Etude de caractérisation des propriétés des Biocomposites à fibres courtes d'alfa / polypropylène: Effet de l'Anhydride Maléique

MokhtarKHALDI[1,*], B. AOUR[2],M. M. BOUZIANE[1], F. KHELIL[1,2], A. VIVET[3]
[1]Mustapha Stambouli University of Mascara, Algeria
*Contact: mokhtar.khaldi@univ-mascara.dz
[2]Laboratory of Applied Biomechanics and Biomaterials (LABAB), National Polytechnic School of Oran, Algeria
[3]CIMAP, F-14032 Caen; CNRS, UMR 6252, CEA, Ensicaen; Université de Normandie, France

Résumé - *Dans ce travail, nous présentons les résultats de la caractérisation d'un matériau biocomposite (polypropylène / fibre d'alfa courte), pour différents niveaux de fibres (0%, 15% et 30%) non traitées et traitées à l'anhydride maléique. Pource faire, des échantillons ont été fabriqués conformément à la norme ISO 3167-A et testés sous charge statique. Les résultats obtenus montrent qu'en augmentant le taux de fibres de 30%, on aura une amélioration de la rigidité du biocomposite de 215% et que le traitement à l'anhydride maléique améliore également les propriétés de l'interface en augmentant la résistance à la rupture de 71,2%.*

MOTS-CLÉS : Biocomposite,Fibre Alfa, Polypropylène, Rigidité, Interface, Résistance à la rupture.

I. INTRODUCTION

Au cours de ce vingt-et-unième siècle, les préoccupations écologiques et environnementales se multiplient. Une grande attention est accordée à l'utilisation des fibres végétales dans le domaine des matériaux composites. Ainsi, l'usage de fibres végétales constitue une solution desubstitution aux fibres de synthèse, pour une large gamme de composites industriels.Comparées aux fibres classiquement utilisées dans le renforcement des matériaux et structures en composites, telles que les fibres de verre, kevlar, .., les fibres végétales possèdent des propriétés mécaniques plus faibles. Cependant, ces fibres ont des densités moins élevées, et donc des rapports spécifiques

propriétés/densité comparables aux fibres de verre [1]. De telles propriétés peuvent toujours convenir pour des applications où les niveaux de sollicitations sont limités et où le souci de légèreté combiné à un grain des coûts est recherché [2]. L'utilisation de ces fibres dans des matériaux composites, surtout à matrices thermoplastiques, présente un atout écologique [3].

Les fibres végétales ont séduit les chercheurs et les scientifiques en tant que renforcement alternatif des polymères en raison des avantages qu'elles présententpar rapport aux fibres synthétiques, tel que leurs propriétés spécifiques élevées, leur biodégradabilité, leur abondance, leur faible coût de production: jusqu'à neuf fois moins chères que les fibres de carbone et jusqu'à cinq fois moins chères que les fibres de verre [4]. Elles sont issues des parties renouvelables des plantes [5]. Elles présentent un faible impact environnemental. La production des fibres végétales nécessite six fois moins d'énergie que la production des fibres de verre et douze fois moins que la production des fibres de carbone. Les composites à fibres naturelles utilisent, au cours de leur cycle de vie, 45% de moins d'énergie que les composites à fibre de verre, et conduisent à moins d'émissions atmosphériques [6]. Ces atouts ont attiré de nombreuses industries comme l'automobile, les infrastructures, le sport, etc.

Malgré leurs avantages, les fibres naturelles présentent également des inconvénients. Les principaux inconvénients des fibres naturelles dans les composites sont dus à leur nature hydrophile, ce qui attire l'humidité et affaiblit la liaison fibre-matrice, dans les composites à matrice thermoplastique hydrophobe [7]. En dehors de cela, les fibres naturelles présentent également des variations dimensionnelles et une faible stabilité thermique.

L'un des moyens les plus efficaces pour remédier à ces défauts dans les composites renforcés par des fibres végétales est l'ajout d'un élément de couplage,l'anhydride maléique.L'ajout de l'anhydride maléique lors de la préparation des composites renforcés de fibres végétales pourrait réduire leur sensibilité à l'humidité et améliorer leur résistance mécanique.

L'objectif principal de ce travail est de présenter des biocomposites

alfa/PPet alfa/MAPP, partiellement biosourcés, afin de valoriser la fibre d'alfa, très répondue dans notre pays, pour des applications dans le domaine des matériaux composite.

II. MATERIAUX ET ESSAIS

II. 1. FIBRES D'ALFA

II.1.1. TRAITEMENT ET EXTRACTION

Les fibres d'alfa sont extraites des tiges d'alfa brut (figure 1), récoltées dans la commune de Bouktob wilaya d'El Bayed à l'ouest Algérien. Dans cette étude, nous avons opté pour un traitement alcalin (NaOH) des fibres. En plus, le but de ce travail est de trouver un matériau écologique compétitif possédant de bonnes propriétés mécaniques.

Premièrement, on commence par tremper les fibres dans l'eau salée (35g/*l*) à une température de 60°C pendant 24 heures. Ce lavage par l'eau salée permet d'éliminer les saletés, les poussières et une partie des cires. La deuxième étape consiste à laver les fibres avec de l'eau distillée et les mettre ensuite dans une solution à 5% en NAOH à une température de 160 °C pendant 1h 30 mn [8]. Enfin, les fibres sont lavées plusieurs fois avec l'eau distillée et séchées à l'étuve pendant 12 h à une température de 105°C. L'ensemble des travaux d'extractions faites en amont sur la fibre d'Alfa (broyage, lavage, traitement alcalin, séchage) ont été réalisés au laboratoire *LEPAMAP,* Département de génie chimique, Université de Gérone, Gérone, Espagne.

Fig. 1 : Balles des tiges d'alfa.

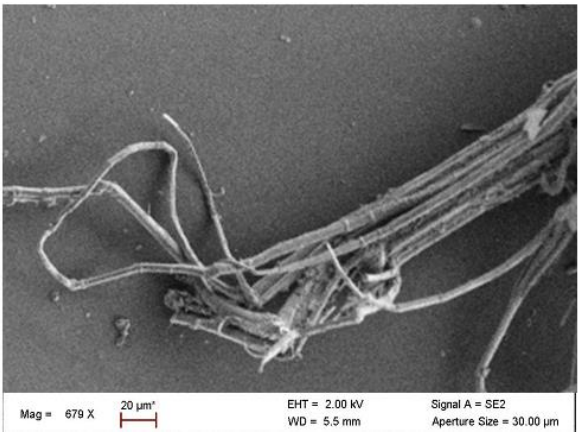
II.1.2. COMPOSITION CHIMIQUE ET PROPRIETES MECANIQUE

L'alfa est une plantes méditerranéenne de structure hétérogène constituée principalement de cellulose (40 –50 %), de lignine (17.71 – 24 %), d'hémicellulose (22.15 –28 %) et de 5% de cire [1]. En conséquence les fibres d'alfa sont très anisotropes comme la plupart des fibres naturelles. Les fibres d'alfa sont extraites des tiges d'alfa brutes (figure 1), récoltées dans la région d'El Bayad, dans les hauts plateaux de l'ouest Algérien, par différents procédés telles que l'extraction mécanique et chimique [8]. Elles sont utilisées, à l'état brut pour la fabrication artisanale d'objets et à l'état extrait dans l'industrie papetière. Les fibres d'alfa sont de section circulaire avec une zone creuse centrale (figure 2b). Leur densité est faible (1400 kg/m^3)[1], elles sont biodégradables et proviennent des partiesrenouvelables.

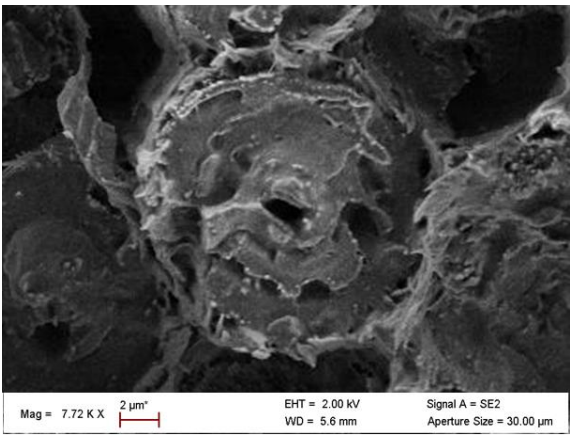
Les propriétés mécaniques des fibres végétalessont influencées par plusieurs facteurs, entre autres, l'origine de la plante, la variété, les conditions de croissance et de récolte. Ce qui explique la différence entre les valeurs trouvées dans la littérature, illustrées dans le tableau 1 :

Tableau 1 : Propriétés Longitudinales des Fibres d'Alfa.

References	**E_L[GPa]**	**σ_r [Mpa]**	**ε_r %**
Khaldi et al. 2016 [8]	28.43 ± 4.07	474.43 ± 103.44	2,43 ± 0.58
Bessadok et al. 2009 [9]	71 ± 23	1480 ± 800	2.8 ± 2



a



b

Fig. 2 : Cliché MEB d'une vue longitudinale et transversale des fibres élémentaires d'alfa.

II.2.2. MATRICE POLYPROPYLENE

Nous proposons d'élaborer des composites à base de fibres courtes d'alfa et d'une matrice thermoplastique, semi-cristalline et très utilisé dans l'industrie, connue pour son faible coût, le Polypropylène (PP). Ce dernier est doté de propriétés mécaniques acceptables en traction. Il possède également une bonne résistance au choc et à la corrosion. Pour renforcer l'interface fibre-matrice, nous avons utilisé un agent de couplage qui est l'anhydride maléique.

II.3. MISE EN ŒUVRE DES COMPOUNDS PP/ALFA

Pour notre étude, six configurations de composites ont été réalisées. Notre premier composite est constitué en masse avec 85 grammes de Polypropylène et de 15 grammes de fibres d'alfa traitées, ensuite un deuxième composite constitué de 70 grammes de Polypropylène et de 30 grammes de fibres d'Alfa traitées.

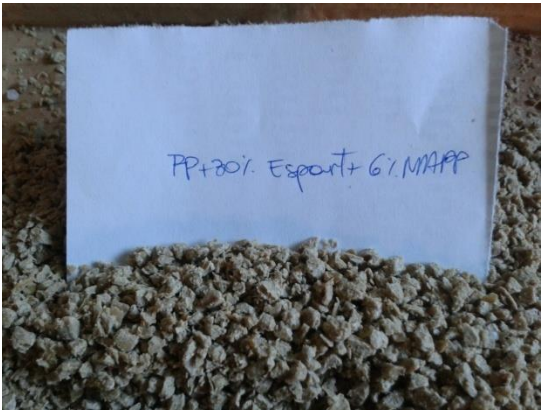
Pour renforcer l'interface fibre-matrice, nous avons élaboré un troisième composite constitué de 15 grammes de fibres, 3 grammes d'anhydride maléique et 82 grammes de polypropylène.

Le quatrième composite contient 15 grammes de fibres d'Alfa, 6 grammes d'anhydride maléique et 79 grammes de polypropylène.

Le cinquième composite contient 30 grammes de fibres d'Alfa, 3 grammes d'anhydride maléique et 67 grammes de polypropylène.

Le sixième composite contient 30 grammes de fibres d'Alfa, 6 grammes d'anhydride maléique et 64 grammes de polypropylène.

Le mélange a été fait mécaniquement grâce à une extrudeuse mono-vis fonctionnant à une vitesse de 150 trs/mn. Les zones du cylindre de l'extrudeuse à partir de la trémie d'alimentation ont été chauffées à 190°C. Le fils sortant de l'extrudeuse a été ensuite broyé pour obtenir des compounds de 2 à 5 mm de long (figure 3). Les travaux d'extrusion des compounds PP/Alfa et la campagne d'injection des éprouvettes normalisées (figure 4) ont été effectués au laboratoire *LEPAMAP,* Département de génie chimique, Université de Gérone, Gérone, Espagne.



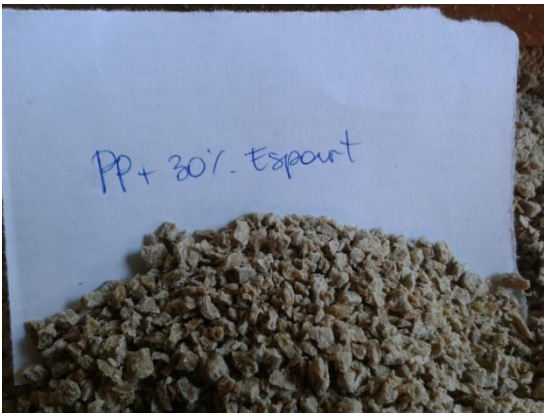


Fig. 3 : Compounds élaborés par le procédé d'extrusion.

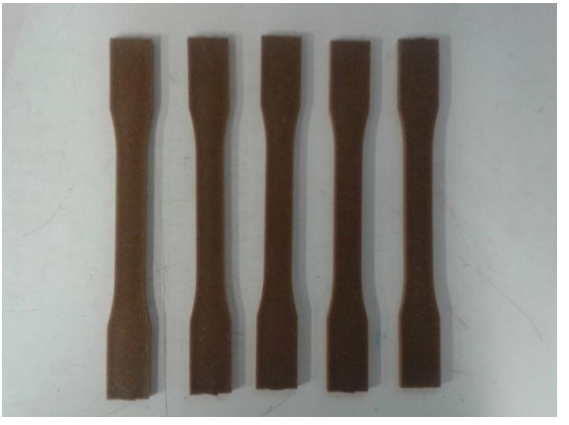


Fig. 4 : Eprouvettes Haltères selon la norme ISO 3167-A.

II.4. ESSAI DE TRACTION

Les éprouvettes réalisées ont été testées dans un environnement contrôlé en température et humidité, au laboratoire CIMAP de l'université de Caen Normandie, sur une machine de traction universal MTS Criterion type 43 équipée d'une cellule de charge de 5 KN. Pour l'essai de traction monotone, la vitesse de l'essai est de 2 mm/min jusqu'à rupture conformément à la norme ISO 3167-A. Les propriétés obtenues, à partir de ces tests, sont détaillées dans les tableaux 2, 3 et 4. Pour chaque configuration de composite, cinq éprouvettes ont été testées.

III. RESULTATS ET DISCUSSIONS

Les résultats de la compagne d'essais réalisés illustrés sur le tableau 2, montrent que l'incorporation des fibres d'alfa dans une matrice polypropylène permet de renforcer la rigidité et l'ajout de l'agent de couplage, l'anhydride maléique, permet d'améliorer l'interface fibre d'alfa/matrice polypropylène.

Tableau 2 : Propriétés mécaniques en traction du composite PP/alfa, sans agent de couplage (MA-PP).

Taux de fibres (%)	E (GPa) 0% MA-PP	σ (MPa) 0% MA-PP	ε (%) 0% MA-PP
0	1.3±0.2	27.5±0.5	11.6±0.2
15	2.15±0.2	30.05±0.8	4.05±0.2
30	2.8±0.23	33.17±0.6	3.15±0.16

Tableau 3 : Propriétés mécaniques en traction du composite PP/alfa, avec3% d'agent de couplage (MA-PP).

Taux de fibres (%)	E (GPa) 3% MA-PP	σ (MPa) 3% MA-PP	ε (%) 3% MA-PP
0	1.3±0.2	27.5±0.5	11.6±0.2
15	2.16±0.3	34.13±0.95	4.45±0.2
30	2.82±0.21	44.6±1.3	3.67±0.1

Tableau 4 : Propriétés mécaniques en traction des composites renforcés, avec addition d'un agent de couplage (6% MA-PP)

Taux de fibre (%)	E (GPa) 6% MA PP	σ (MPa) 6% MA PP	ε (%) 6% MA PP
0	1.3±0.2	27.5±0.5	11.6±0.2
15	2.13±0.3	37.05±0.6	3.85±0.2
30	2.8±0.2	47.1±1.53	3.77±0.1

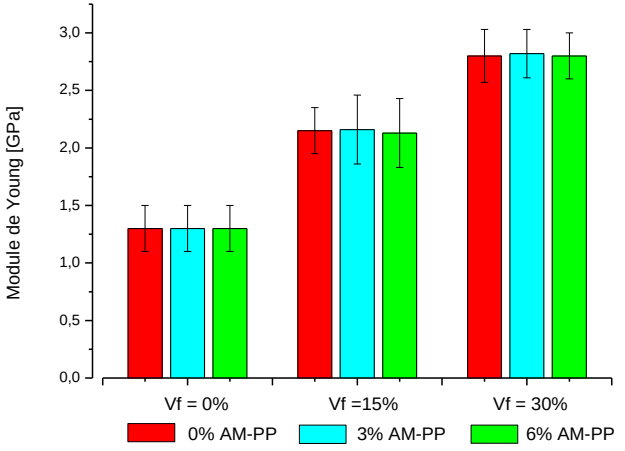


Fig. 5 : Valeurs moyennes du module d'élasticité Epour différents taux de fibres avec et sans agent de couplage.

Comme indiqué dans la figure 5, pour une augmentation du taux de fibre de 15%, le module de Young croit de 65, 38 %. Dans le cas ou le taux de fibres passe à 30%, le module de Young est doublé. Pour le traitement à 3 et 6% à l'anhydride maléique, il n'y a pas eu de différence significative dans l'évolution du module de Young.

Dans les résultats illustrés dans la figure 6, nous remarquons qu'un taux de fibres de 30 % améliore la résistance à la rupture de 20% en absence d'agent de couplage. Avec l'ajout d'un compatibilisant, l'anhydride maléique de 3%, cette résistance est améliorée de 62,18 %, et 6% d'anhydride maléique augmente la résistance à la rupture de 71,2 %.

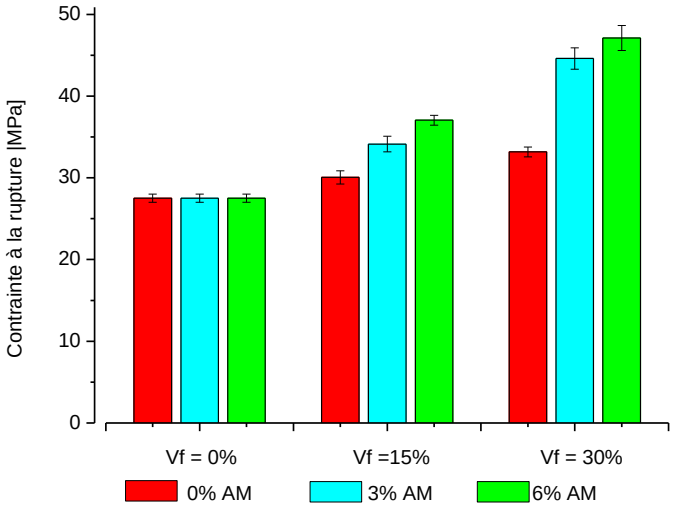


Fig. 6 : Evolution de la résistance à la rupture pour différents taux de fibres, avec et sans agent de couplage.

IV.CONCLUSION

Dans la présente étude, nous proposons de valoriser la plante végétale d'Alfa, sous forme de fibres courtes en vue de renforcer par extrusion dans une première étape, puis par injection, des matrices polymères, en l'occurrence le Polypropylène (PP). Une première étape consiste à extraire la fibre courte utilisée comme renfort, il s'en suit une extrusion de compounds biphasés à base de matrice polypropylène PP. Une seconde étape, réalisée par la suite, concerne la caractérisation statique par traction d'un biocomposite PP-Alfa obtenu à l'aide du moulage par injection. L'objectif est d'obtenir une mesure expérimentale des propriétés mécaniques. Pour améliorer les propriétés de l'interface, nous avons introduit un agent compatibilisant, l'anhydride maléique. Les résultats obtenus montrent que l'augmentation du taux de fibre de 30 % améliore la rigidité du biocomposite de 215% et le traitement avec l'anhydride maléique à 6% améliore les propriétés de l'interface en augmentant la résistance à la rupture de 71,2 %.

REFERENCES

[1] M. Khaldi, A Vivet, C Poilâne, Bessem Ben Doudou, J Chen, A Bourmaud, Z Sereir. Etude en rupture d'un composite à fibres végétales d'Alfa. Conférence Matériaux 2014 - Colloque Ecomatériau, Nov 2014, Montpellier, France.

[2] L. Salmén. Micromechanical understanding of the cell wall structure. Compte Rendus Biologies, 327 :873–880, (2004).

[3]S. Bouzouita, Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel. Thèse de École Centrale de Lyon, France (2011).

[4] Y. Li , Mai Y-W et Ye L. Sisal fibre and its composites: a review of recent developments. Composites Science and Technology, 60, 2037-2055. (2000).

[5] N. Dujardin, Un matériau biosourcé de choix : les fibres naturelles. Caractérisations et applications. 25èmes Journées Scientifiques de l'Environnement – L'économie verte en question, 18 - 20 février 2014.

[6] S.V.Joshia, L.T. Drzalb, A.K. Mohanty, S. Arora, Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?; Composites: Part A 35, 371- 376, (2004).

[7] Ramesh Kumar. D and Mohanraj/ P,"Review on natural Fiber in various pretreatment conditions for preparing perfect fiber". Asian Jour of Appl Sci and Tech. 1(2), 66-78. (2017).

[8]M. Khaldi M., A. Vivet, A. Bourmaud, Z. Sereir, B. Kada., Damage Analysis of Composites Reinforced with Alfa Fibers: Viscoelastic behavior and debonding at the fiber/matrix interface. Journal of Applied Polymer Science, 133(31), (2016).

[9]A. Bessadok, S. Marais, F. Gouanvé, L. Colasse, I. Zimmerlin, S. Roudesli and M.Métayer « Effect of chemical treatments of Alfa(Stipatenacissima)

fibres on water-sorption properties», Composites Science and Technology,Vol 67, pp.685-697, 2009.