

Influence du vieillissement en humidité relative sur les propriétés mécaniques des fibres de chanvre

S. JIN et X.L.GONG

LASMIS, Institute Charles Delaunay, UTT, UMR CNRS STMR 6279, 10010, Troyes, France

Résumé:

L'utilisation des fibres de chanvre dans une matrice polymère présente de nombreux avantages par rapport aux composites renforcés par des fibres artificielles. La compréhension du comportement mécanique de leur tenue au cours du temps est un point décisif dans leur utilisation future. L'effet du vieillissement de ces fibres modifie largement leur apparence et aussi des propriétés mécaniques. Cette étude consiste à caractériser le comportement mécanique des fibres de chanvre vierges et vieilles en humidité relative à l'aide des essais de micro traction. Le traitement du vieillissement en humidité dans une enceinte de vieillissement permet de simuler et d'accélérer le vieillissement naturel. L'influence du vieillissement en humidité sur les propriétés mécaniques de fibres de chanvre a été mise en évidence. Des analyses microscopiques, de la variation de masse et de l'évolution de largeur nous permettent de mieux comprendre le mécanisme de cette influence.

Abstract:

Application of hemp fibres reinforced polymer composites has many advantages compared with synthetic fibres (carbon, glass) reinforced composites. The mechanical behaviour under environmental conditions is crucial to the future applications. Aging effects can not only change the appearance of hemp fibres but also decrease its mechanical properties. This study is to characterize the mechanical behaviour of original fibres and moisture aging fibres by means of a micro tensile test. The moisture aging in an aging test machine is to simulate and accelerate the natural ageing. The influence of humidity aging on the mechanical properties of hemp fibres is investigated. The microscope analysis, the change of weight and the change of width allow to completely understand the mechanism of moisture aging.

Mots clefs: fibre de chanvre, essais statiques, propriétés mécaniques,

1 Introduction

Depuis ces dernières années, les études des matériaux composites à base de fibres végétales se sont intensifiées. Une grande partie de la littérature se concentre sur des fibres de bois et le comportement au vieillissement des composites renforcés par ces fibres [1-2], il y a très peu de recherche sur le comportement au vieillissement des fibres de chanvre à notre connaissance. Dans leur utilisation future, une étude du vieillissement des fibres de chanvre est nécessaire.

Parmi les trois paramètres les plus pénalisants de la nature (humidité, température et lumière solaire [3]), l'étude a porté dans un premier temps sur un seul paramètre de vieillissement : Humidité Relative (HR). Ainsi, l'objectif principal de ce travail est de comprendre l'influence d'humidité relative, provoquant un vieillissement environnemental, sur les propriétés mécaniques des fibres qui seront utilisées comme renfort dans les composites. La caractéristique mécanique de ces fibres vieilles est comparée avec celle de fibres vierges. L'analyse avec différentes méthodes permet de mieux comprendre les effets de l'humidité de ces fibres lorsqu'elles sont exposées à des conditions naturelles de type pluvieux.

2 Matériau et conditions expérimentales

2.1 Chanvre

Des fibres de chanvre ont été fournies par notre partenaire industriel. Elles sont défibrées industriellement dont les tiges ont été rouies, teillées et peignées avant d'être sous forme de ruban. Un faisceau de fibres de chanvre est composé de plusieurs dizaines de fibres élémentaires. Chaque fibre a une structure pluristratifiée. Une cellule de fibres est constituée de trois parties principales, la paroi primaire, la paroi secondaire et le

lumen. Les cellules des fibres sont reliées entre eux par les lamelles mitoyennes. Dans la paroi secondaire, les micros fibrilles de cellulose sont disposées en spirales et liées à hémicelluloses par lignine [4].

2.2 Essais de micro traction

Les essais de micro traction horizontale sont réalisés sur une machine de micro-traction Kammrath & Weiss « Tensile Stage » avec une cellule de force de 200 N (précision = 0,05 N). Les essais sont déroulés avec une vitesse de déplacement imposée de 12 $\mu\text{m}/\text{min}$, pilotés par un ordinateur. Les fibres unitaires de chanvres sont extraites manuellement avec beaucoup de soin sous microscope optique, et collées sur un papier rainuré de 60 mm * 10 mm, comme le montre la figure 1 [5]. Elles sont conditionnées dans une étuve climatisée à 21°C et 50 % HR avant essai.

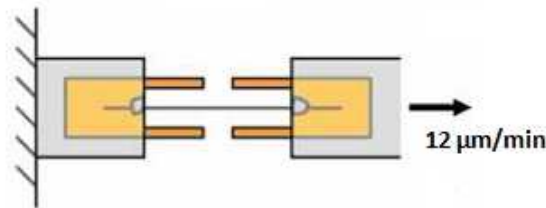


Fig. 1 – Schéma d'un essai de traction sur une fibre élémentaire de chanvre [5]

Sachant que la dispersion des résultats est importante, les résultats comme le module d'Young, la contrainte à la rupture et la déformation sont obtenus sur une moyenne de 20 éprouvettes. Pour pouvoir déterminer la contrainte à partir d'une force globale appliquée, le diamètre de fibres est mesuré grâce à l'observation par un microscope optique. La mesure a été réalisée sur 5 endroits à différentes positions et une valeur moyenne a été prise. Chaque fibre est considérée comme un cylindre, et sa rigidité E est déterminée sur la partie linéaire de la courbe contrainte-déformation [6].

2.3 Traitement du vieillissement en HR

Tous les échantillons sont traités dans une enceinte de vieillissement selon les conditions choisies de la norme ISO 4892-2 (HR 80% et température de chambre à 20°C sans lumière solaire). Quelques échantillons sont sortis de son étuve chaque semaine jusqu'à 4 semaines du vieillissement pour faire des tests de micro traction et d'autres analyses afin de suivre l'évolution de l'endommagement éventuel dû au vieillissement.

3. Méthodes d'analyse

3.1 Analyse morphologique

L'analyse microscopique à l'aide de la MEB est réalisée pour comprendre le mécanisme de dégradation de l'humidité grâce à l'observation de l'évolution de morphologie des fibres au cours du vieillissement.

3.2 Analyse du poids

La variation de masse est aussi un paramètre permettant d'évaluer le vieillissement des fibres. Des fibres en botte de faisceaux, stockées dans une étuve climatisée, sont pesées avant le vieillissement pour la masse initiale (m_0^i). Après le traitement de l'HR de quelques semaines, les fibres sont saturées d'eau (m_s) et sont remises dans la même étuve climatisée pendant une semaine pour le séchage. La masse finale (m_0^f) est pesée et comparée avec celle initiale vierge. A partir de l'ensemble de ces mesures, le gain de masse et la perte de masse sont calculés de la manière suivante :

$$\text{Gain de masse} = \frac{m_s - m_0^i}{m_0^i} \quad \text{et} \quad \text{Perte de masse} = \frac{m_0^f - m_0^i}{m_0^i}.$$

3.3 Analyse de dimensions

L'une des conséquences principales de l'absorption d'eau est le gonflement des fibres. Les molécules d'eau s'insèrent entre les chaînes de la fibre et augmentent la distance des macromolécules de fibre. Trois points de mesure sont choisis pour chaque échantillon comme l'indique la figure 2. La mesure de la variation des largeurs par un microscope optique se fait à 0, 1, 2, 3, 4 semaines du vieillissement en HR, respectivement.

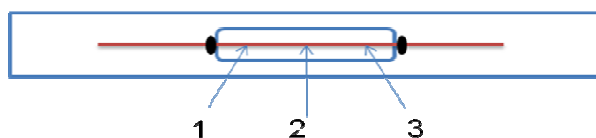


Fig. 2 – Méthode de mesure de la variation de la largeur d'un échantillon

4. Résultats et discussions

4.1 Essais de traction

Les résultats de micro traction sur les fibres vierges sont notés dans le tableau 1 :

Tab.1 : Propriétés mécaniques des fibres de chanvre vierges

	E (GPa)	σ_m (MPa)	ϵ_r (%)
Fibre de chanvre	17,42±4,15	253,62±33,22	1,77±0,51

On remarque une forte dispersion due à la nature des fibres dans le tableau 1. Les fibres de chanvre comportent en fait deux types de liaisons pour résister à la force de traction. L'un résistant à la force appliquée est les chaînes moléculaires dans la section transversale avec la liaison covalente, le nombre de macromolécules dans la section joue un rôle décisif. L'autre type est les interactions moléculaires sous la forme des liaisons hydrogènes, cette liaison est souvent influencée par le degré de polymérisation, la cristallinité et l'orientation des microfibrilles.

Ces deux types de liaison jouent aussi un rôle sur deux types de déformation correspondants. Le premier type est la déformation entre les chaînes moléculaires avec la liaison covalente dans une macromolécule. L'orientation de la chaîne moléculaire ou de l'élément structural peut être changée. Ces déformations sont importantes et dominantes. L'autre type est la liaison hydrogène inter-caténaire, qui présente une petite partie dans la déformation totale.

Le chanvre est une plante qui croît dans la nature, le lieu, la condition de culture, la méthode d'extraction des fibres et la condition de conservation...etc. peuvent certainement influencer la caractéristique naturelle des fibres, par exemple : le diamètre, la densité, l'orientation micro-fibrillaire, le degré de polymérisation, la cristallinité et le nombre de macromolécules...etc.

La figure 3 présente quelques courbes expérimentales de caractérisation des fibres vierges. Nous constatons que le comportement des fibres est quasi-linéaire. De plus, la rupture est fragile et nette, la déformation plastique est quasiment nulle avant la rupture.

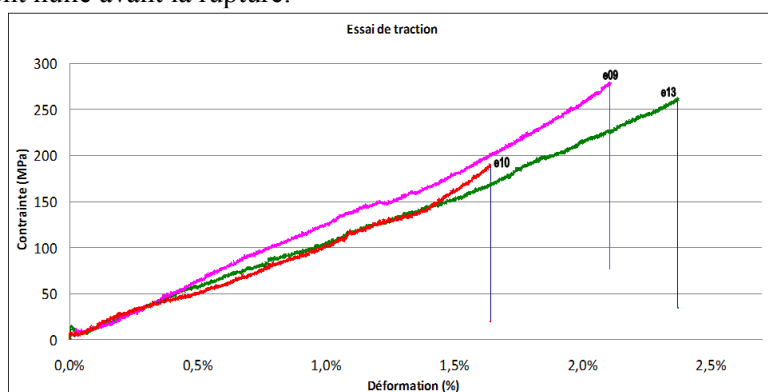


Fig. 3: Courbe de traction de fibre de chanvre non vieilles

En ce qui concerne les fibres vieilles, le tableau 2 synthétise et compare les différentes caractéristiques des fibres de chanvre non vieilles et vieilles de 1 à 4 semaines.

Tableau 2: Propriétés mécanique des fibres non vieilles et vieilles en HR

Fibre de chanvre	non vieilles	HR 1 semaine	HR 2 semaines	HR 3 semaines	HR 4 semaines
------------------	--------------	-----------------	------------------	------------------	------------------

E (GPa)	17,42±4,15	11,97±1,12	7,86±0,88	3,77±1,17	2,04±0,36
σ_r (MPa)	253,62±33,22	195,02±21,60	161,52±20,72	157,02±17,81	127,7±13,71
ϵ_r (%)	1,77±0,51	1,74±0,52	2,38±0,24	5,01±0,54	3,44±0,39

Comme le montrent la figure 4 et la figure 5, il est clair que la rigidité et la contrainte à la rupture décroît au cours du vieillissement en HR, les fibres après 4 semaines de vieillissement ne conservent qu'un tiers de leur rigidité par rapport à celle de fibres non vieilles, et une diminution de 120 MPa sur σ_r est aussi constatée.

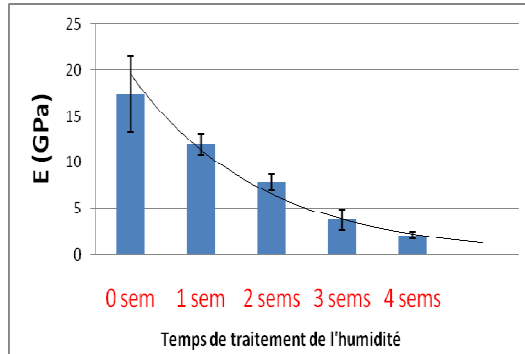
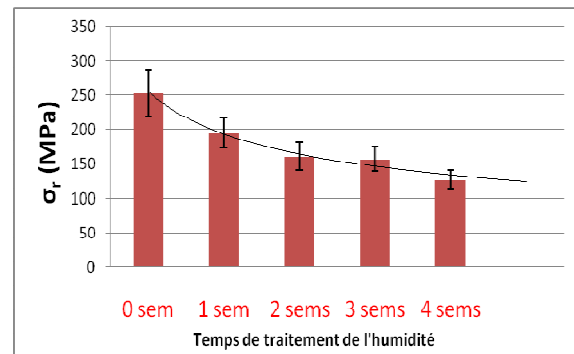


Fig. 4: Evolution du E au cours du temps

Fig. 5: Evolution de contrainte à la rupture σ_r

Par contre, la déformation à la rupture a une tendance croissante jusqu'à 3 fois de plus au cours du vieillissement. Cette évolution de déformation est due essentiellement à la plastification au sein des fibres. L'eau affaiblit les liens entre les molécules et la force de Van der Waals, réduit la cristallinité mais augmente la mobilité des chaînes macromoléculaires et la plasticité du matériau. En revanche, nous avons remarqué un re-diminution de déformation dès la fin de la 3^{ème} semaine. Ce phénomène est dû au clivage de fibre qui conduit à une rupture anticipée.

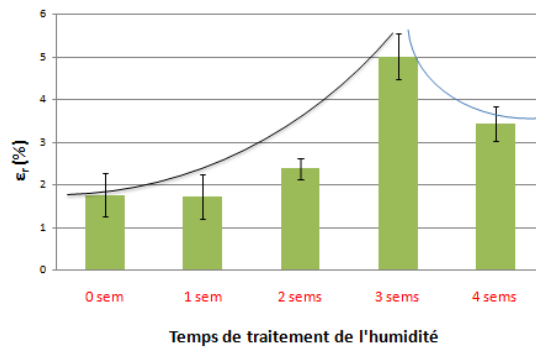


Figure 6: Evolution de la déformation de rupture en fonction du temps

4.2 Analyse morphologique

L'observation microscopique par MEB de l'évolution du faciès des fibres au cours du vieillissement permet de comprendre le mécanisme de dégradation par HR (Figs.7 a-f).

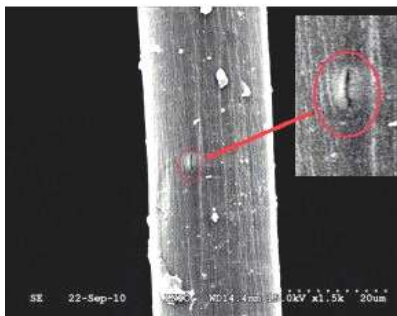


Fig. 7a: 0 semaine

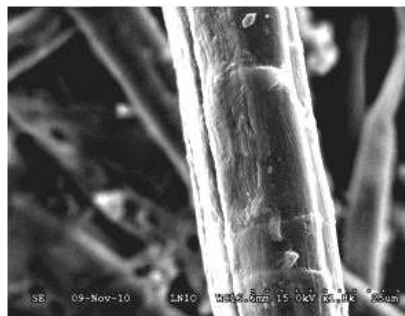


Fig. 7b: 1 semaine

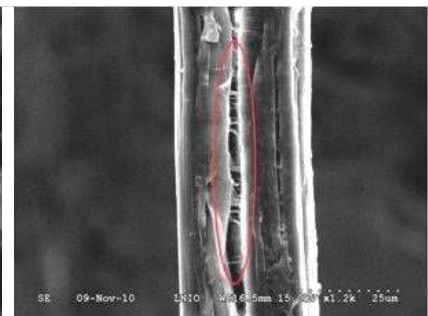


Fig. 7c: 2 semaines

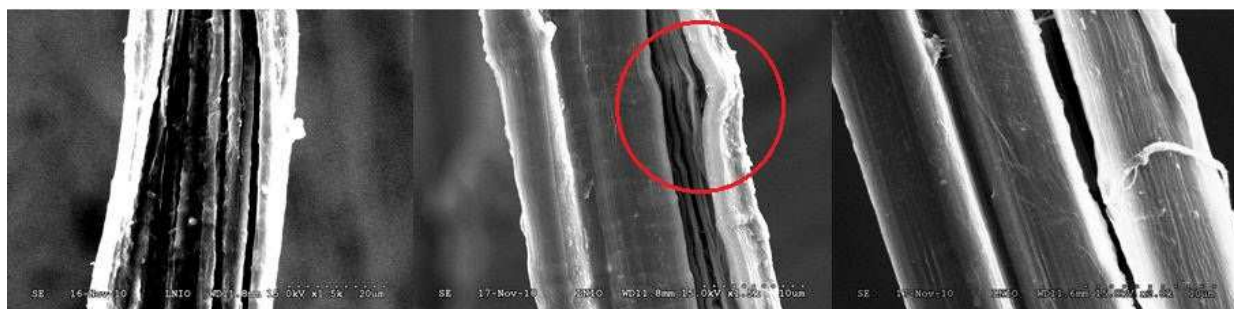


Fig. 7d: 3 semaines

Fig. 7e: 4 semaines

Fig. 7f: 4 semaines

Sur ces figures 7, on peut observer les différentes étapes du vieillissement en HR:

- 0 jours (Fig.7a): des microfissures existent déjà, ça peut être dues au défibrage industriel ;
- 1 semaine (Fig.7b): changement peu important, même la partie irrégulière (coude) ;
- 2 semaines (Fig.7c): décohésion entre les composants dans une fibre, liaison résiduelle, dégradation de l'interface liée à l'hémicellulose à la cellulose ;
- 3 semaines (Fig.7d) : séparation primaire des composants, liaison non visible ;
- 4 semaines (Figs.7e et 7f): augmentation de distance entre les composants, séparation progressive.

4.3 Analyse du poids

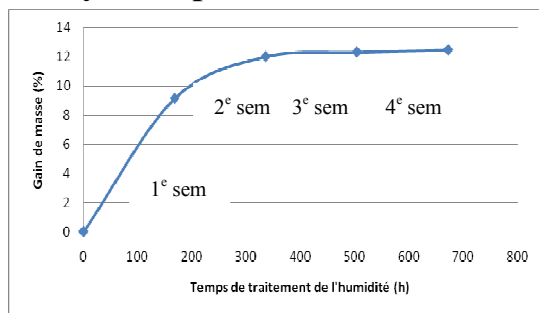


Fig. 8: Gain de masse au long de traitement HR

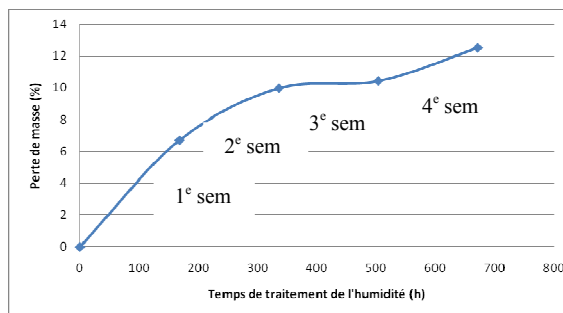


Fig. 9: Perte de masse au long de traitement HR

La figure 8 présente les gains de masse obtenus en fonction du temps de traitement HR. Le gain de masse augmente au cours du temps jusqu'à une valeur stable de 12,5% d'eau dans les fibres. La première augmentation est due à l'état anhydre jusqu'à 80% HR environnementale. La deuxième croissance de 9,1% (1 semaine) à 12,0% (2 semaines) est due à la décohésion des composants de fibre qui crée les nouveaux contacts avec de l'eau. L'absorption d'eau dépend des paramètres structuraux (existence des radicaux polaires) et architecturaux (existence des volumes libres). L'eau peut être contenue dans les fibres sous deux formes : l'eau libre et l'eau liée.

La perte de masse peut avoir deux causes distinctes : la perte de l'eau et la perte de matière. Le jaunissement de l'eau dans le réservoir de la machine de vieillissement représente la dissolution des produits hydrolyses et l'effet du dégravolement. On peut donc imaginer que la perte de masse est due essentiellement à la perte de matière à l'arrosage. Le traitement par arrosage simule la chute de la pluie dans la nature. Il apporte une érosion des couches superficielles et une perte de la matière, qui peuvent provoquer une diminution des propriétés mécaniques de la fibre. La figure 9 montre la perte de masse en fonction du temps. Le taux de la perte de masse diminue et reste stable jusqu'à 3 semaines. Même s'il n'y a aucune ressource lumineuse dans l'enceinte de vieillissement, les fibres sont toujours exposées à l'oxygène. L'érosion de ces nouvelles couches oxydantes excite la continuation de réduction de la masse totale.

4.4 Analyse de dimensions

Afin de comprendre la perte de masse dans les fibres, nous avons mesuré la variation de la largeur des échantillons avant et après le vieillissement en HR. Comme nous avons montré dans la figure 2, la mesure de la largeur de chaque échantillon est effectuée sur 3 points et une valeur moyenne de ces trois points est retenue dans notre analyse. Chaque point dans la figure 10 est une moyenne de cinq échantillons mesurés.

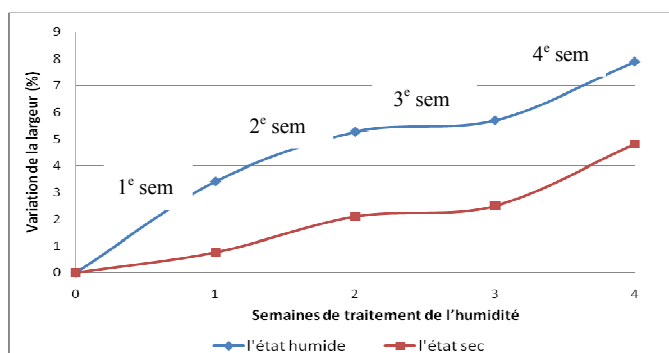


Fig. 10: Variation de la largeur des échantillons en fonction du temps de vieillissement

La mesure de dimensions se fait sur deux types d'échantillons différents : 1) sur les échantillons humides (juste sorties de l'enceinte humide), l'humidité provoque le gonflement des fibres de chanvre, qui signifie la progression d'un effet physique sur des échantillons ; 2) sur les échantillons secs, les échantillons sont vieillis en HR et séchés par la suite dans une étuve climatisée. Après une semaine de traitement en HR et aussi de séchage, elle reste encore environ 1% de gonflement résiduel dû probablement à l'amorçage de décohérence dans les fibres sans changement évident de la forme. Au bout de 2 semaines, la décohérence élargit la distance entre les fibres élémentaire avec 2% d'augmentation de largeur. Pendant la 3^e semaine la largeur des fibres est quasiment inchangée, correspondant à une séparation primaire des éléments. Il est très intéressant de noter que la courbe de la figure 10 a une tendance similaire à celle de la figure 9, ce qui permet d'approfondir un lien direct entre la perte de masse et la variation de la largeur des fibres.

Dans un cas général, le gonflement des différents composants ou des zones différentes (zone amorphe ou zone cristallin) ne sont pas identiques dans une fibre. Ainsi de l'état sec à l'état humide, il est impossible que le gonflement de ces différentes parties de la fibre soit uniforme. Une tension mécanique se génère lorsque l'eau s'évapore. Des cycles physiques sec/humide produisent des cycles mécaniques tension/pression dans ces fibres naturelles, provoquant l'endommagement ou la rupture locale des fibres.

5 Conclusion

Les propriétés mécaniques de traction des fibres vieilles de chanvre ont été étudiées dans cet article. Au cours du vieillissement à haute humidité relative, la diminution de contrainte à la rupture et de la rigidité de fibre a été mise en évidence après 4 semaines de vieillissement en HR. Pourtant la déformation à la rupture a augmenté jusqu'à 3 semaines et a commencé à diminuer dans la 4^e semaine. Le faciès des fibres a changé progressivement au cours du vieillissement, produisant des déformations résiduelles dans les fibres. Nous avons aussi observé une perte de poids et une croissance de la largeur des fibres.

L'humidité joue un rôle multiple, par son action physique (plastification, érosion), mécanique (contraintes générées par cycle sec/humide, gel/dégel) et chimique (hydrolyse des produit d'oxydation). L'érosion et l'hydrolyse provoquent la perte de matière et réduisent ainsi les propriétés mécaniques. La plastification et le gonflement des fibres affaiblissent la cohésion interne. Il est envisageable dans les prochaines étapes du travail d'appliquer/d'adapter (ou de proposer) un critère de rupture en tenant compte de ces paramètres.

Les autres résultats du vieillissement (température et lumière solaire) seront publiés prochainement.

References

- [1] Baley C, Grohens Y, Pillin I. Etat de l'art sur les mat. compo biodégradables. RCMA, 14, 135-166, 2004.
- [2] Goda K, Cao Y. Research and development of fully green composites reinforced with natural fibers. J Sol Mech Mater Eng 2007;1(9): p.1073-82.
- [3] Definitions of terms relating to degradation, aging, and related chemical transformations of polymers. Pure & App/. Chem., Vol. 68, No.12, 1996, p.2313-2323.
- [4] Pejic, B.M., et al., The effects of hemicelluloses and lignin removal on water uptake behavior of hemp fibers. Bioresource Technology, 99(15): 2008. p.7152-7159.
- [5] Nechwatal A, Mieck KP, Reusmann T. Developments in the characterization of natural fibre properties and in the use of natural fibres for composites. ComposSci Technol 2003; 63:1273-9.
- [6] Kompella MK, Lambros J. Micromechanical characterization of cellulose fibers. Polym Test 2002; 21: p.523-30.