

Identification de la loi de comportement des matériaux composites à fibres organiques (Stipa Tenacissima L)

Rahal Imen^{#1}, Soua Wadhah^{*2}, Ben Younes Rached^{#3}

*UR Physique Informatique, Mathématique, Faculté des Sciences de Gafsa
Compus universitaire Ahmed Zarroug Gafsa*

¹rahalimen88@gmail.com

³rached.benyounes@ffgf.rnu.tn

**UR Matériaux, Énergie et Énergies Renouvelables
Compus universitaire Ahmed Zarroug Gafsa*

²souaw@yahoo.fr

Résumé— L'objectif principal de ce travail consiste en la caractérisation mécanique d'un polymère « époxy » renforcé par des fibres naturelles d'Alfa. Nous passons d'abord en revue les techniques et mesures expérimentales pour caractériser les propriétés mécaniques des fibres végétales anisotropes alfa « Stipa Tenacissima L » et de résine époxy. Deuxièmement, nous effectuons des tests expérimentaux pour déterminer les propriétés mécaniques des fibres et de résine. Troisièmement, nous effectuons une série de simulations par éléments finis pour prédire la loi de comportement du matériau à l'état finit.

Mots clés— matériaux composites-fibres Alfa -polymère -matrice époxy-loi de comportement-

I. INTRODUCTION

Depuis une dizaine d'années, l'Alfa est bien connue pour des applications papetières comme une matière Première noble, en revanche, elle n'est pas connue dans d'autres applications. Aujourd'hui, les industries et les institutions mondiales montrent un intérêt croissant pour les fibres organiques tant d'un point de vue économique (réduire le coût économique), qu'environnemental (la réduction des impacts des produits industriels sur l'environnement). Ces fibres d'origine végétale séduisent de plus en plus par l'ensemble de leurs propriétés telles que : la résistance exceptionnelle des matériaux composites à base des fibres organiques à la fatigue et au choc, leurs caractéristiques et propriétés mécanique élevés, ainsi que leur poids comparativement aux autres alliages. Cette communication présente une discussion des quelques résultats concernant l'interaction entre la mécanique et l'environnement lors des essais mécanique réalisés sur des fibres organiques spécialement des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) qui sont initialement préparés sous différents traitement thermique et chimique.

Dans le cadre de ce travail, nous proposons une démarche scientifique dédiée à l'analyse expérimentale poursuivis par une analyse numérique pour la modélisation de la loi de comportement des matériaux composites à fibres organiques (*Stipa Tenacissima*).

Les matériaux composites renforcés par des fibres naturelles (NF) ont réussi à acquérir un intérêt croissant. Ceci est dû à leurs avantages exceptionnels, Ces avantages sont la résistance exceptionnelle des matériaux composites à la fatigue et au choc, leurs caractéristiques et propriétés mécanique élevé, leur faible densité, leurs vibrations réduites, leur comportement acoustique élevé, leur facilité de traitement et leur faible coût de production. Ainsi que leur poids comparativement aux autres alliages (1,2). Ces avantages offrent l'opportunité de fabriquer un matériau respectueux de l'environnement avec d'excellentes propriétés mécaniques (3.4)

Les composites verts issus de ressources renouvelables apportent un potentiel très prometteur aux entreprises, à l'environnement naturel et aux clients finaux en raison de la diminution des ressources pétrolières. Le passage à des constructions plus durables dans l'industrie automobile n'est pas seulement une initiative visant à rendre l'environnement plus viable et rentable, mais aussi une demande de réglementation européenne. Cette dernière joue un rôle important en tant que moteur de l'utilisation durable des matériaux [1]. Cependant, NFRCs (Natural Fiber Reinforced Composite) manquent d'une forte adhérence fibre-matrice, présentent une anisotropie significative, et montrent moins de propriétés mécaniques par rapport aux fibres synthétiques classiques utilisées dans le renforcement des matériaux composites tels que les fibres de carbone et les fibres de verre. La structure et les propriétés de la NF (Natural Fiber), en particulier les fibres végétales, sont influencées par plusieurs conditions telles que la région de croissance, le climat, l'âge de la plante et le contenu cellulosique (5-7). Le caractère hydrophile de la NF entraîne la dégradation de la ténacité d'un NFRC qui produit alors une diminution de la résistance, une faiblesse dans le transfert de la charge matrice-fibre, et une initiation précoce de la fissure (6). Le comportement des

fibres végétales a été récemment étudié dans la littérature. Baley et al. (8,9) ont étudié les propriétés mécaniques des fibres de lin à l'aide d'expressions micromécaniques, il a été démontré que le module d'Young longitudinal est de l'ordre de 59 GPa et que son module transverse est de l'ordre de 8 GPa.

Cichocki et Thomason (10) ont utilisé un modèle semi-empirique micromécanique pour estimer l'anisotropie de la fibre de jute. Sur la base de leurs résultats de simulation, le composite renforcé de fibres de Jute a une rigidité longitudinale de 39,4 GPa et un module transversal de Young de 5,5 GPa. Bourmaud et Baley (11) ont utilisé des tests de traction et de nanoindentation pour caractériser le comportement anisotrope des composites renforcés de fibres de chanvre et de sisal. Les tests ont montré que les modules longitudinaux et transversaux sont respectivement de 5, GPa et 3,9 GPa.

La zone interrassiale entre la fibre et la matrice est d'une importance primordiale dans la caractérisation des matériaux composites et leur performance, car elle assure le transfert de charge entre les fibres et la matrice et fournit aux matériaux une performance mécanique élevée. Il convient de noter que des nombreux phénomènes complexes, tels que la création de liens, l'inter-diffusion et les inter-actions physiques, peuvent survenir et interagir dans ce domaine.

Le présent travail se concentre d'une part sur les étapes expérimentales pour la préparation des fibres Alfa et d'une autre part sur la caractérisation de la résine époxy. Enfin Le comportement viscoélastique de la matrice, couplé avec le comportement anisotrope des fibres alfa est étudié pour la caractérisation du matériau finit.

II. ETUDE EXPERIMENTAL

A. fibre Alfa:

Les fibres alfa sont extraites de la plante *Stipa tenacissima* ou alfa, qui pousse dans le nord de l'Afrique. La plante d'Esparto peut également être trouvée dans les régions centrales et du sud-est de l'Espagne. Il appartient à la famille Gramineae et atteint une taille d'environ 1 m.

Par ailleurs, c'est l'une des espèces xérophiles qui caractérise le mieux les milieux arides méditerranéens à l'exclusion des secteurs désertiques. Sa terre d'élection est l'Afrique du Nord, et 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.

La répartition territoriale connue à ce jour est estimée à [12] :

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



Fig 1 Illustrations de la plante d'Alfa à l'état brut

Le plan te d'Alfa comprend une partie souterraine et une autre aérienne. La partie souterraine, appelée le Rhizome, est formée d'un réseau complexe de racines très ramifiées de 2 mm de diamètre environ et profondes de 30 à 50 cm, qui se terminent par les jeunes pousses.

La partie aérienne est constituée de plusieurs branches portant des gaines emboîtées les unes dans les autres, surmontées de limbes longs de 30 à 120 cm. 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.

La tige est creuse et cylindrique, et régulièrement interrompue au niveau du nœud par des enchevêtrements des faisceaux. Au même niveau, se trouvent des bourgeons qui donneront naissance soit à un entre-nœud, soit à une tige, ou reste sous la forme d'une réserve qui entrera en activité lorsque la souche sera épuisée (13).

A.1 : La récolte de l'Alfa :

L'Alfa se récolte après la maturation des graines, c'est-à-dire, à partir de juillet-août. La récolte commence par l'enlèvement des feuilles uniquement à la main, par arrachage, suivant la pratique adoptée depuis toujours, soit en enroulant les feuilles autour d'un bâton court, soit en se garnissant la main d'une tige de métal. Le javeleur saisit une poignée d'Alfa, l'enroule autour d'une tige métallique pour assurer sa prise et tire brusquement. Avec son pied il retient les racines pour les empêcher d'être arrachées en même temps que les feuilles. Celles-ci sont liées en petites balles avec une tresse d'Alfa. Puis ces petites balles sont pressées pour constituer les grosses balles qui seront envoyées au centre de collecte. Ensuite, l'Alfa pesée sera stockée dans ces centres avant d'être transférée à l'usine, pour en extraire la pâte à papier en particulier (13).

A.2 Prétraitements :

Tout d'abord, Les fibres alfa ont été lavées soigneusement pour enlever les impuretés puis les tiges sont cardées mécaniquement pour affiner leur diamètre. Ensuite, ils sont immergés dans de l'eau salée à 35 g / l pendant 24h à 60 ° C ou 12h à 80 ° C, pour dissoudre les cires, une couche à la surface pour protéger la plante contre la chaleur en limitant l'évaporation de l'eau.

A.2 : Extraction de fibres Alfa :

Dans cette section, les tiges d'Esparto (Alfa) sont traitées avec des produits chimiques pour dégrader et éliminer les deux principaux composants de liaison, la lignine et les pectines. Comme l'objectif est de produire des fibres, l'hémicellulose n'a pas besoin d'être éliminée car elle colle les filaments cellulodiques ensemble pour former des fibres.

Le produit chimique principal utilisé pour l'extraction est l'hydroxyde de sodium (NaOH), qui élimine la lignine. Na₂O₄S₂ est ajouté comme agent réducteur pour protéger la cellulose contre l'oxydation (dégradation) par le NaOH. Les paramètres variables sont la température (100 ° C, 120 ° C, 140 ° C, 160°C), la concentration de NaOH (0,25 N, 0,5 N, 1 N et 2 N) et la durée (1 h et 2 h), qui sont choisis en fonction du résultat précédent. En blanchissant avec une solution de NaOCl à 9,6%, les "fibres" rigides deviennent plus blanches, mais pas plus flexibles.

Tableau 1 : tableau des traitements chimiques.

| conc Na OH | T° | durée | Blanchiment | Résultat | Échantillons |
|------------|-----|-------|-------------|-------------|--------------|
| 0.25 | 100 | 1h | X | Peu rigide | E1 |
| 0.5 | 100 | 1h | X | Très rigide | E2 |
| 1 | 100 | 1h | X | Peu rigide | E3 |
| 1.5 | 100 | 1h | X | Peu rigide | E4 |
| 2 | 100 | 1h | X | À rejeter | E5 |
| 2.5 | 100 | 1h | X | À rejeter | E6 |

Ces limites nous donnent un nombre très important de combinaisons, en effet, avec un pas de 0.25N pour la concentration, de 20°C pour la température et de 60 min pour la durée, le nombre total de combinaisons possible est de 32 expériences, ce qui représente un temps et des moyens considérables. Donc l'établissement d'un plan d'expérience est indispensable pour économiser le temps, les moyens et l'effort nécessaires.

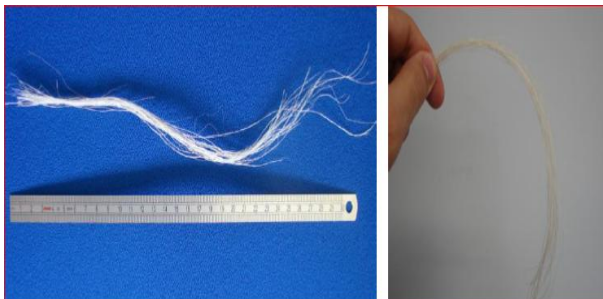


Fig 2. Illustrations des fibres d'Alfa séchées et finies (13)

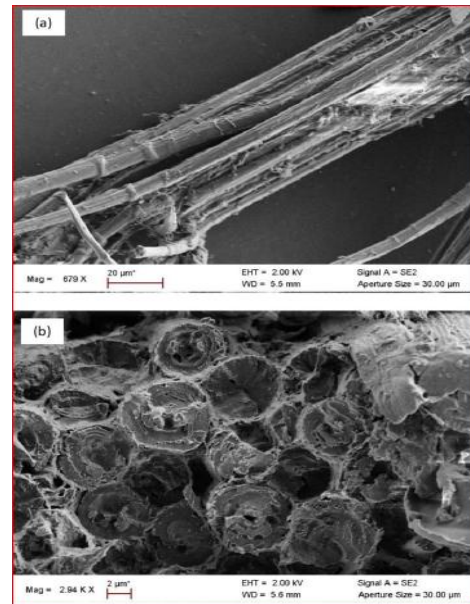


Fig3. Observations SEM des fibres alfa: vue longitudinale (a) et vue en coupe transversale (b). (6)

A.3 Essais de traction sur des fibres d'alfa :

Dans ce travail, les filaments alfa ont été séparés manuellement. Pour simplifier l'analyse, chaque filament a été considéré comme parfaitement cylindrique, de nombreux auteurs travaillant sur des fibres végétales (14-15) utilisent cette hypothèse. Un microscope optique a été utilisé pour mesurer le diamètre apparent des filaments. Le diamètre moyen de chaque filament a été pris à trois régions différentes avec trois mesures pour chaque région.

B. Matrice :

La matrice utilisée dans cette étude est une résine époxy obtenue par un mélange de résine primaire avec le durcisseur « Aradur »; avec un rapport pondéral de 100/34 (Pour 100 g de résine on ajoute 34 g de durcisseur).

B.1 essai de traction de la résine époxy :

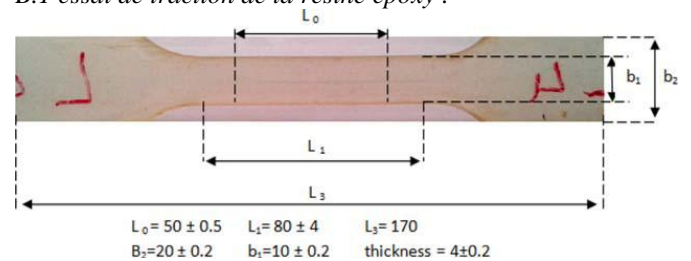


Fig4. Géométrie et dimensions des échantillons d'époxy selon les normes ISO

III. RESULTAT ET DISCUSSION

A. Propriétés mécanique des fibres alfa :

La figure 5 représente la courbe typique contrainte-déformation et l'évolution du module d'Young longitudinal de la fibre alfa.

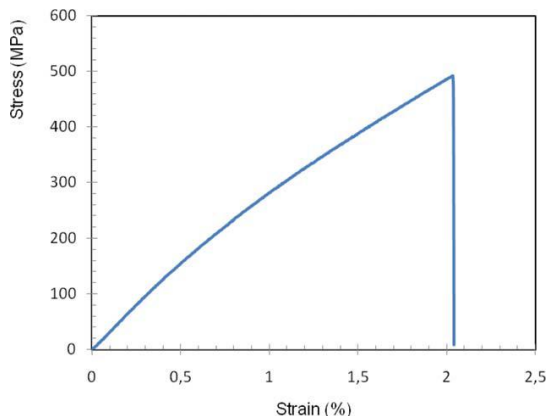


Fig 5 : Courbe typique contrainte-déformation de la fibre alpha [6].
[wileyonlinelibrary.com.]

La figure 6 représente la courbe contrainte déformation et l'évolution du module d'élasticité longitudinal de la fibre alfa. La courbe est obtenue après plusieurs essais de traction longitudinale sur une machine de traction professionnelle « SHIMADZU AUTOGRAPHE AG-X »

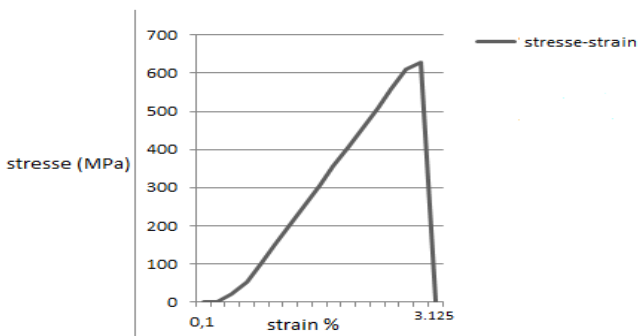


Fig 6 : courbe contrainte -déformation.

La courbe contrainte-déformation montre une région non linéaire au début du chargement, ce comportement peut s'expliquer par le glissement des micros fibrilles le long de leur alignement progressif avec l'axe de la fibre.

Les échantillons testés peuvent être assimilés à des faisceaux de fibres et non à des cellules individuelles. Par conséquent, le comportement à la traction dépend également des interactions à l'intérieur des faisceaux de fibres. Ces interactions sont principalement influencées par le nombre de fibres dans le faisceau testé et par le degré de rouissage local influençant la qualité de la lamelle moyenne et la cohésion entre les fibres.

Le tableau 3 présente les propriétés longitudinales de traction des fibres alfa, le coefficient de Poisson $\nu=0.34$ est tiré de la littérature (6). De ces essais, on a obtenu un module d'Young longitudinal moyen et une résistance à la rupture de 19.777 GPa et 629.31 MPa respectivement. Comme on le voit souvent sur les fibres végétales, une diffusion modérée peut être observée; Les fibres alfa sont des produits naturels et

présentent de nombreux défauts, notamment après l'extraction de la fibre.

Tableau 2. Propriétés longitudinal des fibres Alfa.

| E_L [GPa] | ν | σ_r [MPa] | ϵ_r % |
|-------------|-------|------------------|----------------|
| 19.777 | 0.34 | 629,31 | 3.125 |

Tableau 3. Module d'Young longitudinal et transversal des fibres végétales.

| Fibre | E_L [GPa] | E_T | $\frac{E_L}{E_T}$ | Ref |
|-----------------------|-------------|-------|-------------------|-----|
| Alfa | 19.4 | 3.9 | 5.07 | - |
| Flax | 59 | 8 | 7.38 | 6 |
| Hemp | 44.52 | 4.98 | 8.94 | 16 |
| Sisal | 25.01 | 3.85 | 6.5 | 16 |
| Jute | 39.4 | 5.5 | 7.16 | 17 |
| Bocell (cellulose) | 46.6 | 6.7 | 7.17 | 18 |
| Lyocell A (cellulose) | 31.2 | 4.9 | 6.37 | 18 |

B. Propriétés mécaniques de l'époxy :

La figure 7 présente les courbes d'essai de traction classiques représentatives de cinq échantillons. Le tableau 4 résume les résultats obtenus. Des tests de traction ont confirmé le comportement fragile de la résine époxy.

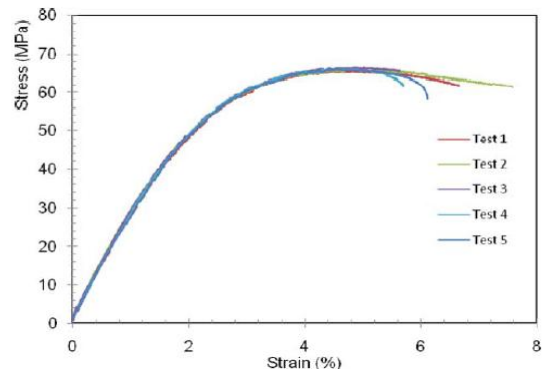


Fig 7 : Essais de traction de résine époxy (Araldite LY 1564 / Aradur 3487).
[wileyonlinelibrary.com.]

Tableau 4. Propriétés de la résine époxy (Araldite LY 1564 / Aradur 3487).
[wileyonlinelibrary.com.]

| Tests | E(GPa) | σ_r (MPa) | ϵ_r |
|----------------------------|--------|------------------|--------------|
| 1 | 2.871 | 66.2 | 6.66 |
| 2 | 2.982 | 62.11 | 5.65 |
| 3 | 3.041 | 61.9 | 5.72 |
| 4 | 3.026 | 62.01 | 7.58 |
| 5 | 3.053 | 60.5 | 6.12 |
| Moyenne | 2.995 | 62.54 | 6.35 |
| déviat standard | 0.074 | 2.15 | 0.8 |

C. Propriétés mécaniques du matériau composite (fibre Alfa /matrice époxy).

Tableau 5. Tableau récapitulatif de propriétés mécaniques de la fibre et de la matrice

| | Module d'Young(GPa) | Coef de poisson | Déformation en % |
|---------------|---------------------|-----------------|------------------|
| Fibre Alfa | 19.4 | 0.34 | 3.125 |
| Matrice époxy | 2.995 | 0.33 | 6.35 |

Le coefficient de poisson de la matrice époxy est extrait de la littérature (19).

Les essais de traction sont réalisés sur le code de calcul par éléments finit Abaqus/standard.



Fig 8.eprouvette de traction après l'essai de traction unidirectionnel.

Nous avons joué sur la fraction volumique de la fibre et de la matrice comme il est montré dans le tableau 6.

Tableau 6. Propriétés mécaniques du matériau composite en fonction de fraction volumique (Vf, Vm)

| | E_1 [GPa] | E_2 [GPa] | E_3 [GPa] | ν_{12} | G_{12} [MPa] | G_{13} [MPa] | G_{23} [MPa] |
|----------|-------------|-------------|-------------|------------|----------------|----------------|----------------|
| 60% F | 12.77 | 6.06 | 6.06 | 0.33 | 981. | 808. | 429.5 |
| 40% M | 7 | 9 | 9 | 6 | 2 | 3 | 2 |
| 70% F | 14.45 | 7.33 | 7.33 | 0.33 | 972. | 972. | 547.0 |
| 30% M | 2 | 5 | 5 | 7 | 32 | 32 | 08 |

Disposition entre les plis. (0°/90°/0°).

Fibre : 60% & Matrice : 40%

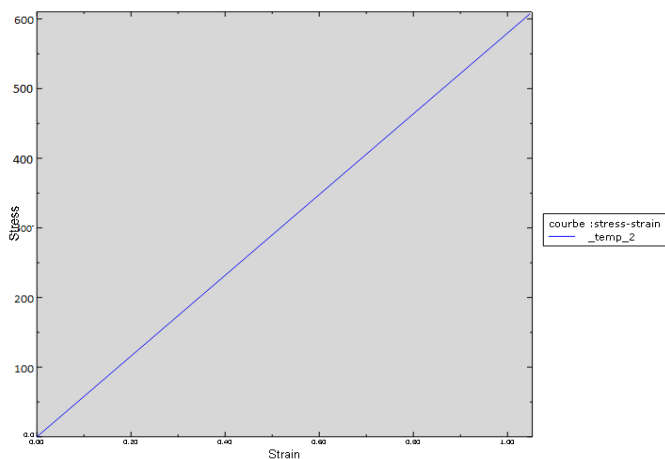


Fig 9 : courbe contrainte-déformation (Abaqus/standard).

Fibre : 70% & Matrice : 30%

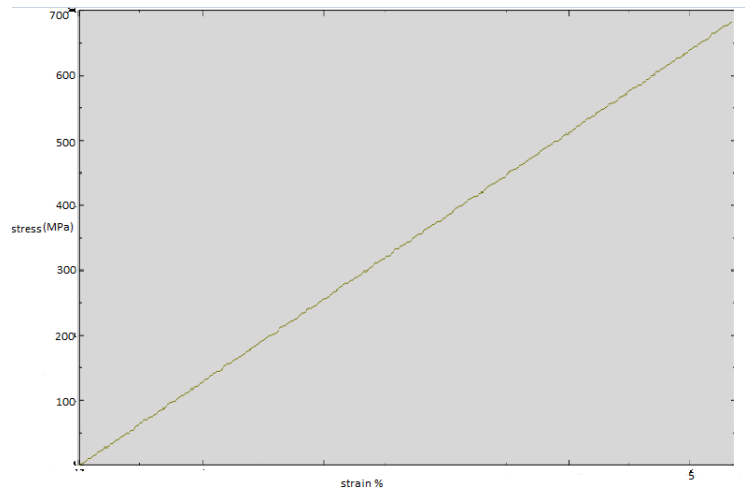


Fig 10 : courbe contrainte-déformation (Abaqus/standard).

IV. CONCLUSIONS

Tout d'abord, une résine polymère thermodurcissable a été caractérisée par des essais de traction. Le module transversal de Young de la fibre végétale alfa qui peut être utilisée pour le renforcement des composites et la rigidité de l'interphase ont été déterminés par des tests de nanoindentation. Les propriétés mécaniques de la fibre alfa (module d'Young longitudinal, résistance ultime et résistance à la rupture) ont été obtenues par des essais de traction. Les deux caractérisations ont montré une forte anisotropie des fibres végétales en utilisant des moyens expérimentaux. Ensuite, les résultats expérimentaux ont été introduits dans un code des calculs par éléments finis abaqus/standard pour estimer l'évolution de la contrainte - déformation dans un composite unidirectionnel renforcé de fibres alfa.

Avec une matrice de polymère, les composites Unidirectionnel renforcés par des fibres de Alfa présentent une résistance à la rupture plus élevée que les composites renforcés de verre ayant la même teneur en fibres. C'est un résultat utile car cette propriété est liée au seuil de dommage des composites multidirectionnels. Les composites étudiés ici ont été renforcés par des faisceaux de fibres, car seul l'Alfa dénudé mécaniquement et peigné a été utilisé. La structure fibreuse peut être considérée comme un composite multicouche renforcé par des fibrilles de cellulose. Les fibres d'Alfa sont fortement anisotropes, leur module d'Young longitudinal moyen est de 19 GPa, le module transverse est estimé à 4 GPa.

REFERENCES

- [1] Georgios Koronis, Arlindo Silva, Mihail FontulS. "Green composites: A review of adequate materials for automotive applications" *Composites: Part B* 44 (2013) 120–127
- [2] Michael P.M. Dicker, Peter F. Duckworth, Anna B. Baker, Guillaume Francois, Mark K. Hazzard, Paul M." Green Composites: A review of material attributes and complementary applications" *Composites: Part A* (2013), doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.10.014>.
- [3] Le Duigou A, Davies P and Baley C. "Environmental impact analysis of the production of flax fibres to be used as composite material reinforcement. *J Biobased*.
- [4] Joshi SV, Drzal LT, Mohanty AK, et al. Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites? *Compos Part A: Appl Sci Manuf*
- [5] A.K. Bledzki, J. Gassan" *Composites reinforced with cellulose based fibres*" *Prog. Polym. Sci.* 24 (1999) 221–274.
- [6] Mokhtar Khaldi, Alexandre Vivet, and Al "Damage analysis of composites reinforced with Alfa fibers: Viscoelastic behavior and debonding at the fiber/matrix interface" *J APPL. POLYM. SCI.* 2016, DOI: 10.1002/APP.43760.
- [7] Montassar Zridal, Herve' Laurent and Gerard Rio "Numerical study of mechanical behaviour of a polypropylene reinforced with Alfa fibres" *Journal of Composite Materials* 2015.
- [8] C. Baley and al "Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase" *Composites: Part A* 33 (2002) 939–948.
- [9] C. Baley and al "Transverse tensile behaviour of unidirectional plies reinforced with flax fibres" *Materials Letters* 60 (2006) 2984–2987.
- [10] F.R. Cichocki Jr.a., J.L. Thomasonb "Thermoelastic anisotropy of a natural fiber" *Composites Science and Technology* 62 (2002) 669–678.
- [11] Alain Bournaud, Christophe Baley « Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling" *Polymer Degradation and Stability* 94 (2009) 297–305
- [12] « L'alfa : Importance écologique et socio-économique », *Portail de l'agriculture marocaine, Terre et Vie*, N°61-62,
- [13] Mohamed Dallel "évaluation du potentiel textile des fibres alfa (*Stipa Tenacissima* L) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil » thèse soutenue le 12 Jul 2013. Université de Haute Alsace.
- [14] Vincent Placet and Al "Nonlinear tensile behaviour of elementary hemp fibres. Part I: Investigation of the possible origins using repeated progressive loading with in situ microscopic observations" *Composites: Part A* 56 (2014) 319–327.
- [15] S. Alixa and Al "Pectinase treatments on technical fibres of flax: Effects on water sorption and mechanical properties" *Carbohydrate Polymers* 87 (2012) 177– 185.
- [16] Christophe Baley and al " Transverse tensile behaviour of unidirectional plies reinforced with flax fibres" *Materials Letters* October 2006, Volume 60, Issue 24, Pages 2984-2987.
- [17] C.Baley "Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase" *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* Volume 33, Issue 7, 1 July 2002, Pages 939-948.
- [18] Cichocki, F. R. Jr; Thomason, J. L. *Compos. Sci. Technol.* 2002, 62,669.
- [19] <http://www.utc.fr/~mecagom4/MECAWEB/EXEMPLE/FICHES/POIAFI.htm>.