

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABBES LAGHROUR
KHENCHELA

FACULTE DES SCIENCES & DE LA
TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE GENIE INDUSTRIEL



جامعة عباس لغرور خنشلة

كلية العلوم والتكنولوجيا

قسم: الهندسة الصناعية

No. Réf. :

Mémoire de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme de Master (LMD)

Option: Génie des Procédés et Environnement

Thème

***Etude de l'absorption d'eau du
biocomposite : fibres de Sisal/PEHD.***

Présenté par : Guessama Soumia & Tagharist khawla

Directeur de Mémoire: Dr. A. MAKHLOUF

Soutenu le : .. / 06 /2022 devant la commission d'examen composée de :

Dr S. BAHLOULI

M.C.B à l'Université de Khenchela

Président

Dr A. MAKHLOUF

M.C.A à l'Université de Khenchela

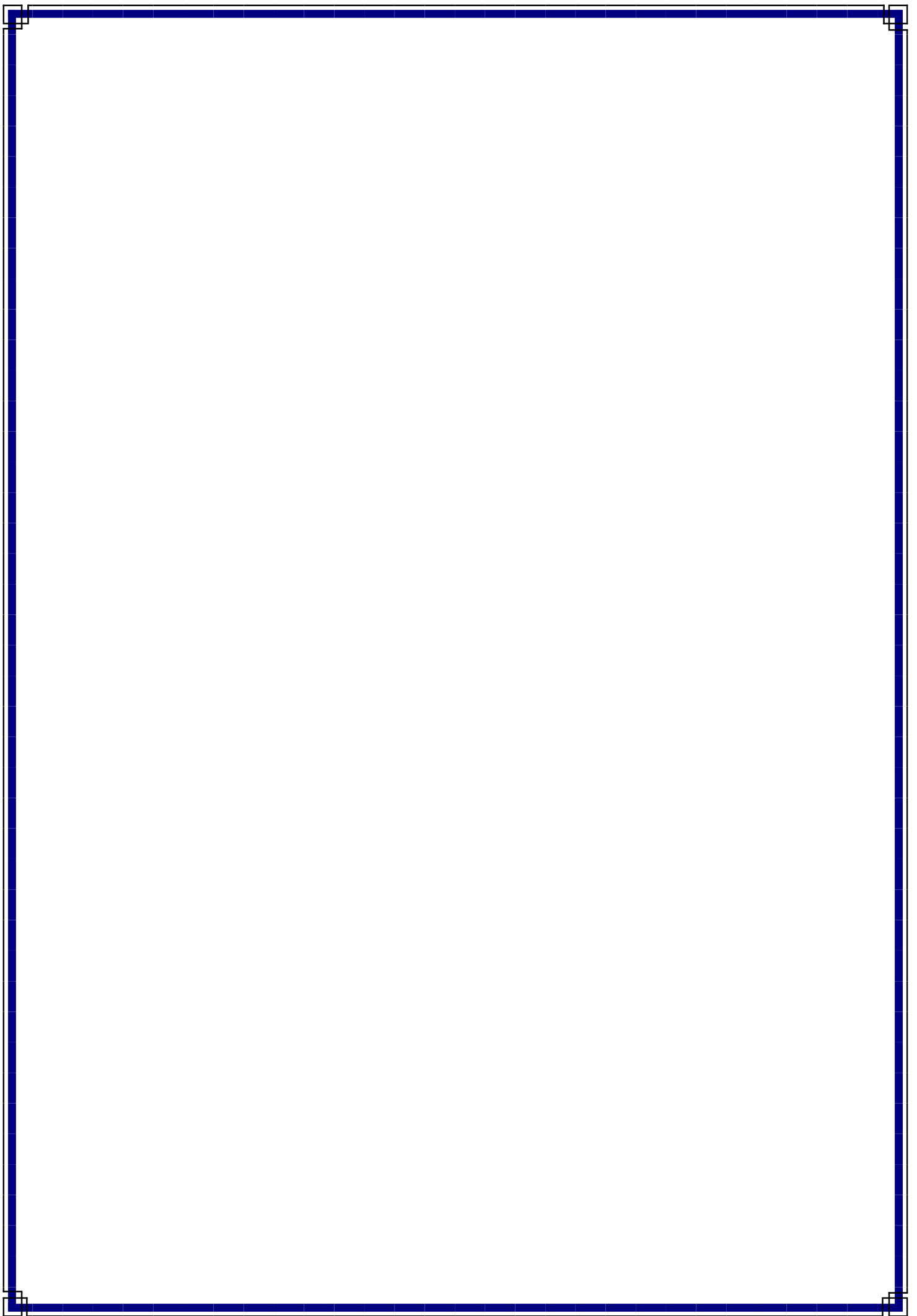
Encadreur

Dr R. KHAL

M.A.A à l'Université de Khenchela

Examinatrice

Promotion : 2021/2022



Remerciement

Avant tout, nous remercions Dieu qui nous a aidés et guidés, qui nous a permis de réaliser ce travail et nous a donné la force de le mener à bien. Nous tenons à remercier le Dr Makhlouf Ezz El-Din en tant que notre superviseur et pour tout son soutien, son aide et ses conseils, pour ces précieux conseils et encouragements lors de la mise en œuvre de notre projet. J'adresse également mes sincères remerciements aux membres du jury qui ont bien voulu examiner et juger notre travail. Enfin, nous remercions nos chers parents pour le soutien moral, financier, psychologique et matériel, et nos amis et collègues pour le temps que nous avons consacré. Ensemble dans le meilleur des temps et dans le pire des temps

Dédicace

A ma mère, mon père Aucune dédicace, aucun mot ne pourrait exprimer à leur juste valeur la gratitude et l'amour que je vous porte. Je vous remercie pour votre soutien et votre encouragement m'ont toujours donné de la force pour persévérer et pour prospérer dans la vie.

à mes chères sœurs : chahra, karima, Ilhem, Kenza, Houda, Hadil,

Aux jeunes pousses : sama, fatima, anoir, abd elmouiz, hanin, yasmine

A l'oiseau de paradis nour elwidjane

A mon fiancé Islam Guessama .

A tous mes amis

proches : Achwak, khawla, Youssra, chahinaze ,kenza , khawla, Salma , Mouna , Nissrine .

A toute la famille guessama A tous ceux qui me sont chers et quej'ai omis de citer.

Soumia

Dédicace

Je dédie ce travail à mes chers père et mère. Merci pour votre soutien et vos encouragements. Vous m'avez toujours donné la force de persévérer et de prospérer dans la vie. J'offre également ce travail en cadeau.

*A mes frères et sœurs ; wail , ayoub , mahdi , chaima ,
nada*

A mon fiancé Abdelaziz

*A tous mes amis proches ; semai, denai , wisal ,
souraya , iman , marwa*

A toute la famille tagharist

À tous les êtres chers que je n'ai pas mentionnés

Louange à Dieu

KHAWLA

Liste des Abréviations

H	Hydrogène	Na ₂ O	Oxyde de sodium
CH ₃	Méthyle	K ₂ O	Oxyde de potassium
Cl	Chlore	1D	Les unidirectionnels
C ₆ H ₅	phényle	SiO ₂	La silice
PVC	Les polychlorures de vinyle	Σr	Résistance à la rupture
PE	Les polyéthylènes	MFA	microfibrillar
PP	Les polypropylènes	PA	le polyamide
PS	les polystyrènes	PC	le polycarbonate
PU	les polyuréthanes	PMMA	le polyméthacrylate
COOH	acide carboxylique	PET	le polyéthylène téréphtalate
C=C	la double liaison	ABS	l'acrylonitrile-butadiène-styrène
SMC	Sheet molding compound	PP	le polypropylène),
RTM	Resin transfer molding	PS	le polystyrène
CMM	Composites matrice métalliques	PEHD	Polyéthylène haute densité
CMC	Composites matrice céramiques	PEBD	Polyéthylène de faible densité
TD :	Thermodurcissable	PEHD	Polyéthylène de haute densité
TP	Thermoplastiques	PEMD	Polyéthylène de moyenne densité
SiO ₂	Silice	PE-UHMW	de masse moléculaire très élevée
Al ₂ O ₃	Alumine	Exp	Exponentiel
CaO	Chaux	Ea	énergie d'activation de la diffusion
MgO	Magnésium	Do	constante (indice de perméabilité)
B ₂ O ₃	Oxyde de BORE	T	température d'essai
F	Fluor	R	constante des gaz
Fe ₂ O ₃		CMO	
TiO ₂	Oxyde de titane	NF EN ISO 1043-	Norme Afnor Editions
D	coefficient de diffusion du milieu	U.V	Ultraviolet visible
C	concentration du solvant au sein du milieu	ASTM (D1037-99, ASTM, 1999)	Standard test méthodes
X	distance à partir du plan central de la plaque, suivant l'épaisseur	RSM	Méthodologie surface response
T	durée de vieillissement	FS	Fibre de sisal
H	épaisseur de la plaque	Sqrt :	racine carrée
A	une aire		
M	La masse		

Liste des figures

Figure I.1 : Classification des architectures macromoléculaires selon Tamolia.	4
Figure I.2 : Représentation schématique d'un monomère (éthylène en blanc, acide acrylique en orange, maléique en jaune)	8
Figure I.3 : polymères linéaires	9
Figure I.4 : Homopolymère ramifié (a) et copolymère ramifié (b)	10
Figure I.5 : polymère réticulé avec ponts di-sulfure reliant deux chaînes.	10
Figure I.6 : Représentation schématique d'un polymère semi-cristallisé	11
Figure II.1 : Différentes familles de matrices	18
Figure II.2 : Boucle de vie d'un thermodurcissable	19
Figure II.3 : Les différents types de renfort de base	22
Figure II.4 : Les différentes formes de présentation de la fibre du verre	23
Figure II.5 : Les constituants d'un composite stratifié	30
Figure II.6 : Composite sandwichs	30
Figure II.7 : Classification des bio composites	33
Figure III.1 : Classification des fibres végétales	42
Figure III.2 : structure d'une fibre libérienne	42
Figure III.3 : Techniques d'extractions des fibres.	44
Figure III.4 : Le sisal	45
Figure III.5 : fibre de sisal	46
Figure III.6 : polyéthylène	48
Figure III.7 : Courbe de diffusion de type Fick	55
Figure III.8 : Courbes schématiques représentatives de quatre catégories de cinétiques d'absorption d'eau non fickienne	58
Figure IV.1 : Résultats d'absorption d'eau du sisal	70
Figure IV.2 : la variation de taux d'absorption en fonction de temps et renforts	71
Figure IV.3 : La Variation de l'interaction d'absorption de l'eau en fonction de temps (h) et Renforts	72
Figure IV.4 : Tous les facteurs a : temps b : renforts	72
Figure IV.5 : la variation de le taux d'absorption en fonction de temps	73
Figure IV.6 : la Perturbation d'absorption de l'eau en fonction d'écart de référence point	73
Figure IV.7 : Diagramme normal du résidu	74
Figure IV.8 : résiduel vs course	74
Figure IV.9 : Optimisation par RSM	78
Figure IV.10 : Désirabilité	79

Liste des Tableaux

Tab. II.1 : Principales propriétés des matrices Thermodurcissables Et Thermoplastiques	19
Tab. II.2 : Les différents types de verre	25
Tab. II.3 : Les Avantages Et les inconvénients de ces fibres	25
Tab. II.4 : Les avantages et Les inconvénients des fibres de carbone	26
Tab. II.5 : Les Avantages et les inconvénients des fibres d'aramides.	26
Tab. II.6 : Propriétés mécaniques des fibres.	29
Tab. III.1 : Classification des fibres naturelle	41
Tab. III .2 : Composition chimique de quelques fibres végétales.	43
Tab.IV.1 : Résultats de l'absorption des échantillons en fonction du temps	67
Tab .IV.2: Les resultants	69
Tab .IV.3 : Réponse 1: Absorption d'eau	74
Tab .IV.4 : Composants d'écart	75
Tab .IV.5 : Statistiques d'ajustement	75
Tab .IV.6 : Coefficients en termes de facteurs codés	75
Tab .IV.7 : Statistiques d'ajustement	76
Tab .IV.8 : Composants d'écart	76
Tab .IV.9 : Solutions	79
Tab .IV.10 : Optimisation de la réponse basée sur RSM.	79

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	1
<u>Chapitre I : Les Polymères.....</u>	
I .1 Introduction.....	1
I.2 Définition d'un polymère.....	3
I.3 Différentes classes de polymères.....	3
I.3.1 Classification selon l'origine.....	3
I.3.2 Classification selon l'architecture.....	3
I.3.3 Classification selon la structure chimique.....	5
I.3.4 Classification selon le comportement thermique.....	5
I.4 Applications des polymères.....	6
I.5 Réactions de polymérisation.....	7
I.5.1 Réaction de polycondensation:(Step Growth Polymerization).....	7
I.5.2 La polymérisation en chaîne (Chain polymerization).....	7
I.6 Représentation schématique de la polymérisation.....	8
I.7 Structure des polymères.....	9
I.7 .1 polymères linéaires	9
I.7.2 polymères ramifiés.....	10
I.7.3 polymères réticulés.....	10
I.7.4 polymères amorphes et polymères cristallisés.....	10
I.8 structures et propriétés.....	11
I.8.1 Polymères thermoplastiques thermourcissables.....	12
Conclusion.....	12
<u>Chapitre II :Les matériaux composites.....</u>	
II .1 Introduction.....	16
II.2 Définition d'un matériau composite.....	16
II.3 Types de matériaux composites.....	17
II.3.1 Grande diffusion.....	17
II.3.2 Hautes performances.....	17
II.4 Constituants des matériaux composites.....	17
II.4.1 La matrice.....	17

II.4.1 Les matrices organiques.....	18
II.4.1.1 Les résines thermodurcissables.....	18
II.4.1.2 Les résines thermoplastiques.....	19
II.4.2 Les matrices naturelles.....	19
II.4.2.1 Résines époxydes.....	19
II.4.2.2 Phénoplastes ou phénols-formols.....	20
II.4.2.3 Les résines thermostables.....	20
II.4.3. Les matrices métalliques.....	20
II.4.4. Les matrices carbonées.....	20
II.4.5. Les matrices céramiques.....	20
II.4.6 Préparation des matrices Les résines TD.....	21
II.4.7 Les additifs.....	21
II.5.1. Les renforts.....	21
II.5.1.1. Différents types de renfort.....	22
II.5.1.2. Différentes natures de renfort.....	22
II.5.2 Les fibres.....	22
II.5.2.1. La forme linéique.....	23
II.5.2.2 Formes surfaciques.....	24
II.5.2.3 Forme multidirectionnelle.....	24
II.5.3 Les principales fibres.....	25
II.5.3.1 Les fibres de verre.....	25
II.5.3.2 Les fibres de carbone.....	26
II.5.3.3 Fibre d'aramide.....	26
II.5.3.4 Fibre de bore.....	27
II.5.3.5 Fibre de silice.....	27
II.5.4 Architecture des fibres.....	27
II.5.5 Les charges.....	27
II.5.5.1 Les charges organiques.....	28
II.5.5.2 Les charges minérales.....	28
II.5.6 Oxydes et hydrates métalliques.....	28
II.5.7 Le verre.....	28

II.5.8 Le rôle des charges et des renforts.....	28
II.5.8.1. Principales caractéristiques mécaniques des fibres de base.....	29
II.6 Structure du composite.....	29
II.6.1 Les monocouches.....	29
II.6.2 Les stratifiées.....	29
II.6.3 Les sandwichs.....	30
I.7. Classification des matériaux composites.....	31
II.7.1. Classification suivant la forme des constituants.....	31
II.7.2. Classification suivant la nature des constituants.....	31
II .8 Bio composite.....	32
II.8.1 Classification des biocomposites.....	32
II.8.2 Propriétés et applications des biocomposites.....	33
II.8 .3Propriétés.....	33
II.8.4Applications.....	34
II.9. Caractéristiques générales des matériaux composites.....	35
Conclusion.....	35
<u>Chapitre III : L'absorption de l' eau(l'humidité) par les biocomposites.....</u>	
III. 1Introduction.....	40
III.2Les composites de travail.....	40
III.2.1 Présentation des fibres naturelles.....	40
III.2.2. Les fibres végétales.....	41
III .2.2.1 Morphologie des fibres végétales.....	42
III.2 .2.2. Composition chimique des fibres végétales.....	43
III .2.2.3 Avantages et Inconvénients des fibres végétales.....	43
III .2.2.4 Méthodes d'extraction des fibres végétales.....	44
III .2.2.5 Mise en œuvre des composites renforcés de fibres végétales.....	44
III .3.1 La fibre de sisal.....	45
III .3.1.1 La plante.....	45
III .3.1.2 Les fibres de sisal.....	45
III .3.1.3 Avantages de fibre sisal pour l'environnement.....	46
III .4.1 L'absorption de l'eau par les polymères.....	46
III .4.2 Mécanisme d'absorption d'eau par les polymères.....	47
III .4.3 Matrice :Polyéthylène haute densité	48

III .4.3.1 Origine de la fabrication du PEHD.....	49
III.4.3.2 Les cas d’usage du PEHD dans l’industrie.....	49
III.4.3.3 Les avantages et les inconvénients à l’utilisation du PEHD sur les chantiers industriels	50
III.4.3.4 Les inconvénients de l’utilisation du polyéthylène haute densité sur un chantier.....	51
III.5Méthode d’absorption l’eau.....	52
III.5.1 Tests d’absorption d’eau.....	52
III.5.2 Cinétique et mécanisme d’absorption d’eau par les composites.....	53
III.5.2.1 Diffusion fickienne.....	53
III.5.2.1.1 Diffusion dans une plaque mince.....	54
III.5.2.2 Diffusion non fickienne.....	57
III.5.3 Effets des paramètres environnementaux et structuraux du composite.....	58
Conclusion	59
<u>Chapitre IV :Résultats et discussions</u>	
IV.1 Introduction	66
VI .2 Partie expérimentale.....	66
IV .3 Statistiques de comparaison de modèles.....	75
IV .3.1 Équation finale en termes de facteurs codés.....	75
IV .3 .2 Équation finale en termes de facteurs réels.....	76
IV .4 Optimisation par RSM.....	77
Conclusion	80
CONCLUSION GENERALE	88

Introduction générale

Introduction Générale

Le développement du monde moderne nécessite le développement de technologies modernes, utilisant des matériaux à hautes performances. De nos jours, les matériaux composites sont devenus une alternative incontournable aux matériaux traditionnels, grâce aux avantages qu'ils offrent.

Une grande partie des polymères sont connus par leur nature hydrophobe, c'est-à-dire qu'ils n'ont pas d'affinité pour l'eau et donc n'absorbent ou presque pas de l'eau quand ils sont en contact, mais il existe d'autres polymères qui ont le caractère hydrophile et même hydrosoluble et chaque type trouve ses applications dans notre vie quotidienne. Les composites à matrice polymère se différencient des polymères seuls quand ils sont exposés à l'eau ou à l'humidité, du fait qu'un composite peut être constitué d'une matrice hydrophobe et d'une charge hydrophile ou vis-versa.

L'absorption de l'eau par les polymères et les composites à matrice polymère est un phénomène très important. La présence de la molécule d'eau à la surface ou dans l'architecture de ces matériaux affecte largement leurs propriétés de résistance au vieillissement à court et à long termes et accélère le phénomène de dégradation et de détérioration du matériau.

Le mécanisme de l'absorption de l'eau par les matériaux polymères et composites est un mécanisme très complexe car plusieurs paramètres sont mis en jeu à savoir la nature de la matrice, la nature du renfort ou de la charge, la morphologie...etc.

La fibre naturelle est un type de sources renouvelables et une nouvelle génération de renforts et de suppléments pour les matériaux à base de polymères. Le développement de matériaux composites à base de fibres naturelles ou de composites écologiques a récemment été un sujet brûlant en raison de la sensibilisation mondiale croissante à l'environnement. Les fibres naturelles sont des matériaux qui peuvent remplacer les matériaux synthétiques et ses produits connexes pour les applications avec moins de poids et d'économie d'énergie. Le développement des composites renforcés de fibres naturelles a été l'une des réalisations remarquables dans le domaine de la science des matériaux au cours du siècle dernier. [1]

Dans nos recherches, nous nous sommes concentrés sur les fibres de sisal, qui sont les fibres les plus importantes dans le domaine industriel en raison de leur utilisation fréquente. Nous avons étudié l'importance des fibres de sisal dans l'absorption d'eau

avec le polymère, nous avons choisi le polyéthylène haute densité en raison de ses propriétés vis-à-vis de l'eau.

Le manuscrit est comme suit:

Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur les polymères et leurs classes, on donne les applications des polymères et finalement les structures et la représentation schématique de la polymérisation.

Dans le deuxième chapitre nous apportons une connaissance des matériaux composites, puis nous présentons les différents constituants des composites ainsi que les applications et les caractéristiques générales des matériaux composites.

Dans le chapitre III, nous avons présenté les composés de travail qui sont les fibres de sisal et le PEHD et le mécanisme d'absorption d'eau par les polymères en première partie et la seconde partie de ce chapitre est consacrée à présenter la méthode d'absorption d'eau, la cinétique et le mécanisme d'absorption d'eau par des composés.

Les résultats obtenus dans ce travail sont présentés dans le quatrième chapitre en utilisant le logiciel statistique Design Expert 13.

Chapitre I:

Les polymères

I.1 Introduction

Les matériaux polymères sont généralement utilisés pour leurs propriétés mécaniques particulières et leur aptitude à être mis en œuvre. Ces qualités sont étroitement liées à leur structure et il est possible, à partir d'une structure moléculaire donnée, d'imaginer la morphologie qui en découle et les propriétés qui s'y rattachent. Ce chapitre a pour objet une présentation des principales générales sur les polymères, et en particulier le polystyrène.

I.2 Définition d'un polymère

Un polymère est une macromolécule formée de l'enchaînement covalent d'un très grand nombre d'unités de répétition qui dérivent d'un ou de plusieurs monomères (qui sont également appelés motifs) et préparée à partir de molécules appelées monomères. La figure (I-1) montre un exemple d'un polymère vinylique, l'un des plus importantes classes des polymères industrielles. Dans l'unité de répétition, X est l'un des unités monofonctionnelles comme H, CH₃, Cl, et C₆H₅ (phényle). [1]

I.3 Différentes classes de polymères

Plusieurs classifications des composés macromoléculaires peuvent être proposées selon qu'on choisit l'origine, le type d'architecture, la structure chimique des motifs ou le types de polymérisation, comme base de la classification.

I.3.1 Classification selon l'origine

Les polymères classés selon l'origine peuvent être: des polymères naturels : ce sont des composés organiques formant la matière vivante, comme les protéines, les acides nucléiques, la cellulose, la chitine... des polymères obtenus par modification chimique d'un polymère naturel.

- exemple: méthylcellulose. Des polymères synthétiques: ce sont les matières plastiques, les élastomères, les fibres, les adhésifs. [2]

I.3.2 Classification selon l'architecture

Selon Tomalia [3,4], les architectures macromoléculaires peuvent être divisées en quatre grandes familles : les polymères linéaires, ramifiés, réticulés et plus récemment, les polymères dendritiques.

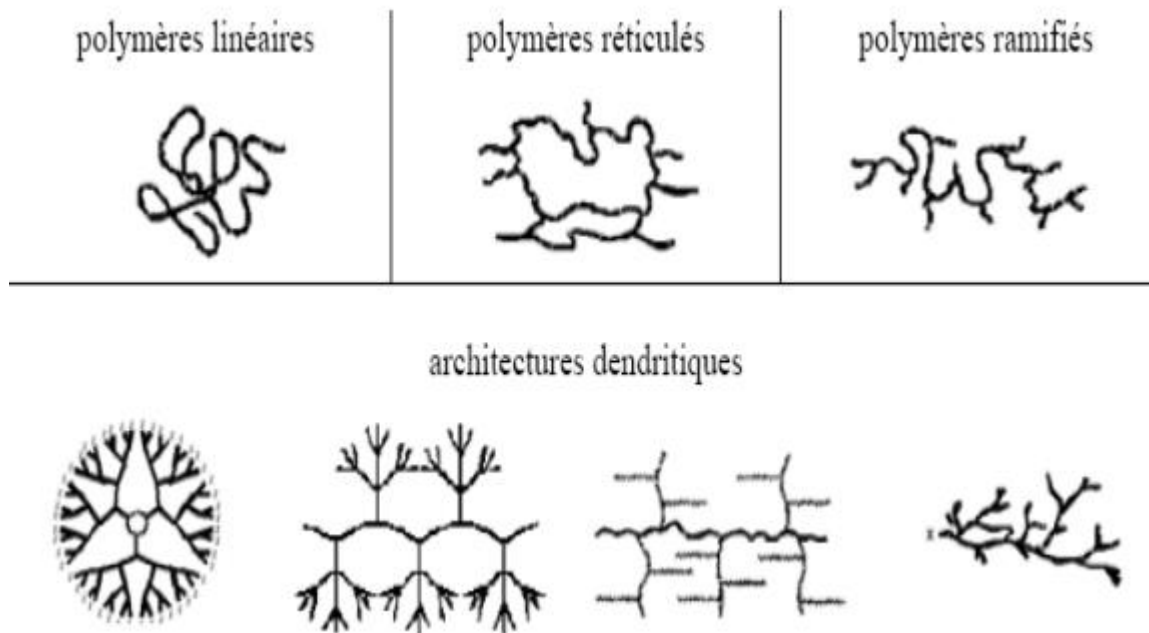


Figure I.1 : Classification des architectures macromoléculaires selon Tamolia.

-Les polymères d'architecture linéaire

Sont essentiellement obtenus par des techniques de polymérisation en chaîne (« vivante », depuis de nombreuses années, ou radicalaire contrôlée, plus récemment) ou des réactions de polymérisation par étapes ou polycondensation (entre monomères strictement di fonctionnels).

-Les architectures ramifiées

Découlent de réactions de transfert de chaîne, ou bien sont générées par des réactions de greffage. Dans tous les cas, ces architectures linéaires ou ramifiées définissent le domaine des thermoplastiques. Le Nylon, le Plexiglas (polymères linéaires), dont la production a débuté dans les années 1930, ou bien le polyéthylène basse densité (polymère branché), produit à partir des années 1960, sont des exemples de thermoplastiques.

-L'introduction de liaisons covalentes entre chaînes de polymères linéaires ou ramifiés aboutit à la troisième famille, les polymères réticulés ou « crosslinked polymers ». Paul Flory a étudié le premier ces nouvelles architectures dès le début des années 1940. Elles définissent aujourd'hui le domaine communément appelé des thermodurcissables. Les résines époxy et les caoutchoucs sont des exemples de systèmes polymères réticulés.

-Les systèmes dendritiques constituent la quatrième famille d'architecture macromoléculaire. C'est Paul Florey en 1953 qui a le premier évoqué la possibilité de synthétiser des dendrimères à partir de monomères multifonctionnels, dans son célèbre livre "Principales of Polymer Chemistry" [5]. Mais ce n'est qu'à la fin des années 1970 que Vögtle [6] a décrit la première synthèse de dendrimères (qu'il a appelé « arborols »), suivi par Tomalia [7] et Newkome [8].

I.3.3 Classification selon la structure chimique

La structure chimique des motifs permet une classification des composés macromoléculaires en homopolymères et copolymères.

a- Les homopolymères

Sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité, ces homopolymères sont des longues chaînes formées par la répétition d'un monomère, leurs propriétés mécaniques, écoulement à l'état fondu, optique, sont dues à la structure chimique des monomères et à la longueur des chaînes.[9] Il existe au sein des homopolymères différentes familles, on trouve: les homopolymères linéaires, branchés et étoilés.

b- Les copolymères

Sont des polymères qui possèdent plusieurs unités, comme pour les homopolymères, les copolymères peuvent se classer dans différentes familles, citons: le mode statistique, alterné, séquencé et greffé.

I.3.4 Classification selon le comportement thermique

Les polymères sont souvent classés d'après leurs propriétés thermodynamiques en trois types:

a- Les thermoplastiques

Ramollissent sous l'effet de la chaleur, ils deviennent souples, malléables et durcissent à nouveau quand on les refroidit, ces matériaux conservent leurs propriétés et ils sont facilement recyclables. Leurs polymères de base sont constitués par des macromolécules linéaires reliées par des liaisons faibles qui peuvent être rompues sous l'effet de la chaleur ou de fortes contraintes, elles peuvent alors glisser les unes par rapport aux autres pour prendre une forme différente et quand la matière refroidit, les liaisons se reforment et les thermoplastiques gardent leurs nouvelles formes. [10]

b- Les thermodurcissables

Les matières thermodurcissables sont les produits dont la transformation conduit, par une réaction chimique, à des composés macromoléculaires tridimensionnels qui sont des matières thermo durcies ou thermo rigides. Dans ce cas les chaînes de départ sont beaucoup plus courtes et plus réactives, ces chaînes vont se lier ensemble chimiquement, cette réaction conduit à des liens chimiques rigides et met en jeu toutes les molécules présentes pour former un réseau tridimensionnel. [11]

c -Les élastomères

Ces polymères présentent les mêmes qualités élastiques que le caoutchouc, un élastomère au repos est constitué de longues chaînes moléculaires repliées sur elles mêmes, sous l'action d'une contrainte, les molécules peuvent glisser les unes par rapport aux autres et se déformer. [12]

I.4 Applications des polymères

Les polymères sont devenus l'élément essentiel d'un nombre très important d'objets usuels et courants, dans lesquels, ils ont souvent remplacé les substances naturelles. Les cinq familles les plus utilisées sont:

- Les polychlorures de vinyle (PVC) utilisés comme pièces rigides, tuyauterie, films d'étanchéité
- Les polyéthylènes (PE) utilisés comme emballages transparents, pièces rigides
- Les polypropylènes (PP) et les polystyrènes (PS): pièces rigides, fibres
- Les polyesters saturés: cosmétiques, revêtements de surface, peintures vernis, plastifiants pour autres polymères; et les polyesters insaturés: films, fibres textiles, matériaux composites
- les polyuréthanes (PU).

Citons également les élastomères, qui proviennent pour certains de ces différentes familles et ou du caoutchouc naturel, et dont la principale utilisation se trouve dans le domaine des pneumatiques.

Il existe également des polymères spécialement «dessinés» pour des applications plus particulières. Parmi ceux-ci, on retrouve les grandes familles déjà citées, mais aussi les polymères fluorés comme le Téflon ou les polymères minéraux comme les silicones

I.5 Réactions de polymérisation

Selon le comportement cinétique et le mécanisme de la réaction qui conduit à la formation des composés macromoléculaires, on distingue deux types principaux de réaction de polymérisation; la polycondensation et la polymérisation en chaîne. La polymérisation est par définition la réaction chimique ou le procédé permettant la synthèse d'un polymère à partir de monomères, et le produit obtenu est un polymère synthétique. [13]

Les réactions de polymérisation permettent notamment de transformer un mélange liquide, plus ou moins visqueux en un matériau solide dont le taux de réticulation dépend notamment de la fonctionnalité des monomères employés [14 ,15].

I.5.1 Réaction de polycondensation:(Stp Growth Polymerization)

La polycondensation est une réaction chimique entre molécules de base possédant des groupements fonctionnels différents, cette réaction mène à l'élaboration des macromolécules nommés polycondensats. [16]

Au cours de la polycondensation, les monomères s'associent avec élimination simultanée d'atomes ou de groupes d'atomes. Les polyamides, les polyesters et certains polyuréthanes sont des exemples typiques de polymères obtenus par polycondensation. Dans ce cas les réactions qui démarrent la polymérisation, appelées réactions d'initiation, sont de type ionique. Par un choix judicieux du groupement ionique initiateur, on peut dans certains cas obtenir une réaction stéréospécifique, c'est-à-dire que la disposition des monomères dans le polymère n'est pas aléatoire, mais au contraire orientée.

I.5.2 La polymérisation en chaîne (Chain polymerization)

Dans la polymérisation en chaîne, les monomères s'associent sans réaction d'élimination simultanée. C'est le procédé le plus utilisé dans l'industrie: le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène, l'alcool polyvinylique et le polytétrafluoroéthylène (Téflon) sont des exemples de polymères obtenus par polymérisation en chaîne. Cette polymérisation comporte les étapes suivantes:

- L'amorçage : c'est la formation des centres actifs à partir du monomère
- La propagation : croissance des chaînes de polymère par additions successives,
- La terminaison : destruction du centre actif et interruption de la croissance des chaînes.

La polymérisation peut être radicalaire, cationique ou anionique selon la nature de l'espèce active ou la polymérisation par transfert de groupe.[16]

I.6 Représentation schématique de la polymérisation

La chimie macromoléculaire peut se représenter de façon stylisée et schématique sous la forme d'un jeu de construction en deux ou trois dimensions où les macromolécules en présence sont représentées sous la forme de billes reliées les unes aux autres. Chacune des billes peut être liée à deux ou quatre autres, suivant sa constitution. Celles-ci possèdent des propriétés physico-chimiques intrinsèques pouvant également être schématisées. La bille peut être simple ou plus complexe en fonction de ses propriétés propres. Des groupements chimiques fonctionnels peuvent être représentés par de petits bras attachés sur la bille monomère et leur fonction spécifique peut être, elle aussi, représentée. Par exemple, un groupement fonctionnel acide sera représenté par un bras portant un signe négatif (-) à son extrémité.

La liaison covalente fonctionnelle du monomère est elle aussi schématisée dans la bille du monomère. Sur la figure 2 où est représenté l'acide acrylique, la bille représente le squelette carboné, le bras représente le groupement fonctionnel acide carboxylique (-COOH) capable d'être ionisé en présence d'eau. La double liaison réactive est représentée par le symbole = dans la bille. D'autres monomères plus complexes peuvent être représentés de la même façon. La chimie macromoléculaire des polymères en odontologie cosmétique fait appel à la polymérisation en chaîne et plus particulièrement à la polymérisation radicalaire où la croissance du polymère a lieu par addition des molécules de monomère en fin de chaîne. [17]

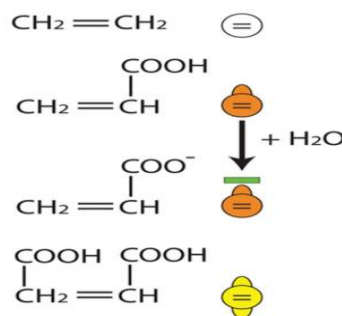


Figure I.2 : Représentation schématique d'un monomère (éthylène en blanc, acide acrylique en orange, maléique en jaune)

I.7 Structure des polymères

Les polymères peuvent présenter des architectures extrêmement variables. Ils peuvent être linéaires, ramifiés ou réticulés. Le plus souvent, ils sont amorphes, parfois ils peuvent être, au moins partiellement, cristallisés.

I.7.1 Polymère linéaires

Les polymères linéaires sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons secondaires qui assurent la stabilité du polymère. Ces liaisons secondaires sont des liaisons ou ponts hydrogène ou des liaisons de Van der Waals. Lorsque ces liaisons existent, le matériau devient rigide et présente un comportement de solide.

Si la température s'élève, l'agitation moléculaire qui en résulte va rompre progressivement ces liaisons secondaires. Le matériau va pouvoir s'écouler sous son propre poids : il présente alors le comportement d'un liquide visqueux.

La température à laquelle se produit cette évolution s'appelle **la température de transition vitreuse**. La transition vitreuse correspond à l'apparition de mouvements de longs segments de chaîne et marque le passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique. La figure 3 donne différents exemples de polymères linéaires.

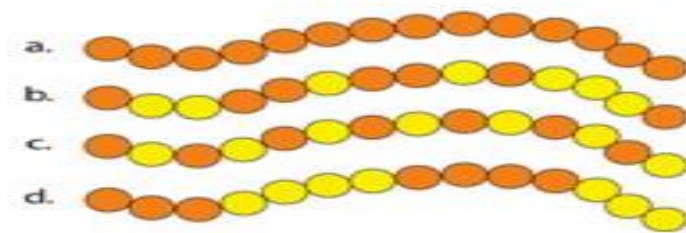


Figure I.3 : polymères linéaires

(a.: homopolymère, b. : copolymère statistique, c. : copolymère alterné, d. : copolymère séquencé)

Les propriétés mécaniques des copolymères varient en fonction du type et de la disposition des monomères. Les rotations de la chaîne sont facilitées ou au contraire rendues plus difficiles en fonction de la nature, de la disposition et de l'encombrement de chacun des monomères.

I.7.2 Polymères Ramifiés

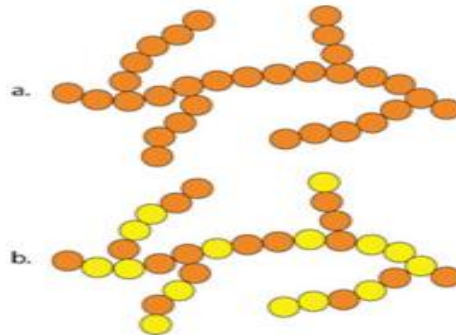


Figure I.4 : Homopolymère ramifié (a) et copolymère ramifié (b)

I.6.3 Polymères réticulés

La réticulation correspond à la formation de liaisons chimiques suivant les différentes directions de l'espace au cours d'une polymérisation, d'une polycondensation ou d'une polyaddition, et qui conduit à la formation d'un réseau.

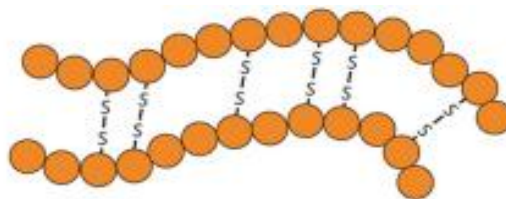


Figure I.5 : polymère réticulé avec ponts di-sulfure reliant deux chaînes.

I.7.4 Polymères amorphes et polymères cristallisés

Les chaînes macromoléculaires peuvent être organisées de façon aléatoire dans l'espace et constituer ainsi une phase amorphe. La phase amorphe est, en théorie équivalente à un liquide « figé », sans ordre moléculaire à grande distance. Il existe néanmoins des orientations macromoléculaires préférentielles. Elles peuvent être rangées régulièrement avec la constitution d'un ordre responsable d'une propriété caractéristique de l'état cristallin : l'aptitude du matériau à diffracter les rayons X selon des angles définis. Ces structures peuvent aussi être objectivables en lumière polarisée.

Dans un polymère, les deux états ordonnés et désordonnés peuvent exister dans un même matériau qui est alors de nature semi-cristalline. [18]

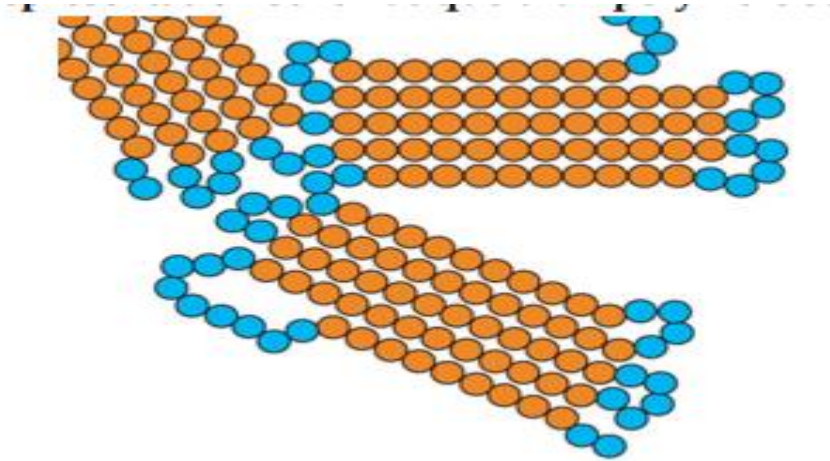


Figure I.6 : Représentation schématique d'un polymère semi-cristallisé

I.8 Structures et Propriétés des polymères

Les polymères présentent des caractéristiques mécaniques propres. Ils présentent un comportement vitreux lorsqu'ils sont amorphes, des caractéristiques de fibres lorsqu'ils sont cristallisés mais également un comportement visco-élastique. Ces différents états dépendent principalement de la nature chimique du polymère et de la température. La nature chimique des macromolécules est liée à leur origine qui est soit naturelle, soit synthétique.

Leur structure, leur masse moléculaire, leur caractère linéaire ramifié ou non, réticulé ou non déterminent fortement leurs propriétés physico-chimiques. Le paradoxe des macromolécules est que des chaînes très différentes par leur composition chimique peuvent avoir des propriétés physiques analogues. Certains polyesters ou silicones présentent des propriétés viscoélastiques analogues à certains hydrocarbures insaturés. À l'inverse, des polymères à chaînes chimiquement identiques peuvent avoir des propriétés physiques totalement différentes. Un même composé peut être hautement élastique ou complètement amorphe en fonction de la température et de l'arrangement macromoléculaire.

II.8.1 Polymères thermoplastique et thermodurcissables

Dans le cadre des résines constituées de macromolécules pour réaliser des matières plastiques, deux types de comportement très différents sont décrits en fonction de la nature et de la structure des polymères les constituant :

- **Une Résine thermoplastique** est constituée de chaînes linéaires ou ramifiées à liaisons covalentes. Ces chaînes sont liées entre elles par des liaisons faibles de type Van der Waals et hydrogène par exemple. Les thermoplastiques peuvent être dissous dans certains solvants et se ramollissent à la chaleur d'où le terme « thermoplastique ».

- **Une Résine thermodurcissable** est constituée de chaînes linéaires réticulées entre elles. Les chaînes sont liées dans l'espace par des liaisons fortes de type covalent. Nous sommes donc en présence d'un réseau tridimensionnel insoluble et infusible. [19]

Conclusion

Les polymères représentent une branche de la chimie à part entière car avec des molécules dont la chimie est proche (les dérivés vinyliques avec la double liaison C=C), on obtient des polymères avec des propriétés physico-chimiques très différentes. Les uns sont des thermoplastiques solubles ou non dans l'eau, les autres des thermo durs insolubles et infusibles. C'est la connaissance des mécanismes de « prise » et de la chimie des polymères des matériaux polymères, d'une façon simple et schématique, qui permet aux praticiens de discuter avec les fabricants et de choisir au mieux le matériau adapté à chaque cas tout en connaissant leurs limites et les précautions à prendre pour optimiser le résultat.

Références :

- [1] I. Teraoka, Polymer Solutions, An introduction to physical properties, Ed. Polytechnic University Brooklyn, New York, (2002).
- [2]"Polymère" Microsoft ® Encarta ® 2007. [CD].Microsoft Corporation.
- [3] F. Moingeon ; Thèse de Doctorat ; option chimie; Université Louis Pasteur Strasbourg I, (2006).
- [4] D.A. Tomalia, J. M .J. Fréchet. Dendrimers and other Dendritic Polymers; Wiley, New York, (2001).
- [5] P.J. Flory. Principles of Polymer Chemistry; Ithaca, NY: Cornell University Press, (1953).
- [6] Buhleier, E., Wehner, W., Vögtle, F., Synthesis (1978), 155.
- [7] Tomalia, D. A., Baker, H., Dewald, J., Hall, M., Kallos, G., Martin, S., Roeck, J., Ryder, J., Smith, P., Polym. J. (1985), 17, 117.
- [8] G.R. Newkome, Z.Q. Yao, Baker, V.K.G. Gupta. J. Org. Chem. 1985, 50,(2003) .
- [9] S. Jouenne, Thèse de Doctorat ; option chimie et physicochimie des polymères; Université Pierre et Marie Curie, (2005).
- [10] "Différents types de matières plastiques" [http// : cap-sciences.net/upload/differents_plastiques](http://cap-sciences.net/upload/differents_plastiques).
- [11] " Aucun titre de diapositive " [http://:www.civil.usherbrooke.ca/cours/gci116/notes_cours/5.2polymères.pp6](http://www.civil.usherbrooke.ca/cours/gci116/notes_cours/5.2polymères.pp6).
- [12] M. Fontanille, P. Vairon ; Polymérisation; Techniques de l'ingénieur, Traité plastiques et composites; (A3 040).
- [13] M. Medkour, Polymères: synthèse macromoléculaire; offices des publications universitaires (année).
- [14] D.J. Loughnot, Techniques d'utilisation des photons, chap.5, collection Electra. Dopee, 85, Paris, 245, (1992).
- [15] C. Roffey, Photo degradation of reactive species for UV-curing, John Wileng, Chichester 1, 997.

[16] C. Decker , Progr. Polym. Sci., 21, 593,(1996).

[17] R. Deterre, Froyer G. : Introduction aux matériaux et polymères. Technique et documentations, 1997, Paris

[18] J. Kenneth , Anusavice : Phillip's Science of Dental Materials, Saunders Elsevier Science USA

[19] R Ogolnik., Picard B. : Les composites. Encycl. Med. Chir. (Paris-France), Odontologie. 23065 E10 , 9-1988, 12p.

Chapitre II:

Les matériaux composites

II.1 Introduction

Les matériaux composites connaissent un essor considérable dans de nombreux Secteurs d'activités. Cet essor s'explique par la nécessité de répondre à la fois à l'allègement des pièces, à la résistance, à la corrosion et à la tenue mécanique et à la résistance thermique. Malheureusement, ces matériaux présentent parfois quelques anomalies internes qui ne sont pas forcément visibles en surface. Les matériaux composites disposent d'outils importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, maintenance réduite, liberté de formes. L'utilisation de ces matériaux implique des choix restreints conditionnés par les caractéristiques des différents éléments constituant le matériau choisi (résines, fibres, interface, additifs,...) ainsi le procédé de sa mise en œuvre. La connaissance des caractéristiques de chacun des composants permet, par la sommation de leurs performances (physique, chimique, mécanique, ...etc.), de définir celles du produit final.[1]

II.2 Définition d'un matériau composite

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux. On appelle de façon courante « matériaux composites » des arrangements de fibres qui sont noyées dans une matrice. La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres, elle permet également de transmettre les sollicitations auxquelles sont soumises les pièces [2].

Le principal intérêt de l'utilisation des matériaux composites provient de ses excellentes caractéristiques. Ils disposent d'outils importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels :

- légèreté.
- grande résistance à la fatigue.
- liberté de formes.
- maintenance réduite.
- faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion (Carbone).
- insensibles aux produits chimiques sauf les décapants de peinture qui attaquent les résines.
- Une bonne isolation électrique.

Leur faible taux d'utilisation vient de leur coût.

II.3 Types de matériaux composites

Chapitre II : Les matériaux composites

On distingue deux types de composites: les composites grandes diffusions et les composites hautes performances.

II.3.1 Composites grande diffusion

Les matériaux composites à grande diffusion offrent des avantages essentiels, qui sont : Optimisation des coûts par diminution des prix de revient, sa composition de polyester avec des fibres de verre longues ou courtes (sous forme de mat ou tissu) et la simplicité du principe d'élaboration des matériaux (moulage par contact, SMC et injection).

II.3.2 Composites hautes performances

Les matériaux composites à hautes performances sont utilisés dans le domaine d'aéronautique où le besoin d'une grande performance déduite des hautes valeurs ajoutées.

Les renforts sont plutôt des fibres longues. Le taux de renfort est supérieur à 50%.

Ces composites sont élaborés par les procédures suivantes :

- drapage autoclave, enroulement filamentaire, RTM.
- beaucoup de procédés encore manuels.
- CMM, CMC. [3]

II.4 Constituants des matériaux composites

Les matériaux composites sont constitués principalement :

- D'une matrice à laquelle sont ajoutés, dans certains composites des charges.
- D'un renfort .

II.4.1 La matrice

Permet de lier les fibres du renfort fibreux entre elles, ainsi que de répartir les efforts (résistance à la compression ou à la flexion). La matrice est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres. Généralement, c'est un polymère ou une résine organique . [4]

On peut retrouver dans l'organigramme ci-dessous, les différentes familles de matrices :

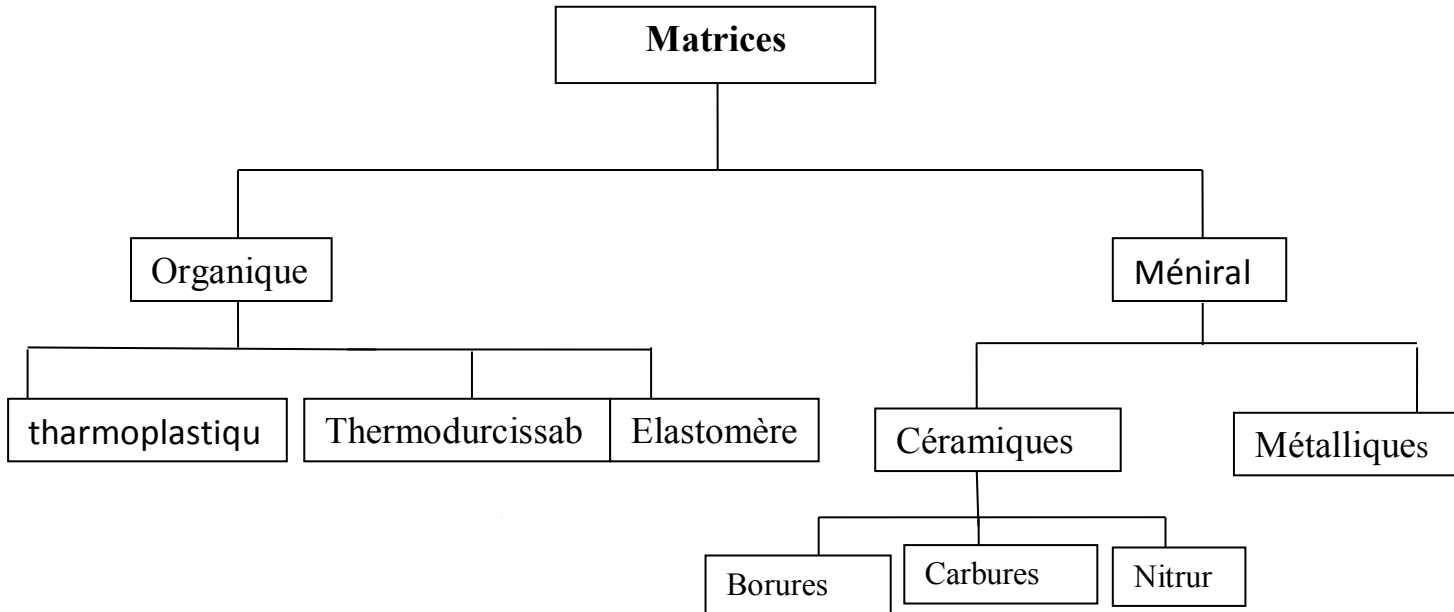


Figure II.1: Différentes familles de matrices

II.4.1 Les matrices organiques

Ces matrices sont faites de matières plastiques et désignées sous le vocable beaucoup plus large de résines. Les résines utilisées dans les matériaux composites ont pour rôle de transférer les sollicitations mécaniques aux fibres et de les protéger de l'environnement extérieur. Elles doivent donc être assez déformables et présenter une bonne compatibilité avec les fibres. Les résines doivent avoir, par contre, une masse volumique faible de manière à conserver aux matériaux composites des caractéristiques mécaniques spécifiques élevées (la matrice d'un composite organique peut appartenir à différents types de polymères [5]).

Compte tenu de ces contraintes, les résines utilisées sont des polymères modifiés par différents adjuvants et additifs : agents de démoulage, stabilisants, pigments ... etc., qu'on peut subdiviser en deux familles principales : résines thermoplastiques et thermodurcissables [6].

➤ Les résines les plus employées dans les matériaux composites sont les résines thermodurcissables et les résines thermoplastiques.

II.4.1.1 Les résines thermodurcissables

Les résines thermodurcissables sont des polymères, qui, après un traitement thermique ou physico-chimique (catalyseur, durcisseur), se transforment en des produits essentiellement infusibles et insolubles. Ces résines ont donc la particularité de ne pouvoir être mises en forme qu'une seule fois [7].

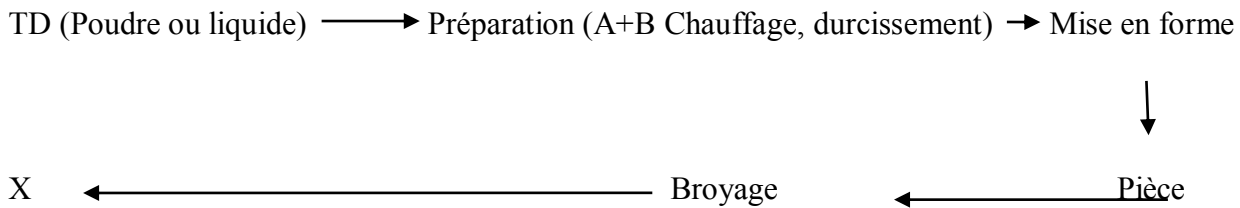


Figure II.2 : Boucle de vie d'un thermodurcissable [8].

II.4.1.2 Les résines thermoplastiques

Les résines thermoplastiques sont des solides généralement solubles, formés de chaînes distinctes bien compactées, liées entre elles par des seules liaisons secondaires (force de Vander Waals, liaisons d'hydrogène) et mis en forme par chauffage et refroidissement [9]. Une comparaison entre quelques caractéristiques des résines thermodurcissables et celles Des résines thermoplastiques est présentée dans le tableau 1 .

Tab. II.1 : Principales propriétés des matrices Thermodurcissables Et Thermoplastiques: [10]

Matrices	Thermodurcissables	Thermoplastiques
Etat de base	Liquide visqueux à Polymériser	Solide prêt à l'emploi
Stockage	Réduit	Illimité
Mouillabilité des renforts	Aisée	Difficile
Moulage	Chauffage continu	Chauffage + refroidissement
Cycle	Long (polymérisation)	Court
Tenue	au choc Limitée	Assez bonne
Tenue	thermique Meilleure	Réduite (sauf nouveau TP)
Chutes et déchets	Perdus ou utilisés en charges	Recyclables
Conditions de travail	Emanations de solvants	Propreté

II.4.2 Les matrices naturelles

Ce sont des matériaux synthétisés par les êtres vivants, animaux et micro-organismes. La famille la plus importante est celle des polysaccharides comme l'amidon, la cellulose la lignine. [11].

II.4.2.1 Résines époxydes

Le terme époxyde désigne une grande variété de pré-polymères comportant un ou plusieurs motifs époxydiques dont les principales applications concernent les matériaux composites(matrice époxyde avec des renforts en fibre de verre ou de carbone). [12]

II.4.2.2 Phénoplastes ou phénols-formols

Les phénoplastes sont des matières thermodurcissables obtenues par polycondensation d'un phénol et d'un aldéhyde avec élimination d'eau et formation d'un réseau tridimensionnel. [13].

II.4.2.3 Les résines thermostables

Elles se distinguent essentiellement des autres résines par leurs performances thermiques. Les résines thermostables sont développées surtout dans les domaines de l'aviation et de l'espace. La matrice constituant le matériau composite de cette étude est une matrice thermoplastique.

II.4.3 Les matrices métalliques

La température maximale d'utilisation des polymères étant peu élevée, et le carbone risquant de s'oxyder à plus de 500°C, il faut parfois envisager d'utiliser des matrices dont l'inertie chimique est meilleure à plus haute température. Puisque certains métaux ou alliages métalliques peuvent éventuellement satisfaire à cette exigence, on a donc recours à ces matrices dans des conditions pareilles.

Présentent les avantages suivants :

Propriétés mécaniques supérieures.

- Tenue en température élevée.
- Résistance à l'attaque de certains solvants.

Mais, possèdent les inconvénients tels que :

- Masse volumique est supérieure à celle d'un polymère classique.
- Plus coûteuses. [14]

II.4.4 Les matrices carbonées

La production d'une matrice de carbone repose sur le même principe que celui utilisé pour fabriquer les fibres de carbone c-à-d. carbonisation d'une matière organique à haute température. Les matrices de carbone sont constituées de grains de carbone pyrolytique qui se déposent à chaud sur les fibres, ce qui assure une liaison mécanique entre celles-ci et colmate les vides laissés entre elles. On obtient ainsi un matériau composite dont la masse volumique se rapproche de celle du carbone massif. [15]

II.4.5 Les matrices céramiques

Grâce à leurs propriétés intrinsèques (rigidité, réfractaire, résistance et bonne stabilité chimique), les céramiques sont potentiellement des matériaux capables de bien jouer le rôle de matrice dans des matériaux composites. Dans ce cas, les fibres de renfort ont principalement pour but d'améliorer la ténacité de telles matrices, ainsi que leur résistance aux chocs thermiques.

Les techniques d'incorporation des fibres de renfort aux céramiques doivent tenir compte des procédés de fabrication spécifiques à celles-ci (en particulier, le frittage). On extrude la matrice (sous forme de poudres), qui contient un liant, et les fibres alignées dans une filière. Le liant durcit, ce qui permet d'assurer une cohésion suffisante de la matrice, ainsi que sa manipulation. On fritte ensuite cette matrice à haute température.

II.4.6 Préparation des matrices Les résines thermodurcissables

Sont très souvent chargées (10% à 20%) pour leur conférer des propriétés spécifiques (stabilité dimensionnelle, diminution et équilibrage des retraits, dureté, etc. ou pour réduire leur prix de revient, parmi les charges minérales utilisées il y a :

- Carbonates de calcium (calcite, craie, dolomie).
- Silicate (talc, kaolin).
- Et également on trouve des additifs de type :
 - Anti- retrait.
 - Catalyseur, initiateur de réaction.
 - Accélérateur de réaction.
 - Pigment de colorant.
 - Agent de démoulage.

II.4.7 Les additifs

Ils sont nécessaires pour assurer une adhérence suffisante entre le renfort fibreux et la matrice et de modifier l'aspect ou les caractéristiques de la matière à laquelle ils sont ajoutés. Les additifs se trouvent en faible quantité (quelques % et moins) et interviennent comme :

- lubrifiants et agents de démoulage.
- pigments et colorants.
- agents anti-retraits.
- agents anti-ultraviolets.
- accélérateur.
- catalyseur. [16]

II.5.1 Les renforts

Les renforts contribuent à améliorer la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites et se présentent sous forme filamentaire, allant de la particule de forme allongée à la fibre continue qui donne au matériau un effet de résistance orientée [17].

II.5.1.1 Différents types de renfort

Les renforts les plus utilisés se présentent sous forme de fibres ou formes dérivées et constituent une fraction volumique de matériau composite généralement comprise entre 0.3 et 0.7.

Les renforts fibres se présentent sous diverses formes commerciales.

- Sous forme de roving (fils, mèches, etc. ...) :

le roving est un assemblage de fils de bases parallèles groupés sans torsion.

- Sous forme de tissus (tissus taffetas, toiles, serge, etc. ...) : le tissu est formé par l'entrecroisement perpendiculaire des roving. Les tissus de roving peuvent peser jusqu'à 800 g/m².

- Sous forme de mat (à fil coupé, à fil continu) : le mat est un matelas de fils coupés ou continu à ensimage plastique, agglomérés par un liant à solubilité rapide ou lente dans la résine.

II.5.1.2 Différentes natures de renfort

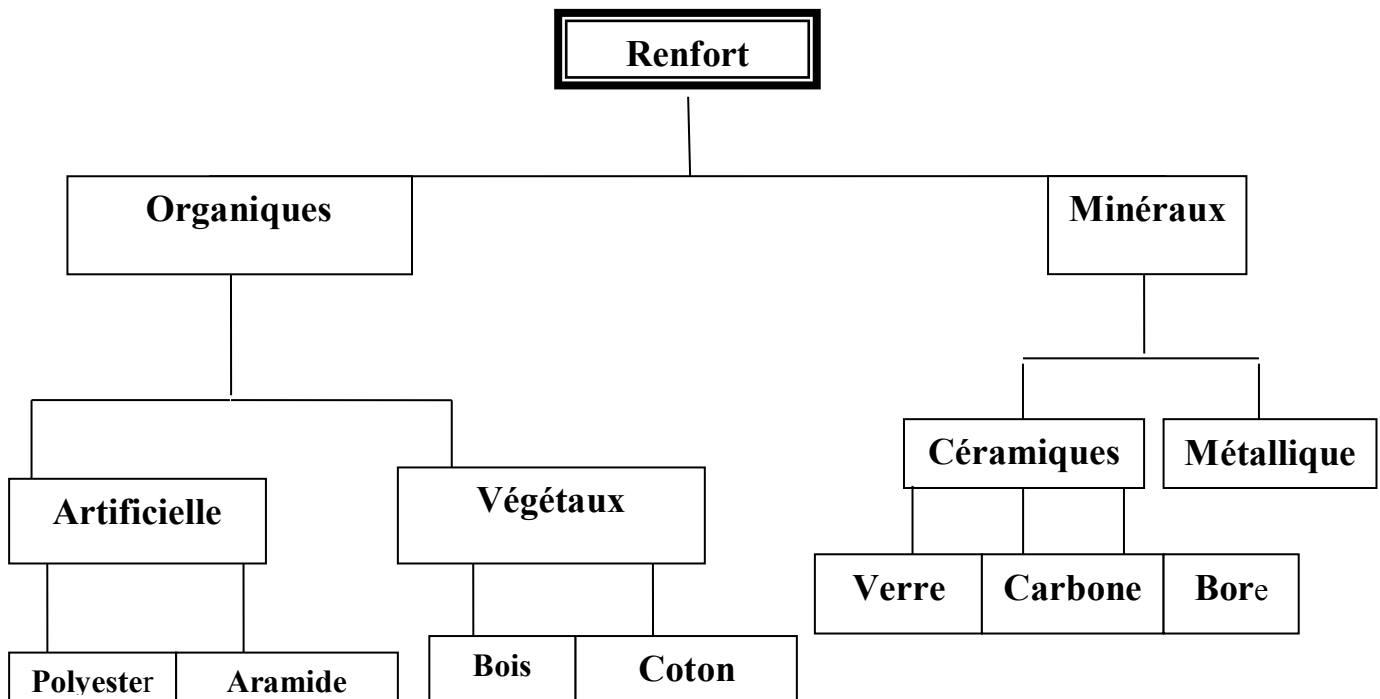


Figure II.3 : Les différents types de renfort de base [18]

II.5.2 Les fibres

Les fibres se présentent sous forme de filaments de longueur plus ou moins grande, dont les qualités recherchées sont les suivantes :

Bonnes caractéristiques mécaniques .

- Légèreté, résistance thermique, compatibilité avec les résines.
- Adaptabilité aux procédés de mise en œuvre .
- Faible prix.

Les fibres se présentent sous diverses formes commerciales.

- Linéiques (fils, mèches, ... etc.).
- Tissus surfaciques (tissus simples, mats,... etc.).
- Multidirectionnelles (tresses, tissus complexes, ...etc.).

Il existe également des fibres courtes de 1 à 2 mm qui sont dispersées dans la matrice, ou encore des fils coupés de 15 à 50 mm de longueur. Leur utilisation est encore limitée en raison des difficultés de fabrication [19].

II.5.2.1 La forme linéique

Les fibres sont élaborées suivant un diamètre de quelques microns seulement (filaments élémentaires); trop petites pour l'utilisation unitaire, elles sont par conséquent réunies en fils ou en mèches de différentes formes (Figure I.6).

- Fil de base (ensemble de filaments élémentaires) ;
- Fil simple (ensemble de fils de base unitaires continus ou discontinus, maintenus ensemble par torsion) ;
- Fil retors (ensemble de fils simples retordus ensemble) .
- Fil câblé (ensemble de fils retors, avec éventuellement des fils simples retordus

Une ou plusieurs fois ensemble) .

- Mèches (ensemble de fibres élémentaires discontinues) .
- Stratifil (ensemble de fils de base continus).

L'unité de masse linéique est le tex (1 tex = 1 g/Km).

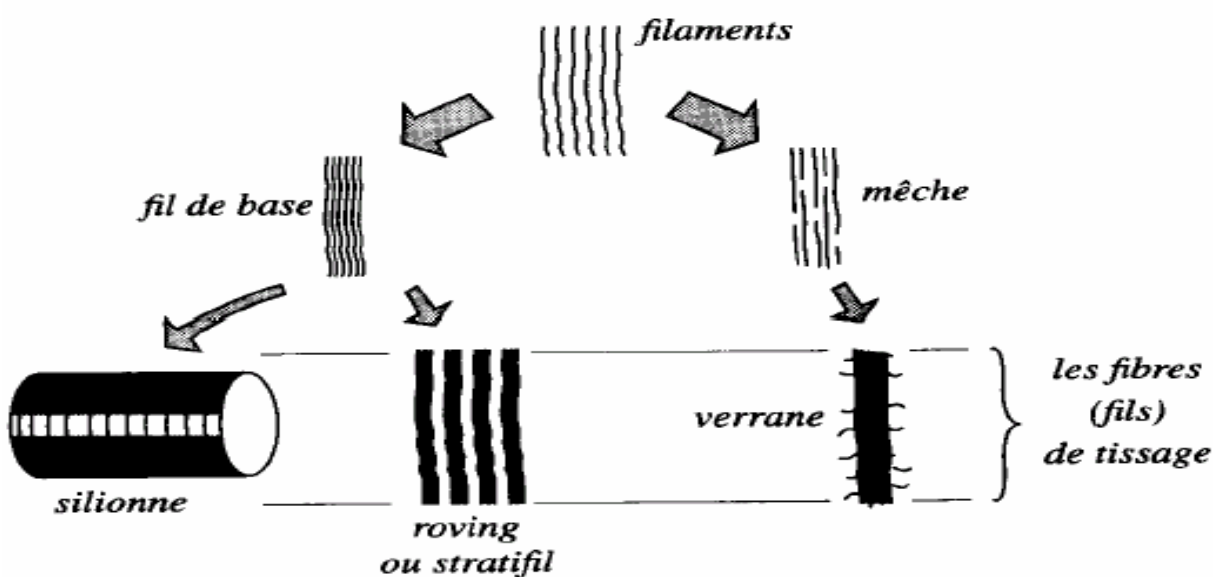


Figure II.4 : Les différentes formes de présentation de la fibre du verre

II.5.2.2 Formes surfaciques

Les fils peuvent être utilisés pour réaliser les formes surfaciques suivantes :

a. Les mats

C'est des nappes de fils continus ou discontinus, disposés dans un plan sans aucune orientation préférentielle, et maintenus ensemble par un liant soluble ou non dans les résines. L'absence d'orientation préférentielle des fibres conduit à une isotropie des propriétés mécaniques du mat dans son plan. [20]

b. Les tissus et rubans

Ensemble de fils, stratifils ou mèches réalisés sur un métier à tisser, composé d'une chaîne et d'une trame.

on distingue plusieurs types de tissage :

- Armure toile ou taffetas.
- Armure satin.
- Armure sergé.
- Armure à haut module.
- Armure unidirectionnelle.

II.5.2.3 Forme multidirectionnelle

a. Tresses et préformes

Ce sont des Tissages cylindriques ou coniques avec des entrecroisements réguliers des fils qui ont la particularité d'être modulable en diamètre. Les fils s'entrecroisent en hélice, le diamètre de la tresse est lié au pas de l'hélice ; par conséquent à l'angle que font les fils entre eux. Ce tissage nous permet de réaliser des pièces de révolution très résistantes ayant un diamètre variable le long de l'axe.

b. Tissus multidirectionnels

Ces fibres sont tissées dans plusieurs directions. Ceci permet d'obtenir un tissu très dense et épais mais par conséquent peu souple, ils sont utilisés par exemple pour la réalisation de tuyère.

c. Nids d'abeilles

Utilisés dans les structures sandwich tel que le rapport rigidité/poids soit important, ces structures sont composées d'une peau- âme et matériau de couplage. [21].

II.5.3 Les principales fibres

II.5.3.1 Les fibres de verre

Le terme fibres de verre désigne à la fois les fibres utilisées comme isolant thermique et celles utilisées comme renforts associées à des matrices organiques pour donner des composites. La principale application des fibres de verre textile est le renforcement des plastiques.

Cependant leur champ d'applications s'est élargi à d'autres matrices (ciment, plâtre, bitume...) et à d'autres utilisations. Les fibres de verre sont fabriquées à partir d'un mélange à base de silice (SiO_2), qui est fondu à une température 1200°C puis passé dans une filière en platine, et les filaments sont étirés avant refroidissement à un diamètre de 5 à $13 \mu\text{m}$ à une vitesse de 60 m/s. En faisant varier la composition du mélange (silice, kaolin, chaux...etc.), on peut obtenir différents types de verre, comme montre le tableau 2 ci-dessous [22].

Tab. II.2 : Les différents types de verre.

Constituants		Composition en masse %		
		E	D	R
Silice	SiO_2	53 – 54	73 – 74	60
Alumine	Al_2O_3	14 – 15,5	-	25
Chaux	CaO	20 – 24	0,5 – 0,6	9
Magnésie	MgO	20 – 24	0,5 – 0,6	6
Oxyde de BORE	B_2O_3	6,5 – 9	22 – 23	-
Fluor	F	0-0,7		
Oxyde de fer	Fe_2O_3	< 1	0,1- 0,2	
Oxyde de titane	TiO_2	< 1	0,1- 0,2	
Oxyde de sodium	Na_2O	< 1	1,3	
Oxyde de potassium	K_2O	< 1	1,5	

Tab. II.3 : Les Avantages Et les inconvénients de ces fibres [23]

Les Avantages	les inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> <input type="checkbox"/> Rapport performances mécaniques/prix. <input type="checkbox"/> Bonne résistance spécifique (pour verre R). <input type="checkbox"/> Bonne adhérence avec toutes les résines (existence d'ensimages). <input type="checkbox"/> Tenue à température élevée. <input type="checkbox"/> Dilatation et conductivités thermiques faibles. <input type="checkbox"/> Bonnes propriétés diélectriques. 	<ul style="list-style-type: none"> <input type="checkbox"/> Faible module (par rapport à la fibre de carbone ou à d'aramide). <input type="checkbox"/> Vieillessement au contact de l'eau.

II.5.3.2 Les fibres de carbone

La fibre de carbone est obtenue à partir de la pyrolyse d'une fibre organique appelée précurseur. Les fibres de carbone se différencient par le taux de carbone plus ou moins élevé. Ces fibres sont utilisées en tant que carbone pour les propriétés de cet élément et en tant que fibre flexible et qui convient à toutes les formes de produits finis

Tab. II.4 : Les avantages et Les inconvénients des fibres de carbone

Les avantages	Les inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> <input type="checkbox"/> Excellentes propriétés mécaniques (ténacité, élasticité et module de Young). <input type="checkbox"/> Très bonne tenue en température. <input type="checkbox"/> Dilatation thermique nulle. <input type="checkbox"/> Bonne conductibilité thermique et électrique. <input type="checkbox"/> Magnétisme et perméabilité aux rayons X. <input type="checkbox"/> Bonne tenue à l'humidité. <input type="checkbox"/> Usinabilité aisée. <input type="checkbox"/> Faible densité (< 2). 	<ul style="list-style-type: none"> <input type="checkbox"/> Prix très élevé. <input type="checkbox"/> Précautions à prendre dans la mise en œuvre (fibres cassantes). <input type="checkbox"/> Tenue limitée aux chocs et à l'abrasion. <input type="checkbox"/> Mauvais comportement chimique avec l'oxygène (à partir de 400°C), avec les acides oxydants à chaud et avec les métaux (corrosion galvanique). <input type="checkbox"/> Adhésion difficile avec les résines.

II.5.3.3 Fibre d'aramide

La fibre d'aramide est issue de la chimie des polyamides aromatiques. Il est possible de

Trouver deux types de fibres d'aramide de rigidités différentes

Les fibres bas module : utilisées pour les câbles et les gilets pare-balles ;

La fibre haute module : employées dans le renforcement pour les composites hautes performances.

Tab. II.5 : Les Avantages et les inconvénients des fibres d'aramides.

Les Avantages	Les Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> <input type="checkbox"/> Grande résistance au choc, à l'impact et à la fatigue. <input type="checkbox"/> Résistance à la rupture en traction spécifique. <input type="checkbox"/> Bon comportement chimique vis-à-vis des carburants. <input type="checkbox"/> Dilatation thermique nulle . 	<ul style="list-style-type: none"> <input type="checkbox"/> Prix élevés. <input type="checkbox"/> Faible résistance avec les résines. d'imprégnations. <input type="checkbox"/> Faible résistance à la compression. <input type="checkbox"/> Sensibilité au UV. <input type="checkbox"/> Usinabilité difficile. <input type="checkbox"/> Reprise d'humidité importante (4%).

II.5.3.4 Fibre de bore

Fibres de haut module et insensibles à l'oxydation à hautes températures, elles sont obtenues par dépôt en phase gazeuse sur un substrat en tungstène.

II.5.3.5 Fibre de silice

Elles sont produites comme le verre, par fusion, et sont essentiellement utilisées pour leur haute tenue chimique et thermique dans les tuyères pour moteur de fusée.

II.5.4 Architecture des fibres

Les structures composites sont anisotropes. La plupart des renforts travaillent bien en traction, mais offrent des performances médiocres en compression et en cisaillement. Il est donc impératif de jouer sur la texture et la géométrie des renforts pour créer une architecture adaptée.

- Il existe différentes géométries et textures de renforts :

➤ Les unidirectionnels (1D)

Dans une nappe 1D, les fibres sont assemblées parallèlement les unes par rapport aux autres à l'aide d'une trame très légère. Les tissus se composent de fils de chaîne et de trame perpendiculaires entre eux. Le mode d'entrecroisement ou armure les caractérise.

➤ Toile ou taffetas

Chaque fil de chaîne passe dessus puis dessous chaque fil de trame, et réciproquement. Le tissu présente une bonne planéité et une relative rigidité, mais est peu déformable pour la mise en œuvre. Les nombreux entrecroisements successifs génèrent un embuvage important et nuisent aux propriétés mécaniques. [24]

II.5.5 Les charges

On désigne sous le nom général de charge toute substance inerte, minérale ou végétale qui, ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques.

L'objet de la charge renforçant est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine, ou diminuer le coût des résines en conservant les performances des résines. En générales ces charges sont des microbilles ou des particules (poudre).

Les principales charges utilisées sont :

- microbille en (verre, carbone, époxyde, phénolique, polystyrène, etc. ...).
- des poudres ou paillettes métalliques : (cuivre, fer, aluminium, etc. ...).
- des particules de carbone (noir de carbone).

II.5.5.1 Les charges organiques

_ Charges cellulosiques, utilisées en tant que charges des résines thermodurcissables (phénoplastes et aminoplastes).

_ Les avantages de ces matières cellulosiques sont leur coût peu élevé et leur faible densité.

_ Farines de bois.

_ Farines d'écorces de fruit et de noyaux.

_ Fibres végétales.

_ Pâtes de cellulose.

_ Amidons.

II.5.5.2 Les charges minérales

_ La silice(SiO_2), à l'état pur ou combinée avec des oxydes métalliques, est utilisée comme charge sous différentes formes, suivant son origine, sa cristallinité, sa dureté et la taille des particules.

_ Les talcs sont utilisés pour améliorer l'isolation thermique et la résistance à l'eau, et faciliter l'opération de moulage.

II .5.6 Oxydes et hydrates métalliques

_ L'alumine, les oxydes de zinc, de magnésium, de titane et d'antimoine sont utilisés sous forme de poudres fines comme charges du polypropylène, des compositions polyvinyliques, des résines époxydes, des polyesters insaturés.

II.5.7 Le verre

_ Une nouvelle variété de poudre de verre de granulométrie 13 μm est apparue sur le marché et son incorporation confère aux thermodurcissables de meilleures résistances à l'abrasion et à la compression ; elle permet par ailleurs d'obtenir un retrait plus faible et plus homogène des pièces moulées.

_ Les billes de verre creuses, de densité comprise entre 0,1 et 0,5, sont obtenues par chauffage de billes de verre contenant un agent gonflant.

II.5.8 Le rôle des charges et des renforts

Les charges et les renforts favorisent la pénétration des réactifs chimiques ; la fibre de verre E et la fibre de Kevlar en particulier favorisent la pénétration par capillarité, souvent c'est la charge ou le renfort qui est attaqué par le réactif avant la résine, ainsi que le verre et le Kevlar en particulier sont sensibles à l'hydrolyse. [25]

II.5.8.1 Principales caractéristiques mécaniques des fibres de base. [26]

Tab. II.6 : Propriétés mécaniques des fibres.

Fibre	Densité	σ (MPa) en traction	Allongement à la rupture en %	EL (MPa) Longitudinale	Diamètre du filament élémentaire μm
Verre E	2.54	3400	4.8	73000	3-30
Verre R	2.48	4400	5.4	86000	3_30
Armide BM	1.45	3100	2	700000	12
Armide HM	1.45	3100	1	130000	12
Kevlar		2900	2.3	130000	1.45
Aluminium		1380	0.7	380000	3.9
Carbone ht	1.78	2800	0.5	2000000	8
Carbone HM	1.80	2200		4000000	8
Bore	2.63	3500	0.8	4000000	100_200

II.6 Structure de composites

Les structures des matériaux composites peuvent être classées en trois types :

- _ Les monocouches.
- _ Les stratifiées.
- _ Les sandwichs.

II.6.1 Les monocouches

Les monocouches représentent l'élément de base de la structure composite. Les différents types de monocouches sont caractérisés par la forme du renfort : à fibres longues (unidirectionnelles 1D, réparties aléatoirement), à fibres tissées, à fibres courtes. [27]

II.6.2 Les stratifiées

Un stratifié est constitué d'un empilement de monocouches ayant chacun une orientation propre par rapport à un référentiel commun aux couches et désigné comme le référentiel du stratifié. Le choix de l'empilement et plus particulièrement des orientations permettra d'avoir des propriétés mécaniques spécifiques. [28]

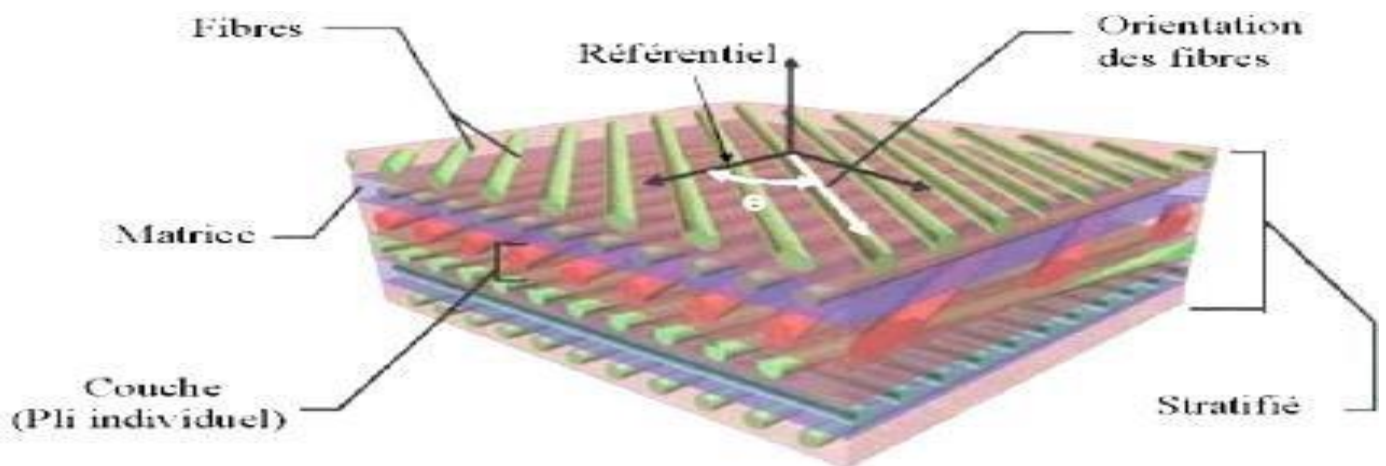


Figure II.5 : Les constituants d'un composite stratifié.

II.6.3 Les sandwichs

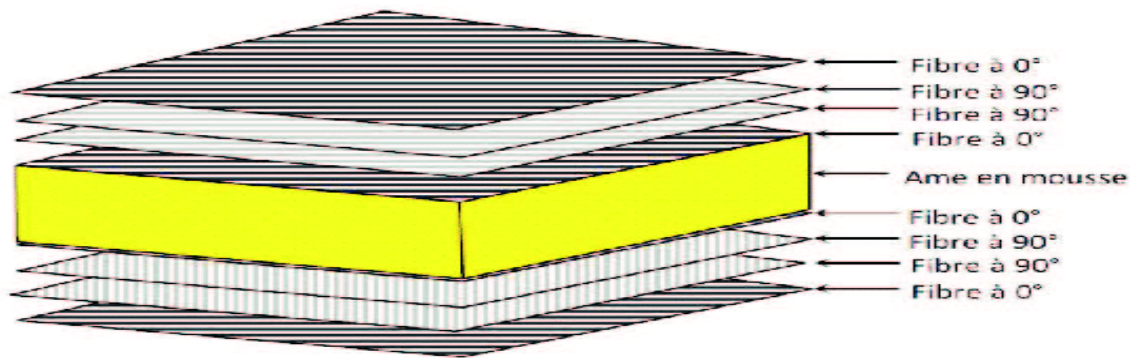


Figure II.6 : Composite sandwichs [28]

Les propriétés de ce type de matériaux dépendent de celle caractéristique de liaison entre elles.

Les matériaux composites de types sandwichs sont principalement constitués de deux composants nommés.

- **Le noyau**

Il existe un grand nombre de matériaux qui peuvent être utilisés comme noyau. Ces matériaux sont divisés en trois classes :

- Matériaux solides à faible densité : balsa et d'autres types de bois.
- Matériaux à haute densité augmentés en forme cellulaire : nid d'abeilles.
- Matériaux à haute densité augmentés sous la forme ondulée : feuilles ondulées.

- **La peau**

Une large variété de matériaux est utilisée comme peau, par exemple : les feuilles de métaux comme l'aluminium, le titane, ... etc. de l'environnement de travail, car la présente partie entre en contact direct avec ce dernier.

II.7 Classification des matériaux composites

Le type de renforts, la nature de la matrice et les quantités relatives de ces éléments entrants dans la formulation, ainsi que le procédé de mise en œuvre, ont une incidence déterminante sur les caractéristiques du produit fini.

Les composites peuvent être classés suivants la forme de leurs constituants ou suivant leurs natures .

II.7.1 Classification suivant la forme des constituants

Les renforts peuvent se présenter sous forme de fibres ou de particules, on distingue deux grandes classes.

- Composite à fibres Le matériau est dit composite à fibres si le renfort se trouve sous forme de fibres, elles peuvent être soit continues ou discontinues.
- Composite à particules Le matériau est dit composite à particule si le renfort se trouve sous forme de particule. Une particule est une fibre ne possédant pas une direction privilégiée.

II.7.2 Classification suivant la nature des constituants

Les composites sont classés en trois catégories, selon la nature de la matrice :

- Composites à matrice organique (résine, charges) avec des fibres :

- Minérales (verre, carbone) .
- Organiques (kevlar, polyamides) .
- Métalliques (bore, aluminium).
- Avec une température limite d'utilisation qui varie entre 200 et 300° C.

- Composites à matrice métallique (alliages légers et ultras légers de l'aluminium, de magnésium, de titane) avec des fibres :

Minérales (carbone, carbure de silicium (sic)) .

- Métalliques (bore) .
- Métallo-minérales (fibre de bore revêtu de carbure de silicium).
- Avec une température limite d'utilisation qui est de 600° C.

-Composites à matrice minérale (céramique), avec des:

- Fibres métalliques (bore) .
- Particules métalliques (cermets).
- Particules minérales (carbures, nitrures).

Avec une température d'utilisation de 1000° C. [29]

II .8 Biocomposites

Les biocomposites sont généralement composés d'une matrice et d'un renfort de fibre naturelles, généralement d'origine végétale et polymère biodégradable issus de ressources renouvelables tel que le coton, le lin, l'alfa, le sisal, et la cellulose (fibre de bois, chanvre, etc.). Ils peut être utilisé en cosmétiques et en orthodontie et en ingénierie des tissus, Ils contribuent au respect de l'environnement car ils sont biodégradables [30, 31]. Pour notre étude on va utiliser la cellulose comme une matrice.

II.8.1 Classification des biocomposites

Les biocomposites sont des composites dont au moins une des phases est d'origine biologique. Si traditionnellement le renfort est à base de silice, de carbonate de calcium, d'argiles, et de fibres de verre etc..... Dans ce cas, ils sont généralement fabriqués à partir de fibres naturelles, de bois recyclé ou déchets des papiers. D'autre part, la matrice peut être d'origine naturelle (biopolymère) ou d'origine synthétique [32].

Chapitre II : Les matériaux composites

La biocomposites présente différents niveaux de respect de l'environnement en raison de leurs matériaux constitutifs et de leur biodégradabilité.. Selon le type de polymère utilisé, ces composites peuvent être totalement biodégradables, suggérant ainsi le plus haut niveau d'avantages économiques et environnementaux.[33] Il existe trois catégories des biocomposites:

- Biocomposites à matrice synthétique et renfort naturel.
- Biocomposites à matrice naturelle et renfort synthétique.
- Biocomposites à matrice et renfort naturels, cette dernière catégorie est également appelée biocomposites verts.

En effet les biocomposites permettent d'abandonner l'utilisation des énergies fossiles et en raison de leurs biodégradabilités empêchant l'accumulation des déchets, c'est pourquoi ces matériaux sont totalement écologiques. En outre, un biocomposite obtenu par mélange de différents biopolymères ou fibres est qualifié d'hybride [34 ;35].

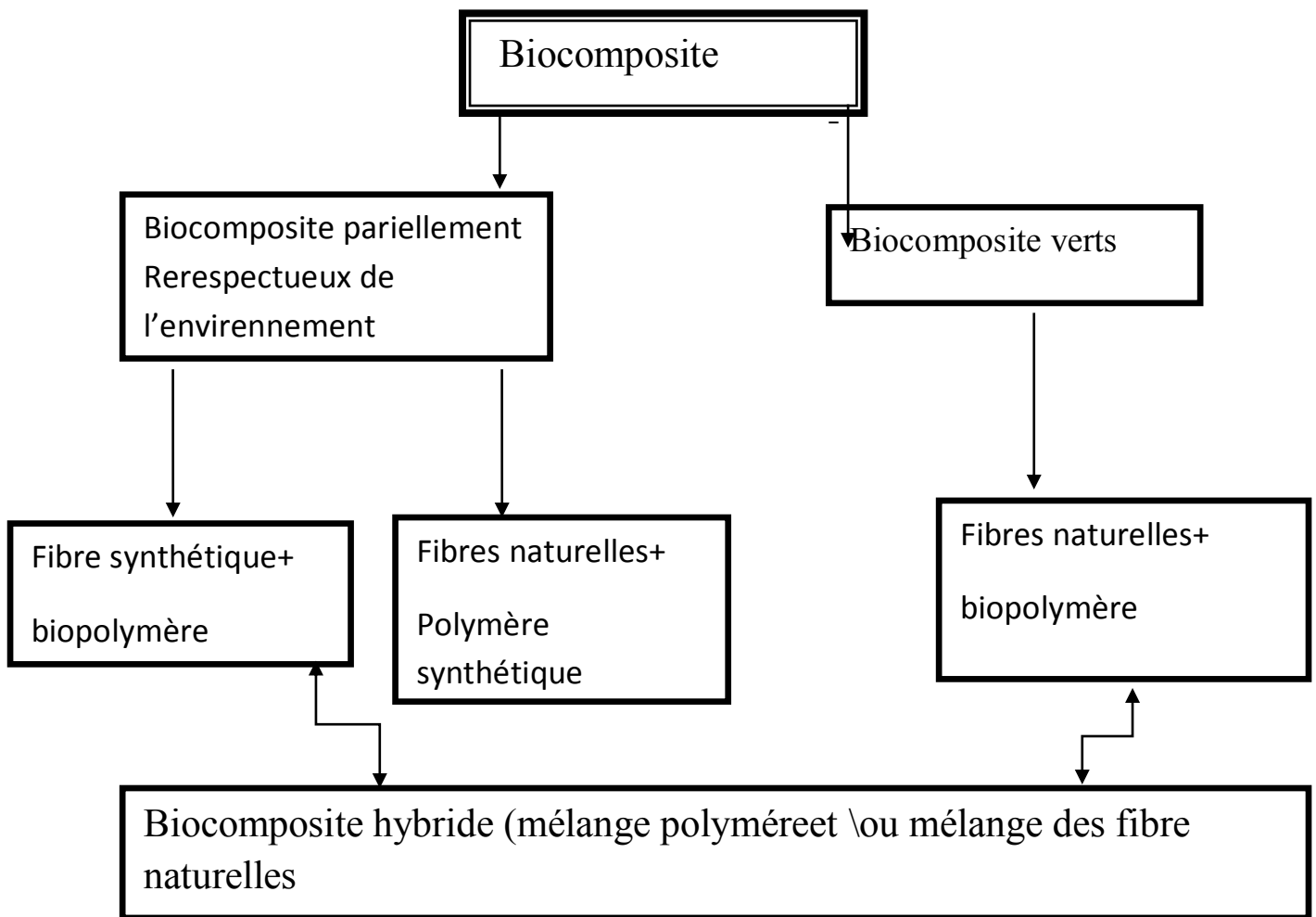


Figure II .7: Classification des biocomposites[36].

II.8.2 Propriétés et applications des biocomposites

Un biocomposite est un matériau composite possède au moins un élément biodégradable parmi sa matrice et son renfort. Par conséquent, il présente des avantages environnementaux tels qu'une faible pollution du processus de production.[37]

II.8.3 Propriétés

Les biocomposites ayant des bonnes propriétés dans divers domaines tels que [38 ;39]:

Propriétés mécanique

- Performance mécanique : rigidité moyenne-élevée et excellente résistance aux chocs .
- Propriétés de déformation .

Légèreté

- Réduction de l'épaisseur et du poids.

Respect de l'environnement

- Utilisation de ressources naturelles et locale.
- Réduction de l'empreinte carbone (L'empreinte carbone des activités humaines est une mesure des émissions de gaz à effet de serre anthropique, c'est-à-dire qui peuvent lui être attribuée, les biocomposites permettent de réduire sensiblement l'empreinte carbone des matériaux d'emballages).
- Réduction de la toxicité des matériaux.
- Fin de vie (biodégradabilité/recyclabilité).

Fabrication

- Excellente thermoformabilité. (c'est à dire un composé qui peut être mis en forme sous l'effet de la chaleur et d'une contrainte mécanique, Par exemple :thermoformabilité d'un coffrage en biocomposite HDPE-particules en bois)[40] .
- Réduction des couts énergétiques de production .
- Réduction des couts.

Esthétique

Par exemple ; les biocomposites imprimées en 3D pour une pièce maitresse esthétique d'une voiture. Les biocomposites sont caractérisées par le fait qu'il s'agit du :[41]

- Remplacement des résines pétrochimiques par des résines végétales ou animales .
- Remplacement des renforts synthétiques (fibres de verre, fibres de carbone,...) par des fibres naturelles (par exemple ; chanvre, lin, sisal, jute, etc...).

II.8.4 Applications

L'éventail des applications de ces matériaux biocomposites est très large, allant des produits dans le secteur de la construction au développement de joints artificiels et d'autres produits pour la santé, la construction navale et l'industrie d'automobiles.

Exemples [42, 43]

- Equipements électriques et électroniques .
- Bâtiments et services public .
- Développement des meubles. (Les meubles de grande taille et les panneaux).
- Développement des accessoires (par exemple le tabouret FS et quelques bols de cuisine, revêtement mural...) .
- Production des tasses.

- Militaire (transport routier, ferroviaire, maritime, aérien) [44] .
- Santé (dispositifs médicaux) .
- Sports et loisirs (ski, raquettes de tennis, planche à voile, surf, clubs de golf) [45].

II.9 Caractéristiques générales des matériaux composites

Dans le cas général, un matériau composite est constitué d'une ou plusieurs phases discontinues (renforts) réparties, dans une phase continue (matrice). Dans le cas de plusieurs phases discontinues de nature différentes, le matériau composite est dit hybride. La phase discontinue est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue .

Les propriétés des matériaux composites résultent des propriétés de ses constituants de leur distribution géométrique ainsi que de leur interaction. Pour la description d'un composite, il est donc nécessaire de spécifier :

- La nature des constituants et leurs propriétés.
- La géométrie du renfort (sa forme, sa taille et son orientation) et sa distribution .
- La nature de l'interface matrice/ renfort.

La concentration du renfort dans le composite est habituellement mesurée par la fraction volumique ou par la fraction massique. Le pourcentage du renfort est un paramètre détermine les propriétés mécaniques du matériau composite .Pour une concentration donnée, la distribution du renfort dans le volume du composite est également un paramètre important. Une distribution uniforme assurera une « Homogénéité » du matériau c'est-à-dire que les propriétés du composite seront indépendantes du point de mesure. Dans le cas d'une distribution non uniforme du renfort, la rupture du matériau sera initiée dans les zones pauvres en renfort, diminuant ainsi la résistance du composite.

Dans le cas du composite dont le renfort est constitué de fibres, l'orientation des fibres détermine l'anisotropie de ce matériau, cet aspect constitue une des caractéristiques fondamentales des composites. La possibilité de contrôler l'anisotropie du produit fini par conception et une fabrication adaptée aux propriétés souhaitées (matériau à la carte) [46].

Conclusion

L'objectif des producteurs des matériaux composites est de concurrencer et de surpasser les métaux qui, de leur côté, ne cessent d'optimiser leurs propres caractéristiques. La diversité des matériaux composites et leur souplesse, qui permet de fabriquer ou de composer des caractéristiques à la carte, rendent cet objectif légitime. Pour atteindre ces objectifs, ce secteur doit se développer par l'innovation .

Références

- [1] C.Lorrette, "Outils de caractérisation thermophysique et modèles numériques pour les composites thermostructuraux à haute température," Université Bordeaux 1, 2007.
- [2] "GLOSSAIRE DES MATERIAUX COMPOSITES," Centre d'animation regional en materiaux avances, 2006 .
- [3] P . JACQUINET. Utilisation des matériaux composites, Edition HERMES, Paris1991.006
- [4] J.JULES, E , "Couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites thermodurcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis diélectrique.," ECOLE NATIONALE SUPERIEURE D'ARTS ET METIERS, 2001.
- [5] G.CHRETIEN, Matériaux composites à matrice organique. Technique et documentation, Edition EYROLLES 1986.
- [6] J-P BAILON ET J.M. DORLOT. Des matériaux, 3eme édition, école polytechnique de Montréal, 2000.
- [7] R.QUATRE MER, J-P TRTIGNON, M.DEJANS ET H.LEHU.Construction mécanique, Edition NATHAN 1996.[GAY91] DANIEL GAY. Matériaux composites, 3ème Edition revue et augmentée,HERMES 1991.
- [8] H-H. Kausch, N. Heymans, C. J. Plummer, and P. Decroly, Matériaux polymères: propriétés mécaniques et physiques, 2001.
- [9] J.JULES.E, "Couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites thermodurcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis diélectrique.," ECOLE NATIONALE SUPERIEURE D'ARTS ET METIERS, 2001.
- [10] A houel, Endommagement à la fatigue et fissuration mécanique des enrobés bitumineux sur dalle orthotrope ,24juin 2008.
- [10] H. BEWA, "Matériaux polymères biodégradables et applications Note de Synthèse II," Direction des Energies Renouvelables, des Réseaux et des Marchés Energétiques, 2006, pp.1-16.
- [11] P. BARDONNET, "Résines époxydes (EP)," Techniques de l'Ingénieur, vol. A3465
- [12] M. CHEVALIER, "Phénoplastes ou phénols-formols PF," Techniques de l'Ingénieur,,vol. A3435.
- [13] J-M. Berthelot, Matériaux composites: Comportement mécanique et analyse des structures, 1999.

- [16] J-P BAILON ET J.M. DORLOT. Des matériaux, 3eme édition, école polytechnique de Montréal, 2000.
- [16] L. Berreur Bertrand de Maillard. L'industrie française des matériaux composites, Etude stratégique réalisée par pour le compte de la DiGITIP /SIM. Rév. 2 du 13 mai 2002 Stanislas Nösperger 17 décembre 2001.
- [17] L. Berreur, B. d. Maillard, and S. Nösperger, "L'industrie française des matériaux composites," Ministère de l'économie des finances et de l'industrie, 2002.
- [18] E. J. JULES, "Couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites thermodurcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis diélectrique.," ECOLE NATIONALE SUPERIEURE D'ARTS ET METIERS, 2001.
- [19] J-M .BERTHLOT. Matériaux composites, Comportement mécanique et analyse des structures, 4eme édition, Ed TEC&DOC, Lavoisier, 2005.
- [20] M. DJELIL , Caractérisation mécanique et physicochimique de matériaux composites à matrice organique dans les prothèses, Mémoire de magister (2006).
- [21] J-M. BERTHLOT. Matériaux composites, Comportement mécanique et analyse des structures, 4eme édition, Ed TEC&DOC, Lavoisier, 2005.
- [22]P. JACQUINET , Utilisation des matériaux composites, Edition HERMES, Paris1991.
- [23] M. REYNE,Technologie des composites, Edition HERMES, Paris,1990
- [24] "GLOSSAIRE DES MATERIAUX COMPOSITES," Centre d'animation regional en materiaux avances, 2006.
- [25] J-M BERTHLOT. Matériaux composites, Comportement mécanique et analyse des structures, 4eme édition, Ed TEC&DOC, Lavoisier, 2005.
- [26] M. DJELIL. Caractérisation mécanique et physicochimique de matériaux composites à matrice organique dans les prothèses, Mémoire de magister (2006).
- [27] <http://www-ipst.u-strasbg.fr/cours/materiaux-composites/comp0.htm>.
- [28] N. Gupta, "CHARACTERIZATION OF SYNTACTIC FOAMS AND THEIR SANDWICH COMPOSITES: MODELING AND EXPERIMENTAL APPROACHES," The Graduate Faculty of the Louisiana State University and Agricultural and Mechanical College, 2003
- [29] J-M BERTHLOT. Matériaux composites, Comportement mécanique et analyse des structures, 4eme édition, Ed TEC&DOC, Lavoisier, 2005
- [30] P. Jacquinet,Utilisation des matériaux composites.1991.

- [31] M. Berges, Mécanismes de dégradation sous sollicitations hydrothermomécaniques de biocomposites et renforts en fibres végétales: application au développement de mobiliers urbains ultralégers et mobiles. Thèse de Doctorat, Université Bourgogne Franche-Comté, 2018.
- [32] W. Guerfala, P. Rozycki, and C. Binetruy. Elaboration de bio-composites hybride à matrice thermoplastique: formulation optimale et modélisation du comportement dynamique en vue d'une application pour pièces de structure dans l'automobile. In 21ème Journées Nationales sur les Composites. 2019.
- [33] G. Jayakumar, et al., Studies on the physico-chemical characteristics of collagen– pectin composites. RSC Advances, 2014. 4(109): p. 63840-63849.
- [34] M. John, and S. Thomas, Biofibres and biocomposites. Carbohydrate polymers, 2008. 71(3): p. 343-364.
- [35] P. Fowler, J.M. Hughes, and R.M. Elias, Biocomposites: technology, environmental credentials and market forces. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2006. 86(12): p. 1781-1789.
- [36] A.K. Mohanty, M. Misra, and L.T. Drzal, Natural fibers, biopolymers, and biocomposites: CRC press ,2005.
- [37] H.L. Boudjema, Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables. Thèse de Doctorat, Université d'Oran 2 Mohamed Ben Ahmed, 2016.
- [38] L. Rodríguez, C. Orrego, and W. Sarache, Elaboración de un material biocompuesto a partir de la fibra de plátano. Manizales. Thèse de doctorat, Universidad Nacional de Colombia. Departamento de Ingeniería Industrial, Manizales, Colombia, 2014.
- [39] M. Carus, et al., Wood-Plastic Composites (WPC) and Natural Fibre Composites (NFC). Nova-Institute: Hürth, Germany, 2015: p. 16.
- [40] M.S. Sukiman, Etude des propriétés mécanique et thermique des biocomposites basée sur l'homogénéisation numérique. Thèse de Doctorat, Lille 1, 2017.
- [41] S. Tadjedit, et al., Comparative Studies by a Genetic Algorithm on the Mechanical Properties of PLA and Epoxy Biocomposite Materials Reinforced with Alfa Natural Fiber. Mechanics and Mechanical Engineering, 2016. 20(3): p. 331-345.
- [42] R. Riascos, C.D. and J.C. Caro Vives, Biocompuestos en Colombia. Aportes de Diseño en la aplicación de Biocompuestos en el contexto productivo colombiano. MasD Revista Digital de Diseño, 2014, vol. 8, no 15, p. 24-30.
- [43] J-M. Berthelot, Matériaux composites. Comportement mécanique et analyse des structures. &, 1999, vol. 245, p. 172.

[44] N. Khelifa, le transport et la revitalisation de la gare ferroviaire de la ville de Guelma. 2017.

[45] S.Ghorab, Comportement viscoélastique des matériaux orthotropes. Mémoire de Magister, 2005.

[46] J-M .BERTHLOT. Matériaux composites, Comportement mécanique et analyse des structures, 4eme édition, Ed TEC&DOC, Lavoisier, 2005.

Chapitre III:

L'absorption de l'eau

(l'humidité) par les biocomposites

III.1 Introduction

Les fibres végétales sont de plus en plus utilisées en substitution des fibres de verre en tant que renfort de matériaux composites. En effet, celle-ci offrent une alternative judicieuse d'un point de vue environnemental et mécanique [1]. En raison de la nature hydrophile de la fibre, l'utilisation des composites à fibres végétales dans des structures extérieures nécessite de connaître leur comportement dans un milieu humide [2]. Certains travaux de recherche ont montré que l'exposition prolongée de composite à fibres végétales à l'humidité et à la température entraîne une sévère diminution des propriétés mécaniques [3-7]. Des études de la littérature [8,9] ont montré que la plupart des fibres végétales ont des structures et des constituants presque similaires. En effet, ces fibres sont particulièrement sensibles aux conditions climatiques et au milieu auxquels elles sont exposées. L'humidité peut notamment poser problème et remettre en cause le choix des fibres végétales face aux fibres synthétiques. L'humidité, est également un paramètre important à prendre en considération [10]. Des travaux de recherche ont déjà été réalisés et se sont intéressés en particulier à l'influence de l'absorption d'eau sur le comportement des composites à fibres végétales, mais il peut être intéressant de comprendre le comportement séparé des matrices et des fibres avant de considérer le comportement des composites. Plusieurs études récentes ont étudiées l'absorption d'eau sur les matériaux composites à fibres végétales et ses conséquences. Et dans ce chapitre, nous voyons l'effet de la fibre de sisal sur l'absorption d'eau.

III.2 Les composites de travail

III.2.1 Présentation des fibres naturelles

Le terme « fibre naturelle » regroupe plusieurs types de fibres qui se différencient en fonction de l'origine de la fibre. Ainsi, une fibre naturelle peut-être d'origine végétale comme le lin, animale comme la soie ou encore minérale comme l'amiant. Nous nous focaliserons sur les fibres végétales. Ce type de fibres se segmente encore en fonction de la zone de prélèvement de la fibre au sein de la plante. Celle-ci peut-être prélevée des graines (coton, kapok), de la tige (lin, ramie), des feuilles (sisal, abaca) ou encore des fruits (noix de coco). Un aspect particulièrement important concernant les fibres végétales est qu'elles sont disponibles dans presque tous les pays du monde. Elles varient évidemment d'un pays à l'autre en fonction du climat. On retrouve par exemple le sisal en Amérique du Sud, le jute en Inde, le kénaf en Chine, et le lin et le chanvre en Europe. [11]

Tab. III.1 : Classification des fibres naturelle [12]

Origine	Provenance	Exemples
Végétale	Graines	Cotton,kopok,Asclépaide
	Fruits	Noix de coco
	Encorces	Lin,chanvre,jute,ramie,kénaf.
	Bois	Sisal,henequen,abaca, Ananas
	Tiges	Blé,mais,orge,seigle,avoine,riz
	Cannes et roseaux	Bambou, bassage, alfa ,roseau
Animale	Laine /Poil	Laine, poils ,Cachemire
	Vers a soie	Soie de tussah, soie de murier
Minérale		Amiante ,wollastonite

III.2.2 Les fibres végétales

Les fibres végétales sont des matériaux filamenteux issus de la biomasse. Elles peuvent être extraites du fruit, de la tige ou de la feuille d'une plante cultivée, des arbustes et des herbes. Sont susceptibles d'être filées pour fabriquer des fils et des cordes. Elles sont tissées, tricotées ou tressées pour confectionner des textiles indispensables à la société. La fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de leur origine. En effet, les dimensions des filaments végétales dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale [13].

Les fibres végétales sont également caractérisées par la diversité de l'épaisseur de leur paroi cellulaire résultant de la porosité fibreuse [14].

La forme morphologique de la fibre végétale peut également être un facteur important dans la compréhension du transfert de contrainte aux interfaces fibre-matrice [15].

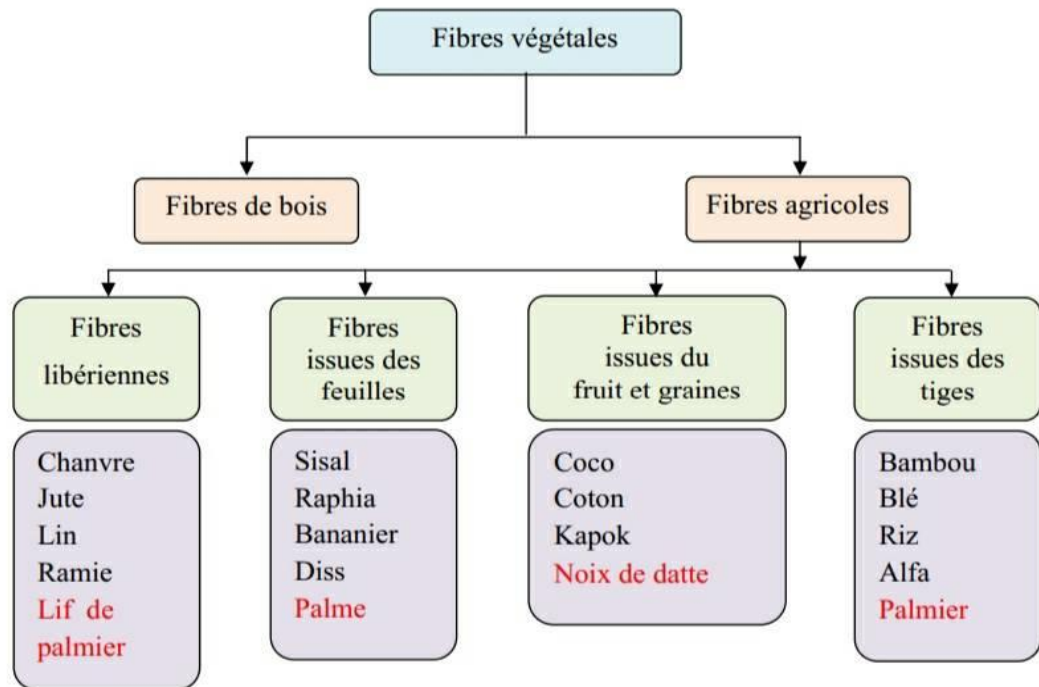


Figure III.1: Classification des fibres végétales

III .2.2.1 Morphologie des fibres végétales

Les fibres végétales sont toujours assimilées à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose et dont la matrice amorphe est composée essentiellement d'hémicellulose et de lignine et l'ensemble est enrobé par des cires et des impuretés [16].

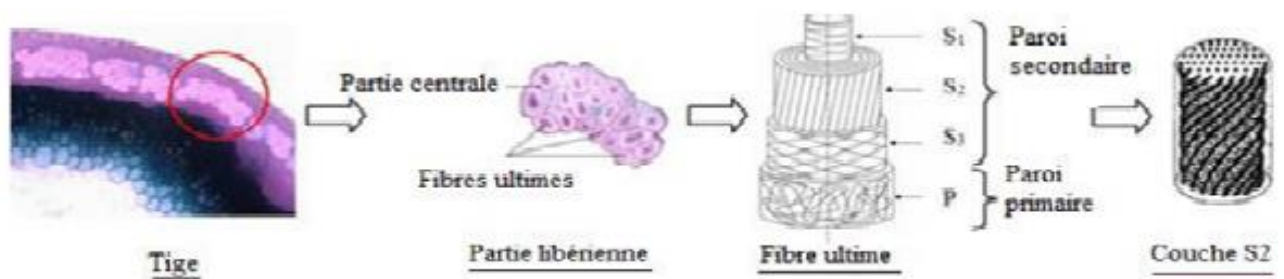


Figure III.2 : structure d'une fibre libérienne [17]

Comme illustrer dans la figure 2, les fibrilles de cellulose sont composées de deux couches élémentaires, une couche primaire très mince entourant une couche secondaire plus épaisse. La paroi cellulaire externe ou paroi primaire est une couche mince et très élastique, ce qui lui permet de suivre la croissance de la cellule. Cette paroi cellulaire contient seulement 8% de

cellulose. La paroi cellulaire secondaire ou couche secondaire est composée de trois couches distinctes (S1, S2 et S3) et elle contient la proportion majeure de cellulose. La couche de milieu S2 est la couche la plus épaisse et la plus déterminante dans les propriétés mécaniques des fibres vu qu'elle est composée de micro fibrilles de cellulose disposées parallèlement mais en hélice suivant un angle appelé angle micro fibrillaire (MFA) [18]. Cet angle ainsi que le taux de cellulose sont deux paramètres importants dans la détermination des propriétés mécaniques de la fibre [19].

III.2.2.2 Composition chimique des fibres végétales

Le composant majoritaire des fibres naturelles est la cellulose mais aussi on trouve la lignine et l'hémicellulose, des protéines et d'autres composantes non organiques. Cette composition chimique dépend de l'origine de la fibre, des conditions de croissance, des conditions climatiques, de l'âge de la plante et de la provenance de la fibre (feuilles, tige, fruit,...) [20]. Le tableau 2 présente la composition chimique de quelques fibres végétales naturelles .

Tab. III .2 : Composition chimique de quelques fibres végétales .[21-23]

	Cellulose(%)	Lignine(%)	Cendre(%)
Abaca	56-63	7-9	1-3
Agave	43-62	7-9	1-3
Alfa	33-38	17-19	6-8
Chanvre	57-77	9-13	0 ,8
Jute	45-63	21-26	2-5
Kéna f	44-72	15-19	22-23
Lin	43-47	21-23	5
Ramie	87-91	--	--

III .2.2.3 Avantages et Inconvénients des fibres végétales

Les fibres végétales combinent plusieurs avantages. Elles constituent tout d'abord une ressource biodégradable locale. Elles présentent un faible coût : jusqu'à neuf fois moins chères que les fibres de verre et jusqu'à cinq cent fois moins chères que les fibres de carbone . Elles sont issues des parties renouvelables des plantes. Elles présentent un faible impact environnemental (six fois moins énergivore que les fibres de verre et douze fois moins que les fibres de carbone). Enfin, elles possèdent une faible densité ce qui leur confère des propriétés spécifiques (grandeurs physiques ramenées à la densité) comparables à celles des fibres de verre dont elles constituent une

alternative. Les fibres végétales présentent aussi un certain nombre d'inconvénients qui découlent principalement du caractère naturel de ces fibres. Par conséquent, elles présentent une forte variabilité des propriétés pour une même espèce en fonction de plusieurs facteurs comme le climat, la densité de semis, l'âge de la plante, etc. A titre d'exemple, la teneur en cellulose – principal composant d'une fibre végétale dont la quantité influe sur les propriétés de la fibre – varie en fonction de l'âge de la plante [24].

III .2.2.4 Méthodes d'extraction des fibres végétales

Pour un usage de renfort de matériau composite, les fibres végétales sont prélevées dans la chaîne de transformation de l'industrie textile. Cette filière a développé depuis de très nombreuses années, des techniques pour séparer les fibres du reste de la plante. Les techniques utilisées pour séparer et présenter les fibres sont l'extraction mécanique, chimique et biologique [25]. Ces procédés de séparation des fibres sont organisés dans le figure.

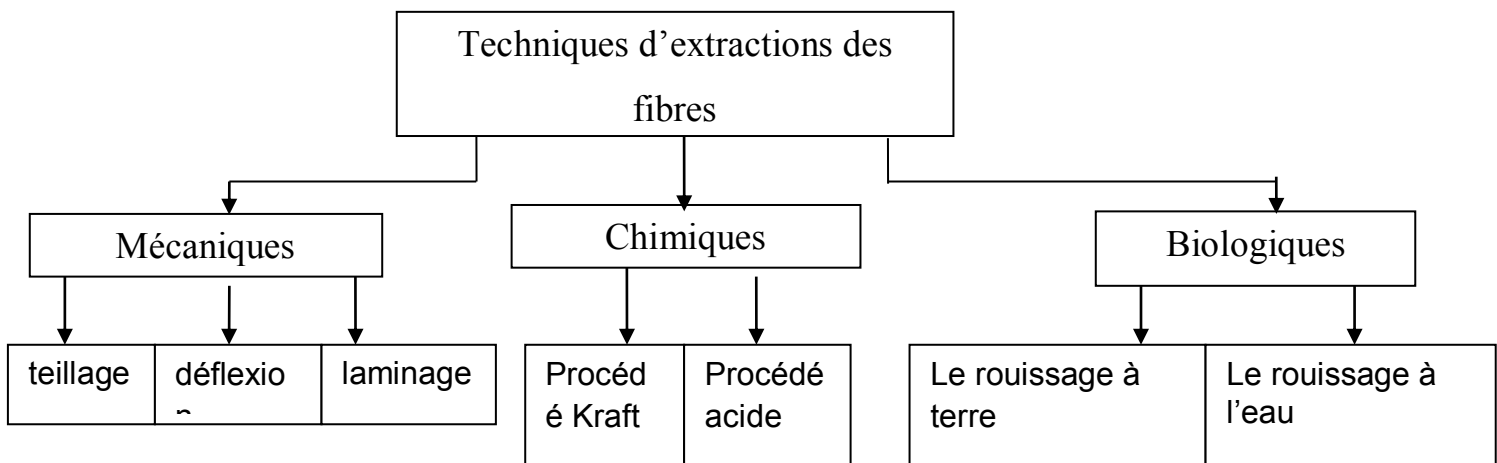


Figure III.3 : Techniques d'extractions des fibres.

III .2.2.5 Mise en œuvre des composites renforcés de fibres végétales

Des différentes techniques sont utilisées pour la mise en oeuvre des composites à renfort végétale. Ces dernières incluent le moulage au contact, la pultrusion, l'enroulement filamentaire, l'extrusion, le moulage par injection, etc. De manière générale, la mise en forme des composites s'effectue par moulage et comporte deux grandes étapes :

- Disposer les fibres et la matrice liquide dans un moule .
- Solidifier la matrice . [26]

III .3.1 La fibre de sisal

III .3.1.1 La plante

Les fibres du sisal sont issues de l'Agave sisalana, originaire du Mexique. Cette plante résistante pousse toute l'année dans des climats chauds et arides souvent impropres aux autres cultures. Elle s'accommode de la plupart des types de sols sauf ceux les sols argileux, très salins et humides. Sa culture est relativement simple car elle résiste bien aux maladies et nécessite comparativement peu d'intrants. Le sisal peut être récolté deux ans après avoir été planté et sa vie productive peut atteindre 12 ans. Chaque plante peut produire de 180 à 240 feuilles selon la situation géographique, l'altitude, la pluviométrie et la variété considérée. [27]



Figure III.4 : Le sisal [28]

III .3.1.2 Les fibres de sisal

Même si le degré d'humidité des feuilles de sisal est de quelque 90 pour cent, elles sont rigides et leur pulpe charnue est très ferme. Les fibres, situées à l'intérieur des feuilles dans le sens de la longueur, sont plus abondantes vers la surface. Il faut donc défibrer immédiatement la récolte afin d'éviter de les abîmer durant le nettoyage. Pour ce faire, on gratte la pulpe, généralement à l'aide d'un procédé mécanique, mais aussi à la main. La production de sisal induit des pertes minimales en amont et aval de la récolte. Le rendement moyen en fibres séchées s'établit à une tonne par hectare. En Afrique de l'Est, ce chiffre peut atteindre quatre tonnes par hectare.



Figure III.5 : fibre de sisal

III .3.1.3 Avantages de fibre de sisal pour l'environnement

Le sisal est la ressource renouvelable par excellence et pourrait aider à relever le défi du changement climatique. Tout au long de son cycle de vie, il absorbe plus de dioxyde de carbone qu'il n'en produit. Au cours de la transformation, il génère principalement des déchets organiques et des résidus de feuilles qui peuvent être utilisés pour produire de la bioénergie et fabriquer des aliments pour animaux, des engrais et des logements écologiques; en fin de cycle, il est totalement biodégradable. Les fibres synthétiques ne possèdent aucune de ces caractéristiques. De surcroît, le sisal réduit l'érosion des sols en raison de ses profondes racines et contribue à une bonne gestion des bassins versants. Planté en haies, il constitue une barrière végétale efficace pour protéger les cultures et les forêts des prédateurs et des intrus.

L'utilisation la plus importante des fibres de sisal est l'absorption d'eau et d'humidité au moyen de matériaux composites en polyéthylène, que nous étudierons dans la partie théorique du mémoire.

III .4.1 L'absorption de l'eau par les polymères

Tous matériaux pendant la phase de synthèse, de transport et de stockage ont tendance à maintenir l'humidité, atteindre une valeur d'équilibre avec l'environnement, ce qui dépend du type de polymère, de l'humidité et de la température de l'air, de la taille du grain et de nombreux autres facteurs. Selon la capacité d'absorber les molécules d'eau dans l'environnement environnant, les plastiques peuvent être divisés en: igroscopique et non-igroscopique.

❖ Dans les polymères igroscopiques, l'eau est absorbée à l'intérieur du grain en plastique et se lie chimiquement avec le matériau lui-même. Ils appartiennent à ce groupe d'ingénierie polymères tels que le polyamide (PA), le polycarbonate (PC), le polyméthylacrylate (PMMA), le polyéthylène téréphtalate (PET), l'acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS).

❖ En polymères non igroscopiques, d'autre part, l'eau ne pénètre pas dans le matériau, mais se dépose seulement sur la surface. Le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), le polystyrène (PS) sont des polymères de ce type.

De nombreux polymères techniques (aussi appelés « technopolymers » ou « polymères d'ingénierie ») sont igroscopiques et se caractérisent par un certain pourcentage d'humidité qui les rend saturés et un taux d'absorption précis .

III .4.2 Mécanisme d'absorption d'eau par les polymères

Lorsqu'un polymère higroscopique est exposé à l'atmosphère, les molécules d'eau se propagent dans la structure des polymères en se liant aux chaînes moléculaires et en réduisant les liaisons intermoléculaires et en augmentant la mobilité des molécules, agissant comme plastifiant. En général, l'igroscopie d'un polymère est liée à la polarité de la structure chimique . Une caractéristique importante de l'eau est la polarité de sa molécule .

Avec l'atome d'oxygène au sommet et les deux atomes d'hydrogène à chaque extrémité de la molécule du polymère. Puisque l'oxygène a une plus grande électro-négativité , le vertex de la molécule héberge une charge électrique négative partielle, tandis que les extrémités portent une charge électrique positive partielle. Une molécule qui présente ce déséquilibre des charges électriques est dit être un dipôle électrique.

Dans la structure moléculaire de nombreux polymères higroscopiques est présent le groupe carbonyle, qui est un groupe fonctionnel composé d'un atome de carbone et un atome d'oxygène lié par un double lien. La particularité de ce groupe est que l'oxygène est très électro-négatif et donne une polarité au lien. Puisque l'oxygène a une plus grande électro-négativité, il héberge une charge électrique négative partielle, tandis que le carbone reste une charge électrique positive partielle. Les polymères contenant de nombreux groupes de carbonyle ont donc une charge négative sur l'oxygène qui attire la charge positive présente sur l'atome d'hydrogène de la molécule d'eau. L'attraction entre la charge positive et la charge négative génère un lien faible appelé un pont à hydrogène.

En fait, les polymères qui contiennent le groupe carbonyle et les polymères tels que les polyamides sont igroscopiques et absorbent l'humidité par la formation de liaisons d'hydrogène. Les polymères non polaires, par contre, comme le polyoléfines (polypropylène et polyéthylène) et le polystyrène n'absorbent pas l'humidité par des liaisons d'hydrogène.[29]

Nous étudierons, l'effet de l'absorption d'eau des fibres de sisal en présence de polyéthylène haute densité(PEHD).

III .4.3 Matrice : Polyéthylène haute densité (PEHD)

Le PEHD est l'acronyme que l'on utilise le plus souvent pour parler de polyéthylène haute densité. On parle aussi de plaques PE, PEBD ou de plaque PE-HD. Le polyéthylène est une matière thermoplastique qui fait partie de la famille des plastiques. Il existe différents types de polyéthylènes. On explique ces différences par le processus de fabrication qui va différer. On parle de polyéthylène :

- de faible densité (PEBD).
- de haute densité (PEHD).
- de moyenne densité (PEMD).

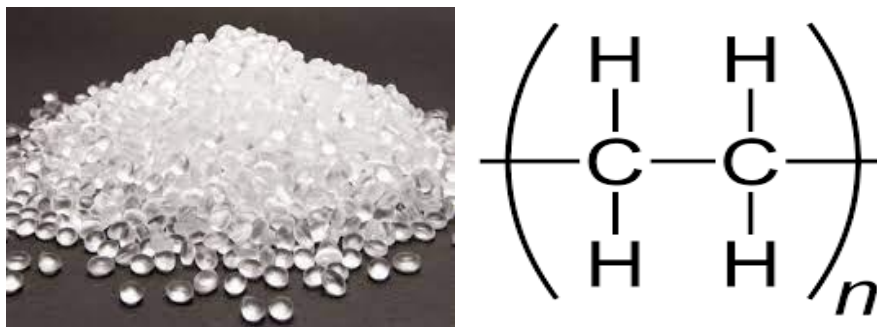


Figure III .6 : polyéthylène

Par ailleurs, il existe encore d'autres types de polyéthylènes : chloré (PE-C), de masse moléculaire très élevée (PE-UHMW...). L'ensemble de ces abréviations et types de matériaux sont normalisés sous l'égide de la norme NF EN ISO 1043-1 Le PEHD est précisément issu d'un processus de haute densité : Polyéthylène Haute Densité. Avec lui, on peut fabriquer aussi bien des jouets pour enfants, des sacs plastiques, que des tuyaux qui servent à transporter de l'eau !

Le plastique PEHD est produit à partir de la synthèse du pétrole. Pour sa fabrication, le PEHD implique différentes étapes :

- la distillation.
- le vapo-craquage.
- la polymérisation.
- granulation .

Après cette transformation, le produit est blanc laiteux, translucide. Il est ensuite très facile à façonner ou à colorer.

III.4.3.1 Origine de la fabrication du PEHD

La découverte du polyéthylène haute densité que l'on abrège PE-HD est le fruit d'autres recherches lancées en 1932 après avoir travaillé sur le polyéthylène basse densité. On attribue l'invention du PEHD aux chimistes Karl Ziegler et Giulio Natta. Depuis les prémices de cette invention, ce matériau a largement été utilisé et commercialisé, car il répond à des besoins variés. Son succès est fort : 80 millions de tonnes seraient produites chaque année sur la planète .

III.4.3.2 Les cas d'usage du PEHD dans l'industrie

Grâce à ses qualités et ses avantages, le PEHD est utilisé dans de nombreux pans de l'industrie. On le retrouve partout autour de nous dans notre vie quotidienne. En voici quelques exemples :

❖ Fabrication de bouteilles plastiques et d'emballages plastiques

Le PEHD est bien connu dans l'industrie agroalimentaire, notamment pour la fabrication de bouteilles de plastique. Il est un excellent contenant pour l'alimentation ou les boissons ou encore pour créer les bouchons de bouteilles. Il n'y a aucun risque de casse comme cela peut l'être avec le verre. De plus, les emballages plastiques PEHD ont l'énorme avantage de pouvoir être recyclés. Au-delà de l'industrie agroalimentaire, on retrouve le PEHD dans d'autres pans de l'industrie en général :

- pour fabriquer des jouets.
- des protections plastiques pour les cahiers.
- des boîtes de conservation.
- dans la fabrication de canoës-kayaks.
- création de bouées de balisage.
- et bien d'autres .

❖ Le PEHD dans l'industrie chimique et pharmaceutique

Les industries chimique et pharmaceutique utilisent le PEHD parce qu'il dispose de propriétés chimiques résistantes. On dit qu'il est chimiquement inerte. Ainsi, il va servir de contenant :

- pour les shampoings.
- les produits ménagers à utiliser avec précaution.
- la lessive .
- l'huile de moteur .

On l'utilise aussi pour créer des flacons de médicaments. Par ailleurs, on s'aperçoit que les bouteilles conçues en polypropylène sont d'ailleurs même plus puissantes dans leur conservation des produits lorsqu'elles sont colorées ou pigmentées.

III.4.3.3 Les avantages et les inconvénients à l'utilisation du PEHD sur les chantiers industriels

A / Les avantages du PEHD en tant que matériau

Le PEHD est un matériau qui possède plusieurs propriétés avantageuses qui justifient son utilisation dans l'industrie ou la conduite de fluides en tuyauterie. Le PEHD est un matériau peu cher pour une qualité exemplaire. Il est notamment très solide (incassable) tout en restant léger. Il peut supporter différents niveaux de températures en fonction de son procédé de fabrication (des températures basses et hautes : de -30 °C à +100 °C) et enfin il résiste à la plupart des acides solvants qu'il peut contenir sans s'affaisser ou se transformer.

B/ Le PEHD : un matériau facilement modulable

Grâce au procédé de fabrication qui permet de créer le PEHD, le PEHD résiste à des températures très hautes. Lors du procédé de fabrication, lorsqu'il atteint le point de fusion, le matériel peut alors revêtir une forme spéciale et s'adapter aux besoins des industriels : que ce soit pour créer des bouteilles pour des produits ménagers ou des tuyaux d'alimentation d'eau qui vont résister à de très hautes températures. C'est pourquoi les conduites en PE sont résistantes à la corrosion et stables face à de nombreuses réactions chimiques.

C/ LE PEHD est hautement résistant et étanche

Autre avantage et pas des moindres, le PEHD est très résistant ! Le PEHD résiste à la corrosion : ainsi des canalisations qui vont transporter des fluides agressifs ne vont pas être sujettes à la "corrosion". On ne constatera pas de modification de l'épaisseur de la conduite ou de la qualité des raccords avec le temps. Résistance à l'agressivité des sols : de la même façon, si un sol est acide et que l'on enterre une canalisation, sa forme ne risque pas d'être modifiée Le PEHD est aussi

extrêmement résistant aux chocs externes qui peuvent survenir : l'énergie transmise lors d'un choc va alors entraîner la déformation de la pièce plutôt que sa détérioration. De même, le risque du coup du bélier est considérablement diminué avec le PEHD. Les tubes en PEHD sont étanches : que ce soit à l'eau ou à l'air également. C'est la norme NF EN 1610 qui permet par exemple de tester l'étanchéité d'un tube. Enfin, lorsqu'il est coloré de couleur noir, le PEHD peut résister aux U.V.

D/ LE PEHD est léger

Mais puissant Pour les chantiers de tuyauterie industrielle, la légèreté du PEHD est un atout indéniable : les tubes en PEHD sont faciles à transporter, à déplacer ou à stocker. Par exemple, selon le Syndicat des tubes et Raccords en Polyéthylène et Polypropylène, un mètre de canalisation d'un diamètre inférieur à 300 pèse :

- 5 kg en PEHD .
- 66 kg en fonte .
- 150 kg en béton.

De fait, pour la manutention en général, l'installation de tubes en PEHD est simplifiée et demande des équipements plus légers. Le tuyau en PEHD est aussi résistant, car il dure dans le temps puisque sa durée de vie peut être très importante (notamment le PEHD 100). Cette durée de vie du tuyau va dépendre de différents facteurs : la dimension, la pression interne ou encore la température du fluide à l'intérieur. On parle de 50 à 100 ans de longévité.

III.4.3.4 Les inconvénients de l'utilisation du polyéthylène haute densité sur un chantier

Au contraire, les inconvénients de l'utilisation d'un tube en PEHD existent aussi. On pourra citer par exemple :

- les conditions de pose lors d'un chantier doivent être minutieuses : des manutentions brutales pourraient être fatales.
- il n'est pas possible d'avoir recours au collage ou au vissage pour relier deux canalisations en PEHD.
- il y a un risque d'ovalisation des tuyaux lors de la réunion de deux tubes.
- le PEHD absorbe le son plus qu'un autre matériau (comme la fonte par exemple), ce qui est plus compliqué pour le détecter .

- et ainsi surveiller des fuites. On utilise alors des procédés très coûteux pour surveiller le réseau (méthodes hydrophone) .
- la dilatation thermique est importante avec le PEHD : un tuyau peut être amené à se déformer en fonction des températures.
- il est important de respecter les températures maximum d'utilisation suivant les qualités du PEHD [30].

III.5 Méthode d'absorption l'eau

Racinaire est l'absorption d'eau et de sels minéraux par les racines d'une plante jusque dans ses parties supérieures. C'est par ce mécanisme que les plantes se nourrissent. Ce transport passif s'effectue majoritairement au travers d'aquaporines (canaux à eau).[31] Ici, nous voulons étudier l'absorption de l'eau par des fibres hydrophiles, et les fibres sont naturelles, en général, et chez les plantes, en particulier, comme les fibres végétales sensibles aux variations atmosphériques et connues par leur caractère hydrophile, présentent une résistance limitée à l'absorption de l'humidité. Ce problème représente un handicap majeur pour le développement des matériaux composites renforcés par ces fibres, ce qui rend important de caractériser et maîtriser le phénomène de sorption de l'humidité par les fibres végétales [32] .

III.5.1 Tests d'absorption d'eau

Il existe plusieurs méthodes pour estimer la quantité d'humidité absorbée par les matériaux composites. La plus utilisée est la méthode gravimétrique, qui consiste à la prise de masse de l'échantillon avant et après vieillissement [35] . Elle consiste à suivre l'évolution de la masse des échantillons dans le temps pour des intervalles réguliers sur une période totale de plus de 600 heures. Pour cela une série d'échantillons de stratifiés de différentes épaisseurs ont été prélevés à partir de chaque plaque biocomposites afin de mesurer la cinétique d'absorption de l'eau. Les échantillons préalablement pesés sont immergés dans de l'eau distillée, puis ils sont sortis du bain et légèrement essuyés avec du papier absorbant à fin d'enlever le film d'eau présent à la surface. Les échantillons pesés sont immergés à nouveau et le processus se répète jusqu'à la saturation complète. Ces essais ont été réalisés selon la méthode standard ASTM (D1037-99, ASTM, 1999) [36] à une température ambiante de 23 °C et une humidité relative d'environ 49%. Les prises de masse ont été réalisées sur une balance KERN PF Bis d'une précision de 0,0001 mg. Le taux d'absorption du matériau composite peut être calculée par la différence de masse de l'échantillon exposé à l'eau et sa masse à l'état non vieillie [37]. On voit dans la partie pratique notamment les fibres de sisal .

III.5.2 Cinétique et mécanisme d'absorption d'eau par les composites

La pénétration de l'eau au sein d'un matériau composite est conduite par trois mécanismes différents [38,39]. Le mécanisme principal réside dans la diffusion des molécules d'eau à l'intérieur des microcavités qui se trouvent entre les chaînes polymère. Le deuxième mécanisme est le transport capillaire dans les porosités et les défauts au niveau de l'interface fibre/matrice résultant d'une imprégnation incomplète des fibres par la matrice polymère. Ce mécanisme est assez considérable dans le cas d'une mauvaise adhésion entre les fibres et la matrice, ainsi que lors d'un éventuel décollement entre fibres et matrice. Enfin, le dernier mécanisme est le transport par les microfissures et les porosités dans la résine et formées durant la phase d'élaboration. D'une manière générale, le comportement de diffusion au sein des polymères vitreux peut être distingué selon la mobilité relative du pénétrant et des segments du polymère. D'après une telle classification, on compte trois catégories de comportement de diffusion [40,41] :

III.5.2.1 Diffusion Fickienne

Le modèle le plus simple pour la diffusion d'un solvant (espèce diffusante) dans un solide est donné par la loi de Fick (1855). Le gradient de concentration du solvant induit un flux φ qui lui est proportionnel. C'est donc le moteur de la diffusion. La vitesse de diffusion est caractérisée par le coefficient de diffusion D . On a ainsi la première loi de Fick donnée par l'équation (1.1) suivante :

$$\varphi = -D \text{ grad } C \quad (\text{IV.1})$$

ou

D : coefficient de diffusion du milieu en mm^2/s .

C : concentration du solvant au sein du milieu.

Le signe négatif indique que le flux est dirigé des zones à concentration élevée vers celles à concentration plus faible.

La seconde loi de Fick fait intervenir le temps. On considère que l'eau pénètre librement et sans interaction avec les composants. Selon la loi de conservation de la masse, on a l'équation (1.2) :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \text{div}(\varphi) \quad (\text{IV.2})$$

En combinant les équations (1.1) et (1.2), on obtient la seconde loi de Fick (équation 1.3).

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \text{div}(-\text{grad}C) \quad (\text{IV.3})$$

Lorsque la diffusion est unidirectionnelle (suivant x), et que D est indépendant de concentration, on a :

$$\phi = -D \frac{\partial C}{\partial x} \quad \text{IV.4}$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad \text{IV.5}$$

La diffusion fickienne est ainsi caractérisée par deux paramètres :

- Un coefficient de diffusion D indépendant du temps et de l'espace, ainsi que de la concentration en molécules d'eau, puisque nous nous plaçons dans le cas de phénomènes physiques réversibles.
- Un seuil d'absorption d'eau asymptotique M_s atteint pour un temps infini correspondant à l'équilibre et caractérise par la valeur correspondante du gain de masse généralement exprimé en pourcentage.

Un problème de diffusion est donné par la géométrie du milieu et un ensemble de conditions aux limites. Crank a présenté des solutions mathématiques de ces équations pour des géométries et des conditions aux limites variées [42]. La géométrie la plus utile dans la suite de cette étude est celle d'une plaque mince.

III.5.2.1.1 Diffusion dans une plaque mince

Si on considère une plaque mince d'épaisseur $2h$, au sein de laquelle diffuse le solvant, initialement à la concentration C_0 , et dont les surfaces sont gardées à la concentration uniforme C_1 , alors l'évolution spatiale et temporelle de la concentration de solvant est donnée par :

$$\frac{C-C_0}{C_1-C_0} = 1 - \frac{4}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \exp\left(-D \cdot \frac{(2n+1)^2}{h^2} \cdot \pi \cdot t\right) \cdot \cos \frac{(2n+1) \cdot \pi}{h} \quad \text{IV.6}$$

Où : C_0 : la concentration initiale.

C_1 : la concentration uniforme.

D : coefficient de diffusion.

x: distance à partir du plan central de la plaque, suivant l'épaisseur.

t : durée de vieillissement.

h : épaisseur de la plaque.

A : une aire.

La masse totale d'eau M_t dans le matériaux a un instant t est obtenue par intégration de la variable C sur l'épaisseur du matériau, et sur une aire A soumise au flux :

$$M_t = \int_0^h A \cdot C(x,t) dx \quad \text{IV.7}$$

Si l'on note M_s la masse d'eau absorbée après un temps infini , l'équation (1 .6) s'écrit alors:

$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \cdot \exp\left(-D \cdot \frac{(2n+1)^2}{h^2} \cdot \pi^2 \cdot t\right) \quad \text{IV.8}$$

C'est généralement cette équation qui est la base des modèles de cinétique de diffusion. La considération du paramètre M_t est intéressante puisque ce dernier correspond a la masse d'eau absorbée a un instant donne de vieillissement, et donc a la mesure accessible expérimentalement par pesée. Il permet donc une comparaison directe entre mesure expérimentale et simulation numérique. Une représentation schématique de la courbe :

$M_t / M_s = f(\sqrt{t})$

est donnée figure III.8. C'est une fonction linéaire en début d'absorption et qui s'incurve au moment de la saturation, quand le matériau se met en équilibre avec l'environnement.

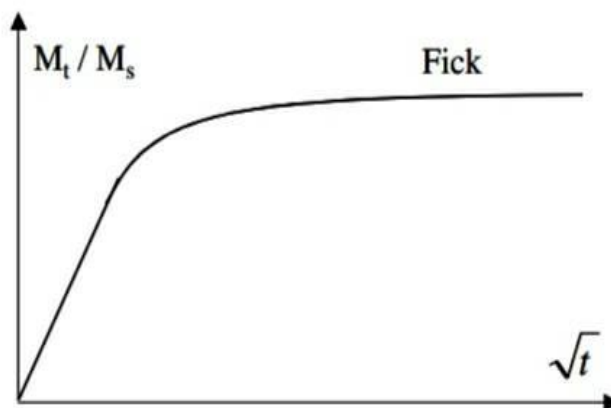


Figure III.7 : Courbe de diffusion de type Fick

Il est parfois utile, notamment pour la détermination des paramétrés de diffusion, de considérer des expressions simplifiées aux temps courts ou aux temps longs :

- Lorsque $M_t/M_s < 0.5$ (temps courts), l'équation (1.8) devient approximativement :

$$\frac{M_t}{M_s} = \frac{4}{h} \sqrt{\frac{Dt}{\pi}} \quad \text{IV.9}$$

$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - \frac{8}{h^2} \cdot \exp\left(-\frac{D\pi^2}{h^2}\right) \quad \text{IV.10}$$

Il existe aussi des résolutions approchées telle celle de Shen et Springer, qui proposent une expression simplifiée de l'équation (1.8).

$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - \exp\left(-7.3\left(\frac{Dt}{h^2}\right)^{0.75}\right) \quad \text{IV.11}$$

Cette expression est notamment utilisée dans les travaux de Dewimille et Bunsell qui cherchent à modéliser les phénomènes de vieillissement de composites époxy-fibres de carbone [43].

A/ Influence du taux d'humidité relative

Dans le cas où le matériau présente un niveau de saturation en eau M_s , on trouve en général une dépendance directe de M_s en fonction du degré d'humidité du milieu (HR%). [44]. décrites par la relation :

$$M_s = a \cdot (\text{HR}\%)^b \quad \text{IV.12}$$

ou : a et b sont des constantes.

Pour les matériaux composites, b est proche de 1, et il est compris entre 1.3 et 1.8 pour les résines. De nombreux auteurs retrouvent cette dépendance dans leurs travaux [45 -49].

On trouve également que le degré d'humidité n'a pas d'influence sur la valeur du coefficient de diffusion, c'est à dire sur la vitesse de diffusion de l'eau. On considérera donc que D est indépendant de la concentration d'eau et reste constant pour une température donnée.

B/ Influence de la température

Tous les auteurs confirment l'influence de la température sur les cinétiques d'absorption. D'une part, la pente initiale des courbes d'absorption augmente avec la température. Ainsi, le coefficient de diffusion d'eau D est extrêmement sensible à la température ; il peut augmenter de deux ordres de grandeur pour une augmentation de température de 100°C [50].

Une valeur typique de D a température ambiante est de l'ordre de $10^{-7} \text{mm}^2/\text{s}$ pour une résine époxy. Un exemple de variation de D en fonction de la température, pour le cas d'une résine époxy vieillie en immersion ou en humidité relative à différentes températures. L'absorption est thermiquement activée et on a une relation d'Arrhenius permettant de décrire la dépendance de D avec T (équation 1.13).

$$D = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad \text{IV.13}$$

Ou :

E_a : énergie d'activation de la diffusion.

D_0 : constante (indice de perméabilité) .

T : température d'essai.

R : constante des gaz.

D'autre part, la dépendance du niveau de saturation M_s avec la température, est beaucoup moins claire. Certains auteurs trouvent un niveau semblable pour différentes températures, alors que d'autres obtiennent un niveau qui augmente avec la température. Par exemple, Shen et Springer [Shen et Springer, 1981] constatent qu'en immersion et en humidité relative, la masse à saturation n'est pas fonction de la température de l'eau ou de l'air humide, ce qui n'est pas conforme aux résultats trouvés par N. Dubois [51]. On considère donc que M_s dépend essentiellement du degré d'humidité du milieu ambiant et dans une moindre mesure de la température et éventuellement de sollicitations mécaniques appliquées.

D'autre part, une température élevée va favoriser les phénomènes de reprise d'eau brutale et éventuellement de perte de matière, qui sont détaillés dans le paragraphe suivant. Il est cependant difficile de donner une température critique à partir de laquelle sont observés ces phénomènes. Cela dépend en particulier de la nature du matériau teste.

III.5.2.2 Diffusion non fickienne

Dans de nombreuses circonstances, les cinétiques d'absorption d'eau de polymères ou composites à matrice polymère présentent des écarts par rapport au comportement fickien, évoqué dans les paragraphes précédents. Les courbes schématiques données sur la figure III.9 sont représentatives des différents cas rencontrés dans la littérature.

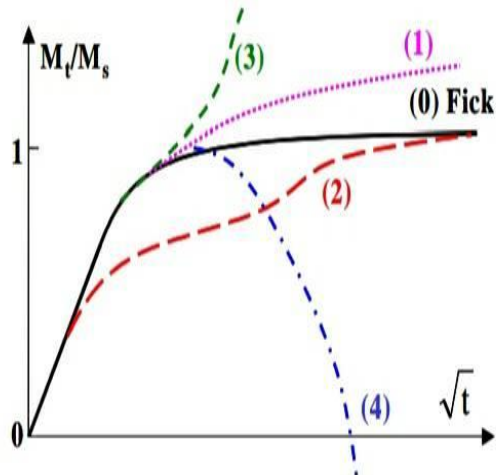


Figure III.8 : Courbes schématiques représentatives de quatre catégories de cinétiques d'absorption d'eau non fickienne.

La courbe (0) correspond au comportement fickien. La courbe (1), qui est caractérisée par une augmentation continue de la prise de poids, correspond au cas « pseudo-fickien » couramment rencontré [52]. L'équilibre n'est jamais atteint. La courbe (2) représente une cinétique de type Langmuir [53-55]. Nous ne détaillons pas ce modèle ici car il n'a pas été utilisé lors de l'étude. Le cas (3) correspond à une accélération rapide de l'absorption d'eau, qui est généralement accompagnée de déformations importantes, d'endommagements au sein du matériau. Enfin le cas (4) présente une perte de poids du matériau, après une certaine durée de vieillissement. On peut attribuer ce cas de figure à des dégradations physiques ou chimiques, à une hydrolyse du matériau. Des groupements chimiques peuvent être arrachés des chaînes polymères et être évacués dans le solvant, ce qui explique la perte de matière et la baisse de la masse globale, malgré l'absorption d'eau. En raison de la grande variété de structures moléculaires des polymères, et de la diversité des structures CMO, il est difficile de suggérer des causes spécifiques pour les différents cas évoqués ci-dessus. Cependant, la synthèse des données de la littérature suggère que les cas (0) et (2), où le matériau parvient à une saturation en eau vis à vis du milieu environnant, se produisent lors d'une immersion à faible température. Les cas (3) et (4) correspondent eux plus fréquemment à des processus d'absorption dans des conditions plus sévères, en immersion, à des températures élevées (généralement au-dessus de 70°C) et parfois sous des contraintes externes élevées.

III.5.3 Effets des paramètres environnementaux et structuraux du composite

L'absorption d'eau par les composites renforcés par des fibres végétales dépend de plusieurs paramètres. Ces derniers sont associés soit à la structure du composite principalement liée au renfort fibreux (taux massique en fibre, orientation des fibres, perméabilité des fibres, traitement subi et qualité de l'interface), soit aux conditions environnementales (température, degré d'humidité).

Conclusion

En raison de la nature hydrophile de la fibre, l'utilisation des composites à fibres végétales dans des structures extérieures nécessite de connaître leur comportement dans un milieu humide. L'objectif de ce travail était de mieux comprendre le phénomène d'absorption de l'humidité au sein des biocomposites: le sisal ainsi d'évaluer l'effet de l'orientation des fibres sur la cinétique d'absorption d'eau.

Références

- [1] A. Le Duigou .« Etude des mécanismes d'adhérence entre une fibre de lin et un PLLA- influence d'un traitement faiblement impactant à l'eau » comptes rendus des JNC 17 – Poitiers,2011,09 p.
- [2] O. Faruk, A.K. Bledzki, H.P. Fink, M. Sain, « Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010 ». *Progress in Polymer Science*, 2012., pp. 1552-1596,
- [3] G. Apolinario, P. Ienny, S. Corn, R. Léger, A. Bergeret, and J. M. Haudin, “Effects of water ageing on the mechanical properties of flax and glass fibre composites: Degradation and reversibility,” *Nat. Fibres Adv. Sci. Technol. Towar. Ind. Appl.*, vol. 12, pp. 183– 196, 2016.
- [4] A. Monti, A. El Mahi, Z. Jendli, and L. Guillaumat, “Mechanical behaviour and damage mechanisms analysis of a flax-fibre reinforced composite by acoustic emission,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 90, 2016, pp. 100–110.
- [5] M. Berges, R. Léger, V. Placet, V. Person, S. Corn, X. Gabrion, J.Rousseau, E. Ramasso, P. Ienny, and S. Fontaine, “Influence of moisture uptake on the static , cyclic and dynamic behaviour of unidirectional flax fibre-reinforced epoxy laminates,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 88, 2016, pp. 165–177.
- [6] A. Céline, S. Fréour, F. Jacquemin, and P. Casari, “The hygroscopic behavior of plant fibers: a review.” *Front. Chem.*, vol. 1, no.January, 2013 ,p. 43.
- [7] M. Ghasemzadeh-Barvarz, C. Duchesne, and D. Rodrigue, “Mechanical, water absorption, and aging properties of polypropylene/flax/glass fiber hybrid composites,” *J. Compos. Mater.*, vol. 49, no. 30, 2018 ,pp. 3781–3798.
- [8] A. Moudood, A. Rahman, A. Ochsner, “Flax fiber and its composites: An overview of water and moisture absorption impacton their performance”, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 0(0) (2018), pp:1–17.
- [9] A. Chilali, M. Assarar, W. Zouari, “Analysis of the hydro-mechanicalbehaviour of flax fibre-reinforced composites: Assessment of hygroscopic expansion and its impact on internal stress”,*Composite Structures*, 206 (2018), pp: 177–184.

- [10] N. Coniglio, K. Nguyen, R. Kurji, and E. Gamboa. Characterizing water sorption in 100% solids epoxy coatings. *Progress in Organic Coatings*, 2013,76(9) :1168–1177.
- [11] J , Composites, Technical book, Flax and Hemp fibres: a natural solution for the composite industry John M-J., Tlili R., Anandjiwala R-D., Boudenne A. et Ibos L.. Effect of amphiphilic coupling agent on heat flow and dielectric properties of flax-polypropylene composites, *Composites Part B*, 43(2) ,(2012), pp.526-532
- [12] I.A ,Askargorta., T.Lampke , A. Bismarck, (2003), Wetting behavior of flax fibres as reinforcement for polypropylene, *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 263, pp. 580–589.
- [13] K. Charlet, C. Morvan, J. Bréard, J. Jernot, and M. Gomina, "Etude morphologique d'un composite naturel. La fibre de lin," *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, vol.16,2006, p. 11.
- [14] C.Ververis, K.Georghiou, N. Christodoulakis, P. Santas, and R. Santas, "Fiber dimensions, lignin and cellulose content of various plant materials and their suitability for paper production," *Industrial crops and products*, vol. 19,2004 , pp. 245-254.
- [15] M. Nardin, "Interfaces fibre-matrice dans les matériaux composites. Application aux fibres végétales," *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, vol. 16, 2006 ,p. 49,.
- [16] C.Meirhaeghe, "Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France," Etude réalisée pour le compte de l'ADEME par Fibres Recherches Développement, Mars 2011.
- [17] A. Céline, S. Fréour, F. Jacquemin, and P. Casari, "The hygroscopic behavior of plant fibers: a review," *Frontiers in Chemistry | Polymer Chemistry*, vol. 1, Janvier
- [18] A.K Bledzki and J Gassan, "Composites reinforced with cellulose based fibres," *progress in polymer science*, vol. 24, no. 2, 1999,pp. 221-274.
- [19] A.K Bledzki and J Gassan, "Composites reinforced with cellulose based fibres," *Progress in Polymer Science*, vol. 24, no. 2, 1999, pp. 221–274,.

- [20] M. Rowell Roger , J.Rodney, and L. O'Dell Jane, "Use of Natural Fibers in Resine Transfer molding," in International Conference on Wood fiber - plastic Composites, USA, 1995, pp. 137-140.
- [21] G. Huang, "Nettle (*Urtica cannabina* L) fibre, properties and spinning practice," Journal of Textile Institute, vol. 96, no. 1, 2005 , pp. 11-15.
- [22] S. Mortazavi Majid and M. Moghaddam Kamali, "An Analysis of Structure and Properties of a Natural Cellulosic Fiber (Leafiran)," Fibers and Polymers, vol. 11, no. 6, pp. 2010,pp 877-882,
- [23] A . Sbiai , "Thèse De Doctorat: Matériaux Composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres," Lyon, 2011.
- [24] Y.Li, Y-W .Mai et Ye L. Sisal fibre and its composites: a review of recent developments, Composites Science and Technology, 60, 2000, 2037-2055
- [25] C. BALEY, Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites: Ed. Techniques Ingénieur. Matériaux fonction fonctionnels, N° N2220., 2005.
- [26] J. L. BERTHELOT, Matériaux composites (comportement mécanique et analyse de structure), Paris 1999
- [27]<https://www.fao.org/economic/futurefibres/fibres/sisal/fr/#:~:text=Les%20fibres%20du%20sisal%20sont,argileux%2C%20tr%C3%AAs%20salins%20et%20humides.>
- [28] http://kanirope.fr/index.php?cat=c3_Sisal--torsad--.html. (08/03/2018).
- [29] <https://www.arezio.it/nouvelles/absorption-de-lhumidite-chez-les-polymeres-fr/>
- [30]<https://www.artisgroupe.fr/blog/pehd#:~:text=Le%20PEHD%2C%20PE%2DHD%20ou,O n%20le%20retrouve%20absolument%20partout%20!>
- [31]<https://admin.fortrainjobs.com/uploads/Nature/Fleuriste/docs/Cours-BP-Fleuriste-L-absorption-racinaire.pdf>
- [32] W.E. Mortan, J.W.S. Hearle. Physical properties of textile fibers, Manchester. The textile institute, 1975.

- [35] A. Komuraiah, N.S. Kumar and B.D. Prasad. "Chemical composition of natural fibers and its influence on their mechanical properties", *Mech Compos Mater*, 50 (2014), pp: 359–376.
- [36] H. Dhakal, Z. Zhang, and M. Richardson, "Effect of waterabsorption on themechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyestercomposites," *Composites Science and Technology*, vol. 67,2007, pp. 1674-1683.
- [37] A. Standard Test Method for Evaluating Properties of Wood-Base Fiber and Particle Panel Materials. Designation: ASTM D1037-99; ASTM: West Conshohocken, PA, 1999.
- [38] J. Comyn. *Polymer permeability*, London, Chapman &Hall, 1985. 138
- [39] A. Espert, F. Vilaplana, S. Karlsson. Comparaison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties, *composites part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 35, pp.1267-1276, 2004.
- [40] L.H. Sperling. *Introduction to physical polymer science*, Chapitre 4, New Jersey, Wiley-Interscience Publications, Vol. 18, pp.145-195, 2006.
- [41] J. Crank , 1983 – « The Mathematics of diffusion », Oxford University Press, 2nd edition reprinted, (1983).
- [42] C.H.Shen, G.S. Springer, – "Moisture absorption and desorption of composite materials", *Environmental effects on composites materials*, Technomic , 1981, p15.
- [43] B. Dewimille, A.R. Bunsell , – « The modelling of hygrothermal aging in glas fibre reinforced epoxy composites » , *Journal of Physics* , 15 , 1982, p 2079.
- [44] A.C. Loos, G.S. Springer, "Moisture absorption of graphite-epoxycomposites immersed in liquids and in humid air", *J. Composites Materials*, vol. 13, 1979, p 131
- [45] V. Bellenger, J. Verdu, and E. Morel, *Journal of Materials Science* 24, 1989, 63-68.
- [46] P. Bonniau, these. « effets de l'absorption d'eau sur les proprietes electriques et mecaniques des materiaux composites a matrice organique », Mars 1983.
- [47] B. Dewimille, « Vieillissement hygrothermique d'un materiau composite fibresde verre-resine epoxyde », these ENSMP, Juillet 1981.

- [48] E. L. McKague J. D. Reynolds, and J. E. Halkias, Journal of Applied Polymer Science 22,1978 , 1643-1654 .
- [49] S. Popineau, These de doctorat, ENSMP « Durabilite en milieu humide d'assemblages structuraux colles type aluminium/composite », 2005.
- [50] A.C. Loos, G.S. Springer, “Moisture absorption of graphite-epoxy composites immersed in liquids and in humid air”, J. Composites Materials, vol. 13, 1979, p 131.
- [51] A.C. Loos, G.S. Springer, “Moisture absorption of graphite-epoxycomposition immersed in liquids and in humid air”, ed. G.S. Springer, Environmental effects of composite Materials, pp. 34-49.
- [52] N. Dewas, in Le Modele de Langmuir Applique a la Diffusion d'Eau dans lesMateriaux Composites Type Carbone-Epoxy, Suresnes (1982).
- [53] N. Dubois, « Caracterisation et modelisation du vieillissement de materiaux composites », stage Mastere, Septembre 2003
- [54] Y.J.Weitsman, “Moisture in composites, sorption and damage”, fatigue of composites materials, Elsevier Science Pub., 1991, pp385-429.
- [55] Y.J.Weitsman, Ya-J.Guo, “A correlation between fluid-induced damage and anomalous fluid sorption in polymeric composites”, Composites Sc. & Technology 62, 2002 , pp.889-908.

Chapitre IV:

Résultats et discussion

IV.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous avons enregistré les résultats numériques que nous avons obtenus dans ce travail et nous les avons enregistrés dans le programme Design Expert 13 qui est un progiciel statistique fourni par Stat-Ease Inc. Il est spécifiquement destiné à la réalisation de plans d'expériences (DOE). Design-Expert propose des tests de comparaison, de criblage, de caractérisation, d'optimisation, de conception de variantes robustes, de conceptions de mélanges et de Co-conceptions. Design - Expert fournit des matrices de test pour dépister jusqu'à 50 travailleurs. La signification statistique de ces facteurs a été déterminée par analyse de variance (ANOVA). Des outils graphiques aident à déterminer l'impact de chaque facteur.[1] sur les résultats souhaités et à détecter les anomalies dans les données Nous en avons extrait des données et des tableaux pour nous aider à étudier cette expérience et à comparer les résultats .

VI .2 Partie expérimentale

Tab .IV.1 : Résultats de l'absorption des échantillons en fonction du temps

Temps (h)	Temps (s)	Temps (s0.5)	HDPE/10%FS	HDPE/20%FS	HDPE/25%FS	HDPE/35%FS
0	0	0	P0 = 5.200	P0 = 5.350	P0 = 5.400	P0 = 5.450
1	3600	60	5.9602	6.1936	6.2712	6.3319
2	7200	84.8528137	6.0127	6.2236	6.3242	6.3873
4	14400	120	6.0452	6.2736	6.3618	6.4231
8	28800	169.705627	6.0705	6.3048	6.3864	6.442
12	43200	207.846097	6.0991	6.3385	6.3927	6.4933
24	86400	293.938769	6.1573	6.3432	6.5013	6.6313
48	172800	415.692194	6.1854	6.4622	6.7245	6.8445
72	259200	509.116882	6.2483	6.6257	6.7909	6.873
96	345600	587.877538	6.2834	6.6965	6.8127	6.8941
120	432000	657.267069	6.2937	6.7378	6.8451	6.9242
144	518400	720	6.3506	6.7684	6.8962	6.9562
168	604800	777.688884	6.3708	6.7991	6.9031	6.9655

192	691200	831.384388	6.3939	6.8162	6.9114	6.9678
216	777600	881.816307	6.4057	6.8292	6.9198	6.9714
240	864000	929.516003	6.4238	6.838	6.9485	7.0063
264	950400	974.884609	6.4457	6.8422	6.9623	7.0217
288	1036800	1018.23376	6.4566	6.8512	6.9842	7.0332
312	1123200	1059.8113	6.4584	6.8565	6.9912	7.0474
336	1209600	1099.81817	6.4591	6.8565	7.0084	7.0597
360	1296000	1138.41996	6.4591	6.8565	7.0084	7.0597
384	1382400	1175.75508	6.4591	6.8565	7.0084	7.0597

Après avoir immergé la composé dans l'eau et mesuré sa masse toutes 24 heures , nous enregistrons La variation du comportement d'absorption d'eau des composites à base de PEHD et nous calculons le taux d'absorption en utilisant la loi suivants :

$$\text{Taux d'absorption (\%)} = \frac{P_t - P_0}{P_0}$$

P0 : est la masse de l'échantillon non immergé à t = 0 .

P1: est la masse des échantillons après un temps d'immersion donné

Tab. IV.2: Les résultats

	Factor 1	Factor 2	Response 1
Run	A :Tepms	B :Renfort	Absorption d'eau
	H	%	%
1	24	10	0.184096
2	24	20	0.185645
3	24	25	0.203944
4	24	35	0.216752
5	48	10	0.1895
6	48	20	0.207888
7	48	25	0.245278

8	48	35	0.255872
9	72	10	0.201596
10	72	20	0.238449
11	72	25	0.257574
12	72	35	0.261101
13	96	10	0.208346
14	96	20	0.251682
15	96	25	0.261611
16	96	35	0.264972
17	120	10	0.210327
18	120	20	0.259402
19	120	25	0.267611
20	120	35	0.270495
21	144	10	0.221269
22	144	20	0.265121
23	144	25	0.277074
24	144	35	0.276367
25	168	10	0.225154
26	168	20	0.27086
27	168	25	0.278352
28	168	35	0.278073
29	192	10	0.229596
30	192	20	0.274056
31	192	25	0.279889
32	192	35	0.278495
33	216	10	0.231865
34	216	20	0.276486
35	216	25	0.281444
36	216	35	0.279156
37	240	10	0.235346
38	240	20	0.278131
39	240	25	0.286759
40	240	35	0.28556

41	264	10	0.239558
42	264	20	0.278916
43	264	25	0.289315
44	264	35	0.288385
45	288	10	0.241654
46	288	20	0.280598
47	288	25	0.29337
48	288	35	0.290495
49	312	10	0.242
50	312	20	0.281589
51	312	25	0.294667
52	312	35	0.293101
53	336	10	0.242135
54	336	20	0.281589
55	336	25	0.297852
56	336	35	0.295358
57	360	10	0.242135
58	360	20	0.281589
59	360	25	0.297852
60	360	35	0.295358
61	384	10	0.242135
62	384	20	0.281589
63	384	25	0.297852
64	384	35	0.295358

La variation du comportement d'absorption d'eau des composites à base de PEHD à une teneur variée en fibre de sisal avec le temps d'immersion dans l'eau distillée est présentée à la Figure. 1. L'inclusion de fibres de sisal augmente le taux d'absorption d'eau du composite.

C'est principalement parce que la fibre de sisal possède une nature hydrophile. La raison en est l'augmentation du groupe OH libre de la cellulose qui forme une liaison hydrogène avec les molécules d'eau. Ici, à mesure que les couches de Sisal augmentent, le groupe OH libre augmente également. Le comportement d'absorption d'humidité du

composite dépend généralement de divers facteurs tels que la teneur en vides dans le composite, la liaison interfaciale fibre-matrice et la charge des fibres. De plus, la teneur en vides augmente avec la teneur en charge, et avec cela plus d'espace est disponible pour que l'eau pénètre dans le corps composite, et donc l'absorption d'eau augmente. La fibre naturelle de sisal contient un groupe OH libre de cellulose qui forme une liaison hydrogène avec la molécule d'eau.

Lorsque la teneur en fibres de sisal augmente dans le composite, le groupe OH libre augmente. Par conséquent, l'absorption d'humidité augmente. Lekrine et al. ont également observé que lorsque la teneur en fibres augmente dans le composite, l'absorption d'humidité augmente en raison de la teneur plus élevée en cellulose alors qu'ils étudiaient avec des composites *Washingtonia filifera*-HDPE.

On voit également que la prise d'eau augmente initialement avec le temps d'immersion et plus tard elle atteint la saturation puis aucune autre prise d'eau n'est observée. [2]

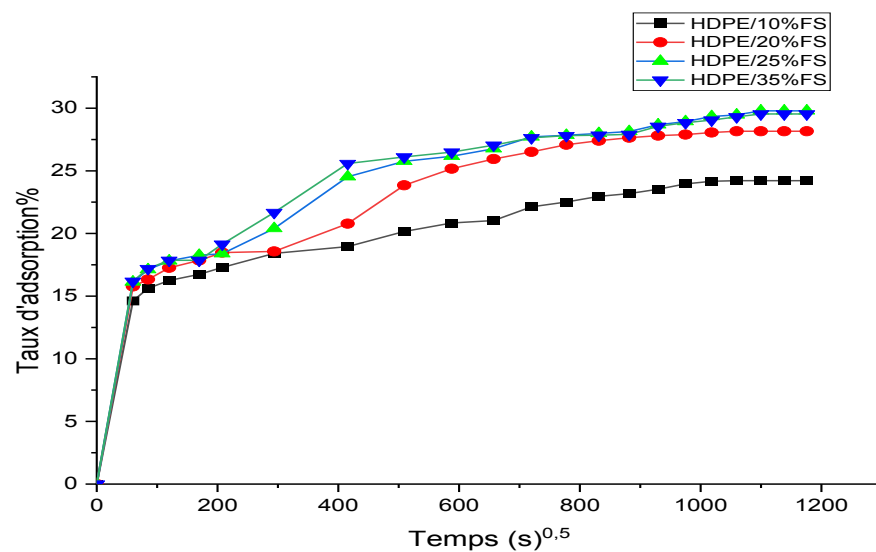


Figure IV.1 : Résultats d'absorption d'eau du sisal

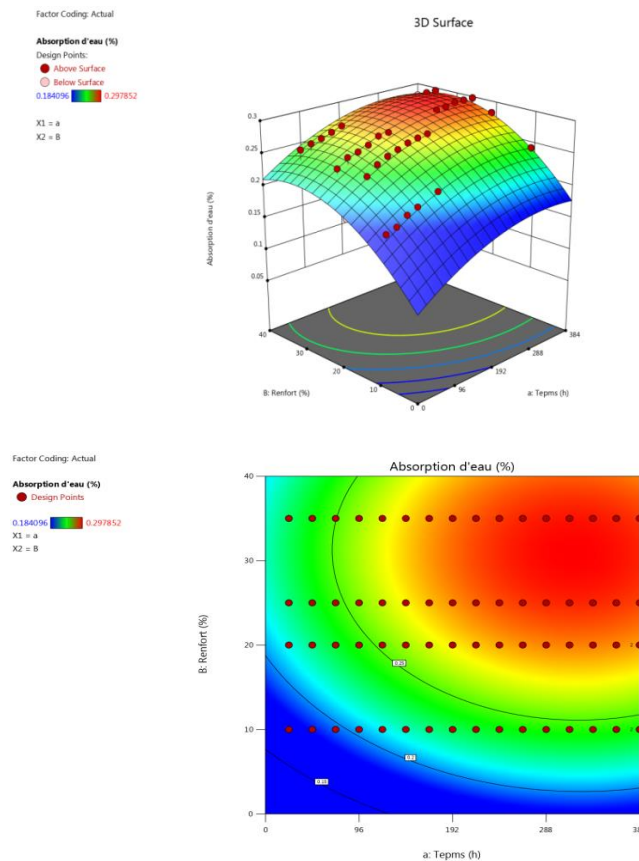


Figure IV .2 : la variation de taux d'absorption en fonction de temps et renforts

Les interactions des effets de combinaison entre les entrées et les variables de réponse peuvent également être étudiées à l'aide d'autres représentations graphiques telles que les tracés 3D et les tracés de contour de surface. Les tracés sont présentés à la Figure . 3, et ils ont été utilisés pour expliquer les influences, de différents paramètres, sur l'absorption d'eau.

Ces graphiques de surface ont été produits en modifiant les deux variables dans la plage du test expérimental à l'aide du modèle.

Une influence interactive de la teneur en fibres et du temps d'immersion a été illustrée.

Il a été constaté qu'avec l'augmentation de la teneur en fibres et du temps d'immersion, l'absorption d'eau augmentait jusqu'à saturation à un temps d'immersion déterminé (384 h). Ceci est lié aux espaces poreux permettant le passage de l'eau.

L'absorption la plus faible a été obtenue pour le biocomposite HDPE/FS avec une teneur en fibres de 10 %. Dans le type de tracé 3D, il y avait un effet interactif significatif de la teneur en fibres et du temps d'immersion. figure 3 .

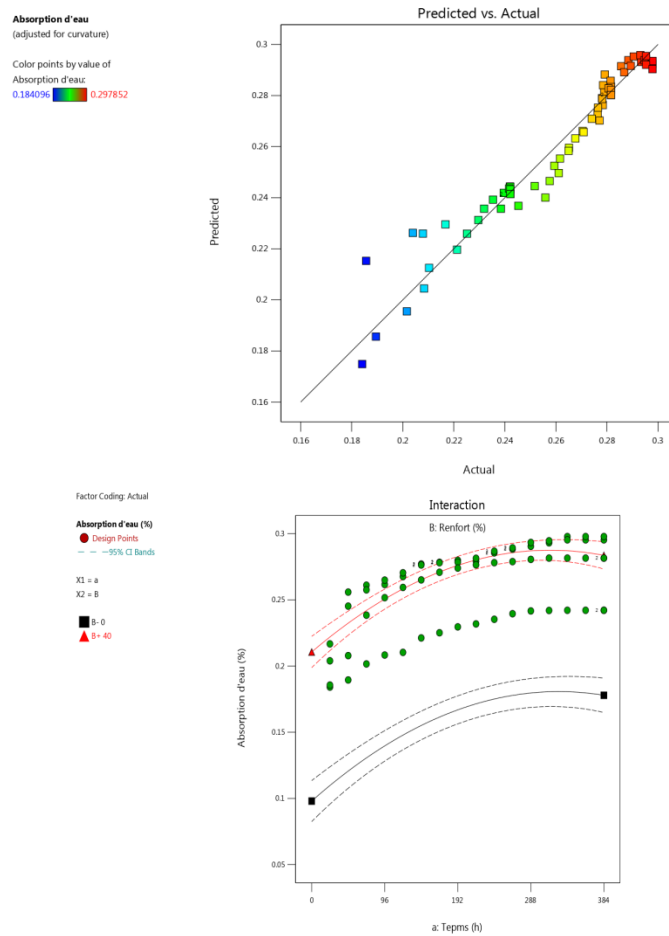


Figure IV. 3 : La Variation de l'interaction d'absorption de l'eau en fonction de temps (h) et Renforts

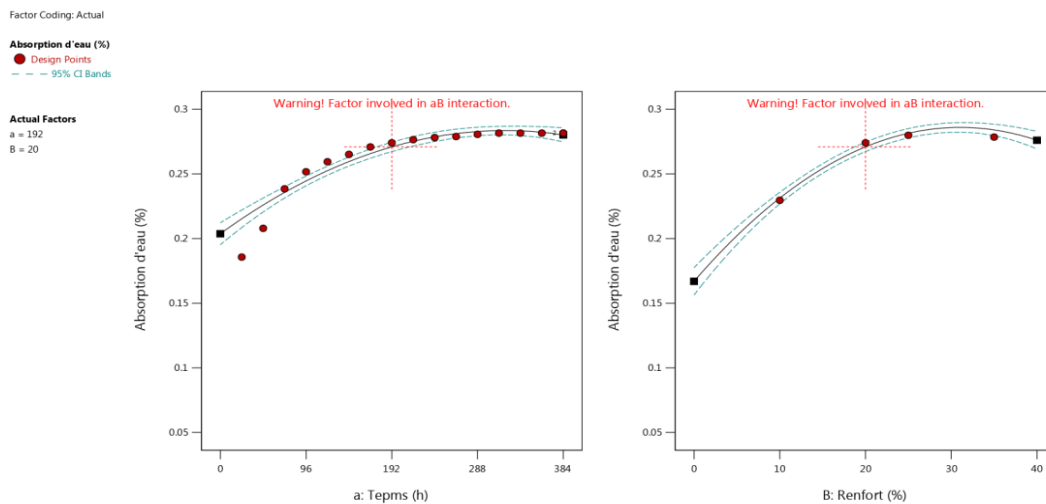


Figure IV . 4 : Tous les factors a :temps b :renforts

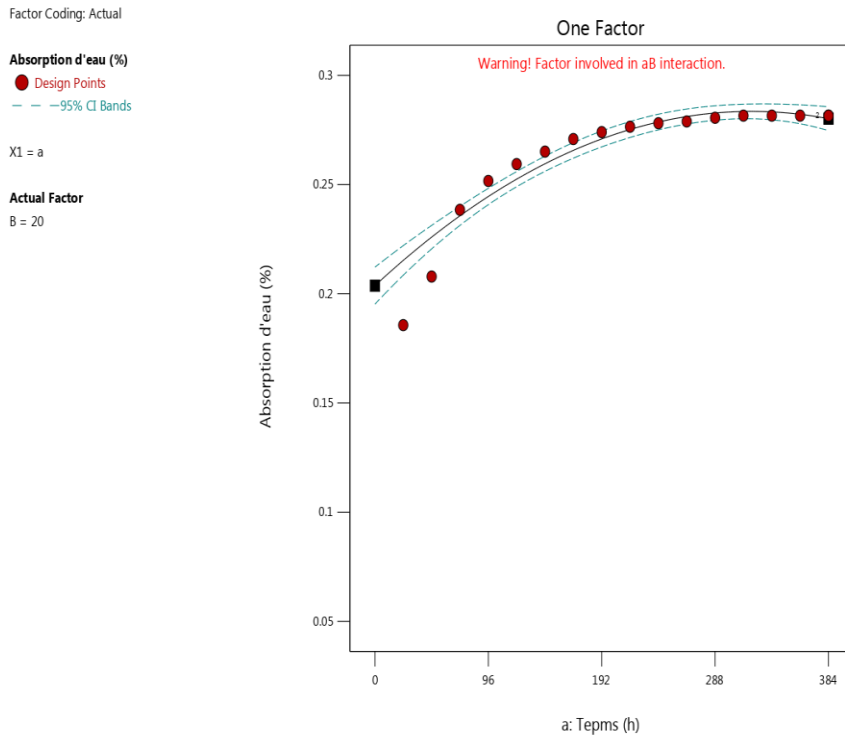


Figure IV.5: la variation de le taux d'absorption en fonction de temps

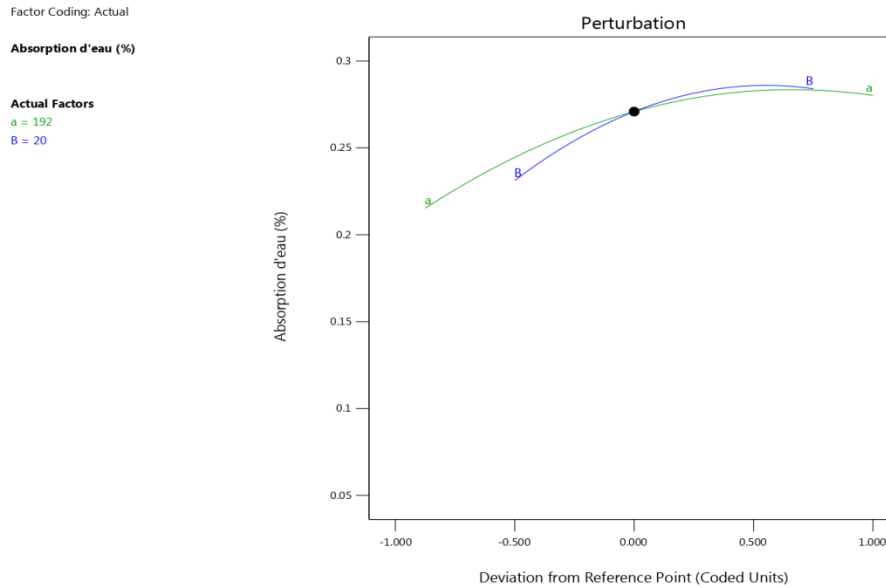


Figure IV 6: la Perturbation d'absorption de l'eau en fonction de écart de référence piont

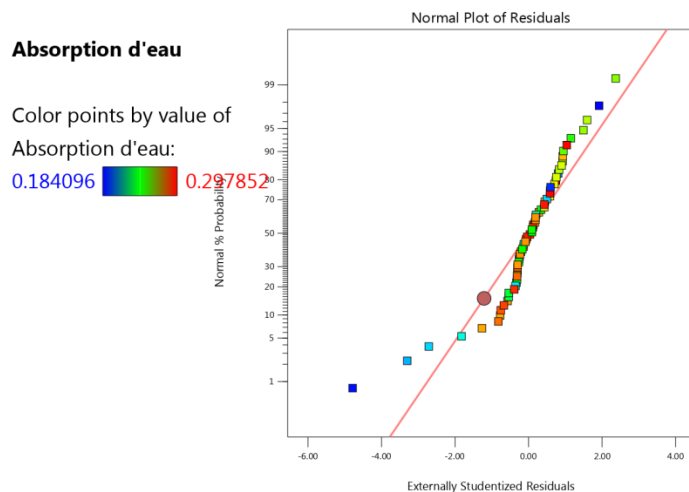


Figure IV .7 : Diagramme normale du résidu vs course

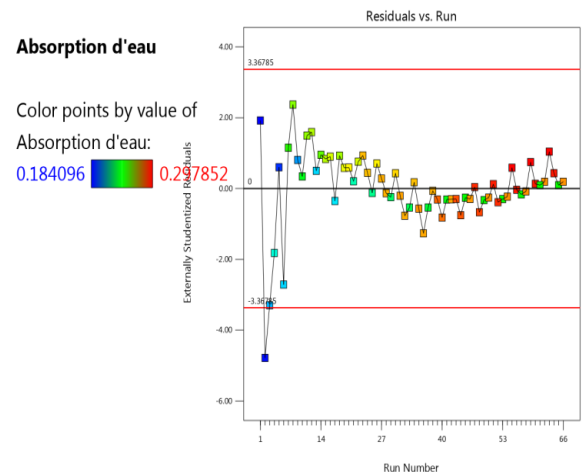


Figure IV .8 : résiduel

Tab .IV.3 : Réponse 1: Absorption d'eau

Source	Term	df	Error df	F-value	p-value	
Whole-plot		2	25.55	173.52	< 0.0001	Significant
a-Temps		1	23.56	346.13	< 0.0001	
a ²		1	26.35	65.55	< 0.0001	
Subplot		3	45.60	182.68	< 0.0001	Significant
B-Renfort		1	54.82	547.37	< 0.0001	
Ab		1	47.03	0.2447	0.6231	
B ²		1	30.46	139.63	< 0.0001	

Les valeurs **P** inférieures à 0,0500 indiquent que les termes du modèle sont significatifs. Dans ce cas : a, B, a², B² sont des termes significatifs du modèle. Les valeurs supérieures à 0,1000 indiquent que les termes du modèle ne sont pas significatifs. S'il existe de nombreux termes de modèle non significatifs (sans compter ceux requis pour prendre en charge la hiérarchie), la réduction du modèle peut améliorer le modèle.

En plus de l'ANOVA, le tracé de probabilité normale et le tracé réel par rapport aux tracés prédits pour les valeurs d'absorption d'eau sont également illustrés aux Figure. 2a et b pour tester les hypothèses de normalité. On observe que les résidus tombent le long d'une ligne assez droite, indiquant l'erreur normalement dispersée en fonction du temps

d'immersion, prouvant ainsi la signification des termes rapportés par les modèles développés à la Figure. 2c.

Tab. IV.4 : Composants d'écart

Source	Variance	Standard Error	95% CI Low	95% CI High
Block	0.0000	8.709E-06	-6.448E-06	0.0000
Group	4.670E-06	0.0000	-0.0000	0.0000
Residual	0.0000	0.0000	0.0000	0.0001
Total	0.0001			

Tab.IV.5 : Statistiques d'ajustement

Std. Dev.	0.0075	R²	0.9539
Mean	0.2597	Adjusted R²	0.9474
C.V. %	2.88		

IV .3 Statistiques de comparaison de modèles

Tab .IV.6 : Coefficients en termes de facteurs codés

Source	Coefficient Estimate	Standard Error	VIF
Intercept	0.2709	0.0018	
Whole-plot Terms:			
a-Temps	0.0382	0.0021	1.20
a ²	-0.0290	0.0036	1.17
Subplot Terms:			
B-Renfort	0.0546	0.0023	1.26
Ab	-0.0017	0.0035	1.04
B ²	-0.0494	0.0042	1.25

IV .3.1 Équation finale en termes de facteurs codés

Absorption d'eau = +0.2709 +0.0382 a +0.0546 B -0.0017 aB -0.0290 a² -0.0494 B².

L'équation en termes de facteurs codés peut être utilisée pour faire des prédictions sur la réponse pour des niveaux donnés de chaque facteur. Par défaut, les niveaux hauts des facteurs sont codés +1 et les niveaux bas sont codés -1.

L'équation codée est utile pour identifier l'impact relatif des facteurs en comparant les coefficients des facteurs.

IV .3 .2 Équation finale en termes de facteurs réels

Absorption d'eau = +0.2709 +0.0382 Tepms +0.0546 Renfort -0.0017 Tepms * Renfort - 0.0290 Tepms² -0.0494 Renfort².

L'équation en termes de facteurs réels peut être utilisée pour faire des prédictions sur la réponse pour des niveaux donnés de chaque facteur. Ici, les niveaux doivent être spécifiés dans les unités d'origine pour chaque facteur. Cette équation ne doit pas être utilisée pour déterminer l'impact relatif de chaque facteur car les coefficients sont mis à l'échelle pour s'adapter aux unités de chaque facteur et l'ordonnée à l'origine n'est pas au centre de l'espace de conception.

Tab IV.7 : Statistiques d'ajustement.

Std. Dev.	0.0075	R²	0.9539
Mean	0.2597	Adjusted R²	0.9474
C.V. %	2.88		

Tab .IV.8 : Composants d'écart

Source	Variance	Standard Error	95% CI Low	95% CI High
Block	0.0000	8.709E-06	-6.448E-06	0.0000
Group	4.670E-06	0.0000	-0.0000	0.0000
Residual	0.0000	0.0000	0.0000	0.0001
Total	0.0001			

La figure 1 montre le gain de poids M_t en pourcentage en fonction de la racine carrée du temps de biocomposites HDPE renforcés avec différents taux de fibres WF (10, 20 et 30 % en masse) immergés à température ambiante. Plusieurs spécimens des biocomposites étudiés immergés dans l'eau ont été pesés pour comparer l'absorption d'eau dans les biocomposites avec différents rapports de masse des fibres FS.

Chaque point représente la valeur moyenne obtenue à partir des mesures de trois échantillons. Le tableau 4 présente les paramètres d'absorption (pente, coefficient de diffusion et absorption d'eau à saturation) permettant de tracer la courbe de la loi de Fick.

On remarque également que le pourcentage d'absorption d'eau est différent pour les trois formulations. Les résultats des tests ont montré que le processus d'absorption d'eau dans les biocomposites à base de FS suit le modèle Fickian.

Une relation linéaire entre l'absorption d'eau et la racine carrée du temps a été observée, suivie de l'apparition d'un plateau à saturation. Les valeurs du plateau à saturation M_∞ sont de 1,14 %, 1,74 % et 3,48 % pour les formulations : PEHD/10 % FS, PEHD/20 % FS et PEHD/30 % FS, respectivement.

IV .4 Optimisation par RSM

Le RSM a été utilisé pour optimiser le processus d'absorption d'eau. L'objectif était d'évaluer la capacité d'absorption la plus élevée compte tenu des exigences expérimentales. La fonction de désirabilité pour le meilleur modèle prédictif du processus d'optimisation a été utilisée à cette fin (Figure. 7 et 8).

Les paramètres et plages d'optimisation étaient la teneur en fibres (10 à 35%) et le temps d'immersion (0 à 384 heures).

Le meilleur ajustement pour le temps d'immersion et la teneur en fibres pour une absorption maximale, dans la plage et minimale s'est avéré être de 267,88 heures et 16,53% FS, (tableau7).

La valeur optimale de 27,07 a été obtenue pour l'absorption d'eau. Cela a été confirmé par le tracé de contour et les tracés 3D.

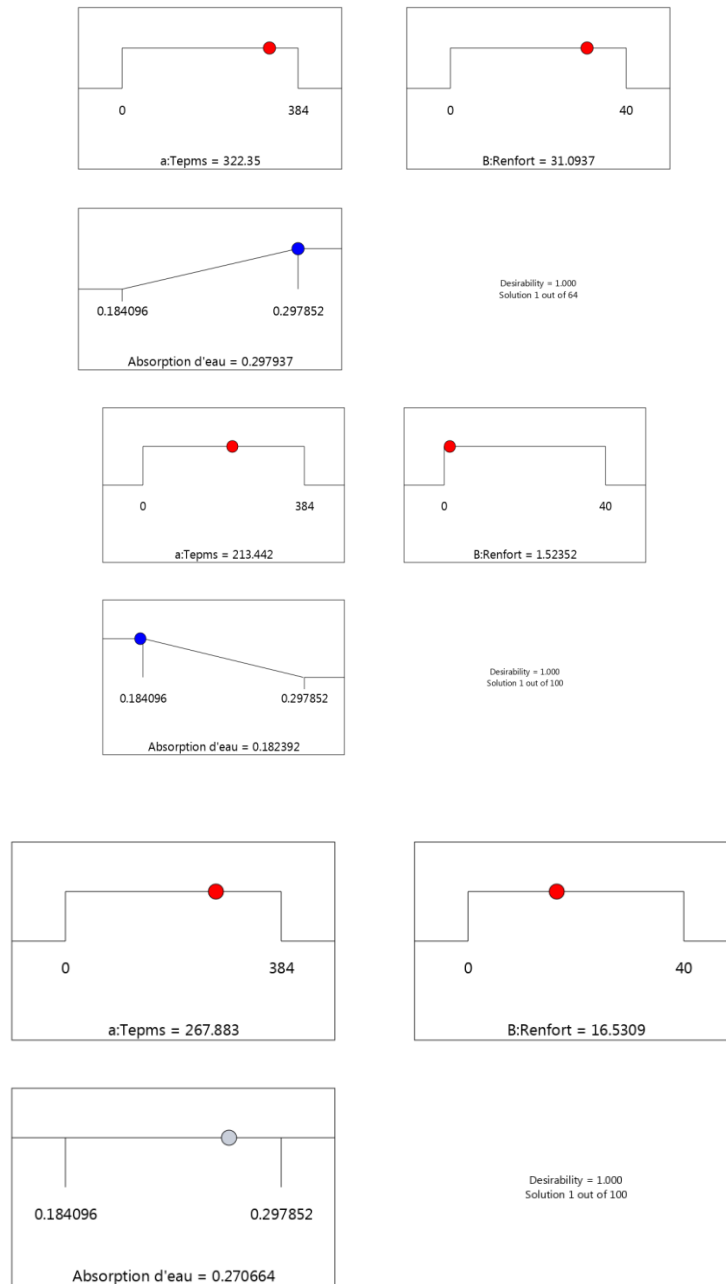


Figure IV.9 : Optimisation par RSM

Tab. IV.9 : Solutions

100 Solutions trouvées

Number	Temps	Renfort	Absorption d'eau	Desirability	
1	267.883	16.531	0.271	1.000	Selected
2	24.000	20.000	0.215	1.000	
3	264.000	10.000	0.242	1.000	

Tab .IV.10 : Optimisation de la réponse basée sur RSM.

Number	Time (h)	W (%)	Absorption WA (%)	Desirability	
Goal: maximize absorption					
1	322.35	31.09	29.79	1.00	Selected
Goal: minimize absorption					
1	213.44	1.52	18.24	1.00	Selected
Goal: limit absorption max-min					
1	267.88	16.53	27.07	1.00	Selected

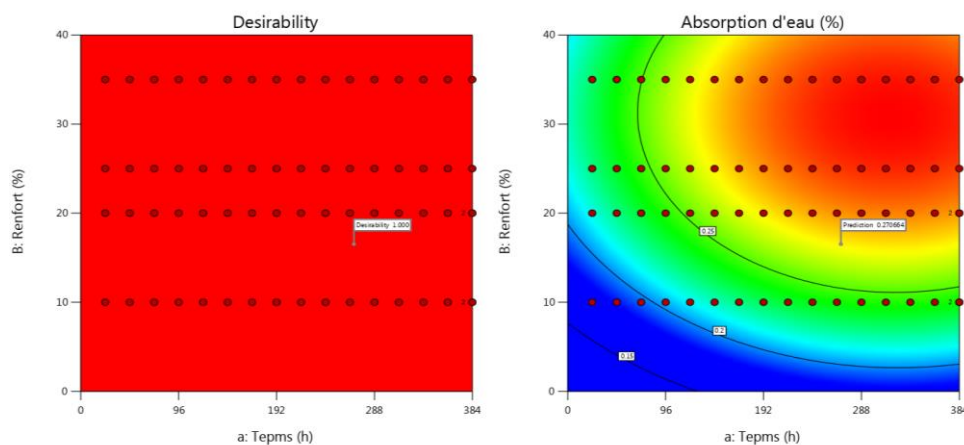


Figure IV.10 : : Désirabilité

Conclusion

L'influence de la teneur en fibres et du temps d'immersion sur l'absorption d'eau du biocomposite HDPE/FS a été étudiée. Les expériences ont été réalisées en utilisant la méthode CCD de RSM. Dans cette étude, la modélisation et l'optimisation de l'eau l'absorption ont été détaillées.

De nombreuses conclusions pertinentes ont été tirées de cette étude. On constate que l'absorption d'eau augmentait avec l'augmentation de la teneur en fibres de sisal ainsi qu'avec le temps d'immersion. Le phénomène d'absorption a été rapide dans la première phase des essais, atteignant le niveau de saturation après 336 heures d'immersion dans l'eau distillée. Les résultats ANOVA ont montré que le modèle quadratique était statistiquement significatif pour les biocomposites HDPE/%FS. Cela est dû au fait que les valeurs (p) sont inférieures à 0,05 et que la valeur (F) est supérieure à F_{cri} .

Les résultats de la valeur prédite RSM décrivent de manière satisfaisante ceux obtenus expérimentalement. La méthodologie de surface de réponse (RSM) est un bon outil de modélisation pour aider à l'identification des principaux facteurs significatifs.

Les valeurs optimales de la teneur en fibres et du temps d'immersion pour un processus d'absorption maximum, minimum et dans la plage se sont avérées être de, 322.35 heures, 29.79%, 213.44 heures, 18.24% et 267.88heures,27.07%, respectivement, pour le développé Biocomposite HDPE/%FS. Par conséquent, l'approche RSM peut prédire de manière fiable l'absorption d'eau des biocomposites HDPE/%FS .

Références

- [1] T. Martin, V. Elisabeth, I. Laura and J. Maria, "Dissecting DoE Software," *Six Sigma Forum Magazine*, May 2008.
- [2] A. Lekrine, A. Belaadi, A. Makhlouf, S. Amroune, M. Bouchak, H. Satha, M. Jawaid. Structural, thermal, mechanical and physical properties of Washingtonia filifera fibres reinforced thermoplastic biocomposites. *Materials Today Communications* 31 (2022) 103574

Conclusion générale

Conclusion Générale

Cette étude bibliographique nous a permis de tirer les conclusions suivantes :

- Ce travail contribue à la préparation et au développement de matériaux composites performants bio sources à plus de 98% (fibres naturelles et matrice) et répondant parfaitement aux tendances et aux exigences technico économiques du marché.
- Cette étude regroupe un certain nombre d'étapes depuis la description des fibres et de leurs caractéristiques essentielles jusqu'à l'élaboration des matériaux finaux en passant par la mise au point et l'optimisation des organes mécaniques permettant la constitution d'un nontissé .
- Le mécanisme d'absorption d'eau par les polymères et leurs composites est très complexe du fait qu'il est régi par plusieurs paramètres à savoir la nature du polymère et de la charge, la température du milieu, les contraintes liées à l'application, etc.
- En ce qui concerne les composites le phénomène d'absorption de l'eau suscite une grande importance.
- L'objectif des producteurs des matériaux composites est de concurrencer et de surpasser les métaux qui, de leur côté, ne cessent d'optimiser leurs propres caractéristiques.
- Le phénomène d'absorption de l'eau est généralement étudié selon le domaine d'application du composite.

ملخص :

تشتهر البوليمرات بطبيعتها الكارهة للماء ، أي أنها لا تمتص الماء تقريبًا ، على عكس المواد النباتية المحبة للماء بطبيعتها. ولهذا السبب فإن المركبات المحضرة من هاتين المادتين (بوليمر ، نباتي) تتطلب دراسة ظاهرة امتصاص الماء ، مع العلم أن هذه الظاهرة هي أحد العوامل الرئيسية للشيخوخة الفيزيائية للمركبات.

في هذا البحث ، ندرس آلية امتصاص الألياف للماء في وجود البولي إيثيلين عالي الكثافة تحت تأثير ظروف معينة مثل دورات درجة الحرارة ، المصفوفة ، ونوع البوليمر ، إلخ. مع استعمال مهم لبرنامج Design expert لضمان الحصول على نتائج أكثر دقة

الكلمات المفتاحية: البوليمر ، امتصاص الماء ، الألياف ، المواد المركبة.

Abstract:

Polymers are known for their hydrophobic nature, that is, they almost do not absorb water, unlike plant materials that are hydrophilic in nature. It is for this reason that compounds prepared from these two materials (polymère, végétale) require the study of the phenomenon of water absorption, knowing that this phenomenon is one of the main factors of the physical aging of compound.

In this paper, we study the water absorption mechanism of fibers in the presence of HDPE under the influence of certain conditions such as temperature cycles, matrix quantity, filler, polymer type, etc. with extensive use of Desing expert program to ensure more accurate résultats

Keywords: polymer, water absorption, fiber, composite materials .

Résumé :

Les polymères sont connus par leur nature hydrophobe, c'est-à-dire qu'ils n'absorbent ou presque pas de l'eau contrairement aux matières végétales qui sont de nature hydrophile. C'est pour cette raison que les composites préparés à partir de ces deux matières (polymère, végétale) nécessitent une étude sur le phénomène d'absorption d'eau, sachant que ce phénomène est l'un des facteurs majeurs du vieillissement physique des composites.

Dans cet recherche , nous étudions le mécanisme d'absorption d'eau par les fibres en présence de polyéthylène haute densité sous l'effet de certaines conditions telles que les cycles de température, la quantité de matrice, de charge, le type de polymère, etc. Avec une utilisation importante du programme expert Design pour assurer des résultats plus précis

Mots clés : Polymère, absorption de l'eau , fibre , matériaux composites.