

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

BADJI-MOKHTAR-ANNABA UNIVERSITY
UNIVERSITE BADJI-MOKHTAR-ANNABA



جامعة باجي مختار - عنابة

Faculté de Technologie
Département de Génie Civil

THÈSE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de Doctorat 3^{ème} Cycle

Option : Matériaux

THÈME

***CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES MATÉRIAUX
COMPOSITES RENFORCÉS PAR DES FIBRES VÉGÉTALES***

Présentée Par

BOULEBNANE Adel

Soutenue publiquement le 08 /07/2025

Devant le jury

MERZLOUD Mouloud	Pr	Université Annaba	Président
DJEGHADER Djamel	MCA	Centre Universitaire Mila	Rapporteur
TIOUA Tahar	MCA	Centre Universitaire Mila	Co-Directeur
MENADI Souad	MCA	Université Annaba	Examineur
BERREDJEM Layachi	MCA	Université Annaba	Examineur
TALEB Hosni Abderrahmane	MCA	Université EL Tarf	Examineur

Remerciements:

Je tiens à exprimer toute ma gratitude au Docteur Djamel Djeghader, mon directeur de thèse, pour m'avoir confié ce travail. Sa bienveillance, ainsi que sa disponibilité constante, ont été déterminantes pour la bonne réalisation de cette thèse. Je le remercie sincèrement pour nos nombreuses discussions enrichissantes, ainsi que pour ses conseils précieux et son soutien indéfectible.

Je souhaite également remercier Docteur Tioua Tahar, mon co-encadrant, pour sa gentillesse et sa disponibilité tout au long de ce projet.

Je tiens à adresser mes plus profonds respects à Monsieur le Président du jury, ainsi qu'aux membres du jury, pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'examiner ce travail.

Je remercie chaleureusement Professeur Achoura Djamel, Directeur du Laboratoire, pour son appui et son accompagnement.

Mes remerciements s'adressent également au Professeur Mourad Behim pour son aide et son soutien.

Enfin, je souhaite exprimer ma reconnaissance à l'ensemble des membres du Département de Génie Civil ainsi qu'au Laboratoire de Génie Civil de l'Université de Annaba pour leur accompagnement tout au long de ce travail.

Résumé:

Dans cette étude, nous examinons les propriétés mécaniques d'un matériau composite en fibres de lif de palmier dattier et de la résine époxy. Tous les échantillons ont été élaborés en utilisant la technique de moulage au contact pour être soumis à des chargements statiques et de choc Charpy. La méthode de Williams a été utilisée pour calculer la résistance au choc dynamique en se basant sur la théorie de la mécanique linéaire élastique de rupture. Les résultats montrent que l'ajout de fibres améliore significativement la résistance et la ténacité au choc, notamment pour le composite renforcé par 18% des fibres de palmier dattier. Les matériaux testés ont été submergés dans l'eau douce et dans l'eau de mer afin d'estimer le coefficient de diffusion et le pourcentage d'absorption d'eau pour plusieurs durées d'immersion. L'humidité existante dans les composites étudiés provoque des modifications remarquables des propriétés physiques et mécaniques des échantillons testés avec une baisse de la résilience et la ténacité au choc. L'utilisation des méthodes statistiques basées sur la probabilité de Weibull à deux et à trois paramètres permet de prédire la réponse au choc de matériau composite étudié pour n'importe quel pourcentage de probabilité de survie.

Il est possible de prédire la réponse au choc du matériau composite étudié en utilisant des méthodes statistiques basées sur la probabilité de Weibull à deux et à trois paramètres, en fonction de n'importe quel pourcentage de probabilité de survie.

Abstract:

This work presents an experimental study of the mechanical properties of composite material made from date palm fibers and epoxy resin. All samples were manufactured using the hand lay-up method to undergo static loading and Charpy impact loading. The Williams method, based on linear elastic fracture mechanics theory, was used to deduce dynamic impact toughness. The results show that the addition of fibers significantly improves strength and impact toughness, especially for the composite reinforced with 18% date palm fibers. The tested materials were submerged in fresh water and seawater to estimate the diffusion coefficient and the percentage of water absorption for various immersion durations. The presence of moisture in the studied composites leads to a degradation of mechanical properties, with a decrease in resilience and impact toughness. The use of statistical methods based on two- and three-parameter Weibull probability distributions allows the prediction of the impact response of the studied composite material for any probability of survival percentage.

ملخص:

يقدم هذا العمل دراسة تجريبية للخصائص الميكانيكية لمادة مركبة تعتمد على ألياف ليف نخيل التمر وراتنج الإيبوكسي. تم تصنيع جميع العينات باستخدام طريقة القولبة بالملامسة لتعرض للأحمال الثابتة وأحمال الصدمة باستخدام اختبار تشاربي. تم استخدام طريقة ويليامز المستندة إلى نظرية ميكانيكا الكسر المرنة الخطية لاستخلاص متانة الصدمة الديناميكية. أظهرت النتائج أن إضافة الألياف تحسن بشكل ملحوظ المقاومة ومتانة الصدمة، خاصة بالنسبة للمركب المعزز بنسبة 18% من ألياف نخيل التمر. تم غمر المواد المختبرة في الماء العذب ومياه البحر لتقدير معامل الانتشار ونسبة امتصاص الماء طول فترة الغمر.

تؤدي الرطوبة الموجودة في المركبات المدروسة إلى تدهور الخصائص الميكانيكية مع انخفاض في المتانة ومتانة الصدمة. يسمح استخدام الطرق الإحصائية المستندة إلى احتمالية ويبل ذات المعاملين والثلاثة بالتنبؤ باستجابة الصدمة للمادة المركبة المدروسة لأي نسبة من احتمالية البقاء.

Table Des Matières

Résumé

Abstract

ملخص

Liste des symboles.

Liste des figures.

Liste des tableaux.

Introduction générale01

Chapitre 1: Généralité sur les matériaux composites.

1.1 Définition des matériaux composites.....	03
1 .2. Matrices.....	04
1 .2.1. Résines thermodurcissables.	04
a. Résines polyester.....	04
b. Résines vinylester.....	05
c. Résines époxydes.	05
1 .2. 2. Les résines thermoplastiques.....	06
1 .3. Renfort.	06
1.3.1. Propriétés des composites à renfort végétales.	07
1 .3. 1.1 Orientation des fibres.	07
1 .2.1. 2. Dispersion des fibres.	07
1 .3.1. 3. Adhésion fibre/matrice.	08
1 .4. Charges et additifs.	09
1 .4. 1. Charges renforçantes.	09
a. Charges sphériques.....	09
b. Charges non sphériques.....	09
c. Charges non renforçantes.....	09
d. Charges de faible coût.....	09
e. Charges ignifugeantes.....	10
f. Charges conductrices et antistatiques.....	10
1.4.2. Les additifs.....	11
1.5. Interface fibre/matrice.....	11

1.6. Procédé de fabrication des composites dites en moule ouvert.....	12
1.6.1. Le moulage au contact.....	12
1.6.2. Moulage par projection simultanée.....	13
1.7. Phénomène de choc dans les matériaux composites.....	14
1.7.1. Essai de choc Charpy.....	14
1.7.2. Application de la mécanique linéaire de la rupture aux essais de choc.....	16
1.7.3. Mesure de la ténacité en choc des composites.....	16
1.7.4. Comportement au choc des matériaux composites.	18
1.8. Dégradation hydrolytique des Composites.....	20
1.8.1. Absorption d'eau.	20
a. Cinétique de diffusion de l'eau.	20
b. Mécanisme de Fick.....	21
1.8.2. Absorption d'eau par les composites à fibres naturelles.....	23
1.8.3. Plastification.....	24
1.8.4. Gonflement.....	25
1.8.5. Hydrolyse.....	26

Chapitre 2 : Généralités sur les fibres végétales

2.1. Définition des fibres végétales.....	27
2.2. Catégorisation des fibres végétales.....	27
2.3. Structure d'une fibre végétale.....	28
2.4. Composition chimique des fibres végétales.....	29
2.4.1. Cellulose.....	30
2.4.2. Hémicellulose.....	31
2.4.3. La pectine.....	33
2.4.4. La cire.....	34
2.5. Fibres de palmier dattier.....	34
2.5.1. Définition de palmier dattier.	34
2.5.2. Utilisations du palmier dattier.....	35
2.5.3. Types des Fibres de palmier dattier.	36
2.5.4. Le fibrillum (lif de palmier dattier).	36
2.5.6. Distribution géographique du palmier dattier en Algérie.....	37
2.5.7. Dans la région d'el-Oued	38

2.6. Méthodes d'extraction des fibres végétales.....	38
2.6.1. L'extraction mécanique.....	39
2.6.2. L'extraction chimique.	39
2.6.3. L'extraction biologique.	39
2.7. Traitement chimique des fibres végétales.	39
2.7.1. Traitement alcalin.	40
2.7.2. Le silane.....	40
2.7.3 Benzoylation.....	40

Chapitre 3 : Matériaux et techniques expérimentales

3.1. Présentation des matériaux de l'étude.....	41
3.1.1. Renfort en fibre de lif de palmier.....	41
3.1.2. Résine.....	42
3. 2. Mise en œuvre.....	42
3. 3. Protocole expérimental.....	43
3. 3.1. Essais statiques.	43
3. 3.2. Essai de Choc Charpy.....	47
3. 4. Processus d'immersion.	49

Chapitre 4 : Caractérisation des matériaux.

4 .1. Caractérisation en statique.	51
4 .1.1. Essai de traction.	51
4 .1.2. Essai de flexion.	54
4.2.1. Caractérisation au choc.	57

Chapitre 5 : Cinétique d'absorption et de diffusion.

5. 1. Cinétique d'absorption dans l'eau douce et dans l'eau de mer.....	62
5. 1.1. Gain de poids.....	62
5.1.2. Diffusion d'eau.	66
5.2. Cinétique de diffusion.....	70

5.3. Effet de pourcentage de renfort sur la diffusion de l'eau douce et l'eau de mer.....	73
5.3.1. Diffusion de l'eau douce.	73
5.3.2. Diffusion de l'eau de mer.....	74

Chapitre 6 : Influence de l'immersion dans l'eau de mer sur le comportement au choc des composites.

6.1. Effet de l'eau de mer sur la ténacité en choc.	76
6.1.1. Composite DPFE10.	76
6.1.2. Composite DPFE18.	81

Chapitre 7 : Analyse statistique de données expérimentales de l'essai de choc.

7.1. Théorie de Weibull.	88
7.2. Analyse statistique de l'essai de choc Charpy.	90
7.2.1. Distribution de Weibull a deux paramètres.	90
7.2.1.1 : Matériau composite non-immergé.	90
7.2.1.2. Matériaux composites immergés dans l'eau de mer.	98
Conclusion.	107
Références.	109

Liste des symboles :

a	Longueur d'entaille (mm)
C	Complaisance
(D)	coefficient de diffusion ($m^2 \cdot s^{-1}$)
D_S	Paramètre d'interphase
E	Module d'élasticité (MPa)
E_f	Module de flexion (MPa)
E_{fibre}	Module de Young des fibres (MPa)
$E_{matrice}$	Module de Young de la matrice (MPa)
e_i	Epaisseur de l'interphase (mm)
G	teneur totale en humidité
G_C	Energie de rupture (Joule)
G_{IC}	Ténacité en choc (Taux de restitution d'énergie) (KJ/m^2)
g	accélération de la pesanteur ($m \cdot s^{-2}$)
m_0	Masse initiale de l'échantillon (g)
m_t	Masse après vieillissement (g)
P	Probabilité de défaillance
R^2	Indice de confiance
R_e	limite d'élasticité (MPa)
R_f	Rayon de la fibre (mm)
U	Energie de choc (Joule)
U_c	Energie cinétique (Joule)
V_f	Fraction volumique des fibres (%)
σ_a	Contrainte de rupture (MPa)
σ_u	Contrainte ultime (MPa)
σ_{moy}	Contrainte moyenne (MPa)
σ_a	Amplitude de Contrainte (MPa)
σ_D	Limite d'endurance (MPa)
σ_f	contrainte de rupture (MPa)
σ_m	Contrainte de rupture de la matrice (MPa)
τ_i	Contrainte de cisaillement (MPa)
Φ	facteur de calibration

Liste des figures

Chapitre 1 : Généralité sur les matériaux composites

Figure 1.1. Composants principaux du matériau composite.....	04
Figure.1.2 : Principaux types de renforts utilisés pour les matériaux composites.....	07
Figure.1.3. Représentation schématique de la technique de moulage au contact.....	13
Figure.1.4 : Représentation schématique de la technique de moulage par projection.....	14
Figure.1.5. Essai de choc Charpy.....	15
Figure .1.6. Courbe force - déplacement d'une rupture fragile.....	15
Figure.1.7. Rupture ductile.....	18
Figure.1.8. Courbes gravimétriques d'absorption d'eau.....	22
Figure.1.9. Représentation schématique de la pénétration d'eau dans le composite.....	25

Chapitre 2 : Généralités sur les fibres végétales

Figure 2.1. Différentes natures des fibres végétales.....	27
Figure 2.2 : Structure des fibres naturelles.....	29
Figure 2.3 : La structure d'une fibre végétale est illustrée par ce schéma.....	30
Figure 2.4 : Structure chimique de la cellulose.....	30
Figure 2.5 : Structures chimiques des unités de base de l'hémicellulose.....	32
Figure 2.6 : Structure des précurseurs de la lignine a) p-coumaryl alcohol, b) coniferyl alcohol, c) sinapyl alcohol.....	33
Figure 2.7 : Vue en trois dimensions du complexe glucidique de la lignine dans la cellule végétale.....	33
Figure 2.8 : Structure de la molécule de pectine.....	34
Figure 2.9: Un palmier dattier	35
Figure 2.10. Emplacement de lif de palmier dattier.....	37
Figure 2.11. Distribution géographique du palmier dattier en Algérie.....	38

Chapitre 3 : Matériaux et techniques expérimentales

Figure. 3.1. Fibres de lif de palmier.....	42
Figure. 3. 2. Résine époxy (EA) et Durcisseur (EB).....	42
Figure. 3.3. Plaques en composites DPFE.....	43
Figure.3.4. Machine de flexion universelle (Zwick Z020).....	44

Figure 3.5. Dispositif d'essai de traction.....	45
Figure.3.6. Éprouvettes utilisées en traction.....	45
Figure.3.7. Dispositif d'essai de flexion 3 points.....	46
Figure.3.8 Éprouvettes utilisées en flexion.....	46
Figure 3.9. Éprouvettes utilisées aux essais de choc Charpy. a) RE, b) DPFE.....	48
Figure 3.10. Les pendules utilisés pour l'essai de choc.....	48
Figure 3.11. Machine d'essai Charpy avec affichage numérique.....	49
Figure 3.12. Eprouvette immergée dans l'eau.....	49
Figure. 3.13 Éprouvettes pesées par une balance KERN ALS 120-4N.....	50

Chapitre 4 : Caractérisation des matériaux

Figure. 4.1. Courbe Force-déplacement du matériau RE.....	52
Figure 4.2. Courbe de traction du composite DPFE10.....	53
Figure. 4.3. Courbe de traction de composite DPFE18.....	53
Figure.4.4. Courbe contrainte – déformation en flexion 3 points du matériau RE.....	55
Figure.4.5. Courbe contrainte – déformation en flexion 3 points du composite DPFE10.....	56
Figure.4.6. Courbe contrainte – déformation en flexion 3 points du composite DPFE18.....	56
Figure. 4.7. Énergie de rupture totale en fonction des surfaces rompues de la résine Epoxy.RE.....	60
Figure. 4.8. Énergie de rupture totale en fonction des surfaces rompues de composite DPFE (10%).....	60
Figure. 4.9. Énergie de rupture totale en fonction des surfaces rompues de composite DPFE18.....	61

Chapitre 5 : Cinétique d'absorption et de diffusion.

Figure 5.1. Courbe de gain du poids en fonction de la durée d'immersion du matériau composite DPFE10.....	64
Figure. 5. 2. Courbe de gain du poids en fonction de la durée d'immersion du matériau composite DPFE18.....	66
Figure 5.3 : Courbe de diffusion : ajustement graphique $\text{Log}(M_t/M_m)$ en fonction de $\text{Log}(t)$ de composite DPFE10	68
Figure 5.4 : Courbe de diffusion : ajustement graphique $\text{Log}(M_t/M_m)$ en fonction de $\text{Log}(t)$ de composite DPFE18.....	69

Figure 5.5. Cinétique de gain de poids pour le composite DPFE10.....	71
Figure 5.6. Cinétique de gain de poids pour le composite DPFE18.....	72
Figure.5.7. Gain du poids de composite DPFE10 et DPFE18 immergés dans l'eau do.....	74
Figure.5.8. Gain du poids de composite DPFE10 et DPFE18 immergés dans l'eau de mer....	75

Chapitre 6 : Influence de l'immersion dans l'eau de mer sur le comportement au choc des composites

Figure 6.1. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ de composite DPFE10 non immergé	78
Figure 6.2. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ de composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer pour une durée de 90 jours	78
Figure 6.3. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ de composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer pour une durée de 180 jour	79
Figure 6.4. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ de composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer pour une durée de 365 jours	79
Figure.6.5. Ténacité en choc de composite DPFE10.....	80
Figure 6.6. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ de composite DPFE18 non immergé.....	83
Figure 6.7. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ de composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer pour une durée de 90 jours	83
Figure 6.8. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ de composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer pour une durée de 180 jours.....	84
Figure 6.9. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ de composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer pour une durée de 365 jours.....	84
Figure.6.10. Ténacité en choc de composite DPFE18.....	86

Chapitre 7 : Analyse statistique de données expérimentales de l'essai de choc

Figure 7.1. Graphe de probabilité de Weibull de matériaux-Résine époxy RE.....	92
Figure 7.2. Graphe de probabilité de Weibull de matériaux DPFE.....	92
Figure 7.3. Graphe de probabilité de Weibull de matériaux DPF.....	93
Figure. 7.4. Coefficient de variation de l'analyse de Weibull des matériaux RE, DPFE10 et DPFE18.....	95
Figure 7.5. Probabilité de survie du matériau-résine époxy RE.	96

Figure 7.6. Probabilité de survie du matériau composite DPFE10.....	97
Figure 7.7. Probabilité de survie du matériau composite DPFE18.....	98
Figure 7.8. Graphe de probabilité de Weibull de composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer.....	101
Figure 7.9. Probabilité de survie du matériau composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer.....	103
Figure 7.10. Graphe de probabilité de Weibull de composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer.	105
Figure 7.11. Probabilité de survie du matériau composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer.....	106

Liste Des Tableaux

Chapitre 2 : Généralités sur les fibres végétales

Le tableau.2.1 : présente la composition chimique de fibres végétales (à base de palmier dattier)....34

Chapitre 3 : Matériaux et techniques expérimentales

Tableau.3.1 : Dimensions des éprouvettes de choc Charpy.....47

Chapitre 4: Caractérisation des matériaux

Tableau 4.1 : Propriétés mécaniques des matériaux en traction.....51

Tableau 4.2 : Caractéristiques mécaniques en flexion 3 points.....54

Tableau 4.3. Énergie totale de rupture et surfaces rompues des composites : RE, DPFE10 et DPFE18.....58

Chapitre 5 : Cinétique d'absorption et de diffusion

Tableau 5.1. Gain du poids en fonction du temps d'immersion dans l'eau.....63

Tableau 5.2. Valeur de n et K pour les composites.....67

Tableau 5.3. Coefficient de diffusion (D) pour les composites DPFE10 et DPFE18.....70

Chapitre 6: Influence de l'immersion dans l'eau de mer sur le comportement au choc des composites

Tableau 6.1: Résultats de l'essai de choc Charpy de composite DPFE10.....77

Tableau 6.2: Résultats de l'essai de choc Charpy de composite DPFE18.....8

Chapitre 7: Analyse statistique de données expérimentales de l'essai de choc

Tableau 7.1: Paramètre de Weibull pour l'essai de choc Charpy.....93

Tableau 7.2: Paramètre de Weibull pour l'essai de choc Charpy des composites immergés dans l'eau de mer.....99

Introduction générale

L'utilisation croissante des composites renforcés par des fibres naturelles a suscité un intérêt grandissant dans diverses applications industrielles. Ces composites offrent des avantages uniques en termes de performance mécanique, de durabilité et d'impact environnemental réduit, ce qui en fait une alternative prometteuse aux composites traditionnels à base de fibres synthétiques. Parmi ces composites novateurs, ceux fabriqués à partir de fibres de palmier dattier et de matrice époxy ont attiré une attention particulière.

Les fibres de palmier dattier est un matériau naturel abondant et renouvelable, largement disponible dans les régions où le palmier dattier est cultivé. Elles présentent d'excellentes propriétés mécaniques, telles qu'une résistance élevée à la traction et à la flexion, ainsi qu'une rigidité remarquable. En les associant à une matrice époxy, qui est une résine synthétique réputée pour sa résistance chimique et sa ténacité pour produire un matériau composite avec des caractéristiques performantes et polyvalentes.

Les fibres de palmier dattier et la matrice époxy constituent des composites qui peuvent être utilisés dans divers domaines, tels que la construction, l'automobile, l'aérospatiale et les équipements maritimes. L'intérêt de leur utilisation dans des milieux maritimes réside dans leur capacité à relever des défis spécifiques tels que l'immersion dans l'eau de mer et les charges de choc. Il est crucial d'avoir une compréhension de leur comportement dans ces conditions afin d'améliorer leur conception, leur production et leur utilisation dans des applications maritimes complexes.

Dans ce contexte, cette étude vise à caractériser et à analyser en détail les composites constitués des fibres de palmier dattier et de matrice époxy dans un milieu marin. L'objectif principal est d'évaluer leur résistance aux charges de choc et leur réaction face à l'eau de mer, en mettant l'accent sur leurs caractéristiques mécaniques et le mode d'absorption et de diffusion de l'eau dans ces matériaux. Des essais expérimentaux seront réalisés pour évaluer les caractéristiques mécaniques, telles que la résistance en flexion, la ténacité en choc et l'absorption d'eau dans l'eau de mer.

Pour une analyse approfondie des propriétés mécaniques de ces composites, la méthode Weibull sera utilisée pour interpréter les données expérimentales de l'essai de choc Charpy. L'approche statistique de Weibull est fréquemment utilisée afin d'évaluer la dispersion des résistances des matériaux. Cela offre la possibilité de représenter la probabilité de rupture en fonction de l'intensité de l'énergie utilisée, et de recueillir des données précieuses sur la

répartition des caractéristiques mécaniques des composites constitués de fibres de palmier dattier et de matrice époxy dans des milieux marins.

Les résultats de cette étude permettront d'approfondir notre compréhension du comportement des composites constitués de fibres de palmier dattier et de matrice époxy dans des milieux marins. Ils permettront également d'optimiser leur conception, leur fabrication et leur utilisation dans des applications marines, telles que la construction navale, les structures offshores et les équipements maritimes. De plus, cette recherche favorisera le développement de solutions durables et performantes en utilisant des matériaux composites à base des matières renouvelables et respectueux de l'environnement.

Chapitre 1 : Généralités sur les matériaux composites

Dans ce chapitre, nous examinerons en détail la littérature sur les matériaux composites renforcés par des fibres organiques et inorganiques, les différents types des matrices utilisés dans l'industrie navale, construction et automobile. De plus, ce chapitre aborde le comportement mécanique des matériaux composites vis-à-vis l'essai de choc Charpy, et les méthodes de calcul de la ténacité dynamique par l'utilisation des théories de la mécanique linéaire élastique de rupture. À la fin de ce chapitre, nous avons exposé l'impact de l'humidité et de l'absorption d'eau sur les caractéristiques chimiques et mécaniques des matériaux composites à renfort végétal.

1.1. Définition des matériaux composites

Un matériau composite se compose de deux ou plusieurs matériaux de nature différente, qui ne peuvent pas se mélanger, mais qui peuvent s'adhérer entre eux. Les propriétés de ces matériaux se combinent pour former un matériau aux performances améliorées [1]. En général, un composite artificiel est constitué d'un renfort rigide et solide (charge), entouré d'une matrice continue. La matrice est généralement plus faible et plus souple que les fibres de renfort. Les contraintes sont principalement transmises par la matrice à l'interface avec le renfort. En outre, la matrice assure la protection du renfort vis-à-vis l'attaque chimique et les charges environnementales. Le couplage entre les renforts et la matrice confère à la structure une rigidité et une résistance supérieures en fonction des fibres [2]. En général, les plastiques renforcés de fibres sont rigides et ont une résistance élevée. Leurs propriétés peuvent être optimisées en obtenant un meilleur alignement des fibres (en particulier continues) le long des chemins de charge. Ce sont les raisons qui font des composites un matériau à succès pour plusieurs applications [3]. En effet, la matrice, le renfort et l'additif sont les trois éléments de base d'un matériau composite (Figure. 1.1).

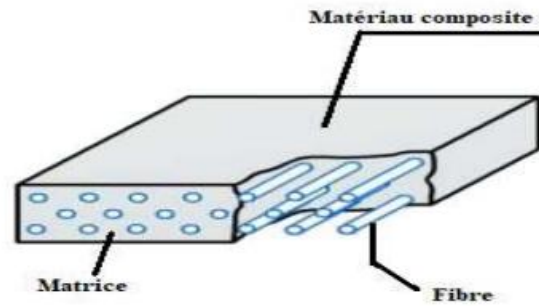


Figure 1.1 : Principaux constituants du matériau composite.

1.2. Matrices

Les matrices servent à relier les renforts entre eux. Ces propriétés mécaniques sont inférieures à celles des renforts, mais elles présentent d'autres avantages, comme la protection des renforts contre l'usure et les substances chimiques, le transfert des charges et la détermination des caractéristiques finales du matériau composite.

D'une manière générale, on distingue deux grandes catégories des matrices: les matrices thermodurcissables et les matrices thermoplastiques.

1.2.1. Résines thermodurcissables

La réticulation est une réaction chimique qui permet aux résines thermodurcissables de passer d'un état liquide à un état solide et rigide de manière irréversible. La présence d'un grand nombre de liaisons covalentes qui empêchent tous les mouvements de chaîne moléculaire accélère la réticulation, ce qui crée des matériaux polymères qui peuvent être infusés et solubles. Les résines thermodurcissables telles que les polyesters, les vinylesters, les époxydes et les composés phénoliques sont couramment employés dans le domaine de la construction navale.

a. Résines polyester

Les résines polyester sont conçues par l'utilisation de la méthode de polycondensation et d'estérification. Par la suite, les pontages styréniques sont utilisés pour réticuler les doubles liaisons. Les résines polyester présentent les caractéristiques suivantes :

- Bon accrochage sur les fibres
- Prix relativement bas

- Retrait important
- Tenue à la chaleur humide réduite
- Émissions de styrène lors de la fabrication

Les résines polyester sont généralement utilisées dans des applications où le coût est un facteur important, telles que la construction marine et la construction légère. Elles sont également utilisées dans des applications où une résistance modérée est nécessaire, telles que les pièces moulées de grande taille.

b. Résines vinylester

Les résines vinylester sont une classe de résines polyester qui sont produites en réagissant un prépolymère époxyde avec un acide carboxylique insaturé.

Les caractéristiques des résines vinylester sont les suivantes :

- Faible absorption d'eau
- Bonne tenue à la fatigue
- Bon comportement à la corrosion
- Émissions de styrène lors de la fabrication

Les résines vinylester sont généralement utilisées dans des applications où une résistance élevée est nécessaire, telles que les structures marines et les pièces aéronautiques. Elles sont également utilisées dans des applications où une résistance à la corrosion est importante, telles que les pièces exposées à l'eau salée.

c. Résines époxydes

La résine époxyde se compose de monomère époxyde polymérisé sous l'action d'un agent durcisseur (agent de réticulation), généralement composé d'anhydride d'acide, de phénol ou souvent d'amine (polyamine, aminoamide).

Les caractéristiques des résines époxydes sont les suivantes :

- Bon accrochage sur les fibres

- Faible retrait au démoulage
- Bonnes propriétés mécaniques
- Excellente résistance chimique
- Excellente résistance à la chaleur

Les résines époxydes sont généralement utilisées dans des applications où des performances mécaniques et chimiques élevées sont nécessaires, telles que l'industrie aéronautique, l'industrie automobile et l'industrie de la construction. Elles sont également utilisées dans des applications où une résistance à la chaleur est importante, telles que les pièces exposées à des températures élevées [4].

1.2.2. Les résines thermoplastiques

Les résines thermoplastiques se ramollissent lorsqu'elles sont chauffées et deviennent de plus en plus fluides lorsque la chaleur appliquée augmente. Le processus est complètement réversible et aucune nouvelle liaison chimique ne se forme. La majorité des résines thermoplastiques présentent une grande résistance et une certaine souplesse, ce qui en fait un choix populaire pour les prothèses dentaires.

Parmi les résines thermoplastiques, on retrouve des résines acétaliques, des résines polyamides, des résines polystyrènes et des résines acryliques.

1.3. Renfort

La fibre est un composant essentiel des composites, car elle apporte la résistance mécanique. Elle est généralement fabriquée à partir de matériaux à haute résistance, comme le verre, le carbone ou l'aramide (Figure 1.2). Les caractéristiques mécaniques des fibres sont les principaux facteurs qui influencent les caractéristiques mécaniques du composite sous chargement statique et cyclique [5].

Les fibres peuvent être assemblées, tissées, continues ou discontinues.

- Les fibres assemblées : Sont des fibres courtes qui sont collées ensemble pour former un pré imprégné.
- Les fibres tissées : Sont des fibres qui sont tissées ensemble pour former un tissu.

- Les fibres continues : Sont des fibres ayant une longueur importante.
- Les fibres discontinues : Sont des fibres qui présentent une courte longueur.

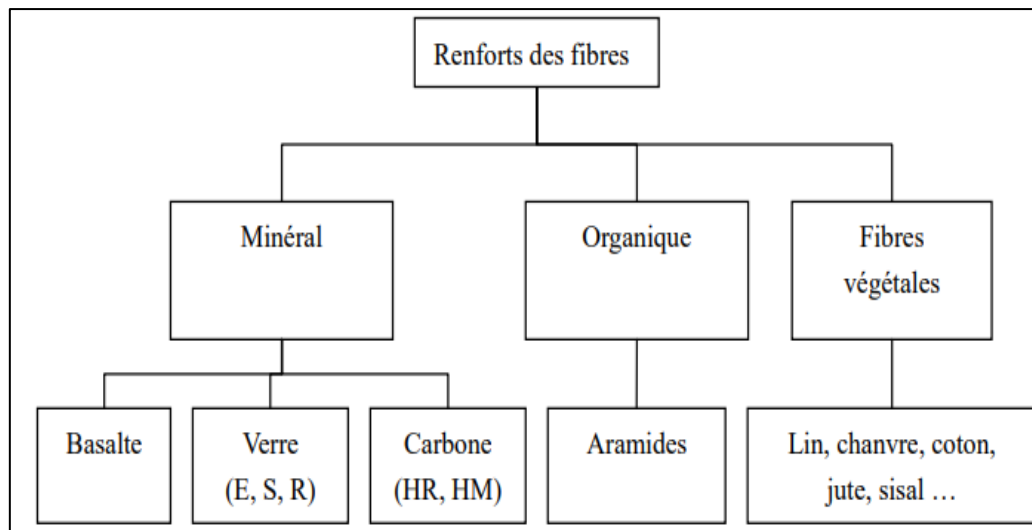


Figure 1.2 : Principaux types de renforts utilisés pour les matériaux composites [5]

1.3.1. Propriétés des composites à renfort de fibres végétales

1.3.1.1 Orientation des fibres

Les propriétés mécaniques des matériaux renforcés par fibre continue sont fortement liées à la direction et l'orientation des fibres. Effectivement, il a été prouvé que le module d'élasticité longitudinale, le coefficient de Poisson et la résistance à la traction des matériaux composites diminuent progressivement avec la diminution de degré d'orientation des fibres au sein du composite. Par ailleurs, la résistance à la traction ainsi que les propriétés mécaniques des fibres de cellulose sont particulièrement importantes dans la direction de la longueur par rapport aux autres sens [2].

1.3.1.2. Dispersion des fibres

Il est essentiel de prendre en considération la dispersion des fibres de cellulose au sein de la matrice polymère. En raison de leur nature polaire, les fibres sont susceptibles de s'entremêler avec une matrice polaire. Cela donne naissance à un composite hétérogène, comprenant des zones riches en fibres de cellulose et d'autres riches en matrice, ce qui entraînera une diminution des performances du composite. Il est donc essentiel d'assurer une dispersion optimale des fibres de cellulose, en les séparant de manière uniforme et en enrobant chaque

fibre par la matrice. La dispersion des fibres sera directement influencée par les interactions entre les fibres, comme les liaisons hydrogènes, ainsi que la longueur des fibres. Par ailleurs, plus les fibres sont longues et plus les interactions entre elles sont intenses, plus elles vont s'enchevêtrer et s'agglomérer. En effet, il est important de sélectionner la méthode adéquate d'imprégnation des fibres avec la matrice afin de réduire le problème de la distribution non uniforme des fibres au sein du composite.

1.3.1.3. Adhésion fibre/matrice

Les caractéristiques mécaniques des composites à base de fibres de cellulose sont largement influencées par l'adhésion à l'interface entre les fibres et la matrice. Il est essentiel que les fibres de cellulose adhèrent bien à la matrice polymère afin de garantir une transmission efficace des charges et une gestion efficace des contraintes au sein du composite.

Voici quelques facteurs essentiels concernant l'importance de l'adhésion à l'interface fibre/matrice des matériaux composites à base des fibres cellulosiques:

- **Polarité et hydrophilie des fibres de cellulose:** Les fibres de cellulose possèdent une grande quantité de groupements hydroxyle, ce qui leur confère une polarité élevée et un comportement hydrophile significatif. Toutefois, les matrices thermoplastiques utilisées dans les composites, comme le polyéthylène, présentent des caractéristiques hydrophobes et polaires. La polarité différente entre les deux phases engendre des difficultés de compatibilité et affaiblit la zone interfaciale.
- **Traitements de surface des fibres:** Pour améliorer l'adhésion à l'interface fibre/matrice, il est courant d'utiliser des traitements de surface sur les fibres de cellulose. Ces traitements visent à réduire l'énergie de surface des fibres et à favoriser l'interaction avec la matrice polymère. Le traitement chimique, le traitement plasma et le revêtement sont des techniques utilisées afin de modifier la surface des fibres et d'améliorer leur capacité à se mouiller par la matrice.
- **Agents d'interface:** L'ajout d'un agent d'interface peut également être utilisé pour améliorer l'adhésion à l'interface fibre/matrice. Ces agents ont des propriétés intermédiaires entre le renfort végétal et la matrice thermodurcissable, ce qui favorise l'interaction entre les deux phases. Les agents d'interface couramment utilisés comprennent les silanes, les acrylates et les copolymères comptabilisant [2].

1.4. Charges et additifs

1.4.1. Charges renforçantes

On ajoute des charges renforçantes à la résine pour améliorer ses caractéristiques mécaniques. Il existe deux types : charges sphériques et charges non sphériques.

a. Charges sphériques

Les charges sphériques présentent un intérêt majeur en raison de leur forme, qui permet d'éviter les concentrations de contraintes et de réduire la fissuration de la matrice.

Les charges sphériques sont des microsphères ou des microbilles, dont le diamètre varie de 10 à 150 μm . Elles peuvent être élaborées à partir de verre, de carbone ou d'eau. La plupart des microbilles de verre sont creuses.

b. Charges non sphériques

La charge renforçant non sphérique la plus répandue est le mica. Son incorporation se fait sous forme d'écaillés de 100 à 500 μm de diamètre et d'une épaisseur de 1 à 20 μm . En général, on intègre le mica dans des résines thermoplastiques ou thermodurcissables, afin de les utiliser dans des applications électroniques ou électriques.

c. Charges non renforçantes

Les charges non renforçantes désignent les éléments ajoutés aux résines afin d'améliorer leurs propriétés, sans modifier leurs caractéristiques mécaniques. Elles sont généralement utilisées pour réduire le coût des résines ou pour améliorer leurs propriétés non mécaniques, telles que la conductivité électrique ou la résistance à la chaleur.

d. Charges de faible coût.

Les charges non renforçantes sont des substances inorganiques, généralement extraites de roches ou de minerais. Elles sont utilisées pour améliorer les propriétés des résines, sans améliorer leurs propriétés mécaniques.

En général, l'ajout de charges non renforçantes entraîne une amélioration des propriétés mécaniques et physiques de la matrice, telles que : le module d'élasticité, la dureté, la viscosité et la masse volumique.

Les charges non renforçantes les plus utilisées sont les suivantes :

- Les carbonates, tels que la craie ou la calcite, sont les charges les plus utilisées. Elles sont peu coûteuses et ont une bonne résistance à l'usure.
- Les silicates, tels que le talc, le kaolin ou la wollastonite, sont également utilisés pour améliorer la résistance à l'usure.
- Les silices sont fabriquées en broyant et en tamisant le sable de quartz afin d'améliorer sa résistance à la chaleur et sa conductivité électrique.

e. Charges ignifugeantes

Les charges anti-incendie sont des éléments qui sont ajoutés aux résines afin de diminuer ou d'empêcher les feux. Les charges solides anti-incendie les plus fréquemment employées dans les résines thermodurcissables sont l'hydrate d'alumine et l'oxyde d'antimoine.

f. Charges conductrices et antistatiques

Les résines organiques jouent un rôle essentiel dans l'isolation électrique et thermique. Les propriétés électriques ou thermiques peuvent être améliorées en ajoutant un élément conducteur. Les charges conductrices les plus couramment utilisées sont les suivantes :

- Paillettes métalliques ou poudres: Les métaux les plus fréquemment utilisés sont le cuivre, le fer et l'aluminium. Ils offrent une conductivité électrique et thermique satisfaisante.
- Microbilles de verre métallisées : elles sont composées d'une bille de verre creuse recouverte d'un métal, généralement du cuivre ou de l'argent. Elles offrent une bonne conductivité électrique et thermique, tout en étant légères et faciles à incorporer dans la résine.
- Particules de carbone : le noir de carbone est la forme la plus courante de carbone utilisée comme charge conductrice. Il offre une bonne conductivité électrique, mais une conductivité thermique moins importante.

- Filament métallique : les filaments métalliques sont utilisés pour fabriquer des conducteurs électriques de haute résistance. Ils sont généralement fabriqués en cuivre ou en aluminium.

1.4.2. Les additifs

Les additifs pour résines sont des substances ajoutées en faible quantité (quelques pourcents ou moins) pour améliorer leurs propriétés.

Les principaux types d'additifs pour résines sont les suivants :

a. Lubrifiants et agents de démoulage : ils facilitent le démoulage des pièces moulées en résine.

b. Pigments et colorants : ils donnent à la résine une couleur ou un aspect décoratif.

c. Agents anti-retrait : ils empêchent la résine de se rétracter lors du durcissement.

d. Agents anti-ultraviolets : ils protègent la résine de la décoloration et de la dégradation causées par les rayons ultraviolets du soleil.

Le choix de l'additif approprié dépend des propriétés souhaitées de la résine. Par exemple, si la résine doit être facile à démouler, un lubrifiant ou un agent de démoulage sera utilisé. Si la résine doit être colorée, un pigment ou un colorant sera utilisé. Si la résine doit être résistante aux UV, un agent anti-ultraviolet sera utilisé [6].

1.5. Interface fibre/matrice

La liaison entre les fibres et la matrice est un facteur crucial pour les propriétés mécaniques des matériaux composites. La transmission des contraintes entre les fibres et la matrice favorise la durabilité, la résistance, la rigidité du composite.

Les différents types de liaisons fibre-matrice sont les suivants :

• Liaison covalente

Les fibres et la matrice sont chimiquement liées. Cette liaison est la plus forte et la plus durable, mais elle est également la plus difficile à obtenir. Elle est généralement utilisée dans les composites à matrice métallique ou céramique.

• Liaison adhésive

Les fibres et la matrice sont liées par des forces d'attraction entre les surfaces. Cette liaison est moins forte que la liaison covalente, mais elle est plus facile à obtenir. Elle est généralement utilisée dans les composites à matrice polymère.

• Liaison mécanique

Les fibres et la matrice sont liées par des enchevêtrements ou des aspérités. Cette liaison est la plus faible des trois, mais elle est également la plus facile à obtenir. Elle est généralement utilisée dans les composites à matrice métallique ou céramique.

Plusieurs facteurs influencent la nature de la liaison entre les fibres et la matrice, tels que la nature des fibres, la nature de la matrice et les conditions de fabrication [7].

1.6. Méthode de fabrication des matériaux composites

1.6.1. Le moulage au contact

Le procédé de moulage manuel est une méthode de fabrication de matériaux composites qui consiste à déposer des renforts sur un moule, puis à les imprégner d'une résine thermodurcissable liquide. La résine est ensuite accélérée et catalysée, ce qui entraîne sa polymérisation et son durcissement. Une fois la résine durcie, la pièce est démoulée et détournée.

Le procédé de moulage manuel se déroule en trois étapes principales (Figure 1.3) :

- Préparation du moule : Le moule est d'abord préparé en appliquant un produit de démoulage.
- Mise en place des renforts : Les renforts sont ensuite déposés sur le moule en suivant le contour de la pièce à réaliser. Les renforts sont généralement constitués de fibres naturelles ou synthétiques, qui sont disposées en couches superposées.

- Imprégnation des renforts : La résine liquide est ensuite versée sur les renforts. La résine est ensuite étalée à l'aide d'un outil manuel, tel qu'un rouleau ou une spatule.
- Cure de la résine : La résine est ensuite accélérée et catalysée, ce qui entraîne sa polymérisation et son durcissement. Selon le type de résine utilisée, la durée de cure de la résine varie.
- La pièce est démoulée une fois que la résine est durcie. Après cela, le moule est ouvert et la pièce est démoulée.

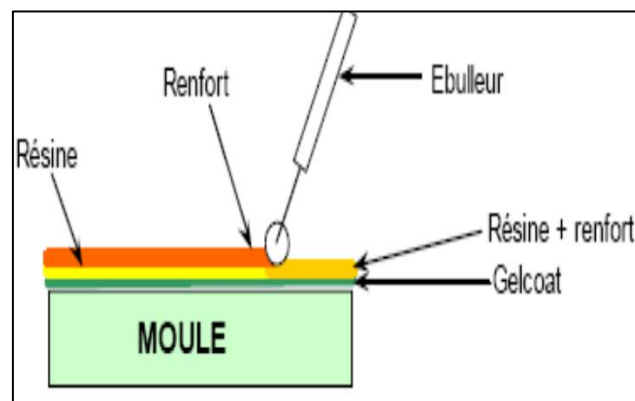


Figure 1.3 : Moulage au contact [8-9]

1.6.2. Moulage par projection simultanée

Le procédé de projection de résine (RP) est une méthode de fabrication de matériaux composites qui consiste à projeter une résine thermodurcissable et un renfort sur une surface, puis à compacter et à débuller le mélange (Figure 1.4).

Le procédé de projection de résine se déroule en trois étapes principales :

- Préparation du moule : Le moule est d'abord préparé en appliquant un agent de démoulage.
- Mise en place de la résine et du renfort : La résine et le renfort sont projetés sur la surface du moule à l'aide d'un pistolet. Le renfort est généralement constitué de fibres naturelles ou synthétiques, qui sont coupées en petits morceaux avant d'être projetées.
- Compactage et débullage : Le mélange est ensuite compacté et débullé à l'aide de rouleaux et d'ébulleurs. Le compactage permet de supprimer les vides et d'obtenir une pièce

dense et uniforme. Le débullage permet d'éliminer les bulles d'air qui pourraient se former lors de la projection.

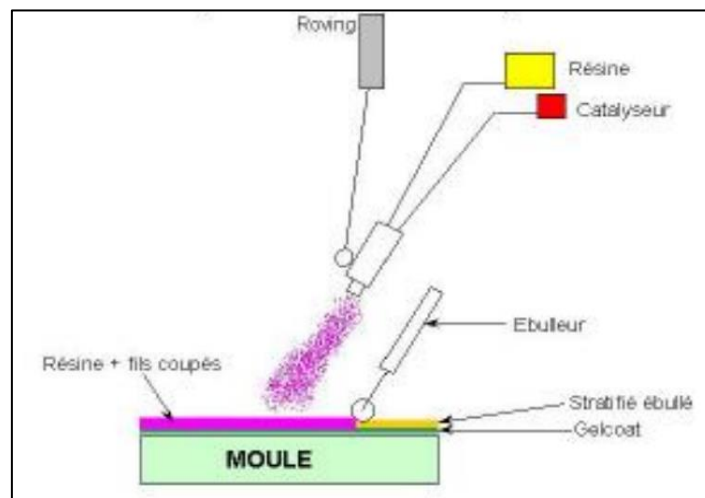


Figure 1.4 : Moulage par projection [10]

1.7. Composites soumis au chargement du choc

Les matériaux composites peuvent subir des dommages et des fissures au niveau des fibres et de la matrice lorsqu'ils sont exposés au chargement de choc, tels que des impacts ou des explosions. Ces dommages peuvent avoir un impact négatif sur les propriétés du matériau composite, notamment la résistance, la rigidité, la durabilité et l'absorption d'énergie. Il existe plusieurs techniques pour améliorer la résistance au choc des matériaux composites, notamment l'utilisation de fibres plus résistantes, d'une matrice plus rigide et d'une interface plus forte. Il est important de bien comprendre le phénomène de choc dans les matériaux composites afin de concevoir et fabriquer des composites qui peuvent résister aux chocs.

1.7.1. Essai de choc Charpy

L'essai de Charpy consiste à évaluer la résistance des matériaux aux chocs. Ce test de choc est le plus ancien et le plus fréquent à travers le monde. Il a été inventé par l'ingénieur français Georges Charpy en 1901. L'objectif de l'essai de Charpy est de déterminer la quantité d'énergie nécessaire pour rompre un échantillon de matériau. Cette énergie est appelée résilience. Pour effectuer l'essai de Charpy, un échantillon de matériau est placé entre deux supports. Un mouton-pendule est lâché d'une hauteur définie et frappe l'échantillon. L'énergie du mouton est absorbée par l'échantillon et est mesurée par l'appareil d'essai (Figure 1.5). Les résultats de l'essai de Charpy sont exprimés en joules (J). Un matériau avec une résilience élevée est plus

résistant aux chocs qu'un matériau avec une résilience faible. La résilience d'un matériau est importante pour déterminer sa résistance aux chocs. Les matériaux avec une résilience élevée sont plus résistants aux forces soudaines et aux impacts. Ils sont donc plus adaptés aux applications où une résistance aux chocs est nécessaire, comme dans les structures mécaniques et les pièces automobiles [11].

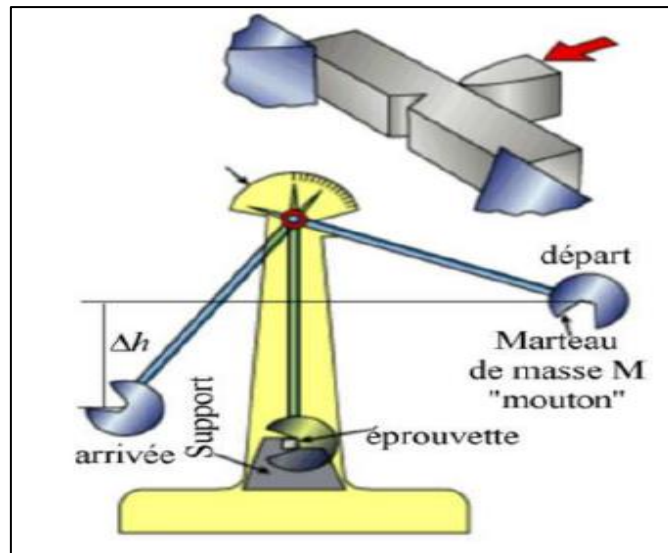


Figure 1.5 : Essai de choc Charpy [11]

L'énergie obtenue (en négligeant les frottements) est calculée comme suit ((Equation 1.1) :

$$E = m * g * (h_0 - h_f) \quad (\text{Eq.1.1})$$

Où :

E : est l'énergie absorbée, en joules.

m : est la masse du mouton-pendule, en kilogrammes.

g : est l'accélération de la pesanteur, en mètres par seconde au carré.

h_0 : est la hauteur du mouton-pendule au départ, en mètres.

h_f : est la position la plus élevée atteinte par le mouton-pendule après la rupture de l'éprouvette, en mètres.

Dans la plupart des cas, la machine est graduée de manière à fournir une valeur directe en joules, ce qui est le cas pour notre essai.

1.7.2. Rupture et dommage sous chargement de choc

La présence défauts microscopiques au sein d'un matériau composite joue un rôle crucial pendant son utilisation. La théorie de la mécanique linéaire élastique de rupture étudie l'impact de ces défauts sur le comportement global du matériau et l'évolution des fissures au niveau de la matrice et des fibres, en présence de charges. Cette théorie offre la possibilité de mesurer la rupture et de décrire les mécanismes de défaillance des matériaux composites soumis au chargement de choc avec la prise en compte de l'effet d'entaille et des pré-fissures. Il est possible d'utiliser cette théorie d'analyse soit par l'étude des champs mécaniques autour de la pointe d'une fissure, soit par une approche énergétique du matériau fissuré.

Selon le mode et la vitesse de chargement, le comportement du matériau lors de la propagation de la fissure permet de distinguer deux types de ruptures : la rupture ductile et la rupture fragile.

La rupture ductile se caractérise par une déformation plastique importante avec la naissance des microfissures avant que le matériau atteigne la ruine. En revanche, la rupture fragile signifie la rupture de matériau sans déformation plastique ou avec une très petite déformation plastique avant la rupture.

1.7.3. Ténacité au choc des matériaux composites:

La ténacité d'un matériau composite est la capacité à résister à la propagation et à la formation des fissures. Plus la ténacité d'un matériau est élevée, plus sa fragilité sera faible, et vice versa. La ténacité est mesurée par deux indices : la ténacité aux chocs et la ténacité à la rupture. La ténacité aux chocs est en fonction de l'énergie de choc absorbée par le matériau lors de la fracture sous l'impact. Initialement, cette ténacité est évaluée à l'aide d'essais de résilience qui mesuraient l'énergie dissipée par le marteau sur une unité de surface de l'éprouvette [12].

L'approche de complaisance a été développée par les auteurs Turner [13] et Plati [14] afin d'interpréter les résultats des essais de choc en se basant sur la mécanique linéaire élastique de la rupture. Cette approche implique la réalisation d'une série d'essais de chocs sur des échantillons entaillés pour évaluer la résilience du matériau ainsi que la ténacité au choc (G_{IC}). Pour un matériau fragile, le comportement observé est similaire à celui illustré dans la figure 1.6. D'après cette approche, l'énergie donnée par le pendule (U) présente l'énergie élastique conservée dans l'échantillon testé lors au moment de chargement au choc.

La complaisance C est donnée par l'équation suivante :

$$C = \frac{\Delta}{P} \quad (\text{Eq.1.1})$$

Selon la méthode de complaisance, l'énergie de rupture G_c est égale à l'énergie U_c .

$$U = \frac{1}{2} P_c \Delta \quad (\text{Eq.1.2})$$

La méthode Williams permet d'écrire l'équation suivante :

$$U_c = G_c \cdot B \cdot \frac{C}{dC/da} \quad (\text{Eq. 1.3})$$

Avec G_c est l'énergie de rupture en et U_c l'énergie de choc

Le terme $\frac{C}{dC/da}$ dépend des dimensions de spécimens testés en choc. Le facteur de calibration

Φ pour l'essai de choc Charpy proposé par Plati et Williams [14] peut être calculé par l'utilisation de l'équation (Eq. 1.4) :

$$\phi = \frac{C}{dC/d\left(\frac{a}{D}\right)} = \frac{1}{2} \left(\frac{a}{D}\right) + \frac{1}{18\pi} \left(\frac{L}{D}\right) \left(\frac{1}{\left(\frac{a}{D}\right)}\right) \quad (\text{Eq.1.4})$$

Ce facteur de calibration ϕ est en fonction des caractéristiques géométriques des échantillons testés au choc Charpy (éprouvette avec entaille et sans entaille), en particulier, la longueur d'entaille (a), la largeur (D), la distance entre appuis (L).

Les pertes d'énergie produites par la propagation de la fissure et la déformation plastique sont prises en compte par le facteur de calibration Φ .

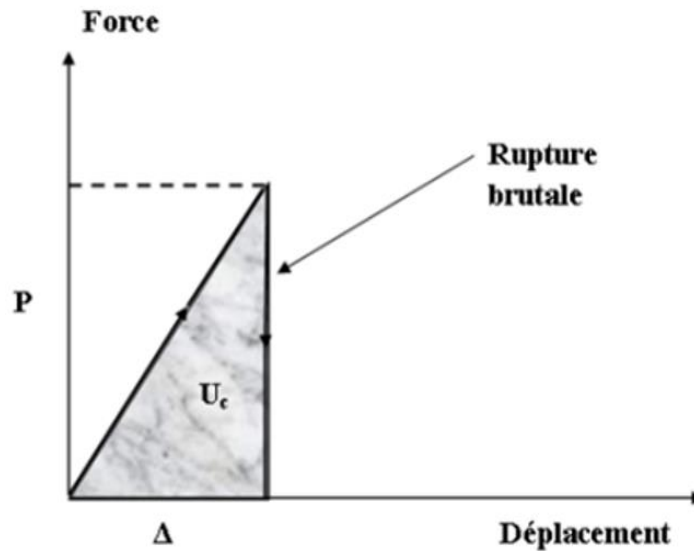


Figure 1.6 : Courbe force - déplacement d'un matériau fragile.

La mesure de la résistance au choc se fait pratiquement par l'élaboration d'un nombre suffisant des éprouvettes normalisées (de forme rectangulaire), avec entaille (de forme V ou U). La longueur d'entaille allant de $0.2D$ jusqu'à $0.6D$ (D est largeur de l'éprouvette). On mesure l'énergie de choc à l'aide d'un pendule de choc et on représente les résultats de l'ensemble des éprouvettes fissurées (nombre important) dans un courbe de l'énergie de choc en fonction des surfaces rompues : $U = f(BD\Phi)$. Ensuite, on trace la droite de régression linéaire sur la même courbe, la pente de cette (généralement, positive en raison de l'énergie de déformation plastique) présente la ténacité au choc de matériau testé. Il est important de signaler que Newman [15] a montré que l'énergie de choc absorbée par l'échantillon testé est fortement proportionnelle au volume de la section endommagée autour de l'entaille. En plus, ce volume est en fonction de la géométrie de l'éprouvette testée et de facteur de calibration ϕ .

1.7.4. Comportement au choc des matériaux composites

Plusieurs recherches ont été publiées sur la résistance au choc des matériaux composites à base de fibres de palmier dattier imprégnées avec des résines thermoplastiques et résines thermodurcissables. Selon ces recherches, il a été prouvé que les composites renforcés avec des fibres de palmier dattier présentent un comportement au choc similaire ou même supérieur à celle des composites renforcés avec fibres inorganique et céramique [16-19].

Les composites en matrice époxy renforcés de fibres de palmier dattier montrent une augmentation significative de l'énergie absorbée lors des essais de choc Charpy. Selon les

recherches menées par Al-Oqla et Sapuan [20], l'ajout de fibres de palmier dattier à des taux de 30 à 40% en poids dans une matrice époxy améliore significativement la résistance au choc du composite, avec des résultats d'énergie absorbée allant jusqu'à 15-20 KJ/m², ce qui est supérieur à celui des composites époxy non renforcés.

D'une manière générale, les matériaux composites renforcés par fibres de palmier dattier présentent un comportement ductile, ils présentent une déformation plastique avant fissuration, contrairement à des composites plus fragiles comme ceux à base de fibres de verre. Cette ductilité est essentielle dans des applications où la résistance aux chocs est cruciale, car elle permet une meilleure dissipation de l'énergie lors d'un impact.

Les performances mécaniques des composites sont influencées par le mode de traitement des fibres. Selon Kriket et al [21], le traitement chimique des fibres à l'alcali entraîne une amélioration significative de l'adhérence entre les fibres et la matrice époxy, ce qui augmente la résistance au choc, les composites avec des fibres traitées présentent une amélioration de 30% de la résistance au choc par rapport aux fibres non traitées chimiquement.

Les matériaux composés de fibres de palmier dattier présentent des résultats comparables par rapport à d'autres composites à base des fibres naturelles telles que le jute et le chanvre. Ces résultats sont dus essentiellement à d'origine des fibres naturelle qui contiennent un pourcentage important des fibres de cellulose. En effet, les composites de palmier dattier offrent une alternative durable et économique, avec des propriétés mécaniques satisfaisantes pour des applications spécifiques [22]. Les fibres de palmier dattier, grâce à leur structure cellulosique, jouent un rôle essentiel dans l'absorption d'énergie lors d'un choc. Lorsqu'un impact se produit, les fibres se déforment et se cassent, dissipant ainsi l'énergie d'impact. Cette capacité à se déformer plastiquement avant rupture contribue à la résistance globale du composite. La structure en réseau des fibres permet également une meilleure distribution des contraintes [23].

La performance mécanique des matériaux composites repose également sur la nature l'interface entre les fibres et la matrice, où une adhésion adéquate permet une transmission plus efficace des contraintes entre les fibres et la matrice, ce qui améliore la résistance au choc. Les traitements de surface des fibres jouent un rôle essentiel dans l'optimisation de cette interface et dans l'amélioration des performances mécaniques des composites [24].

Les matériaux composites en résine époxy renforcés de fibres de palmier dattier présentent des perspectives prometteuses pour des utilisations dans des secteurs tels que l'industrie

l'automobile, la construction et les équipements sportifs, où la légèreté et la résistance aux chocs sont cruciales. Leur caractère renouvelable et leur faible coût en font une option attrayante pour le développement de matériaux durables. En conclusion, les recherches sur le composite époxy renforcé de fibres de palmier dattier montrent un potentiel considérable pour des applications industrielles, avec des résultats prometteurs en matière de résistance au choc et de durabilité.

1.8. Composites soumis à l'humidité

1.8.1. Absorption d'eau

a. Cinétique de diffusion de l'eau

Lorsque les matériaux composites sont exposés à l'eau, ils absorbent des molécules d'eau par diffusion. Ce processus est appelé cinétique de diffusion de l'eau.

La cinétique de diffusion de l'eau dans les composites dépend de plusieurs facteurs, notamment :

Au contact de l'eau, le matériau composite peut absorber les molécules d'eau par diffusion instantanée de l'eau au sein du composite, et avec l'augmentation de la durée d'exposition à l'eau, le composite peut absorber une quantité importante d'humidité avec une augmentation de volume jusqu'à saturation. Cependant, le matériau peut subir, en même temps, une dégradation profonde ou superficielle au niveau de la matrice, fibres et interface fibre/matrice. En effet, plusieurs facteurs influencent la quantité de l'eau absorbée dans le matériau exposé à l'humidité, ainsi que la vitesse et le mode de diffusion de l'eau au sein du composite, tels que, la nature et le pourcentage du renfort dans le composite, mode de distribution des fibres et la méthode d'élaboration des composites, la nature de la résine (thermoplastique, thermodurcissable). Par ailleurs, la nature de l'environnement humide (température, salinité de l'eau) influence largement la vitesse d'absorption d'eau et la cinétique de diffusion.

Le taux d'absorption de l'eau par le matériau exposé à l'humidité ou le matériau immergé dans un environnement humide peut être calculé par l'utilisation de l'équation 1.5 (Eq.1 5). L'utilisation de cette équation permettant de classer ou de différencier les matériaux absorbants et les matériaux non-absorbants de l'humidité.

$$M_t = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100 \quad (\text{Eq. 1.5})$$

M_t : présente le pourcentage du gain du poids

m_t : présente la masse de l'échantillon à l'instant t

m_0 : présente la masse initiale de l'échantillon ou la masse de l'échantillon dans un environnement sec (à l'instant t_0).

b. Mécanisme de Fick

Les molécules d'eau se diffusent à travers la surface des composites immergés dans l'eau. Ces molécules d'eau sont attirées par les molécules de polymère, et elles s'accumulent dans l'espace entre les chaînes macromoléculaires. Cette accumulation d'eau entraîne une augmentation de la masse du composite. Dans le cas où la diffusion d'eau n'entraîne pas d'endommagement du composite, l'équilibre de diffusion est atteint lorsque la concentration d'eau dans le matériau immergé a subi un équilibre statique traduisant l'égalité des potentiels chimiques de l'eau dans le composite et dans l'environnement [25-26].

Le comportement diffusif non-Fickien se caractérise par une évolution non linéaire de la masse absorbée en fonction du temps. Il existe plusieurs types de comportements diffusif non-Fickien, dont les suivants : (Figure 1.7)

- Comportement pseudo-Fickien : la courbe de diffusion présente une évolution linéaire au début, puis s'écarte de la ligne droite.
- Comportement avec deux paliers de saturation : la courbe de diffusion présente deux paliers de saturation, ce qui suggère que deux mécanismes de diffusion sont à l'œuvre.
- Comportement lié à des dommages : la courbe de diffusion présente une évolution rapide ou lente, causée par des dommages mécaniques ou chimiques au matériau.

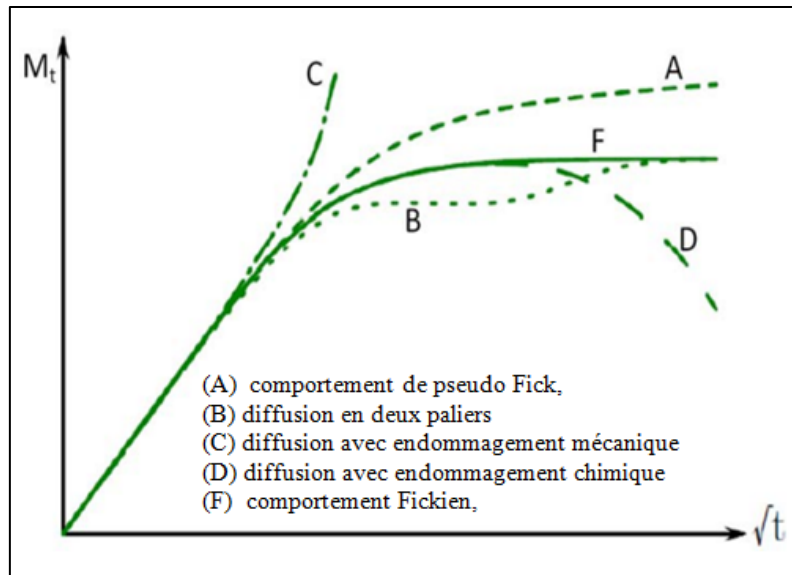


Figure 1.7 : Courbes gravimétriques d'absorption d'eau [25-27].

Le comportement diffusif des matériaux polymères et composites est un phénomène complexe qui peut être décrit par différents modèles. Pour pouvoir prédire le comportement des matériaux dans des conditions d'utilisation réelles, il est essentiel de comprendre le type de comportement diffusif. On distingue les cas de diffusion par la forme de la courbe d'absorption, qui est représentée par l'équation expérimentale ci-dessous :

$$\frac{M_t}{M_m} = Kt^n \quad (\text{Eq. 1.6})$$

L'interaction entre l'échantillon et l'eau est décrite par le coefficient K, qui représente une constante spécifique de l'échantillon, le mécanisme d'absorption présenté par le coefficient n. Les valeurs de n et K ont été déterminés à l'aide d'une analyse de régression linéaire. Le mécanisme d'absorption de l'eau et les paramètres cinétiques n et K, dérivés de l'équation (Eq. 1.7), ont été ajustés par l'utilisation des données expérimentales.

$$\text{Log} \left(\frac{M}{M_m} \right) = \text{Log}(K) + n \text{Log}(t) \quad (\text{Eq. 1.7})$$

Plusieurs modèles ont été élaborés pour décrire la modalité dont les matériaux absorbent de l'humidité [28]. L'exposition de chaque échantillon sur les deux côtés, dans les mêmes conditions environnementales, la quantité totale d'humidité G peut être exprimée de la manière suivante (Eq : 1.8) [29]:

$$G = \frac{m_t - m_0}{M_m - m_0} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{j=0}^{\infty} \frac{1}{(2j+1)^2} \exp \left[-\frac{(2j+1)^2 \pi^2 D_x t}{h^2} \right] \quad (\text{Eq. 1.8})$$

Avec t présente le temps d'exposition du matériau à l'humidité, h représente l'épaisseur de l'échantillon, et j est l'indice de somme

C'est une diffusivité efficace, car toutes les incohérences présentes dans le composite ont été ignorées. En résolvant l'équation de diffusion pour le poids d'humidité et en réarrangeant en fonction de la teneur en pour cent d'humidité, on obtient ensuite l'équation 1.9 [30] :

$$M_t = \frac{4M_m}{h} \left(\frac{t}{\pi} \right)^{0,5} D_x^{0,5} \quad (\text{Eq. 1.9})$$

Les propriétés de diffusion des composites décrites par les lois de Fick ont été évaluées en utilisant les mesures de gain de poids de l'échantillon immergé dans l'eau. La pente de la première partie de la courbe de gain de poids par rapport à la racine carrée du temps a été prise en compte pour cette évaluation, selon l'équation (Eq. 1.10) [31]. Le coefficient de diffusion (D) correspond à la pente de la prise de masse normalisée en fonction de $t^{1/2}$ et a la forme suivante :

$$D = \pi \left(\frac{kh}{4M_m} \right)^2 \quad (\text{Eq. 1.10})$$

Avec le paramètre k peut être déduit par l'utilisation de la courbe de $M(t)$ en fonction de $t^{1/2}$

1.8.2. Absorption d'eau par les composites à fibres naturelles

Il est important de signaler que la capacité des composites à fibres naturelles à absorber l'eau est un processus complexe qui est affecté par divers facteurs, tels que la température, le taux de fibres, l'orientation du renfort, la nature des fibres, la nature de la matrice, la surface des parties exposées à l'humidité, le traitement chimique des fibres et le processus d'élaboration du matériau composite [25-32-33].

- Température : l'absorption d'eau augmente avec la température. En effet, la température augmente la mobilité des molécules d'eau, ce qui facilite diffusion de l'eau et l'absorption de l'humidité dans le composite.

- Taux massique des fibres : un pourcentage des fibres plus élevé des fibres entraîne une absorption d'eau plus importante. En effet, les fibres ont une affinité plus élevée pour l'eau que la matrice.
- Orientation du renfort : un renfort orienté dans la direction de la contrainte entraînera une absorption d'eau plus importante. En effet, les fibres sont plus exposées à l'humidité dans cette configuration.
- Nature des fibres : les fibres naturelles, comme le bois, le jute, le bambou et le lif de palmier, absorbent plus d'eau que les fibres synthétiques comme les fibres verre et les fibres carbone. Cette différence est due essentiellement à la nature hydrophile et à la présence de cellulose dans fibres naturelles.
- Nature de la matrice : Les matrices hydrophiles, comme les résines polyester, absorbent plus d'eau que les matrices hydrophobes, comme les résines époxy.
- Traitement chimique des fibres : Les fibres peuvent subir une modification de leur capacité d'absorption d'eau suite à un traitement chimique. En effet, le traitement peut rendre les fibres plus hydrophiles ou plus hydrophobes.
- Surface des parties exposées à l'humidité : Une surface rugueuse ou poreuse augmentera l'absorption d'eau. En effet, les pores inclus dans le composite offrent plus d'espace et des vides aux molécules d'eau.
- Procédé de fabrication : Certains procédés de fabrication, comme le moulage par injection, peuvent entraîner une absorption d'eau plus importante. En effet, ces procédés peuvent créer des défauts dans le composite, ce qui facilite la diffusion de l'eau.

1.8.3. Plastification

L'absorption d'eau par les fibres naturelles peut entraîner une plastification. En effet, les molécules d'eau se lient aux groupes hydrophiles présents sur les chaînes macromoléculaires de la matrice, ce qui augmente la mobilité moléculaire du matériau, comme illustré dans la figure. En raison de cette augmentation de la mobilité moléculaire, le matériau présente un comportement plus ductile et la température de transition vitreuse diminue [34-35].

La plastification des composites à matrice thermoplastique renforcés de fibres courtes se produit sous forme de déformation viscoplastique, avec une forte dépendance avec la vitesse de chargement et de la température. La modélisation par éléments finis a permis de prédire avec précision le comportement des composites sous différentes conditions de charge [36].

1.8.4. Gonflement

Le gonflement est le processus d'absorption de liquides par la matrice d'un matériau composite à matrice polymère. Cette absorption peut entraîner une augmentation de volume du matériau, ce qui peut affecter négativement ses propriétés mécaniques et sa durabilité. Par conséquent, le gonflement est un phénomène important à considérer lors de la conception et de l'utilisation des composites à matrice polymère [37].

Le gonflement est une modification du volume d'un matériau composite qui se produit lorsque celui-ci absorbe de l'eau ou d'autres liquides. Ce phénomène est directement associé à la prise de masse du matériau.

Dans la matrice polymère, les molécules liquides s'infiltreront progressivement entre les chaînes moléculaires, occupant les petits espaces entre les mailles du réseau. Ces espaces varient en fonction de l'état thermodynamique du réseau. Ensuite, les molécules de liquide se rassemblent dans ces interstices, selon leur taille. En résumé, le gonflement d'un matériau composite résulte de l'absorption de liquides par la matrice du matériau, ce qui peut entraîner des modifications indésirables de ses caractéristiques mécaniques et/ou une détérioration prématurée du matériau. [26]. Le remplissage entraîne un écartement des chaînes macromoléculaires, ce qui se traduit par un gonflement du polymère ou du composite à l'échelle macroscopique (Figure. 1.8) [27].

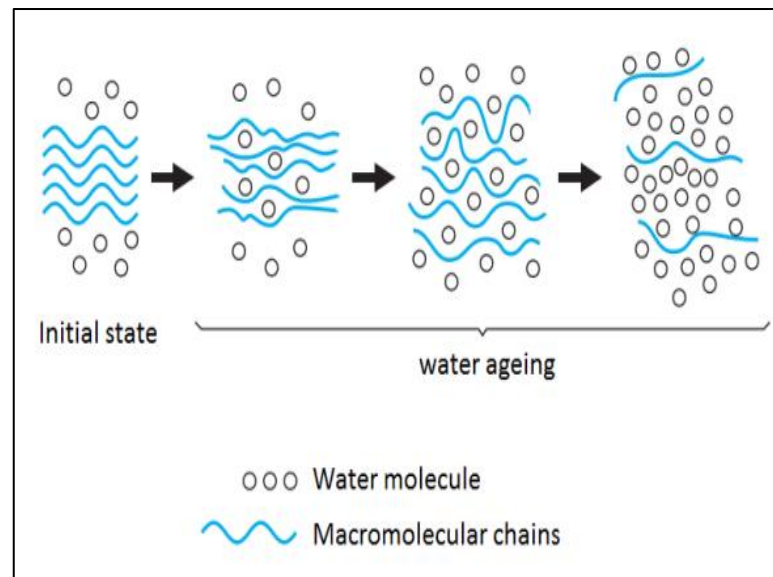
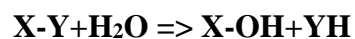


Figure 1.8 : Représentation schématique de la pénétration d'eau dans le composite [29]

1.8.5. Hydrolyse

L'eau en contact avec des matériaux polymériques peut provoquer des réactions chimiques connues sous le nom d'hydrolyse. La rupture des chaînes moléculaires du polymère est possible lors de l'hydrolyse, cela donne naissance à deux fragments de chaînes: un ion hydrogène attaché à une extrémité de la chaîne et un ion hydroxyde attaché à l'autre extrémité. On peut illustrer cette réaction en utilisant l'équation chimique suivante :



Il est important de noter que l'hydrolyse est un processus indésirable, car il peut conduire à une diminution des propriétés mécaniques et chimiques des matériaux composites. En effet, les groupes fonctionnels les plus susceptibles d'être hydrolysés sont les groupes époxydes, les groupes esters et les groupes amides. Il est donc nécessaire de prendre des mesures pour éviter ou limiter l'hydrolyse des polymères dans les applications où une longue durée de vie est requise [38]. La réduction de la masse moléculaire peut réduire l'effet de l'hydrolyse sur la dégradation des différents constituants de matériau composite [39].

Chapitre 2 : Généralités sur les fibres végétales

Ce chapitre est consacré à la présentation bibliographique des renforts d'origine végétale, en particulier, les propriétés et la structure chimique des fibres de palmier. Puis, les méthodes d'extraction mécanique, chimique et biologique ont été exposées brièvement. La fin de ce chapitre présente une explication détaillée de l'effet du traitement chimique de surface des fibres, dans le but d'améliorer la liaison entre les fibres et la matrice et d'accroître leur adhérence.

2.1. Définition des fibres végétales

Les fibres végétales sont des matériaux naturels qui sont utilisés pour renforcer un matériau composite. Les fibres provenant des grains, des feuilles, des fruits et des tiges (libériennes et dures) sont particulièrement concernées [40].

2.2. Catégorisation des fibres végétales

Les fibres végétales sont réparties en quatre catégories en fonction de leur origine (Figure 2.1). Il s'agit notamment des fibres issues des grains, des feuilles, des fruites, et des tiges (libérienne, et dures). [26-40]

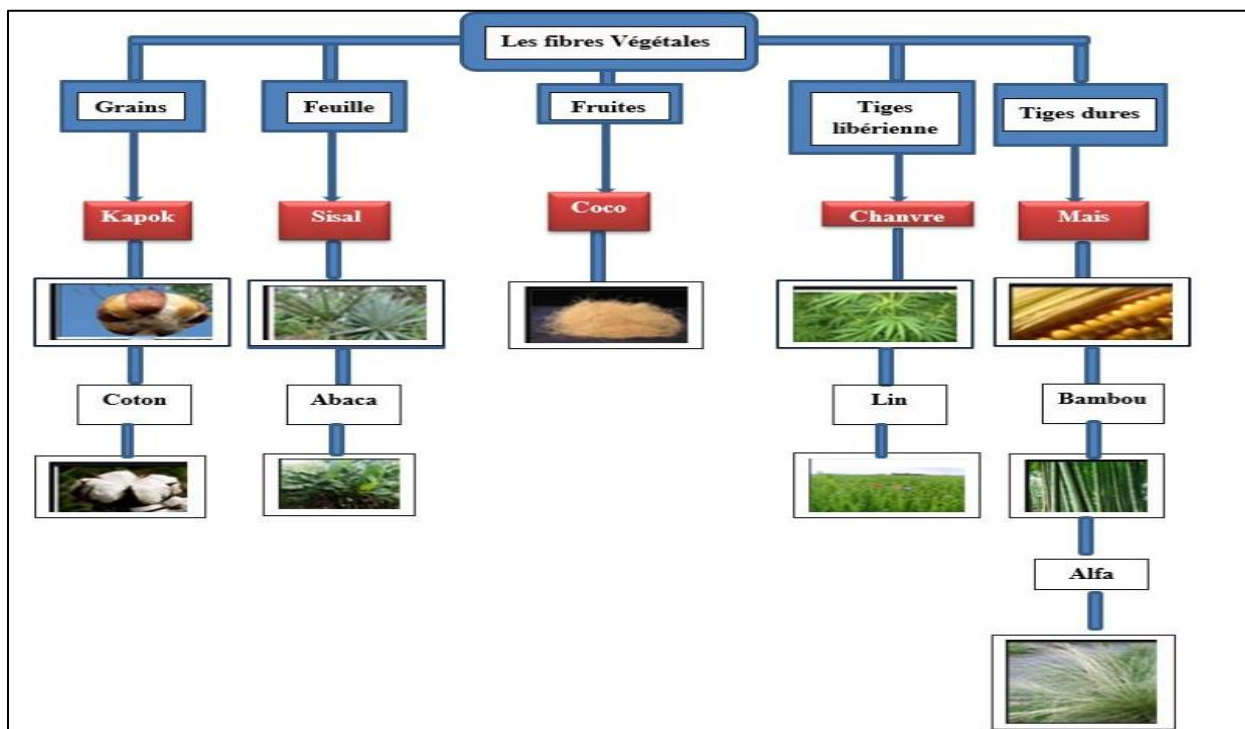


Figure 2.1 : Différentes natures des fibres végétales [26-40]

2.3. Structure d'une fibre végétale

La structure d'une fibre se compose des éléments suivants [41] : (voir la figure. 2.2)

- Les cellules voisines partagent la lamelle mitoyenne M, qui a une épaisseur de 0,5 à 2 μm autour du périmètre. Elle est essentiellement constituée de lignine (70%), mais elle est également composée d'autres éléments organiques tels que les hémicelluloses, la pectine et la cellulose. La liaison entre les fibres est assurée par la lamelle mitoyenne, qui a une grande rigidité grâce à la lignine.

- La très fine paroi primaire P (0,03 à 0,1 μm) est fréquemment liée à la lamelle mitoyenne. Elle se compose d'une structure fibrillaire recouverte d'un mélange de lignine, de pectine et d'hémicellulose.

- La paroi secondaire, qui représente l'élément principal de la fibre, est subdivisée en trois parties :

- La paroi externe S1, de petite taille (de 0,1 à 0,2 μm), où les fibrilles sont enroulées en hélices parallèles, dans des sens opposés (une couche dans un sens, l'autre couche croisée).
- La paroi centrale S2 est considérablement plus épaisse (de 0,5 à 8 μm), avec les fibrilles disposées en hélices parallèles. L'épaisseur de cette paroi influence la rigidité de la fibre.
- La paroi interne S3, aussi connue sous le nom de paroi tertiaire, est très fine (de 0,04 à 0,1 μm) et se situe près du lumen W. Des espaces sont présents entre les fibres, en partie constitués de lignine et d'hémicellulose.

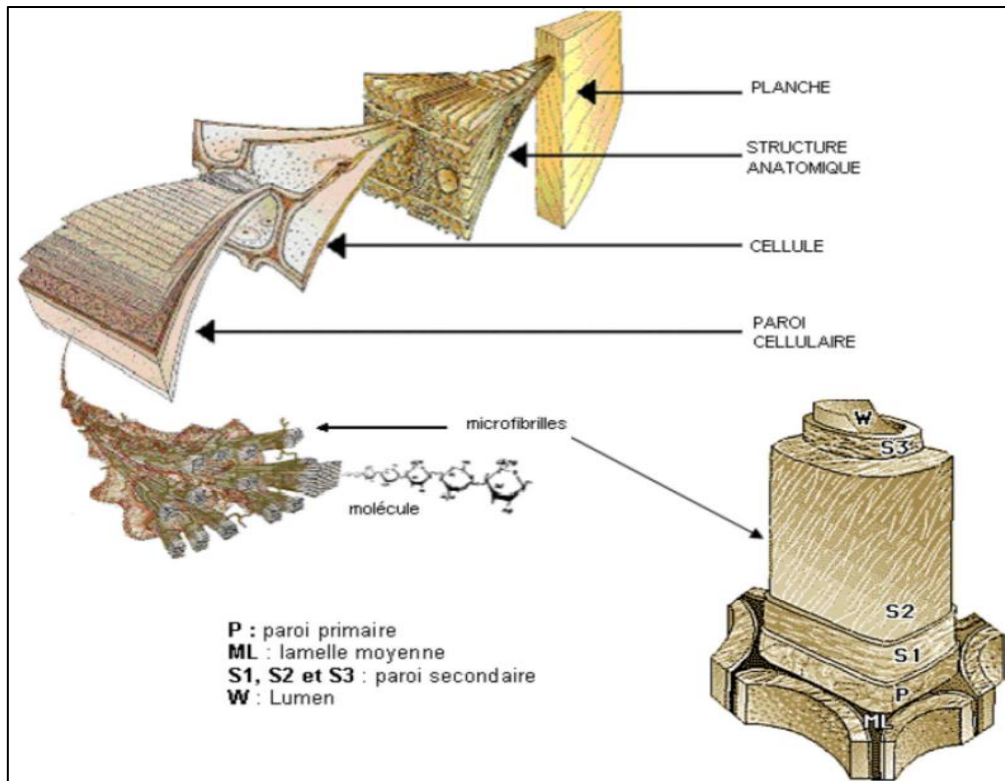


Figure 2.2 : Structure des fibres naturelles [41]

2.4. Composition chimique des fibres végétales

Les fibres naturelles d'origine végétale sont constitués essentiellement de cellulose, de lignines, d'hémicelluloses, de pectines, de cires et de substances solubles dans l'eau. Ce sont des faisceaux de fibres unitaires (ou élémentaires) qui se présentent naturellement [42-43]. La matrice de pectine et d'hémicellulose assurent la liaison entre les fibres élémentaires qui forment des faisceaux au niveau de l'ossature des végétaux [44].

La structure fondamentale des fibres est composée de micro-fibrilles de cellulose, dont le diamètre varie de 2 à 20 nanomètres. L'origine botanique, les conditions climatiques, la maturité et le mode d'extraction influencent la composition des fibres végétales.

Les fibres végétales ont une structure différente selon l'espèce, les conditions de croissance et le mode d'extraction. [45]

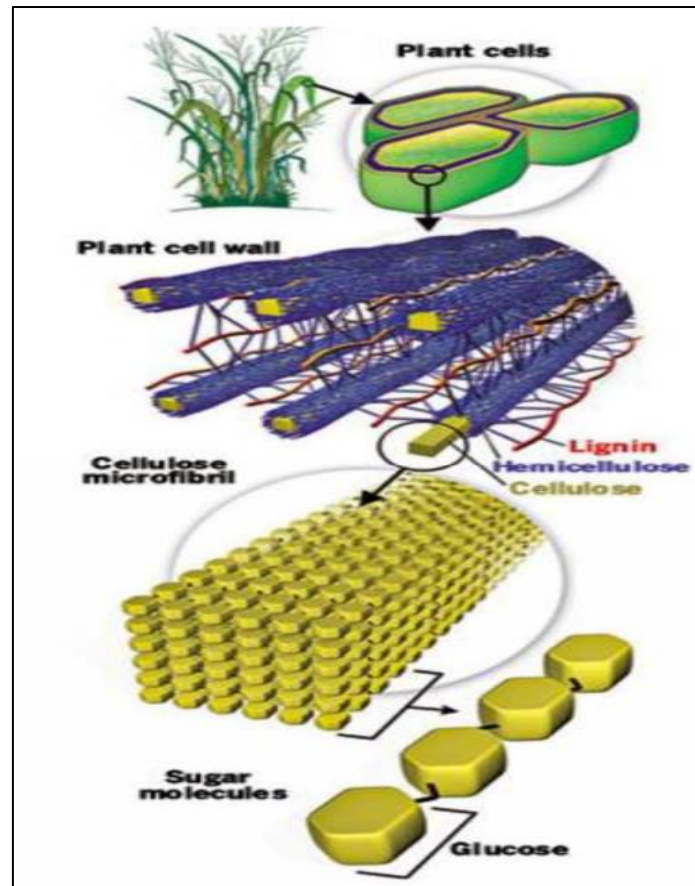


Figure 2.3 : La structure d'une fibre végétale est illustrée par ce schéma. [43-45]

2.4.1. Cellulose

La cellulose est la substance naturelle la plus répandue sur notre planète. On la retrouve dans toutes les plantes, où elle joue un rôle significatif dans la préservation de la structure et le soutien des parois cellulaires [46].

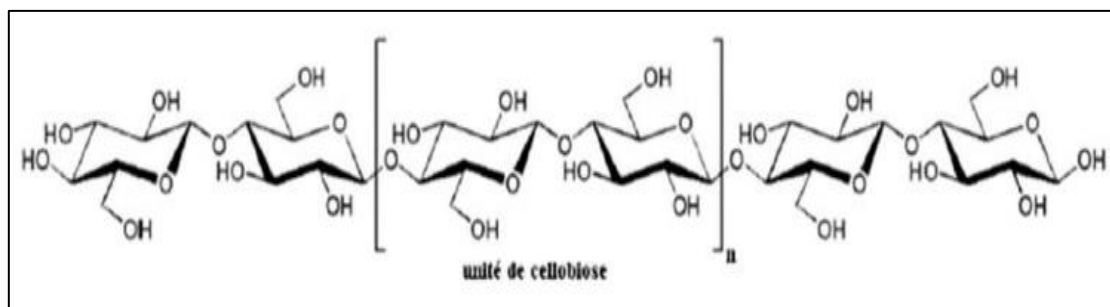


Figure 2.4 : Structure chimique de la cellulose [47]

2.4.2. Hémicellulose

L'hémicellulose est un autre composant important des parois cellulaires végétales, tout comme la cellulose. La structure de celle-ci est différente de la cellulose, car elle est constituée de divers sucres. La plupart des fibres naturelles contiennent des hémicelluloses, des polysaccharides non cellulosiques. Elles sont constituées d'un mélange de sucres simples (xylose, arabinose, glucose, mannose, galactose).

Les hémicelluloses sont des composants essentiels de la composition des fibres naturelles. Elles constituent le principal liant entre les microfibrilles de cellulose, ce qui donne aux fibres leur résistance et leur rigidité. Elles sont également responsables de la capacité des fibres naturelles à absorber l'eau.

Il existe différents types d'hémicelluloses, qui diffèrent par leur composition en sucres simples. Les types d'hémicelluloses les plus courants sont :

- La xyloglucane
- L'arabinogalactane
- La mannane
- La galactane

Les hémicelluloses sont utilisées dans une variété d'applications, notamment comme agent épaississant, stabilisant ou émulsifiant. Elles sont également utilisées dans la production de bioplastiques et de biocarburants.

Dans le domaine des composites, les hémicelluloses peuvent être utilisées comme renfort pour améliorer les propriétés mécaniques (Figure 2.5). Elles peuvent également être utilisées pour réduire le coût des composites [48].

Les hémicelluloses sont très hydrophiles et solubles en milieu alcalin. Elles sont également facilement hydrolysables dans les acides. [49-50]

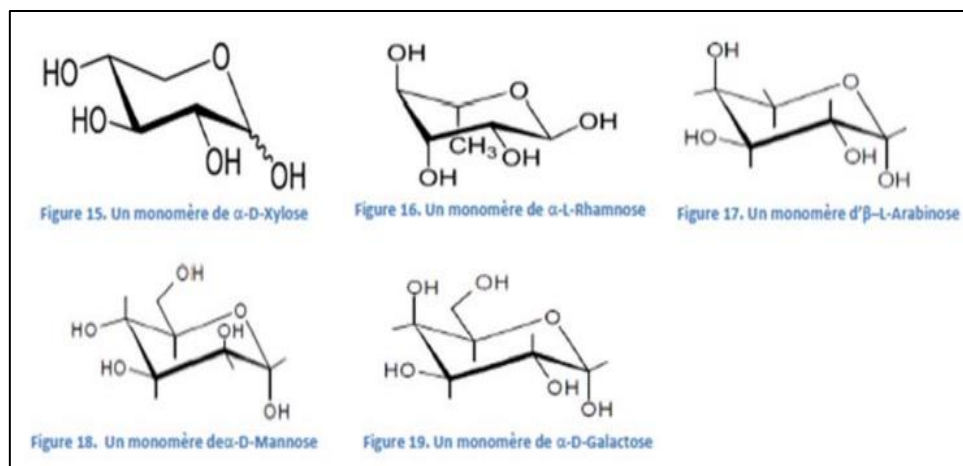


Figure 2.5 : Structures chimiques des unités de base de l'hémicellulose. [51-52]

La lignine est un composant important de la paroi cellulaire des végétaux. On la retrouve avec la cellulose et l'hémicellulose, et elle constitue environ 10 à 30 % de la biomasse lignocellulosique. L'industrie papetière produit environ 50 millions de tonnes de lignine par an. Cependant, elle est actuellement réservée à la fabrication de produits de faible valeur, comme la vapeur [53].

La lignine se compose de trois monomères phénylpropénoïques : l'alcool coniférylique, l'alcool sinapylique et l'alcool coumarylique, qui présentent une structure tridimensionnelle. La lignine a une structure différente selon l'espèce végétale (Figures. 2.6 et 2.7).

Le matériau de la lignine est amorphe et hydrophobe. Elle ne se décompose pas par l'action des acides, mais se dissout à chaud dans la soude. On la peut également l'oxyder facilement et la condenser avec du phénol.

Les propriétés de la lignine en font un matériau important dans la structure des plantes. Elle confère aux plantes leur rigidité et leur résistance mécanique.

La lignine est également un matériau polyvalent qui peut être utilisé dans une variété d'applications, notamment dans la production de papier, de fibres textiles et de biocarburants. [54]

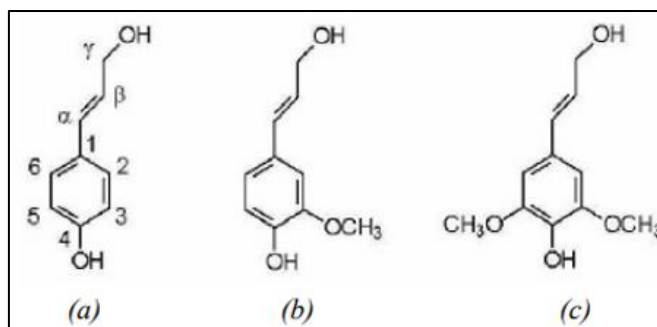


Figure 2.6 : Composition des précurseurs de la lignine a) p-coumaryl alcohol, b) coniferyl alcohol, c) sinapyl alcohol. [54]

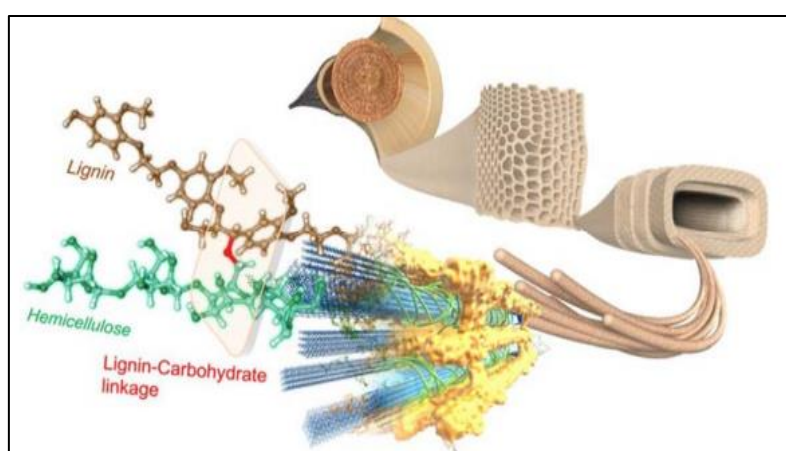


Figure 2.7 : Complexe glucidique de la lignine dans la cellule végétale. [55]

2.4.3. La pectine

La pectine est un polysaccharide complexe présent dans la paroi cellulaire des plantes. Elle est constituée d'acide D-galacturonique, de L-rhamnose et de sucres neutres. Les deux principales structures de la pectine sont l'homogalacturonane (HG) et le rhamnogalacturonane I (RG-I). L'HG représente environ 60 % de la pectine totale et est composée de chaînes d'acide D-galacturonique liées par des liaisons ester (Figure 2.8). Le RG-I est composée de chaînes d'acide D-galacturonique et de L-rhamnose liées en alternance. [56-57]

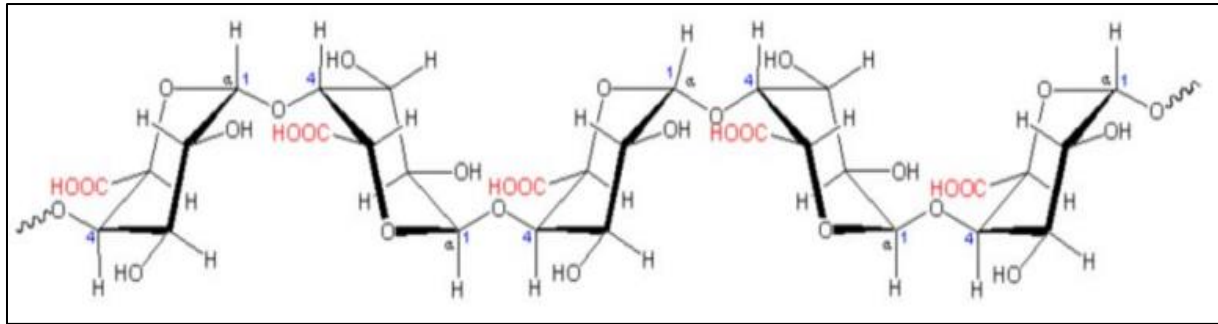


Figure 2.8 : Composition chimique de la pectine. [51]

2.4.4. La cire

Les cires se trouvent naturellement dans les fibres végétales. Les solvants organiques peuvent être utilisés pour les extraire. Les cires sont constituées de différents types d'alcools et d'acides gras. Les alcools sont insolubles dans l'eau, tandis que les acides gras sont solubles dans les solvants organiques (Tableau 2.1).

Tableau 2.1: Chimie des fibres végétales (à base de palmier dattier) [58]

Fibre	Célluloses (wt)	Hémicelluloses (wt%)	Lignines (wt%)	Pectines (wt%)
Palmier Dattier	41-45	6-10	30-40	–

2.5. Fibres de palmier dattier

2.5.1. Palmier dattier

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera*) est un palmier existant en Asie occidentale et en Afrique du Nord. Il est cultivé depuis des millénaires pour ses fruits, les dattes, qui sont une source de nourriture importante pour l'homme et les animaux (Figure 2.9).



Figure 2.9 : Un palmier dattier [59].

Le palmier dattier est une plante à tendance xérophile, c'est-à-dire qu'elle convient à la sécheresse. Cette espèce est originaire du Moyen-Orient et du nord de l'Afrique, mais elle est cultivée dans de nombreuses régions du monde. Le palmier dattier est une plante dioïque, c'est-à-dire qu'il existe des individus mâles et femelles. Les fleurs mâles sont portées par des inflorescences ramifiées, tandis que les fleurs femelles sont portées par des inflorescences non ramifiées.

Les feuilles du palmier dattier sont pennées, c'est-à-dire qu'elles sont divisées en de nombreuses folioles. Elles peuvent atteindre une longueur de 4 à 7 mètres.

Les fruits du palmier dattier sont des dattes. Ils sont ovales ou oblongs et ont une longueur de 3 à 7 centimètres. Les dattes sont comestibles et sont une source importante de glucides, de fibres et de vitamines.

Le palmier dattier est une plante importante pour l'économie de nombreux pays. Il est cultivé pour ses fruits, qui sont une source importante de nourriture pour les humains et les animaux. Le palmier dattier est également utilisé pour ses feuilles, qui sont utilisées pour la construction et la fabrication de produits artisanaux.

2.5.2. Utilisations du palmier dattier

Voici quelques-unes des utilisations du palmier dattier :

- **Alimentation** : les dattes sont une source importante de glucides, de fibres et de vitamines. Elles sont consommées fraîches, séchées ou transformées en confiserie.
- **Bois** : le bois du palmier dattier est utilisé pour la construction, la fabrication de meubles et d'objets artisanaux.
- **Feuilles** : les feuilles du palmier dattier sont utilisées pour la construction de toits, de clôtures et de paniers. Elles sont également utilisées pour la fabrication de papier.
- **Fibres** : provenant du palmier dattier sont employées dans la production de vêtements cordes et de tapis.

2.5.3. Différents types des fibres de palmier dattier

La structure fibreuse du palmier dattier comprend cinq types de fibres [58-60] .

- **Fibres de Lif (bourse fibreuse entre les pétioles et le tronc)** : Elles se trouvent entre les pétioles et le tronc et sont employées dans la production de tapis, de cordes et d'autres accessoires.
- **Fibres de bois de tronc** : se trouvent dans le tronc et sont utilisées dans la fabrication des sacs, des cordes, et d'autres articles traditionnels.
- **Fibres de surface qui entourent le tronc ou les bases des palmes (pétiole)** : Elles se trouvent autour du tronc ou des bases des palmes.
- **Fibres de tige de la grappe** : se trouvent dans la tige de la grappe.
- **Fibres de folioles** : se trouvent dans le rachis des feuilles.

2.5.4. Le fibrillum (lif de palmier dattier)

Le lif de palmier dattier est une fibre végétale qui se trouve dans la tige du palmier dattier. Il est composé de cellulose, de lignine et d'hémicellulose. Le lif est une fibre robuste et durable qui est utilisée dans de nombreuses applications, notamment, la fabrication des matériaux composites, de cordes, de filets, des nattes, des tapis, des papiers, carton et d'autres produits textiles.

Les lif sont constitués de fibres disposées en anneaux concentriques autour du tronc. Elles sont fixées à la tige par un tissu fibreux appelé baste (Figure 2.10).

Les lif sont récoltés en coupant le tronc du palmier à la base. Les fibres sont ensuite séparées de la tige et séchées à soleil.

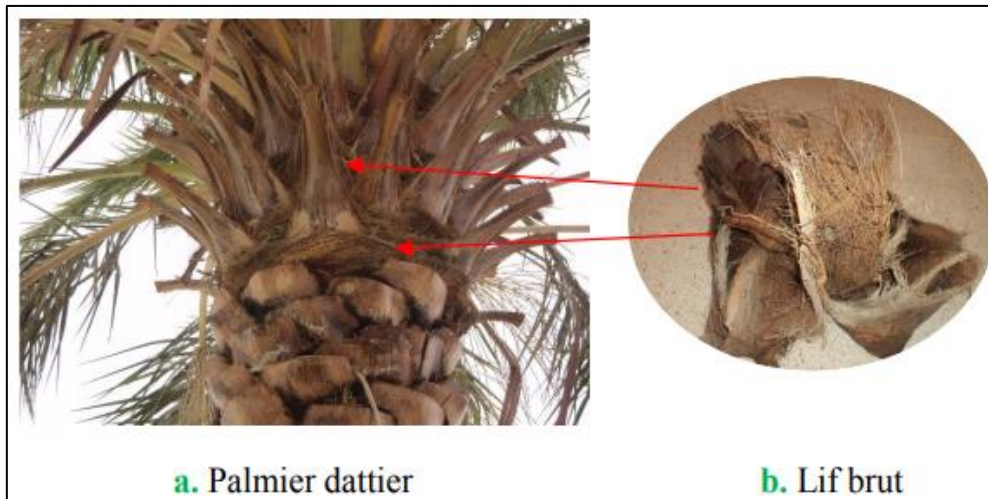


Figure 2.10 : Emplacement de lif de palmier dattier. [54]

Les lif sont constitués de fibres disposées en anneaux concentriques autour du tronc. Elles sont fixées à la tige par un tissu fibreux appelé baste, et elles sont récoltées en coupant le tronc du palmier à la base. Les fibres sont ensuite séparées de la tige et séchées au soleil.

2.5.6. Distribution géographique du palmier dattier en Algérie

La répartition géographique des palmeraies en Algérie démontre une concentration principalement dans le sud-est, avec une diminution d'importance en se dirigeant vers l'ouest et le sud. Plus précisément, les palmeraies algériennes sont localisées comme suit : la région du sud-est, comprenant El Oued, Ouargla et Biskra, détient 67% de la palmeraie nationale ; le sud-ouest, représenté par Adrar et Bechar, contribue avec 21% ; l'extrême Sud, englobant Ghardaïa, Tamanrasset, Illizi et Tindouf, représente 10%, tandis que d'autres régions comptent pour 2% de la palmeraie totale (Figure 2.11).

Quant à la superficie totale des palmiers-dattiers, elle s'élevait à 167 663 hectares en 2017. Les palmiers productifs étaient estimés à 15,7 millions, avec 18,53 millions de palmiers plantés. Le rendement moyen par palmier-dattier était évalué à 67,7 kg. En ce qui concerne la variété "Deglet Nour", son rendement atteignait 86,3 kg par palmier-dattier, tandis que la production

moyenne était de 51,6 kg et 58,2 kg par palmier-dattier respectivement pour la Degla beïda et les dattes sèches, El Ghars et les dattes moelles. [61]

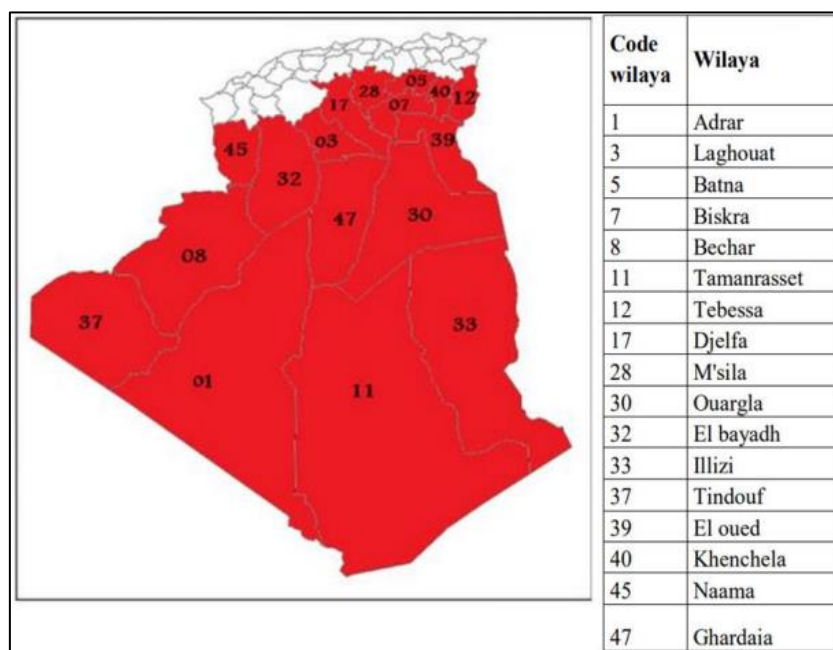


Figure 2.11 : Distribution géographique du palmier dattier en Algérie [62]

2.5.7. Dans la région d'El-Oued

La région d'EL-oued occupe une position prépondérante dans la production de dattes en Algérie, exerçant une influence significative au niveau régional. La culture des palmiers-dattiers dans cette zone se caractérise par la présence de palmeraies traditionnelles ainsi que de plantations modernes. Les palmeraies les plus fertiles, situées dans la partie nord, englobent des zones telles que Reguiba, Hassi Khalifa et Guemar.

Actuellement, la wilaya d'El Oued compte environ 3,9 millions de palmiers-dattiers, parmi lesquels plus de 3,7 millions sont des producteurs actifs. De ce nombre, 2,4 millions de palmiers sont dédiés à la production de la variété Deglet Nour [63].

2.6. Méthodes d'extraction des fibres végétales

L'extraction des fibres végétales par l'utilisation de la chaîne de transformation de l'industrie textile. Ces fibres sont généralement destinées pour renforcer les matériaux composites à faible chargement mécaniques. Depuis plusieurs années, cette industrie a élaboré des méthodes visant à séparer les fibres du reste de la plante.

Il existe trois principales techniques de l'extraction des fibres, telles que : la technique d'extraction mécanique, extraction chimique et extraction biologique

2.6.1. Extraction mécanique

Est la méthode la plus courante. Elle consiste à séparer les fibres des matières non cellulosiques, telles que la lignine et l'hémicellulose, par des procédés mécaniques tels que le battage, le broyage ou le défibrage.

2.6.2. Extraction chimique

Est une méthode plus coûteuse, mais elle permet d'obtenir des fibres de meilleure qualité. Elle consiste à dissoudre la lignine et l'hémicellulose dans un solvant chimique, laissant les fibres de cellulose intactes.

2.6.3. Extraction biologique

L'extraction biologique est une méthode émergente qui utilise des enzymes pour décomposer la lignine et l'hémicellulose. Elle est plus respectueuse de l'environnement que les méthodes mécaniques ou chimiques [64].

2.7. Traitement chimique des fibres végétales

Les performances physiques et mécaniques des matériaux composites dépendent essentiellement de liaison entre les fibres et la matrice. Cependant, les matériaux composites renforcés par fibre synthétique, tels que les fibres de carbone et les fibres de verre présentent une liaison plus importante par rapport aux matériaux renforcés par fibres d'origine végétales, tels que les fibres de palmier et les fibres de jute. Cette différence est expliquée par la présence de cellulose, de l'hémicellulose ainsi que de lignine dans composition chimique des composites à base de fibres végétales. Ces composants présentent un caractère hydrophile qui augmente le pourcentage d'absorption d'humidité et de l'eau. La présence de l'humidité au sein du composite pénètre certainement l'interface entre les fibres et la matrice qui entraîne par la suite une réduction de la performance et de la durabilité de matériau composite.

Pour améliorer la liaison fibre/matrice, un traitement de surface des fibres est souvent nécessaire. Ce traitement consiste à modifier la surface des fibres de manière à ce qu'elles soient plus hydrophobes et qu'elles adhèrent mieux à la matrice [65].

2.7.1. Traitement alcalin

En générale, l'élaboration des matériaux composites à base des résines thermoplastiques et thermodurcissable et les fibres naturelles nécessitent un traitement alcalin des fibres. Ce traitement chimique consiste à immerger les fibres dans une solution de NaOH pendant une durée déterminée.

Le traitement alcalin a plusieurs effets sur les fibres. Tout d'abord, il provoque la rupture des liaisons hydrogène présentes dans la structure du réseau des fibres. Cela entraîne une augmentation de la rugosité de la surface des fibres. De plus, ce traitement permet d'éliminer une certaine quantité de lignine, de cire et d'huiles qui recouvrent la surface externe de la paroi cellulaire des fibres.

Les effets du traitement alcalin sur les fibres sont multiples, tels que [65-66]:

- Modification de la structure des fibres, particulièrement les fibres végétales.
- Augmentation de la liaison entre les fibres et la matrice polymère qui entraîne une amélioration des performances mécaniques du composite.
- Augmentation de la rugosité des fibres
- Réduction de la liaison hydrogène dans le réseau des fibres naturelles.
- Elimination de la lignine, et de la cire ainsi que les huiles.
- Changement de degré de polymérisation de cellulose.

2.7.2. Le silane

L'agent de couplage est utilisé pour augmenter l'adhérence entre les fibres et la matrice thermoplastiques ou thermodurcissables. Selon les travaux réalisés par John et Anandjiwala [67] et Bump [68], les agents de couplage silane sont spécialement développés pour diminuer le nombre de groupes hydroxyle présents à l'interface entre la fibre et la matrice.

2.7.3 Benzoylation

La benzoylation représente une étape cruciale dans la synthèse organique. Le traitement de la surface des fibres se fait généralement à l'aide du chlorure de benzoyle [69].

Chapitre 3: Matériaux et techniques expérimentales

Ce chapitre vise à présenter les matériaux composites à base des fibres de lif de palmier dattier et de la résine thermodurcissable (époxy) utilisée dans ce travail, les méthodes expérimentales employées pour caractériser en statique et en choc de ces matériaux, ainsi que les processus d'immersion dans l'eau douce et dans l'eau de mer.

3.1. Présentation des matériaux de l'étude

Afin de simplifier la présentation, les symboles suivants seront utilisés pour les composites étudiés:

- Matériau non renforcé en résine époxy : RE.
- Matériau composite en fibre de lif de palmier/époxy avec un pourcentage en fibres 10% : PDFE10.
- Matériau composite en fibre de lif de palmier /époxy avec un pourcentage en fibres 18% : PDFE18.

3.1.1. Renfort en fibre de lif de palmier

Dans cette étude, nous avons opté pour un renfort végétal provenant de la fibre de lif de palmier dattier **Déglet Nour**, qui est répandu dans notre Sahara (Wilaya d'Eloued) (Figure 3.1). On les utilise sous forme de fibres courtes de longueur entre 2 et 3 cm et un diamètre de 600 μm . les fibres sont imprégnées avec la résine époxy après avoir été lavées et séchées. On a procédé au nettoyage et au lavage des fibres de Lif avec de l'eau distillée, puis à leur séchage à température ambiante. La résistance à la traction des fibres est d'environ 30 MPa, le module d'élasticité longitudinale égale à 5,1 GPa, la déformation à la rupture est de 21,4 %, ainsi que la densité absolue moyenne d'environ 1,05g/cm³.



Figure 3.1 : Fibres de lif de palmier

3.1.2. Résine

La matrice d'imprégnation utilisée dans ce travail est une résine époxy thermodurcissable, liquide de type medapoxy STR, constitué de deux composants (Figure 3.2). Cette résine se réticule à température ambiante en ajoutant un durcisseur, passant ainsi d'un état liquide visqueux initial à un état de gel, puis à un état solide non fusible. Elle présente une densité d'environ 1,1 et une viscosité de 11000 MPa.S à une température de 25°C.



Figure 3. 2 : Résine époxy (EA) et Durcisseur (EB)

3.2. Mise en œuvre

La méthode du moulage au contact a été utilisée pour fabriquer des plaques rectangulaires en composites de lif de Palmier Dattier et de résine Epoxy de 0%,10%,18%. L'ensemble de ces matériaux ont été élaborés au Laboratoire des matériaux de l'Université Badji Mokhtar Annaba. Cette méthode consiste à déposer sur une plaque moulée une succession de fibres

multidirectionnelles (dispersés aléatoirement) de palmier dattier imprégnées de résine époxy, jusqu'à ce que le pourcentage de fibres atteigne le poids voulu (Figure.3.3). Pour assurer une répartition homogène des fibres dans la résine époxy, un pinceau et un rouleau doux ont été utilisés. Il est également fortement recommandé d'utiliser un pistolet à air pour éliminer les bulles d'air à l'intérieur du matériau composite.

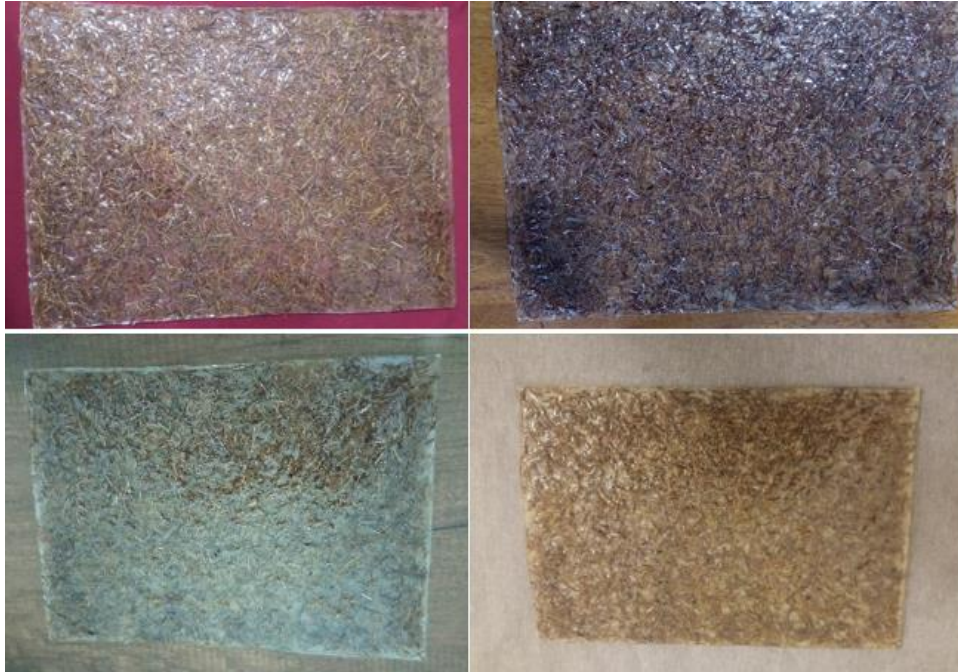


Figure 3.3 : Plaques en composites PDFE

3.3. Protocole expérimental

3.3.1. Essais statiques

On détermine les propriétés mécaniques des matériaux composites par l'utilisation des essais de caractérisation courants tels que l'essai de flexion 3 points et de traction directe. La machine de flexion universelle de type Zwick/Rowel Z020 est utilisée pour élaborer des essais expérimentaux. La figure 3.4 présente cette machine qui dispose d'un système d'essai connecté à un ordinateur qui permet l'affichage numérique de haute précision et en temps réel les valeurs de charge appliquées et les déformations qui correspondent.



Figure 3.4 : Machine de flexion 3 points (Zwick Z020).

• **Essai de traction :**

L'essai de traction est réalisé par l'utilisation de la même machine de flexion (figure 3.4) avec la mise en place des dispositifs et des équipements nécessaires de l'essai de traction (Figure. 3.5). La vitesse de sollicitation est fixée à 2 mm/min et la charge maximale à 20 KN. Les échantillons utilisés pour l'essai sont des plaquettes de lif de palmier dattier/époxy (0%,10%,18%) découpées en forme rectangulaire (Figure. 3.6), conformément aux recommandations des normes ASTM D5083 [70-71-72].

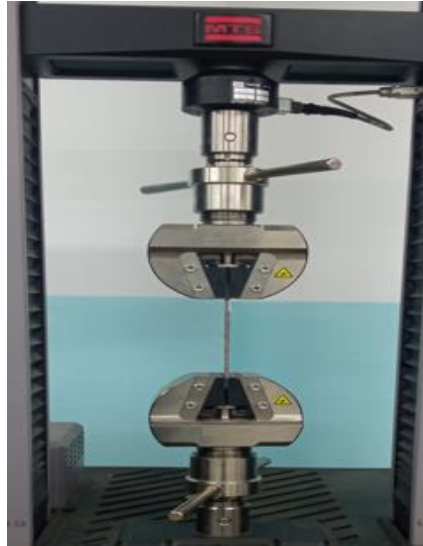


Figure 3.5 : Dispositif d'essai de traction directe.



Figure 3.6 : Éprouvettes normalisées pour l'essai de traction.

L'essai de traction vise à évaluer la relation contrainte-déformation dans une direction spécifique.

La contrainte de traction directe est donnée par l'équation suivante :

$$\sigma_r = \frac{P}{S} \quad (\text{Eq.3.1})$$

où le terme P présente la force de traction qui est exprimée par Newton, S est la section de l'échantillon testé (mm²).

Le module d'élasticité longitudinale qui présente la relation linéaire entre la contrainte et les déformations élastiques de traction est donné par la formule suivante :

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (\text{Eq.3.2})$$

Où σ présente contrainte maximale de traction (avec un comportement élastique du matériau), ε est déformation maximale enregistrée qui donnée par l'équation 3.3 :

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (\text{Eq.3.3})$$

ou ΔL présente la différence entre la longueur finale tendue (L) et la longueur initiale (L_0) de l'éprouvette ($\Delta L = L - L_0$)

• **Essai de flexion :**

La machine de flexion universelle Zwick Z020 (voire Figure 3.4) est utilisée pour réaliser l'essai de flexion trois-points, par la mise en place des équipements nécessaires de l'essai de flexion (Figure 3.7). Les éprouvettes utilisées avaient une forme rectangulaire de dimensions 80x15x4 mm (Figure 3.8), avec une distance entre les appuis L de 64 mm, conformément aux recommandations des normes ASTM D790 [73-74].



Figure 3.7 : Equipement de l'essai de flexion trois-points.

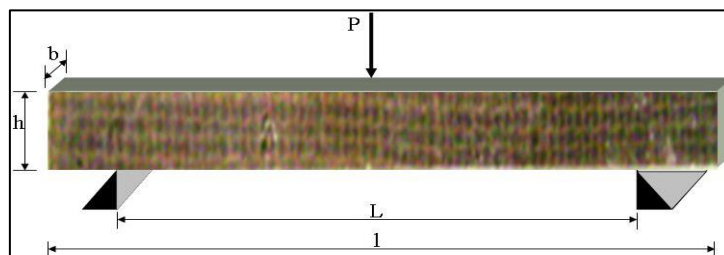


Figure 3.8 : Éprouvettes normalisées pour l'essai de flexion trois-points.

La contrainte de flexion 3 points est donnée par l'équation suivante :

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (\text{Eq.3.4})$$

où σ_f présente la contrainte normale de flexion, P est la force de flexion appliquée au milieu de l'éprouvette, les dimensions b, h et L présentent la largeur, hauteur et distance entre appuis de l'éprouvette, respectivement.

Le module de flexion de l'essai de flexion 3 points est donné par la formule suivante :

$$E_f = \frac{PL^3}{4Wh^3} \quad (\text{Eq.3.5})$$

où E_f est le module de flexion, W présente la flèche maximale de l'éprouvette sous chargement de flexion.

La déformation flexionnelle peut être obtenue par l'équation suivante :

$$\varepsilon = \frac{6Wh}{L^2} \quad (\text{Eq.3.6})$$

3.3.2. Essai de Choc Charpy

L'essai de choc Charpy est utilisé pour calculer l'énergie de choc conformément à la norme ISO 179 [75]. Les éprouvettes présentent une forme rectangulaire contiennent une entaille au milieu (Figure 3.9). La profondeur normalisée d'entaille respecte la condition suivante :

$$0.2 < a/D < 0.6 \quad (\text{Eq.3.7})$$

Où a présenté la longueur d'entaille et D présente la largeur de l'éprouvette

Le tableau 3.1 rassemble les dimensions des échantillons de matériau composite en lif de palmier dattier et en résine époxy.

Tableau 3.1: Dimensions des éprouvettes utilisées dans l'essai de choc.

Longueur l (mm)	Largeur D (mm)	Epaisseur B (mm)	Distance entre appuis L (mm)
80	15	4	64



Figure 3.9 : Éprouvettes utilisées aux essais de choc Charpy. a) RE, b) LPE.

La réalisation des essais de choc Charpy par l'utilisation d'une machine de choc Charpy zwick/Roell 5113 permet de calculer la résilience mécanique toute en respectant les normes en vigueur [76 – 77-78-79]. L'avantage de cette machine est sa taille compacte et son poids léger, ce qui permet d'installer même dans un bureau.

En fonction de la matière à tester et de ses dimensions, la machine offre différentes pendules d'énergie : 7,5 J, 15 J, 25 J et 50 J (Figure 2.10), avec un angle de déclenchement de 160°. La longueur d'un pendule est de 390 mm.

La machine dispose plusieurs pendules d'énergie de choc: 7,5 Joules, 15 Joules, 25 Joule et 50 Joules, avec une longueur de 39 cm (Figure 3.10), un angle de déclenchement de 160°, et une vitesse d'impact de 3.85 m/s.



Figure 3.10 : Les pendules utilisés pour l'essai de choc

La machine est équipée de jeux d'appuis et de portes-éprouvettes. Le pendule de 7.5 Joule est utilisé pour mesurer l'énergie de choc de notre matériau composite en fibre de palmier dattier et en résine époxy. Les résultats des essais sont affichés sur un afficheur direct numérique, et l'appareil peut être connecté à un ordinateur via une interface sectorielle. Le traitement des

résultats est effectué par un logiciel interactif Test EXPERT, avec une gestion distincte des valeurs mesurées provenant de différents appareils connectés.

La figure 3.11 illustre l'appareil de test de choc Charpy Zwick/Roell 5113



Figure 3.11 : Machine d'essai Charpy avec affichage numérique.

3. 4. Processus d'immersion

Les échantillons de matériaux composites étudiés (à base de lif de palmier dattier et d'époxy), ont été placés dans des récipients contenant de l'eau douce et de l'eau de mer naturelle (comme illustré sur la figure 3.12) à température ambiante, pour des durées de 30, 90, 180 et 365 jours.



Figure 3.12 : Eprouvette immergée dans l'eau

Afin d'éviter toute contamination par les substances de dégradation des échantillons, il est nécessaire de renouveler régulièrement l'eau dans les bacs. On évalue expérimentalement la

cinétique d'absorption d'eau des divers matériaux en mesurant le pourcentage du gain du poids de l'échantillon en fonction du temps d'exposition à l'humidité.

On effectue les pesées par l'utilisation d'une balance KERN ALS 120-4N avec une précision de 0,1 mg et une étendue de mesure maximale de 120 g (voir figure 3.13). Avant de procéder à la mesure, les échantillons sont retirés des bacs et essuyés avec du papier absorbant afin de les sécher en surface.



Figure 3.13 : Éprouvettes pesées par une balance KERN ALS 120-4N

Chapitre 4 : Caractérisation des matériaux

Ce chapitre a pour but de présenter les résultats de caractérisation des matériaux composites utilisés dans ce travail. Les éprouvettes normalisées en composites renforcés par des fibres de lif de palmier dattier et de résine époxy (DPFE10 et DPFE18) seront soumises au chargement de traction directe, flexion trois points et l'essai de choc Charpy. Les données expérimentales de l'essai de choc Charpy seront utilisées pour calculer la résilience et la ténacité dynamique par l'utilisation de la théorie de Williams qui est basée sur la mécanique linéaire élastique de rupture.

4.1. Essai de caractérisation statique

4.1.1. Essai de traction

Les performances optimales sont toujours liées aux caractéristiques mécaniques des matériaux en question, telles que le module d'élasticité longitudinal, la limite élastique et la déformation à la rupture. Ces caractéristiques sont importantes pour déterminer la capacité des matériaux, en particulier dans des conditions extrêmes et critiques, directement liées aux performances techniques. En réalisant un essai de traction sur les matériaux préalablement préfabriqués. Les dimensions des éprouvettes et la vitesse d'essais ont été présentées dans le chapitre 3. L'essai de traction directe permet de calculer la contrainte à la rupture, l'allongement maximum et le module d'élasticité longitudinal. Le tableau 4.1 expose les caractéristiques mécaniques des composites testés. Les résultats mentionnés représentent la moyenne de 5 échantillons testés.

Tableau 4.1 : Propriétés mécaniques des matériaux en traction

Type de composites	RE	DPFE10	DPFE18
σ_r (MPa)	8.84±2.1	13.15±4.4	15.43±4.2
Allongement (mm)	1.25±0.5	2.24±1.1	1.67±1.0
E_f (MPa)	1206.47±108.3	1200.31±135.6	1327.22±199.2

Les figures 4.1, 4.2 et 4.3 illustrent la courbe Force-déplacement obtenu en traction pour les matériaux composites RE, DPFE10 et DPFE18, respectivement. La linéarité de ces courbes jusqu'à la rupture reflète la fragilité et l'élasticité des matériaux testés. Cependant, le module d'élasticité du composite DPFE18 présente une valeur plus importante par rapport aux autres matériaux. En plus, il est important de signaler que l'augmentation du taux des fibres palmier dattier provoque une augmentation remarquable de la contrainte de rupture et la déformation élastique sous chargement de traction. Ces deux paramètres permettant d'améliorer significativement les performances mécaniques de matériau composite étudié dans ce travail. En effet, la contrainte de rupture de matériau composite renforcé par 10% des fibres de palmier dattier (DPFE10) a subi un changement avec un taux d'augmentation de l'environ de 32.77% par rapport au matériau non renforcé (RE). Ainsi que ce taux de changement augmente d'une manière significative avec l'augmentation de pourcentage des fibres au sein du composite (le composite renforcé par 18% de fibres de palmier présent un taux d'augmentation de l'environ de 42.71% par rapport au composite non renforcé). Cela explique certainement que la majorité des charges appliquées sur le composite sont prises par les fibres de palmier dattier, ainsi que les fibres sont davantage exposées à la contrainte de traction directe. Par ailleurs, il est nécessaire également de noter que les anomalies et les défauts de fabrication lors de la production de tous les matériaux composites renforcés par les fibres de lif de palmier dattier ont un impact significatif sur les caractéristiques physiques et mécaniques des composites.

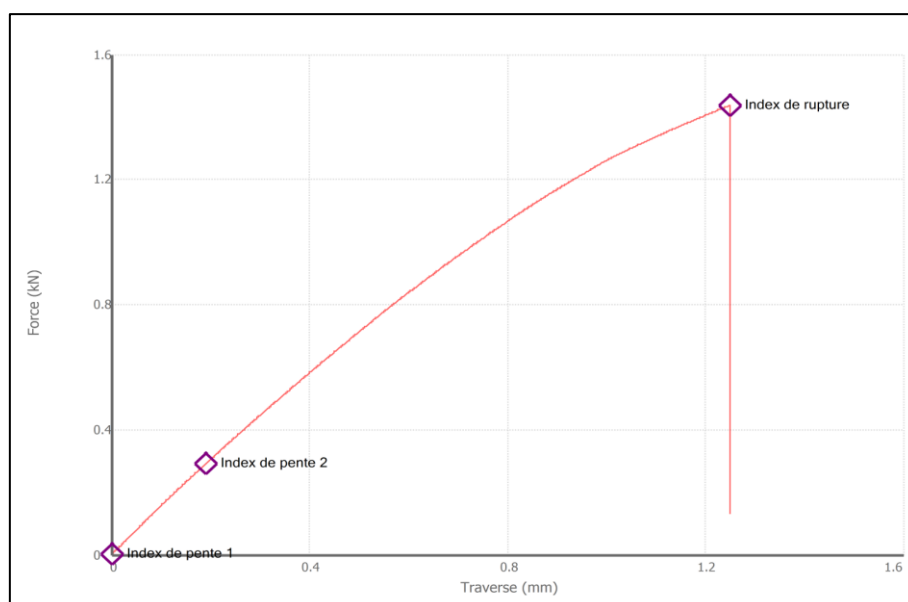


Figure 4.1 : Courbe Force-déplacement du matériau RE

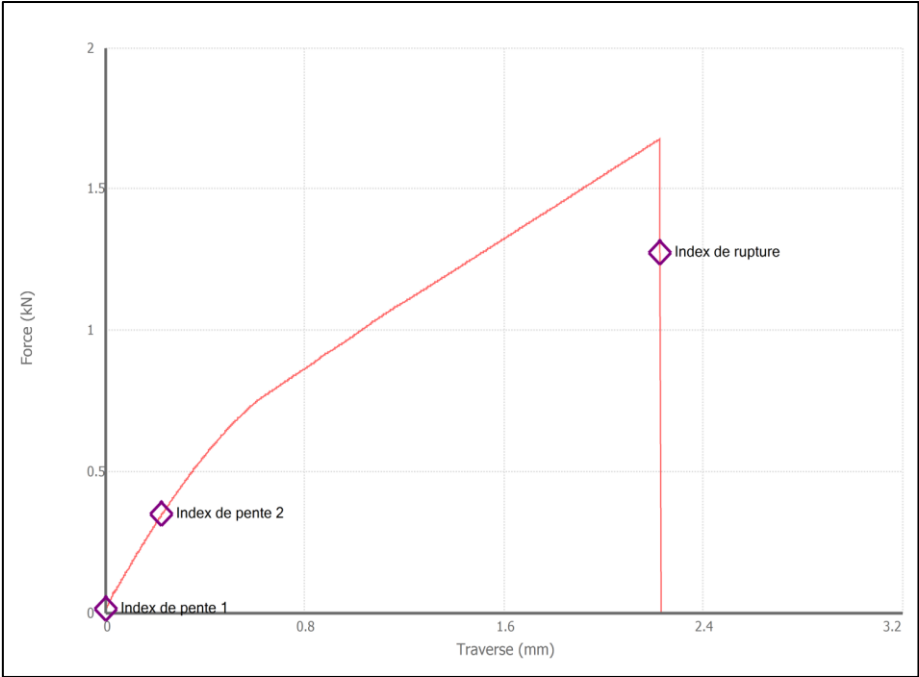


Figure 4.2 : Courbe de traction du composite DPFE10.

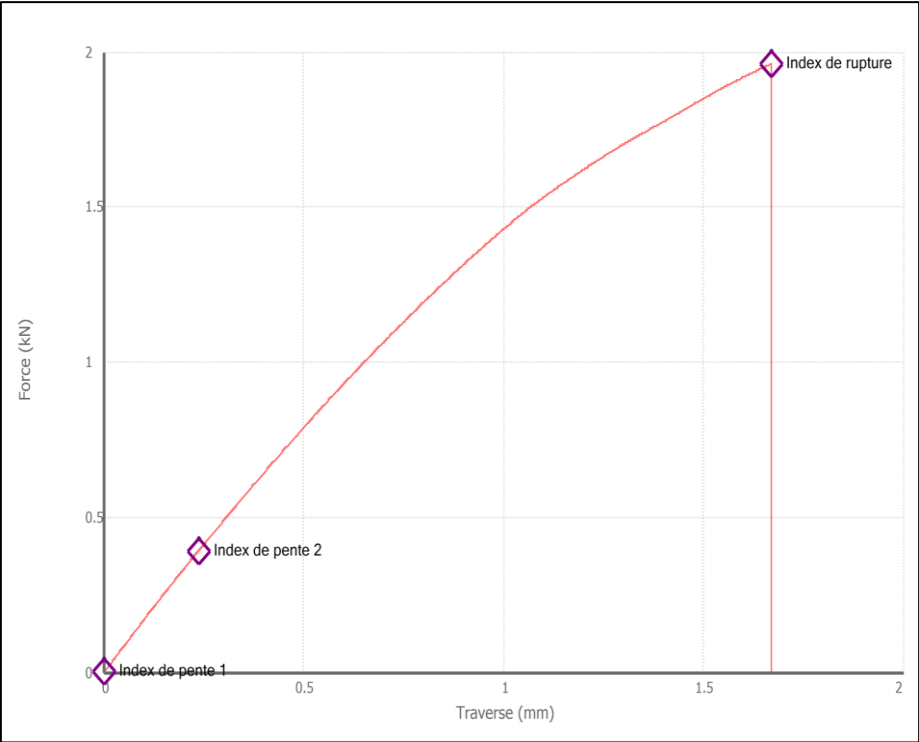


Figure 4.3 : Courbe de traction de composite DPFE18

4.1.2. Essai de flexion

Le module de flexion et la contrainte élastique décrivent la capacité des matériaux composites étudiés à résister à une charge de flexion et à une déformation avant d'atteindre leur point de rupture.

Comme il est montré sur les figures 4.4, 4.4 et 4.5 ainsi que le tableau 4.2, une performance de flexion plus élevée a été enregistrée pour le composite renforcé par 18% des fibres de palmier dattier, par rapport aux matériaux testés, avec une contrainte de flexion plus élevée avant d'atteindre leur point de rupture. Cette différence est due essentiellement à l'ajout d'un pourcentage important des fibres de palmier dattier au sein du matériau. Lorsque la force est appliquée au milieu de la portée de l'éprouvette en composite (DPE10et DPE18), les fibres de palmier dattier agies comme supports de charge, et la contrainte a été transférée efficacement au sein du composite, ce qui entraîne une augmentation de la déformation à la rupture et la contrainte élastique.

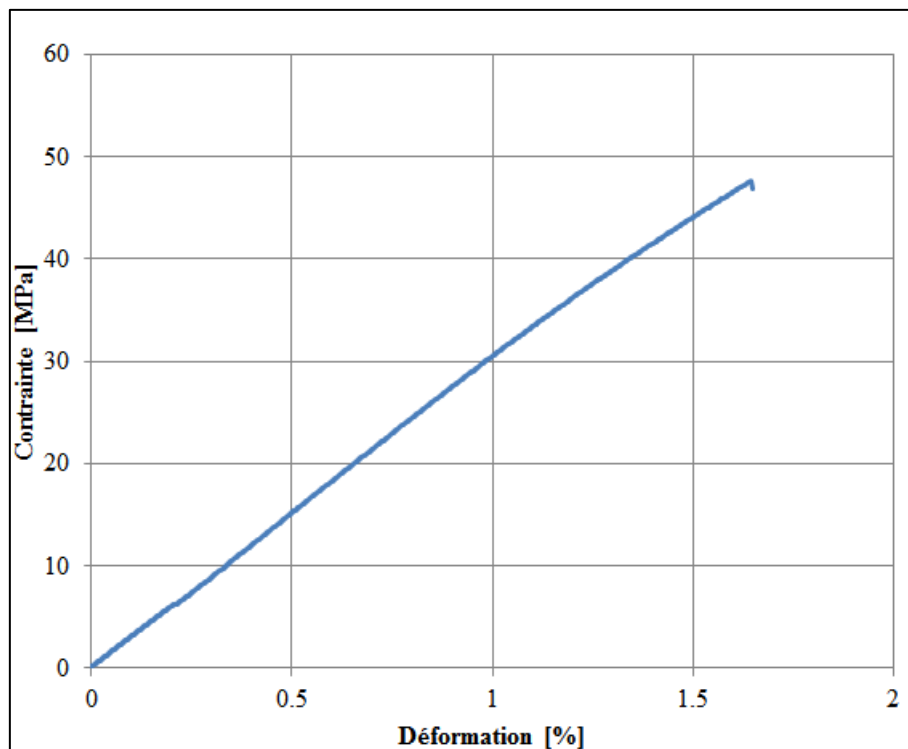


Figure 4.4 : Courbe contrainte – déformation en flexion 3 points du matériau RE

La courbe contrainte – déformation du matériau RE sur la figure 4.4 se caractérise par une forme linéaire avec une relation proportionnelle des déformations flexionnelles avec la contrainte appliquée. Sa forme de la courbe traduisant le comportement purement élastique du

matériau testé (RE). Contrairement aux composites DPE10 et DPE18, la forme de la courbe de contrainte-déformation de ces matériaux qui présente également une forme linéaire, mais à un certain chargement, la pente de la courbe à subir une diminution remarquable due essentiellement à l'endommagement non catastrophique qui se produit au sein du matériau (matrice ou renfort), et implique que les fibres de liège de palmier dattier sont plus flexibles que l'époxy. Ces dommages augmentent progressivement avec l'augmentation de la charge jusqu'à la rupture. Il est indéniable que cela est causé principalement par la multiplicité des composants qui provoquent l'endommagement et la rupture de composite au moment de chargement, tels que, le délaminage, l'endommagement de l'interface fibre/matrice, rupture des fibres de palmier et rupture de la matrice époxy. Tous ces événements peuvent avoir lieu simultanément. Par ailleurs, les résultats obtenus des caractéristiques mécaniques des matériaux testés présentent une dispersion remarquable qui est due principalement aux défauts de fabrication qui provoquent certainement une hétérogénéité locale au sein du composite, tels que, la distribution non uniforme des fibres sur toute la surface de la plaque et d'une éprouvette à l'autre, l'orientation des fibres et les dimensions des échantillons élaborées pour ce teste.

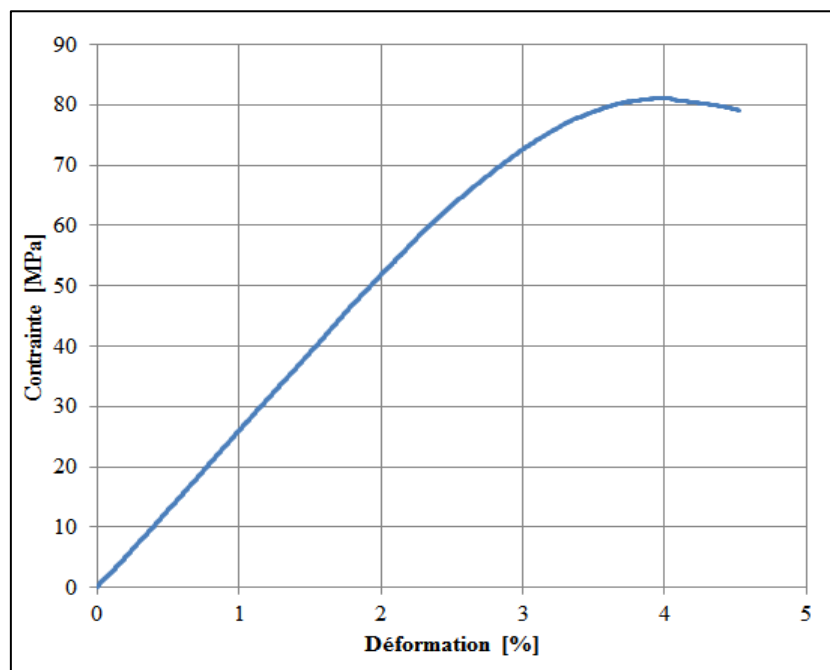


Figure 4.5 : Courbe contrainte – déformation en flexion 3 points du composite DPFE10.

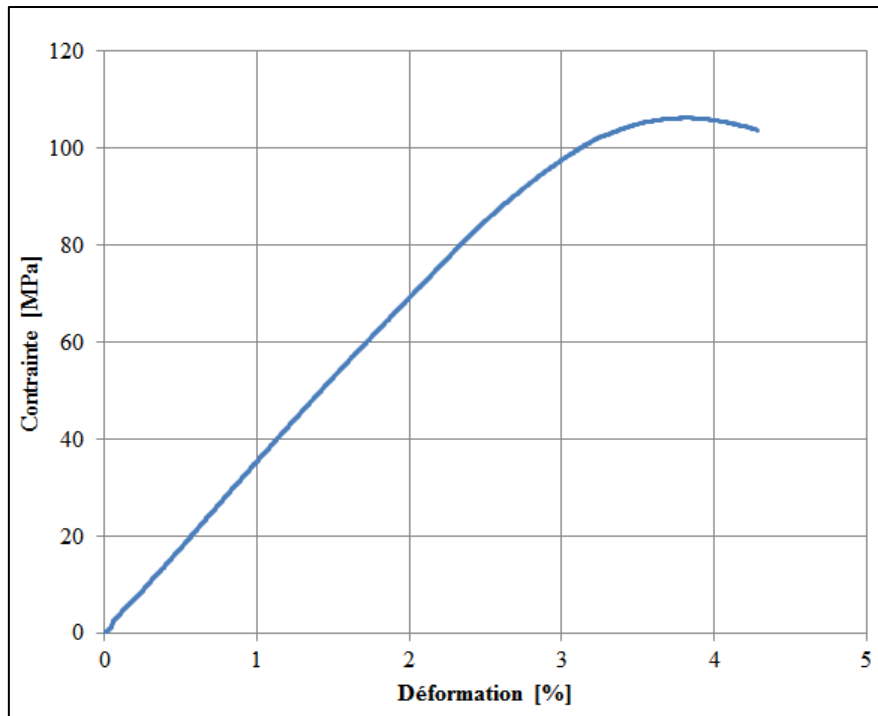


Figure 4.6 : Courbe contrainte – déformation en flexion 3 points du composite DPFE18.

Le tableau 4.2 résume les résultats obtenus à partir de l'essai de flexion sur le matériau RE, composite DPFE10 et DPFE18. La moyenne de 5 échantillons a été enregistrée pour chaque matériau étudié.

Tableau 4.2 : Caractéristiques mécaniques en flexion 3 points

Type de composites	RE	DPFE10	DPFE18
σ_r (MPa)	47.63±2.6	81.11±8.1	106.25±10.5
Déformation (%)	1.65±0.2	3.81±1.2	3.92±1.3
E_f (MPa)	2851.15±154.3	2467.22±191.2	3305.52±202.5

4.2.1. Caractérisation au choc

Cette étude vise à comprendre la réponse des éléments en composite DPFE10%, DPFE18% et RE. Cependant, la forme et la géométrie des éprouvettes entaillées, ainsi que la vitesse plus élevée de l'essai de choc Charpy, rendent l'expérimentation et le rassemblement des résultats plus complexe. De nombreuses éprouvettes ont été testées en choc Charpy avec différentes entailles pour déterminer la ténacité en choc dynamique des différents composites (RE, DPFE10 et DPFE18).

La résilience expérimentale R des éprouvettes entaillées est calculée conformément à la norme EN-ISO-179-1 [79] par l'utilisation de l'équation suivante (1) :

$$R = \frac{U}{B.(D-a)} \quad (\text{Eq 4.1})$$

La mise en place de l'essai d'impact sur le matériau composite à base des fibres de lif de palmier dattier/époxy permet de calculer la ténacité dynamique en choc G_{IC} qui indique la capacité des matériaux composites testés à résister à la propagation des fissures lors du chargement, par l'utilisation de la théorie de Williams [14] selon l'équation suivante (Equation 4.2):

$$U = [G_{IC}BD\phi] + U_C \quad (\text{Eq. 4.2})$$

Où B présente l'épaisseur de l'échantillon, D est la largeur, et ϕ représente le facteur de calibration qui est calculé par l'équation (Eq 4.3), il est en fonction des dimensions des éprouvettes et de la longueur d'entaille, U_C est l'énergie cinétique [80].

$$\phi = \frac{1}{2} \left(\frac{a}{D} \right) + \frac{1}{36\pi} \left(\frac{L}{D} \right) \frac{1}{\left(\frac{a}{D} \right)} \quad (\text{Eq 4.3})$$

Où a et L représente la longueur d'entaille et la distance entre appuis, respectivement.

La méthode de complaisance établie par théorie de Williams repose sur les principes de la mécanique linéaire élastique de la rupture permet d'établir la courbe de l'énergie absorbée en choc (énergie de rupture) U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$. L'établissement de cette courbe permet de tracer la droite de la régression linéaire qui présente la ténacité dynamique G_{IC} (Figure 4.7, Figure 4.8 et Figure 4.9).

Le tableau 4.3 présente les valeurs moyennes et l'écart type des différents matériaux testés (RE, DPFE10 et, DPFE18).

Tableau 4.3 : Énergie totale de rupture et surfaces rompues des composites RE, DPFE10 et DPFE18.

Matériaux	Nb Epr	a (mm)	B (mm)	D (mm)	R (KJ/m ²)	Uc (j)	Φ	BDΦ
RE	54	2 -7	4.00 (0.22)	15	5,8 (0.69)	0.045	0,35 (0,04)	23,34 (3,52)
DPFE (10%)	64	2 -7	4.00 (0.22)	15	8,81 (1,27)	0.055	0,33 (0,034)	23,35 (3,99)
DPFE (18%)	39	2 -7	4.00 (0.22)	15	15.35 (1.81)	-0.007	0.34 (0.034)	21.34 (2.30)

Les résultats de l'énergie de choc Charpy des matériaux testés présentent une variation significative qui est en fonction de la nature du renfort ainsi que le pourcentage des fibres dans le matériau.

La présentation graphique des résultats de l'énergie de choc en fonction des surfaces rompues (Figures 4.7, Figure 4.8, et figure 4.9) montre qu'il existe une relation proportionnelle de l'énergie totale de rupture avec les surfaces rompues. Effectivement, les échantillons entaillés qui présentent une énergie de rupture significative sont associés à des valeurs de surfaces rompues importantes. Il est bien confirmé par cette relation que les éprouvettes testées peuvent absorber l'énergie de choc appliquée avant la rupture totale, même si la vitesse de chargement est élevée. Par ailleurs, les valeurs de la résilience en choc Charpy ($R = 8,81 \text{ KJ/m}^2$, Tableau 4.3) et de la ténacité dynamique ($G_{IC} = 14.60 \text{ KJ/m}^2$, Figure 3.8) de composite DPFE10 qui contient 10% des fibres sont plus importantes aux valeurs du matériau-résine époxy RE ($R = 5,8 \text{ KJ/m}^2$ Tableau 4.3), ($G_{IC} = 9.0 \text{ KJ/m}^2$ Figure 4.7), ainsi que et les valeurs du matériau DPFE18 qui contient 18% des fibres ($R = 15.35 \text{ KJ/m}^2$, Tableau 4.3), ($G_{IC} = 30.21 \text{ KJ/m}^2$ Figure 4.9) sont très important aux valeurs des deux matériaux (RE et DPFE10). Cette différence de résistance est due essentiellement à l'incorporation des fibres multidirectionnelles en lif de palmier dattier au sein la résine thermodurcissable époxy, ce qui permet de créer des barrières et des obstacles face aux fissures et de réduire au minimum la section endommagée. En outre, les contraintes

agissantes sur le composite sont transmises progressivement par la matrice époxy vers le renfort en fibres de palmier, ce qui accroît certainement la résistance au choc Charpy et la ténacité dynamique du matériau grâce à l'augmentation des sections renforcées en fibres. Alors, les fibres du palmier dattier interfèrent avec la force de choc appliquée sur une section pré fissurée par le processus d'épinglage des fissures [80]. Ainsi que, lors de la rupture dans le matériau renforcé DPFE, les fibres maîtrisent et dirigent la fissure vers une direction donnée, et réduire par la suite la propagation non orientée des fissures [81]. Contrairement au matériau non renforcé qui contient 0% des fibres, les fissures se propagent suivant une direction arbitraire. Cependant, toutes les éprouvettes testées en choc Charpy (matériau RE, composite DPFE10 et composite DPFE18) sont complètement rompues traduisant le caractère fragile de ces deux types des matériaux. Il est important de noter pour un matériau composite qui présente une résistance au choc élevée, entraîne certainement une haute ténacité dynamique (G_{IC}), et par conséquent, la propagation des fissures au sein du matériau endommagé devient plus faible par rapport au composite non renforcé (RE). Dans les figures 4.7, 4.8 et 4.9, on a observé une intersection positive entre la droite de régression linéaire des courbes et la ligne des ordonnées U, ce qui s'explique par les effets de l'énergie cinétique transmise aux éprouvettes lors de l'essai de choc. Pour le matériau-résine époxy RE présente une valeur de l'énergie cinétique de l'environ de 0.045 Joule qui est moins important que la valeur du matériau renforcé DPFE10 qui est de l'environ de 0.055 Joule, et moins important que la valeur du matériau DPFE18 qui est de 0.088 Joule. Il est fortement possible que cette augmentation de l'énergie cinétique pour les matériaux renforcés DPFE due principalement à la présence des fibres au sein du matériau qui entraîne une augmentation du poids des éprouvettes testées. Il est important de signaler que toute énergie cinétique transférée aux éprouvettes entre d'abord sous forme d'énergie de déformation, car la quantité de mouvement est transmise aux extrémités externes (appuis) par les ondes de cisaillement passant vers l'extérieur le long du faisceau [82].

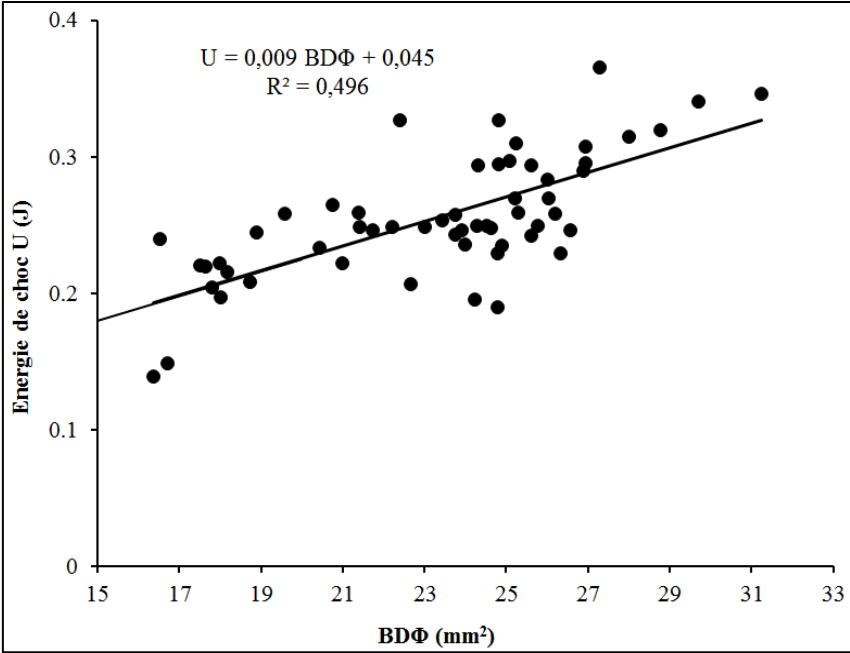


Figure 4.7 : Ténacité au choc Charpy de la RE

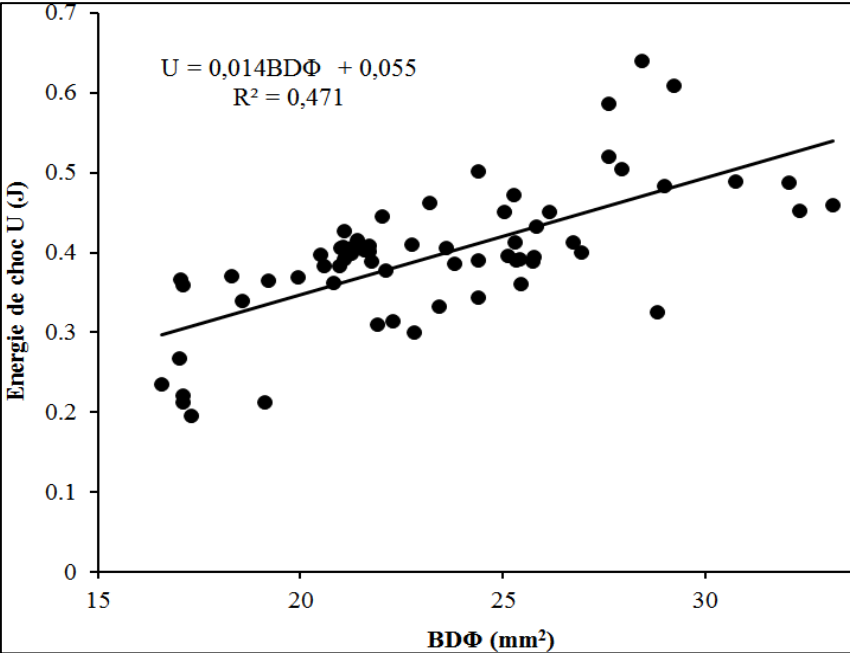


Figure 4.8 : Ténacité au choc Charpy de composite DPFE (10%)

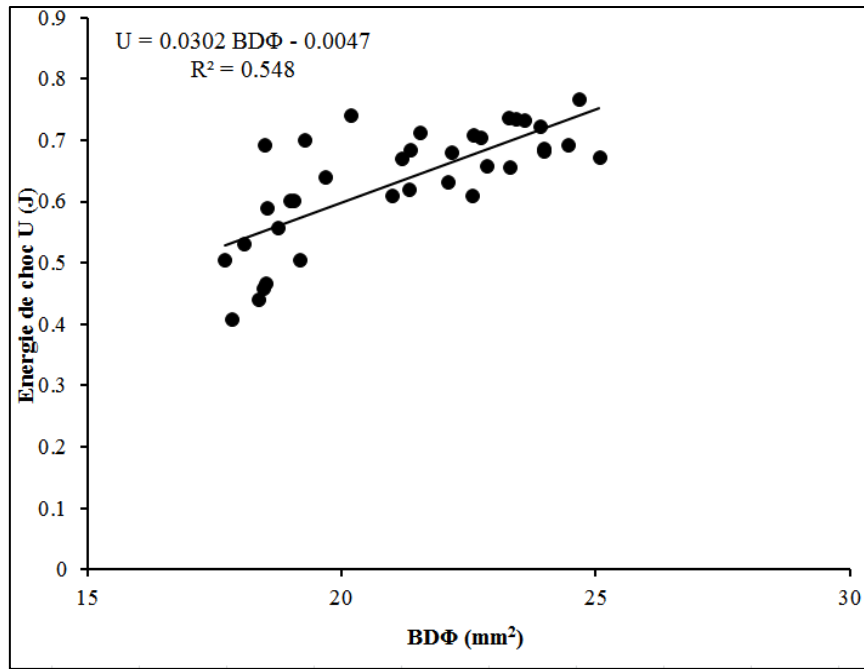


Figure 4.9 : Ténacité au choc Charpy de composite DPFE18.

Les données expérimentales de l'essai de choc Charpy montrent une corrélation modérée entre les valeurs théoriques et les résultats de calcul de la ténacité en choc pour toutes les éprouvettes testées du matériau RE, DPFE10 et DPFE18, avec des coefficients de corrélation de 0,70, 0,69 et 0,74, respectivement. La dispersion de ces résultats est principalement causée par des imperfections lors de la production des échantillons, en particulier pour les matériaux renforcés DPFE, où la répartition irrégulière du taux de fibre de palmier dattier dans la matrice époxy entraîne des chemins de rupture tortueux et variables.

Chapitre 5 : Cinétique d'absorption et de diffusion

Ce chapitre est consacré à l'étude et l'analyse de la cinétique d'absorption et de diffusion de l'eau dans les composites à base des fibres de palmier et de la résine époxy (DPFE10 et DPFE18). Tout d'abord, une description approfondie sur le mode d'absorption d'eau par les composites à renfort de fibres de palmier immergés dans l'eau douce et dans l'eau de mer. Par la suite, une analyse bien détaillée sera effectuée sur la cinétique de diffusion et de pénétration de l'humidité au sein des composites étudiés, on évalue le coefficient de diffusion des deux solutions environnementales proposées dans ce travail. En fin, une comparaison approfondie sera effectuée de l'effet de pourcentage des fibres de palmier dattier sur la cinétique de diffusion et d'absorption de l'eau douce et de l'eau de mer.

5.1. Cinétique d'absorption

Les échantillons en composite DPFE10 et DPFE18 ont été submergés dans l'eau douce et dans l'eau de mer dans le but d'étudier le processus d'absorption d'eau et l'évolution de la prise en fonction du temps d'immersion. Alors, les échantillons submergés ont été pesés chaque 24 heures afin de tracer la courbe du gain du poids pour les deux solutions environnementales. Par ailleurs, il a été supposé que les échantillons atteignent un équilibre d'absorption d'humidité lorsque le gain de poids quotidien des échantillons était inférieur à 0,01 %.

5.1.1. Gain de poids

L'absorption d'eau entraîne un gain du poids qui varie en fonction du pourcentage des conditions environnementales, du pourcentage du renfort et de la durée d'exposition à l'humidité. En plus, la nature des composants de l'eau est un paramètre important qui affecte l'absorption et la diffusion des composites étudiés.

- **Composite DPFE10**

La variation du poids du composite DPFE10 immergé dans l'eau douce et dans l'eau de mer est illustrée sur la figure 5. 1. Les résultats montrent que l'absorption d'eau des composites augmente avec une augmentation du temps d'immersion dans le milieu humide. Après une

valeur spécifique d'absorption d'eau (eau douce et eau de mer), aucune absorption d'eau n'a lieu et un point de saturation est atteint.

La figure 5.1 révèle également que l'échantillon de composite DPFE10 immergé dans l'eau douce est saturé en 200 heures et absorbe environ 3.3 % d'eau. Par contre, la saturation du composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer nécessite d'atteindre 400 heures d'immersion avec un taux d'absorption d'eau est d'environ 2.4 %.

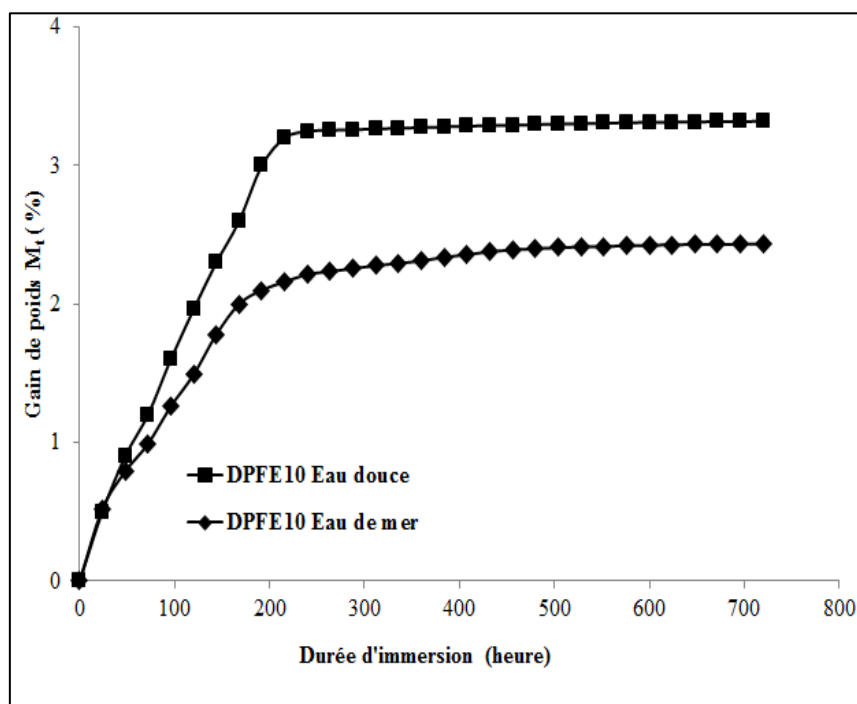


Figure 5.1 : Variation du poids du matériau composite DPFE10 immergé dans l'eau.

Il est important de signaler que le composite immergé dans les deux solutions chimiques absorbe l'eau très rapidement au stade initial et qu'un niveau de saturation est ensuite atteint sans augmentation supplémentaire de l'absorption d'eau. Cela est principalement attribuable à la présence d'un pourcentage important de cellulose (le principal constituant des fibres naturelles, en particulier les fibres de palmier dattier) qui contient des groupes polaires et hydroxyles, ainsi que la nature absorbante des fibres de palmier dattier. Par ailleurs, les deux autres constituants des fibres de palmier dattier qui sont la lignine et l'hémicellulose participent fortement au processus d'absorption, en particulier au stade initial. L'absorption d'eau est accompagnée par un gonflement des parois cellulaires des fibres de palmier jusqu'à sa saturation. Ensuite, elle occupe les espaces vides de la fibre et cette eau libre ne provoque pas de gonflement supplémentaire [84].

- **Composite DPFE18**

L'immersion hydrique et marine du matériau composite en résine époxy et en fibre de palmier dattier dans l'eau entraîne une augmentation progressive du gain du poids par rapport à la durée d'immersion dans les deux solutions (eau douce et l'eau de mer). La figure 5.2 illustre les courbes du gain du poids au cours d'immersion dans l'eau de mer et dans l'eau douce, chaque courbe représente une valeur moyenne de trois échantillons.

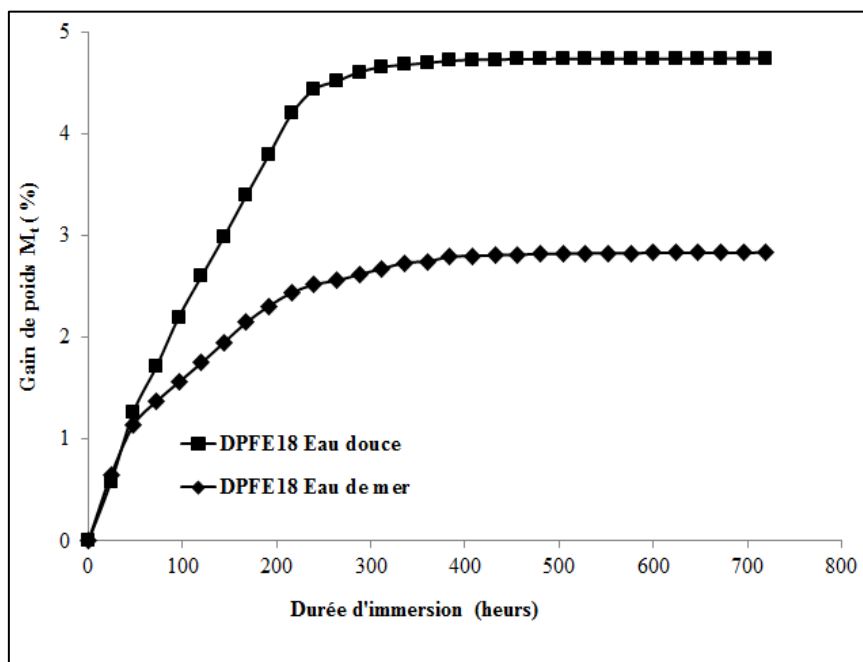


Figure 5. 2 : Variation du poids du matériau composite DPFE18 immergé dans l'eau

Il est bien remarqué sur ces courbes que le composite PDFE18 semble être saturé en eau et l'absorption se ralentir après un certain temps d'immersion dans l'eau douce et dans l'eau de mer. Cependant, les deux courbes d'absorption d'humidité peuvent être divisées en trois zones principales :

La première zone de 0 à 48h, se caractérise par une pente importante traduisant l'absorption significative de l'eau et la pénétration rapide de l'humidité et des molécules d'eau au sein des échantillons immergés. Le pourcentage du gain du poids dans cette zone correspond à 2.7×10^{-2} % par heure. Ce gain du poids important est dû principalement à la présence des vides et des micro-vides au sein de matériau composite qui facilite le déplacement des molécules d'eau. En plus, les défauts de cohésion au niveau des interfaces fibre-matrice et la porosité accélèrent le processus d'absorption d'eau. De plus, la fibre de palmier dattier présente une propriété

absorbante qui favorise l'absorption d'eau grâce aux groupes OH. L'eau a la capacité de pénétrer dans les vides et les micro-vides entre les fibrilles, et ainsi que le réseau cellulosique de la fibre. L'eau peut s'attacher par des liaisons chimiques aux groupes hydroxyles présents dans les molécules de cellulose [85].

La deuxième zone (48h-240h de composite DPFE10 immergé dans l'eau douce, 48h-216 heures de composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer) qui présente une pente d'absorption moins importante par rapport à la première zone traduisant la diminution du taux d'absorption d'eau avec la diminution de la teneur en micro-vides dans le composite. Le taux absorption et du gain de poids dans cette zone est de l'environ de $1.65 \times 10^{-2} \%$ par heure pour le composite immergé dans l'eau douce et $0.77 \times 10^{-2} \%$ par heure pour le composite immergé dans l'eau de mer.

La troisième zone semble clairement l'équilibre massique des échantillons immergés dans l'eau, traduisant la saturation de composite et les vides sont complètement remplis d'eau avec un pourcentage du gain du poids proche du zéro (il est de l'environ de $0.01 \times 10^{-2} \%$ par heure)

Il est fortement nécessaire de signaler que les échantillons immergés pour les deux solutions chimiques (eau douce et l'eau de mer) ont subi un gonflement remarquable avec une augmentation des dimensions et de volume. En plus, le composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer atteint la saturation avec un taux d'absorption de l'environ de 2.835%, contrairement au composite immergé dans l'eau douce qui atteint l'équilibre final et la saturation avec un taux d'absorption de l'environ 264h pour atteindre l'équilibre final et la saturation avec un taux d'absorption de 4.742%. Cette différence est due essentiellement à la présence de chlorure de sodium et les sels ioniques dans la composition chimique de l'eau de mer. Le contact direct du matériau composite avec ces constituants peut créer des réactions chimiques et des liaisons avec les groupes oxhydryles présents dans les molécules de fibres de palmier dattier. Ce phénomène entraîne un ralentissement de processus d'absorption et peut bloquer par la suite le chemin de diffusion [86].

Le tableau 5.1 présente la variation du poids M_t (%) de l'ensemble de l'éprouvette (DPFE10, DPFE18) immergée dans l'eau de mer et dans l'eau douce.

Tableau 5.1 : Variation du poids en fonction du temps d'immersion.

Durée d'immersion (heure)	Gain du poids M_t (%)			
	DPFE10		DPFE18	
	Eau douce	Eau de mer	Eau douce	Eau de mer
0	0	0	0	0
720	3.320	2.433	4.742	2.835

5.1.2. Diffusion d'eau

Les deux solutions environnementales (eau de mer et eau douce) ont été utilisées pour étudier les mécanismes de diffusion d'eau dans le matériau composite renforcé par fibre de lif de palmier. L'objectif était de déterminer les valeurs de n et K en ajustant les résultats expérimentaux de l'équation de diffusion (Eq.1.8) du chapitre 1.

Les études ont été portées sur l'analyse de processus de diffusion d'eau douce et de l'eau de mer dans le matériau composite renforcé par fibre de lif de palmier. L'ajustement des résultats expérimentaux de la variation de la variation de poids en fonction du temps d'immersion par l'utilisation de l'équation de diffusion (Eq. 1.8) du chapitre 1 permet déterminer les valeurs de n et K par l'établissement des courbes de diffusion pour les deux solutions environnementales des composites DPFE10 et DPFE18 qui sont illustrés sur les Figures 5.3 et 5.4. L'ajustement linéaire par le traçage des droites de régression permet de déduire les valeurs de n et k toute en respectant l'équation 5.1 proposée par Drużyńska et Czubenko [87].

$$\frac{M_t}{M_m} < 0.6 ; \log \frac{M_t}{M_m} < -0.22 \quad (\text{Eq.5.1})$$

Le tableau 5.2 rassemble les valeurs de n et K obtenues par l'ajustement linéaire des courbes de diffusion d'eau

Tableau 5.2 : Valeur de n et K pour les composites

Matériau	n	K	R²
DPFE10 eau douce	0,840	0.01	0,99
DPFE10 eau de mer	0,647	0.026	0,99
DPFE18 eau douce	0,925	0,007	0,99
DPFE18 eau de mer	0,605	0,035	0,98

- **Composite DPEF10**

La pénétration de l'humidité et des molécules d'eau dans les matériaux composites s'effectue par trois mécanismes différents [88]. En premier lieu, les particules d'eau se diffusent totalement dans les vides et les micro-vides entre les chaînes polymères. Dans le second mécanisme, le transport capillaire se produit dans les micro-vides au niveau de l'interface fibre/matrice en raison d'une mouillabilité et d'une imprégnation incomplète.

Le troisième mécanisme implique le transport de microfissures dans la matrice, formées soit lors du processus de mélange, soit dues au gonflement des fibres [86-89]. Les matrices therm durcissables telles que la résine époxy sont facilement hydrolysées par l'humidité, entraînant une réduction du poids moléculaire [90-91]. Les courbes de diffusion du matériau composite DPFE10 immergé dans l'eau douce et dans l'eau de mer présentées sur figure 5.3 ayant une valeur de n entre 0.5 et 1 (Tableau 5.2) traduisant la diffusion pseudo fickienne de l'eau au sein du composite, avec une augmentation constante de la masse sans atteindre la saturation.

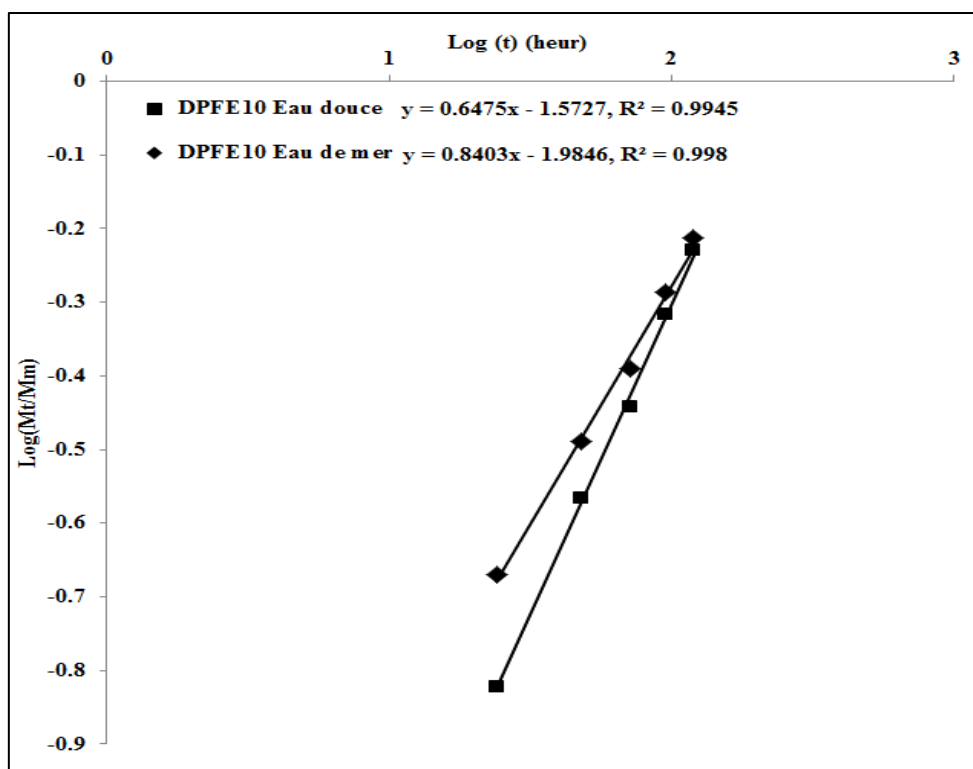


Figure 5.3 : Courbe de diffusion : $\text{Log}(M_t/M_m)$ en fonction de $\text{Log}(t)$ de composite DPFE10

• Composite DPEF18

Tout d'abord, il apparaît sur la figure 5.2 que toutes les courbes atteignent un seuil de saturation après un certain temps d'immersion dans les deux solutions chimiques. Cette forme des courbes indique que les matériaux composites DPEF18 immergés dans l'eau douce et dans l'eau de mer ne subit aucune dégradation irréversible, et la pénétration de l'eau au sein du matériau composite suite une diffusion fickienne. Cependant, les valeurs de n (calculées par l'équation 1.8) situées entre 0.5 et 1 ($0.5 < n < 1$, voir le tableau 5.2 et figure 5.4) traduisant que ce matériau composite présente une diffusion pseudo-fickienne. Ce mode de diffusion se caractérise par une augmentation continue de la prise de poids avec un pourcentage très faible. Cette constatation a également été faite par plusieurs recherches pour un composite à base de fibres naturelles [92-93]. Dans la chaîne époxy, les molécules d'eau se dispersent dans les petits interstices, elles s'écoulent à l'intérieur des fissures capillaires et attaquent continuellement l'interface. Ensuite, ces molécules d'eau peuvent provoquer une rupture partielle ou totale au niveau de l'interface fibre/matrice avec des dommages apparents. Par ailleurs, il est fortement possible que le taux d'absorption d'eau par les fibres de palmier dattier est plus important par rapport au taux d'absorption de la matrice époxy, car elles sont hydrophiles [94].

Il est important de signaler que la valeur de K de composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer est plus importante par rapport au composite immergé dans l'eau douce. Cette différence due essentiellement à la naissance d'une interaction significative des molécules d'eau douce avec les composants fibreux qui entraîne une augmentation de la mobilité des segments et crée un volume libre supplémentaire pour la pénétration de l'eau [95].

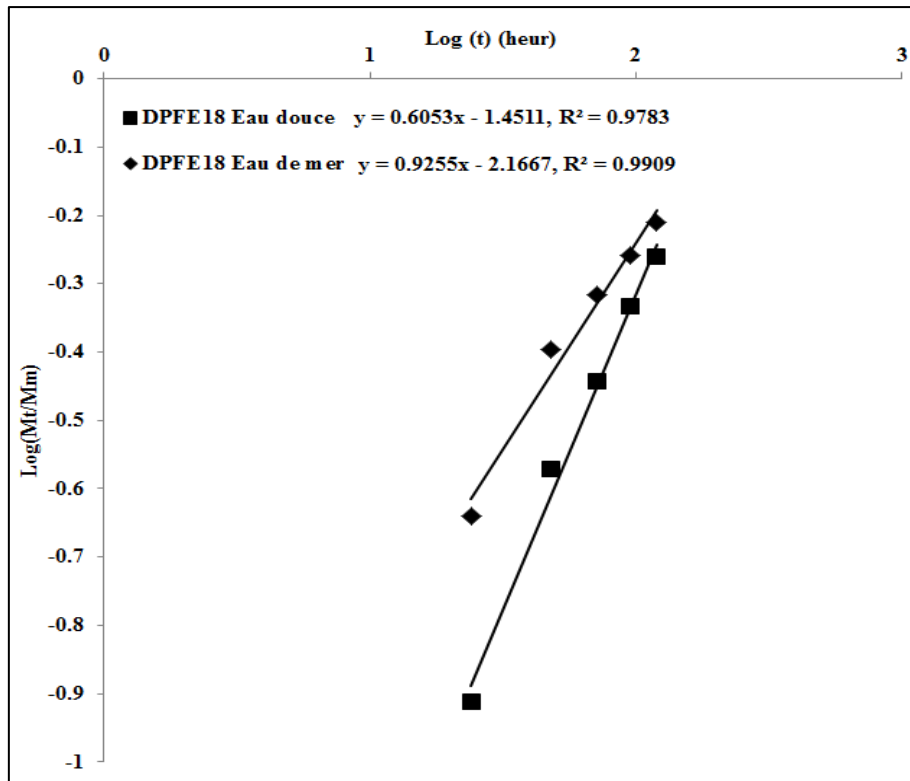


Figure 5.4 : Courbe de diffusion : Log (M_t/M_m) en fonction de Log(t) de composite DPFE18

5.2. Cinétique de diffusion

L'immersion des matériaux composites dans l'eau entraîne une pénétration progressive des molécules d'eau aux fibres de palmier dattier et à la résine époxy. Le calcul de coefficient de diffusion (D) par l'utilisation de l'équation 5.2 permet de mieux comprendre le processus d'absorption et le chemin de diffusion de l'eau au sein des composites étudiés.

$$D = \pi \left(\frac{kh}{4M_m} \right)^2 \quad (\text{Eq. 5.2})$$

Avec le paramètre k peut être déduit par l'utilisation de la courbe de $M(t)$ en fonction de $t^{1/2}$

Les courbes sur les figures 5.5 et 5.6 qui présentent la cinétique du gain de poids en fonction de la racine carrée du temps des matériaux composites avec 10% et 18% des fibres de palmier dattier, respectivement. L'ajustement des résultats expérimentaux par le traçage de la droite de régression des points qui présentent une certaine linéarité permet de déduire le paramètre k qui exprime la pente de cette droite. Le coefficient de diffusion (D) afficher sur le Tableau 5.3 dépend fortement de la pente des droites de régression linéaire obtenues dans les figures 5.5 et 5.6. Ces droites de régression linéaire présentent une très bonne corrélation (voir le Tableau 5.3) traduisant l'efficacité d'utilisation de cet ajustement dans le calcul de coefficient de diffusion des deux matériaux testés et les deux solutions d'immersions.

Tableau 5.3 : Coefficient de diffusion (D) pour les composites DPFE10 et DPFE18

Matériau	k	M_m (%)	h (mm)	D (mm ² /s)	R^2
DPFE10 eau douce	$1,64 \cdot 10^{-3}$	3,32	4,100	$8,87 \cdot 10^{-6}$	0,99
DPFE10 eau de mer	$1,55 \cdot 10^{-3}$	2,43	4,100	$7,92 \cdot 10^{-6}$	0,99
DPFE18 eau douce	$0,13 \cdot 10^{-2}$	4,74	4,100	$1,55 \cdot 10^{-9}$	0,99
DPFE18 eau de mer	$0,10 \cdot 10^{-2}$	2,83	4,100	$0,92 \cdot 10^{-9}$	0,99

- **Composite DPFE10**

La variation de la masse des composites immergés dans l'eau de mer et dans l'eau douce dépend fortement de la durée d'immersion. Le matériau composite de 10% des fibres de palmier (DPFE10) immergé dans l'eau douce présente un gain du poids plus important par rapport au composite immergé dans l'eau de mer. Ainsi que les coefficients de diffusion obtenus par l'établissement des courbes de la cinétique de la variation du poids en fonction du temps (Figure 5.5) présentent une variation apparente. En effet, le composite immergé dans l'eau de douce a un coefficient de diffusion (D) plus important par rapport au composite immergé dans l'eau de mer (Tableau 5.3).

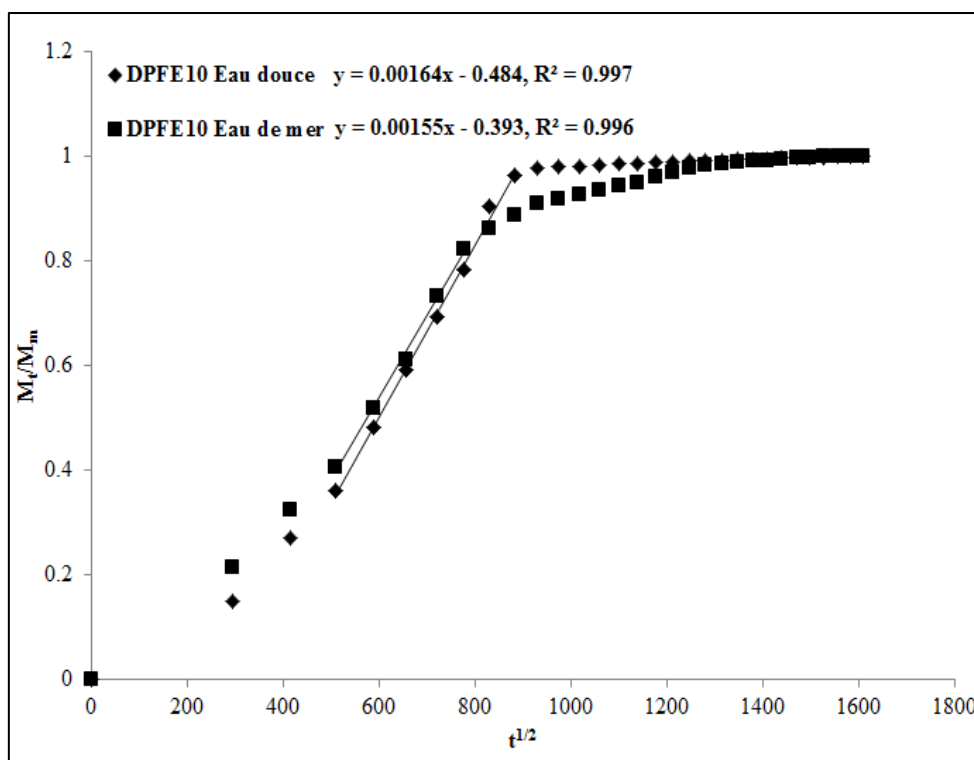


Figure 5.5 : Cinétique de la variation du poids pour le composite DPFE10.

Il est important de signaler que la teneur en sel de l'eau de mer qui entraîne certainement une réduction de l'activité des molécules d'eau, ce qui a tendance à abaisser les niveaux de saturation en humidité dans les composites DPFE10. Alors, la quantité d'eau absorbée correspond bien aux valeurs obtenues dans le calcul de coefficient de diffusion et du paramètre k .

- **Composite DPEF18**

Les dimensions des éprouvettes immergées dans l'eau douce et dans l'eau de mer participent profondément à la détermination de coefficient de diffusion ainsi que le mode d'absorption d'eau. Cependant, le matériau composite DPEF18 immergé dans l'eau douce présente un coefficient de diffusion ($D = 1.55 \times 10^{-9} \text{ mm}^2/\text{s}$) plus important par rapport au coefficient de diffusion ($D = 0.92 \times 10^{-9} \text{ mm}^2/\text{s}$) de composite immergé dans l'eau de mer (Tableau 5.3 et figure 5.6). La principale raison de cette différence est liée essentiellement à la présence d'une douzaine d'espèces ionique dans l'eau de mer, ce qui entraîne une augmentation du temps de diffusion de l'eau à l'intérieur du composite [96]. En plus, il est fortement nécessaire de mentionner que la quantité d'eau absorbée correspond bien à la valeur du coefficient de diffusion. Le composite DPFE18 immergé dans l'eau douce présente le coefficient de diffusion D le plus élevé et la teneur en eau maximale.

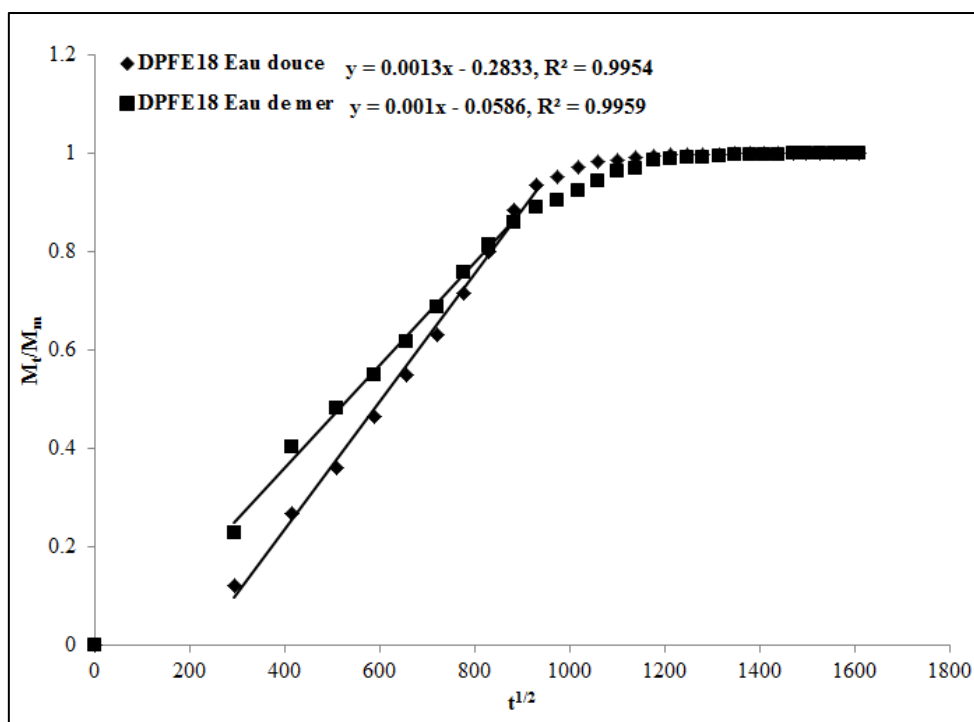


Figure 5.6 : Cinétique de la variation du poids pour le composite DPFE18.

5.3. Effet de taux de renfort sur la diffusion moléculaire dans le composite

5.3.1. Diffusion de l'eau douce

Les matériaux composites à matrice époxy et en fibres naturelles présentent un gonflement considérablement important accompagné par une plastification de la matrice due à l'absorption d'humidité et de l'eau environnante.

L'absorption d'humidité peut provoquer une dégradation des différents constituants de la matrice et des fibres. Cette dégradation dépend de plusieurs facteurs, tels que le type de résine de la matrice, l'interface fibre/ matrice, l'épaisseur du stratifié, le pourcentage et l'orientation des fibres, etc. L'absorption est un phénomène qui due au déplacement et mouvement des particules d'eau suit un mécanisme de diffusion qui est en fonction de la géométrie des échantillons.

La figure 5.7 présente le taux d'absorption de l'eau douce en fonction du temps composite renforcé par 10% et 18% des fibres de palmier dattier (DPFE10, DPFE18). Il est bien remarqué sur cette figure que le processus d'absorption d'eau pour tous les échantillons est linéaire au début d'immersion (0 – 240 heure qui correspond à 10 jours d'immersion), puis ralentit et s'approche de la saturation après un temps prolongé (240- 720 heures). Cela indique

parfaitement que le comportement d'absorption d'eau des composites DPFE10, DPFE18 obéit à la loi de Fick. Cependant, le gain du poids de composite DPFE18 présente une valeur plus importante par rapport au composite DPFE10. Cela est dû principalement à la teneur élevée en fibres dans les échantillons qui permet une plus grande pénétration de l'eau dans l'interface via des microfissures causées par le gonflement des fibres et l'absorption accrue d'eau jusqu'à la saturation du matériau.

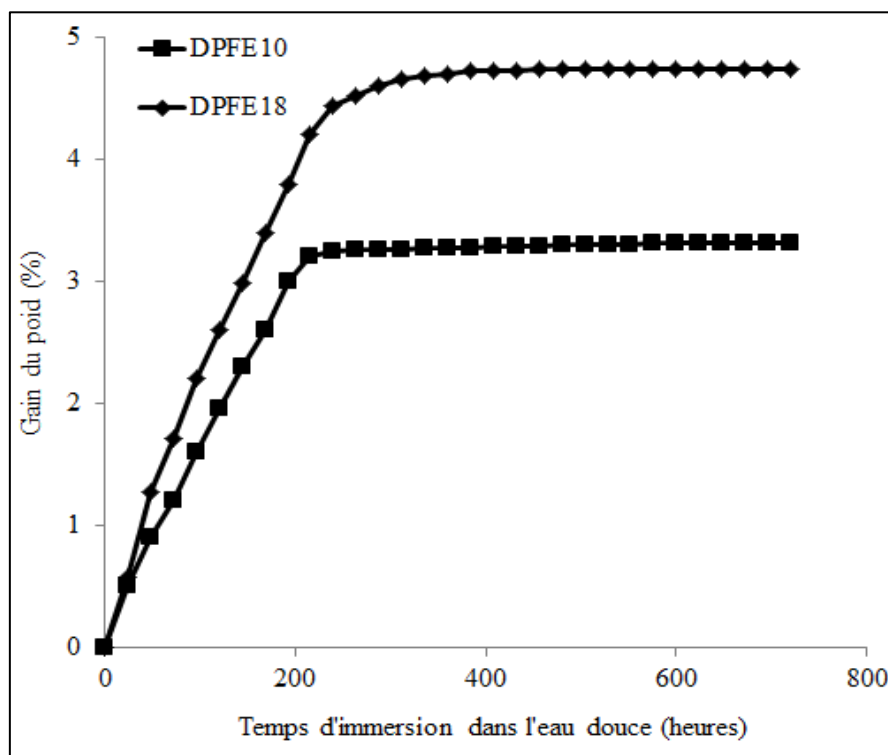


Figure 5.7 : Gain du poids de composite DPFE10 et DPFE18 immergés dans l'eau douce

5.3.2. Diffusion de l'eau de mer

Les divers composants salins de l'eau de mer peuvent annihiler le taux d'absorption d'humidité, compromettant certaines propriétés des matériaux à base des fibres naturelles immergés dans l'eau de mer. Par ailleurs, l'interface fibre/matrice joue un rôle essentiel dans le transfert des contraintes entre la matrice et les différentes charges. Par ailleurs, le gain de poids du matériau composite immergé dans l'eau de mer dépend principalement de trois paramètres : la teneur en humidité à l'équilibre (M_m), le coefficient de diffusion (D) et le temps (t).

Le composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer présente un taux d'absorption plus important par rapport au composite DPFE10 pour la même durée d'immersion (Figure 5.8). Ceci est dû principalement à la présence des groupes hydroxyles au niveau des fibres de palmier dattier et

de la résine époxy qui augmente significativement le processus d'absorption et augmente le pourcentage d'absorption et créant par la suite des liaisons hydrogènes avec les cristaux du sel. Cependant, l'absorption de l'eau de mer provoque des changements dans les caractéristiques mécaniques, chimiques et thermophysiques, de la matrice par les processus de plastification et d'hydrolyse, ainsi que la pénétration des sels des différents constituants de composite peut provoquer des cloques, des fissures, des dégradations chimiques, un décollement, une oxydation et une lixiviation. Ces défauts présentent un caractère irréversible et catastrophique.

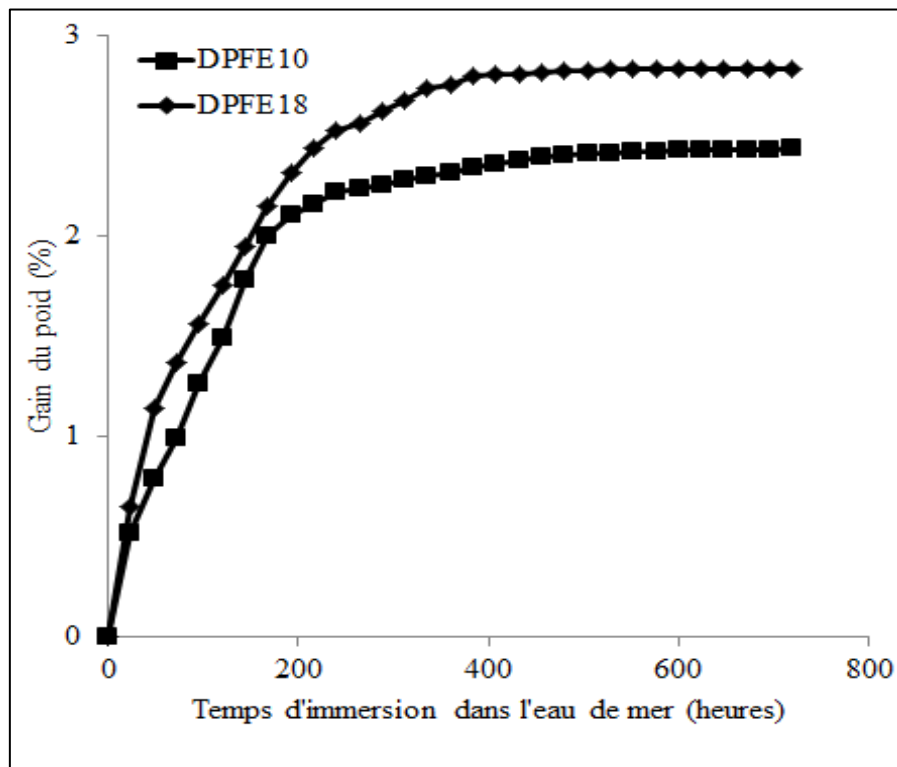


Figure 5.8 : Gain du poids de composite DPFE10 et DPFE18 immergés dans l'eau de me

Chapitre 6 : Influence de l'immersion dans l'eau de mer sur le comportement au choc des composites

Ce chapitre a pour but de présenter une explication des résultats expérimentaux de l'essai de choc Charpy appliqué sur le composite DPFE10 et DPFE18 immergé dans l'eau de mer et dans l'eau douce. Les échantillons soumis à l'essai de choc ont été immergés dans l'eau de mer pour 90, 180 et 365 jours. La mise en place de l'essai de choc permet de calculer la résilience mécanique pour chaque durée d'immersion dans l'eau de mer. Les résultats de l'essai de choc ont été utilisés pour calculer la ténacité dynamique par l'application de principe de la mécanique linéaire élastique de rupture.

6.1. Effet de l'eau de mer sur la ténacité en choc

6.1.1. Composite DPFE10

En général, l'absorption de l'eau salée dans les matériaux composites à base de fibres naturelles est gouverné par deux mécanismes importants, le premier est la pénétration de l'eau dans les composites (diffusivité) via les interstices et les défauts aux interfaces entre les fibres et les plastiques, le deuxième mécanisme est en fonction de la nature hygroscopique des charges/fibres naturelles. Par ailleurs, la pénétration des sels dans le réseau cellulosique des fibres de palmier dattier peut entraîner une réduction des propriétés mécaniques des fibres et une dégradation de l'interface fibre/matrice. Les résultats de l'essai de choc du matériau composite DPFE10 sont regroupés dans le tableau 6.1.

Tableau 6.1: Résultats de l'essai de choc de composite DPFE10.

Durée d'immersion (jours)	U (Joule)	Résilience (Kj/m²)	BDφ (mm²)	G_{1c} (KJ/m²)	U_c (Joule)	R²
0	0.40 (0.08)	8.81 (1.27)	23,35 (3,99)	14.60	0.05	0.47
90	0.37 (0.04)	8.763 (0.800)	21.43 (2.77)	11.90	0.11	0,62
180	0.30 (0.04)	7.078 (0.794)	22.39 (3.17)	9.40	0.09	0,56
365	0.185 (0.04)	4.207 (1.345)	20.94 (3.50)	7.80	0.02	0,56

L'application de l'essai de choc Charpy sur éprouvette entaillé entraîne la rupture totale de tous les échantillons testés. En effet, les fibres de palmier dattier et la résine époxy sont complètement fracturées traduisant le comportement fragile du composite testé. La présentation graphique de l'énergie de choc en fonction des surfaces rompues de composite DPFE10 permettant de calculer la ténacité dynamique pour chaque durée d'immersion (Figures 6.1, 6.2, 6.3 et 6.4).

L'absorption de l'eau salée et à la pénétration des molécules d'eau au sein du matériau composite DPFE10 entraîne une augmentation de la masse. Les fibres naturelles se caractérisent par une faible résistance à l'absorption d'humidité. Cette caractéristique entraîne un abaissement des propriétés mécaniques et une fragilisation du composite liée principalement à la dégradation du squelette macromoléculaire par hydrolyse. Effectivement, l'énergie de choc (U) du composite immergé dans l'eau de mer a subi une diminution progressive avec l'augmentation de la durée d'immersion (Tableau 6.1). La valeur de l'énergie de choc du composite immergé dans l'eau de mer pendant 90 jours est d'environ 0.37 Joule, qui représente

une diminution de 7.50 % par rapport au composite non immergé. Ce rapport a subi une augmentation remarquable pour le composite immergé dans l'eau de mer pour les durées d'immersion de 180 et 365 jours, qui est de l'environ de 25% et 53.75%, respectivement.

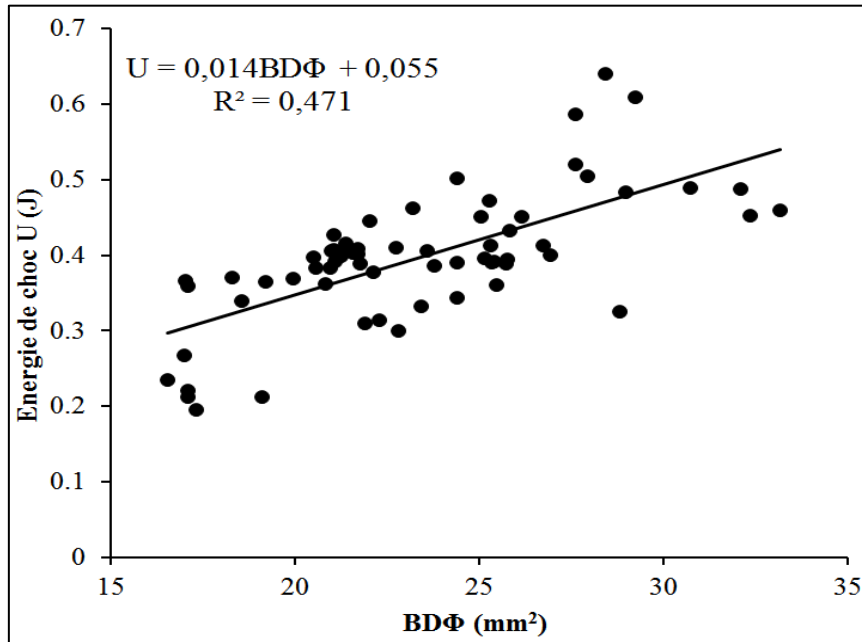


Figure 6.1: Ténacité au choc Charpy de composite DPFE10 non immergé.

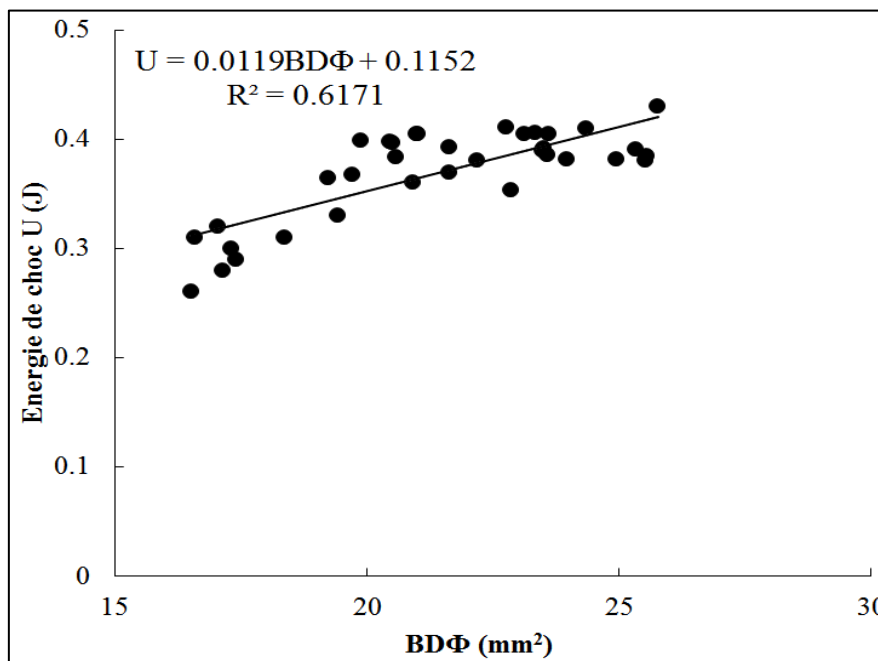


Figure 6.2 : Ténacité au choc Charpy de composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer pour une durée de 90 jours.

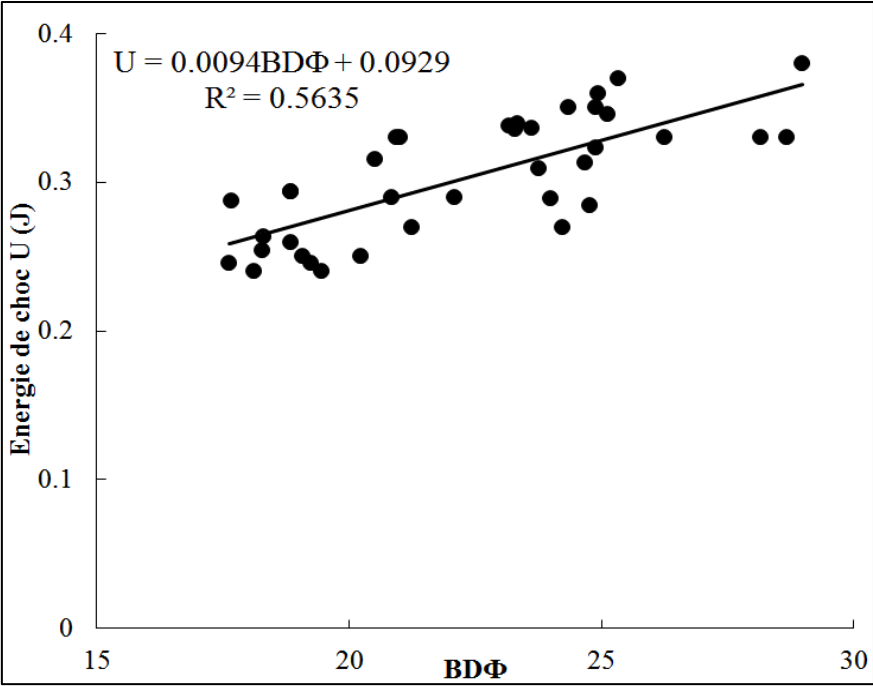


Figure 6.3 : Ténacité au choc Charpy de composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer pour une durée de 180 jours.

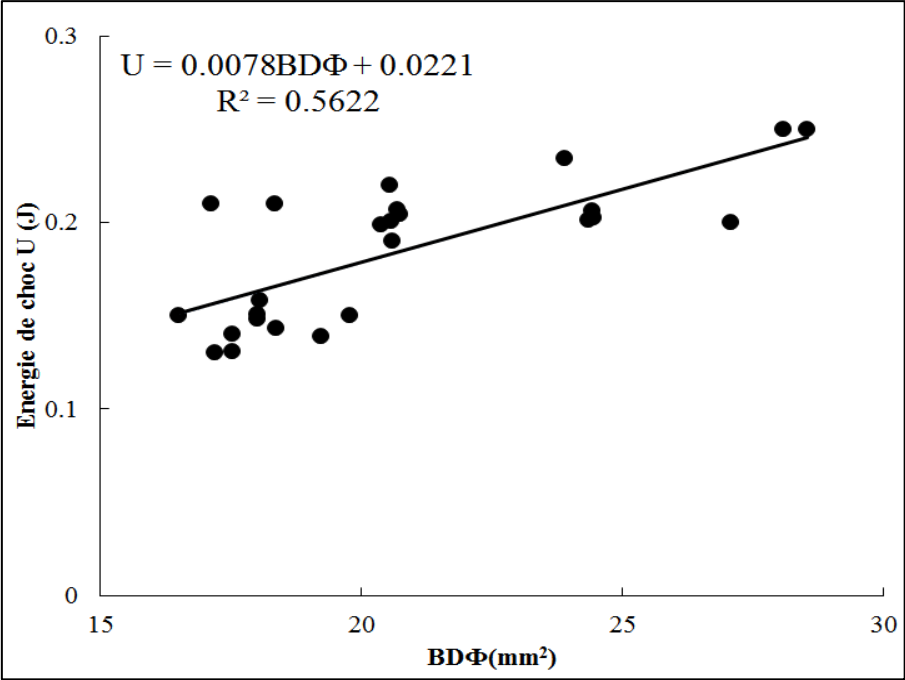


Figure 6.4 : Ténacité au choc Charpy de composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer pour une durée de 365 jours.

Sur les figures 6.1, 6.2, 6.3 et 6.4, il est bien remarqué que la droite de régression linéaire des données expérimentales de composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer pour la durée d'immersion de 365 jours présente la pente la plus faible ($G_{IC} = 7.8 \text{ KJ/m}^2$), comparativement à celles des autres composites (composite non immergé, 90 et 180 jours d'immersion). En réalité, la ténacité au choc du composite DPFE10 diminue lorsque la durée d'immersion augmente. Une diminution de 18.50 % environ est observée pour une période d'immersion de 90 jours, puis une diminution de 35.61 % environ pour une période d'immersion de 180 jours, et enfin une diminution de 46.6% pour la période d'immersion de 365 jours (Figure 6.2). Ce chut de la ténacité en choc après immersion dans l'eau de mer est attribué à la détérioration des fibres gonflées et à l'endommagement l'interface entre les fibres et la matrice. Par ailleurs, la faible résistance des fibres à l'absorption d'eau peut avoir des effets indésirables sur les propriétés mécaniques et la stabilité dimensionnelle et à long terme, une fragilisation liée à la dégradation du squelette macromoléculaire par hydrolyse [97].

Il important de signaler également que l'énergie de choc moyen requise pour rompre l'éprouvette à l'état d'immersion maximal (365 jours) est pratiquement la moitié de celle requise pour rompre une éprouvette non immergée utilisée comme éprouvette témoin (Figure. 6.5).

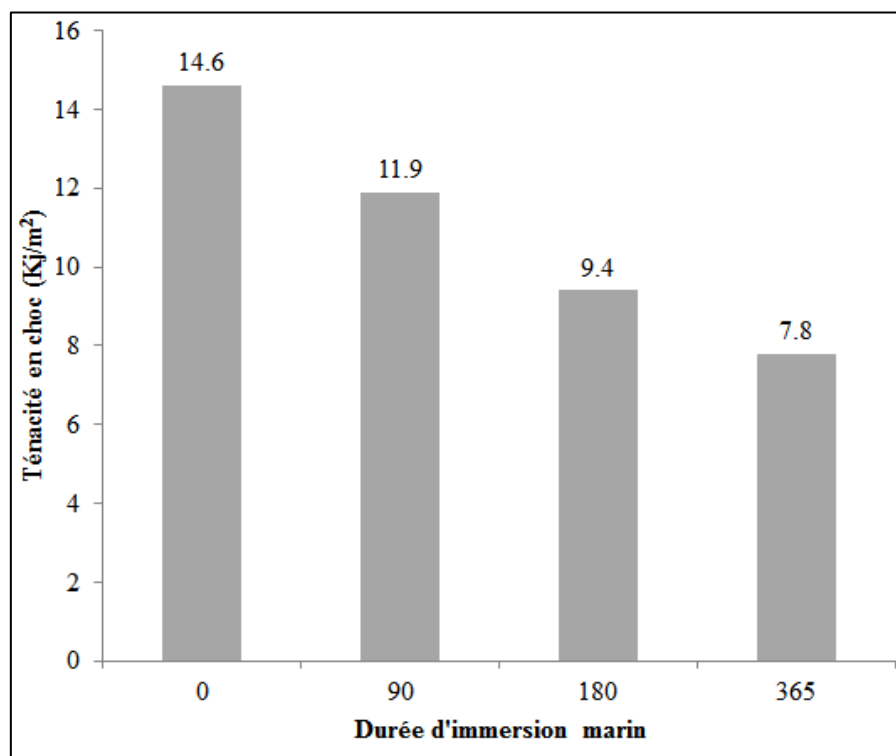


Figure.6.5 : Ténacité en choc de composite DPFE10

La chute de l'énergie de choc de composite immergé dans l'eau de mer pour 356 jours entraîne certainement une réduction de la ténacité en choc dynamique avec une valeur de la ténacité de l'environ de 7.8Kj/m^2 (Tableau 6.1 et Figure. 6.5). Cette diminution remarquable de la ténacité en choc est due principalement à la présence d'une quantité importante de l'eau salée au sein du composite immergé qui entraîne une dégradation des propriétés des fibres et de l'interface fibre/matrice. En plus, il est fortement possible que les fibres de palmier dattier peuvent absorber plus d'eau que la matrice époxy et, en cas d'une mauvaise liaison interfaciale entre les fibres et la matrice, l'eau peut facilement pénétrer et mouiller complètement les fibres à travers cette liaison interfaciale, ce qui augmente certainement la propagation des fissures lors d'un chargement de choc, et par conséquent, une réduction de la ténacité dynamique du composite [98]. Par ailleurs, les fibres de palmier dattier favorisent également une pénétration accrue de l'eau dans l'interface grâce aux microfissures causées par le gonflement des fibres. Par la suite, le gonflement des fibres entraîne de contraintes au sein du composite qui provoquent la rupture de la liaison interfaciale [99].

Il est important de signaler que les données expérimentales de l'essai de choc présentent une dispersion remarquable avec une valeur positive de l'énergie cinétique ($U_c = 0.2 - 0.11$ Joule). Cette dispersion des résultats due principalement au caractère hétérogène de composite étudié (les fibres sont dispersées aléatoirement) et à la nature des éprouvettes qui présentent des géométries différentes (longueur, épaisseur, largeur, entaille). En plus, la présence des défauts de fabrication te que, l'orientation des fibres, le taux des fibres qui se diffère d'une éprouvette a une autre, ainsi les conditions de chargement affectent les résultats de l'essai de choc.

6.1.2. Composite DPFE18

Dans la pratique, l'absorption d'humidité se manifeste par la migration des molécules le long du gradient de concentration, qui se produit par diffusion. Les caractéristiques de la matrice époxy peuvent aussi évoluer de façon importante lorsqu'elle est exposée à l'eau de mer. En outre, l'eau a la capacité de circuler entre les fibres et la matrice, ce qui peut affaiblir ou détruire la liaison entre les fibres et la matrice.

Les échantillons en composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer ont été testés en choc Charpy dans le but d'établir la courbe de l'énergie de choc et de calculer la ténacité dynamique pour plusieurs durées d'immersion dans l'eau de mer (Figure 6.6, 6.7 et 6.8). Les résultats obtenus par l'utilisation de la théorie de Williams sont illustrés sur le tableau 6.2.

Tableau 6.2 : Résultats de l'essai de choc Charpy de composite DPFE18.

Durée d'immersion (jours)	U (Joule)	Résilience (Kj/m²)	BDϕ (mm²)	G_{IC} (KJ/m²)	U_c (Joule)	R²
0	0.63 (0.09)	15.351 (1.812)	21,79 (2,28)	30.17	-0.004	0.55
90	0.56 (0.07)	13.956 (1.264)	19.59 (2.43)	19.98	0.17	0,49
180	0.42 (0.06)	10.622 (1.607)	19.83 (2.41)	17.25	0.08	0,49
365	0.30 (0.04)	6.147 (1.148)	18.79 (2.35)	15.14	0.05	0,49

Il est bien remarqué sur le 6.2 que l'énergie de choc ainsi que la résilience mécanique de composite DPFE18 diminue progressivement avec l'augmentation de la durée d'immersion dans l'eau de mer. Alors, l'absorption d'eau a considérablement réduit les propriétés de choc du composite testé, la plus grande réduction étant enregistrée pour le composite immergé dans l'eau de mer pour une durée de 365 jours. Cette réduction des propriétés est due à la détérioration de l'adhérence interfaciale et de la force de liaison entre la fibre de palmier dattier et la matrice époxy.

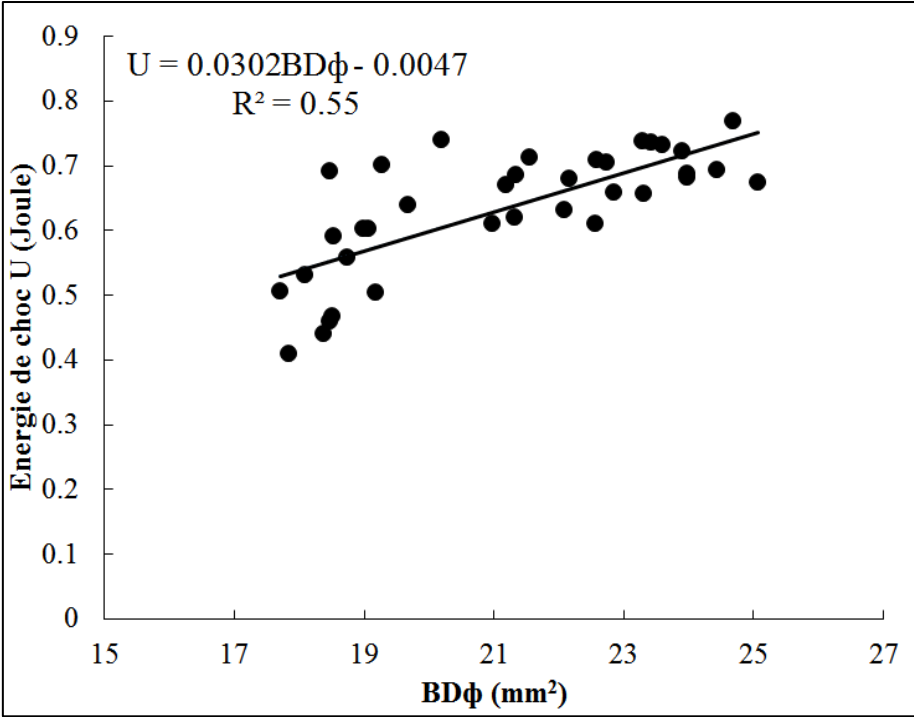


Figure 6.6 : Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues BDφ de composite DPFE18 non immergé.

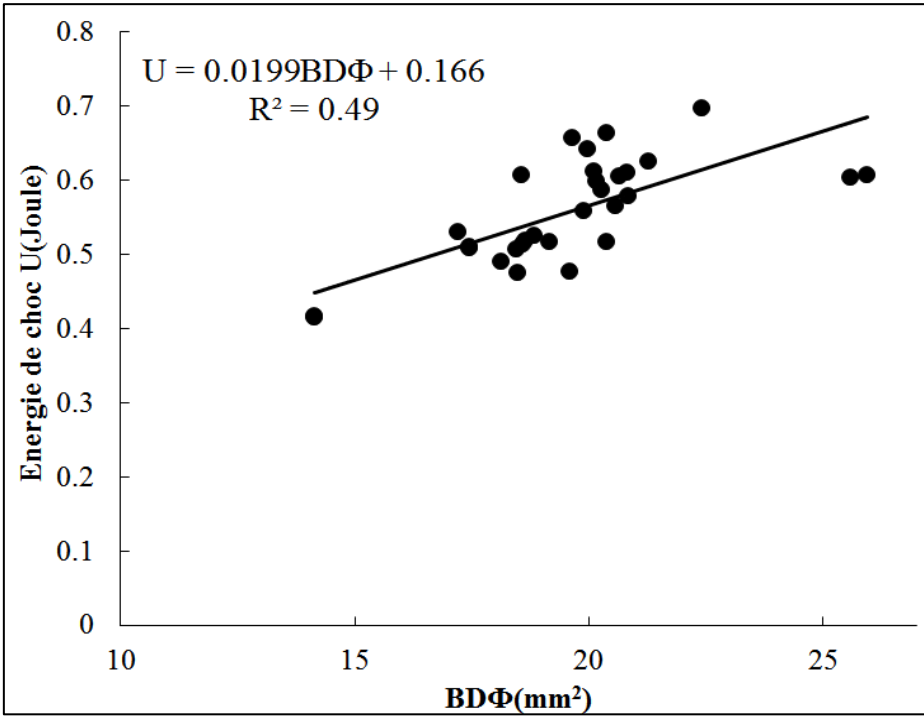


Figure 6.7 : Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues BDφ de composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer pour une durée de 90 jours.

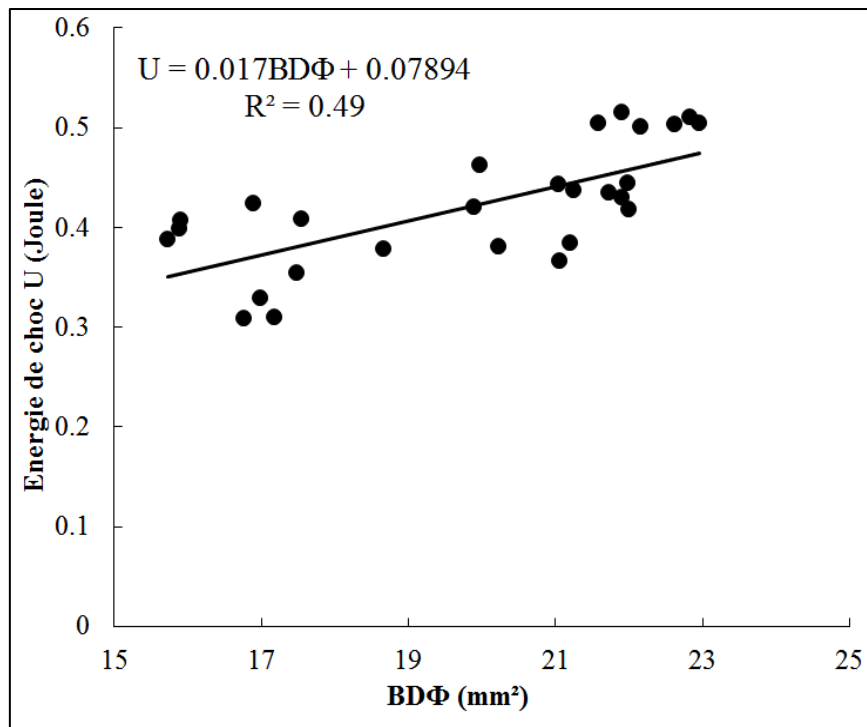


Figure 6.8 : Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ de composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer pour une durée de 180 jours.

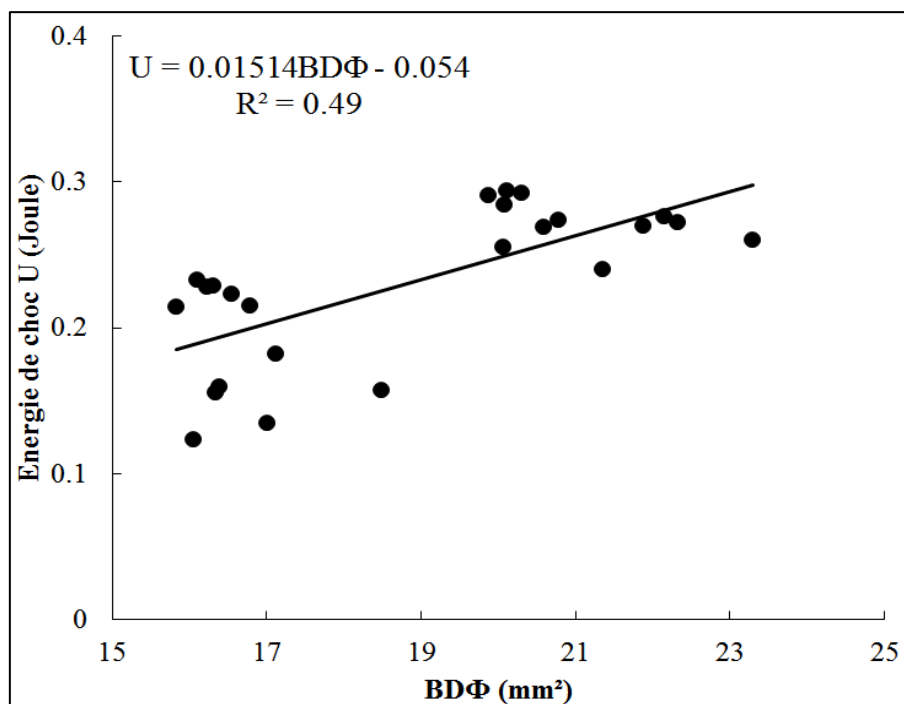


Figure 6.9 : Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ de composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer pour une durée de 365 jours.

Par ailleurs, la ténacité au choc (obtenue par le traçage de droite de régression linéaire des courbes de choc dans les figures 6.6, 6.7, 6.8 et 6.9) est fortement influencée par l'absorption de l'eau de mer. En effet, le composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer pendant 365 jours a subi une forte réduction de la ténacité en choc qui est de l'environ de 50% par rapport au composite non immergé. Ce résultat indique que le composite non immergé ayant les meilleures propriétés mécaniques par rapport aux composites immergés. La diminution des propriétés mécaniques des matériaux immergés dans l'eau de mer est fortement attribuée à l'absorption de l'eau salée qui entraîne des modifications chimiques et physiques des différents constituants du composite. Ces changements dans les propriétés sont accompagnés par un gonflement des fibres de palmier dattier avec des microfissures qui se produisent le long de l'interface fibre/matrice qui entraîne certainement par la suite une défaillance du composite immergé dans l'eau de mer [100]. En plus, l'application d'une charge extérieure, avec une vitesse très rapide, entraîne un mouvement de l'échantillon sollicité, ce qui provoque -au même temps- un mouvement des microfissures qui sont remplies d'eau, et par conséquent une rupture très fragile avec une propagation rapide et irréversible du matériau lors de chargement du matériau [2].

La figure 6.10. Présente les résultats de la ténacité en choc du matériau composite DPFE10 pour différentes de la durée d'immersion.

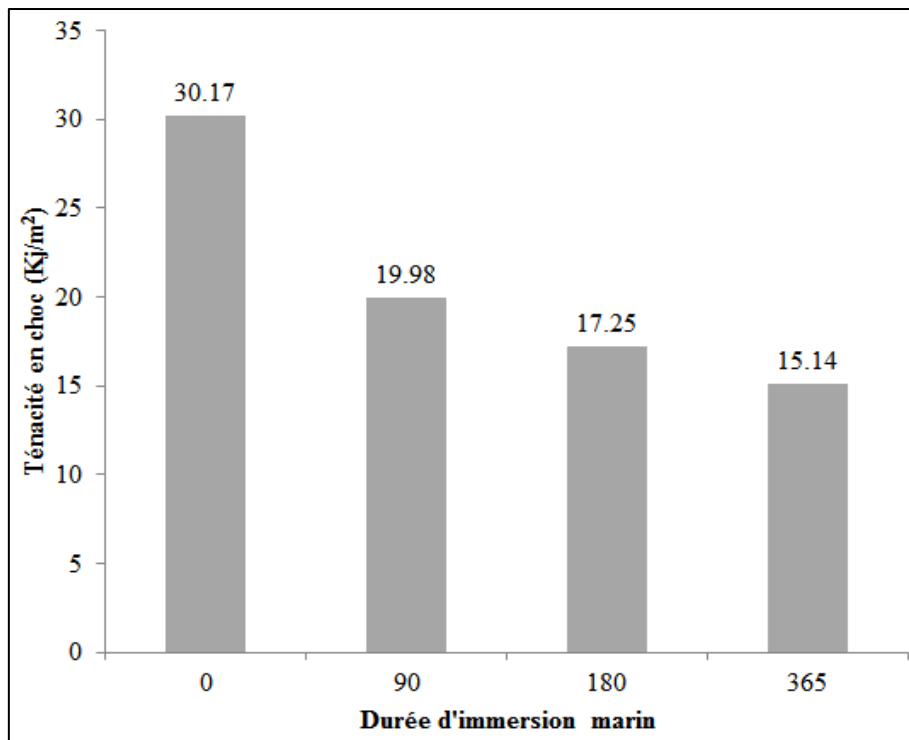


Figure 6.10 : Ténacité en choc de composite DPFE18.

Il est bien remarqué sur cette figure que la ténacité calculée par la méthode de Williams de composite non DPFE18 immergé présente la valeur la plus importante par rapport aux composites immergés dans l'eau de mer. Après l'absorption d'humidité et des particules du sel, l'interface du composite humide a subi un affaiblissement profond en raison des effets de plastification et de ramollissement. Ces effets provoquent une diminution de la rigidité du matériau immergé et une détérioration de ses propriétés mécaniques [101]. Cependant, il est possible que la résine époxy présente des groupes terminaux polaires. Ces derniers contenant des monomères non transformés qui augmentent la sensibilité à l'eau absorbée [4]. Par la suite et avec l'augmentation de la durée d'immersion, l'eau salée qui se diffuse dans le matériau composite peut avoir une réaction chimique avec les constituants des fibres de palmier dattier, tel que la cellulose, et l'hémicellulose, ce qui provoque probablement la corrosion des surfaces et la diminution de la ténacité en choc.

Il est important de signaler que les résultats expérimentaux de mesure de l'énergie de choc ainsi que la ténacité au choc présentent une certaine dispersion avec un indice de confiance $R^2 < 0.55$ (Tableau 6.2). Cette dispersion due essentiellement à la vitesse rapide de l'essai de choc Charpy, la présence d'une distribution non uniforme des fibres de palmier dattier au sein du composite et les défauts de façonnage des éprouvettes. Par ailleurs, la nature hétérogène et anisotrope du

composite étudié conduit à la formation de différents niveaux de contrainte au sein du matériau, de sorte que le processus de rupture comprend diverses combinaisons de modes d'endommagement tels que la fissuration de la matrice, la rupture des fibres, le délaminage, le décollement et la rupture des plis.

Chapitre 7 : Analyse statistique de données expérimentales de l'essai de choc

Dans ce chapitre, le modèle probabiliste de la résilience mécanique au choc des composites étudiés dans ce travail a été développé sur la base de la distribution de Weibull, en utilisant une analyse statistique des données de l'essai de choc rapportées dans les chapitres 4 et 6. Le modèle de Weibull développé est basé sur la distribution à deux et a trois paramètres avec la prise en compte de la dispersion des résultats de choc. Ce modèle permet d'établir les courbes de probabilité de survie, et par conséquent de prédire le comportement au choc des composites étudiés sous différentes périodes d'immersion dans l'eau de mer.

7.1. Théorie de Weibull

L'analyse statistique de Weibull permet d'exploiter les résultats de choc, de mesurer la probabilité de défaillance et faire des prévisions précises pour les éléments en composites aux étapes de conception et de fabrication. Elle sert à modéliser des valeurs extrêmes telles que le temps de rupture et la résistance au choc. En plus, elle estime la dispersion de la charge et la ténacité en choc qui peuvent comparer avec les données rapportées. [102-103-104-105].

L'avantage de l'analyse statistique de Weibull pour l'ingénierie de la fiabilité est qu'elle mesure la probabilité de défaillance et fait des prévisions précises pour les composants d'ingénierie aux étapes de conception et de fabrication.

La fonction de densité de probabilité (PDF) pour une distribution Weibull à trois paramètres est définie comme suit [106-107-108] :

$$f(x) = \frac{\beta}{\alpha} \left(\frac{x-x_{\min}}{\alpha-x_{\min}} \right)^{\beta-1} e^{-\left(\frac{x-x_{\min}}{\alpha-x_{\min}} \right)^{\beta}} \quad (\text{Eq. 7.1})$$

La fonction de répartition cumulative de probabilité (CDF) de l'équation (Eq. 7.2) est fournie par l'intégrale de l'équation (Eq. 7.1):

$$P_f(x) = 1 - e^{-\left(\frac{x-x_{\min}}{\alpha-x_{\min}} \right)^{\beta}} \quad (\text{Eq. 7.2})$$

En utilisant l'équation (Eq 7.2) de la fonction de distribution cumulative de Weibull (CDF), la probabilité de défaillance $P_s(x)$ pour un échantillon sous une charge donnée peut être calculée :

$$P_s(x) = 1 - P_f(x) = e^{-\left(\frac{x-x_{\min}}{\alpha-x_{\min}}\right)^\beta} \quad (\text{Eq. 7.3})$$

où x est une variable indépendante qui présente la résilience dans l'analyse de l'essai de choc, x_{\min} représente la valeur minimale de résilience (un seuil), β est le facteur de forme de Weibull ou module de Weibull et α est le paramètre d'échelle de Weibull (α a la même dimension de x). Des valeurs élevées de β indiquent une fiabilité élevée et donc des valeurs prévisibles pour la propriété mécanique d'intérêt, la valeur acceptée de β étant supérieure ou égale à 2, les valeurs plus élevées étant préférées. Le paramètre d'échelle, α , est analogue à une moyenne trouvée à l'aide d'une distribution normale. Des facteurs d'échelle plus grands indiquent une résilience et une ténacité à la rupture plus élevées pour cette étude.

Les valeurs de α et β sont déterminés en réécrivant l'équation (Eq. 7.2) sous la forme suivante :

$$\text{Ln}\left(\text{Ln}\left(\frac{1}{1-P_f(x)}\right)\right) = \beta \text{Ln}(x - x_{\min}) - \beta \text{Ln}(\alpha - x_{\min}) \quad (\text{Eq. 7.4})$$

L'équation (Eq. 7.3) indique une relation linéaire entre $\text{Ln}(\text{Ln}(1/1-P_f(x)))$ et $\text{Ln}(x-x_{\min})$.

La distribution à deux paramètres est un cas particulier de la distribution de Weibull qui définit implicitement une valeur seuil nulle. En effet, si x_{\min} est nul, l'équation (Eq. 7.5) est obtenue : (Wiebull à deux paramètres):

$$P_f(x) = 1 - e^{-\left(\frac{x}{\alpha}\right)^\beta} \quad (\text{Eq. 7.5})$$

Afin d'obtenir un graphique à partir de l'équation (Eq. 7.4), la fonction de fiabilité $P_f(x)$ de l'équation (Eq. 7.6) est utilisée [109-110-111] :

$$P_f(x) = \frac{i-0,3}{n+0,4} \quad (\text{Eq. 7.6})$$

Avec, i présente le nombre des échantillons endommagés, et n présente le nombre total des échantillons.

La résilience moyenne avant la rupture [V], l'écart-type [ET] et le coefficient de variation [COV] sont calculés à partir des équations suivantes [112-113-114]:

$$[V] = \alpha \Gamma \left(1 + \frac{1}{\beta} \right) \quad (\text{Eq. 7.7})$$

$$[ET] = \alpha \sqrt{\Gamma \left(1 + \frac{2}{\beta} \right) - \Gamma^2 \left(1 + \frac{1}{\beta} \right)} \quad (\text{Eq. 7.8})$$

$$[\text{COV}] = \frac{[ET]}{[V]} = \frac{\sqrt{\Gamma \left(1 + \frac{2}{\beta} \right) - \Gamma^2 \left(1 + \frac{1}{\beta} \right)}}{\Gamma \left(1 + \frac{1}{\beta} \right)} \quad (\text{Eq. 7.9})$$

Γ est la fonction de gamma.

7.2. Analyse statistique de l'essai de choc Charpy

Malgré, le nombre important des éprouvettes entaillées utilisées dans l'essai de choc, il est convient de noter que ces résultats présentent une dispersion importante, ce qui nécessite d'établir une analyse probabiliste basée sur les probabilités de de Weibull à deux et à trois paramètres. Cette analyse permet de prédire la ténacité en choc des matériaux utilisés et de comparer avec les données expérimentales.

7.2.1. Distribution de Weibull à deux paramètres

7.2.1.1 : Matériau composite non-immersé

La distribution de Weibull est utilisée pour modéliser des valeurs extrêmes telles que la résilience mécanique et la ténacité au choc. Les graphes de Weibull à deux et à trois paramètres des données d'essai des matériaux RE et DPFE10 et DPFE18 sont présentés dans les Figures 7.1, 7.2 et 7.3, respectivement. Les données de l'essai de choc sont utilisées pour calculer les paramètres α et β au moyen de la méthode graphique par l'utilisation de l'équation (Eq. 7.4) (Tableau 7.1).

Il est bien remarqué sur les figures 7.1, 7.2 et 7.3 ainsi que le tableau 7.1 que les valeurs de l'indice de confiance R^2 sont supérieures à 0.96 traduisant la bonne corrélation des données expérimentales ainsi que l'ajustement raisonnable de la distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres. En plus, toutes les prédictions suivent généralement les tendances des données expérimentales. En effet, le paramètre d'échelle α obtenu par l'analyse de Weibull a trois paramètres des matériaux étudiés (RE, DPFE10 et DPFE18) présente des valeurs moins importantes aux valeurs obtenues par l'analyse de Weibull à deux paramètres, qui est due

essentiellement à la présence du paramètre de location x_{\min} , qui représente la valeur minimale de la résilience.

L'énergie de rupture ainsi que la ténacité en choc suivent une distribution caractérisée par le module de Weibull β et le paramètre d'échelle α . Ces paramètres permettant de donner la relation entre le mode de propagation des fissures au sein du composite et les défauts qui existent. Cependant, la vitesse importante de pendule de choc qui est de l'ordre de 3,85 m/s entraîne une variété des phénomènes qui se produisent au moment de chargement. En effet, le paramètre β (Tableau 7.1) présente des valeurs moins importantes du matériau composite DPFE18 par rapport aux autres matériaux testés (RE et DPFE10). Il est fortement possible que cette différence est due essentiellement à l'imprégnation des fibres de palmier dattier avec la résine époxy qui présentent certainement une distribution non uniforme de ces fibres au sein du matériau. L'imprégnation des fibres avec la résine pour produire un matériau composite DPFE10 et DPFE18 entraîne une amélioration des propriétés mécaniques, telles que la résistance au choc et la ténacité dynamique. Ce changement dans les propriétés mécaniques est accompagné certainement avec une augmentation de l'hétérogénéité du matériau composite.

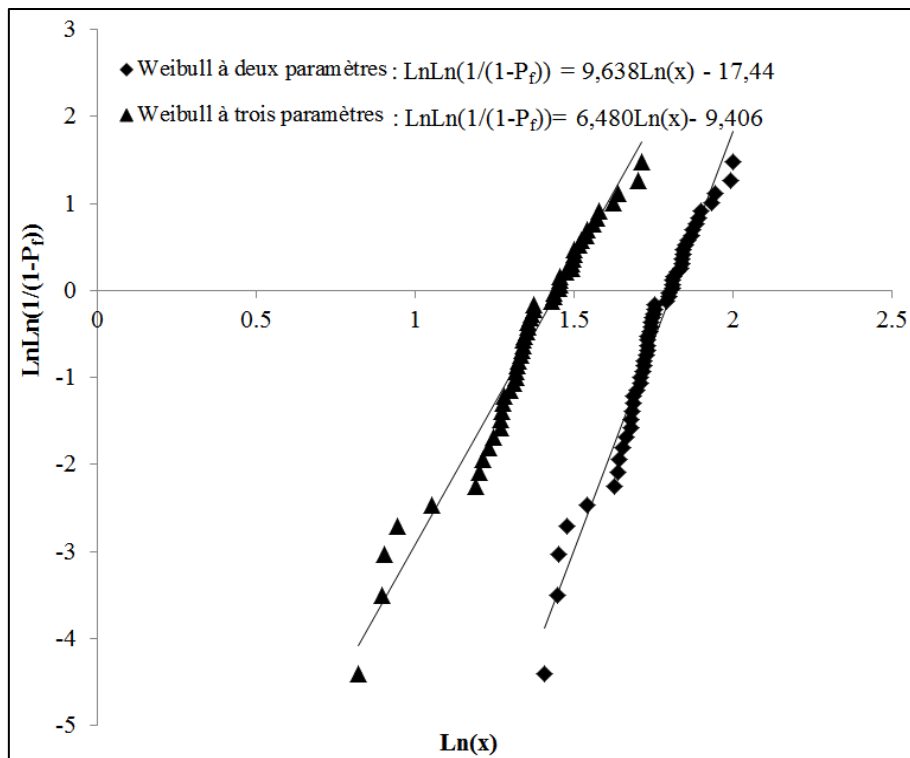


Figure 7.1 : Graphe de probabilité de Weibull de matériaux-Résine époxy RE.

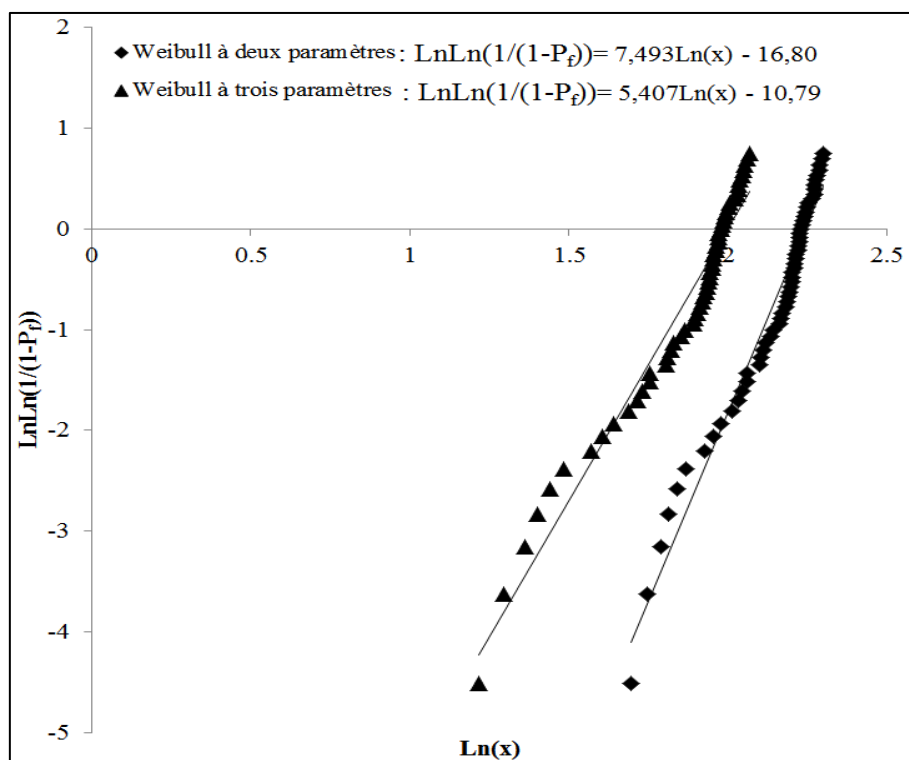


Figure 7.2 : Graphe de probabilité de Weibull de matériaux DPFE10

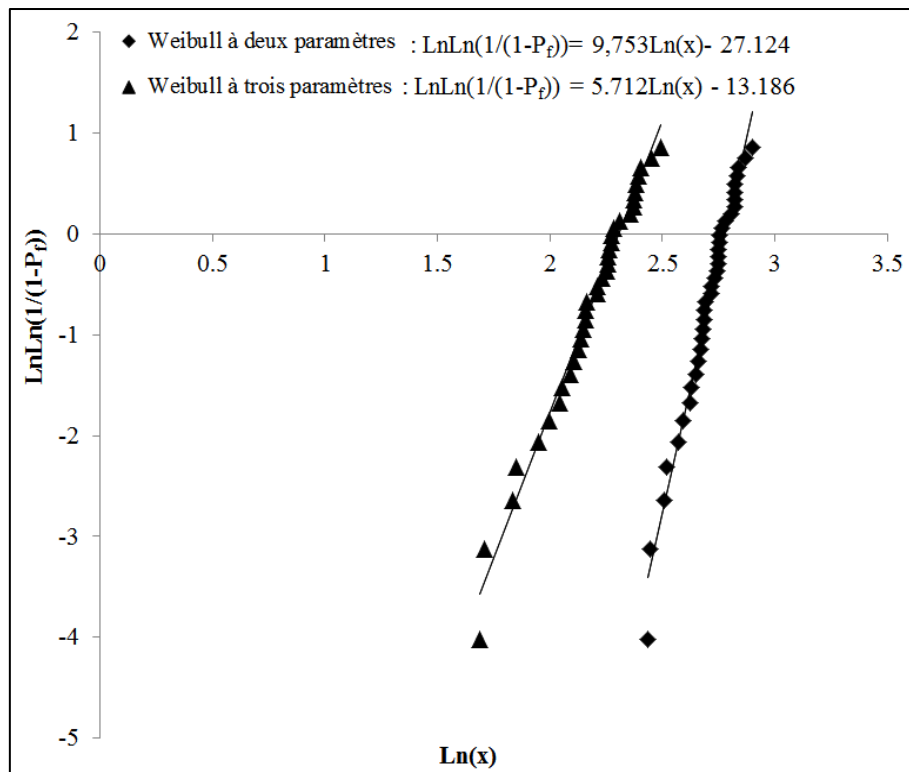


Figure 7.3 : Graphe de probabilité de Weibull de matériaux DPFE18

Tableau 7.1 : Paramètre de Weibull pour l'essai de choc Charpy

Matériau	Analyse de Weibull	α	x_{min}	β	R^2	[V]	[ET]	[COV]
RE	2 paramètres	6,107	-	9,638	0,966	5,801	0,723	0,124
	3 paramètres	4,269	1,808	6,481	0,964	3,974	0,728	0,183
DPFE10	2 paramètres	9,425	-	7,528	0,956	8,850	1,389	0,157

	3 paramètres	7,294	2,076	5,578	0,962	6,740	1,397	0,207
DPFE18	2 paramètres	16.137	-	9.753	0.981	15.336	1.889	0.125
	3 paramètres	10.058	6.039	5.712	0.986	9.305	1.886	0.203

L'analyse probabiliste de Weibull à trois et à deux paramètres est utilisée non seulement pour discuter de l'effet du taux des fibres sur la résistance au choc, mais aussi pour prédire et quantifier ses valeurs seuils. Ainsi, la probabilité et la fiabilité prennent une plus grande importance pour la conception de ces matériaux. En effet, les valeurs de la résilience moyenne calculée par l'analyse de Weibull à deux paramètres présentent des valeurs très proches aux valeurs calculées par l'équation (11), traduisant la fiabilité de cette analyse. Contrairement, l'analyse de Weibull à trois paramètres qui considère que la résilience seuil des matériaux testés n'est égale pas à 0 ($x_{\min} \neq 0$), présente des valeurs moins importantes. Cependant, il est fortement nécessaire de signaler que la somme des valeurs de la résilience moyenne et la résilience minimale déduites par l'analyse de Weibull à trois paramètres égale à la résilience moyenne calculée par Weibull à deux paramètres ($x_{\min}=0$), et par conséquent, égale à la valeur obtenue par l'équation (11). L'analyse de Weibull à trois paramètres offre plus de sécurité par rapport à l'analyse de Weibull à deux paramètres par l'imposition d'une valeur de résilience seuil dont au-dessus du laquelle le matériau est considéré endommagé, et par conséquent, la résilience moyenne peut être écrit : $[V] = 3,97 \pm 1,808 \text{ KJ/m}^2$, $[V] = 6,74 \pm 2,076 \text{ KJ/m}^2$ et $[V] = 9,753 \pm 6,036 \text{ KJ/m}^2$ pour le matériau-résine RE, le matériau composite DPFE10 et matériau composite DPFE18, respectivement.

Le coefficient de variation [COV] (Figure 7.4 et Tableau 7.1) du matériau-résine RE présente des valeurs plus basses par rapport au matériau composite renforcé par fibre de palmier dattier (DPFE10 e DPFE8) traduisant la faible dispersion des résultats ainsi que la distribution uniforme des vides et des micros pores au sein du matériau non renforcé. En effet, la méthode de moulage au contact utilisée pour fabriquer ce composite peut entraine une distribution non uniforme des fibres au sein du composite. Cette tendance de la dispersion des résultats au choc

est extrêmement importante pour les concepteurs et les ingénieurs et mérite beaucoup d'attention avant d'utiliser de ce type des matériaux [115].

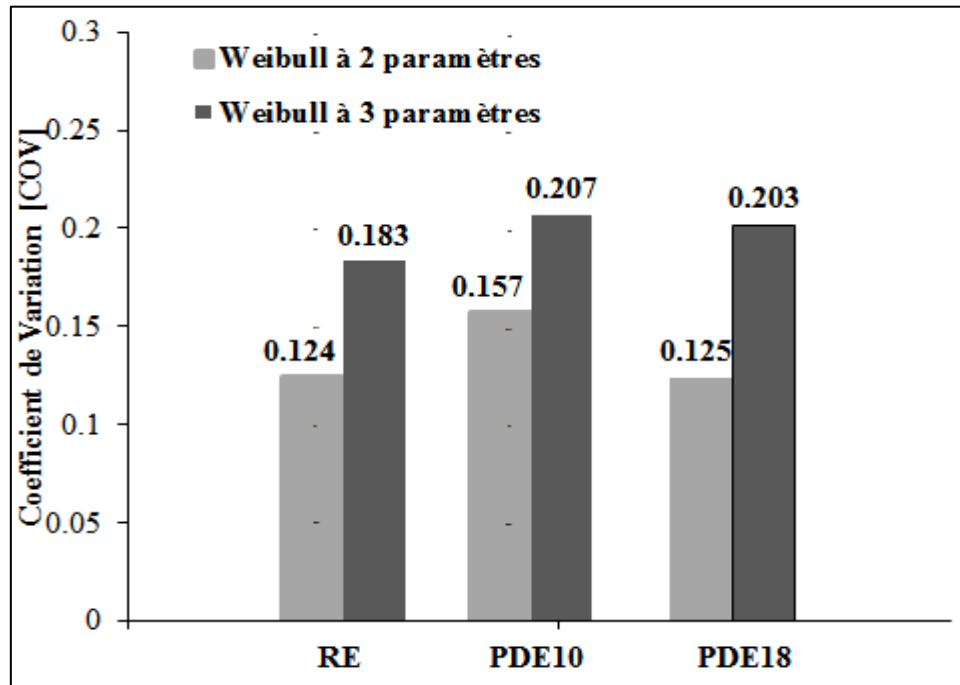


Figure 7.4 : Coefficient de variation des matériaux RE, DPFE10 et DPFE18.

On peut évaluer la fiabilité des échantillons sollicités en choc en se basant sur leur résilience pour différents niveaux. Les graphiques de probabilité de survie correspondant à la distribution de Weibull à deux et de trois paramètres en fonction de la résilience des matériaux composites étudiés sont présentés dans les figures 7.5 7.7 et 7.8, on utilise l'équation (Eq. 7.4), qui présente une fonction linéaire ($\ln(x), \ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-P_f(x)}\right)\right)$) avec : $-\beta \ln(\alpha) = C$, l'équation (Eq. 7.10) peut être tiré :

$$\alpha = e^{\left(\frac{-C}{\beta}\right)} \quad (\text{Eq. 7.10})$$

Les courbes de probabilité de survies tracées sur les Figures 7.5, 7.6 et 7.7 sont d'une valeur considérable pour le concepteur, elles permettent de déterminer la résilience des matériaux testés (RE, DPFE10 et DPFE18) à n'importe quel pourcentage de survie. La probabilité de survie de 90% peut être déterminée à partir de ces courbes en traçant une ligne horizontale qui

se croise avec les courbes de distribution de Weibull à deux et à trois paramètres. Les valeurs des points intersectés présentent résilience de deux distributions de Weibull utilisées. Par exemple, une probabilité de survie de 10% pour le matériau-résine époxy (RE), l'intersection de la ligne horizontale donne une valeur de la résilience de l'environ 6,66 KJ/m² et de 4,85 KJ/m² de la distribution de Weibull à deux paramètres et à trois paramètres, respectivement. Ces valeurs de résiliences et pour le même pourcentage de probabilité de survie (10%), devenues à 10,52 KJ/m² et 8,47 KJ/m² pour le matériau composite renforcé par fibre de palmier dattier (DPFE10).

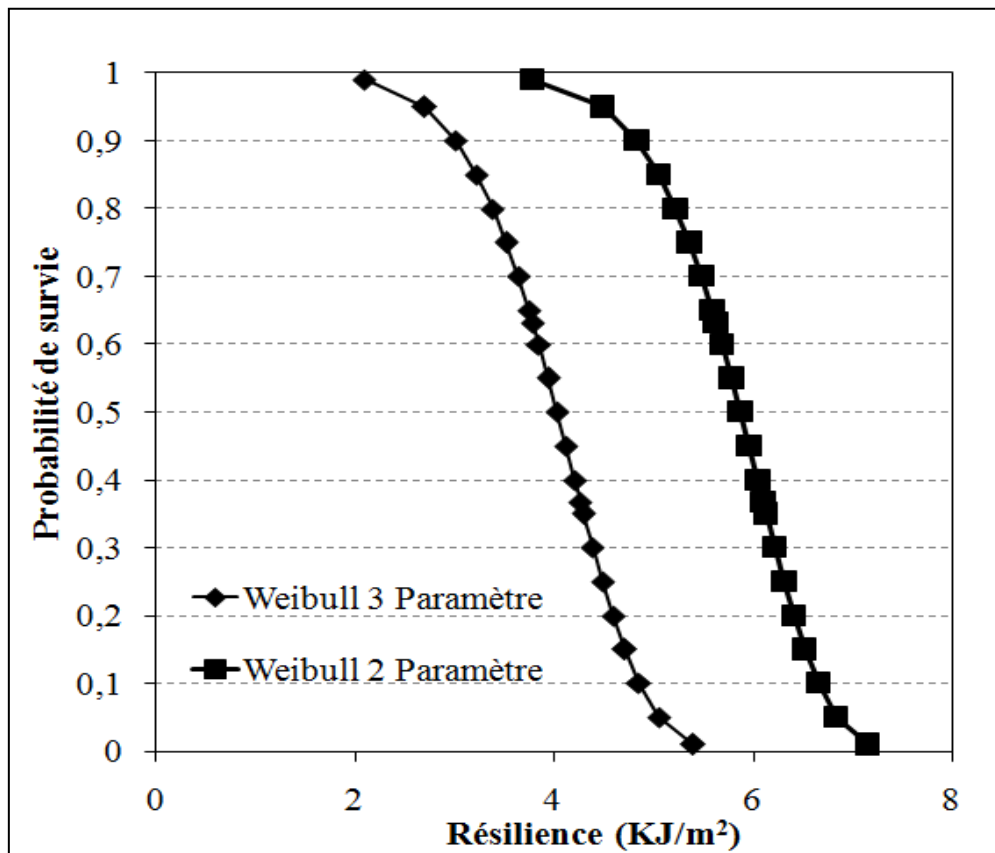


Figure 7.5 : Probabilité de survie du matériau-résine époxy RE.

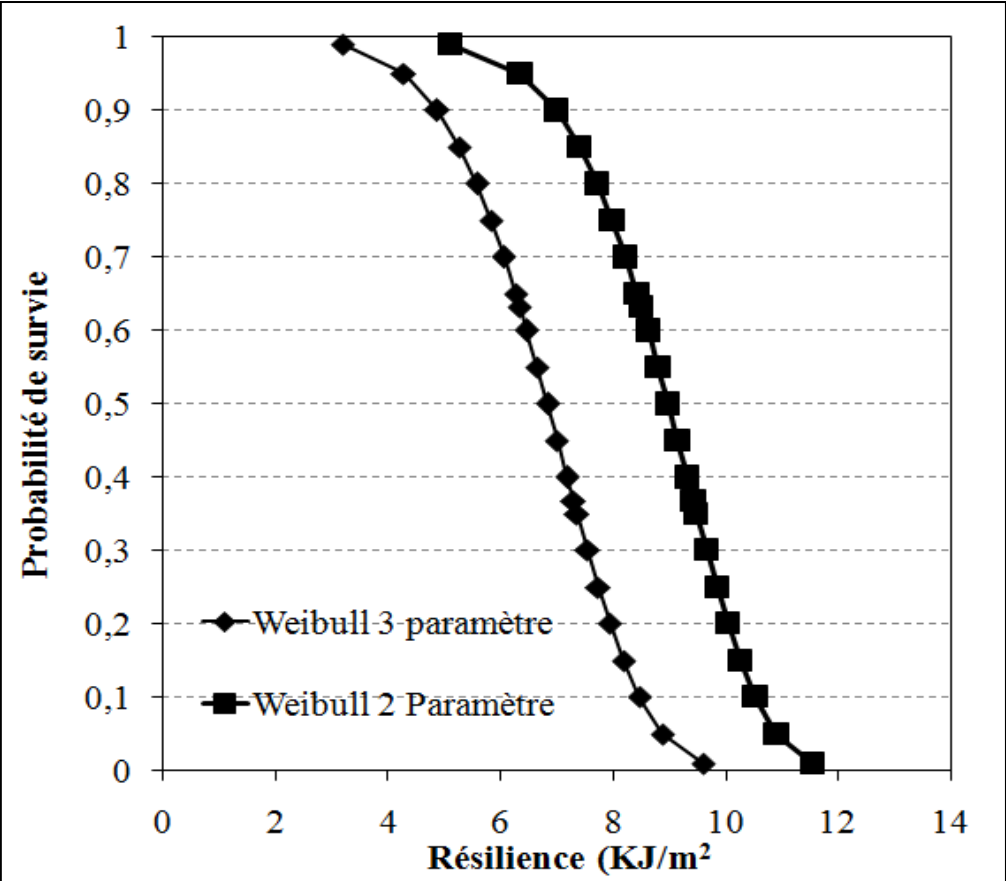


Figure 7.6 : Probabilité de survie du matériau composite DPFE10.

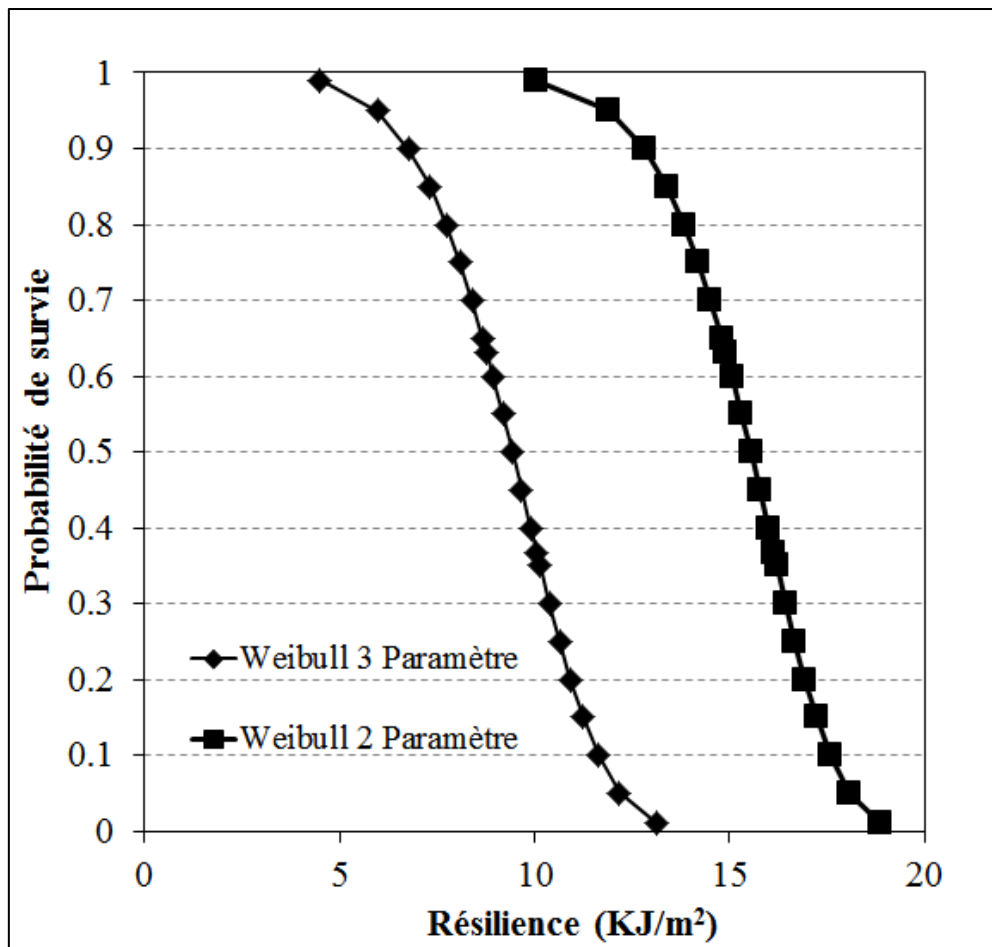


Figure 7.7 : Probabilité de survie du matériau composite DPFE18.

7.2.1.2. Matériaux composites immergés dans l'eau de mer

L'absorption de l'eau salée par les composites étudiés entraîne un changement physique et mécanique des propriétés des éprouvettes testées. En effet l'énergie de choc U , la résilience R et la ténacité en choc G_{IC} ont subi une diminution remarquable qui augmente avec l'augmentation de la durée d'immersion (voire Chapitre 6). Le tableau 7.2 rassemble les valeurs de α , β ainsi que le coefficient de corrélation obtenues par l'analyse la distribution Weibull à deux et à trois paramètres

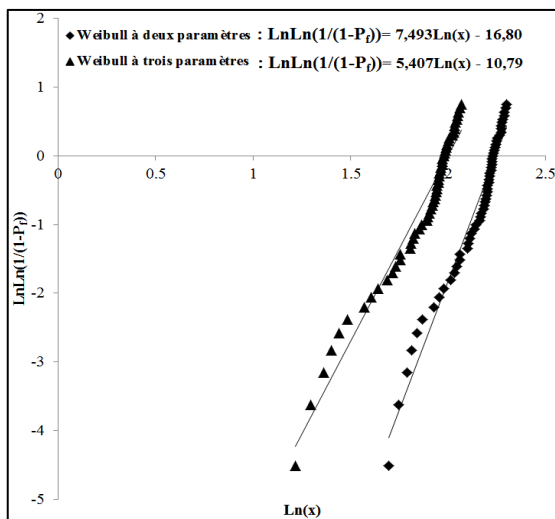
Tableau 7.2 : Paramètre de Weibull pour l'essai de choc Charpy des composites immergés dans l'eau de mer.

	Durée d'immersion	Analyse de Weibull	α	x_{\min}	β	R^2	[V]	[ET]	[COV]	
DPFE1 0	0	2 paramètres	9.425	-	7.528	0.956	8.850	1.389	0.157	
		3 paramètres	7.294	2.076	5.578	0.962	6.740	1.397	0.207	
	3 mois	2 paramètres	9.128	-	12.304	0.962	8.756	0.865	0.099	
		3 paramètres	7.135	1.988	9.382	0.962	6.769	0.864	0.128	
	6 mois	2 paramètres	7.437	-	9.919	0.956	7.073	0.115	0.121	
		3 paramètres	5.838	1.988	7.539	0.956	5.482	0.147	0.157	
	12 mois	2 paramètres	4.798	-	6.944	0.922	4.487	0.759	0.169	
		3 paramètres	4.007	3.518	5.632	0.972	3.705	0.761	0.205	
	DPFE1 8	0	2 paramètres	16.137	-	9.753	0.981	15.336	1.889	0.125
			3 paramètres	10.058	6.039	5.712	0.986	9.305	1.886	0.203
3 mois		2 paramètres	14.529	-	12.446	0.968	13.942	1.363	0.117	
		3 paramètres	12.191	2.331	10.327	0.945	11.610	1.355	0.128	
6 mois		2 paramètres	11.318	-	7.298	0.975	10.610	1.715	0.162	
		3 paramètres	8.842	2.462	5.441	0.974	8.158	1.729	0.212	

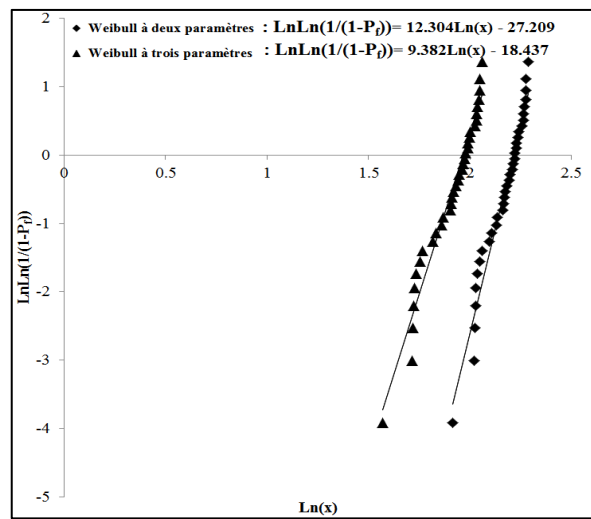
12 mois	2 paramètres	6.663	-	5.489	0.946	6.15	1.293	0.210
	3 paramètres	5.252	1.403	4.004	0.939	4.761	1.786	0.375

• Composite DPFE10

Il est bien remarqué sur le tableau 7.2 et la figure 7.8 que le paramètre α (qui représente la résilience caractéristique dans le contexte de la présente étude) de composite DPFE10 obtenu par l'analyse de Weibull à deux et trois paramètres ont subi une réduction remarquable avec l'augmentation de la durée d'immersion traduisant l'effet négatif de l'absorption d'eau salée sur le comportement au choc des matériaux étudiés. En effet, le taux de diminution de paramètre α par rapport au composite DPFE10 non immergé est de l'environ de 3.151%, 21.093% et 49.094% des composites immergés dans l'eau de mer pour les durées de 90, 180 et 365 jours. De plus, les valeurs obtenues de β sont supérieures à (1), ce qui signifie que les dommages ont été répartis dans toute la région sollicitée par la charge de choc. Ce qui provoque certainement une réduction de la rigidité du composite, et par conséquent, une réduction de la résilience du matériau.



(a) Composite PDE10 non immergé



(b) Composite PDE10 immergé pour 90 jours

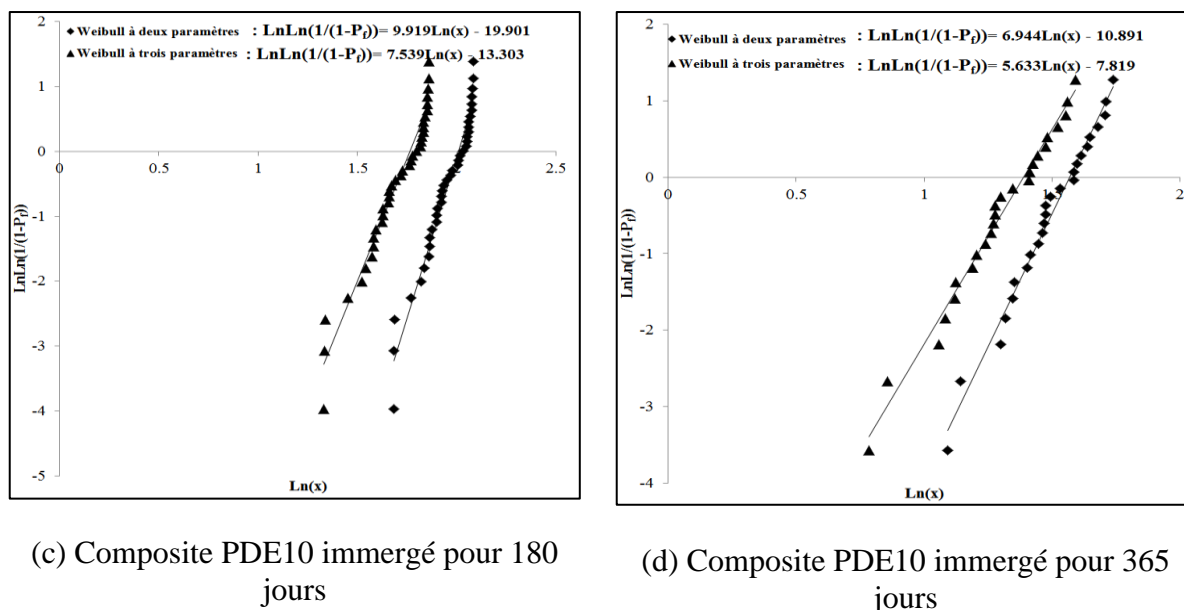
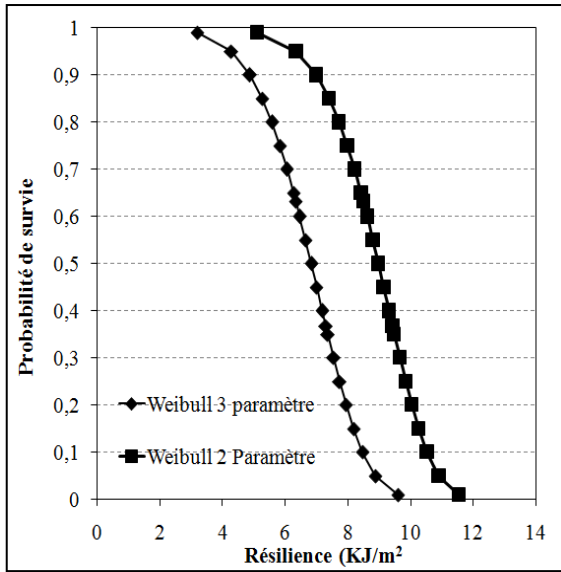


Figure 7.8 : Graphe de probabilité de Weibull de composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer.

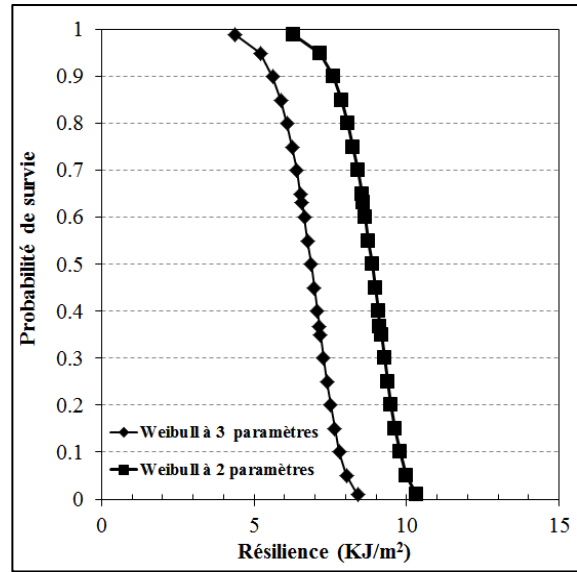
Il est important de signaler que les valeurs de α obtenues par la distribution de Weibull à trois paramètres présentent des valeurs de paramètre moins importantes par rapport aux résultats de l'analyse de Weibull à deux paramètres (Tableau 7.2). Ces résultats confirment la fiabilité de cette analyse avec des indices de confiance supérieurs à 0.92. L'analyse de Weibull à trois paramètres (α , β et x_{\min}) considère que le troisième paramètre (x_{\min}) n'est égale pas à zéro ($x_{\min} \neq 0$), ce paramètre présente la résilience minimale dans le contexte de ce travail, contrairement à l'analyse de Weibull à deux paramètres (α , β) qui considère que la résilience minimale égale à zéro ($x_{\min} = 0$). En effet, l'analyse de Weibull à deux paramètres pour le composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer pendant 90 jours donne une résilience moyenne d'environ $[V] = 8,756 \text{ kJ/m}^2$, avec une résilience minimale de zéro (Tableau 7.2). En revanche, l'analyse de Weibull à trois paramètres présente une résilience moyenne d'environ $[V] = 6,769 \text{ kJ/m}^2$, avec une résilience minimale d'environ $1,988 \text{ kJ/m}^2$ ($x_{\min} = 1,988 \text{ kJ/m}^2$). Cette dernière valeur indique que le matériau composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer pour la durée de 90 jours ne peut subir aucun dommage et aucune fissuration pour un chargement de choc inférieur à cette valeur. Au-delà de cette valeur, le matériau n'est plus en sécurité. Ainsi, l'analyse de Weibull à trois paramètres fournit une plus grande sécurité comparativement à l'analyse de Weibull à deux paramètres avec une valeur de la résilience moyenne égale à $[V] =$

$6.769 \pm 1.988 = 8.757 \text{ KJ/m}^2$. Cette valeur est très proche à la valeur obtenue par l'analyse de Weibull à deux paramètres qui est égale à 8.756 KJ/m^2 .

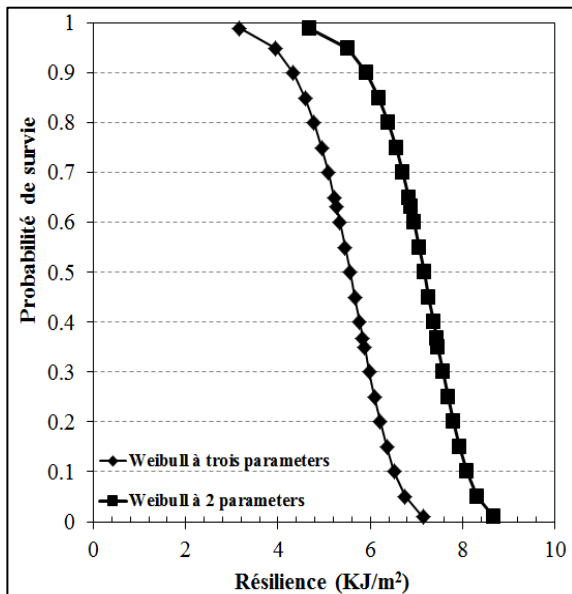
La fonction de distribution de Weibull a deux et à trois paramètres permet d'établir les courbes de probabilité de survie du matériau composite DPFE10 pour les trois durées d'immersion dans l'eau de mer (Figure. 7.9). Ces courbes peuvent être utilisées par les concepteurs afin de prédire la réponse mécanique au choc de matériau composite étudié pour n'importe quel pourcentage de survie. En effet, la résilience du composite DPFE10 est facilement obtenue par le traçage d'une ligne droite horizontale dans les courbes sur la figure 7.9 pour les deux distributions de Weibull. Par exemple, pour le matériau composite DPFE10 non immergé, le graphe de distribution à deux paramètres (Figure 7.9 a) donne une valeur de la résilience de l'environ de 10.529 KJ/m^2 , et la distribution de Weibull à trois paramètres, la résilience au choc est de l'environ de 8.47 KJ/m^2 . Ces valeurs de résiliences et pour le même pourcentage de probabilité de survie (10%), devenues à 8.089 KJ/m^2 et 6.521 KJ/m^2 (Figure 7.9. b) pour le même matériau composite (DPFE10) immergé à l'eau salée pour une durée de 90 jours. Il est déjà trouvé dans le chapitre 6 que la résilience et la ténacité dynamique de composite DPFE10 ont subi une réduction progressive avec l'augmentation de la durée d'immersion dans l'eau de mer. En effet, la probabilité de survie de 10% de la distribution de Weibull a deux paramètres présente une résilience mécanique de l'environ de 8.089 KJ/m^2 (Figure. 7.9 c) du composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer pour une durée d'immersion de 180 jours, et une valeur plus basse qui est de l'environ de 5.411 KJ/m^2 (Figure. 7.9 d) pour le composite DPFE immergé dans l'eau de mer pour la durée de 365 jours.



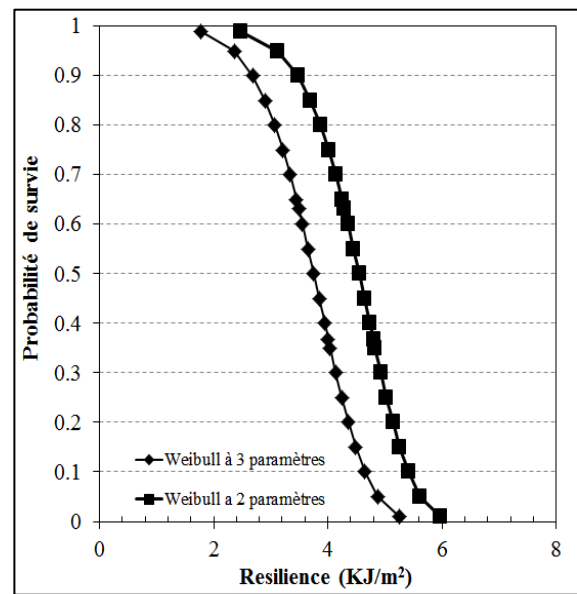
(a) Composite DPFE10 non immergé



(b) Composite DPFE10 immergé pour 90 jours



(c) Composite DPFE10 immergé pour 180 jours



(d) Composite DPFE10 immergé pour 365 jours

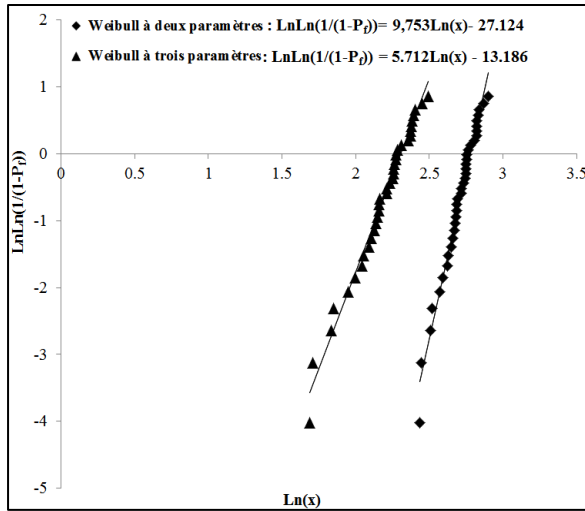
Figure 7.9 : Probabilité de survie du matériau composite DPFE10 immergé dans l'eau de mer.

- **Composite DPFE18**

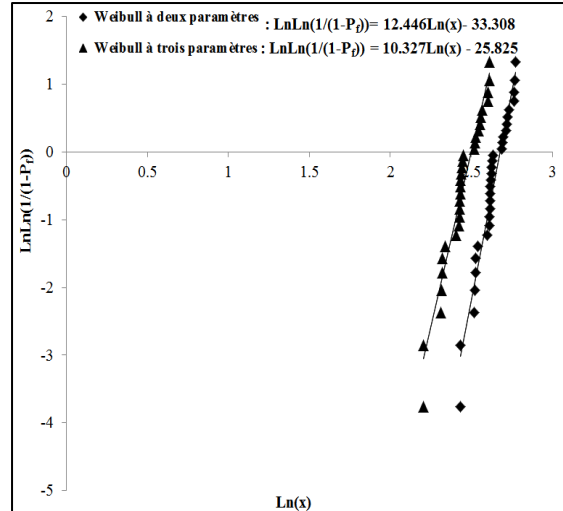
La figure 7.10 présente les résultats de l'analyse probabiliste de l'essai de choc Charpy sur le composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer. De plus, la figure 7.10 indique à la fois les

équations d'ajustement statistique qui ont permis de calculer les différents paramètres de l'analyse probabiliste de Weibull (Tableau 7.2). Une bonne relation linéaire entre $[\ln(\ln(1/(1-P_f)))$ et $\ln(x)]$ a été observée, des indices de confiance supérieures à 0.92 indiquant la fiabilité de cette analyse. Les équations probabilistes basées sur la théorie de Weibull permettant de calculer la résilience caractéristique moyenne correspondant à chaque durée d'immersion dans l'eau de mer. En effet, l'analyse de Weibull de composite DPFE18 non immergé à deux paramètres, présente une valeur de la résilience moyenne de l'environ de $[V] = 15.336 \text{ Kj/m}^2$ qui est très proche aux résultats obtenus par le calcul expérimental (Tableau 7.2). Cette valeur diminue progressivement avec l'augmentation de la durée d'immersion dans l'eau de mer. En effet, la résilience caractéristique moyenne est de l'environ de 14.134 Kj/m^2 , 10.610 Kj/m^2 et 6.150 Kj/m^2 de composite DPFE18 immergé pour les durées de 90 jours, 180 jours et 365 jours, respectivement. Par ailleurs, l'analyse de Weibull à trois paramètres présente des valeurs de la résilience moyenne moins importantes par rapport aux valeurs de l'analyse de Weibull à deux paramètres. Cette différence est due essentiellement à la présence d'une valeur minimale de résilience (x_{\min}) utilisée dans la distribution de Weibull à trois paramètres. Cette valeur -dite seuil de résilience- qui n'est égale pas à 0 indique que le matériau étudié DPE10 peut subir des dommages de choc lorsque la charge est supérieure à x_{\min} et inférieure à la résilience moyenne ($x_{\min} < X < [V]$). Contrairement à la distribution de Weibull à deux paramètres qui présente une charge maximale de la résilience.

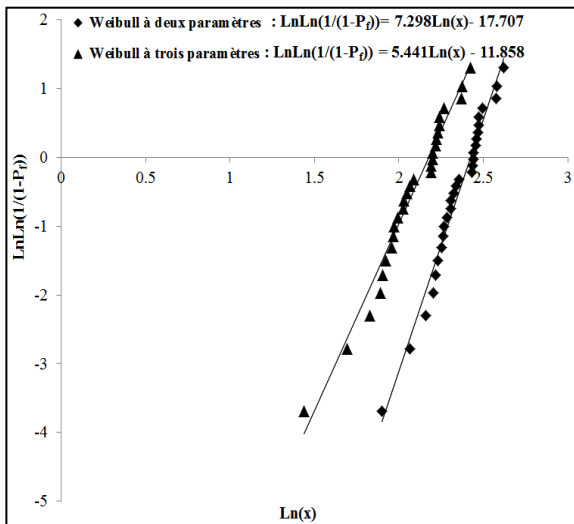
La probabilité de survie obtenue par l'analyse de Weibull à deux et à trois paramètres permet de fournir une meilleure compréhension du comportement mécanique vis-à-vis le chargement de choc des composites étudiés, et de calculer une infinité des probabilités de rupture en fonction de l'amplitude de la charge appliquée. La figure 7.11 (a), (b), (c) (d) présente les courbes de probabilité de survie DPFE18 pour un environnement sec, immersion de 90 jours dans l'eau de mer, 180 jours et 365 jours, respectivement. Alors, pour une probabilité de survie de 99% la résilience moyenne qui correspond à cette probabilité est de l'environ de 6.025 Kj/m^2 de composite DPFE18 non immergé (Figure 7.11.a). Pour la même probabilité de survie (99%), cette valeur de résilience devenue 6.025 Kj/m^2 pour le composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer pour une durée de 180 jours (Figure 7.11.c).



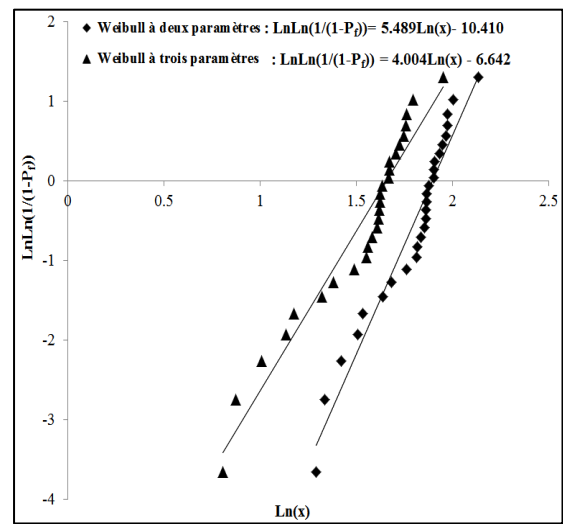
(a) Composite DPFE18 non immergé



(b) Composite DPFE18 immergé pour 90 jours



(c) Composite DPFE18 immergé pour 180 jours

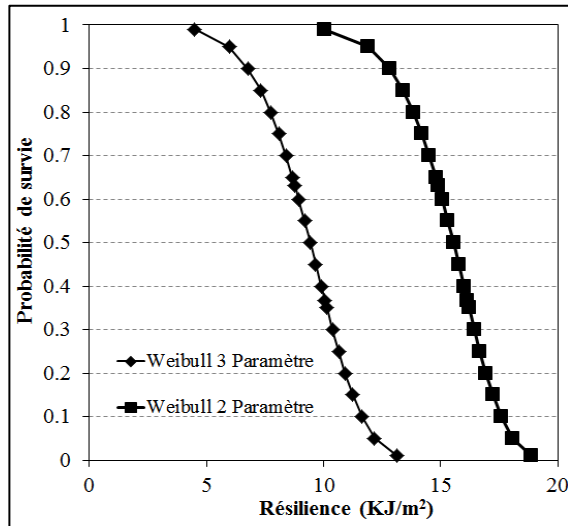


(d) Composite DPFE18 immergé pour 365 jours

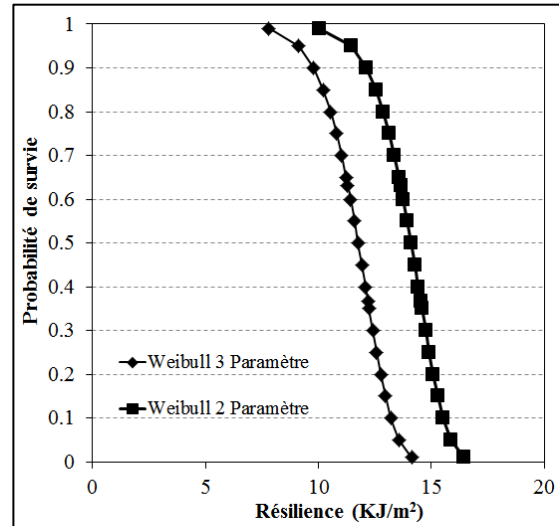
Figure 7.10 : Graphe de probabilité de Weibull de composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer.

Il est bien remarqué sur la figure 7.10 que les valeurs de la résilience obtenues par la probabilité de Weibull à deux et à trois paramètres sont différentes. En effet, pour une probabilité de survie de 90% avec la distribution de Weibull à trois paramètres, la résilience moyenne qui correspond à cette probabilité est de l'environ de 6.783 Kj/m^2 de composite DPFE18 non immergé (Figure 7.11.a). Cependant, pour la même probabilité de survie (90%), avec la distribution de Weibull à deux paramètres, cette valeur de résilience devient 12.812 Kj/m^2 pour le même composite

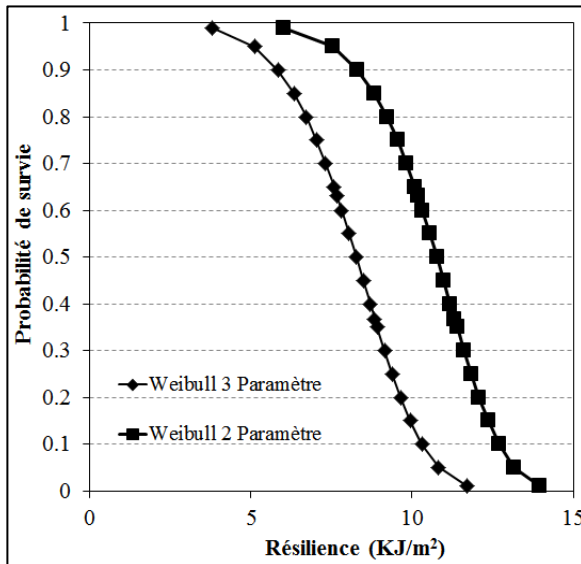
DPFE18. Donc, la distribution de Weibull à trois paramètres est fortement recommandée pour ce type de matériau, car elle assure plus de sûreté et de stabilité des éléments soumise au chargement de choc.



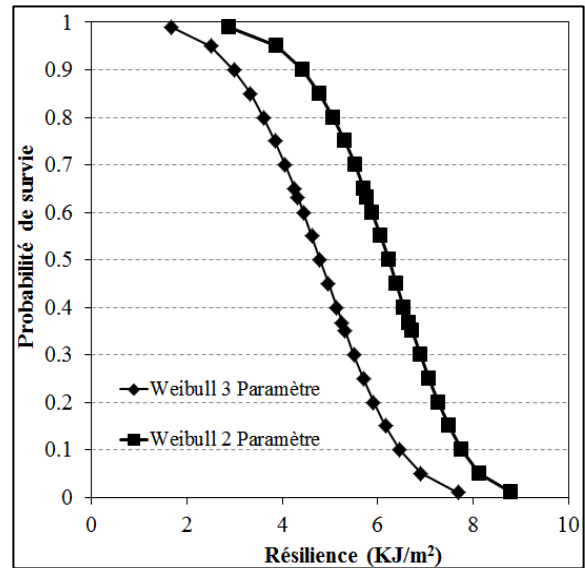
(a) Composite PDE18 non immergé



(b) Composite PDE18 immergé pour 90 jours



(c) Composite PDE18 immergé pour 180 jours



(d) Composite PDE18 immergé pour 365 jours

Figure 7.11 : Probabilité de survie du matériau composite DPFE18 immergé dans l'eau de mer.

Conclusion générale

Le but de cette recherche doctorale était d'établir les propriétés mécaniques et dynamiques du matériau composite constitué de fibres de palmier dattier et de résine époxy. Dans le but d'examiner l'influence du pourcentage de fibres sur la ténacité au choc dynamique, une série d'échantillons de DPFE a été confectionnée (en utilisant la technique de moulage au contact), et en exposant l'ensemble de ces échantillons à un environnement agressif tel que l'eau de mer.

Les résultats montrent que l'ajout de fibres de palmier dattier entraîne une amélioration significative des caractéristiques mécaniques des composites. En particulier, le composite DPFE18, contenant 18% de fibres, présente une résistance à la rupture supérieure, avec une augmentation de 42.71% par rapport à la résine époxy seule. Les courbes Force-Déplacement indiquent une linéarité jusqu'à la rupture, soulignant la fragilité et l'élasticité des matériaux. Les essais de flexion révèlent également que le composite DPFE18 a enregistré une contrainte de flexion plus élevée avant rupture, ce qui est attribué à l'efficacité du transfert de charge entre les fibres et la matrice époxy. En revanche, les défauts de fabrication influencent négativement les propriétés mécaniques, entraînant une dispersion des résultats.

En ce qui concerne les essais de choc Charpy, les composites renforcés présentent une résilience au choc supérieure à celle du matériau époxy non renforcé, confirmant que les fibres jouent un rôle d'obstacle à la propagation des fissures. L'approche de complaisance utilisée a permis de déterminer la ténacité dynamique, révélant que l'augmentation du pourcentage de fibres contribue à une meilleure résistance aux chocs. Par conséquent, l'intégration des fibres de palmier dattier dans une matrice époxy non seulement améliore les performances mécaniques, mais également offre un potentiel intéressant pour des applications dans des environnements exigeants.

Les tests d'immersion dans l'eau douce et l'eau de mer ont démontré que le taux d'absorption d'eau est fortement influencé par la nature et le pourcentage de renfort, ainsi que par la durée d'exposition. Les composites DPFE10 et DPFE18 atteignent des niveaux de saturation distincts, avec une absorption plus rapide dans l'eau douce que dans l'eau de mer, ce qui indique l'effet néfaste des sels marins sur le processus d'absorption.

Les matériaux DPFE10 et DPFE18 présentent des seuils de saturation différents, démontrant une absorption plus rapide dans l'eau douce que dans l'eau de mer. Cela suggère l'impact réducteur des sels marins sur le mécanisme d'absorption.

Les résultats montrent que le composite DPFE18, avec un pourcentage plus élevé de fibres, présente une capacité d'absorption supérieure, favorisée par la structure hydrophile des fibres. L'analyse des mécanismes de diffusion a révélé que les deux composites suivent un comportement pseudo-Fickien, avec une diffusion plus rapide dans l'eau douce.

Les essais menés sur les composites DPFE10 et DPFE18 révèlent que l'immersion prolongée dans l'eau de mer a un impact négatif significatif sur la ténacité au choc des matériaux composites en fibre de liège de palmier dattier. La dégradation observée est principalement causée par l'absorption d'eau qui entraîne un gonflement des fibres, une détérioration des interfaces fibre/matrice, et finalement une perte substantielle des propriétés mécaniques. Ces résultats soulignent l'importance d'évaluer la durabilité des matériaux composites dans des environnements marins pour leur application dans des structures exposées à ces conditions.

L'analyse statistique basée sur la distribution de Weibull a permis d'explorer en profondeur le comportement mécanique des matériaux composites en fibre naturelle (DPFE10 et DPFE18) soumis au chargement de choc. Les résultats montrent que l'immersion dans l'eau de mer a un impact significatif sur la résilience et la ténacité des composites, avec une diminution progressive des propriétés mécaniques observée au fur et à mesure que la durée d'immersion augmente. L'analyse a révélé que le composite DPFE18, bien que présentant initialement une meilleure résilience, subit également une dégradation importante sous immersion prolongée. Les résultats soulignent l'importance d'une conception attentive lors de l'utilisation de ces matériaux dans des environnements marins. En plus, les courbes de probabilité de survies établies sont d'une valeur considérable pour le concepteur, elles permettent de déterminer la résilience des matériaux testés (RE, DPFE10 et DPFE18) à n'importe quel pourcentage de survie.

Enfin, cette étude met en lumière l'importance d'intégrer des analyses statistiques robustes pour mieux comprendre et prédire le comportement des matériaux composites, ce qui est crucial pour leur application dans des conditions réelles.

Références bibliographiques

- [1]. Lepetit, A. (2017). *Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène*. Thèse de doctorat, université de Limoges; en cotutelle internationale avec université du Québec à Trois-Rivières.
- [2]. Djeghader, D. (2017). *Contribution à l'analyse du comportement des composites stratifiés jute/polyester et verre/polyester sous sollicitation cyclique et dynamique : Prise en compte de vieillissement*. Thèse de doctorat, université d'Annaba, Algérie.
- [3]. Merzoug, A. (2021). *Analyse dynamique d'un panneau sandwich à base de fibres naturelles*. Thèse de doctorat, université d'Oran, Algérie.
- [4]. Bel Haj Frej, H. (2020). *Étude du comportement mécanique et de la tenue en service de composites recyclables pour application nautique*. Thèse de doctorat, IMT Mines Alès, France.
- [5]. Liang, S. (2012). *Étude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales : Prise en compte de la variabilité des propriétés*. Thèse de doctorat, université de Bourgogne, France.
- [6]. Benchettah, S. E. (2021). *Étude d'un composite sergé verre-époxy pour construction navale*. Mémoire master, université d'Annaba, Algérie.
- [7]. Fitoussi, J. (1995). *Étude micromécanique de l'influence de l'endommagement à l'interface fibre/matrice sur le comportement de composites organiques à renforts discontinus*. Thèse de doctorat, ENSAM Paris, France.
- [8]. Chahraoui, Y. (2021). *Analyse numérique par la méthode des éléments finis du comportement en rupture des matériaux composites*. Thèse de doctorat, université de Sidi Bel Abbes, Algérie.
- [9]. Siegmann, A., Buchman, A., & Kenig, S. (1982). Residual stresses in polymers I: The effect of thermal history. *Polymer Engineering and Science*, 22(1), 40-47.

- [10]. Pham, H. T., Bosnyak, C. P., & Sehanobish, K. (1993). Residual stresses in injection molded polycarbonate rectangular bars. *Polymer Engineering and Science*, 33(12), 1634-1643.
- [11]. Pommier, S. (2017). *Mécanique des matériaux*, Master, université Paris-Saclay, France.
- [12]. Redjel, B., de Charentenay, F.X. (1991). Résistance au choc des matériaux composites SMC à base de résine phénolique. *Journal de Physique* 4, 297-304.
- [13]. Turner, C.E. (1973). Fracture Toughness and Specific Fracture Energy: A Re-analysis of Results. *Materials Science and Engineering*, 11(1), 275-282.
- [14]. Plati, E., Williams, J.C. (1975). The determination of fracture parameters in impact. *Polymer Engineering and Science*, 15(1), 46-51.
- [15]. Newman, G. V., Newman, R. A., Sengupta, A. K. (2001). Comparative assessment of light-cured resin-modified glass ionomer and composite resin adhesives: In vitro study of a new adhesive system. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics*, 119(3), 256-262.
- [16]. Haque, M. S., Islam, M.A. (2024). Waste natural fibers for polymer toughening and biodegradability of epoxy-based polymer composite through toughness and thermal analysis. *Heliyon*, 10, e28110.
- [17]. Daemi, A., Hamzeloo, S.R., Oskouei, A. R. (2025). On the interlaminar mode II fracture toughness evaluation of glass Fiber/Epoxy composites with cotton and kenaf natural fibers utilizing acoustic emission features. *Composite Structures*, 351, 118591.
- [18]. Ramirez, C., Agaliotis, E., Pettarin, V. (2024). Fracture toughness and overall characterization of PLA based biocomposites with natural fibers: A comparative study. *Polymer*. 307, 127309.
- [19]. Dharani Kumar, S., Aravindh, M., Manoj, V.K., Madhumithra, C., Kaviya, P., Yaswanth, S. (2023). Fracture toughness of bio-fiber reinforced polymer composites-a review, *Materials Today: Proceedings*.

- [20]. Al-Oqla, F. M., Sapuan, S. M. (2015). Mechanical properties of palm fiber reinforced polymer composites: A review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 34(19), 1615-1630.
- [21]. Kriket, A., Khaoua, M., Benmoussa, A. (2019). Effect of alkaline treatment on the mechanical properties of palm fibers reinforced epoxy composites. *Materials Today: Proceedings*, 16, 1009-1015.
- [22]. Bledzki, A. K., Gassan, J. (1999). Composites reinforced with cellulose based fibers. *Progress in Polymer Science*, 24(2), 221-274.
- [23]. Mohd Ishak, Z. A., Sapuan, S. M. (2016). A review on the mechanical properties of natural fiber reinforced polymer composites. *Materials Science Forum*, 855, 1-6.
- [24]. Sreekala, M. S., Thomas, S. (2003). Fiber reinforced phenolic composites: Effect of fiber surface modification on the mechanical properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 88(5), 1139-1148.
- [25]. Chilali, A. (2017). Étude expérimentale et modélisation de la durabilité des biocomposites à fibres de lin. Thèse de doctorat, université de Reims Champagne-Ardenne, France.
- [26]. Regazzi, A. (2013). Contribution à l'étude du vieillissement couplé thermo-hydro-mécanique de biocomposite PLA/lin. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, France.
- [27]. Testoni, G.A. (2015). In situ long-term durability analysis of biocomposites in the marine environment. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, France.
- [28]. Wang, W., Sain, M., Cooper, P.A. (2006). Study of moisture absorption in natural fibre composites. *Composites Sciences and Technology*, 66,379-86.
- [29]. Geroage, J., Carter, H. G., Kibler, K. G. (1978). Langmuir-type model for anomalous moisture diffusion in composite resins, *Journal of Composites Materials*, 12, 118-131.
- [30]. Dhakal, H.N., Zhang, Z.Y., Richardson, M.O.W. (2007). Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composites Science and Technology*, 67, 1674-1683.

- [31]. William, M.B., Dumolin, F., Hayward, D., Pethrick, A., Li, Z.C. (1996). Non-destructive examination of composite joint structures: a correlation of water absorption and high-frequency dielectric propagation. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 29(1), 233-239.
- [32]. Azwa, Z.N., Yousif, B.F., Manalo, A.C., Karunasena, W.(2013). A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Materials and Design*, 47(1), 424-442.
- [33]. Joseph, P. V., Rabello, M. S., Mattoso, L. H. C., Joseph, K., Thomas, S. (2002). Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Composites Science and Technology*, 62, 1357-1372.
- [34]. Fayolle, B., & Verdu, J. (2005). Vieillissement physique des matériaux polymères. *Techniques de l'Ingénieur*, AM3150, 1-19.
- [35]. Van Krevelen, D. W. (2009). *Properties of polymers*. Elsevier.
- [36]. Belhadj, M. (2019). *Plastification des composites à matrice thermoplastique renforcés de fibres courtes : étude expérimentale et modélisation par éléments finis*. Thèse de doctorat, université de Lorraine, France.
- [37]. Marouf, H. (2015). *Gonflement et diffusion dans les matériaux composites à matrice polymère : Modélisation et simulation numérique*. Thèse de doctorat, université de Lorraine, France.
- [38]. Verdu, J. (2000). *Action de l'eau sur les plastiques*. *Techniques de l'ingénieur*, AM(3165).
- [39]. Regazzi, A. (2013). *Contribution à l'étude du vieillissement couplé thermo-hydro-mécanique de biocomposite PLA/lin*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, France.
- [40]. Shalwan, A., Yousif, B.F. (2013). In state of art: Mechanical and tribological behaviour of polymeric composites based on natural fibers. *Materials & Design*, 48(1), 14-24.

- [41]. Florent, I. (2013). Caractérisation expérimentale et numérique du comportement mécanique des agro-composites renforcés par des fibres de chanvre. Thèse de doctorat, université de Technologie de Troyes, France.
- [42]. Sbiai, A. (2011). Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier : Effet de l'oxydation au tempo sur les fibres. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, France.
- [43]. Amrane, A. (2021). Étude du comportement en flexion d'un panneau à fibres naturelles courtes. Thèse de doctorat, université de Caen Normandie; en cotutelle internationale avec Université d'Oran.
- [44]. Arun, M., Vincent, S., Karthikeyan, R. (2020). Development and characterization of sisal and jute cellulose reinforced polymer composite. *Materials Today Proceedings*.
- [45]. Sauget, A. (2014). Développement de matériaux composites fibreux hautes performances à matrice bio-sourcée. Thèse de doctorat, université de Lorraine, France.
- [46]. Borchani, K. (2016). Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa. Thèse de doctorat, École Nationale d'Ingénieurs de Sfax, Tunisie.
- [47]. Saad, H. (2013). Développement de bio-composites à base de fibres végétales et de colles écologiques. Thèse de doctorat, université de Pau et des Pays de l'Adour, France.
- [48]. Banerjee, S., Patti, A. F., Ranganathan, V., Arora, A. (2019). Hemicellulose based biorefinery from pineapple peel waste: Xylan extraction and its conversion into xylooligosaccharides. *Food and Bioproducts Processing*, 117, 38-50.
- [49]. Nenonene, A. (2009). Élaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage. Thèse de doctorat, université de Toulouse, France.
- [50]. Ragoubi, M. (2010). Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne. Thèse de doctorat. université Henri Poincaré Nancy 1, France.

- [51]. Ville, H. (2011). Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non. Thèse de doctorat, École des Mines d'Alès, France.
- [52]. Dallel, M. (2012). Évaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil. Thèse de doctorat, université de Haute Alsace, France.
- [53]. Sedan, D. (2007). Étude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment : influence sur les propriétés mécaniques du composite. Thèse de doctorat, université de Limoges, France.
- [54]. Usman Khan, M., Kiaer Ahring, B. (2020). Anaerobic digestion of biorefinery lignin: Effect of different wet explosion pretreatment conditions. *Bioresource Technology*, 298, 122537.
- [55]. Djoudi, T. (2019). Élaboration et caractérisation de composites bio-sourcés à base de fibres de palmier. Thèse de doctorat, université de biskra, Algérie.
- [56]. Yoo, C. G., Meng, X., Pu, Y., Ragauskas, A. J. (2020). The critical role of lignin in lignocellulosic biomass conversion and recent pretreatment strategies: A comprehensive review. *Bioresource Technology*, 301, 122784.
- [57]. Jiang, Y., Xu, Y., Li, F., Li, D., Huang, Q. (2020). Pectin extracted from persimmon peel: A physicochemical characterization and emulsifying properties evaluation. *Food Hydrocolloids*, 101, 105561.
- [58]. Noguchi, M., Hasegawa, Y., Suzuki, S., Nakazawa, M., Ueda, M., Sakamoto, T. (2020). Determination of chemical structure of pea pectin by using pectinolytic enzymes. *Carbohydrate Polymers*, 231, 115738.
- [59]. Kriker, A. (2005). Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec. Thèse de doctorat, École Nationale Polytechnique, Algérie.
- [60]. Meliani, K. (2022). Analyse du composite à fibres végétales renforcé par des nanoparticules. Thèse de doctorat, École Nationale Polytechnique, Algérie.

- [61]. Djebbloun, A. (2018). Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales. Thèse de doctorat, université de Biskra, Algérie.
- [62]. Messar, E. M. (1996). Le secteur phoenicicole algérien: Situation et perspectives à l'horizon 2010. *Options Méditerranéennes*, 28, 23-44.
- [63]. Ouarek, Z., & Tidjani, N. (2022). L'état actuel et les moyens de lutte contre *Oligonychus afrasiaticus* (cas : palmeraies Oued Souf). Mémoire de fin d'études, Université d'El-Oued, Algérie.
- [64]. Direction du Service Agricole d'El Oued (DSA). (2020). Bilan statistiques 2019.
- [65]. Medeiros, E. S., Mattoso, L. H. C., Sreekumar, P. A., Joseph, K. (2009). Role of interface in lignocellulosic fiber reinforced polymer composites. In M. T. Khan, A. Khan, R. B. Sunkar (Eds.), *Natural fibre reinforced polymer composites*, 267-298. Woodhead Publishing.
- [66]. Van de Weyenberg, I., Chi Truong, T., Vangrimde, B., Verpoest, I. (2006). Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37, 1368-1376.
- [67]. John, M. J., Anandjiwala, R. D. (2008). Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites. *Polymer Composites*, 29(2), 187-207.
- [68]. Bump, M. M. B. (2001). The effect of chemistry and network structure on morphological and mechanical properties of diepoxide precursors and poly (hydroxyethers). Doctoral thesis, university of Virginia.
- [69]. Li, X., Tabil, L. G., Panigrahi, S. (2007). Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: A review. *Journal of Polymers and the Environment*, 15(1), 25-33.
- [70]. ASTM D 5083-10e1, Standard Test Method for Tensile Properties of Reinforced Thermosetting.

- [71]. Plastics Using Straight-Sided Specimens, ASTM International, West Conshohocken, PA, (2010). et ASTM D3039 [ASTM D3039 / D3039M-14, Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix.
- [72]. Composite Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, (2014).
- [73]. ASTM D790-15e2, (2015). Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, Ou de la future norme ISO 14125.
- [74]. ISO 14125, (1998). International Organization for Standardization, Fibre-reinforced plastic composites Determination of flexural properties Composites plastiques renforcés de fibres Détermination des propriétés de flexion.
- [75]. ISO 179. (2010) International Organization for Standardization, Plastiques. Détermination des Caractéristiques au choc Charpy. Essai de choc non instrumenté.
- [76]. NF EN 10045-2. (1992). Matériaux métalliques - Essai de flexion par choc sur éprouvette Charpy Partie 2: vérification de la machine d'essai (mouton-pendule). DIN 51 222.
- [77]. DIN 51 222. (1990). Materials testing machines - Impact test - Particular requirements on pendulum impact testing machines with a capacity of nominal energy ≤ 50 J and verification, et ASTM D 256.
- [78]. ASTM D256-10e1, (2010). Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics, ASTM International, West Conshohocken, PA.
- [79]. DIN EN ISO 179-1 Plastics – Determination of Charpy impact properties Part 1: Non-instrumented impact test (ISO 179-1 : 2000).
- [80]. Williams, D., Callister, J. (2018). Materials science and Engineering, An Introduction 10th Editio. John Wiley & Sons, Inc.
- [81]. Solaimurugan, R. Velmurugan, (2008). Influence of in-plane fibre orientation on mode I interlaminar fracture toughness of stitched glass/polyester composites, Composites Science and Technology 68, 1742–1752.

- [82]. Marshall, G. P., Williams, J. G., Turner, C. E., (1973). Fracture toughness and absorbed energy measurements in impact tests on brittle materials, *Journal of Materials Science*, 8, 949–956.
- [83]. Kushwaha, PK., Kumar, R., (2010). Studies on water absorption of bamboo-epoxy composites: effect of silane treatment of mercerized bamboo. *Journal of Applied Polymer Science*, 115, 1846-1852.
- [84]. Dhakal, H.N., Zhang, Z.Y., Richardson, M.O.W. (2007). Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composites Science and Technology*, 67, 1674-1683.
- [85]. Sen, I., Aral, A., Seki, Y., Sarikanat, M., Sever, K. (2012). Variations of mechanical properties of jute/polyester composite aged in various media. *Journal of Composite Materials*, 46(18) 2219–222.
- [86]. Akil, H.M., Omar, M.F., Mazuki, A.A.M., Safiee, S., Ishak, Z.A.M., Abu Bakar, A. (2011). Kenaf fiber reinforced composites: A review. *Materials & Design*, 32, 4107-4121.
- [87]. Drużyńska, M. G., Czubenko, J. O. (2012). Mechanism of water diffusion into noncrosslinked and ionically crosslinked chitosan membranes, *Progress on Chemistry and Application of Chitin and Its Derivatives*, 27, 59-66.
- [88]. Kim H. J, Seo DW. (2006). Effect of water absorption fatigue on mechanical properties of sisal textile-reinforced composites. *International Journal of Fatigue*, 28, 1307–1314.
- [89]. Garlotta D. (2001). A literature review of poly (lactic acid). *Journal of Polymers and the Environment*, 9, 63–84.
- [90]. Yew G, Mohd Yusof A, Mohd Ishak Z., Ishiaku U. (2005). Water absorption and enzymatic degradation of poly (lactic acid)/rice starch composites. *Polymer Degradation and Stability*, 90, 488–500.
- [91]. Sujon, M.A.S., Habib, M.A., Abedin, M.Z. (2020). Experimental investigation of the mechanical and water absorption properties on fiber stacking sequence and orientation of

- jute/carbon epoxy hybrid composites. *Journal of Materials Research and Technology*, 9, 10970-10981.
- [92]. Srihari, B., Anbuhezhiyan, G. (2022). Comparative investigation of impact strength and water absorption characteristics of novel grass powder blended GFRP and jute fibre blended GFRP with plain GFRP. *Materials Today: Proceedings*, 69, 1061-1065.
- [93]. Ravindran, S., Sozhamannan, G.G., Venkatachalapathy, V.S.K. (2022). Mechanical and water absorption behaviour on silane treated jute fiber based natural composites. *Materials Today: Proceedings*, 68, 2134-2141.
- [94]. Maslinda A.B., Abdul Majid M.S., Ridzuan M.J.M., Afendi M., Gibson A.G. (2017) Effect of water absorption on the mechanical properties of hybrid interwoven cellulosic-cellulosic fibre reinforced epoxy composites. *Composite Structures*, 167, 227-237.
- [95]. Karaduman Y, Onal L. (2011). Water absorption behavior of carpet waste jute-reinforced polymer composites. *Journal of Composite Materials*, 45(15), 1559-1571.
- [96]. Yan,L. Chouw, N. (2015). Effect of water, seawater and alkaline solution ageing on mechanical properties of flax fabric/epoxy composites used for civil engineering applications. *Construction and Building Materials*, 99, 118-127.
- [97]. Ashori, A., Nourbakhsh, A. (2008). A comparative study on mechanical properties and water absorption behavior of fiber-reinforced polypropylene composites prepared by OCC fiber and aspen fiber, *Polymer Composites*, 29, 574-578.
- [98]. Pandian, A., Vairavan, M., Thangaiah, W.J.J., Uthayakumar, M. (2014). Effect of Moisture Absorption Behavior on Mechanical Properties of Basalt Fibre Reinforced Polymer Matrix Composites. *Journal of Composites*.
- [99]. Bismark, A., Aranberri-Askargorta, I., Springer, J., Lampke, T., Wielage, B., Artemis Stamboulis, A., Shenderovich, I., Limbach, H.H. (2002). Surface Characterization of Flax, Hemp and Cellulose Fibers; Surface Properties and the Water Uptake Behavior, *Polymer Composites*, 23, 872-894.

- [100]. Alaneme, K.K., Oke, S.R., Omotoyinbo, J.A. (2013). Water absorption characteristics of polyester matrix composites reinforced with oil palm ash and oil palm fibre. *Usak University Journal of Material Sciences* 2, 109 – 120.
- [101]. Al-Maghribi, A. (2008). Comportement des matériaux composites à fibres courtes : Applications à l'impact basse vitesse. Thèse de doctorat, université Paul Sabatier Toulouse, France.
- [102]. Mohd, S., Bhuiyan, S., Nie, D., Otsuka, Y., Mutoh, Y. (2016). Fatigue strength scatter characteristics of JIS SUS630 Stainless Steel with duplex S-N curve. *International Journal of Fatigue*, 82, 371-378.
- [103]. Ghavijorbozeh, R., Hamadani, A.Z. (2017). Application of the mixed Weibull distribution in machine reliability analysis for a cell formation problem. *International Journal of Quality & Reliability Management*, 34, 53-67.
- [104]. Marques, L. F. N., Santos, E. B. F., Gerlich, A. P., Braga, E. M. Fatigue life assessment of weld joints manufactured by GMAW and CW-GMAW processes. *Science and Technology of Welding and Joining*, 22.
- [105]. Khashaba, U.A., Aljinaidi, A.A., Hamed, M.A. (2017). Fatigue and reliability analysis of nano-modified scarf adhesive joints in carbon fiber composites. *Composites Part B: Engineering*, 120, 103-117.
- [106]. Weibull, W. (1951). A Statistical Distribution Function of Wide Applicability. *Journal of Applied Mechanics*, 18, 293-297.
- [107]. Hwang, W., Han, K. S. (1987). Statistical study of strength and fatigue life of composite materials. *Composites*, 18 (1), 47-53.
- [108]. Haidyrah, A. S., Newkirk, J., Castano, C. (2016). Weibull statistical analysis of Krouse type bending fatigue of nuclear materials, *Journal of Nuclear Materials*, 470, 244-250.
- [109]. Wang, Y., Yu, W., Wang, F. (2017). Experimental evaluation and modified Weibull characterization of the tensile behavior of tri-component elastic-conductive composite yarn”, *Textile Research Journal*, 88 (10), 1138-1149.

- [110]. Cacciari, M., Montanari, G., Fothergill, J. (1986). Estimating the Cumulative Probability of Failure Data Points to be Plotted on Weibull and other Probability Paper, *IEEE Transactions on Electrical Insulation*, 25(3), 489-492.
- [111]. Nilakantan, G., Ahmad, A. O., Keefe, M., Gillespie, J. (2011). Experimental evaluation and statistical characterization of the strength and strain energy density distribution of Kevlar KM2 yarns: exploring length-scale and weaving effects, *Journal of Composite Materials*, 45(17), 1749–1769.
- [112]. Bohoris, G. A. (1994). Gamma function tables for the estimation of the mean and standard deviation of the Weibull distribution, *Quality and Reliability Engineering International*, 10, 105-115.
- [113]. Zhou, G., Davies, G. A. O. (1995). Characterization of thick glass woven roving/polyester laminates: 2. Flexure and statistical consideration. *Composites*, 26(8), 587-596.
- [114]. Revol, B. P., Thomassey, M., Ruch, F., Nardin, M. (2016). Influence of the sample number for the prediction of the tensile strength of high tenacity viscose fibres using a two parameters Weibull distribution. *Cellulose*, 23(4), 2701–2713.
- [115]. Khashaba, U. A. (2003) Fatigue and Reliability Analysis of Unidirectional GFRP Composites under Rotating Bending Loads. *Journal of Composite Materials*, 37(4), 317-331.