanical properties of the composite of 60% hemp shive particles. The non-thermoformed composite had a minimum density, and then the density jumped due to temperature effects with a light pressure of 0.5 MPa. This behavior can be explained by the collapse of the small gas bubbles inside the matrix. After that, the density increased more and more when the manufacturing pressure was increased because the hemp shive particles are very compressible materials. Just like the density, the modulus of rupture and the modulus of elasticity increased when the composite was thermoformed at 130°C. The pressure represents the second principle factor of modifying the mechanical properties when reducing the porosity of the composite.

In order to increase the mechanical properties and the thermal performance, and to reduce the volume percentage of the polystyrene in the composite, the sandwich concept with special architect form was chosen. Using this method, the exterior layer of hemp yarn composite improved the mechanical properties, while the hollow core layer of hemp shive composite modified the thermal performance and reduced the polystyrene percentage in the total volume.

In fact, through the thermoforming process of the architect sandwich form, the composite of hemp shive particles in the overlap positions between steel laminate will get more pressure. Therefore, the mechanical properties will be modified while the composite around the empty hole will get less pressure so it will contain much of its porosity. If we would like to use this sandwich material as a brick with a resistance of 10 to 20 MPa, like the concrete bricks used for bearing wall construction, we must manufacture this composite at a thermoforming pressure of 2.5 MPa. The good mechanical and thermal properties will make it a great building material as an alternative to the traditional multi-layers wall as shown in the picture. This sandwich has less than 20% of polystyrene in the total volume

and it is fully recycled material.

In this study we proposed another solution to reducing the polystyrene percentage in the total volume of the sandwich, which is by using a composite of 100% hemp shive in the core layer. However, this sandwich has a density of more than 1.2 and must be kept far away from direct contact with water.

1.2/ INTRODUCTION GÉNÉRALE EN FRANÇAIS

1.2.1/ CONTEXTE

Le contexte actuel est marqué par une émergence des questions environnementales, c'est ce qui justifie de plus en plus l'utilisation des fibres végétales dans l'élaboration des matériaux composites à matrice polymérique. La France est le premier producteur de chanvre en Europe. La tige de la plante de chanvre est constituée de deux composants : les fibres qui sont déjà utilisées industriellement pour fabriquer des fils simples et des tissus de chanvre, et la chènevotte qui est le déchet après l'extraction de la fibre.

Les déchets plastiques inondent et polluent notre environnement. De tous ces déchets plastiques, le polystyrène expansé est celui qui a le plus fort impact négatif sur l'environnement, en raison de son faible prix et de sa grande production commerciale. Ceci a pour conséquence, une augmentation énorme du volume de déchets de polystyrène expansé dans les décharges. De plus, peu d'entreprises de recyclage s'y intéressent.

1.2.2/ PROBLÉMATIQUE

Le concept d'un matériau composite est d'obtenir à partir de deux ou plusieurs composants un nouveau matériau avec des propriétés améliorées. Trois étapes principales entrent en jeu dans la conception d'un matériau composite : la matière première de base, le procédé de fabrication et le produit final (figurer 1.1). A cela s'ajoutent trois paramètres essentiels :

1. **L'écologie**, qui a trait aux caractères biodégradables et recyclable du produit.
2. **Les propriétés d'utilisation**, qui sont fonctions des propriétés de chaque composant et du procédé de fabrication.
3. **Le prix**, qui est un paramètre très flexible et qui dépend de nombreux sous-facteurs. Dans ce travail, le choix s'est porté sur l'utilisation des déchets comme matières premières à valoriser.

L'objet du présent travail consiste à explorer les possibilités de développement de nouveaux matériaux composites, à partir des déchets de chanvre et de polystyrène expansé recyclé avec comme utilisation escomptée des applications dans le secteur du

bâtiment.

L'objectif est de fabriquer un matériau alternatif aux multicouches traditionnelles utilisées dans la construction. La fabrication d'un matériau composite fait appel à trois facteurs principaux qui sont :

- 1. Le choix des matières premières.**
- 2. Le choix du procédé d'élaboration.**
- 3. L'évaluation des propriétés physiques et mécaniques du matériau élaboré.**

Pour atteindre ces objectifs dans la présente étude, la démarche suivante a été adoptée : Premièrement, une étude bibliographique a été menée. Elle présente et décrit les concepts sur les matériaux composites ainsi que les travaux réalisés dans le domaine.

Deuxièmement, la préparation des matières premières et l'évaluation de leurs propriétés physiques et mécaniques ont été présentées.

Ensuite, l'élaboration et la caractérisation des différents composites permettront d'évaluer l'influence des paramètres du procédé de fabrication sur les propriétés mécaniques et physiques.

L'utilisation des composites obtenus permettra de réaliser un matériau sandwich dont les propriétés et les paramètres d'élaboration seront évalués et validés par un modèle de simulation numérique par éléments finis (code ANSYS). Les résultats obtenus seront discutés dans chaque partie.

Enfin, une conclusion générale sur l'ensemble des résultats et les perspectives pour la suite des travaux viennent clore cette étude.

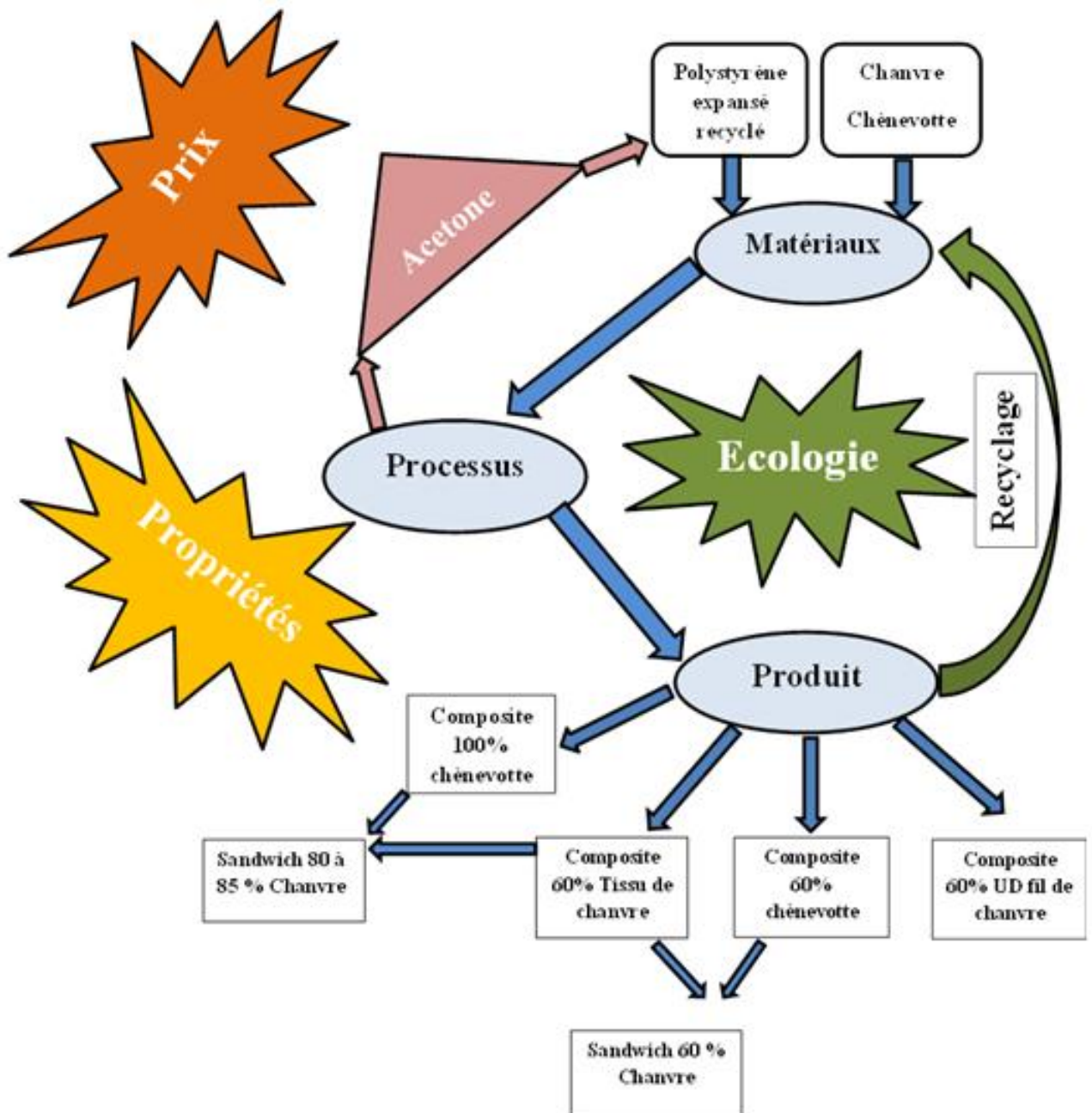


FIG. 1.1: schéma représentant les matériaux, le processus et les produits dans cette thèse.

ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

2.1/ INTRODUCTION

Ce chapitre est divisé en quatre parties. La première partie, sont présentés la fibre de chanvre et ses résidus après l'extraction (chènevotte), ses propriétés chimiques, ses propriétés mécaniques, et son extraction . La deuxième partie, décrit les polymères thermoplastiques, leurs propriétés, leur recyclage et plus particulièrement le polystyrène expansé. La troisième partie présente les techniques utilisées pour la mise en œuvre des composites à matrice thermoplastiques renforcées par des fibres végétales, en particulier le procédé de thermoformage. La dernière partie est consacrée au concept du sandwich qui permet d'améliorer simultanément les propriétés mécaniques et thermiques. La figure 2.1 représente les principaux matériaux associés pour fabriquer les composites.

Dans cette étude, notre choix s'est porté sur le polystyrène comme matrice et le chanvre comme renfort pour fabriquer notre composite.

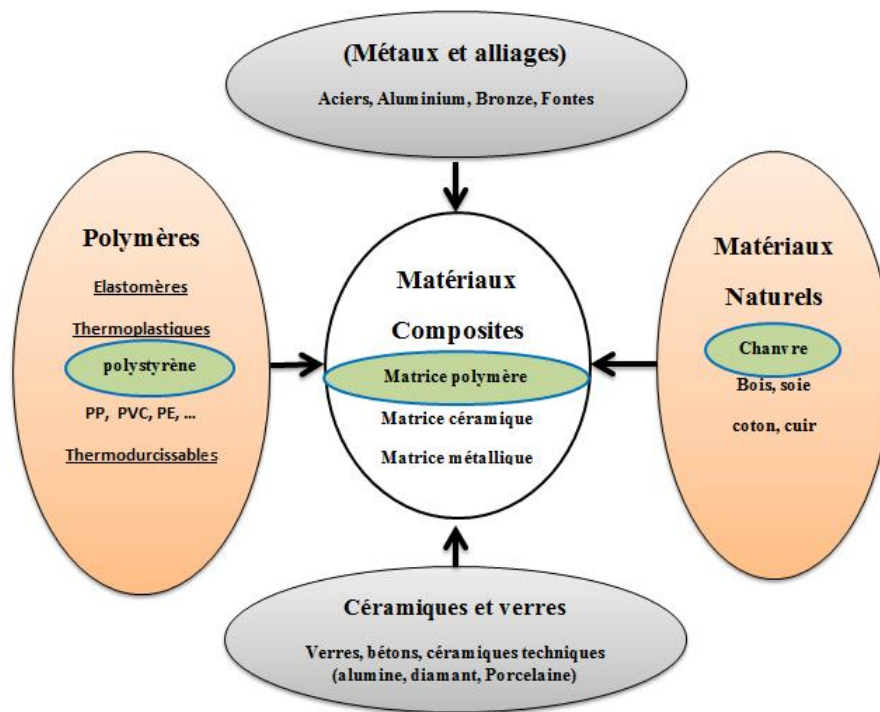


FIG. 2.1: compositions des matériaux composites.

2.2/ RENFORTS VÉGÉTAUX

Les matériaux végétaux sont composés majoritairement de cellulose, d'hémicellulose, de lignine, de pectine [Jodin et al., 1994] [Neto et al., 1996], et de faible quantité de matière protéique, de matière minérale et de lipide [Rowell, 1998]. Les proportions de ces différents composants dépendent de plusieurs facteurs comme la croissance, l'espace et les organes de la plante [Neto et al., 1996] [Nishimura et al., 2002] [Ververis et al., 2004] [Nenonene, 2009]. Cela explique pourquoi, pour une même plante, on ne retrouve pas les mêmes propriétés sur des échantillons différents. Ces propriétés sont aléatoires.

2.2.1/ AVANTAGES ET INCONVÉNIENTS DES FIBRES VÉGÉTALES

Les fibres végétales ont des avantages très intéressants qui les rendent attractives pour la fabrication des composites. Mais elles ont aussi quelques inconvénients comme on peut le voir dans le tableau 2.1 .

TAB. 2.1: avantages et inconvénients des fibres végétales [Ilczyszyn, 2013].

Les avantages	Les inconvénients
Faible coût	Fort comportement hydrophile
Propriétés mécaniques spécifiques importantes	Faible stabilité dimensionnelle
Biodégradabilité	Biodégradabilité
Non abrasif et non toxique	Faible tenue thermique ($\leq 230^{\circ}C$)
Bilan CO_2 faible	Comportement anisotrope
Demande peu d'énergie pour être produit	Variation de la qualité dépendant des conditions de croissance de la plante
Pas de résidu après incinération	Demande un contrôle pour une application industrielle
Non irritant lors de la manipulation des fibres	Renfort discontinu
Bonne isolation thermique et acoustique	
Ressource renouvelable et lutte contre les changements climatiques	
Faible densité	

2.2.2/ CLASSIFICATION DES FIBRES

Dans la classification générale des fibres de renfort (figure 2.2), il y a des fibres artificielles (carbone, verre, etc.) pour des applications spécifiques et des fibres naturelles. Les fibres naturelles sont écologiquement et économiquement préférables. On peut les répartir en trois familles [John et al., 2008] :

1. **Les fibres végétales** qui sont lignocellulosiques.
2. **Les fibres animales** qui sont constitués des protéines.
3. **Les fibres d'origine minérale.**

Dans la famille des fibres végétales, les fibres peuvent être classées en fibres de tige (chanvre, kénaf, lin, jute, etc.), de feuille (sisal, abaca, etc.), de graine (coton, kapok, etc.) et de fruit (noix de coco)[Nenonene, 2009] [Youngquist et al., 1994] [Drzal et al., 2004].

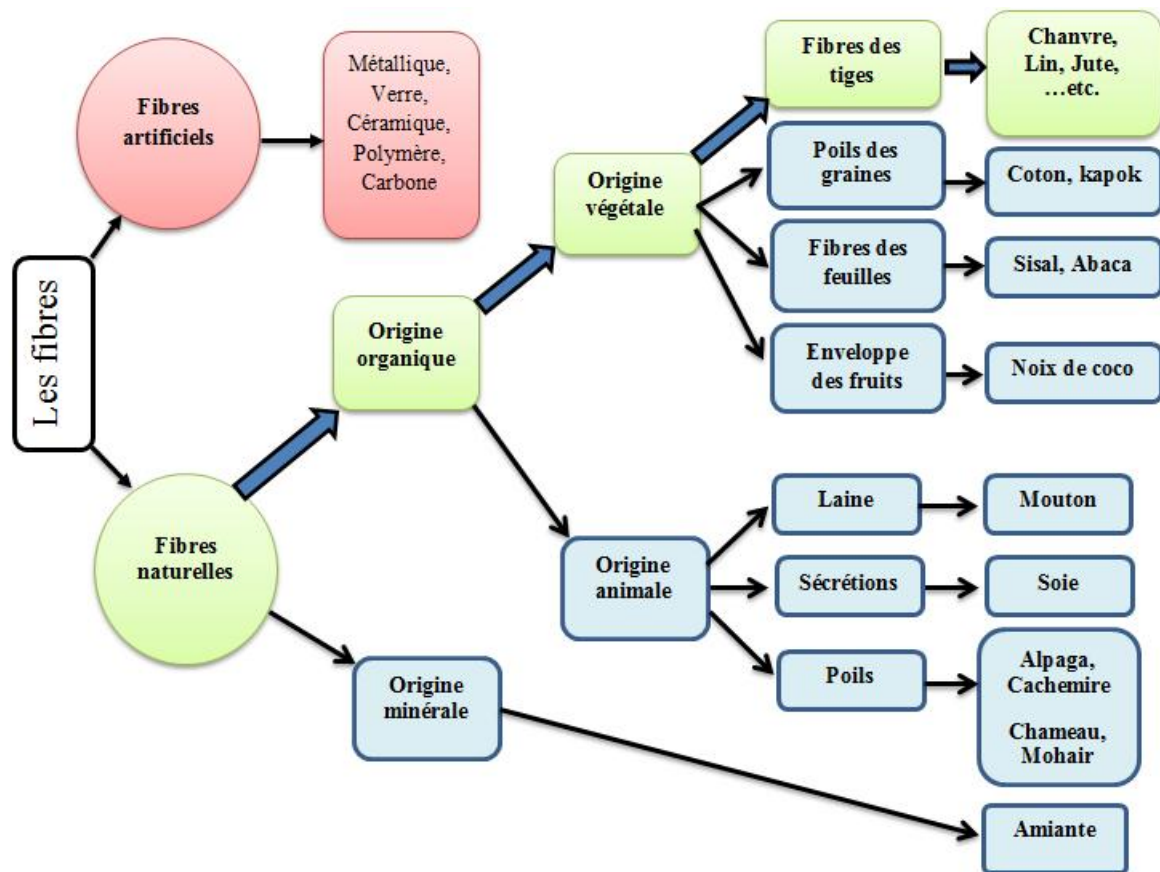


FIG. 2.2: différents types des fibres naturelles et artificielles. Les grosses flèches (\Rightarrow) représentent le chemin de notre étude.

2.2.3/ LE CHANVRE

Le chanvre (*cannabis sativa*) est cultivé depuis le néolithique pour la résistance de ses fibres, ses vertus médicinales et ses graines oléagineuses. Cette résistance aux maladies et aux parasites lui procure de nombreux intérêts agronomiques et environnementaux. Il se développe sans entretien de mai à août et sans utilisation d'aucun pesticide.

La France est le premier pays européen producteur de chanvre et troisième mondial. La surface cultivée est d'environ 9000 ha. D'après les données de la FAO, la production mondiale de chanvre est passée de 50000 tonnes en 2000 à 90000 tonnes en 2005 [Bouloc, 2006]. Cela explique l'intérêt manifestée pour l'utilisation de cette plante.

En France, la Franche Comté, la Champagne-Ardenne et la Lorraine sont les principales productrices de chanvre. Cette culture est également développée en Normandie et en Midi-Pyrénées [Magniont, 2010]. L'abondance et la disponibilité de cette culture en Franche Comté explique notre intérêt pour l'utilisation de cette plante dans notre étude.

Le développement actuel de nouveaux composites offre des perspectives intéressantes dans des marchés comme le bâtiment et la plasturgie [Chamoïn, 2013].

Les fibres sont utilisées dans la papeterie, dans le bâtiment (isolation avec des laines de chanvre), dans les textiles et dans les composites.

La plante de chanvre est composée de 32% de fibres, 42% de chènevotte, 18% de poudres et de moelle, et 8% de grains. Tous les différents constituants de cette plante peuvent être valorisés dans plusieurs domaines d'activités (figure 2.3). Le cœur de la tige, la chènevotte, est employée dans le bâtiment et pour les litières animales. Les graines sont utilisées pour l'alimentation et pour les cosmétiques [Ilczyszyn, 2013].

Du fait des multiples possibilités d'utilisation de tous ses composants, le chanvre est donc très dynamique dans le cadre du développement durable.

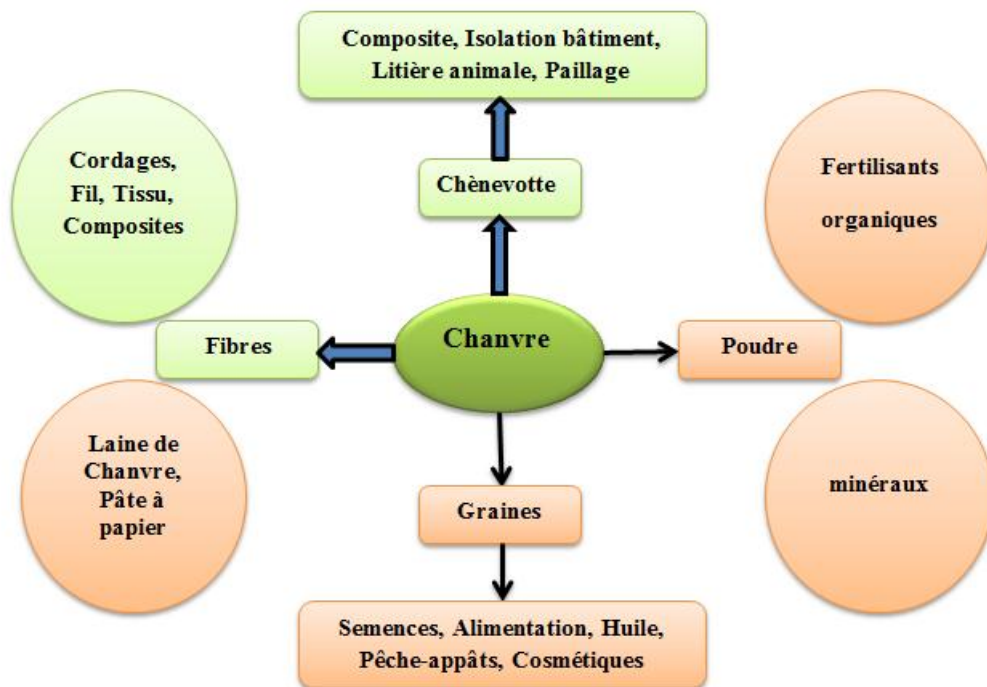


FIG. 2.3: applications des différentes parties du chanvre et les grosses flèches (⇒) représentent le chemin de notre étude.

2.2.3.1/ CONSTITUANTS ET STRUCTURE MÉCANIQUE

Les fibres végétales sont caractérisées par différentes classifications de leurs propriétés qui dépendent de l'origine, de la composition organique, de l'espace de culture, du degré de polymérisation et des défauts structuraux [Mott et al., 1996] [Charlet et al., 2006]

[Nenonene, 2009]. Les trois paramètres de base qui permettent de caractériser les comportements mécaniques d'une fibre naturelle sont la teneur en cellulose par rapport aux autres composants (tableau 2.2) [Vignon et al., 1995], l'angle de spirale des microfibrilles et les défauts structuraux.

TAB. 2.2: compositions chimiques de fibre du chanvre et de chènevotte.

Composant	Cellulose	Hémicelluloses	Pectines	Lignines	Cires	Protéines
Fibre de chanvre	55%	16%	18%	4%	1%	2%
Chènevotte	44%	18%	4%	28%	1%	3%

En général, la résistance à la traction d'une fibre unitaire augmente avec le taux de cellulose et diminue avec l'angle spirale des microfibrilles. La variété dans la structure végétale est très grande. L'assemblage des fibrilles est composé de plusieurs couches de celluloses (S1, S2, S3) (figure 2.4) reliées par des hémicelluloses, des pectines et des lignines. La fibre végétale représente donc en elle-même un composite dans lequel les renforts sont les microfibrilles cellulosiques en partie cristalline enrobées par une matrice amorphe [John et al., 2008] [Bledzki et al., 1996].

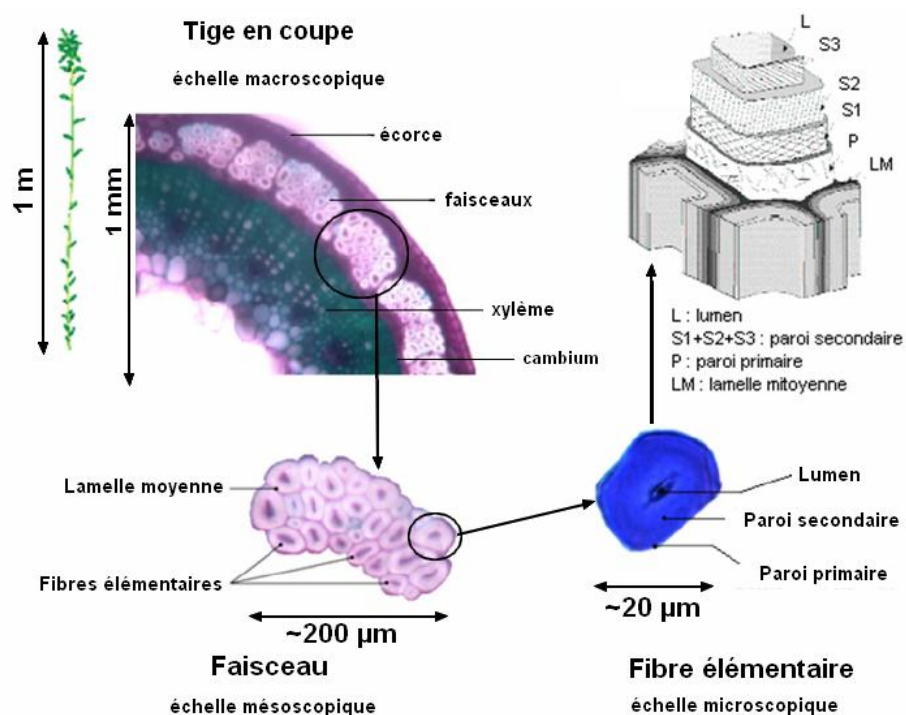


FIG. 2.4: structure de tige de plante, fibre unitaire et parois de la microfibrille [Charlet et al., 2006].

1. La teneur en cellulose

La fibre de chanvre comme les autres types de fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre. Ces parois sont aussi superposées dans le sens radial. Ces différentes parois (la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire) bordent un lumen vide de diamètre variable suivant le type, l'espace de culture et l'âge de la fibre. La lamelle mitoyenne et la paroi primaire jouent le rôle de colle entre les fibres unitaires. La paroi primaire possède une épaisseur d'environ ($0,2 \mu\text{m}$), et est constituée essentiellement de lignine et pectine [Bouzouita, 2011]. La paroi secondaire représente quant à elle la partie la plus grande dans la fibre. Elle a une épaisseur de ($10 \mu\text{m}$). Cette paroi est divisée en trois couches : S1, S2, S3 (Figure 2.5) de compositions chimiques différentes [Roudier, 2012]. On remarque que la cellulose est plus concentrée dans la deuxième couche, S2, de la paroi secondaire. La couche S2 a aussi une épaisseur plus importante que les couches S1 et S3.

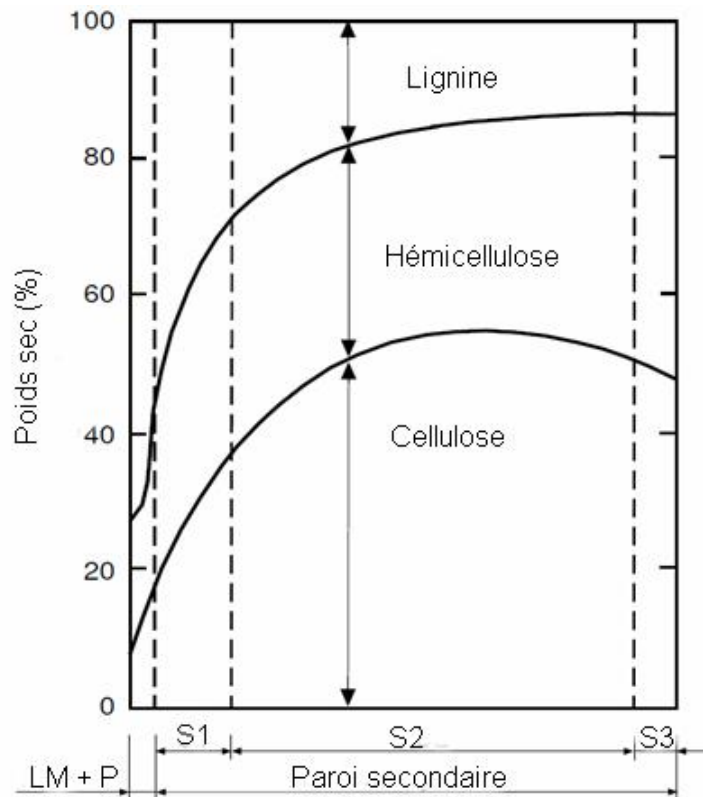


FIG. 2.5: compositions des parois cellulaires d'une fibre de bois [Panshin et al., 1970].

2. L'angle de microfibrilles

Les microfibrilles prennent une position spirale dans la couche. L'angle entre les microfibrilles et le sens de la fibre représente un facteur très important pour définir les propriétés mécaniques des fibres végétales [McLaughlin et al., 1980]. Plus cet angle est faible plus les propriétés sont bonnes comme on peut le voir dans la figure 2.6. Pour la fibre de chanvre cet angle est entre 2 à 6,2 degrés [Bouzouita, 2011].

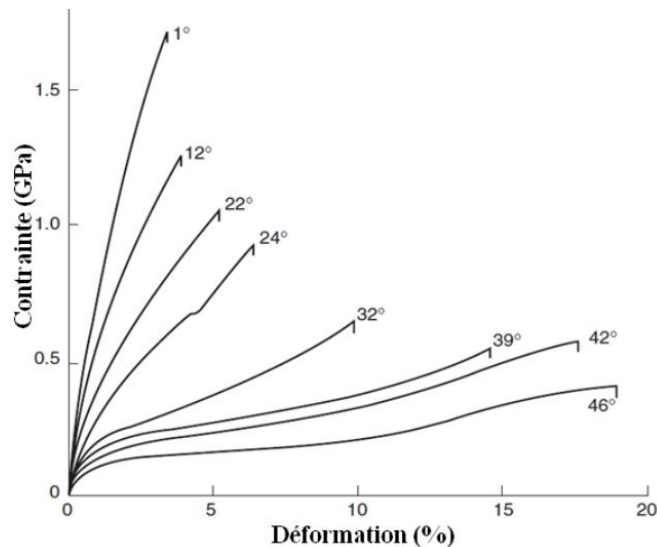


FIG. 2.6: courbe contrainte-déformation de la fibre unitaire de bois avec différents angles de microfibrilles [Page et al., 1983]

3. Les défauts structuraux

Les défauts naturels sur la fibre végétale (figure 2.7) sont des conséquences de la grande variabilité des compositions chimiques, des morphologies et des sollicitations mécaniques [Shaler et al., 1997] [Charlet et al., 2006]. Ces défauts surviennent en réponse aux différentes contraintes intervenues pendant la vie des plantes.

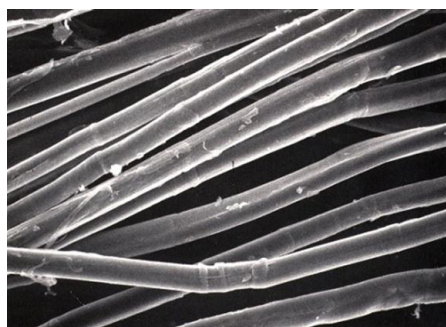


FIG. 2.7: défauts structuraux sur des fibres de lin.

2.2.3.2/ COMPOSITIONS CHIMIQUES

Dans la même espèce et le même type de fibre, les compositions chimiques dépendent du degré de maturité de la plante [Morrison Iii et al., 1999]. Le Tableau 2.3 montre les compositions chimiques des fibres de chanvre et de quelques autres fibres les plus utilisées [Mohanty et al., 2005]. Les fibres végétales sont principalement constituées de cellulose, hémicellulose, pectine et lignine. Mais en raison de leur caractère hydrophile, il y a des proportions d'humidité qui peuvent être parfois élevées suivant la saison et la provenance de la fibre.

TAB. 2.3: compositions chimiques des quelques types de fibres végétaux.

les composants	Jute	lin	chanvre	Kènaf	Sisal	Coton
Cellulose	61-71	71-75	70,2-74,4	53-57	67-78	82,7
Hémicellulose	13,6-20,4	18,6-20,6	17,9-22,4	15-19	10-14,2	5,7
Lignine	12-13	2,2	3,7-5,7	5,9-9,3	8-11	-
Pectine	0,2	2,2	0,9	-	10	-
Autres	-	3,8	6,1	7,9	1	-
Cires	0,5	1,7	0,8	-	2	0,6
Teneur d'eau	12,6	10	10,8	-	11	-

1. Les celluloses

La cellulose constitue le matériau le plus abondant sur notre planète. Il s'agit d'un polysaccharide homopolymère linéaire [Bouzouita, 2011]. L'agencement supramoléculaire de sa structure cristalline lui donne une propriété mécanique élevée [Roudier, 2012]. Il y a plusieurs types de cellulose (I, II, III et IV) qui sont fonctions de leur géométrie. L'unité structurale de la cellulose $(C_6H_{10}O_5)_n$ est appelée la cellobiose (figure 2.8).

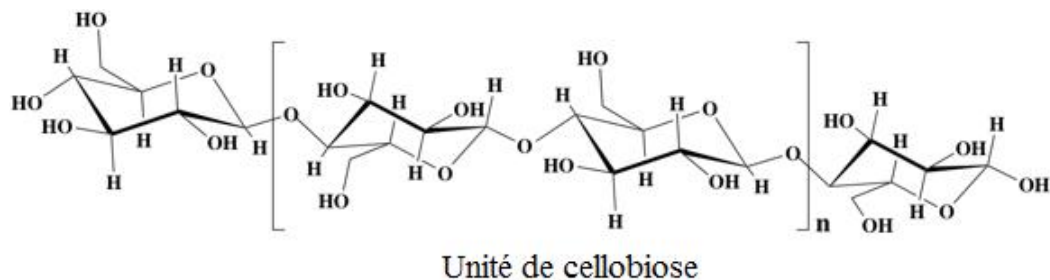


FIG. 2.8: structure moléculaire de la cellulose.

Le taux de cristallinité constaté dans la cellulose est de l'ordre de 80%. Cette

valeur n'est pas fixe et dépend de l'espace de culture, de la position de la fibre dans la plante, de la méthode d'extraction et des traitements physiques et chimiques [Rowell et al., 2000]. La cellulose est un bio-polymère semi-cristallin. La température de la transition vitreuse de l'amorphe cellulose est située au-delà de 200°C. Cette valeur ne peut pas être connue de façon précise car la cellulose, ainsi que les autres constituants de la fibre, se dégradent thermiquement à partir de 180°C. La température de fusion des zones cristallines n'est donc pas accessible car elle est située au-delà de la température de dégradation [GENEAU, 2006]. Les groupes hydroxyles (OH) sont impliqués dans la formation de liaison intra et inter chaînes de cellulose et confèrent à celle-ci ses propriétés mécaniques. La forte densité de liaison hydrogène entre les chaînes permet une orientation des zones cristallines et empêche la pénétration de solvants. Cependant, les zones cristallines possèdent des densités plus élevées que les zones amorphes. Elles sont donc plus résistantes à l'eau. En revanche, les zones amorphes possèdent moins de liaisons hydroxyles entre-chaînes et peuvent réagir avec les molécules de l'eau [Walker, 2006]. La cellulose est résistante aux fortes solutions basiques, mais elle est facilement hydrolysée par les solutions acides. De nombreux groupements hydroxyles peuvent donc réagir avec différents composés chimiques (mélanges d'acides sulfurique et nitrique, anhydride acétique en présence d'un catalyseur, oxyde d'éthylène, oxyde de propylène, etc.) pour acquérir de nouvelles propriétés [Thomas et al., 2011].

2. Les hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des polymères à chaînes courtes, amorphes, fortement hydrophiles. Ces bio-polymères diffèrent des celluloses par leur multiple variété de saccharide. L'hémicellulose est responsable de la sensibilité des fibres à l'humidité (groupe hydroxyle). Cette humidité est à l'origine de la dégradation de la fibre. En effet, elle attire les champignons, lesquels vont transformer le glucose en acide organique, qui va ensuite servir d'alimentation aux bactéries, accélérant ainsi le processus de dégradation [Gu, 2007]. Elle se dégrade thermiquement à des températures plus faible, 150 à 180°C, que la cellulose, 200 à 230°C [Madsen, 2004]. Cette constatation est confirmée par les travaux que nous avons réalisés par l'analyse thermogravimétrique (TGA) (figure 4.5).

3. La lignine

La lignine constitue, après la cellulose, le deuxième matériau d'ori-

gine végétale le plus abondant sur la planète, avec une proportion moyenne de 20% dans les matières lignocellulosiques [GENEAU, 2006]. La lignine est un biopolymère de structure très complexe constitué d'éléments aliphatiques et aromatiques (figure 2.9).

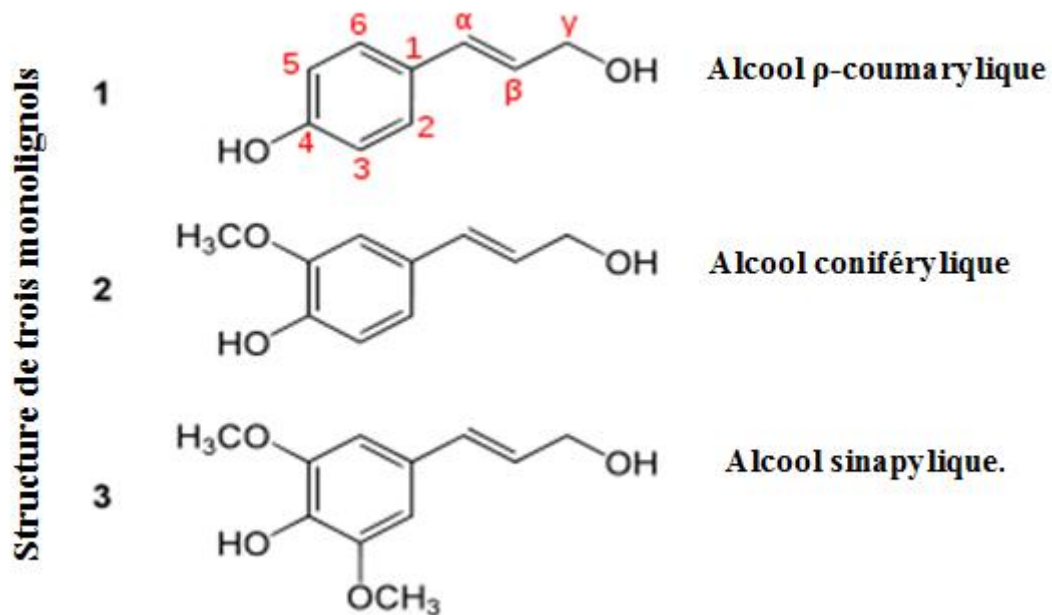


FIG. 2.9: trois types différents des monomères de lignine.

La lignine permet aux plantes de former une structure rigide et de rester debout même sur une grande hauteur. Elle agit comme une barrière contre la pénétration de l'eau à travers la paroi cellulaire. Mais la lignine possède des propriétés mécaniques beaucoup plus faibles que la cellulose. Le module d'élasticité de la lignine est d'environ de 4GPa, beaucoup plus faible que celle de la cellulose, qui peut aller jusqu'à 135 GPa [Bledzki et al., 1996]. La lignine est considérée comme un polymère thermoplastique avec une température de transition vitreuse comprise entre 90 à 129°C, et une température de fusion d'environ 170 à 176°C [John et al., 2008] [Thomas et al., 2011]. De ce fait, dans les processus de fabrication des panneaux de fibres, les températures sont fixées autour de 180°C. Au-delà de 180°C, on peut assister à une dégradation partielle de certains composants [GENEAU, 2006]. Cette constatation a été confirmée par nos travaux. La lignine et l'hémicellulose, en présence de l'eau, et sous l'effet de la température et de la pression sont hydrolysées en hydrate de carbone (de faible masse et soluble dans l'eau) et en autres

produits de décomposition, qui peuvent réagir comme adhésif dans les panneaux élaborés [Xu et al., 2003] [Nenonene, 2009]. Li a proposé d'utiliser les déchets ligneux des papeteries (lignine kraft ou thiolignine, lignine organosolv, lignosulfate) comme matière première pour la fabrication des thermoplastiques biodégradables [Li et al., 2003]. D'autres auteurs ont proposé une modification chimique sur la lignine afin de les transformer en adhésif pour les panneaux de particules thermoformés [Olivares et al., 1995].

4. **Les pectines** Les pectines sont des composés les plus hydrophiles dans les fibres végétales en raison de la présence des groupes acides carboxyliques [Bouzouita, 2011]. La pectine se trouve dans la paroi primaire et dans la lamelle mitoyenne de la cellule végétale. Sa fonction principale est de coller les différentes cellules. Les pectines ont la capacité de s'échanger des ions, surtout des ions calcium. Ainsi elles peuvent se lier entre elles pour former des ponts calciques [Roudier, 2012].

2.2.3.3/ CONSTITUANTS DE LA TIGE DU CHANVRE

Dans une tige de chanvre, il y a cinq parties (figure 2.10)

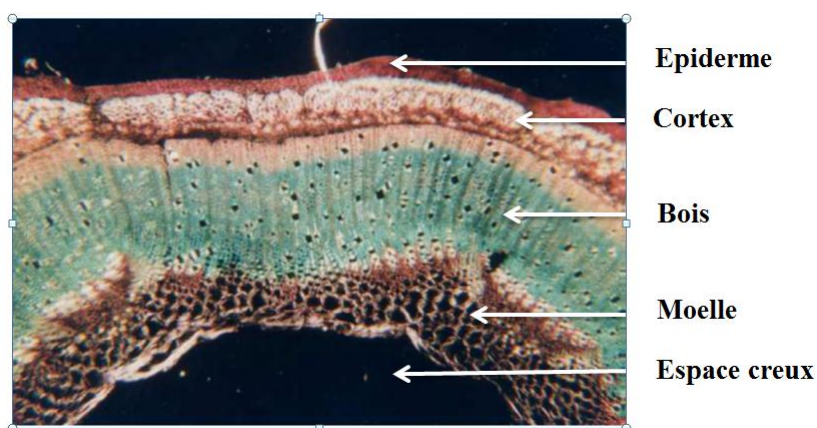


FIG. 2.10: micrographie d'une coupe transversale de tige de chanvre [Vignon et al., 1995]

1. **L'épiderme**, qui est une couche de cellules à paroi cellulosique et imperméable mais régulièrement interrompue par des ouvertures appelées stomates.
2. **Le cortex**, qui contient les fibres regroupées en faisceaux.

3. **Le bois**, qui est constitué des cellules de parenchyme, de fibres et de faisceaux conducteurs.
4. **La moelle**, qui est constituée de parenchyme médullaire.
5. **Un espace creux au centre de la tige**, qui représente plus de la moitié de la section transversale dans une plante âgée.

Le noyau (le bois) donne la rigidité à la plante tandis que les fibres (contenues dans le cortex) donnent la résistance en traction et en flexion. Les fibres primaires (situées vers l'épiderme) ont des longueurs et diamètres plus grands que les fibres secondaires (situées vers le noyau). Les propriétés mécaniques sont donc meilleures près de l'épiderme [Beckermann, 2007].

2.2.3.4/ EXTRACTION DES FIBRES DU CHANVRE

Pour séparer les fibres de la tige du chanvre, il faut procéder par plusieurs étapes. Le processus d'extraction est décrit par la figure 2.11.

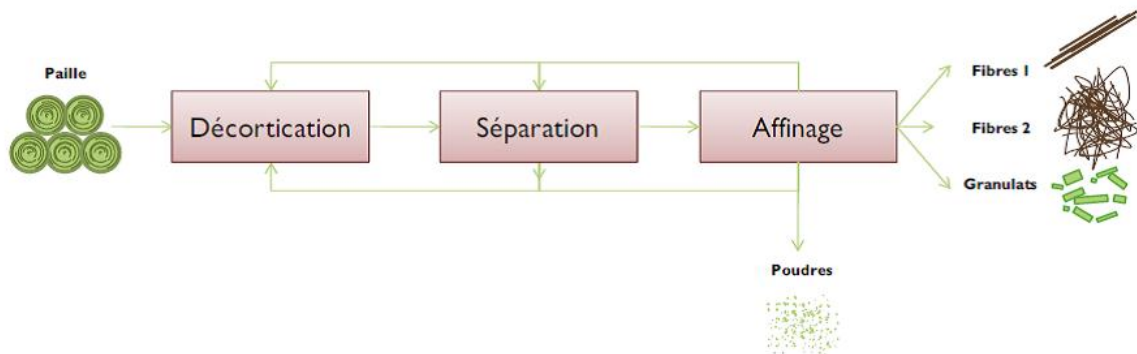


FIG. 2.11: processus d'extraction des fibres végétales [Meirhaeghe, 2011]

1. Le rouissage

Il s'agit du processus de trempage des tiges de chanvre dans de l'eau chaude, entre 30 et 40°C pendant 4 jours. Les fibres obtenues à l'issue de ce processus présentent une grande dispersion des propriétés mécaniques. Les propriétés mécaniques dépendent de plusieurs facteurs comme les conditions météorologiques, le conditionnement, etc. . . [Ilcyszyn, 2013].

2. La décortication

La décortication est un processus qui permet d'obtenir des faisceaux plus ou moins

grossiers [Munder et al., 2005]. Dans cette étape le cœur de tige va être fragmenté en petits morceaux (chènevotte), tout en gardant les propriétés des fibres. La décortication est réalisée au moyen de deux méthodes : les broyeurs à marteau et les rouleaux tournants [Bismarck et al., 2005].

3. La fibrillation

La fibrillation est un processus qui permet d'ouvrir les faisceaux de fibres pour obtenir des fibres élémentaires et des faisceaux de fibres plus fins que ceux de départ. Les méthodes complémentaires pour obtenir des fibres unitaires consistent à attaquer les pectines et la lignine présentes dans la lamelle mitoyenne, et qui font le joint entre les fibres unitaires. Les traitements enzymatiques ou par humidification [Van Sumere et al., 1991], le traitement à base soude [Van Sumere, 1992] sont utilisés pour avoir des bonnes qualités de fibrillation. Il y a aussi la méthode d'explosion à vapeur d'eau [Kessler et al., 1998] ou les traitements par ultrasons [Aranberri-Askargorta et al., 2003], ces méthodes ont montré leur efficacité, mais ont tendance à dégrader les propriétés mécaniques des fibres.

2.2.3.5/ LES FIBRES DE CHANVRE

A l'instar de toutes les fibres végétales, les fibres de chanvre sont discontinues (tableau 2.4) du fait de leur caractère naturel et du processus de l'extraction. Il est donc difficile d'exploiter pleinement les propriétés mécaniques des fibres dans les composites. Les composites à fibres courtes ont des propriétés faibles, comparativement aux composites à fibres longues [De Vasconcellos, 2013]. La production des fibres continues est donc nécessaire pour obtenir des meilleures performances dans le composite. Nous allons donc utiliser, dans cette étude, les fibres torsadées en forme de fils. Les fils présentent, en plus, le double avantage de pouvoir orienter les fibres, et d'augmenter le taux de fibre dans le composite.

TAB. 2.4: Caractéristiques des fibres de chanvre[Mohanty et al., 2005].

Propriétés	Unité	Valeurs
Longueur	(mm)	8,3 à 14
Diamètre	(μm)	17 à 23
Rapport (L/D)	-	549
Densité	(g/cm^3)	1,5
Angle micro-fibrillaire	(degré)	6,2
Taux d'humidité	(%)	12
Teneur en cellulose	(%)	67
Résistance en traction	(MPa)	310 à 750
Module d'Young	(GPa)	30 à 60
Déformation à rupture	(%)	2 à 4

1. Le Fil simple

La résistance mécanique des fils augmente avec le niveau de torsion des fibres, et ce, jusqu'à une certaine valeur-limite, comme on peut le voir sur la figure 2.12. Au-delà de cette limite, du fait de la trop grande valeur de l'angle de torsion, la résistance mécanique diminue. De plus, plus l'angle de torsion est élevé, plus l'imprégnation avec la matrice visqueuse est difficile à obtenir.

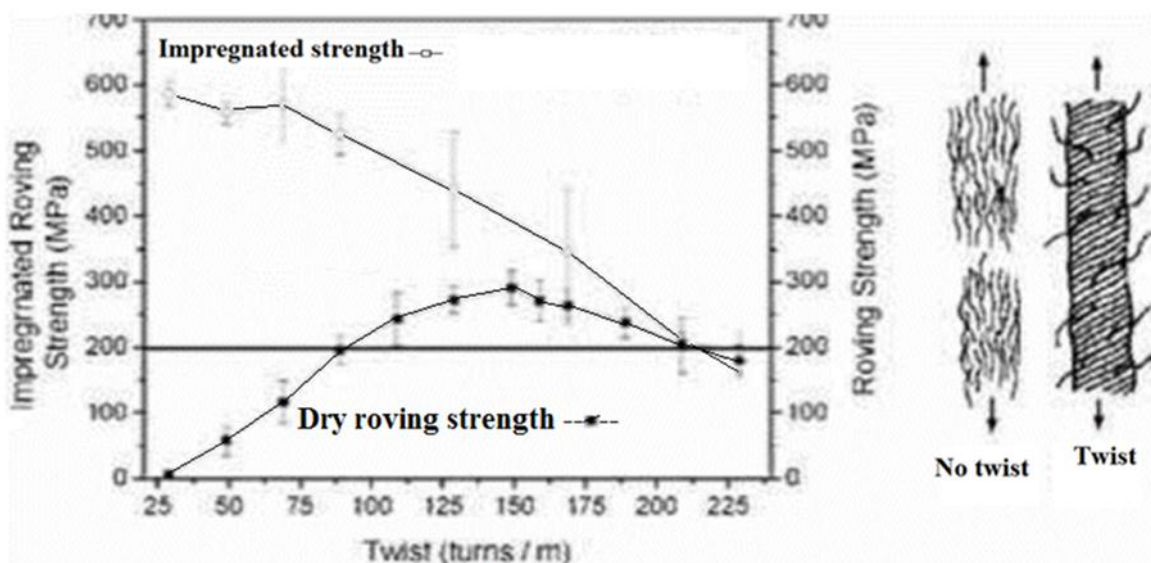


FIG. 2.12: effet du niveau de torsion et du niveau de d'imprégnation sur les propriétés mécaniques [Goutianos et al., 2006].

Comme on peut le constater sur la figure, jusqu'à la valeur-limite de torsion, les propriétés mécaniques des composites et des fils varient de façon inverse avec l'angle de torsion. Dans un mélange à faible taux, il est préférable d'utiliser des

fil moins torsadés. A l'inverse, dans un mélange à fort taux, du fait de la difficulté d'imprégnation, il est avantageux d'utiliser des fils bien torsadés (jusqu'à la valeur limite). En effet du fait de la difficulté d'imprégnation dans les mélanges à fort taux, les propriétés mécaniques des fils individuels sont primordiales.

La résistance mécanique d'un fil dépend de l'aire de sa section. L'aire de la section est calculée à partir de la densité linéaire et de la densité apparente. L'unité standard pour exprimer la densité linéaire est le tex (g/1000 m) qui représente le poids sur la longueur. L'unité standard pour exprimer la densité apparente est le (g/cm^3). La mesure du volume de fil n'est pas aussi aisée que celle de sa masse. Il existe plusieurs méthodes pour calculer le volume du fil. La méthode la plus utilisée est le Pycnomètre, qui consiste à déterminer le volume d'eau déplacé dans l'instrument par l'introduction du fil. Du fait du caractère hydrophile des fibres, le volume d'eau déplacé est égal au volume des fibres. [Madsen, 2004]. Si le lumen central des fibres immergées est bien rempli avec de l'eau, le volume représente le volume absolu (sans vide). Il est cependant très difficile de savoir si le lumen est totalement rempli d'eau [Siau, 1995].

La courbe de traction de fil de chanvre comporte deux parties. Dans la première partie (non-linéaire au début de la sollicitation), la pente augmente, jusqu'à atteindre une valeur constante qui représente la deuxième partie (la rigidité du fil) (figure 2.13). Ce comportement peut s'expliquer par la structure fibreuse et torsadée du fil. Les fibres restent libres de se déplacer vers l'intérieur jusqu'à ce qu'elles soient tendues à leur tour [Madsen, 2004].

La résistance du fil provient de l'interaction mécanique entre les fibres puisque le fil ne contient pas de liant. Cependant le processus de fabrication du fil de chanvre (le nombre de fibre, l'aire de la section transversale, l'angle de torsion et la densité de la fibre individuelle) a un effet important sur les propriétés mécaniques du fil. Madsen a observé que la résistance à la traction de fil de chanvre de 3 mm de longueur est 581 ± 63 MPa pour des fils de densité linéaire de 53 (g/1000 m), et 658 ± 98 MPa pour des fils de densité linéaire de 47 (g/1000 m) [Madsen et al., 2007]. Ces valeurs élevées de résistances sont dues à l'utilisation d'échantillons de faible longueur, inférieure à celle préconisée par la norme (ASTM D2256, ISO 2062).

Les composites à renfort unidirectionnel (UD) ont des propriétés élevées dans la

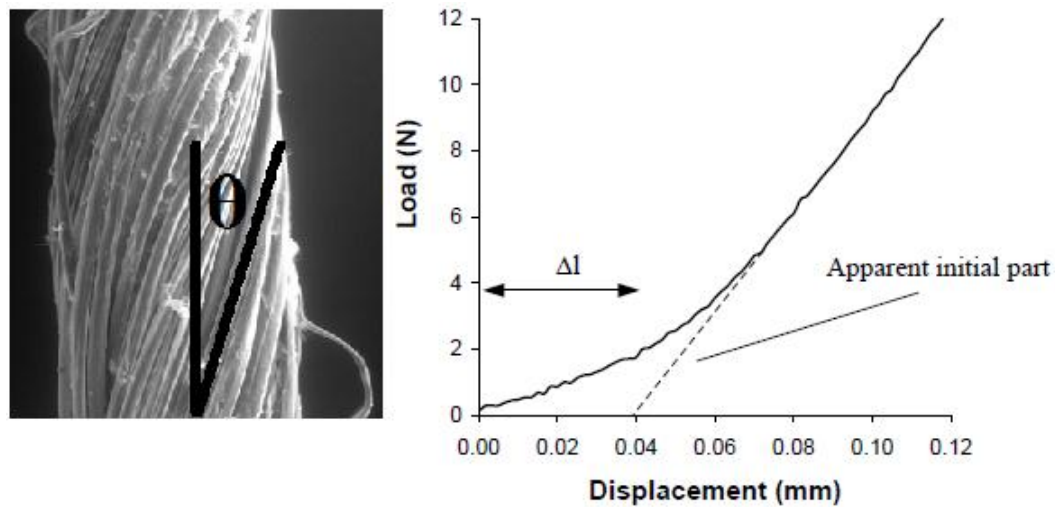


FIG. 2.13: l'angle de torsion (θ) et la contrainte-déformation de fil du chanvre [Madsen, 2004].

direction des fibres, et faible dans la direction transverse.

2. Le tissu du chanvre

Les méthodes de tissage sont maîtrisées depuis longtemps dans l'industrie textile [De Vasconcellos, 2013]. Le tissu représente la solution pour obtenir un composite de comportement identique dans plusieurs directions. A volume de fibre " V_f " égal, un composite à renfort tissé a des propriétés mécaniques inférieures à celles d'un composite unidirectionnel. Le renfort tissé a cependant les avantages d'être facilement mis en forme. De plus, il est plus résistant aux sollicitation hors-plan (l'impact) et a une meilleure tolérance aux défauts (l'entaille ou le trou) [Marcin, 2010].

2.2.3.6/ LA CHÈNEVOTTE

Les chènevottes sont des granulats du bois issu de tige de chanvre après extraction des fibres. Elles représentent un déchet agro-industrielle. C'est un déchet impropre à l'alimentation, même pour les animaux. Il existe différents produits de chènevotte (fibrées, défibrées, courts, longs) suivant la méthode extraction. Les propriétés morphologiques des différents produits varient donc selon les méthodes utilisées. Elles varient aussi suivant les conditions de culture et de récolte [Chamoin, 2013].

La chènevotte est très poreuse et tubulaire, de diamètre compris entre 10 et 50 μm (figure 2.14), et avec une masse volumique de la particule d'environ 0,32 g/cm^3 . La masse volumique du produit en vrac est d'environ 0,1 g/cm^3 . En comparaison, la densité spécifique

du chanvre est de $1,4 \text{ g/cm}^3$. Il existe donc environ 78% d'air dans le volume de la particule, et 14% de plus dans le vrac de chènevotte [Cérézo, 2005].

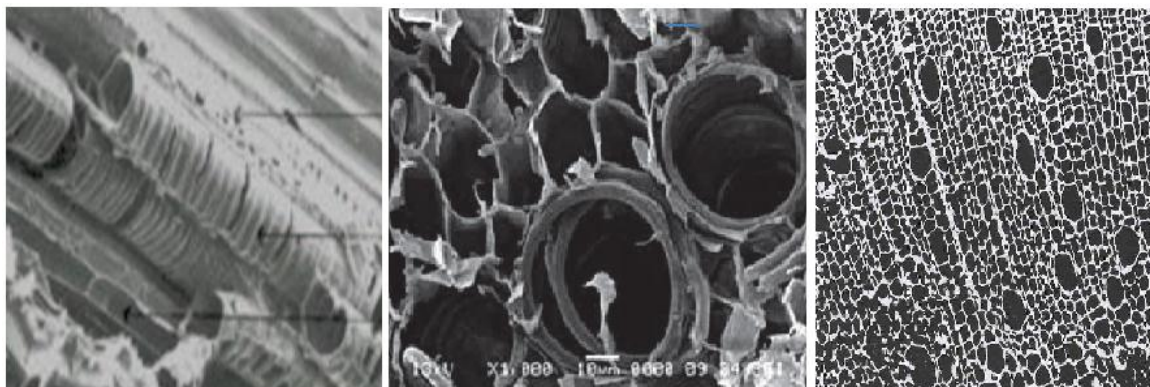


FIG. 2.14: grossissement au microscope à balayage électronique d'une particule de chènevotte [Chamoin, 2013].

Le tableau 2.5 montre les compositions chimiques de la chènevotte et ses caractéristiques physiques.

TAB. 2.5: les compositions chimiques et les caractéristiques physiques de chènevotte [Boutin et al., 2006] [Chamoin, 2013].

Propriétés	Unité	Propriétés	Unité
Matière organique totale	97,9 sur matière sèche	Cellulose	45 à 60 %
Hémicellulose	15 à 20 %	Lignine	15 à 30 %
Cendres	2 à 5 %	Azote	0,4 à 1 %
Pentosones	16% de la cellulose	Potasse (K₂O)	0,96 à 1,5 %
CaO	0,89 à 1,4 %	MgO	0,02 à 0,06 %
Na	0,09 %	S	0,16 %
Bore	21 en ppm du produit brut	pH	7,2
Cuivre	0,6 ppm du produit brut	Flammabilité	Inflammable
Pouvoir calorifique	4055 cal/g	Masse Volumique	95 à 110 kg/m^3
capacité de rétention de l'eau	373,4 ml/L	Humidité	10 à 15 %

La résistance à la traction d'une tige de chanvre sans ses fibres (dite chènevotte) est d'environ de 85 ± 9 MPa, (figure 2.15) [Kronbergs et al., 2015]. Cette résistance est deux fois plus grande que la résistance du Polystyrène.

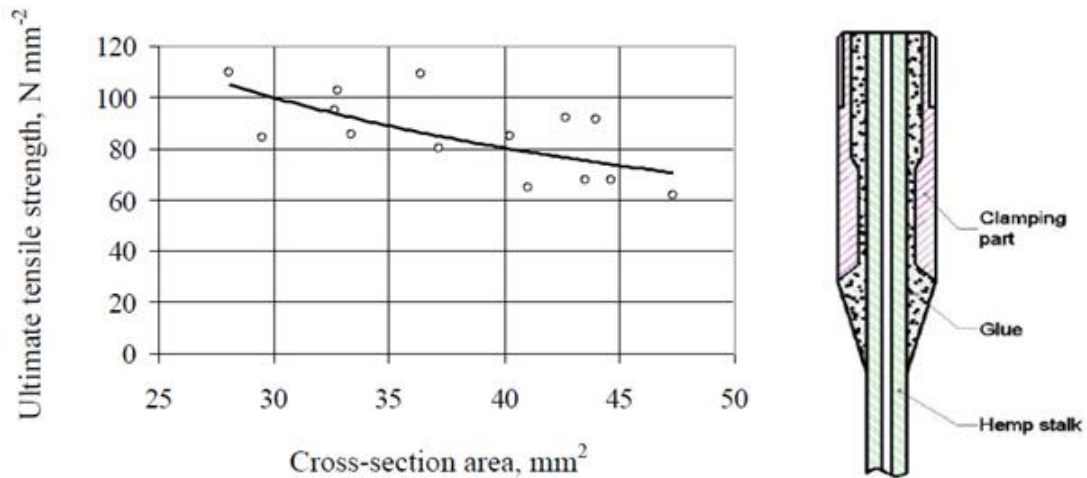


FIG. 2.15: les propriétés mécaniques de chènevotte [Kronbergs et al., 2015].

Comme on peut le voir sur la Figure 2.16, les propriétés mécaniques de composite de chènevotte avec une matrice de Polypropylène ont des valeurs intéressantes [Popa et al., 2013]. Les composites P1, P2 et P3 contiennent respectivement 20, 40 et 60 % en masse de chènevotte. Les meilleures propriétés mécaniques à la flexion sont obtenues avec un taux de mélange de 60 %.

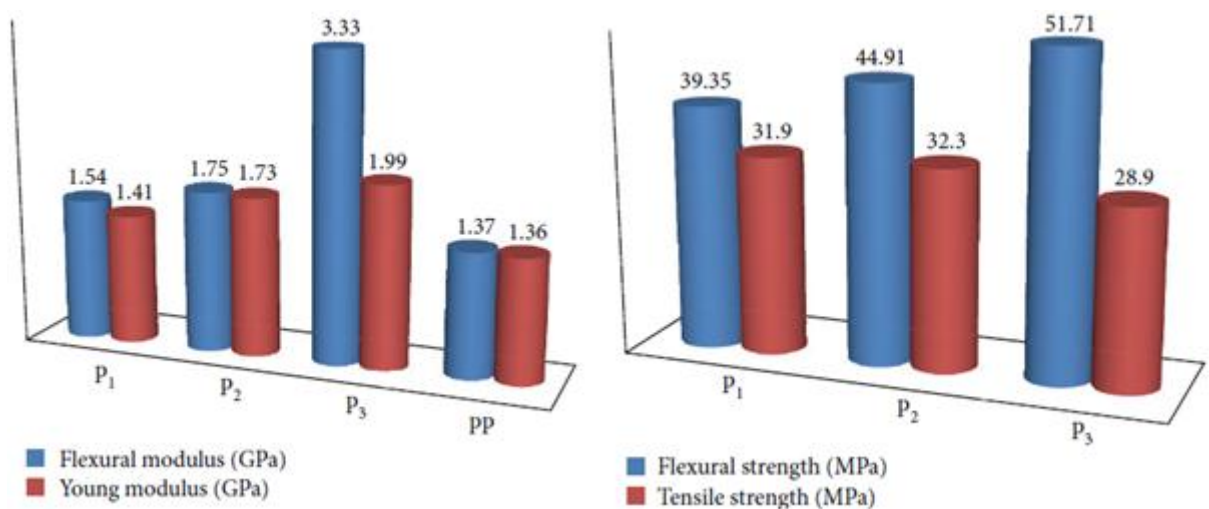


FIG. 2.16: les propriétés mécaniques des composites de PP/chènevotte [Popa et al., 2013].

2.2.4/ TRAITEMENT SUR LES FIBRES VÉGÉTALES

Les traitements permettent de nettoyer la surface de la fibre, de modifier la composition chimique de la surface, de baisser le taux d'humidité et d'augmenter la rugosité de surface [Cristaldi et al., 2010] [Samal, 2012] [Pommet et al., 2008]. Parmi ces traitements, on distingue : le traitement thermique, le traitement au plasma, les agents de couplage, la copolymérisation par greffage, le traitement au permanganate de potassium, le traitement Peroxyde, le traitement Alkali, ou le Mercerisage et le traitement Acétylation, ou l'Estérification.

2.2.4.1/ LE TRAITEMENT THERMIQUE

Ce traitement a été considéré comme une solution alternative aux traitements chimiques. La transformation des lignines et des hémicelluloses au-dessous de 185°C, rend les particules lignocellulosiques moins sensibles au phénomène de reprise d'humidité. Le bois par exemple devient plus hydrophobe avec la température. Sa stabilisation est alors de l'ordre de 30 à 50% [Rajohnson, 1996] [Navi et al., 2005] [Association et al., 2003] [Akyildiz et al., 2008].

2.2.4.2/ LE TRAITEMENT AU PLASMA

Le traitement au plasma par décharge électrique (effet Corona ou plasma froid) consiste à envoyer un gaz ionisé dont le nombre de charges (positives ou négatives) est équivalent à celui de la surface à traiter. Le type de gaz ionisé et la durée de l'exposition ont pour effet de modifier la surface de la fibre et du polymère [Goring et al., 1976].

2.2.4.3/ LES AGENTS DE COUPLAGE

Les agents de couplage Silanes améliorent habituellement le degré de réticulation dans la zone d'interface et offrent une adhérence parfaite [Coutinho et al., 1997]. Alcoxy ou éthoxy sont les groupes terminaux réactifs qui ont une extrémité capable de réagir avec le type de la matrice et à l'autre extrémité réagit avec les groupes hydroxyles. En présence d'humidité, un groupe Alcoxy hydrolysable conduit à la formation de silanol. Le silanol

réagit ensuite avec les groupes hydroxyle de la fibre (figure 2.17), en formant des liaisons covalentes stables sur la paroi cellulaire [Agrawal et al., 2000].

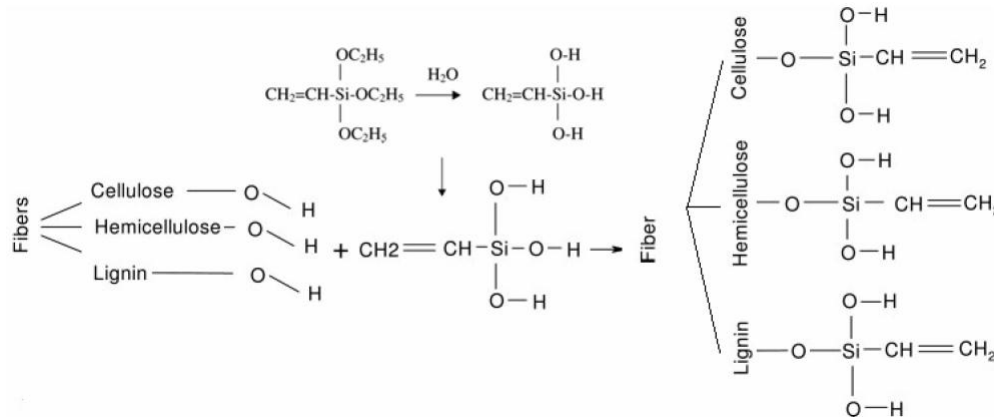


FIG. 2.17: réaction du silane avec des groupes OH de fibres naturelles [Agrawal et al., 2000].

2.2.4.4/ LA COPOLYMÉRISATION PAR GREFFAGE

C'est l'une des méthodes les plus communes. Ce procédé consiste, à greffer des copolymères à la surface des fibres, créant ainsi une zone active. Pour réaliser ce greffage, on utilise de l'anhydride maléique polypropylène (MAH-PP), l'acrylation ou le titanate. Le greffage est permis car le benzoyle ($\text{C}_6\text{H}_5 - \text{CO}-$) réagit avec le groupe hydroxyle (OH) de la fibre, diminuant ainsi la nature hydrophile de la fibre traitée. Une réaction chimique s'opère ensuite entre ces copolymères épine dorsale et la matrice polymérique. [Joseph et al., 2000].

L'anhydride maléique réduit l'absorption d'eau dans les fibres de chanvre, de banane, de sisal et de leurs composites [Mishra et al., 2000]. Les techniques classiques de greffage des fibres végétales exigent beaucoup de temps et d'énergie. Il a été constaté que le greffage sous radiations micro-ondes est le meilleur en terme de consommation de temps et de rentabilité [Kaith et al., 2008].

2.2.4.5/ LE TRAITEMENT AU PERMANGANATE DE POTASSIUM

Le trempage de la fibre végétale dans une solution de permanganate de potassium (KMnO_4) dissoute dans l'acétone pendant 3 minutes permet de réduire la tendance hydrophile de la fibre. Cette réduction est fonction de l'augmentation de la concentration

du $KMnO_4$. Le traitement au permanganate de potassium constitue l'une des meilleures méthodes pour améliorer la liaison à l'interface fibre-polymère [Paul et al., 1997].

2.2.4.6/ LE TRAITEMENT PEROXYDE

Les fibres, préalablement traités à l'alcalin à $70^\circ C$, sont ensuite trempées pendant 30 minutes dans une solution de 6% de peroxyde de benzoyle ou du peroxyde de dicumyle dissout dans l'acétone [Sreekala et al., 2000].

2.2.4.7/ LE TRAITEMENT ALCALI DE FIBRE VÉGÉTALE, OU LE MERCERISAGE

Il représente la méthode la plus commune pour produire des fibres de haute qualité. Ce traitement améliore l'adhérence de l'interface et réduit le diamètre des fibres (la lignine et l'hémicellulose ont été dissout), augmentant ainsi le rapport d'aspect. Ce qui conduit à une augmentation des propriétés mécaniques [Kalia et al., 2009]. Par ailleurs, le mercerisage augmente le nombre des zones réactifs, améliore le mouillage des fibres et permet d'obtenir un effet sur la composition chimique des fibres (figure 2.18).



FIG. 2.18: traitement Alkali sur les fibres végétale.

2.2.4.8/ LE TRAITEMENT ACÉTYLATION, OU L'ESTÉRIFICATION

Il est basé sur la réaction des groupes hydroxyles de la paroi cellulaire de matériaux lignocellulosiques avec l'anhydride acétique ou propionique, à une température élevée (figure 2.19). Ce prétraitement substitue les groupes hydroxyle du polymère de la lignine et l'hémicellulose (matériau amorphe) avec des groupes acétyle, modifiant ainsi les propriétés de ces polymères de sorte qu'ils deviennent hydrophobes [Rowell, 1998].

Dans notre étude, l'acétone peut jouer un rôle intéressant comme les autres traitements chimiques pour réduire le caractère hydrophile du chanvre pendant le mélange avec la matrice thermoplastique [Samal, 2012]. Mais, l'acétone peut aussi réduire la résistance mécanique s'il y a une extraction excessive de la lignine et de l'hémicellulose qui jouent

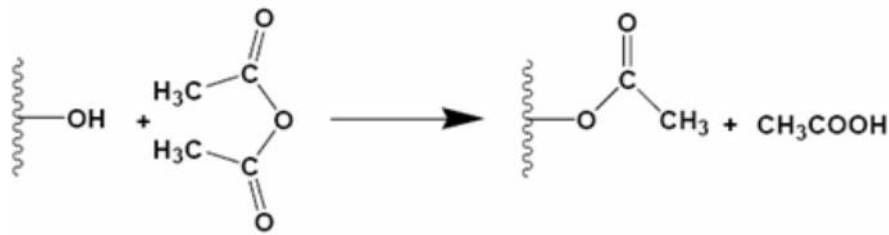


FIG. 2.19: traitement Acétylation sur les fibres végétales [Rowell, 1998].

un rôle de liant dans la structure des fibres. Après 8 heures, la lignine est totalement dissoute dans l'acétone.

Les inconvénients majeurs de l'utilisation des fibres végétales comme renfort avec une matrice thermoplastique sont des faibles liaisons inter-faciales avec le polymère. Ce qui s'explique par la mauvaise compatibilité intrinsèque entre la fibre végétale (hydrophile, du fait qu'elle contient le groupe hydroxyle) et la matrice thermoplastique (hydrophobe). En plus du groupe hydroxyle, il existe dans les fibres végétales des impuretés sur la surface, qui rendent difficile la compatibilité avec la matrice. Il existe cependant plusieurs procédés (physique, chimique et physico-chimique) permettant de résoudre cette incompatibilité.

2.3/ MATRICE POLYMÉRIQUE

Le mot polymère est d'origine Grec. Il est composé des mots *Poly* qui signifie plusieurs- et *Meros* qui signifie unités. Ce mot spécifie donc les macromolécules à longues chaînes. Il existe plusieurs formes de classes de polymères suivant leur origines (naturelle ou synthétique), leur propriétés (chimique et physique) et leur aptitude à cristalliser [Chanda et al., 2006] [David et al., 2002].

La matrice a pour rôle essentiel d'unifier et de transférer les charges entre les éléments renforçants, de donner la forme et de protéger le produit contre la pénétration de l'humidité. Cette matrice doit donc avoir des bonnes propriétés mécaniques, avoir une certaine compatibilité avec le renfort et être de faible densité pour augmenter les propriétés spécifiques du composite [El Hadji Babacar, 2008]. Le choix de la matrice pour fabriquer un composite est très important. Il est lié à plusieurs paramètres comme le coût, le recyclage, le procédé de mise en œuvre, la température et le type du matériau de renfort. Par exemple, les fibres végétales ont des changements irréversibles à partir d'une température de 100°C , notamment sur la pectine, l'hémicellulose et la lignine. A plus de 200°C , la cellulose provoquera des endommagements sévères au sein de la parois. Elle se dégrade entièrement à partir de 250°C [Roudier, 2012].

Il y a trois grandes catégories pour classer les matrices polymériques (les thermoplastiques, les thermodurcissables et les thermostables).

2.3.1/ THERMODURCISSABLES

Les thermodurcissables (TD) représentent les polymères à l'état liquide visqueux. La polymérisation se fait sous l'effet de la chaleur, et en présence ou non d'un catalyseur, d'un durcisseur chimique et d'un accélérateur éventuel pour former un réseau tridimensionnel qui durcit de façon irréversible [Nenonene, 2009] [Bouzouita, 2011]. Ces types des polymères sont donc non recyclables, mais ils possèdent des propriétés mécaniques plus élevées que les thermoplastiques. Cette augmentation est obtenue grâce à l'effet de l'imprégnation et la possibilité d'augmenter le taux de fibre dans le composite. Dans cette famille de polymères, on retrouve les résines époxydes, les polyesters insaturés (polyesters condensés, vinyle ester, les dérivés, etc.) et les résines de condensation (les aminoplastes, les phénoliques, etc.) [El Hadji Babacar, 2008].

2.3.2/ THERMOSTABLES

Les thermostables (TS) ont des propriétés entre les thermoplastiques et les thermodurcissables et se différencient fondamentalement par leurs propriétés thermiques. Ils conservent leurs propriétés mécaniques même au-delà de 200°C [Roudier, 2012]. Dans cette famille de polymères, on retrouve les résines bismaléimides (class 200°C) et les résines polyamides (class 300°C).

2.3.3/ THERMOPLASTIQUES

Les thermoplastiques (TP) représentent la catégorie la plus intéressante pour fabriquer des composites. Ils sont recyclables, faciles de mise en œuvre, flexibles et de faible coût. Cela explique leur plus grand tonnage en terme de production mondiale [El Hadji Babacar, 2008]. Les thermoplastiques sont soit amorphes soit semi-cristallins. Les molécules dans une structure amorphe, comme dans le cas du polystyrène, sont aléatoirement distribuées. Dans un thermoplastique semi-cristallin (PP, PVC, PE ... etc.), coexistent des parties cristallines et des parties amorphes. La température de transition vitreuse, T_v , dépend de la proportion entre la partie amorphe et la partie cristalline. La seule partie sensible à la transition vitreuse est la partie amorphe. T_v augmente donc avec le taux de cristallinité élevé [Bouzouita, 2011], comme on peut l'observer sur la figure 2.20.

La transformation des thermoplastiques en fonction de la température fait apparaître quatre états principaux : un état solide (vitreux), un état viscoélastique, un état caoutchoutic (élasto-plastique) et un état fluide. Lors de la fabrication du matériau composite à matrice thermoplastique, il est donc nécessaire de déterminer les températures limites : la température de transition vitreuse, T_v , et la température de fusion, T_f .

La température d'utilisation est toujours inférieure à T_v . Pour des raisons d'économie, la température de fabrication se situe autour de T_f .

Notre choix s'est porté sur le polystyrène expansé pour des raisons écologiques (réduction des déchets non dégradables), économiques (disponibilité, facilité de mise en œuvre et faible coût) et pratiques (rigidité, densité et température de fusion). Le tableau 2.6 en est une illustration.

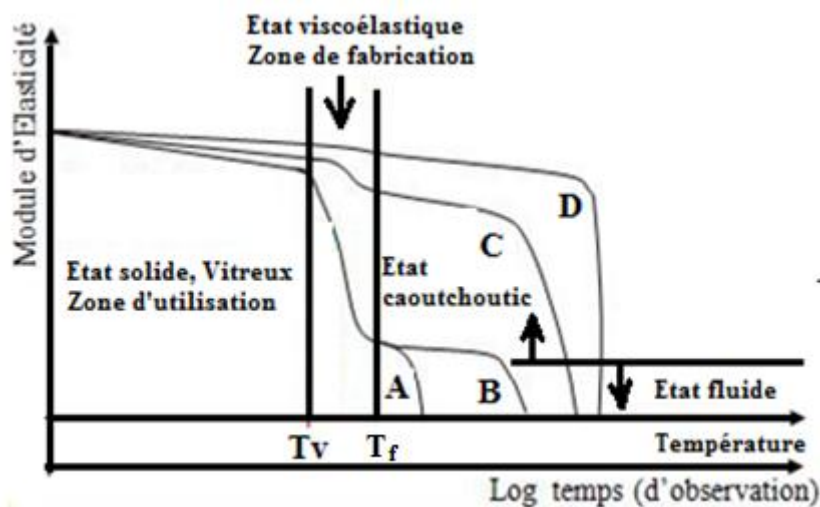


FIG. 2.20: courbe des modules d'élasticité en fonction de la température d'un thermoplastique amorphe (courbe A) et semi cristallin à des taux de cristallinité croissants (courbes B, C et D).

2.3.3.1/ POLYSTYRÈNE (PS)

Le polystyrène est obtenu par la polymérisation de styrène qui est obtenu à l'action de benzène sur l'éthylène lorsqu'il est soumis à une décomposition thermique. Le polystyrène adoucit à une température d'environ 120°C , fond à moins de 160°C (car il est amorphe) et se volatilise entre 470 et 500°C [Mehta et al., 1995]. Il existe trois types de polystyrène :

1. Le polystyrène cristal ou dense.
2. Le polystyrène choc ou haut impact.
3. Le polystyrène expansé (PSE).

Le polystyrène expansé est obtenu par la polymérisation du styrène (C_8H_8) avec un adjuvant de gonflement (souvent avec le pentane (C_5H_{12})). L'expansion est obtenue par un procédé physique à vapeur. Dans le polystyrène expansé, il y a 95% à 98 % de gaz et seulement 5 ou 2 % de polystyrène. Ce produit est beaucoup employé pour l'isolation thermique dans le secteur de construction et le secteur d'emballage grâce à ces propriétés thermiques ($\leq 0,04 \text{ W/(m.K)}$) et sa densité ($20 \pm 5 \text{ kg/m}^3$).

2.3.3.2/ RECYCLAGE DU POLYSTYRÈNE EXPANSÉ

Le recyclage et le réemploi permettent d'économiser une grande quantité d'énergie primaire, notamment du pétrole, et de réduire ainsi la pollution dans l'environnement. En

TAB. 2.6: propriétés thermiques, physiques et mécaniques de certains thermoplastiques [Gay, 2014], (a) source [GENEAU, 2006].

Le type de thermo-plastique	Densité <i>g/cm³</i>	(a)Contrainte maximal MPa	Module d'élasticité GPa	Température de transition vitreuse °C	Température de fusion °C
PS	1.05	40-60	3.2	90 à 100	-
PP	0.92	20 à 40	1.2	5	165
HDPE	0.95	14 à 40	1.1	-100	135
PET	1.3	-	2.6	70	255 à 265
PVC	1.39	35 à 60	2.9	75 à 105	160 à 220

raison de la non-miscibilité inhérente au niveau moléculaire, la plupart des différents types de plastiques ne sont pas miscibles entre eux. Ce qui rend difficile le recyclage des déchets plastiques. La contamination entre les différents types de plastique rend tout aussi difficile leur recyclage, en particulier celui des multi-composants. Le processus est donc très difficile et comprend plusieurs étapes clés : la collecte, le triage, le nettoyage, la réduction de la taille et la séparation pour réduire la contamination par les thermoplastiques incompatibles (non miscible).

La faible densité apparente du polystyrène expansé rend sa collecte difficile. Le collecter et le transporter sur de longues distances (soit pour le recyclage, soit pour l'incinération, soit pour le stocker dans les décharges) est donc peu rentable. Le meilleur moyen de collecter les déchets de PSE est de réduire préalablement leur volume. Il existe deux possibilités pour réduire le volume du PSE : soit physiquement, par un thermo-compacteur, soit chimiquement, par un solvant organique. L'acétone et quelques autres solvants organiques non polaires sont capables de dissoudre le PSE [Claassen et al., 2000]. Mais la plupart des solvants sont soit toxiques, tel que le benzène, le toluène, le xylène et le chloroforme, soit coûteux à produire, tels que la térébenthine, le d-limonène et le p-cymène. Après dissolution, le polystyrène peut être récupéré sous forme de pâtes visqueuse. Mais il est difficile d'éliminer complètement les solvants organiques par la technique d'évaporation [Hwang et al., 1999]. L'acétone est un solvant organique de formule C_3H_6O , produite par déshydrogénation du propane-2-ol en phase liquide (figure 2.21).

Elle peut être produite par la fermentation des déchets agricoles [Claassen et al., 2000]. En raison des faibles risques de l'acétone sur la santé [Dietz et al., 1991] et sa capacité à dissoudre de nombreux composés organiques, y compris les graisses, les huiles et certaines matières plastiques (surtout le polystyrène), elle est largement uti-

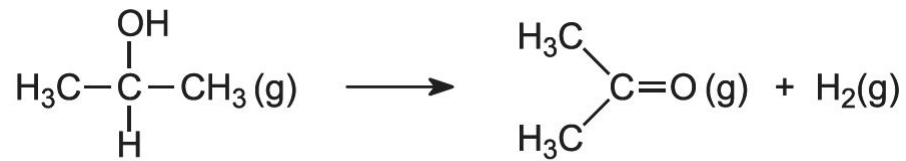


FIG. 2.21: formule chimique de l'acétone

lisée dans les procédés industriels, dans les laboratoires et dans les produits ménagers [Claassen et al., 2000]. Sa volatilité la rend facile à évaporer et à recycler dans un système de distillation [Márki et al., 2001] [Asadi et al., 2009].

Le processus de dissolution du PSE par l'acétone réduit le volume de 98,5 % [Mwashaa et al., 2013]. L'acétone ne dégrade pas les chaînes polymères, elle change seulement la structure physique de polystyrène en le diluant. Toutes les bulles d'air ainsi piégées à l'intérieur vont s'échapper. Le polystyrène se retrouve dans sa structure amorphe après l'évaporation totale du solvant [García et al., 2009].

Du fait des bulles de gaz créée par l'acétone, les propriétés mécaniques du polystyrène expansé dissout sont très mauvaises, comparées à celles du PSE recyclé par un thermo-compactage [Schmidt et al., 2011].

Dans une autre étude, Nair a observé que les fibres de sisal améliorent les propriétés mécaniques d'un composite de polystyrène dissout par le toluène, comme on peut le voir (Figure 2.22). Les composites de 20 et 30 % de sisal (en masse) ont été injectés pour orienter les fibres, et puis thermoformés à 150°C et avec une pression de 8 MPa. Les tests ont été réalisés sur des échantillons découpés dans le sens des fibres [Nair et al., 1996].

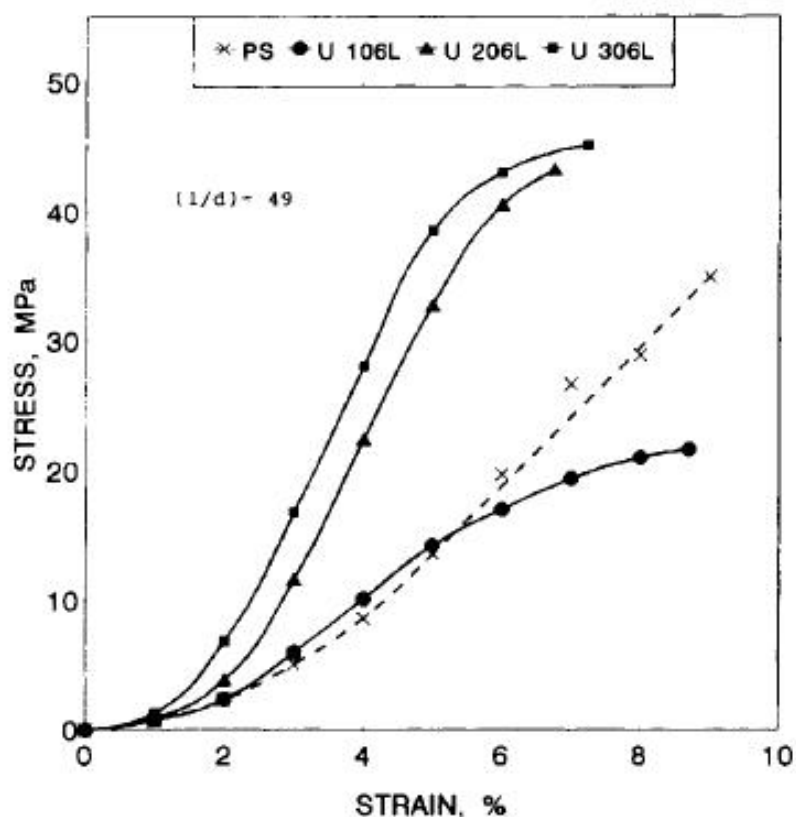


FIG. 2.22: courbes de contrainte-déformation de polystyrène pur et des composites chargés par (10, 20, 30 %) de fibre de sisal de 6mm [Nair et al., 1996].

Comme on l'a vu, le principal inconvénient de la fibre végétale est son caractère hydrophile. Mais cet inconvénient peut être tourné à son avantage. Son potentiel d'absorption représente ainsi la solution pour réduire le temps du durcissement (récupération de l'acétone) de la pâte de polystyrène recyclé par l'acétone. Dans le processus, l'acétone est d'abord absorbée par les fibres végétales, puis évaporé ensuite. Cette évaporation prend environ de 21 jours pour la pâte pure [Mwashaa et al., 2013], contre 1 jour dans notre étude.

Commercialement, les anhydrides acétique et propionique sont beaucoup utilisés dans le procédé de synthèse de l'ester de cellulose (pendant la deuxième étape de l'estérification) [Besson, 2013].

L'acétone est très volatile, ce qui facilite son évaporation et permet de réduire le temps de sa récupération [Hwang et al., 1999]. Mais, ce phénomène va créer non seulement les bulles de gaz à l'intérieur de la solution durcie [Schmidt et al., 2011], mais aussi des pores à la surface du polystyrène. L'évaporation de l'acétone provoque le refroidissement de la

surface, conduisant ainsi à une condensation de l'humidité contenue dans l'atmosphère. Après l'évaporation totale de l'acétone, la température revenant à l'ambiante, les gouttes d'eau vont à leur tour s'évaporer, laissant des empreintes à la surface du polystyrène. La figure 2.23 est une illustration de ce phénomène [Megelski et al., 2002].

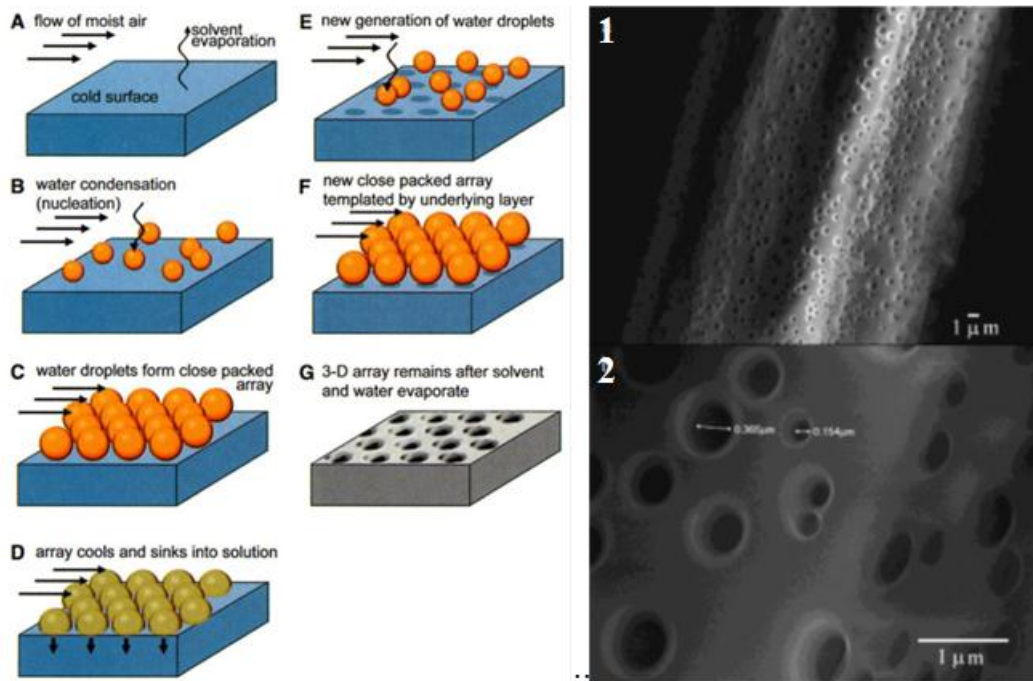


FIG. 2.23: schéma de croissance des pores sur la surface du PS dissout par un solvant. Images microscopiques : (1) PS électro-filé, (2) PS électro-filé avec un plus fort grossissement de la partie 1 [Megelski et al., 2002].

2.4/ AGRO-COMPOSITES POUR LES BÂTIMENTS

Les termes agro-composites, éco-matériaux, bio-composites, etc. . . sont utilisés pour un grand nombre des composites basés totalement ou partiellement sur les ressources renouvelables de la biomasse [John et al., 2008].

Le choix de fabriquer un composite pour le bâtiment doit se faire en fonction de l'usage visé et des propriétés recherchées, tout en prenant en compte l'impact Ecologique (biodégradable et recyclable) et Economique (la disponibilité de la matière primaire et le processus de la fabrication) (tableau 2.7).

TAB. 2.7: synthèse des propriétés attendues d'un éco-matériau [Magniont, 2010].

Impacts environnementaux :	<ul style="list-style-type: none"> - Emission de gaz à effet de serre. - Energie grise. - Consommation de matières premières non renouvelables. - Génération, en fin de vie, de déchets à la gestion complexe.
Conditions de confort	<p>Thermique : conductivité, inertie, effusivité. Hygroscopique : perméabilité à la vapeur, diffusivité en phases vapeur et liquide, isothermes d'adsorption/désorption. Acoustique : coefficient d'absorption acoustique, indice d'affaiblissement acoustique</p>
Impacts sanitaires :	<ul style="list-style-type: none"> - Emissions de polluants chimiques (COVs, formaldéhydes, etc...) - Emissions de polluants microbiologiques (prolifération bactérienne, acariens, etc. . .) - Emissions de polluants particulaires (poussières, microfibres, etc...)

2.4.1/ MISE EN ŒUVRE D'UN COMPOSITE AGRO-THERMOPLASTIQUE

Il y a plusieurs techniques pour la mise en œuvre des composites thermoplastiques renforcés par des fibres ou des granulats végétaux : l'imprégnation, l'extrusion. Ces processus sont suivis par un passage dans un moule pour donner au composite sa forme finale. Le thermoformage constitue une autre alternative à ces deux techniques.

Le moulage peut être réalisé de plusieurs façons différentes [El Hadji Babacar, 2008] :

1. **Par compression** : il s'agit d'une méthode qui consiste à appliquer une pression à froid ou à chaud sur les composites à fort taux de renfort.
2. **Par injection sous pression** : c'est la méthode la plus simple pour obtenir des pièces de grande série et à faible coût. Mais le taux de renfort est toutefois limité.
3. **Par extraction du vide** : il s'agit d'une méthode qui utilise les résines et adaptée pour la fabrication des pièces de petites ou moyennes séries.
4. **En continu** : il s'agit d'une méthode pour obtenir des pièces planes ou ondulés. Cette méthode est utilisée pour fabriquer les sandwichs composites.
5. **Par pultrusion** : cette technique peut être utilisée pour obtenir des composites ayant des propriétés mécaniques élevés dans des directions privilégiées, le taux de renfort pouvant atteindre 80%.
6. **Par centrifugation** : il s'agit d'une méthode adaptée pour la fabrication de pièce de formes cylindriques.

La compatibilité, l'imprégnation et les chevauchements entre les renforts végétaux et la

matrice thermoplastique jouent un rôle important et déterminant sur la qualité du composite et donc sur les propriétés mécaniques.

2.4.1.1/ MISE EN FORME À FROID

Il s'agit d'une méthode de mise en forme du mélange dans un moule en adaptant la géométrie intérieure du moule pour obtenir des formes profondes et délicates. L'utilisation ultérieure d'une pression est quelques fois nécessaire pour bien disperser les matrices visqueuses entre les renforts, et aussi pour bien adapter la forme à la géométrie intérieure du moule. Le moulage est le procédé le plus adapté pour les particules utilisées comme renfort [Nenonene, 2009].

Dans notre étude la mise en forme avec compression d'un composite à matrice de pâte polystyrène sera préférable pour dégazer l'acétone et durcir le polystyrène avant le thermoformage.

2.4.1.2/ THERMOFORMAGE

Le thermoformage est un procédé de fabrication des panneaux des particules sous l'effet de la pression et la température. Dans ce procédé, le temps constitue un paramètre important. L'effet de la température permet de traiter les renforts végétaux, les faisant passer d'hydrophile à hydrophobe. La température assure aussi la stabilité dimensionnelle des renforts [Roudier, 2012].

Le groupe hydroxyle de la lignine, de la cellulose, de l'hémicellulose et l'évaporation de l'humidité empêchant la bonne adhésion avec les matrices hydrophobes. Dans le procédé du thermoformage, il s'opère une modification physico-chimique au niveau des constituants, ce qui a pour effet de faciliter la cohésion entre les renforts et la matrice. Cependant, il faut veiller à adapter la température à sa valeur minimale pour bien ramollir la matrice thermoplastique et éviter la dégradation thermique des composants lignocellulosiques. Choi a réussi à fabriquer un composite à haut taux de renfort végétal grâce au processus de thermoformage. Les meilleures propriétés mécaniques se trouvent dans un composite composé à 70% de décortique de riz et 30% de polystyrène expansé recyclé par le styrène [Choi et al., 2006].

2.4.2/ COMPORTEMENT ET PERFORMANCES MÉCANIQUES

Le procédé de séchage des renforts est primordial. A l'issue du séchage, à la sortie du four, les renforts végétaux peuvent, en peu de temps, absorber l'humidité ambiante, jusqu'à atteindre une valeur d'équilibre, l'EMC (teneur en eau d'équilibre). Avant le mélange avec une matrice polymérique, le pré-séchage des renforts végétaux est donc un facteur très important pour empêcher l'effet défavorable de l'eau, qui agit comme un agent de séparation au niveau de l'interface. Ainsi, il a été constaté que la contrainte à la traction et le module d'élasticité augmentent respectivement 10% et 20% lorsque les fibres de jute sont séchées avant le mélange avec une matrice d'époxy [Bledzki et al., 1996]. La température de mise en œuvre d'un composite thermoplastique est généralement supérieure à la température d'évaporation de l'eau (100 °C). Le procédé de fabrication génère donc de la vapeur. Ainsi, en plus d'empêcher la bonne cohésion entre la matrice et les fibres, l'eau présente aussi l'inconvénient de créer, par la vapeur, des défauts (porosité inter particules) dans le composite [Bouzouita, 2011] .

2.4.2.1/ INFLUENCE DE LA COMPRESSIBILITÉ

La mise sous pression représente le deuxième facteur important après la chaleur, surtout pour les composites poreux à renfort végétal poreux. Elle permet de changer les propriétés mécaniques et physique des composites. La porosité (intra et inter particules) dans la chènevotte (environ 92% air) la rend très compressible, comme une éponge (figure 2.24). Cette courbe contrainte-déformation de l'essai uni-axial de compression contient deux parties : la première partie, de pente proche de zéro (non nulle) représente la phase de compressibilité du matériau. La dernière partie, de pente presque infinie ($\Delta\varepsilon = 0$), représente la phase d'incompressibilité [Swyngedau et al., 1991].

Dans le processus de déformation des granulats végétaux, les premières déformations correspondent à des déplacements des particules. Cette déformation est irréversible. Ensuite, ce sont les particules de granulat qui vont se déformer en fonction de la contrainte appliquée sur la particule (équation 2.1) [Krizan, 2015].

$$d\left(\frac{\Delta h}{h_0}\right) = \frac{d\sigma}{E_0} \quad (2.1)$$

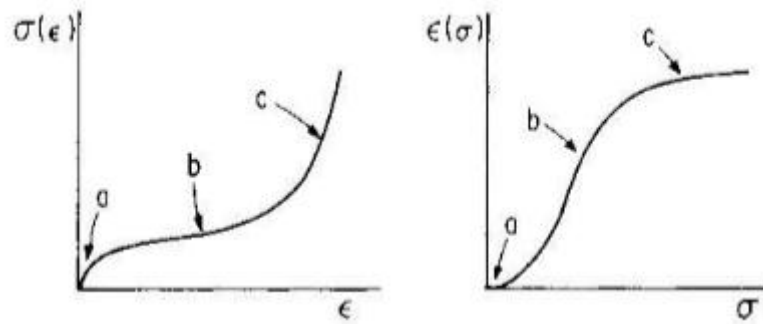


FIG. 2.24: la relation typique de la contrainte-déformation ou de déformation-contrainte de compressibilité d'éponge (a) la déformation de la matrice d'origine, (b) la densification et (c) le compactage du matériau [Swyngedau et al., 1991].

Où

h_0 est la hauteur initial, E_0 est le module d'élasticité et σ (ou σ_s) est la contrainte moyenne (MPa).

La déformation des particules s'accompagne d'une densification de la matière. La densification est une phase très compliquée car plusieurs paramètres entrent en jeu : la rigidité, la porosité, la température, la pression, etc. . .

Pour décrire le comportement du matériau, un modèle mathématique-physique basé sur des résultats expérimentaux de la densité par rapport à la pression appliquée est donnée par l'équation 2.2 [Krizan, 2015].

$$\rho = A_k (P + B) e^{K_p (P_{max} - P)} \quad (2.2)$$

Où :

- ρ représente la densité obtenu.
- Les coefficients A_k , B et K_p sont coefficients expérimentaux.
- P est la pression appliquée.
- $P_{max} = 400$ MPa, il représente la pression maximale ($\Delta\varepsilon \approx 0$).
- B est une valeur constante pour chaque matériau (environs 221 pour le bois de tige). Cette constante varie selon la quantité de matière volatile et la quantité de la cellulose.
- A_k traduit l'effet de la température et K_p l'effet de la pression. Ils sont déterminés expérimentalement.

2.4.2.2/ INFLUENCE DE LA POROSITÉ

Les porosités dans un composite à renfort végétal sont inévitables (figure 2.25) à cause des cavités (les porosités intra et inter particules). Elles varient :

- selon le type de plantes.
- selon l'agglomération pendant le mélange (celle-ci est fonction de la forme et de la taille du renfort).
- selon la pression appliquée pendant la fabrication, et
- selon les bulles d'air qui restent prisonnières dans la matrice (taux de mélange).

Les porosités ont un effet négatif sur les propriétés mécaniques du composite [Madsen et al., 2007], et un effet positif sur la performance thermique et acoustique.

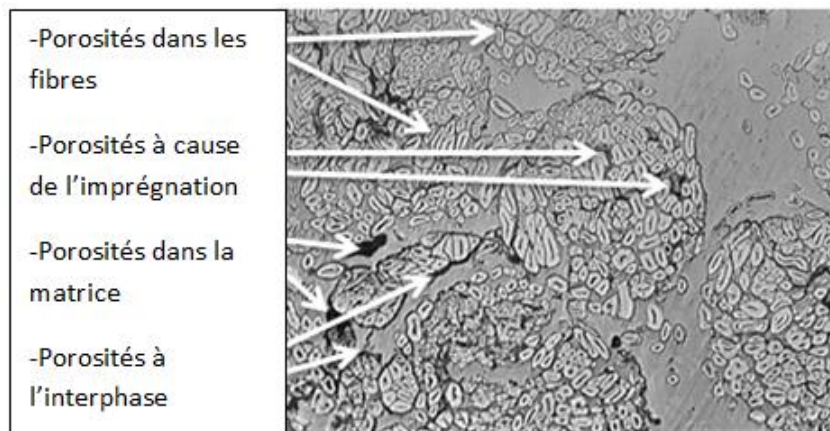


FIG. 2.25: les quatre différents types de porosité retrouvés dans les composites à fil de chanvre et PP [Madsen et al., 2007].

Pour mesurer la porosité, on compare la valeur de la densité apparente mesurée (équation 2.4) à la densité théorique calculée (sans porosité) (équation 2.5). La densité théorique est basée sur la loi de mélange. Elle permet, par l'utilisation de la norme ASTM D2734 (équation 2.3), de trouver les contenus des vides.

$$v_p = 1 - \left(\frac{\rho_c}{\rho_{theo}} \right) \quad (2.3)$$

$$\rho_c = \frac{M_c}{V_c} \quad (2.4)$$

$$\rho_{theo} = (\rho_f \cdot W_f + \rho_m \cdot W_m) \quad (2.5)$$

Avec :

V_p = la porosité (%).

ρ_{theo} = la densité théorique.

ρ_c = la densité du composite.

M_c = la masse du composite.

V_c = le volume du composite.

ρ_m = la densité de la matrice.

ρ_f = la densité de la fibre.

W_f = le taux massique des fibres (%).

W_m = le taux massique de la matrice (%).

Dans une unité de volume de composite (V_c) il y a trois constituants (équation 2.6) : le volume des renforts (v_f), le volume de la matrice (v_m) et le volume des porosités (v_p).

$$V_c = v_f + v_m + v_p = 1 \quad (2.6)$$

$$V_c = \left(\frac{M_c \cdot W_f}{\rho_f} \right) + \left(\frac{M_c \cdot W_m}{\rho_m} \right) + (v_p \cdot V_c) \quad (2.7)$$

$$V_c(1 - v_p) = \left(\frac{M_c \cdot W_f}{\rho_f} \right) + \left(\frac{M_c \cdot W_m}{\rho_m} \right) \quad (2.8)$$

$$V_c = \frac{\left(\frac{M_c \cdot W_f}{\rho_f}\right) + \left(\frac{M_c \cdot W_m}{\rho_m}\right)}{(1 - \nu_p)} = \frac{V_{theo}}{(1 - \nu_p)} \quad (2.9)$$

Pour calculer le taux volumique des deux constituants, renfort ou matrice, on utilise les équations suivantes.

$$V_f = \frac{\nu_f}{V_c} = \frac{\frac{W_f}{\rho_f}}{\left(\frac{W_f}{\rho_f} + \frac{W_m}{\rho_m}\right)} \cdot (1 - \nu_p) \quad (2.10)$$

$$V_m = \frac{\nu_m}{V_c} = \frac{\frac{W_m}{\rho_m}}{\left(\frac{W_f}{\rho_f} + \frac{W_m}{\rho_m}\right)} \cdot (1 - \nu_p) \quad (2.11)$$

Pour calculer la contrainte et le module d'élasticité dans l'axe principal et l'axe transversal, il faut prendre en compte les taux des porosités dans le composite [Madsen, 2004].

$$\sigma_1 = (\sigma_f \cdot V_f + \sigma_m \cdot V_m) \cdot (1 - \nu_p)^{n_\sigma} \quad (2.12)$$

$$E_1 = (E_f \cdot V_f + E_m \cdot V_m) \cdot (1 - \nu_p)^{n_E} \quad (2.13)$$

$$\sigma_2 = \left(\frac{\sigma_f \cdot \sigma_m}{V_m \cdot \sigma_f + V_f \cdot \sigma_m}\right) \cdot (1 - \nu_p)^{n_\sigma} \quad (2.14)$$

$$E_2 = \left(\frac{E_f \cdot E_m}{V_m \cdot E_f + V_f \cdot E_m}\right) \cdot (1 - \nu_p)^{n_E} \quad (2.15)$$

où :

σ = la contrainte à la flexion (1 l'axe principal et 2 l'axe transversal) (N/mm^2).

E = le module d'élasticité (N/mm^2).

(n_σ et $n_E \approx 2$)

2.4.2.3/ INFLUENCE DE RECYCLAGE

Les composites thermoplastiques à renfort végétal ont pour avantage d'être facile à recycler [Ilczyszyn, 2013]. La longueur de la fibre étant fortement liée au processus de broyage et de recyclage, figure 2.26.

Dans un composite de 30% de fibre de chanvre avec une matrice de polypropylène (PP), les propriétés mécaniques, en particulier le module d'élasticité restent stables malgré la diminution de la longueur des fibres à chaque cycle de recyclage [Bourmaud et al., 2007].

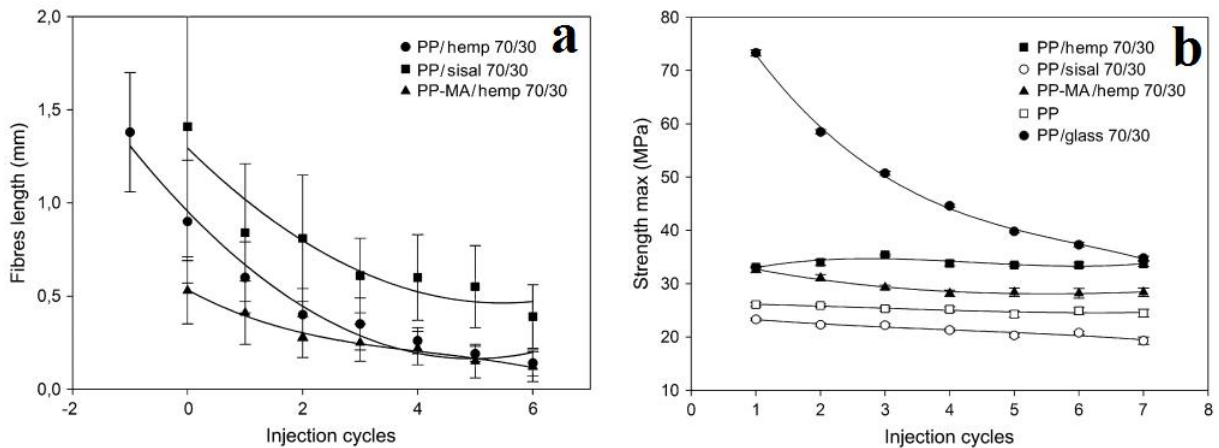


FIG. 2.26: l'effet de cycle de recyclage sur (a) la longueur des fibres et (b) la contrainte maximale [Bourmaud et al., 2007].

2.5/ COMPOSITES EN FORME SANDWICH

Une structure sandwich est par définition une structure composée de trois couches assemblées par adhésion. Les deux couches extérieures (les peaux) sont disposées de chaque côté de la couche centrale (l'âme) pour obtenir des propriétés spécifiques. On utilise une âme cellulaire pour réduire la masse de la structure et augmenter son moment

d'inertie. Comparées à l'âme, les peaux sont plus denses, plus rigides, et plus résistantes en traction-compression. Dans une structure sandwich, les peaux sont responsables de la rigidité en flexion, tandis que la contrainte de cisaillement est essentiellement transmise par l'intermédiaire de l'âme [Timoshenko, 1968].

Il existe plusieurs architectures adaptées à la fabrication de l'âme d'une structure sandwich (figure 2.27) : en nid d'abeille, en gaufrage, en treillis, etc. . . Elles sont sélectionnées pour leur faible masse.

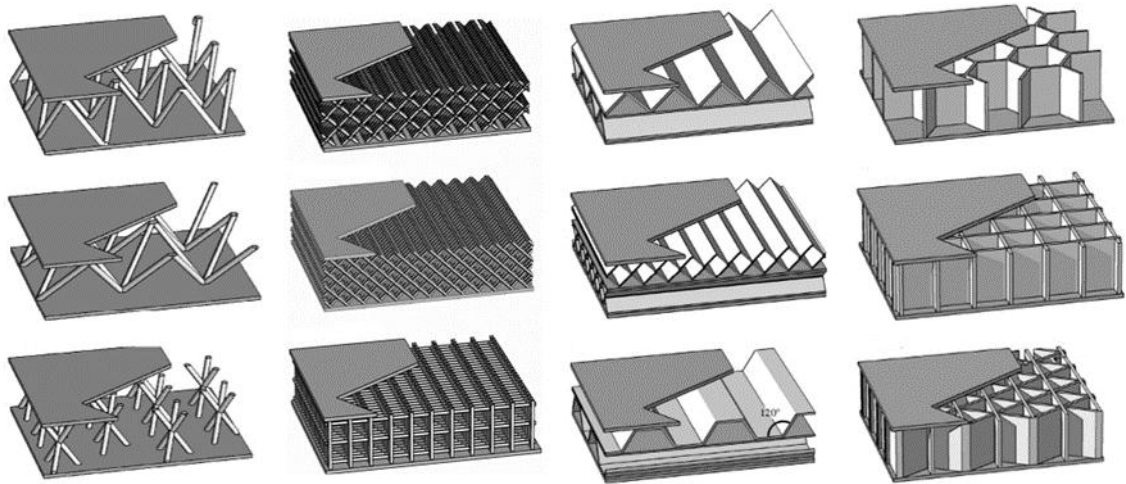


FIG. 2.27: les différentes géométries d'une âme de sandwich [Wadley, 2006].

Dans le secteur du bâtiment, les matériaux multifonctionnels permettent, par définition, de satisfaire plusieurs fonctions en même temps, en particulier la rigidité mécanique et l'isolation thermique. En effet, il est intéressant d'avoir un matériau économiquement peu coûteux, techniquement réalisable ainsi que recyclable et dégradable d'un point de vue écologique. La fabrication d'un sandwich alvéolaire, constitué d'une âme monocouche ou multicouche, permet de réduire la densité [Laszczyk, 2011]. La figure (2.28) donne une cartographie de la rigidité des principaux matériaux utilisés en fonction de leur densité. Il serait intéressant d'avoir des matériaux à haute rigidité et à faible densité.

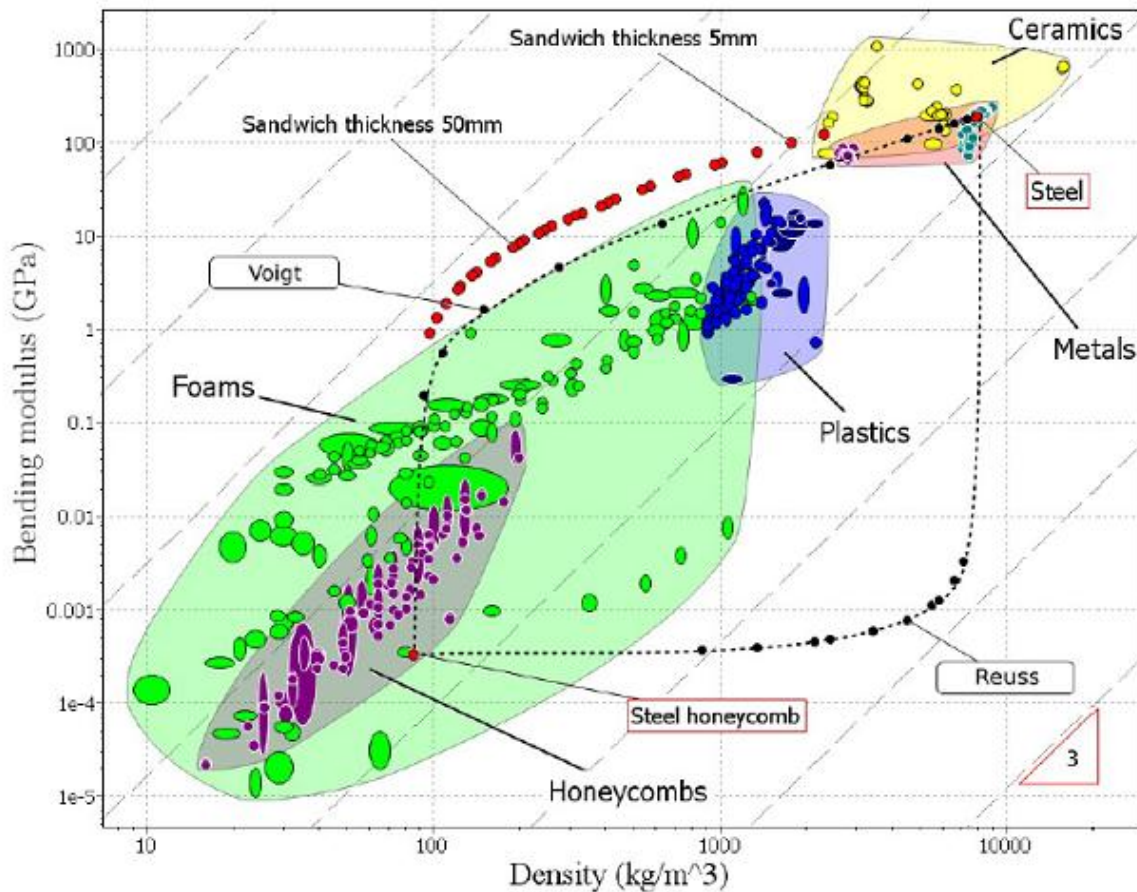


FIG. 2.28: Carte des propriétés (rigidité-densité) des principaux matériaux [Laszczyk, 2011].

2.5.1/ COMPORTEMENT MÉCANIQUE D'UNE STRUCTURE SANDWICH

Les propriétés globale d'une structure sandwich dépendent des propriétés de chaque couche ainsi que du processus d'assemblage. Cependant dans certains cas la rupture finale est différente de celle que pourrait prédire l'observation des premières fissures, apparues en début de test. Cela augmentant ainsi la complexité de la compréhension des comportements mécaniques [Petras et al., 1999] [Burman, 1998]. Une approche numérique serait donc nécessaire pour détecter les propriétés recherchées et pour optimiser le processus de fabrication.

2.5.1.1/ COMPORTEMENT MÉCANIQUE D'UN SANDWICH SIMPLE EN FLEXION TROIS POINTS

La théorie de poutre simple de Timoshenko peut être adaptée aux poutres sandwichs après quelques petites modifications.

Une poutre sandwich (figure 2.29) en flexion trois points sera soumise à un moment de flexion (M_z), une force tranchante ($P/2$) et un effort de cisaillement (délamination N_x). Les indices f, c représentent la peau (face) et l'âme (cœur).

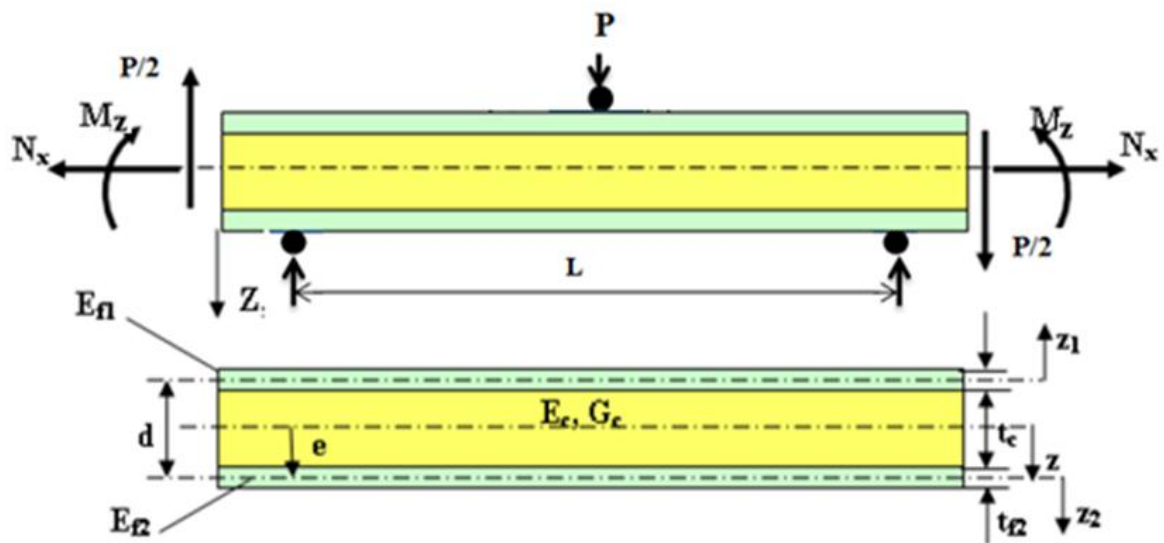


FIG. 2.29: schéma représentant un sandwich en flexion trois points [Abdenacer, 2012].

La déformation à une cote (z) de l'axe neutre du sandwich est définie par l'expression suivante :

$$\varepsilon_x = \frac{M_z \cdot z}{D} \quad (2.16)$$

Donc les contraintes maximales des peaux et de l'âme à la flexion 3 points sont indiquées par les équations (2.17 et 2.18) pour un sandwich symétrique :

$$\sigma_f^{max} = \frac{P L (t_c + 2t_f) E_f}{8 D} \quad (2.17)$$

$$\sigma_c^{max} = \frac{P l t_c E_c}{8 D} \quad (2.18)$$

Et pour calculer les cisaillements :

$$\tau_f(z) = \frac{P E_f}{4 D} \left[\left(e + \frac{t_f}{2} \right)^2 - z^2 \right] \quad \text{il faut que } \left[\frac{t_c}{2} \leq z \leq \left(\frac{t_c}{2} + t_f \right) \right] \quad (2.19)$$

$$\tau_c(z) = \frac{P}{2 D} \left[E_f t_f e + \frac{E_c}{2} \left(e + \frac{t_f}{2} \right)^2 - z^2 \right] \quad \text{il faut que } [0 \leq z \leq \frac{t_c}{2}] \quad (2.20)$$

D représente la rigidité de la poutre sandwich en flexion :

$$D = \int E z^2 dz \quad (2.21)$$

$$D = \frac{E_{f1} b t_{f1}^3}{12} + \frac{E_{f2} b t_{f2}^3}{12} + \frac{E_c b t_c^3}{12} + E_{f1} b t_{f1} (d - e)^2 + E_{f2} b t_{f2} e^2 + E_c b t_c \left(\frac{t_c + t_2}{2} - e \right)^2 \quad (2.22)$$

Où : E, t, b et d sont respectivement le module d'élasticité, l'épaisseur, la largeur et la distance séparant les plans moyens des peaux.

Dans une structure sandwich symétrique de même matière et de même épaisseur de peaux :

$$D = \frac{E_f b t_f^3}{6} + \frac{E_f b t_f d^2}{2} + \frac{E_c b t_c^3}{12} \quad (2.23)$$

- Le premier terme $\left(\frac{E_f b t_f^3}{6} \right)$ représente la rigidité des peaux par rapport à leur propre axe neutre.
- Le deuxième terme $\left(\frac{E_f b t_f d^2}{2} \right)$ représente la contribution à la rigidité en flexion des peaux par rapport à l'axe neutre de la structure (au centre de l'âme pour un sand-

wich symétrique).

- Le troisième terme ($\frac{E_c b t_c^3}{12}$) représente la rigidité de l'âme par rapport à son axe neutre.

Quand il y a beaucoup de différences au niveau de la rigidité ou de l'épaisseur entre les peaux et l'âme, il y a quelques simplifications à mettre en place pour calculer la rigidité (D) puis la contrainte dans chaque couche.

1. Cas où il y a beaucoup de différences au niveau de l'épaisseur : Si ($\frac{d}{t_f} \geq 5.77$) ou bien ($3(\frac{d}{t_f})^2 > 100$) l'épaisseur de peau est mince, on néglige le premier terme parce que son effet est moins de 1% (c'est-à-dire $\frac{\frac{E_f b t_f^3}{6}}{\frac{E_f b t_f d^2}{2}} < 1\%$) :

$$D = \frac{E_f b t_f d^2}{2} + \frac{E_c b t_c^3}{12} \quad (2.24)$$

2. Cas où il y a beaucoup de différence au niveau de la rigidité : Si ($\frac{(6E_f t_f d^2)}{(E_c t_c^3)} > 100$) l'âme est faible, on néglige le troisième terme parce que son effet est moins de 1% (c'est-à-dire $\frac{\frac{E_c b t_c^3}{12}}{\frac{E_f b t_f d^2}{2}} < 1\%$) :

$$D = \frac{E_f b t_f d^2}{2} \quad (2.25)$$

On déduit des équations (2.17 et 2.20) les valeurs maximales de la contrainte dans les peaux et du cisaillement dans l'âme :

$$\sigma_f^{max} = \frac{P L}{4 t_f b d} \quad (2.26)$$

$$\tau_c^{max} = \frac{P}{2 b d} \quad (2.27)$$

2.6/ CONCLUSION

Les fibres végétales (le chanvre) sont une ressource renouvelable, luttent contre les changements climatiques, possèdent des propriétés mécaniques spécifiques importantes et à faible coût. Il y a plusieurs méthodes de traiter les fibres végétales (hydrophile) avant de mélanger avec une matrice plastique (hydrophobe).

La matrice thermoplastique est recyclable et son utilisation dans la fabrication des composites permet de réduire la pollution par les déchets plastique (matériau non biodégradable) et aussi de réduire le coût du produit final grâce à sa recyclabilité. De tous ces déchets plastiques, le polystyrène expansé est celui qui a le plus fort impact négatif sur l'environnement car peu d'entreprises de recyclage s'intéressent à recycler le PSE parce qu'il occupe un grand volume. L'acétone permet de réduire le volume du PSE de 98,5% sous forme de pâte.

Le concept de sandwich permet d'obtenir une bonne propriété mécanique. Dans une structure sandwich, les peaux sont responsables de la rigidité en flexion, tandis que la contrainte de cisaillement est essentiellement portée par l'âme. La structure sandwich (multicouche) est souvent utilisée dans le secteur du bâtiment car les matériaux multifonctionnels permettent de satisfaire plusieurs fonctions en même temps.

MATÉRIAUX ETUDIÉS ET TECHNIQUES UTILISÉES

3.1/ MATIÈRES PREMIÈRES

Dans notre étude nous avons utilisé le chanvre (chènevotte et fil) et le polystyrène expansé recyclé pour confectionner nos composites. Les différents composites ont été ensuite assemblés pour former des sandwichs.

3.1.1/ CHANVRE

La fabrication d'Eco-matériaux à partir des déchets agricoles valorise la plante car, même ses déchets sont utilisés. Ainsi, la culture du chanvre sur de grands espaces aura un impact positif sur notre environnement. En effet durant sa vie le chanvre absorbe le carbone et libère l'oxygène et, en fin de vie, il est recyclable et biodégradable.

3.1.1.1/ LA CHÈNEVOTTE (COPEAU DE CHANVRE)

La chènevotte est issue des déchets résiduels après l'extraction des fibres de chanvre. Elle est connue pour ses propriétés d'isolation car elle a une intra-porosité supérieure à 78%. Ses bonnes performances thermique et acoustique sont d'un intérêt important dans l'élaboration de matériaux pour des applications dans le bâtiment. De plus elle est composée d'une grande quantité de lignine qui est considérée comme une matrice thermoplastique.

La chènevotte utilisée dans cette étude vient de la société CHANVRALIT France. Les particules brutes ont été lavées avec de l'eau propre pour éliminer toutes les saletés et tous les produits chimiques qu'elle contient. Ensuite les particules de chènevotte sont séchées dans une étuve à 100°C pendant 24 heures ou jusqu'à ce que le taux d'humidité soit inférieur à 2%. Les particules ainsi obtenues sont broyées dans un broyeur coupe universel (PULVERISETTE 19) et classées en deux catégories selon leur taille par tamisage.

La première classe est constituée de particules de tailles inférieures à (0,5 mm) et la seconde classe est formée de particules de tailles comprises entre 0,5 et 1,4 mm, (figure 3.1).

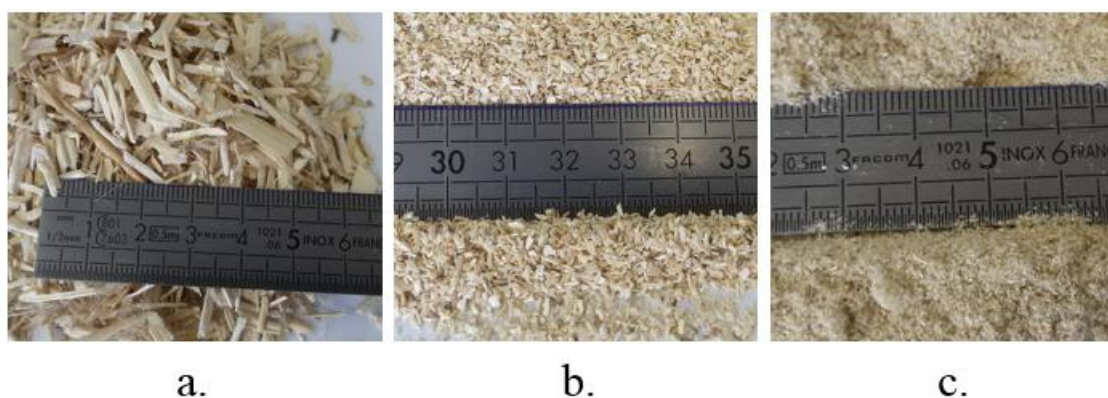


FIG. 3.1: particules de chènevotte : (a) brute, (b) 0,5 à 1,4 mm et (c) inférieure à 0,5 mm.

3.1.1.2/ FILS SIMPLES ET TISSUS DE CHANVRE

Le fil simple et le fil issu du tissu (figure 3.2) ont été utilisés pour fabriquer les composites unidirectionnels tandis que le tissu, pour les composites bidirectionnels.

Les composites unidirectionnels sont plus performants que ceux bidirectionnels. Mais le tissu a l'avantage d'être plus facilement mis en œuvre et permet d'obtenir un matériau orthotrope. Ces deux matériaux (fil simple et fil issu du tissu) ont d'abord été caractérisés avant d'être utilisés dans cette étude. cette caractérisation a porté sur la densité et la contrainte à la traction des fils.



FIG. 3.2: fil simple et tissu de chanvre.

1. **La densité** : Pour mesurer la densité apparente, nous avons suivi la norme (ASTM D 3800 – 99). Nous avons utilisé cinq échantillons de chaque type de fil (simple et issu du tissu), d'une dimension de (2 m) chacun. Les valeurs obtenues ont permis de calculer la section apparente. La valeur de la section a servi à déterminer la contrainte moyenne de chaque type de fil.
2. **La contrainte à la traction** : L'aire de la section transversale est donnée par le rapport de la densité linéaire sur la densité apparente (selon l'équation 3.1). la résistance à la traction des fils secs a été déterminée sur une machine Universal (TA-XT2i) qui a une cellule de charge de (500 N) et une vitesse de déplacement de (6 mm/min). La contrainte de traction selon la norme (ASTM D2256, ISO 2062) est obtenue par le rapport de la charge sur l'aire de la section déterminée précédemment (suivant l'équation 3.2). Nous avons calculé la résistance de chaque type de fils (simple et issu du tissu), figure 3.3 , sur 20 échantillons de (200 mm).

$$A = \left[\frac{\rho_{\text{linéaire}}}{\rho_{\text{apparent}}} \right] \quad (3.1)$$

$$\sigma_f = \left[\frac{F}{A} \right] \quad (3.2)$$

Avec :

A = l'aire de la section (mm^2)

ρ = la densité

σ_f = la contrainte de traction (N/mm^2)

F = la charge (N)

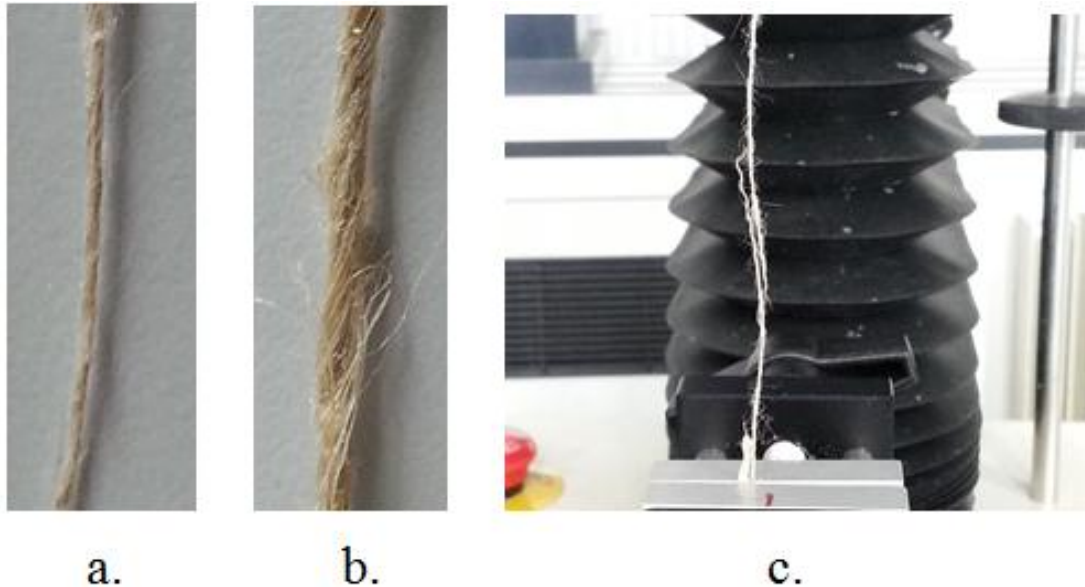


FIG. 3.3: (a) fil simple, (b) fil issu de tissu et (c) l'essai de traction de fil simple.

3.1.2/ POLYSTYRÈNE EXPANSÉ RECYCLÉ

Le polystyrène expansé recyclé a été utilisé comme matrice thermoplastique dans cette étude. Ces déchets de densité de (0,015) ont été recueillis et préparés par deux méthodes.

Dans la première méthode (figure 3.4) le polystyrène expansé a été broyé (GrEPS) en utilisant le même broyeur à couteaux universel pour obtenir une taille de particules inférieure à (0,5 mm) de densité apparente (0,05). Cette technique permet de réduire le volume du polystyrène à 70 %.

Dans la deuxième, (figure 3.4) le polystyrène expansé est dissout par les solvants organiques (DisEPS), tel que l'acétone. La possibilité de dissoudre le polystyrène avec l'acétone et d'obtenir une pâte de (0,96 g/ml) permet d'imprégner facilement les fils de chanvre et de chènevotte pour fabriquer un composite moins coûteux que l'extrusion

(compoundage à chaud). L'acétone se sature à environ 45 g dans 100 g de la pâte. Cette technique permet également de réduire le volume du polystyrène à 98,4 %. Pour calculer la réduction en volume du PSE de chaque processus on applique l'équation 3.3 :

$$\%Rv = \left[\frac{\rho_{PSE} - \rho_{produit}}{\rho_{produit}} \right] * 100 \quad (3.3)$$

Où le Rv = la réduction en volume

ρ_{PSE} = la densité apparente de PSE

$\rho_{produit}$ = la densité de la pâte ou de la poudre de polystyrène expansé.



FIG. 3.4: recyclage du PSE par deux processus différent (par broyeur et par l'acétone).

3.1.3/ ACÉTONE

Nous avons utilisé l'acétone commercialisée par ARDEA France. Il a une densité de (0,78). Il est largement utilisé dans les laboratoires en raison de sa capacité à dissoudre de nombreux composés organiques, y compris certaines matières plastiques comme le polystyrène. L'acétone permet aussi de séparer le polystyrène des autres déchets et de le nettoyer (graisse, colorant, produits médicaux, etc. . .).

3.2/ MÉTHODES DE FABRICATION DES COMPOSITES

Il existe plusieurs méthodes d'élaboration des composites ; dans cette étude, c'est le thermoformage qui est utilisé. Les paramètres d'élaboration qui feront l'objet d'une évaluation dans cette étude sont la température de thermoformage, le taux de renforts et la pression, dans le but d'optimiser le processus de fabrication.

Trois types de composites ont été élaborés à cet effet : le composite à 100% chènevotte, le composite en matrice polystyrène renforcée de chènevotte et le composite de fil de chanvre avec une matrice en pâte de polystyrène.

3.2.1/ COMPOSITE À 100% DE CHÈNEVOTTE (SANS LIANT)

Des composants de faible poids moléculaire contenus dans la chènevotte telles que la lignine, l'hémicellulose et la cellulose non cristalline se ramollissent à une certaine température pour obtenir une matrice plastifiée, qui peut jouer le rôle de liant entre les particules et modifier les propriétés mécaniques. Pour ce type de composite, nous avons fait varier la température de thermoformage et la taille des particules sur les propriétés mécaniques. La température et la teneur en eau influencent le degré de diffusion des différents composants. En effet, l'effet de chaleur et de la pression, va hydrolyser la lignine aux faibles molécules d'hydrates de carbone qui sont solubles dans l'eau.

Les trois tailles de particule (figure 3.1) sont utilisées pour fabriquer trois séries de composites. Chaque taille de particules d'une certaine masse est mise dans le moule d'aluminium de dimensions de $(50 \times 50 \times 50) \text{ mm}^3$, pour fabriquer des panneaux d'épaisseur de $2,75 \pm 0,25 \text{ mm}$ en suivant la norme ASTM (D790, ISO178). Ces composites sont fabriqués à différentes températures de 130, 150, 170 et 190 °C, sous la même pression

de 20 MPa, pendant 30 min. Ensuite, le processus de refroidissement est fait jusqu'à 60 °C sous la même pression. Après cela, l'échantillon est sorti du moule et découpé en cinq éprouvettes. (Figure 3.5).

Dans cette étude, plusieurs tests tels que la densité, l'analyse thermogravimétrique (TGA), la résistance à la flexion et l'absorption d'eau sont étudiées.

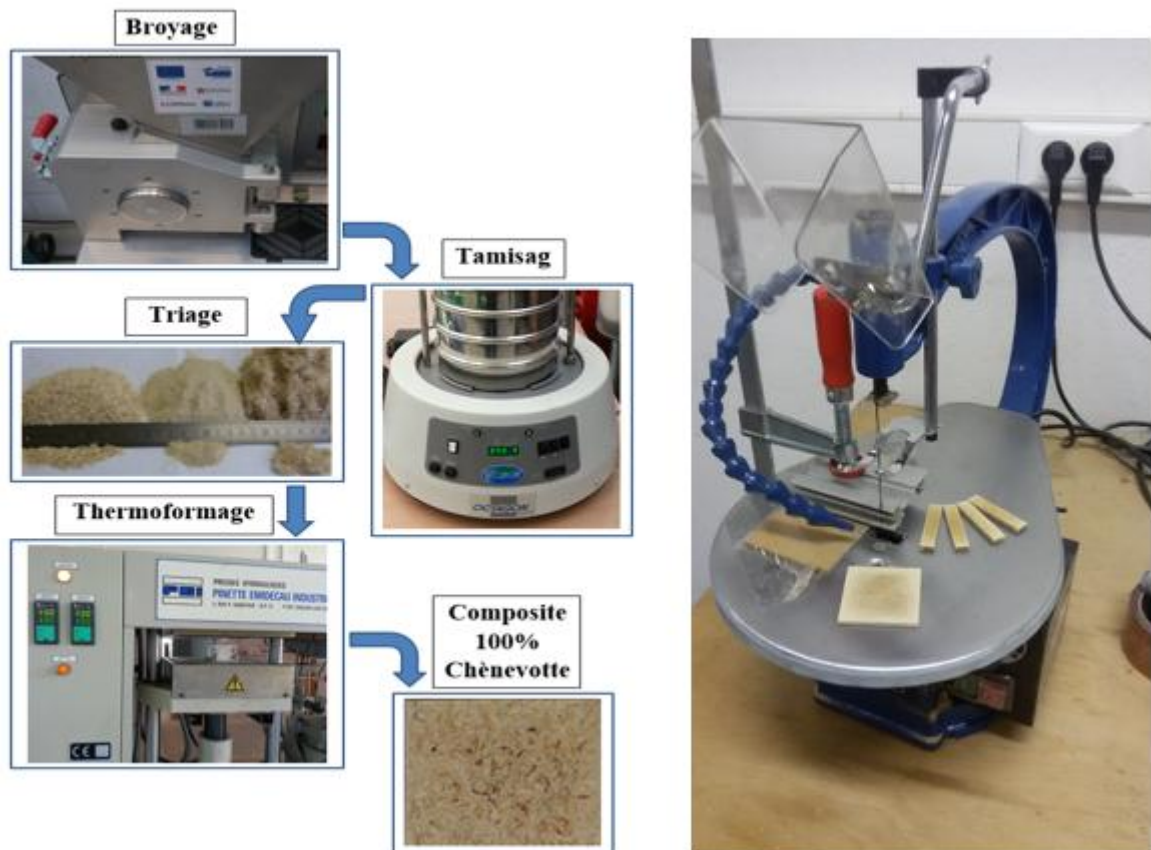


FIG. 3.5: les étapes pour fabriquer un composite de 100% chènevotte.

3.2.2/ COMPOSITES DE CHÈNEVOTTE AVEC UNE MATRICE DE POLYSTYRÈNE

Deux séries de composites ont été élaborées à savoir une série avec la pâte et une autre série avec la poudre de polystyrène :

- 1. Composite de pâte de polystyrène (DisCOMP) :** Dans cette série des composites nous avons varié le taux de mélange de 40, 50, 60, 70, 80 et 90% en masse de chènevotte de taille de 0,5 à 1,4 mm. Parce que les particules inférieure à 0,5 mm, ne donnent pas de bonnes propriétés mécaniques et les particules brutes limitent le taux de mélange.

Le mélange est réalisé manuellement par pétrissage. Dans les composites de plus de 60 % de chènevotte, la chènevotte doit être mouillée par de l'acétone à 150% de son poids avant d'être mélangée avec la pâte. La quantité d'acétone utilisée se trouve dans le tableau (3.1) et dans la figure (3.6) qui montre la valeur exacte de l'acétone dans le mélange correspondant à la somme de l'acétone dans la pâte (équation 3.4) et dans la chènevotte mouillée (equation 3.5). La pâte de polystyrène permet un bon mélange car elle se disperse entre la chènevotte comme une toile d'araignée (figure 3.7). Le mélange est mis en préforme et l'acétone doit s'évaporer avant le thermoformage. Nous avons donc calculé l'évaporation en mesurant la perte de poids de l'échantillon au cours du temps (résultats 4.11).

$$W_{ace. pate} = \left[\frac{W_{ps}}{0,55} - W_{ps} \right] \quad (3.4)$$

$$W_{ace. fibre} = [W_f * 1,5] \quad Si \quad W_f > 60\% \quad (3.5)$$

$$W_{ace} = [W_{ace.pate} + W_{ace.fibre}] \quad (3.6)$$

Où :

le $W_{ace. pate}$ = le taux massique de l'acétone dans la pâte.

$W_{ace. fibre}$ = le taux massique de l'acétone dans la fibre (chènevotte).

W_{ace} = la somme de l'acétone dans le mélange.

W_{ps} = le taux de polystyrène dans le composite.

W_f = le taux de fibre ou de chènevotte dans le composite.

TAB. 3.1: les taux de mélange de 100 g de DisCOMP.

Composite	%Chenevotte (W_f)	%DisEPS (W_{ps})	%Acetone (W_{ace})
COMP100	100	0	150
DisCOMP90	90	10	143
DisCOMP80	80	20	136
DisCOMP70	70	30	130
DisCOMP60	60	40	33
DisCOMP50	50	50	41
DisCOMP40	40	60	49
DisCOMP0	0	100	81

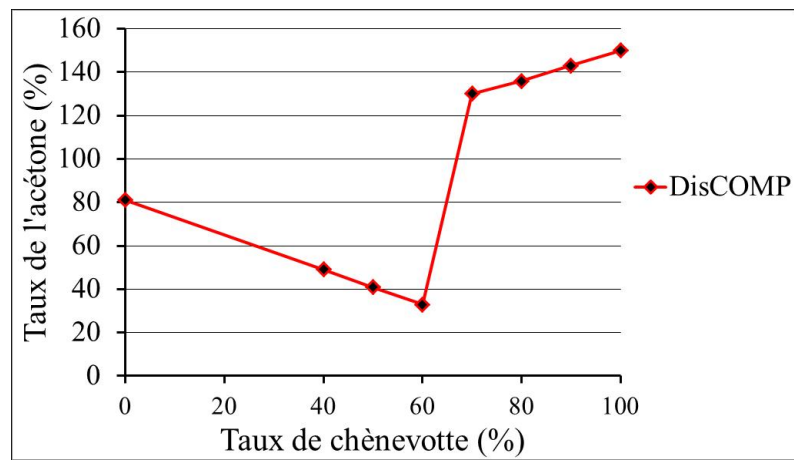


FIG. 3.6: taux de l'acétone par rapport au taux de chènevotte dans les composites.

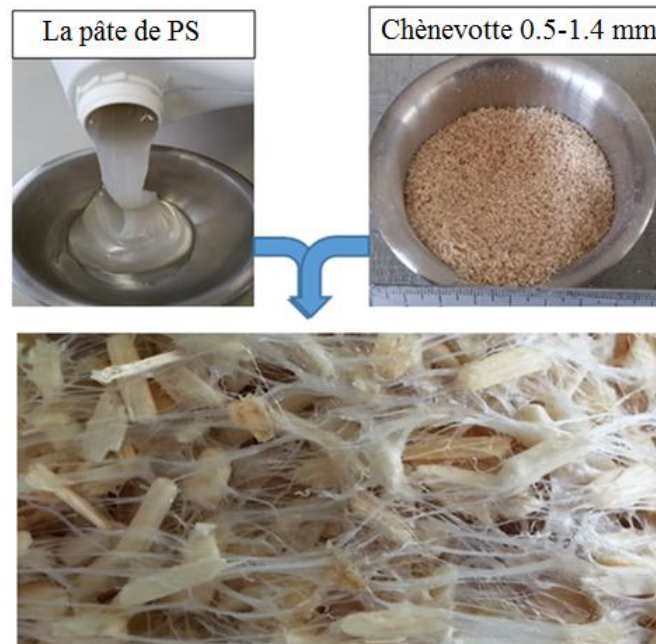


FIG. 3.7: mélange de la chènevotte avec la pâte de polystyrène (DisCOMP).

2. Composite de poudre de polystyrène expansé (GrEPS) : Dans la deuxième série de composites, nous avons varié le taux de mélange de 40, 50, 60, 70, 80 et 90% en masse de chènevotte de taille de (0.5 à 1.4 mm). La quantité des composants utilisés se trouve dans le tableau 3.2. Un mélange sec (figure 3.8) a été effectué, suivi du thermoformage. Les composites ainsi obtenus ont été facilement mélangés et mis en forme pour tous les taux de mélange.

TAB. 3.2: les taux de mélange de 100 g de GrCOMP.

Composite	%Chenevotte (W_f)	%GrEPS (W_{ps})	%Acetone (W_{ace})
COMP100	100	0	0
GrCOMP90	90	10	0
GrCOMP80	80	20	0
GrCOMP70	70	30	0
GrCOMP60	60	40	0
GrCOMP50	50	50	0
GrCOMP40	40	60	0
GrCOMP0	0	100	0



FIG. 3.8: mélange de la chènevotte avec la poudre de polystyrène (GrCOMP).

3.2.3/ COMPOSITE DE FIL SIMPLE ET DE TISSU DE CHANVRE

Pour imprégner le fil simple de chanvre, on utilise un tuyau qu'on remplit de la pâte. Ensuite on fait passer le fil d'un bout à l'autre du tuyau de tel sorte qu'à la sortie le fil est

enrobé de pâte. Avant de les mettre dans le moule pour fabriquer un échantillon de $(50 \times 50 \times 2,75 \pm 0,25) \text{ mm}^3$ pour l'essai de flexion et de $(210 \times 80 \times 2,75 \pm 0,25) \text{ mm}^3$ pour l'essai de traction ; on les laisse sécher à l'air libre pendant quelques minutes, pour être sûr que la pâte autour du fil va conserver sa forme d'épaisseur homogène.

On exerce d'abord une pression à froid de 5 MPa pendant 5 minutes pour s'assurer que la pâte de polystyrène soit bien dispersée entre les fils. On laisse l'échantillon durcir à l'air jusqu'à évaporation totale de l'acétone, figure (3.9 a).

En outre, pour imprégner les tissus de chanvre, nous avons mis la pâte entre les couches du tissu, figure (3.9 c).

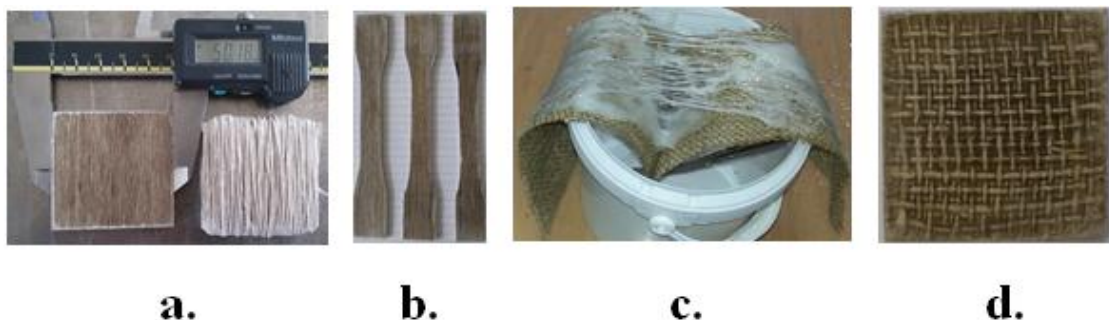


FIG. 3.9: imprégnation et échantillon : (a) échantillon UD du fil simple pour la flexion, (b) échantillon UD du fil simple pour la traction, (c) l'imprégnation des tissus et (d) échantillon du tissu pour la flexion.

3.3/ PROCESSUS DE THERMOFORMAGE

Dans ce processus nous avons déterminé la température minimum qui fond la matrice, de même que le temps minimum pour que la température soit homogène dans l'échantillon. Nous avons également déterminé la pression maximum qu'il faut pour réduire la porosité de la chènevotte. La température, le temps de pressage et la pression sont les paramètres du processus de thermoformage qui ont été ainsi déterminés par la suite grâce à certains essais. On retiendra pour la suite une pression de 20 MPa, une température de 130°C et un temps de 30 minutes pour le thermoformage. La pression monte progressive pendant la phase de stabilisation de la température. Le refroidissement est effectué dans le moule jusqu'à 60°C sous la même pression. Après cela, les échantillons sont démoulés. Le cycle de moulage est schématisé (figure 3.10).

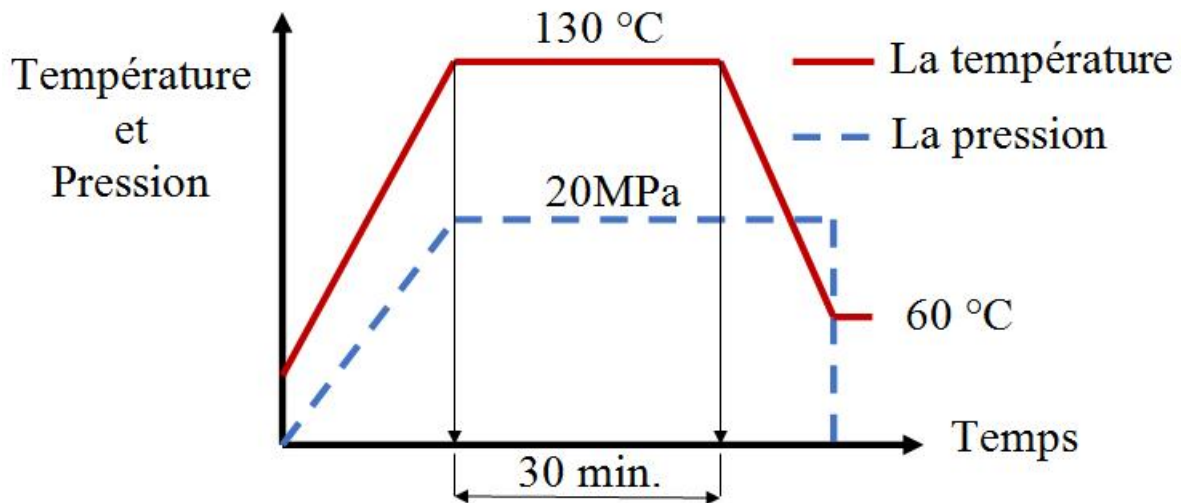


FIG. 3.10: Schéma représentant le processus de thermoformage (Température, Pression et Durée).

3.3.1/ TEMPÉRATURE

La température a été déterminée en utilisant le test calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et le test d'analyse mécanique dynamique (DMA). L'analyse par DSC a été utilisée pour déterminer la transition vitreuse (T_v) du polystyrène (100°C), telle que représentée sur la figure (3.11). Ce résultat est en accord avec ceux obtenus par d'autres études [Mehta et al., 1995], [Kannan et al., 2007] [Schmidt et al., 2011] [Nair et al., 1996].

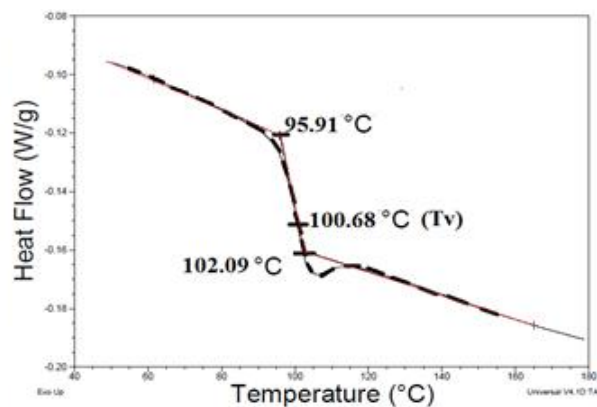


FIG. 3.11: machine de DSC et courbe de l'analyse calorimétrique de polystyrène recyclé par l'acétone.

L'analyse Mécanique Dynamique (DMA) a été aussi utilisée pour obtenir la température de ramollissement pour un composite de 40 % de chènevotte avec 60 % de (DisEPS), (122°C), figure 3.12.

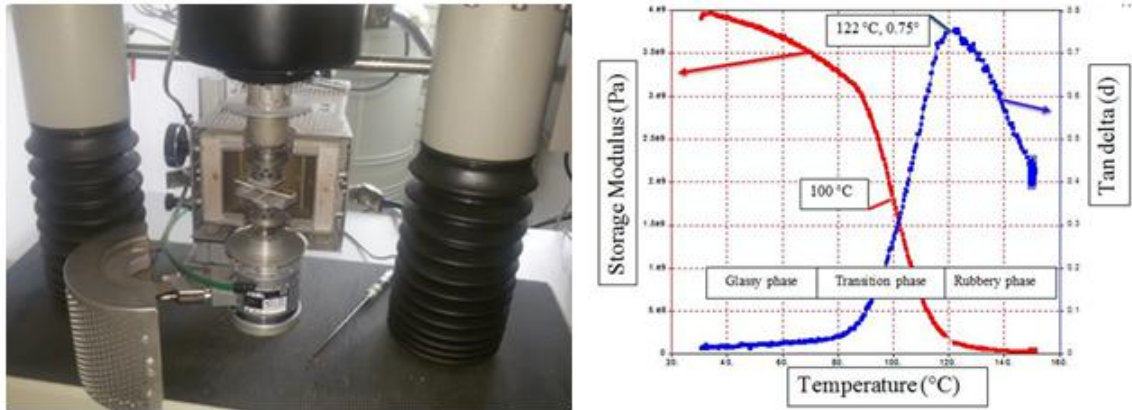


FIG. 3.12: machine de DMA et courbe de l'analyse mécanique-dynamique de Dis-COMP40.

Ces deux tests permettent de déterminer la température minimum de thermoformage qui doit être adapté pour ramollir la matrice de polystyrène, ainsi que pour éviter l'effet de surchauffe sur une substance organique constituée de particules de chènevette et pour des raisons économiques. Par conséquent, nous avons adopté 130°C afin d'être sûr que la matrice Polystyrène se ramollisse convenablement et que le module de stockage soit proche de zéro (figure3.12).

3.3.2/ DURÉE DE THERMOFORMAGE

Afin de connaître le temps nécessaire qu'il faut pour thermopresser les échantillons, nous avons placé un capteur de température (thermocouple) au milieu de l'échantillon pour mesurer la température. Pour une température de 130°C , la durée minimale de thermoformage relevée est de 25 minutes. Le temps de thermoformage retenu a été fixé à 30 minutes pour l'élaboration de tous les échantillons (figure 3.13).



FIG. 3.13: évaluation du temps de thermoformage.

3.3.3/ PRESSION

La pression maximale a été fixée à 20 MPa pour réduire la plus part de la porosité (intra et inter particulaires) dans le composite de chènevotte. Les tests de compressibilité de trois granulométries de chènevotte montrent qu'entre 10 et 20 MPa, il n'y a pas de variation significative de la contrainte, (figure 3.14). Nous pensons alors qu'il n'est pas nécessaire d'aller au-delà de 20 MPa puisque la porosité varie très peu, et les propriétés mécaniques ne s'améliorent pas significativement. Ce résultat est en adéquation avec ceux d'autres études récentes [Choi et al., 2006] [Takagi et al., 2008].

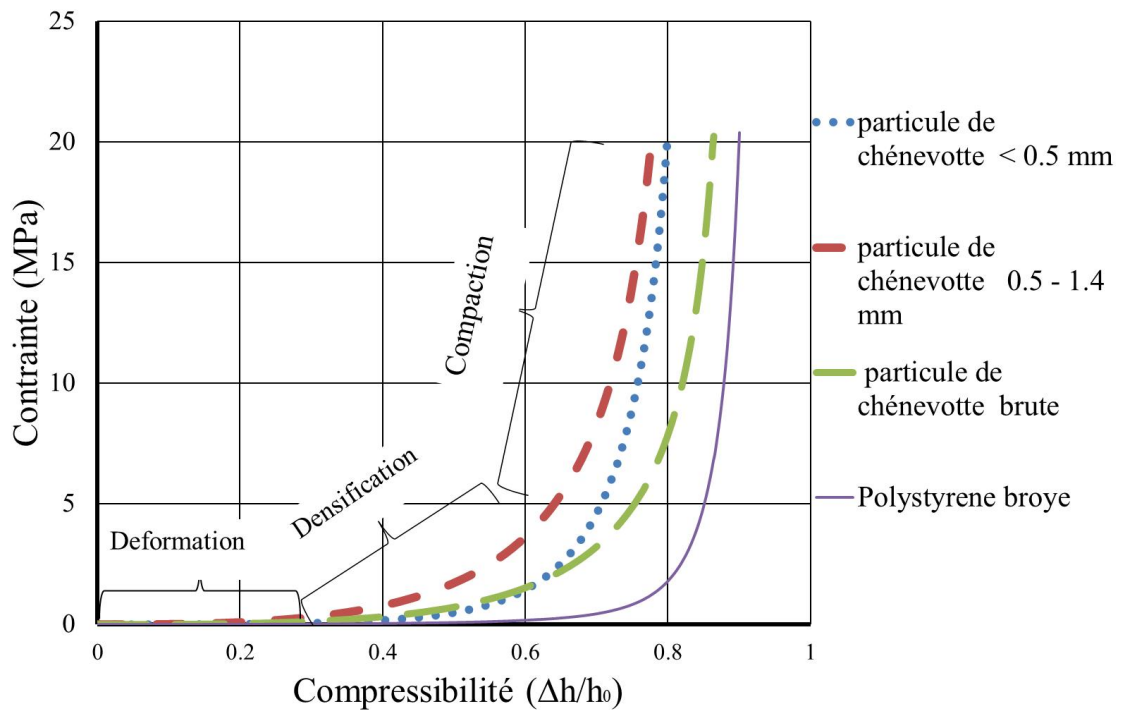


FIG. 3.14: compressibilité de trois tailles de particule de chènevotte et le poudre de PS.

3.4/ ESSAIS PHYSIQUE ET MÉCANIQUE

3.4.1/ TEMPS DE MALAXAGE ET D'ÉVAPORATION DE L'ACÉTONE

La pâte de polystyrène durcit plus vite lorsque la quantité de chènevotte augmente dans le composite. Cela est dû au fait que le chènevotte absorbe rapidement l'acétone, ensuite elle s'évapore car très volatile. Connaître le pourcentage d'acétone évaporée est très important car on déduit de ce résultat, le pourcentage exact du polystyrène dans le composite. Nous avons également observé qu'il faut un temps suffisant pour obtenir un bon mélange avant que le composite ne se solidifie (figure 4.11 b).

3.4.2/ DENSITÉ ET POROSITÉ DES COMPOSITES

La densité est l'une des propriétés physiques la plus intéressante parce que les propriétés spécifiques et les porosités peuvent être calculées à partir de celle-ci. De plus, on peut évaluer les propriétés thermiques et acoustiques selon la densité du matériau.

3.4.2.1/ DENSITÉ DES COMPOSITES

Nous avons obtenu la densité apparente par la mesure de la masse à partir d'une balance de précision 0,001 g et par la mesure des dimensions à partir d'un pied à coulisse électronique de précision 0,01 mm. Pour le volume nous avons effectué douze mesures de l'épaisseur et quatre mesures de la largeur et de la longueur sur chaque échantillon. Pour calculer la densité apparente du composite nous avons utilisé l'équation 2.4 .

3.4.2.2/ POROSITÉ DES COMPOSITES

Pour mesurer la porosité, la valeur de la densité mesurée est comparée à la densité théorique calculée telle que définie par l'équation 2.5, qui est basée sur la loi de mélange afin de trouver les vides contenus par l'équation 2.3 selon la norme (ASTM D2734).

Pour calculer le volume de chaque composant (équation 2.10 pour la fibre et l'équation 2.11 pour la matrice), il faut donc prendre en compte la valeur des porosités dans le composite [Madsen, 2004].

3.4.3/ ABSORPTION D'EAU ET GONFLEMENT

Les composites à 60 % de chènevotte ont été immergés dans l'eau pendant 24 heures, selon la norme ASTM (D 570-98, ISO 62) à une température de 20 ± 2 °C. L'absorption d'eau a été calculée selon la différence en poids, et leurs dimensions ont été mesurées pour déterminer le gonflement en épaisseur.

3.4.4/ ESSAI DE FLEXION 3 POINTS

Tous les composites de dimension $(50 \times 50 \times 2,75 \pm 0,25) \text{ mm}^3$ ont été coupées en cinq éprouvettes de $(50 \times 10 \times 2,75 \pm 0,25) \text{ mm}^3$, selon la norme (ASTM D790, ISO 178). Les éprouvettes ont été testées sur une machine Universelle (TA.XT2i) de cellule de charge (500N) à une vitesse transversale de 6 mm.min^{-1} avec une dimension de 45 mm entre appuis suivant la norme (figure 3.15).

La contrainte à la flexion ultime et le module d'élasticité ont été calculés. On applique l'équation 3.7 pour la contrainte à la flexion, l'équation 3.8 pour calculer la déformation et



FIG. 3.15: machine de traction-compression.

l'équation 3.9 pour calculer le module d'élasticité.

$$\sigma = \left[\frac{3 F L}{2 b h^2} \right] \quad (3.7)$$

$$\varepsilon = \left[\frac{6 S h}{L^2} \right] \quad (3.8)$$

$$E = \left[\frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} \right] \quad (3.9)$$

Où :

σ = la contrainte à la flexion (N/mm^2).

F = la charge (N).

L, b, h sont la longueur entre les appuis, le largeur et l'épaisseur (mm).

ε = la déformation à la flexion.

S = la déflexion (mm).

E = le module d'élasticité (N/mm^2).

Il faut alors prendre en compte l'effet de la porosité et l'effet de l'acétone sur les contraintes et les modules d'élasticité dans les équations (3.10 et 3.11).

$$\sigma_c = [\sigma_{theo} \cdot (1 - V_p)^{n_\sigma + W_{ace}}] = [(\sigma_f \cdot V_f + \sigma_m \cdot V_m)(1 - V_p)^{n_\sigma + W_{ace}}] \quad (3.10)$$

$$E_c = [E_{theo} \cdot (1 - V_p)^{n_E + W_{ace}}] = [(E_f \cdot V_f + E_m \cdot V_m)(1 - V_p)^{n_E + W_{ace}}] \quad (3.11)$$

n_σ et n_E sont égales à 2, [Madsen, 2004]. W_{ace} est le taux d'acétone dans le mélange.

3.4.5/ ANALYSE THERMOGRAVIMÉTRIQUE (TGA)

L'Analyse Thermogravimétrique (TGA) indique les étapes de la dégradation du matériau par rapport à la température qui se traduit par une perte de poids. Pour étudier les propriétés thermiques, on a effectué les tests sur les composites et ses composants (Di-SEPS, GrEPS et la chènevotte). Ces mesures ont été faites à l'aide de flux d'air avec une vitesse de chauffage constante de 10 °C/min sur une plage de température de 20 à 800 °C, (figure 3.16). L'élimination de l'acétone contenue dans la pâte de polystyrène et la quantité qui reste piégée dans le composite ont été vérifiées par cette analyse.

3.4.6/ ANALYSE MICROSCOPIQUE

Deux types de microscopes ont été utilisés dans le but d'observer la surface des fibres, les porosités et les adhésions entre la matrice et les fibres. C'est ainsi qu'un microscope électronique à balayage de marque (JEOL, JSM-7800F) et un microscope optique de marque (KEYENCE-VHX) figure 3.17, ont été utilisés pour l'acquisition d'images.



FIG. 3.16: machine de l'analyse Thermogravimétrique (TGA).

**a.****b.**

FIG. 3.17: les microscopes électriques : (a) optique et (b) à balayage.

3.5/ CONCLUSION

Le choix de la matière première (le chanvre et le polystyrène expansé recyclé) permet de valoriser la plante de chanvre (fibre et bois) et de réduire la pollution causée par les déchets plastiques. Deux techniques ont été choisies pour recycler le PSE (en poudre ou en pâte), dans le but de réduire son grand volume. La matrice en pâte de PSE per-

met d'obtenir un composite qui peut durcir à l'air libre. Donc le choix du processus de thermoformage nous permet d'étudier l'effet de la température et de la pression sur les propriétés physiques et mécanique de ce composite. Trois paramètres essentiels dans le processus de thermoformage (la température, la pression et la durée) ont été identifiés prenant en compte les effet écologiques, économique et les effets sur les propriétés obtenues du produit final. Et pour caractériser ces différents composites, les propriétés physiques (la densité, la porosité, l'absorption de l'eau et la dégradation thermique), les propriétés mécaniques et les photos microscopiques ont été faites.

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX ET DISCUSSIONS

4.1/ INTRODUCTION

Dans ce chapitre trois types de composites de chanvre ont été étudiés. Le composite à 100% de chènevotte, le composite de chènevotte avec une matrice polystyrène et le composite de fil et de tissu de chanvre avec la pâte de polystyrène.

Le premier composite est constitué de 100% de chènevotte. Il a des propriétés mécaniques intéressantes grâce à sa matrice interne (la lignine) qui fait le liant entre les particules sous l'effet de la température, de la pression et du temps de thermoformage. Cependant, ce composite perd toutes ses propriétés mécaniques, lorsqu'il est en contact direct avec l'eau. Par conséquent, une utilisation dans un endroit sec ou avec une bonne protection contre l'eau, est nécessaire pour prolonger sa durabilité.

Le deuxième composite est la chènevotte avec une matrice de polystyrène. Cette matrice va améliorer les propriétés mécaniques et protéger en même temps la chènevotte contre la prise d'eau. Nous avons fait varier le taux de mélange (taux de chènevotte) et la pression pour évaluer les propriétés (physiques et mécaniques). On obtient une plage de variation des propriétés de densité, de porosité, de contrainte à la flexion et de module d'élasticité.

Le troisième composite est composé de fil et de tissu de chanvre associé à la pâte de polystyrène expansé. Il permet d'obtenir des propriétés mécaniques plus performantes. Ces trois composites seront assemblés à différentes proportions pour fabriquer plusieurs types de sandwichs. Le concept de sandwich nous permet d'utiliser les trois types de

composites, d'améliorer les propriétés mécaniques et de réduire la quantité de polystyrène dans la structure globale.

4.2/ COMPOSITE À 100% DE CHÈNEVOTTE (SANS LIANT)

La possibilité de ramollissement de certains composants de faible poids moléculaire contenus dans la chènevotte tels que la lignine, l'hémicellulose et la cellulose non cristalline (tableau 2.2) à une température peu élevée (inférieure à 180 °C) permet d'obtenir une matrice plastifiée. Dans cette partie, nous allons étudier l'effet de la température, de la taille des particules et de la teneur en eau de la chènevotte sur le degré de diffusion des composants pour améliorer les propriétés mécaniques des composites. En effet, la lignine sous l'effet de la chaleur va se dissoudre et sous l'effet de la pression va se propager et jouer le rôle de liant entre les particules. Dans cette étude, plusieurs tests tels que la densité, l'analyse thermogravimétrique (TGA), la résistance à la flexion, la résistance au cisaillement et l'absorption d'eau seront étudiées pour identifier les propriétés et optimiser le processus de fabrication. Les résultats de cette partie sont publiés dans une revue internationale [Almusawi et al., 2016a].

4.2.1/ DENSITÉ ET COMPRESSIBILITÉ DE LA CHÈNEVOTTE

La taille des particules de chènevotte, la porosité et la pression ont un effet direct sur la compressibilité puisque les porosités entre les particules vont augmenter lorsque la taille est plus grande ou plus fine. Il existe donc une taille de particules intermédiaire, où la densité est meilleure (Figure 3.14). Ces résultats sont en accord avec l'observation de Al Hajj [El Hajj et al., 2009].

Cependant, les particules de petites tailles permettent d'obtenir des composites plus denses (figure 4.1). Cela est dû au fait que les particules se rangent facilement entre elles sous l'effet de la pression. Trois séries de composites ont été fabriquées selon la taille des particules et pour une pression de 20 MPa pendant 30 minutes. Sur chaque série la température varie entre 130°C et 190°C. La densité a été calculée pour chaque composite afin de déterminer les porosités dans le composite. L'effet de la température et de la taille des particules sur la densité et la porosité est présenté dans les figures 4.2.

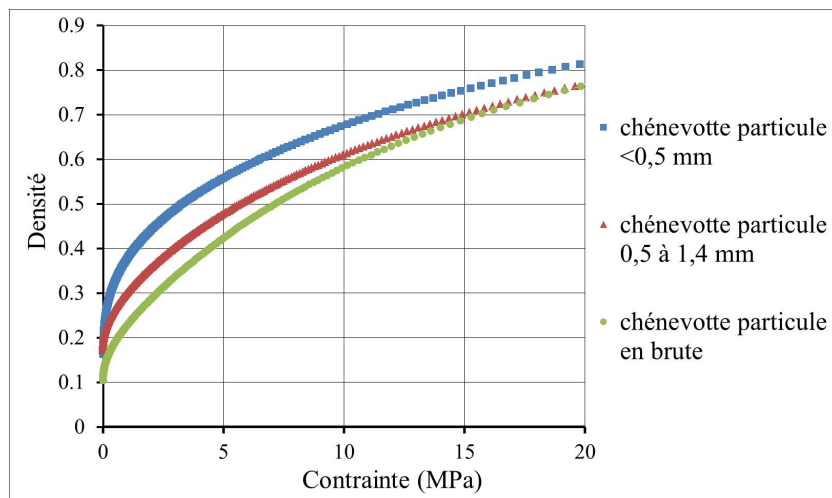


FIG. 4.1: densité de chènevotte en fonction de la contrainte.

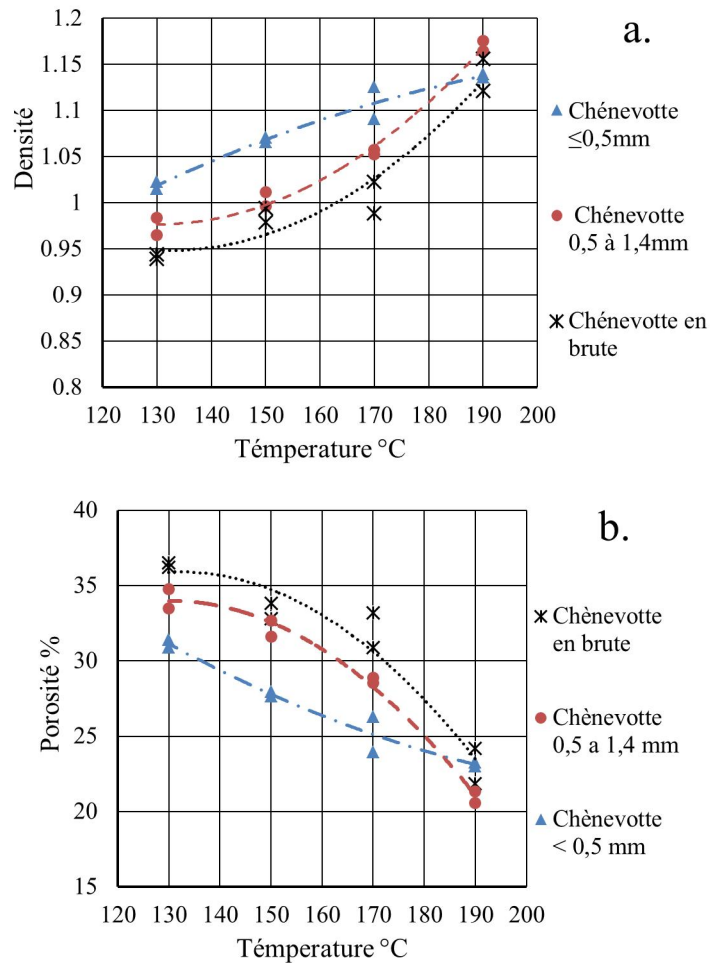


FIG. 4.2: l'effet de la température et la taille de la particule sur (a) la densité et (b) la porosité.

Nous avons observé que la densité augmente proportionnellement avec la température et également avec la diminution de la taille des particules. Cette augmentation dépend d'une part de la formation des liaisons de cohésion entre les particules et d'autre part de leur arrangement ; ce qui réduit les porosités.

4.2.2/ CONTRAINTE DE FLEXION 3 POINTS

La contrainte à la flexion a été déterminée pour les composites afin de définir les propriétés mécaniques et d'étudier l'effet de la température et de la taille de particules sur la résistance, comme on peut le voir dans les figures (4.4).

La résistance augmente lorsque la température augmente jusqu'à 170 °C pour les trois tailles. Au-delà, le composite de particules plus fines perd un peu de sa résistance tandis que les autres composites voient leur résistance augmenter malgré quelques dégradations. Cela est dû au fait que la matrice bio-polymérique est sensible à la température. En revanche, les particules de grandes tailles permettent un accrochement mécanique (chévauchement) entre elles plus important pendant la dégradation de la matrice (figure 4.3).

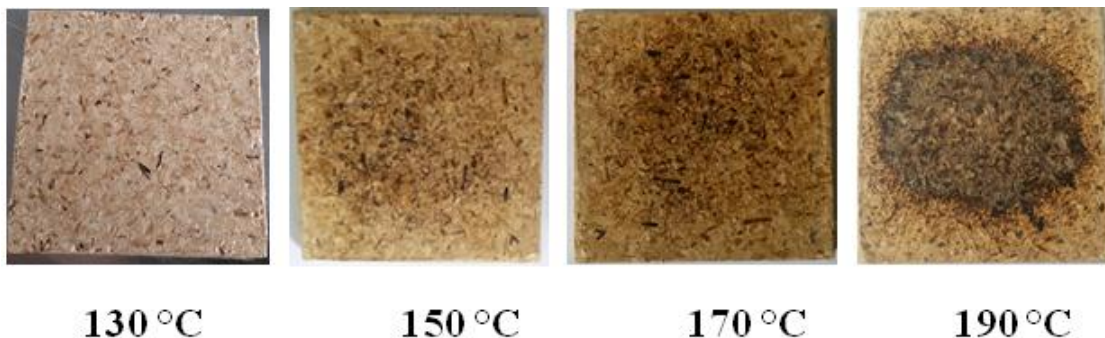


FIG. 4.3: L'effet de la température sur le composite de 100% chènevotte (sans liant).

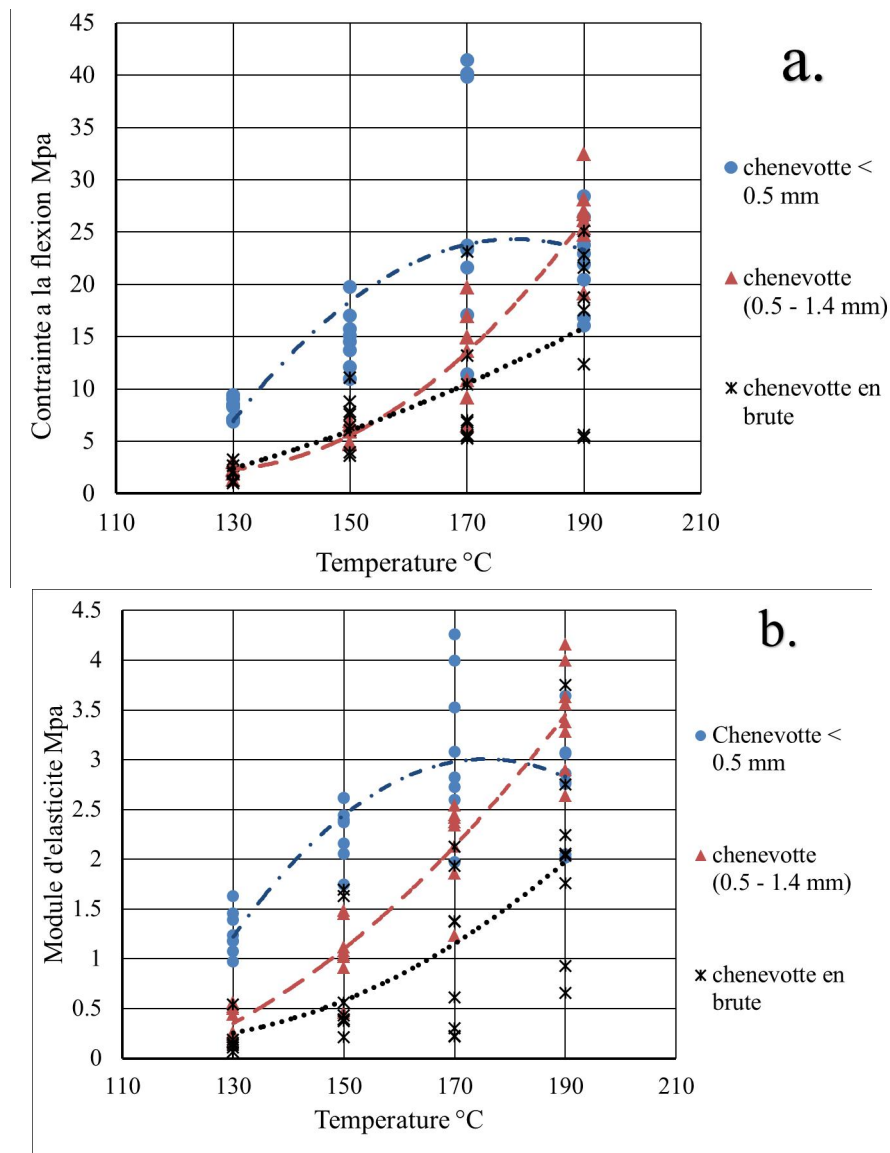


FIG. 4.4: l'effet de la température et de la taille de la particule sur : (a) la contrainte à la flexion (b) le module d'élasticité.

4.2.3/ ANALYSE THERMOGRAVIMÉTRIQUE

Les courbes de thermogramme de trois tailles de particules de chènevotte ont été faites à l'aide de l'analyse thermogravimétrique. Ces courbes ont prouvé qu'il y a une perte de masse de 5 % avant 100 °C. Cela est dû à l'évaporation d'eau contenu dans les particules (EMC). On remarque aussi qu'il n'y a pas de dégradation dans les composants jusqu'à 170 °C (figure 4.5).

Trois prélèvements différents de trois zones dans un composite fabriqué à 190 °C ont été testés afin de déterminer le pourcentage de dégradation et la limite supérieure de

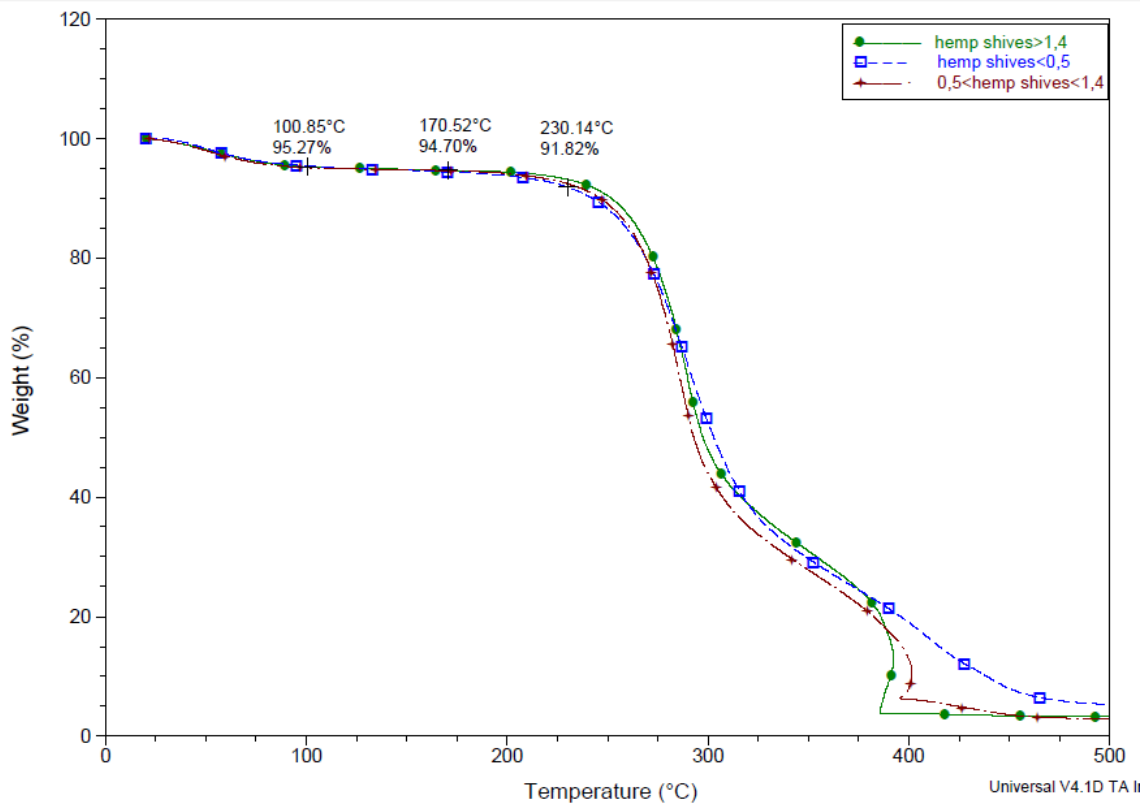


FIG. 4.5: analyse thermogravimétrique de trois tailles de chènevotte.

température dans laquelle les particules de chènevotte peuvent être thermoformées sans dégradation majeure (figure 4.6).

La coloration au milieu de l'échantillon (zone 3), comme indiqué sur la figure 4.6, représente la dégradation de la lignine, de l'hémicellulose et de la pectine au-delà de 170 °C. La différence de 2% entre les deux courbes montre la présence d'un produit de dégradation. Cette dégradation peut s'expliquer par la présence de vapeur d'eau sous pression qui hydrolyse les composants végétaux. En bordure de l'échantillon la vapeur s'échappe par l'espace entre les parties du moule. Par conséquent, Il faut éviter de fabriquer ces types de composite à 190 °C. Après cela, la dégradation de la cellulose va commencer à partir de 200 à 230 °C. Ce comportement est souvent observé dans les matériaux lignocellulosiques [Nenonene, 2009] [Thomas et al., 2011] [John et al., 2008] [Madsen, 2004] [Blackburn, 2005]

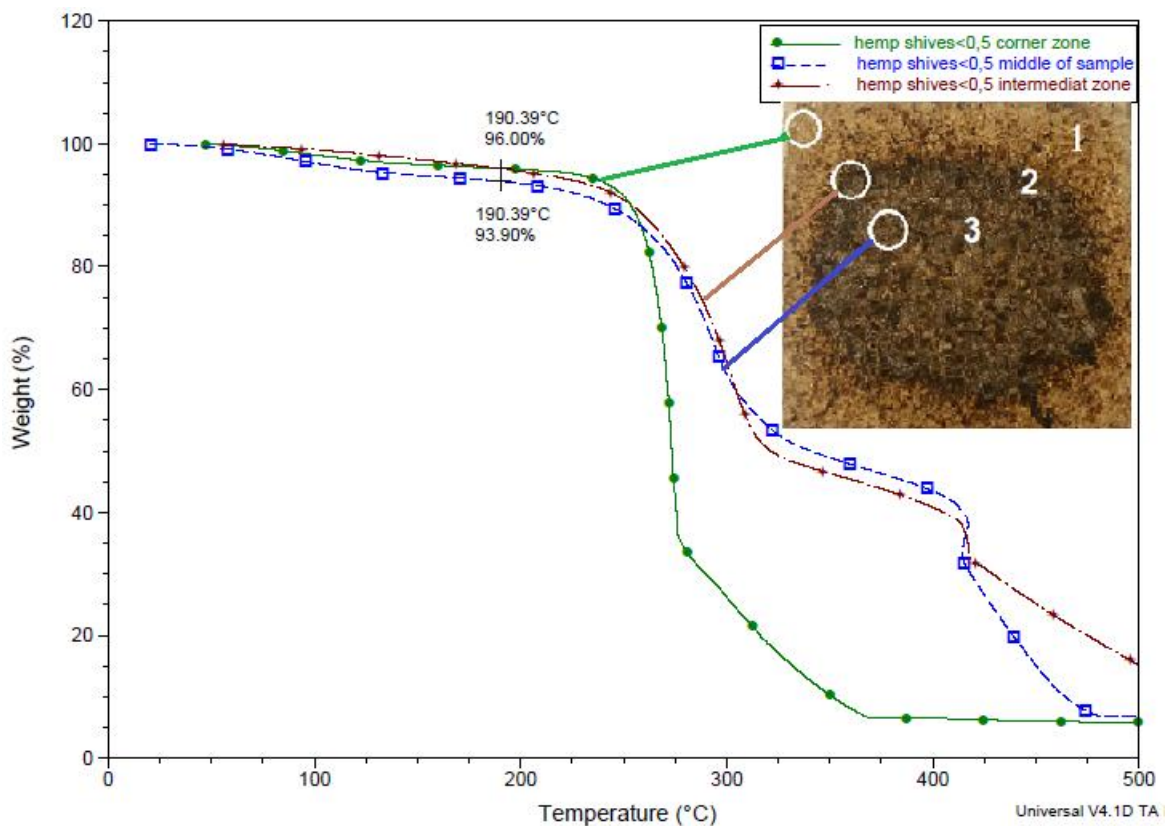


FIG. 4.6: l'analyse thermogravimétrique de trois prélèvements différents d'un composite fabriqué à 190°C.

4.2.4/ ABSORPTION D'EAU

Les composites de chènevotte s'effritent complètement quand ils sont plongés dans l'eau pendant 5 minutes (figure 4.7).

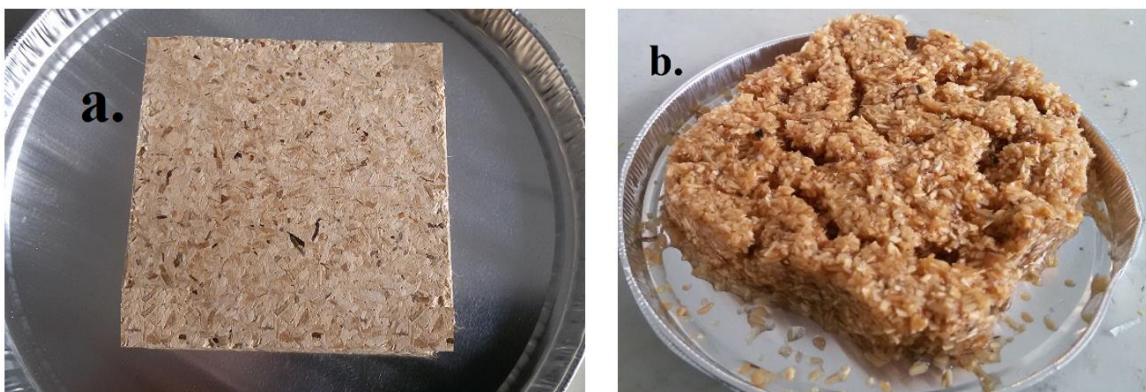


FIG. 4.7: l'absorption d'eau (a) avant immersion dans l'eau et (b) après 5 minute d'immersion dans l'eau.

Ce comportement s'explique par le fait que la matrice est soluble dans l'eau et les parti-

cules gonflées génèrent des contraintes internes à cause de l'absorption d'eau.

Les pressions sont supérieures à la force d'adhérence entre les particules. Ce phénomène est négatif du point de vue de la durabilité. Néanmoins on peut le contrôler soit en utilisant ce composite loin de l'humidité ou protéger par des couches imperméables comme les peintures à l'huile, la mélamine / Formica, plastiques, etc... En revanche, ce phénomène est préférable du point de vue de la biodégradabilité.

Ce composite peut être utilisé comme détecteur de défaut d'un toit (surtout les toits en béton acier) puisque la moindre goutte d'eau qui le traverse va le dégrader. Ce qui n'est pas le cas des plaquettes en plastique.

Mieux, comparé aux plaquettes en plâtre, la dégradation de notre composite au contact de l'eau est totale. Ce qui facilite la détection des défauts de toit, et fait apparaître leur sévérité. En effet, sur la figure (4.8) on voit apparaître un défaut sur un toit recouvert de plaquette en plâtre, mais la sévérité n'est pas apparente. Cela va obliger les propriétaires à réparer plus rapidement les défauts dans les toits.



FIG. 4.8: écoulement d'un toit dans un établissement public.

4.2.5/ ANALYSE MICROSCOPIQUE

Les photos au microscope électronique à balayage sur les surfaces d'une particule de chènevotte avant et après thermoformage, montrent clairement le rôle de la lignine qui sert de liant entre les particules (figure 4.9).

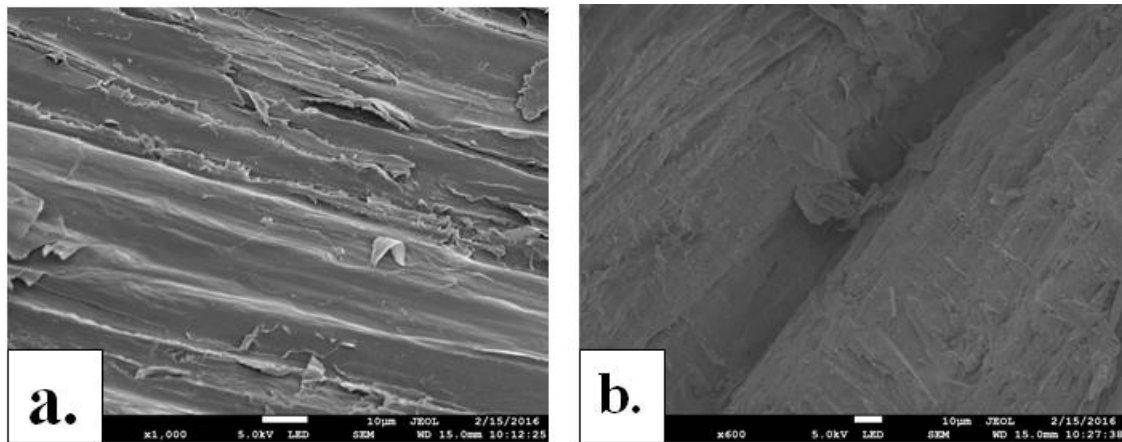


FIG. 4.9: surface extérieure d'une particule de chènevotte : (a) avant thermoformage et (b) entre deux particules après thermoformage à 170 °C.

4.2.6/ CONCLUSION

Nous avons réussi à produire un composite qui est totalement biodégradable, en respectant l'exigence environnementale. Ce composite peut être un matériau alternatif pour remplacer les matériaux non-biodégradables (les plastiques) ou des composites d'émission de formaldéhyde. Nous avons constaté que les composites de particules inférieures à 0,5 mm ont toujours les meilleures propriétés à une température optimale de 170 °C. Ce composite a une résistance maximale à la flexion de 27 ± 11 MPa et un module d'élasticité de $3,122 \pm 0,763$ GPa. Cette résistance satisfait aux exigences de la norme (NF EN 312 : P6) pour fabriquer les panneaux de particules. Par contre, ces composites sont très sensibles à l'eau : ils s'effondrent complètement au bout de 5 minutes de contact direct avec de l'eau. Ce comportement est préférable du point de vue de la biodégradabilité. La taille des particules a un effet important sur les propriétés mécaniques en raison de son effet sur la quantité des composants hydrolysés (la lignine) et de l'accroche mécanique entre les particules.

4.3/ COMPOSITE DE CHÈNEVOTTE ET DE POLYSTYRÈNE EXPANSÉ RECYCLÉ.

Pour protéger le composite à 100% de chènevotte contre l'humidité et le contact direct avec l'eau et pour fabriquer un composite avec des propriétés plus élevées, nous avons choisi le polystyrène expansé recyclé comme matrice (paragraphe 3.2.2). Ce composite va permettre de réduire la pollution par la récupération du PSE. Ce composite à matrice thermoplastique a des propriétés mécaniques meilleures que celles du PSE pur et plus dégradable et moins cher. De plus, la chènevotte permet d'absorber efficacement l'acétone contenue dans la pâte de polystyrène recyclé. L'acétone est très volatile à température ambiante. La chènevotte va relâcher les vapeurs d'acétone à travers les microfissures dans la pâte de polystyrène durci.

Dans le composite, les propriétés mécaniques dépendent de trois éléments principaux. Le premier est la résistance du renfort qui dépend aussi de plusieurs paramètres selon sa nature. Le deuxième est la résistance de la matrice. Et le troisième, l'adhésion entre les particules et la matrice. Il est aisé de distinguer ces trois éléments car la propagation de la fissure va traverser le matériau le plus faible. Cependant, l'adhésion est faible quand la surface d'arrachement est propre et forte quand sur chaque surface se trouve l'empreinte (une partie) de l'autre (figure 4.10).



FIG. 4.10: section transversale d'un composite de chènevotte à matrice polystyrène.

4.3.1/ ÉVAPORATION DE L'ACÉTONE DE LA PÂTE DE POLYSTYRÈNE

Dans le processus de dissolution du PSE de densité 0,015 par l'acétone, on obtient une pâte de densité ($\approx 0,9$). La pâte de polystyrène durcit plus vite lorsque la quantité de chènevotte augmente dans le composite. Cela est dû au fait que la chènevotte absorbe rapidement l'acétone, ensuite elle s'évapore car très volatile. La figure (4.11 a.) représente la perte de poids de la pâte de polystyrène en fonction de l'évaporation de l'acétone par rapport au temps, à la température ambiante de 22 ± 3 °C. L'évaporation totale de l'acétone est effective après 21 jours de séchage à l'air libre. Connaître le pourcentage d'acétone évaporé (45%) est très important car on déduit de ce résultat, le pourcentage exact du polystyrène dans le composite. Nous avons également observé que le temps nécessaire pour un bon mélange avant que le composite ne soit solidifié est de 5 minutes pour le composite à 60% de chènevotte, et de 10 minutes pour celui à 40% de chènevotte, et de 35 minutes pour le composite à 20% de chènevotte, Voir figure (4.11 b.). On constate qu'à ces différentes taux de chènevotte, l'acétone évaporée est d'environ de 10 %.

Le processus de thermoformage commence après l'évaporation totale (ou $90 \pm 5\%$) de l'acétone. Cette évaporation totale est considérée lorsque la perte de poids de l'échantillon varie très peu dans le temps (stabilisation partiel du poids). Pour les composites de 40% ou plus de chènevotte, la stabilisation de poids sera après 24 ± 4 heures de malaxage. C'est possible donc de commencer le processus de thermoformage qui peut faire évaporer les restes de l'acétone dans le composite. Sinon, le thermoformage avant l'évaporation de l'acétone va créer beaucoup des bulles de gaz qui vont réduire la résistance mécanique du composite.

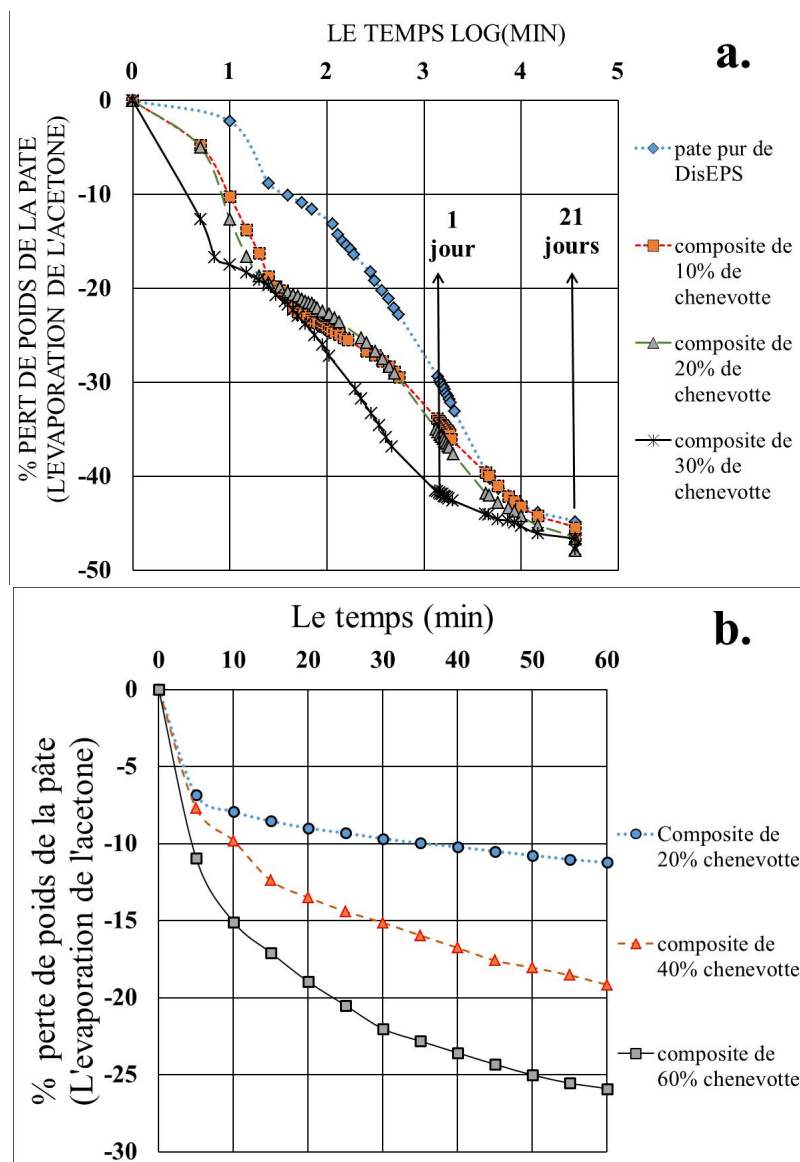


FIG. 4.11: évaporation de l'acétone de DisEPS (a) pendant 21 jours. et (b) pendant 60 minute.

4.3.2/ DENSITÉ ET POROSITÉ DES COMPOSITES

La densité et la porosité ont été effectuées pour les deux séries des composite (DisEPS et GrEPS). Nous avons observé que la densité augmente légèrement avec le pourcentage en chènevotte jusqu'à 80 %. Puis après 80 % elle baisse car on a plus assez de liant entre les particules de chènevotte pleins de vide (figure 4.12 a.).

Les densités obtenues sont différentes de la densité théorique (selon la loi de mélange) car cette dernière ne prend en compte ni la porosité dans le composite, ni les liaisons entre les particules.

4.3. COMPOSITE DE CHÈNEVOTTE ET DE POLYSTYRÈNE EXPANSÉ RECYCLÉ.85

La porosité augmente en général avec le pourcentage en chènevotte car la chènevotte contient beaucoup de vides. L'augmentation brusque de la porosité après 80 % de chènevotte pour le composite de poudre de polystyrène s'explique par le fait qu'à partir de ce pourcentage les pores dans les composites sont constitués des pores à l'intérieur de la chènevotte et entre les particules de chènevotte par manque de liant, voir figure (4.12 b.). Cependant, il existe une augmentation de la teneur en vides pour les composites de plus de 60 % de chènevotte avec la pâte de polystyrène. Ceci s'explique par le fait de l'augmentation du pourcentage de l'acétone pour des besoins de mouillage de la chènevotte et de malaxage de mélange. Les résultats de la porosité obtenus sont supérieurs à ceux trouvés par Poletto [Poletto et al., 2011].

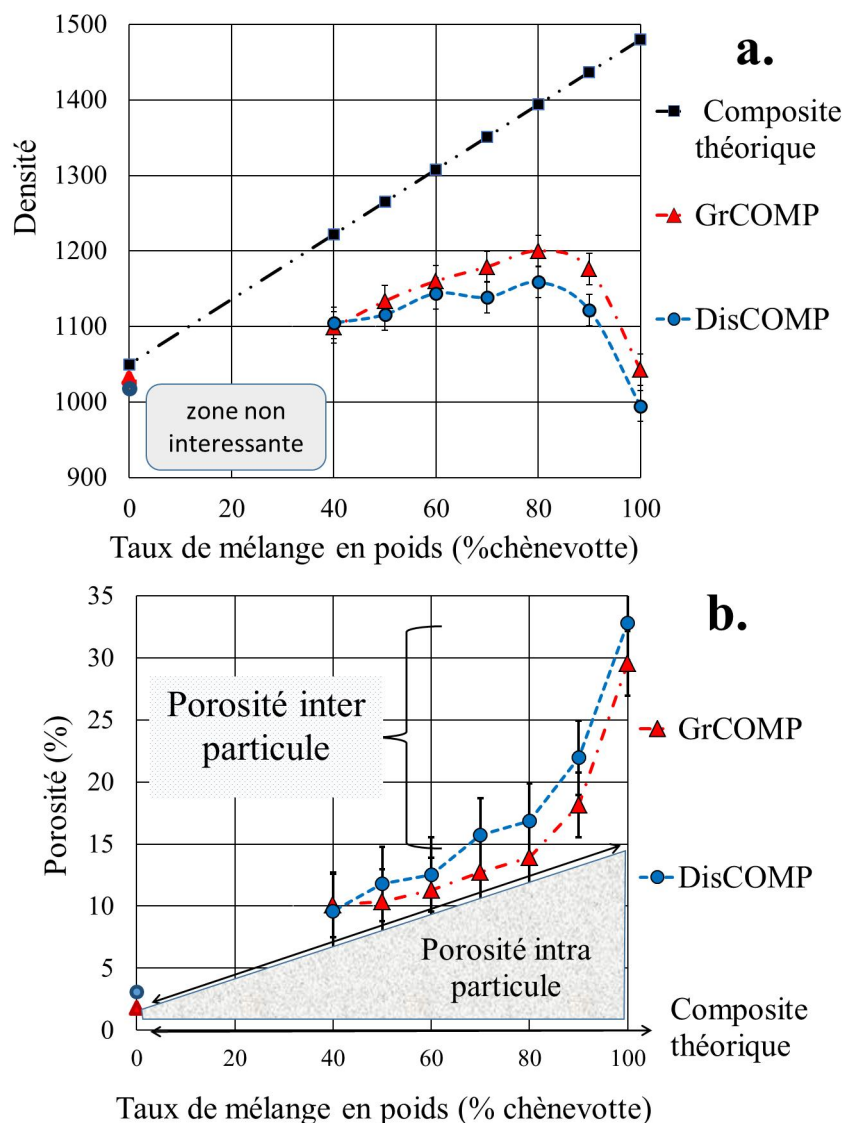


FIG. 4.12: effet de taux de chènevotte sur : (a) la densité et (b) la porosité.

La figure (4.12 b.) nous permet d'émettre une hypothèse pour séparer les deux types de porosité.

L'hypothèse est que la proportion des pores intra et inter particules reste constant en fonction de la pression dans le composite à 100% de chènevotte. Ainsi, pour identifier les deux types de porosités, on peut écrire que le rapport de la porosité intra particules du composite comprimé sur la porosité dans les particules de chènevotte en vrac soit égal au rapport de la porosité inter particules du composite comprimé sur la porosité entre les particules en vrac (Equation 4.1). Ce qui veut dire que l'effet de la pression reste constant sur les proportions de deux types de porosité.

Sur la figure (4.13), le décalage entre le volume du composite mesuré et le composite théorique de porosité zéro (loi de mélange) représente la porosité totale.

Par rapport à notre hypothèse, la matrice n'a pas d'effet sur la porosité intra particule. Cette dernière augmente proportionnellement avec le taux de chènevotte dans le composite. En revanche la porosité inter particule est totalement liée à la quantité de la matrice qui remplit ce type de porosité.

$$\left[\frac{v_p \text{ inter}}{V_{\text{vrac}} - V_{\text{particule}}} \right] = \left[\frac{v_p \text{ intra}}{V_{\text{particule}} - V_{\text{absolu}}} \right] \quad (4.1)$$

$$v_p = [v_p \text{ inter} + v_p \text{ intra}] = [V_{\text{composite}} - V_{\text{theorique}}] \quad (4.2)$$

$$v_p \text{ inter} = [V_{\text{composite}} - V_{\text{theorique}} - v_p \text{ intra}] \quad (4.3)$$

Dans le composite à 100% de chènevotte $V_{\text{ch.absolu}} = V_{\text{theorique}}$

On applique l'équation (4.3) dans l'équation (4.1)

$$v_p \text{ intra} = \left[\frac{(V_{\text{composite}} * V_{\text{particule}}) - (V_{\text{particule}} * V_{\text{absolu}}) - (V_{\text{absolu}} * V_{\text{composite}}) + V_{\text{absolu}}^2}{(V_{\text{vrac}} - V_{\text{absolu}})} \right] \quad (4.4)$$

Donc par rapport au taux de mélange, la porosité intra particule dans le composite est :

$$f(W_f) = v_p \text{ intra} * W_f \quad (\text{line de separation}) \quad (4.5)$$

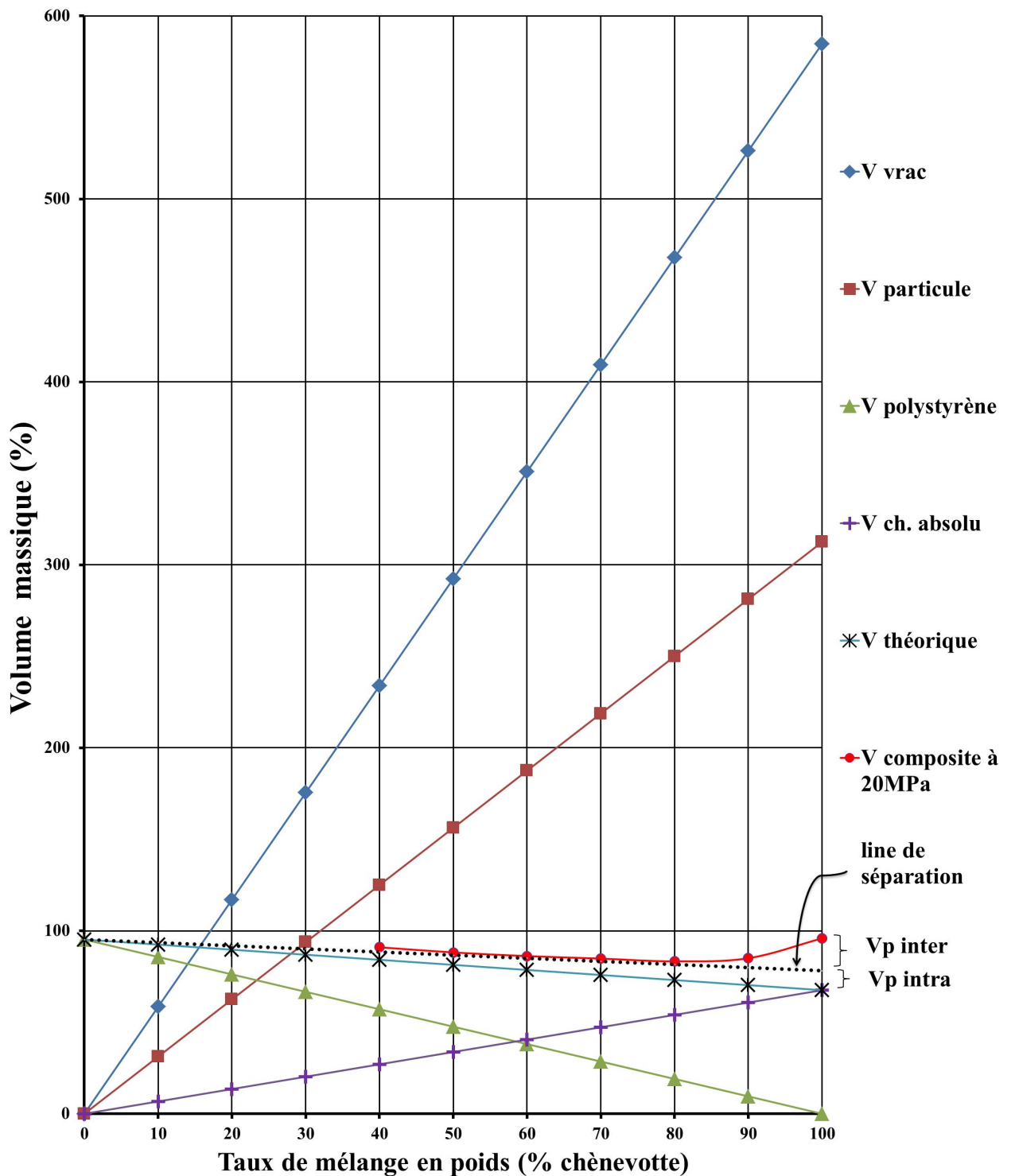


FIG. 4.13: volumes massiques des composants, mélange théorique et composites en fonction de taux de chènevotte.

On observe théoriquement que la porosité inter particule apparaît à partir de taux de mélange critique de 60% de chènevotte (l'intersection entre les deux composants) et croit de façon non linéaire. Cependant on constate qu'à cause de la compressibilité de la

particule de chènevotte qui se déforme facilement, la porosité inter particule va apparaître après ce taux de mélange de 60%.

La connaissance de l'existence et de l'évolution des deux types de porosité permet d'évaluer les propriétés mécaniques et physiques des composites. Ce qui permet de choisir la valeur de la pression de fabrication.

4.3.3/ RÉSISTANCE À LA FLEXION 3 POINTS ET MODULE D'ÉLASTICITÉ

La résistance à la flexion est obtenue par les calculs issus de l'essai. Nous avons pris la valeur de la contrainte maximale atteinte comme valeur de résistance à la flexion et nous avons calculé le module d'élasticité en flexion dans la zone la plus stable de la courbe contrainte-déformation (entre la valeur de déformation de 0,005 à 0,007).

L'ensemble des résultats sont représentés par les diagrammes de la figure (4.14). Afin de nous assurer de la reproductibilité de nos mesures nous avons multiplié certains essais (fabrication d'échantillon et réalisation de mesure). Pour plus de lisibilité nous avons également tracé une courbe passant par la valeur moyenne de chaque groupe de mesure. La valeur des abscisses correspond au taux massique du mélange.

Par contre, la zone des faibles taux inférieur à 40% n'a pas été explorée car celle-ci ne présentait pas d'intérêt pour notre étude.

Nous observons que les propriétés mécaniques des composites de chènevotte à matrice en poudre polystyrène (GrEPS) sont supérieures à celles des composites de chènevotte à matrice en pâte de polystyrène (DisEPS). A partir de la résistance mesurée et de la porosité du composite, on peut déduire la résistance théorique du composite ainsi que la résistance théorique de la chènevotte (selon les équations 3.10 et 3.11). Ces valeurs sont respectivement de (≈ 81 MPa) et ($\approx 7,4$ GPa) pour la contrainte et le module d'élasticité et proches de celles obtenues par Kronbergs [Kronbergs et al., 2015].

Pour les composites de 40, 50 et 60% de chènevotte on a obtenu des propriétés mécaniques très similaires avec les deux types de matrice (en poudre et en pâte de polystyrène), comme on le voit sur la figure (4.14). L'effet négatif de l'acétone sur le composite à 60% de chènevotte en pâte de polystyrène est d'environ 4% pour la contrainte à la flexion soit 48.3 MPa et de 6% pour le module d'élasticité soit 3.636 GPa en comparaison avec le composite à 60% de chènevotte en poudre de polystyrène. Ces résultats sont proches de ceux de Poletto [Poletto et al., 2011] pour le composite à 40% en poids

4.3. COMPOSITE DE CHÈNEVOTTE ET DE POLYSTYRÈNE EXPANSÉ RECYCLÉ.89

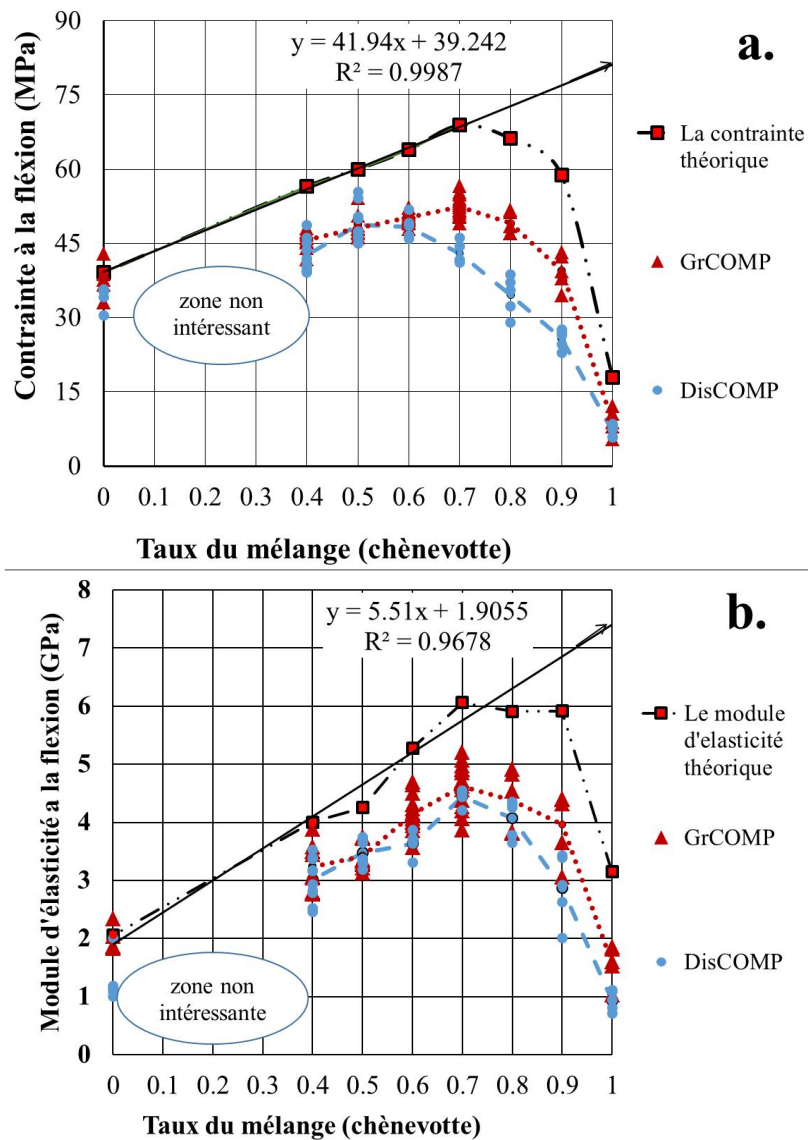


FIG. 4.14: composites de chènevotte à matrice polystyrène : (a) la contrainte et (b) le module d'élasticité, à la flexion.

de bois avec 60% de polystyrène expansé recyclé. Il a obtenu 44 MPa à la flexion et 5,5 G Pa pour le module d'élasticité.

Pour les composites à 70, 80 et 90% de chènevotte à matrice en pâte de polystyrène (DisEPS), nous avons observé que l'effet négatif de l'acétone sur les propriétés mécaniques de ces composites a augmenté en raison de la quantité supplémentaire d'acétone qui est nécessaire pour adapter le processus de mélange, comme illustré sur les figures 4.15 (courbes 1 et 3).

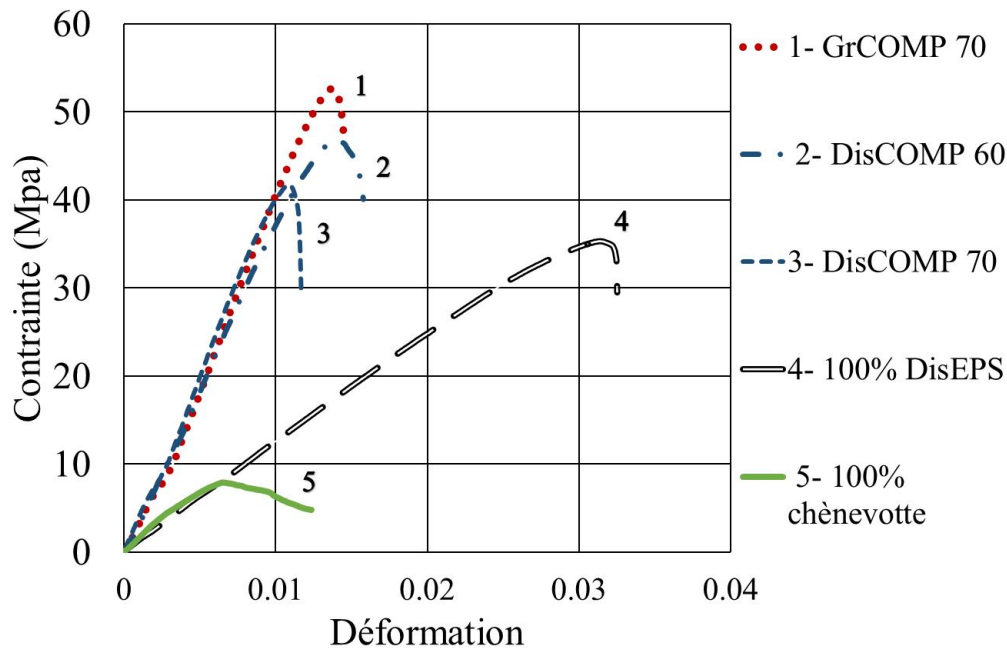


FIG. 4.15: courbes typiques de contrainte – déformation.

Les figures 4.14 et 4.15, montrent que la proportion optimale est de 70 % en poids de chènevotte avec 30 % en poids de poudre de polystyrène (GrEPS), ce qui signifie que la quantité de 30 % de liant est suffisante pour remplir la plupart des vides entre les particules, et bien transférer les contraintes. Ceci confirme que l'apparition des porosités après le taux de mélange critique émis dans notre hypothèse dégrade les propriétés mécaniques.

On remarque que la porosité a une influence négative sur la résistance à partir de 70% et sur la densité à partir de 80% de taux de chènevotte. Malgré la haute teneur en chènevotte, ces différents résultats sont similaires à ceux trouvés par Borsoi [Borsoi et al., 2014], qui montre que les composites à 20% de déchets de fils de coton ont une augmentation de leurs propriétés mécaniques de près de 50% par rapport au polystyrène expansé recyclé (ReEPS).

Nos résultats sont supérieurs à ceux obtenus à la flexion par Choi [Choi et al., 2006] avec une proportion optimale de 70 % de la paille de riz et 30 % en poids de pâte de polystyrène expansé recyclé par le styrène.

Les résultats expérimentaux indiquent que la chènevotte améliore les propriétés mécaniques du polystyrène. Les proportions de mélange optimales sont similaires à celles obtenus par Nishino [Nishino et al., 2003].

4.3.4/ EFFET DE L'ACÉTONE SUR LE COMPOSITE

L'acétone représente 45 % en fraction massique de la solution DisEPS suivant les mesures que nous avons effectuées, représenté sur les Figures 4.11. Après mélange et dégazage et avant moulage, des résidus peuvent être piégés dans le polystyrène et dans la chènevotte. Lors du moulage qui se fait largement au-dessus du point d'ébullition de l'acétone, elle est évaporée en laissant des vides (porosité) dans le composite. Nous pouvons noter effectivement que l'augmentation des porosités sur les échantillons en polystyrènes préparés avec 30% de pâte n'est pas significative. Par contre les mesures des porosités dans les composites montrent nettement des écarts significatifs, à savoir une diminution d'environ $0,05g/cm^3$ sur la densité, et une augmentation de 4% sur la porosité. Nous remarquons également une diminution notable des propriétés mécaniques de 0.3 GPa sur le module et 10 MPa sur la résistance en flexion.

L'acétone a un effet négatif sur les deux constituants (chènevotte et polystyrène), comme on le voit sur la figure 4.16 .

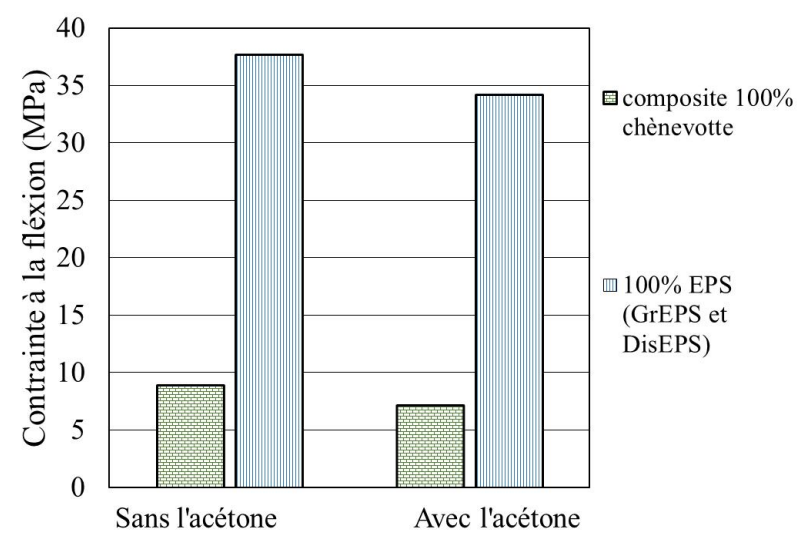


FIG. 4.16: effet de l'acétone sur la chènevotte et le polystyrène individuellement.

4.3.5/ ANALYSE THERMOGRAVIMÉTRIQUE

L'élimination de l'acétone contenue dans la pâte de polystyrène a été vérifiée à l'aide d'une analyse thermogravimétrique (TGA). Le thermogramme, Figure 4.17 montre le GrPSE, DisPSE durci et la pâte fraîche de DisEPS. La première courbe représente le

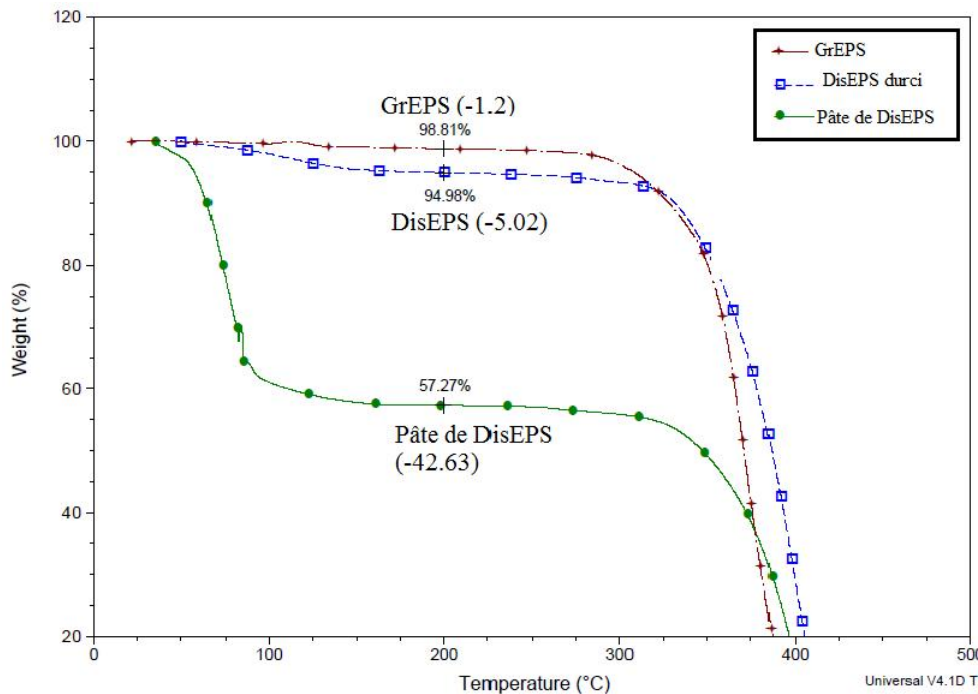


FIG. 4.17: analyse thermogravimétrique de GrPSE, DisEPS durci et la pâte frais de DisEPS.

polystyrène expansé qui perd 1,2% de son poids. La cause peut être le dégazage d'adjuvants ou un effet de la libération du gaz d'expansion ou encore de l'humidité absorbée par le polystyrène. La deuxième courbe représente la pâte de PS après 21 jours de dégazage ; la perte de 5% de son poids peut être causée par l'évaporation de l'acétone résiduelle qui commence après le ramollissement du polystyrène aux environs de 200°C. La troisième courbe montre la pâte fraîche de DisEPS. On voit alors que le pourcentage d'acétone dans la pâte est d'environ 42,75%, mais en réalité ce taux est sous-évalué du fait de l'évaporation rapide de l'acétone dans la pâte pendant la mise en route de la machine. Cette petite différence entre l'essai du TGA et l'évaporation de l'acétone à l'air libre peut être estimée à environ 3% (voir figure 4.11).

L'analyse thermogravimétrique du composite et de ses composants individuels est indiquée dans le thermogramme de la (Figure 4.18). La chènevotte a libéré environ 5%

4.3. COMPOSITE DE CHÈNEVOTTE ET DE POLYSTYRÈNE EXPANSÉ RECYCLÉ.93

de l'humidité absorbée (la teneur d'humidité à l'équilibre) entre 25 – 100°C, (paragraphe 4.2.3).

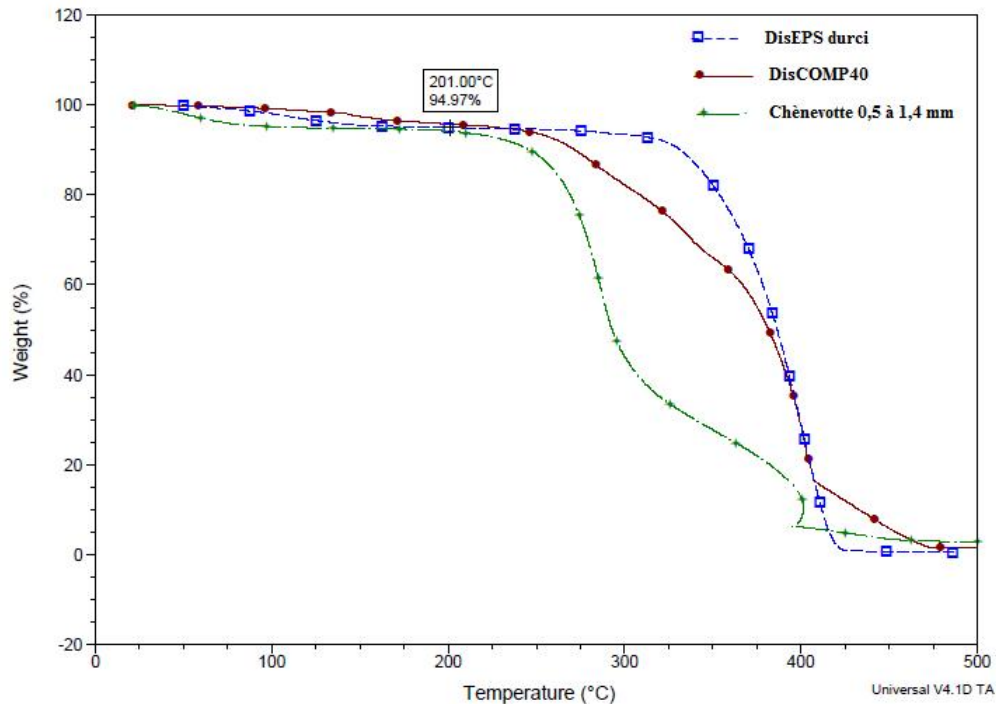


FIG. 4.18: analyse thermogravimétrique de la chènevotte, DisEPS et DisCOMP60.

Deuxièmement, le composite de 60 % de chènevotte : il est plus stable avant l'atteinte de 150°C par rapport à ses composants. Par contre, il y a un décalage important de la limite de dégradation à 250°C au lieu de 200°C pour les particules de chènevotte, en raison de la participation du polystyrène qui se dégrade au-delà de 340 °C. Ce qui implique que les particules de chènevotte sont bien protégées par la matrice dans le composite de polystyrène compacté.

4.3.6/ CONCLUSION

Dans cette partie de notre étude expérimentale, le volume de polystyrène expansé recyclé par l'acétone a été réduit jusqu'à 98,4%, la séparation du polystyrène à partir d'autres déchets plastiques et le lavage, l'élimination des huiles et des colorants. En conséquence, on a obtenu une pâte visqueuse de polystyrène sans l'utilisation d'un procédé de chauffage. Les résultats indiquent que les particules de chènevotte ont facilité l'évaporation de l'acétone.

Nous avons aussi observé très clairement l'amélioration des propriétés mécaniques du

composite avec respectivement l'augmentation de la teneur en chènevotte jusqu'à 60% en poids (40% en pâte de DisEPS) et 70 % en poids (30 % de polystyrène en poudre (GrEPS)). Lorsqu'on compare la résistance des échantillons avec celle du polystyrène ou celle du composite à 100% de chènevotte, on observe que l'apport de chènevotte améliore les propriétés du matériau (figure 4.14). Nous remarquons aussi que le module d'élasticité et la résistance des composites de chènevotte à base de polystyrène en poudre sont supérieurs à ceux des composites à base de polystyrène en pâte. Cela est dû à un effet négatif de l'acétone sur les propriétés du composite.

Ces deux procédés potentiellement différents de mise en forme vont nous permettre de mieux comprendre les rôles des différents constituants et leurs influences sur le composite final. La différence majeure entre ces deux procédés est la présence d'acétone lors de la préparation du mélange, il apparaît donc important d'identifier le rôle de l'acétone aux différentes étapes de ce procédé.

4.4/ COMPOSITE À 60% DE CHÈNEVOTTE AVEC 40% DE PÂTE DE POLYSTYRÈNE

L'évaporation de l'acétone entraîne le durcissement de la pâte du polystyrène sans chauffage, ce qui permet l'obtention d'un composite. Notre choix s'est porté sur l'étude de l'effet de la pression exercée lors du thermoformage sur les propriétés physiques et mécaniques du composite à 60% de chènevotte avec 40% de la pâte de polystyrène (DisCOMP60). Ce composite contient moins d'acétone lors de son mélange (3.1).

Donc, dans ces conditions et pour les mêmes objectifs, nous avons fabriqué des échantillons sans thermoformage et d'autres sous une thermopresse avec des pressions de 0,5 ; 2,5 ; 5 et 20 MPa respectivement.

Le composite sans thermoformage a des propriétés physiques et mécaniques intéressantes. La figure 4.19, montre la diminution de l'épaisseur du composite en fonction de la pression. Les résultats sont présentés dans une conférence internationale [Almusawi et al., 2016b].

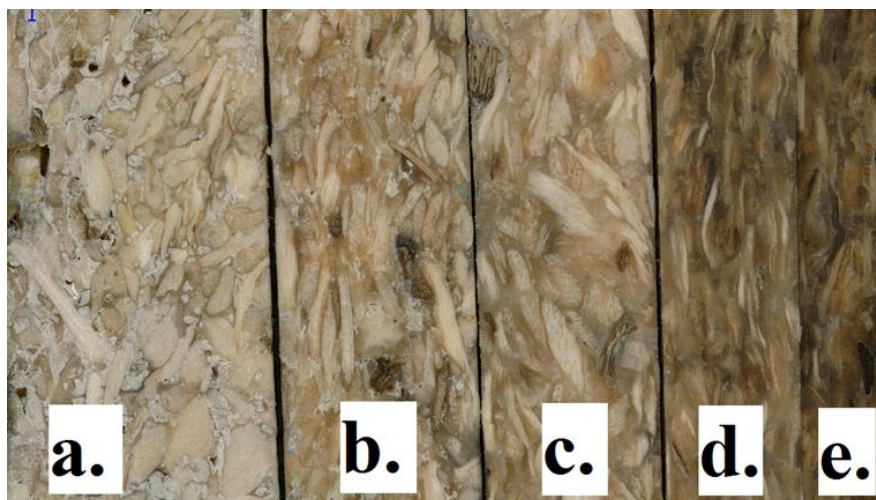


FIG. 4.19: DisCOMP60 à différentes pressions (a.) sans thermoformage, (b.) 0,5 MPa, (c.) 2,5 MPa, (d.) 5 MPa et (e.) 20 MPa.

4.4.1/ DENSITÉ ET POROSITÉ DU COMPOSITE

La densité apparente est intéressante pour observer la porosité et les propriétés spécifiques du composite. La densité augmente considérablement lorsqu'on passe d'un composite non thermoformé à un composite thermoformé même à faible pression (0,5

MPa), figure 4.20. Ce comportement s'explique par l'évacuation des petites bulles de gaz présentes dans la matrice du composite avant le thermoformage, figure 4.24(b). Après cela, la densité augmente de plus en plus quand la pression augmente parce que les particules de chènevotte sont très compressibles.

Le composite sans thermoformage, a une densité de 0,509 et une porosité totale de 61%. Celui thermoformé à 2,5 MPa, présente une densité de 0,973 et une porosité de 25%. On voit bien que la densité d'un composite thermoformé est améliorée de deux fois la densité du composite avant le thermoformage. De même, les vides (intra et inter particules) diminuent quand le matériau est thermoformé.

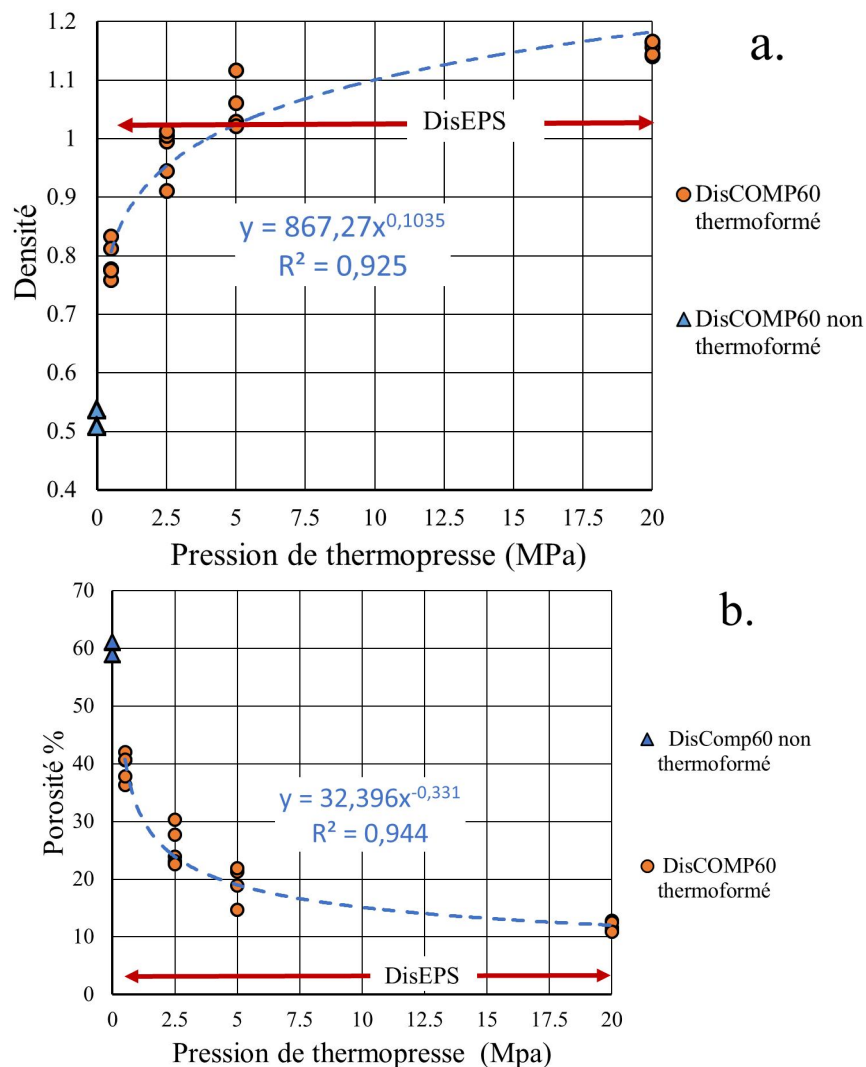


FIG. 4.20: effet du thermoformage et de la pression sur un composite de 60% chènevotte (a) la densité apparente et (b) la porosité.

4.4. COMPOSITE À 60% DE CHÈNEVOTTE AVEC 40% DE PÂTE DE POLYSTYRÈNE97

4.4.2/ CONTRAINTE À LA FLEXION 3 POINTS

La contrainte et le module d'élasticité sont présentés par la figure 4.21, qui montre que la densité, les propriétés mécaniques de ce type de composite réagissent très vite sous l'effet du thermoformage. La pression représente le deuxième facteur principal après la température pour modifier les propriétés mécaniques en réduisant la porosité du composite. Malgré le taux de la porosité dans le composite à la pression de 0,5 MPa et 2,5 MPa, les propriétés mécaniques spécifiques sont bonnes et mieux que celles du polystyrène (Table 4.1).

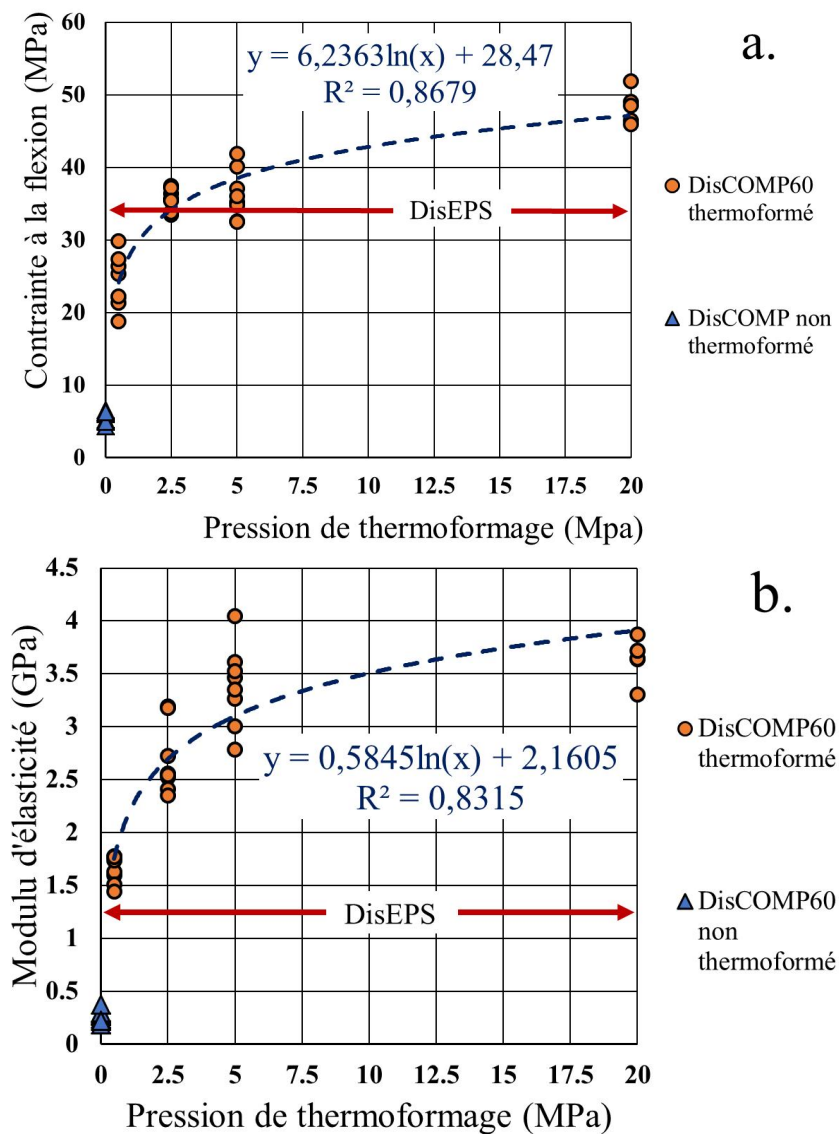


FIG. 4.21: propriétés mécaniques du composite à 60% de chènevotte avant et après thermoformage : (a) contrainte à la flexion et (b) modulu d'élasticité à la flexion.

4.4.3/ ABSORPTION D'EAU

La chènevotte est un matériau biosourcé très hydrophile. Nous avons étudié l'effet de l'absorption d'eau du composite en fonction de la pression (Tableau 4.1).

TAB. 4.1: propriétés physique et mécanique de DisCOMP60 et pur polystyrène en fonction de la pression. (*MOR et MOE représentent la contrainte et le module d'élasticité à la flexion.*)

Composite	Masse volumique (kg/m^3)	Porosité (%)	MOR Spécifique (MPa)	MOE Spécifique (GPa)	L'absorption d'eau (%)	Le gonflement (%)
DisEPS Pur	1017,75	3	33,63	1,263	0	0
Chènevotte en vrac	171	88	-	-	> 300	-
Non thermoformé	523,09	60	10,73	0,518	40,48 ± 5,41	3,64 ± 1,82
Thermoformé à 0,5 MPa	791,22	39	30,55	2,091	22,47 ± 5,47	3,04 ± 0,72
Thermoformé à 2,5 MPa	973,73	25	36,57	2,758	13,88 ± 3,06	5,08 ± 1,32
Thermoformé à 5 MPa	1057,14	19	34,32	3,199	9,18 ± 1,25	4,34 ± 0,44
Thermoformé à 20 MPa	1154,10	11	41,91	3,151	7,83 ± 3,25	4,89 ± 1,20

On remarque que le composite le moins comprimé absorbe plus d'eau que le plus comprimé. Dans le composite il y a deux types de pores à savoir les pores inter-particulaires et ceux intra-particulaires. L'eau absorbée occupe d'abord les pores inter-particulaires (eau libre) avant de pénétrer dans les pores intra-particulaires (eau liée) si elle trouve une possibilité d'y pénétrer. Lorsque la particule est bien enrobée par la matrice, l'absorption d'eau intra-particulaire va diminuer (figure 4.22).

4.4. COMPOSITE À 60% DE CHÈNEVOTTE AVEC 40% DE PÂTE DE POLYSTYRÈNE99

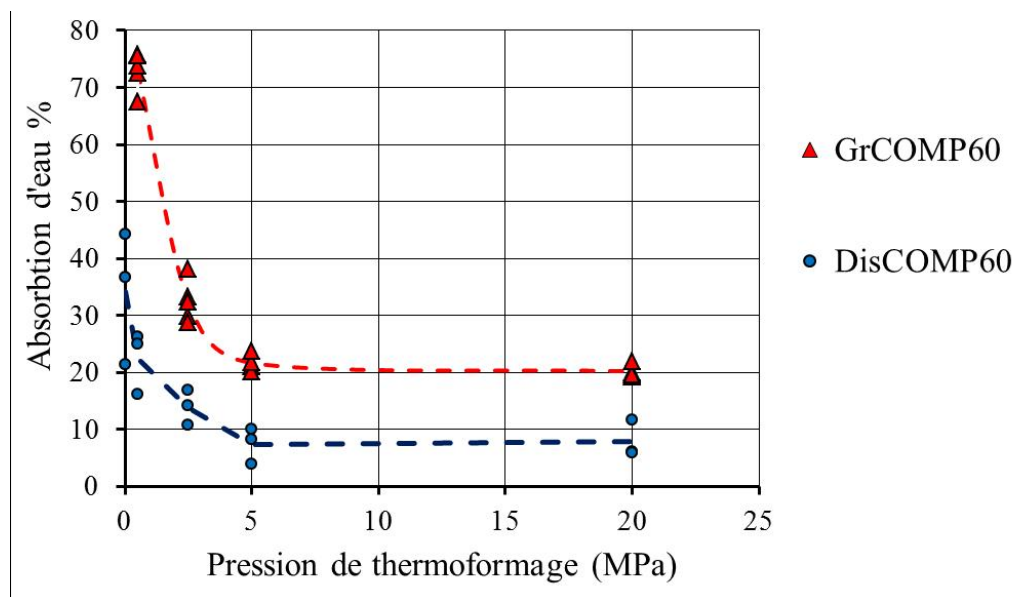


FIG. 4.22: absorption d'eau en fonction de la pression de thermoformage.

Un phénomène qui attire notre attention : le composite qui absorbe plus d'eau a moins où presque le même gonflement que celui qui en absorbe moins. Le gonflement de DisCOMP60 en fonction de l'absorption d'eau se trouve entre 2 et 12 % quel que soit la pression. Cependant le gonflement de GrCOMP60, en fonction de l'absorption d'eau, se trouve entre 4 et 21% quelle que soit la pression (Figure 4.23).

Le gonflement est lié à l'absorption d'eau par les particules de composite. Dans le composite de pâte de polystyrène (DisCOMP60), nous remarquons peu de particules qui absorbent de l'eau. L'eau va remplir les porosités inter-particulaires parce que les particules de chènevotte sont bien enrobées par la pâte de polystyrène ; ce qui explique le peu de variation de gonflement. Le composite le plus comprimé présente le plus grand taux de gonflement car seules les particules en surface absorbent l'eau, tandis que dans le composite le moins comprimé, le gonflement est faible parce que le déplacement des particules est compensé par la présence des vides dans le composite.

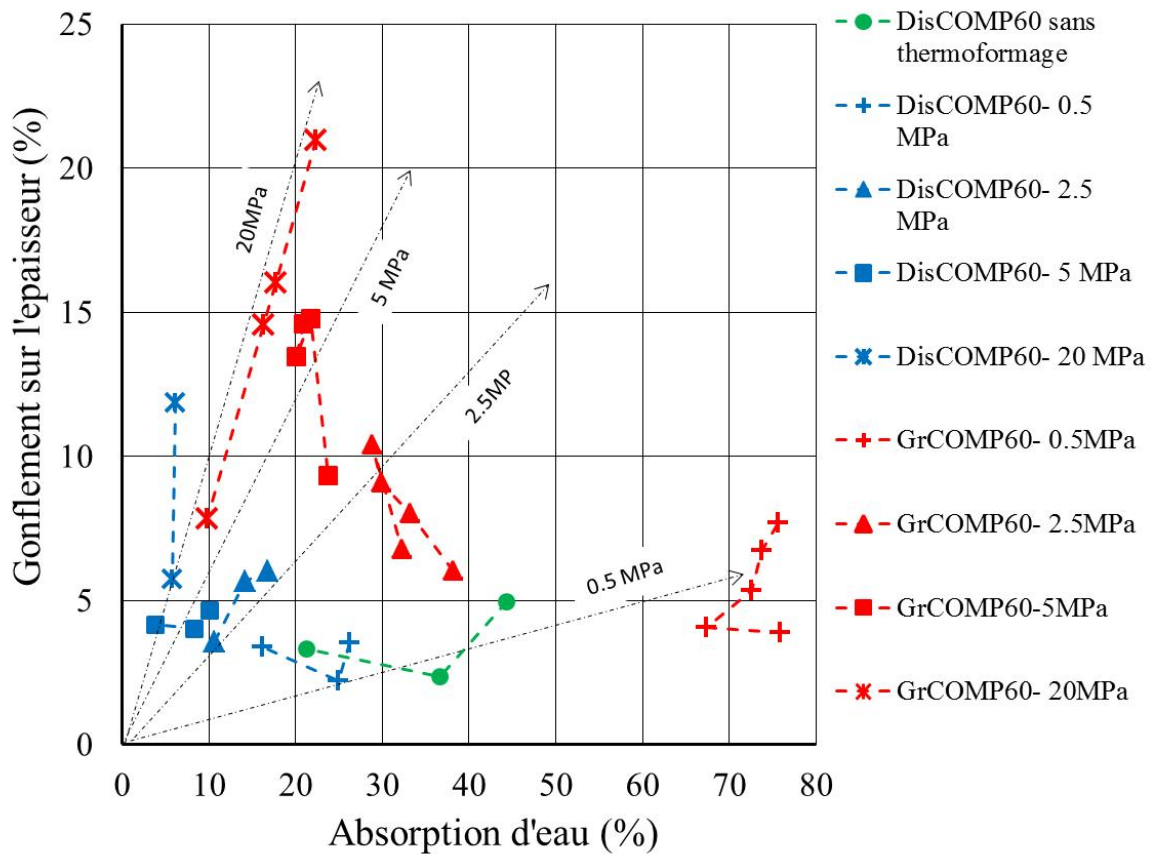


FIG. 4.23: gonflement de DisCOMP60 et GrCOMP60 en fonction de l'absorption d'eau après 24 hr.

4.4.4/ ETUDE MICROSCOPIQUE

Les images au microscope électronique à balayage (MEB) de la pâte de polystyrène fraîche pendant le malaxage montrent comment la pâte a accroché et enveloppé la surface de la particule de chènevotte. Il y a deux phénomènes intéressants. Les particules ont essayé d'absorber l'acétone de la pâte pendant le processus de mélange (Figure 4.24 a.). Également, la bulle de gaz étendue à l'intérieur de la pâte et causée par l'évaporation d'acétone. Ce gaz va pousser la couche mince de pâte de polystyrène à être en contact avec la surface de la particule (Figure 4.24 b). Ces deux phénomènes vont modifier la compatibilité et l'accrochement mécanique entre les particules et la matrice.

L'acétone va nettoyer la surface de la chènevotte comme on peut le voir sur la figure 4.25.

4.4. COMPOSITE À 60% DE CHÈNEVOTTE AVEC 40% DE PÂTE DE POLYSTYRÈNE¹⁰¹

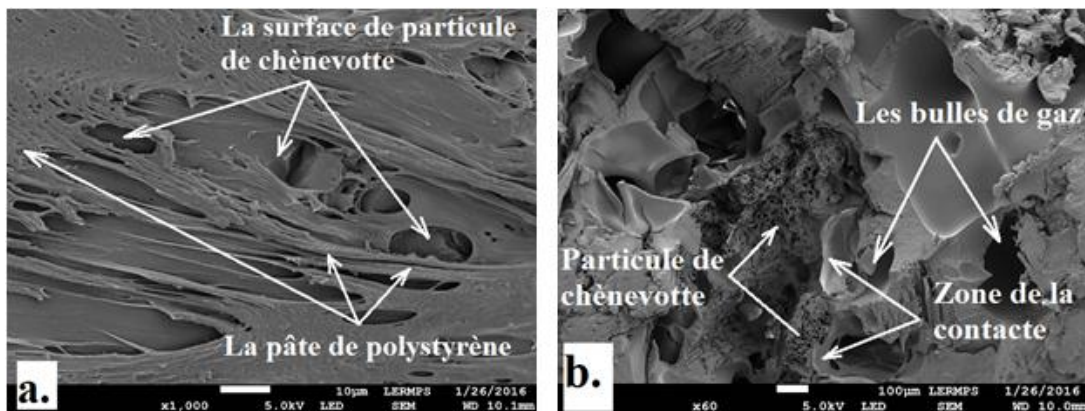


FIG. 4.24: MEB (a) L'interface entre la chènevotte et le PS (b) la porosité de chènevotte et la bulle de gaz intérieure en raison de l'effet de température sur la pâte de DisEPS fraîche.

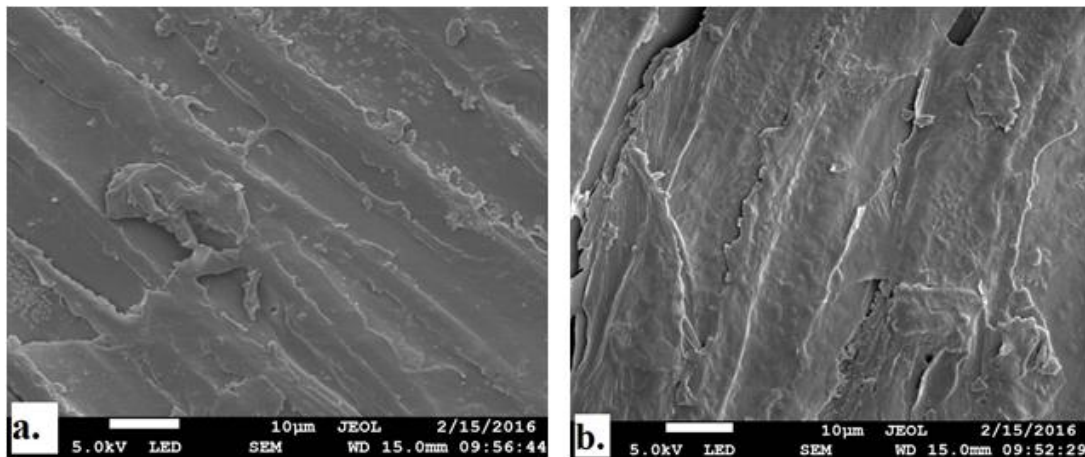


FIG. 4.25: surface extérieure de particule de chènevotte (a) avant de laver par l'acétone et (b) après de laver par l'acétone.

4.4.5/ CONCLUSION

Le composite de pâte de polystyrène avant le thermoformage a des propriétés mécaniques et spécifiques très intéressantes. Dans la seconde étape, la température et la pression de thermoformage améliorent les propriétés mécaniques de ce composite qui sont même meilleures à celles de polystyrène recyclé. Ces résultats confirment que les particules de chènevotte travaillent comme un matériau de renforcement. Les deux phénomènes précédents qui sont observés lors de l'étude microscopique, vont modifier la compatibilité et l'accrochement mécanique entre les particules et la matrice en pâte de polystyrène. Cela se confirme par le fait que le gonflement en fonction de l'absorption d'eau se trouve entre 2 et 12 % quelle que soit la pression pour ce composite. Le

contraire s'observe avec les composites de polystyrène broyé, qui ont absorbé beaucoup plus d'eau que le composite de pâte et surtout à faible pression (0,5 MPa). Ces résultats traduisent une amélioration de l'intérêt de ce type de composite grâce aux avantages suivants :

- La réduction du volume de PSE pendant le processus de recyclage par l'acétone.
- L'absorption rapide de l'acétone par les chènevottes suivi de son évaporation avant le thermoformage.
- La faible absorption d'eau par le composite en pâte de polystyrène.
- l'obtention d'un mélange homogène des particules (renforts longs) par l'imprégnation à froid.

4.4.6/ MODÈLE DE LA COMPRESSIBILITÉ.

Dans le chapitre précédant nous avons démontré une relation entre les propriétés physiques et mécaniques. Ce qui se traduit par le fait que lorsque la porosité augmente, la résistance mécanique baisse. Nous avons alors déterminé une équation mathématique basée sur la loi de mélange 4.10 pour obtenir la densité. Dans cette nouvelle équation 4.11, nous avons pris en compte l'effet de la pression sur la chènevotte et du taux de mélange.

1. L'effet de la matrice

La matrice joue le rôle de liant et remplit les porosités entre les renforts (sous l'effet de la température). Dans les composites de deux composants (renfort et matrice), il y a un taux de mélange critique, c'est à dire, le taux minimal de la matrice qui remplit les porosités entre les particules. Avant de déterminer ce taux, il y a plusieurs facteurs à prendre en compte : la taille, la surface, la forme extérieure des particules et le procédé de fabrication qui ont des effets directs sur la porosité. Par exemple, dans le processus de thermocompression, il est possible de modifier le taux critique du renfort parce que la chènevotte est très déformable. Par contre, ces effets se manifesteront sur les propriétés du produit (l'homogénéité, la densité et la résistance). C'est la raison pour laquelle nous avons choisi cette technique de fabrication et d'identification des composites à faible taux de polystyrène.

4.4. COMPOSITE À 60% DE CHÈNEVOTTE AVEC 40% DE PÂTE DE POLYSTYRÈNE103

Il est également intéressant de noter que, dans un composite de renfort déformable (compressible comme la chènevotte), les porosités (intra et inter particule) vont être réduites grâce à la pression. En général, la matrice fondue va combler les porosités entre les particules (figure 4.26). Une équation du troisième degré du taux de chènevotte (équation 4.11) pourra modéliser ces effets de porosité résiduelle.

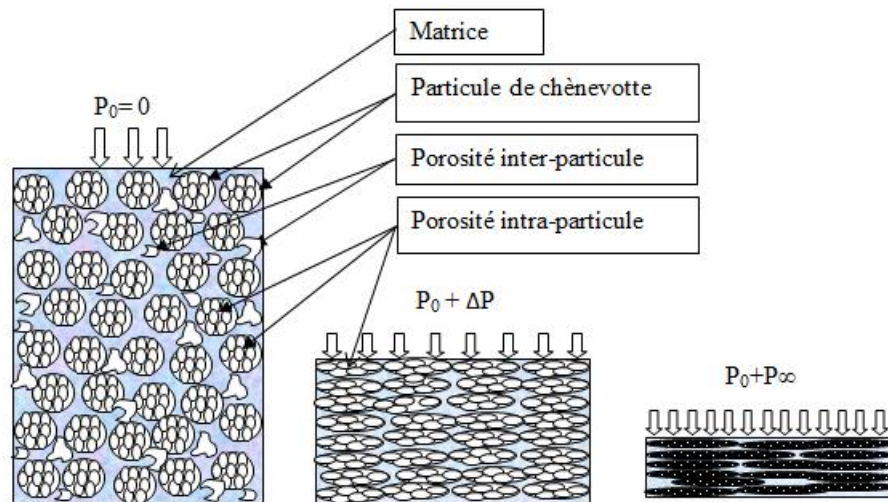


FIG. 4.26: schéma représentant les porosités et la déformabilité de chènevotte en fonction de la pression.

2. L'effet de la compressibilité de chènevotte

La chènevotte est un matériau très compressible, à savoir le volume (V_0) d'une masse donnée sera réduite à ($V_0 - \partial V$) lorsqu'une pression uniforme est appliquée sur sa surface qui passe de (P_0) à ($P_0 + \partial P$), figure 4.27.

La relation entre la variation de pression et la variation du volume peut être établie par le module dit d'incompressibilité (K) du matériau (équation 4.6).

$$K = \frac{\partial P}{\frac{-\partial V}{V_0}} = -V_0 \left(\frac{\partial P}{\partial V} \right) \quad (4.6)$$

Le signe négatif de l'équation indique que le volume va diminuer lorsque la pression augmente.

On suppose qu'il n'y a pas de porosités dans la matrice donc le changement de volume est uniquement sur la chènevotte. Considérons le volume massique du composite [la masse unitaire, $1 = V_0 \cdot \rho_0$] qui se différencie en ($V_0 \partial \rho + \rho_0 \partial V = 0$) :

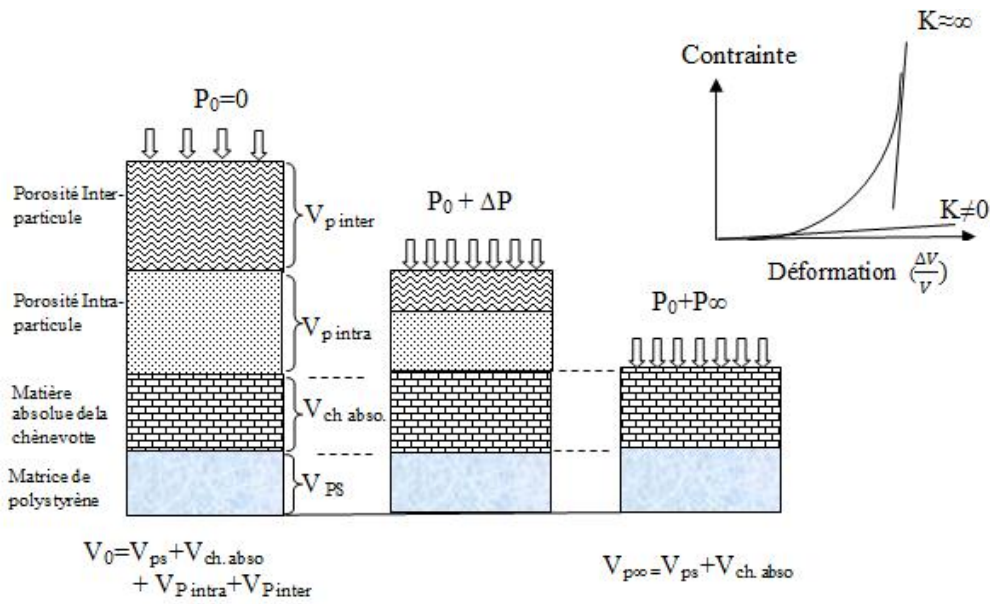


FIG. 4.27: schéma représentant la variation du volume en fonction de la pression.

$$\text{Donc } \partial V = - \left(\frac{V_0}{\rho_0} \right) \partial \rho \quad (4.7)$$

On déduit de l'équation 4.6 :

$$\partial \rho = \frac{\rho_0}{K} \partial P \quad (4.8)$$

Une intégration de cette relation nous donne l'expression suivante en considérant que la relation entre la pression et la densité est non linéaire :

$$\rho = \left(\frac{\rho_0}{a K} \right) P^a + c \quad (4.9)$$

Dans un composite de chènevotte, la densité du composite varie en fonction de la variation de la densité de chènevotte. On propose donc de maintenir la densité de la matrice constante.

Où $P_0 = 0$ et $\rho = \rho_0 = \rho_{ch.vrac}$ donc on aura $c = \rho_{ch.vrac}$.

Selon les résultats expérimentaux de la compressibilité du composite 100% chènevotte,

4.4. COMPOSITE À 60% DE CHÈNEVOTTE AVEC 40% DE PÂTE DE POLYSTYRÈNE 105

le module de compressibilité (la pente initiale) peut être une valeur variant de $(3.14e^{-6}$ à $6.8e^{-3}$ MPa).

Nous pouvons écrire notre modèle (4.11) qui est basé sur la loi de mélange (4.10) dans lequel nous faisons varier la densité en fonction de la pression et la porosité résiduelle :

$$\text{Le loi de melange } \rho_{theo.} = [\rho_f \cdot W_f] + [\rho_m \cdot (1 - W_f)] \quad (4.10)$$

$$\rho_c = \left[\left(\frac{\rho_{ch.vrac}}{a \cdot K} \right) P^a + \rho_{ch.vrac} \right] \cdot (-bW_f^3 + cW_f^2 + dW_f) + [\rho_{ps} \cdot (1 - W_f)] \quad (4.11)$$

Où ρ_c = la densité apparente du composite.

$\rho_{ch.vrac}$ = la densité de chènevotte en vrac (0.171).

W_f = le taux de chènevotte.

K = le module de l'incompressibilité de chènevotte (expérimental) qui est égale à (0.0022 MPa).

ρ_{ps} = la densité absolue de polystyrène (1.05).

Il a été procédé à une identification des paramètres (a, b, c et d) en utilisant les résultats expérimentaux obtenus dues l'effet du taux de mélange, figure 4.12 et l'effet de la pression, figure 4.20, (fitting via Excel). Cette identification a conduit aux valeurs suivantes : (0.135 ; -1,35 ; 1,92 et 0,53).

Dans cette équation, la pression a un effet sur la densité car la chènevotte a une porosité totale de 88 %. De même, la matrice permet une liaison entre les particules pour former le composite, figure 4.28.

A partir des valeurs des densités, nous pouvons calculer les porosités par l'équation (2.3). Cette équation compare la densité du composite avec la densité théorique selon la loi de mélange, figure 4.29.

En considérant que les composites (DisCOMP) sont homogènes et isotropes, on peut calculer les propriétés mécaniques (contraintes et module d'élasticité) à partir de la porosité selon la deuxième partie de l'équation (3.10 et 3.11), on utilise dans ces équations : $\sigma_{chenevotte} = 81 \text{ MPa}$, $E_{chenevotte} = 7,4 \text{ GPa}$, $\sigma_{DisEPS} = 34,2 \text{ MPa}$ et $E_{DisEPS} = 1,285 \text{ GPa}$. Cette surface est acceptable jusqu'à 90%, excepté pour le composite à 100% de

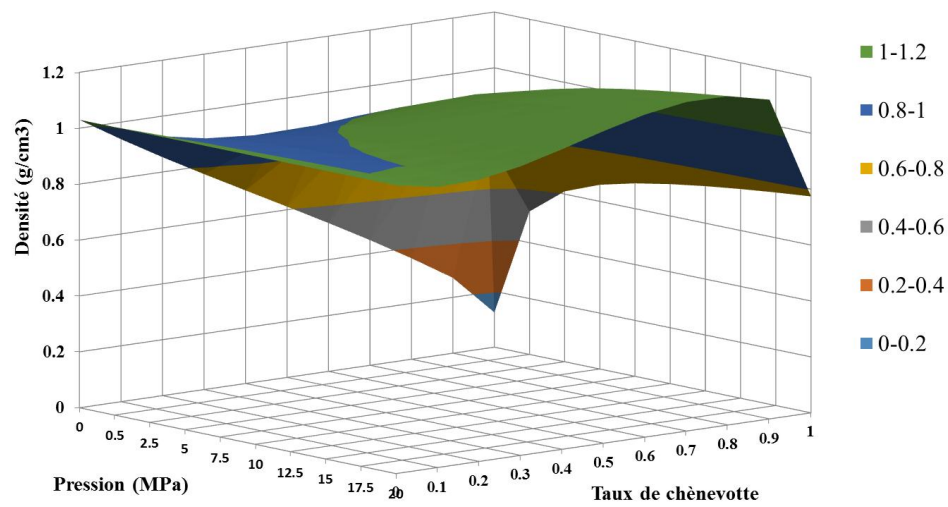


FIG. 4.28: densité apparente des composites en fonction du taux de chènevotte et la pression

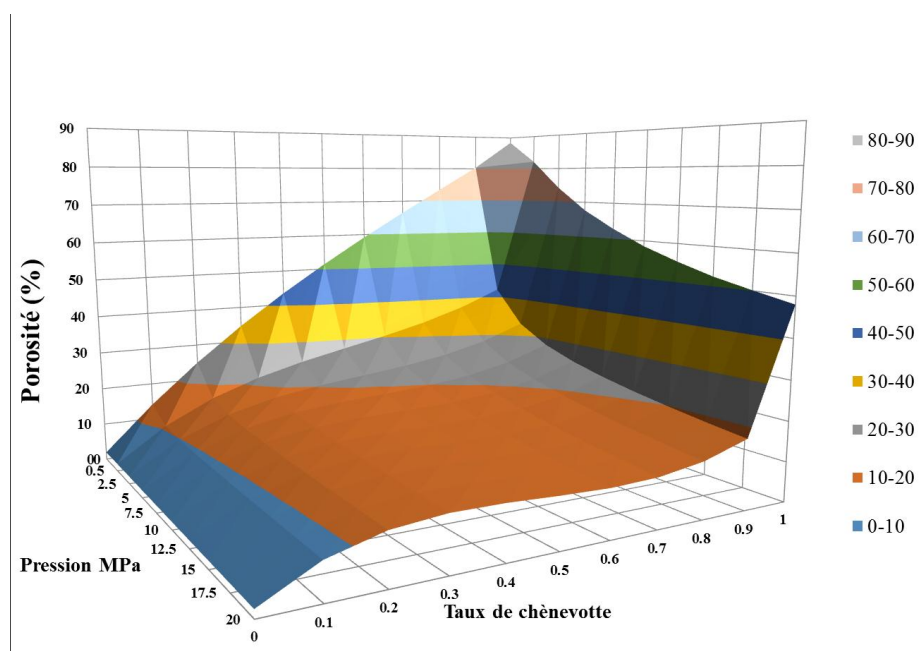


FIG. 4.29: porosité dans les composites en fonction du taux de chènevotte et de la pression

chènevotte car il n'y a pas de matrice, figure 4.30.

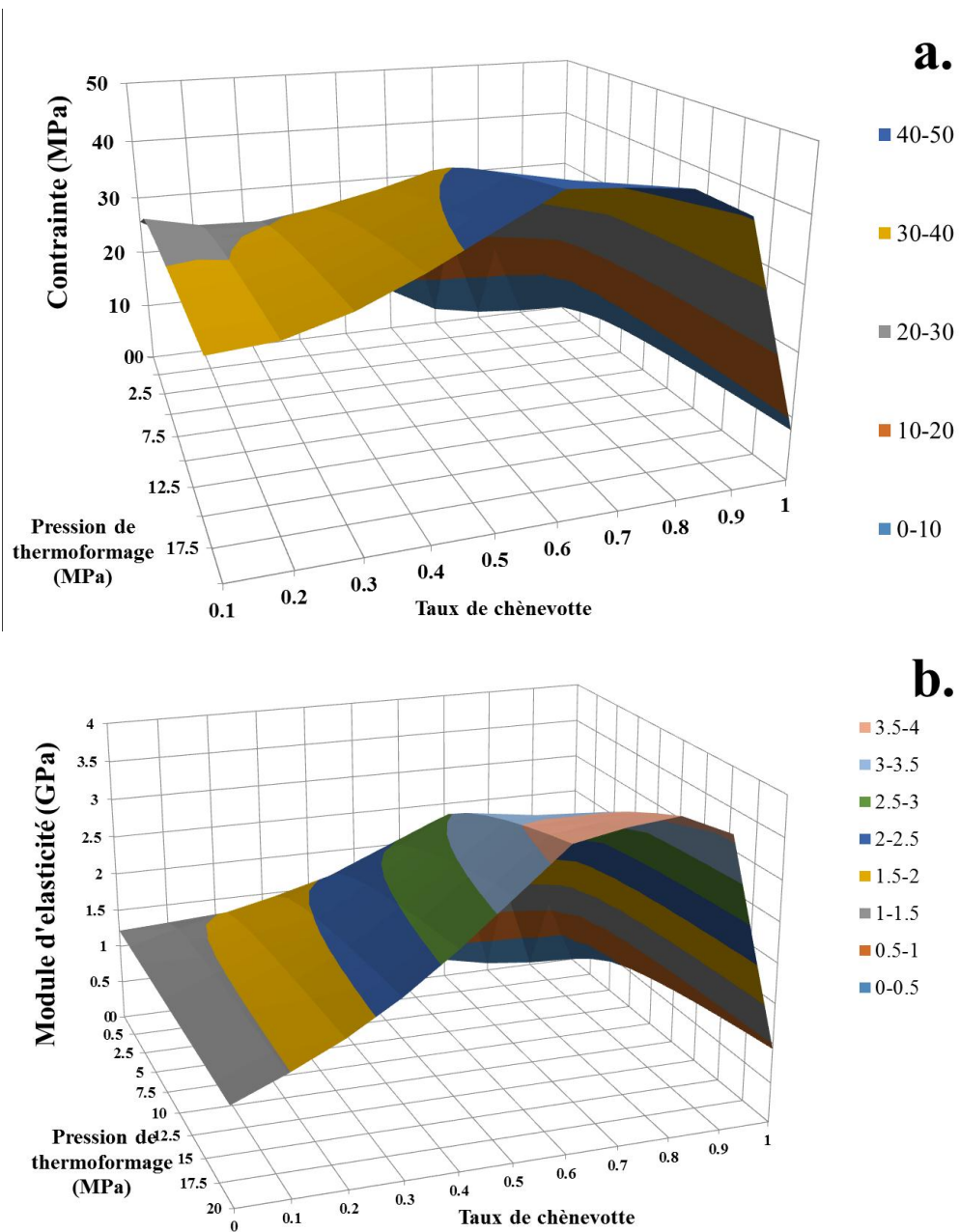


FIG. 4.30: propriétés mécaniques de DisCOMP à la flexion : (a) Contrainte et (b) Module d'elasticité.

4.5/ COMPOSITE DE FIL SIMPLE ET DE TISSU DE CHANVRE

Les fibres végétales ont un intérêt dans le remplacement des fibres artificielles qui sont chères ou toxiques (fibres de verre). La France est le deuxième pays producteur mondial de chanvre pour la production de tissus, de cordage et de chènevotte comme résidu. L'utilisation de fils de chanvre pour la conception de nouveaux matériaux constitue un

moyen important pour sa valorisation. Dans ce chapitre, nous avons caractérisé les résistances pour les deux types de fil de chanvre (fil simple et fil issu de tissu), ensuite nous avons étudié les propriétés mécaniques de deux types de composite constitués de fils de chanvre en unidirectionnel (UDCOMP) ou en bidirectionnel (BDCOMP) imprégné par la pâte de polystyrène expansé recyclée par l'acétone (DisEPS). Les résultats sont présentés dans une conférence internationale [Almusawi et al., 2016c].

4.5.1/ CARACTÉRISATION DES PROPRIÉTÉS DU FIL SIMPLE ET DU FIL ISSU DE TISSU

Les propriétés de composites élaborés en fils de chanvre seront en relation avec les propriétés de ces fils. Le fil de chanvre est bien adapté pour être utilisé comme armature dans un composite thermoplastique. Toutefois, il faut savoir que ces produits sont déjà industrialisés. Leurs qualités peuvent varier d'un producteur à l'autre suivant les techniques de fabrication de la filasse que l'on torsade (l'angle de torsion), comme dans figure 2.12 [Goutianos et al., 2006] [Shah et al., 2012].

1. La densité apparente et l'aire de la section

La densité apparente et l'aire de la section pour les fils de chanvre ont été mesurées (paragraphe 3.1.1.2). La valeur moyenne de la densité apparente est d'environ de $(1,268 \pm 0,038)$. Cette valeur est proche de celle obtenue par Suardana $(1,249 \text{ g/cm}^3)$ [Suardana et al., 2011] et par Thygesen $(1,23)$ [Thygesen, 2006] pour un fil de chanvre. Ensuite, l'aire de la section a été calculée grâce à cette valeur de la densité apparente et la densité linéaire de chaque type de fil, figure 4.31.

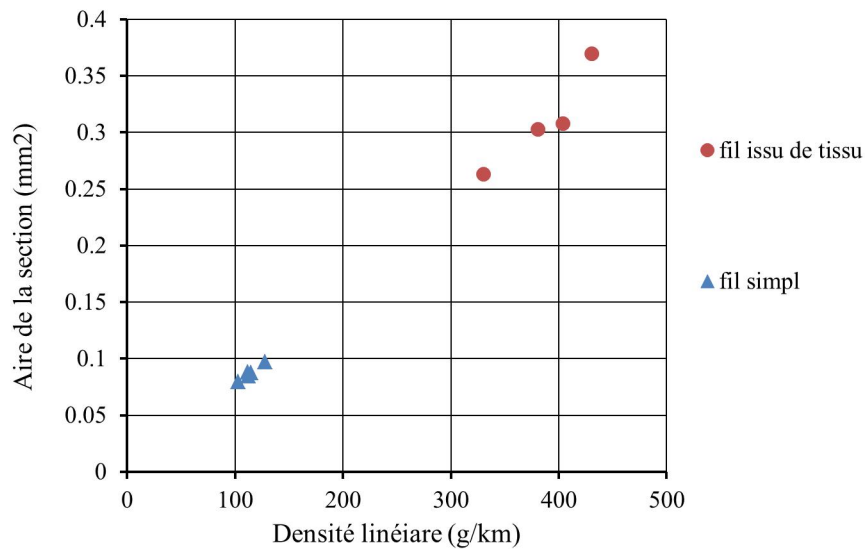


FIG. 4.31: aire de la section du fil de chanvre en fonction de la densité linéaire.

Les résultats obtenus pour le fil issu du tissu sont de $(389,4 \pm 42 \text{ g/km})$ pour la densité linéaire et $(0,310 \pm 0,044 \text{ mm}^2)$ pour l'aire de la section. En revanche, pour le fil simple, les résultats sont $(114,1 \pm 9 \text{ g/km})$ pour la densité linéaire et $(0,087 \pm 0,006 \text{ mm}^2)$ pour l'aire de la section. On remarque que le fil simple est plus fin et bien torsader que le fil issu du tissu de chanvre, figure 3.3.

2. La contrainte à la traction du fil sec

La contrainte à la traction a été mesurée sur les deux types de fil de chanvre (fil simple et fil issu de tissu). Un diamètre constant pour chaque échantillon a été proposé pour calculer la contrainte de cinq éprouvettes, comme on peut le voir dans la figure 4.32.

Les résultats obtenus pour le fil issu du tissu sont de $(99 \pm 18 \text{ MPa})$ pour la contrainte, de diamètre $(631 \pm 37 \mu\text{m})$. En revanche, pour le fil simple, les résultats sont $(200 \pm 38 \text{ MPa})$ pour la contrainte, de diamètre $(333 \pm 10 \mu\text{m})$. Ces résultats, pour le fil simple, sont autour de ceux obtenus par Bonnafous [Bonnafous et al., 2011] de (191 MPa) pour la contrainte à la traction du fil de chanvre de diamètre $(305 \pm 60 \mu\text{m})$.

Les essais de traction du fil de chanvre ont montré que la zone initiale de non-linéarité peut être expliquée par la structure fibreuse et torsadée du fil. Les fibres restantes sont libres de se déplacer vers l'intérieur jusqu'à ce qu'elles soient tendus à leur tour. C'est pour cela que la courbe Contrainte-Déformation (Figure 4.33) comporte deux parties.

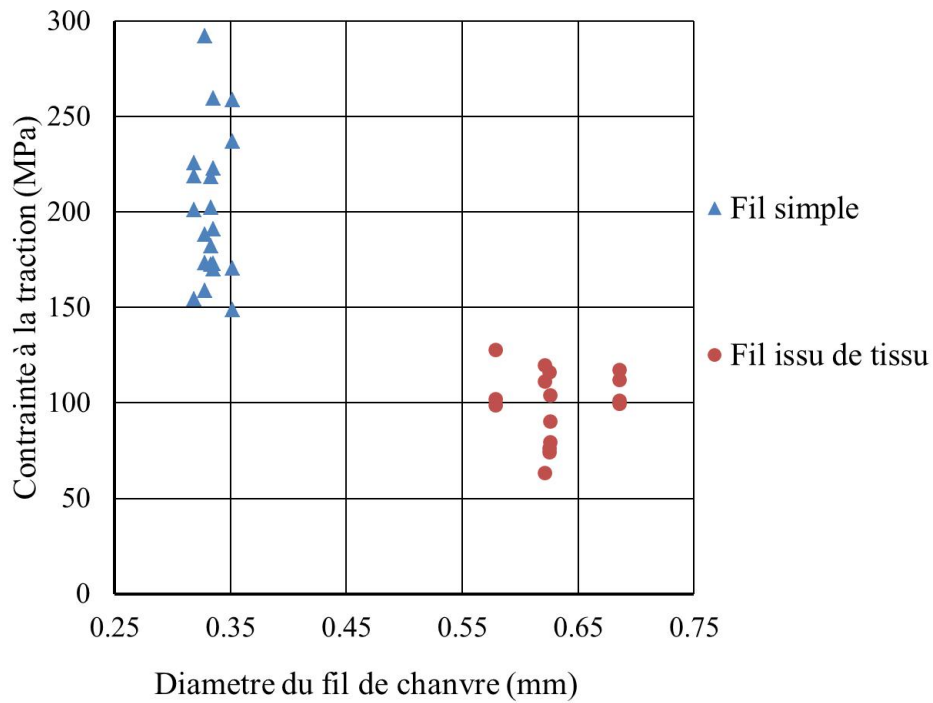


FIG. 4.32: contrainte des fils secs de chanvre (fil simple et fil issu de tissu).

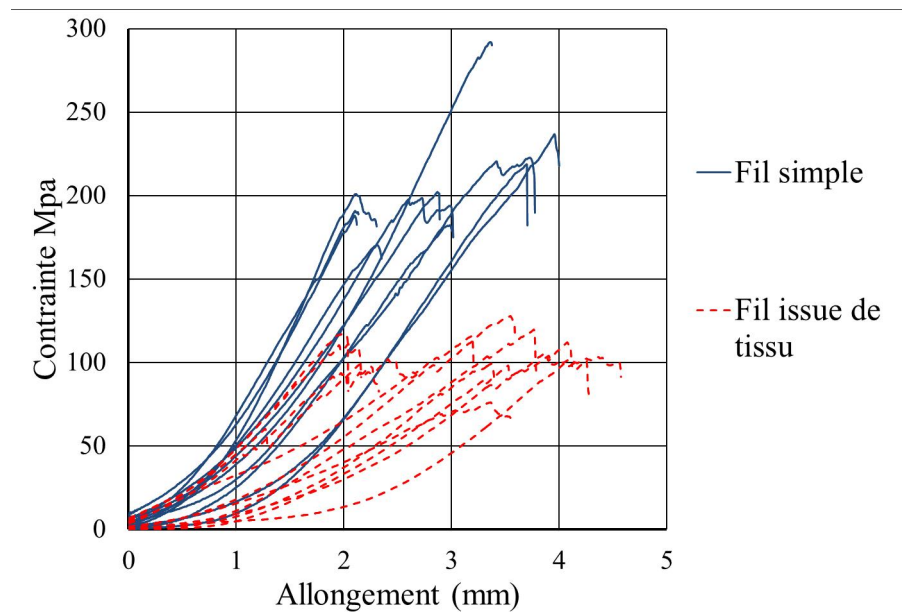


FIG. 4.33: Contrainte-Allongement pour des fils secs de chanvre (fil simple et fil issu de tissu).

Une partie où la pente est faible et l'autre partie où la pente est forte. La résistance du fil provient de l'interaction mécanique entre les fibres puisque le fil ne contient pas de liant. Cependant le processus de fabrication du fil de chanvre (le nombre

de fibres, l'aire de la section transversale, l'angle de torsion et la densité de la fibre individuelle) a un effet important sur les propriétés mécaniques du fil. De sorte que nous pouvons voir beaucoup de différences si on compare nos résultats avec les autres travaux comme Madsen [Madsen, 2004] qui a observé 581 ± 63 MPa et 658 ± 98 MPa respectivement pour les fils de chanvre de densité linéaire de 53 et 47 (g/km). Par conséquent, il faut utiliser des fils de fibres plus fins pour obtenir les meilleures propriétés. La présence des défauts naturels et non naturels influence aussi les propriétés. Les défauts non naturels comme les microfissures peuvent être causés par le défilage notamment mécanique qui endommage la fibre diminuant ainsi la résistance mécanique à la rupture [Goutianos et al., 2006] [Shah et al., 2012] [Ilczyszyn, 2013].

4.5.2/ CONTRAINTE À LA FLEXION 3 POINTS DES COMPOSITES UNIDIRECTIONNELLE (UD) ET BIDIRECTIONNELLE (BD)

Nous avons testé 20 échantillons des composites de fils UD et 20 échantillons des composites de tissus de chanvre, afin de dégager les propriétés mécaniques et connaître la fraction de volume maximum de fil requis dans un composite thermoplastique. Nos résultats, (figure 4.34), concordent avec ceux obtenus par Madsen [Madsen, 2004] (190 à 220 MPa et 16 à 20 GPa respectivement pour la contrainte et le module d'élasticité) et avec ceux de Shah qui a observé que la fraction de volume maximum des fils (V_f^{max}) dans un composite thermoplastique renforcé par des fibres naturelles est environ de 50 % en volume et selon l'équation 4.12 [Shah et al., 2012].

$$V_f^{max} = \frac{0.7 \pi}{4} (1 - 0.78 e^{-0.0195 T}) \quad (4.12)$$

T = nombre de tours par mètre.

Les renforts en fibres unidirectionnelles semblent constituer une solution prometteuse pour la fabrication de matériaux composites à hautes performances mécaniques [Placet, 2009] [Nouailhas et al., 2011]. En effet, la contrainte à la flexion dans les composites en chanvre, dans le sens des fibres est environ 8 fois plus élevée que celle du polystyrène. De même, le module d'élasticité augmente d'environ 10 fois plus que celle du polystyrène lorsque le taux de fibres dans le composite augmente. Cette évolution est

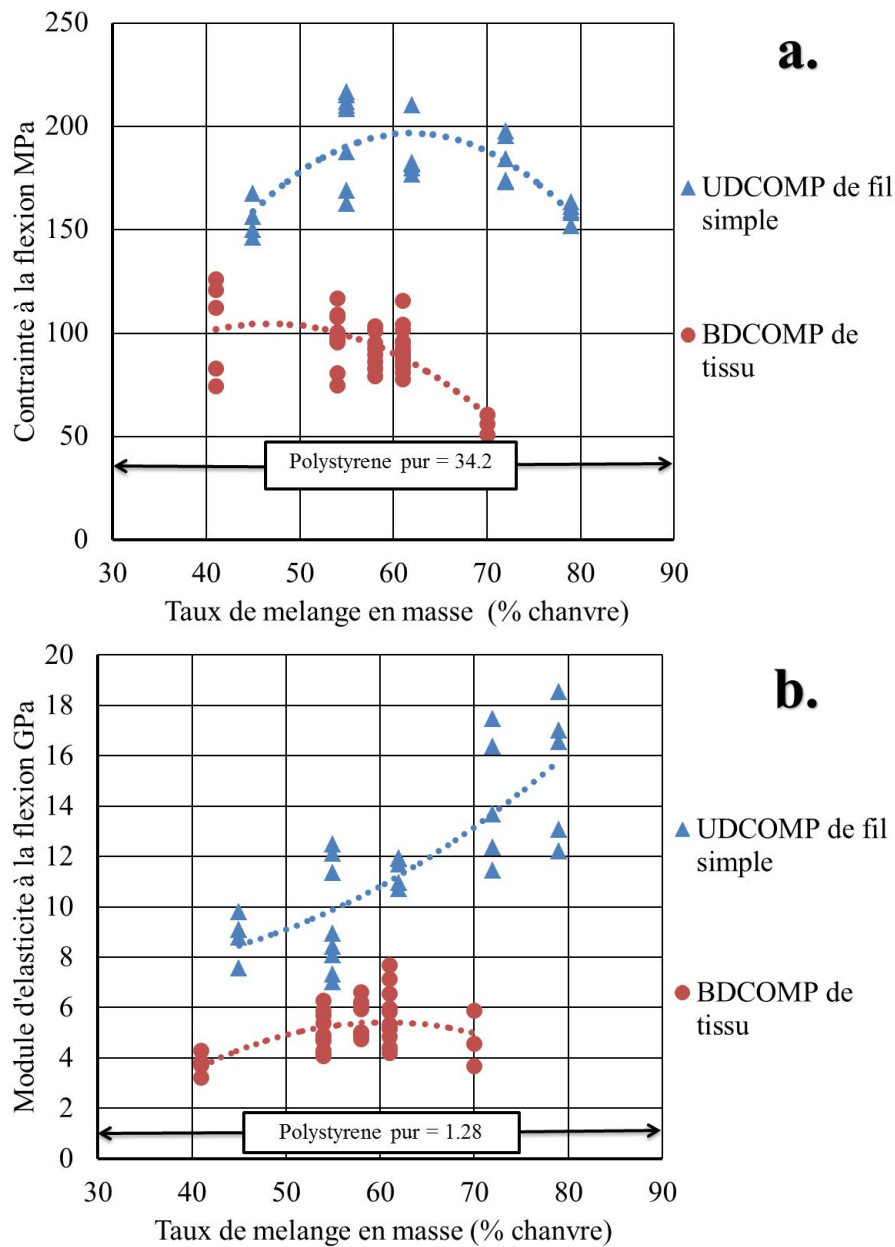


FIG. 4.34: propriétés mécanique des composite UD et BD (a) la contrainte à la flexion et (b) le module d'élasticité à la flexion.

en accord avec la loi des mélanges puisque le module d'élasticité des fibres de chanvre évolue de 30 à 60 GPa [Mohanty et al., 2005]. Nous avons testé trois échantillons à la traction d'un composite UD avec fil de chanvre de 55 % en masse. La moyenne de la contrainte est de 214 MPa. Ce résultat est proche de celui de la flexion qui est de 197 ± 21 MPa. Si nous appliquons la loi du mélange, pour obtenir la charge réelle sur la fibre par l'inverse du calcul de la résistance à la traction pour les composites UD de fil de chanvre, on peut trouver que la contrainte sur la fibre est de 511 MPa pour le compo-

site de porosité de 8,2 %. Cette valeur est dans l'intervalle de la résistance de la fibre de chanvre ($310 < \sigma_f < 750$) [Cristaldi et al., 2010]. Donc, avec notre matrice de 35 MPa de contrainte, nous pouvons aussi calculer la résistance des composites et les modules d'élasticité pour les autres composites entre la teneur minimum et maximum en fibres. On remarque que la bonne résistance du composite est fonction de la bonne résistance du fil de chanvre (figure 4.35). Pour le composite 60 % en UD, avec le fil simple de résistance 200 ± 38 MPa, on obtient un composite de résistance 197 ± 21 MPa. De même pour le fil issu du tissu de résistance 98 ± 11 MPa, on obtient un composite de résistance 181 ± 5 MPa.

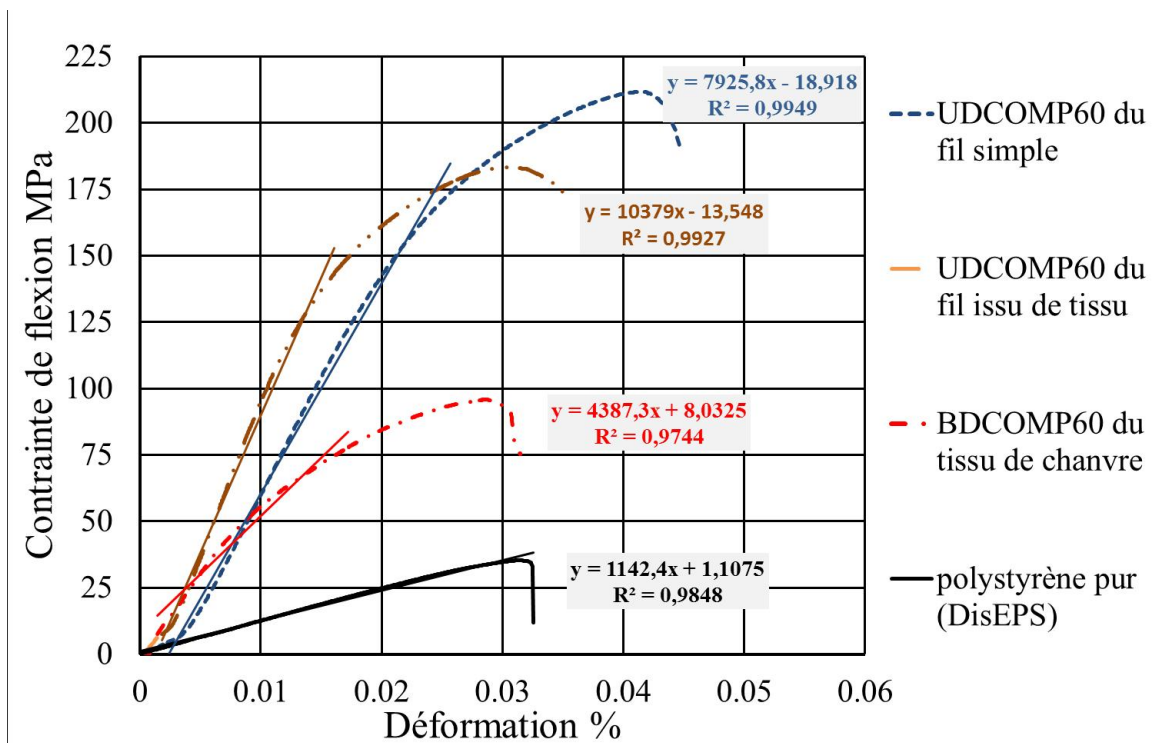


FIG. 4.35: Contrainte-Déformation de la matrice et des composite UD et BD du fil de chanvre.

La matrice (polystyrène en pâte) est bien dispersée entre les fibres de fil issu du tissu mieux que le fil simple à cause de l'angle de la torsion, (figure 3.3). Cette matrice est responsable du transfert des charges entre les fibres et les fils. Ces observations aussi, ont été faites dans les travaux de [Madsen, 2004] [Shah et al., 2012] [De Vasconcellos, 2013] [Goutianos et al., 2006] [Bonnafous et al., 2011].

4.5.3/ EFFET DE LA PRESSION SUR UN COMPOSITE À BASE DE 60% DE TISSU DE CHANVRE ET 40 % DE PÂTE DE POLYSTYRÈNE.

Grâce à l'évaporation de l'acétone et au durcissement de la pâte du polystyrène, nous avons obtenu un composite de bonnes propriétés mécaniques sans thermoformage. Nous avons ensuite étudié l'effet du thermoformage et de la pression (0,5 ; 2,5 ; 5 et 20 MPa) sur les propriétés mécaniques du composite à base de 60% de tissu de chanvre. Nous avons remarqué que les propriétés augmentent sous l'effet de la température qui fait fondre la matrice, améliorant l'imprégnation des fils et réduisant les porosités dans le composite, même à faible pression (0,5 MPa). Mais au-delà de 5 MPa, les propriétés mécaniques commencent à diminuer (figure 4.36).

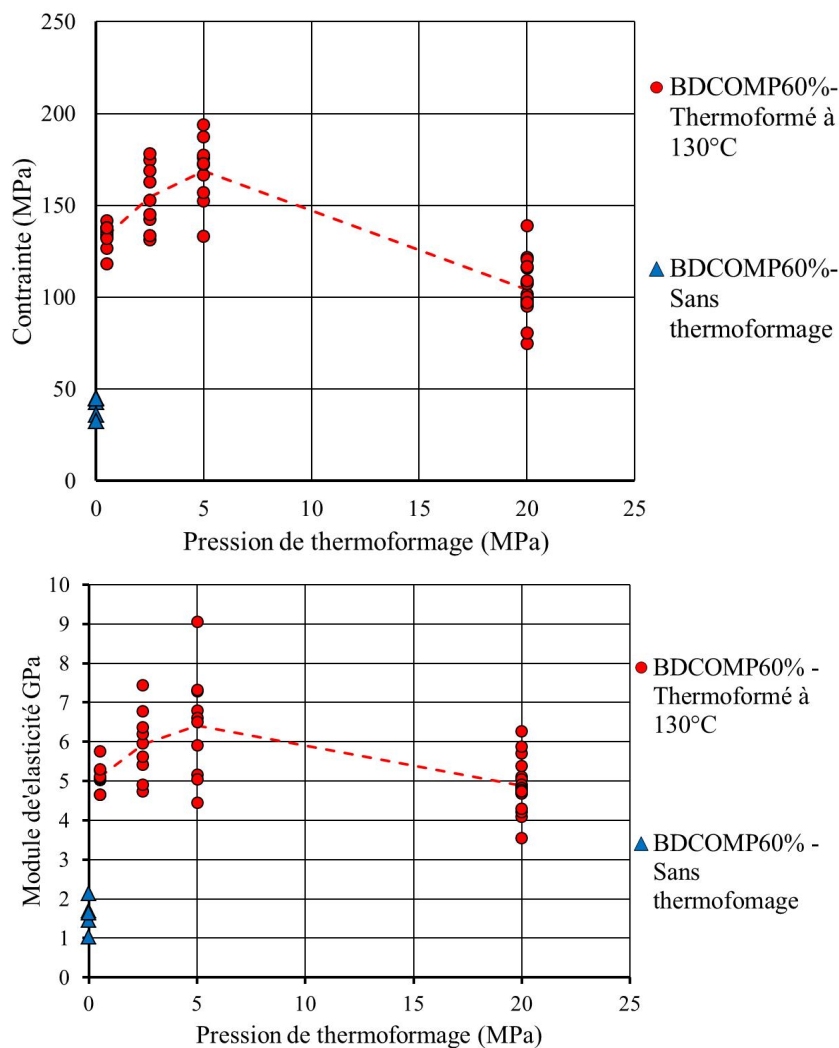


FIG. 4.36: effet de la pression de thermoformage sur (a) contrainte à la flexion et (b) module d'élasticité.

Une investigation sur la raison de ce comportement a été réalisée. Nous avons mis au milieu de l'échantillon un papier déformable. Nous avons observé visuellement que les fils sont fortement comprimés au point de contact entre la chaîne et la trame. Ils sont aussi pliés dans les trous entre les couches de tissu de chanvre (figure 4.37). Ces composites ont des propriétés mécaniques intéressantes pour fabriquer des sandwichs avec une âme de DisCOMP60 à plusieurs pressions.



FIG. 4.37: écrasement entre la chaîne et la trame au milieu d'un échantillon de BD-COMP60.

4.5.4/ ETUDE MICROSCOPIQUE

Grâce aux images de la microscopie optique, on constate que le fil de chanvre a été bien imprégné par la pâte de PS avant le thermoformage, Figure (4.38 a. et b.). On peut également voir les fines couches de PS qui jouent le rôle de liant entre les fils, figure (4.38 c.). Par conséquent, on voit que la matrice de polystyrène à 130°C a pénétré et enrobé les fibres dans le fil (figure 4.38 d.).

Sur la surface de rupture on a observé que les fibres se cassent après la rupture de la matrice grâce à leur résistance.

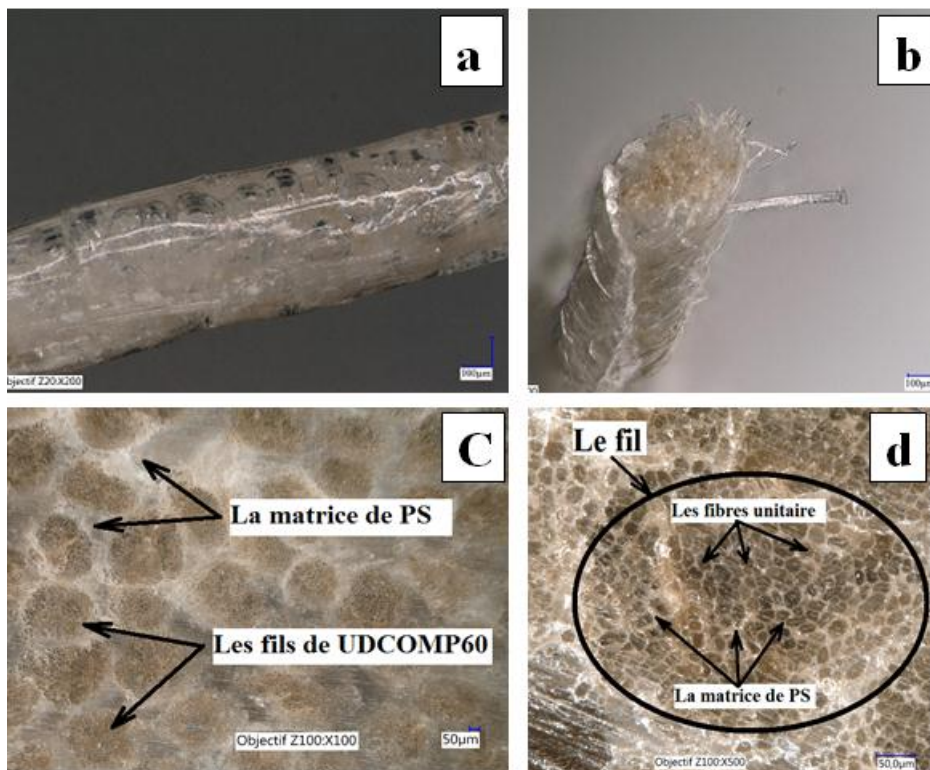


FIG. 4.38: fils de chanvre et la matrice (a.) coupe transversale de fil imprégné, (b.) coupe longitudinale de fil imprégné, (c.) fil et matrice dans section de composite et (d.) fibres de chanvre dans le même composite.

4.5.5/ CONCLUSION

La fabrication et l'optimisation de composites thermoplastiques à base de polystyrène recyclé par l'acétone et les fils de chanvre nous permettent aujourd'hui de proposer un nouveau matériau de bonnes propriétés mécaniques. La pâte de PS obtenue au cours de notre étude est recyclable, contrairement aux résines thermodurcissables. Nous avons observé que la pâte de PS enveloppe bien les fils pendant la première étape de l'imprégnation. De plus, la température optimale adoptée de 130°C a permis d'obtenir une matrice homogène imprégnant les fibres dans le fil. Ce qui améliore les liaisons entre les fils et augmente la résistance mécanique du composite. Dans un composite thermoformé à 20 MPa, les résultats obtenus pour le composite unidirectionnel avec 60 % en masse du fil de chanvre sont de $197,5 \pm 21,6$ MPa à la flexion et $9,460 \pm 2,192$ GPa en module élastique. Les résultats obtenus sur le composite bidirectionnel avec 60 % en masse du tissu de chanvre sont de $104,3 \pm 15,1$ MPa à la flexion et $4,880 \pm 0,652$ GPa en module élastique.

OPTIMISATION D'UNE STRUCTURE SANDWICH

5.1/ INTRODUCTION

Ce chapitre est destiné à faciliter l'utilisation des matériaux précédemment étudiés par la réalisation de différents éléments de construction. Afin d'optimiser ces éléments il est indispensable de disposer d'outils de dimensionnement suffisamment fiable couvrant le triptyque matériaux-procédé-produit. Lors d'une première phase nous évaluerons la capacité de modéliser une structure composée simple, un sandwich tri-couche symétrique, à l'aide de deux méthodes que nous confronterons aux mêmes structures physiques. Dans une deuxième phase nous évaluerons la possibilité de modéliser une structure plus complexe et son processus de fabrication. Ce processus induisant de forte variation de propriété mécanique et physique des matériaux.

Les structures sandwichs symétriques permettent d'obtenir des propriétés contradictoires (rigidité/contrainte et légèreté). Les sandwichs sont toujours adaptés pour obtenir une très bonne résistance à la flexion. Cet objectif peut être atteint par l'assemblage des matériaux de grande rigidité à la traction (deux peaux) avec un très faible poids de l'âme (cœur). Ces couches sont souvent réalisées par collage avec des adhésifs. Dans notre étude, c'est la matrice thermoplastique, déjà présente dans les peaux ou l'âme, qui est utilisée comme liant pendant le processus de thermoformage.

Notre objectif étant de fabriquer un sandwich ayant de bonnes propriétés mécaniques avec une faible quantité de plastique (Polystyrène recyclé, matériau cher et polluant comparé au chanvre) nous utiliserons un composite de fil de chanvre pour les peaux et

une âme pouvant minimiser la matrice polystyrène. Il est possible soit d'augmenter le taux de fibre naturelle dans la structure (âme de composite de 100% chènevottes), soit d'augmenter les porosités dans la structure (âme de composite moins comprimé).

La forme de sandwich alvéolaire choisie, en fin de ce chapitre, répond aux exigences des matériaux de construction, comme une brique légère avec des propriétés mécaniques acceptables, utilisée pour les murs porteurs (contrainte de 10 à 20 MPa). Ce sandwich a des propriétés physiques et mécaniques intéressantes par rapport aux matériaux traditionnels (briques de béton ou de terre), de plus, il est 100% recyclable.

5.2/ CHOIX DE LA MODÉLISATION

les matériaux mis en oeuvre sont par construction nettement hétérogène, il serait irréaliste de vouloir introduire une modélisation fine reproduisant leur comportement dans le détail. Par conséquent, les composites composant la structure (les trois couches) peuvent être considérés comme des matériaux efficaces quasi homogènes au lieu d'un matériau hétérogène. Le comportement mécanique du matériau efficace et la structure cellulaire de base sont équivalents au niveau macroscopique [Hohe et al., 2001]. Dans cette étude, la caractérisation à l'échelle macroscopique d'un composite chanvre/polystyrène est nourrie des données expérimentales développées dans les chapitres précédents. Les résultats des calculs et la comparaison aux expérimentations devront nous permettre de justifier si ces hypothèses sont acceptables.

5.3/ SANDWICH ET SES CONSTITUANTS

Une série de sandwichs (figure 5.1) constitués de deux peaux de bonnes propriétés mécaniques avec une âme poreuse (chènevotte avec le polystyrène) et un autre sandwich avec une âme sans liant (100% chènevotte) ont été étudiés. Bien évidemment, les propriétés varient pour chaque structure : propriétés mécaniques de chaque couche, épaisseur de chaque couche et adhésion entre les couches. Le polystyrène déjà présent dans les composants, joue le rôle de colle entre les trois couches pendant l'assemblage. Il va transmettre les charges d'une même manière dans le composite de chaque couche, et à l'interface entre les peaux et l'âme, à la différence d'un collage traditionnel nous n'avons

pas de création d'une couche interface aux propriétés différentes des matériaux en contact.

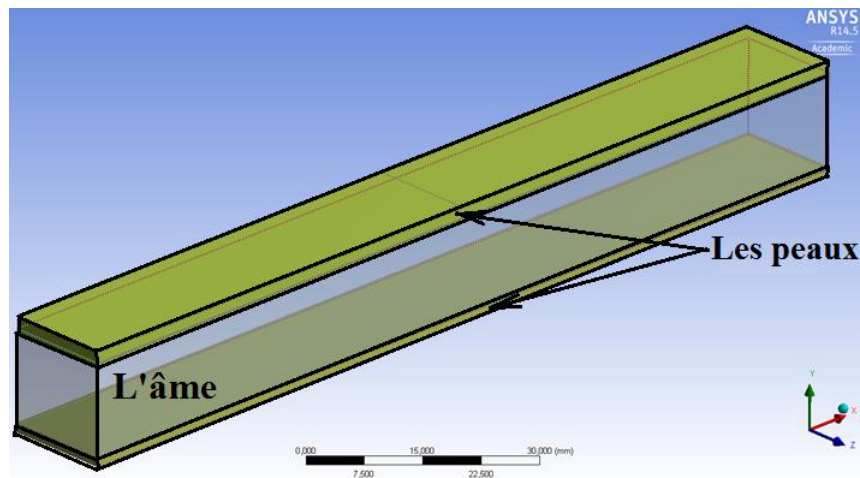


FIG. 5.1: schéma d'un sandwich simple.

5.3.1/ CHOIX DES PEAUX

Pour respecter les règles générales un composite de fil de chanvre, unidirectionnel ou bidirectionnel, peut être utilisé comme peau parce qu'il aura des propriétés mécaniques élevées grâce à la résistance du fil de chanvre qui est enrobée par la pâte de polystyrène. Nous avons choisi le composite en tissu de chanvre (BDCOMP60) pour fabriquer tous les sandwichs. Les propriétés mécaniques d'un composite à renfort tissé (bidirectionnel) sont inférieures à celles d'un composite unidirectionnel, mais le renfort tissé a l'avantage d'être facile à mettre en forme et plus résistant dans toutes les directions, il est aussi plus résistant aux sollicitations hors-plan (l'impact). De plus, ce composite a une meilleure tolérance aux défauts d'entaille et de trou [Marcin, 2010]).

Il serait aussi possible d'utiliser un composite constitué de chènevotte et de polystyrène (DisCOMP60), tableau 5.1. Ce composite aurait l'avantage d'avoir un faible coût de fabrication, la chènevotte étant moins cher que le fil. De plus, le procédé de fabrication comprendrait moins d'étapes. Par exemple lors du processus de fabrication, seules les parties situées en surfaces pourraient être chauffées et compactées grâce à un contact court avec la thermopresse. Les faces auraient des propriétés mécaniques élevées, comparé aux parties situées au cœur, constituant ainsi les peaux du sandwich.

TAB. 5.1: propriétés physiques et mécaniques de quelques composites thermoformés à 20 MPa.

Composite	(%) PS en mass	(%)PS en volume	Densité	Porosité (%)	Contrainte à la flexion (MPa)	Module d'élasticité (GPa)
UDCOMP60 à 20 MPa	40	44,9	1,192	8,2	197,5 ± 21	9,460 ± 2,192
BDCOMP60 à 20 MPa	40	44,4	1,191	9,2	104,3 ± 15,1	4,88 ± 0,652
DisCOMP60 à 20 MPa	40	42,8	1,144	12,5	48,3 ± 2,3	3,637 ± 0,207

5.3.2/ CHOIX DE L'ÂME

Les propriétés mécaniques d'un composite de chènevotte varient en fonction du taux de chènevotte dans le composite et de la pression de thermoformage. L'âme doit résister au cisaillement et au poinçonnement exercés par la charge. Les différents sandwichs vont donc être classés en fonction du type d'âme. Le tableau 5.2 représente les âmes les plus intéressantes retenues, parmi les compositions étudiées précédemment, pour fabriquer les sandwichs.

TAB. 5.2: montre les propriétés physiques et mécaniques de quelques composites avec le moindre taux de polystyrène dans l'âme.

Composite	(%)PS en mass	(%)PS en volume	Densité	Porosité (%)	Contrainte à la flexion (MPa)	Module d'élasticité (GPa)
DisCOMP60 non thermoformé	40	19,3	0,523	60	5,6 ± 0,8	0,271 ± 0,056
DisCOMP60 thermoformé à 0,5 MPa	40	29,3	0,791	39,5	24,1 ± 3,6	1,655 ± 0,129
DisCOMP60 thermoformé à 2,5 MPa	40	36,1	0,973	25,5	35,6 ± 1,5	2,686 ± 0,329
DisCOMP60 thermoformé à 5 MPa	40	38,9	1,057	19,7	36,2 ± 3,6	3,382 ± 0,384
DisCOMP60 thermoformé à 20 MPa	40	42,7	1,154	11,7	48,3 ± 2,3	3,637 ± 0,207
COMP100% chènevotte < 0,5 ; thermoformé à 170°C ; 20 MPa	0	0	1,108	25,1	27 ± 11	3,12 ± 0,76

5.3.3/ L'ADHÉSION

La résistance mécanique d'une structure sandwich en flexion est totalement liée à l'adhésion entre les couches. L'adhésion entre la peau et l'âme représente le troisième élément important dans l'assemblage de la structure. Dans cette étude, nous avons utilisé le polystyrène pour fabriquer les composites (la peau ou l'âme). Aussi bien l'âme que la peau utilise la même matrice. Cette matrice fond à 130°C pendant le processus de fabrication (le thermoformage). Après le durcissement, le polystyrène transfère la charge entre les particules de chènevotte contenues dans l'âme (sauf dans le sandwich à 100% de chènevotte). Il transfère aussi la charge entre les fils de chanvre contenus dans la peau. Enfin, il transfère les charges entre l'âme et la peau. Dans le cas de nos résultats expérimentaux obtenus sur les sandwichs thermoformés, l'adhésion entre les peaux et l'âme est toujours parfaite. Il n'y a pas de séparation entre les couches. Le cisaillement au milieu de l'âme est toujours supérieur à celui des points situés à l'interface entre la peau et l'âme, la distribution de cisaillement étant parabolique.

5.4/ RÉALISATION ET CARACTÉRISATION DES SANDWICHS TRI-COUCHES

Deux types de sandwich sont réalisés dans le but de réduire le taux volumique du polystyrène dans la structure et d'obtenir une structure plus performante :

5.4.1/ RÉALISATION DES SANDWICHS

5.4.1.1/ SANDWICH SIMPLE AVEC ÂME À 100% DE CHÈNEVOTTE

Nous avons fabriqué des sandwichs simples avec deux peaux, composés de 60% de tissu de chanvre (BDCOMP60) qui protègent une âme à 100% de chènevotte contre l'humidité et qui améliorent les propriétés mécaniques, (figure 5.2). Cette composition contient une faible quantité de polystyrène, seulement 15 à 20% (en masse) de polystyrène en fonction du rapport des épaisseurs de couche. Il est donc plus écologique et moins coûteux.

La fabrication d'un échantillon de sandwich a été réalisée en deux étapes, en utilisant

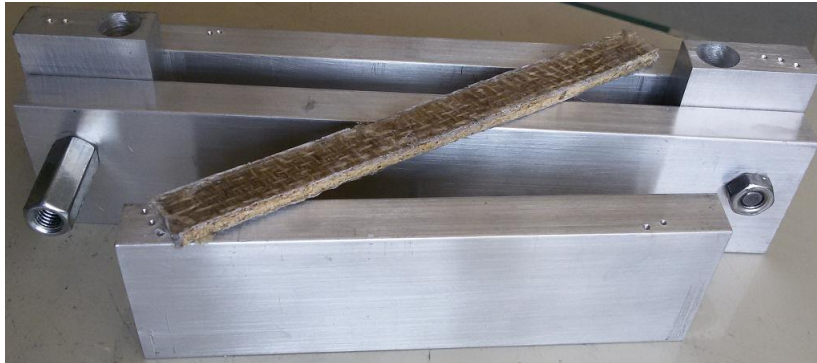


FIG. 5.2: moule en aluminium et échantillon après démoulage.

un moule d'aluminium ($15 \times 160 \times 50$ mm³). La première étape : c'est la fabrication de l'âme à 100% de chènevotte (particules $\leq 0,5$ mm, thermoformée à la température de 170°C et à la pression de 20 MPa pendant 30 minutes). À cette température, le thermoformage va agir sur les particules de chènevotte (l'âme) pour les rendre moins hydrophiles et plus adhérentes avec le polystyrène (matrice hydrophobe), paragraphe 2.2.4.1. La deuxième étape consiste à envelopper l'âme immédiatement après le thermoformage par deux couches de tissu de chanvre imprégnées par une pâte fraîche de polystyrène. La préparation des bords et l'assemblage ne doivent pas dépasser 10 minutes pour éviter le durcissement de la pâte de polystyrène. Dans ce sandwich symétrique, deux peaux constituées d'un même nombre de couches de tissus imprégnés, sont collées sur les deux surfaces de l'âme. Ensuite, une pression de moulage à froid de 5 MPa est appliquée pour assurer la dispersion de la matrice fraîche entre les fibres de chanvre, et la transférer entre les couches. Les particules de chènevotte de l'âme sont bien stabilisées et collées avec le polystyrène du composite de la peau. L'acétone dans la pâte de polystyrène est évaporée à l'air libre avant une opération de thermoformage à 20 MPa et 130°C pendant 30 minutes.

5.4.1.2/ SANDWICH SIMPLE AVEC ÂME DE 60% CHÈNEVOTTE

Nous avons fabriqué des sandwiches simples constitués avec deux peaux identiques en composite à 60% de tissu de chanvre (BDCOMP60) qui améliorent les propriétés mécaniques d'une âme à 60% de chènevotte (DisCOMP60), figure 5.3. Des sandwiches ont été réalisés par une simple évaporation de l'acétone. Ensuite, un processus de thermoformage a été effectué sur ces sandwiches (sauf un) avec quatre valeurs différentes de

pressions (0,5 ; 2,5 ; 5 ; et 20 MPa) à 130°C ceci deux raisons : la première, pour étudier l'effet de la pression du thermoformage sur les propriétés mécaniques ; la deuxième, pour vérifier l'assemblage des sandwichs et le mode de rupture à la flexion 3 points.

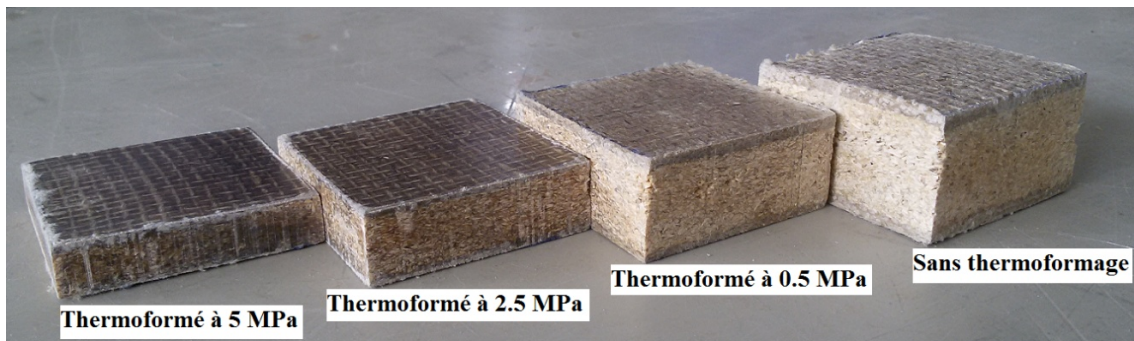


FIG. 5.3: effet du thermoformage et de la pression sur un sandwich de mêmes composants.

Après thermoformage, on obtient des sandwichs de différentes épaisseurs (donc de volumes différents). Le taux volumique du polystyrène varie de 20 à 40% en fonction de la porosité. Comparé au premier sandwich à 100% de chènevotte (paragraphe 5.4.1.1), celui-ci sera plus léger (0,5 à 1,2) et plus résistant à l'eau (paragraphe 4.4.3).

La fabrication d'un échantillon de sandwich a été réalisée en deux étapes, en utilisant un moule d'aluminium (15 x 160 x 50) mm³. La première étape, est la fabrication de la couche d'âme DisCOMP60 qui consiste à mélanger 60% en masse des particules de chènevotte (0,5 à 1,4 mm) avec 40% de pâte de polystyrène ; ensuite à préformer le mélange à 5 MPa à froid pendant 5 minutes.

La deuxième étape permet d'envelopper l'âme immédiatement après la première étape par deux couches de tissus de chanvre imprégnées d'une pâte fraîche de polystyrène. Il faut que cet assemblage soit fini au bout de 15 minutes, avant le durcissement de la pâte de polystyrène.

Dans le sandwich symétrique, les deux peaux sont collées sur les deux faces de l'âme. Ensuite, la pression de moulage à froid de 5 MPa a été appliquée pour assurer la dispersion de la matrice fraîche entre les renforts et les couches. Ce composite ayant une grande quantité d'acétone, il faut donc attendre l'évaporation totale de l'acétone avant le thermoformage à 130°C. Pour réduire le temps de l'évaporation de l'acétone, il est recommandé d'utiliser une machine à vide pendant 30 à 60 minutes. Cependant le composite obtenu par le procédé à vide sera plus poreux que celui obtenu à l'évaporation libre.

5.4.2/ RÉSISTANCE À LA FLEXION

5.4.2.1/ SANDWICH SIMPLE AVEC ÂME À 100% DE CHÈNEVOTTE

Lors du test en flexion 3 points avec une distance entre appuis de 130 mm, nous avons remarqué qu'il n'y avait pas de séparation entre les couches au niveau de l'adhésion. La rupture commence par le cisaillement qui se concentre au milieu de l'âme, figure 5.4. Ceci s'explique par le fait qu'il n'y a pas de matrice dans l'âme constituée essentiellement de lignine et d'hémicellulose pour transmettre les charges entre les particules de chènevotte. Cette remarque confirme aussi que l'adhésion est bonne entre la surface de l'âme (chènevotte particules) et la matrice de polystyrène.



FIG. 5.4: sandwich simple d'une âme à 100% de chènevotte.

La contrainte de flexion dans les peaux, et la contrainte de cisaillement dans l'âme sont calculées selon les équations définies dans l'état de l'art (2.17 et 2.20). Dans ces deux équations, P représente la charge maximale de rupture obtenue lors des essais de flexion. Pour simplifier l'optimisation, nous avons proposé de simplifier notre sandwich en utilisant la méthode de la section équivalente (en forme de I ou de H)[Gere et al., 2012], figure 5.5.

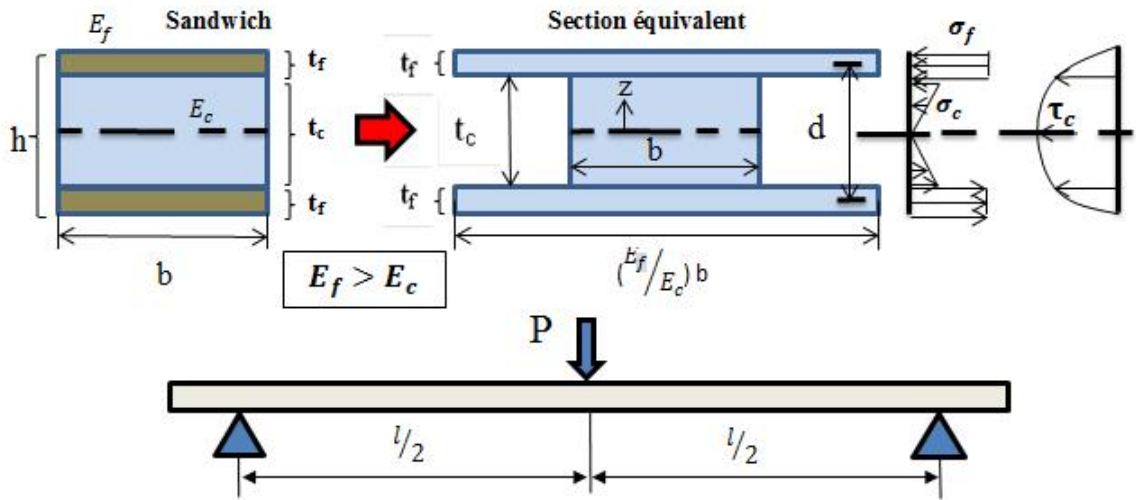


FIG. 5.5: répartition de la contrainte et du cisaillement dans une section équivalent (flexion 3-points).

Le cisaillement et la contrainte maximale peuvent être calculés par les équations suivantes :

$$\tau_c^{max} = \frac{3P}{4bh} \tag{5.1}$$

$$\sigma^{max.} = \frac{M.z}{I_{equ}.E_c} \tag{5.2}$$

Où

b et h sont respectivement la largeur et l'épaisseur d'une poutre sandwich.

I_{equ} et z sont le moment quadratique de la section équivalente et la distance à l'axe neutre.

Dans le cas d'un chargement central (P) d'une poutre de longueur "l"(figure 5.5), le moment fléchissant au centre s'écrit ($M = \frac{Pl}{4}$).

$$\sigma_f^{max.} = \frac{P.l (t_f + \frac{t_c}{2}).E_f}{4 I_{equ}.E_c} \tag{5.3}$$

$$\sigma_c^{max.} = \frac{P.l \left(\frac{t_c}{2}\right).E_c}{4 I_{equ}.E_c} \quad (5.4)$$

$$fleche = \frac{P.l^3}{48 I_{equ}.E_c} \quad (5.5)$$

$$I_{equ} = \frac{\left[\left(\frac{E_f}{E_c}\right) b (2t_f + t_c)^3\right] - \left[\left(\frac{E_f}{E_c}\right) b - b\right] t_c^3}{12} \quad (5.6)$$

Où

- $\tau_c^{max}, \sigma_c^{max}, E_c, t_c$ sont respectivement le cisaillement, la contrainte, le module d'élasticité et l'épaisseur du matériau d'âme.
- $\tau_f^{max}, \sigma_f^{max}, E_f, t_f$ sont respectivement le cisaillement, la contrainte, le module d'élasticité et l'épaisseur du matériau peau.

Ce modèle nous permet aussi d'établir une relation entre les épaisseurs de chaque couche permettant ainsi d'optimiser le taux des composants dans la structure. On peut l'appeler la section optimale. L'objectif est de déterminer les épaisseurs respectives de l'âme et de la peau pour lesquelles la charge limite de rupture est identique pour chacune des deux couches. Pour cette charge limite la contrainte maximale dans chaque couche est égale à sa contrainte de rupture.

$$\frac{P.l}{4 I_{equ}.E_c} = \frac{\sigma_c^{max}}{\left(\frac{t_c}{2}\right).E_c} = \frac{\sigma_f^{max}}{\left(t_f + \frac{t_c}{2}\right).E_f} \quad (5.7)$$

$$\frac{\sigma_c^{max}}{\frac{t_c}{2}} = \frac{\sigma_f^{max}}{\frac{E_f}{E_c} \left(t_f + \frac{t_c}{2}\right)} \quad (5.8)$$

$$t_c = \frac{2 t_f}{\left(\frac{\sigma_f^{max.} E_c}{\sigma_c^{max.} E_f} - 1\right)} \quad \text{Avec } \left(\frac{\sigma_f^{max.} E_c}{\sigma_c^{max.} E_f}\right) \neq 1 \quad (5.9)$$

5.4.2.2/ SANDWICH SIMPLE AVEC ÂME DE 60% CHÈNEVOTTE

Lors des tests en flexion 3 points avec une distance entre appuis de 150 mm sur différents types de sandwichs ayant les mêmes composants (tissus de chanvre, chènevotte et matrice de polystyrène), nous avons remarqué qu'il y avait une décohésion entre la peau et l'âme pour les sandwichs non thermoformés. Cependant, on n'a pas constaté de séparation sur tous les sandwichs thermoformés. Ceci peut s'expliquer par le fait que le thermoformage améliore bien les propriétés mécaniques du polystyrène recyclé, lequel lie les différentes couches dans la structure.

Dans les sandwichs thermoformés, la rupture a été limitée par la résistance de la peau dans la zone de la traction, figure 5.6. Cependant, il n'y a ni flambage, ni indentation locale en-dessous de l'appui sauf dans le sandwich non thermoformé, où nous avons remarqué une indentation locale due à la compressibilité de l'âme.

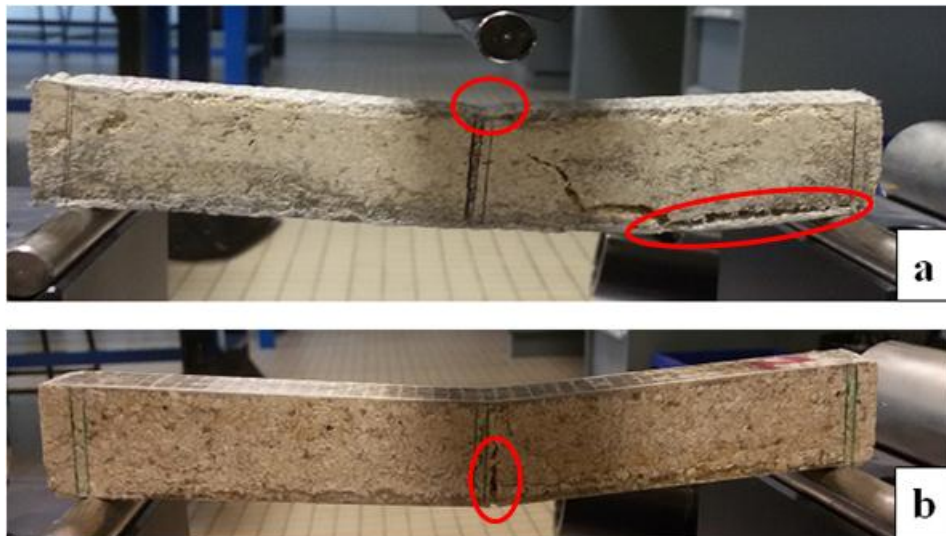


FIG. 5.6: mode de rupture (a) sandwich sans thermoformage et (b) sandwich thermoformé à 0.5 MPa.

La contrainte de flexion sur les peaux et la contrainte de cisaillement dans l'âme sont calculées en utilisant la charge maximale de rupture en flexion 3 points. Ainsi, nous pouvons comparer les résultats expérimentaux et ceux de l'analyse par éléments finis.

Les contraintes dans les sandwichs peuvent être calculées, en utilisant les équations (5.1 et 5.3).

Les charges à la rupture des sandwichs de mêmes composants (d'une âme de DisCOMP60), sans thermoformage et ceux thermoformés à 0,5 ; 2,5 ; 5 et 20 MPa, sont respectivement de 534 N pour le sandwich non thermoformé et 513 ; 524 ; 553, 487 N, pour les autres, figure 5.7. Ces résultats montrent d'une part que le sandwich non thermoformé a une bonne résistance mécanique, d'autre part que le processus de thermoformage n'est pas indispensable à la tenue mécanique. De plus, sur les sandwichs thermoformés, la réduction de la porosité et augmentation la masse volumique, inhérents au processus de thermoformage ne constituent pas toujours un avantage.

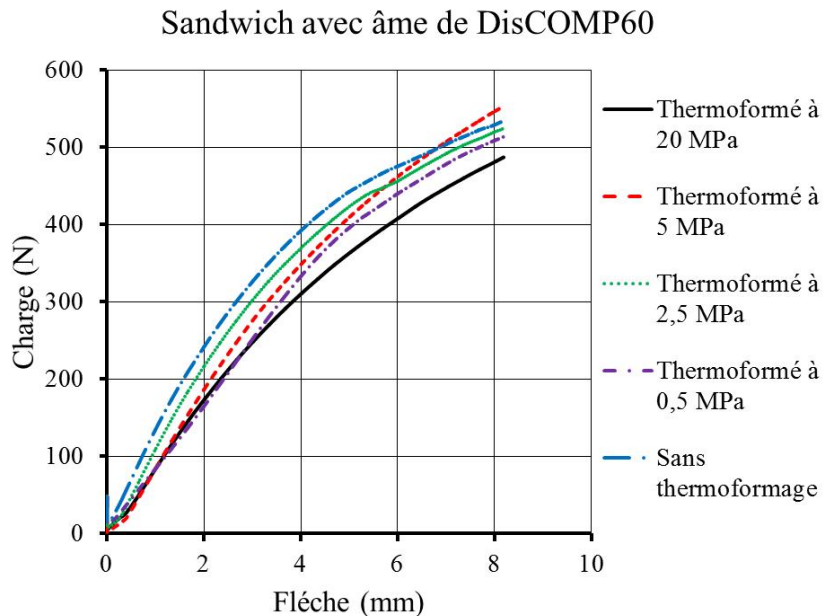


FIG. 5.7: effet de la pression de thermoformage sur la charge maximale d'un sandwich simple.

Par contre, le procédé de thermoformage, ainsi que la pression, améliore la contrainte de rupture et le module d'élasticité, figure 5.8.

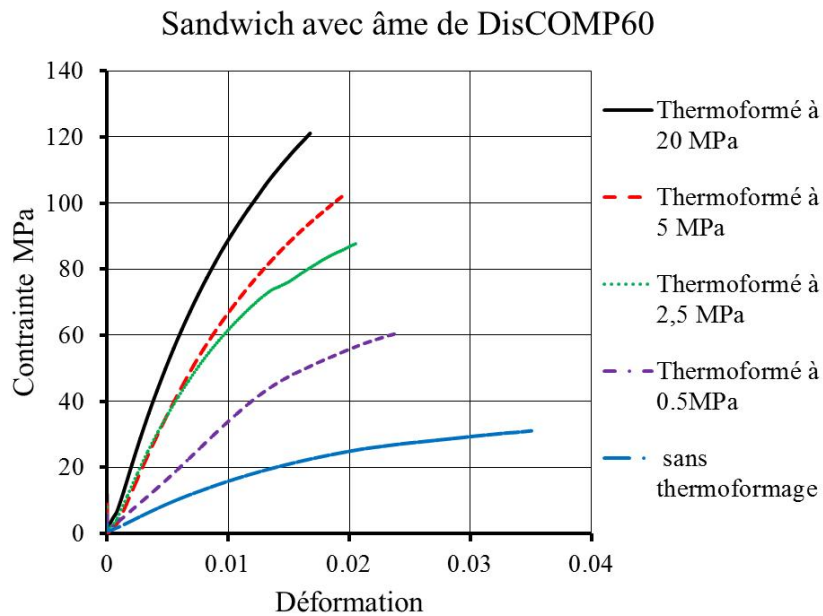


FIG. 5.8: effet de la pression de thermoformage sur la contrainte maximum d'un sandwich simple.

5.4.3/ SIMULATION NUMÉRIQUE

Dans cette partie, nous proposons un modèle éléments finis de la flexion à 3 points pour les différents type de sandwichs introduits précédemment. La modélisation par éléments finis du sandwich consiste en un empilement de trois couches. L'étude a été effectuée en 3D sur un élément cubique à huit nœuds et six degrés de liberté à l'aide du logiciel ANSYS (Workbench 14.5).

Le comportement de toutes les couches est supposé linéaire isotrope. Le module d'élasticité de chacune des couches est celui obtenu à partir des résultats expérimentaux du chapitre IV. L'interface entre les couches des plis du composite est modélisée en utilisant des éléments contact "totalement lié" disponible dans ANSYS. Pour simuler les conditions d'essai, l'échantillon virtuel est soumis à une charge verticale croissante jusqu'à la rupture. Les deux extrémités du sandwich sont en appui simple.

Les figures (5.9 ; 5.11 ; 5.13 ; 5.15 ; 5.17 et 5.19) représentent les courbes de charge-Flèche et les tableaux (5.3 ; 5.4 ; 5.5 ; 5.6 ; 5.7 et 5.8) donnent les résultats d'une comparaison du comportement global du sandwich simple en flexion 3 points que nous avons obtenu entre d'une part, des équations analytiques, et d'autre part, la simulation numérique (ANSYS), figures (5.10 ; 5.12 ; 5.14 ; 5.16 ; 5.18 et 5.20).

5.4.3.1/ SANDWICH SIMPLE AVEC ÂME DE 100% CHÈNEVOTTE THERMOFORMÉ À 20 MPa

tte

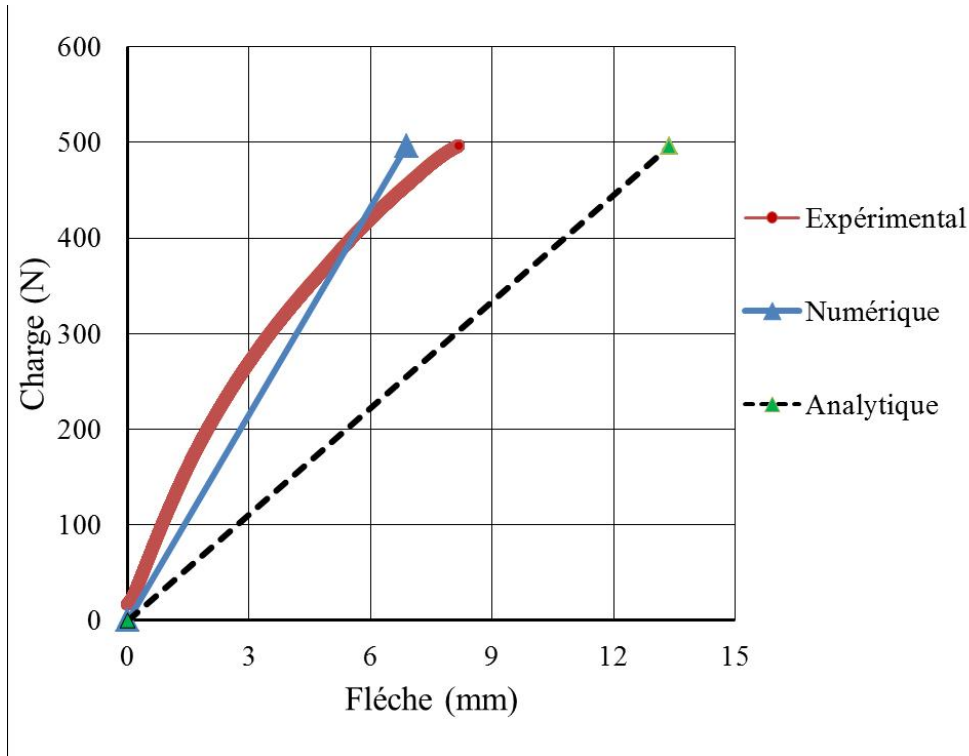


FIG. 5.9: Charge-Flèche pour un sandwich composite de 85% chanvre.

TAB. 5.3: données nécessaires pour le modèle numérique et la comparaison entre les résultats analytiques et les résultats numériques pour une charge de 496 N.

Composite	σ MPa	E GPa	Coefficient de poissons	L'épaisseur mm	Résultats analytiques equ.5.1, 5.3 et 5.4	Résultats numériques
BDCOMP60 à 20 MPa	104 ± 15	4,88 $\pm 0,65$	0,3	$t_f = 1,4$	$\sigma_f^{max} = 154,68$ MPa	$\sigma_f^{max} = 104,07$ MPa
COMP100% chènevotte 170 C à 20 MPa	27 ± 11	3,12 $\pm 0,76$	0,3	$t_c = 3,9$	$\sigma_c^{max} = 58,08$ $\tau_c = 3,71$ MPa	$\sigma_c^{max} = 59,7$ $\tau_c = 5,24$ MPa

5.4.3.2/ SANDWICH SIMPLE AVEC ÂME DE 60% CHÈNEVOTTE SANS THERMOFORMAGE

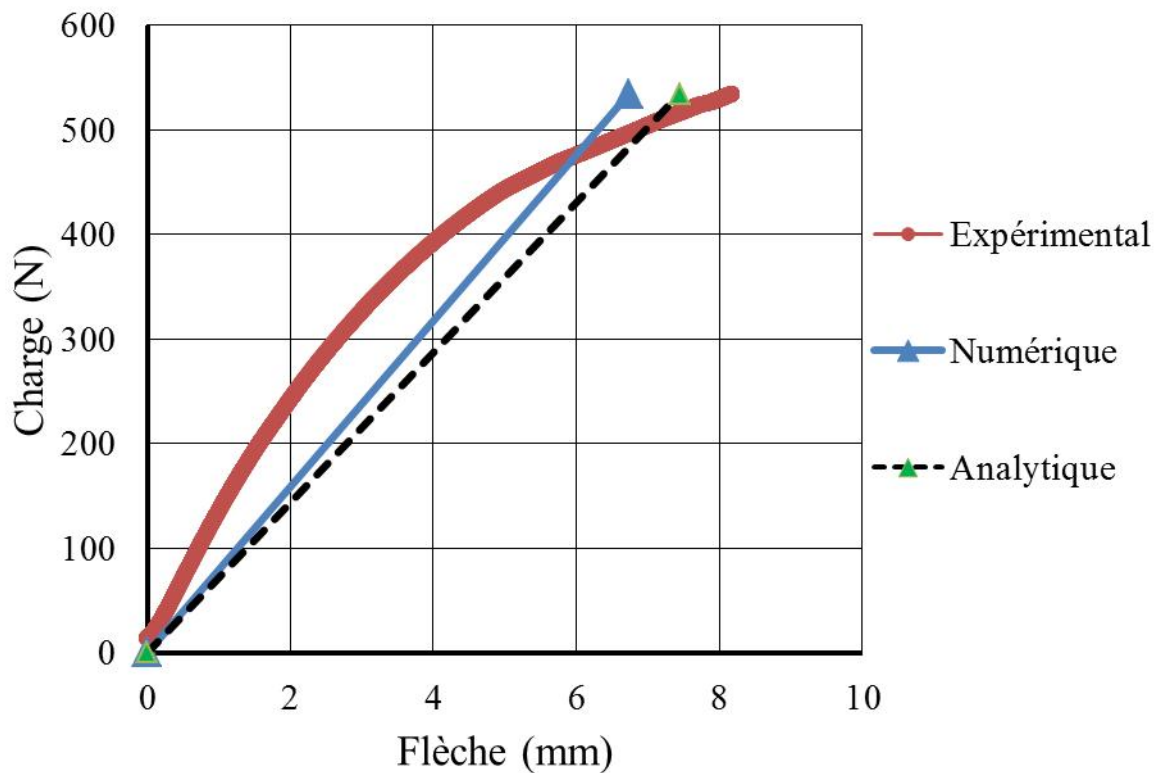


FIG. 5.11: Charge-Flèche pour un sandwich simple sans thermoformage.

TAB. 5.4: données des composants et comparaison des résultats analytiques et numériques sur un sandwich sans thermoformage calculés pour une charge de 534 N.

Composite	σ MPa	E GPa	Coefficient de poisons	L'épaisseur mm	Résultats analytiques equ.5.1, 5.3 et 5.4	Résultats numériques
BDCOMP60 non thermo.	40,3 $\pm 5,6$	1,593 $\pm 0,40$	0,3	$t_f = 1,8$	$\sigma_f^{max} = 50,7$ MPa	$\sigma_f^{max} = 46,4$ MPa
DisCOMP60 non thermo.	5,6 $\pm 0,79$	0,271 $\pm 0,05$	0,3	$t_c = 12,1$	$\sigma_c^{max} = 6,69$ $\tau_c = 1,66$ MPa	$\sigma_c^{max} = 5,61$ $\tau_c = 1,5$ MPa

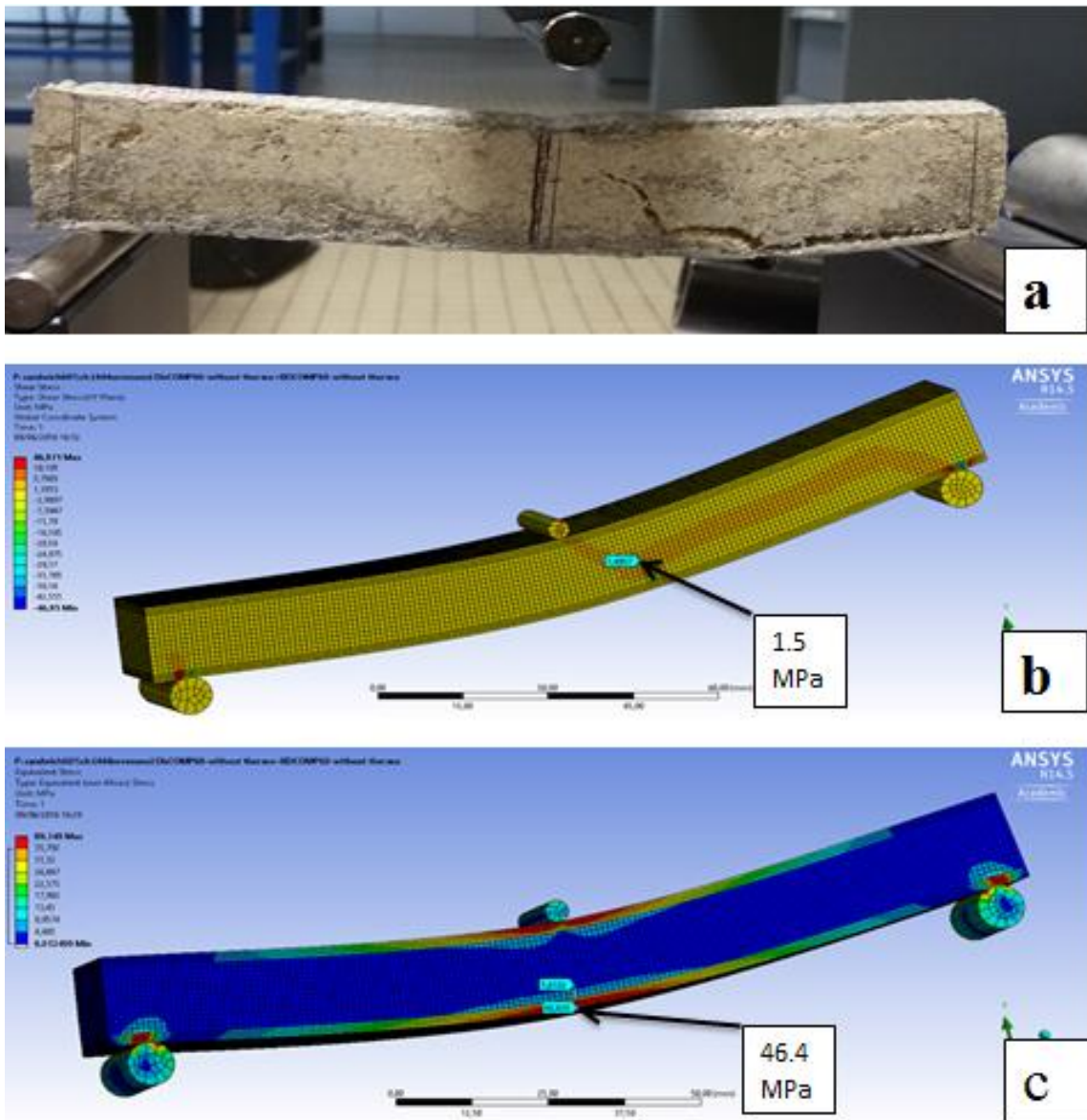


FIG. 5.12: sandwich composite à 60% de chanvre, sans thermoformage (a) échantillon réel (b) simulation à la flexion (cisaillement) et (c) simulation à la flexion (contrainte).

5.4.3.3/ SANDWICH SIMPLE AVEC ÂME DE 60% CHÈNEVOTTE THERMOFORMÉ À 0,5 MPa

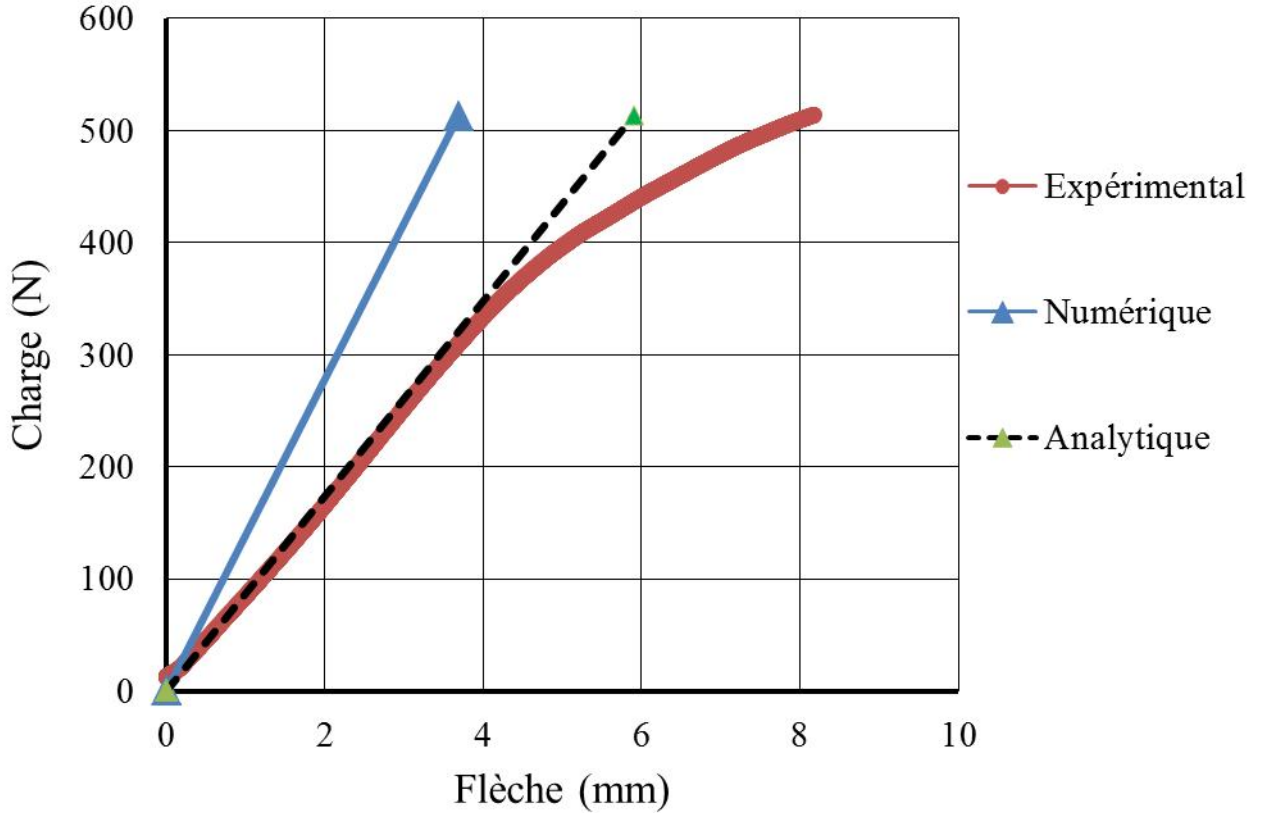


FIG. 5.13: Charge-Flèche pour un sandwich simple thermoformé à 0,5 MPa.

TAB. 5.5: données des composants et comparaison des résultats analytiques et numériques sur un sandwich thermoformé à 0,5 MPa calculés pour une charge de 513 N.

Composite	σ MPa	E GPa	Coefficient de poissons	L'épaisseur mm	Résultats analytiques equ.5.1, 5.3 et 5.4	Résultats numériques
BDCOMP60 à 0,5 MPa	133,54 $\pm 6,7$	5,095 $\pm 0,31$	0,3	$t_f = 1,25$	$\sigma_f^{max} = 87,6$ MPa	$\sigma_f^{max} = 70,7$ MPa
DisCOMP60 à 0,5 MPa	24,17 $\pm 3,6$	1,655 $\pm 0,129$	0,3	$t_c = 8,57$	$\sigma_c^{max} = 21,9$ $\tau_c = 2,2$ MPa	$\sigma_c^{max} = 17,12$ $\tau_c = 2,3$ MPa

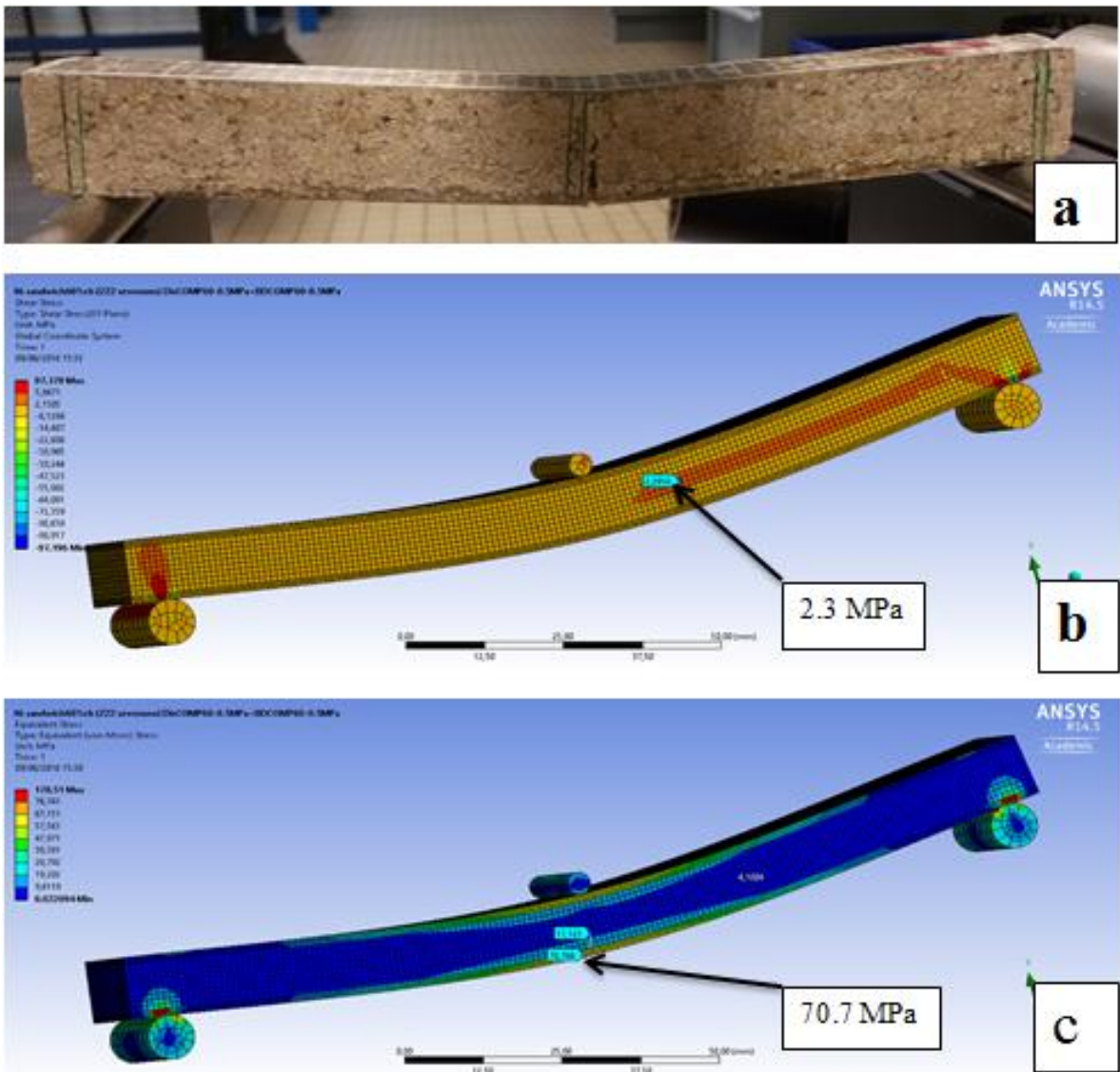


FIG. 5.14: sandwich composite à 60% de chanvre, thermoformé à 0,5 MPa (a) échantillon réel (b) simulation à la flexion (cisaillement) et (c) simulation à la flexion (contrainte).

5.4.3.4/ SANDWICH SIMPLE AVEC ÂME DE 60% CHÈNEVOTTE THERMOFORMÉ À 2,5 MPa

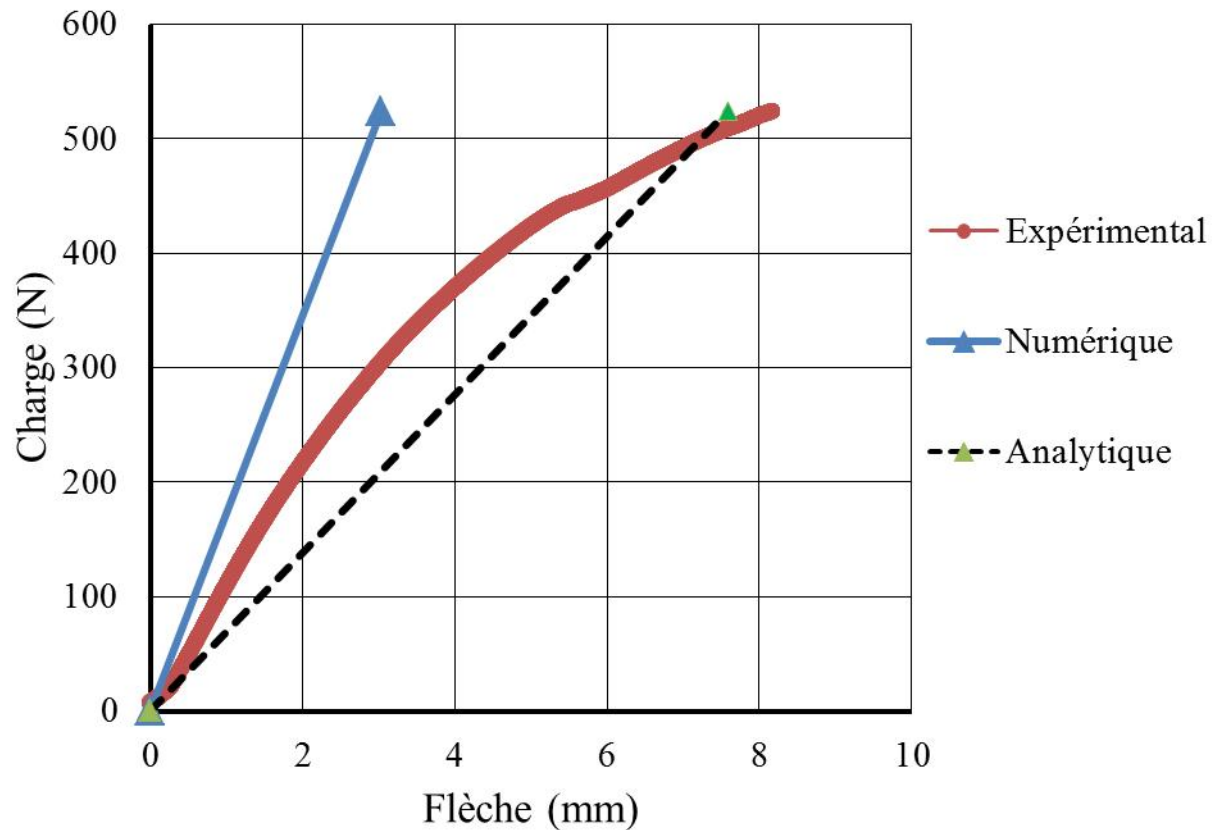


FIG. 5.15: Charge-Flèche pour un sandwich simple thermoformé à 2,5 MPa.

TAB. 5.6: données des composants et comparaison des résultats analytiques et numériques sur un sandwich thermoformé à 2,5 MPa calculés pour une charge de 524 N.

Composite	σ MPa	E GPa	Coefficient de poissons	L'épaisseur mm	Résultats analytiques equ.5.1, 5.3 et 5.4	Résultats numériques
BDCOMP60 à 2,5 MPa	154,49 $\pm 17,49$	5,93 $\pm 0,87$	0,3	$t_f = 1,21$	$\sigma_f^{max} = 113,28$ MPa	$\sigma_f^{max} = 51$ MPa
DisCOMP60 à 2,5 MPa	35,61 $\pm 3,6$	2,686 $\pm 0,129$	0,3	$t_c = 7,01$	$\sigma_c^{max} = 38,09$ $\tau_c = 4,22$ MPa	$\sigma_c^{max} = 15,34$ $\tau_c = 3,14$ MPa

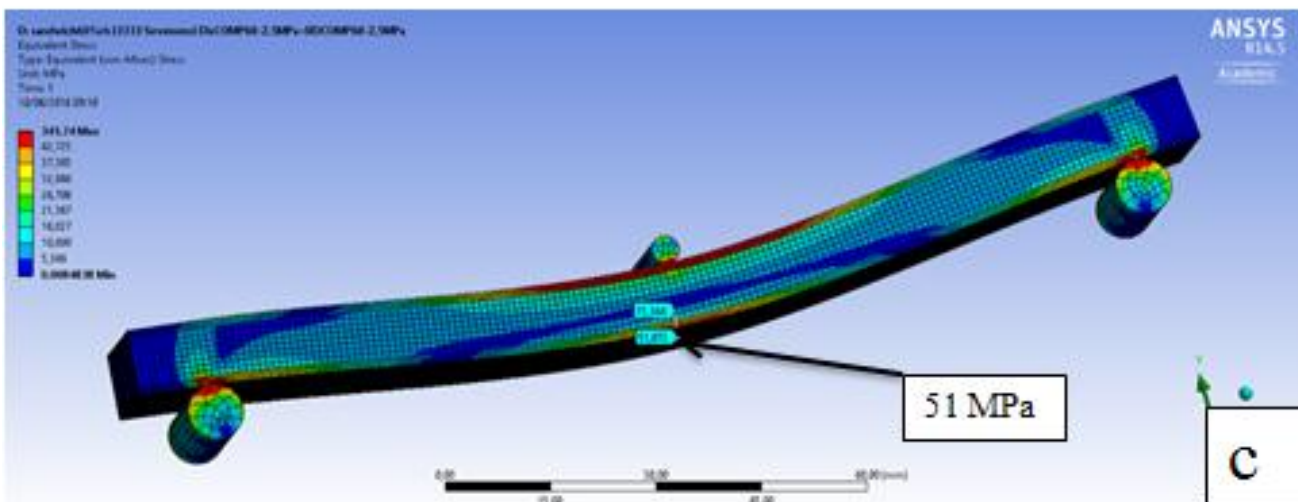
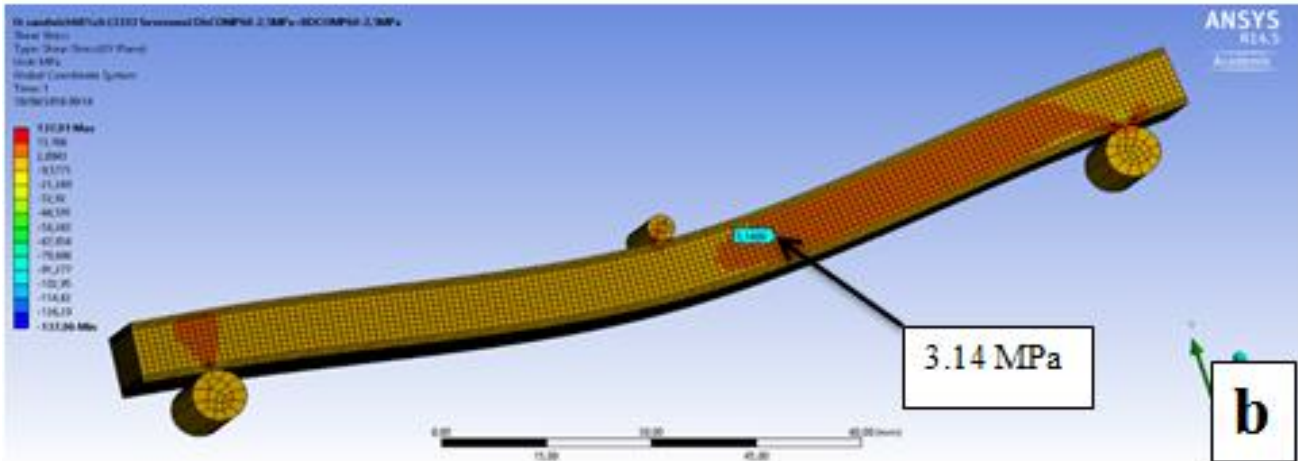


FIG. 5.16: sandwich composite à 60% de chanvre, thermoformé à 2,5 MPa (a) échantillon réel (b) simulation à la flexion (cisaillement) et (c) simulation à la flexion (contrainte).

5.4.3.5/ SANDWICH SIMPLE AVEC ÂME DE 60% CHÈNEVOTTE THERMOFORMÉ À 5 MPa

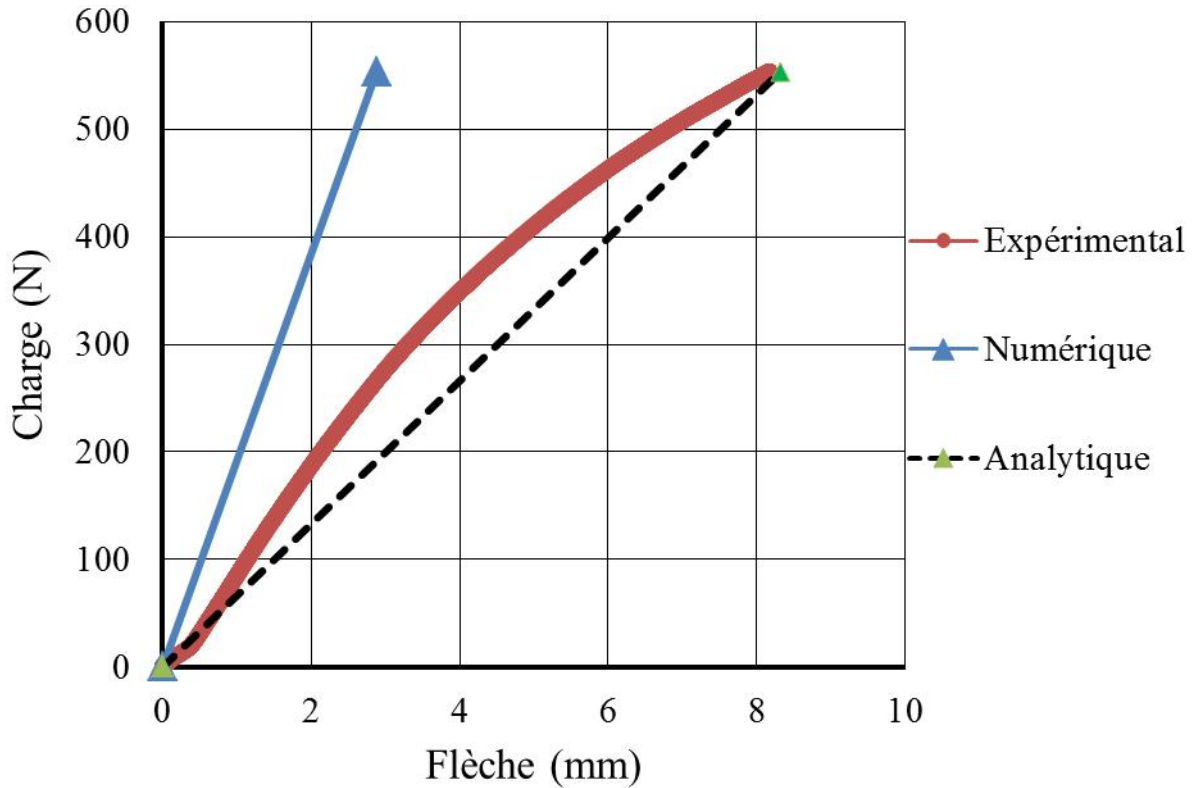


FIG. 5.17: Charge-Flèche pour un sandwich simple thermoformé à 5 MPa.

TAB. 5.7: données des composants et comparaison des résultats analytiques et numériques sur un sandwich thermoformé à 5 MPa calculés pour une charge de 553 N.

Composite	σ MPa	E GPa	Coefficient de poissons	L'épaisseur mm	Résultats analytiques equ.5.1, 5.3 et 5.4	Résultats numériques
BDCOMP60 à 5 MPa	168,9 $\pm 17,7$	6,41 $\pm 1,389$	0,3	$t_f = 1,14$	$\sigma_f^{max} = 127,16$ MPa	$\sigma_f^{max} = 55,4$ MPa
DisCOMP60 à 5 MPa	36,2 $\pm 3,61$	3,382 $\pm 0,381$	0,3	$t_c = 6,65$	$\sigma_c^{max} = 49,95$ $\tau_c = 4,65$ MPa	$\sigma_c^{max} = 20,25$ $\tau_c = 3,58$ MPa

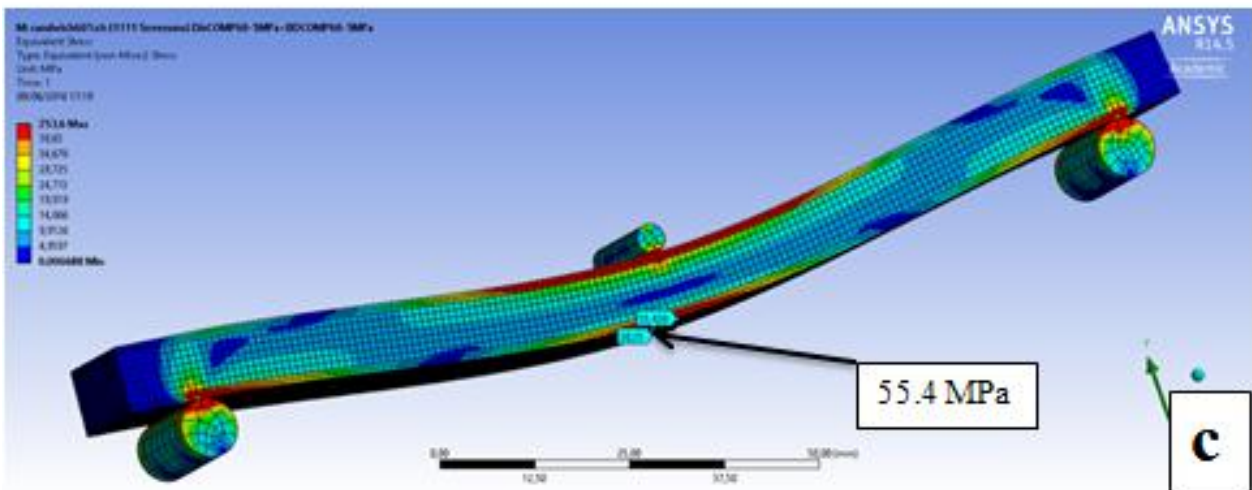
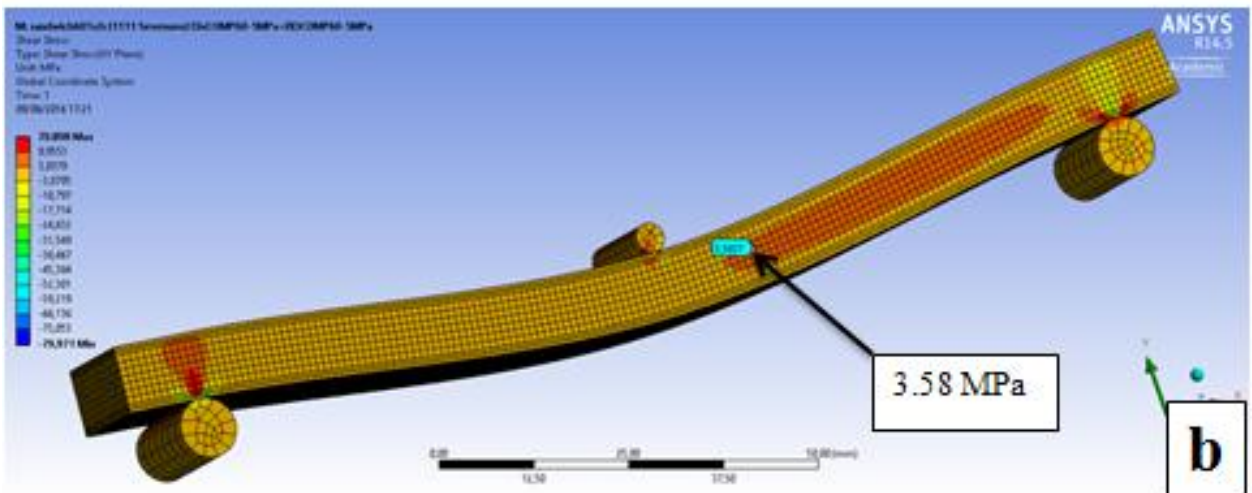
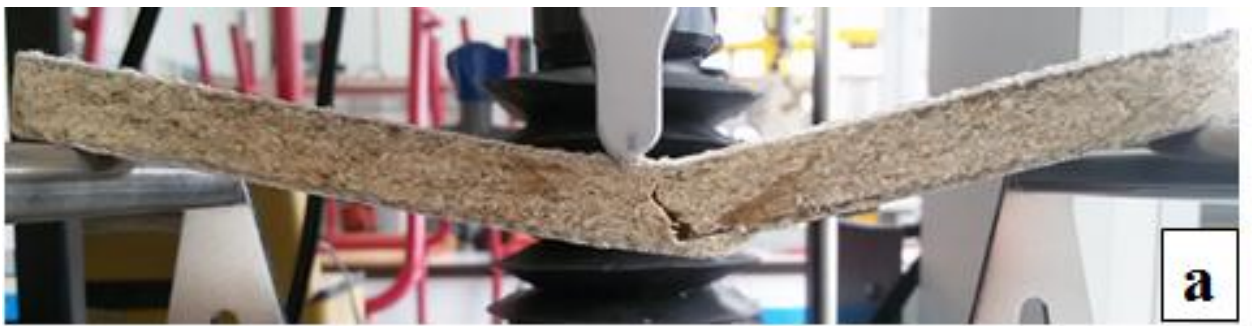


FIG. 5.18: sandwich composite de 60% chanvre, thermoformé à 5 MPa (a) échantillon réel (b) simulation à la flexion (cisaillement) et (c) simulation à la flexion (contrainte).

5.4.3.6/ SANDWICH SIMPLE AVEC ÂME DE 60% CHÈNEVOTTE THERMOFORMÉ À 20 MPa

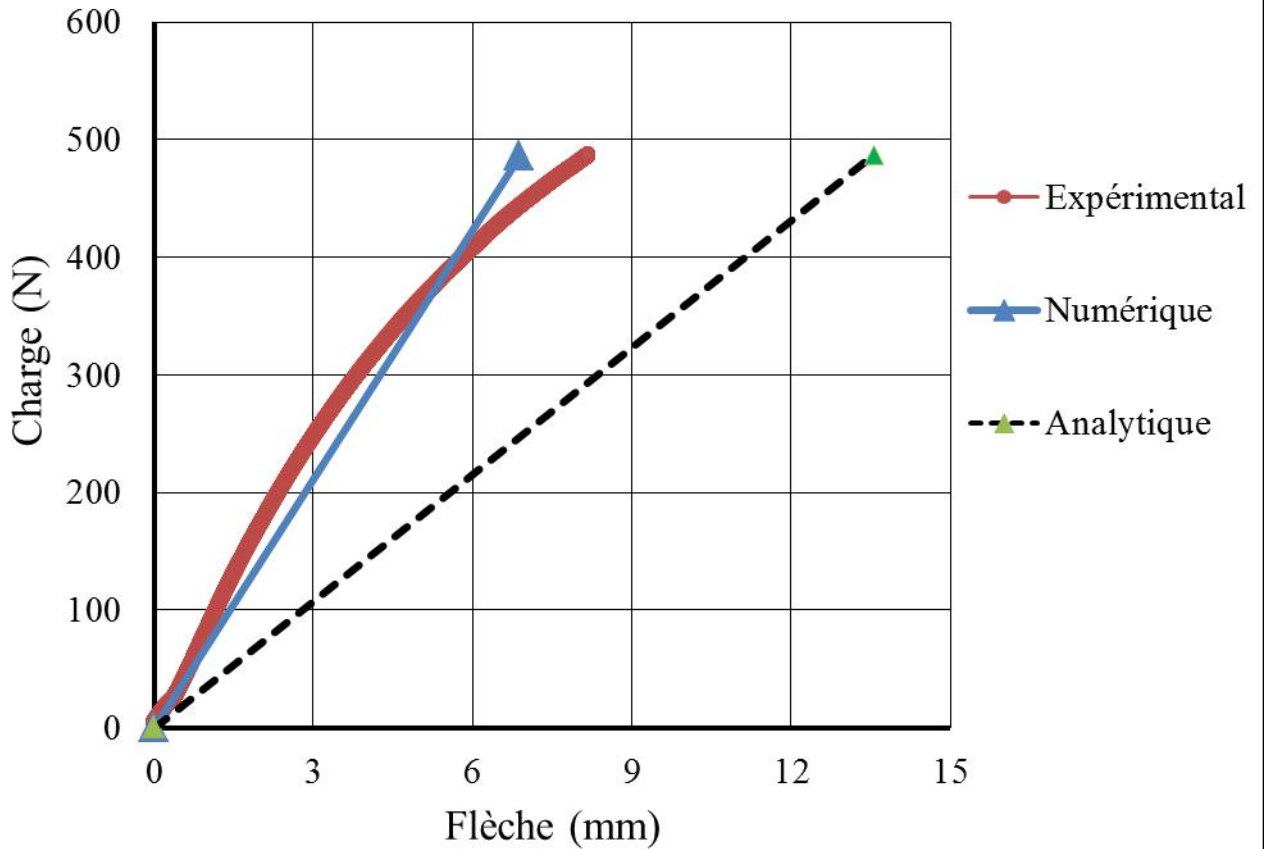


FIG. 5.19: Charge-Flèche pour un sandwich simple thermoformé à 20 MPa.

TAB. 5.8: données des composants et comparaison des résultats analytiques et numériques sur un sandwich thermoformé à 20 MPa calculés pour une charge de 487 N.

Composite	σ MPa	E GPa	Coefficient de poisons	L'épaisseur mm	Résultats analytiques equ.5.1, 5.3 et 5.4	Résultats numériques
BDCOMP60 à 20 MPa	104,3 $\pm 15,1$	4,88 $\pm 0,652$	0,3	$t_f = 1$	$\sigma_f^{max} = 134,78$ MPa	$\sigma_f^{max} = 90,3$ MPa
DisCOMP60 à 20 MPa	48,3 $\pm 2,34$	3,367 $\pm 0,207$	0,3	$t_c = 5,6$	$\sigma_c^{max} = 74,67$ $\tau_c = 4,75$ MPa	$\sigma_c^{max} = 45,4$ $\tau_c = 4,38$ MPa

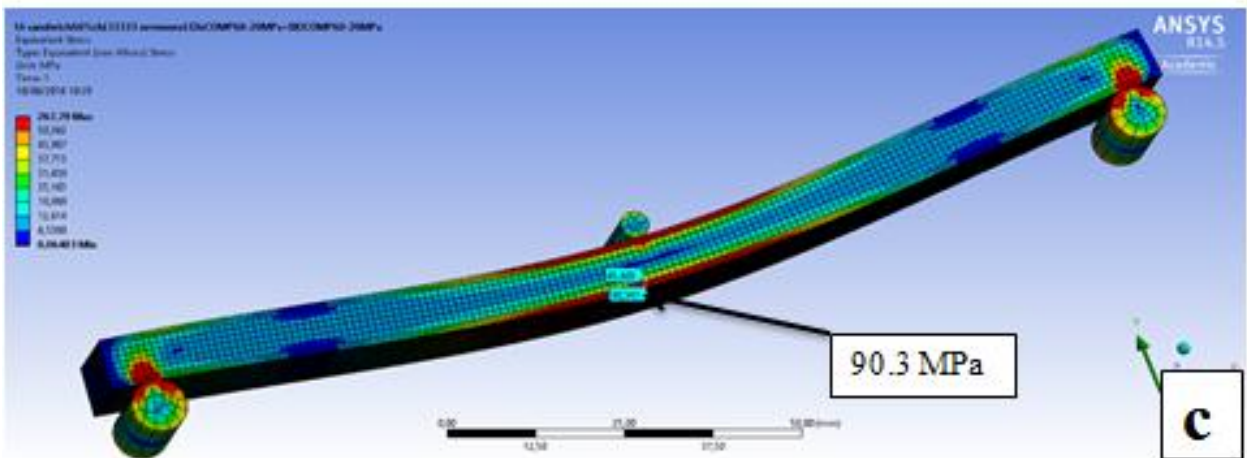
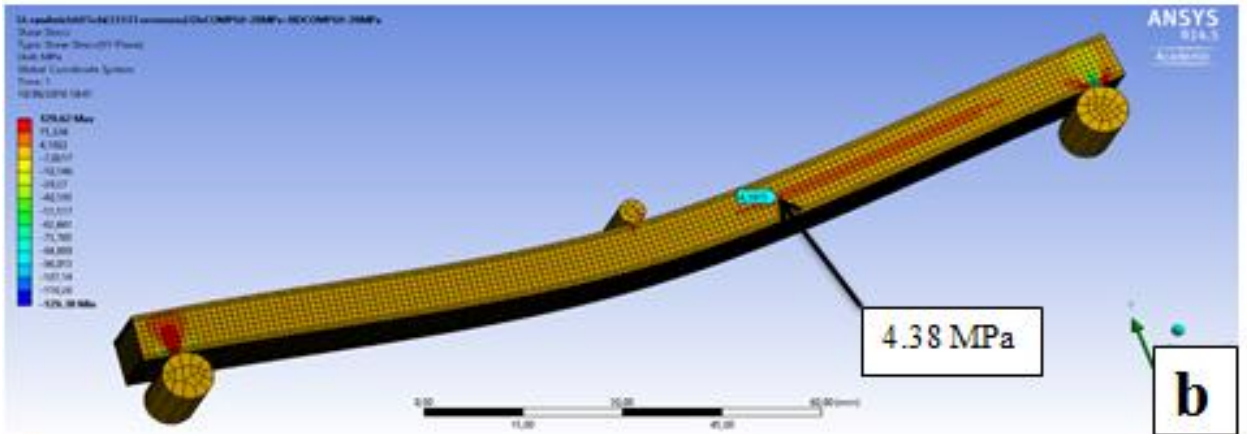


FIG. 5.20: sandwich composite de 60% chanvre, thermoformé à 20 MPa (a) échantillon réel (b) simulation à la flexion (cisaillement) et (c) simulation à la flexion (contrainte).

5.4.4/ COMPARAISON DES RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX AVEC LA SIMULATION NUMÉRIQUE

L'objectif de cette partie est de comparer nos résultats expérimentaux à la simulation numérique par éléments finis. Les mesures expérimentales réalisées sur les sandwichs font apparaître une relation flèche-force non-linéaire (Figures 5.9 ; 5.11 ; 5.13 ; 5.15 ; 5.17 et 5.19). Les modules d'Young utilisés dans la simulation sont les modules tangents pris dans la première partie de la courbe ($\sigma-\varepsilon$) (partie la plus stable). Les éprouvettes testées pour fournir ces propriétés mécaniques sont des éprouvettes de faible épaisseur (3 mm), thermoformées pendant 30 min. Notre objectif principal étant l'optimisation de notre structure, nous avons développé un modèle analytique (équation 5.5). l'idée était d'obtenir des équations à manipuler pour le processus d'optimisation. cependant, en comparant nos résultats analytiques aux résultats expérimentaux, il s'avère que ce choix est inapproprié dans les cas de haute pression (> 5 MPa, un sandwich mince 5.9 et 5.19). Mais, il est satisfaisante pour le sandwich non thermoformé 5.11 et les sandwichs thermoformés à faible pression (≤ 5 MPa 5.13 ; 5.15 et 5.17). En effet, les hypothèses d'applications étant très restrictives, elles ne sont pas vérifiées dans toutes les situations, de fait ce modèle n'est pas pertinent pour notre contexte d'étude.

La comparaison des résultats expérimentaux et numériques fait apparaître deux grandes tendances. La corrélation est satisfaisante pour les sandwichs sans thermoformage (Figure 5.11) et fortement thermoformés à 20 MPa (Figure 5.19). Elle est moins satisfaisante pour les sandwichs thermoformés avec des pressions intermédiaires (0,5 MPa, 2,5 MPa et 5 MPa).

Le procédé de thermoformage utilisé est le même pour les couches individuelles et pour la fabrication du sandwich (30 minutes de pression). Or l'épaisseur d'un sandwich est très différente de celle d'une couche individuelle. Cette différence d'épaisseur associée à la présence de porosité explique les différences notées sur nos courbes. En effet, la présence de porosité influence fortement les propriétés mécaniques de la structure sandwich et n'a pas été considérée dans la simulation. Nous avons pu constater que pour éliminer les porosités contenues dans la matière, la pression de thermoformage est plus efficace sur des éprouvettes de 3 mm que sur les sandwichs. Globalement, l'épaisseur des sandwichs est comprise entre 13,9 mm (pour les sandwichs sans thermoformage) et 6,6 mm (pour les sandwichs thermoformés à 20 MP). La proportion des porosités dans

les sandwichs sans thermoformage est identique à celle des éprouvettes élémentaires de 3 mm. Du fait de la pression élevée, dans les matériaux thermoformés à 20 MPa, la proportion des porosités est pratiquement identique aussi bien dans les éprouvettes de 3 mm que dans les sandwichs.

Les modèles éléments finis réalisés et leur validité, nous permettent d'envisager une généralisation du calcul élément fini sur une structure alvéolaire globale.

5.5/ BLOC DE CONSTRUCTION POUR LE BÂTIMENT

Dans cette partie, nous nous proposons de fabriquer des blocs de construction de forme sandwich alvéolaire afin de réduire le taux volumique de polystyrène dans le composite tout en augmentant les porosités dans la structure. Cela nous a permis d'établir la relation entre les propriétés mécaniques et les propriétés thermiques. Ce sandwich peut être utilisé comme brique pour la construction de murs porteurs. Les bonnes propriétés mécaniques et thermiques vont en faire un matériau de construction alternatif à la traditionnelle paroi multicouche (brique de béton + couche d'isolation + couche de finition). Ce sandwich a moins de 20% de polystyrène dans le volume total et il est totalement recyclable. La technique de compression à la presse et le choix judicieux des formes de l'outillage permettent de gérer les formes de l'objet et les propriétés du matériau.

Nous avons choisi la forme particulière proposée sur la figure 5.21 a). Cette structure a été retenue pour mettre en évidence l'effet du processus de thermoformage sur les propriétés en fonction de la densité. Les trous pourraient être remplis par les mêmes déchets que nous avons utilisés (polystyrène expansé ou chènevotte en vrac) pour améliorer la performance acoustique.

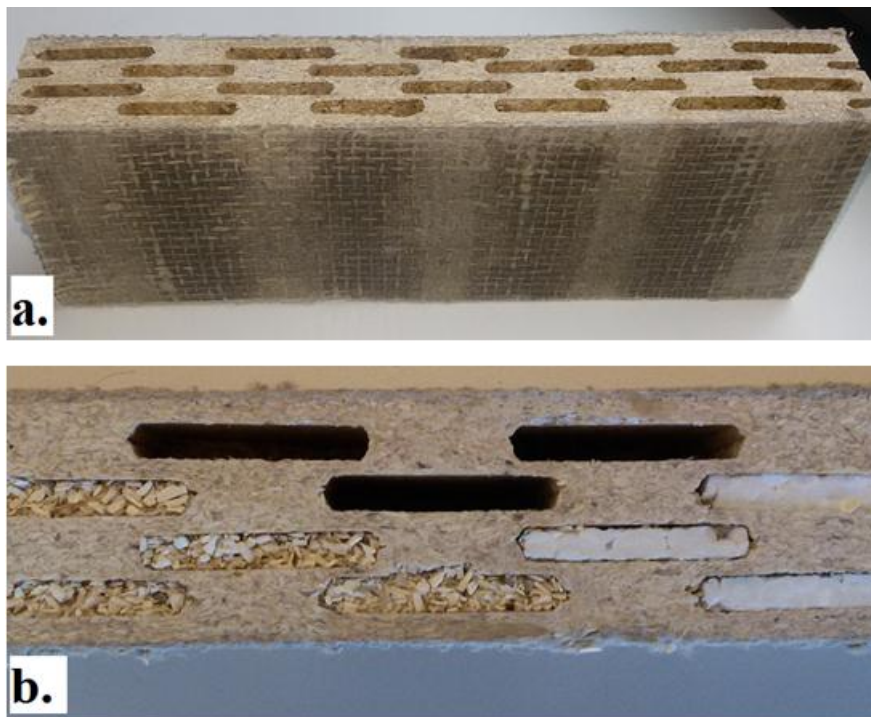


FIG. 5.21: sandwich alvéolaire (a) trous vides et (b) trous remplis de polystyrène expansé ou de chènevotte en vrac

5.5.1/ SIMULATION NUMÉRIQUE DU PROCESSUS

Dans cette partie, nous proposons une première tentative de modélisation du processus de thermoformage. L'objectif est de déterminer en tout point la pression de compactage, afin d'en déduire les propriétés mécaniques de la structure thermoformée.

Le sandwich est réalisé par compression d'un empilement de plusieurs couches de DisCOMP60 non thermoformées, de deux couches de BDCOMP60 non thermoformées et des barres d'acier dans un moule en aluminium, figure 5.22.

Dans un souci de simplification et pour faciliter la mise en œuvre numérique (réduction du temps de calcul), une loi de comportement linéaire isotrope a été retenue pour chacun des matériaux. Avec ce choix, le comportement non-linéaire introduit (figure 5.23 et section 4.4.6) n'est pas pris en considération. Il s'avère que cette simplification n'est pas aberrante. En effet, elle semble produire des résultats exploitables au vue des comparaisons avec le processus expérimental.

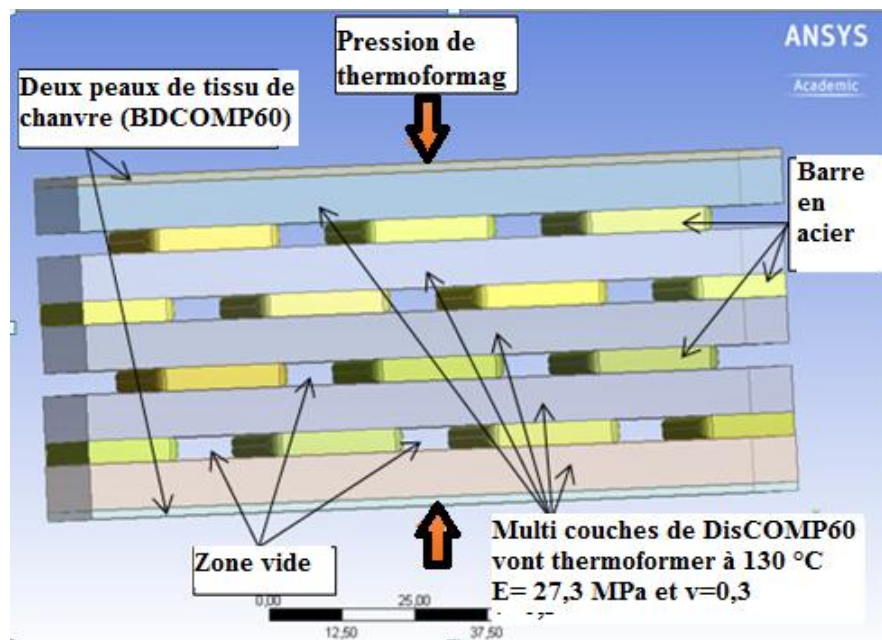


FIG. 5.22: schéma des multicouches d'âme et du moule avant le thermoformage.

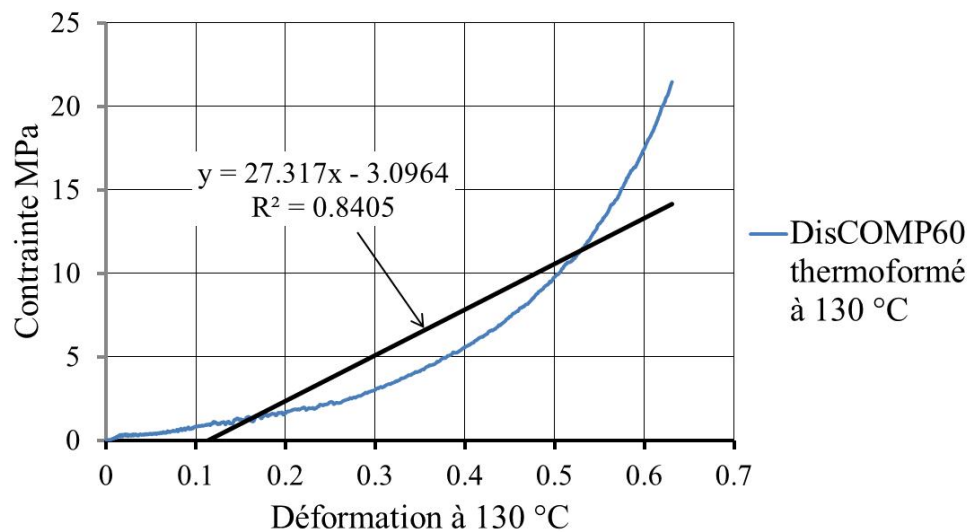


FIG. 5.23: courbe Conainte-Déformation d'un composite à 60% de chènevotte thermoformé à 130 °C.

Pour modéliser le moule, des conditions aux limites ont été imposées sur les faces latérales de la structure : déplacements orthogonaux aux faces latérales bloqués. Les faces supérieure et inférieure ont été modélisées par des couches épaisses en acier, sur lesquelles vient s'appliquer une pression uniforme $P_{appliquée}$. Une interface sans frottement a été créée entre toutes les couches (Figure 5.24).

Lors de la compression du DisCOMP60 et BDCOMP60, les propriétés mécaniques vont

être modifiées en fonction de la pression. Les barres en acier entre les couches d'âme vont créer des zones où la matière va être plus ou moins comprimée (vides entre les couches et recouvrement des barres). Dans ces zones, nous obtenons un composite poreux. Les barres créent aussi des alvéoles après extraction. Pendant le processus de thermoformage, les parties de DisCOMP60 qui sont situées dans les zones de chevauchement entre les barres en acier subiront le plus forte pression, figure 5.24 et figure 5.25. La pression locale va être plus grande que la pression appliquée sur le sandwich, équation 5.10.

$$P_{locale} \approx P_{appliquee} \cdot \frac{Surface\ totale}{Surfaces\ de\ chevauchement} \quad (5.10)$$

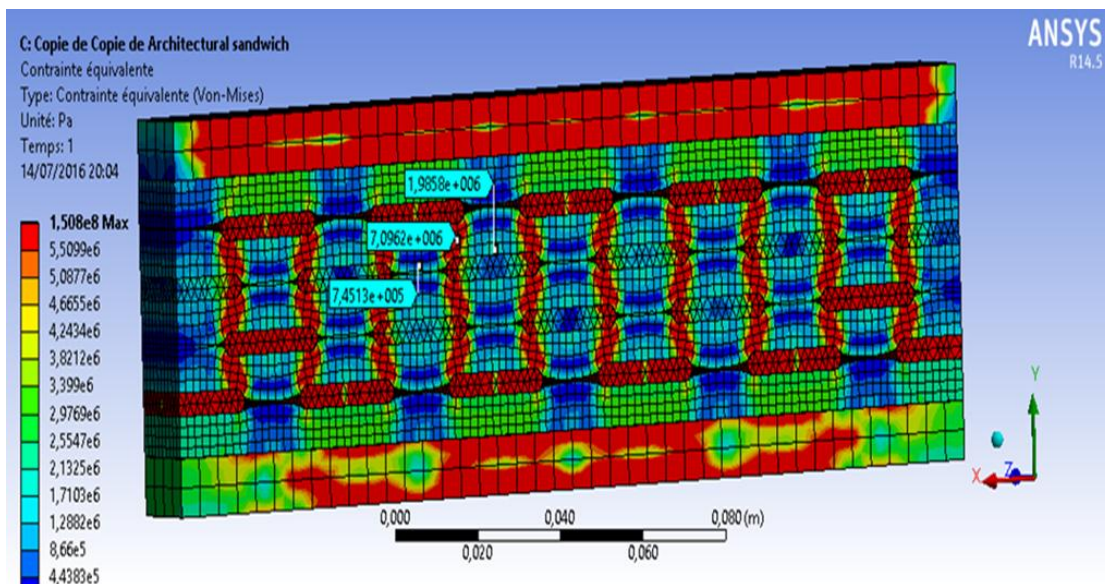


FIG. 5.24: sandwich alvéolaire pendant le processus de thermoformage.

Les propriétés mécaniques seront donc modifiées et améliorées. Ceci constitue un avantage considérable, ces zones étant des zones critiques (concentration de contraintes) lors des sollicitations de ces matériaux. Grâce à la connaissance du comportement mécanique en fonction de la pression de thermoformage, la simulation numérique de ce type de sandwich, nous a permis de prédire les propriétés dans différents endroits en fonction du processus de fabrication (la pression, la distance de chevauchement et l'épaisseur des couches par rapport aux vides entre elles).

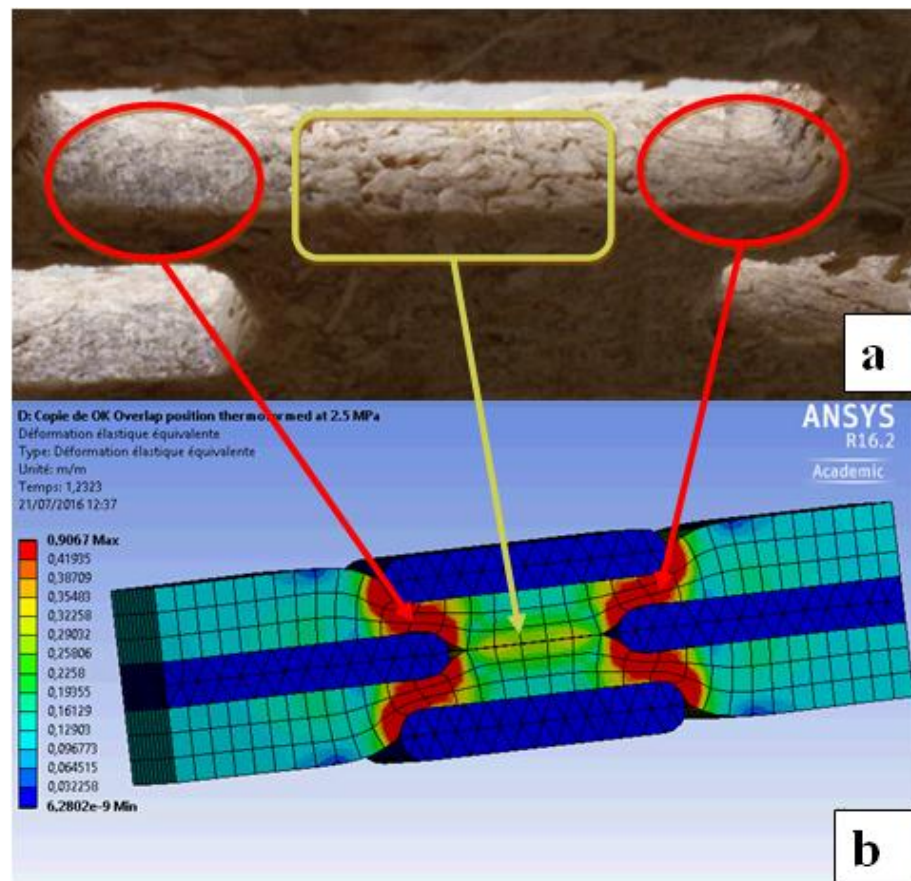


FIG. 5.25: amélioration des zones de chevauchement (a)échantillon réel et (b) simulation numérique.

5.5.2/ ÉVALUATION DES PROPRIÉTÉS EN FONCTION DU PROCESSUS DE FABRICATION

Dans cette partie, une simulation du produit fini est proposée (Figure 5.26 et 5.27). Le comportement de la structure est supposé homogène isotrope. Notre objectif est d'établir une relation entre les paramètres du processus de fabrication (en particulier la pression $P_{appliquée}$) et les propriétés mécaniques du produit en contexte d'utilisation.

Nous souhaiterions obtenir un sandwich qui aurait des propriétés mécaniques comparables avec les briques perforées (brique de terre cuite ou de béton). La norme (NF DTU 20.1) a déterminé la résistance minimale à la compression des éléments de maçonnerie (mesurée sur la base de la norme NF EN 772-1), cette résistance ne doit pas être inférieure aux valeurs minimales suivantes :

1. ($P > 4 \text{ MPa}$) sur la surface de pose des briques.

Lors de la simulation de compression, nous avons donc appliqué une pression ma-

lorée uniforme de ($P = 20 \text{ MPa}$) sur la surface pour bénéficier d'une marge de sécurité. Sous ce chargement nous observons une répartition non uniforme de la contrainte avec une valeur minimale de $24,4 \text{ MPa}$ et une valeur maximale de $29,6 \text{ MPa}$ dans les zones critiques (zone de chevauchement). Cette valeur maximale correspond à la résistance du matériau comprimé à une pression de thermoformage égale à $2,5 \text{ MPa}$, figure 5.26. Par conséquent, la pression appliquée de thermoformage pour fabriquer ce sandwich sera inférieur à $0,7 \text{ MPa}$, équation 5.10.

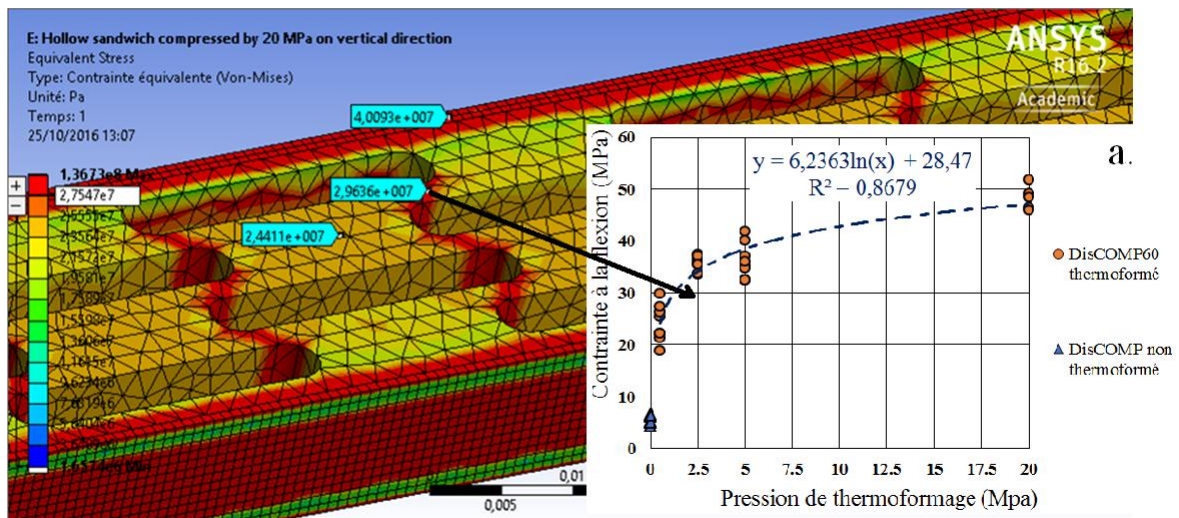


FIG. 5.26: sandwich composite sous l'effet d'une pression de 20 MPa (Perpendiculairement à la surface de pose).

2. ($P > 1.5 \text{ MPa}$) parallèlement à la surface de pose dans le plan du mur. Cependant, la norme (NF DTU 20.1) préconise une valeur minimale de la résistance dans l'autre sens (la deuxième condition).

La simulation de compression, nous a permis d'appliquer une pression uniforme de 1.5 MPa sur la surface latérale (les deux peaux). Nous avons observé que la contrainte maximale ($32,4 \text{ MPa}$) se situe dans les zones critiques (entre les creux), figure 5.27. Au préalable, cette zone de chevauchement entre les barres en aciers a été modifiée pendant le processus de thermoformage. Cette valeur maximale correspond à une pression de thermoformage égale à $2,5 \text{ MPa}$. Par conséquent, la pression globale de thermoformage pour fabriquer ce sandwich sera aussi inférieur à $2,5 \text{ MPa}$ conformément à la simulation du processus de thermoformage 5.22.

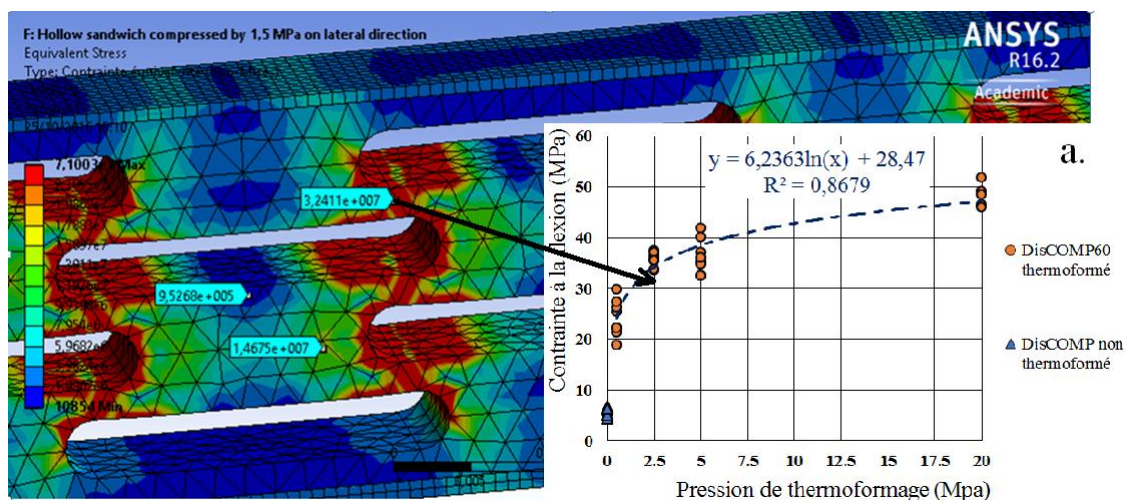


FIG. 5.27: sandwich composite sous l'effet d'une pression latéral de 20 MPa.

5.6/ CONCLUSION

Dans ce chapitre nous avons montré qu'il était possible de modéliser une structure constituée de nos matériau par une loi de comportement élastique linéaire basé sur les propriétés mesuré en flexion et en utilisant un coefficient de poisson moyen de 0,3 déterminé par recalage des modèles. Une attention particulière doit tout de même être portée au processus de fabrication qui peut générer des variations de densité et donc de propriétés mécaniques par rapport à la seule variable pression. La modélisation analytique reste possible mais peu appropriée dès que les formes ne correspondent plus aux strictes hypothèses de la « Résistance Des Matériaux ». La modélisation numérique fourni des résultats tout à fait satisfaisant mais le cout calcul peut vite devenir important en raison de l'obligation de maillage fin des couches de peaux. Même si elle n'a pas été quantifiée l'adhérence inter-laminaire générée par le procédé d'assemblage doit être du même ordre de grandeur que la résistance interne des matériaux à base de chènevotte et de PS, elle est toute à fait exploitable pour la réalisation de nos structures.

La modélisation du processus de fabrication peut également être réalisée numériquement afin d'obtenir les pressions locales de compactage qui pilote les propriétés mécaniques. Cette simulation peut se baser simplement sur un modèle de comportement élastique linéaire utilisant un module de compression mesuré sur la chènevotte pure. La récupération des pressions locales et la création d'un champ de propriétés mécanique est envisageable, mais elle demandera le développement de programme spécifique. La structure ainsi fabriquée pourra être plus précisément modélisée en prenant en compte

les propriétés locales à chaque élément. Néanmoins il est déjà possible en ciblant des zones spécifiques d'adapter le procédé pour obtenir une propriété de structure spécifique. Les deux exemples traités, sandwich simple et bloc de construction, nous enseignent que l'optimisation des structures ne nous conduit pas nécessairement aux matériaux de meilleure performance mécanique. Il en découle que la pression de compactage utile n'est pas la pression maximale étudiée, ceci permettra un plus large champ de possibilités lors d'une optimisation plus précise. Ceci prend également en compte de tous les paramètres de produit fini, par exemple thermique et acoustique, mais aussi coût de fabrication et impact écologique.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

6.1/ CONCLUSION GÉNÉRALE

Dans ce mémoire de thèse nous avons abordé l'étude et la fabrication de structure destinée au secteur du bâtiment dont les composants devaient pouvoir réduire l'impact écologique. Nous avons montré que l'association d'un sous-produit de la culture du chanvre, la chènevotte, et un déchet encombrant, le polystyrène expansé, devrait permettre la réalisation d'éléments de construction pouvant assurer les fonctions mécaniques et thermiques d'une coque du bâtiment. Le choix des matériaux pouvait à priori être incertain en raison du manque de données sur les propriétés mécaniques de la chènevotte et la nouveauté d'association sous la forme d'un composite à haut taux de charge. Les résultats montrent une association toute à fait intéressante capable de générer des matériaux composites aux propriétés mécaniques supérieures au plastique non renforcé et de ce fait capable d'emploi dans de nombreux secteurs industriels. Un autre intérêt de l'association est la grande versatilité des présentations par la diversité des taux de mélange possibles mais aussi par la possibilité de contrôler sur une large plage de la porosité résiduelle, cette porosité devient un avantage pour la réalisation de nombreuses structures telles qu'âme de sandwich mais aussi les propriétés d'isolant thermique et acoustique. Les procédés de fabrications développés et adaptés ont montré une grande souplesse dans la réalisation de différentes formes d'échantillons ce qui ouvre également la possibilité de réaliser une grande diversité de produits tous secteurs confondus.

Plus en détails, deux techniques de recyclage du polystyrène expansé ont été utilisées, une première par dissolution du produit à l'acétone et une deuxième par broyage. La première technique permet une réduction de volume très efficace ainsi qu'un stockage et un réemploi simplifié, la deuxième moins efficace pour la réduction des volumes est sensiblement plus simple lors du mélange avec la chènevotte. Une technique de mise en forme par thermocompression à une température de 130 °C a été employée en raison de la simplicité de mise en œuvre, d'autres techniques seraient envisageables telles que l'extrusion, par contre la consistance très pâteuse du produit à l'état de transformation interdit toutes techniques d'injection. Le processus de thermoformage nous a permis d'étudier l'effet du taux de mélange de 0 à 100% chènevottes, et l'effet de la pression de 0 à 20 MPa sur les propriétés mécaniques lors de l'élaboration des composites. Il en ressort une équation basée sur la loi du mélange pour estimer la résistance mécanique en fonction de la pression et du taux de mélange.

Quatre types de composites ont été étudiés à cet effet :

- Un « composite » 100% chènevotte (sans liant ajouté) : il présente des propriétés mécaniques acceptables ($\sigma = 27 \mp 11 \text{ MPa}$; $E = 3,122 \mp 0,763 \text{ GPa}$). La température optimale identifiée pour la mise en œuvre de ce composite est de 170 °C avec une pression de 20 MPa ces deux conditions sont indispensables. Afin d'obtenir l'adhérence entre particules par fusion partiel de la lignine. Ce « composite » est intéressant car ne comportant aucun liant artificiel, il est écologique et biodégradable. Cependant il est hydrophile et nécessite une couche de protection contre l'humidité.
- Des composites de chènevotte et polystyrène dissous en pâte : les propriétés mécaniques peuvent être supérieures au polystyrène pour les meilleures conditions de mise en forme, cela montre que la chènevotte peut servir de renfort dans les composites. L'imprégnation de la chènevotte par une pâte de polystyrène dissous présente également d'autres avantages tels que réduire fortement le temps de dégazage de l'acétone contenu dans la pâte de polystyrène ou enrobé finement les particules de chènevotte. la technique permet même d'obtenir des composites sans température ni compression qui peuvent être utilisés directement ou comme préforme.

- Des composites de chènevotte et de polystyrène expansé broyé : il permet d'atteindre les meilleures propriétés mécaniques toutes conditions confondues, toutefois il absorbe plus d'eau que ceux réalisés par la méthode précédente. Cette remarque montre une différence au niveau de la dispersion du polystyrène sur les particules de chènevotte qui sont moins enrobées. La technique permet d'obtenir très facilement des taux de chènevotte jusqu'à 90% en masse, cependant la valeur optimale de la chènevotte identifiée est de 70%. En comparant les propriétés mécaniques de ce type de composite avec celles des composites de polystyrène dissous, on constate que l'acétone influence négativement les propriétés.
- Des composites de fil et tissus de chanvre et polystyrène dissous en pâte : la raison d'être de ces essais est d'obtenir des composites directement compatibles avec les composites produit précédemment mais avec des propriétés mécaniques nettement supérieures afin de renforcer diverses structures. Ces composites possèdent effectivement des propriétés mécaniques plus élevées reflétant les bonnes propriétés des fils de chanvre, par exemple pour un composite de tissu, elles ont atteint ($\sigma = 169 \mp 17 \text{ MPa}$; $E = 7,324 \mp 1,348 \text{ GPa}$). L'étude microscopique a prouvé que la pâte enrobe bien les fils et pénètre entre les fibres pendant le thermoformage.

L'ensemble des essais sur les composites a produit des bases de données chiffrées sur les matériaux et des bases de connaissances sur les procédés de mise en forme. A partir de ces informations nous avons abordé la conception de produits pouvant être développée avec les matériaux. Deux types de structure ont été réalisés pour tester les capacités de calcul et de réalisation de produit :

- Des Poutre sandwichs : une modélisation par éléments finis s'est avérée être un moyen efficace basé sur un comportement élastique identifié sur de simples essais de flexion. Les réalisations montrent le potentiel de diversité des associations de matériaux, dense ou poreux, fibreux ou granulaire, avec ou sans polystyrène.
- Un bloc de construction pour le bâtiment : cet exemple concret de produit illustre les capacités du couple procédé matériaux à réaliser des structures complexes et multifonctionnelles. Une méthodologie de dimensionnement a été développée afin de prendre en compte de la grande variété de matériaux présents au sein d'un même produit. cette méthodologie englobe également la simulation du procédé permettant ainsi son pilotage. L'optimisation d'une structure sera idéalement l'optimisation d'un

triptyque matériaux \Leftrightarrow produit \Leftrightarrow procédé.

Au terme de ces travaux l'association des produit issus du chanvre, fibre et chènevotte, et un produit de recyclage le polystyrène expansé se montre être une candidate très prometteuse par ses potentiels technologiques et industriels. Sur une dimension plus scientifique l'apport de connaissance réside dans de nombres problématiques diffusées à toutes les étapes des travaux, mais aussi par un point plus marquant qu'est la mise en place d'une modélisation du comportement de ce matériau granulaire compressible fondé sur une loi des mélange pondéré par une fonction de la porosité.

6.2/ PERSPECTIVES

Cette étude nous a donné l'opportunité de valoriser un nouveau composite. Néanmoins des recherches complémentaires sont nécessaires afin d'améliorer aussi bien les procédés de mise en œuvre que les propriétés du composite, à travers : les propriétés des matières premières utilisées (fils de chanvre, chènevotte, polystyrène recyclé). Les perspectives envisagées à la suite de ce travail sont :

1. Prédire par l'utilisation d'un modèle de simulation numérique les paramètres d'élaboration du matériau en fonction de son d'utilisation envisagée.
2. Etudier les propriétés thermiques et acoustiques pour confirmer la possibilité de remplacer les multicouches des murs par ces nouveaux matériaux.
3. Etudier l'effet de temps de thermoformage sur les propriétés des surfaces en contact avec les plaquettes de la thermopresse, et ce, pour le composite de Dis-COMP60.

CONTRIBUTION

7.1/ LIST DES CONTRIBUTIONS

- 1. Proposal of manufacturing and characterization test of binderless hemp shive composite**
Article in International Biodeterioration and biodegradation, 115 : 302 – 307. September 2016
- 2. Contribution à l'étude de l'influence des paramètres d'élaboration et optimisation du procédé de mise en œuvre de biocomposites en coques de cotonnier et polystyrène recyclé**
Article in Afrique science, Vol.11, N°1. January 2015
- 3. Processing of a bio-sourced material and determination of its properties : compound of recycled polymer reinforced with vegetable stocks from non-food biomass residues**
Article in Global Advanced Research, Vol. 3(6) pp. 127-141. August 2014
- 4. Manufacturing and Characterisation of Thermoplastic Composite of Hemp Shives and recycled Expanded Polystyrene**
32 International Conference of Polymer Processing Society. July 25-29, 2016
- 5. Mise en oeuvre et caractérisation-II. Composite à base de Fil de Chanvre et de pâte de Polystyrène Expansé recyclé par l'Acétone**
9th International congress for applied mechanics, PP 388-394. May 3-5 2016
- 6. Opportunities of natural polymers in the biocomposites based from Agro-Resources : Grewia venusta mucilage and Bombax costatum calyx, two tropical plants like sources of natural binders for particleboards manufacturing**

22^{eme} Congrès Français de Mécanique. 24-28 Août 2015.

7. Mise en oeuvre des biocomposites à matrice polystyrène recyclé, renforcée par des coques de cotonnier (*Gossipium Hirsutum L.*), ou des particules de bois de kénaf (*Hibiscus Cannabinus L.*)

WORKSHOP Matériaux et Développement Durable Eco-conception. 13-15 June 2015

7.2/ DÉTAILS DE LA CONTRIBUTION



ELSEVIER

Contents lists available at ScienceDirect

International Biodeterioration & Biodegradation

journal homepage: www.elsevier.com/locate/ibiod

Proposal of manufacturing and characterization test of binderless hemp shive composite

A. Almusawi^{*}, R. Lachat, K.E. Atcholi, S. Gomes

IRTES-M3M Institute, Université de Technologie Belfort-Montbéliard (UTBM), Rue de leupe, 90400 Sevenans cedex, France

ARTICLE INFO

Article history:

Received 13 June 2016

Received in revised form

28 August 2016

Accepted 14 September 2016

Keywords:

Hemp shive

Thermoforming

Binderless particleboard

Biodegradable composite

ABSTRACT

In recent years, there has been increasing interest in producing an alternative environmentally friendly composite instead of the non-biodegradable (plastic) or formaldehyde emission composites. With this goal, composites of 100% hemp waste were converted through the one-step thermoforming process to obtain ecological binderless particleboard. In this study, the effects of the particle sizes, the moisture content and the heating temperatures under fixed pressure and time were studied to investigate the physical, thermal and mechanical properties of these composites. We observed that the composites of fine particles always had the better properties, at an optimum temperature of 170 °C. Interestingly, this composite had a maximum flexural strength of 27 ± 11 MPa and a modulus of elasticity of 3122 ± 763 MPa. This resistance satisfied the requirements of (NF EN 312:P6) for particleboards. On the contrary, these composites were very sensitive to water; they completely collapsed within 5 min of direct water contact. This behavior is preferable from the point of view of the biodegradability. Actually, after the end of service life of this lignocellulosic composite, the fermentation process can be achieved to generate ligninolytic fungi and enzymes which are involved in the degradation of the complex and recalcitrant polymer lignin.

© 2016 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

The manufacturing of eco-materials from agro-industrial waste will reduce the negative impact on our environment, either during the plants life or due to its recyclability and biodegradability (Boonyuen et al., 2014).

Unfortunately, formaldehyde has been widely used as an adhesive material in particleboard production. Despite its low cost and low level of mixing (≤ 10 wt%), it represents over 60% of the final production cost (Laemsak and Okuma, 2000) and it has negative health impacts because of its formaldehyde emission (Halvarsson et al., 2009; Sarmin et al., 2014).

The hemp plant (*Cannabis sativa*) is widely cultivated in France. It has more than 9000 ha (Magniont, 2010) to produce about 5500 tons of hemp fibers, which have been used in different applications (Roudier, 2012). The hemp plant stem has two main constituents: the hemp fibers and the woody core (hemp shive), which represent about 30% and 55%, respectively (Ilczyszyn, 2013). In fact, hemp

shive particles have been classified as an agro-industrial waste after the extraction of hemp fibers, and they have very good thermal properties due to their porosity (78% air) (Cérézo, 2005). Therefore, a considerable amount of research has been conducted into the use of hemp shive for insulation mats, or for the production of light-weight concrete (hempcrete), due to its thermal properties, ecological benefits, availability, renewability, and lower price (Oliva, 2001; Chamoin, 2013).

This research offers some important insights into the possibility of softening some low molecular weight components such as lignin polymers, hemicellulose and non-crystalline cellulose, at a suitable temperature to obtain their plasticized matrix, which can link the particles together and modify the mechanical properties of self-bonding particleboards (Sarmin et al., 2014; Suchsland et al., 1985; Hsu, 1997; Olivares et al., 1995; Felby et al., 1997; Xu et al., 2003; Okuda and Sato, 2004; Geneau-Sbartai, 2006; Nenonene, 2009). In fact, the main components of hemp shive are 45–60%, 15–30%, and 15–20% of cellulose, lignin and hemicellulose, respectively (Chamoin, 2013; Kumar et al., 2011).

1 Cellulose is a semi-crystalline polysaccharide which constructs the microfibril. In short, the mechanical properties would be increased at a higher percentage of cellulose (Baillie, 2005;

^{*} Corresponding author.

E-mail addresses: aqil.almusawi@utbm.fr (A. Almusawi), remy.lachat@utbm.fr (R. Lachat), kokou-esso.atcholi@utbm.fr (K.E. Atcholi), samuel.gomes@utbm.fr (S. Gomes).

Bouzouita, 2011). The glass transition temperature of the amorphous cellulose was located beyond 200 °C (Geneau-Sbartai, 2006).

- 2 Lignin is a complex polyphenolic polymer. It is considered a natural thermoplastic polymer (Mathews et al., 2016), which has a glass transition temperature of 90–129 °C and a melting temperature of 170–176 °C, depending on the molecular weight (M_w) (John and Thomas, 2008; Thomas et al., 2011; Chen, 2014). Therefore, thermoforming temperatures were usually arranged at around 180 °C for manufacturing the particleboards. Lignin has a modulus of elasticity of 4 GPa, while cellulose has a 135 GPa (Bledzki et al., 1996; Bouzouita, 2011).
- 3 Hemicellulose is a very hydrophilic component which degrades at a temperature of 150–180 °C (Madsen et al., 2004). Therefore, the elevated temperature will decrease the accessibility of the hydroxyle group in hemicellulose to water and increase the dimensional stability of the particle. However, few studies have investigated the use of hemicellulose as a binder material (Nenonene, 2009).

In order to better understand the effects of the particle size (Lux, 2013), the temperature, the pressure, the duration (Shibata, 2012) and the moisture contents on the softening degree of the ligno-cellulose components, we will continue to improve the manufacturing of the binderless particleboard composites (Eichhorn et al., 2001). Indeed, lignin, under the effects of heat and pressure (Takagi and Asano, 2008), will be hydrolyzed to low carbohydrate water-soluble molecules and other decompositions. Therefore, it can be used as an adhesive material in developed particleboards (Nenonene, 2009; Hsu, 1997; Xu et al., 2003; Geneau-Sbartai, 2006). Li proposes the use of stationery waste (kraft lignin, lignosulfonate, lignin organosolv) as raw materials for biodegradable composites (Li and Sarkanen, 2003), while Olivares suggests a chemical modification on lignin for use in fiberboard production (Olivares et al., 1995). For the biodegradability of this composite, the carbohydrate proportion (cellulose and hemicellulose) in relation to lignin content represents the important factor to increase the deterioration rate when exposed to fungal attack (Bari et al., 2016; Ćilerdžić et al., 2016), while the environmental conditions have a direct effect on microbial growth (Gu, 2003).

In this study, many tests such as the density, the thermogravimetric analysis (TGA), the flexural strength, the Shear-Beam strength, and the water absorption, were investigated to identify this biodegradable composite.

2. Materials and methods

2.1. Hemp shive

The coarse hemp shive particles were washed with clean water and then air dried in an oven at 100 °C for 24 h or until the moisture content became less than 2%. Then, they were ground by a universal cutting mill (Pulverisette 19), and divided into two particle sizes with a sieve analyzer. The first one was a particle size of less than 0.5 mm and the second was a particle size of 0.5–1.4 mm.

These particles were compressed by aluminium mold to determine the optimum pressure at which there are a minimum porosity (inter and intra-particle porosity), as shown in Stress-Strain diagram (see Fig. 1).

2.2. Sample preparation

Three particle sizes (coarse, less than 0.5 mm, and 0.5–1.4 mm) were used to manufacture three series of 100% hemp shive composites without the use of any binder materials. They were molded

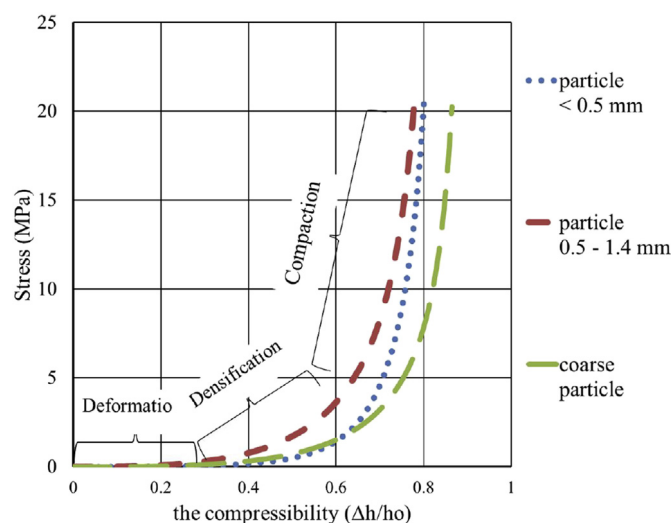


Fig. 1. Compressibility of hemp shive particles.

by aluminum molds of $(50 \times 50 \times 50) \text{ mm}^3$ to produce particle-board of 2.5 mm in thickness, according to ASTM (D790, ISO 178) of flexural strength test. These composites were thermoformed at different temperatures of 130, 150, 170 and 190 °C, under the same pressure of 20 MPa (as determined by the stress-strain test), for 30 min. Then the cooling process took place until 60 °C was reached under the same pressure. After that, the samples were released from the molds and cut into 5 specimens.

3. Results and discussion

3.1. Thermogravimetric analysis (TGA)

The thermogram curves of three sizes of hemp shive particles were drawn by using the Thermogravimetric Analysis Test. These curves proved that there are no degradations in the components until 170 °C, as seen in Fig. 2. In addition, three different specimens from three different zones in a composite which was manufactured at 190 °C were investigated to determine the degradation percentage and the upper temperature limit at which the hemp shive composites can be thermoformed without major degradation (Fig. 3).

The hemp shive particles and their composites lost approximately 5% of their mass due to evaporation of the absorbed moisture content at a temperature of (25–100 °C), i.e., this value represents the Equilibrium Moisture Content (EMC).

The decomposition in the middle of the sample (zone 3), as shown in Fig. 3, represents the degradation of pectin, hemicellulose, and lignin beyond 170 °C, and the difference between these curves can be explained by the fact that the vapor concentration began strongly from the middle of the sample. Therefore, the middle of the sample was degraded at 190 °C. After that, the degradation of the cellulose started when the temperature increased to over 200–230 °C. This behavior is commonly seen in lignocellulose materials (Nenonene, 2009; Thomas et al., (2011); John and Thomas., 2008; Madsen et al., 2004).

3.2. The density

The experimental apparent density of the composite was calculated by using the equation (1). The sample was weighed by precision balance of $\pm 0.001 \text{ g}$. The dimensions of the sample were measured by a Vernier caliper of $\pm 0.01 \text{ mm}$, and then the volume

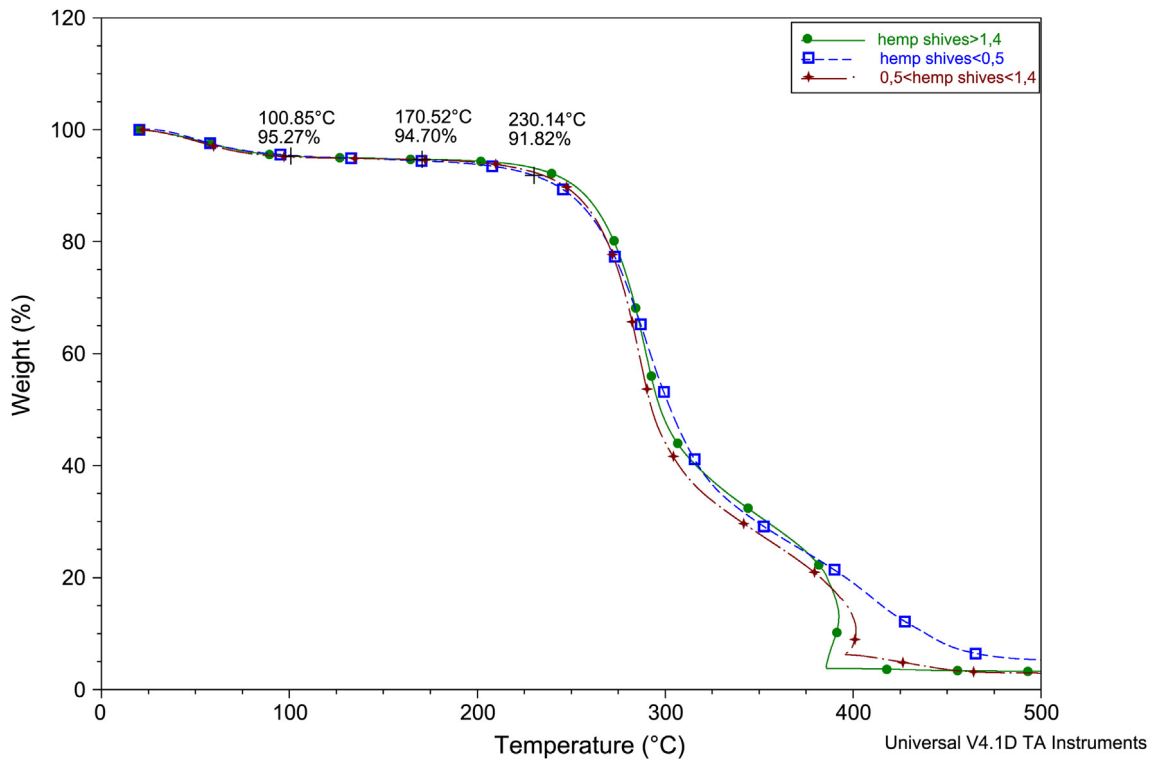


Fig. 2. TGA test of three sizes of hemp shive particles.

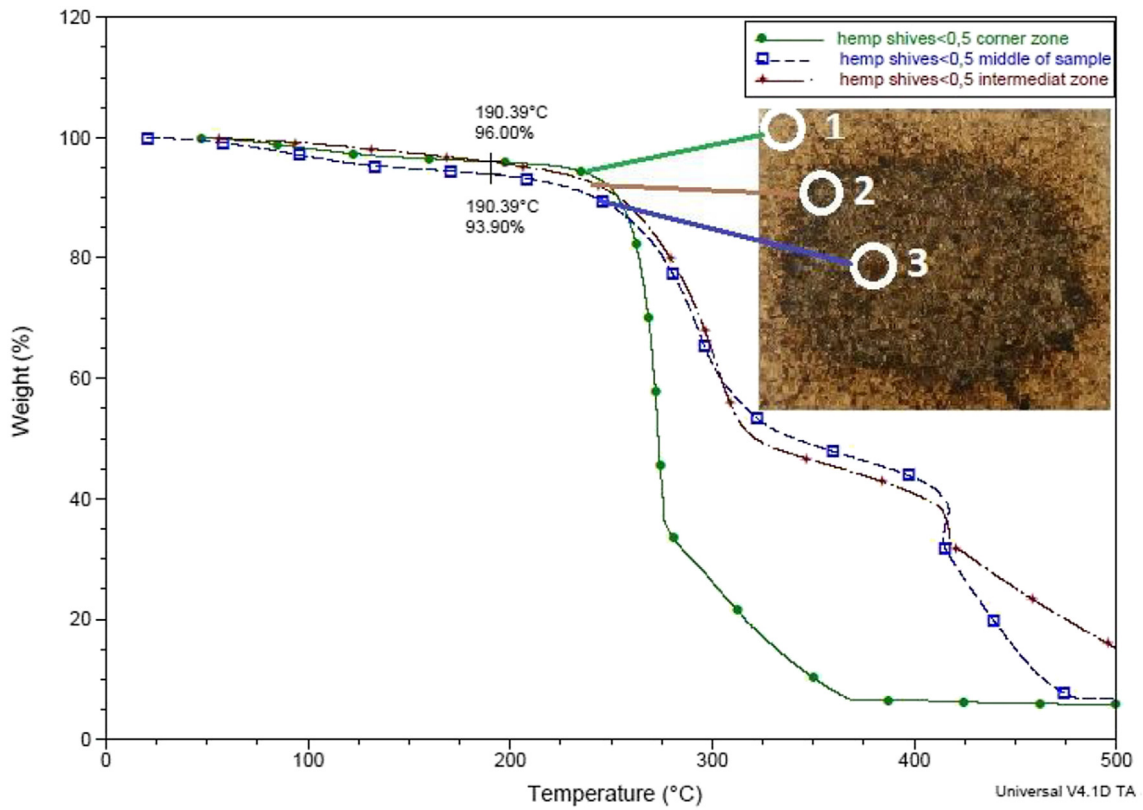


Fig. 3. TGA test of three different zones of composite manufactured at 190 °C.

was calculated by the average of 12 measures for the thickness and the average of 3 measures for each side.

$$\rho_c = \frac{M}{V} \quad (1)$$

where ρ_c , M and V represent the composite density, the mass and the volume, respectively.

As illustrated in Fig. 4, the density increased proportionally when the temperature was increased and when the particle size was reduced. This increasing depended on the quantity of the formation of carboxylic radicals and the cross linking of the neighbor components, especially lignin and hemicellulose, which work as adhesive materials between the particles. Furthermore, the void contents in the composite can be calculated according to ASTM (D2734) by using the equation (2).

$$\%V_p = 100 \left(1 - \frac{\rho_c}{\rho_{theo.}} \right) \quad (2)$$

where $\rho_{theo.}$ represent the theoretical density according to rule of mixture, in our case ($\rho_{theo.} = \rho_{abs}$) and the absolute density of the hemp plant is (1.48 g/cm^3) (Bouzouita, 2011; Blackburn, 2005; Islam, 2008).

The voids are always used as a good indicator to investigate the mechanical properties (Poletto et al., 2011). As seen in Fig. 4, the particle size and its agglomeration had a direct effect on the composite density.

3.3. Flexural strength and modulus of elasticity

According to (ASTM D790, ISO 178), composite samples of $(50 \times 50 \times 2.5) \text{ mm}^3$ were prepared to produce five specimens of $(50 \times 10 \times 2.5) \text{ mm}^3$. The results were recorded by a universal tester (TA-XT2i) at 3-point of load, as shown in Figure. Then the mean and the standard deviations of the maximum flexural strength and the modulus of elasticity were calculated and mentioned in Fig. 5.

The mechanical properties of binderless particleboard composites depended on three principal elements. The first one was the particle strength, which also depended on many parameters such as the components, the structure, the moisture content, the aspect ratio, etc. (Takagi and Asano, 2008). The second one was the matrix strength. The third was the inter-phase properties between the

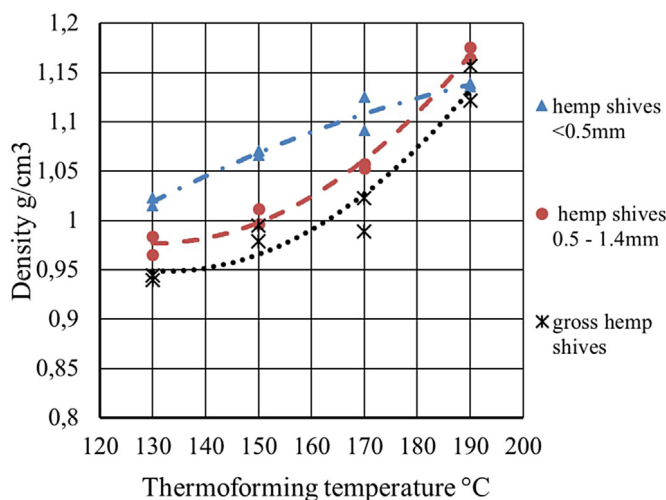


Fig. 4. The effect of the temperature and the particle size on the composites density.

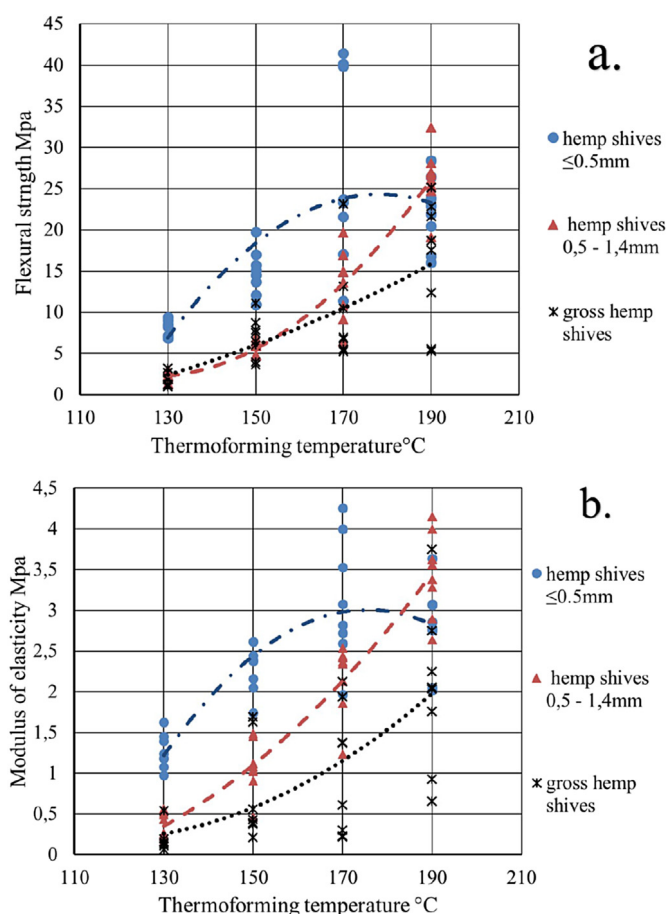


Fig. 5. Temperature and particles size effect on: (a) flexural strength and (b) modulus of elasticity.

particle and the matrix. This softening bio-polymer matrix enveloped the exterior surface of the particle and its quantity depended directly on the pressure, the particle size, the temperature and the water content, which acted as a plasticizer. This matrix and the mechanical interlocking between the particles were responsible for determining the composite resistance by transferring the stresses between the particles. In fact, the fine particles were more sensitive to the temperature because of their large surface areas and fewer inter-particle voids (Lux, 2013), but there was less mechanical interlocking between the particles.

These mechanical results were in agreement with those obtained by Okuda (Okuda and Sato, 2004) for the kenaf core composite and by Geneau-Sbartai (2006) for sunflower waste composite. This green composite satisfied the requirements of (NF EN 312:P6) for particleboard, therefore it is very preferable to use it as a ceiling surface material for the biology building.

3.4. The effect of the temperature and the particle size

The Stress-Strain curves demonstrate that the resistance increased even at 190 °C for the composite of (0.5–1.4) mm particle size, as seen in Fig. 6, while the resistance decreased beyond 170 °C for the composite of less than 0.5 mm, as shown in Fig. 7. The composites resistance was controlled by the particle size, ie., the mechanical interlocking between the particles was increased when the particle size increased, while the adhesive materials between the particles were lost due to their degradation caused by the overheating effect, as shown in Fig. 3. Through this manufacturing

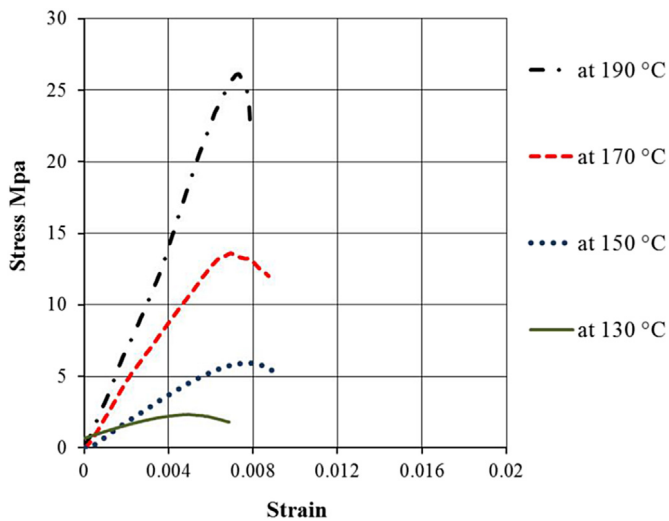


Fig. 6. Temperature effect on flexural strength of composite of hemp shives (0.5–1.4 mm).

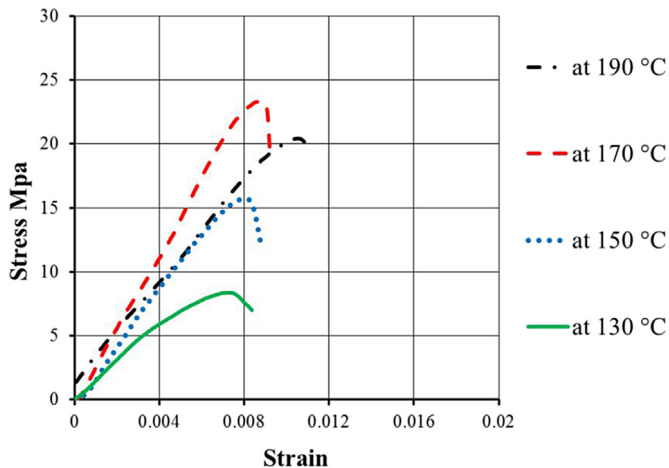


Fig. 7. Temperature effect on flexural strength of composite of hemp shives less than 0.5 mm.

process, the exterior surfaces were treated when the water molecule was eliminated, allowing the surfaces to become more dimensional stable and suitable to interact with the hydrophobic materials (plastics) and improving the compatibility with this type of enveloped materials to increase the water resistance.

3.5. The effect of the moisture content

The moisture content has the important effect of accelerating

the plasticization of the lignocellulose components.

The hemp shive particles have a moisture content of about 9%. These particles were dried at 100 °C to be less than 2%. However, these dried particles can very quickly absorb the ambient humidity and return to their equilibrium moisture content ($EMC = 5\%$) within a few minutes, as mentioned in Fig. 2.

We observed that the flexural strength increased for the composite of large particles when the water content was increased to 5%. In fact, the large particles need more moisture content than the small particles, it acted as a plasticizer by softening a higher quantity of lignin from the middle of the particles and then extracting this hydrolyzed lignin to the exterior surface through the act of the applied load. Therefore, the moisture content had less of an effect on the flexural strength of a composite of hemp shive particles of less than 0.5 mm.

Over this level of moisture content of the particles, the middle of the sample was swelled and degraded when thermopressed in closed mold due to the high vapor pressure. Therefore, the moisture content must be controlled to be less than 5% to prevent any overheated spot region.

3.6. Short-beam strength test

A composite with a particle size of (0.5–1.4) mm was manufactured at 170 °C and then covered by two layers of bidirectional hemp yarn thermoplastic composite of 104 ± 15 MPa and 4880 ± 652 MPa for flexural strength and modulus of elasticity, respectively (Almusawi et al., 2016).

According to ASTM (D2344), 5 samples of this sandwich composite were prepared to investigate the internal shearing stress by using the equation (3).

$$F = 0.75 \left(\frac{P_m}{b h} \right) \quad (3)$$

where F , P_m , b and h represent the shear strength (MPa), the maximum load (N), the width and the thickness in (mm). The average of shear strength of these samples was 2.41 ± 0.59 MPa, and the failure mode was pointed as inter-laminar shear failure.

3.7. The water absorption

The binderless hemp shive composites completely collapsed when immersed in water for 5 min, as seen in Fig. 8.

This behavior is explained by the fact that water solved the hydrolyzed lignin and the swollen particles generated internal stress due to the water absorption. In fact, this composite can be used as a detector for the leak point on the roof surface instead of plastic surfacing which hid the default for a long time. This phenomenon is preferable from the point of view of biodegradability. The generation of ligninolytic fungi and enzymes depend on the capacity of fungus, oxidation mechanism, species-strain,



Fig. 8. The water effect on 100% hemp shive composites (a) before, (b) after immersion in water and (c) after 14 days of fermentation.

lignocellulose nature and cultivation conditions (Ćilerdžić et al., 2016). The degradation was mostly a result of both fungal and bacterial colonization in sequence, and fungi may have advantages in the early phase of surface colonization over bacteria (Gu, 2007). They work to lose the glycoside chains between the glucose molecules, after that the reaction product is formed and then degraded into series of organic acids. On the other hand, this negative phenomenon, from the point of view of durability, can be controlled either by using this composite indoors, far from the humidity, or by covering it with impermeable layers like oil paints, melamine/Formica, plastics, etc. The Preservatives are usually used to prevent biological deterioration, while a stabilizer can be used to prevent either biological or chemical degradation. Prevention of biological deterioration can be achieved when use of fungicides or biocide, while prevention of chemical degradation can be achieved when use of antioxidants or antiozonates. (Rowell, 2012).

4. Conclusion

The biodegradable, binderless composition of hemp shive particles can be used as a biological surfacing material without formaldehyde emission. The particle size has an important effect on the mechanical properties due to its effect on the quantity of the hydrolyzed components and the interlocking mechanism between the particles. Further research should be carried out to establish the biodegradability and the activities of ligninolytic fungi and enzymes on this thermoformed particleboard.

Acknowledgments

The authors would like to thank 1) Ministry of Higher Education; and 2) University of Al-Qadissyah (Iraq) for their financial support of the student by Campus France.

References

- Almusawi, A., Lachat, R., Atcholi, K.E., Traore, B., Gomes, S., Soulama, S., 2016. Mise en oeuvre et caractérisation-ii. composite à base de fil de chanvre et de pate de polystyrène expansé recyclé par l'acetone. *Int. Congr. Appl. Mech.* 9, 388–394. <https://drive.google.com/file/d/0BzffBZJf6U2mLUIlQ3pLVpzeHM/view>.
- Baillie, C., 2005. *Green composites: Polymer Composites and the Environment*. CRC Press.
- Bari, E., Taghiyari, H.R., Naji, H.R., Schmidt, O., Ohno, K.M., Clausen, C.A., Bakar, E.S., 2016. Assessing the destructive behaviors of two white-rot fungi on beech wood. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 114, 129–140.
- Blackburn, R.S., 2005. *Biodegradable and Sustainable Fibres*, vol. 47. Taylor & Francis US.
- Bledzki, A., Reihmane, S., Gassan, J., 1996. Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites. *J. Appl. Polym. Sci.* 59 (8), 1329–1336.
- Boonyuen, N., Manoch, L., Luangsa-ard, J.J., Piasai, O., Chamswarn, C., Chuaseeharonnachai, C., Ueapattanakit, J., Arnthong, J., Sri-Indrasutthi, V., 2014. Decomposition of sugarcane bagasse with lignocellulose-derived thermotolerant and thermoresistant penicillia and aspergilli. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 92, 86–100.
- Bouzouita, S., 2011. *Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel* (PhD thesis). Ecully, Ecole centrale de Lyon.
- Cérézo, V., 2005. *Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales: approche expérimentale et modélisation théorique* (PhD thesis). Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat.
- Chamoin, J., 2013. *Optimisation des propriétés (physiques, mécaniques et hydriques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation* (PhD thesis). INSA de Rennes.
- Chen, H., 2014. *Chemical Composition and Structure of Natural Lignocellulose*. In: *Biotechnology of Lignocellulose*. Springer, pp. 25–71.
- Ćilerdžić, J., Stajić, M., Vukojević, J., 2016. Degradation of wheat straw and oak sawdust by *ganoderma applanatum*. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 114, 39–44.
- Eichhorn, S., Baillie, C., Zafeiropoulos, N., Mwaikambo, L., Ansell, M., Dufresne, A., Entwistle, K., Herrera-Franco, P., Escamilla, G., Groom, L., et al., 2001. Review: current international research into cellulosic fibres and composites. *J. Mater. Sci.* 36 (9), 2107–2131.
- Felby, C., Pedersen, L.S., Nielsen, B.R., 1997. Enhanced auto adhesion of wood fibers using phenol oxidases. *Holzforschung-Int. J. Biol. Chem. Phys. Technol. Wood* 51 (3), 281–286.
- Geneau-Sbartai, C., 2006. *Procédé d'élaboration d'agromatériau composite naturel par extrusion bivis et injection moulage de tourteau de tournesol* (PhD thesis).
- Gu, J.-D., 2003. *Microbiological deterioration and degradation of synthetic polymeric materials: recent research advances*. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 52 (2), 69–91.
- Gu, J.-D., 2007. *Microbial colonization of polymeric materials for space applications and mechanisms of biodeterioration: a review*. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 59 (3), 170–179.
- Halvarsson, S., Edlund, H., Norgren, M., 2009. *Manufacture of non-resin wheat straw fibreboards*. *Industrial Crops Prod.* 29 (2), 437–445.
- Hsu, W.E., 1997. *Wood quality requirements for panel products*. In: *Proceeding of CTIA/IUFRO International Wood Quality Workshop, Timber Management toward Wood Quality and End-product Value*. Forintek Canada Corp., Québec City, Canada. 1-7/10.
- Ilczyszyn, F., 2013. *Caractérisation expérimentale et numérique du comportement mécanique des agro-composites renforcés par des fibres de chanvre* (PhD thesis, Troyes).
- Islam, M.S., 2008. *The Influence of Fibre Processing and Treatments on Hemp Fibre/epoxy and Hemp Fibre/PLA Composites* (PhD thesis). The University of Waikato.
- John, M.J., Thomas, S., 2008. *Biofibres and biocomposites*. *Carbohydr. Polym.* 71 (3), 343–364.
- Kumar, R., Obrai, S., Sharma, A., 2011. *Chemical modifications of natural fiber for composite material*. *Pelagia Res. Libr. Der Chemica Sinica* 2 (4), 219–228.
- Laemsak, N., Okuma, M., 2000. *Development of boards made from oil palm frond ii: properties of binderless boards from steam-exploded fibers of oil palm frond*. *J. Wood Sci.* 46 (4), 322–326.
- Li, Y., Sarkanen, S., 2003. *Biodegradable kraft lignin-based thermoplastics*. In: *Biodegradable Polymers and Plastics*. Springer, pp. 121–139.
- Lux, J., 2013. *Automatic segmentation and structural characterization of low density fiberboards*. *Image Anal. Stereol.* 32, 13–25.
- Madsen, B., Lilholt, H., Damkilde, L., Hoffmeyer, P., Thomsen, A.B., 2004. *Properties of plant fiber yarn polymer composites: an experimental study*. Technical University of Denmark Danmarks Tekniske Universitet, Administration Administration, Office for Study Programmes and Student Affairs-Afdelingen for Uddannelse og Studerende.
- Magniont, C., 2010. *Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources* (PhD thesis), Toulouse 3.
- Mathews, S.L., Grunden, A.M., Pawlak, J., 2016. *Degradation of lignocellulose and lignin by paenibacillus glucanolyticus*. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 110, 79–86.
- Nenonene, A., 2009. *Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kenaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage*. PhD thesis. Institut National Polytechnique de Toulouse.
- Okuda, N., Sato, M., 2004. *Manufacture and mechanical properties of binderless boards from kenaf core*. *J. Wood Sci.* 50 (1), 53–61.
- Oliva, J.-P., 2001. *L'isolation écologique: conception, matériaux, mise en oeuvre*. Terre vivante.
- Olivares, M., Aceituno, H., Neiman, G., Rivera, E., Sellers, T.J., 1995. *Lignin-modified phenolic adhesives for bonding radiata pine plywood*. *For. Prod. J.* 45 (1), 63.
- Poletto, M., Dettenborn, J., Zeni, M., Zattera, A.J., 2011. *Characterization of composites based on expanded polystyrene wastes and wood flour*. *Waste Manag.* 31 (4), 779–784.
- Roudier, A., 2012. *Analyse multi-échelle du comportement hygro-mécanique des fibres de lin* (PhD thesis). Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II.
- Rowell, R.M., 2012. *Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites*. CRC press.
- Sarmin, S.N., Welling, J., Krause, A., Shalhafan, A., 2014. *Investigating the possibility of geopolymer to produce inorganic-bonded wood composites for multifunctional construction material—a review*. *BioResources* 9 (4), 7941–7950.
- Shibata, S., 2012. *Effects of forming processing conditions on the flexural properties of bagasse and bamboo plastic composites*. *BioResources* 7 (4), 5381–5390.
- Suchsland, O., Woodson, G., McMillin, C.W., et al., 1985. *Binderless Fiberboard from Two Different Types of Fiber Furnishes*.
- Takagi, H., Asano, A., 2008. *Effects of processing conditions on flexural properties of cellulose nanofiber reinforced green composites*. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 39 (4), 685–689.
- Thomas, S., Paul, S., Pothan, L., Deepa, B., 2011. *Natural fibres: structure, properties and applications*. In: *Cellulose Fibers: Bio-and Nano-polymer Composites*. Springer, pp. 3–42.
- Xu, J., Han, G., Wong, E., Kawai, S., 2003. *Development of binderless particleboard from kenaf core using steam-injection pressing*. *J. Wood Sci.* 49 (4), 327–332.

BIBLIOGRAPHIE

- [Abdenacer, 2012] Abdenacer, C. (2012). **Etude de la Performance des Matériaux Composites Sandwichs-Application en Fatigue**. PhD thesis, Université de Batna.
- [Agrawal et al., 2000] Agrawal, R., Saxena, N., Sharma, K., Thomas, S., et Sreekala, M. (2000). **Activation energy and crystallization kinetics of untreated and treated oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites**. *Materials Science and Engineering : A*, 277(1) :77–82.
- [Akyildiz et al., 2008] Akyildiz, M. H., et Ates, S. (2008). **Effect of heat treatment on equilibrium moisture content (emc) of some wood species in turkey**. *Research Journal of Agriculture and Biological Sciences*, 4(6) :660–665.
- [Almusawi et al., 2016a] Almusawi, A., Lachat, R., Atcholi, K. E., et Gomes, S. (2016a). **Proposal of manufacturing and characterization test of binderless hemp shive composite**. *Journal of International Biodeterioration and Biodegradation*, 115 :302–307.
- [Almusawi et al., 2016b] Almusawi, A., Lachat, R., Atcholi, K. E., et TIÉ BI, S. (July 25-29, 2016b). **Manufacturing and characterisation of thermoplastic composite of hemp shives and recycled expanded polystyrene**. *32 International Conference of Polymer Processing Society*, <http://pps-32.Sciencesconf.org>.
- [Almusawi et al., 2016c] Almusawi, A., Lachat, R., Atcholi, K. E., Traore, B., Gomes, S., et Soulama, S. (2016c). **Mise en oeuvre et caractérisation-ii. composite à base de fil de chanvre et de pate de polystyrène expansé recyclé par l'acetone**. *International congress of applied mechanics*, 9 :388–394, <https://drive.google.com/file/d/0BzffBZJf6U2mLUILQ3pILVpzeHM/view>.
- [Aranberri-Askargorta et al., 2003] Aranberri-Askargorta, I., Lampke, T., et Bismarck, A. (2003). **Wetting behavior of flax fibers as reinforcement for polypropylene**. *Journal of colloid and interface science*, 263(2) :580–589.

- [Asadi et al., 2009] Asadi, M., Najafpour, G. D., Hashemiyeh, B. A., Mohammadi, M., et others (2009). **Removal of acetone from contaminated air in biofilter using pseudomonas putida**. *Am Eurasian J Agric Environ Sci*, 5(5) :712–719.
- [Association et al., 2003] Association, F. T., et others (2003). **Thermowood handbook**. Helsinki, Finland.
- [Beckermann, 2007] Beckermann, G. (2007). **Performance of hemp-fibre reinforced polypropylene composite materials**.
- [Besson, 2013] Besson, F. (2013). **Mélanges de polymères thermoplastiques à matrice biosourcée : amélioration de la résistance au choc d'un dérivé cellulosique**. PhD thesis, Paris, ENMP.
- [Bismarck et al., 2005] Bismarck, A., Mishra, S., et Lampke, T. (2005). **Plant fibers as reinforcement for green composites, natural fibers, biopolymers and biocomposites, edited by ak mohanty, m. misra, and I. drzal**.
- [Blackburn, 2005] Blackburn, R. S. (2005). **Biodegradable and sustainable fibres**, volume 47. Taylor & Francis US.
- [Bledzki et al., 1996] Bledzki, A., Reihmane, S., et Gassan, J. (1996). **Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites**. *Journal of Applied Polymer Science*, 59(8) :1329–1336.
- [Bonnafeous et al., 2011] Bonnafeous, C., Touchard, F., Chocinski-Arnault, L., et Dever, C. (2011). **Caractérisation expérimentale de l'interface fil/matrice dans les composites chanvre/époxy**. Dans *17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17)*, page 40.
- [Borsoi et al., 2014] Borsoi, C., Berwig, K. H., Scienza, L. C., Zoppas, B. C., Brandalise, R. N., et Zattera, A. J. (2014). **Behavior in simulated soil of recycled expanded polystyrene/waste cotton composites**. *Materials Research*, 17(1) :275–283.
- [Bouloc, 2006] Bouloc, P. (2006). **Le chanvre industriel : production et utilisations**. France Agricole Editions.
- [Bourmaud et al., 2007] Bourmaud, A., et Baley, C. (2007). **Investigations on the recycling of hemp and sisal fibre reinforced polypropylene composites**. *Polymer Degradation and Stability*, 92(6) :1034–1045.

- [Boutin et al., 2006] Boutin, M., Flamin, C., Quinton, S., et Gosse, G. (2006). **Etude des caractéristiques environnementales du chanvre par l'analyse de son cycle de vie**. Ministère de l'agriculture et de la pêche, France.
- [Bouzouita, 2011] Bouzouita, S. (2011). **Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel**. PhD thesis, Ecully, Ecole centrale de Lyon.
- [Burman, 1998] Burman, M. (1998). **Fatigue crack initiation and propagation in sandwich structures**.
- [Cérézo, 2005] Cérézo, V. (2005). **Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique**. PhD thesis, Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat.
- [Chamoin, 2013] Chamoin, J. (2013). **Optimisation des propriétés (physiques, hydriques et mécaniques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation**. INSA Rennes.
- [Chanda et al., 2006] Chanda, M., et Roy, S. K. (2006). **Plastics technology handbook**, volume 72. CRC press.
- [Charlet et al., 2006] Charlet, K., Morvan, C., Bréard, J., Jernot, J., et Gomina, M. (2006). **Etude morphologique d'un composite naturel. la fibre de lin**. *Revue des composites et des matériaux avancés*, 16(1) :11.
- [Choi et al., 2006] Choi, N.-W., Mori, I., et Ohama, Y. (2006). **Development of rice husks-plastics composites for building materials**. *Waste Management*, 26(2) :189-194.
- [Claassen et al., 2000] Claassen, P. A., Budde, M. A., López-Contreras, A. M., et others (2000). **Acetone, butanol and ethanol production from domestic organic waste by solventogenic clostridia**. *Journal of molecular microbiology and biotechnology*, 2(1) :39-44.
- [Coutinho et al., 1997] Coutinho, F., Costa, T. H., et Carvalho, D. L. (1997). **Polypropylene-wood fiber composites : effect of treatment and mixing conditions on mechanical properties**. *Journal of Applied Polymer Science*, 65(6) :1227-1235.
- [Cristaldi et al., 2010] Cristaldi, G., Latteri, A., Recca, G., et Cicala, G. (2010). **Composites based on natural fibre fabrics**. *Woven fabric engineering*, 17 :317-342.

- [David et al., 2002] David, L., et Etienne, S. (2002). **Introduction à la physique des polymères**. Dunod editions, 56.
- [De Vasconcellos, 2013] De Vasconcellos, D. S. (2013). **Comportement en fatigue avant et après impact de composites tissés chanvre/époxy**. PhD thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers.
- [Dietz et al., 1991] Dietz, D., Leininger, J., Rauckman, E., Thompson, M., Chapin, R., Morrissey, R., et Levine, B. (1991). **Toxicity studies of acetone administered in the drinking water of rodents**. *Fundamental and Applied Toxicology*, 17(2) :347–360.
- [Drzal et al., 2004] Drzal, L., Mohanty, A., Burgueno, R., et Misra, M. (2004). **Biobased structural composite materials for housing and infrastructure applications : opportunities and challenges**. Dans *Proceedings of the NSF housing research agenda workshop*, volume 2, pages 129–140.
- [El Hadji Babacar, 2008] El Hadji Babacar, L. (2008). **Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose**. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- [El Hajj et al., 2009] El Hajj, N., Dheilly, R.-M., Aboura, Z., Benzeggagh, M., et Queneudec, M. (2009). **Procédé de fabrication des composites 100% végétaux : Effet de la granulométrie des étoupes de lin et de l'ajout des bios liants= manufacturing process of 100% vegetable composites : Effect of the flax tow grading and the addition of biological matrix**. Dans *JNC 16*, pages 10–p. AMAC.
- [García et al., 2009] García, M. T., Gracia, I., Duque, G., de Lucas, A., et Rodríguez, J. F. (2009). **Study of the solubility and stability of polystyrene wastes in a dissolution recycling process**. *Waste management*, 29(6) :1814–1818.
- [Gay, 2014] Gay, D. (2014). **Composite materials : design and applications**. CRC press.
- [GENEAU, 2006] GENEAU, M. C. (2006). **Procédé d'élaboration d'agromatériau composite naturel par extrusion biva et injection moulage de tourteau de tournesol**. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse.
- [Gere et al., 2012] Gere, J. M., et Goodno, B. J. (2012). **Mechanics of materials**. Nelson Education.

- [Goring et al., 1976] Goring, D., et Bolam, F. (1976). **‘plasma-induced adhesion in cellulose and synthetic polymers**. *The Fundamental Properties of Paper Related to its uses*.
- [Goutianos et al., 2006] Goutianos, S., Peijs, T., Nystrom, B., et Skrifvars, M. (2006). **Development of flax fibre based textile reinforcements for composite applications**. *Applied Composite Materials*, 13(4) :199–215.
- [Gu, 2007] Gu, J.-D. (2007). **Microbial colonization of polymeric materials for space applications and mechanisms of biodeterioration : a review**. *International biodeterioration & biodegradation*, 59(3) :170–179.
- [Hohe et al., 2001] Hohe, J., et Becker, W. (2001). **An energetic homogenisation procedure for the elastic properties of general cellular sandwich cores**. *Composites Part B : Engineering*, 32(3) :185–197.
- [Hwang et al., 1999] Hwang, G. C., Kim, B. K., Bae, S. Y., Yi, S. C., et Kumazawa, H. (1999). **Degradation of polystyrene in supercritical acetone**. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 5(2) :150–154.
- [Ilczyszyn, 2013] Ilczyszyn, F. (2013). **Caractérisation expérimentale et numérique du comportement mécanique des agro-composites renforcés par des fibres de chanvre**. PhD thesis, Troyes.
- [Jodin et al., 1994] Jodin, P., et Militon, J. (1994). **Le bois matériau d’ingénierie**. association pour la recherche sur le bois en Lorraine.
- [John et al., 2008] John, M. J., et Thomas, S. (2008). **Biofibres and biocomposites**. *Carbohydrate polymers*, 71(3) :343–364.
- [Joseph et al., 2000] Joseph, K., Mattoso, L., Toledo, R., Thomas, S., De Carvalho, L., Pothen, L., Kala, S., et James, B. (2000). **Natural fiber reinforced thermoplastic composites**. *Natural polymers and agrofibers composites*, 159.
- [Kaith et al., 2008] Kaith, B., et Kalia, S. (2008). **Preparation of microwave radiation induced graft copolymers and their applications as reinforcing material in phenolic composites**. *Polymer Composites*, 29(7) :791–797.
- [Kalia et al., 2009] Kalia, S., Kaith, B., et Kaur, I. (2009). **Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites—a review**. *Polymer Engineering & Science*, 49(7) :1253–1272.

- [Kannan et al., 2007] Kannan, P., Biernacki, J. J., et Visco, D. P. (2007). **A review of physical and kinetic models of thermal degradation of expanded polystyrene foam and their application to the lost foam casting process.** *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 78(1) :162–171.
- [Kessler et al., 1998] Kessler, R., Becker, U., Kohler, R., et Goth, B. (1998). **Steam explosion of flax—a superior technique for upgrading fibre value.** *Biomass and Bioenergy*, 14(3) :237–249.
- [Krizan, 2015] Krizan, P. (2015). **The Densification Process of Wood Waste.** Walter de Gruyter GmbH & Co KG.
- [Kronbergs et al., 2015] Kronbergs, A., Širaks, E., Adamovičs, A., et Kronbergs, Ē. (2015). **Mechanical properties of hemp (cannabis sativa) biomass.** Dans *Environment. Technology. Resources. Proceedings of the International Scientific and Practical Conference*, volume 1, pages 184–190.
- [Laszczyk, 2011] Laszczyk, L. (2011). **Homogénéisation et optimisation topologique de panneaux architecturés.** PhD thesis, Université de Grenoble.
- [Li et al., 2003] Li, Y., et Sarkanen, S. (2003). **Biodegradable kraft lignin-based thermoplastics.** Dans *Biodegradable Polymers and Plastics*, pages 121–139. Springer.
- [Madsen, 2004] Madsen, B. (2004). **Properties of plant fiber yarn polymer composites.**
- [Madsen et al., 2007] Madsen, B., Hoffmeyer, P., Thomsen, A. B., et Lilholt, H. (2007). **Hemp yarn reinforced composites—i. yarn characteristics.** *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 38(10) :2194–2203.
- [Magniont, 2010] Magniont, C. (2010). **Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources.** PhD thesis, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
- [Marcin, 2010] Marcin, L. (2010). **Modélisation du comportement, de l'endommagement et de la rupture de matériaux composites à renforts tissés pour le dimensionnement robuste de structures.** PhD thesis, Université Bordeaux 1.
- [Márki et al., 2001] Márki, E., Lenti, B., Vatai, G., et Békássy-Molnár, E. (2001). **Clean technology for acetone absorption and recovery.** *Separation and purification technology*, 22 :377–382.

- [McLaughlin et al., 1980] McLaughlin, E., et Tait, R. (1980). **Fracture mechanism of plant fibres**. *Journal of Materials Science*, 15(1) :89–95.
- [Megelski et al., 2002] Megelski, S., Stephens, J. S., Chase, D. B., et Rabolt, J. F. (2002). **Micro-and nanostructured surface morphology on electrospun polymer fibers**. *Macromolecules*, 35(22) :8456–8466.
- [Mehta et al., 1995] Mehta, S., Biederman, S., et Shivkumar, S. (1995). **Thermal degradation of foamed polystyrene**. *Journal of Materials Science*, 30(11) :2944–2949.
- [Meirhaeghe, 2011] Meirhaeghe, C. (2011). **Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en france**. *Fibres recherche développement®*, ADEME.
- [Mishra et al., 2000] Mishra, S., Naik, J., et Patil, Y. (2000). **The compatibilising effect of maleic anhydride on swelling and mechanical properties of plant-fiber-reinforced novolac composites**. *Composites Science and Technology*, 60(9) :1729–1735.
- [Mohanty et al., 2005] Mohanty, A. K., Misra, M., et Drzal, L. T. (2005). **Natural fibers, biopolymers, and biocomposites**. CRC Press.
- [Morrison Iii et al., 1999] Morrison Iii, W. H., Akin, D., Archibald, D., Dodd, R., et Raymer, P. L. (1999). **Chemical and instrumental characterization of maturing kenaf core and bast**. *Industrial Crops and Products*, 10(1) :21–34.
- [Mott et al., 1996] Mott, L., Shaler, S., et Groom, L. (1996). **Experimental micromechanics : Quantifying fiber cell wall deformation and fracture**. *University of Main, USA*.
- [Munder et al., 2005] Munder, F., Füll, C., et Hempel, H. (2005). **Processing of bast fiber plants for industrial application**. *Natural Fibers, Biopolymers and Biocomposites*, pages 109–140.
- [Mwashaa et al., 2013] Mwashaa, A., Armstrong-Richardson, A., et Wilson, W. (2013). **Management of polystyrene wastes using a supercritical solvent—propanone**. *J. Assoc. Prof. Eng. Trinidad Tobago*, 41 :23–28.
- [Nair et al., 1996] Nair, K., Diwan, S., et Thomas, S. (1996). **Tensile properties of short sisal fiber reinforced polystyrene composites**. *Journal of applied polymer science*, 60(9) :1483–1497.

- [Navi et al., 2005] Navi, P., et Heger, F. (2005). **Comportement thermo-hydrromécanique du bois : Applications technologiques et dans les structures.** PPUR presses polytechniques.
- [Nenonene, 2009] Nenonene, A. (2009). **Élaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kéraf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage.**
- [Neto et al., 1996] Neto, C. P., Seca, A., Fradinho, D., Coimbra, M., Domingues, F., Evtuguin, D., Silvestre, A., et Cavaleiro, J. (1996). **Chemical composition and structural features of the macromolecular components of hibiscus cannabinus grown in portugal.** *Industrial Crops and Products*, 5(3) :189–196.
- [Nishimura et al., 2002] Nishimura, N., Izumi, A., et Kuroda, K.-i. (2002). **Structural characterization of kenaf lignin : differences among kenaf varieties.** *Industrial Crops and Products*, 15(2) :115–122.
- [Nishino et al., 2003] Nishino, T., Hirao, K., Kotera, M., Nakamae, K., et Inagaki, H. (2003). **Kenaf reinforced biodegradable composite.** *Composites Science and Technology*, 63(9) :1281–1286.
- [Nouailhas et al., 2011] Nouailhas, H., Saint-Macary, L., Fulcrand, H., Bergeret, A., et Caillol, S. (2011). **Développement de biocomposites en résine époxy biosourcée/fibres de lin par pultrusion pour la construction.** Dans *17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17)*, page 74.
- [Olivares et al., 1995] Olivares, M., Aceituno, H., Neiman, G., Rivera, E., et Sellers, T. J. (1995). **Lignin-modified phenolic adhesives for bonding radiata pine plywood.** *Forest products journal*, 45(1) :63.
- [Page et al., 1983] Page, D., et El-Hosseiny, F. (1983). **mechanical properties of single wood pulp fibres. vi. fibril angle and the shape of the stress-strain curve.** *Pulp & paper Canada*.
- [Panshin et al., 1970] Panshin, A., Zeeuw, C. d., et others (1970). **Textbook of wood technology. volume i. structure, identification, uses, and properties of the commercial woods of the united states and canada.** *Textbook of wood technology. Volume I. Structure, identification, uses, and properties of the commercial woods of the United States and Canada.*, (3rd ed.).

- [Paul et al., 1997] Paul, A., Joseph, K., et Thomas, S. (1997). **Effect of surface treatments on the electrical properties of low-density polyethylene composites reinforced with short sisal fibers**. *Composites Science and Technology*, 57(1) :67–79.
- [Petras et al., 1999] Petras, A., et Sutcliffe, M. (1999). **Failure mode maps for honeycomb sandwich panels**. *Composite Structures*, 44(4) :237–252.
- [Placet, 2009] Placet, V. (2009). **Characterization of the thermo-mechanical behaviour of hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites**. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 40(8) :1111–1118.
- [Poletto et al., 2011] Poletto, M., Dettenborn, J., Zeni, M., et Zattera, A. J. (2011). **Characterization of composites based on expanded polystyrene wastes and wood flour**. *Waste Management*, 31(4) :779–784.
- [Pommet et al., 2008] Pommet, M., Juntaro, J., Heng, J. Y., Mantalaris, A., Lee, A. F., Wilson, K., Kalinka, G., Shaffer, M. S., et Bismarck, A. (2008). **Surface modification of natural fibers using bacteria : depositing bacterial cellulose onto natural fibers to create hierarchical fiber reinforced nanocomposites**. *Biomacromolecules*, 9(6) :1643–1651.
- [Popa et al., 2013] Popa, M. I., Pernevan, S., Sirghie, C., Spiridon, I., Chambre, D., Copolovici, D. M., et Popa, N. (2013). **Mechanical properties and weathering behavior of polypropylene-hemp shives composites**. *Journal of Chemistry*, 2013.
- [Rajohnson, 1996] Rajohnson, J.-R. (1996). **Etude expérimentale et modélisation du traitement thermique de réification du bois massif sous gaz convectif en vue d'améliorer ses propriétés physico-chimiques**. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
- [Roudier, 2012] Roudier, A. (2012). **Analyse multi-échelle du comportement hygro-mécanique des fibres de lin**. PhD thesis, Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II.
- [Rowell, 1998] Rowell, R. M. (1998). **Property enhanced natural fiber composite materials based on chemical modification**. Dans *Science and technology of polymers and advanced materials*, pages 717–732. Springer.
- [Rowell et al., 2000] Rowell, R. M., Han, J. S., et Rowell, J. S. (2000). **Characterization and factors effecting fiber properties**. *Natural Polymers and Agrofibers Bases Com-*

posites. *Embrapa Instrumentacao Agropecuaria, P. O. Box 741, Sao Carlos, 13560-970 SP, Brazil, 2000.*, pages 115–134.

- [Samal, 2012] Samal, N. (2012). **Fabrication and Characterization of Acetone Treated Natural Fibre Reinforced Polymer Composites**. PhD thesis.
- [Schmidt et al., 2011] Schmidt, P., Cioffi, M., Voorwald, H. J. C., et Silveira, J. (2011). **Flexural test on recycled polystyrene**. *Procedia Engineering*, 10 :930–935.
- [Shah et al., 2012] Shah, D. U., Schubel, P. J., Licence, P., et Clifford, M. J. (2012). **Determining the minimum, critical and maximum fibre content for twisted yarn reinforced plant fibre composites**. *Composites Science and Technology*, 72(15) :1909–1917.
- [Shaler et al., 1997] Shaler, S. M., et Maine, U. (1997). **Effect of fiber surface and mechanical properties on the stiffness and strength of medium-density fiberboard**.
- [Siau, 1995] Siau, J. (1995). **Wood : influence of moisture on physical properties**. department of wood science and forest products, virginia polytechnic institute and state university. Rapport technique, ISBN 0-9622181-0-3.
- [Sreekala et al., 2000] Sreekala, M., Kumaran, M., Joseph, S., Jacob, M., et Thomas, S. (2000). **Oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites : influence of fibre surface modifications on the mechanical performance**. *Applied Composite Materials*, 7(5-6) :295–329.
- [Suardana et al., 2011] Suardana, N., Piao, Y., et Lim, J. K. (2011). **Mechanical properties of hemp fibers and hemp/pp composites : effects of chemical surface treatment**. *Materials Physics and Mechanics*, 11(1) :1–8.
- [Swyngedau et al., 1991] Swyngedau, S., Nussinovitch, A., et Peleg, M. (1991). **Models for the compressibility of layered polymeric sponges**. *Polymer Engineering & Science*, 31(2) :140–144.
- [Takagi et al., 2008] Takagi, H., et Asano, A. (2008). **Effects of processing conditions on flexural properties of cellulose nanofiber reinforced “green” composites**. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 39(4) :685–689.
- [Thomas et al., 2011] Thomas, S., Paul, S., Pothan, L., et Deepa, B. (2011). **Natural fibres : Structure, properties and applications**. Dans *Cellulose Fibers : Bio-and Nano-Polymer Composites*, pages 3–42. Springer.

- [Thygesen, 2006] Thygesen, A. (2006). **Properties of hemp fiber polymer composites**. PhD thesis, PhD thesis.
- [Timoshenko, 1968] Timoshenko, S. P. (1968). **Résistance des matériaux**. Paris : Dunod,— c1968/1972, 1.
- [Van Sumere, 1992] Van Sumere, C. (1992). **Retting of flax with special reference to enzyme-retting**. *The biology and processing of flax*, pages 153–193.
- [Van Sumere et al., 1991] Van Sumere, C. F., et Arma, S. (1991). **Analysis of fine flax fibre produced by enzymatic retting**. *Aspects of Applied Biology*, 28 :15–20.
- [Ververis et al., 2004] Ververis, C., Georghiou, K., Christodoulakis, N., Santas, P., et Santas, R. (2004). **Fiber dimensions, lignin and cellulose content of various plant materials and their suitability for paper production**. *Industrial Crops and Products*, 19(3) :245–254.
- [Vignon et al., 1995] Vignon, M., Garcia-Jaldon, C., et Dupeyre, D. (1995). **Steam explosion of woody hemp chenevotte**. *International journal of biological macromolecules*, 17(6) :395–404.
- [Wadley, 2006] Wadley, H. N. (2006). **Multifunctional periodic cellular metals**. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 364(1838) :31–68.
- [Walker, 2006] Walker, J. C. (2006). **Basic wood chemistry and cell wall ultrastructure**. Dans *Primary Wood Processing*, pages 23–67. Springer.
- [Xu et al., 2003] Xu, J., Han, G., Wong, E., et Kawai, S. (2003). **Development of binderless particleboard from kenaf core using steam-injection pressing**. *Journal of Wood Science*, 49(4) :327–332.
- [Youngquist et al., 1994] Youngquist, J. A., English, B. E., Scharmer, R. C., Chow, P., et Shook, S. R. (1994). **Literature review on use of nonwood plant fibers for building materials and panels**. *Gen. Tech. Rep. FPL-GTR-80*. Madison, WI : US Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory, page 146.

TABLE DES FIGURES

1.1 schéma représentant les matériaux, le processus et les produits dans cette thèse.	8
2.1 compositions des matériaux composites.	10
2.2 différents types des fibres naturelles et artificielles. Les grosses flèches (\Rightarrow) représentent le chemin de notre étude.	12
2.3 applications des différentes parties du chanvre et les grosses flèches (\Rightarrow) représentent le chemin de notre étude.	13
2.4 structure de tige de plante, fibre unitaire et parois de la microfibrille [Charlet et al., 2006].	14
2.5 compositions des parois cellulaires d'une fibre de bois [Panshin et al., 1970].	15
2.6 courbe contrainte-déformation de la fibre unitaire de bois avec différents angles de microfibrilles [Page et al., 1983]	16
2.7 défauts structuraux sur des fibres de lin.	16
2.8 structure moléculaire de la cellulose.	17
2.9 trois types différents des monomères de lignine.	19
2.10 micrographie d'une coupe transversale de tige de chanvre [Vignon et al., 1995]	20
2.11 processus d'extraction des fibres végétales[Meirhaeghe, 2011]	21
2.12 effet du niveau de torsion et du niveau de d'imprégnation sur les propriétés mécaniques [Goutianos et al., 2006].	23
2.13 l'angle de torsion (θ) et la contrainte-déformation de fil du chanvre [Madsen, 2004].	25

2.14 grossissement au microscope à balayage électronique d'une particule de chènevotte [Chamoin, 2013].	26
2.15 les propriétés mécaniques de chènevotte [Kronbergs et al., 2015].	27
2.16 les propriétés mécaniques des composites de PP/chènevotte [Popa et al., 2013].	27
2.17 réaction du silane avec des groupes OH de fibres naturelles [Agrawal et al., 2000].	29
2.18 traitement Alkali sur les fibres végétale.	30
2.19 traitement Acétylation sur les fibres végétales [Rowell, 1998].	31
2.20 courbe des modules d'élasticité en fonction de la température d'un thermo-plastique amorphe (courbe A) et semi cristallin à des taux de cristallinité croissants (courbes B, C et D).	34
2.21 formule chimique de l'acétone	36
2.22 courbes de contrainte-déformation de polystyrène pur et des composites chargés par (10, 20, 30 %) de fibre de sisal de 6mm [Nair et al., 1996].	37
2.23 schéma de croissance des pores sur le surface du PS dissout par un solvant. Images microscopiques : (1) PS électro-filé, (2) PS électro-filé avec un plus fort grossissement de la partie 1 [Megelski et al., 2002].	38
2.24 la relation typique de la contrainte-déformation ou de déformation-contrainte de compressibilité d'éponge (a) la déformation de la matrice d'origine, (b) la densification et (c) le compactage du matériau [Swyngedau et al., 1991].	42
2.25 les quatre différents types de porosité retrouvés dans les composites à fil de chanvre et PP [Madsen et al., 2007].	43
2.26 l'effet de cycle de recyclage sur (a) la longueur des fibres et (b) la contrainte maximale [Bourmaud et al., 2007].	46
2.27 les différentes géométries d'une âme de sandwich [Wadley, 2006].	47
2.28 Carte des propriétés (rigidité-densité) des principaux matériaux [Laszczyk, 2011].	48

2.29 schéma représentant un sandwich en flexion trois points [Abdenacer, 2012].	49
3.1 particules de chènevotte : (a) brute, (b) 0,5 à 1,4 mm et (c) inférieure à 0,5 mm.	54
3.2 fil simple et tissu de chanvre.	55
3.3 (a) fil simple, (b) fil issu de tissu et (c) l'essai de traction de fil simple.	56
3.4 recyclage du PSE par deux processus différent (par broyeur et par l'acétone).	57
3.5 les étapes pour fabriquer un composite de 100% chènevotte.	59
3.6 taux de l'acétone par rapport au taux de chènevotte dans les composites.	61
3.7 mélange de la chènevotte avec la pâte de polystyrène (DisCOMP).	61
3.8 mélange de la chènevotte avec la poudre de polystyrène (GrCOMP).	62
3.9 imprégnation et échantillon : (a) échantillon UD du fil simple pour la flexion, (b) échantillon UD du fil simple pour la traction, (c) l'imprégnation des tissus et (d) échantillon du tissu pour la flexion.	63
3.10 Schéma représentant le processus de thermoformage (Température, Pression et Durée).	64
3.11 machine de DSC et courbe de l'analyse calorimétrique de polystyrène recyclé par l'acétone.	64
3.12 machine de DMA et courbe de l'analyse mécanique-dynamique de DisCOMP40.	65
3.13 évaluation du temps de thermoformage.	66
3.14 compressibilité de trois tailles de particule de chènevotte et le poudre de PS.	67
3.15 machine de traction-compression.	69
3.16 machine de l'analyse Thermogravimétrique (TGA).	71
3.17 les microscopes électriques : (a) optique et (b) à balayage.	71
4.1 densité de chènevotte en fonction de la contrainte.	75
4.2 l'effet de la température et la taille de la particule sur (a) la densité et (b) la porosité.	75

4.3	L'effet de la température sur le composite de 100% chènevotte (sans liant).	76
4.4	l'effet de la température et de la taille de la particule sur : (a) la contrainte à la flexion (b) le module d'élasticité.	77
4.5	analyse thermogravimétrique de trois tailles de chènevotte.	78
4.6	l'analyse thermogravimétrique de trois prélèvements différents d'un composite fabriqué à 190°C.	79
4.7	l'absorption d'eau (a) avant immersion dans l'eau et (b) après 5 minute d'immersion dans l'eau.	79
4.8	écoulement d'un toit dans un établissement public.	80
4.9	surface extérieure d'une particule de chènevotte : (a) avant thermoformage et (b) entre deux particules après thermoformage à 170 °C.	81
4.10	section transversale d'un composite de chènevotte à matrice polystyrène. .	82
4.11	évaporation de l'acétone de DisEPS (a) pendant 21 jours. et (b) pendant 60 minute.	84
4.12	effet de taux de chènevotte sur : (a) la densité et (b) la porosité.	85
4.13	volumes massiques des composants, mélange théorique et composites en fonction de taux de chènevotte.	87
4.14	composites de chènevotte à matrice polystyrène : (a) la contrainte et (b) le module d'élasticité, à la flexion.	89
4.15	courbes typiques de contrainte – déformation.	90
4.16	effet de l'acétone sur la chènevotte et le polystyrène individuellement. . . .	91
4.17	analyse thermogravimétrique de GrPSE, DisEPS durci et la pâte frais de DisEPS.	92
4.18	analyse thermogravimétrique de la chènevotte, DisEPS et DisCOMP60. . .	93
4.19	DisCOMP60 à différentes pressions (a.) sans thermoformage, (b.) 0,5 MPa, (c.) 2,5 MPa, (d.) 5 MPa et (e.) 20 MPa.	95
4.20	effet du thermoformage et de la pression sur un composite de 60% chènevotte (a) la densité apparente et (b) la porosité.	96

4.21 propriétés mécaniques du composite à 60% de chènevotte avant et après thermoformage : (a) contrainte à la flexion et (b) module d'élasticité à la flexion.	97
4.22 absorption d'eau en fonction de la pression de thermoformage.	99
4.23 gonflement de DisCOMP60 et GrCOMP60 en fonction de l'absorption d'eau après 24 hr.	100
4.24 MEB (a) L'interface entre la chènevotte et le PS (b) la porosité de chènevotte et la bulle de gaz intérieure en raison de l'effet de température sur la pâte de DisEPS fraîche.	101
4.25 surface extérieure de particule de chènevotte (a) avant de laver par l'acétone et (b) après de laver par l'acétone.	101
4.26 schéma représentant les porosités et la déformabilité de chènevotte en fonction de la pression.	103
4.27 schéma représentant la variation du volume en fonction de la pression.	104
4.28 densité apparente des composites en fonction du taux de chènevotte et la pression	106
4.29 porosité dans les composites en fonction du taux de chènevotte et de la pression	106
4.30 propriétés mécaniques de DisCOMP à la flexion : (a) Contrainte et (b) Module d'elasticité.	107
4.31 aire de la section du fil de chanvre en fonction de la densité linéaire.	109
4.32 contrainte des fils secs de chanvre (fil simple et fil issu de tissu).	110
4.33 Contrainte-Allongement pour des fils secs de chanvre (fil simple et fil issu de tissu).	110
4.34 propriétés mécanique des composite UD et BD (a) la contrainte à la flexion et (b) le module d'élasticité à la flexion.	112
4.35 Contrainte-Déformation de la matrice et des composite UD et BD du fil de chanvre.	113

4.36 effet de la pression de thermoformage sur (a) contrainte à la flexion et (b) module d'élasticité.	114
4.37 écrasement entre la chaîne et la trame au milieu d'un échantillon de BD-COMP60.	115
4.38 fils de chanvre et la matrice (a.) coupe transversale de fil imprégné, (b.) coupe longitudinal de fil imprégné, (c.) fil et matrice dans section de composite et (d.) fibres de chanvre dans le même composite.	116
5.1 schéma d'un sandwich simple.	119
5.2 moule en aluminium et échantillon après démoulage.	122
5.3 effet du thermoformage et de la pression sur un sandwich de mêmes composants.	123
5.4 sandwich simple d'une âme à 100% de chènevotte.	124
5.5 répartition de la contrainte et du cisaillement dans une section équivalent (flexion 3-points).	125
5.6 mode de rupture (a) sandwich sans thermoformage et (b) sandwich thermoformé à 0.5 MPa.	127
5.7 effet de la pression de thermoformage sur la charge maximale d'un sandwich simple.	128
5.8 effet de la pression de thermoformage sur la contrainte maximum d'un sandwich simple.	129
5.9 Charge-Flèche pour un sandwich composite de 85% chanvre.	130
5.10 sandwich composite de 85% chanvre (a) échantillon réel (b) le cisaillement (c) la contrainte.	131
5.11 Charge-Flèche pour un sandwich simple sans thermoformage.	132
5.12 sandwich composite à 60% de chanvre, sans thermoformage (a) échantillon réel (b) simulation à la flexion (cisaillement) et (c) simulation à la flexion (contrainte).	133
5.13 Charge-Flèche pour un sandwich simple thermoformé à 0,5 MPa.	134

5.14 sandwich composite à 60% de chanvre, thermoformé à 0,5 MPa (a) échantillon réel (b) simulation à la flexion (cisaillement) et (c) simulation à la flexion (contrainte).	135
5.15 Charge-Flèche pour un sandwich simple thermoformé à 2,5 MPa.	136
5.16 sandwich composite à 60% de chanvre, thermoformé à 2,5 MPa (a) échantillon réel (b)simulation à la flexion (cisaillement) et (c) simulation à la flexion (contrainte).	137
5.17 Charge-Flèche pour un sandwich simple thermoformé à 5 MPa.	138
5.18 sandwich composite de 60% chanvre, thermoformé à 5 MPa (a) échantillon réel (b) simulation à la flexion (cisaillement) et (c) simulation à la flexion (contrainte).	139
5.19 Charge-Flèche pour un sandwich simple thermoformé à 20 MPa.	140
5.20 sandwich composite de 60% chanvre, thermoformé à 20 MPa (a) échantillon réel (b) simulation à la flexion (cisaillement) et (c) simulation à la flexion (contrainte).	141
5.21 sandwich alvéolaire (a) trous vides et (b) trous remplis de polystyrène expansé ou de chènevotte en vrac	144
5.22 schéma des multicouches d'âme et du moule avant le thermoformage.	145
5.23 courbe Contrainte-Déformation d'un composite à 60% de chènevotte thermoformé à 130 °C.	145
5.24 sandwich alvéolaire pendant le processus de thermoformage.	146
5.25 amélioration des zones de chevauchement (a)échantillon réel et (b) simulation numérique.	147
5.26 sandwich composite sous l'effet d'une pression de 20 MPa (Perpendiculairement à la surface de pose).	148
5.27 sandwich composite sous l'effet d'une pression latéral de 20 MPa.	149

LISTE DES TABLES

2.1	avantages et inconvénients des fibres végétales [Ilczyszyn, 2013].	11
2.2	compositions chimiques de fibre du chanvre et de chènevotte.	14
2.3	compositions chimiques des quelques types de fibres végétaux.	17
2.4	Caractéristiques des fibres de chanvre[Mohanty et al., 2005].	23
2.5	les compositions chimiques et les caractéristiques physiques de chènevotte[Boutin et al., 2006] [Chamoïn, 2013].	26
2.6	propriétés thermiques, physiques et mécaniques de certains thermoplastiques [Gay, 2014], (a) source [GENEAU, 2006].	35
2.7	synthèse des propriétés attendues d'un éco-matériau [Magniont, 2010]. . .	39
3.1	les taux de mélange de 100 g de DisCOMP.	61
3.2	les taux de mélange de 100 g de GrCOMP.	62
4.1	propriétés physique et mécanique de DisCOMP60 et pur polystyrène en fonction de la pression. (<i>MOR et MOE représentent la contrainte et le module d'élasticité à la flexion.</i>)	98
5.1	propriétés physiques et mécaniques de quelques composites thermoformés à 20 MPa.	120
5.2	montre les propriétés physiques et mécaniques de quelques composites avec le moindre taux de polystyrène dans l'âme.	120
5.3	données nécessaires pour le modèle numérique et la comparaison entre les résultats analytiques et les résultats numériques pour une charge de 496 N.	130

5.4 données des composants et comparaison des résultats analytiques et numériques sur un sandwich sans thermoformage calculés pour une charge de 534 N. 132

5.5 données des composants et comparaison des résultats analytiques et numériques sur un sandwich thermoformé à 0,5 MPa calculés pour une charge de 513 N. 134

5.6 données des composants et comparaison des résultats analytiques et numériques sur un sandwich thermoformé à 2,5 MPa calculés pour une charge de 524 N. 136

5.7 données des composants et comparaison des résultats analytiques et numériques sur un sandwich thermoformé à 5 MPa calculés pour une charge de 553 N. 138

5.8 données des composants et comparaison des résultats analytiques et numériques sur un sandwich thermoformé à 20 MPa calculés pour une charge de 487 N. 140

LISTE DES DÉFINITIONS

TD : Thermodurcissable

TS : Thermostable

TP : Thermoplastique

Tv : Température de transition vitreuse

Tf : Température de fusion

PS : Polystyrène

PP : Polypropylène

HDPE : Polyéthylène haut densité

PET : Polyéthylène téréphtalate

PVC : Polyvinyl chloride

PSE : Polystyrène expansé

MAH-PP : Anhydride Maléique polypropylène

FAO : Organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture

EMC : Teneur en eau d'équilibre

ASTM : Standards élaborés par l'American pour tester les matériaux

ReEPS : Polystyrène expansé recyclé

DisEPS : Polystyrène expansé dissout par l'acétone

GrEPS : Polystyrène expansé broyé

DisCOMP : Composite de polystyrène expansé dissout par l'acétone

GrCOMP : Composite de polystyrène expansé broyé

TGA : Analyse thermogravimétrique

DSC : Calorimétrie différentielle à balayage

DMA : Analyse mécanique dynamique

MOR : Module de rupture à la flexion

MOE : module d'élasticité

UDCOMP : Composite unidirectionnelle

BDCOMP : Composite Bidirectionnelle

Résumé :

La fonctionnalisation croissante des matériaux de constructions ainsi que le besoin de gestion des ressources de l'humanité rend les matériaux traditionnels à base de ciment moins performant. De nouvelles structures de paroi peuvent être envisagées en optimisant le choix de matériaux et leurs agencements. Dans ce travail nous avons choisi d'évaluer une structure pouvant remplir toutes les fonctions d'une paroi type « maison individuelle » ceci en utilisant des matériaux à faible cout et en utilisant des procédés de fabrications classiques. Les matériaux choisis proviennent majoritairement d'une source agricole renouvelable, le chanvre et son sous-produit (la chènevotte) et du recyclage des déchets de polystyrène. Nous avons établi des relations entre différentes propriétés du composites obtenu et les paramètres du procédé en particulier sur la zone des hautes teneurs en renfort et jusqu'à 100%. Nous avons également préparé la phase d'optimisation numérique d'une structure sandwich alvéolaire en modélisant le procédé et les structures ainsi obtenue.

Mots-clés : Mise en œuvre, Caractérisation, Composite Thermoplastique, Chanvre, Polystyrène Expandé Recyclé, Sandwich.

Abstract:

Due to the rapidly improving functionality of building materials, and increasingly complicated human resource management issues, the traditional cement-based building materials of the past are becoming less and less desirable. These outdated materials are being replaced by new structures of wall that better optimize choices of materials and their layouts. In this study, we propose a multi-function structure to be the unit of a typical wall (individual house), which can be produced via the use of inexpensive materials and classic manufacturing processes. To achieve this, we chose the renewable agricultural source of the hemp plant (hemp yarns and hemp shive particles), along with recycled expanded polystyrene, to manufacture a fully recyclable composite. We established a relationship between the physical-mechanical properties of the resulting composite and the parameters of the manufacturing process, particularly in the zone of high load reinforcement, we successfully manufactured a composite of 100% hemp shive particles. In addition, we have also prepared the numerical optimization phase of an alveolar sandwich structure by modeling the process and the obtained structure.

Keywords: Manufacturing; Characterization; Thermoplastic Composite; Hemp; Recycled Expanded Polystyrene; Sandwich