



HAL
open science

Etude du comportement en flexion d'un panneau à fibres naturelles courtes

Aboubakr Amrane

► **To cite this version:**

Aboubakr Amrane. Etude du comportement en flexion d'un panneau à fibres naturelles courtes. Biomécanique [physics.med-ph]. Normandie Université; Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed-Boudiaf (Algérie), 2021. Français. NNT : 2021NORMC226 . tel-04146405

HAL Id: tel-04146405

<https://theses.hal.science/tel-04146405>

Submitted on 30 Jun 2023

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.



Normandie Université

THÈSE

Pour obtenir le diplôme de doctorat

**Spécialité MECANIQUE DES SOLIDES, GENIE MECANIQUE, PRODUCTIQUE,
TRANSPORT ET GENIE CIVIL**

Préparée au sein de l'Université de Caen Normandie

En cotutelle internationale avec Université USTO , ALGERIE

**Etude du comportement en flexion d'un panneau à fibres
naturelles courtes**

**Présentée et soutenue par
ABOUBAKR AMRANE**

**Thèse soutenue le 29/06/2021
devant le jury composé de**

M. SOFIANE AMZIANE	Professeur des universités, Université Clermont Ferrand 2 Blaise Pas	Rapporteur du jury
MME KARINE GAUTIER	Maître de conférences, Université de Haute-Alsace	Rapporteur du jury
M. ZOUAOUI SEREIR	Professeur des universités, Université USTO	Membre du jury
MME FRANCINE ROUDET	Professeur des universités, Université Lille 1 Sciences Et Technolog	Président du jury
M. CHRISTOPHE POILANE	Maître de conférences HDR, Université Caen Normandie	Directeur de thèse

Thèse dirigée par CHRISTOPHE POILANE, Centre de recherche sur les ions, les matériaux et la photonique (Caen)



UNIVERSITÉ
CAEN
NORMANDIE





Normandie Université

THÈSE

Pour obtenir le diplôme de doctorat

**Spécialité MECANIQUE DES SOLIDES, GENIE MECANIQUE, PRODUCTIQUE,
TRANSPORT ET GENIE CIVIL**

Préparée au sein de l'Université de Caen Normandie

En cotutelle internationale avec Université USTO , ALGERIE

**Etude du comportement en flexion d'un panneau à fibres
naturelles courtes**

**Présentée et soutenue par
Aboubakr AMRANE**

**Thèse soutenue publiquement le 29/06/2021
devant le jury composé de**

M. SOFIANE AMZIANE	Professeur des universités, Université Clermont Ferrand 2 Blaise Pas	Rapporteur du jury
Mme KARINE GAUTIER	Maître de conférences, Université de Haute-Alsace	Rapporteur du jury
Mme FRANCINE ROUDET	Professeur des universités, Université Lille 1 Sciences Et Technolog	Membre du jury
M. ZOUAOUI SEREIR	Professeur des universités, Université USTO	Membre du jury
M. CHRISTOPHE POILANE	Maître de conférences HDR, Université Caen Normandie	Directeur de thèse

Thèse dirigée par CHRISTOPHE POILANE, Centre de recherche sur les ions, les matériaux et la photonique (Caen)



UNIVERSITÉ
CAEN
NORMANDIE



Remerciements

Tout d'abord, je tiens à remercier en premier lieu, le bon Dieu, le tout-puissant, de m'avoir donné autant de courage, de patience et de volonté pour atteindre ce but.

Ma gratitude et ma profonde reconnaissance s'adressent à mes deux directeurs de thèse **Mr Zouaoui SEREIR** et **Mr Christophe POILANE** pour m'avoir sélectionné pour réaliser ce travail. Je tiens particulièrement à les remercier pour leur continuel soutien le long de ma recherche doctorale, pour leur patience, leur enthousiasme, leurs suggestions bienveillantes et pour leur grande disponibilité. Bref pour leurs conseils avisés qui m'ont aidé tout au long de cette période.

Je tiens à remercier aussi **Mr Mohammed El Larbi BENNEGADI**, **Mr Alexandre VIVET** et **Mme Lahouaria ERROUANE** pour leur encouragement, leurs aides et leurs précieuses orientations pendant la valorisation et la rédaction de cette modeste thèse.

Ce travail de cotutelle a été réalisé au sein de nos deux laboratoires, **Laboratoire Structure de Composite et Matériaux Innovants (LSCMI)** d'université sciences et technologie d'Oran (**USTO**) Algérie et le **Centre de recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique (CIMAP)** d'Alençon de l'université de Caen Normandie (**UNICAEN**) France, dont le thématique « Composite sandwich bio-source élaboré à partir de sous-produit de l'agriculture algérienne ».

Je remercie tous ceux qui ont participé à ce projet, tous d'abord au ministère de l'enseignement supérieur et la recherche scientifique algérienne et le campus France pour le financement du projet. De même, je tiens à remercier l'université des sciences et de la technologie d'Oran Mohamed Boudiaf du côté algérien et l'université de Caen Normandie du côté français.

Je suis également très reconnaissant à **Mme Karine GAUTIER**, **Mme Amina SABEUR**, **Mme Francine ROUDET**, **Mr Sofiane AMZIANE** et **Mr Bachir BOUHAMIDA** pour l'honneur qu'ils m'ont accordé en acceptant d'examiner mon travail.

Je souhaite encore remercier tous mes collègues et amies dans les deux laboratoires (**LSCMI**) et (**CIMAP**).

Finalement, je voudrais remercier ma mère pour son continuel soutien ainsi que toute ma famille, je remercie aussi ma femme et mes petites filles **Rabab** et **Maria** pour leurs patiences durant les moments de mes absences, que j'espère un jour les rattraper.

Dédicaces

Je dédie cet humble travail à toute ma famille et mes amis.

À mon père

Me manque dans cette vie et comment j'ai rêvé de partager ces moments avec lui.

À ma mère

Le phare qui guide mon chemin, le secret de mon succès et la source de la tendresse.

À mes frères et sœurs

Mon soutien dans la vie

À ma femme et mes filles

L'espoir de ma vie

À mes amies

Amies du sentier.

Liste des Figures

Figure I.1 : Représentation schématique de la hiérarchie structurale d'une fibre végétale.	9
Figure I.2 : Micrographies par MEB de a) fibres cristallines de cellulose avant et b) après broyage à boulets.	10
Figure I.3 : Structure chimique de la cellulose.	11
Figure I.4 : Liaisons hydrogènes inter et intramoléculaires entre deux chaînes cellulose.	11
Figure I.5 : Structure d'une microfibrille de cellulose.	11
Figure I.6 : Structures chimiques des unités de base de l'hémicellulose.	12
Figure I.7 : Vue en trois dimensions du complexe glucidique de la lignine dans la cellule végétale.	13
Figure I.8 : Représentation de la molécule de pectine.	14
Figure I.9 : Classification des fibres végétales selon leur origine.	18
Figure I.10 : La plante Alfa.	19
Figure I.11 : Morphologie de la plante d'Alfa.	20
Figure I.12 : Répartition de la plante d'Alfa en Algérie.	21
Figure I.13 : Objets traditionnels à base de tige d'Alfa.	22
Figure I.14 : Champ de pâturage d'Alfa.	22
Figure I.15 : Illustrations de la pâte d'Alfa.	23
Figure I.16 : Quelques exemples de plantes riches en tanin et leurs extraits de tanin.	24
Figure I.17 : Quelques tanins hydrolysables.	25
Figure I.18 : Schéma d'un flavonoïde et sa numérotation.	25
Figure I.19 : Quatre types de monoflavonoïdes..	26
Figure II.1 : Etapes de préparation des fibres courtes d'Alfa.	36
Figure II.2 : Catégories des fibres courtes d'Alfa obtenues selon les tamis de séparation utilisés (tamis de 1,6 mm, 2 mm et 2,6 mm).	36
Figure II.3 : Etapes d'élaboration du composite alpha/Greenpoxy avec le cycle de polymérisation.	38
Figure II.4 : Quatre fractions massiques de fibre, composite vue en transparence.	38
Figure II.5 : Machine de découpe laser Trotec et aperçu de la découpe des éprouvettes dans une plaque composite.	39
Figure II.6 : Éprouvettes de traction selon les normes ISO 3167 – type A.	39
Figure II.7 : Éprouvette d'impact selon la norme ISO 179 – type 1.	40
Figure II.8 : Vue générale des éprouvettes de traction pour les différents taux et tailles de fibres.	40
Figure II.9 : Machine de traction MTS 500 avec les éprouvettes de traction et de flexion.	42
Figure II.10: La machine d'impact INSTRON (model Zwick/Roell HIT 5.5P).	42
Figure II.11 : Section réelle de la fibre d'Alfa .	43

Figure II.12 : Cycles de polymérisation fournisseurs et optimisé.	45
Figure II.13 : Machine DMTA Kinetech de mesure de transition vitreuse	45
Figure II.14 : Variation de la température de transition vitreuse en fonction du nombre de répétitions du cycle de post-cuisson.	46
Figure II.15 : Comportement mécanique de la résine Greenpoxy 56 obtenu par essais de traction.	47
Figure II.16 : Propriétés mécaniques de la résine.	48
Figure II.17 : Dispersion des fibres en surface dans les plaques composites.	49
Figure II.18 : Dispersion des fibres dans l'épaisseur des plaques composites.	50
Figure II.19. Evolution de la masse volumique en fonction de la fraction massique de fibre et de la taille des fibres.	51
Figure II.20 : Taux de porosité dans les composites biosourcés.	52
Figure II.21 : Courbe contrainte-déformation obtenue par essai de traction.	54
Figure II.22 : Évolution des propriétés mécaniques moyennes obtenues par traction des composites Alfa/Greenpoxy en fonction du taux et de la taille des fibres constitutives.	56
Figure II.23 : Courbe contrainte-déformation obtenue par essai de traction.	57
Figure II.24 : Evolution des propriétés mécaniques moyennes obtenues par essai de flexion en fonction du taux et de la taille de fibres.	60
Figure II.25 : Evolution de la résilience moyenne obtenue par choc Charpy en fonction du taux et de la taille de fibres.	61
Figure III.1 : Préparation, mesure, et traction des fibres selon la norme NF T 25-501-2.	67
Figure III.2. Courbes contrainte/déformation des fibres d'Alfa.	68
Figure III.3. Schéma d'utilisation d'Ansys.	70
Figure III.4 : Plaque en composite de 5% de taux de fibres.	71
Figure III.5 : Géométrie de l'élément BEAM188 .	72
Figure III.6 : Maillage des fibres avec les éléments BEAM188.	73
Figure III.7 : Géométrie de l'élément SHELL63.	73
Figure III.8 : Conditions de fixation et de chargement de la plaque composite.	74
Figure III.9 : Distribution de la contrainte équivalente dans la plaque en composite.	75
Figure III.10 : Distribution de la contrainte équivalente dans les fibres constitutives.	75
Figure III.11 : Organigramme de la méthode de calcul de la probabilité par éléments finis.	76
Figure III.12 : Histogramme de la fonction de distribution de la contrainte équivalente.	79
Figure III.13 : Courbe de la distribution cumulative de la contrainte équivalente de la plaque en composite.	80
Figure III.14 : Influence des paramètres d'entrée sur le niveau de contrainte et pointage de la fibre dominante (la fibre 102).	81
Figure III.15 : Fonction de densité de distribution de la contrainte équivalente en fonction les trois paramètres d'entrée de la fibre dominante.	82
Figure III.16 : Fonction de densité de distribution de la contrainte équivalente en fonction du nombre de fibres dominantes prises en considération.	83

Figure III.17 : Fonction de densité de distribution de la contrainte équivalente avec un taux de fibre de 5% pour quatre valeurs du coefficient de variation global.	85
Figure III.18 : Courbe de la distribution cumulative de la contrainte équivalente avec un taux de fibre de 5% pour quatre valeurs du coefficient de variation global.	85
Figure III. 19: Sensibilité de la contrainte pour un taux de fibres 5% en fonction du COV.	87
Figure III.20 : Fonction de densité de distribution de la contrainte équivalente avec un taux de fibres de 10 % pour quatre valeurs du coefficient de variation global.	87
Figure III.21 : Courbe de la distribution cumulative de la contrainte équivalente avec un taux de fibres de 10 % pour quatre valeurs du coefficient de variation global.	88
Figure III.22 : Sensibilité de la contrainte pour un taux de fibres de 10% en fonction du COV.	89
Figure III.23 : Fonction de densité de distribution de la contrainte équivalente avec un taux de fibres de 15 % pour quatre valeurs du coefficient de variation global.	90
Figure III.24 : Courbe de la distribution cumulative de la contrainte équivalente avec un taux de fibre de 15 % pour quatre valeurs du coefficient de variation global.	90
Figure III.25 : Sensibilité de la contraint pour un taux de fibres 15% en fonction de COV.	91
Figure III.26 : Fonction de densité de distribution de la contrainte équivalente avec un taux de fibres de 20 % pour quatre valeurs du coefficient de variation global.	92
Figure III.27 : Courbe de la distribution cumulative de la contrainte équivalente avec un taux de fibres de 20 % pour quatre valeurs du coefficient de variation global.	93
Figure III.28 : Sensibilité de la contraint pour un taux de fibres 20% en fonction du COV.	93
Figure IV.1 : Morphologie cellulaire des mousses a) réelles et b) idéales.	97
Figure IV.2 : Applications commerciales des mousses solides.	99
Figure IV.3 : Moussage et durcissement à température ambiante des mousses à base de tanin, échantillon de mousse après démoulage et découpe et mousse observée au microscope électronique à balayage.	102
Figure IV.4. Sources naturels pour la production du furfural.	103
Figure IV.5 : Production du furfurylique par hydrolyse puis par hydrogénation catalytique.	103
Figure IV.6 : Réaction entre le tanin et le formaldéhyde.	104
Figure IV.7 : Densité apparente des mousses de tanin en fonction de la quantité d'agent gonflant des résultats obtenus par a) Lagel et al. et b) Zhao et al.	106
Figure IV.8 : Cinétique des réactions de formation des mousses de tanins pour différentes conditions acidité.	107
Figure IV.9 : Préparation des dosages de la mousse et résultats des produits obtenus.	109
Figure IV.10 : Problèmes de mise en œuvre des mousses à base de tanins.	110
Figure IV.11 : Étapes de préparation des échantillons.	111
Figure IV.12 : Formes des cellules des mousses alvéolaires a) dodécaèdre, b) cubiques ouverte etc.) cubiques fermée.	112
Figure IV.13 : Dispositifs pour évaluation la densité a) pesage de l'échantillon cubique, b) pesage de la mousse brisée et c) pycnomètre Thermo Scientific Pycnomatic utilisé pour l'analyse.	113
Figure IV.14. Échantillons des essais a) de compression et b) de cisaillement.	114

Figure IV.15 : Dispositifs d'essais destructifs a) banc MTS Criterion Model 43, b) plateaux de compression et c) dispositif de cisaillement.	114
Figure IV.16 : Évolution des contraintes-déformation des mousses organiques et des mousses de carbone, sous compression dans les deux directions z et x ou y.	115
Figure IV.17 : Évolution des microstructures des mousses à base de tanin de Mimosa et de Quebracho en fonction de la position dans le moule de moussage.	117
Figure IV.18 : Évolution de la masse volumique de la mousse à base de tanins en fonction de la position dans le moule de moussage.	118
Figure IV.19 : Évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation pour la mousse de Mimosa.	121
Figure IV.20 : Caractéristiques mécaniques de la mousse à base de tanin de Mimosa.	122
Figure IV.21 : Évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation pour la mousse de Quebracho.	123
Figure IV.22 : Caractéristiques mécaniques de la mousse à base de tanin de Quebracho.	124
Figure IV.23 : Comportements mécaniques des mousses a) élastomère, b) élastoplastique, c) élastique-fragile.	125
Figure IV.24 : Évolution de la contrainte de compression en fonction de la déformation pour la mousse de Mimosa.	127
Figure IV.25 : Caractéristiques mécaniques de la mousse à base de tanin de Mimosa.	128
Figure IV.26 : Observation des échantillons après un essai de compression monotone.	129
Figure IV.27 : Evolution de la contrainte de compression en fonction de la déformation pour la mousse de Quebracho.	130
Figure IV.28 : Caractéristiques mécaniques de la mousse à base de tanin de Quebracho.	132
Figure V.1 : Constitution des structures sandwichs.	138
Figure V.2 : Carte micro-densitométrique à rayons X du panneau sandwich bois/mousse/bois.	140
Figure V.3 : Fabrication des peaux.	142
Figure V.4 : Fabrication des blocs de mousse de Tanin.	143
Figure V.5 : Constituants d'un panneau sandwich.	144
Figure V.6 : Étapes de la préparation des peaux.	145
Figure V.7 : Étapes de la préparation de l'âme.	146
Figure V.8 : Étapes de préparation des échantillons de poutres sandwichs.	147
Figure V.9 : Étapes de préparation des échantillons de poutres sandwichs.	149
Figure V.10 : Dispositif d'essai de flexion sur machine de traction/compression.	150
Figure V.11 : Courbe charge-déplacement des poutres sandwich à épaisseur d'âme $e_a = 20$ mm pour a) une âme en mousse Mimosa et b) une âme en mousse Quebracho.	152
Figure V.12 : Courbe charge-déplacement des poutres sandwich à épaisseur d'âme $e_a = 40$ mm pour a) une âme en mousse Mimosa et b) une âme en mousse Quebracho.	153
Figure V.13: Courbes moyenne charge-déplacement des poutres sandwichs pour différentes épaisseurs $e_a = 20$ et 40 mm pour a) une âme en mousse Mimosa et b) une âme en mousse Quebracho.	155

- Figure V.14: Courbes moyennes charge-déplacement des poutres sandwichs pour différentes âmes en mousse Mimosa et Quebracho pour a) $e_a = 20$ mm et b) $e_a = 40$ mm. 156
- Figure V.15: Diagrammes de barre des grandeurs moyennes élastiques calculées en flexion 3 points. 159
- Figure V.16 : Modes de rupture classiques dans les structures sandwichs en flexion 3 points. 160
- Figure V.17: 1^{er} mode d'endommagement, relevé pour les poutres sandwichs à épaisseur d'âme $e_a = 20$ mm. 161
- Figure V.18: 2^{ème} mode d'endommagement, relevé pour les poutres sandwichs à épaisseur d'âme $e_a = 40$ mm. 162
- Figure V.19: 3^{ème} mode d'endommagement, relevé pour les poutres sandwichs à épaisseur d'âme $e_a = 40$ mm. 163

Liste des Tableaux

Tableau I.1 : Composition chimique en pourcentage des constituants des fibres végétales.	15
Tableau I.2 : Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales .	15
Tableau I.3 : Propriétés mécaniques en traction de quelques fibres végétales.	16
Tableau I.4 : Nomenclature des flavonoïdes.	27
Tableau I.5 : Classification des différents types de tanins condensés.	27
Tableau II.1 : Caractéristiques géométriques des éprouvettes de traction.	39
Tableau II.2 : Caractéristiques géométriques et densité de fibres courtes d'Alfa.	44
Tableau II.3 : Propriétés en traction des composites à fibres courtes d'Alfa.	54
Tableau II.4 : Propriétés en flexion des composites à fibres courtes d'Alfa.	58
Tableau II.5 : Résilience mesurée par choc Charpy des composites à fibres courtes d'Alfa.	61
Tableau III.1 : Propriétés mécaniques des faisceaux de fibres d'Alfa.	68
Tableau III.2 : Comparaison avec les propriétés mécaniques des faisceaux de fibres d'Alfa disponibles dans la littérature.	69
Tableau III.3 : Propriétés mécaniques de la résine.	69
Tableau III.4 : Les conditions aux limites représentent un chargement uni-axial de traction.	70
Tableau III.5 : Variables d'entrée d'un modèle de plaque fibre d'alpha/Greenpoxy.	78
Tableau III.6 : Caractéristiques de la fonction de distribution de la contrainte équivalente.	79
Tableau III.7 : Ordre d'arrivée des fibres dominantes.	84
Tableau III.8 : Résultats d'analyse probabiliste pour un taux de fibres 5 %.	86
Tableau III.9 : Résultats d'analyse probabiliste pour un taux de fibres de 10%.	88
Tableau III.10 : Résultats d'analyse probabiliste pour un taux de fibres de 15%.	91
Tableau III.11 : Résultats d'analyse probabiliste pour un taux de fibres de 20%.	92
Tableau IV.1 : Critères de classement des mousses solides.	98
Tableau IV.2 : Formulation des mousses de tanins.	102
Tableau IV.3 : Propriétés physiques de l'alcool furfurylique.	103
Tableau IV.4 : Comparaison des tanins de Mimosa et de Quebracho.	108
Tableau IV.5 : Formulation standard de mousses tanins.	109
Tableau IV.6 : Formulations en pourcentage de mousses tanins.	109
Tableau IV.7 : Masses volumiques apparente et réelle pour les deux types de mousse.	119
Tableau IV.8 : Propriétés de cisaillement de la mousse à base de tanin de Mimosa.	121
Tableau IV.9 : Propriétés de cisaillement de la mousse à base de tanin de Quebracho.	124
Tableau IV.10 : Propriétés mécaniques de la mousse à base de tanin de Mimosa.	127
Tableau IV.11 : Propriétés mécaniques de la mousse à base de tanin de Quebracho.	130
Tableau V.1 : Effet de l'épaisseur de l'âme du sandwich sur ses paramètres caractéristiques.	139

Tableau V.2 : Résistance à la flexion et module d'élasticité des peaux et des panneaux sandwichs à âme en mousse de Tanin.	141
Tableau V.3 : Propriétés mécaniques de la plaque composite retenue comme peau de sandwich.	142
Tableau V.4 : Propriétés mécaniques des mousses Mimosa et Quebracho.	143
Tableau V.5 : Grandeurs géométriques des spécimens pour l'essai de flexion.	148
Tableau V.6 : Synthèse des grandeurs élastiques calculées pour les deux catégories de poutres sandwichs.	157
Tableau V.7 : Grandeurs moyennes élastiques calculées pour les deux catégories de poutres sandwichs.	158

Table des matières

Remerciement	
Dédicaces	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Table des matières	
Introduction générale	1
Chapitre I : Étude bibliographique.	
I.1 Introduction.....	7
I.2 Les fibres végétales.....	8
I.2.1 Description des fibres végétales et leurs compositions.....	8
I.2.1.1 Cellulose.....	9
I.2.1.2 Hémicellulose.....	11
I.2.1.3 La lignine.....	13
I.2.1.4 La pectine	13
I.2.1.5 Les cires	14
I.2.2 Propriétés des fibres végétales.....	14
I.2.2.1 Avantages et inconvénients	16
I.2.3 Classification.....	17
I.2.4 Les fibres d'Alfa	17
I.2.4.1 Morphologie.....	19
I.2.4.2 Répartition géographique	19
I.2.4.3 Domaine d'application	21
I.3 Les tanins.....	23
I.3.1 Classification	24
I.3.1.1 Tanins hydrolysables.....	24
I.3.1.2 Tanins condensés	24
I.3.2 Propriétés.....	28
I.3.3 Domaines d'application	28
I.3.3.1 La mousse.....	28
I.3.3.1 Composite à partir de résine de tanin	28
I.4 Conclusion.....	29
I.4 Références	30

Chapitre II : Étude expérimentale des composites biosourcés.

II.1 Introduction	35
II.2 Matériaux et techniques d'essai	35
II.2.1 Matériaux.....	35
II.2.1.1 Fibres courtes d'Alfa	35
II.2.1.2 Résine Greenpoxy 56.....	36
II.2.2 Préparation des échantillons.....	37
II.2.2.1 Préparation des plaques composites	37
II.2.2.2 Taux de fibres et taille des fibres	40
II.2.3 Essais de caractérisation.....	40
II.2.3.1 Inventaire des techniques utilisées.....	40
II.2.3.2 Essais mécaniques	41
II.3 Résultats et discussion	42
II.3.1 Analyse de la fibre	42
II.3.1.1 Masse volumique des fibres.....	42
II.3.1.2 Caractéristiques géométriques des fibres d'Alfa	44
II.3.2 Analyse de la matrice.....	44
II.3.2.1 Optimisation du cycle de polymérisation	44
II.3.2.2 Comportement mécanique de la matrice.....	46
II.3.3 Analyse du composite	48
II.3.3.1 Dispersion des fibres dans la matrice.....	48
II.3.3.2 Masse volumique	51
II.3.3.3 Taux de porosités	51
II.3.3.4 Tenue mécanique en tension	53
II.3.3.5 Tenue mécanique en flexion	56
II.3.3.6 Mesure de la résilience par essai de choc.....	60
II.4 Conclusion	62
II.5 Références.....	64

Chapitre III : Étude mécano probabiliste.

III.1 Introduction.....	66
III.2 Caractéristiques mécaniques des éléments constituant la plaque en composite	66
III.2.1 Fibres d'Alfa	66
III.2.2 Résine.....	69
III.3 Méthodologie de programmation sous Ansys.....	69
III.4 Modélisation de la plaque composite	70
III.4.1 la géométrie.....	70
III.4.2 Maillage de la géométrie	71

III.4.2.1 Éléments BEAM188	72
III.4.2.2 Élément SHELL63.....	73
III.4.3 Conditions de fixation et de chargement de la plaque composite	73
III.5 Analyse mécano probabiliste	75
III.5.1 Analyse de la sensibilité par élément finis	76
III.5.2 Système de conception probabiliste	76
III.5.3. Modèle probabiliste d'une plaque en composite.....	77
III.5.4 Analyse et résultats.....	78
III.5.5 Analyse de sensibilité des variables de sortie.....	80
III.6 Analyse de sensibilité en fonction des fibres dominantes	82
III.6.1 Effet des variables d'entrée les plus influentes.....	82
III.6.2 Effet du nombre de fibres influentes considéré	83
III.6.3 Effet du coefficient de variation et de la fraction massique de fibres.....	84
III.7 Conclusion	94
III.8 Références	96

Chapitre IV : Caractérisation mécanique des mousses de tanin.

IV.1 Introduction	97
IV.2 Les mousses rigides de tanins	101
IV.2.1 Préparation et matériaux utilisés.....	101
IV.2.1.1 Identification des produits utilisés.....	103
IV.2.2 Préparation de la mousse	108
IV.2.2.1 Problèmes rencontrés lors de mise en œuvre.....	110
IV.2.2.2 Préparation des échantillons	111
IV.2.3 Approches expérimentales	111
IV.2.3.1 Analyse de la morphologie des mousses de tanins.....	112
IV.2.3.2 Détermination de la masse volumique.....	112
IV.2.3.3 Essais destructifs de compression et cisaillement	113
IV.3 Résultats et discussion	115
IV.3.1 Morphologies des mousses de tanins	115
IV.3.2 Analyse de la masse volumique.....	117
IV.3.3 Analyse de l'essai de cisaillement.....	119
IV.3.3.1 Mousse à base de tanin de <i>Mimosa</i>	120
IV.3.3.2 Mousse à base de tanin de <i>Quebracho</i>	122
IV.3.4 Analyse de l'essai de compression.....	125
IV.3.4.1 Mousse à base de tanin de <i>Mimosa</i>	126
IV.3.4.2 Mousse à base de tanin de <i>Quebracho</i>	129
IV.4 Conclusion	132
IV.5 Références.....	134

Chapitre V : Etude expérimentale des poutres sandwichs biosourcés.

V.1 Introduction.....	138
V.2 Matériel et technique d'essai	142
V.2.1 Matériaux	142
V.2.2 Préparation des échantillons	143
V.2.2.1 Préparation des peaux	144
V.2.2.2 Préparation de l'âme	145
V.2.2.3 Préparation des échantillons de panneaux sandwich	146
V.2.3 Protocole expérimental	147
V.2.4 Théories des poutres sandwichs	150
V.2.4.1 Calcul de la contrainte normale en flexion σ	151
V.2.4.2 Contrainte de cisaillement τ de l'âme	151
V.3 Résultats et discussions	152
V.3.1 Flexion trois points	152
V.3.1.1 Présentation des résultats	152
V.3.1.2 Effet de l'épaisseur sur le comportement des poutres sandwichs.....	154
V.3.1.3 Effet du type d'âme sur le comportement des poutres sandwichs.....	154
V.3.1.4 Paramètres élastiques des poutres sandwichs.....	156
V.3.1.5 Modes d'endommagement	159
V.4 Conclusions	163
V.5 Références	165
Conclusion générale	168

Article

Annexe

Résumé

Abstract

Introduction générale

Actuellement, les produits naturels utilisés comme renforts pour les composites (fibres végétales), mais aussi comme colle ou isolant thermique, suscitent un vif intérêt pour leur nature dégradable dans l'écosystème et respectueuse de l'environnement [1]. Leur utilisation a désormais dépassé le stade artisanal ; elle est concernée par un large éventail d'industries et d'applications allant de l'aéronautique aux équipements automobiles, bateaux et sportifs. Les avantages des produits d'origine végétale sont nombreux, telles que leur faible densité, souvent leur faible coût, leur recyclabilité, ainsi que pour ce qui concerne les fibres l'existence de traitements moins polluants que pour les fibres artificielles de verre et de carbone [2]. L'utilisation de ces produits dans les matériaux composites présente également des inconvénients, tels qu'une faible résistance thermique et une absorption élevée de l'humidité [3]. Leurs nombreux avantages font d'eux toutefois une alternative de substitution à des produits artificiels non renouvelables issus de la pétrochimie [4], [5]. C'est dans cette optique que les bio-composites ont été développées [1]. En plus, de leurs caractéristiques mécaniques intéressantes et leur recyclabilité potentielle, leur légèreté et leur rentabilité font des composites biosourcés un domaine intéressant pour les chercheurs. Il en découle des travaux et innovations brevetées au cours des deux dernières décennies [6]–[9] ont récemment vu le jour.

En Algérie, une vaste superficie est occupée par des plantes fibreuses telles que l'*Alfa* et le palmier dattier. Elles sont aussi en abondance dans les régions d'Afrique du Nord. Après que ces plantes ont été limitée à certaines industries traditionnelles, au pâturage et à la production agricole, cela peut être une solution de développement local et même régional vus les potentialités de cette zone géographique. L'*Alfa* et le palmier dattier les sous-produits de leur culture peuvent constituer des renforts ou des charges pour fabriquer des composites biosourcés locaux. C'est dans ce contexte que notre étude trouve son intérêt. On se propose dans ce travail d'utiliser des matières issues de ces plantes fibreuses et en particulier l'*Alfa* et ses fibres pour préparer des matériaux composites. Ces matériaux doivent posséder certaines propriétés indispensables pour les applications auxquelles ils sont destinés. Leurs propriétés physiques et mécaniques sont étroitement liées aux propriétés des constituants (renfort et matrice) et aux caractéristiques de l'interface liant ces deux composants. L'un des intérêts de produire des composites à base de fibres d'*Alfa* est qu'ils peuvent être utilisés comme peaux pour des panneaux sandwichs biosourcés. Les panneaux sandwich sont des structures composées de deux matériaux différents de sorte que l'âme est disposée entre deux peaux. Par leurs caractéristiques spécifiques, les panneaux sandwich sont très utilisés dans les applications

marines et sont également utilisés dans la construction et les automobiles. Pour leur conception, les sandwichs doivent posséder des peaux rigides et résistantes en flexion reposant sur une âme résistante au cisaillement, ceci peut leur donner une capacité d'absorption des chocs remarquable [10], [11]. Plusieurs types de matériaux d'origine naturelle ont été utilisés comme âmes pour des structures sandwich dans des travaux récents comme le bois de Balsa, le liège [12], le bois de palmier dattier [13] et les mousses à base de tanin [14].

Pour mener à bien ce travail, un état de l'art a été effectué sur les principaux constituants qui entreront dans la conception du sandwich biosourcé. Différentes techniques ont été proposées pour l'obtention des fibres cellulosiques. Celles-ci étant rarement compatibles avec les matrices polymères synthétiques, l'utilisation d'une matrice partiellement biosourcée ou totalement biosourcée est souhaitable [15]. Ainsi, une bonne connaissance de cette nouvelle structure sandwich et des interactions produites entre ses différentes constituantes peaux et âme sera nécessaire.

La partie bibliographique de cette thèse traite essentiellement des différents constituants à base végétale mis en jeu pour la conception de notre bio-composite sandwich. De plus, les principales sources d'obtention de fibres végétales, leurs propriétés, leurs classements dans la littérature sont aussi développés. Nous donnons ainsi un aperçu sur les deux principaux composants de notre sandwich : les fibres d'*Alfa* et le tanin.

Le document sera ensuite structuré en deux grandes parties :

- La première partie aborde en particulier la mise en œuvre et l'élaboration du composite *Alfa/Greenpoxy 56* à différents taux de fibre courtes s'étalant de 0 à 20%. Une caractérisation rigoureuse selon les normes préconisées dans la littérature est présentée afin de déduire les densités et les propriétés mécaniques des fibres d'*Alfa* prélevées de la wilaya de Djelfa et de la résine *Greenpoxy 56* distinctement. Plusieurs techniques de caractérisation sont utilisées pour mettre en évidence l'efficacité de l'ajout des fibres d'*Alfa* à la résine *Greenpoxy* à un taux de fibres bien définies : traction, résilience et flexion trois points. Ces essais permettent a priori de sélectionner la plaque de composite biosourcé la plus appropriée pour une utilisation comme peau de sandwich. En complément, un modèle mécano probabiliste à l'échelle microscopique est développé sous ANSYS-APDL pour étudier la sensibilité à la rupture de la plaque en *Alfa/Greenpoxy 56* sous chargement uni axial en traction, en fonction de plusieurs paramètres d'entrée (diamètre, longueur et orientation de chaque fibre dans la plaque, propriétés mécaniques de la fibre d'*Alfa* et de la matrice *Greenpoxy 56*, etc.) possédant

une incertitude bien définie. Cette étude numérique a permis de confirmer les choix effectués dans la partie expérimentale.

- La seconde partie du document présente une synthèse de l'essentiel des travaux effectués sur les mousses rigides de tanin et de leurs applications dans l'industrie. Une approche expérimentale est mise au point selon la préconisation des normes de caractérisation au cisaillement et à la compression des mousses, pour tester des mousses de tanin polyflavonoïdes (mousse de *Mimosa* et mousse de *Quebracho*). Ceci nous a permis de caractériser deux mousses totalement biosourcées en vue de les utiliser comme âme de sandwich. Le dernier point abordé dans notre étude est finalement l'élaboration et la caractérisation des sandwichs biosourcés élaborés. Ces derniers sont donc constitués de deux peaux en composite *Alfa/Greenpoxy 56* et d'une âme en mousses à base de tanin soit de *Mimosa* soit de *Quebracho* avec des rapports de densité et d'épaisseur totale fixés. La caractérisation des matériaux est quasi statique en flexion trois points afin d'évaluer leurs rigidités à la flexion et en cisaillement et de tirer des conclusions pour d'éventuels emplois de ce type de sandwichs. Enfin, les modes d'endommagement des différents spécimens étudiés sont identifiés et présentés.

Finalement, ce manuscrit est clôturé par une conclusion regroupant les points remarquables de notre travail et de futures perspectives.

Références

- [1] V. Shanmugam *et al.*, « Circular economy in biocomposite development: State-of-the-art, challenges and emerging trends », *Composites Part C: Open Access*, vol. 5, p. 100138, juill. 2021.
- [2] F. Z. Arrakhiz, M. Elachaby, R. Bouhfid, S. Vaudreuil, M. Essassi, et A. Qaiss, « Mechanical and thermal properties of polypropylene reinforced with Alfa fiber under different chemical treatment », *Materials & Design*, vol. 35, p. 318-322, mars 2012.
- [3] A. Bessadok, S. Roudesli, S. Marais, N. Follain, et L. Lebrun, « Alfa fibres for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, n° 2, p. 184-195, févr. 2009.
- [4] R. Sundarakannan, V. Arumugaprabu, V. Manikandan, et S. Vigneshwaran, « Mechanical property analysis of biochar derived from cashew nut shell waste reinforced polymer matrix », *Mater. Res. Express*, vol. 6, n° 12, p. 125349, janv. 2020.
- [5] O. Das *et al.*, « The need for fully bio-based facemasks to counter coronavirus outbreaks: A perspective », *Science of The Total Environment*, vol. 736, p. 139611, sept. 2020, doi: 10.1016/j.scitotenv.2020.139611.
- [6] A. Pizzi et K. L. Mittal, Éd., *Handbook of adhesive technology*, 2nd ed., rev.Expanded. New York: M. Dekker, 2003.
- [7] A. Moubarik, A. Pizzi, A. Allal, F. Charrier, et B. Charrier, « Cornstarch and tannin in phenol-formaldehyde resins for plywood production », *Industrial Crops and Products*, vol. 30, n° 2, p. 188-193, sept. 2009.
- [8] G. Vázquez, G. Antorrena, J. L. Francisco, et J. González, « Properties of phenolic-tannin adhesives from pinus pinaster bark extracts as related to bond quality in eucalyptus plywoods », *Holz als Roh-und Werkstoff*, vol. 50, n° 6, p. 253-256, juin 1992.
- [9] E. von Leyser et A. Pizzi, « The formulation and commercialization of glulam pine tannin adhesives in Chile », *Holz als Roh-und Werkstoff*, vol. 48, n° 1, p. 25-29, janv. 1990.
- [10] A. Krzyżak, M. Mazur, M. Gajewski, K. Drozd, A. Komorek, et P. Przybyłek, « Sandwich Structured Composites for Aeronautics: Methods of Manufacturing Affecting Some Mechanical Properties », *International Journal of Aerospace Engineering*, vol. 2016, p. 1-10, 2016.
- [11] Z. Li, Z. Wang, X. Wang, et W. Zhou, « Bending behavior of sandwich beam with tailored hierarchical honeycomb cores », *Thin-Walled Structures*, vol. 157, p. 107001, déc. 2020.
- [12] N. Lakhder, « Élaboration, caractérisation thermomécanique et hygrothermique d'un composite sandwich multicouches à base de liège et bois de déroulage », Thèse de l'Université M'hamed Bougara Boumerdes, 2015.
- [13] T. Djoudi, « Elaboration et caractérisation de composites bio-sourcés à base de fibres de palmier dattier », Thèse de l'Université Mohamed Khider Biskra, 2019.
- [14] X. Zhou *et al.*, « Lightweight tannin foam/composites sandwich panels and the coldset tannin adhesive to assemble them », *Industrial Crops and Products*, vol. 43, p. 255-260, mai 2013.

- [15] B. Ndazi, J. V. Tesha, S. Karlsson, et E. T. N. Bisanda, « Production of rice husks composites with Acacia mimosa tannin-based resin », *Journal Materials Science*, vol. 41, n° 21, p. 6978-6983, nov. 2006.

Chapitre

I

Étude bibliographique

Sommaire	Page
I.1 Introduction.....	7
I.2 Les fibres végétales.....	8
I.2.1 Description des fibres végétales et leurs compositions.....	8
I.2.1.1 Cellulose.....	9
I.2.1.2 Hémicellulose.....	11
I.2.1.3 La lignine.....	13
I.2.1.4 La pectine.....	13
I.2.1.5 Les cires.....	14
I.2.2 Propriétés des fibres végétales.....	14
I.2.2.1 Avantages et inconvénients.....	16
I.2.3 Classification.....	17
I.2.4 Les fibres d'Alfa.....	17
I.2.4.1 Morphologie.....	19
I.2.4.2 Répartition géographique.....	19
I.2.4.3 Domaine d'application.....	21
I.3 Les tanins.....	23
I.3.1 Classification.....	24
I.3.1.1 Tanins hydrolysables.....	24
I.3.1.2 Tanins condensés.....	24
I.3.2 Propriétés.....	28
I.3.3 Domaines d'application.....	28
I.3.3.1 La mousse.....	28
I.3.3.1 Composite à partir de résine de tanin.....	28
I.4 Conclusion.....	29
I.4 Références.....	30

I.1 Introduction

L'un des éléments qui a suscité un grand intérêt chez les scientifiques et les chercheurs au XXe siècle pour le renforcement des polymères est la fibre naturelle, utilisée comme substituant à la fibre synthétique (fibre de verre et de carbone, etc.). Les fibres naturelles rivalisent avec les fibres synthétiques par leurs nombreuses caractéristiques très distinctes : par exemple elles sont biodégradables, non abrasives et respectueuses de l'environnement [1]–[3]. En plus de leur faible coût, du fait qu'elles sont disponibles dans plusieurs régions du monde – sèches ou humides – leur faible densité leur a permis d'être utilisées dans les domaines industriels tels que l'automobile, la construction, l'aéronautique, l'aérospatial et l'emballage, dépassant ainsi leur utilisation dans les domaines traditionnels et artisanaux [4]–[6].

Le deuxième aspect le plus remarquable est leurs propriétés mécaniques élevées, dont plusieurs travaux ont affirmés la particularité [7], par des essais de caractérisation sur la fibre seule en traction. D'autres travaux ont permis de caractériser des composites polymériques à renfort naturel [8], [9], où les résultats des essais ont donné satisfaction en terme de résistance et rigidité qui ont permis de remplacer les fibres synthétiques dans plusieurs secteurs industriels. Il faut noter en outre que les fibres naturelles n'endommagent pas les équipements industriels comme les fibres de verre ou les fibres de carbone.

Dans ce chapitre, nous allons présenter une vulgarisation sur ces fibres naturelles et plus particulièrement sur les fibres végétales : leur définition, leur morphologie biologique, leurs propriétés et les différentes applications qui peuvent être mises en évidences. Nous consacrons une grande partie sur les fibres d'*Alfa*, objet de notre étude dans les chapitres suivants. L'un des intérêts des fibres d'*Alfa* que c'est une ressource naturelle très abondante à l'ouest de l'Afrique du Nord – du Maroc à la Libye – et en particulier en Algérie vue la grande superficie de son territoire. On peut les trouver également en quantité moindre au nord du bassin méditerranéen (Espagne, Italie, France). L'*Alfa* est l'une des ressources végétales qui n'a pas été massivement exploitée malgré son rendement très important [10]. Ces fibres ont été utilisées dans notre travail comme renfort pour les matériaux composites polymériques puis comme peaux pour élaborer à l'avenir des panneaux sandwichs avec une âme à base de mousse naturelle de tanin. Ce dernier matériau a donc aussi fait l'objet d'une attention particulière dans ce chapitre.

I.2 Les fibres végétales

Les fibres végétales sont principalement composées de cellulose, d'hémicellulose, de lignines et de pectines. Elles sont extraites de la tige, du fruit ou de la feuille d'une plante. Elles sont utilisées surtout pour certaines propriétés inégalées : leur pouvoir d'isolant thermique et leur faible densité [1]. On remarque que seules certaines variétés peuvent donner des propriétés mécaniques remarquables justifiant leur usage comme renfort de matériaux composites. Les fibres libériennes ou fibres d'écorces (Lin, Chanvre, Jute, Kénafe, Ramie ...) – extraites de la tige de la plante – présentent en effet les performances les plus intéressantes compte tenu de leur fonction structurelle au sein de la plante [11]. Les fibres de feuilles (Abaca, Ananas, *Alfa*, Sisal, Phormium ... (Figure I.1)) et les fibres de graines et fruits (Coir, Coton, Kapok, ...) offrent cependant un apport substantiel dans le renforcement des polymères. Les fibres végétales les plus utilisées depuis 1947 pour le renfort des matrices polymères sont issues du lin ou du chanvre [12].

I.2.1 Description des fibres végétales et leurs compositions

Les fibres naturelles sont principalement des fibres ligno-cellulosiques, naturellement elles se présentent sous forme de faisceaux de fibres unitaires (ou élémentaires). La fibre végétale est une cellule biologique. Elle est composée de cellulose, d'hémicelluloses, de lignines, de pectines, de cires et de substances solubles dans l'eau [13]. Les fibres élémentaires étant liées entre elles par une matrice de pectine et d'hémicellulose, elles forment des faisceaux de fibres qui sont communément appelés « fibres végétales » et constituent l'ossature des végétaux [14].

Dans chaque fibre, la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant la cellulose (élément structurant très rigide). Les fibres se présentent alors comme un bio-composite multicouche. La structure basique des chaînes de cellulose – appelées micro-fibrilles – possède des diamètres de 2 à 20 nm. La composition des fibres naturelles varie selon leur origine botanique, les conditions climatiques, leur maturité et leur mode d'extraction.

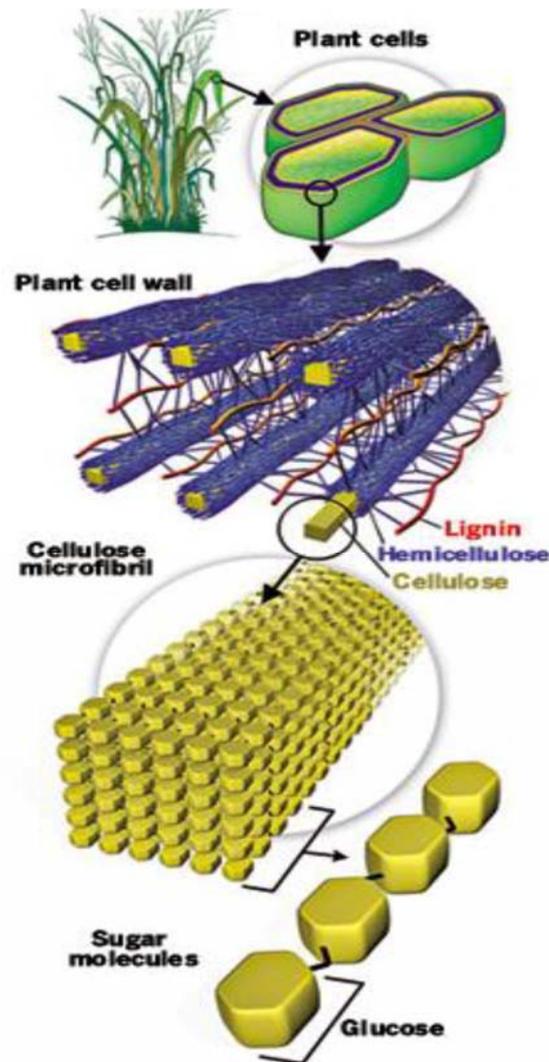


Figure I.1. Représentation schématique de la hiérarchie structurale d'une fibre végétale [15].

I.2.1.1 Cellulose

La cellulose est le bio-polymère naturel le plus abondant sur terre. Elle est présente dans toutes les plantes. Conjointement à la lignine et aux hémicelluloses elle joue un rôle essentiel dans le maintien de la structure et le soutien des parois cellulaires [16]. La cellulose est l'unité structurale de base de toutes les fibres et peut être facilement transformée à partir de la fibre brute (Figure I.2). La cellulose possède des propriétés attrayantes telles que la légèreté, un rapport résistance/poids élevé [13]. La cellulose est constituée de chaînes linéaires d'unités glucopyranose liées par des liaisons glycosidiques β -(1,4) et a une formule générale (Figure I.3) de $(C_6H_{10}O_5)_n$,

où n est le nombre d'unités répétées monomères de β -d-glucopyranose variable avec la source de la cellulose [17]. Le degré de polymérisation est de l'ordre de 14000 dans la cellulose native et de 2500 après purification. La cellulose est immunisée contre la dissolution par l'eau et a une structure hiérarchique comprenant des chaînes (Figure I.4). Ces chaînes macromoléculaires peuvent être disposées soit régulièrement, dans ce cas on parle de régions cristallines, soit de façon aléatoire, et dans ce cas on parle de régions amorphes (Figure I.5). L'accumulation moléculaire à l'intérieur de l'architecture cellulaire procure aussi au matériau d'excellentes propriétés. Les phénomènes d'agrégation se font principalement par le biais de liaisons hydrogène inter et intramoléculaires à l'intérieur des chaînes cellulosiques. Ces chaînes sont organisées de façon parallèle et sont bien triées en une structure en forme de feuille qui se raidit fermement en raison des liaisons hydrogène OH – O entre les chaînes (Figure I.4). À l'intérieur de la structure en couches, les molécules de cellulose s'unissent en de plus grandes unités, appelées fibrilles élémentaires ou microfibrilles ($\varnothing \sim 3$ à 4 nm ; $l \sim 1$ à 2 μm). Les microfibrilles sont combinées en unités plus grandes, appelées macrofibrilles ($\varnothing \sim 15$ à 60 nm), qui se rassemblent dans la fibre de cellulose naturelle ($\varnothing \sim 20$ à 50 μm ; $l \sim 1$ à 4 mm). La cellulose nanofibrillée ou les nanofibrilles cellulosiques confèrent force et rigidité à la charpente végétale. Elle est dénommée "nanocellulose" [18].

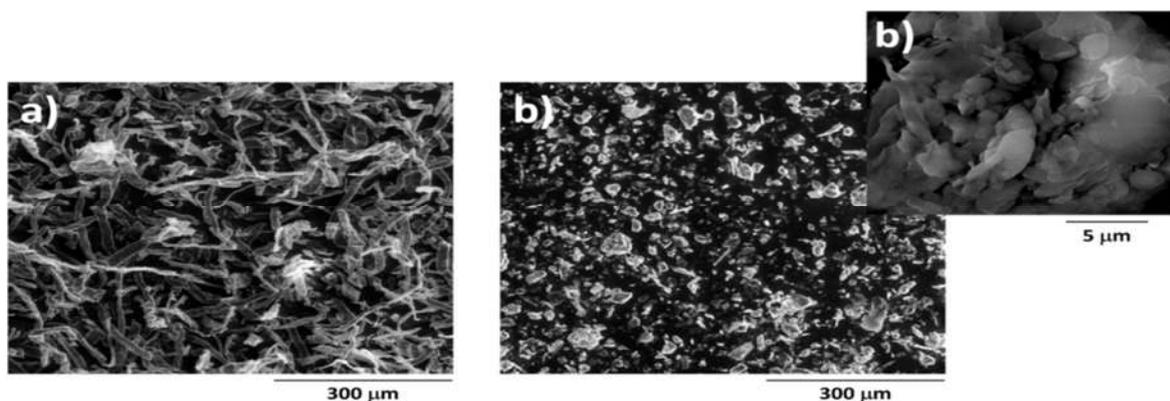


Figure I.2. Micrographies par MEB de a) fibres cristallines de cellulose avant et b) après broyage à boulets [19].

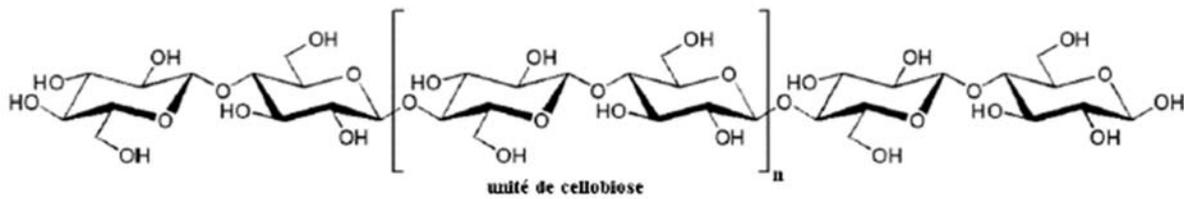


Figure I.3. Structure chimique de la cellulose [20].

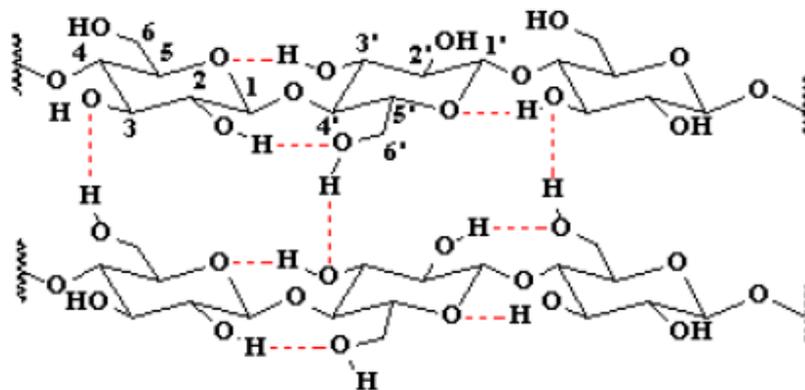


Figure I.4. Liaisons hydrogènes inter et intramoléculeaires entre deux chaînes cellulose [20].

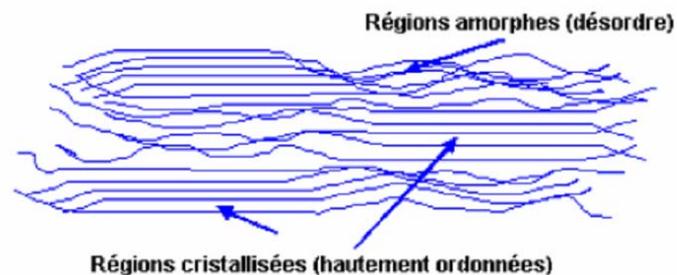


Figure I.5. Structure d'une microfibrille de cellulose.

I.2.1.2 Hémicellulose

Comme la cellulose, l'hémicellulose est constitutive de la paroi des cellules végétales. La structure des hémicelluloses est différente de celle de la cellulose. L'hémicellulose est l'un des composants les plus abondants de la biomasse lignocellulosique après la cellulose et représente environ 15 à 35% de la biomasse lignocellulosique [21]. Soit environ 32 % dans la paille de blé, 32 % dans la paille d'orge et 25 % dans la paille de riz (en poids sec). Elle est constituée de polymères ramifiés hétérogènes de faible poids moléculaire et son degré de polymérisation est

d'environ 80 à 425. La chaîne structurelle de l'hémicellulose est constituée de xylane, de xyloglucane et de mannane (Figure I.6). Le xylan est le principal composant. L'acétylation du xylane peut empêcher l'infection du microbe ainsi que des insectes dans la paroi cellulaire végétale et est nécessaire pour l'assemblage de la paroi secondaire [22]. Contrairement à la cellulose, les hémicelluloses sont généralement solubles dans l'eau et, en règle générale, représentées par des hétéropolymères constitués de plusieurs monosaccharides et acides organiques différents. Les hémicelluloses montrent de grandes variations dans les espèces végétales, et même dans différents organes de la même plante [12].

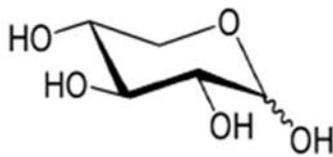
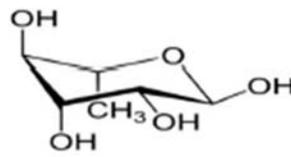
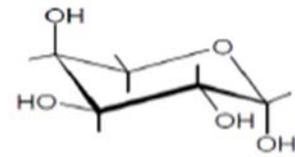
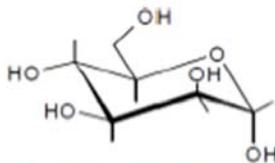
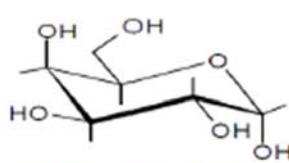
Figure 15. Un monomère de α -D-XyloseFigure 16. Un monomère de α -L-RhamnoseFigure 17. Un monomère de β -L-ArabinoseFigure 18. Un monomère de α -D-MannoseFigure 19. Un monomère de α -D-Galactose

Figure I.6. Structures chimiques des unités de base de l'hémicellulose [1].

Les Xylanes : Sucres majoritaires de la chaîne principale D-Xyl, ils sont à leur tour divisés en sous-groupes définis par la nature du sucre secondaire, nous distinguons les Arabinoxylanes, les Glucuronoarabinoxylanes et les Glucoxylanes. Ce sont des hémicelluloses majeures de la paroi primaire des monocotylédones, riches en acide férulique.

Les Mannanes et les Glucomannanes : Contenus dans la paroi secondaire, ils représentent le sucre principal de la chaîne principale D-Man, elles se divisent en Glucomananes et Galactoglucomananes.

Les Galactanes : Composés exclusivement de monomère de galactose, ils peuvent être linéaires ou bien ramifiés. Les galactanes sont utilisés dans l'industrie alimentaire comme additif alimentaire

pour épaissir ou stabiliser les aliments. L'agar-agar est un galactane contenu dans la paroi cellulaire de certaines espèces d'algues rouges.

Les Glucanes : Abondants dans la paroi primaire des dicotylédones (20 à 30 % des hémicelluloses) et sucres majoritaires de la chaîne principale D-Glc, ils se divisent en 2 sous-groupes, les Xyloglycanes (XylG) et les β -Glucanes (monocotylédones graminées) [1].

I.2.1.3 La lignine

Dans la paroi cellulaire végétale, la lignine est associée à la cellulose et à l'hémicellulose (Figure I.7). Son pourcentage varie de 10 à 30% dans la biomasse ligno-cellulosique. L'industrie du papier et de la pâte à papier à elle seule produit en outre environ 50 millions de tonnes de lignine, mais actuellement la lignine n'est utilisée qu'en grande quantité pour la production de produits de faible valeur tels que la production de vapeur [23]. Il agit généralement comme un composant majeur qui entrave la saccharification enzymatique de la biomasse ligno-cellulosique dans le domaine de l'énergie de la biomasse [24]. La lignine est un polymère tridimensionnel avec une structure chimique complexe qui est composé de diverses unités monomères (C9) à chaîne latérale alkyle phénolique-C3 ($C\alpha - C\beta - C\gamma$) de manière non linéaire et aléatoire par le biais de liaisons éther et de liaisons carbone-carbone. Les monolignols sont appelés unités p-hydroxyphényl (H), gäiacyl (G) et syringyl (S) [25].

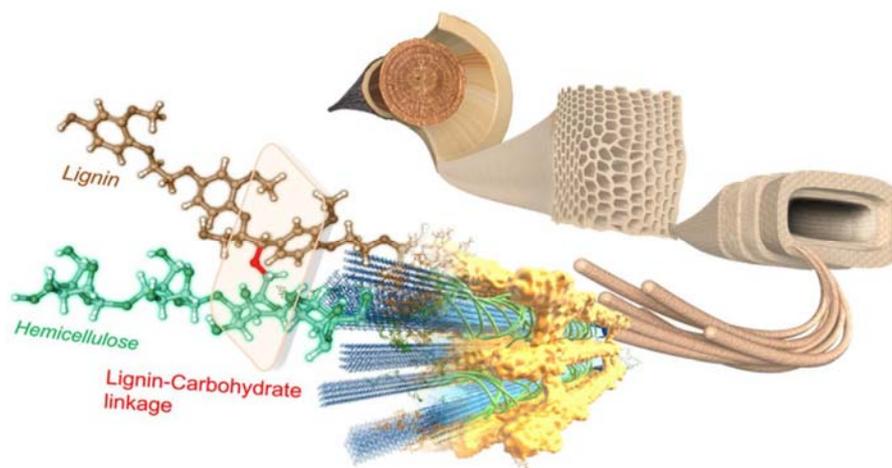


Figure I.7. Vue en trois dimensions du complexe glucidique de la lignine dans la cellule végétale [26].

I.2.14 La pectine

La pectine est un hétéropolysaccharide anionique largement distribué dans la paroi cellulaire végétale supérieure qui pourrait réguler le métabolisme des graisses et le microbiote intestinal. L'homogalacturonane (HG) et le rhamnogalacturonane I (RG-I) sont les principales structures de la pectine, et sont principalement composés d'acide D-galacturonique (D GalA), de L-rhamnose (L-Rha) et de sucres neutres (Figure I.8). L'HG représente environ 60% de la pectine totale, se compose de Gal-A lié par un revêtement, dont certains sont méthyles ou acétylés. Le RG-I se compose de D-GalA et de L-Rha liés en alternance qui sont modifiés par des sucres neutres au niveau des résidus de L-Rha [27]–[29]. La pectine est capable de piéger l'eau pour former des gels à faible concentration, conduisant à des applications comme stabilisant, agent épaississant ou gélifiant dans la confiserie, la boulangerie, les confitures et les produits laitiers. Elle peut non seulement être considéré comme une fibre alimentaire, des prébiotiques ou un substitut des graisses, mais aussi montrer un potentiel nutraceutique pour abaisser le cholestérol [30].

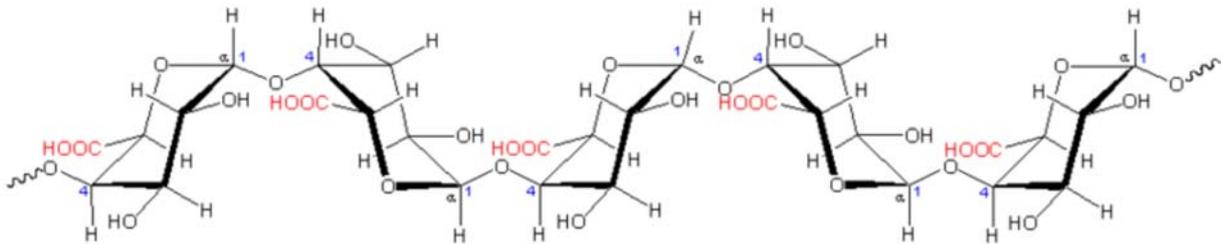


Figure I.8. Représentation de la molécule de pectine [1].

I.2.15 Les cires

Les cires sont des constituants des fibres naturelles, qui peuvent être extraits avec des solutions organiques. Ces matériaux se composent de différents types d'alcools insolubles dans l'eau et de plusieurs acides tels que l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique [31]. Le Tableau I.1 donne la composition chimique et les proportions de chaque substance (cellulose, lignine, hémicelluloses, pectine et cire) des fibres végétales les plus utilisées [1].

I.2.2 Propriétés des fibres végétales

Les fibres végétales sont d'une manière générale de bons renforts pour les matrices thermoplastiques ou thermodurcissables à cause de leur résistance relativement grande et leur faible densité. Certaines caractéristiques des fibres de chanvre et de lin atteignent des valeurs très proches de celles des fibres de verre E (Tableau I.3) [1]. Les propriétés des fibres végétales présentent une variabilité très importante et cela est dû à leur origine, leur composition physico-chimique, leur structure, leur angle micro fibrillaire, leur section et leur pourcentage en cellulose (Tableau I.2) [1], [32].

Tableau I.1. Composition chimique en pourcentage des constituants des fibres végétales.

<i>Fibres</i>	<i>Cellulose</i>	<i>Hémicelluloses</i>	<i>Lignine</i>	<i>Pectine</i>	<i>Cire</i>
Coton	85–90	5,7	0,7–1,6	0–1	0,6
Lin	71	18,6–20,6	2,2	2,3	1,7
Chanvre	70–74	17,9–22,4	3,7–5,7	0,9	0,8
Jute	61,1–71,5	13,6–20,4	12–13	0,2	0,5
Ramie	68,6–76,2	13,1–16,7	0,6–0,7	1,9	0,3
Sisal	66–78	10–14	10–14	10	2
Coco	32–43	0,15–0,25	40,5	3	4
Alfa	45	24	24	5	2

Tableau I.2. Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales [32].

<i>Nature des fibres</i>	<i>Longueur (mm)</i>	<i>Diamètre (µm)</i>	<i>Angle Microfibrillaire (°)</i>	<i>Ratio L/D</i>
Lin	4–77	5–76	10	1687
Chanvre	5–55	10–51	6,2	960
Ramie	40–250	16–126	7,5	3500
Kénaf (filasse)	1,4–5	14–23	–	124
Kénaf (bois)	0,4–1,1	18–37	–	20
Jute	–	25–200	8	110
Sisal	0,8–8	7–47	20	100
Noix de coco	0,3–1	12–24	45	35

Pin	2,7–4,6	32–43	–	97
Sapin	2,7–4,6	32–43	–	97
Tremble	0,7–1,6	20–30	–	48
Coton	35	19	33	1842
Alfa	5–50	5–95	–	1964

Tableau I.3. Propriétés mécaniques en traction de quelques fibres végétales [1].

<i>Fibres</i>	<i>E (GPa)</i>	<i>δ (MPa)</i>	<i>All%</i>	<i>Densité</i>
Coton	5,5–12,6	287–597	7–8	1,5– 1,6
Lin	58	1339	3,27	1,53
Chanvre	35	389	1,6	1,07
Jute	26,5	393–773	1,5–1,8	1,44
Ramie	61,4–128	400–938	1,2–3,8	1,56
Sisal	9–21	350–700	3–7	1,45
Coco	4–6	131–175	15,40	1,15
Alfa	12,7	75–154	1,6	1,51
Verre E	70–86	2000–4570	2,5–2,8	2,5
Aramide	63–67	3000–3150	3,3–3,7	1,4

I.2.2.1 Avantages et inconvénients

Les fibres végétales comme tous les produits ont des avantages et des inconvénients [33]. Les avantages d'utilisation des fibres naturelles par rapport aux fibres synthétiques de verre et de carbone sont nombreux [25]–[28] :

- ✓ faible coût,
- ✓ faible densité,
- ✓ abondance,
- ✓ renouvelables, recyclables, biodégradables,
- ✓ bonnes propriétés spécifiques,
- ✓ non irritant pour la peau,
- ✓ consommation d'énergie réduite,
- ✓ risque faible pour la santé,

- ✓ faible usure des équipements industriels de transformation.

En contrepartie, les fibres naturelles présentent aussi certains inconvénients, tels que [29]–[33] :

- ✓ qualité variable de la fibre selon son origine,
- ✓ changement des propriétés dans un environnement humide,
- ✓ mauvaise interaction fibre-matrice,
- ✓ conditions d'opérations limitées en température.

I.2.3 Classification

Les fibres végétales sont divisées en cinq groupes selon leur origine (Figure I.9) :

- les fibres libériennes, extraites du liber : le lin, le chanvre et le kenaf,
- les fibres de feuille : l'abaca, la palme et le sisal,
- les fibres de graine : le coton et le kapok,
- les fibres de fruit : les noix de coco,
- les fibres des tiges : l'*Alfa*, les pailles de céréales, le bambou et le maïs. [15].

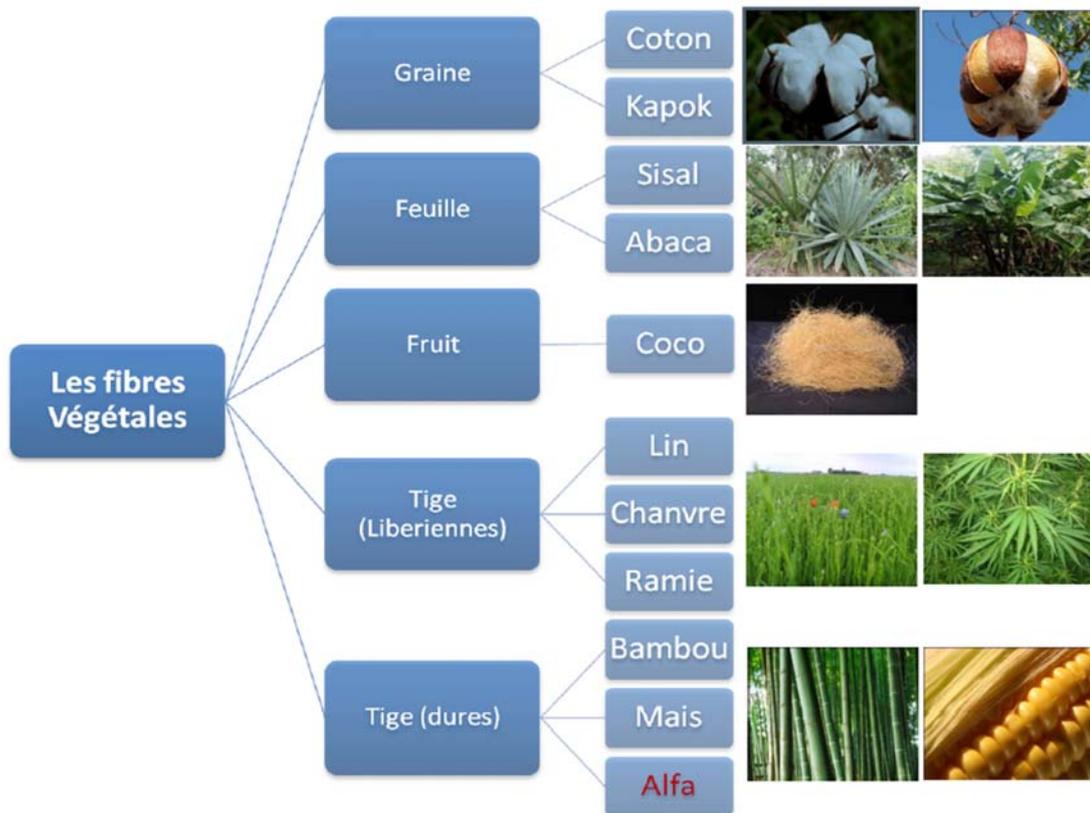


Figure I.9. Classification des fibres végétales selon leur origine [1].

I.2.4 Les fibres d'Alfa

On a vu que les fibres végétales sont utilisées comme matériau de renforcement dans des structures polymériques pour la fabrication de composants légers utilisés dans le secteur de l'habitat, la carrosserie automobile, l'industrie de l'emballage, les panneaux de séparation, l'aérospatial, ... etc. Le remplacement d'un matériau conventionnel (fibre de verre) par une fibre naturelle (chanvre) a permis une réduction de 20% des coûts et de 23% du poids d'une pièce [34]. Ce nouveau type de matériaux pourrait être utilisé, par exemple, comme cloison de séparation dans la superstructure des navires en vue de l'alléger. C'est dans cette perspective que notre travail sur la valorisation des fibres d'Alfa est abordé, à l'instar du chanvre, du lin, du sisal qui est exploités et valorisés dans leurs régions d'origine depuis des décennies et ont donné leur preuve dans différents domaines. Dans notre région du Maghreb – et plus précisément en Algérie – les fibres d'Alfa peuvent être mieux valorisées dans des secteurs industriels autres que le secteur historique de la pâte à papier de haute qualité.

Les fibres d'*Alfa* sont extraites de la plante *Alfa* du nom arabe de l'herbe sparte ou *stippatenacissima*, que l'on trouve dans les régions sèches de l'Afrique du Nord sous forme de touffes vivaces. Cette plante cultivée sur des sols argileux légers est constituée de tiges de forme cylindrique d'une hauteur d'un mètre au maximum (Figure I.10). Le coût d'une tonne de tige d'*Alfa* brut ne dépasse pas les 60 dollars et 160 dollars sous forme de fibres traitées [35]. Sa composition chimique a été estimée à 45% de cellulose, 25% de pentozane, 23% de lignine, 5% de cire et 2% de cendres [36].

Cette plante très écologique, car sa culture nécessite très peu d'eau et aucune protection par insecticide ou pesticide [15]. Récemment, ces fibres sont utilisées comme renfort pour la mise en œuvre de matériaux composites écologiques [6], [15]. Le module d'Young de la fibre élémentaire d'*Alfa* est de l'ordre de 13.4 GPa, et de 944 MPa en résistance à la traction [6].



Figure I.10. La plante Alfa.

I.2.4.1 Morphologie

La plante d'*Alfa* est constituée deux parties principales la partie aérienne et la partie souterraine (Figure I.11). De bas en haut on trouve les racines – avec une profondeur de plus d'un mètre – le rhizome qui est une tige à partir de laquelle se développent les racines, et la partie aérienne qui est constituée de plusieurs branches portant des gaines emboîtées les unes dans les autres surmontées de limbes de 30 à 120 cm de longueur. La face inférieure des limbes est légèrement brillante, la face supérieure porte de fortes nervures. L'une et l'autre sont recouvertes d'une cire isolante qui permet à la plante de résister à la sécheresse [1].

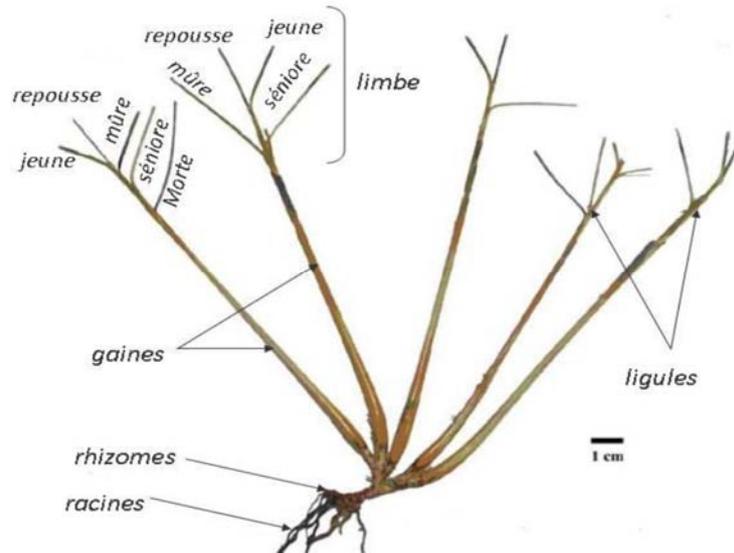


Figure I.11. Morphologie de la plante d'Alfa [1].

I.2.4.2 Répartition géographique

La plante d'*Alfa* est une graminée vivace qui pousse sur les terrains semi-arides. C'est l'une des espèces xérophiles qui caractérise le mieux les milieux arides méditerranéens à l'exclusion des secteurs désertiques. Comme dit en introduction, sa terre d'élection est l'Afrique du Nord, tout particulièrement les hauts plateaux du Maroc et de l'Algérie. Mais cette espèce est présente aussi en Espagne, au Portugal, aux Baléares, et elle s'étend vers l'est jusqu'en Égypte en passant par la Tunisie et la Libye. En France, elle serait présente uniquement dans le département du Var. Au sud et à l'est, la limite naturelle de l'*Alfa* est déterminée par la sécheresse en bordure du Sahara. En revanche, au nord et à l'ouest, c'est l'humidité croissante du climat qui l'élimine de la flore, elle est beaucoup plus rare dans les zones subhumide et surtout humide [1].

En Algérie (Figure I.12), l'*Alfa* est abondant dans la région oranaise, depuis le littoral jusqu'aux monts des Ksours, sur les hauts plateaux de la région de Ksar Chellala, Djelfa, autour de Bou Saada, jusqu'aux montagnes de Ouled Nail et autour de Laghouat. À l'est, elle se répartit surtout dans les régions ouest et sud de Sétif. Elle couvre également une partie importante des versants de montagne du massif des Aurès [31].

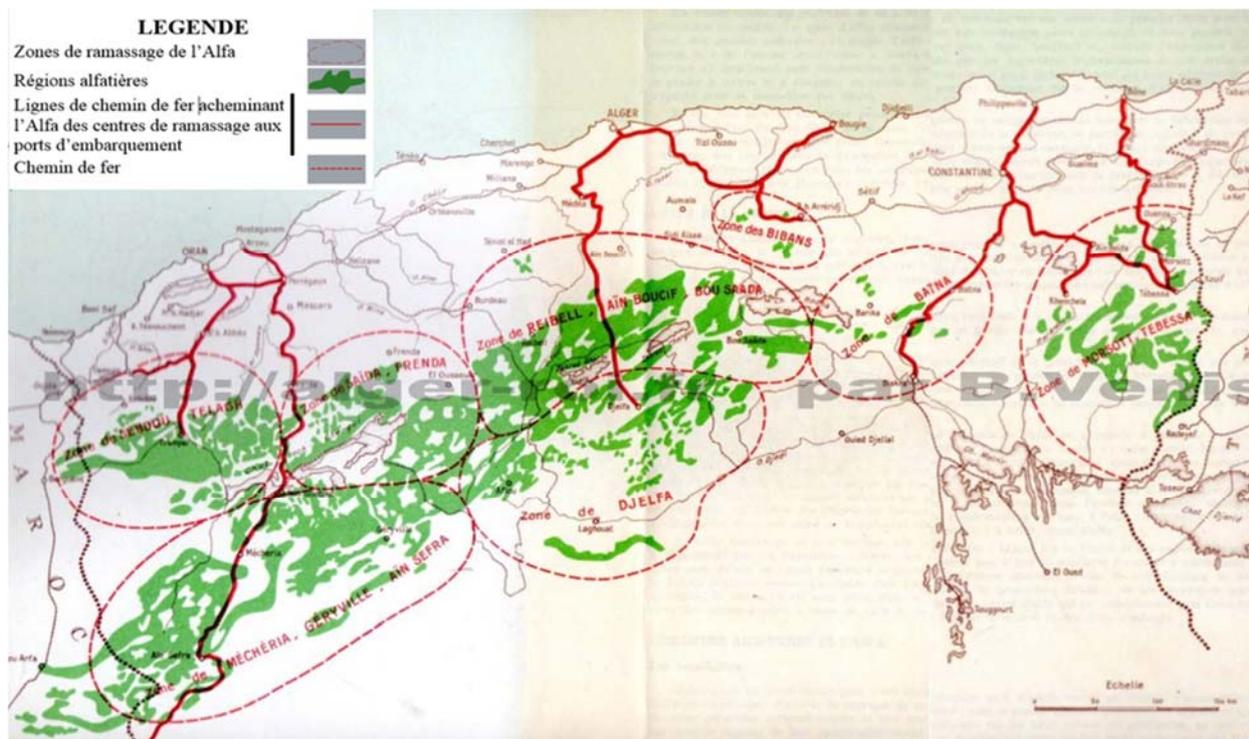


Figure I.12. Répartition de la plante d'Alfa en Algérie.

La répartition mondiale connue est estimée à [1] :

- Algérie : 4.000.000 ha
- Maroc : 3.186.000 ha
- Tunisie : 600.000 ha
- Lybie : 350.000 ha
- Espagne : 300.000 ha

En France, seule la plante voisine de l'Alfa, l'Oyat, est utilisée pour lutter contre l'érosion des dunes du littoral.

I.2.4.3 Domaine d'application

On peut classer les applications de l'Alfa en deux aspects principaux suivant :

- **Applications artisanales** : Les tiges brutes de la plante sont utilisées pour la confection d'objet et d'outils traditionnels par la population locale où l'Alfa est abondant. Elle est filée

ou tressée et même tissée pour les cordages, les tapis, les paniers et d'autres objets à usage quotidien (Figure I.13).



Figure I.13. Objets traditionnels à base de tige d'Alfa.

- **Pâturage** : l'Alfa pousse dans des zones sèches et arides, ce qu'il fait d'elle une source de nourriture pour les animaux sauvages tels que la gazelle et d'autres animaux herbivores. Pour les nomades, cette région est ainsi une zone de pâturage pour les chameaux, bovins et moutons (Figure I.14).



Figure I.14. Champ de pâturage d'Alfa.

Combustible : Le pouvoir calorifique très énergétique de l'Alfa varie respectivement de 4666 kcal/kg pour les brins d'un an et de 5160 et 5163 kcal/kg pour les brins âgés de deux ans et

de trois ans. Ceci lui confère un usage énergétique important sous forme de briquettes combustibles en remplacement ou en appoint au bois de feu [30].

La pâte à papier : Les fibres d'*Alfa*, riche en cellulose, sont principalement utilisées dans la production de papiers de haute qualité (papier noble pour la décoration, les cigarettes et les applications diélectriques pour les condensateurs) (Figure I.15). Cela lui a donné une grande importance économique dans notre pays où la part de la pâte à papier à base d'*Alfa* dans la production nationale est de l'ordre de 12 000 à 70 000 T/an. Ce taux de production est en constante augmentation et pourra atteindre dans les dix prochaines années les 30 000 T/an [35].



Figure I.15. Illustrations de la pâte d'*Alfa*.

- **Renfort :** La fibre d'*Alfa* est l'un des futurs renforts pour les matériaux composites biodégradables (éco-composite). Par ses performances mécaniques, elle s'aligne avec la plupart des fibres naturelles, voire synthétique pour certains aspects. La fibre d'*Alfa* et ses applications génèrent en conséquence un intérêt croissant pour les scientifiques.

I.3 Les tanins

Les tanins constituent le quatrième composant de la biomasse après la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. Les tanins se trouvent dans toutes les plantes en différentes proportions (Figure I.16). La plus grande proportion est trouvée dans l'écorce. Ils jouent un rôle d'arme chimique contre les attaques biologiques naturelles, parce que les tanins sont difficilement assimilables par les champignons et les insectes. La plupart des tanins commerciaux sont extraits industriellement par une simple extraction à l'eau chaude, à partir de copeaux de bois, d'écorce, de galle ou encore d'autres matières végétales. Les tanins utilisés majoritairement pour la réalisation

de mousses naturelles sont les tanins condensés. Leur composition chimique hydroxy-aromatique et leur grande réactivité avec les durcisseurs (formaldéhyde, hexamine, etc.) ont été la clé de leur développement dans les colles à bois [37]–[40].

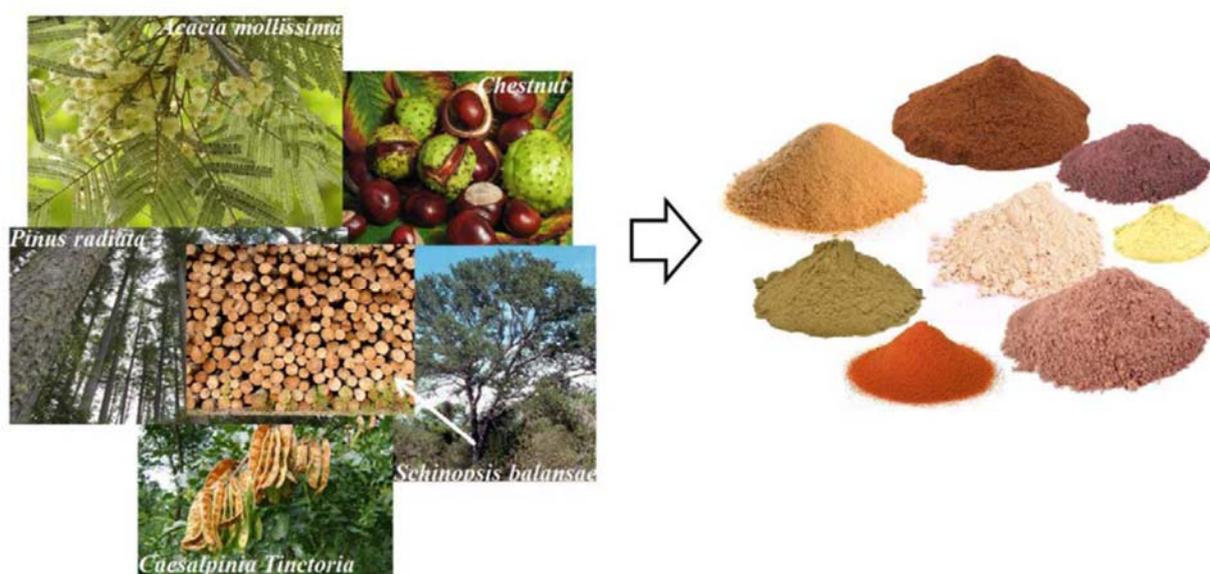


Figure I.16. Quelques exemples de plantes riches en tanin et leurs extraits de tanin. [41].

I.3.1 Classification

Les chercheurs ont classé les tanins selon leurs compositions chimiques en deux catégories, les tanins hydrolysables et les tanins condensés.

I.3.1.1 Tanins hydrolysables

Les tanins hydrolysables sont composés de produits phénoliques simples. Ce sont l'acide gallique, l'acide digallique, l'acide ellagique (Figure I.17) et des monosaccharides (surtout du glucose). Leur nom provient de leur hydrolyse facile à l'aide d'acides ou de bases. Ils sont classés en gallo-tanin et en ellago-tanins. Malgré sa grande disponibilité, leur utilisation industrielle est limitée au domaine des colles, en vertu de leur faible réactivité avec le formaldéhyde [42]–[44].

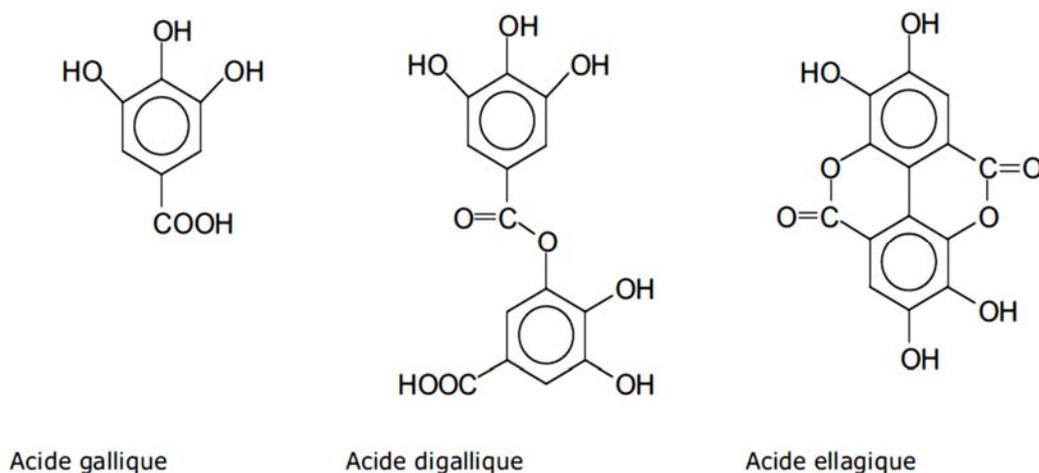


Figure I.17. Quelques tanins hydrolysables [42].

I.3.1.2 Tanins condensés

Les tanins condensés (Tableau I.5), constituant plus de 90% de la production mondiale totale de tanins commerciaux (200 000 tonnes par an), sont à la fois chimiquement et économiquement les plus intéressants pour la préparation d'adhésifs et de résines [45]. Différents types de tanins condensés sont formés à partir d'unités flavonoïdes [46] et présentant différents degrés de polymérisation. L'unité de flavonoïdes est composée principalement de deux anneaux A et B (Figure I.18). Sachant qu'il y a deux types d'anneau A et deux types d'anneau B [47], on peut trouver quatre type de tanins condensés.

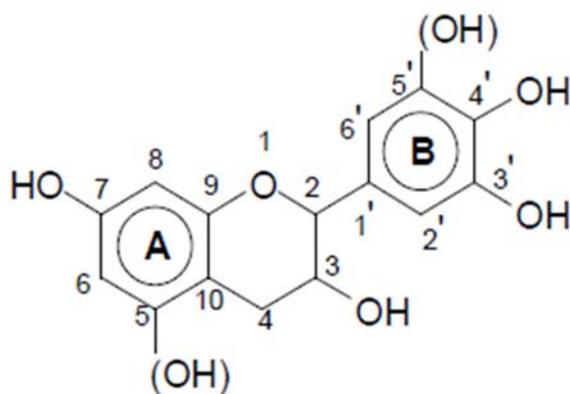


Figure I.18: Schéma d'un flavonoïde et sa numérotation [47].

Les deux types d'anneau A et les deux types d'anneau B :

- L'anneau A est appelé Résorcinol si ne porte pas de OH au point 5 et Phloroglucinol s'il porte OH au point 5.
- L'anneau B est appelé Catéchol si ne porte pas de OH au point 5' et Pyrogallol s'il porte OH au point 5'.

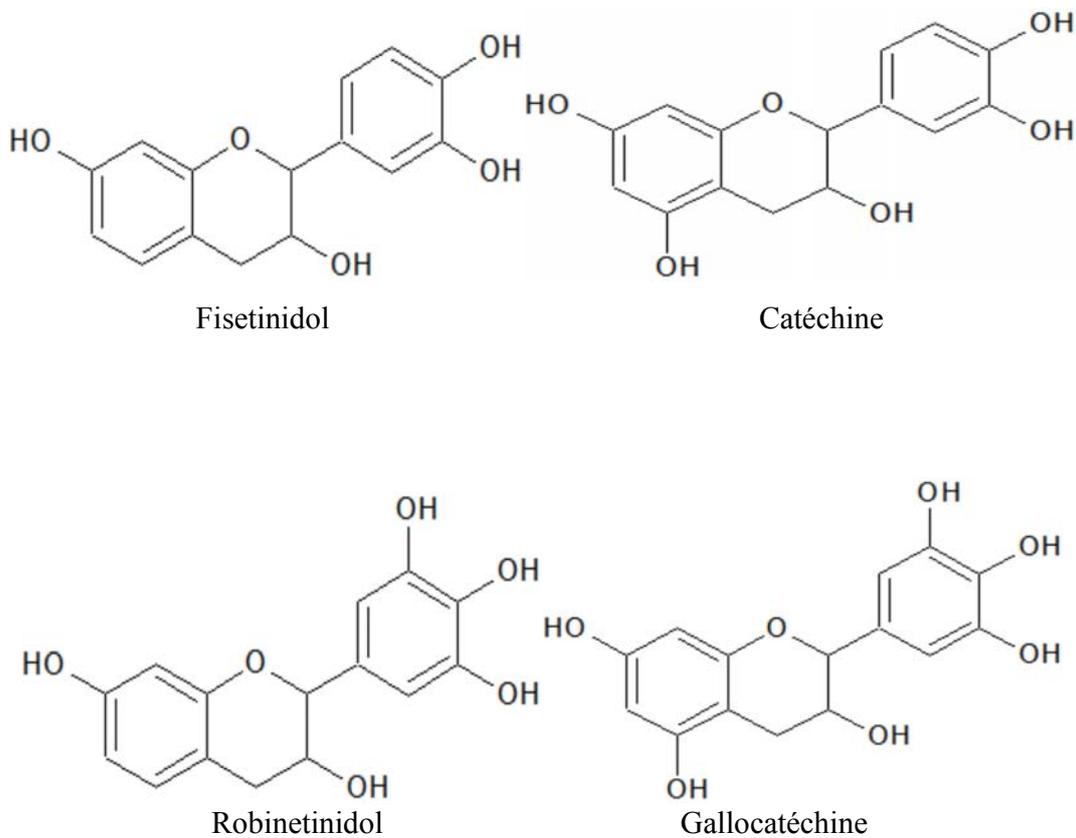


Figure I.19. Quatre types de monoflavonoïdes [38]..

1. Liaison de l'anneau A (Résorcinol) avec l'anneau B (Catéchol), nous obtenons (Fiserinidol) le type de Flavonoïde et (Profisterinidine) le type de Polyflavonoïde.
2. Liaison de l'anneau A (Résorcinol) avec l'anneau B (Pyrogallol), nous obtenons (Robinetinidol) le type de Flavonoïde et (Prorobinetinidine) le type de Polyflavonoïde.
3. Liaison de l'anneau A (Phloroglucinol) avec l'anneau B (Catéchol), nous obtenons (Catéchine) le type de Flavonoïde et (Procyanidine) le type de Polyflavonoïde.

4. Liaison de l'anneau A (Phloroglucinol) avec l'anneau B (Pyrogallol), nous obtenons (Gallicatéchine) le type de Flavonoïde et (Prodelphinidine) le type de Polyflavonoïde.

Une nomenclature des polyflavonoïdes a été définie à partir de ces différents types d'anneaux (Figure I.19, Tableau I.4) [38]:

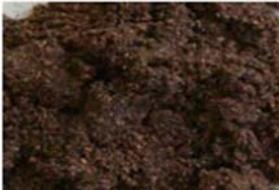
Tableau I.4. Nomenclature des flavonoïdes.

Type de l'anneau A	Type de l'anneau B	Flavonoïde	Polyflavonoïde
Résorcinol	Catéchol	Fisetinidol	Profisetinidine
Résorcinol	Pyrogallol	Robinetinidol	Prorobinetinidine
Phloroglucinol	Catéchol	Catéchine	Procyanidine
Phloroglucinol	Pyrogallol	Gallicatéchine	Prodelphinidine

Pour le type d'anneau A, la proportion de phloroglucinol par rapport au résorcinol permet de déterminer la réactivité du tanin vis à vis des aldéhydes et de présager de la qualité du réseau d'enchevêtrement. Pour l'anneau B, la proportion de noyaux de type pyrogallol par rapport aux noyaux de type catéchol influe sur l'ouverture de l'hétérocycle pyranique et détermine le type de réarrangement à envisager pour la structure suivant les conditions alcalines ou basiques [47].

Tableau I.5. Classification des différents types de tanins condensés [40], [44].

Extraits	Type des flavonoïdes	Enchaînement	Zone de l'extrait	Degré de polymérisation	Aspect
Mimosa (Acacia Mearnsi ou mollissima)	Probinetinidine	4-6	Écorce	Élevé	
Quebracho (Schinopsis Balansae)	Profistinidine	4-6	Toute la structure	Élevé	

<i>Pin</i> (Pinus Radiata)	Procyanidine	4–8	Écorce	Très élevé	
<i>Pecan</i> (Carya Illinoensis)	Procyanidine	4–8	Noix de moelle	Très élevé	
<i>Gambir</i> (Uncaria Gambir)	Procyanidine	4–8	Feuilles	Bas	

I.3.2 Propriétés

Les tanins végétaux peuvent se combiner aux protéines pour donner des complexes solubles ou insolubles. Ils possèdent – malgré leur différence de constitution – un ensemble de caractères communs [44] :

- ✓ Ils précipitent les protéines de leur solution, en particulier la gélatine.
- ✓ Ils donnent, avec les sels des métaux lourds, des laques de couleurs variées ; en particulier on obtient des laques de couleur bleu-noire avec les sels de fer.
- ✓ Ils précipitent avec les matières colorantes cationiques.
- ✓ Ils sont plus ou moins solubles dans l'eau, leurs solutions sont toujours acides. En raison de la taille de leurs molécules et de leur tendance à se polymériser par oxydation, les solutions aqueuses de tanins se comportent comme des dispersions colloïdales.
- ✓ Ils sont amorphes et sans point de fusion précis.
- ✓ Ils sont capables de se fixer sur la substance dermique de la peau en tripe et de la transformer en cuir.

I.3.3 Domaines d'application

I.3.3.1 La mousse

Les mousses de tanins peuvent remplacer les mousses industrielles phénols formaldéhyde dans la mesure où elles présentent des propriétés comparables, étant donné que les tanins sont des composés naturels généralement de faible coût (650 € par tonne). Les tanins condensés commerciaux les plus couramment utilisés pour les mousses de tanin sont les tanins d'écorce de mimosa (*Acacia mearnsii*, ou *mollissima*) et les tanins du bois de quebracho (*Schinopsis balansae* et *Schinopsilorentzii*) [48].

I.3.3.1 Composite à partir de résine de tanin

En 2012 Nicollin *et al.* [49] ont élaboré des composites biosourcés à base des fibres naturelles (fibres de lin et de chanvre) et de trois résines de tanin différentes. Deux résines de tanins de mimosa (en utilisant des sulfités et non-sulfités) et une résine de tanins de quebracho sulfités. Tous ces composites biosourcés ont été testés à l'absorption d'eau selon la norme française EN 622-2. Ils ont trouvé des propriétés identiques pour les composites biosourcés de tanins mimosa non sulfité et de quebracho (16,3% et 16,9% de gonflement respectivement). Le composite biosourcé élaboré avec le troisième tanin a donné 12,8% de gonflement.

I.4 Conclusion

Notre travail s'inscrit dans un partenariat entre l'Université des Sciences et des Technologies d'Oran Mohamed Boudiaf et l'Université de Caen Normandie. L'objectif de ce partenariat consiste à explorer les pistes d'utilisation des matériaux végétaux peu exploités que l'on trouve facilement en Algérie pour développer localement une filière d'élaboration de matériaux composites biosourcés.

Ce chapitre introductif a pour but de présenter les deux principaux matériaux naturels qui seront utilisés dans ce travail de doctorat : la fibre d'*Alfa* et la farine de tanin. Leur utilisation sera valorisée par un travail exploratoire visant à élaborer des panneaux sandwichs d'âme en mousse de tanin et de peau en *Alfa-Greenpoxy* 56.

I.4 Références

- [1] M. Dallel, « Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil », Thèse de l'Université de Haute Alsace, 2012.
- [2] Z. Mahboob, I. El Sawi, R. Zdero, Z. Fawaz, et H. Bougherara, « Tensile and compressive damaged response in Flax fibre reinforced epoxy composites », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 92, p. 118-133, janv. 2017.
- [3] E. Ameri, L. Laperrière, et G. Lebrun, « Mechanical characterization and optimization of a new unidirectional flax/paper/epoxy composite », *Compos. Part B Eng.*, vol. 97, p. 282-291, juill. 2016.
- [4] V. V. D. Thi, « Matériaux composites à fibres naturelles / polymère biodégradables ou non », Thèse de l'Université de Grenoble et de l'Université des Sciences de Hochiminh Ville, 2011.
- [5] R. Potluri, V. Diwakar, K. Venkatesh, et B. Srinivasa Reddy, « Analytical Model Application for Prediction of Mechanical Properties of Natural Fiber Reinforced Composites », *Mater. Today Proc.*, vol. 5, n° 2, p. 5809-5818, 2018.
- [6] F. Z. Arrakhiz, M. Elachaby, R. Bouhfid, S. Vaudreuil, M. Essassi, et A. Qaiss, « Mechanical and thermal properties of polypropylene reinforced with Alfa fiber under different chemical treatment », *Mater. Des.*, vol. 35, p. 318-322, mars 2012.
- [7] H. Ku, H. Wang, N. Pattarachaiyakoo, et M. Trada, « A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites », *Compos. Part B Eng.*, vol. 42, n° 4, p. 856-873, juin 2011.
- [8] S. Amroune *et al.*, « Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (*Phoenix dactylifera* L.) », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 71, p. 95-106, avr. 2015.
- [9] G. Coroller *et al.*, « Effect of flax fibres individualisation on tensile failure of flax/epoxy unidirectional composite », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 51, p. 62-70, août 2013.
- [10] A. Maghchiche, A. Haouam, et B. Immirzi, « Extraction and Characterization of Algerian Alfa Grass Short Fibers (*Stipa Tenacissima*) », *Chem. Chem. Technol.*, vol. 7, n° 3, p. 339-344, sept. 2013.
- [11] F. Chegiani, « Analyse multiéchelle de l'usinage des matériaux biosourcés: Application aux agrocomposites », Thèse de l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2017.
- [12] T. Arai *et al.*, « Structural characterization of hemicellulose released from corn cob in continuous flow type hydrothermal reactor », *J. Biosci. Bioeng.*, vol. 127, n° 2, p. 222-230, févr. 2019.
- [13] M. Arun, S. Vincent, et R. Karthikeyan, « Development and characterization of sisal and jute cellulose reinforced polymer composite », *Mater. Today Proc.*, p. S2214785319342488, janv. 2020.

- [14] A. Sauget, « Développement de matériaux composites fibreux hautes performances à matrice bio-sourcée », Thèse de l'Université de Lorraine, 2014.
- [15] K. Borchani, « Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa », Thèse de L'École Nationale d'Ingénieurs de Sfax, 2016.
- [16] K. J. Ong, J. D. Ede, C. A. Pomeroy-Carter, C. M. Sayes, M. R. Mulenos, et J. A. Shatkin, « A 90-day dietary study with fibrillated cellulose in Sprague-Dawley rats », *Toxicol. Rep.*, vol. 7, p. 174-182, janv. 2020.
- [17] E. Galiwango, N. S. Abdel Rahman, A. H. Al-Marzouqi, M. M. Abu-Omar, et A. A. Khaleel, « Isolation and characterization of cellulose and α -cellulose from date palm biomass waste », *Heliyon*, vol. 5, n° 12, p. e02937, nov. 2019.
- [18] A. Zaman, F. Huang, M. Jiang, W. Wei, et Z. Zhou, « Preparation, Properties, and Applications of Natural Cellulosic Aerogels: A Review », *Energy Built Environ.*, vol. 1, n° 1, p. 60-76, janv. 2020.
- [19] M. Stanzione *et al.*, « Tuning of polyurethane foam mechanical and thermal properties using ball-milled cellulose », *Carbohydr. Polym.*, vol. 231, p. 115772, mars 2020.
- [20] H. Saad, « Développement de bio-composites à base de fibres végétales et de colles écologiques », Thèse de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour, 2013.
- [21] S. Banerjee, A. F. Patti, V. Ranganathan, et A. Arora, « Hemicellulose based biorefinery from pineapple peel waste: Xylan extraction and its conversion into xylooligosaccharides », *Food Bioprod. Process.*, vol. 117, p. 38-50, sept. 2019.
- [22] K. Wang *et al.*, « Characterization of hemicelluloses in *Phyllostachys edulis* (moso bamboo) culm during xylogenesis », *Carbohydr. Polym.*, vol. 221, p. 127-136, oct. 2019.
- [23] M. Usman Khan et B. Kiaer Ahring, « Anaerobic digestion of biorefinery lignin: Effect of different wet explosion pretreatment conditions », *Bioresour. Technol.*, vol. 298, p. 122537, févr. 2020.
- [24] C. Xu *et al.*, « Comparative study on the properties of lignin isolated from different pretreated sugarcane bagasse and its inhibitory effects on enzymatic hydrolysis », *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 146, p. 132-140, mars 2020.
- [25] J. Wu, G. Chang, X. Li, J. Li, et Q. Guo, « Effects of NaOH on the catalytic pyrolysis of lignin/HZSM-5 to prepare aromatic hydrocarbons », *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, p. 104775, janv. 2020.
- [26] C. G. Yoo, X. Meng, Y. Pu, et A. J. Ragauskas, « The critical role of lignin in lignocellulosic biomass conversion and recent pretreatment strategies: A comprehensive review », *Bioresour. Technol.*, vol. 301, p. 122784, avr. 2020.
- [27] Y. Jiang, Y. Xu, F. Li, D. Li, et Q. Huang, « Pectin extracted from persimmon peel: A physicochemical characterization and emulsifying properties evaluation », *Food Hydrocoll.*, vol. 101, p. 105561, avr. 2020.

- [28] Sucheta, N. N. Misra, et S. K. Yadav, « Extraction of pectin from black carrot pomace using intermittent microwave, ultrasound and conventional heating: Kinetics, characterization and process economics », *Food Hydrocoll.*, vol. 102, p. 105592, mai 2020.
- [29] M. Noguchi, Y. Hasegawa, S. Suzuki, M. Nakazawa, M. Ueda, et T. Sakamoto, « Determination of chemical structure of pea pectin by using pectinolytic enzymes », *Carbohydr. Polym.*, vol. 231, p. 115738, mars 2020.
- [30] W. Wang *et al.*, « Manothermosonication (MTS) treatment by a continuous-flow system: Effects on the degradation kinetics and microstructural characteristics of citrus pectin », *Ultrason. Sonochem.*, vol. 63, p. 104973, mai 2020.
- [31] M. Khaldi, « Modélisation micromécanique de la propagation des fissures aux interfaces fibre d'alfa/résine époxy d'un composite unidirectionnel », Thèse de l'Université de Science et de la Technologie Oran, 2017.
- [32] A. Y. Nenonene, « Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage », Thèse de l'Université de Toulouse, 2009.
- [33] A. Bessadok *et al.*, « Effect of chemical treatments of Alfa (*Stipa tenacissima*) fibres on water-sorption properties », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, n° 3, p. 685-697, mars 2007.
- [34] G. W. Beckermann et K. L. Pickering, « Engineering and evaluation of hemp fibre reinforced polypropylene composites: Fibre treatment and matrix modification », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 39, n° 6, p. 979-988, juin 2008.
- [35] S. Ben Brahim et R. Ben Cheikh, « Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, n° 1, p. 140-147, janv. 2007.
- [36] M. Rokbi, H. Osmani, A. Imad, et N. Benseddiq, « Effect of chemical treatment on Flexure Properties of Natural Fiber-reinforced Polyester Composite », *Procedia Eng.*, vol. 10, p. 2092-2097, 2011.
- [37] P. J. Navarrete Fuentes, « Adhésifs naturels à base de tanin, tanin/lignine et tanin/gluten pour la fabrication de panneaux de bois », Thèse de l'Université de Lorraine, 2011.
- [38] M.-C. Lagel, « Développement de nouveaux matériaux à base de polymères naturels et leurs applications », Thèse de l'Université de Lorraine, 2015.
- [39] M.-C. Lagel, A. Martínez de Yuso, A. Pizzi, A. Celzard, et V. Fierro, « Développement et caractérisation de mousses à base de tanins de Quebracho », *Matér. Tech.*, vol. 102, n° 1, p. 104, mars 2014.
- [40] G. Tondi, C. W. Oo, A. Pizzi, A. Trosa, et M. F. Thevenon, « Metal adsorption of tannin based rigid foams », *Ind. Crops Prod.*, vol. 29, n° 2, p. 336-340, mars 2009.
- [41] C. D. Sánchez, « Nouvelles méthodes d'optimisation et de caractérisation de mousses à base de tanins pour l'isolation thermique du bâtiment », Thèse de l'Université de Lorraine, 2017.

-
- [42] M. Letellier, « Optimisation de mousses de carbone dérivées de tannin par l'étude et la modélisation de leurs propriétés physiques », Thèse de l'Université de Lorraine, 2015.
- [43] M. Thebault, « Développement de trois différents types de matériaux innovants à base de tannins », Thèse de l'Université de Lorraine, 2014.
- [44] F. J. Santiago-Medina, « Tanins condensés pour mousses rigides et nouvelles réactions de réticulations des matériaux poly-phénoliques », Thèse de l'Université de Lorraine, 2017.
- [45] D. Efhamisisi, « Preservation of plywood against biological attack with low environmental impact using tannin-boron preservative », Thesis in Co-supervision: University of Tehran-University of Montpellier, 2015.
- [46] X. Zhou, « Evolution des colles à panneaux bois extérieurs synthétiques(MUF), colles naturelles et soudage sans colle », Thèse de l'Université de Lorraine, 2013.
- [47] X. Li, « Mousses rigides et élastiques à base de tannins et d'albumine — Préparation, caractérisation et modification », Thèse de l'Université de Lorraine, 2013.
- [48] U. H. B. Abdullah, « Développement de stratifiés de papiers imprégnés à base de résine de tannin de mimosa et d'alcool furfurylique », Thèse de l'Université de Lorraine, 2014.
- [49] A. Nicollin, R. Kueny, L. Toniazzo, et A. Pizzi, « High-density biocomposite from natural fibers and tannin resin », *J. Adhes. Sci. Technol.*, vol. 26, n° 10, p. 1537-1545, juin 2012.

Chapitre

II Étude expérimentale des composites biosourcés

Sommaire	Page
II.1 Introduction	35
II.2 Matériaux et techniques d'essai	35
II.2.1 Matériaux.....	35
II.2.1.1 Fibres courtes d'Alfa	35
II.2.1.2 Résine Greenpoxy 56.....	36
II.2.2 Préparation des échantillons.....	37
II.2.2.1 Préparation des plaques composites	37
II.2.2.2 Taux de fibres et taille des fibres	40
II.2.3 Essais de caractérisation.....	40
II.2.3.1 Inventaire des techniques utilisées.....	40
II.2.3.2 Essais mécaniques	41
II.3 Résultats et discussion	42
II.3.1 Analyse de la fibre	42
II.3.1.1 Masse volumique des fibres.....	42
II.3.1.2 Caractéristiques géométriques des fibres d'Alfa	44
II.3.2 Analyse de la matrice.....	44
II.3.2.1 Optimisation du cycle de polymérisation	44
II.3.2.2 Comportement mécanique de la matrice.....	46
II.3.3 Analyse du composite	48
II.3.3.1 Dispersion des fibres dans la matrice.....	48
II.3.3.2 Masse volumique	51
II.3.3.3 Taux de porosités	51
II.3.3.4 Tenue mécanique en tension	53
II.3.3.5 Tenue mécanique en flexion	56
II.3.3.6 Mesure de la résilience par essai de choc.....	60
II.4 Conclusion	62
II.5 Références.....	64

II.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats d'une étude expérimentale des composites biosourcés constitués d'une matrice *Greenpoxy 56* et de fibres courtes d'*Alfa*, destinés à être utilisés ultérieurement dans la fabrication de peaux de panneaux sandwichs. Cette étude repose sur deux variables, la première est la taille des fibres et la seconde est le taux de fibres. Pour atteindre cet objectif, nous avons récolté la plante d'*Alfa* dans la wilaya de Djelfa en Algérie, puis nettoyé et broyé ces tiges d'*Alfa*, divisé à l'aide de tamis les fibres d'*Alfa* en trois tailles différentes. Nous avons ensuite mesuré la densité et les caractéristiques morphologiques de chaque taille de fibres. Après élaboration des composites fibres courtes d'*Alfa/Greenpoxy 56*, des essais de traction, de flexion et de choc sur des éprouvettes extraites de ces plaques ont permis de déterminer leurs propriétés mécaniques de rigidité et de tenue mécanique. En conclusion nous avons pu choisir le matériau le plus adapté à une utilisation comme peaux de panneaux sandwichs.

II.2 Matériaux et techniques d'essai

II.2.1 Matériaux

II.2.1.1 Fibres courtes d'*Alfa*

Les fibres d'*Alfa* que nous avons utilisé dans cette partie ont été récoltées au niveau de la wilaya Djelfa. Il convient de préciser que le cahier des charges initial du projet est que le procédé de préparation des fibres d'*Alfa* doit être réalisable avec des moyens techniques simples, peu énergétiques et sans traitement chimique. Le but est, à terme, de développer une filière de valorisation de cette agro-ressource par l'industrie du Maghreb.

Avant de commencer l'extraction mécanique, un travail préliminaire s'impose afin de mieux préparer les tiges aux différents traitements, cette préparation va faciliter et augmenter l'efficacité d'extraction. On doit d'abord éliminer la terre, les racines, les poussières ou tout autre type d'impuretés. Pour faciliter le processus de broyage, les tiges d'*Alfa* ont été séchées pendant une semaine sous le soleil et découpées en morceaux entre cinq et dix centimètres avec des ciseaux. Cette étape fastidieuse et manuelle est nécessaire pour alimenter de manière correcte le broyeur à couteaux électrique utilisé pour l'étape suivante. Les morceaux des tiges d'*Alfa* ont été broyés dans un broyeur électrique à lame. Pour finir, un tamisage avec des différents tamis allant de 0,5 mm à 2,5 mm permet de séparer les fibres en fonction de leur longueur, depuis la farine jusqu'à des particules de plusieurs millimètres de long (Figure II.1).

Avec le tamis 0,5 mm, les particules obtenues sont de faible dimension, et le produit de tamisage ressemble à de la farine. Nous n'avons pas retenu ce produit pour le reste de notre travail. Seules les particules obtenues avec les tamis 1,6 mm, 2 mm et 2,5 mm (Figure II.2) seront donc utilisées, on notera ces fibres taille 1, 2 ou 3.

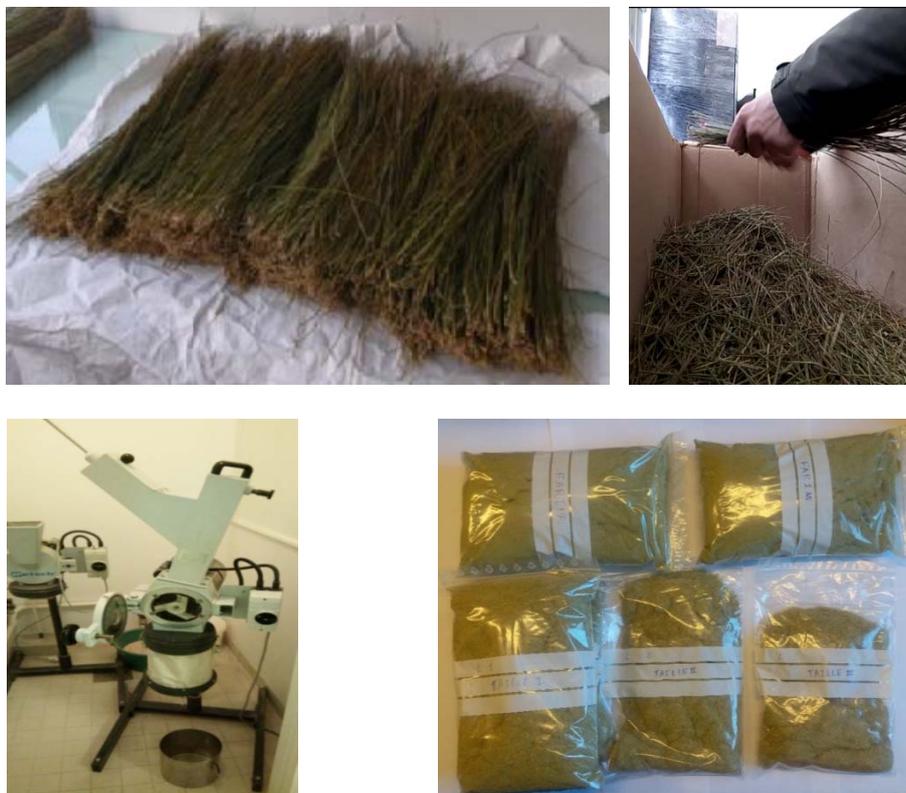


Figure II.1 : Étapes de préparation des fibres courtes d'Alfa.

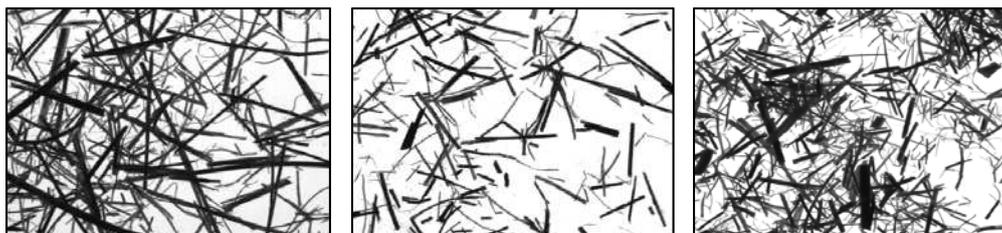


Figure II.2 : Catégories des fibres courtes d'Alfa obtenues selon les tamis de séparation utilisés (tamis de 1,6 mm, 2 mm et 2,6 mm).

II.2.12 Résine Greenpoxy 56

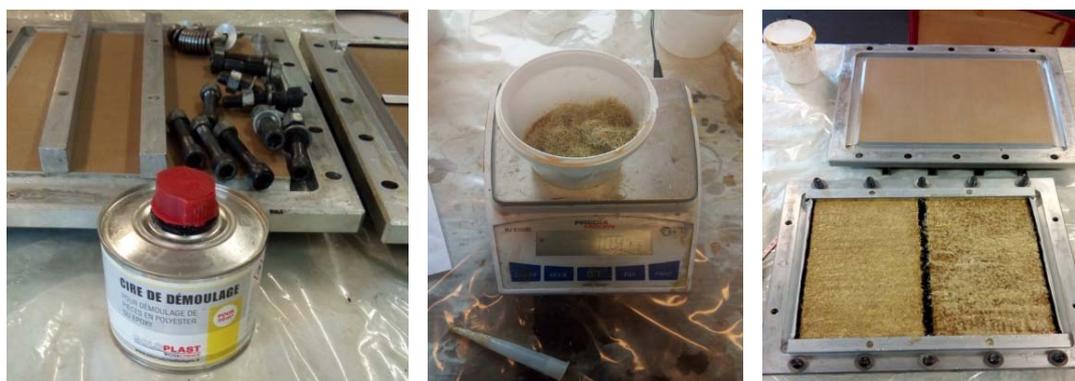
La matrice utilisée dans notre travail est une résine partiellement biosourcée, d'origine végétale à près de 56% d'après le fournisseur Sicomin. Elle est obtenue par un mélange de deux composants, une résine référencée *Greenpoxy 56* et un durcisseur référencé *SD Greenpoxy 505 V2*, en proportion massique de 100g de résine pour 42 g de durcisseur.

II.2.2 Préparation des échantillons

II.2.2.1 Préparation des plaques composites

La figure II.3 présente les différentes étapes d'élaboration des plaques composites fibres courtes d'*Alfa/Greenpoxy 56*, ainsi que le cycle thermique de polymérisation :

1. Le moule et le contre moule sont constitués de deux plaques d'aluminium recouvertes d'un film de démoulage.
2. Par précaution, un cirage supplémentaire est appliqué sur le moule et le contre moule pour faciliter le démoulage.
3. La préparation du mélange fibre/matrice époxy nécessite un pesage séparé de chaque élément (résine, durcisseur, fibre). Le mélange est fait à la main, dans un récipient, en veillant à être le plus régulier possible et éviter des zones pauvres en fibre.
4. Après obtention d'un mélange homogène, il est versé dans le moule, un joint externe souple évite que cette pâte très visqueuse s'écoule en dehors du moule.
5. Un jeu de cales d'épaisseur calibrée (4 mm) permet d'ajuster l'épaisseur de la plaque composite durant la fermeture par le contre-moule, le serrage est effectué par des vis réparties en périphérie. Par ce moyen, on assure une régularité des épaisseurs pour l'ensemble des spécimens.
6. La polymérisation complète est faite en plusieurs étapes successives. Il faut noter que cette résine est fortement exothermique, le cycle de polymérisation doit donc se faire de façon très progressive pour éviter un dégagement de chaleur trop intense.
7. Le cycle de polymérisation a fait l'objet d'une étude et d'une optimisation respectant les consignes du fournisseur de résine *Greenpoxy 56* qui sera détaillée dans la suite du manuscrit.



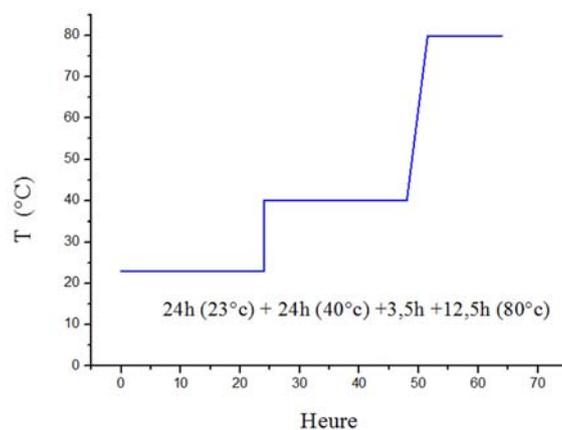


Figure II.3 : Etapes d'élaboration du composite alpha/Greenpoxy avec le cycle de polymérisation.

La figure II.4 présente les images obtenues par photographie optique avec un rétroéclairage des plaques composites et donne un aperçu des taux des fibres dans la matrice.

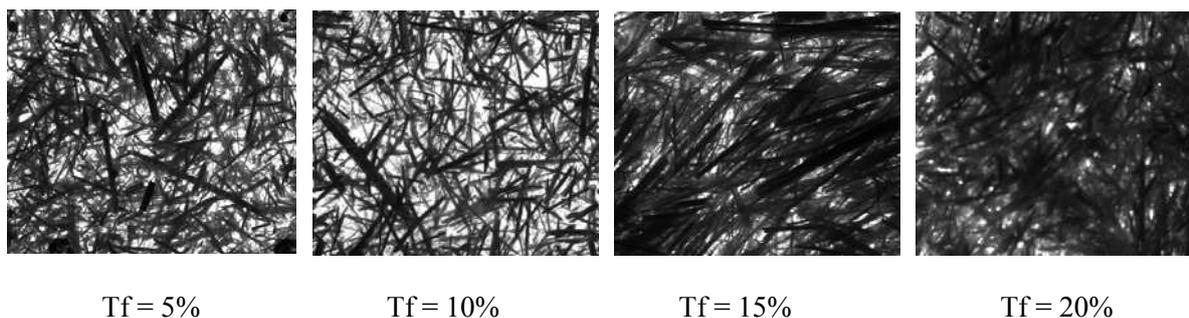


Figure II.4 : Quatre fractions massiques de fibre, composite vue en transparence.

Finalement pour obtenir les échantillons de traction, flexion et choc Charpy à partir des plaques composites fabriquées, une machine laser de marque Trotec donne une découpe de qualité parfaite. La géométrie des éprouvettes respecte les normes en vigueur pour chaque essai (Figure II.5).



Figure II.5 : Machine de découpe laser Trotec et aperçu de la découpe des éprouvettes dans une plaque composite.

Dans chaque plaque composite, on a découpé sept échantillons pour les essais de traction selon la norme ISO 3167 – type A, six échantillons pour l'essai de flexion selon la norme ISO 178 type 1, et six autres éprouvettes pour les essais de choc selon la norme ISO 179 type 1.

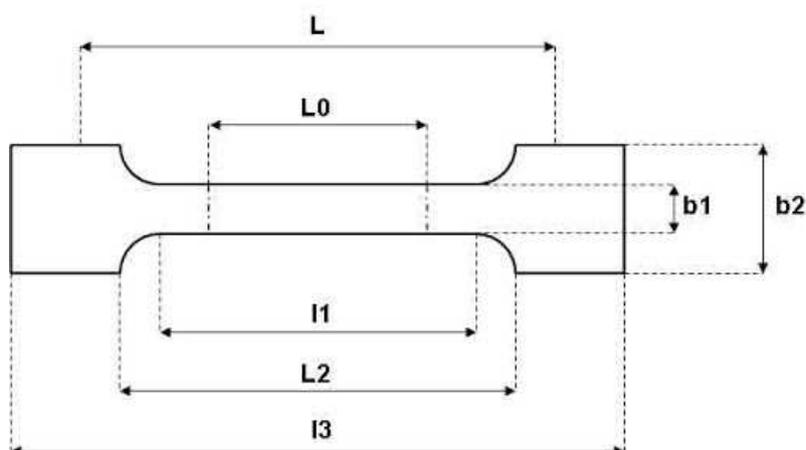


Figure II.6 : Éprouvettes de traction selon les normes ISO 3167 – type A.

Tableau II.1 : Caractéristiques géométriques des éprouvettes de traction.

Désignation	Grandeur [mm]
Longueur totale l_3	150
Longueur de la partie calibrée étroite l_1	80 ± 2
Largeur dans la zone d'épaulement b_2	$20 \pm 0,2$
Largeur dans la zone de la longueur de référence b_1	$10 \pm 0,2$
Épaisseur de l'éprouvette h	$4 \pm 0,2$

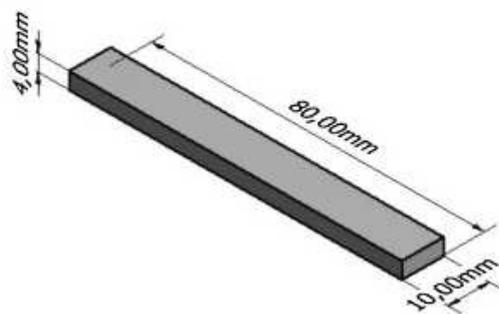


Figure II.7 : Éprouvette d'impact selon la norme ISO 179 – type 1.

II.2.2.2 Taux de fibres et taille des fibres

Notre procédure simple de moulage pour obtenir des plaques composites constituées de résine *Greenpoxy 56* et de fibres courtes d'*Alfa* nous permet de maîtriser le taux de fibres incorporées. Au total 13 plaques composites, en ajoutant une plaque de résine pure (Figure II.8), ont été élaborées avec les trois tailles de fibres obtenues par tamisage 1,6 mm, 2 mm et 2,5 mm et quatre taux de fibres massiques de 5, 10, 15 ou 20%.



Figure II.8 : Vue générale des éprouvettes de traction pour les différents taux et tailles de fibres.

II.2.3 Essais de caractérisation

II.2.3.1 Inventaire des techniques utilisées

Plusieurs techniques expérimentales de caractérisation ont été nécessaires pour caractériser les propriétés et la microstructure des matériaux composites étudiés. La plupart sont

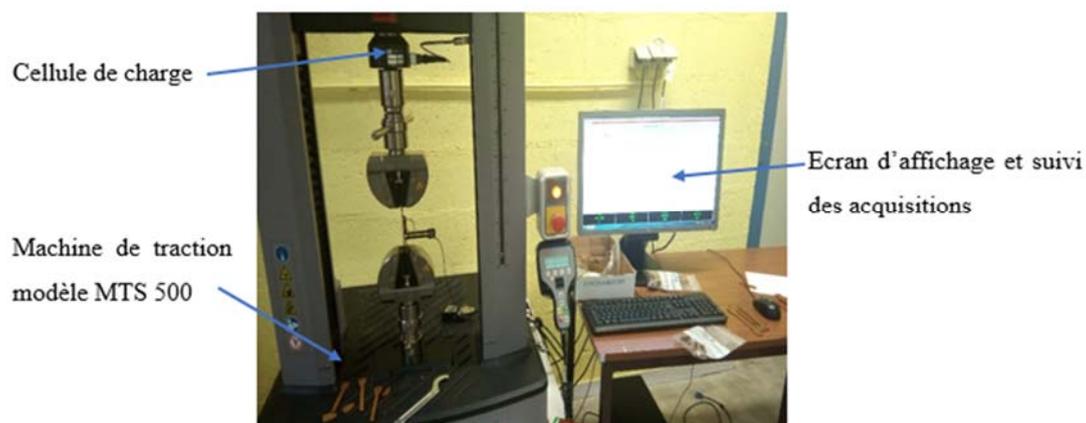
très classiques et font partie des techniques communes de laboratoire mais ont cependant nécessité une phase de mise au point et d'adaptation à notre problématique.

1. Analyse d'image : observation et quantification de la morphologie des fibres après préparation ainsi que leur répartition dans le matériau composite après mise en œuvre.
2. Pycnométrie : mesure de la densité.
3. DMA (Differential Dynamic Analysis) : mesure de la température de transition vitreuse des matériaux composites après polymérisation.
4. Essais mécaniques statiques de traction et flexion : mesure des propriétés mécaniques standards (rigidité et tenue à rupture).
5. Essais mécaniques dynamiques de choc Charpy : mesure de la résilience.

Les essais mécaniques étant un élément important de notre travail, ils sont détaillés plus spécifiquement dans le paragraphe suivant.

II.2.3.2 Essais mécaniques

Les essais mécaniques ont été faits dans des conditions ambiantes (température 23°C, humidité relative HR 57%). Nous avons utilisé une machine électrique de marque MTS, modèle CRITERION 500, équipée d'une cellule de charge de 0,5 kN et de mors auto-serrants (Figure II.9). Pour les essais de traction, le pilotage des essais est fait sur le déplacement de la traverse supérieure de la machine, avec une vitesse constante de 1 mm/min, selon la norme ISO 527-2. La mesure de la déformation est faite par un extensomètre avec une base de 50 mm. Pour les essais de flexion, la vitesse de déplacement était de 2 mm/min, le diamètre des cylindres d'appui et d'application était de 6 mm, avec une distance entre les appuis de 69,64 mm.



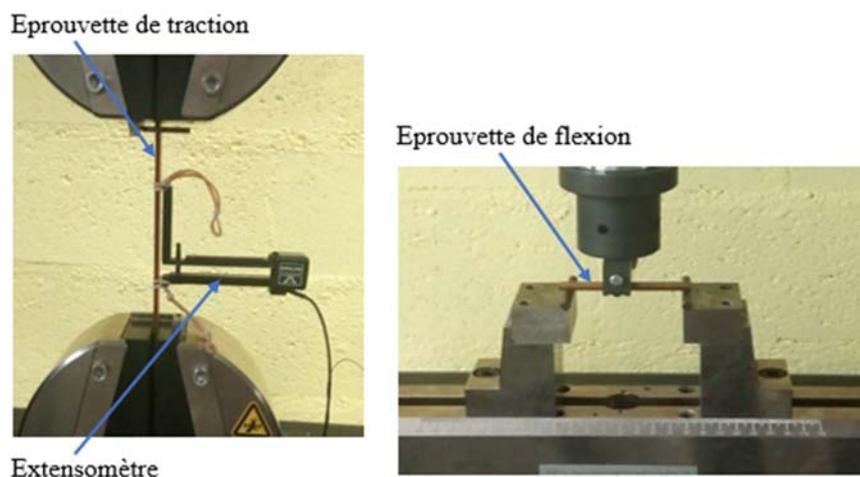


Figure II.9 : Machine de traction MTS 500 avec les éprouvettes de traction et de flexion.

En complément de ces essais statiques, un test d'impact dynamique a été utilisé pour déterminer la quantité d'énergie de rupture propre à chaque matériau composite. Les tests ont été réalisés en suivant les préconisations de la norme ISO 179 type 1 sur une machine de choc Charpy, modèle Zwick/Roell HIT 5.5P (Figure II), équipée d'un marteau de choc de 0,5 J. Tous les tests ont été effectués avec cinq échantillons pour calculer la valeur moyenne.

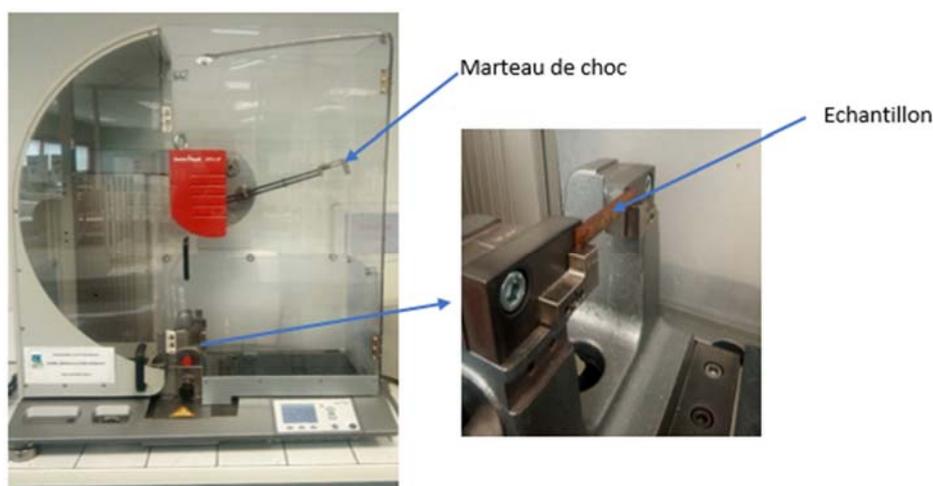


Figure II.10: La machine d'impact INSTRON (model Zwick/Roell HIT 5.5P).

II.3 Résultats et discussion

II.3.1 Analyse de la fibre

II.3.1.1 Masse volumique des fibres

La valeur de la densité des fibres d'*Alfa* n'est pas une valeur qui fait consensus dans la littérature. Bessadok *et al.* [1] ont trouvé une valeur de $0,89 \text{ g.cm}^{-3}$. Par contre, Mounir *et al.* [2] proposent une densité égale à $1,28 \text{ g.cm}^{-3}$, et Braim *et al.*[3] et Ziani *et al.* [4] s'accordent sur $1,4 \text{ g.cm}^{-3}$. Cette grande disparité des valeurs s'explique par des méthodes de mesure différentes et des fibres par forcément dans le même état (traitement de préparation, taille des particules, niveau de séparation des fibres élémentaires, etc.).

L'un des problèmes les plus délicats à régler est le calcul du volume effectif de la particule dont on mesure la densité, la mesure de sa masse étant relativement simple. La méthode la plus simple est la mesure de la masse et du volume d'une fibre avec l'approximation du volume de la fibre par celle d'un cylindre plein et l'équation ($V = \pi \cdot \frac{D^4}{4} \cdot L$). Le diamètre apparent des fibres et la longueur sont obtenus en utilisant un microscope optique. De plus cette méthode suppose que la section est circulaire et pleine, l'approximation de la circularité de la section est relativement acceptable pour une fibre d'*Alfa* contrairement à d'autres fibres végétales telles que celle du lin par exemple (Figure II.11). La densité obtenue par cette méthode est une densité dite apparente, basée sur un volume largement surestimé.

La deuxième méthode consiste à calculer le volume des fibres d'*Alfa* en utilisant un pycnomètre à hélium. Avec cet appareil, l'hélium peut pénétrer dans les porosités des fibres, ce qui permet de calculer le volume réel de la fibre, et donc de calculer sa densité réelle. Sans entrer dans les détails du principe de fonctionnement, il s'agit de comparer le comportement thermodynamique, en appliquant la loi des gaz parfaits au gaz d'hélium, de deux chambres sous pression, l'une pour la référence et l'autre pour mesurer le volume de l'échantillon.

Avec cette méthode nous avons trouvé que la densité des fibres courtes d'*Alfa* est, en moyenne, de $1,5 \text{ g.cm}^{-3}$ (Tableau II.1).

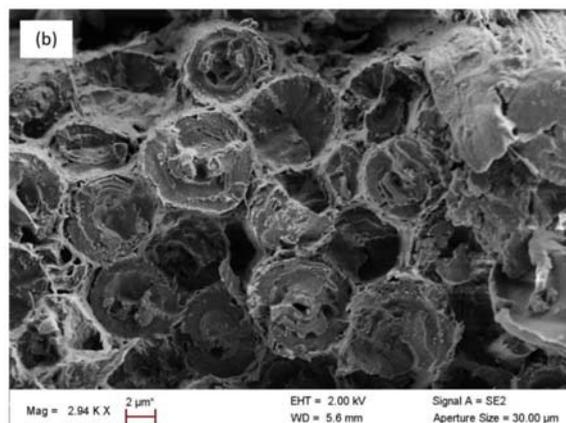


Figure II.11 : Section réelle de la fibre d'Alfa [5].

II.3.1.2 Caractéristiques géométriques des fibres d'Alfa

Les caractéristiques géométriques des fibres d'Alfa ont été mesurées par analyse des images des fibres obtenues après le traitement de préparation et de tamisage (Figure II.2.) Une quinzaine d'images ont été traitées pour chaque type de fibre. Le tableau II.1 synthétise les résultats. Assez classiquement pour des particules obtenues par tamisage, nous remarquons qu'il y a une variation visible entre les longueurs pour chaque taille mais aussi une forte dispersion au sein d'un même type de fibre. Par contre on note que les diamètres sont constants pour chaque taille. On déduit que le procédé de tamisage ne permet pas de sélectionner précisément les longueurs des fibres mais permet une séparation par classe.

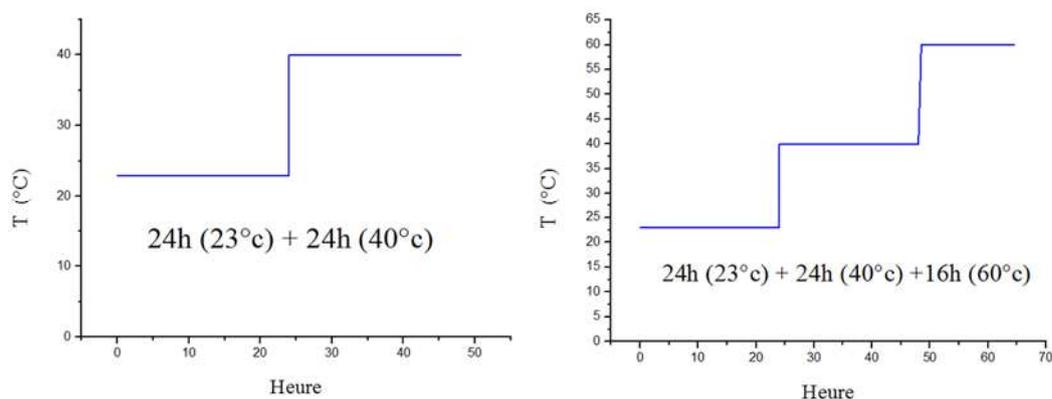
Tableau II.2 : Caractéristiques géométriques et densité de fibres courtes d'Alfa.

	Tige	Taille fibre 1	Taille fibre 2	Taille fibre 3
Longueur moyenne (mm)	> 800	$2,16 \pm 1$	$3,77 \pm 2,5$	$5,65 \pm 4,5$
Diamètre moyen apparent (mm)	$1,8 \pm 0,15$	$0,21 \pm 0,08$	$0,25 \pm 0,09$	$0,29 \pm 0,08$
Facteur de forme (λ)		$9,88 \pm 5,13$	$14,76 \pm 8,59$	$18,92 \pm 11,72$
Densité (g.cm^{-3})		$1,485 \pm 0,015$	$1,505 \pm 0,016$	$1,497 \pm 0,01$

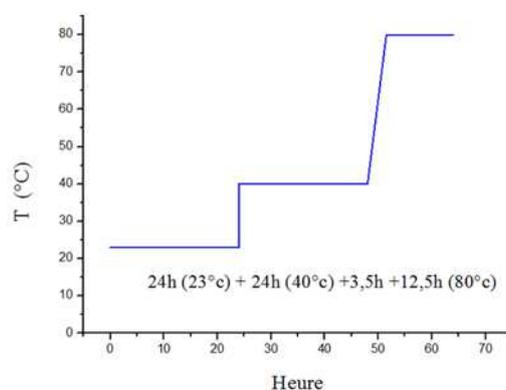
II.3.2 Analyse de la matrice

II.3.2.1 Optimisation du cycle de polymérisation

Avant de commencer la mise en œuvre des plaques composites, nous avons fait une étude du cycle de polymérisation de la résine seule. Cette résine époxy présente un fort dégagement exothermique lors de sa polymérisation. Pour le limiter, le cycle de polymérisation doit comporter plusieurs paliers progressifs. Le fournisseur de la résine propose ainsi un cycle en deux étapes avec un maintien final à 40°C pendant 24 heures, suivi d'une éventuelle post-cuisson à 60°C (Figure II.12). Comparativement aux résines époxydes conventionnelles, ces températures nous ont semblé basses et pouvant entraîner une polymérisation incomplète. La mesure de la température de transition vitreuse T_G obtenue par un essai DMTA (Differential Dynamic Thermal Analysis) a été utilisée pour valider le cycle de polymérisation (Figure II.13).



1^{er} et 2^{ème} cycles proposés par le fournisseur



3^{ème} cycle avec augmentation de la température de cuisson

Figure II.12 : Cycles de polymérisation fournisseurs et optimisé.



Figure II.13 : Machine DMTA Kinetech de mesure de transition vitreuse

À partir des préconisations du fournisseur, plusieurs essais itératifs ont été nécessaires pour obtenir le résultat obtenu (Figure II.12). C'est-à-dire une polymérisation complète après un seul cycle thermique. La figure II.14 montre l'évolution de la T_G en fonction du nombre de répétition des cycles thermiques. On note, pour le 1^{er} cycle, une croissance parabolique de 72 à 97°C qui finit par une stabilisation de la température T_G à partir de 9 cycles. La polymérisation est donc incomplète pour seulement 1 cycle et plusieurs répétitions sont nécessaires pour l'atteindre. Pour le 2^{ème} cycle qui comprend un palier de post-cuisson final de 16 h à 60°C, la T_G de 87°C obtenue après 1 cycle est logiquement plus élevée, mais n'est pas à son maximum. Ce maximum est atteint à partir du 7^{ème} cycle avec une T_G aux alentours de 99°C. Le 3^{ème} cycle permet d'obtenir directement une polymérisation complète comme le montre la courbe de T_G stabilisée. Ce cycle sera donc utilisé pour la fabrication des plaques composites.

Cette étude mériterait d'être poursuivie en introduisant d'autres paramètres tels que la présence de fibres qui pourrait modifier les capacités thermiques du matériau et la création des liaisons chimiques dans la matrice époxy.

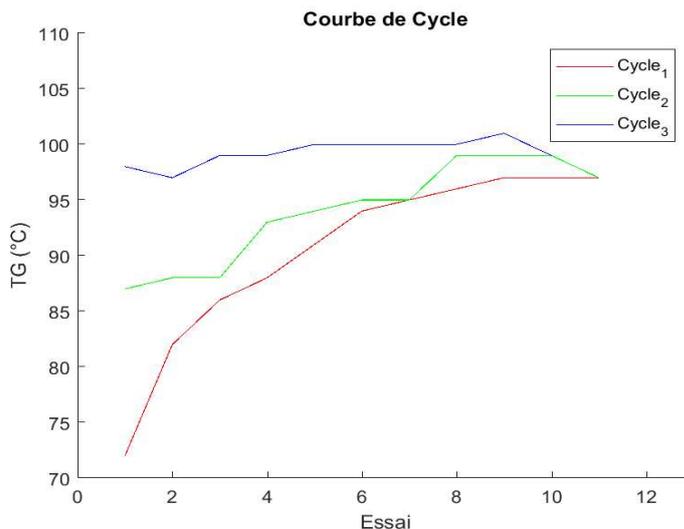


Figure II.14 : Variation de la température de transition vitreuse en fonction du nombre de répétitions du cycle de post-cuisson.

II.3.2.2 Comportement mécanique de la matrice.

Une campagne d'essais sur des éprouvettes de résine pure a été menée dans le double objectif d'étudier le comportement mécanique de ce matériau, qui sera à prendre en compte dans le comportement du matériau composite fibre/matrice, et, en complément de la mesure de la température de transition vitreuse, de valider le cycle de polymérisation optimisé. Ces tests mécaniques de traction et de flexion ont été réalisés sur des éprouvettes standardisées (Figure.II.5) en suivant le protocole décrit précédemment.

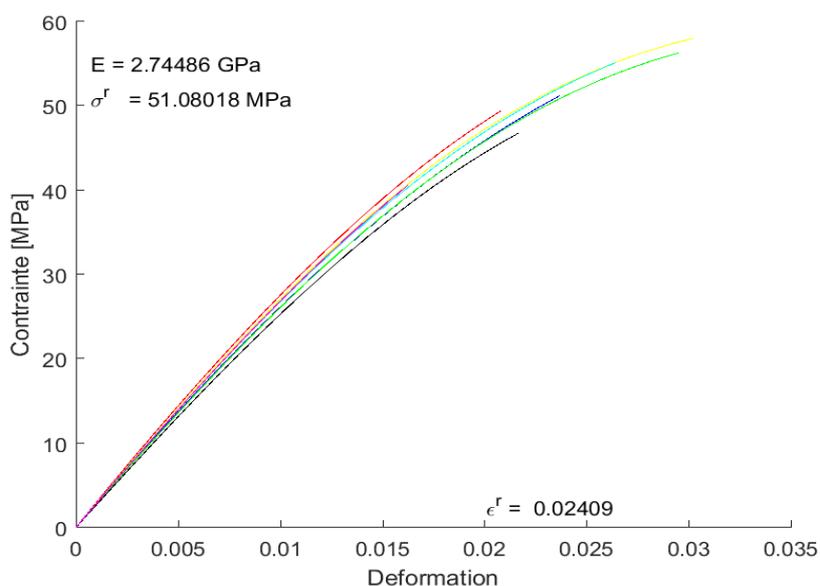


Figure II.15 : Comportement mécanique de la résine Greenpoxy 56 obtenu par essais de traction.

Le comportement mécanique de la résine *Greenpoxy 56* peut être considéré comme ductile (Figure II.15), la rupture intervient après un adoucissement de la courbe contrainte-déformation. La contrainte de transition entre le domaine purement élastique et le domaine élasto-plastique n'est pas nette, l'adoucissement se fait progressivement. La figure II.16 illustre la variation des propriétés mécaniques mesurées en traction de la résine pour les trois cycles de polymérisation (après 3 cycles thermiques). On remarque que le module de Young et la contrainte à la rupture augmentent du cycle 1 au cycle 3, c'est-à-dire avec l'augmentation de la post-cuisson, par contre la déformation à rupture diminue. Ces résultats sont en accord avec l'étude précédente. Une réticulation complète du réseau époxy entraîne sa rigidification et une baisse de ses capacités de déformation.

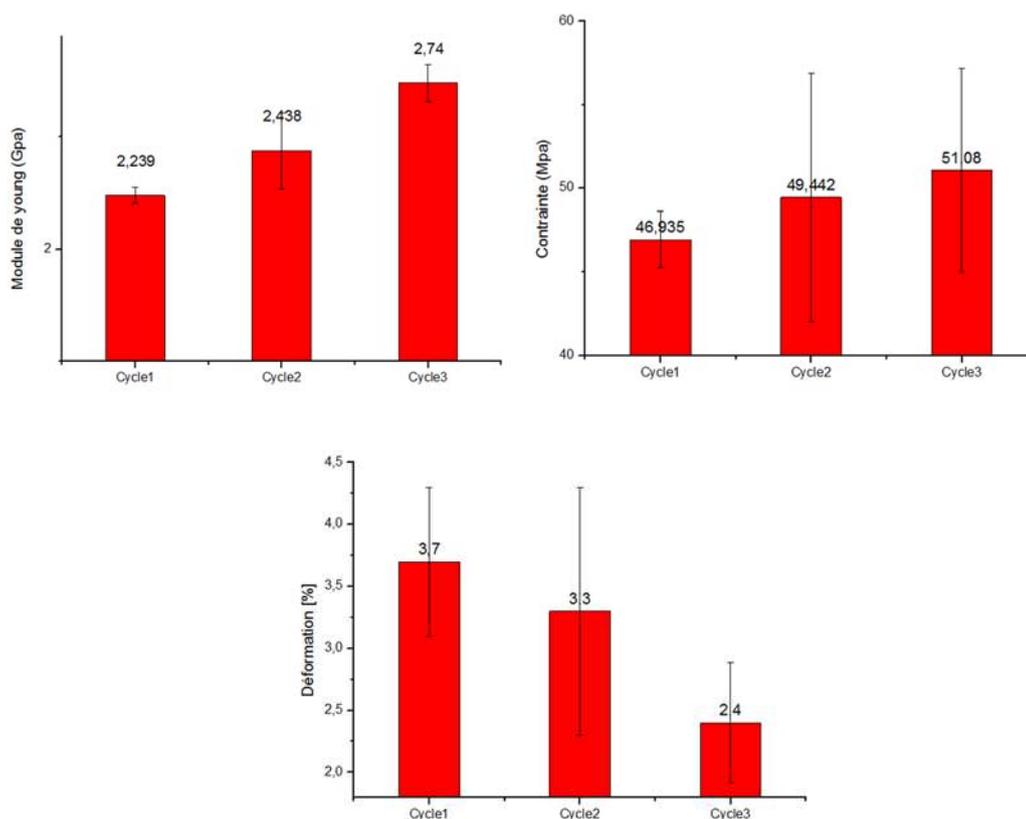


Figure II.16 : Propriétés mécaniques de la résine.

II.3.3 Analyse du composite

II.3.3.1 Dispersion des fibres dans la matrice

Après l'élaboration des plaques composites biosourcées et avant la découpe laser des éprouvettes, nous avons pris des photos avec une caméra numérique associée à un système d'acquisition. L'objectif est d'observer la dispersion des fibres dans la matrice aussi bien dans

le plan de la plaque que dans l'épaisseur de la plaque. En effet, il est assez courant qu'à cause des différences de densité les particules incorporées dans une matrice polymère encore liquide se retrouvent soit à la surface supérieure de la plaque si elles ont une densité plus faible (« elles flottent »), soit à la surface inférieure (« elles coulent ») si leur densité est plus élevée.

Des échantillons ont donc été prélevés par découpe laser, de forme carrée de plusieurs centimètres de côté pour les observations de surface, ou en forme de lame de 0,3 mm d'épaisseur pour observer la dispersion dans l'épaisseur.

La figure II.16 donne des exemples d'observation à travers l'épaisseur des plaques composites de la distribution des fibres d'*Alfa* dans la matrice. Nous notons qu'il existe des zones riches en fibre et d'autres pauvres en fibre, indiquant que les fibres sont réparties de manière inégale dans la matrice. La dispersion des fibres de taille 1, plus courtes, est cependant de meilleure qualité, plus homogène.

La figure II.17 illustre quant à elle la distribution des fibres d'*Alfa* dans la matrice par des vues des sections transversales. Nous remarquons qu'il y a une distribution régulière des fibres d'*Alfa* sur l'épaisseur, les fibres se sont bien mélangées à la matrice et ne sont pas restées flottantes au-dessus de la matrice.

Enfin, en croisant les deux observations de surface et dans l'épaisseur, on voit aisément qu'il y a très peu de fibres orientées suivant l'épaisseur, ceci est assez logique la longueur des fibres étant proches de l'épaisseur des plaques (voir tableau II.1). Nous pouvons en conclure que ces matériaux sont à priori isotropes dans le plan.

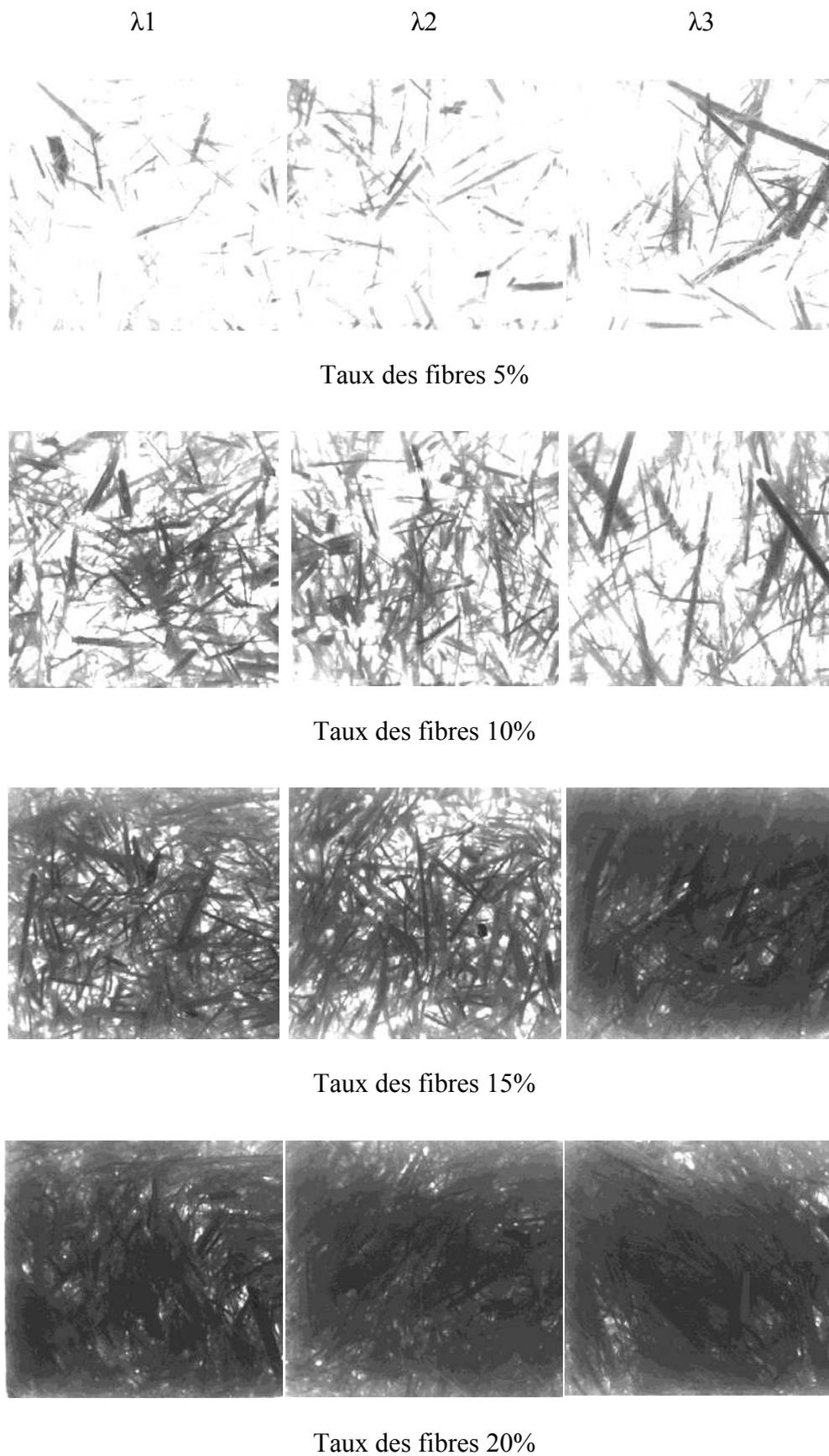


Figure II.17 : Dispersion des fibres en surface dans les plaques composites.

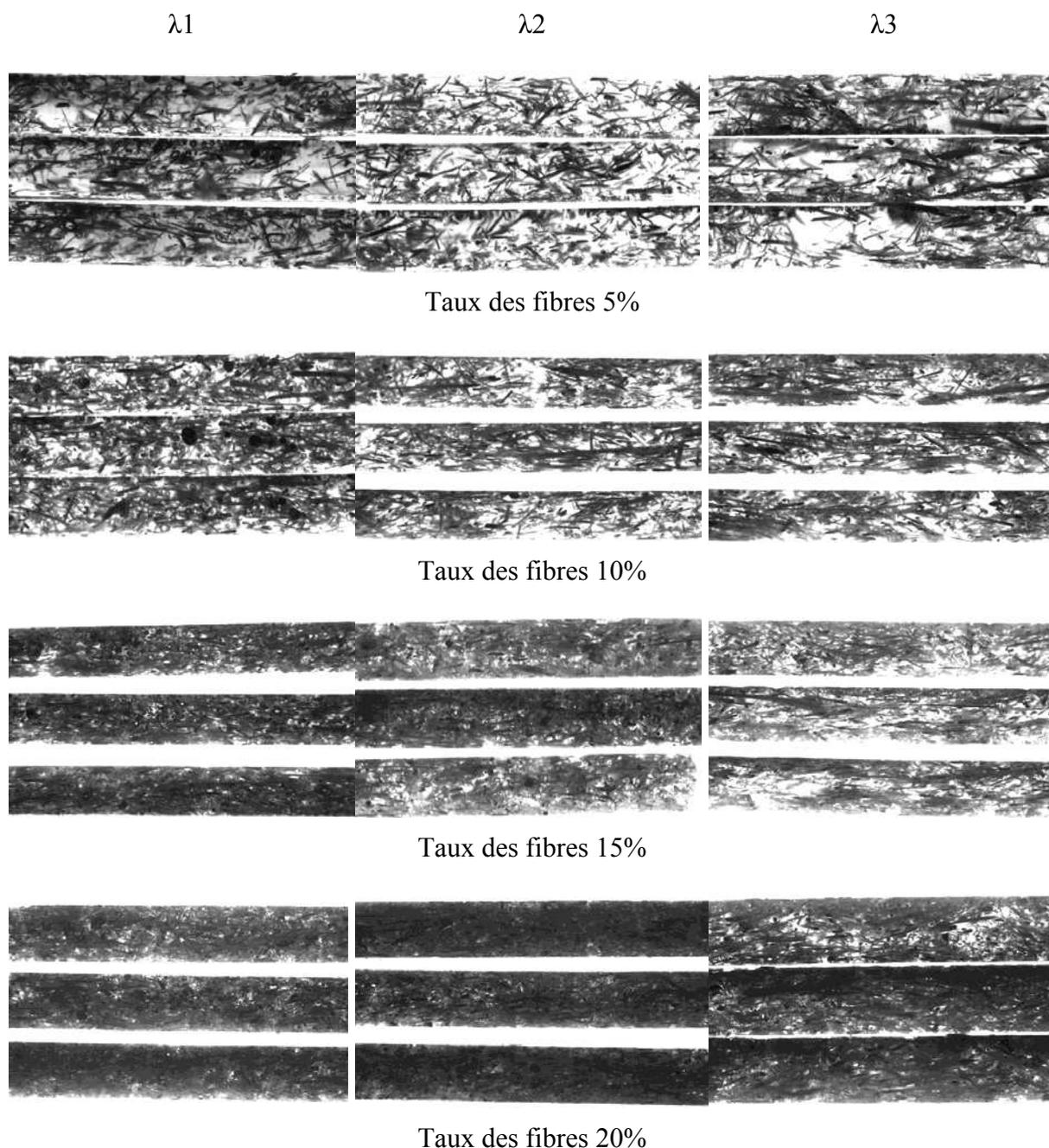


Figure II.18 : Dispersion des fibres dans l'épaisseur des plaques composites.

II.3.3.2 Masse volumique

Nous avons calculé la masse volumique de la manière habituelle, par le ratio de la masse sur le volume. Après avoir fabriqué les plaques composites biosourcées, nous avons mesuré les dimensions de ces plaques : longueur, largeur et épaisseur des plaques. Il faut noter que l'épaisseur a été mesurée en plusieurs points, et une valeur moyenne est utilisée. La pesée des plaques est faite à l'aide d'une balance de portée 81/220 g, précision d'affichage 0,01/0,1 mg

(Mettler Toledo). La figure II.19 montre l'évolution de la masse volumique en termes de taux de fibres dans la matrice et de taille de fibres, nous notons que la masse volumique de la matrice seule est de $1,17 \text{ g.cm}^{-3}$, puis diminue avec l'ajout de fibres à la matrice. De plus l'effet de la taille des fibres est négligeable devant celui de taux de fibres.

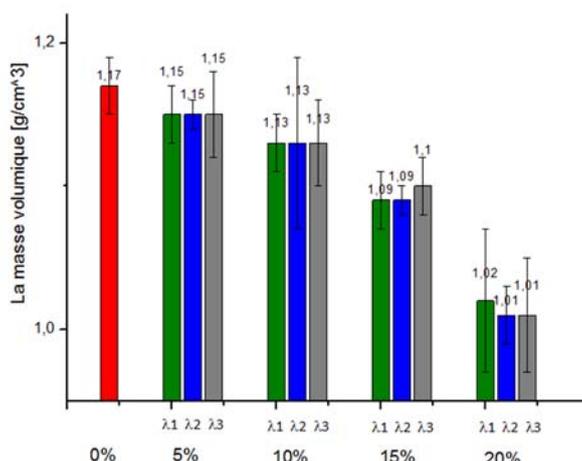
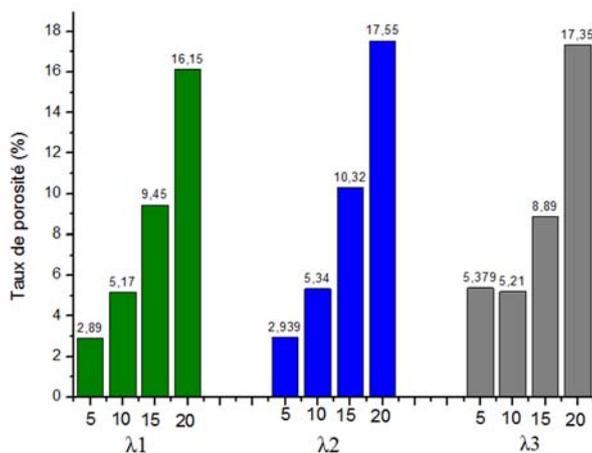


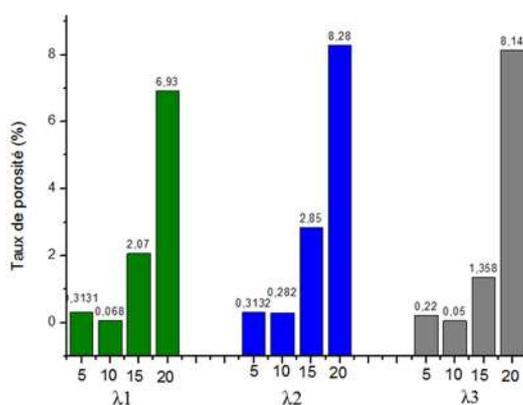
Figure II.19. Evolution de la masse volumique en fonction de la fraction massique de fibre et de la taille des fibres.

II.3.3.3 Taux de porosités

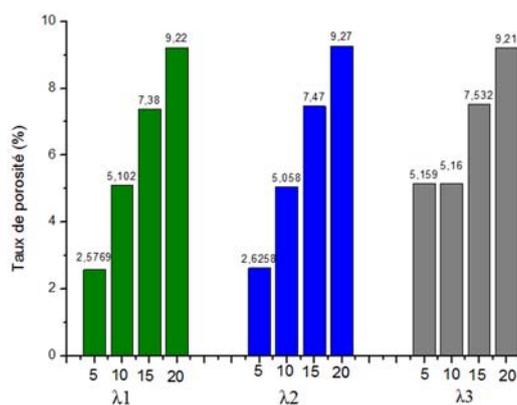
La maîtrise de la porosité est des plus importantes en vue d'obtenir des composites de haute performance avec des propriétés mécaniques élevées. Ainsi la porosité est parmi les dommages les plus dangereux au sein des matériaux composites. Tout d'abord, la porosité diminue la surface utile du matériau par rapport à sa surface géométrique externe, ce qui entraîne une augmentation du niveau de contrainte moyen dans le matériau. Ensuite, autour des porosités on observe des concentrations de contraintes, ce qui entraîne des ruptures localisées et initiatrices de la ruine globale du matériau. Dans cette étude, nous examinerons trois types de porosités trouvées dans les composites : la porosité dans la matrice, la porosité interfaciale et la porosité interne à la fibre. Nous avons d'abord estimé la porosité totale dans les composites en utilisant la masse volumique réelle de la fibre déterminée par pycnomètre, puis nous en avons déduit la porosité dans la matrice et la porosité interfaciale en utilisant la masse volumique apparente des fibres égale à $0,89 \text{ g.cm}^{-3}$. En reprenant la démarche en sens inverse, nous l'avons retirée de la porosité totale et nous avons trouvé la porosité à l'intérieur des fibres (Figure II.20).



a) Taux de porosité total.



b) Taux de porosité matricielle plus interfaciale fibre/matrice



c) Taux de porosité interne aux fibres (taux calculé par rapport au volume total du composite)

Figure II.20 : Taux de porosité dans les composites biosourcés.

- On note que la porosité augmente avec l'augmentation du taux de fibres. Ainsi, si on observe les résultats obtenus les composites avec un taux de fibres de 20%, il est difficile

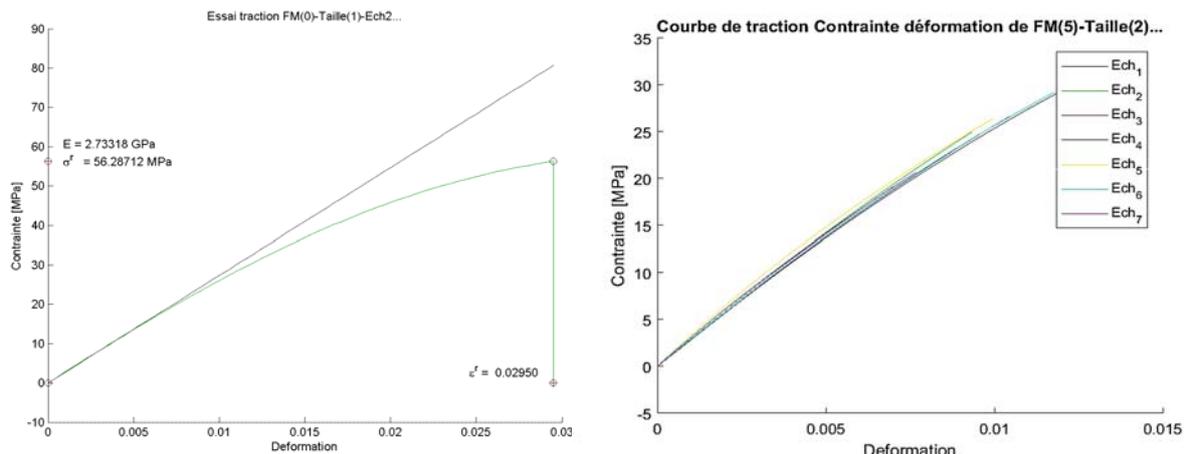
d'obtenir un composite ayant à la fois un taux des fibres élevé et un faible taux de porosités. De plus on remarque aussi que la taille des fibres n'affecte pas la porosité.

2. La porosité dans la matrice ou à l'interface est formée pendant le mélange des fibres avec la matrice. On remarque que pour le taux des fibres de 20% le taux de la porosité est plus élevé. Nous supposons qu'avec ce taux de fibres plus important, la distance entre fibre diminue et favorise la percolation des porosités interfaciales, entraînant la formation de porosités dans la matrice.
3. La porosité interne aux fibres est une porosité naturelle pour des structures végétales. La plupart des images au microscope à balayage électronique de la littérature montre que les fibres d'*Alfa* sont creuses [5]. (Figure II.11). Cette porosité est la source la plus importante de porosité. De plus nous notons qu'il existe une corrélation linéaire entre le taux des porosités existant à l'intérieur des fibres et le taux de fibres.

II.3.3.4 Tenue mécanique en tension

Nous avons calculé les propriétés mécaniques (module de Young, contrainte et déformation à rupture) à partir des données brutes de traction sur tous les différents échantillons et à l'aide d'une routine programmée sous Matlab. Nous avons tracé les courbes pour chaque échantillon, et les courbes de sept échantillons pour chaque plaque de composite biosourcé. La figure II.21 illustre un exemple des courbes de contrainte-déformation obtenues ainsi que la très bonne répétabilité des comportements. On observe une relation contrainte-déformation en général quasi-linéaire jusqu'à la rupture, ou du moins un très faible adoucissement. Les composites *Alfa/Greenpox* 56 peuvent être considérés comme des matériaux fragiles.

Les valeurs moyennes obtenues sur sept échantillons de module de Young, contrainte et déformation à rupture obtenues par essai de traction pour différents taux de fibres et tailles sont regroupées dans le tableau II.3.



a) Identification des propriétés mécaniques sur une courbe expérimentale de traction

b) Répétabilité des essais de traction sur sept éprouvettes extraites de la même plaque composite

Figure II.21 : Courbe contrainte-déformation obtenue par essai de traction.

Tableau II.3 : Propriétés en traction des composites à fibres courtes d'Alfa.

	T_f [%]	E [GPa]	σ_u [MPa]	ϵ_u [%]	
Résine	0	$2,74 \pm 0,09$	$51,1 \pm 6,1$	$2,4 \pm 0,49$	
	5	$2,93 \pm 0,07$	$25,0 \pm 3,9$	$0,97 \pm 0,17$	
	Taille 1	10	$3,07 \pm 0,09$	$19,8 \pm 2,4$	$0,73 \pm 0,1$
		15	$3,22 \pm 0,12$	$18,2 \pm 3,7$	$0,67 \pm 0,18$
		20	$3,09 \pm 0,17$	$14,8 \pm 1,4$	$0,57 \pm 0,08$
Taille 2	5	$2,96 \pm 0,14$	$25,8 \pm 4,8$	$1 \pm 0,24$	
	10	$3,1 \pm 0,12$	$18,9 \pm 3,5$	$0,74 \pm 0,15$	
	15	$3,2 \pm 0,18$	$23,7 \pm 3,4$	$0,91 \pm 0,19$	
	20	$3,11 \pm 0,13$	$19,5 \pm 2,6$	$0,74 \pm 0,079$	
Taille 3	5	$2,93 \pm 0,18$	$25,6 \pm 4,6$	$0,99 \pm 0,17$	
	10	$3,15 \pm 0,20$	$19,1 \pm 4,9$	$0,66 \pm 0,19$	
	15	$3,34 \pm 0,09$	$13,9 \pm 3,0$	$0,47 \pm 0,15$	
	20	$3,5 \pm 0,25$	$15,1 \pm 3,9$	$0,49 \pm 0,17$	

Ces résultats sont repris sur la figure II.22 où l'on a tracé l'évolution des propriétés mécaniques des composites soit en fonction des taux de fibres, soit en fonction des trois tailles de fibres. Plusieurs informations peuvent être tirées de ces courbes. Concernant le module de Young, on remarque que :

1. L'effet de la taille des fibres, dans la gamme de fibres testées, est assez peu sensible.
2. Le module de Young augmente avec l'augmentation du taux de fibres jusqu'à 15%. Par rapport au module de Young de la résine pure, cette augmentation est de l'ordre de 8%, 13% et 18%. La taille des fibres fait fluctuer légèrement ces valeurs.
3. Pour un taux de fibres de 20%, alors que le module continue à augmenter pour les fibres de taille 3 les plus longues, il diminue pour les tailles 1 et 2.
4. L'écart-type sur la valeur du module de Young dépend de la taille des fibres, il est plus élevé pour les fibres les plus longues de taille 3. Cette variabilité peut être due aux variabilités observées dans la longueur des fibres et dans leur dispersion dans la matrice, les fibres de taille 3 étant les plus inhomogènes.

Nous avons observé un comportement similaire pour la déformation à la rupture et la contrainte ultime, avec une nette diminution avec l'ajout de fibres :

1. La matrice chargée de fibres courtes d'*Alfa* perd une grande partie de sa plasticité et devient fragile.
2. Alors que pour le module de Young la taille des fibres n'est pas un facteur important, elle devient prépondérante sur la rupture pour les plus forts taux de fibres.
3. La rupture finale effective devient alors plus délicate à mesurer avec exactitude, les porosités présentes, et liées au taux de fibres, dans le composite peuvent déclencher des ruptures aléatoires. Les valeurs obtenues sont donc nettement plus variables comme le montrent les écart-types obtenus.
4. Ainsi nous remarquons, pour les composites de fibres de taille 1, une chute de 49,6% de la contrainte à rupture par rapport la résine seule quand on ajoute seulement 5% de fibres, puis la contrainte diminue avec l'augmentation du taux de fibres jusqu'à $T_f = 20\%$ avec une chute de 71%. Pour la taille 2 il y a un comportement plus instable avec l'ajout des fibres dans la matrice, la contrainte chute d'abord brutalement puis diminue avec des fluctuations. Enfin pour la taille 3 il y a une diminution jusqu'à $T_f = 15\%$ avec une chute de 73%, puis une augmentation de 8,7% pour $T_f = 20\%$.

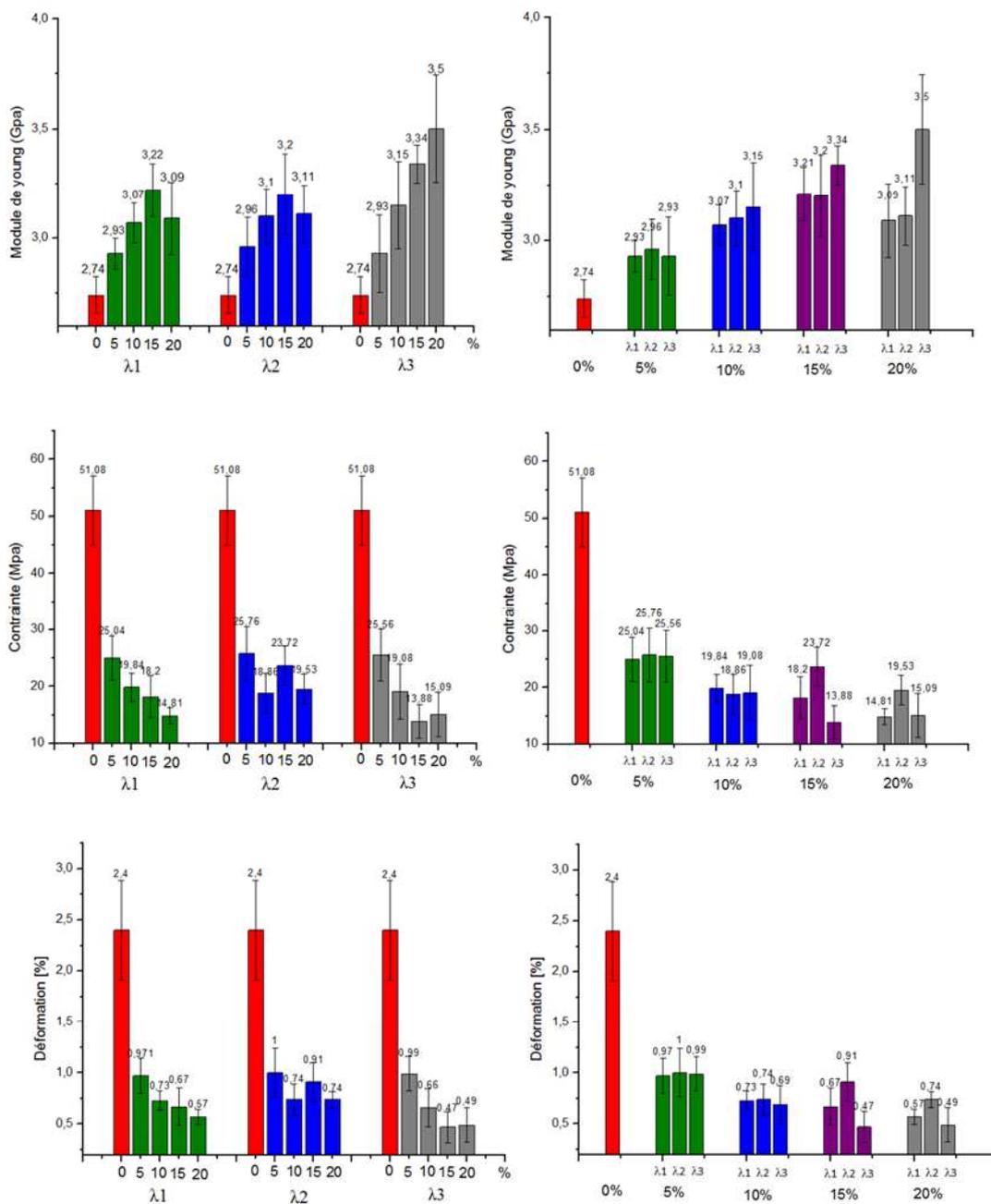
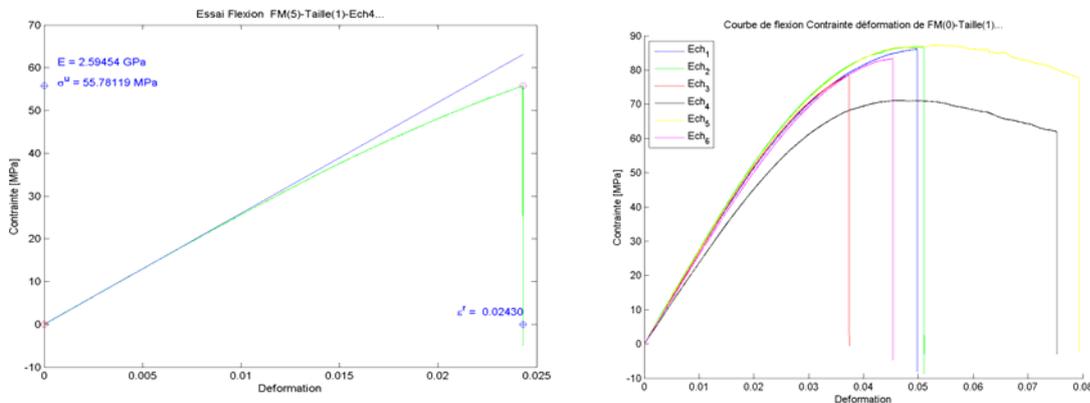


Figure II.22 : Évolution des propriétés mécaniques moyennes obtenues par traction des composites Alfa/Greenpoxy en fonction du taux et de la taille des fibres constitutives.

II.3.3.5 Tenue mécanique en flexion

Nous avons traité les résultats obtenus par essais de flexion de la même manière que pour la campagne expérimentale de traction. À partir du tracé des courbes contrainte/déformation de chaque échantillon, nous avons calculé les propriétés mécaniques de flexion (module de Young, contrainte et déformation à rupture), et nous avons tracé aussi des

courbes des six échantillons testés pour chaque plaque composite. La figure II.23 illustre ces courbes de contrainte-déformation à différentes tailles de fibres et différents taux de fibres (5%, 10%, 15% et 20%). Le comportement observé est différent de celui observé durant les essais de traction. Pour certaines éprouvettes on obtient une relation contrainte-déformation quasi-linéaire jusqu'à la rupture, alors que pour d'autres la rupture a lieu après un adoucissement important. Ceci révèle forte sensibilité de ce matériau à la présence de défauts internes. Durant un essai de flexion, seuls les défauts à la surface de l'échantillon, soumis à un niveau de contrainte plus élevé peuvent entraîner une rupture brutale et prématurée, contrairement aux essais de traction où l'ensemble de l'éprouvette est soumis au même niveau de contrainte. Les valeurs moyennes ainsi que les écarts-types, sur les six échantillons testés par plaque, de module de Young, de contrainte et déformation à rupture en flexion sont regroupés dans le tableau II.4.



1. Identification des propriétés mécaniques sur une courbe expérimentale de traction
2. Répétabilité des essais sur 6 éprouvettes extraites de la même plaque composite

Figure II.23 : Courbe contrainte-déformation obtenue par essai de traction.

Tableau II.4 : Propriétés en flexion des composites à fibres courtes d'Alfa.

	T_f [%]	E [GPa]	σ_u [MPa]	ϵ_u [%]
Résine	0	$2,65 \pm 0,14$	$82,2 \pm 6,3$	$5,64 \pm 1,7$
	05	$2,67 \pm 0,08$	$54,2 \pm 8,6$	$2,32 \pm 0,49$
Taille une	10	$2,74 \pm 0,08$	$49,3 \pm 6,3$	$2,06 \pm 0,32$
	15	$2,9 \pm 0,12$	$46,5 \pm 7,4$	$1,88 \pm 0,3$
	20	$2,59 \pm 0,16$	$36,7 \pm 5,9$	$1,63 \pm 0,32$
Taille deux	05	$2,66 \pm 0,06$	$53,2 \pm 7,1$	$2,3 \pm 0,4$
	10	$2,77 \pm 0,11$	$45,7 \pm 6,4$	$1,85 \pm 0,29$
	15	$2,86 \pm 0,16$	$41,4 \pm 6,2$	$1,65 \pm 0,29$
	20	$2,71 \pm 0,22$	$41,2 \pm 6,6$	$1,92 \pm 0,27$
Taille trois	05	$2,27 \pm 0,18$	$51,1 \pm 2,8$	$2,55 \pm 0,22$
	10	$2,87 \pm 0,12$	$49,2 \pm 9,7$	$1,99 \pm 0,42$
	15	$2,79 \pm 0,19$	$44,9 \pm 5,6$	$1,95 \pm 0,23$
	20	$2,66 \pm 0,29$	$41,58 \pm 4,64$	$1,9 \pm 0,18$

La Figure II.24 reprend sous forme de graphique les résultats du Tableau II.4. Nous avons noté que le comportement est globalement le même que celui observé en traction mais plusieurs points méritent d'être soulignés.

Pour le module de Young, on note que :

1. La taille de fibres 1 et 2 ont le même comportement.
2. La taille 1 a le même comportement en flexion qu'en traction. Nous notons une augmentation du module de Young avec une augmentation du taux des fibres jusqu'à $T_f = 15\%$ de 9,5% et 8% respectivement pour la taille 1 et la taille 2, puis une chute pour $T_f = 20\%$.

3. Pour la taille 3, de manière assez étonnante, avec le taux de fibres de 5% le module de Young de flexion est réduit de 14% par rapport à celui de la matrice pure. Puis à 10% de taux de fibres on observe une augmentation de 8% par rapport la matrice seule. En augmentant encore le taux de fibres à 15 et 20%, le module de Young diminue pour retrouver celui de la matrice vierge.
4. L'effet de la taille des fibres est identique à celui observé durant l'essai de la traction, c'est-à-dire qu'il est faible. Le module de Young varie peu en fonction de la longueur des fibres d'*Alfa*.

En ce qui concerne la contrainte et la déformation à rupture mesurées en flexion, les enseignements et observations que nous tirons des essais ont :

1. De nouveau l'ajout de fibre à la matrice *Greenpoxy 56* change son comportement mécanique de ductile à fragile.
2. Les valeurs de contraintes et déformations à rupture en flexion sont de 2 à 4 fois supérieures à celles mesurées en traction, alors que pour le module de Young les valeurs sont du même ordre de grandeur.
3. Lors de l'ajout du taux des fibres à 5%, on remarque que la contrainte diminue de 34%, 35% et 37% pour les tailles de fibre 1 et 2 et 3, respectivement. Ensuite, la contrainte diminue progressivement avec l'ajout de fibres dans la matrice, pour atteindre au taux de fibres 20% une valeur 55%, 50% et 49% pour les tailles de fibre 1 et 2 et 3, respectivement.
4. De plus, ici, l'effet de la taille de fibre sur la contrainte et la déformation est assez sensible. Globalement, plus les fibres sont longues, plus la rupture est prématurée, alors que pour les essais de traction, cet effet est très peu sensible.

Pour conclure, il semble donc que cette meilleure tenue à la déformation observée en flexion soit liée au taux de porosité. En tension, toute l'éprouvette est au même niveau de contrainte. Tout défaut, quelle que soit sa position géométrique, à cœur ou en surface de l'éprouvette, peut devenir alors un défaut critique entraînant la rupture de l'éprouvette de façon prématurée. En flexion, à cause du gradient de contrainte dans l'épaisseur, seuls les défauts en surface sont de possibles sources de rupture, ce qui réduit la probabilité de rupture prématurée et augmente la tenue à la déformation.

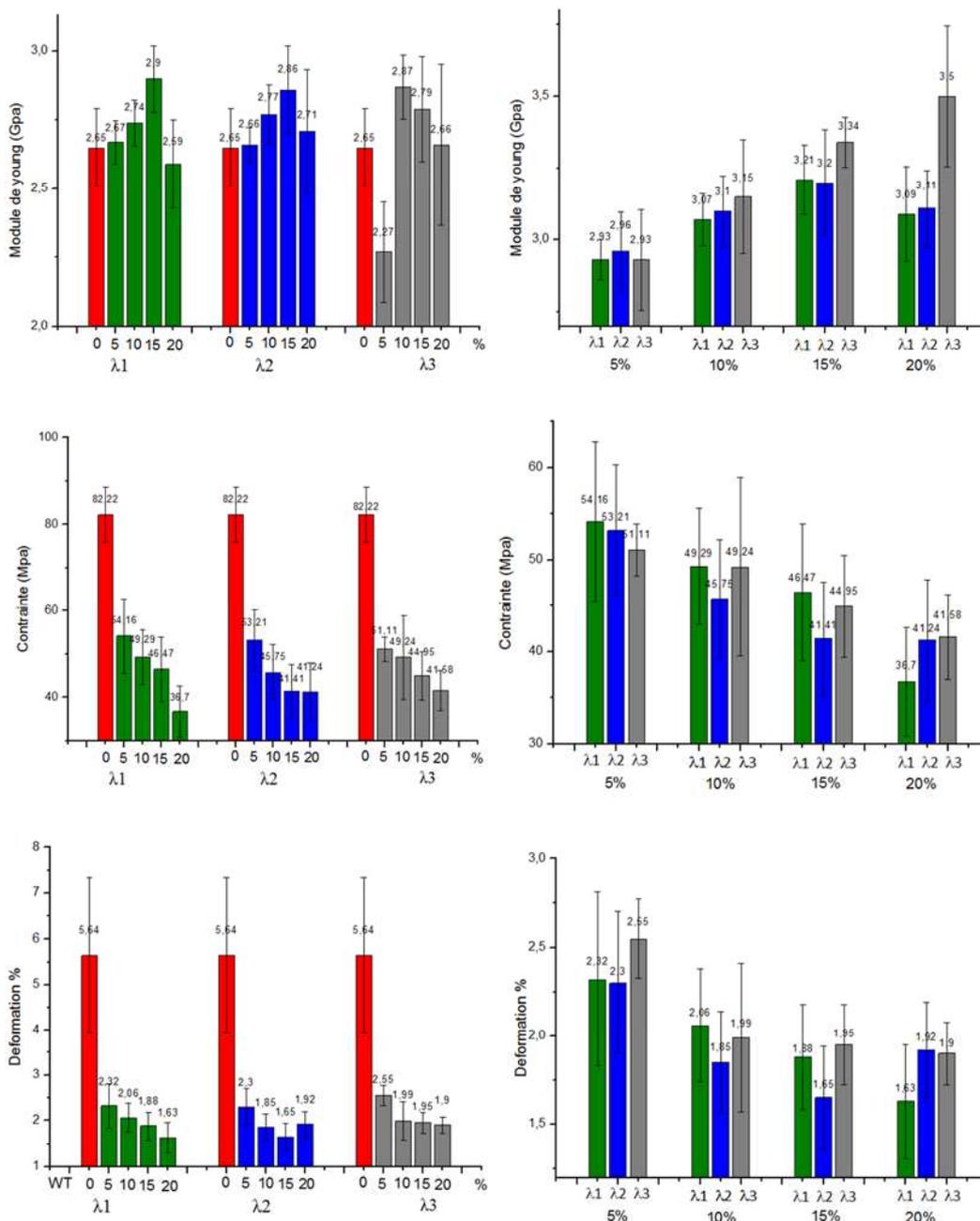


Figure II.24 : Evolution des propriétés mécaniques moyennes obtenues par essai de flexion en fonction du taux et de la taille de fibres.

II.3.3.6 Mesure de la résilience par essai de choc

Afin d'explorer la transformation de ductile vers fragile du comportement des composites renforcés par des fibres d'*Alfa*, une série d'essais de choc a été entreprise, avec l'objectif de mesurer la résilience en fonction des caractéristiques morphologiques du renfort (taille et taux de fibres).

La figure II.25 montre la variation de la résilience en fonction du taux de fibres courtes d'Alfa de renfort, et en fonction des trois tailles de fibres. Il est évident que l'énergie est plus importante pour une résine pure, puis il y a une chute d'énergie d'impact en fonction du taux d'incorporation dans la résine des fibres d'Alfa.

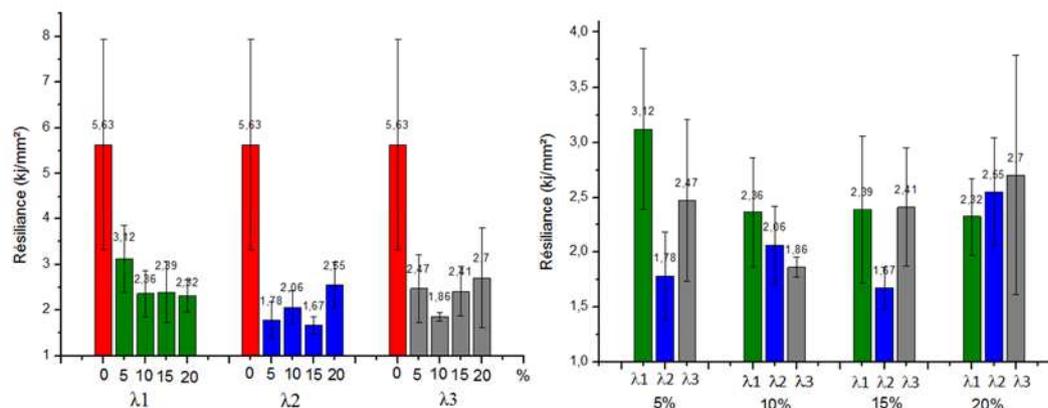


Figure II.25 : Evolution de la résilience moyenne obtenue par choc Charpy en fonction du taux et de la taille de fibres.

Tableau II.5: Résilience mesurée par choc Charpy des composites à fibres courtes d'Alfa.

Type de fibre	Taux de fibres(%)	Résilience (kJ.mm ⁻²)
Résine pure	0	5,63 ± 2,3
Taille une	05	3,12 ± 0,73
	10	2,36 ± 0,5
	15	2,39 ± 0,67
	20	2,32 ± 0,35
	Taille deux	05
10		2,06 ± 0,36
15		1,67 ± 0,19
20		2,55 ± 0,49
Taille trois	05	2,47 ± 0,74
	10	1,86 ± 0,09
	15	2,41 ± 0,54
	20	2,7 ± 1,09

D'un point de vue global, on obtient des résultats en accord avec les conclusions issues des essais quasi-statiques. L'ajout de fibres courtes d'*Alfa* entraîne une baisse de la résilience de la matrice polymère, de -45 à -70%. Ce résultat est assez logique, les fibres d'*Alfa* sont la source de porosité et de perturbations du réseau polymérisé ; et par conséquent le niveau de concentrations de contrainte locales peut être plus élevé dans les résines chargées de fibres.

II.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les résultats d'une étude expérimentale sur des composites fibres courtes d'*Alfa*/*Greenpox*y 56, destinés à être utilisés ultérieurement dans la fabrication de peaux de panneaux sandwichs. Cette étude reposait sur deux variables. La première est la taille des fibres sélectionnées à partir d'un lot de fibres broyées avec des tamis de 1,6 mm, 2 mm et 2,5 mm, nous avons classé ces fibres en fonction de leurs propriétés géométriques (longueur et diamètre) en utilisant un traitement d'image développé à partir du logiciel Matlab. La deuxième variable est le taux de fibres courtes d'*Alfa* dans les composites avec des niveaux massiques de 5%, 10%, 15% ou 20%.

Nous avons d'abord étudié la masse volumique pour toutes les plaques de composites biosourcés. Nous avons constaté que l'ajout des fibres d'*Alfa* dans la résine *Greenpox*y 56 conduisait à une perte de masse des plaques composites produites. Cette perte de masse est d'abord causée par la faible densité des fibres d'*Alfa*, avec une densité réelle mesurée à 0,89 g/cm³ par pycnomètre à hélium. En utilisant la géométrie des plaques composites, nous sommes remontés au taux de porosités dans les différentes plaques. Les valeurs obtenues élevées nous ont montré qu'il était difficile d'obtenir un composite à taux de fibres élevé et de porosités faible. D'une part la fibre d'*Alfa* étant creuse, elle génère par elle-même un taux de porosités élevé, et de plus une porosité à l'interface fibre/matrice se crée durant la polymérisation, porosités qui percolent et grandissent avec les taux de fibres élevés.

Nous avons étudié les propriétés mécaniques de ces composites par des essais de traction et de flexion. Nous avons également constaté que l'augmentation du taux de fibres d'*Alfa* dans la matrice améliorerait considérablement la rigidité des composites, jusque +28% dans le meilleur cas mesuré en traction. Cette augmentation du taux de fibres entraîne cependant un changement de comportement ductile à fragile. Il a également été noté que ces propriétés mécaniques sont aussi affectées par la taille des fibres d'*Alfa*. Nous avons vu que la première taille de fibres courtes d'*Alfa* conserve le même comportement mécanique entre les essais de traction et de flexion, contrairement aux deux autres tailles des fibres d'*Alfa*, en particulier la troisième taille.

Nous avons pareillement conclu que, plus la fibre était petite, plus les fibres sont distribuées dans la matrice de manière homogène, et plus les composites sont des matériaux isotropes.

Nous avons également étudié l'évolution de l'énergie absorbée à la rupture de ces composites par impact, avec des essais Charpy, et constaté que cette résilience étaient plus faibles pour les composites par rapport à la résine pure. La relation entre résilience et taux de fibres ou longueur de fibres n'a pas été établie clairement. Dans les composites avec les fibres plus longues, le nombre de sites de rupture potentiels est plus important (porosité, orientation non homogène). On constate alors une fragilisation plus importante du matériau qui entraîne une baisse de la tenue à l'allongement et donc une baisse de la résilience.

À partir de tous ces résultats, nous avons défini plusieurs indicateurs de performances pour sélectionner, parmi les différentes possibilités de composition d'une plaque composite, la plus adaptée pour l'élaboration d'un matériau sandwich. Nous avons choisi la plaque de composite avec des fibres de taille 1 avec un taux de fibres de 15%. En effet, par rapport aux autres plaques de composites, elle offre le meilleur compromis entre propriétés mécaniques élevées en traction et en flexion, répartition homogène de la fibre dans la matrice, et taux porosités.

II.5 Références

- [1] A. Bessadok, S. Roudesli, S. Marais, N. Follain, et L. Lebrun, « Alfa fibres for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, n° 2, p. 184-195, févr. 2009.
- [2] M. Jaouadi, B. Wanassi, S. Msahli, et M. Ben Hassen, « Characterization of mechanical extracted alfa fibres », *International Journal of Fiber and Textile Research*, vol. 4, n° 1, p. 1-4, janv. 2014.
- [3] S. Ben Brahim et R. Ben Cheikh, « Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite », *Composites Science and Technology*, vol. 67, n° 1, p. 140-147, janv. 2007.
- [4] N. Ziani, A. Boudali, A. Mokaddem, B. Doumi, N. Beldjoudi, et A. Boutaous, « Study by genetic algorithm of the role of alfa natural fibre in enhancing the mechanical properties of composites materials based on epoxy matrix », *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, vol. 3, n° 117, p. 58-62, 2016.
- [5] M. Khaldi, A. Vivet, A. Bourmaud, Z. Sereir, et B. Kada, « Damage analysis of composites reinforced with Alfa fibers: Viscoelastic behavior and debonding at the fiber/matrix interface », *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 133, n° 31, août 2016.

Chapitre

III

Étude mécano probabiliste

Sommaire	Page
III.1 Introduction	66
III.2 Caractéristiques mécaniques des éléments constituant la plaque en composite	66
III.2.1 Fibres d' <i>Alfa</i>	66
III.2.2 Résine.....	69
III.3 Méthodologie de programmation sous Ansys.....	69
III.4 Modélisation de la plaque composite	70
III.4.1 la géométrie.....	70
III.4.2 Maillage de la géométrie	71
III.4.2.1 Éléments BEAM188	72
III.4.2.2 Élément SHELL63.....	73
III.4.3 Conditions de fixation et de chargement de la plaque composite	73
III.5 Analyse mécano probabiliste	75
III.5.1 Analyse de la sensibilité par élément finis	76
III.5.2 Système de conception probabiliste	76
III.5.3. Modèle probabiliste d'une plaque en composite.....	77
III.5.4 Analyse et résultats.....	78
III.5.5 Analyse de sensibilité des variables de sortie	80
III.6 Analyse de sensibilité en fonction des fibres dominantes	82
III.6.1 Effet des variables d'entrée les plus influentes.....	82
III.6.2 Effet du nombre de fibres influentes considéré	83
III.6.3 Effet du coefficient de variation et de la fraction massique de fibres.....	84
III.7 Conclusion	94
III.8 Références	96

III.1 Introduction

Le but du présent chapitre est de faire une étude mécano-probabiliste afin de tester la sensibilité de la contrainte à la rupture du composite aux paramètres géométriques et mécaniques des composants élémentaires. Il s'agit d'étudier la réponse d'une simulation numérique par éléments finis du comportement d'une plaque en composite, similaire à celles fabriquées et caractérisées précédemment, en fonction des valeurs prises par un jeu de paramètres d'entrée. Pour atteindre cet objectif, une collaboration entre deux programmes est proposée. Un premier programme, développé sous Matlab, contient l'ensemble des données géométriques et mécaniques pour un jeu de fibres d'*Alfa* comme : sa longueur et son diamètre, son orientation et sa position dans la matrice. Par la suite, ces données ont été exportées dans le second programme développé dans le code de calcul numérique Ansys APDL qui contient la modélisation de la plaque en composite (géométrie, maillage, conditions aux limites) et permet d'obtenir la solution du problème recherché.

III.2 Caractéristiques mécaniques des éléments constituant la plaque en composite

Il est nécessaire de connaître les propriétés des composants élémentaires de la plaque. Pour la résine *Greenpoxy 56*, les travaux exposés dans le chapitre 2 nous donnent déjà son module de Young, sa tenue et son allongement à rupture. Pour les fibres d'*alpha* une campagne expérimentale de caractérisation des fibres a été nécessaire.

III.2.1 Fibres d'*Alfa*

Les fibres d'*Alfa* utilisées dans cette étude ont été extraites mécaniquement (ce qui revient à casser les liaisons entre fibres) à l'aide d'une brosse métallique pour éviter l'influence d'un traitement chimique d'extraction sur les propriétés mécaniques des fibres. Après l'extraction, un lot de 25 fibres a été sélectionné. Selon les préconisations de la norme NF T 25-501-2, ces fibres de longueur 25 mm ont été collées dans des cadres en carton servant à faciliter leur manipulation et leur mise en position dans la machine d'essai (Figure III.1.a). Le diamètre de chaque fibre a été mesuré optiquement à l'aide d'un projecteur de profil automatisé (Figure III.1.b) : pour chaque fibre, cinq mesures du diamètre réparties tout le long de la fibre nous donnent un diamètre moyen.

Les essais de tractions sur ces fibres ont été faits sur une machine de traction MTS 500 équipée d'une cellule de charge de 0,5 kN (Figure III.1.c) avec une vitesse de déplacement de traverse de 1 mm/min dans des conditions ambiantes ($T=23^{\circ}\text{C}$, HR 57%).



a) Collage des fibres dans des cadres en carton.



b) Projecteur de profil automatisé.

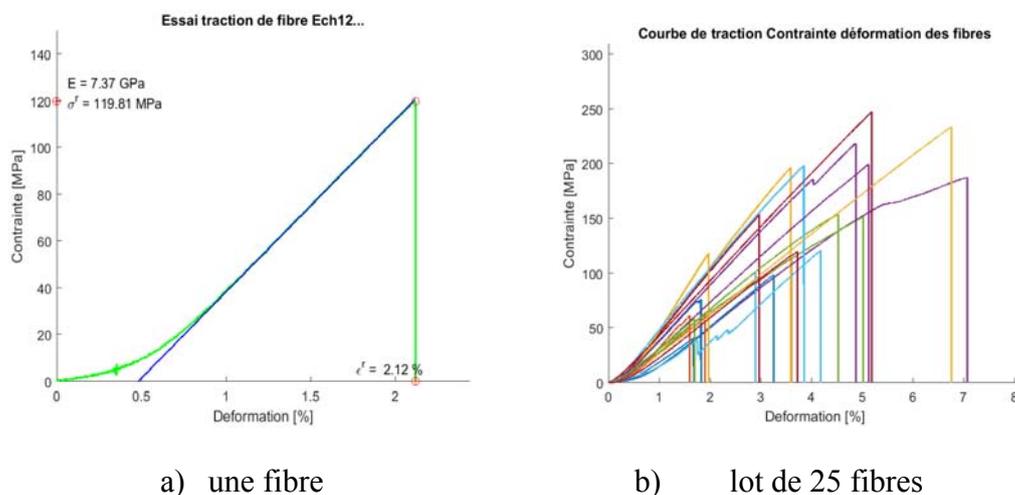


c) Machine de traction MTS 500.

Figure III.1 : Préparation, mesure, et traction des fibres selon la norme NF T 25-501-2.

La figure III.2 illustre les courbes contrainte-déformation en traction du lot de 25 fibres d'*Alfa*. Sur la figure III.2.a, au début de chargement on remarque que la courbe contrainte-déformation présente une phase non linéaire expliquée par la mise en tension initiale de la fibre qui n'est pas tendue lors de son collage dans le cadre en carton, et par le glissement des micros fibrilles pour un alignement progressif avec l'axe de la fibre[1]. Le module de Young obtenu pour cette fibre est de 7,37 GPa, la contrainte à la rupture $\sigma = 140,6$ MPa et la déformation $\epsilon = 3,45\%$.

Le tableau III.1 présente les propriétés mécaniques moyennes de traction retenues pour les 25 fibres d'*Alfa*. D'autres valeurs trouvées dans la littérature sont présentées dans le tableau III.2.



a) une fibre

b) lot de 25 fibres

Figure III.2. Courbes contrainte/déformation des fibres d'*Alfa*.Tableau III.1 : Propriétés mécaniques des faisceaux de fibres d'*Alfa*.

	$P(N)$	$E (GPa)$	$\sigma (MPa)$	$\epsilon_r (%)$	$S (mm^2)$	$D (mm)$
Valeur	4,57	6,77	140,60	3,45	0,03	0,20
Ecart-type	1,80	1,51	60,30	1,33	0,01	0,03

Tableau III.2 : Comparaison avec les propriétés mécaniques des faisceaux de fibres d'Alfa disponibles dans la littérature.

	<i>E (GPa)</i>	<i>σ (MPa)</i>	<i>ε_r (%)</i>	<i>Fibres</i>
Référence	6,77±1,51	140,6 ± 60,3	3,45±1,33	non traitées
[2]	28,43 ±4,07	474,43 ± 103,44	2,43±0,58	
[3]	22	565	5,8 ± 2	traitées
[4]	21,5	247	1,9	traitées
[5]	5 ± 3,2	78 ± 46	1,5 ± 0,23	non traitées

III.2.2 Résine

Le tableau III.3 montre les propriétés mécaniques de la résine obtenues à partir des essais de traction (voir chapitre 2).

Tableau III.3 : Propriétés mécaniques de la résine.

	<i>E (GPa)</i>	<i>σ (MPa)</i>	<i>ε_r (%)</i>
Résine	2,74	51,08	2,4

III.3 Méthodologie de programmation sous Ansys

La modélisation par élément fini a été faite à l'aide du code de calcul Ansys APDL. Dans ce code il existe deux méthodes :

- Méthode par programmation : l'opérateur réalise l'élaboration d'un programme avec les commandes nécessaires, ce programme est sauvegardé dans un fichier d'extension txt. Ansys est capable de lire ce fichier à partir de la commande « *Read input from* » et réalise l'ensemble des opérations demandées.
- Méthode interactive : l'opérateur réalise en direct les commandes nécessaires en utilisant les fonctions du pré-processeur afin de modéliser la structure, le maillage, les conditions aux limites et réaliser les calculs.

La première méthode est très pratique car elle permet de programmer des tâches automatisées, mais elle nécessite une parfaite connaissance de tous les facettes et commandes du logiciel. Par contre, pour la phase apprentissage, la deuxième méthode est la plus commode. Dans, notre cas, on a adopté la première méthode parce qu'elle

nous a permis de programmer nos propres fonctions et de paramétrer toutes les données géométriques. La figure III.3 résume les principales étapes de modélisation.

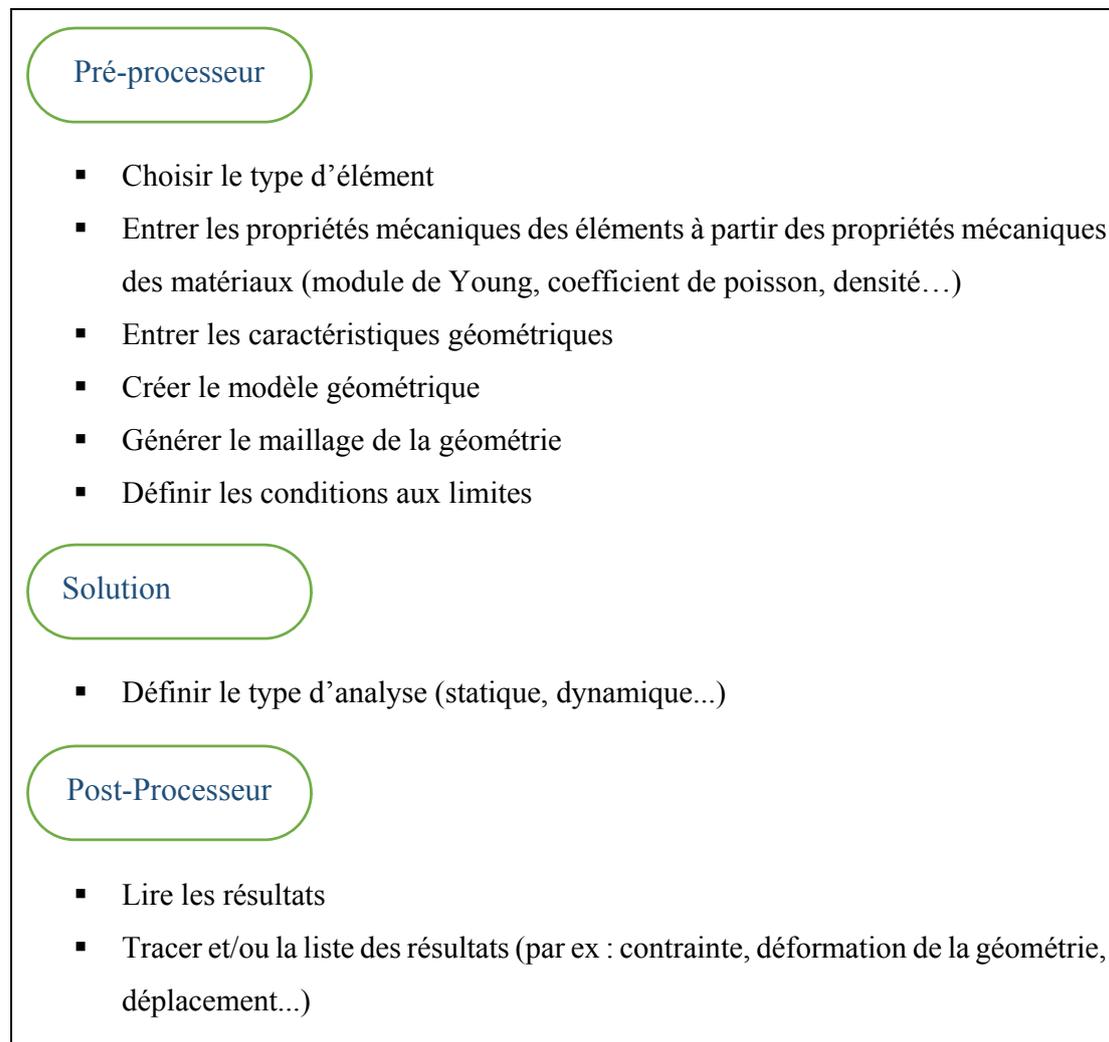
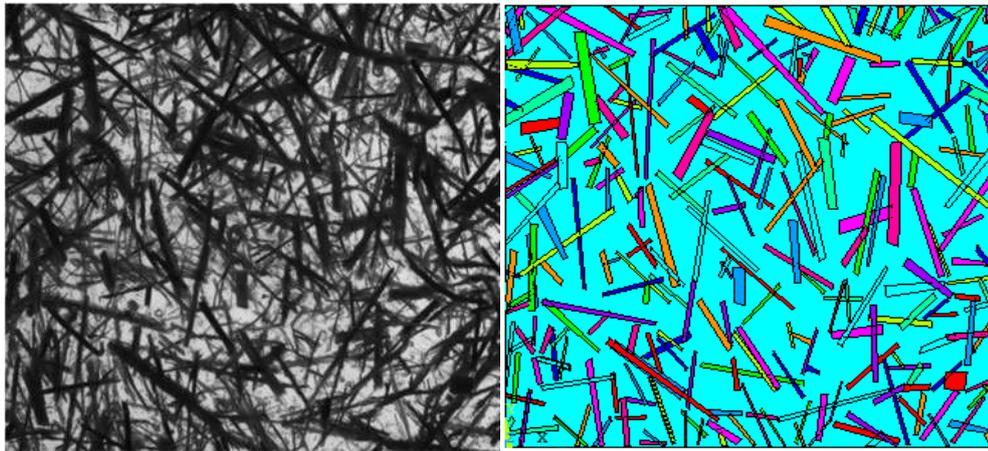


Figure III.3. Schéma d'utilisation d'Ansys.

III.4 Modélisation de la plaque composite

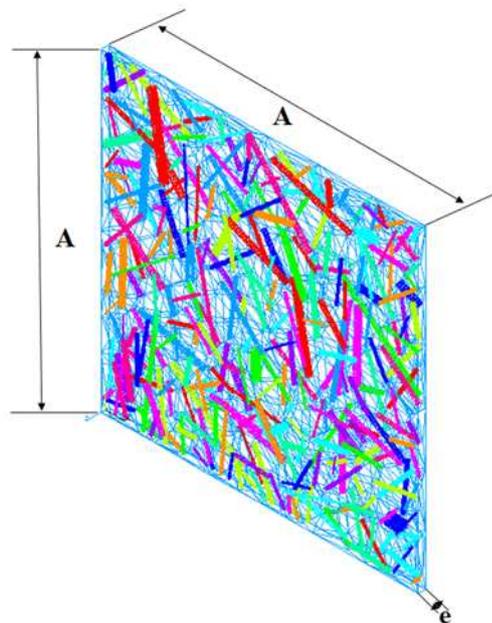
III.4.1 la géométrie

Le modèle numérique de cette étude est une plaque composite fibres d'*Alfa*/matrice de type *Greenpox* 56 avec un taux de fibres de 5%, soit 298 fibres avec des longueurs, diamètres et orientations distribués aléatoirement sur tout le volume de la plaque (Figure III.4). Les propriétés géométriques de la plaque sont données tableau III.4. Les conditions aux limites représentent un chargement uni-axial de traction.



a) Image réelle de la plaque en composite

b) Modèle numérique par Ansys



c) Modèle numérique 3D sous Ansys

Figure III.4 : Plaque en composite de 5% de taux de fibres.

Tableau III.4 : Caractéristiques géométriques de la plaque composite modélisée.

<i>Longueur (A)</i>	<i>Largeur (A)</i>	<i>Épaisseur (e)</i>
25 mm	25 mm	0,3 mm

III.4.2 Maillage de la géométrie

La géométrie des fibres étant fortement allongée, il est difficile d'utiliser des éléments surfaciques de type coque pour les représenter, le nombre d'éléments nécessaires pour représenter finement la géométrie serait alors très élevé. Une solution

alternative et économique en temps de calcul est l'utilisation d'un maillage automatique par deux éléments, les éléments BEAM188 pour mailler les fibres et des éléments SHELL63 pour la matrice. La difficulté réside alors dans la connexion entre ces 2 types d'éléments, connexion qui doit permettre un dialogue efficace et un transfert des variables cinématiques et d'efforts.

III.4.2.1 Éléments BEAM188

Les éléments BEAM188 (Figures III.5 et III.6) sont adaptés à l'analyse de structures de poutres minces à modérément épaisses. L'élément est basé sur la théorie de la poutre de Timoshenko qui inclut les effets de cisaillement et de déformation. L'élément fournit des options pour le gauchissement non restreint et le gauchissement restreint des sections transversales. L'élément BEAM188 est un élément de poutre linéaire, quadratique ou cubique à deux nœuds en 3-D avec six ou sept degrés de liberté à chaque nœud. Ces degrés comprennent les translations dans les directions x , y et z et les rotations autour des directions x , y et z . Un septième degré de liberté (amplitude de déformation) est facultatif. Cet élément est bien adapté aux applications non linéaires, à grande rotation et/ou à grande déformation. L'élément inclut par défaut les termes de rigidité des contraintes dans toute analyse avec une grande déflexion. Les termes de rigidité des contraintes fournis permettent aux éléments d'analyser les problèmes de stabilité en flexion, latéral et torsion (en utilisant le flambage à valeur propre, ou des études d'effondrement avec des méthodes de longueur d'arc ou de stabilisation non linéaire) [6].

L'élasticité, la plasticité, le fluage et d'autres modèles de matériaux non linéaires sont pris en charge. Une section transversale associée à ce type d'élément peut être une section construite faisant référence à plus d'un matériau[6].

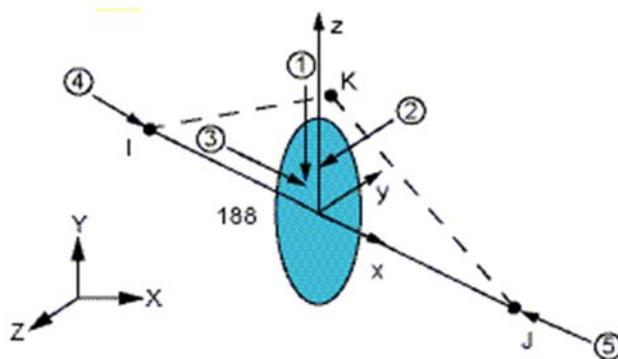


Figure III.5 : Géométrie de l'élément BEAM188 [6].

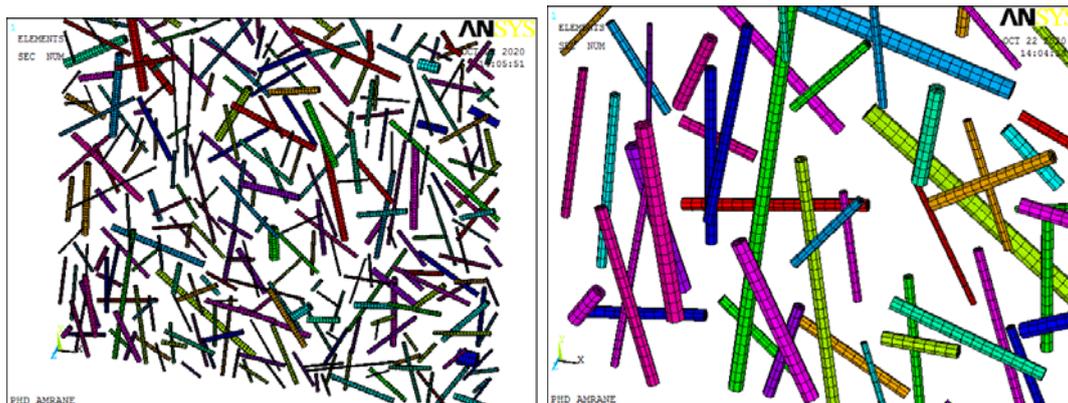


Figure III.6 : Maillage des fibres avec les éléments BEAM188.

III.4.2.2 Élément SHELL63

Les éléments de SHELL63 (Figure III.7) sont adaptés pour des études de flexion et de membrane. Les charges dans le plan et les charges normales sont toutes les deux autorisées. L'élément a six degrés de liberté à chaque nœud : translations dans les directions nodales x, y et z et rotations autour des axes nodaux x, y et z. Le raidissement sous contrainte et les grandes capacités de déflexion sont inclus. Une option de matrice de rigidité tangente cohérente est disponible pour une utilisation dans les analyses de grande déflexion (rotation finie) [6].

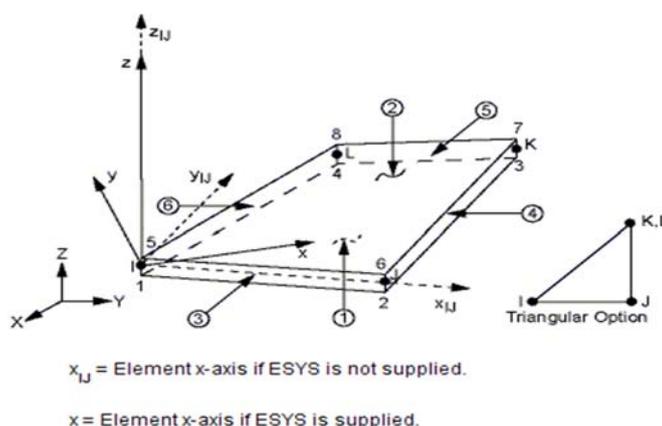


Figure III.7 : Géométrie de l'élément SHELL63 [6].

III.4.3 Conditions de fixation et de chargement de la plaque composite

Pour le modèle numérique, la plaque est simplement appuyée sur les 4 cotés et chargée uni-axialement en traction comme le montre la figure III.8. La pression appliquée sur la surface du modèle : $(A * e) = \text{force expérimentale} / \text{surface d'échantillon}$.

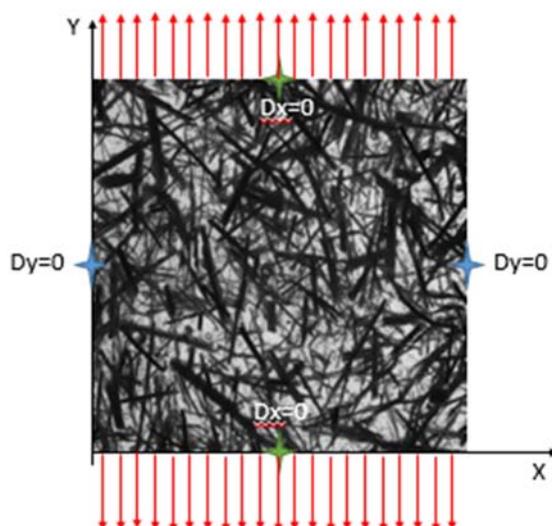


Figure III.8 : Conditions de fixation et de chargement de la plaque composite.

Après l'application des conditions aux limites et du chargement uni-axial sur la plaque en composite, l'exécution du programme permet d'obtenir la répartition de la contrainte équivalente de Von Mises σ_{equi} sur l'ensemble de la structure et de l'extraire sur l'un des composants comme les fibres (Figures III.9 et III.10 respectivement).

De l'ensemble des figures, il est nettement visible que le niveau de contraintes diffère d'une fibre à l'autre, cette différence est due à leurs différences géométriques et morphologiques comme la longueur, le diamètre et aussi l'orientation des fibres. Selon la figure III.10, la répartition des contraintes n'est pas homogène dans la matrice et des concentrations de contrainte sont nettement visibles au niveau des interfaces fibres/résine.

Ceci nous montre que définir la rupture simplement en comparant la tenue mécanique des fibres ou de la matrice à la contrainte nominale supportée par la structure (définir par le rapport effort sur section par exemple) n'est pas suffisant. Une analyse plus fine doit être faite tenant compte du caractère aléatoire de la distribution spatiale et de la distribution morphologique des fibres.

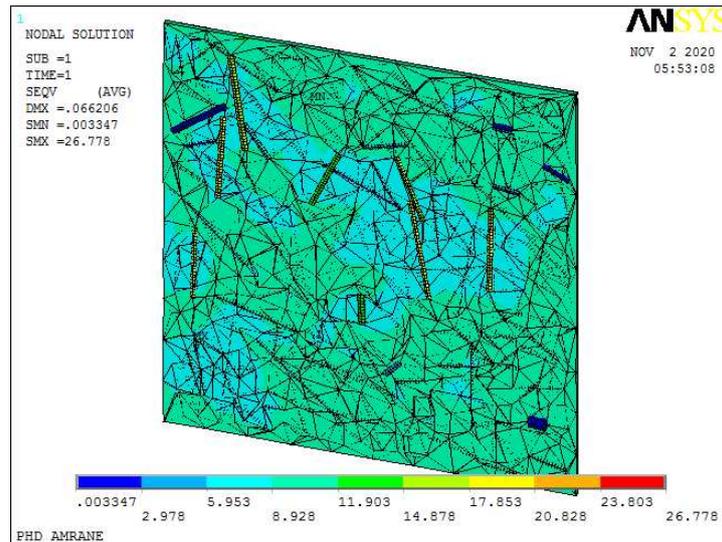


Figure III.9 : Distribution de la contrainte équivalente dans la plaque en composite.

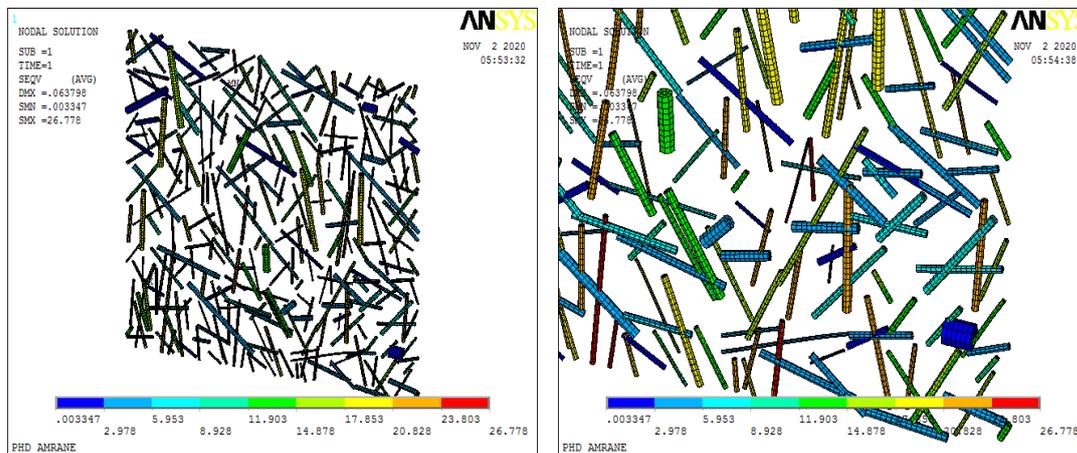


Figure III.10 : Distribution de la contrainte équivalente dans les fibres constitutives.

III.5 Analyse mécano probabiliste

L'analyse probabiliste par éléments finis d'une plaque en composite est réalisée à l'aide du code de calcul Ansys PDS (*Probabilistic Design System*) selon la méthodologie détaillée dans la figure III.11. Le PDS est basé sur le langage de conception paramétrique d'Ansys qui permet aux utilisateurs de construire un modèle paramétrique des éléments finis, le résoudre, obtenir des résultats, et extraire les résultats caractéristiques tels que la contrainte équivalente par exemple.

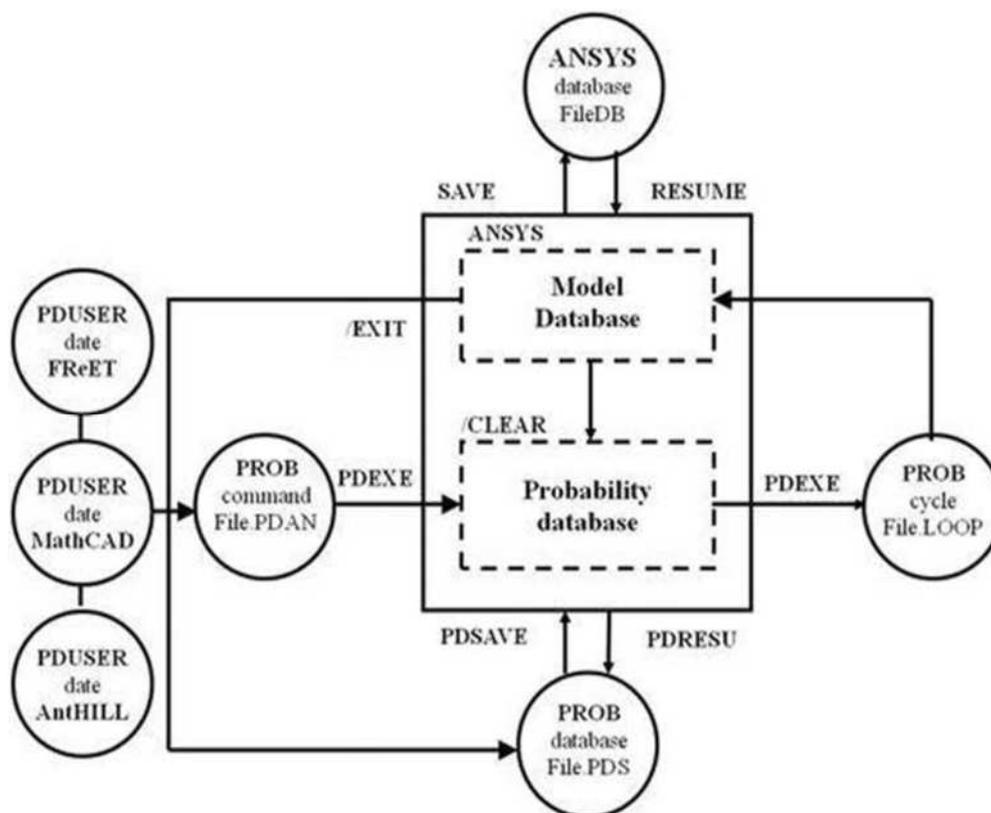


Figure III.11 : Organigramme de la méthode de calcul de la probabilité par éléments finis.

III.5.1 Analyse de la sensibilité par élément finis

Comme nous l'avons vu, la modélisation mécanique d'une plaque en composite doit s'appuyer sur une modélisation probabiliste des incertitudes des paramètres d'entrée. Cette approche est souvent appelée « modélisation mécano-probabiliste », elle vise à établir l'impact des incertitudes sur la réponse mécanique.

Ces incertitudes sont principalement composées par l'aléa des paramètres d'entrée (c'est-à-dire les dimensions géométriques, le chargement et les propriétés des matériaux) et les incertitudes de modélisation. Dans cette étude nous ne tenons compte que des incertitudes des paramètres d'entrée.

III.5.2 Système de conception probabiliste

Le système de conception probabiliste (PDS) analyse un composant ou un système impliquant des paramètres d'entrée incertains. Ces paramètres sont définis en tant que variables d'entrées aléatoires et sont caractérisés par leur type et par leur distribution statistique (moyenne, écart-type). Les principaux résultats de la simulation sont définis comme paramètres de sortie aléatoires.

Les paramètres mécaniques regroupent à la fois la géométrie de la structure et les propriétés mécaniques du matériau. Les dimensions géométriques d'une structure ne sont jamais connues parfaitement. Leur variabilité est due aux erreurs et tolérances propres à tout processus de fabrication. Elles sont donc traitées comme des variables aléatoires. En général, les dimensions sont représentées par des variables Gaussiennes [7].

Ainsi, dans nos travaux, les distributions probabilistes sont toutes supposées Gaussiennes. Leurs moyennes sont fixées à leurs valeurs nominales respectives déterminées expérimentalement. On peut obtenir leurs écarts-types de telle sorte que la probabilité d'une dimension reste dans des limites de tolérance inférieures à 95% [2]. Encore faut-il disposer des valeurs des limites de tolérance ou les admettre. Dans cette étude, on fixe initialement le coefficient de variation des dimensions à 5%. Les dimensions de la plaque, y compris la largeur et la hauteur A, l'épaisseur E, et les caractéristiques géométriques des fibres (longueur, diamètre, orientation) sont considérés en tant que paramètres d'entrée aléatoires. Les propriétés du matériau ont également une nature incertaine. Ces grandeurs sont donc considérées comme étant aléatoires et décrites aussi par une loi log-normale. On leur attribue aussi un coefficient de variation de 5%, valeur habituellement observée sur les propriétés des composites.

Dans cette étude, la méthode de Monte Carlo MCS est utilisée pour exécuter l'analyse probabiliste de plaque composite. La contrainte équivalente est considérée comme la réponse de sortie aléatoire.

L'analyse de sensibilité est réalisée à partir des résultats de simulations de Monte Carlo, en utilisant la méthode globale d'échantillonnage par hyper cube latin basé sur le calcul des coefficients de corrélation linéaire et non linéaire (ou coefficients de corrélation de Spearman et Pearson). Ces coefficients permettent de hiérarchiser les paramètres d'entrée du modèle en fonction de leur importance. Cette analyse permet d'éliminer les variables les moins influentes sur la réponse, afin de réaliser l'identification paramétrique déterministe et probabiliste.

III.5.3. Modèle probabiliste d'une plaque en composite

Le tableau III.5 regroupe les paramètres d'entrée d'une plaque en composite, la plaque est renforcée avec 290 fibres. Les paramètres d'entrées comprennent pour les fibres les caractéristiques géométriques (longueur, diamètre et orientation), les

propriétés mécaniques (module de Young et coefficient de Poisson), ainsi que les propriétés élastiques de la matrice polymère, en supposant une distribution log-normale pour toutes ces variables d'entrée avec un coefficient de variation initial (COV) de 5%.

Tableau III.5 : Variables d'entrée d'un modèle de plaque fibre d'alpha/Greenpoxy 56.

<i>Paramètres</i>	<i>Moyenne</i>	<i>Coefficient de variation COV %</i>	<i>Ecart-type</i>	<i>Distribution</i>
L₁ (mm)	3,5875	5%	0,1793	Log-normale
R₁ (mm)	0,0880	5%	0,0044	Log-normale
θ₁ (°)	85,97	5%	4,3	Log-normale
L₅₀ (mm)	1,9091	5%	0,095	Log-normale
R₅₀ (mm)	0,0641	5%	0,0032	Log-normale
θ₅₀ (°)	135,05	5%	6,75	Log-normale
L₂₀₀ (mm)	1,9907	5%	0,099	Log-normale
R₂₀₀ (mm)	0,0595	5%	0,003	Log-normale
θ₂₀₀ (°)	67,47	5%	3,37	Log-normale
Module d'Young des fibres E (MPa)	6,77	5%	0,34	Log-normale
Coefficient de Poisson des fibres ν	0,34	5%	0,017	Log-normale
Module d'Young de la matrice E (GPa)	2,74	5%	0,137	Log-normale
Coefficient de Poisson de la matrice ν	0,25	5%	0,0125	Log-normale

L_i = longueur, R_i = Rayon, et θ_i =orientation de la fibre i

III.5.4 Analyse et résultats

L'histogramme de la fonction de distribution de la contrainte équivalente est présenté sur la figure III.12. On remarque que la contrainte varie largement dans l'intervalle 24,2 - 48,98 MPa, la valeur moyenne et l'écart-type sont respectivement de 27,13 MPa et 1,62 MPa. Les caractéristiques statistiques de cette distribution de la contrainte sont fournies dans le tableau III.6 avec un niveau de confiance de 0,95. Les valeurs caractéristiques (valeur moyenne, écart-type, asymétrie ou *skewness*, aplatissement ou *kurtosis*, valeur minimale et valeur maximale) sont aussi lisibles dans la figure III.12. La dispersion des paramètres d'entrée provoque une grande variabilité

des paramètres de sorties (contrainte) où le coefficient de variation de la contrainte est égal à 5,99%.

Le coefficient d'asymétrie (skewness) d'environ 2,879 montre qualitativement une inclinaison positive, la queue sur le côté gauche de la fonction de densité de la probabilité est courte, la majorité des valeurs se trouvent à gauche de la valeur moyenne.

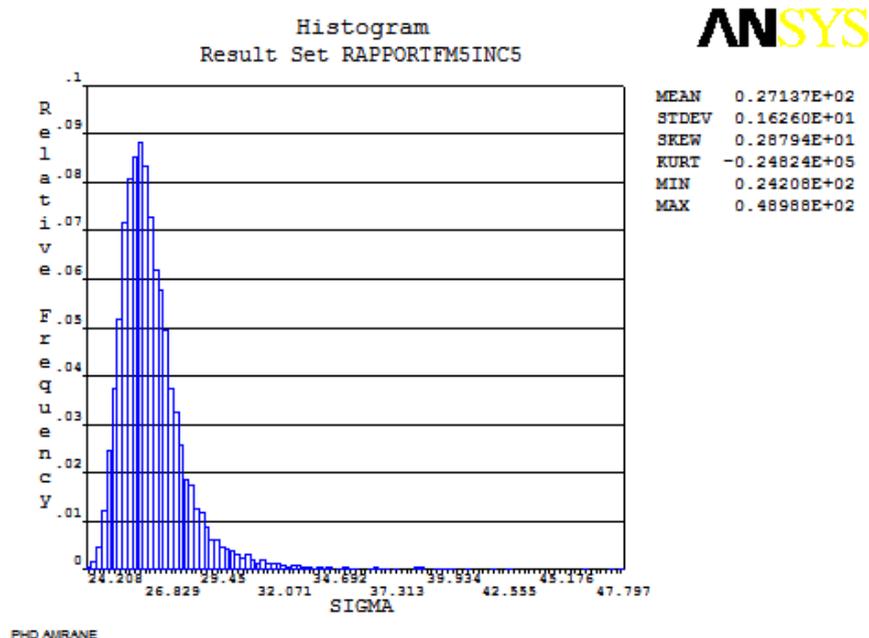


Figure III.12 : Histogramme de la fonction de distribution de la contrainte équivalente.

Tableau III.6: Caractéristiques de la fonction de distribution de la contrainte équivalente.

<i>Paramètres de sortie</i>	<i>Moyenne</i>	<i>Écart-type</i>	<i>Minimum</i>	<i>Maximum</i>	<i>COV %</i>
Contrainte équivalente	27,13	1,626	24,21	48,99	5,99 %

Enfin, la courbe de la distribution cumulative de la contrainte équivalente est représentée sur la figure III.13 avec un niveau de confiance de 0,95. La probabilité de défaillance de la plaque en composite est donnée par la probabilité que la contrainte σ_{equi} soit inférieure à la contrainte à la rupture σ_r (valeur de 27,13MPa). La probabilité de défaillance de notre plaque en composite est donc d'environ 69%, ce qui indique que la défaillance de la plaque en composite est statistiquement peu probable.

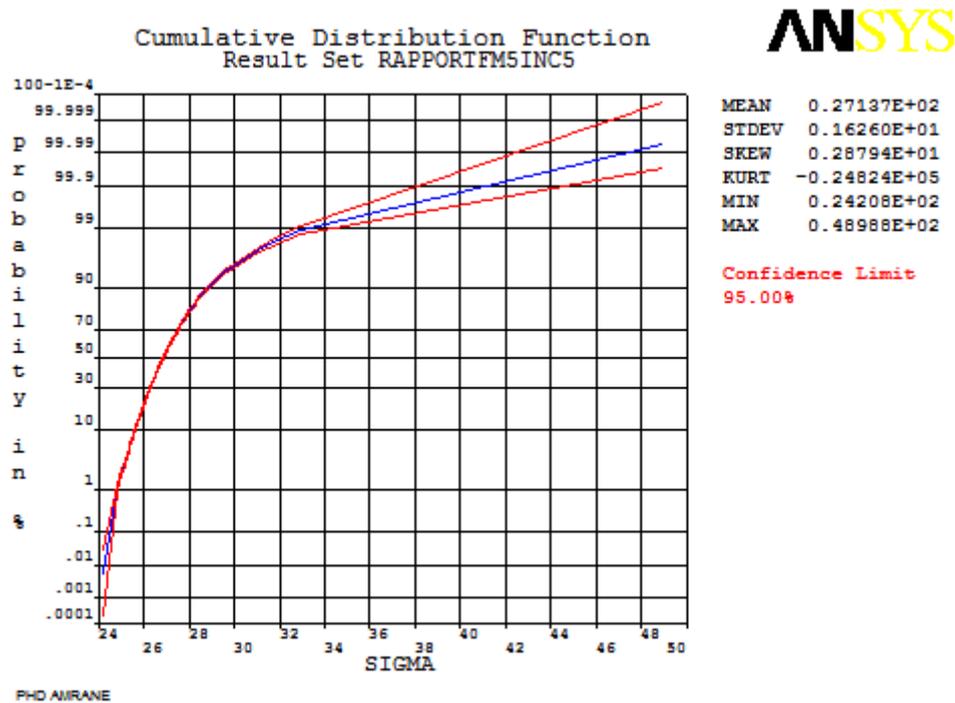
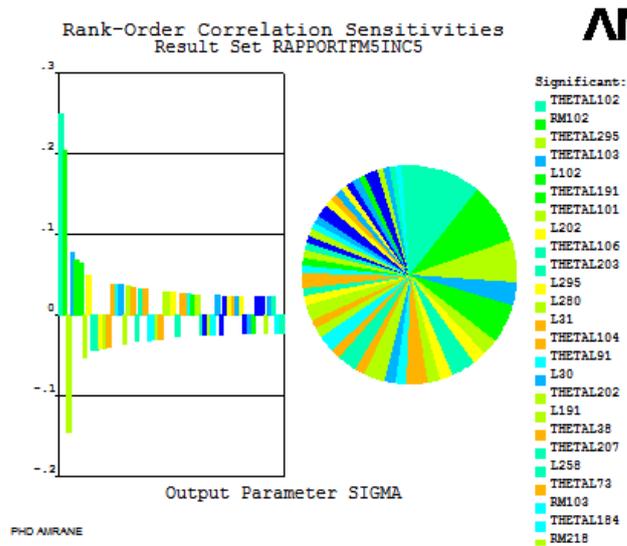


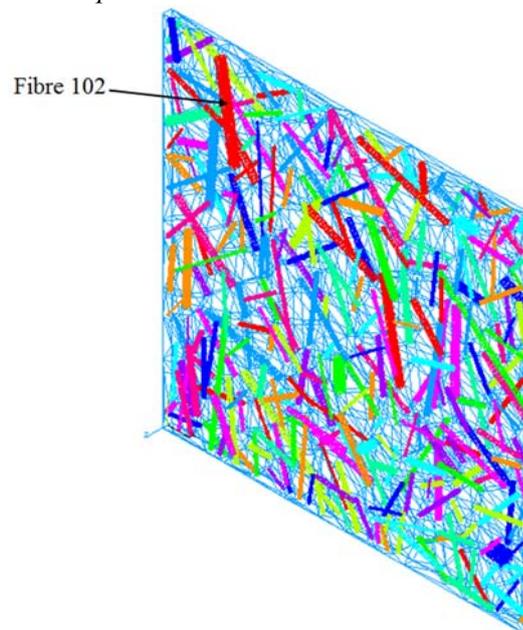
Figure III.13 : Courbe de la distribution cumulative de la contrainte équivalente de la plaque en composite.

III.5.5 Analyse de sensibilité des variables de sortie

Cette analyse de sensibilité renseigne sur la nature des variables aléatoires d'entrée géométriques et mécaniques en fonction de la fiabilité des paramètres de sortie vis-à-vis de ces paramètres d'entrées. Une variable sera de type « sollicitation » ou « résistance », selon que sa sensibilité est positive ou négative, c'est à-dire que son augmentation entraîne une diminution ou une augmentation de la fiabilité. Un résultat d'analyse de sensibilité typique est présenté dans la figure III.14.



a) Influence des paramètres d'entrée sur le niveau de contrainte



b) Position de la fibre 102 dans la matrice

Figure III.14 : Influence des paramètres d'entrée sur le niveau de contrainte et pointage de la fibre dominante (la fibre 102).

De cette figure, on peut observer que trois paramètres pris en compte dans la simulation ont une contribution sur la sensibilité de la contrainte équivalente. Ces trois paramètres sont responsables de plus de 31% de cette sensibilité. Il s'agit de l'orientation de la fibre n°102, qui constitue environ 13% de la sensibilité, le diamètre de la fibre n°102 qui constitue 10% de la sensibilité, et l'orientation de la fibre n°295 qui en constitue 8%.

III.6 Analyse de sensibilité en fonction des fibres dominantes

III.6.1 Effet des variables d'entrée les plus influentes

D'après l'étude précédente, on a constaté que les trois paramètres d'entrée géométriques que sont la longueur, l'orientation et le diamètre ont un effet considérable sur la sensibilité de la contrainte. Dans cette partie on va se concentrer seulement sur la fibre n°102 qui est la plus influente des 290 fibres de la plaque composite (voir Figure III.14.b). On a testé en premier lieu ces trois paramètres en même temps ($D = 0,27$ mm, $O = 99^\circ$, et $L = 2,941$ mm pour la fibre 102) comme des paramètres aléatoires, puis on a pris seulement deux paramètres (O, D) sur la sensibilité de la contrainte, et finalement un seul paramètre (O). Le résultat d'analyse est illustré sur la figure III.15.

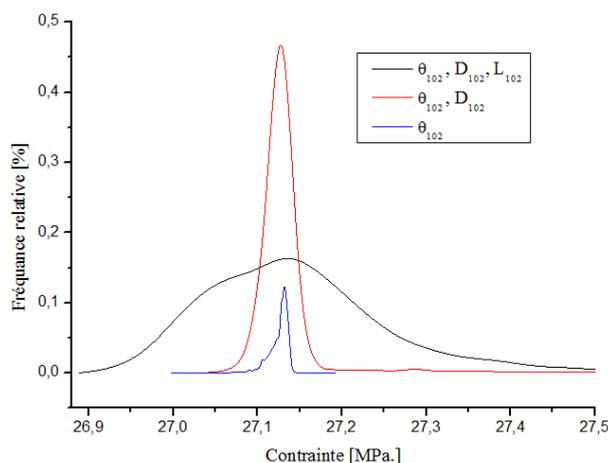


Figure III.15 : Fonction de densité de distribution de la contrainte équivalente en fonction des trois paramètres d'entrée de la fibre dominante.

D'après cette figure, on voit qu'effectivement l'analyse de la probabilité avec deux ou trois paramètres d'entrées est plus efficace qu'avec un seul paramètre. La deuxième courbe avec les deux paramètres les plus influents (O, D) ressemble en effet visuellement beaucoup plus à la vraie densité sur toute la zone (forme symétrique plus logique près de la moyenne) par comparaison à l'analyse par un seul paramètre d'entrée qui représente une distribution très concentrée ce qui révèle un manque de précision dans l'analyse. On peut ajouter aussi que pour trois variables d'entrées aléatoires, la contrainte devient trop sensible ce qui explique l'effet de ces paramètres sur l'analyse mécano-probabiliste.

III.6.2 Effet du nombre de fibres influentes considéré

En complément avec l'étude précédente, nous avons testé la sensibilité de la contrainte en fonction du nombre de fibres en considérant leur ordre d'influence (ordre donné dans le tableau III.7). Nous avons commencé le calcul par une seule fibre dominante – la fibre 102 – puis nous avons ajouté progressivement les fibres selon le degré de sensibilité.

Le résultat de cette analyse est illustré sur la figure III.16. D'après cette figure, on remarque que la distribution de la contrainte est très centrée lorsqu'on prend en compte une seule fibre. Puis on note seulement de petites différences dans les valeurs moyennes des distributions de la contrainte pour les cinq premières simulations (prise en compte d'une à cinq fibres les plus dominantes). Au contraire, des différences importantes dans la dispersion sont notées pour les cinq simulations suivantes (nombre de fibres considérées compris entre 6 et 10). La variabilité est plus élevée non seulement au niveau de la sensibilité de la contrainte (ou moyenne de la contrainte), mais également au niveau de la forme de la distribution. Les courbes ne sont pas symétriques et conformes à une Gaussienne. Au final la « région de sensibilité » est deux fois plus large par comparaison aux cinq premières analyses. On peut en conclure que la sensibilité de la contrainte a une relation directe avec les nombres de fibres constituant la plaque en composite et que c'est un facteur à prendre en considération.

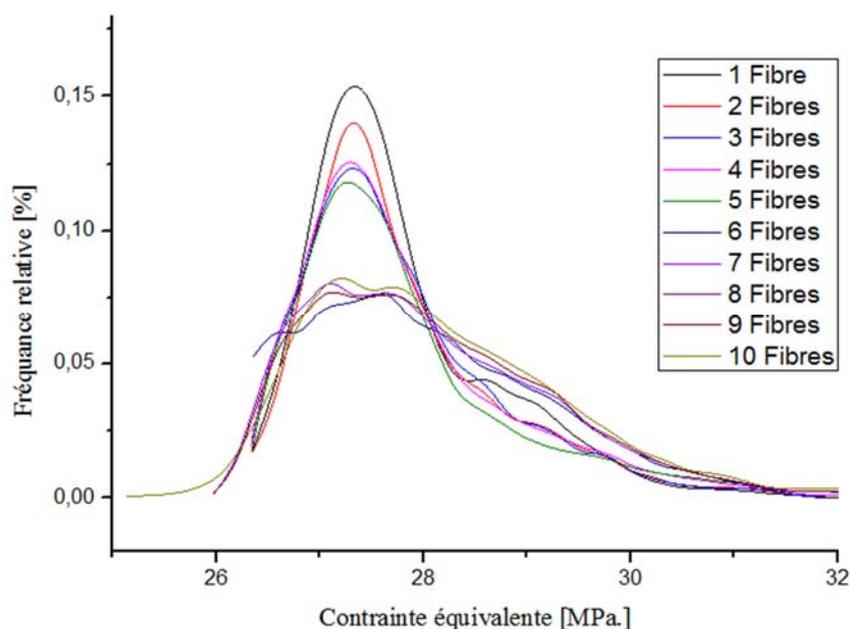


Figure III.16 : Fonction de densité de distribution de la contrainte équivalente en fonction du nombre de fibres dominantes prises en considération.

Tableau III.7: Ordre d'arrivée des fibres dominantes.

<i>Nombre</i>	<i>Ordre d'arrivée des fibres</i>									
1 fibre	102									
2 fibres	102	295								
3 fibres	102	295	103							
4 fibres	102	295	103	191						
5 fibres	102	295	103	191	101					
6 fibres	102	295	103	191	101	202				
7 fibres	102	295	103	191	101	202	106			
8 fibres	102	295	103	191	101	202	106	203		
9 fibres	102	295	103	191	101	202	106	203	280	
10 fibres	102	295	103	191	101	202	106	203	280	31

III.6.3 Effet du coefficient de variation et de la fraction massique de fibres

Afin de rechercher les effets du coefficient de variation global (COV) et du taux de fibres des variables d'entrée sur la sensibilité de la contrainte équivalente, des calculs sont effectués en faisant varier ces deux paramètres. Les taux de fibres étudiés sont de 5, 10, 15 et 20%. Le COV de l'ensemble des variables d'entrée (voir tableau III.5) prend respectivement la valeur de 5, 10, 15 et 20% pour chaque taux de fibres simulé.

Les figures III.17 et III.18 illustrent les courbes de distribution de la densité de contrainte équivalente et les courbes cumulatives de la probabilité de défaillance de la plaque pour un taux de fibre de 5% et chaque valeur de COV.

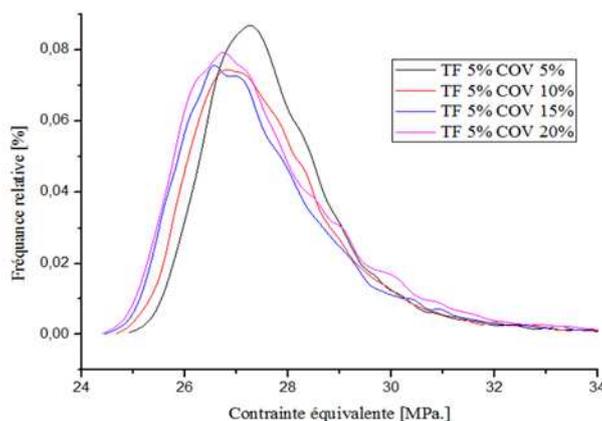


Figure III.17 : Fonction de densité de distribution de la contrainte équivalente avec un taux de fibre de 5% pour quatre valeurs du coefficient de variation global.

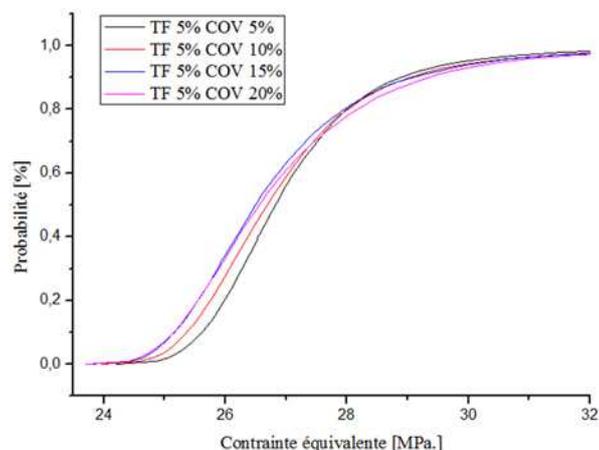


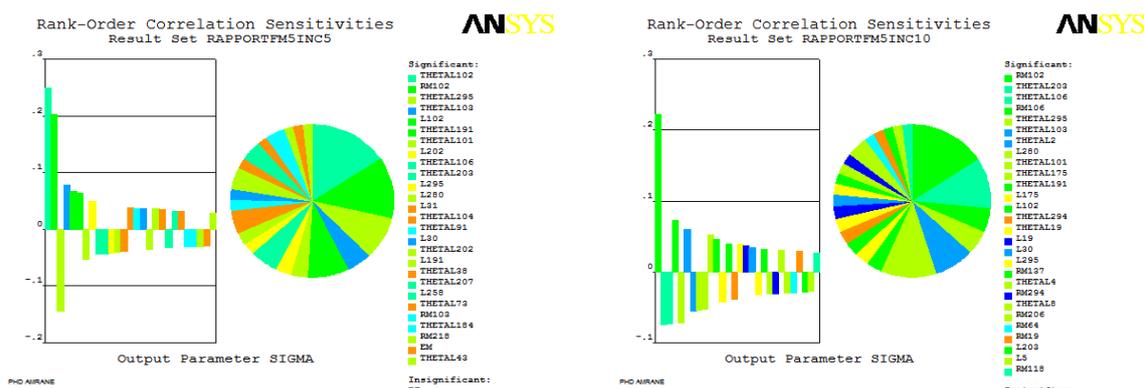
Figure III.18 : Courbe de la distribution cumulative de la contrainte équivalente avec un taux de fibre de 5% pour quatre valeurs du coefficient de variation global.

À partir des deux figures, et à l'aide du tableau III.8, on remarque que le COV a un effet notable sur la sensibilité de la contrainte. Ainsi on obtient une augmentation de 13,9 % de la sensibilité de la contrainte entre le COV de 5% et le COV de 10% ; d'environ 19,31% entre le COV de 5% et le COV de 15%, et d'environ 27,06% entre le COV de 5% et le COV de 20%. Pour la figure III.18, on remarque qu'une probabilité de 65% est attendue pour un COV de 5%, par contre la probabilité sera de 61% pour un COV de 20%.

Tableau III.8: Résultats d'analyse probabiliste pour un taux de fibres 5 %.

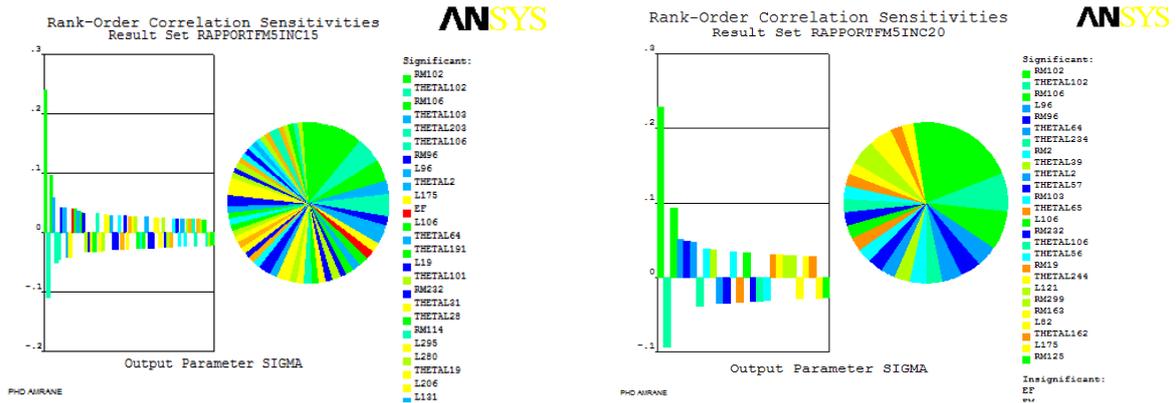
COV entrée %	Moyenne	Ecart- type	Minimum	Maximum	COV sortie %	Défaillance %
5	27,13	1,626	24,21	30,62	5,99	65,22
10	27,03	1,852	23,96	30,90	6,85	57,68
15	26,93	1,94	23,74	31,13	7,20	61,52
20	27,03	2,066	23,69	31,44	7,64	61,45

La figure III.19 montre le diagramme de sensibilité de la contrainte pour un taux de fibre 5% pour les quatre taux de COV étudiés. À partir de cette figure on peut distinguer les paramètres qui gouvernent la sensibilité de la contrainte. On remarque que la fibre 102 est toujours la plus dominante et est caractérisée par trois paramètres importants : l'orientation ($O = 99^\circ$), le diamètre ($D = 0,27 \text{ mm}$) et la longueur ($L = 2,941 \text{ mm}$). De la même figure, on déduit pour un COV de 10% que le diamètre de la fibre 102 est le principal paramètre probabiliste suivi par l'orientation de la fibre 202 et de la fibre 10,6 respectivement. Pour les COV de 15% et de 20%, on remarque que ce sont ces trois mêmes paramètres qui ont l'effet le plus important sur la sensibilité de la contrainte.



a) COV = 5%

b) COV = 10%



c) COV = 15%

d) COV = 20%

Figure III. 19: Sensibilité de la contrainte pour un taux de fibres 5% en fonction du COV.

Les figures III.20 et III.21 montrent les courbes de la fonction de distribution de la contrainte équivalente et les courbes cumulatives de la probabilité de défaillance pour une plaque en composite possédant un taux de fibres de 10% pour les quatre coefficients de variation étudiés.

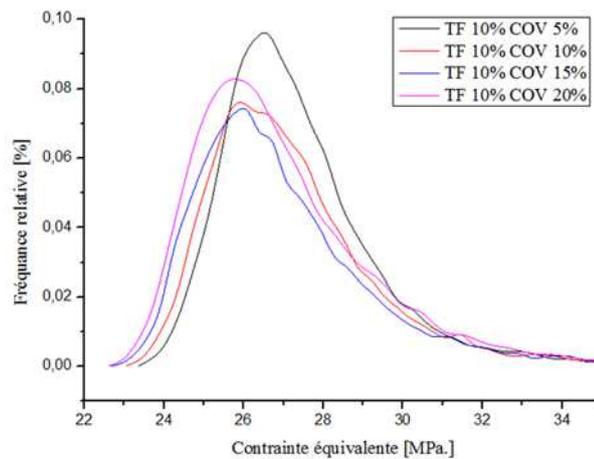


Figure III.20 : Fonction de densité de distribution de la contrainte équivalente avec un taux de fibres de 10 % pour quatre valeurs du coefficient de variation global.

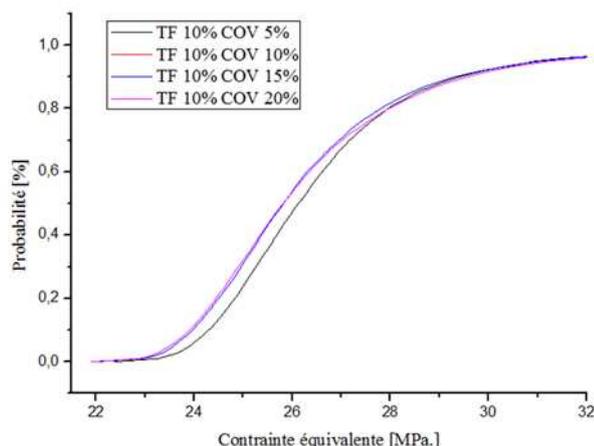


Figure III.21 : Courbe de la distribution cumulative de la contrainte équivalente avec un taux de fibres de 10 % pour quatre valeurs du coefficient de variation global.

Partant de ces deux figures et du tableau III.8, les mêmes constatations ont été observés que précédemment pour le taux de fibres de 5% : la sensibilité de la contrainte équivalente augmente avec l'augmentation du COV. On constate ainsi une augmentation de 12,89% de la sensibilité de la contrainte pour un COV passant de 5% à 10%, environ 16,03% d'augmentation pour un COV passant de 5% à 15%, et environ 24% pour une augmentation de 5% à 20% du COV. Par comparaison au taux de fibres de 5%, la sensibilité a été légèrement réduite pour un COV de 5%, alors que pour un COV de 20%, la sensibilité a au contraire été augmentée (de 26,25% à 31,3%).

De la figure III.21, on remarque qu'une probabilité de défaillance de 63,01% est attendue pour COV de 5% et elle est de 61,15% pour un COV de 20%.

Tableau III.9: Résultats d'analyse probabiliste pour un taux de fibres de 10%.

<i>COV</i> <i>entrée %</i>	<i>Moyenne</i>	<i>Ecart-</i> <i>type</i>	<i>Minimum</i>	<i>Maximum</i>	<i>COV</i> <i>sortie %</i>	<i>Défaillance</i> <i>%</i>
5	26,74	2,258	22,65	31,7	8,44	63,01
10	26,64	2,549	22,36	31,92	9,57	65,41
15	26,39	2,62	21,97	32,1	9,93	61,52
20	26,44	2,8	21,89	32,33	10,59	61,15

La figure III.22 montre diagramme de sensibilité de la contrainte pour un taux de fibre 10 % en fonction de COV. On remarque avec l'augmentation du COV que la

sensibilité de la contrainte dépende de la fibre. Pour 5% de COV, l'orientation de la fibre 11, la longueur et l'orientation de la fibre 18 ont un effet considérable sur la sensibilité de la contrainte. La longueur de la fibre 174, est la plus dominante de l'analyse mécano-probabiliste pour les COV 10, 15 et 20% et un taux de fibres 10%.

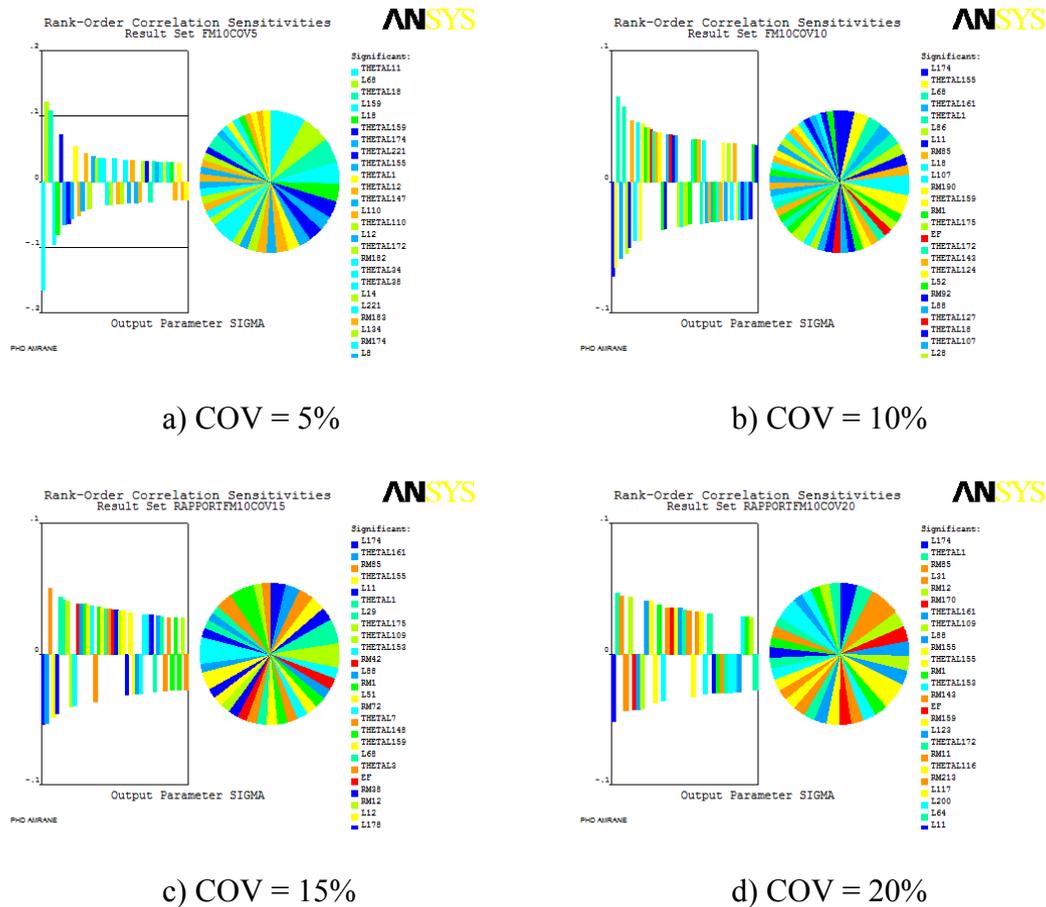


Figure III.22 : Sensibilité de la contrainte pour un taux de fibres de 10% en fonction du COV.

Les figures III.23 à III.25 représentent les résultats d'analyse de la probabilité pour un taux de fibres de 15%.

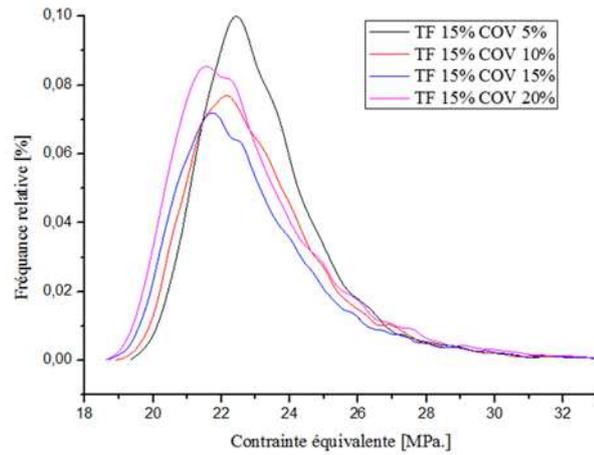


Figure III.23 : Fonction de densité de distribution de la contrainte équivalente avec un taux de fibres de 15 % pour quatre valeurs du coefficient de variation global.

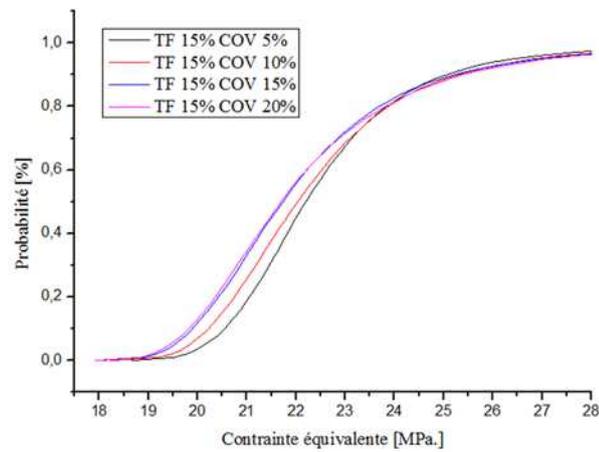
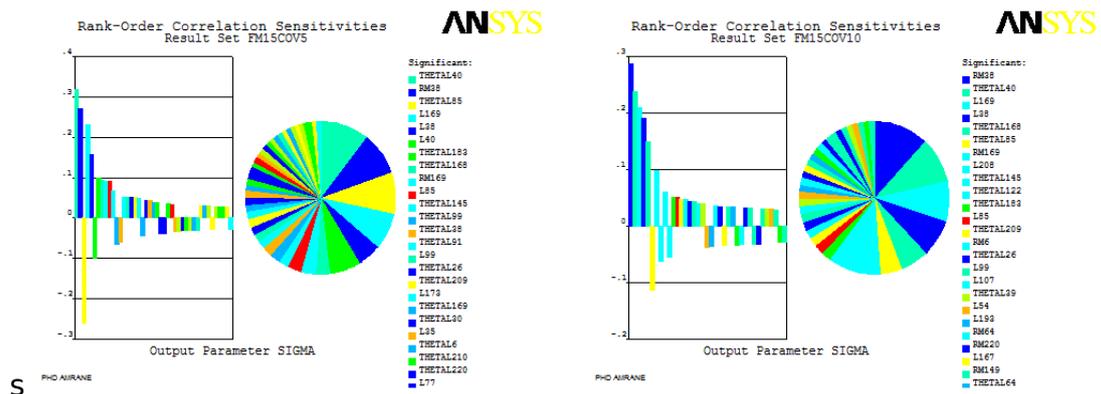
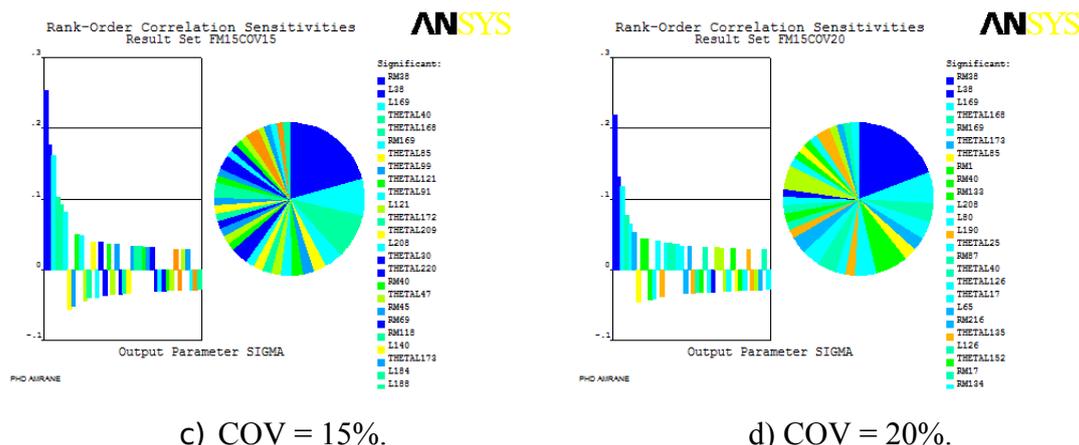


Figure III.24 : Courbe de la distribution cumulative de la contrainte équivalente avec un taux de fibre de 15 % pour quatre valeurs du coefficient de variation global.



a) COV = 5%.

b) COV = 10%.



c) COV = 15%.

d) COV = 20%.

Figure III.25 : Sensibilité de la contrainte pour un taux de fibres 15% en fonction de COV.

D’après les figures III. 23 et III.24 et selon les résultats d’analyse du tableau III.10, on observe les mêmes remarques que pour les deux taux de fibres précédents. Une augmentation de 13,31% de la sensibilité de la contrainte pour un COV passant de 5% à 10%, de 15,75% pour un COV passant de 5% à 15% et supérieure à 24,77% pour un COV passant de 5% à 20%. On a également remarqué qu’une probabilité de défaillance de 62,35% est attendue pour un COV de 5% et qu’elle est de 61,1% pour un COV de 20%.

La figure III.25 illustre le diagramme de sensibilité de la contrainte équivalente pour un taux de fibre 15% en fonction de COV. On remarque pour les différents coefficients de variation que les mêmes paramètres probabilistes ont un effet sur la sensibilité de la contrainte de cette plaque en composite. Ils proviennent de la fibre 38 avec deux paramètres probabilistes : l’orientation (RM38) et la longueur (L38). Ces deux variables sont responsables de plus de 31% de l’effet sur la probabilité de défaillance de la plaque possédant un taux de fibres 15% par rapport aux autres variables qui constituent ensemble les parties restantes.

Tableau III.10: Résultats d’analyse probabiliste pour un taux de fibres de 15%.

COV entrée %	Moyenne	Ecart- type	Minimum	Maximum	COV sortie %	Défaillance %
5	22,63	2,216	18,66	30,38	9,79	62,35
10	22,55	2,511	18,21	30,9	11,13	61,48
15	22,29	2,565	17,99	31,13	11,51	61,3
20	22,32	2,765	17,92	31,44	12,88	61,1

Les figures III.26 à III.28 illustrent les résultats de notre étude de sensibilité pour une plaque en composite avec un taux des fibres 20%. Pour cette plaque, la sensibilité de la contrainte a été nettement réduite par comparaison aux trois taux de fibres précédemment étudiés : 11,33% pour un COV passant de 50 à 10%, 15,67% pour un COV passant de 5% à 15%, et 26,49% pour COV passant de 5% à 20%.

De cette étude, on peut dire que la variation de coefficient de variation COV et le taux des fibres ont tous les deux un effet remarquable sur la sensibilité de la contrainte équivalente. Les mêmes constatations ont été observées pour les courbes cumulatives (Figure III.27), une probabilité de défaillance de cette plaque de 62,15% est à attendre pour COV de 5% et d'environ 60,12% pour COV de 20% (tableau III.11).

Tableau III.11: Résultats d'analyse probabiliste pour un taux de fibres de 20%.

COV entrée %	Moyenne	Ecart- type	Minimum	Maximum	COV sortie %	Défaillance %
5	23,75	2,533	19,15	62,86	10,66	62,15
10	23,69	2,82	18,56	56,97	12,20	60,82
15	23,41	2,93	18,52	53,47	9,91	60
20	23,44	3,204	18,43	63,06	13,67	60,12

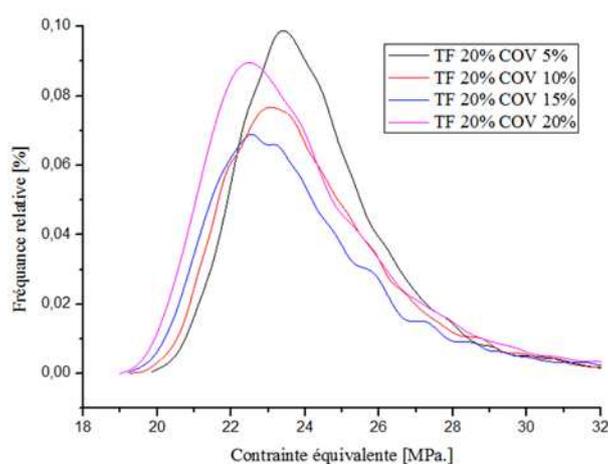


Figure III.26 : Fonction de densité de distribution de la contrainte équivalente avec un taux de fibres de 20 % pour quatre valeurs du coefficient de variation global.

diminution est causée par de plus grandes discontinuités matérielles au sein des plaques composites lorsque le taux de fibres augmente telles que les intersections entre fibres, les interfaces, etc.

III.7 Conclusion

Ce chapitre propose une étude mécano-probabiliste de la sensibilité des plaques composites à base de fibres d'*Alfa* et d'une résine du type *Greenpoxy 56* aux caractéristiques de la micro structure et des matériaux constitutifs des plaques. La méthode se base sur une modélisation par la méthode des éléments finis des plaques en composite sous un chargement de traction uni-axiale associée à une méthode de Monte Carlo. L'idée est de prendre en compte les incertitudes liées aux paramètres géométriques et aux caractéristiques mécaniques de ces plaques. Ainsi, chaque paramètre d'entrée est défini par une valeur nominale moyenne et une variabilité par rapport à cette valeur introduite à l'aide d'un coefficient de variation ajustable. Quatre fractions massiques de fibres ont été ainsi étudiées.

Pour faire cette analyse, nous avons paramétré un travail collaboratif entre le code de calcul Ansys APDL et le code numérique Matlab. Cette collaboration nous a pris plus d'une année de préparation avec 300 fibres, chaque fibre est définie par trois paramètres d'entrée aléatoires (orientation, longueur et diamètre). Le nombre d'itérations pour chaque calcul est de 20000. Afin de simplifier la difficulté de la méthode par programmation Matlab, on a développé un logiciel qui transfère l'image réel à un modèle numérique à l'aide du logiciel Visual Studio (C#) (voir l'annexe). Un aperçu des routines développées est proposé en annexe.

Pour le calcul statique en mécanique de la plaque en composite sous sollicitation de traction uni-axiale, la répartition des contraintes n'est plus homogène dans la matrice et car celles-ci sont nettement amplifiées au niveau des interfaces fibres/résine. Pour le calcul, mécano-probabiliste, la fiabilité dans ce contexte est définie comme étant la probabilité que la contrainte équivalente de Von Mises (σ_{equi}) soit inférieure à la contrainte à rupture (σ_r) sous sollicitation de traction uni-axiale.

Les propriétés élastiques de la plaque en composite (module de Young et coefficient de Poisson) sont les paramètres déterministes non dépendants de la sensibilité de la contrainte de notre plaque en composite. D'après les résultats de

l'analyse, trois paramètres pris en compte dans la simulation ont une contribution à la sensibilité de la contrainte : l'orientation, le diamètre et la longueur des fibres.

La variation du coefficient de variation des paramètres d'entrée du modèle a un effet très significatif sur la sensibilité de la contrainte. Un autre paramètre qui intervient aussi dans la sensibilité de la contrainte et dans la probabilité de défaillance de cette plaque est le taux de fibres noyé dans la résine. Nous prévoyons que la probabilité de défaillance d'une plaque réalisée avec un taux de fibres de 20% est inférieure aux plaques avec des taux des fibres plus réduits.

La connaissance de l'effet de chaque paramètre constituant la plaque en composite qui influe directement sur la sensibilité de la contrainte permet a priori de mieux cibler les facteurs qui permettent d'améliorer le procédé d'élaboration pendant la réalisation de ce type de plaques.

III.8 Références

- [1] I. Rahal, W. Soua, et R. Ben Younes, « Identification de la loi de comportement des matériaux composites à fibres organiques (Stipa Tenacissima L) », *5ème Conférence Internationale des Energies Renouvelables (CIER-) Proceeding of Engineering and Technology –PET*, vol. 31, p. 37-42, 2017.
- [2] M. Khaldi *et al.*, « Etude en rupture d'un composite à fibres végétales d'Alfa », *Conférence Matériaux, colloque 01 Ecomatériaux*, p. 10, nov. 2014.
- [3] A. Bessadok *et al.*, « Effect of chemical treatments of Alfa (Stipa tenacissima) fibres on water-sorption properties », *Composites Science and Technology*, vol. 67, n° 3, p. 685-697, mars 2007.
- [4] F. E. El-Abbassi, M. Assarar, R. Ayad, A. Bourmaud, et C. Baley, « A review on alfa fibre (Stipa tenacissima L.): From the plant architecture to the reinforcement of polymer composites », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 128, p. 105677, 2020.
- [5] S. Hanana, A. Elloumi, V. Placet, H. Tounsi, H. Belghith, et C. Bradai, « An efficient enzymatic-based process for the extraction of high-mechanical properties alfa fibres », *Industrial Crops and Products*, vol. 70, p. 190-200, août 2015.
- [6] « ANSYS.Usermanual,version12.Canonsburg,PA,USA. »
- [7] Z. Guédé, « Approche probabiliste de la durée de vie des structures sollicitées en fatigue thermique », Thèse de l'Université de Clermont-Ferrand, 2005.

Chapitre

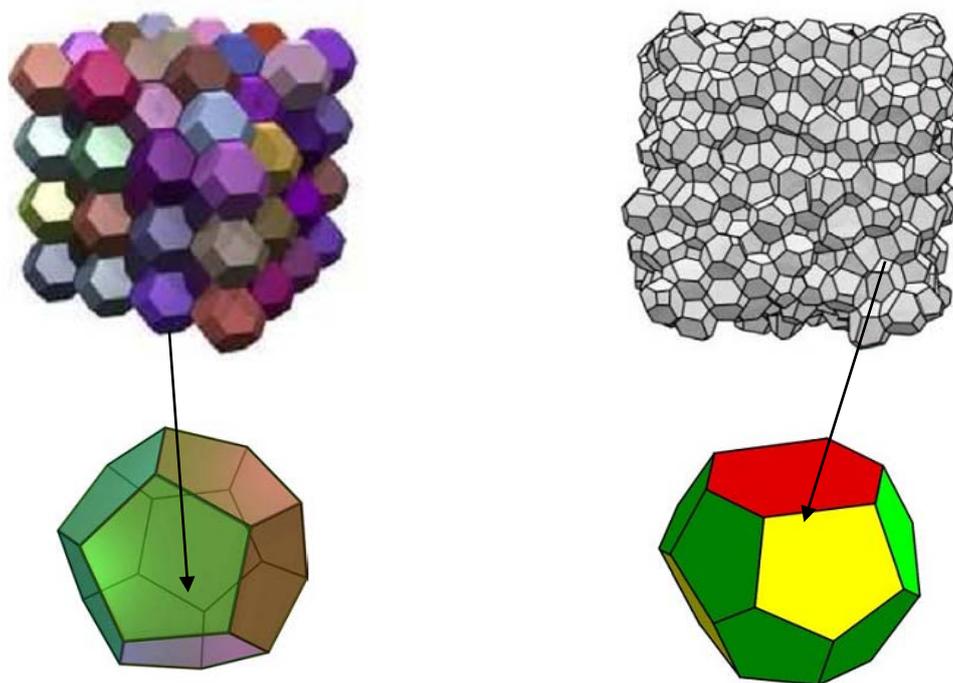
IV Caractérisation mécanique des mousses de tanin

Sommaire	Page
IV.1 Introduction	97
IV.2 Les mousses rigides de tanins	101
IV.2.1 Préparation et matériaux utilisés.....	101
IV.2.1.1 Identification des produits utilisés.....	103
IV.2.2 Préparation de la mousse	108
IV.2.2.1 Problèmes rencontrés lors de mise en œuvre.....	110
IV.2.2.2 Préparation des échantillons	111
IV.2.3 Approches expérimentales	111
IV.2.3.1 Analyse de la morphologie des mousses de tanins.....	112
IV.2.3.2 Détermination de la masse volumique.....	112
IV.2.3.3 Essais destructifs de compression et cisaillement.....	113
IV.3 Résultats et discussion	115
IV.3.1 Morphologies des mousses de tanins	115
IV.3.2 Analyse de la masse volumique.....	117
IV.3.3 Analyse de l'essai de cisaillement.....	119
IV.3.3.1 Mousse à base de tanin de <i>Mimosa</i>	120
IV.3.3.2 Mousse à base de tanin de <i>Quebracho</i>	122
IV.3.4 Analyse de l'essai de compression.....	125
IV.3.4.1 Mousse à base de tanin de <i>Mimosa</i>	126
IV.3.4.2 Mousse à base de tanin de <i>Quebracho</i>	129
IV.4 Conclusion	132
IV.5 Références.....	134

IV.1 Introduction

Les mousses sont des matériaux complexes qui sont difficiles à trouver dans la nature. Elles sont généralement produites à partir d'un dégagement de gaz dans un milieu condensé. Les mousses peuvent être liquides ou solides selon le milieu condensé utilisé. Plusieurs exemples de mousses solides sont à portée de notre main, comme le pain et la plupart des gâteaux. Le durcissement d'un polymère peut aussi produire des mousses solides comme les matelas en mousse polyuréthane et les mousses EVA ou PU des semelles des chaussures de sport. Les mousses liquides sont issues par exemple des matériaux à usage quotidien comme les mousses de produits ménagers et de détergents, la mousse à raser, la mousse du lait, du cappuccino ou des boissons gazeuses.

Des travaux menés dans les années 1990 [1] sur la distribution et la forme des différentes cellules dans une structure mousseuse statique ont montré que les cellules s'organisent selon une structure alvéolaire constituée par deux types de polyèdres (Figure IV.1).



a) Cellule dodécaèdre

b) Cellule tétrakaidécaèdre

Figure IV.1 : Morphologie cellulaire des mousses a) réelles et b) idéales [1], [2].

Cette structure de mousse peut être étudiée suivant deux échelles, macroscopiques et microscopique, où l'on peut distinguer des cellules en forme de dodécaèdre pentagonal régulières et irrégulières de 75% de tétrakaidécaèdre (polyèdre formé par 12 pentagones et 2

hexagones) et de 25% de dodécaèdre (12 pentagones). Pour une configuration idéale, elle est faite uniquement de tétrakaidécaèdres [1], [2].

Ces mousses solides sont généralement classées selon leurs morphologies cellulaires et des critères bien établis (Tableau IV.1), leurs propriétés physico-mécaniques dépendent essentiellement de cet aspect morphologique. Généralement, les mousses à cellules fermées sont favorables pour l'isolation thermique et pour l'isolation acoustique, mais les mousses à cellules ouvertes sont les plus appropriées [3]. Ces mousses peuvent être élastiques à propriétés mécaniques réversibles, elles reprennent leurs formes initiales lorsque les contraintes appliquées sont non actives (par exemple les mousses polyuréthanes, les latex et les mousses EVA, etc.). Par contre les mousses rigides ne se déforment pas et sont principalement utilisées dans l'isolation thermique et acoustique des bâtiments et aussi utilisées comme antichocs dans les véhicules, car elles ont la particularité d'absorber les énergies mécaniques dues aux impacts [4].

Tableau IV.1 : Critères de classement des mousses solides [2], [3]

<i>Critères</i>	<i>Classement</i>
Type de cellules	Mousses à cellules ouvertes
	Mousses à cellules fermées
Propriétés physiques	Mousses élastiques
	Mousses rigides
Nature des matrices	Mousses naturelles
	Mousses métalliques
	Mousses polymères
	Mousses carbone
	Mousses inorganiques de silicate

Par leurs faibles densités et structures cellulaires, les mousses sont largement utilisées dans le transport, l'emballage, le rembourrage, l'isolation, dans les voitures, les avions et les structures marines (Figure IV.2).



a) Applications des mousses élastiques



b) Applications des mousses rigides



c) Applications structurelle et flottabilité

Figure IV.2 : Applications commerciales des mousses solides.

Les mousses naturelles à base de tanins peuvent être un substituant aux mousses synthétiques phénols formaldéhydes si elles présentent des propriétés comparables aux éléments considérés. En 1994 Meikleham et al [5], ont montré que les tanins par leur composition naturelle et leur faible coût à 650 € par tonne sont des options intéressantes pour la synthèse de mousse. Les tanins condensés les plus commercialisés et les plus couramment utilisés pour la mise en œuvre des mousses sont les tanins d'écorce de *Mimosa* (*acacia mearnsii* ou *mollissima*) et les tanins du bois de *Quebracho* (*schinopsis balansae* et *schinopsilorentzii*). En 2008, Tondi *et al* [6] ont étudié la procédure de préparation des mousses à partir de poudres de tanins de *Mimosa* par moussage en trois phases (homogénéité du mélange, expansion, et durcissement) pour obtenir une composition rigide. L'étape du séchage final du mélange homogène tanin/furfurylique/formaldéhyde stabilise la mousse pendant quelques minutes. Cette étude a montré une bonne isolation thermique avec un produit à 95% d'origine naturelle, non inflammable, et n'émettant pas de gaz toxiques en brûlant. Les mousses de tanins sont aussi très résistantes aux agressions des produits chimiques. Les mousses à base de tanins sont

toujours d'actualité et font l'objet de nombreuses recherches intéressantes d'un point de vue écologique [7]–[9] et socio-économique.

Au cours des dernières années, d'autres applications des tanins pour les composites du bois ont fait leur apparition. Pour la préservation du bois, Tondi *et al.* en 2012 ont utilisé des formulations tanin et hexamine avec du boron dans du bois, ils ont amélioré la résistance mécanique et les propriétés au feu du bois traité [10]. Pour le collage des panneaux de particules, un adhésif à base de tanins d'acacia a fait ses preuves depuis des dizaines d'années en Afrique du Sud et dans d'autres pays avec de meilleures performances par rapport à ceux obtenus à l'aide de colles synthétiques phénol-formaldéhyde. Différents auteurs ont conclu que les adhésifs de tanins sont la meilleure alternative aux problèmes de coût et de disponibilité pour l'industrie du bois [11], [12].

D'autres auteurs (Tabarsa *et al.* en 2011, Ndazi *et al.* en 2006 et Bisanda *et al.* en 2003) ont élargi le champ d'action des adhésifs de tanins pour le collage d'autres matériaux de la biomasse (les panneaux de paille de blé, les panneaux de balles de riz et de balles de café) [13]–[15]. Tous les essais ont été concluants selon les normes européennes caractérisant les propriétés mécaniques de ce type de panneaux : MOR (*modulus of rupture*), MOE (*modulus of elasticity*), IB (*internal bonding*) et TS (*thickness swelling*). Moubarik *et al.* en 2009 et Vazquez *et al.* en 1992 ont utilisé différents tanins (tanins de fécule de maïs, tanins de *Quebracho*, tanins d'écorce de pin, tanins de *Mimosa*) et ont montré que ces adhésifs présentent une bonne adhérence pour la mise en œuvre des contreplaqués [16], [17].

La température de durcissement des adhésifs est un paramètre très important dans le cycle de polymérisation des colles. Leyser et Pizzi en 1990 se sont intéressés à ce paramètre du procédé de collage pour la fabrication des joints en bois par durcissement sans chauffage à des températures de 20°C d'un adhésif à base de tanin de pin [18], [19]. Les résultats obtenus en termes de qualités structurelles sont très satisfaisants. Trosa et Pizzi en 2001 ont démontré la pertinence des joints en bois à base de tanins adhésifs pour de nombreuses utilisations en extérieur [19], [20].

Les incitations par les nouvelles normes environnementales durant ces dernières décennies ont encouragé les chercheurs à développer des bio-composites durables à des coûts raisonnables. Cette préoccupation a conduit à l'élaboration des matériaux semi-bio ou totalement bio, ces produits pouvant être utilisés en industrie de l'automobile et d'autres applications industrielles [21]. Plus récemment, en 2012, Nicollin a utilisé trois différentes

résines de tanins pour la mise en œuvre d'un composite en optimisant le processus de pressage à chaud [22].

Actuellement, les mousses suscitent un vif intérêt pour une utilisation comme âme dans les panneaux sandwichs, cet engouement pour ce type de produit touche un large éventail d'industries et d'applications telles que la construction, l'aéronautique et l'aérospatial. En effet, les avantages des mousses en général et plus particulièrement les mousses naturelles sont une densité extrêmement faible, une bonne résistance au cisaillement, une meilleure capacité de dissipation d'énergie (absorbeurs de chocs), une résistance spécifique et une rigidité spécifique élevées, une bonne isolation acoustique et thermique, un amortissement élevé, etc. [1], [23], [24]. L'utilisation de mousse naturelle présente cependant des inconvénients, tels qu'une faible résistance thermique et une absorption élevée d'eau.

Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats de notre approche expérimentale sur les mousses à base de tanin destinées à être utilisées ultérieurement comme âme dans l'élaboration et la fabrication de sandwichs biosourcés. Cette étude expérimentale a été élaborée selon les normes, de la mise en œuvre des mousses aux essais de caractérisations physiques et mécaniques de ce matériau. Cette étude a été structurée selon deux approches.

- ✓ Pour la première approche, il a été décidé d'utiliser deux types de tanin comme élément de base pour la réalisation des mousses.
- ✓ Pour la deuxième approche, le sens de gonflement de la mousse a été pris comme repère pour la découpe des échantillons de compression et de cisaillement.

IV.2 Les mousses rigides de tanins

Un processus de moussage physique sous différentes réactions simultanées est fréquemment adopté pour l'obtention des mousses de tanins. L'augmentation de la température au cours de l'auto condensation exothermique de l'alcool furfurylique permet l'évaporation de l'agent moussant et favorise la réaction entre le tanin et l'alcool furfurylique. Le formaldéhyde est un agent qui permet le durcissement du matériau en formation lors du moussage et améliorant ainsi les caractéristiques mécaniques de la mousse.

IV.2.1 Préparation et matériaux utilisés

Nos mousses rigides de tanin sont obtenues par polycondensation des tanins poly flavonoïdes avec l'alcool furfurylique selon la formulation présentée dans différents travaux

[6], [25] résumés dans le tableau IV.2. Pour pouvoir préparer notre mousse (Figure IV.3), on s'est basé sur cette formulation standard [25] donnée par Tondi *et al.* en 2009 [9].

Tableau IV.2 : Formulation des mousses de tanins [6], [25].

<i>Eau</i> (g)	<i>Alcool furfurylique</i> (g)	<i>formaldéhyde</i> (g)	<i>Diéthyléther</i> (g)	<i>Tanin</i> (g)	<i>acide para-toluène</i> <i>sulfonique</i> (g)
3	5,2	3,7	1~2	15	6

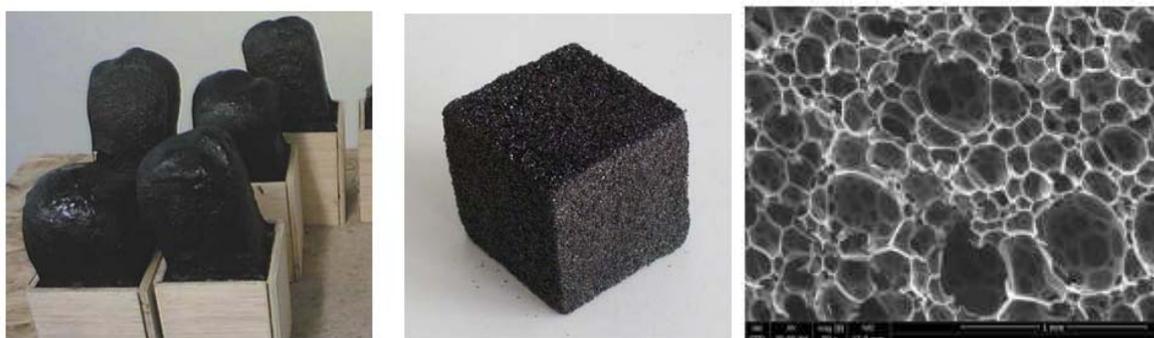


Figure IV.3 : Moussage et durcissement à température ambiante des mousses à base de tanin, échantillon de mousse après démoulage et découpe [2] et mousse observée au microscope électronique à balayage [26].

D'autres formulations de mousses de tanins ont été développées après cette formulation initiale de Tondi *et al.* [2], [6], [25]. Différents types de tanins condensés ont été utilisés, comme le *Quebracho* (*schinopsislorentzii* et *balansae*) par Basso *et al.* en 2015 et Martinez de Yuso *et al.* en 2014, et le pin (*pinus radiata* et *pinus pinaster*) dans les travaux de Lacoste *et al.* en 2013 et 2014 [7], [8]. Dans une autre approche, différents processus de moussage ont été étudiés, comme le moussage chimique par Basso *et al.* en 2014, le moussage physique dans les travaux de Li *et al.* en 2013 et de Basso *et al.* en 2015. Les deux types de moussage ont aussi été couplés pour l'obtention de mousses rigides dans les études de Li *et al.* en 2012. Basso a également travaillé en 2013 sur des formulations sans agent de moussage et Szcurek *et al.* en 2014 [27], ont réussi à obtenir des mousses rigides par méthode mécanique. Comme la formulation des mousses de tanin est composée de plusieurs produits chimiques, différents agents de réticulation ont été étudiés, dans des conditions acides telles que le formaldéhyde par Tondi *et al.* En 2009 [9] ou dans des conditions aldéhydes par Lacoste en 2013. Par ailleurs, dans les travaux de Basso en 2014 et Meikleham et Pizzi en 1994 [5], des mousses ont été aussi synthétisées dans des conditions alcalines.

IV.2.1.1 Identification des produits utilisés

IV.2.1.1.1 Alcool furfurilique

L'alcool furfurylique est un solvant d'origine naturelle utilisé dans la préparation des mousses à base de tanins (Figure IV.4), il est extrait de la biomasse des produits hémicellulosiques comme la bagasse de canne à sucre, le son d'avoine et de blé et aussi le bois de résineux [28], [29]. Selon la directive européenne 2001/60/CEE, ce produit est très toxique par inhalation et au contact avec la peau. Ce solvant est un composé organique contenant un groupe furane et un groupe hydroxyméthyl (Figure IV.5) [28]. C'est un très bon solvant des résines naturelles ou synthétiques. Ses principales propriétés physiques sont présentées dans le tableau IV.3.



Figure IV.4. Sources naturels pour la production du furfural [30].

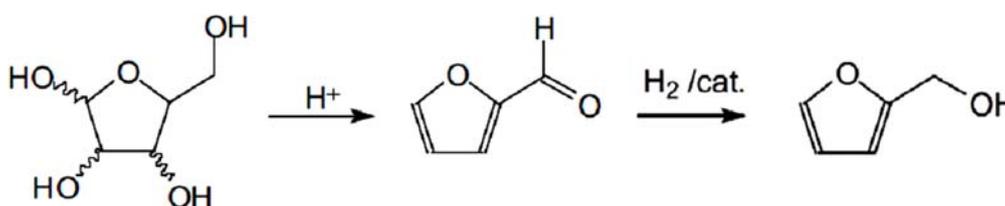


Figure IV.5 : Production du furfurylique par hydrolyse puis par hydrogénation catalytique [26].

Tableau IV.3 : Propriétés physiques de l'alcool furfurylique [28].

<i>Propriétés physiques</i>	
Masse molaire	98,10 g/mol
Densité	1,128 g/cm³
Viscosité	4,62 MPa.s à 25°C
Point de fusion	-14,6°C
Point d'ébullition	170°C

Il est miscible avec l'eau comme la plupart des solvants organiques. Il présente à la fois les réactions typiques des alcools primaires et du cycle furane, dont la réactivité est augmentée en milieu acide [31]. Le dosage rigoureux de la quantité d'alcool furfurylique permet d'obtenir une mousse plus ou moins rigide selon qu'on diminue ou augmente ce solvant.

IV.2.1.1.2 Formaldéhyde

Le formaldéhyde, CH_2O sous sa formule brute, est l'aldéhyde le plus utilisé comme agent durcisseur dans la préparation des produits à base de tanins (Figure IV.6). La réaction de l'aldéhyde avec les tanins condensés donne forme à un nombre important de ponts de type méthylène-éther instables à partir du formaldéhyde non réagi. Ces ponts sont réarrangés naturellement pour former des ponts méthylène avec libération de formaldéhyde [32].

Le formaldéhyde peut se présenter sous deux formes chimiques, solide avec le para formaldéhyde en solution liquide, dite formaline, qui est une solution aqueuse à 37% de formaldéhyde. Le formaldéhyde réagit plus vite car il est déjà sous la forme la plus fractionnée tandis que, pour la forme solide, le para formaldéhyde doit être dépolymérisé, en solution et/ou par chauffage, pour que les réactions s'amorcent pleinement [33]. Le formaldéhyde utilisé dans la préparation des mousses à base de tanins favorise le durcissement rapide du matériau, mais à cause de sa volatilité, il est classé parmi les produits dangereux et nocifs pour l'environnement. En conséquent, plusieurs chercheurs [30], [34], [35] ont mis au point de nouvelles mousses de tanin utilisant d'autres aldéhydes non volatiles et moins toxiques ou même sans formaldéhyde, en le substituant par d'autres molécules, telles que le glutaraldéhyde et le glyoxal. Kim *et al.*[34], ont mélangé le tanin avec le PVAc donnant un adhésif, réduisant ainsi les émissions de formaldéhyde et des COV composés organiques volatiles.

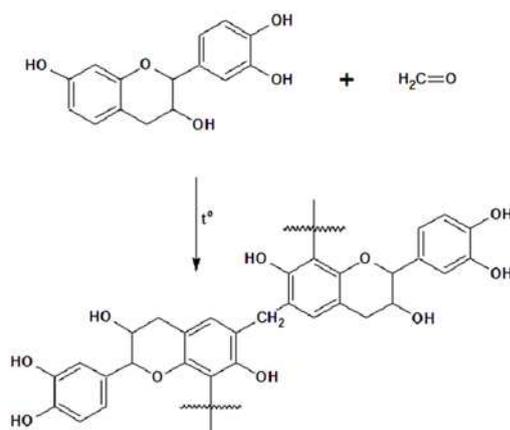
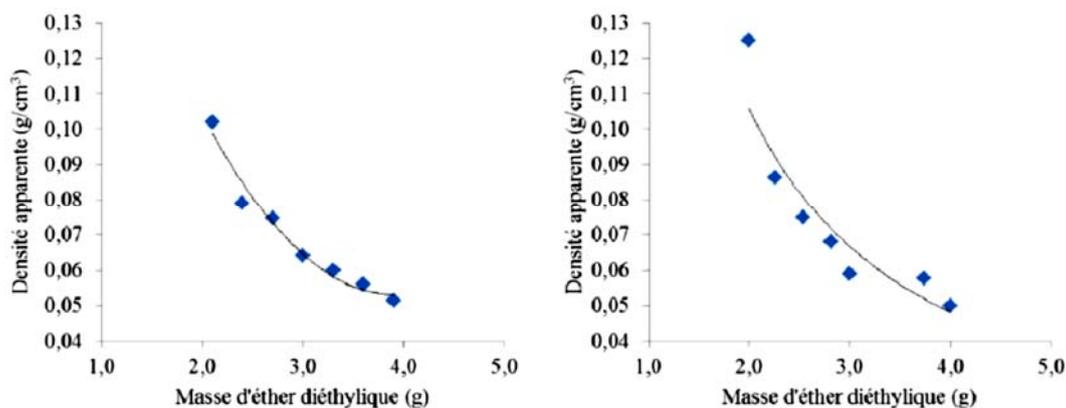


Figure IV.6 : Réaction entre le tanin et le formaldéhyde[33].

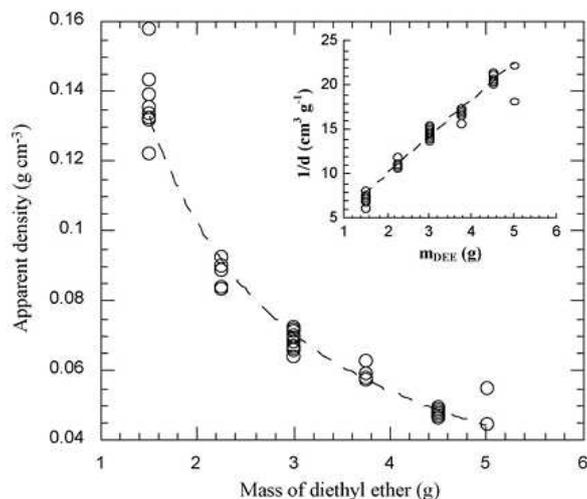
IV.2.1.1.3 Éther d'éthylique

Le diéthyl éther ou éther diéthylique, appelé aussi éther éthylique ou éthoxyéthane ou oxyde de diéthyle dont la formule est $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{CH}_3$, est un liquide limpide, incolore et très inflammable. C'est un solvant ayant une température d'ébullition basse ($34,6^\circ\text{C}$ à pression atmosphérique) et une odeur typique. Son extrême inflammabilité et sa volatilité font qu'il est souvent remplacé par d'autres solvants moins dangereux, mais il est encore utilisé en laboratoire [36]. La chaleur due à l'auto-condensation exothermique de l'alcool furfurylique en milieu acide permet l'évaporation de l'éther diéthylique qui génère le gonflement de la mousse, c'est le procédé développé par Meikleham et Pizzi en 1994 pour l'obtention des premières mousses de tanins [5].

L'étude faite par Lagel *et al.* en 2014 [37] porte sur l'influence du dosage de l'agent moussant. Sept mousses différentes ont été réalisées avec la quantité standard d'éther éthylique de $\pm 10\%$ à 30% par rapport à la posologie standard de Tondi [6]. Par ses résultats, il a constaté que plus la quantité d'agent gonflant est importante, plus la densité de la mousse obtenue est faible et cela pour les deux mousses étudiées à base de tanins de *Quebracho* ou de *Mimosa* (Figure IV.7).



a)



b)

Figure IV.7 : Densité apparente des mousses de tanin en fonction de la quantité d'agent gonflant des résultats obtenus par a) Lagel *et al.* [37] et b) Zhao *et al.* [38]

Dans les travaux de Zhao *et al.* [38] sur les mousses à base de tanin de *Mimosa*, il a déjà été démontré en 2010 théoriquement et expérimentalement que la densité apparente des mousses ρ_b est inversement proportionnelle à la quantité, m , d'agent gonflant, c'est-à-dire $\rho_b \propto m^{-1}$, avec un coefficient de corrélation très proche de l'unité.

IV.2.1.1.4 Acide Para-toluène sulfonique

L'acide para-toluène sulfonique est un sel organique acide qui provoque la polymérisation de l'alcool furfurylique jouant le rôle de catalyseur dans le processus de formation de la mousse. L'acide para-toluène sulfonique ou acide toluène-4-sulfonique est présent dans le mélange en solution aqueuse à 65%. Pour les trois mélanges tanin-formaldéhyde utilisés par G. Tondi, [30]. les temps de gel ont été mesurés et représentés dans la figure IV.8. Le tracé de la cinétique des réactions pendant le processus de formation des trios mousses montre un comportement très distinct de l'une à l'autre et a permis d'observer l'effet du taux d'acidité (PH) du mélange sur le temps de formation de la mousse. Tondi a aussi remarqué lors du processus qu'une perte de masse est enregistrée, cette quantité de produits provenant du catalyseur de la polycondensation est dégagée sous forme de SO_2 et de toluène. Lagel *et al.* en 2015 [39]. Ont remarqué que d'autres catalyseurs peuvent être testés et il s'est avéré que l'acide sulfurique et l'acide phénol sulfonique donnent des mousses beaucoup plus homogènes et moins friables. Ces mousses sont d'ailleurs plus résistantes mécaniquement et elles sont également plus résistantes à l'eau que les mousses phénoliques classiques.

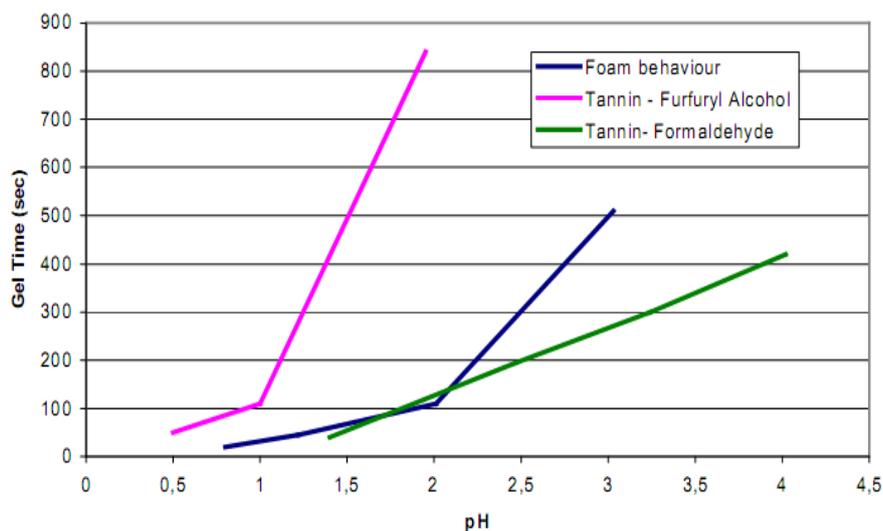


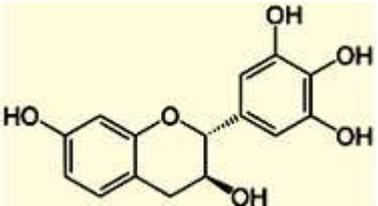
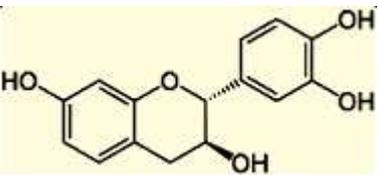
Figure IV.8 : Cinétique des réactions de formation des mousses de tanins pour différentes conditions acidité. [30].

IV.2.1.1.5 Tanins

Comme on l'a indiqué dans les sections précédentes, la première mousse à 98% biosourcée à base de tanin-furanique a été développée par Meikleham et Pizzi en 1994 [5], et par la suite cette formulation a été modifiée vu sa forte toxicité. Basso *et al.* en 2011 et 2013 [35], [40], , Szczurek *et al.* en 2014 [27] et Basso *et al.* en 2015 [41] ont proposé de nouvelles gammes de mousses sans solvant et sans formaldéhyde avec les mêmes caractéristiques que la formulation initiale. De plus Basso *et al.* [41] et Lacoste *et al.* [42] en 2015 ont fait des modifications afin d'arriver à une meilleure isolation thermique et phonique. D'autres recherches ont étendu leurs travaux aux mousses florales comme Basso *et al.* en 2016 [43]. Toutes ces différentes formulations développées par les divers chercheurs constituent une base sur laquelle différentes familles de mousses à base de tanin peuvent être préparées actuellement. Mais il s'est avéré, au cours des différentes expériences et études précédemment citées, que certaines formulations ne produisent pas de mousse, soit seule une résine liquide est obtenue, soit un durcissement sans gonflement donnant un matériau trop dense, et soit pour un durcissement et une expansion se produisent bien mais en donnant des mousses non homogènes. C'est pour cette raison que le processus de moussage des mousses à base de tanin a été étudié par Basso *et al.* (2013). dans ses récents travaux [35], [44], où il ont mis au point une méthode rigoureuse. Cette méthode permet de suivre dynamiquement les principaux paramètres contrôlant le comportement moussant de toute formulation tels que la température, la vitesse de polymérisation, la vitesse d'expansion, etc. donnant ainsi une compréhension systématique des

caractéristiques des mousses rigides résultantes. De ce fait il est important de bien sélectionner tous les composants de la formulation et leurs origines [45].

Tableau IV.4 : Comparaison des tanins de *Mimosa* et de *Quebracho* [23].

Extraits	Type de flavonoïde	Aspects	Unité de base
<i>Mimosa</i>	Prorobinetinidine		 Robinetinidol
<i>Quebracho</i>	Profisetinidine		 Fisetinidol

Pour notre étude, le choix s'est porté sur les tanins condensés de *Mimosa* et de *Quebracho* (Tableau IV.4), tous deux sont classés comme des tanins condensés. Ils sont les plus disponibles sur le marché et, fournies par la société italienne Silva-Chimica sous la nomenclature *Mimosa* OP et *Quebracho* QSF. Leur vitesse de réaction est plus ou moins lente par rapport aux tanins de pin et de noix de pécan dont la vitesse est six à sept fois supérieure à celle du tanin du *Mimosa* [46].

IV.2.2 Préparation de la mousse

Tous les éléments (extrait de tanin, formaldéhyde à 37%, alcool furfurylique, agent gonflant et eau) donnés dans les tableaux IV.5 et IV.6 de la formulation standard avec les quantités de 12 g d'eau, 14,8 g d'une solution de formol à 37%, 21 g d'alcool furfurylique, 5 g d'éther d'éthylique comme agent moussant et 60 g d'extrait de tanins de *Mimosa* ou de *Quebracho* sont mélangés et agités mécaniquement pendant 60 s à température ambiante jusqu'à obtenir un mélange homogène et très visqueux. La phase d'expansion commence lorsqu'un catalyseur (20 g d'une solution de PTSA/acide para-toluène sulfonique à 65 %) est ajouté au mélange en l'agitant mécaniquement pendant 20 s.

Tableau IV.5: Formulation standard de mousses tanins.

Composé	Alcool Furfurylique (g)	Eau (g)	Formaldéhyde 37% en solution aqueuse (g)	Tanins (g)	Diethylether (g)	pTSA à 65% (g)
Dosage	10,5	6	7,4	30	3	11
Rôle des réactifs	Durcisseur / agent exothermique	Solvant	Agent réticulant	Base de la mousse	Agent moussant	Catalyseur

Le tableau IV.6 présente le dosage en pourcentage des ingrédients de la préparation de la mousse à base de tanins.

Tableau IV.6 : Formulations en pourcentage de mousses tanins.

Alcool Furfurylique (%)	Eau (%)	Formaldéhyde 37% en solution aqueuse (%)	Tanins (%)	Diethylether (%)	pTSA à 65% (%)
15,46	8,84	10,90	44,18	4,42	16,2

Le mélange est ensuite versé dans un moule en contreplaqué de dimension 34 x 20 x 20 cm³ (Figure IV.9). L'auto-condensation exothermique de l'alcool furfurylique et la condensation entre l'alcool furfurylique, l'extrait de tanin et le formaldéhyde ont lieu simultanément dans le moule en bois. En même temps, l'agent gonflant et le solvant bouillonnent à basse température, environ 40 °C, et s'évaporent pour donner une mousse noire. Cela fait mousser tout le mélange qui a déjà commencé à durcir. La dernière étape consiste au durcissement final du réseau tanin/furfurylique/formaldéhyde stabilisant le processus en quelques minutes. Au bout de 10 minutes, les peaux de la mousse ont été découpées et la structure restante a été laissée pendant 24 heures pour l'évaporation de tout l'agent gonflant résiduel piégé dans le réseau à cellules ouvertes de la mousse.



Figure IV.9 : Préparation des dosages de la mousse et résultats des produits obtenus.

IV.2.2.1 Problèmes rencontrés lors de mise en œuvre

Afin d'avoir une mousse cohérente à base de tanins, plusieurs tentatives de mise en œuvre ont été faites. En effet, des problèmes sont apparus lors de la mise en œuvre de ces mousses. Nous avons été confronté à des difficultés pour contrôler le processus de moussage donnant une expansion anarchique de la mousse, aussi bien pour la mousse à base de tanin de *Mimosa* OP ou que pour celle de *Quebracho* QSF (Figure IV.10.a, IV.10.b et IV.10.c). Cela est dû à une mauvaise estimation du volume du contenant ou du contenu pour avoir un bon confinement et une bonne orientation de l'expansion de la mousse. Des moules aux dimensions plus appropriées ont résolu ce problème. Dans d'autres essais on a constaté la présence de grandes cavités dans la zone inférieure du produit, ce problème est dû à l'emprisonnement des vapeurs de l'agent moussant sous une peau épaisse et dense qui s'est formée très rapidement sur la surface supérieure du matériau (Figure IV.10.d). Et on a aussi constaté la présence d'importante bulles d'air dans l'ensemble du produit (Figure IV.10.e, et IV.10.f), cela est provoqué par une non homogénéisation de l'agent moussant à différents endroits du mélange avant son évaporation. Un meilleur dosage de l'agent moussant et le contrôle du temps et de la vitesse d'agitation mécanique du mélange ont remédié à cet effet.

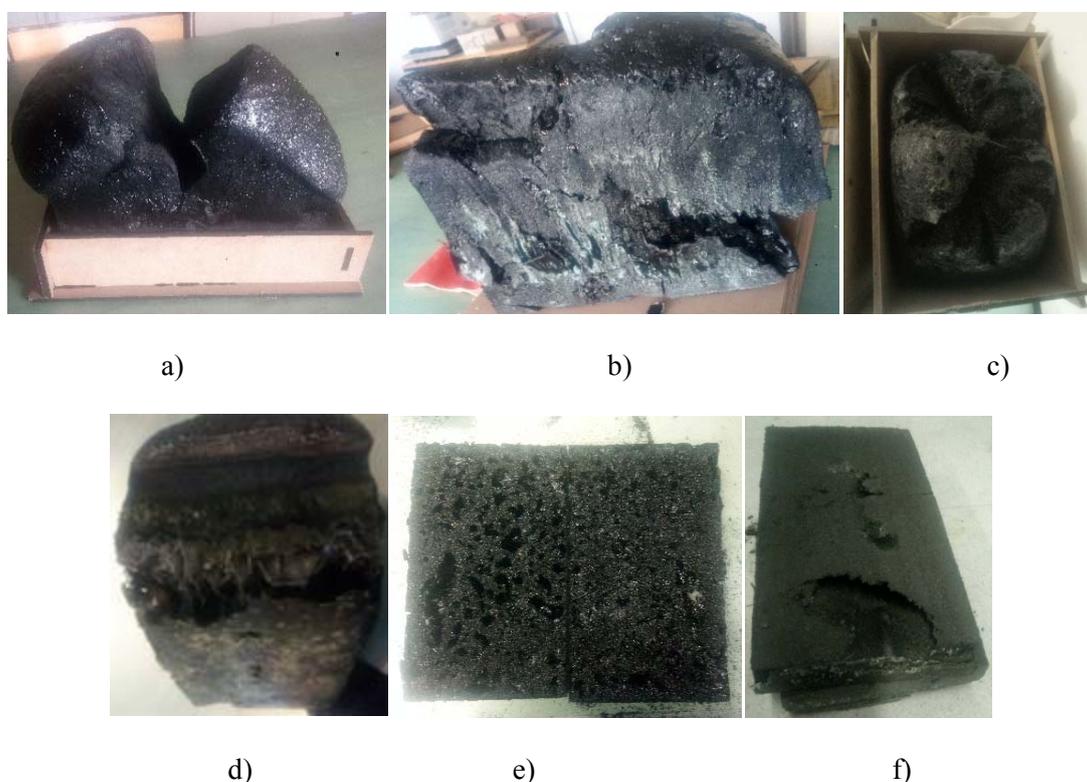


Figure IV.10 : Problèmes de mise en œuvre des mousses à base de tanins.

IV.2.2.2 Préparation des échantillons

En essayant de produire des petits blocs de mousse, il a été très difficile d'avoir des mousses de même aspect structurel entre les différents essais. En conséquent, on a choisi de produire des blocs beaucoup plus volumineux et d'en extraire des échantillons en quantité suffisante pour effectuer l'ensemble de nos investigations (Figure IV.11). Après la découpe de la couche externe non homogène, six lamelles de 3 cm d'épaisseur dans la direction de moussage Oz ont été obtenu. Par la suite ces dernières sont découpées en cubes de dimension $3 \times 3 \times 3 \text{ cm}^3$ et en baguettes de section $3 \times 3 \text{ cm}^2$.



Figure IV.11 : Étapes de préparation des échantillons.

IV.2.3 Approches expérimentales

L'ensemble des essais a été effectué pour les six plaques de chaque mousse de tanins *Mimosa* et *Quebracho*. Dans le souci d'optimiser le nombre d'échantillons pour effectuer nos essais prévus pour déterminer les propriétés physiques et mécaniques des deux produits, on a prévu d'effectuer les relevés non destructifs comme la masse volumique et l'analyse de la morphologie avant les essais de caractérisation mécanique à la compression et au cisaillement.

IV.2.3.1 Analyse de la morphologie des mousses de tanins

La compréhension de la morphologie de la mousse de tanins est importante pour la suite de nos analyses et elle est basée sur l'observation par caméra numérique à haute résolution associée à un PC.

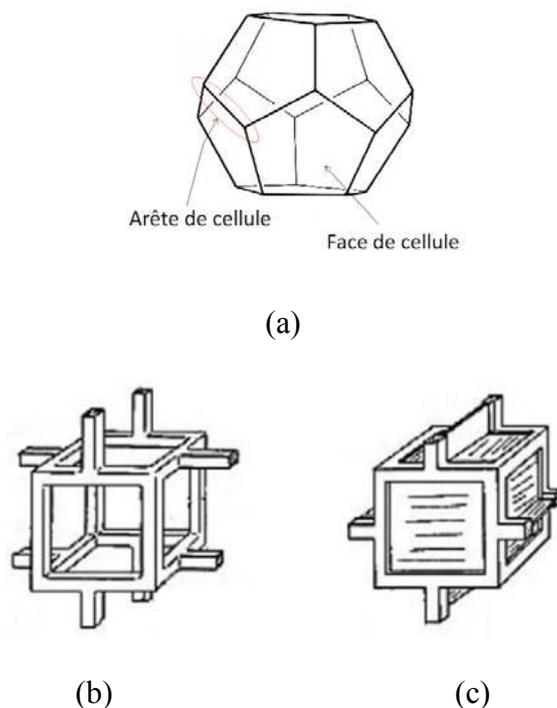


Figure IV.12 : Formes des cellules des mousses alvéolaires a) dodécaèdre, b) cubiques ouverte etc.) cubiques fermée [47]

Selon un travail de L. J. Gibson et M. F. Ashby [47] datant de 1997, les faces de la cellule sont circonscrites par des bords solides. Les arêtes sont les bords formés par l'intersection de deux faces de la même cellule et des cellules adjacentes, l'ensemble de ces arêtes forme la structure solide de la mousse. Si seules les arêtes solides de polymère sont observées, la mousse considérée est dite à cellules ouvertes, par contre, si les faces sont fermées par des membranes solides de polymère, la mousse est dite à cellules fermées (Figure IV.12).

IV.2.3.2 Détermination de la masse volumique

Les échantillons obtenus par moussage des deux formulations de tanins (*Mimosa* et *Quebracho*) ont été analysés pour déterminer leurs densités respectives en utilisant deux méthodes (méthode classique par pesée différentielle et méthode par pycnomètre à gaz (Figure IV.13)). Cette dernière technique utilise la mesure du volume d'une substance solide dans l'air ou dans un gaz inerte, souvent de l'hélium, le tout en fermé dans une éprouvette graduée de

volume variable. Pour déduire la densité, il suffit de mesurer la masse avant la mesure du volume. Il faut noter que l'on obtient la densité réelle du produit. La méthode par pesée différentielle classique est définie par le rapport entre la masse et le volume et permet d'obtenir la densité apparente. Il existe deux variantes, la méthode de mesure dite géométrique et la méthode basée sur le principe d'Archimède. Il est impossible d'utiliser la deuxième méthode car il est difficile de remplir l'ensemble des pores de la mousse d'un liquide puis de réaliser la pesée dans le liquide. Par conséquent la méthode de mesure géométrique est la plus appropriée. On procède donc au pesage des échantillons sur une balance électrique de précision (Figure IV.13.a) avec une sensibilité de 10^{-2} g et on mesure les volumes des échantillons au pied à coulisse.

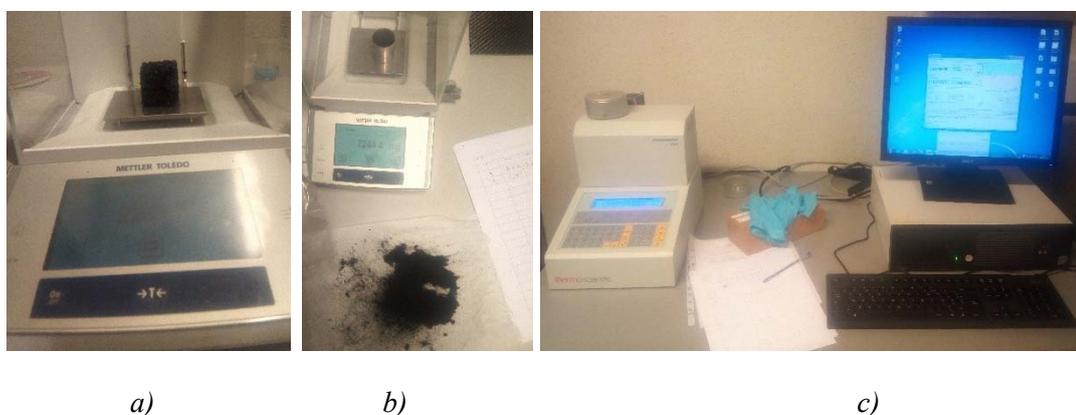


Figure IV.13 : Dispositifs pour évaluation la densité a) pesage de l'échantillon cubique, b) pesage de la mousse brisée et c) pycnomètre Thermo Scientific Pycnomatic utilisé pour l'analyse.

IV.2.3.3 Essais destructifs de compression et cisaillement

Les propriétés mécaniques des matériaux cellulaires sont très singulières par leur structure et leurs porosités. Cette structure particulière permet de donner une gamme considérablement de propriétés contrairement aux matériaux classiques. Les mousses solides à base de tanins peuvent être utilisées en tant que matériaux structuraux ou absorbeurs de chocs, donc une bonne tenue mécanique doit être exigée. Ces propriétés mécaniques peuvent être étudiées par des approches expérimentales sous différentes sollicitations de compression, traction, flexion ou cisaillement. Pour leurs utilisations, les mousses sont généralement caractérisées par leur bon rapport résistance à la compression/densité, et surtout par leur capacité d'amortir les chocs. Étant donné que notre mousse à base de tanins est destinée à être une âme dans un composite sandwich partiellement biosourcé, il est donc nécessaire d'effectuer des tests en cisaillement en plus des tests en compression uni-axiale. À cet effet, la mousse a été découpée en cube (Figure IV.14.a et IV.14.b) et insérée entre les deux plateaux d'une

machine d'essai pour l'essai de compression et dans un dispositif conçu spécifique pour l'essai de cisaillement selon la norme NF P94-071-2 (Figure IV.15.b et IV.15.c). Le banc d'essai de traction/compression est du type MTS Criterion Model 43 équipé d'une cellule de charge de 0,5 kN, avec une vitesse d'essai constante de 2 mm/min. Les éprouvettes ont été testées dans des conditions ambiantes à 23°C et HR 57%.

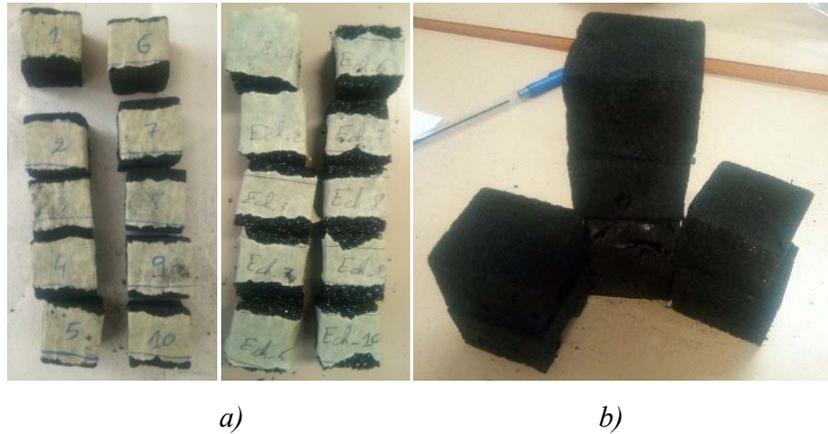


Figure IV.14. Échantillons des essais a) de compression et b) de cisaillement.

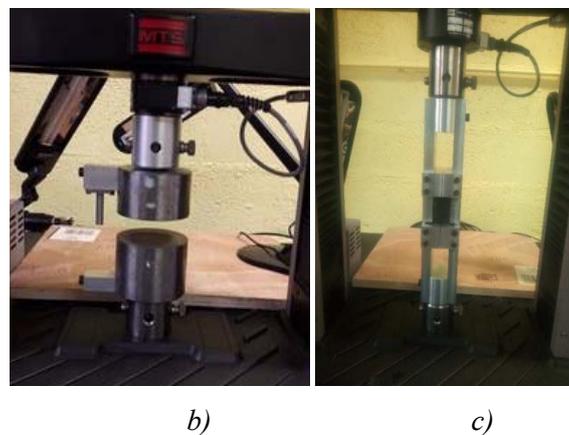
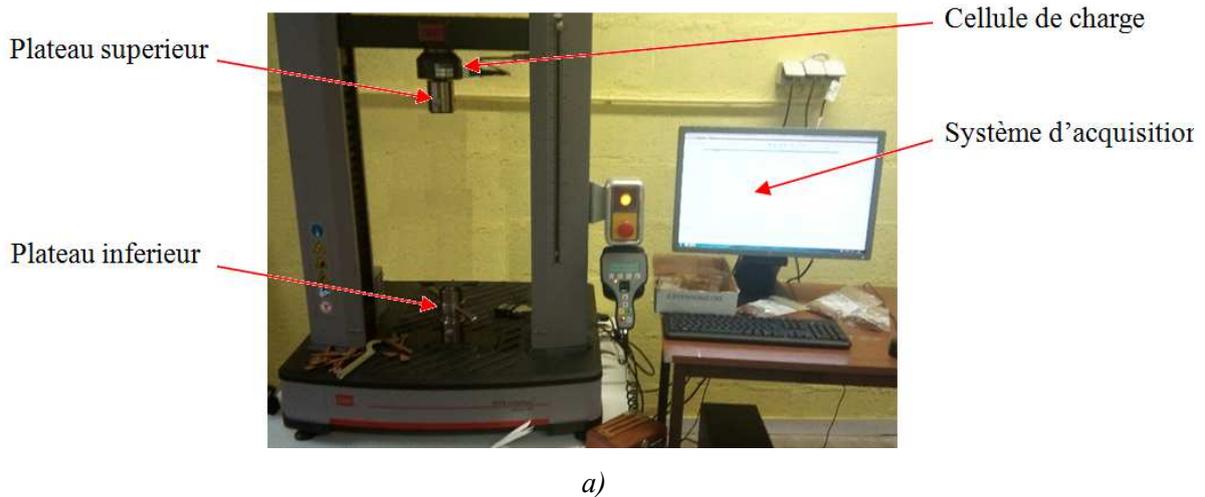


Figure IV.15 : Dispositifs d'essais destructifs a) banc MTS Criterion Model 43, b) plateaux de compression et c) dispositif de cisaillement.

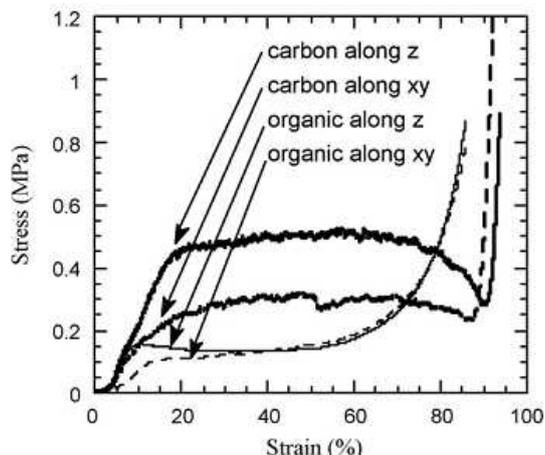


Figure IV.16 : Évolution des contraintes-déformation des mousses organiques et des mousses de carbone, sous compression dans les deux directions z et x ou y [38].

Les mousses à base de tanins sont en général des matériaux orthotropes à cause de la direction verticale Oz du moussage du mélange (Figure IV.11), elles présentent en effet une résistance à la compression dans le plan xOy perpendiculaire au sens d'expansion de la mousse avec une valeur du module initial toujours inférieure à celle d'une mousse comprimée dans le sens de son expansion (Figure IV.16) [38]. Ce résultat a été aussi établi pour les mousses synthétiques comme le polyuréthane [48]. Par conséquent, l'orientation préférentielle de la découpe des deux types de mousse est la direction verticale Oz du moussage du mélange. Nous avons obtenu respectivement dix échantillons destinés aux essais de compression (Figure IV.14.a), et sept échantillons destinés aux essais de cisaillement (Figure IV.14.b).

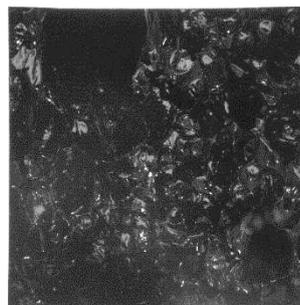
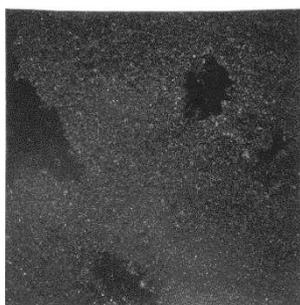
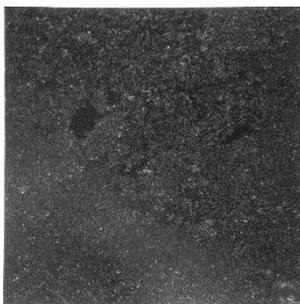
IV.3 Résultats et discussion

IV.3.1 Morphologies des mousses de tanins

La morphologie à l'échelle macroscopique des mousses à base de tanin pour les deux formulations standards de *Mimosa* et de *Quebracho* est présentée dans la figure IV.17 à différents niveaux de la découpe suivant le sens d'expansion de la mousse pour un grossissement d'image de 100 fois. Les mousses de *Mimosa* et de *Quebracho* présentent toutes les deux une morphologie alvéolaire, mais avec des caractéristiques distinctes l'une de l'autre. En d'autres termes, la taille et la forme des cellules de la mousse de *Quebracho* sont plus grandes que celles de *Mimosa*. Les images des mousses de *Quebracho* montrent bien des bulles plus ou moins sphériques à parois membranaires extrêmement minces et chaque bulle renferme un ensemble de cellules reliées entre elles comme dans une structure compacte constituée de sphères serrées. On observe également un allongement des cellules dans le sens de moussage.

Par contre, les clichés des mousses de *Mimosa* présentent une configuration autre avec des cellules plus étroites et ouvertes présentant une structure plus dense mais plus aérée.

Dans les conditions de découpe des échantillons, toutes les mousses présentent des pores assez uniformes, avec une étroite répartition de leurs tailles selon chaque niveau Z_i choisi suivant la direction d'expansion de la mousse, ce comportement a été aussi établi dans des travaux antérieurs [38]. Ce phénomène est lié à la production et l'accroissement synchronisée des bulles dans l'ensemble du mélange liquide initial. Un tel processus d'expansion de la mousse est possible si l'augmentation de la température est homogène à travers tout le matériau pendant la réticulation du polymère. Comme on pouvait s'y attendre, les cavités sont plus présentes dans le niveau supérieur Z_6 , et plus on descend vers les niveaux inférieurs plus on observe une diminution de ces cavités. La disparition des cavités se manifeste à partir de troisième niveau Z_3 pour la mousse à base de tanin de *Mimosa* et à partir du quatrième niveau Z_4 pour la mousse à base de tanin de *Quebracho*. Ce mécanisme est dû aux fortes pressions exercées à la base du matériau lors du moussage, les parois du moule confinent la mousse latéralement et la libère verticalement dans son expansion, une fois sortie des limites du moule la mousse est plus libre donnant une forme de champignon à la fin de son moussage. Le même phénomène a été observé pour des moules de dimension réduite.

Mousse à base de tanin de *Mimosa*Mousse à base de tanin de *Quebracho* Z_1  Z_2 

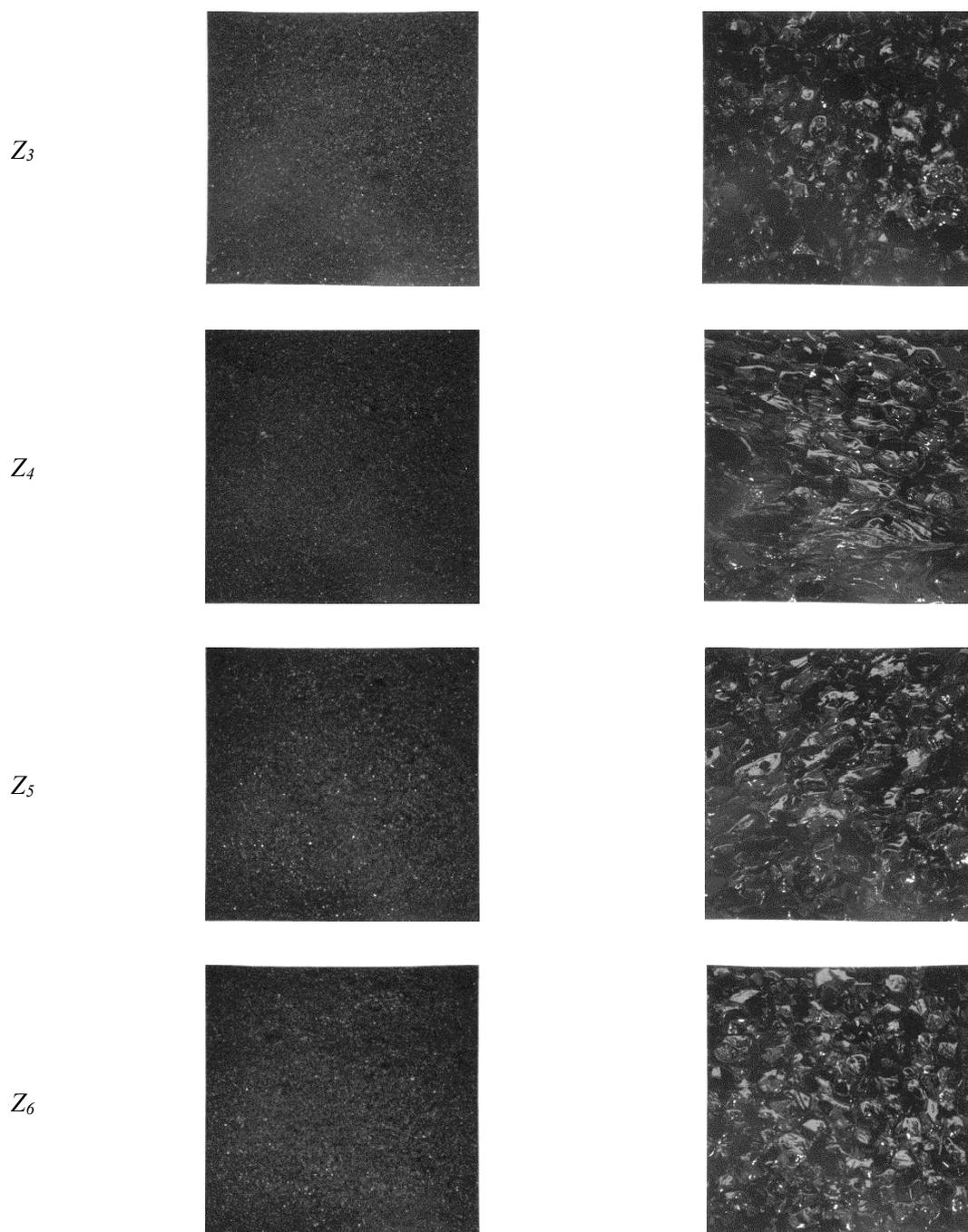
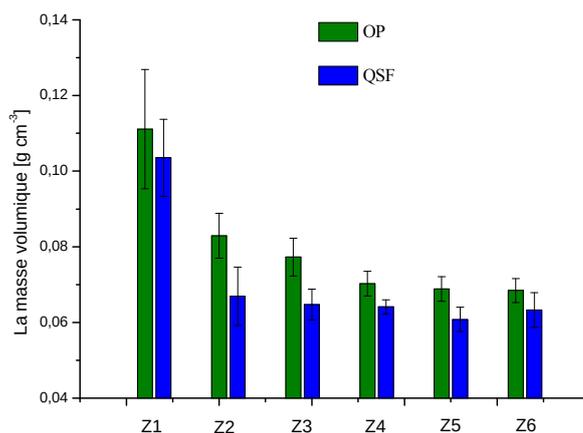


Figure IV.17 : Évolution des microstructures des mousses à base de tanin de *Mimosa* et de *Quebracho* en fonction de la position dans le moule de moussage.

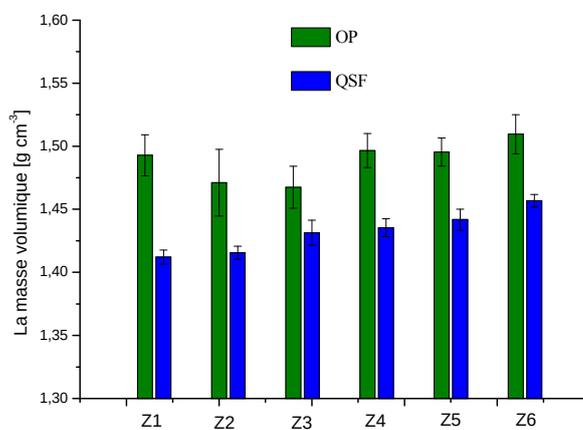
IV.3.2 Analyse de la masse volumique

La figure IV.18 représente l'évolution de la densité des deux mousses à base de tanins de *Mimosa* et *Quebracho*. On désigne ici la mousse à base de tanin de *Mimosa* par OP et celle de *Quebracho* par QSF et Z_i le niveau de prélèvement des échantillons suivant la direction d'expansion de la mousse, comme indiqué précédemment. Après dépouillement des résultats,

on remarque que la masse volumique apparente de la mousse à base de tanin de *Quebracho* est plus faible que la densité de la mousse à base de tanin de *Mimosa* (Figure IV.18.a). Les données du tableau IV.7 confirment cette différence comprise entre 7,27% et 19,27% suivant les zones de prélèvement des échantillons. Cela confirme nos observations de la morphologie des mousses étudiées où l'on a constaté que la mousse à base de tanin de *Quebracho* a une structure cellulaire plus grande par rapport aux cellules de la mousse à base de tanin de *Mimosa*.



a) Masse volumique apparente



b) Masse volumique réelle

Figure IV.18 : Évolution de la masse volumique de la mousse à base de tanins en fonction de la position dans le moule de moussage.

On note également que la valeur de la masse volumique apparente des deux mousses est plus importante dans la partie inférieure des blocs de mousse produits (zone Z1) et que cette densité diminue progressivement pour se stabiliser à un niveau bien précis de prélèvement des échantillons. La densité est donc plus homogène dans la partie inférieure du bloc, Z2 pour la

mousse de *Quebracho* et Z_4 pour la mousse de *Mimosa*, ceci est en accord avec les observations microscopiques montrant une microstructure plus homogène.

Suite aux relevés réalisés par pycnomètre des masses volumiques réelles des mousses étudiées, nous notons que la valeur moyenne de la densité pour la mousse à base de tanin de *Mimosa* est de $1,49 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$ et de $1,43 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$ pour la mousse à base tanin de *Quebracho*. Cette légère différence de 4,19% est due à la taille des cellules et la réticulation du polymère au sein de chaque mousse, en une cellule ouverte et plus dense pour la mousse de *Mimosa* ou en une cellule fermée et moins dense pour la mousse de *Quebracho*. La densité réelle pour tous les niveaux de prélèvements Z_i est presque la même du fait que le même dosage standard a été utilisée pour les deux mousses donc le même poids des mélanges et répartie dans le bloc obtenu après moussage. Les valeurs moyennes des masses volumiques et leurs écarts types pour les deux mousses sont reportées dans le tableau IV.7.

Tableau IV.7: Masses volumiques apparente et réelle pour les deux types de mousse.

Niveaux de prélèvements		Masse volumique apparente $\rho \text{ [g.cm}^{-3}\text{]}$			Masse volumique réelle du solide $\rho_s \text{ [g.cm}^{-3}\text{]}$	
		OP	QSF		OP	QSF
Z_6	ρ_1	$0,068 \pm 0,003$	$0,060 \pm 0,004$	ρ_{s1}	$1,51 \pm 0,016$	$1,46 \pm 0,005$
Z_5	ρ_2	$0,069 \pm 0,003$	$0,061 \pm 0,003$	ρ_{s2}	$1,50 \pm 0,011$	$1,44 \pm 0,008$
Z_4	ρ_3	$0,070 \pm 0,003$	$0,064 \pm 0,020$	ρ_{s3}	$1,50 \pm 0,013$	$1,44 \pm 0,007$
Z_3	ρ_4	$0,077 \pm 0,005$	$0,065 \pm 0,004$	ρ_{s4}	$1,47 \pm 0,016$	$1,43 \pm 0,010$
Z_2	ρ_5	$0,083 \pm 0,006$	$0,067 \pm 0,007$	ρ_{s5}	$1,47 \pm 0,026$	$1,42 \pm 0,005$
Z_1	ρ_6	$0,111 \pm 0,016$	$0,103 \pm 0,010$	ρ_{s6}	$1,49 \pm 0,016$	$1,41 \pm 0,006$

IV.3.3 Analyse de l'essai de cisaillement

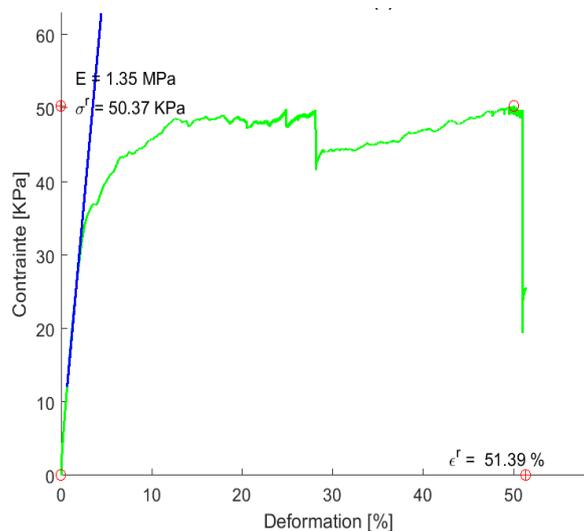
L'essai de cisaillement des cubes de mousses est réalisé en plaçant l'échantillon dans un dispositif de test spécialement développé et monté sur une machine d'essai universelle. Une force de cisaillement est donc appliquée sur l'éprouvette jusqu'à sa rupture. Les résultats sont donnés en termes de force et déplacement. À partir des données brutes des essais, un dépouillement est réalisé par un programme Matlab, dans le but de déterminer le comportement des deux mousses. Ce programme permet un tracé des courbes pour chaque échantillon, puis de la courbe moyennes contrainte-déformation propres à chaque niveau de prélèvement sur les deux blocs de mousses de *Mimosa* et de *Quebracho*. Il détermine enfin leurs propriétés mécaniques au cisaillement.

IV.3.3.1 Mousse à base de tanin de *Mimosa*

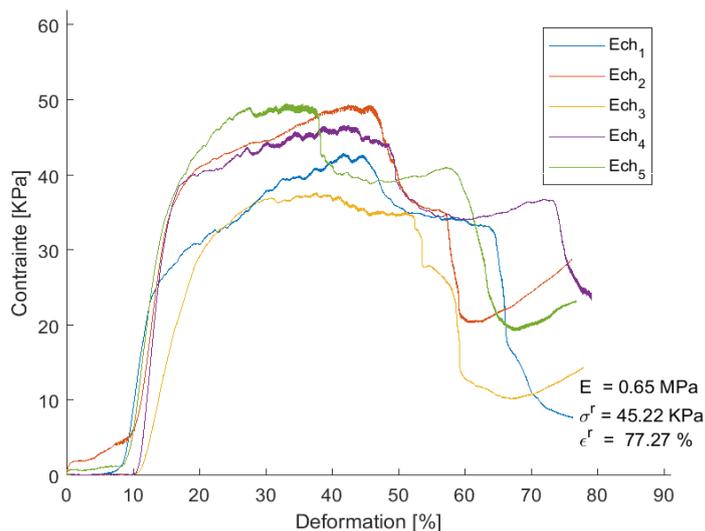
La courbe expérimentale (Figure IV.19.a) est représentative de l'ensemble des courbes de nos essais de cisaillement, le comportement en cisaillement de la mousse de *Mimosa* peut se décomposer en trois phases principales, à savoir :

- ✓ une première phase qui correspond à courbe linéaire ascendante jusqu'à une contrainte moyenne maximale de 40.10^3 Pa proportionnelle à la déformation γ , sa pente permet de déterminer le module de cisaillement G de la mousse ;
- ✓ une phase de comportement non linéaire dans laquelle la contrainte maximale est atteinte, caractérisée par un palier, où on observe une augmentation de la déformation avec une contrainte presque constante ;
- ✓ une troisième et dernière phase, où on constate une diminution de la contrainte appliquée et une augmentation de la déformation jusqu'à la rupture totale de l'échantillon.

Les valeurs moyennes de caractéristique au cisaillement et leurs écarts types de la mousse de *Mimosa* sont reportées dans le tableau IV.8.



- a) Évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour l'échantillon Z₃₋₃ à masse volumique apparente $\rho_4 = 0,077$ g/cm³



b) Courbes contrainte-déformation pour le niveau Z_2 à masse volumique apparente $\rho_5 = 0,083 \text{ g/cm}^3$
 Figure IV.19 : Évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation pour la mousse de Mimosa.

Tableau IV.8: Propriétés de cisaillement de la mousse à base de tanin de Mimosa.

	<i>Densité</i>	<i>G [MPa]</i>	<i>τ_u [kPa]</i>	<i>γ_u [%]</i>
ρ_1	$0,068 \pm 0,003$	$0,36 \pm 0,04$	$20,46 \pm 1,59$	$73,84 \pm 5,22$
ρ_2	$0,069 \pm 0,003$	$0,63 \pm 0,17$	$46,40 \pm 6,42$	$68,00 \pm 4,30$
ρ_3	$0,070 \pm 0,003$	$0,66 \pm 0,17$	$45,22 \pm 4,99$	$65,49 \pm 3,16$
ρ_4	$0,077 \pm 0,005$	$0,89 \pm 0,27$	$45,67 \pm 5,79$	$58,25 \pm 8,59$
ρ_5	$0,083 \pm 0,006$	$1,27 \pm 0,22$	$58,97 \pm 10,96$	$77,27 \pm 1,27$
ρ_6	$0,111 \pm 0,016$	$1,02 \pm 0,34$	$63,03 \pm 11,84$	$71,41 \pm 0,66$

On remarque que les mousses prélevées aux niveaux Z_3 et Z_4 de masses volumiques respectives $0,077$ et $0,083 \text{ g/cm}^3$ ont de meilleures performances par rapport aux autres échantillons. Ceci s'explique par l'homogénéité et l'absence de cavités dans ces zones, qui est traduite par la réduction de la section cisailée apparente dans les échantillons choisis. On a également remarqué un phénomène de pré-compression au début du processus des essais destinés aux échantillons des parties inférieures du bloc de mousse (Figure IV.20). En revanche les parties supérieures de l'échantillonnage subissent directement le cisaillement au démarrage de l'essai. Nous notons aussi que le cœur du bloc de mousse représenté par les niveaux Z_2 , Z_3 et Z_4 , caractérisée par une constance de la masse volumique apparente ρ_i a une stabilité en terme de résistance au cisaillement ultime (Figure IV.20.b).

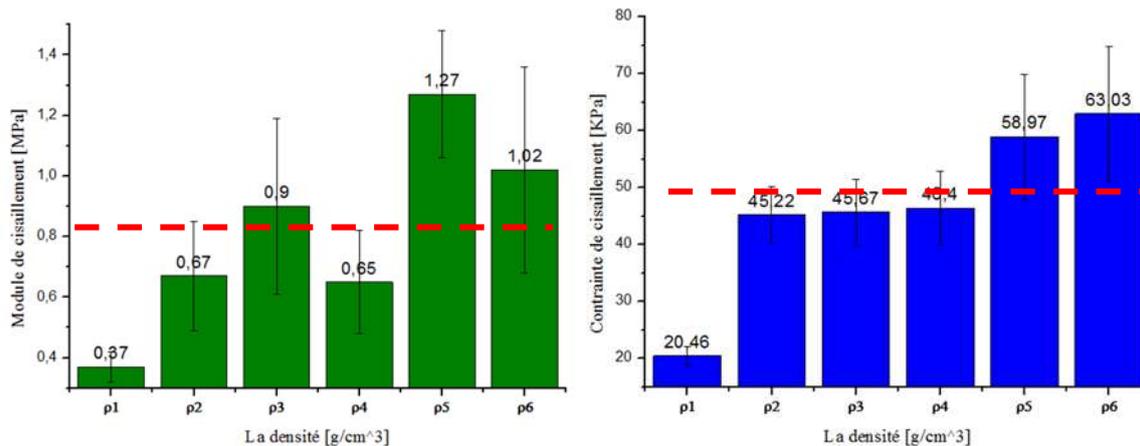
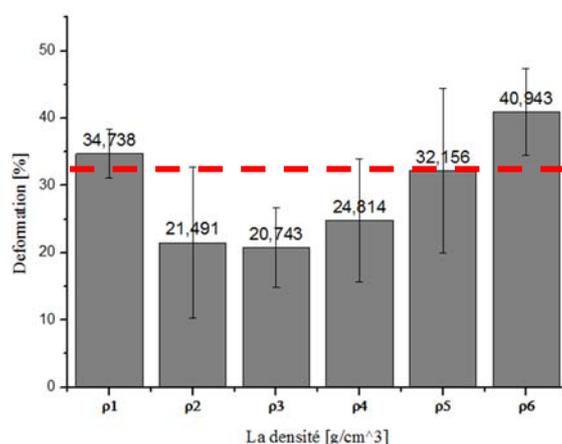
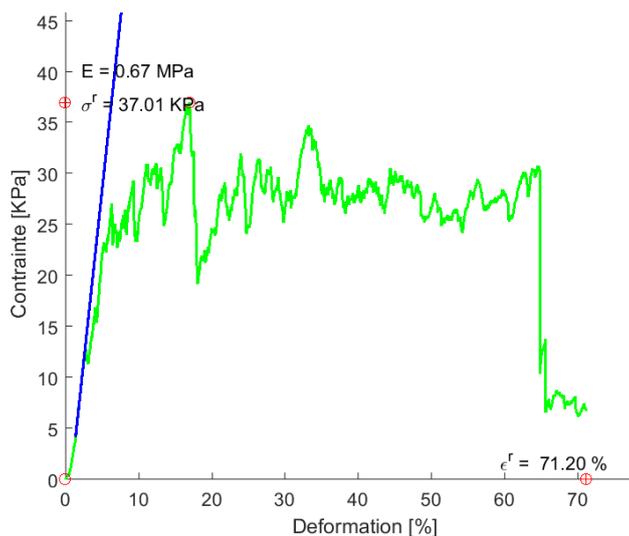
a) Module de cisaillement G b) Contrainte de cisaillement ultime τ_u c) Déformation de cisaillement ultime γ_u

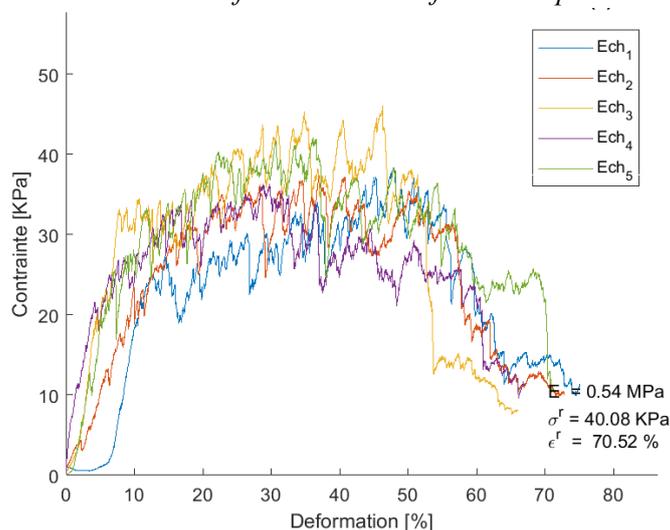
Figure IV.20 : Caractéristiques mécaniques de la mousse à base de tanin de Mimosa.

IV.3.3.2 Mousse à base de tanin de Quebracho

La figure IV.21.a traduit le comportement typique en cisaillement de la mousse de *Quebracho*. On retrouve la même allure et les trois mêmes phases de comportement que pour la mousse de *Mimosa* (Figure IV.20.a), mais le comportement de la mousse de *Quebracho* présente la particularité d'être plus instable avec des courbes plus bruitées, moins lisses. Ce phénomène est dû à la différence de la morphologie des deux mousses, la première est à cellules ouvertes de taille réduite et compacte, alors que la seconde renferme des cellules fermées de taille plus importante dans un réseau polymère vitreux cassant et fragile. L'effondrement des cellules sous les efforts se produit brutalement et en cascades, donnant ce comportement macroscopique instable.



a) Évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour l'échantillon Z_{1-3}



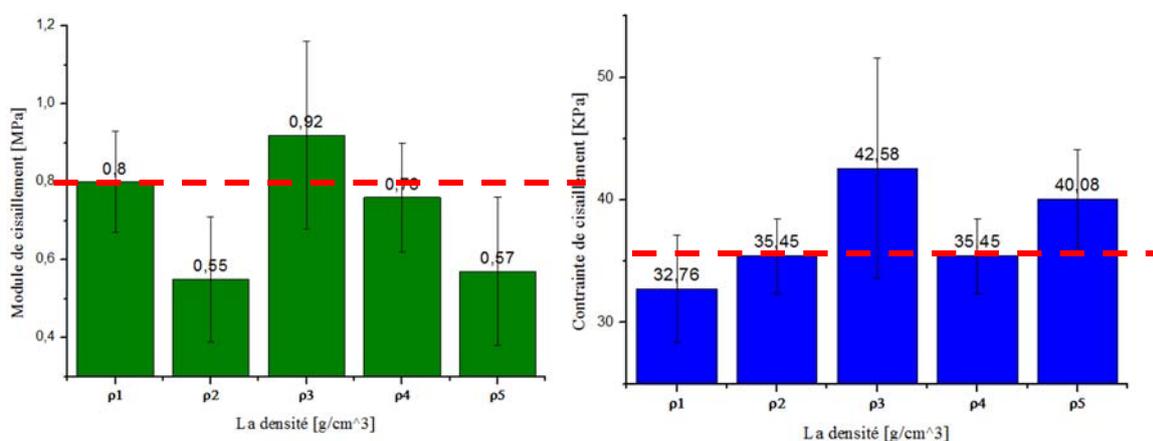
b) Courbes contrainte-déformation pour le niveau Z_5

Figure IV.21 : Évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation pour la mousse de *Quebracho*.

L'analyse du comportement au cisaillement, développée précédemment, a été reproduite pour la deuxième mousse et sa résistance au cisaillement est déduite des courbes contrainte-déformation enregistrées pour une large gamme d'éprouvettes relevées le long de l'axe d'expansion de la mousse. On a observé dans la plupart des essais l'absence du phénomène de pré-compression au début du déroulement des essais pour les échantillons de tous les niveaux de prélèvement (Figure IV.22). Le tableau IV.9 détaille les propriétés moyennes au cisaillement de la mousse de *Quebracho*. Le module de cisaillement, la déformation et contrainte ultime sont comparables à ceux de la mousse de *Mimosa*. Les résultats obtenus sont assez satisfaisants en terme de valeurs moyennes pour chaque sot de la masse volumique ρ_i et cela à cause de la morphologie de la mousse de *Quebracho*.

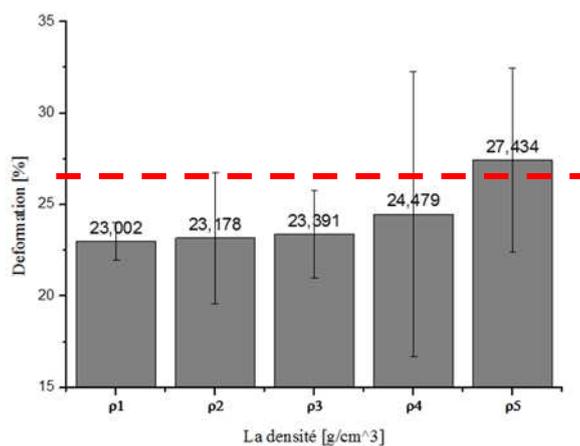
Tableau IV.9: Propriétés de cisaillement de la mousse à base de tanin de Quebracho.

	Densité	G [MPa]	τ_u [kPa]	γ_u [%]
ρ_1	0,060 ± 0,004	0,80 ± 0,10	32,76 ± 4,37	69,71 ± 1,31
ρ_2	0,061 ± 0,003	0,55 ± 0,16	31,59 ± 4,64	66,16 ± 4,07
ρ_3	0,064 ± 0,020	0,92 ± 0,27	42,58 ± 8,99	59,30 ± 4,11
ρ_4	0,065 ± 0,004	0,76 ± 0,15	35,45 ± 3,04	67,64 ± 1,26
ρ_5	0,067 ± 0,007	0,57 ± 0,15	40,08 ± 4,02	70,52 ± 3,83



a) Module de cisaillement G

b) Contrainte de cisaillement ultime τ_u



c) Déformation de cisaillement ultime γ_u

Figure IV.22 : Caractéristiques mécaniques de la mousse à base de tanin de Quebracho.

IV.3.4 Analyse de l'essai de compression

Durant un essai de compression d'une mousse, la courbe contrainte-déformation, décrivant le comportement global de cette dernière est en général caractérisée par trois zones bien définies : une déformation élastique linéaire (1), suivie d'un plateau de compression à contrainte presque constante (2), puis d'un accroissement rapide de la contrainte (3) (effet densification) (Figure IV.23.a) [49], [50]. De plus, en complément de ce comportement général, les mousses sont aussi classées comme élastomère, élastoplastique (ductile) ou élastique-fragile (cassant) selon la réponse mécanique observée dans la zone (2) du plateau de compression (Figure IV.23). Ces trois types de comportement ont été identifiés pour différentes formulations de mousses à base de tanins dans plusieurs travaux récents [49].

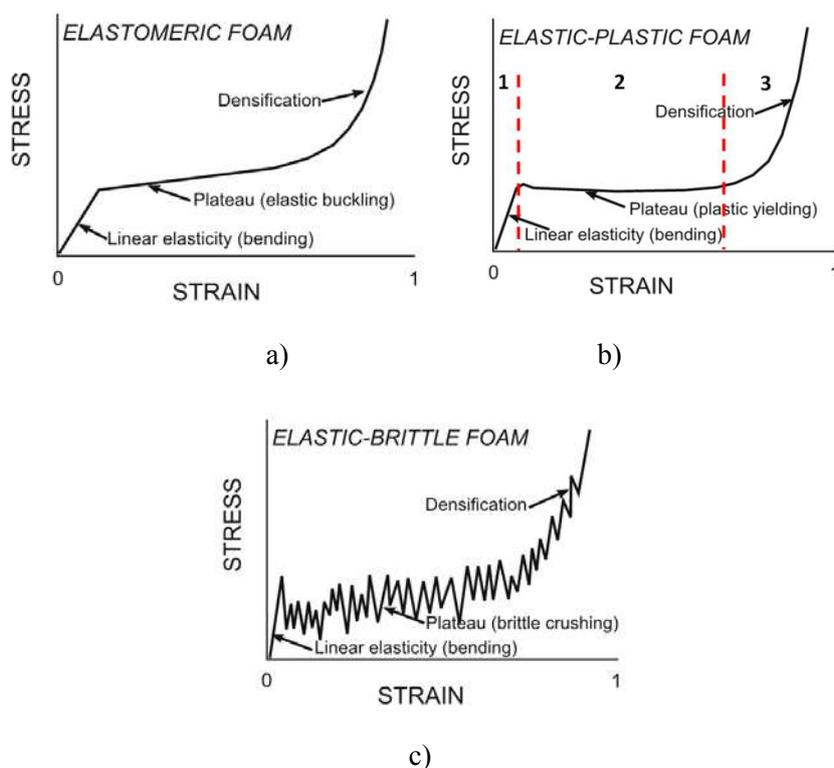
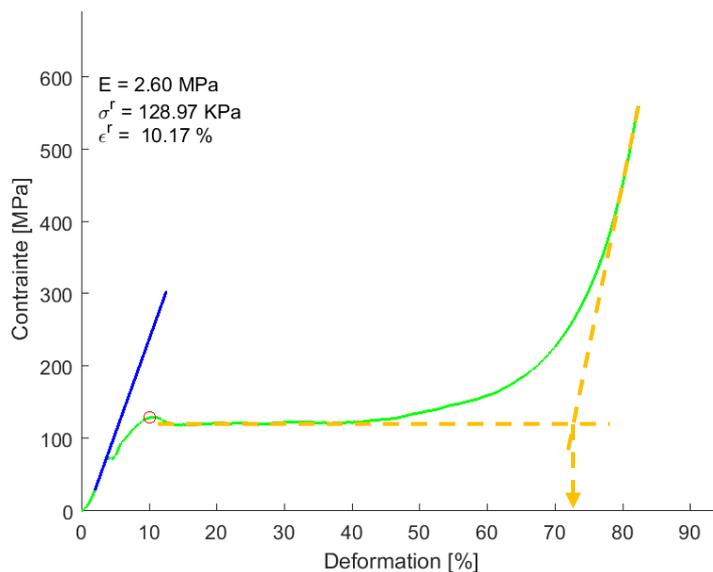


Figure IV.23 : Comportements mécaniques des mousses a) élastomère, b) élastoplastique, c) élastique-fragile [49], [50].

Les deux mousses de *Mimosa* et de *Quebracho* ont été testées en compression. Les courbes de contrainte-déformation de quelques échantillons de mousse seront représentées dans les figures IV.24 et IV.27 ; l'ensemble des essais ne sont pas tous affichés pour plus de clarté.

IV.3.4.1 Mousse à base de tanin de *Mimosa*

Tous les échantillons de mousse de *Mimosa* présentent des comportements similaires et les courbes contrainte-déformation obtenues ont un comportement typique d'un matériau rigide cellulaire élastoplastique. Il est à noter que, comme défini sur la Figure IV.24.a, le module élasticité E_a a été mesuré comme la pente moyenne de la partie linéaire de la courbe en dessous d'une déformation $\epsilon_e = 10\%$, la contrainte seuil au plateau σ_p a été estimée comme la contrainte moyenne dans l'intervalle de 10 à 45% de déformation et la contrainte ultime σ_u a été considérée comme la contrainte la plus élevée mesurée dès que la déformation est supérieure à 10%. La déformation de densification ϵ_d a été prise comme le point d'intersection entre la ligne horizontale du plateau de contraintes et la ligne tangente de courbe de la zone de densification. De nouveau le dépouillement des résultats est effectué à l'aide d'un programme Matlab. Les résultats moyennés le long du sens d'expansion de la mousse sont présentés en détail en fonction de la masse volumique apparente ρ_i (Tableau IV.10).



a) Courbes contrainte-déformation pour l'échantillon Z_{1-4}

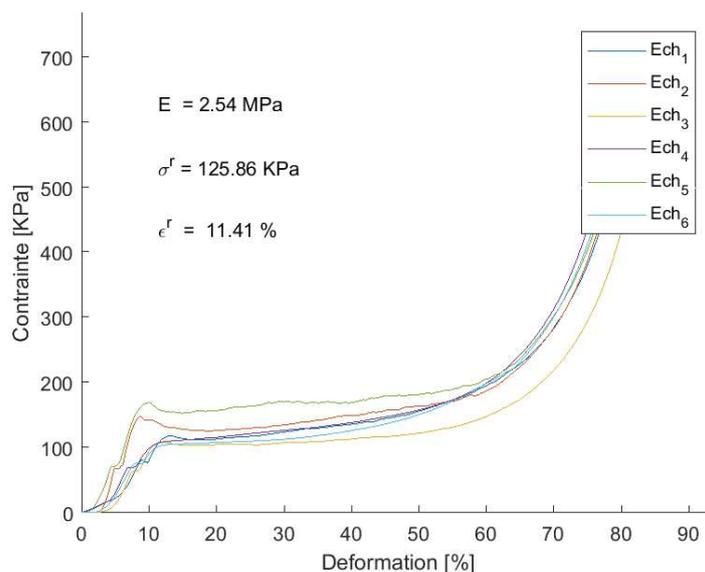
b) Courbes contrainte-déformation pour le niveau Z_2

Figure IV.24 : Évolution de la contrainte de compression en fonction de la déformation pour la mousse de Mimosa.

Tableau IV.10: Propriétés mécaniques de la mousse à base de tanin de Mimosa.

ρ [g/cm ³]	E [MPa]	σ_u [kPa]	ϵ_u [%]	σ_p [kPa]	ϵ_a [%]
ρ_1 0,068	$1,52 \pm 0,47$	$61,9 \pm 10,5$	$11,49 \pm 1,47$	$76,5 \pm 13,7$	$69,5 \pm 1,4$
ρ_2 0,069	$1,69 \pm 0,30$	$65,3 \pm 2,9$	$11,41 \pm 1,68$	$99,0 \pm 6,4$	$64,9 \pm 4,9$
ρ_3 0,070	$2,15 \pm 0,24$	$84,4 \pm 8,0$	$10,16 \pm 2,22$	$83,8 \pm 11,6$	$71,1 \pm 1,4$
ρ_4 0,077	$2,07 \pm 0,46$	$97,5 \pm 18,8$	$10,11 \pm 2,33$	$108,5 \pm 16,8$	$63,5 \pm 3,5$
ρ_5 0,083	$2,54 \pm 0,71$	$125,9 \pm 26,5$	$10,02 \pm 2,13$	$125,1 \pm 21,7$	$64,2 \pm 1,7$
ρ_6 0,111	$2,32 \pm 0,43$	$129,2 \pm 16,1$	$9,18 \pm 1,73$	$127,8 \pm 6,6$	$68,5 \pm 2,8$

La figure IV.25 présente les propriétés mécaniques pour différents niveaux du bloc de mousse à base de tanin de *Mimosa*. On remarque que le module d'élasticité est stable pour les niveaux pour des masses volumiques apparentes consécutives supérieures à $0,07 \text{ g/cm}^3$, puis diminue pour des densités inférieures à cette valeur dans le bloc de mousse. Cette diminution est due à une non homogénéisation en hauteur de la structure cellulaire du produit où la base du bloc est plus compacte que son sommet. La même observation est obtenue pour la contrainte ultime. On note aussi que la déformation élastique est presque stable pour le cœur du bloc de mousse qui correspond aux sections les plus homogènes de masse volumique ρ comprise entre $0,07$ et $0,083 \text{ g/cm}^3$.

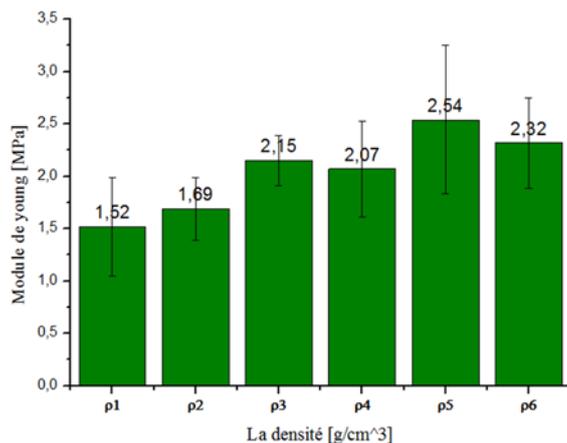
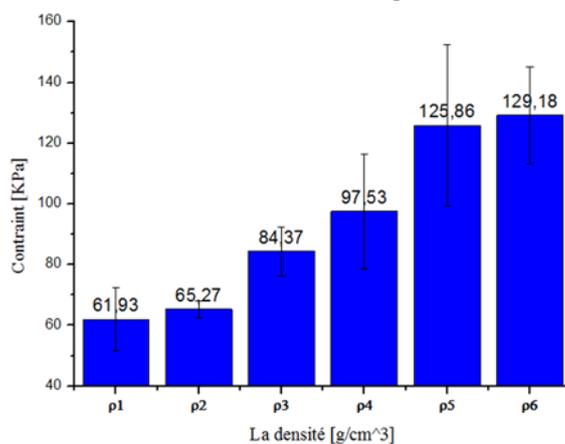
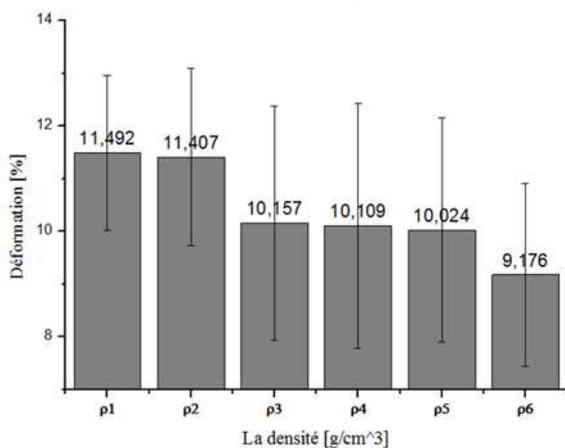
a) Module de Young E b) Contrainte de compression ultime σ_u c) Déformation élastique ϵ

Figure IV.25 : Caractéristiques mécaniques de la mousse à base de tanin de Mimosa.

La figure IV.26 matérialise l'état des échantillons après les essais de compression où on a constaté qu'au cours des essais les éprouvettes de la partie supérieure du bloc de mousse sont plus élastiques que celles de la partie inférieure. Les premiers spécimens sont en effet plus fragilisés par les discontinuités matérielles générées par la présence de cavités avec une déformation élastique réduite. En revanche, les échantillons des zones supérieures se

compriment naturellement sous l'action des efforts axiaux suivant Oz et reviennent à leur état pseudo-initial après déchargement.

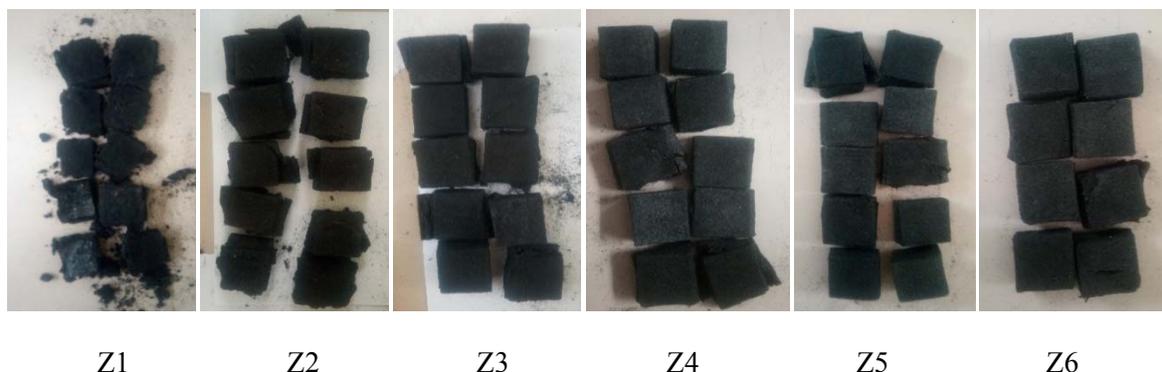
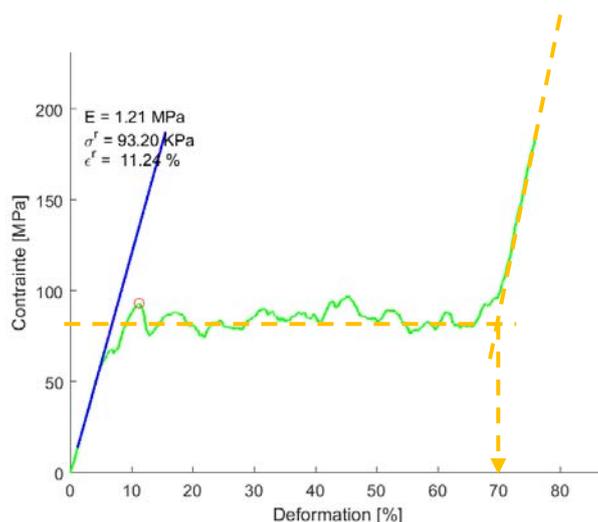
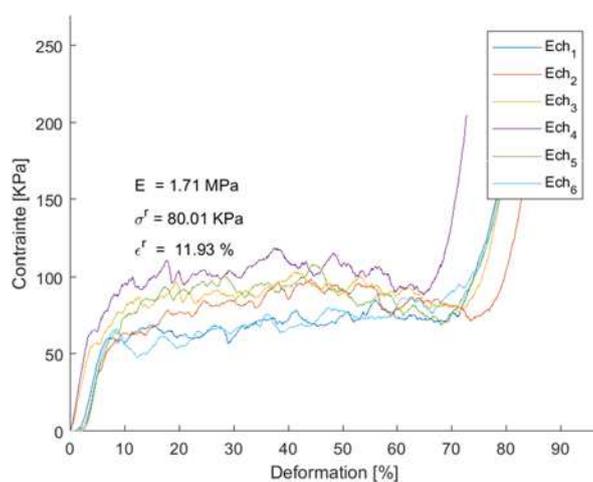


Figure IV.26 : Observation des échantillons après un essai de compression monotone.

IV.3.4.2 Mousse à base de tanin de *Quebracho*

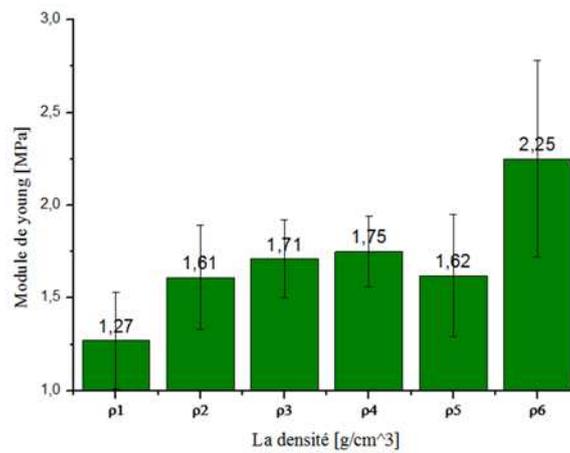
Le même protocole d'essai a été suivi pour la caractérisation en compression de la mousse de *Quebracho*. Selon la figure IV.27, il est intéressant de noter qu'au cours de la première phase élastique, le module d'Young est relativement constant et identique pour tous les échantillons d'une même zone, ici il est d'environ 1,7 MPa. Commenant en moyenne à 15% de déformation, la région du plateau de contrainte n'est pas bien définie en raison de grandes instabilités et d'un plateau avec une pente positive. Afin de comparer les échantillons aussi fidèlement que possible, la résistance à la compression a été prise à 20% de déformation. Pour cette seconde mousse tous les paramètres mécaniques sont reportés dans le tableau IV.11. On peut déduire de ces résultats que, malgré une densité relativement proche (Figure IV.28), la mousse à base de tanin de *Quebracho* présente des valeurs de module de Young et de résistance à la compression nettement inférieures à la première formulation à base de *Mimosa*. Pour les deux types de mousses, la zone élastique linéaire de la courbe contrainte-déformation correspond à la flexion des arêtes et des faces des cellules, tandis que la zone de densification est le résultat de l'effondrement total des faces des cellules et de leurs arêtes. Mais la mousse à base de tanin de *Quebracho* a un comportement élastique-fragile traduit par un long plateau irrégulier inscrit entre 20% à 70% de déformation (Figure IV.27). Ce comportement résulte du concours des zones affaissées et non effondrées de cellules typiques de la mousse à articulation plastique et à rupture fragile des parois cellulaires constitutives.

a) Courbes contrainte-déformation pour l'échantillon Z₂₋₁b) Courbes contrainte-déformation pour le niveau Z₄Figure IV.27 : Evolution de la contrainte de compression en fonction de la déformation pour la mousse de *Quebracho*.Tableau IV.11: Propriétés mécaniques de la mousse à base de tanin de *Quebracho*.

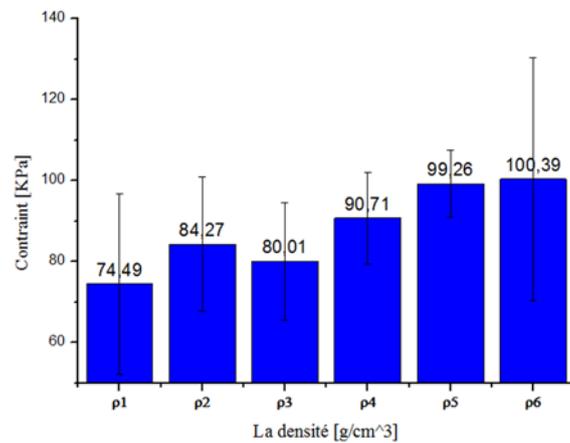
	ρ [g/cm ³]	E [MPa]	σ_u [kPa]	ϵ_u [%]	σ_p [kPa]	ϵ_d [%]
ρ_1	0,060	1,27 ± 0,26	74,49 ± 22,28	13,63 ± 2,57	72,46 ± 16,95	71,58 ± 3,29
ρ_2	0,061	1,61 ± 0,28	84,27 ± 16,63	12,36 ± 2,51	82,03 ± 12,28	75,20 ± 1,65
ρ_3	0,064	1,71 ± 0,21	80,01 ± 14,53	11,37 ± 4,26	81,45 ± 13,63	72,98 ± 3,26
ρ_4	0,065	1,75 ± 0,19	90,71 ± 11,42	11,93 ± 3,92	87,88 ± 9,62	74,14 ± 2,44
ρ_5	0,067	1,62 ± 0,33	99,26 ± 08,33	12,76 ± 2,30	95,39 ± 19,03	70,22 ± 1,74
ρ_6	0,101	2,25 ± 0,53	100,39 ± 30,03	10,77 ± 3,53	95,83 ± 13,75	48,7 ± 3,58

La figure IV.28 présente les propriétés mécaniques moyennes de la mousse à base de tanin de *Quebracho* en fonction de la masse volumique ρ_i de chaque échantillon. On a observé

que, les propriétés des spécimens à masse volumique ρ_1 et ρ_6 ont respectivement des valeurs moyennes basses et élevées par rapport au cœur du bloc de mousse. Par contre, on remarque une certaine régularité des propriétés au sein de la zone centrale avec une stabilité de la masse volumique. On peut en déduire que le niveau inférieur du bloc a des propriétés mécaniques remarquables du fait de sa morphologie et de sa discontinuité structurale, contrairement au sommet du bloc de mousse, où cette zone acquiert une certaine souplesse tout en gardant son aspect fragile et cassant. On note également qu'après les essais de compression les échantillons sont totalement détériorés sans aucune exception.



a) Module de Young E



b) Contrainte de compression ultime σ_u

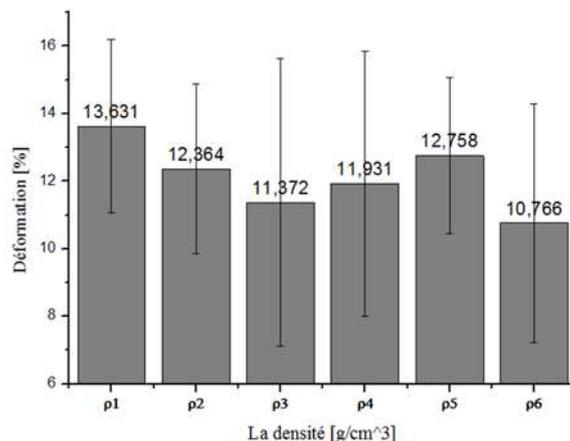
c) Déformation élastique ϵ

Figure IV.28 : Caractéristiques mécaniques de la mousse à base de tanin de Quebracho.

IV.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons déterminé les propriétés physique et mécanique par des approches expérimentales pour deux mousses à base de tanins parmi les plus disponibles sur le marché (*Mimosa* et *quebracho*), et qui vont être utilisées comme âme pour un sandwich partiellement biosourcé. La formulation standard des mousses à base de tanin a été utilisée pour les deux types de mousses. À l'échelle macroscopique on a observé différents tailles et formes de cellules pour les deux mousses élaborées, principalement dans le sens d'expansion de la mousse.

- ✓ Les analyses effectuées sur les échantillons pour déterminer la masse volumique selon deux méthodes, classique et par pycnomètre, ont permis de comparer les résultats des deux mousses. Les masses volumiques apparente sont plus stable pour la mousse de tanin de *Mimosa* (valeur moyenne $1,49 \pm 0,013 \text{ g/cm}^3$) que pour la mousse de tanin de *Quebracho* (valeur moyenne $1,43 \pm 0,013 \text{ g/cm}^3$), mais les densités solides dépendent du mode de moussage, de l'expansion le long de l'axe de moussage et de la réticulation du polymère au sein de chaque mousse.
- ✓ Les tests mécaniques en compression sur les échantillons des deux produits permettent d'identifier le type de comportement des mousses étudiées avec un comportement élastoplastique pour la mousse de tanin de *Mimosa* et élastique fragile pour la mousse de tanin de *Quebracho*. Cela est principalement dû aux types de structure cellulaire rencontrée au sein de ces mousses où la première a une morphologie alvéolaire ouverte et la seconde présente des cellules fermées.

Ces résultats ont permis d'estimer les différentes propriétés mécaniques en compression et au cisaillement propres à chaque mousse. Elles seront très importantes dans l'évaluation de l'efficacité de l'âme au sein de la structure sandwich, les mousses de *Mimosa* ou de *Quebracho* étant destinées à constituer une âme de matériau sandwich.

- ✓ Les essais ont montré que la mousse de tanin de *Mimosa* est plus performante en compression que celle de tanin de *Quebracho* avec une rigidité et une contrainte ultime respectifs $E_{OP} = 2,54$ MPa, $E_{QSF} = 1,75$ MPa et $\sigma_{OP} = 125,58$ kPa, $\sigma_{QSF} = 99,26$ kPa. Cette qualité est aussi acquise en cisaillement pour la mousse de tanin de *Mimosa* pour laquelle le module optimale $G_{OP} = 1,27$ MPa surpasse $G_{QSF} = 0,92$ MPa et la contrainte ultime de cisaillement $\tau_{OP} = 58,97$ kPa surpasse $\tau_{QSF} = 42,58$ kPa. En ce qui concerne les propriétés mécaniques moyennes maximales de compression et cisaillement, elles ont été constatées pour les échantillons du cœur des deux blocs de mousses.

IV.5 Références

- [1] D. Weaire et R. Phelan, « The physics of foam », *J. Phys. Condens. Matter*, vol. 8, n° 47, p. 9519-9524, nov. 1996.
- [2] X. Li, « Mousses rigides et élastiques à base de tannins et d'albumine — Préparation, caractérisation et modification », Thèse de l'Université de Lorraine, 2013.
- [3] A. H. Landrock, « 6 - Solvent cementing and adhesive bonding of foams », in *Handbook of Plastic Foams*, A. H. Landrock, Éd. Park Ridge, NJ: William Andrew Publishing, 1995, p. 267-277.
- [4] S. Giovando, « Modification et stabilisation de la réactivité de tanins traités chimiquement: applications à la préparation de résines adhésives et de mousses écosoutenables », Thèse de l'Université de Lorraine, 2013.
- [5] N. Meikleham, A. Pizzi, et A. Stephanou, « Induced accelerated autocondensation of polyflavonoid tannins for phenolic polycondensates. I. ¹³C-NMR, ²⁹Si-NMR, X-ray, and polarimetry studies and mechanism », *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 54, n° 12, p. 1827-1845, déc. 1994.
- [6] G. Tondi, A. Pizzi, et R. Olives, « Natural tannin-based rigid foams as insulation for doors and wall panels », *Maderas Cienc. Tecnol.*, vol. 10, n° 3, 2008.
- [7] C. Lacoste, A. Pizzi, M.-C. Basso, M.-P. Laborie, et A. Celzard, « Pinus pinaster tannin/furanic foams: PART I. Formulation », *Ind. Crops Prod.*, vol. 52, p. 450-456, janv. 2014.
- [8] C. Lacoste, A. Pizzi, M.-P. Laborie, et A. Celzard, « Pinus pinaster tannin/furanic foams: Part II. Physical properties », *Ind. Crops Prod.*, vol. 61, p. 531-536, nov. 2014.
- [9] G. Tondi et A. Pizzi, « Tannin-based rigid foams: Characterization and modification », *Ind. Crops Prod.*, vol. 29, n° 2, p. 356-363, mars 2009.
- [10] G. Tondi, S. Wieland, T. Wimmer, M. F. Thevenon, A. Pizzi, et A. Petutschnigg, « Tannin-boron preservatives for wood buildings: mechanical and fire properties », *Eur. J. Wood Wood Prod.*, vol. 70, n° 5, p. 689-696, sept. 2012.
- [11] A. Pizzi, H. Scharfetter, et E. W. Kes, « Adhesives and techniques open new possibilities for the wood processing industry: Part 1: Experience with tannin based adhesives », *Holz Als Roh- Werkst.*, vol. 39, n° 3, p. 85-89, mars 1981.
- [12] X. Zhou, « Evolution des colles à panneaux bois extérieurs synthétiques(MUF), colles naturelles et soudage sans colle », Thèse de l'Université de Lorraine, 2013.
- [13] T. Tabarsa, S. Jahanshahi, et A. Ashori, « Mechanical and physical properties of wheat straw boards bonded with a tannin modified phenol-formaldehyde adhesive », *Compos. Part B Eng.*, vol. 42, n° 2, p. 176-180, mars 2011.
- [14] B. Ndazi, J. V. Tesha, S. Karlsson, et E. T. N. Bisanda, « Production of rice husks composites with Acacia mimosa tannin-based resin », *J. Mater. Sci.*, vol. 41, n° 21, p. 6978-6983, nov. 2006.
- [15] E. T. N. Bisanda, W. O. Ogola, et J. V. Tesha, « Characterisation of tannin resin blends for particle board applications », *Cem. Concr. Compos.*, vol. 25, n° 6, p. 593-598, août 2003.

- [16] A. Moubarik, A. Pizzi, A. Allal, F. Charrier, et B. Charrier, « Cornstarch and tannin in phenol–formaldehyde resins for plywood production », *Ind. Crops Prod.*, vol. 30, n° 2, p. 188-193, sept. 2009.
- [17] G. Vázquez, G. Antorrena, J. L. Francisco, et J. González, « Properties of phenolic-tannin adhesives from pinus pinaster bark extracts as related to bond quality in eucalyptus plywoods », *Holz Als Roh- Werkst.*, vol. 50, n° 6, p. 253-256, juin 1992.
- [18] E. von Leyser et A. Pizzi, « The formulation and commercialization of glulam pine tannin adhesives in Chile », *Holz Als Roh- Werkst.*, vol. 48, n° 1, p. 25-29, janv. 1990.
- [19] P. J. Navarrete Fuentes, « Adhésifs naturels à base de tanin, tanin/lignine et tanin/gluten pour la fabrication de panneaux de bois », Thèse de l'Université de Lorraine, 2011.
- [20] A. Trosa et A. Pizzi, « A no-aldehyde emission hardener for tannin-based wood adhesives for exterior panels », *Holz Als Roh- Werkst.*, vol. 59, n° 4, p. 266-271, août 2001.
- [21] A. Pizzi *et al.*, « High resin content natural matrix–natural fibre biocomposites », *Ind. Crops Prod.*, vol. 30, n° 2, p. 235-240, sept. 2009.
- [22] A. Nicollin, R. Kueny, L. Toniazzo, et A. Pizzi, « High-density biocomposite from natural fibers and tannin resin », *J. Adhes. Sci. Technol.*, vol. 26, n° 10, p. 1537-1545, juin 2012.
- [23] G. Tondi, C. W. Oo, A. Pizzi, A. Trosa, et M. F. Thevenon, « Metal adsorption of tannin based rigid foams », *Ind. Crops Prod.*, vol. 29, n° 2, p. 336-340, mars 2009.
- [24] J. E. Arbaoui, « Etude comparative et caractérisations mécaniques des structures sandwichs multicouches », Thèse de l'Université de Lorraine, 2009.
- [25] G. Tondi, W. Zhao, A. Pizzi, G. Du, V. Fierro, et A. Celzard, « Tannin-based rigid foams: A survey of chemical and physical properties », *Bioresour. Technol.*, vol. 100, n° 21, p. 5162-5169, nov. 2009.
- [26] M. Letellier, « Optimisation de mousses de carbone dérivées de tanin par l'étude et la modélisation de leurs propriétés physiques », Thèse de l'Université de Lorraine, 2015.
- [27] A. Szczurek, V. Fierro, A. Pizzi, M. Stauber, et A. Celzard, « A new method for preparing tannin-based foams », *Ind. Crops Prod.*, vol. 54, p. 40-53, janv. 2014.
- [28] U. H. B. Abdullah, « Développement de stratifiés de papiers imprégnés à base de résine de tanin de mimosa et d'alcool furfurylique », Thèse de l'Université de Lorraine, 2014.
- [29] L. Hu *et al.*, « Catalytic conversion of biomass-derived carbohydrates into fuels and chemicals via furanic aldehydes », *RSC Adv.*, vol. 2, n° 30, p. 11184, 2012.
- [30] G. Tondi, « Développement de résines de polycondensation à base de tanins pour produits industriels écologiques et innovants Mousses rigides et produits de préservation bois. », Thèse de l'Université Henri Poincaré, 2009.
- [31] A. Nicollin, « Développement de matériaux composites écologiques à base de résines de tanins et de renforts de fibres végétales. », Thèse de l'Université de Lorraine, 2014.
- [32] A. Pizzi et K. L. Mittal, Éd., *Handbook of adhesive technology*, 2nd ed., rev. Expanded. New York: M. Dekker, 2003.
- [33] A. Sauget, « Développement de matériaux composites fibreux hautes performances à matrice bio-sourcée », Thèse de l'Université de Lorraine, 2014.
- [34] S. Kim, « Environment-friendly adhesives for surface bonding of wood-based flooring using natural tannin to reduce formaldehyde and TVOC emission », *Bioresour. Technol.*, vol. 100, n° 2, p. 744-748, janv. 2009.

- [35] M. C. Basso, S. Giovando, A. Pizzi, A. Celzard, et V. Fierro, « Tannin/furanic foams without blowing agents and formaldehyde », *Ind. Crops Prod.*, vol. 49, p. 17-22, août 2013.
- [36] M. Thebault, « Développement de trois différents types de matériaux innovants à base de tannins », Thèse de l'Université de Lorraine, 2014.
- [37] M. C. Lagel, A. Martínez de Yuso, A. Pizzi, A. Celzard, et V. Fierro, « Développement et caractérisation de mousses à base de tanins de Quebracho », *Matér. Tech.*, vol. 102, n° 1, p. 104, mars 2014.
- [38] W. Zhao, A. Pizzi, V. Fierro, G. Du, et A. Celzard, « Effect of composition and processing parameters on the characteristics of tannin-based rigid foams. Part I: Cell structure », *Mater. Chem. Phys.*, vol. 122, n° 1, p. 175-182, juill. 2010.
- [39] M.-C. Lagel, « Développement de nouveaux matériaux à base de polymères naturels et leurs applications », Thèse de l'Université de Lorraine, 2015.
- [40] M. C. Basso, « Green, Formaldehyde-Free, Foams For Thermal Insulation », *Adv. Mater. Lett.*, vol. 2, n° 6, p. 378-382, déc. 2011.
- [41] M. C. Basso, M.-C. Lagel, A. Pizzi, A. Celzard, et S. Abdalla, « First Tools for Tannin-Furanic Foams Design », *BioResources*, vol. 10, n° 3, p. 5233-5241, juill. 2015.
- [42] C. Lacoste *et al.*, « Pine (*P. pinaster*) and quebracho (*S. lorentzii*) tannin-based foams as green acoustic absorbers », *Ind. Crops Prod.*, vol. 67, p. 70-73, mai 2015.
- [43] M. C. Basso, A. Pizzi, F. Al-Marzouki, et S. Abdalla, « Horticultural/hydroponics and floral natural foams from tannins », *Ind. Crops Prod.*, vol. 87, p. 177-181, sept. 2016.
- [44] M. C. Basso, A. Pizzi, et A. Celzard, « Dynamic Monitoring of Tannin-based Foam Preparation: Effects of Surfactant », *BioResources*, vol. 8, n° 4, p. 5807-5816, sept. 2013.
- [45] C. D. Sánchez, « Nouvelles méthodes d'optimisation et de caractérisation de mousses à base de tanins pour l'isolation thermique du bâtiment », Thèse de l'Université de Lorraine, 2017.
- [46] A. Pizzi, N. Meikleham, B. Dombo, et W. Roll, « Autocondensation-based, zero-emission, tannin adhesives for particleboard », *Holz Als Roh- Werkst.*, vol. 53, n° 1, p. 201-204, janv. 1995.
- [47] L. J. Gibson et M. F. Ashby, *Cellular Solids: Structure and Properties*, 2^e éd. Cambridge University Press, 1997.
- [48] L. Gong, S. Kyriakides, et W.-Y. Jang, « Compressive response of open-cell foams. Part I: Morphology and elastic properties », *Int. J. Solids Struct.*, vol. 42, n° 5, p. 1355-1379, mars 2005.
- [49] I. K. Mohammed, M. N. Charalambides, J. G. Williams, et J. Rasburn, « Modelling the deformation of a confectionery wafer as a non-uniform sandwich structure », *J. Mater. Sci.*, vol. 48, n° 6, p. 2462-2478, mars 2013.
- [50] L. J. Gibson, M. F. Ashby, J. Zhang, et T. C. Triantafillou, « Failure surfaces for cellular materials under multiaxial loads—I. Modelling », *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 31, n° 9, p. 635-663, janv. 1989.

Chapitre

V

Étude expérimentale des poutres sandwichs biosourcés

Sommaire	Page
V.1 Introduction.....	138
V.2 Matériel et technique d'essai	142
V.2.1 Matériaux.....	142
V.2.2 Préparation des échantillons	143
V.2.2.1 Préparation des peaux	144
V.2.2.2 Préparation de l'âme	145
V.2.2.3 Préparation des échantillons de panneaux sandwich	146
V.2.3 Protocole expérimental	147
V.2.4 Théories des poutres sandwichs	150
V.2.4.1 Calcul de la contrainte normale en flexion σ	151
V.2.4.2 Contrainte de cisaillement τ de l'âme.....	151
V.3 Résultats et discussions	152
V.3.1 Flexion trois points.....	152
V.3.1.1 Présentation des résultats.....	152
V.3.1.2 Effet de l'épaisseur sur le comportement des poutres sandwichs.....	154
V.3.1.3 Effet du type d'âme sur le comportement des poutres sandwichs.....	154
V.3.1.4 Paramètres élastiques des poutres sandwichs.....	156
V.3.1.5 Modes d'endommagement	159
V.4 Conclusions	163
V.5 Références	165

V.1 Introduction

Les matériaux sandwichs par leurs différentes configurations et composants présentent des propriétés mécaniques très remarquables (rigidité à la flexion élevée, capacité d'absorption d'énergie, résistance aux chocs, faible densité, haute résistance à l'usure et à la corrosion, possibilité d'obtenir des formes complexes, etc.) [1]–[5]. Le comportement mécanique, les performances et les différents modes de ruines par compression, cisaillement ou indentation et décollement, ou pliage de ces structures dépendent essentiellement des propriétés mécaniques et de la géométrie de leurs constituants [1]–[5]. Les structures sandwichs sont constituées de deux peaux, supérieure et inférieure, à haute rigidité à la flexion renfermant une âme légère à faible densité (Figure V.1). Dans ce type de structures, les peaux supportent la traction et la compression, tandis que l'âme assure le transfert de charges et résiste au cisaillement transversal. Une structure en sandwich acquière donc une rigidité importante en écartant des plaques en composites monolithiques et en y insérant une âme épaisse et légère, les deux étant liées par l'intermédiaire d'un adhésif de même nature ou de nature différente à ce qui est utilisé dans les deux composants. Les principaux soucis du concepteur des structures sandwichs sont de choisir les matériaux appropriés constituant la structure et de déterminer les épaisseurs respectives des peaux et de l'âme de façon à ce qu'elles résistent aux moments fléchissant, au cisaillement et aux contraintes axiales induites par les différentes sollicitations.

De par leurs performances, les structures sandwichs ont donc été largement utilisées dans divers secteurs industriels (aéronautique, automobile, naval, électronique, construction, infrastructure, etc.) [6]. Le choix de la composition d'une structure sandwich dépend principalement de la rigidité à la flexion voulue. Cependant, la rigidité en flexion n'est souvent pas suffisante pour trancher sur la performance d'un panneau sandwich, car la flexion s'accompagne toujours par d'autres sollicitations comme la traction dans le plan et la compression hors-plan ou le cisaillement transverse.

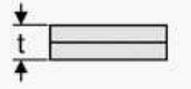
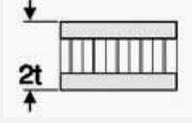
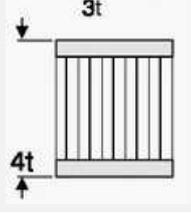


Figure V.1 : Constitution des structures sandwichs [7].

Le noyau (âme), en tant qu'élément principal des structures sandwichs, a fait l'objet de plusieurs travaux démontrant que la nature et la disposition géométrique de ce composant

peuvent augmenter les propriétés de compression (résistance à la flexion et au flambage), la rigidité au cisaillement, et la capacité d'absorption de l'énergie, qui permet une meilleure résistance aux chocs dynamiques [4], [5]. Ainsi, doubler l'épaisseur conduit à une augmentation de la rigidité de sept fois avec un surpoids très négligeable de 4% ; de même une multiplication de l'épaisseur par quatre accroît la rigidité de 37 fois avec une augmentation du poids de 6% (Tableau V.1) [8], [9]. Le bois de balsa, les structures en nid d'abeille, les fermes en treillis et les motifs ondulés ou la mousse polymère et plus récemment les mousses métalliques sont les noyaux les plus couramment utilisés.

Tableau V.1 : Effet de l'épaisseur de l'âme du sandwich sur ses paramètres caractéristiques [8].

	Matériau solide	Épaisseur de l'âme	Épaisseur de l'âme
			
Raideur	1,0	7,0	37,0
Résistance à la flexion	1,0	3,5	9,2
Poids	1,0	1,03	1,06

Les noyaux en nid d'abeilles poreux ont fait l'objet de nombreuses études par approches analytiques, numériques et expérimentales montrant ainsi leurs performances supérieures par rapport aux autres types d'âme. De la même manière, cette structure offre des potentialités telles que l'isolation thermique, l'amortissement des chocs, l'absorption radar, la corrosion et une résistance exceptionnelle [10]–[13]. Particulièrement les noyaux en nid d'abeilles, en *Nomex*, ou en aluminium absorbent beaucoup d'énergie lorsqu'ils sont écrasés dans la direction hors plan [6].

Les âmes en mousse et particulièrement les mousses en polyuréthane ont fait que les sandwichs sont une structure polyvalente pour des applications allant des éléments de construction de base aux matériaux d'ingénierie avancés. Cette gamme diversifiée d'applications a donné à ces matériaux sandwichs une position distinctive dans le monde de l'ingénierie d'aujourd'hui. Ces noyaux ont des structures cellulaires qui peuvent résister à de grandes déformations plastiques à une contrainte constante appelée contrainte de plateau. Les performances des poutres sandwichs avec des noyaux en mousse sous flexion trois points ont

été étudiées par de nombreux chercheurs, à la fois expérimentalement et numériquement. Les études menées sur les poutres sandwichs durant ces dernières décennies visent à déterminer le mode d'endommagement, les paramètres d'absorption d'énergie et leurs performances en sollicitation statique et dynamique. L'étude du comportement en flexion à quatre points de poutres sandwichs avec des noyaux en mousse a permis de montrer les mécanismes d'endommagement des poutres dus à l'écrasement de la mousse et à la rupture des peaux sous l'effet des sollicitations [12]. D'autres études ont développé des modèles numériques par éléments finis validés par des approches expérimentales donnant la réponse en flexion en trois points de poutres sandwichs simplement appuyées, avec des peaux en composite verre/époxy et un noyau en mousse de polymère [12]–[15].

De récentes études ont valorisé les déchets de palmiers, en les exploitants comme âme de panneaux sandwich structurels. En raison de sa densité relativement faible de l'ordre de 211 kg/m^3 [16], [17], les déchets constitués de la palme du palmier après taillage sont un matériau de substitution potentiel des mousses polymères couramment utilisées dans les structures sandwich légères. Cette initiative est d'autant plus intéressante qu'elle rentre dans un contexte de développement durable, en valorisant les ressources naturelles locales de notre région du Maghreb, comme les fibres d'*Alfa*, la rachi et les folioles de la palme [18]–[22], réduisant ainsi l'impact environnemental des composites. Cette réduction d'impact a lieu tout au long du cycle de vie de la structure composite. Cependant peu de travaux font mention de sandwichs à noyau en mousses naturelles, et plus particulièrement la mousse à base de Tanin [23], [24]. Les informations disponibles ne portent que sur deux paramètres mécaniques en flexion et la densité ainsi que la répartition de cette dernière suivant l'épaisseur (Figure V.2) et une comparaison entre les constituants élémentaires et le sandwich final (Tableau V.2).

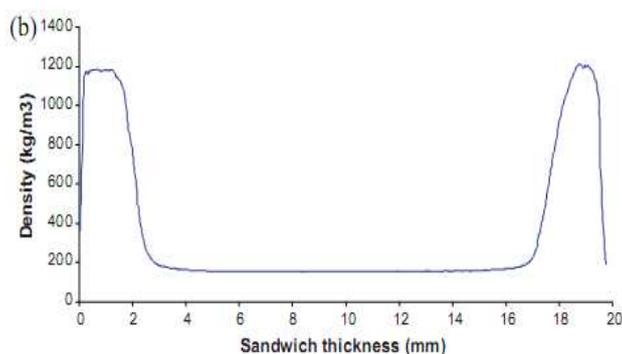


Figure V.2 : Carte micro-densitométrique à rayons X du panneau sandwich bois/mousse/bois [24].

Tableau V.2 : Résistance à la flexion et module d'élasticité des peaux et des panneaux sandwichs à âme en mousse de Tanin [24].

<i>Éléments</i>	<i>Densité [g/cm³]</i>	<i>Résistance à la flexion [kN]</i>	<i>Module de Young [MPa]</i>
Composite fibre	1,16	0,086	6561
Composite fibre/ Mousse / Composite fibre	0,37	0,16	6524
Contreplaqué	0,40	0,07	7288
Contreplaqué/Mousse/Contreplaqué	0,24	0,20	6895

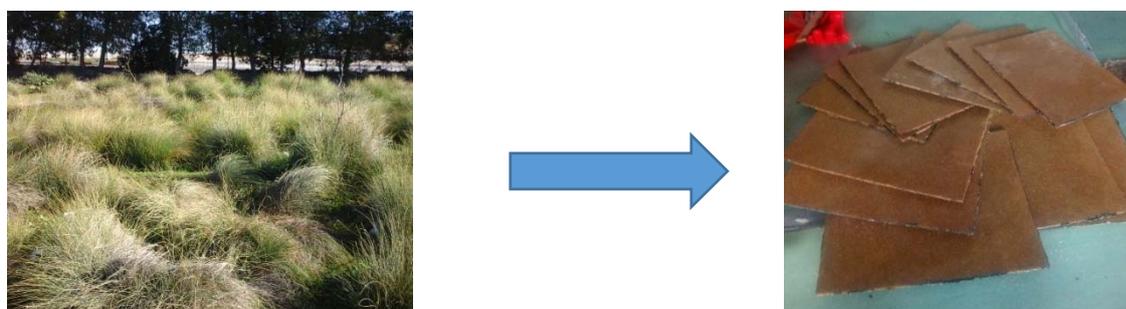
D'autre part, la liaison entre les deux peaux et le noyau est un autre facteur qui détermine le comportement mécanique de la structure sandwich. Il faut pour cela que les performances des joints de colle permettent de transférer les sollicitations entre les peaux et l'âme. Ainsi, l'absence de concentration de contraintes, l'obtention de bonnes propriétés mécaniques de l'assemblage, et un faible coût de mise en œuvre sont les principales caractéristiques demandées à une méthode de collage. Par exemple, l'étude faite par Sun *et al.* en 2015 [25], a montré l'effet de la configuration de l'interface peau/âme en soulignant que les caractéristiques mécaniques (rigidité et résistance) des structures sandwichs augmentent avec les performances du joint adhésif à l'interface peau/âme et l'utilisation de traitements de surface des peaux pour obtenir une rugosité de surface appropriée.

Les études précédemment mentionnées ont montré que les recherches portaient essentiellement sur des structures sandwichs avec un noyau nid d'abeille ou en mousse synthétique et peu de travaux sur les poutres sandwich à noyau en mousse naturelle, que l'on peut considérer comme les nouvelles générations de structures sandwichs. Par conséquent, dans cette section on présente une approche expérimentale pour analyser la résistance à la flexion de ce type de matériau partiellement biosourcé. Classiquement, pour les structures sandwichs, un essai de flexion trois points ou quatre points en condition quasi-statique est utilisé pour étudier la rigidité, les charges critiques et la capacité d'absorption d'énergie[14]–[26]. Cette méthode est reprise pour déterminer le comportement de notre sandwich partiellement biosourcé. Il est constitué de peaux en composite à fibres courtes (*Alfa/Greenpoxy 56*) avec une âme centrale en mousse à base de tanin de *Mimosa* et *Quebracho*. On s'intéressera en particulier à l'effet de la composition du noyau, de sa densité et de son épaisseur.

V.2 Matériel et technique d'essai

V.2.1 Matériaux

Les peaux des structures sandwichs sont fabriquées avec différents matériaux avec un module d'élasticité élevé et une grande résistance à la compression et à la traction, elles doivent également résister aux moments de flexion en résistant aux forces de traction et compression développées dans les panneaux supérieur et inférieur pliés. D'après l'étude effectuée précédemment, au deuxième chapitre, nous avons trouvé que la plaque avec 15% de taux de fibre représente le meilleur choix parmi les 13 variantes étudiées (Figure V.3), car elle présente d'excellentes performances en terme rigidité/poids et une bonne homogénéité des fibres dans la matrice.



Alfa

Plaque de composite biosourcé

Figure V.3 : Fabrication des peaux.

Les propriétés mécaniques de la plaque composite déterminées expérimentalement dans le deuxième chapitre sont regroupées dans le tableau V.3.

Tableau V.3: Propriétés mécaniques de la plaque composite retenue comme peau de sandwich.

<i>Propriétés mécaniques</i>	
Masse volumique [g/cm³]	1,09 ± 0,35
Module de traction [GPa]	3,20 ± 0,18
Contrainte de traction [MPa]	23,72 ± 3,44
Déformation de traction [%]	0,91 ± 0,19
Module de flexion [GPa]	2,90 ± 0,12
Contrainte de flexion [MPa]	46,47 ± 7,40
Déformation de flexion [%]	1,88 ± 0,30
Résilience [kJ/mm²]	2,39 ± 0,67

L'étude réalisée au chapitre IV nous a permis de produire deux types de mousses, à base de tanin de *Mimosa* et *Quebracho* (Figure V.4) et les résultats obtenus nous ont permis de confirmer leurs potentialités comme âmes dans nos panneaux sandwichs partiellement biosourcés.

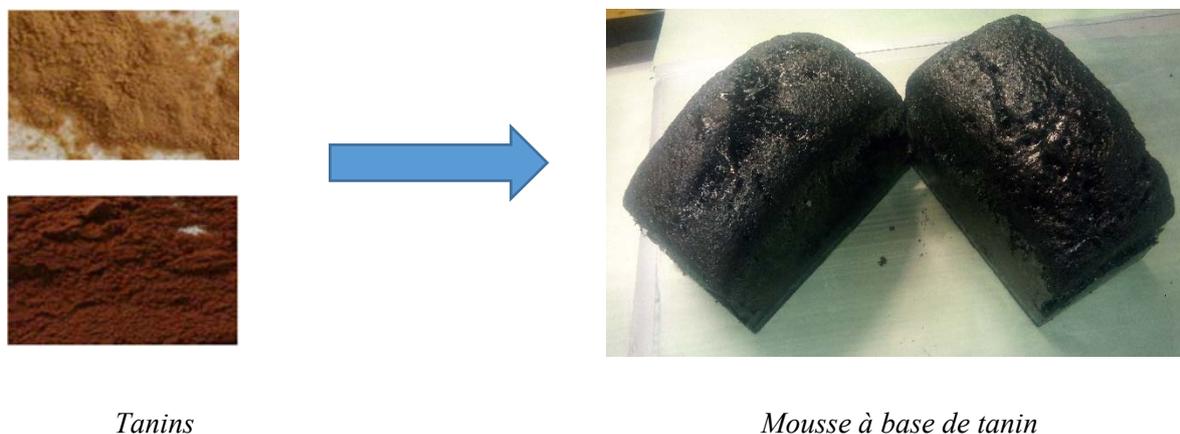


Figure V.4 : Fabrication des blocs de mousse de Tanin.

Le Tableau V.4 regroupe l'essentiel des résultats des deux mousses obtenus par les différentes caractérisations expérimentales.

Tableau V.4 : Propriétés mécaniques des mousses *Mimosa* et *Quebracho*.

<i>Propriété</i>	<i>Mousse à base de tanin Mimosa</i>	<i>Mousse à base de tanin Quebracho</i>
Masse volumique ρ [g/cm³]	0,074 ± 0,006	0,065 ± 0,02
Module de traction E [MPa]	2,110 ± 0,350	1,730 ± 0,20
Contrainte de traction σ_c [KPa]	90,950 ± 13,410	85,36 ± 12,98
Module de cisaillement G [MPa]	0,775 ± 0,220	0,92 ± 0,27
Contrainte de cisaillement τ [KPa]	45,450 ± 5,390	42,58 ± 8,99
Déformation de cisaillement γ [%]	61,870 ± 5,880	59,30 ± 4,11

V.2.2 Préparation des échantillons

La logique de fabrication d'un panneau sandwich est assez simple (Figure V.5). Il suffit d'assembler les peaux composites sur le matériau d'âme choisi. Cependant cela nécessite un travail de mise au point pour que le procédé de fabrication soit fiable, répétable et efficace pour tirer le meilleur parti des constituants une fois assemblés en une poutre sandwich. Cette étape a demandé un temps certain d'essais, de réflexion et de compréhension.

*Composite biosourcé**Mousse**Panneaux sandwich**Figure V.5 : Constituants d'un panneau sandwich.*

V.2.2.1 Préparation des peaux

Dans cette étude la structure sandwich est constituée d'une âme légère réalisée par une mousse à base de tanin, nappée en surface et sur les deux faces, de deux peaux en composite biosourcé de 15% de taux fibre d'*Alfa*. La rugosité des deux surfaces intérieures des plaques a été obtenue par sablage (Sableuse ACF69380) afin d'améliorer l'adhérence à l'interface peaux/âme. Ensuite les deux surfaces ont été nettoyées des poussières résiduelles de sablage par soufflage à l'air comprimé sec et finalement une découpe des plaques en lamelles de dimensions de 300 x 30 mm² est réalisée sur une machine laser *TROTEC-700* (Figure V.6).

*a) Plaques en composite biosourcé**b) Sablage*



c) Découpage



d) Lamelles en composite biosourcé

Figure V.6 : Étapes de la préparation des peaux.

V.2.2.2 Préparation de l'âme

Après la préparation des blocs de mousse à base des deux types tanins, *Mimosa* et *Quebracho* (voir Chapitre IV), on a utilisé une scie pour les découper en tranches de 20 mm et 40 mm d'épaisseur (Figure V.7.b). Ensuite nous avons utilisé un gabarit de découpe à 30 mm de largeur et 300 mm de longueur pour obtenir des volumes de mousse en forme de lamelles épaisses de longueur égale à 300 mm et de sections $20 \times 30 \text{ mm}^2$ et $40 \times 30 \text{ mm}^2$. Les différentes étapes de mise en œuvre sont représentées sur la figure V.7.



a) Bloc de mousse



b) Découpe par scie en tranche



c) Tranche de mousse



d) Découpe sur gabarit



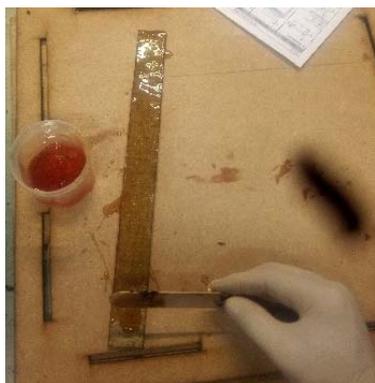
e) Lamelle épaisse de mousse



Figure V.7 : Étapes de la préparation de l'âme.

V.2.2.3 Préparation des échantillons de panneaux sandwich

Les performances mécaniques d'un composite sandwich dépendent des propriétés mécaniques des peaux et de celles de l'âme, mais aussi de la liaison entre les peaux et l'âme (colle). Après la réalisation des peaux et de l'âme, nous avons choisi une résine partiellement biosourcée comme colle d'interface peaux/âme de référence *Greenpoxy 56* et son durcisseur *SD Greenpoxy 505 V2*. À la fin, nous avons laissé les poutres sandwichs dans un moule de séchage pendant trois jours (Figure V.8).



a) Application de la colle



b) Moule de collage



d) Échantillons de poutres sandwichs

Figure V.8 : Étapes de préparation des échantillons de poutres sandwichs.

V.2.3 Protocole expérimental

Dans ce type d'essais la charge peut être appliquée en un seul point à mi-travée des deux appuis, on parle alors de flexion trois points, par contre en flexion quatre points la charge est concentrée en deux points espacés de la moitié de la distance entre appuis. Le choix du type d'essai et de la distance entre appuis dépend des propriétés que l'on souhaite étudier. En effet, une configuration d'appuis éloignés va privilégier la flexion pure de la poutre, tandis que des appuis rapprochés vont privilégier le cisaillement [27].

Les dimensions des éprouvettes ont été définies suivant les spécifications de la norme AFNOR NF 54-606 (Figure V.9). La largeur b de l'éprouvette est fixée à 30 mm afin de

répondre aux exigences de la norme. L'épaisseur e_s des peaux est d'environ 3 mm, celle de l'âme e_a , et la poutre sandwich a une épaisseur h pour une longueur totale a toujours égale à 300 mm. Quatre types de poutres sandwichs ont été utilisés dans notre étude, deux variantes d'épaisseurs d'âme $e_a = 20$ et 40 mm et deux mousses différentes, l'une à base de tanin *Mimosa* et l'autre de *Quebracho*. L'ensemble des grandeurs géométriques des spécimens sont regroupés dans le tableau V.5. Pour chaque variante de poutre sandwich, nous avons préparé cinq échantillons utilisés pour les essais de flexion 3 points (Figure V.10).

Tableau V.5: Grandeurs géométriques des spécimens pour l'essai de flexion.

<i>Spécimen</i>	e_s [mm]	e_a [mm]	h [mm]	b [mm]	d_1 [mm]
OP_EP2_Ech_1	3,14	20,34	26,62	30,20	220
OP_EP2_Ech_2	3,07	20,02	26,16	30,47	220
OP_EP2_Ech_3	3,19	19,55	25,93	29,96	220
OP_EP2_Ech_4	3,25	19,64	26,14	29,88	220
OP_EP2_Ech_5	3,02	19,90	25,95	29,98	220
OP_EP4_Ech_1	3,15	39,83	46,13	30,03	220
OP_EP4_Ech_2	3,13	39,75	46,02	29,92	220
OP_EP4_Ech_3	3,04	39,96	46,04	29,58	220
OP_EP4_Ech_4	3,13	39,65	45,91	29,17	220
OP_EP4_Ech_5	3,08	40,08	46,23	30,32	220
QSF_EP2_Ech_1	3,01	19,69	25,70	30,33	220
QSF_EP2_Ech_2	3,13	19,60	25,85	29,87	220
QSF_EP2_Ech_3	3,02	20,51	26,55	29,90	220
QSF_EP2_Ech_4	3,11	20,30	26,52	29,39	220
QSF_EP2_Ech_5	3,05	20,78	26,89	29,50	220
QSF_EP4_Ech_1	3,18	40,15	46,51	30,06	220
QSF_EP4_Ech_2	3,24	39,94	46,42	30,13	220
QSF_EP4_Ech_3	3,21	39,80	46,22	29,98	220
QSF_EP4_Ech_4	3,02	39,72	45,76	29,29	220
QSF_EP4_Ech_5	3,20	39,83	46,23	29,18	220

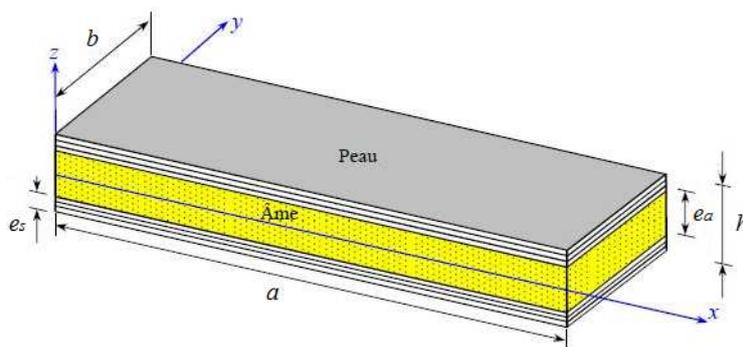


Figure V.9 : Étapes de préparation des échantillons de poutres sandwichs.

Avec a : longueur totale de la structure sandwich,

b : largeur totale de la structure sandwich,

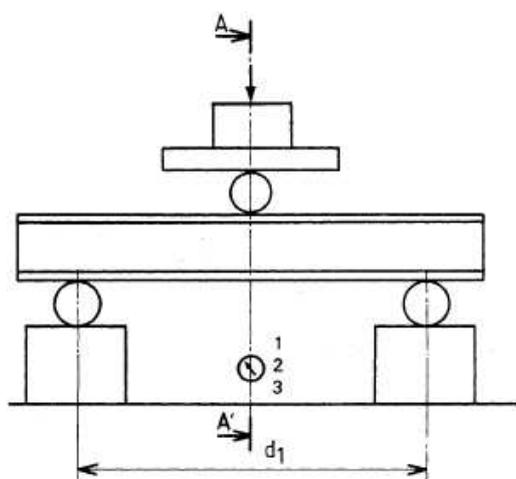
h : épaisseur totale de la structure sandwich,

e_a : épaisseur de l'âme,

e_s : épaisseur d'une peau,

d_l : distance entre appuis.

Les essais de caractérisation ont été faits dans des conditions ambiantes (température 23°C, HR 57%). Nous avons utilisé un banc d'essai de traction/compression de marque MTS modèle CRITERION 500, équipé d'une cellule de charge de 5 kN. Le pilotage des essais est fait à une vitesse de déplacement de 1 mm/min, selon la norme NF T 56-606. Le diamètre des cylindres d'appui et d'application est de 20 mm, avec une distance entre appuis $d_l = 220$ mm. Les éprouvettes ont été testées de manière monotone jusqu'à la rupture, La distance entre les appuis supérieurs pour l'essai de flexion à 4 points est de 110 mm. La figure V.10 ci-dessous montre le dispositif d'essai.



d_l : La distance inter-appuis.

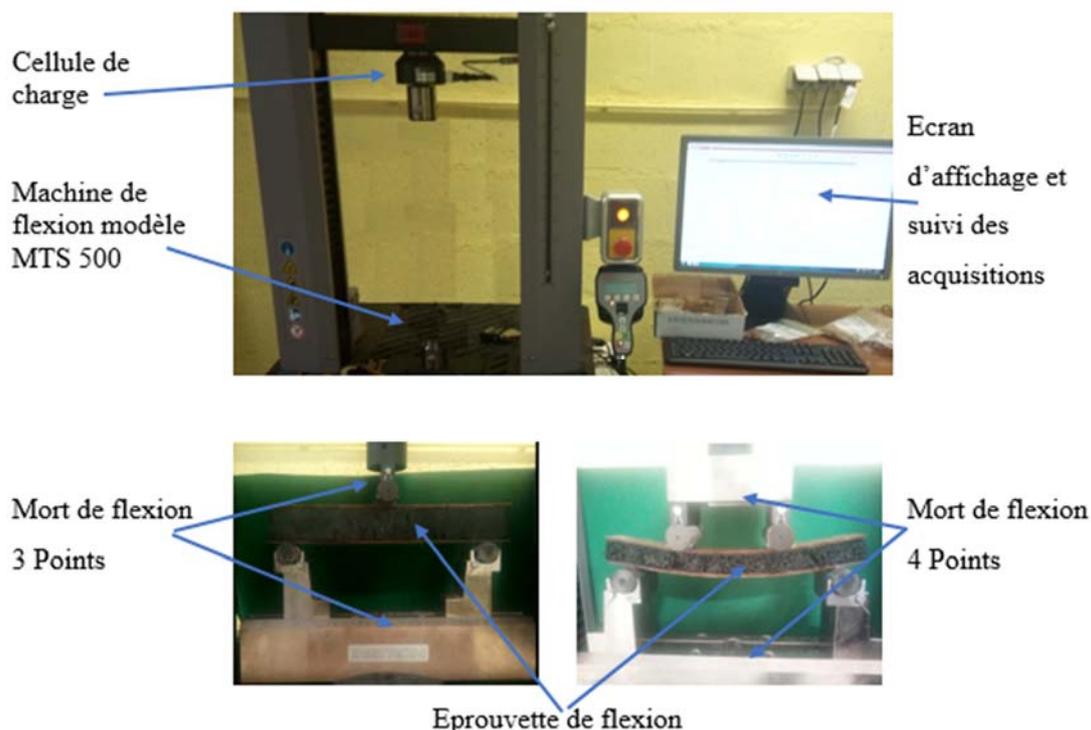


Figure V.10 : Dispositif d'essai de flexion sur machine de traction/compression.

V.2.4 Théories des poutres sandwichs

Le calcul par la théorie des poutres sandwichs est utilisé généralement dans l'analyse du comportement mécanique des structures sandwichs afin de déduire les caractéristiques à la flexion de ce type de structure selon la norme NF T 56-606. Dans cette section, la théorie des poutres élastiques linéaires est utilisée. La rigidité de la poutre peut être déterminée à partir de sa déformation totale dans la zone élastique. La déformation totale est composée de la flèche produite à la fois par le moment de flexion (δ_b) et l'effort de cisaillement transverse (δ_{cs})[28]. La rigidité de la poutre peut être exprimée par :

$$\delta = \delta_b + \delta_{cs} \quad (\text{V.1})$$

Avec

$$\delta_b = \frac{P d_1^3}{48(EI)_{eq}} \quad (\text{V.2})$$

$$\delta_{cs} = \frac{P d_1}{4(AG)_{eq}} \quad (\text{V.3})$$

où δ_{cs} est la déflexion produite par la force de cisaillement transversale dans l'âme, $(EI)_{eq}$ [N.mm²] est la rigidité en flexion équivalente et $(AG)_{eq}$ [N] est la rigidité de cisaillement équivalente. Les rigidités $(EI)_{eq}$ et $(AG)_{eq}$ des poutres sandwichs peuvent être exprimées par les équations (V.4) et (V.5) [28], [29].

$$(EI)_{eq} = E_{px} \frac{b e_a (e_s + e_a)^2}{2} + E_{ax} \frac{b e_a^3}{12} \quad (V.4)$$

$$(AG)_{eq} = 4(e_s + e_a) b G_{axy} \quad (V.5)$$

Où E_{px} est le module de Young des matériaux des peaux, E_{cx} est le module de Young des matériaux d'âme et G_{cxy} est le module de cisaillement d'âme dans le plan xy .

V.2.4.1 Calcul de la contrainte normale en flexion σ

Si l'on obtient une rupture des semelles en traction ou en compression, on calcule la résistance des peaux σ [MPa] par les formules suivantes :

$$\sigma_{pyx} = \frac{P d_1}{4} \left(\frac{e_a + 2e_s}{2 \left(\frac{b e_s^3}{6} + \frac{b e_s (e_s + e_a)^2}{e_s^2} \right)} + \frac{e_s}{\theta \frac{b e_s^3}{3}} \right) \quad (V.6)$$

Avec

$$\theta = \frac{d_1}{e_s} \left[\frac{G_{axy}}{2 E_{fx}} \frac{e_a}{e_s} \left(1 + \frac{3(e_s + e_a)^2}{e_s^2} \right) \right]^{1/2} \quad (V.7)$$

V.2.4.2 Contrainte de cisaillement τ de l'âme

Si l'on obtient une rupture par cisaillement de l'âme ou de la liaison âme-peau sous une charge P , on doit calculer la résistance en cisaillement τ [MPa] par la formule suivante :

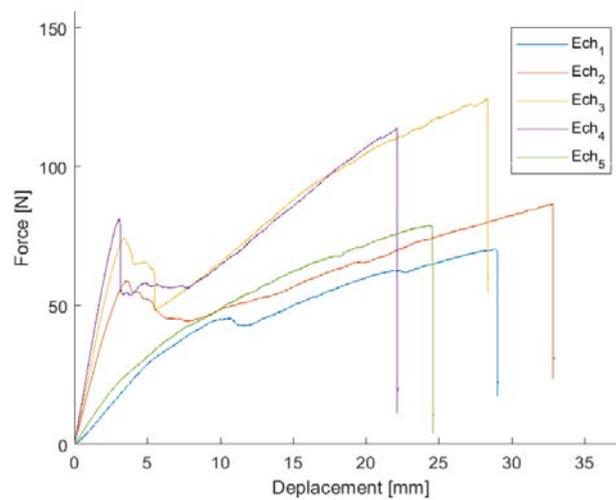
$$\tau_a = \frac{P}{2(EI)_{eq}} \left[\frac{E_{px} e_s (e_a + e_s)}{2} + \frac{E_{ax} e_a^2}{8} \right] \quad (V.8)$$

V.3 Résultats et discussions

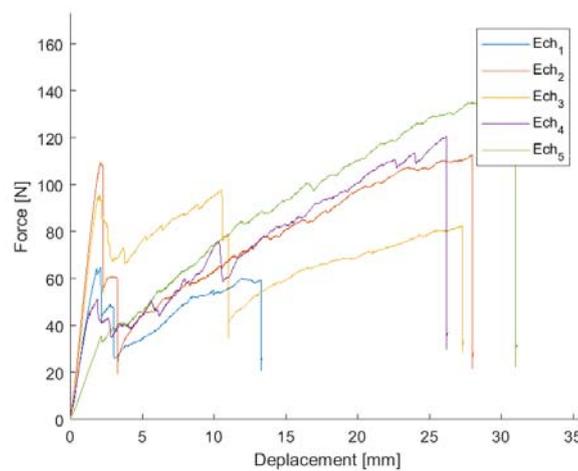
V.3.1 Flexion trois points

V.3.1.1 Présentation des résultats

Afin de suivre le comportement de la poutre sandwich soumise à une charge concentrée en son milieu, les courbes charge-déplacement ont été tracées sur les figures V.11 et V.12. Les essais en flexion ont été effectués jusqu'à la rupture des peaux. À partir des résultats obtenus, on observe une quasi-superposition des résultats pour chaque groupe d'échantillons étudiés (sandwichs en mousse de tanin *Mimosa* et *Quebracho*).

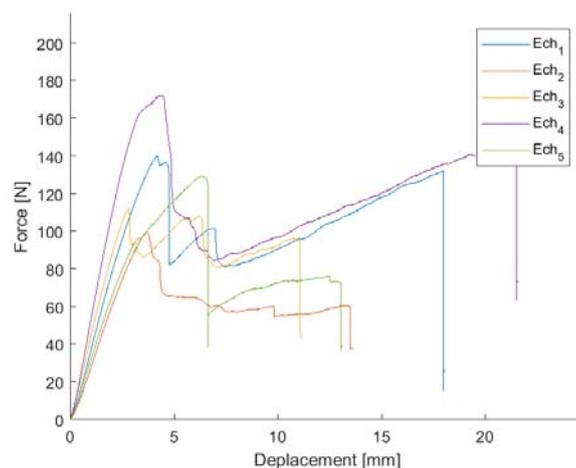


a)

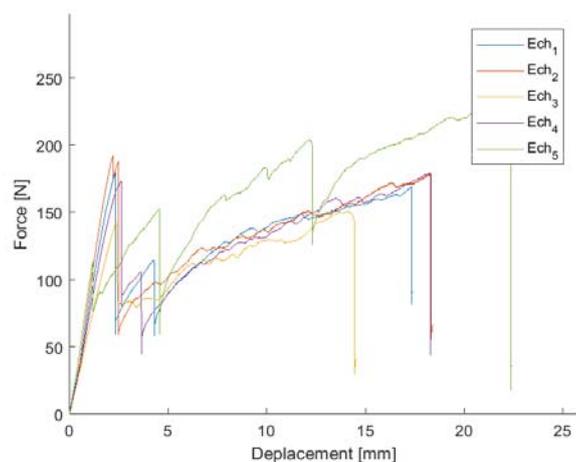


b)

Figure V.11 : Courbe charge-déplacement des poutres sandwich à épaisseur d'âme $e_a = 20$ mm pour a) une âme en mousse *Mimosa* et b) une âme en mousse *Quebracho*.



a)



b)

Figure V.12 : Courbe charge-déplacement des poutres sandwich à épaisseur d'âme $e_a = 40$ mm pour a) une âme en mousse Mimosa et b) une âme en mousse Quebracho.

On observe aussi que les courbes en figure V.11 et V.12 présentent quatre phases bien distinctes. La première phase présente une augmentation linéaire de la charge appliquée en fonction de la flèche au centre de la poutre, là où les propriétés mécaniques du sandwich sont déterminées et qui correspond essentiellement au travail des peaux en traction et en compression. En second lieu, le comportement devient non linéaire par l'apparition des premières microfissures jusqu'à ce que la charge maximale soit atteinte. La troisième phase est distinguée par une diminution brutale de la charge. Et enfin dans la dernière partie une pseudo-augmentation de la charge en fonction du déplacement dû à la densification de l'âme en mousse et peut être à une indentation de la peau supérieure au point de chargement est observée jusqu'à la rupture totale des échantillons.

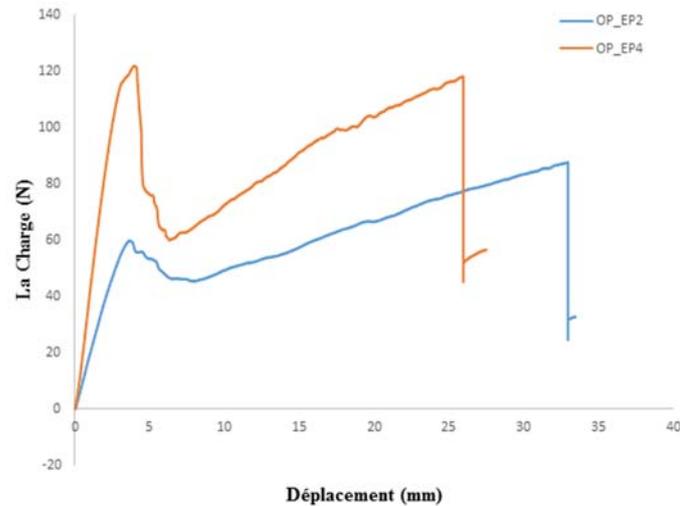
De l'évolution du comportement des poutres sandwichs des essais effectués sur les deux configurations respectives à âme en mousse de tanin *Mimosa* et *Quebracho* et à épaisseurs d'âme de 20 et 40 mm on peut en déduire que les résultats obtenus sont relativement dispersés. Par exemple, les propriétés à la rupture varient entre 18 et 40% pour une configuration donnée – ceci est vrai quelle que soit la configuration – à cause de non homogénéité des matériaux de base et de la mise en œuvre de notre sandwich. Hormis ces problèmes de dispersion, on peut constater qu'à épaisseur égale les poutres sandwichs avec des âmes en *Quebracho* ont une charge ultime plus élevée. On a obtenu, pour des poutres d'épaisseur 40 mm, des charges de rupture maximale respectivement d'environ 115 à 190 N pour les âmes en *Quebracho*, et autour de 80 à 170 N pour les âmes en *Mimosa*, pour une plage de déplacement U_y ultime de 2,5 à 5 mm.

V.3.1.2 Effet de l'épaisseur sur le comportement des poutres sandwichs

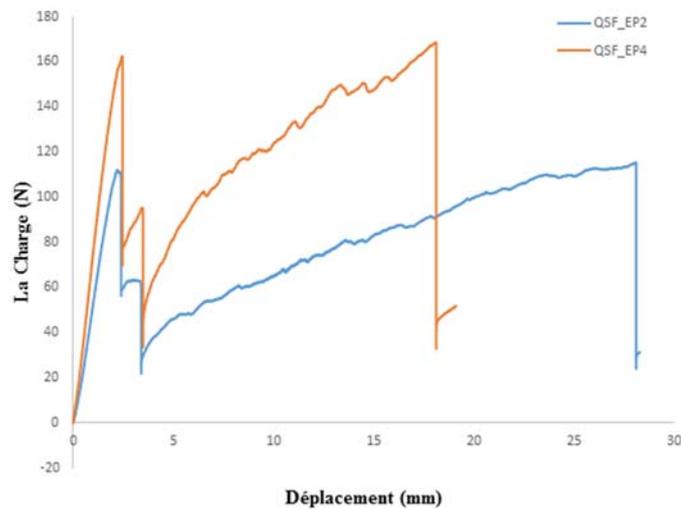
La figure V.13 illustre les courbes moyennes charge-déplacement des essais effectués pour les deux types mousse de tanins *Mimosa* et *Quebracho* avec deux épaisseurs d'âme $e_a = 20$ et 40 mm. À partir de cette figure on observe que la charge ultime de la poutre sandwich avec une mousse à base de tanin *Mimosa* à une épaisseur d'âme de 20 mm (OP-EP2) est d'environ 60 N, ce qui représente une augmentation de 100% de la charge ultime de la même poutre conçue avec une épaisseur d'âme double ($e_a = 40$ mm (OP-EP4)). Par contre pour la deuxième catégorie de poutres à âme en mousse en tanin *Quebracho* les échantillons QSF-EP2 et QSF-EP4, on relève une faible augmentation de la charge ultime d'environ 39% entre les deux épaisseurs. Il est à noter que la même remarque peut être faite pour les deux configurations de poutres sandwichs pour la rigidité à la flexion ; elle s'améliore avec l'augmentation de l'épaisseur de l'âme choisie.

V.3.1.3 Effet du type d'âme sur le comportement des poutres sandwichs

La résistance de l'âme en mousse est primordiale car la fissuration de l'âme affaiblit la capacité de la structure sandwich à supporter une charge et à absorber de l'énergie [22]. Donc le choix d'une mousse par rapport à l'autre est essentiel dans la conception de ce type de structure. Les courbes charge-déplacement (Figure V.14.a et V.14.b) représentent le comportement en flexion du cas de poutres sandwichs avec deux matériaux d'âme différents, celles des échantillons OP et QSF.



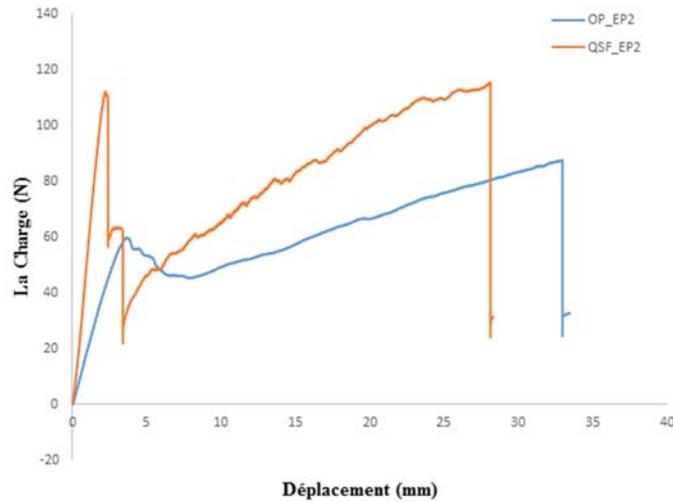
a)



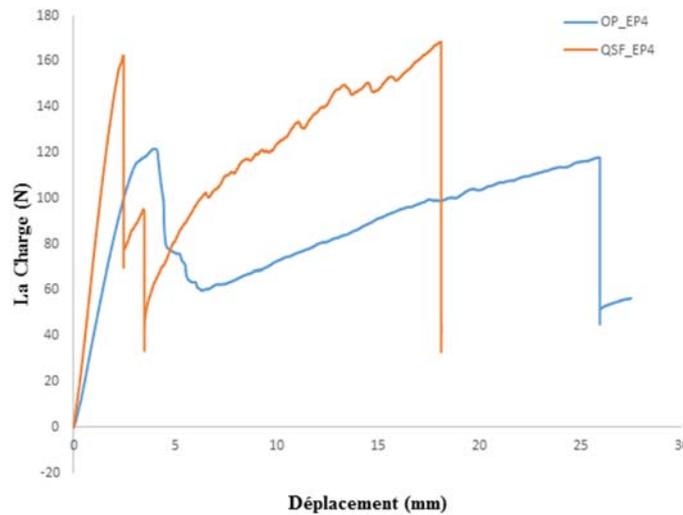
b)

Figure V.13: Courbes moyenne charge-déplacement des poutres sandwichs pour différentes épaisseurs $e_a = 20$ et 40 mm pour a) une âme en mousse Mimosa et b) une âme en mousse Quebracho.

Après la charge ultime, une rupture soudaine a été observée pour les échantillons QSF, contrairement aux courbes charge-déflexion des éprouvettes OP qui baissent de façon progressive. La charge de rupture maximale moyenne a augmenté de 83% entre les échantillons OP-EP2 et QSF-EP2, et d'environ 32% pour les spécimens OP-EP4 et QSF-EP4 en raison de la différence de morphologie des cellules de ces deux mousses. De ces résultats, il est donc clair que le type de mousse de tanin a aussi un effet sur la rigidité à la flexion et la capacité portante de la structure sandwich fléchie.



a)



b)

Figure V.14: Courbes moyennes charge-déplacement des poutres sandwichs pour différentes âmes en mousse Mimosa et Quebracho pour a) $e_a = 20$ mm et b) $e_a = 40$ mm.

V.3.1.4 Paramètres élastiques des poutres sandwichs

Des données expérimentales obtenues pour les différentes configurations (mousse de tanin, épaisseur d'âme e_a) on détermine les propriétés mécaniques calculées à partir des équations analytiques (Équation V.1 à V.8), leurs valeurs moyennes sont rapportées dans le Tableau V.6. Les propriétés mécaniques des matériaux de base (E_{px} , E_{ax} et G_{axy}) nécessaires pour le calcul par la théorie des poutres sandwichs sont reprises des résultats expérimentaux précédemment présentés dans les chapitres II et IV.

Tableau V.6 : Synthèse des grandeurs élastiques calculées pour les deux catégories de poutres sandwichs.

<i>Spécimen</i>	W_{ex} [mm]	P_{max} [N]	τ_{th} [kPa]	σ_{xy} [MPa]	EI_{th} [MN.mm ²]	AG_{th} [kN]	δ_{th} [mm]
OP_EP2_Ech_1	7,02	46,29	32,65	12,73	83,73	2,20	1,28
OP_EP2_Ech_2	5,29	59,61	42,37	16,37	79,83	2,18	1,67
OP_EP2_Ech_3	5,48	75,96	55,78	21,62	79,10	2,11	2,19
OP_EP2_Ech_4	4,30	83,69	61,19	23,85	81,42	2,12	2,40
OP_EP2_Ech_5	5,81	71,25	51,86	19,94	76,27	2,13	2,05
OP_EP4_Ech_1	5,21	141,31	54,79	25,40	280,01	4,00	2,05
OP_EP4_Ech_2	4,03	99,91	38,96	18,04	276,29	3,98	1,46
OP_EP4_Ech_3	4,43	113,01	44,46	20,56	266,34	3,94	1,67
OP_EP4_Ech_4	4,62	122,87	49,27	22,80	267,46	3,87	1,85
OP_EP4_Ech_5	4,85	130,18	49,78	23,06	278,18	4,06	1,87
QSF_EP2_Ech_1	3,92	65,25	47,41	17,38	75,16	2,53	1,61
QSF_EP2_Ech_2	4,18	112,45	82,87	30,65	77,15	2,50	2,80
QSF_EP2_Ech_3	4,11	95,21	67,68	25,07	80,07	2,59	2,29
QSF_EP2_Ech_4	3,96	53,31	38,75	14,43	80,19	2,53	1,31
QSF_EP2_Ech_5	6,72	146,24	104,02	38,75	81,93	2,59	3,50
QSF_EP4_Ech_1	4,93	183,27	70,40	31,14	287,67	4,79	2,24
QSF_EP4_Ech_2	4,25	176,67	67,95	30,09	291,35	4,79	2,16
QSF_EP4_Ech_3	3,59	146,16	56,71	25,05	285,28	4,75	1,81
QSF_EP4_Ech_4	3,41	178,38	71,28	31,22	259,08	4,61	2,28
QSF_EP4_Ech_5	3,37	120,42	47,98	21,19	276,97	4,62	1,53

La fin de la linéarité a pu être évaluée pour l'ensemble des courbes des figures V.11 et V.12 et est définie par le déplacement W_{ex} tout en notant que, pour ce type de comportement, il est très difficile d'établir avec précision cette valeur. On obtient donc un écart entre les résultats expérimentaux de la flèche W_{ex} et les valeurs calculées du déplacement δ_{th} . Cet écart provient aussi des hypothèses simplificatrices du modèle analytique qui considère l'âme comme un solide rigide, homogène et compacte. Par ailleurs, le déplacement δ_{th} est calculé à la moitié de la valeur maximale retenue de la charge ultime P_{max} . On remarque aussi, une influence très significative du choix du matériau de l'âme sur les déplacements transversaux en flexion des poutres sandwichs (Figures V.14.a).

Tableau V.7: Grandeurs moyennes élastiques calculées pour les deux catégories de poutres sandwichs.

Spécimen	W_{ex} [mm]	P_{max} [N]	τ_{th} [kPa]	σ_{th} [MPa]	EI_{th} [MN.mm ²]	AG_{th} [kN]	δ_{th} [mm]
OP_EP2	5,58±0,67	67,36±11,50	48,77±9,0	18,90±3,48	80,07±2,00	2,15±0,03	1,92±0,35
OP_EP4	4,63±0,32	121,46±12,00	47,45±4,59	21,97±2,13	273,65±5,4	3,97±0,05	1,78±0,17
QSF_EP2	4,58±0,86	94,49±28,17	68,14±20,24	25,25±7,55	78,9±2,19	2,54±0,03	2,3±0,68
QSF_EP4	3,91±0,54	160,98±22,15	62,86±8,42	27,73±3,69	280,07±9,63	4,71±0,07	2,00±0,26

Les résultats du calcul des rigidités en flexion et de cisaillement sont présentés respectivement dans le Tableau V.6 et le Tableau V.7 et synthétisés dans les Figures V.15.e V.15.f. L'analyse des résultats des valeurs moyennes nous a permis premièrement de mettre en avant l'influence de la géométrie, ce qui est une évidence pour les structures sandwichs, plus l'âme est épaisse meilleures sont les rigidités, contrairement aux rigidités de flexion et de cisaillement qui dépendent peu du choix du matériau de l'âme. Nous avons par exemple une faible augmentation de la rigidité en flexion de 273,65 MN.mm² pour la mousse *Mimosa* à 280,07 MN.mm² pour celle de *Quebracho* soit 2,34 % d'écart, et aussi un écart d'environ 18% de la rigidité de cisaillement pour les deux configurations à $e_a = 20$ et 40 mm. Cette influence est due en partie à la différence de morphologies des deux mousses, l'une à cellules ouvertes et l'autre à cellules fermées.

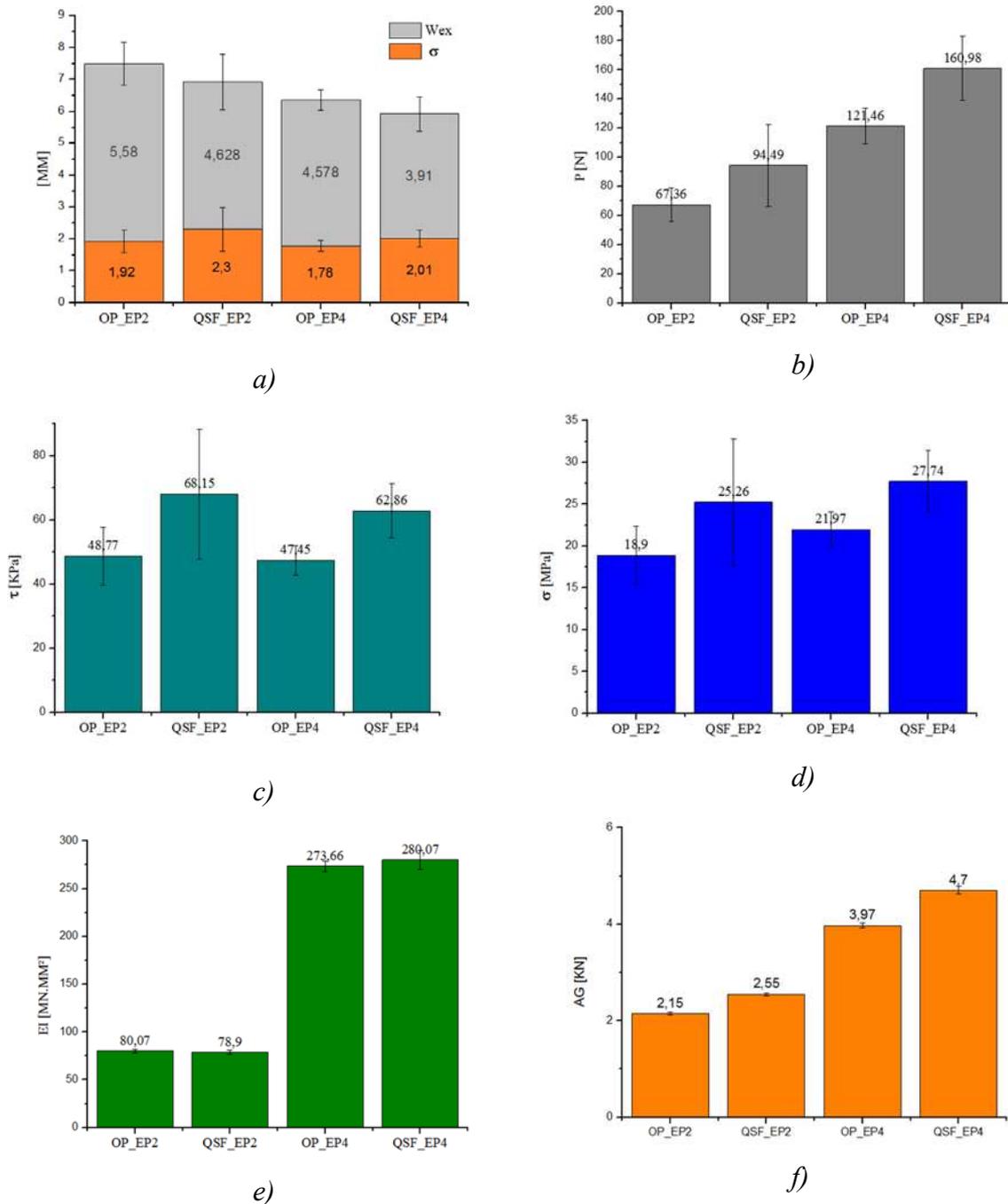


Figure V.15: Diagrammes de barre des grandeurs moyennes élastiques calculées en flexion 3 points.

V.3.15 Modes d'endommagement

Cette partie de notre étude vise à mieux comprendre les mécanismes de défaillance des poutres sandwichs biosourcées élaborées. On peut regrouper les modes d'endommagement selon la littérature en plusieurs types. Les modes de rupture des structures sandwichs sont très complexes et très influencés par la géométrie de l'éprouvette, les conditions aux limites, les propriétés des matériaux de base des constituants de la poutre/panneau sandwich et aussi par

l'environnement. Les modes de rupture les plus observés sont représentés dans la figure V.16. Ces modes d'endommagement dans le cas de la flexion ont été cités dans plusieurs travaux [15], [30]–[36].

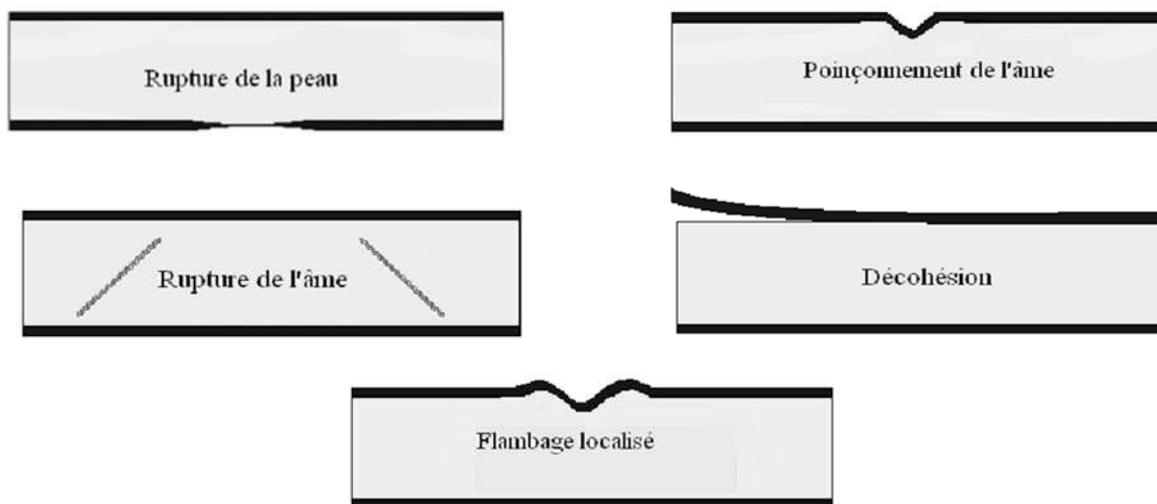


Figure V.16 : Modes de rupture classiques dans les structures sandwichs en flexion 3 points.

Durant nos essais de flexion trois points, on a rencontré plusieurs modes de rupture. Il est important de les distinguer l'un de l'autre afin de démarrer une base de données pour nos sandwichs biosourcés. Le premier mode de rupture observé est initié par une décohésion de l'interface âme-peau. Comme le montre la Figure, V.17 la fissuration par délaminage a été amorcée dans la partie supérieure du sandwich d'épaisseur d'âme $e_a = 20$ mm, ce qui se traduit par un déplacement par cisaillement entre la peau supérieure et l'âme conduisant à une forte concentration de contrainte de cisaillement qui favorise une propagation rapide de la fissure, laissant la peau supérieur supporter la totalité des sollicitations conduisant à sa ruine par compression.



R1.I



R1.II



R1.III



Figure V.17: 1^{er} mode d'endommagement, relevé pour les poutres sandwichs à épaisseur d'âme $e_a = 20$ mm.

Les figures V.18 et V.19 montrent les principaux modes d'endommagements observés pour des spécimens à épaisseur d'âme $e_a = 40$ mm. Le mode de rupture typique par cisaillement d'âme a été remarqué pour les deux catégories d'éprouvettes à mousses de *Mimosa* et *Quebracho* (Figures V.18). Au début, une microfissuration inclinée est créée dans la zone la plus proche des appuis sur la partie centrale de l'âme, le chargement facilite la propagation simultanée de la fissure en directions des deux peaux supérieure et inférieure. Puis, cette double fissuration se développe et se propage rapidement aux interfaces âme-peau pour la peau en tension vers l'extérieur de la poutre et pour la peau en compression vers l'intérieur de la poutre en direction du point de chargement. Arrivée au point de chargement, la fissure déclenche une rupture brutale par compression de la peau supérieure de l'éprouvette sans pour autant nuire à l'intégrité de la peau inférieure du sandwich.



R2.I



R2.II



R2.III



Figure V.18: 2^{ème} mode d'endommagement, relevé pour les poutres sandwichs à épaisseur d'âme $e_a = 40$ mm.

Le troisième mode d'endommagement n'est pas un mode classique de rupture des poutres sandwichs, contrairement aux deux premiers (Figure V.19). Ici la fissure initiale s'amorce dans l'âme mais contrairement au 2^{ème} mode, l'initiation a lieu au centre de l'éprouvette dans la zone proche de la peau inférieure en tension. Cette initiation peut être due au comportement plus fragile en tension des mousses de tanin par rapport aux mousses synthétiques. La fissuration se développe dans toute la section transversale de l'âme en mousse et est stoppée par la peau supérieure. Cependant, au niveau de l'interface inférieure âme-peau elle bifurque et progresse dans la direction longitudinale vers l'extérieur de la poutre conduisant ainsi à la rupture totale de l'échantillon.



R3.I



R3.II



R3.III



Figure V.19: 3^{ème} mode d'endommagement, relevé pour les poutres sandwichs à épaisseur d'âme $e_a = 40$ mm.

V.4 Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons effectué une étude expérimentale sur les poutres sandwichs. On a pris en considération deux paramètres, le premier est le type de mousses utilisées comme âme (tanins *Mimosa* ou *Quebracho*) et le deuxième est l'épaisseur d'âme ($e_a = 20$ ou 40 mm). Après la mise au point d'un protocole de fabrication des panneaux sandwichs des essais de flexion de trois points ont permis de caractériser le comportement mécanique des différents matériaux sandwichs fabriqués. On a constaté que les courbes charge-déplacement sont composées de quatre phases successives. La première phase correspond à une augmentation linéaire de la charge avec le déplacement. Dans cette partie on a déterminé les grandeurs élastiques caractérisant le comportement d'un matériau sandwich à partir des définitions usuelles de la mécanique élastique, les contraintes (τ , σ), les rigidités (EI_{equ} , AG_{equ}) et le déplacement transversal δ . La deuxième phase correspond à un comportement non-linéaire et comprend trois sous-phases en fonction de l'endommagement du matériau. La transition entre ces deux phases représente le début de l'endommagement. Finalement on a remarqué que

l'épaisseur de l'âme et le type de la mousse choisie ont une influence très sensible sur le comportement de notre structure sandwich et ses modes d'endommagements.

- ✓ Les tests mécaniques en flexion trois points sur les échantillons des deux produits ont permis de constater que les deux rigidités en flexion et de cisaillement dépendent peu du choix du matériau de l'âme puisque les deux mousses à base de tanin de *Mimosa* et de *Quebracho* ont presque les mêmes caractéristiques mécaniques. Cette influence est due en partie à la différence de morphologies des deux mousses, l'une à cellules ouvertes et l'autre à cellules fermées.
- ✓ Durant nos essais de flexion trois points, on a rencontré trois modes de rupture, les deux premiers sont les plus classiques en rupture des poutres sandwichs à âme en mousse, mais le troisième est plus distinctif aux mousses de tanin.

Cependant, sur la base de cette étude et selon la meilleure des performances enregistrées, on peut dire que les sandwichs à âme en mousse de tanin de *Mimosa* est plus avantageux que celui de *Quebracho* du fait qu'ils présentent une hausse de 100% devant seulement 39% pour le deuxième à âme de *Quebracho* en terme de charge ultime, pour les différents épaisseurs d'âmes respectifs $e_a = 20$ et 40 mm. Il a par ailleurs un comportement stable pseudo-ductile par rapport au comportement élastique-fragile et vulnérable du deuxième groupe de sandwich à âme de *Quebracho*.

V.5 Références

- [1] J. Cao, K. Cai, Q. Wang, et J. Shi, « Damage behavior of a bonded sandwich beam with corrugated core under 3-point bending », *Mater. Des.*, vol. 95, p. 165-172, avr. 2016.
- [2] Y. Zhang, T. Liu, et W. Tizani, « Experimental and numerical analysis of dynamic compressive response of Nomex honeycombs », *Compos. Part B Eng.*, vol. 148, p. 27-39, sept. 2018.
- [3] X. Wu, H. Yu, L. Guo, L. Zhang, X. Sun, et Z. Chai, « Experimental and numerical investigation of static and fatigue behaviors of composites honeycomb sandwich structure », *Compos. Struct.*, vol. 213, p. 165-172, avr. 2019.
- [4] G. Xu, F. Yang, T. Zeng, S. Cheng, et Z. Wang, « Bending behavior of graded corrugated truss core composite sandwich beams », *Compos. Struct.*, vol. 138, p. 342-351, mars 2016.
- [5] T. Li et L. Wang, « Bending behavior of sandwich composite structures with tunable 3D-printed core materials », *Compos. Struct.*, vol. 175, p. 46-57, sept. 2017.
- [6] W. Boukharouba, A. Bezazi, et F. Scarpa, « Identification and prediction of cyclic fatigue behaviour in sandwich panels », *Measurement*, vol. 53, p. 161-170, juill. 2014.
- [7] W. Harizi, J. Anjoul, V. A. Acosta Santamaría, Z. Aboura, et V. Briand, « Mechanical behavior of carbon-reinforced thermoplastic sandwich composites with several core types during three-point bending tests », *Compos. Struct.*, vol. 262, p. 113590, avr. 2021.
- [8] F. C. Campbell, *Structural Composite Materials*. ASM International, 2010.
- [9] A. Krzyżak, M. Mazur, M. Gajewski, K. Drozd, A. Komorek, et P. Przybyłek, « Sandwich Structured Composites for Aeronautics: Methods of Manufacturing Affecting Some Mechanical Properties », *Int. J. Aerosp. Eng.*, vol. 2016, p. 1-10, 2016.
- [10] Z. Li, Z. Wang, X. Wang, et W. Zhou, « Bending behavior of sandwich beam with tailored hierarchical honeycomb cores », *Thin-Walled Struct.*, vol. 157, p. 107001, déc. 2020.
- [11] S.-D. Pan, L.-Z. Wu, Y.-G. Sun, et Z.-G. Zhou, « Fracture test for double cantilever beam of honeycomb sandwich panels », *Mater. Lett.*, vol. 62, n° 3, p. 523-526, févr. 2008.
- [12] X. Wei, Q. Wu, Y. Gao, et J. Xiong, « Bending characteristics of all-composite hexagon honeycomb sandwich beams: experimental tests and a three-dimensional failure mechanism map », *Mech. Mater.*, vol. 148, p. 103401, sept. 2020.
- [13] W. Goldsmith et J. L. Sackmant, « An experimental study of energy absorption in impact on sandwich plates », *Int. J. Impact Eng.*, vol. 12, p. 241-262, 1992.
- [14] F. Taheri-Behrooz et M. and Mansouri Nik, « Experimental and numerical analysis of sandwich composite beams under four-point bending », *Modares Mech. Eng.*, vol. 17, n° 1, 2017, [En ligne]. Disponible sur: <http://mme.modares.ac.ir/article-15-6016-en.html>.
- [15] C. A. Steeves et N. A. Fleck, « Collapse mechanisms of sandwich beams with composite faces and a foam core, loaded in three-point bending. Part I: analytical models and minimum weight design », *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 46, n° 4, p. 561-583, avr. 2004.
- [16] V. L. Tagarielli, N. A. Fleck, et V. S. Deshpande, « Collapse of clamped and simply supported composite sandwich beams in three-point bending », *Compos. Part B Eng.*, vol. 35, n° 6, p. 523-534, sept. 2004.

- [17] S. Srivaro, P. Chaowana, N. Matan, et B. Kyokong, « Lightweight sandwich panel from oil palm wood core and rubber wood veneer face », *J. Trop. For. Sci.*, vol. 26, n° 1, p. 50-57, 2014.
- [18] R. Benzidane, Z. Sereir, M. L. Bennegadi, P. Doumalin, et C. Poilâne, « Morphology, static and fatigue behavior of a natural UD composite: The date palm petiole ‘wood’ », *Compos. Struct.*, vol. 203, p. 110-123, nov. 2018.
- [19] R. Benzidane, « Étude du comportement en fatigue des plaques sandwichs à base de bois de palmier », Thèse de l’Université de Science et de la Technologie Oran, 2018.
- [20] K. Hamamousse, « Etude de l’impact dans les panneaux renforcés par un composite à base de fibres naturelles », Thèse de l’Université de Science et de la Technologie Oran, 2019.
- [21] K. Hamamousse, Z. Sereir, R. Benzidane, F. Gehring, M. Gomina, et C. Poilâne, « Experimental and numerical studies on the low-velocity impact response of orthogrid epoxy panels reinforced with short plant fibers », *Compos. Struct.*, vol. 211, p. 469-480, mars 2019.
- [22] A. Merzoug, Y. Akgul, B. Bouhamida, Z. Sereir, et A. Kilic, « Sliding Wear Properties of Palm/Glass Fiber Hybrid Reinforced Vinylester Resin », in *Advances in Materials, Mechanics and Manufacturing*, Cham: Springer International Publishing, 2020, p. 103-114.
- [23] A. Merzoug, B. Bouhamida, Z. Sereir, A. Bezazi, A. Kilic, et Z. Candan, « Quasi-static and dynamic mechanical thermal performance of date palm/glass fiber hybrid composites », *J. Ind. Text.*, p. 152808372095803, sept. 2020.
- [24] X. Zhou *et al.*, « Lightweight tannin foam/composites sandwich panels and the coldset tannin adhesive to assemble them », *Ind. Crops Prod.*, vol. 43, p. 255-260, mai 2013.
- [25] Z. Sun, S. Shi, X. Hu, X. Guo, J. Chen, et H. Chen, « Short-aramid-fiber toughening of epoxy adhesive joint between carbon fiber composites and metal substrates with different surface morphology », *Compos. Part B Eng.*, vol. 77, p. 38-45, août 2015.
- [26] A. Pizzi, « Tannin-Based Biofoams-a Review », *J. Renew. Mater.*, vol. 7, n° 5, p. 477-492, 2019.
- [27] A. Monti, « Élaboration et caractérisation mécanique d’une structure composite sandwich à base de constituants naturels », Thèse de l’Université du Maine, 2017.
- [28] J.-M. Berthelot, « *Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures* », Paris : Éd. Tec & doc, 2012.
- [29] D. Zenkert, « The Handbook of Sandwich Construction », p. 447, 1997.
- [30] M. Idriss, « Analyse expérimentale et par élément finis du comportement statique et vibratoire des matériaux composites sandwichs sains et endommagés », Thèse de l’Université du Maine, 2013.
- [31] A. Petras et M. P. F. Sutcliffe, « Failure mode maps for honeycomb sandwich panels », *Compos. Struct.*, vol. 44, n° 4, p. 237-252, avr. 1999.
- [32] F. Alila, « Analyse de la tenue en fatigue de structures composites sandwich », Thèse de l’Université du Nantes, 2017.

- [33] T. C. Triantafillou et L. J. Gibson, « Failure mode maps for foam core sandwich beams », *Mater. Sci. Eng.*, vol. 95, p. 37-53, nov. 1987.
- [34] E. W. Andrews et N. A. Moussa, « Failure mode maps for composite sandwich panels subjected to air blast loading », *Int. J. Impact Eng.*, vol. 36, n° 3, p. 418-425, mars 2009.
- [35] I. M. Daniel, E. E. Gdoutos, K. -A. Wang, et J. L. Abot, « Failure modes of composite sandwich beams », *Int. J. Damage Mech.*, vol. 11, n° 4, p. 309-334, oct. 2002.
- [36] E. E. Gdoutos, I. M. Daniel, et K.-A. Wang, « Compression facing wrinkling of composite sandwich structures », *Mech. Mater.*, vol. 35, n° 3, p. 511-522, mars 2003.

Conclusion générale

Le développement humain et les exigences technologiques qui en découlent nécessitent d'utiliser des matériaux présentant des propriétés mécaniques adaptées à des fonctions bien spécifiques, avec si possible de faibles densités. Les matériaux composites répondent à ces deux critères. Dans cette catégorie de matériaux, les panneaux sandwichs sont les mieux placés pour répondre à cette particularité contradictoire des propriétés (légèreté et rigidité). Ces panneaux offrent plusieurs alternatives aux concepteurs dans des secteurs très divers (automobile, aéronautique, ferroviaire, construction navale et génie civil, etc.) du fait de leur très faible masse pour des rigidités équivalentes très élevées. Dans le désir de mieux respecter l'environnement et pour anticiper l'imposition de nouvelles exigences en matière de recyclage, ces dernières décennies ont donné naissance à de nouveaux matériaux composites « *les composites biosourcés* ». Dans un souci de développer durablement notre région, on s'est proposé de mettre en œuvre un nouveau matériau sandwich biosourcé composé de plaques en composite fibres courtes *Alfa/Greenpoxy 56* comme peaux, et d'une âme en mousse de tanin de *Mimosa* et de *Quebracho*. Ce type de structures peut être très sollicité durant son cycle de vie par des charges statiques ou dynamiques. Leurs comportements et caractéristiques physiques et mécaniques doivent de ce fait être analysés par des approches prédictives analytiques, numériques ou expérimentales.

Après une brève **introduction bibliographique**, les résultats de l'approche expérimentale appliquée sur des composites à fibres courtes réparties aléatoirement *Alfa/Greenpoxy 56* – où la taille des fibres est sélectionnée à l'aide de tamis de 1,6 mm, 2 mm et 2,5 mm – ont été mis à contribution dans le **deuxième chapitre**. Les variables sont les propriétés géométriques des fibres, longueur et diamètre. Le taux de fibres courtes d'*Alfa* dans la résine *Greenpoxy 56* du composites avec des niveaux massiques de 5%, 10%, 15% ou 20% a fait l'objet d'un deuxième volet de cette expérimentation. Notre étude nous a permis de tirer les conclusions suivantes :

- ✓ l'ajout de fibres d'*Alfa* dans une résine *Greenpoxy 56* conduit à une diminution de la densité des plaques composites produites, due à la faible densité réelle des fibres courtes d'*Alfa* (mesurée de l'ordre de $0,89 \text{ g.cm}^{-3}$) ;

- ✓ un taux de fibres élevé dans notre composite est irréaliste, il est empêché par l'apparition de porosité.

Après une caractérisation physique du produit et de ses constituants, la détermination des propriétés mécaniques en traction et en flexion des plaques composites était nécessaire. On a constaté que l'augmentation du taux de fibres dans la matrice :

- ✓ améliore considérablement la rigidité des plaques composites (jusque +28%) ;
- ✓ entraîne un changement de comportement du composite (de ductile vers fragile).

D'autre part la taille de la fibre joue un rôle très important dans l'homogénéité et les propriétés mécaniques du composite à fibres courtes *Alfa/Greenpoxy 56*. L'aspect fragile et cassant dû à la variation du taux et de la taille des fibres a été confirmé par des essais de choc (Charpy). Il restera néanmoins à approfondir ce point par d'autres investigations.

À la lueur de l'analyse expérimentale du composite à fibres courtes *Alfa/Greenpoxy 56* on a pu choisir la plaque adéquate pour élaborer notre panneau sandwich. Mais à cause de la répartition aléatoire des fibres courtes d'*Alfa* dans la matrice, il est très difficile de prédire le mode de rupture du composite. Une étude mécano-probabiliste de la sensibilité des plaques composites aux caractéristiques micro-structurelles et des matériaux de bases a été consacrée au **troisième chapitre**. D'après cette analyse numérique, effectuée par la méthode des éléments finis appliquée à une plaque modèle en composite *Alfa/Greenpoxy56* sous un chargement de traction uni-axiale associée à la méthode de Monte Carlo, on a pu tirer les conclusions suivantes :

- ✓ la répartition des contraintes n'est pas du tout homogène, elle est très amplifiée au niveau des interfaces fibres/résine ;
- ✓ le modèle numérique fiabiliste est très sensible à la probabilité que la contrainte équivalente de Von Mises σ_{equi} soit inférieure à la contrainte à rupture σ_r ;
- ✓ le coefficient de variation des paramètres d'entrée du modèle – y compris orientation, diamètre et longueur des fibres d'*Alfa* – a un effet très significatif sur la sensibilité de la contrainte.

Cette étude numérique nous a permis de mieux comprendre l'effet sur la sensibilité de la contrainte à chaque paramètre retenu pour modéliser les constituants

de base de notre composite et permettra ainsi de mieux cibler les facteurs d'amélioration du procédé d'élaboration de ce type de plaques.

Le **quatrième chapitre** porte sur la caractérisation physique et mécanique des deux mousses à base de tanin (*Mimosa* et *Quebracho*) choisies comme âme pour notre sandwich biosourcé. L'élaboration des deux produits a été réalisée selon une formulation standard des mousses à base de *Tanin*. Les observations à l'échelle macroscopique ont révélé des différences de tailles et de morphologie des cellules des deux mousses élaborées, dépendant notamment de leur sens de moussage. Suite à l'analyse de la masse volumique et des essais mécaniques des deux mousses on note que :

- ✓ les masses volumiques apparentes moyennes sont plus régulières dans la direction de moussage des deux produits, avec $1,49 \text{ g.cm}^{-3}$ pour la mousse de tanin *Mimosa* et $1,43 \text{ g.cm}^{-3}$ pour la mousse de tanin *Quebracho* ;
- ✓ les densités solides sont dépendantes du mode de moussage, de son expansion verticale long de l'axe de moussage et de la réticulation du polymère au sein de chaque mousse ;
- ✓ la différence de la structure cellulaire rencontrée au sein de chaque mousses procure un comportement propre en compression, pour la mousse de tanin *Mimosa* un comportement élastoplastique et pour la mousse de tanin *Quebracho* un comportement élastique fragile.
- ✓ les mousses de tanin *Mimosa* et de tanin *Quebracho* offrent des résultats différents en compression comme en cisaillement, avec des rigidités et des contraintes ultimes meilleures pour la mousse de tanin *Mimosa* ($E_{OP} = 2,54 \text{ MPa}$, $\sigma_{OP} = 125,58 \text{ kPa}$, $G_{OP} = 1,27 \text{ MPa}$ et $\tau_{OP} = 58,97 \text{ kPa}$).
- ✓ les propriétés mécaniques moyennes maximales de compression et de cisaillement sont très appréciables pour les échantillons prélevés au cœur des blocs de mousses, indépendamment du type de tanin.

Une fois les constituants élémentaires de notre sandwich caractérisés, deux paramètres de conception ont été pris en considération pour la réalisation et la caractérisation en flexion trois points de poutres sandwichs. Le premier était le type de mousses utilisées comme âme (*Mimosa* ou *Quebracho*) et le deuxième était l'épaisseur d'âme ($e_a = 20 \text{ mm}$ ou 40 mm). Des résultats de cet essai – discutés dans le **cinquième et dernier chapitre** – on a établis que :

- ✓ deux comportements distincts sont observés pour les deux matériaux sandwich à âme de *Tanin Mimosa* et de *Quebracho*, l'un élastique fragile et l'autre pseudoductile,
- ✓ les rigidités de flexion et de cisaillement dépendent peu du choix du matériau de l'âme, les différences sont dues en partie à la différence de morphologie des deux mousses, l'une à cellules ouvertes et l'autre à cellules fermées.
- ✓ trois modes de rupture sont observés dont l'un semble spécifique aux mousses de tanin.

Finalement, à partir de l'analyse de l'ensemble des résultats, nous sommes convaincus que les panneaux sandwichs à âme en mousse de tanin de *Mimosa* sont plus intéressants que ceux à âme en mousse de tanin de *Quebracho*.

L'étude proposée dans cette thèse est exploratoire, d'autres travaux sont nécessaires au laboratoire pour mieux comprendre le comportement mécanique des structures sandwichs de nature biosourcée, que l'on considère comme la nouvelle génération de structures sandwichs, permettant notamment à l'avenir de valoriser des sous-produits de l'agriculture algérienne. Ainsi, plusieurs perspectives pourraient être envisagées pour poursuivre ce travail. Nous incitons et recommandons des travaux numériques et expérimentaux plus poussés et plus ciblés, afin d'expertiser les aspects suivants négligés dans nos travaux.

- ✓ De nouvelles méthodologies de travail ont fait leur apparition dans le domaine de l'optimisation structurelle. Cela nous incite à utiliser ces méthodes pour optimiser le taux massique de fibres ou de charges en vue de mettre en œuvre une conception optimale de nos panneaux sandwichs.
- ✓ Notre approche est adaptée à l'analyse du comportement des poutres sandwichs saines, il ne reflète pas totalement le vrai aspect de ces structures. Il serait intéressant de pouvoir tenir compte de la fissuration et de l'endommagement au cours des états de services de cette structure sandwich biosourcée.
- ✓ En termes de propriétés d'usage, notre expertise pourrait être étendue aux analyses des impacts de basse énergie, et aux propriétés vibratoires (afin de prédire les facteurs d'amortissement structuraux).
- ✓ Il conviendrait enfin d'analyser l'effet des interfaces et/ou des interphases sur le comportement local et global des poutres sandwichs biosourcées.

Pour terminer, étant situé dans une zone riche par sa flore, on pourra aussi poursuivre dans cette thématique en étudiant d'autres sources locales de fibres végétales

Documents annexes

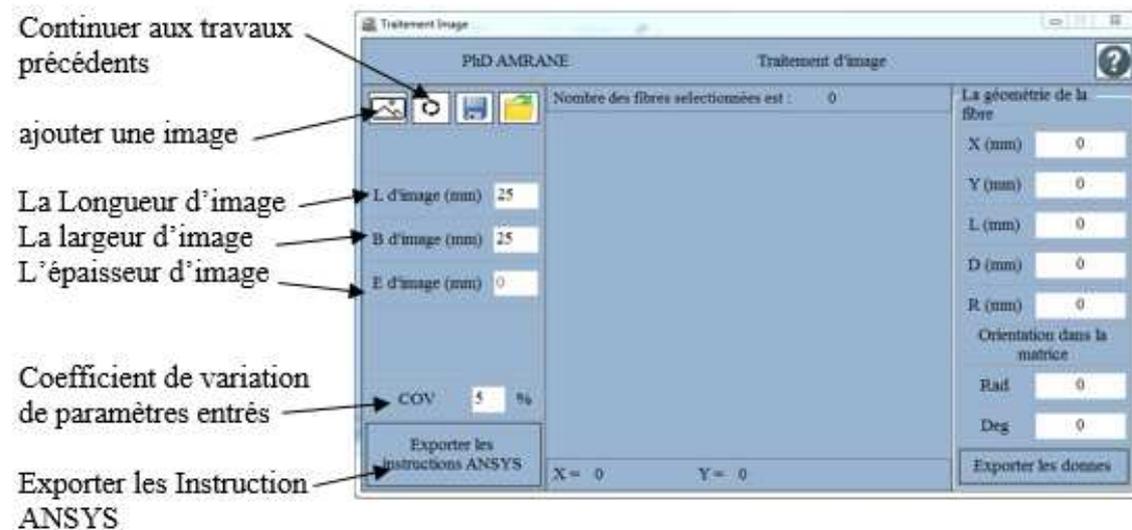
- 1. Technique de sélection des fibres sous Matlab utilisée au chapitre 3**
- 2. Article paru dans la Revue des Composites et des Matériaux Avancés**

Technique de sélection des fibres sous Matlab utilisé au chapitre 3

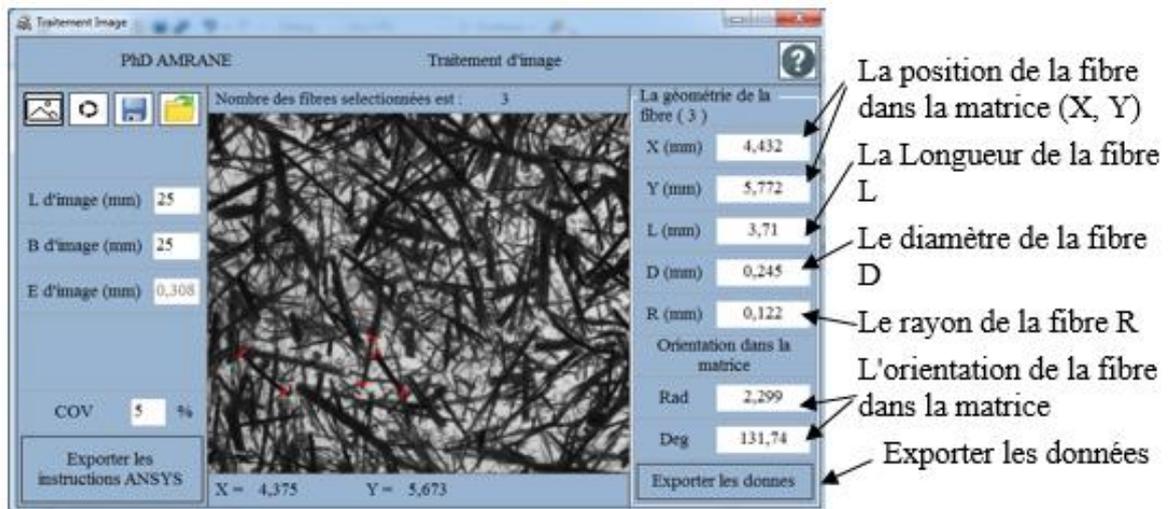
Ce programme détermine manuellement la localisation des différentes fibres dans la matrice d'un simple clic de la souris. Chaque fibre se voit attribuer ses coordonnées dans le plan xOy médian de l'épaisseur de la plaque ainsi que ses caractéristiques géométriques, la longueur et le diamètre.

En plus, l'épaisseur de la matrice a été déterminée ; sa valeur est toujours supérieure au diamètre maximal relevé dans la base de données de l'ensemble des fibres noyées dans la matrice avec un écart de 0,05 mm.

Mode opératoire



a)



b)

Figure A.1 : Fenêtres du logiciel de transfert de l'image réelle en base de données numérique

En cliquant sur le bouton "Exporter les instructions ANSYS", une nouvelle interface apparaît permettant de saisir les propriétés mécaniques de la fibre et de la matrice, ainsi que la valeur des sollicitations sur la plaque. Les tailles de maillage des fibres et de la matrice sont aussi introduites.

Entrez les propriétés suivantes	
Em [MPa] = <input type="text"/>	Ef [MPa] = <input type="text"/>
ν_m = <input type="text"/>	ν_f = <input type="text"/>
σ_m [MPa] = <input type="text"/>	σ_f [MPa] = <input type="text"/>
La pression sur la plaque	<input type="text"/>
Epaisseur de la plaque	0.308
La taille du maillage des fibres	<input type="text"/>
La taille du maillage de la matrice	<input type="text"/>
<input type="button" value="Valider"/> <input type="button" value="Quiter"/>	

Figure A.2 : Interface de saisie des propriétés fibre, matrice, charge, et maillage.

En validant nos données, une interface s'ouvrira pour déterminer l'emplacement de sauvegarde, et ainsi, la collaboration associant le logiciel de traitement d'image avec ANSYS-APDL peut démarrer pour obtenir le modèle numérique.

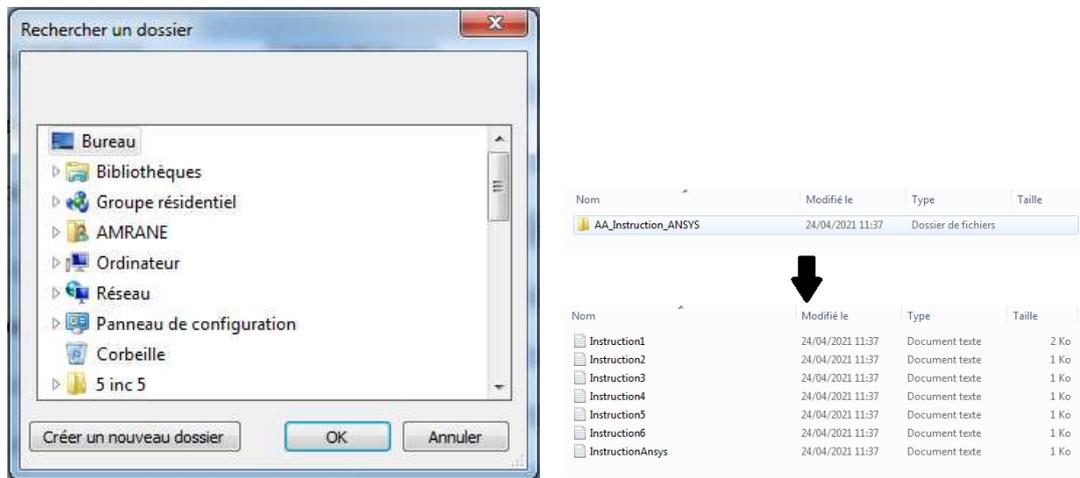


Figure A.3 : Interface de sauvegarde.

Le programme permet enfin d'afficher l'image réelle et le modèle numérisée pour une éventuelle comparaison.

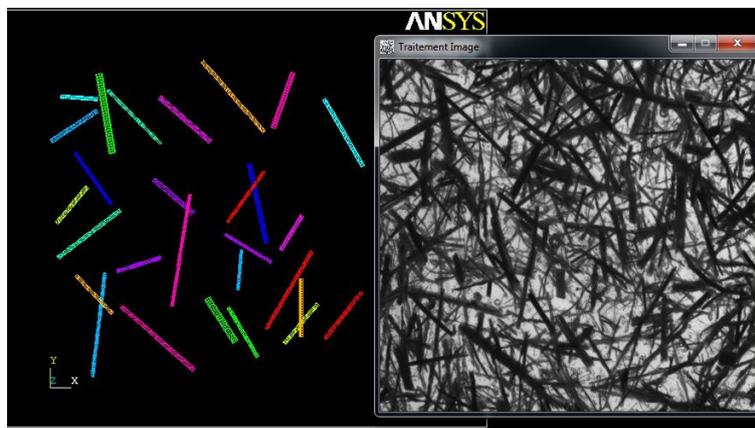


Figure A.4 : Comparaison de l'image réelle et du modèle numérique.

Effect of Form Factor and Mass Fraction of Alfa Short Fibers on the Mechanical Behavior of an Alfa/Greenpoxy Bio-composite

Effet du Facteur de Forme et de la Fraction Massique des Fibres Courtes d'Alfa sur le Comportement Mécanique d'un Bio-composite Alfa/Greenpoxy

Aboubakr Amrane^{1,2}, Zouaoui Sereir², Christophe Poilâne¹, Alexandre Vivet^{1*}

¹Laboratoire de Structures de Composites et Matériaux Innovants (LSCMI), Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed Boudiaf, Faculté de Génie Mécanique, BP 1505 El M'naouer, USTO, Oran, Algérie

²Normandie Univ, ENSICAEN, UNICAEN, CEA, CNRS, CIMAP, 14000 Caen, France

Corresponding Author Email: alexandre.vivet@unicaen.fr

<https://doi.org/10.18280/rcma.290401>

Received: 10 October 2018

Accepted: 13 January 2019

Keywords:

Alfa fiber, short fiber, bio-composite, mass fraction, mechanical property

Mots-clés :

Alfa, fibre courte, bio-composite, fraction massique, propriété mécanique

ABSTRACT:

This experimental study highlights the effect of the geometric form factor (λ =length/diameter) and the fiber mass fraction on the mechanical behavior of an Alfa/Greenpoxy bio-composite. The Alfa stalks, collected in the Djelfa region in the Algeria highlands, were cut into pieces with length of 7 to 10 cm, washed and dried for two days at 70 °C. Using a knife mill coupled to three sieves (1.6, 2 or 2.5 mm), three categories of short fibers, according to their form factor λ , were obtained. Depending on the incorporated mass fraction (5, 10, 15 or 20 %) and the three form factors λ of the fibers, twelve types of plates were manufactured by hand molding followed by a curing cycle to accelerate the polymerization, reduce porosity and improve the final surface state. The main mechanical characteristics were determined with tensile, bending and shock tests on ISO 3167-type A samples, obtained by laser cutting. The results revealed that the increase of the form factor and the mass fraction gives rise to a significant improvement of the mechanical properties. We conclude that optimal processing conditions will maximize the mechanical properties of Alfa/Greenpoxy bio-composites.

RÉSUMÉ :

Cette étude expérimentale met en valeur l'effet du facteur de forme géométrique (λ =longueur/diamètre) et de la fraction massique de fibre sur le comportement mécanique d'un bio-composite Alfa/Greenpoxy. Les tiges d'Alfa, collectées dans la région de Djelfa des hauts plateaux de l'Algérie, sont découpées en morceaux de 7 à 10 cm, lavées et séchées durant deux jours à 70 °C. Trois catégories de fibres courtes, suivant leur facteur de forme λ , ont été obtenues par passage dans un broyeur à couteaux suivi d'un tamisage (tamis 1,6, 2 ou 2,5 mm). En fonction de la fraction massique incorporée (5, 10, 15 ou 20 %) et des trois facteurs de forme λ des fibres, douze types de plaques ont été élaborés par moulage manuel suivi d'un cycle de cuisson pour accélérer la polymérisation, réduire la porosité et améliorer l'état de surface final. Des échantillons ISO 3167-type A, prélevés par découpe laser, ont été testés en traction, flexion et choc pour déterminer les principales caractéristiques mécaniques. Les résultats ont révélé que l'augmentation du facteur de forme et de la fraction massique engendre une sensible amélioration des propriétés mécaniques. Nous concluons que l'adoption de conditions optimales permettra de maximiser les propriétés mécaniques des bio-composites Alfa/Greenpoxy.

1. INTRODUCTION

Actuellement, certaines fibres naturelles sont utilisées comme des charges de matrice polymère dans des pièces subissant de très faibles sollicitations comme les panneaux de portes ou les planches de coffre dans l'automobile. Il s'agit parfois de co-produits de la filière traditionnelle d'exploitation des fibres naturelles. L'utilisation de fibres naturelles techniques comme renfort de pièces structurelles subissant des contraintes mécaniques élevées est encore en phase de développement ou de recherche. Néanmoins, les fibres naturelles possèdent des propriétés intrinsèques très intéressantes, avec des densités particulièrement faibles, des propriétés mécaniques suffisantes et des coûts de production

potentiellement bas [1-2].

Avec l'évolution nécessaire des performances environnementales, plusieurs études se sont intéressées à l'optimisation des performances des matériaux bio-sourcés, en abordant aussi bien les aspects caractérisation des fibres naturelles, interaction procédé-propriétés que compréhension des mécanismes internes liés à la performance mécanique. En se servant d'un microscope électronique à balayage, Paiva [3] a observé la morphologie des fibres d'Alfa. Les propriétés mécaniques ont été obtenues à partir d'essais de traction sur des filaments. Les résultats ont été interprétés en utilisant une distribution de Weibull à deux paramètres. Madsen [4] a étudié la porosité dans les composites à base de fibres végétales, il a trouvé que la porosité existe avec un taux très important dans

ces composites ce qui peut nettement altérer leurs caractéristiques mécaniques. Ben Brahim [5] a évalué l'influence de l'orientation des fibres d'Alfa dans un composite bio-sourcé, il a constaté qu'il est possible de fabriquer des composites qui ont des propriétés mécaniques relativement proches de celles de certains composites à fibres synthétiques. Bessadok [6] a étudié l'effet de différents traitements chimiques (anhydride maléique, styrène, acide acrylique et anhydride acétique) sur les performances des fibres d'Alfa. Il a constaté qu'un traitement avec de l'anhydride acétique et du styrène a permis une nette amélioration des propriétés mécaniques des fibres en terme de module de Young et de contrainte à la rupture. Arrakhiz et al. [7] ont aussi étudié l'effet de traitements chimiques (alcalin, éthérification, estérification) sur les fibres d'Alfa. Par la suite, ils ont élaboré des composites Alfa/polypropylène avec une fraction massique de 20 %. Ils ont constaté qu'un traitement avec estérification a permis une augmentation de 35 % du module de Young. Marrakchi et al. [8] ont tenté de combiner les fibres Alfa avec du polycaprolactone avec l'utilisation de l'imprégnation comme technique de traitement. Ce traitement a amélioré les propriétés de traction des composites. Ces résultats sont très prometteurs et ouvrent de nouvelles voies dans l'exploration des composites à base de fibres naturelles contenant des quantités élevées de matériaux celluloseux. Maghchiche et al. [9] ont effectué l'extraction chimique des fibres d'Alfa avec un traitement à base de NaOH puis avec de l'hypochlorite. Ils ont étudié les caractéristiques géométriques en combinant plusieurs techniques d'analyse (ATG, DSC, MEB et diffractométrie aux rayons X). Ils ont trouvé que malgré la discontinuité de la structure des fibres techniques d'Alfa (longueur entre 0,3 et 2,5 mm et diamètre entre 5 et 20 μm) leur comportement reste quand même très intéressant. Mounir et al. [10] ont étudié les caractéristiques mécaniques et physiques des fibres d'Alfa en fonction du pourcentage d'humidité, du taux de cellulose, de la densité des fibres et de la variation du diamètre. Ils ont constaté que les caractéristiques mécaniques et physiques des fibres d'Alfa sont plus élevées que celles d'autres fibres végétales comme le coco, le coton, le jute et le chanvre. Ces résultats ont prouvé que les fibres d'Alfa peuvent être utilisées dans le domaine du renforcement. Hanana et al. [11] ont étudié la morphologie de la plante d'Alfa (feuilles et fibres) par microscopies optique et électronique. L'extraction des fibres d'Alfa a été réalisée par différents techniques (mécanique, chimique et enzymatique). Par la suite, ils ont étudié les propriétés mécaniques de ces fibres pour déterminer la meilleure technique d'extraction. Ils ont noté que le traitement enzymatique des fibres d'Alfa offre des propriétés mécaniques plus élevées. Mechakra et al. [12] ont étudié expérimentalement les caractéristiques mécaniques d'un matériau composite renforcé par des fibres courtes d'Alfa obtenues par broyage après extraction des tiges. Afin d'améliorer l'adhésion (fibre-matrice), un traitement chimique alcalin à différentes durées a été appliqué. Ils ont constaté que l'augmentation de la fraction volumique des fibres d'Alfa améliore la rigidité du matériau composite d'une part, d'autre part que l'utilisation des fibres traitées augmente la résistance. Mouallif et al. [13] ont analysé les propriétés chimiques des fibres d'Alfa traitées par NaOH avec une concentration de 10 % et une durée de 48 h. Ils ont constaté une augmentation du taux de cellulose dans les fibres qui ont subi un traitement alcalin. El-Abbassi et al. [14] ont étudié le vieillissement des composites obtenus par injection de résine polypropylène avec des fibres courtes d'Alfa traitées et non traitées Ils ont constaté

une nette augmentation du module de Young et de la contrainte à la rupture des fibres traitées. Par contre, ces propriétés ont sensiblement diminué avec le vieillissement à l'eau. Bouhamida et al. [15] ont effectué l'extraction des fibres longues d'Alfa en vue d'une caractérisation micromécanique. Suite à une analyse probabiliste, ils ont recensé les facteurs agissants sur les concentrations de contrainte au sein d'un composite unidirectionnel présentant une rupture transverse des fibres. Ils ont montré que le facteur dominant est l'espacement entre les fibres, avec environ 83 % de variabilité totale. Khaldi et al. [16] ont étudié l'influence de l'interphase de fibre d'Alfa/époxy sur la résistance à la propagation des fissures dans les composites de fibres d'Alfa/époxy, en couplant essais expérimentaux et simulation éléments finis. Ziani et al. [17] ont étudié l'endommagement de l'interface fibre/matrice pour les trois composites carbone/époxy, verre/époxy et alfa/époxy. Ils ont remarqué que le niveau d'endommagement de composite Alfa/époxy est plus faible comparativement aux autres composites avec une résistance relativement élevée.



Figure 1. Procédure de préparation des fibres courtes - (a) Tiges d'Alfa, (b) Découpage, (c) Broyeur, (d) Fibres courtes broyées

Par le présent article, nous comptons effectuer une caractérisation mécanique d'un bio-composite à base de fibres courtes d'Alfa et d'une résine partiellement bio-sourcée Greenepoxy 56. Pour atteindre cet objectif, nous avons effectué, en premier lieu, une extraction mécanique des fibres courtes. Cette opération consiste à découper les tiges d'Alfa puis à les tamiser selon trois mailles prédéfinies (1,6, 2 et 2,5 mm). Par la suite, nous avons effectué des mesures de diamètre, de longueur et puis déduit leur facteur de forme (λ) et leur densité apparente. La densité réelle a aussi été mesurée au pycnomètre à hélium. Les deux résultats ont été déterminés, analysés et comparés. L'élaboration des échantillons a été faite par la mise en œuvre de plaques selon trois facteurs de forme et quatre fractions massiques (5, 10, 15 et 20 %), soit au total douze

types de plaques. Des cycles de cuissons spécifiques ont été établis pour activer le processus de cuisson, réduire le volume de la porosité et améliorer l'état de surface final de nos plaques. Des éprouvettes d'essai mécanique ont été découpées de ces plaques par machine à découpe laser. Les dimensions des éprouvettes respectent les normes préconisées. Des observations locales ont été faites pour visualiser la répartition des fibres au sein de la matrice pour chaque facteur de forme λ et chaque fraction massique. Finalement, une campagne d'essais de traction, de flexion et de choc a été menée pour déterminer les caractéristiques mécaniques et la résilience en fonction de λ et la fraction massique des fibres courtes d'Alfa de chaque échantillon.

2. PREPARATION DES ECHANTILLONS

2.1 Fibres d'Alfa

L'Alfa est une plante monocotylédone de type herbeux originaire de l'ouest du bassin méditerranéen. Sa terre de prédilection est l'Afrique du Nord, et tout particulièrement les hauts plateaux du Maroc et de l'Algérie. Elle pousse en touffes de 1 à 1,20 m de haut, formant ainsi de vastes nappes. Elle pousse spontanément, notamment dans les milieux arides et semi-arides, et délimite le passage avec la zone désertique. Pour nos travaux, la récolte de l'Alfa a été faite au niveau de la région de Djelfa située dans des hauts plateaux du centre d'Algérie (Figure 1.a). Les tiges d'alfa ont été découpées en faisceaux de longueur variant de 7 à 10 cm (Figure 1.b) pour faciliter leur processus de broyage. Les faisceaux ont subi ensuite un séchage durant deux jours à 70 °C. Les fibres courtes sont finalement obtenues par passage dans un broyeur à couteaux (Figure 1.c et d) suivi d'un tamisage.

Table 1. Caractéristiques pour chaque catégorie à partir d'un traitement image

Heading1	Tige d'Alfa	Catégorie 1	Catégorie 2	Catégorie 3
Longueur (mm)	>800	2,16±1,00	3,77±2,50	5,65±4,50
Diamètre (mm)	1,80±0,13	0,21±0,08	0,25±0,09	0,29±0,08
Facteur de forme λ	/	9,88±5,13	14,76±8,59	18,92±11,72
Densité apparente ρ_a (g/cm ³)	/	0,89±0,02	0,90±0,03	0,91±0,05
Densité vraie ρ_r (g/cm ³)	/	1,49±0,02	1,51±0,02	1,50±0,01

Selon les types de tamis utilisés de 1,6, 2 et 2,5 mm, trois catégories de fibres courtes d'Alfa ont été distinguées (Figure 2). En se servant d'un microscope optique, nous avons effectué des mesures de diamètre (D), de longueur (L) pour en déduire leur densité apparente $\rho_a = M_f / (L \times \pi \times D^2 / 4)$ et leur facteur de forme $\lambda = L/D$. Ce facteur varie pour chaque catégorie de fibres. D'après les facteurs de forme obtenus, le résultat du procédé d'extraction par broyage est plus proche de la fibre courte, voire de la particule, que de la fibre longue utilisée pour le renforcement de composite structural. De plus, le diamètre nous montre que ces fibres courtes sont des agglomérats de fibres élémentaires. La pycnométrie à hélium a aussi été utilisée pour mesurer la densité réelle. Cette technique consiste

à effectuer une mesure de volume et une mesure de masse et à appliquer les lois de la thermodynamique pour déterminer la densité, a priori du squelette du prélèvement testé. Les deux résultats ont été comparés (Tableau 1). Il est notable qu'une importante différence existe entre la densité apparente (~0,89 g/cm³) et la densité vraie mesurée par pycnométrie (~1,49 g/cm³). Cette différence est certainement causée par la porosité ou le vide qui existe à l'intérieur des fibres.

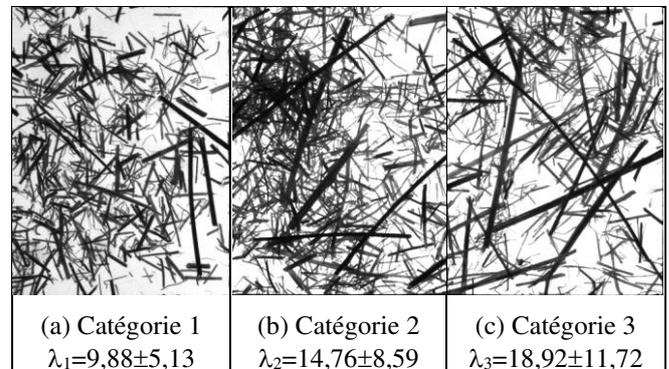


Figure 2. Facteurs de forme des fibres dispersées vu en transparence (fenêtres de 23×17 mm)

2.2 Matrice polymère

La matrice Greenpoxy 56 est une résine partiellement biosourcée obtenue par un mélange d'une résine primaire avec un durcisseur. Afin de caractériser cette résine, des essais de traction ont été effectués sur des éprouvettes de matrice polymérisée à l'aide d'une machine d'essai MTS 500. La relation contrainte-déformation est donnée par la Figure 3. Cinq éprouvettes sont testées par catégorie. On remarque une faible dispersion des courbes de traction. Pour des faibles charges, la relation contrainte-déformation est linéaire (zone élastique) avec un module de Young d'environ 2,74 GPa. Par la suite, ces courbes prennent une forme non linéaire jusqu'à la rupture. La résistance à la rupture moyenne est de 51,1 MPa. La matrice peut être considérée comme ductile.

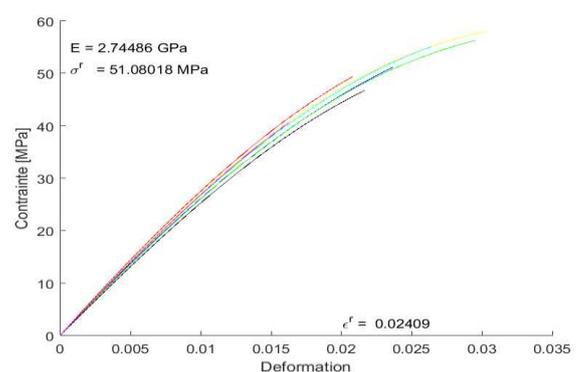


Figure 3. Comportement de la résine Greenpoxy 56

2.3 Paramètres d'élaboration

Les plaques de bio-composite ont été élaborées manuellement dans un moule dédié (Figure 4.a). Le moule est ciré pour faciliter le démoulage. Les différents composants sont pesés pour déterminer la fraction massique de fibre. Le cycle de cuisson utilisé est donné par la Figure 4.b. Ce cycle de cuisson à trois paliers a été sélectionné parce qu'il nous a

fourni une température de transition vitreuse optimale avec un bon état de surface. De plus le matériau aura suffisamment de temps de pour passer de l'état liquide à un état solide, ce qui nous espérons permettra une bonne imprégnation et une diminution des porosités. A chaque opération de moulage, deux plaques de 160x250 mm sont élaborées simultanément.

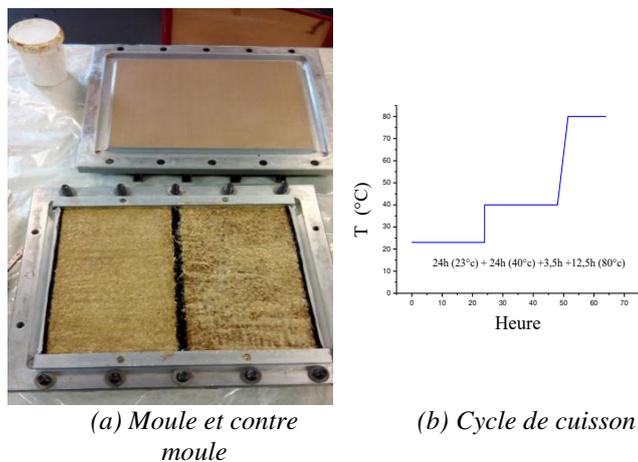


Figure 4. Elaboration des plaques composites

3. RESULTATS ET INTERPRETATION

3.1 Masse volumique

La masse volumique est obtenue classiquement par des mesures de masse et de volume de chaque plaque. La Figure 5 illustre la masse volumique des composites Alfa/Greenpoxy 56 pour différentes fractions massiques de fibres courtes d'Alfa (0, 5, 10, 15 et 20 %). Il est à noter que le facteur de forme λ des fibres de renfort n'affecte pas cette masse volumique parce qu'elle est presque identique pour les trois facteurs λ (Tableau 1). Sur la figure, nous constatons aussi que la masse volumique du composite diminue lorsque la fraction massique des fibres augmente ; ceci parce que les fibres ont une masse volumique apparente assez faible comparativement à la résine.

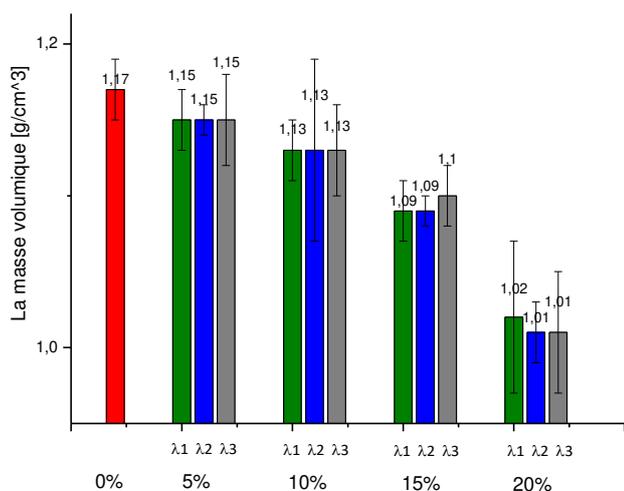


Figure 5. Masse volumique des composites Alfa/Greenpoxy en fonction de la fraction massique

3.2 Essais de traction

La résistance et la rigidité des composites ont été déterminées selon la norme ISO 3167-type A. En raison de la variabilité, sept échantillons sont testés par configuration de matériau (Figure 6a). Les tests ont été réalisés sur un banc d'essai électromécanique MTS équipé d'une cellule de charge d'une capacité de 5 kN (Figure 6b). La déformation est mesurée à l'aide d'un extensomètre placé au voisinage du centre de l'échantillon (Figure 6c).

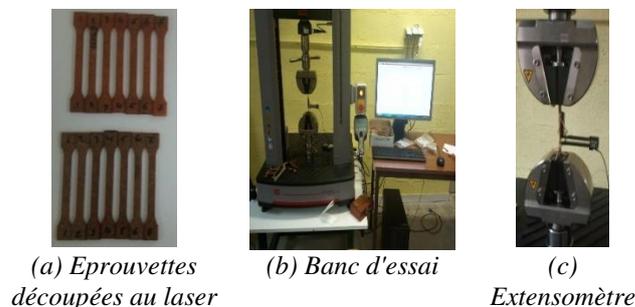


Figure 6. Essais de traction sur les éprouvettes fibre courte d'Alfa-Greenpoxy

La Figure 7 illustre les courbes contrainte-déformation typiques obtenues pour un lot de sept échantillons de composites fibres courtes d'Alfa-Greenpoxy. Ces courbes ont été reconstruites sous Matlab à partir des données brutes de la machine. À partir de ces courbes contrainte-déformation, la contrainte à la rupture, la déformation ultime, ainsi que le module de Young ont été identifiés.

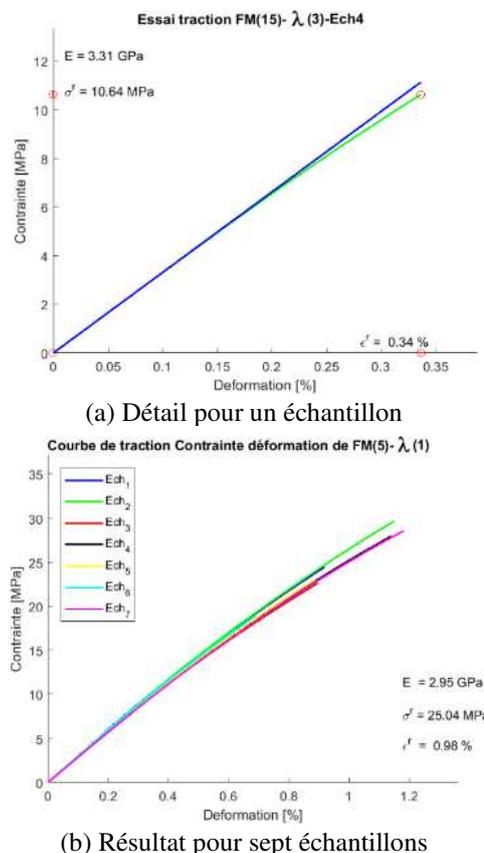


Figure 7. Courbes typiques contrainte-déformation en traction

Table 2. Caractéristiques mécaniques de chaque échantillon pour une plaque

	Module de Young (GPa)	Contrainte à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture (mm)	Déformation à la rupture (%)
Ech_1	2,75	41,4	3,87	1,60
Ech_2	2,73	55,3	5,43	2,34
Ech_3	2,71	67,7	7,48	3,12
Ech_4	2,61	55,7	5,92	2,43
Ech_5	2,53	51,3	5,74	2,29
Ech_6	2,69	53,0	4,84	2,13
Moyenne	2,67	54,1	5,55	2,32
Incertitude	0,08	8,5	1,2	0,49

Les diagrammes en barre de la Figure 8.a montrent les valeurs moyennes pour ces propriétés de traction pour les cinq fractions massiques et les trois facteurs de forme étudiés. L'utilisation des fibres courtes rigidifie la résine Greenpoxy. Le module de Young augmente avec la fraction massique des fibres jusqu'à 15 %. Au-delà de cette valeur, seules les fibres les plus longues permettent d'augmenter le module de Young. Il convient de noter par ailleurs que l'incertitude augmente avec le facteur de forme et la fraction massiques des fibres. Les plaques les plus homogènes et isotropes sont donc obtenues avec les renforts les plus courts et les fractions massiques de fibre les plus faibles. De la Figure 8.b, il est clair que la contrainte à la rupture devient de plus en plus importante pour des faibles fractions massiques de fibres. Le facteur de forme a un léger effet sur cette contrainte.

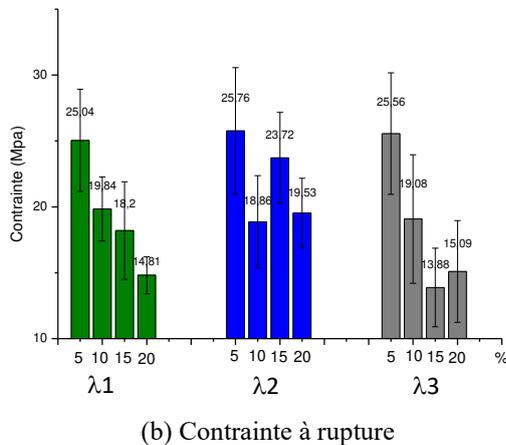
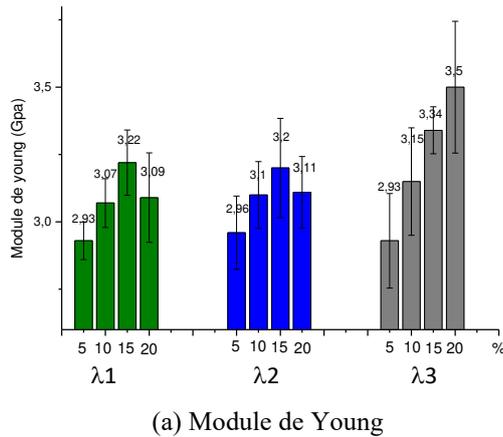


Figure 8. Module de young et contrainte à la rupture des bio-composites Alfa/Greenpoxy à la traction en fonction de la fraction massique et du facteur de forme des fibres

3.3 Essais de flexion

En se basant sur la norme ISO 178, des essais de flexion à trois points ont été effectués avec la machine MTS 500 utilisée précédemment. Les caractéristiques géométriques des échantillons et les données relatives aux appuis sont données par la Figure 9.a. Le mode de fixation est représenté par la Figure 9.b. En raison de la fluctuation géométrique, six échantillons ont été testés pour chaque matériau. Par la suite, les valeurs moyennes ont été calculées. Sur la Figure 10, il est nettement visible que l'ensemble des échantillons possède un comportement quasi linéaire. Une faible dispersion est observée. L'importante différence entre les courbes réside dans la contrainte à rupture qui varie d'un échantillon à un autre. Le tableau 2 regroupe les principales caractéristiques mécaniques des six échantillons. Malgré une certaine dispersion expérimentale, les valeurs moyennes du module de Young, de la contrainte à la rupture, d'allongement et de la déformation à la rupture ont été calculées avec une incertitude relativement acceptable.

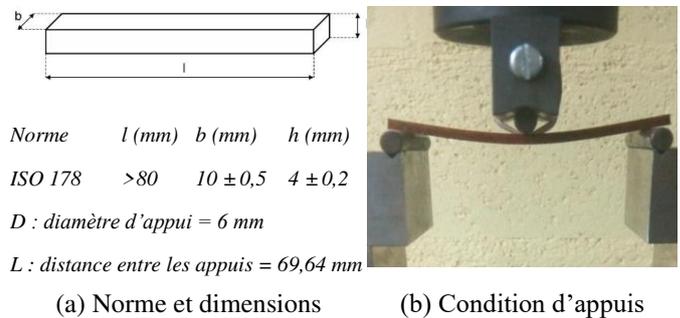
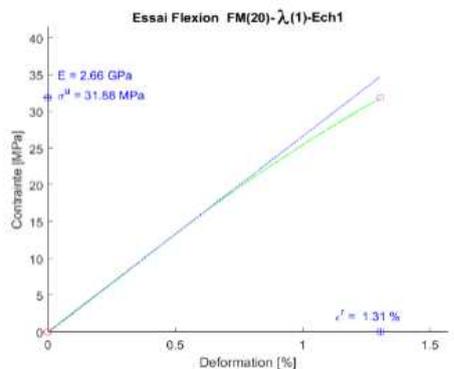


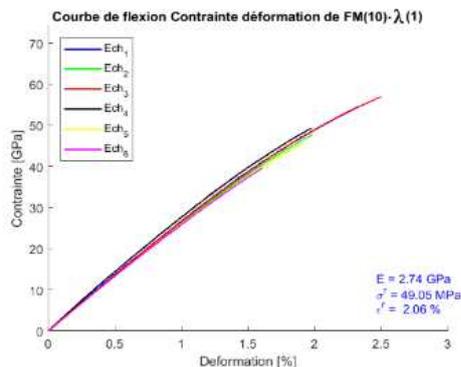
Figure 9. Dispositif de fixation des échantillons en flexion

Les diagrammes en barre de la Figure 11 montrent les valeurs moyennes en flexion du module de Young et de la contrainte à la rupture pour les quatre fractions massiques et les trois facteurs de forme étudiés. Il est notable que l'utilisation des fibres courtes rigidifie la résine Greenpoxy. Le module de Young mesuré en flexion augmente avec la fraction massique des fibres jusqu'à une fraction massique de 15 %. Seules les fibres les plus longues permettent une variation inverse du module de Young. Par contre, il est clair que l'augmentation de la fraction massique de fibre engendre une importante diminution de la contrainte à rupture. Il est aussi remarquable que le facteur de forme des fibres influe lui-même sur cette contrainte à la rupture. Donc, une faible fraction massique, quel que soit le facteur de forme des fibres, offre toujours des contraintes à la rupture relativement élevées. Il convient de noter par ailleurs que l'incertitude augmente avec le facteur de forme et avec la fraction massique de fibre, les plaques les plus homogènes et isotropes sont donc obtenues

avec les renforts les plus courts et les fractions massiques de fibre les plus faibles.

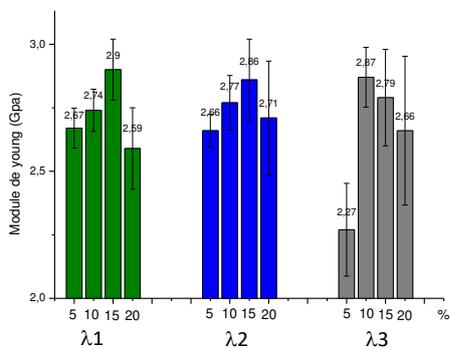


(a) Détail pour un échantillon

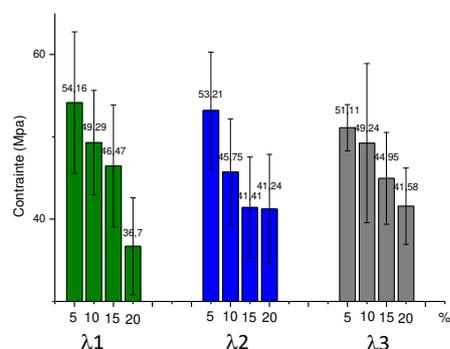


(b) Résultat pour six échantillons

Figure 10. Courbes typiques contrainte-déformation en flexion



(a) Module de Young



(b) Contrainte à la rupture

Figure 11. Module de young et contrainte à la rupture des bio-composites Alfa/Greenepoxy à la flexion en fonction de la fraction massique et du facteur de forme des fibres

3.4 Essais de choc

Après avoir testé notre matériau sous des chargements statiques de traction et de flexion, il est intéressant d'observer son comportement vis-à-vis de chargements dynamiques. Pour cette raison, une série d'essais de choc a été effectuée selon la norme ISO 179 sur des échantillons similaires à ceux de l'essai de flexion. En se servant d'une machine (Zwick/Roell HIT 5.5 P) équipée d'un marteau de choc de 0,5 J, des essais ont été effectués afin de prédire la quantité d'énergie requise pour rompre l'échantillon (Figure 12).

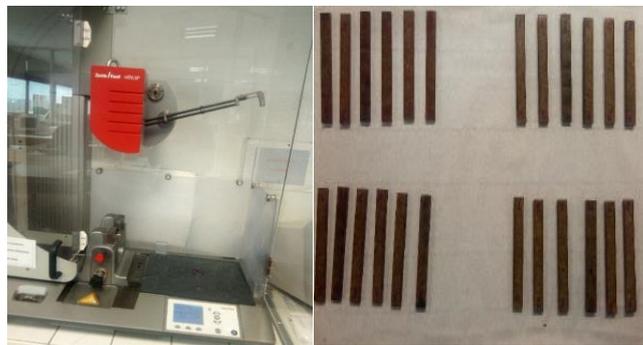


Figure 12. Essais de choc sur les échantillons Alfa/Epoxy

De la Figure 13, il est clair qu'une plus importante résilience est observée pour une plus faible fraction massique avec un faible facteur de forme de la fibre. Par la suite, elle décroît significativement en fonction de ces deux paramètres jusqu'à une fraction massique de 20 %, où, on remarque que le matériau reprend ces performances avec une remarquable augmentation de la résilience. D'ici, on peut dire qu'un bon compromis entre la fraction massique et le facteur forme des fibres nous permettra d'avoir des caractéristiques optimales en terme de résilience. L'importante dispersion des résultats montre que l'emploi des fibres naturelles dans la valorisation des bio-composites reste un domaine réel à explorer et à améliorer, en terme de porosité, de technique de mise en œuvre et de caractérisation.

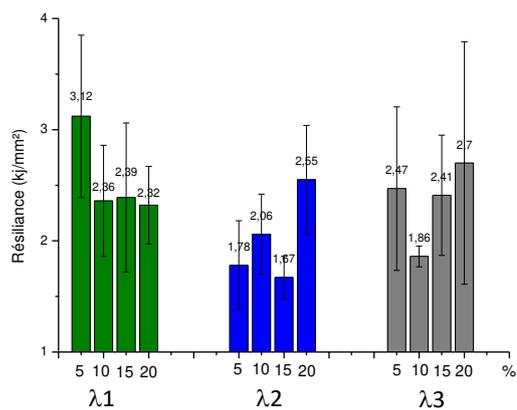


Figure 13. Evolution de la résilience en fonction de la fraction massique et du facteur de forme des fibres courtes d'Alfa

4. CONCLUSIONS

Dans le présent papier, une étude expérimentale a été

effectuée afin de mettre en valeur l'effet du facteur forme et de la fraction massique de fibre sur le comportement mécanique d'un bio-composite Alfa/Greenpoxy 56. Après extraction par broyage mécanique, il a été constaté que les fibres courtes d'Alfa obtenues possèdent des facteurs de forme variables. A cause de la porosité interne, il a été constaté une importante différence entre les masses volumiques apparente (0,89 g/cm³) et vraie (1,49 g/cm³) des fibres. Après mise en œuvre des fibres avec la matrice polymère, les fibres ayant une densité apparente légèrement inférieure à celle de la résine, la masse volumique du composite diminue légèrement lorsque la fraction massique de la fibre augmente. De plus la variabilité des longueurs de fibre et leur mouillabilité rendent difficile la maîtrise du procédé de mise en œuvre, homogénéité de la dispersion des fibres et taux de porosité faible. Cette porosité varie selon le facteur de forme et encore plus selon la fraction massique de fibre. Il est donc difficile d'obtenir un composite avec une fraction massique de fibre très élevée. Cependant un choix convenable de cycle de polymérisation réduit la porosité et améliore l'interface fibre/matrice.

La présence d'une fraction massique élevée de fibre d'Alfa a tendance à changer le comportement du matériau du ductile vers le fragile. De plus l'augmentation du module de Young est directement liée à la taille et au pourcentage des fibres. Il a été constaté aussi que l'augmentation de la fraction massique de fibre améliore le module de Young mais réduit la contrainte à la rupture. Une augmentation linéaire de l'énergie d'impact a également été observée avec l'augmentation du facteur de forme des fibres courtes d'Alfa pour une fraction massique des fibres de 20 %. L'énergie d'impact est liée au facteur de forme des fibres et à la fraction massique. Finalement, on peut dire qu'à cause de la non-homogénéité et l'anisotropie de ces composites une importante dispersion a été observée sur l'ensemble des résultats.

REFERENCES

- [1] Dallel, M. (2012). Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.) : Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil. Thèse de doctorat. Université de Haute Alsace, France.
- [2] Nadji, H., Diouf, P.N., Benaboura, A., Bedard, Y., Riedl, B., Stevanovic, T. (2009). Comparative study of lignins isolated from Alfa grass (*Stipa tenacissima* L.). *Bioresource Technology*, 100(14): 3585-3592. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.01.074>
- [3] Paiva, M.C., Ammar, I., Campos, A.R., Cheikh, R.B., Cunha, A.M. (2007). Alfa fibres: Mechanical, morphological and interfacial characterization. *Composites Science and Technology*, 67(6): 1132-1138. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.05.019>
- [4] Madsen, B., Thygesen, A., Lilholt, H. (2007). Plant fibre composites – porosity and volumetric interaction. *Composites Science and Technology*, 67(7): 1584-1600. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.07.009>
- [5] Brahim, S.B., Cheikh, R.B. (2007). Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite. *Composites Science and Technology*, 67(1): 140-147. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.10.006>
- [6] Bessadok, A., Roudesli, S., Marais, S., Follain, N., Lebrun, L. (2009). Alfa fibres for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(2): 184-195. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2008.10.018>
- [7] Arrakhiz, F.Z., Elachaby, M., Bouhfid, R., Vaudreuil, S., Essassi, M., Qaiss, A. (2012). Mechanical and thermal properties of polypropylene reinforced with Alfa fiber under different chemical treatment. *Materials & Design*, 35: 318-322. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.09.023>
- [8] Marrakchi, Z., Oueslati, H., Belgacem, M.N., Mhenni, F., Mauret, E. (2012). Biocomposites based on polycaprolactone reinforced with alfa fibre mats. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43(4): 742-747. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.12.027>
- [9] Maghchiche, A., Haouam, A., Immirzi, B. (2013). Extraction and characterization of Algerian Alfa grass short fibers (*Stipa Tenacissima*). *Chemistry & Chemical Technology*, 7(3): 339-344. <https://doi.org/10.23939/chcht07.03.339>
- [10] Mounir, J., Slah, W.B.M., Mohamed, B. (2014). Characterization of mechanical extracted alfa fibres. *International Journal of Fiber and Textile Research*, 4(1): 1-4.
- [11] Hanana, S., Elloumi, A., Placet, V., Tounsi, H., Belghith, H., Bradai, C. (2015). An efficient enzymatic-based process for the extraction of high-mechanical properties alfa fibres. *Industrial Crops and Products*, 70: 190-200. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.03.018>
- [12] Mechakra, H., Nour, A., Lecheb, S., Chellil, A. (2015). Mechanical characterizations of composite material with short Alfa fibers reinforcement. *Composite Structures*, 124: 152-162. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2015.01.010>
- [13] Mouallif, Z., Radi, B. (2015). Structural analysis of alfa fibers after chemical treatment. *International Journal of Engineering Research and Applications*, 5(2): 54-59.
- [14] El-Abbassi, F.E., Assarar, M., Ayad, R., Lamdouar, N. (2015). Effect of alkali treatment on Alfa fibre as reinforcement for polypropylene based eco-composites: Mechanical behaviour and water ageing. *Composite Structures*, 133: 451-457. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2015.07.112>
- [15] Bouhamida, B., Sereir, Z., Chateaufneuf, A. (2016). Modèle analytique de la rupture longitudinale d'un composite unidirectionnel à fibres naturelles. *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, 26(3-4): 401-417. <https://doi.org/10.3166/rcma.26.401-417>
- [16] Khaldi, M., Vivet, A., Bourmaud, A., Sereir, Z., Kada, B. (2016). Damage analysis of composites reinforced with Alfa fibers: Viscoelastic behavior and debonding at the fiber/matrix interface. *Journal of Applied Polymer Science*, 133(31). <https://doi.org/10.1002/app.43760>
- [17] Ziani, N., Boudali, A., Mokaddem, A., Doumi, B., Beldjoudi, N., Boutaous, A. (2016). Study by genetic algorithm of the role of alfa natural fibre in enhancing the mechanical properties of composite materials based on epoxy matrix. *Fibres and Textiles in Eastern Europe*, 24(117): 58-62. <https://doi.org/10.5604/12303666.1196613>

Résumé

Cette thèse fait partie d'un projet de recherche de collaboration Franco-Algérien (Tassili 17 MDU 996) concernant la valorisation des produits et sous-produits de l'agriculture algérienne par l'élaboration d'un panneau sandwich en bio-composite. Les objectifs principaux de cette étude sont d'une part la mise en œuvre et l'identification de l'ensemble des composants du sandwich, facteurs susceptibles d'influencer les performances de ce panneau, et d'autre part de déterminer pour quelle variante un tel produit peut s'avérer performant. Après leur caractérisation massive, une campagne d'essais statique (traction, flexion et résilience) vise à déterminer les propriétés mécaniques des plaques en composite *Alfa/Greenpoxy 56* à des taux de fibre d'*Alfa* de 0% à 20% avec un incrément de 5% pour mettre en évidence l'effet du renfort en fibre d'*Alfa* noyé dans la résine. Cette étude traite aussi d'un autre moyen d'analyse par le développement d'un modèle mécano fiabiliste effectué sur le logiciel ANSYS APDL dans le but d'appuyer notre choix de la plaque destinée à la conception du panneau sandwich. Suite à une longue recherche prospective qui nous a permis de choisir comme âme biosourcée des mousses à base de tanin de *Mimosa* et de *Quebracho*, et vues les variabilités observées avec le dosage des composants, une caractérisation en compression et en cisaillement des mousses a été nécessaire. Finalement, les effets des paramètres de l'âme du sandwich (épaisseur $e_a = 2$ mm et 40 mm et type de mousse de tanin) ont été expertisés par des essais statiques en flexion trois points conduits sur les sandwichs biosourcés élaborés. Enfin, Les observations des différents essais ont permis de classer les différents modes d'endommagement entraînant la rupture du panneau sandwich.

Mots-clés : Comportement mécanique, Alfa, Fibre naturelle, Composite biosourcé, Mousse de Tanin, Sandwichs

Abstract

This thesis is part of a Franco-Algerian collaborative research project (Tassili 17 MDU 996) concerning the valorization of products and by-products of Algerian agriculture by the manufacturing of a sandwich panel in biobased-composite. The main objectives of this study are, on the one hand, the implementation and identification of all the sandwich components, factors likely to influence the performance of this panel, and on the other hand, to define for which variant such a product may prove to be effective. After mass characterization, a static test campaign (tensile, bending and Charpy tests) aims to fix the mechanical properties of *Alfa/Greenpoxy 56* composite plates at *Alfa* fiber rates from 0% to 20% with an increment of 5% to highlight the effect of *Alfa* fiber reinforcement embedded in resin. This work also deals with other mean of analysis through the evolution of a mechanically reliable model carried out in the ANSYS APDL software in order to support our choice of the plate intended for the design of sandwich panel. After a long prospective research that allowed us to choose *Mimosa* and *Quebracho* tannin based foams as a soul, and given the variation observed with the rate of the components, a compression and shear characterization of the foams was required. Finally, the effects of the sandwich core parameters (thickness is $e_a = 2$ mm and 40 mm and type of tannin foam) were examined by static tests in three-points bending tests made on the elaborated biobased sandwiches developed. To conclude, the observations of the various tests made it possible to class the different damage modes leading to the fracture of the sandwich panel.

Keywords: Mechanical behaviour, Alfa, Natural fiber, Biobased-composites, Tannin foam, Sandwich panels