

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

**ÉTUDE EXPÉRIMENTALE ET NUMÉRIQUE DE L'EFFET DES RAYONS
ULTRAVIOLETS (UV) SUR LE COMPORTEMENT À L'IMPACT À BASSE
VITESSE DES BIO-COMPOSITES À FIBRES COURTES**

**THÈSE PRÉSENTÉE
COMME EXIGENCE PARTIELLE DU
DOCTORAT EN INGÉNIERIE
CONCENTRATION – GÉNIE MÉCANIQUE**

**PRÉSENTÉ PAR
KHALED NASRI**

Octobre 2023

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES
DOCTORAT EN INGÉNIERIE
CONCENTRATION GÉNIE MÉCANIQUE (Ph. D.)

Cette thèse a été dirigée par :

Lotfi TOUBAL, Ph. D. Directeur de recherche

Demagna KOFFI, Ph. D. Co-directeur de recherche

Jury d'évaluation de la thèse :

Vincent FRANÇOIS, Ph. D. Président de jury

Université du Québec à Trois-Rivières

Mathilde JEAN-ST-LAURENT, Ph. D. Évaluatrice interne

Université du Québec à Trois-Rivières

Robert MATHIEU, Ph. D. Évaluateur externe

Université de Sherbrooke

Lotfi TOUBAL, Ph. D. Directeur de recherche

Université du Québec à Trois-Rivières

Demagna KOFFI, Ph. D. Co-directeur de recherche

Université du Québec à Trois-Rivières

Thèse soutenue le 24 octobre 2023

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire ou de cette thèse a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire ou de sa thèse.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire ou cette thèse. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire ou de cette thèse requiert son autorisation.

Avant-propos

Un de mes rêves est de devenir un jour docteur dans le domaine du génie, mais le Canada n'était pas sur ma liste. Je me sens chanceux que mon directeur de recherche, M. Lotfi Toubal, m'ait fait confiance et m'ait accepté en tant qu'étudiant au doctorat à l'Université du Québec à Trois-Rivières (UQTR). Le développement de nouveaux matériaux pour l'écoconception est l'un des axes de recherche les plus reconnus au cours des deux dernières décennies. Mon projet s'inscrit dans ce contexte et nous avons étudié la durabilité des matériaux bio-composites (thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles courtes) en fonction des conditions environnementales.

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je tiens à remercier Allah le Tout-Puissant qui m'a donné la force d'écrire cette thèse. Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance envers l'Université du Québec à Trois-Rivières ainsi que l'Institut d'innovation sur les écomatériaux, l'écoénergie et l'écoproduit (I2E3) pour m'avoir donné accès aux équipements nécessaires pour mener à bien mes travaux de recherche.

Je tiens également à exprimer ma gratitude envers M. Lotfi Toubal, mon directeur de thèse à l'UQTR, pour avoir partagé avec moi ses vastes connaissances scientifiques, sa disponibilité et sa patience, surtout pendant la période du COVID-19, ainsi que pour ses précieux conseils. Il m'a accordé une grande liberté pour orienter le sujet tout en sachant me guider. Il a toujours été présent pour évaluer et corriger mes erreurs et pour m'aider dans la rédaction et la soumission des articles. Je tiens à souligner son professionnalisme, la qualité de ses observations pertinentes et son investissement dans cette thèse.

Je voudrais exprimer mes remerciements à M. Demagna Koffi, professeur à l'UQTR, pour tous les conseils qu'il m'a prodigués, le temps qu'il m'a accordé pendant le projet et son investissement dans cette thèse.

Mes remerciements vont également à mon co-directeur, Éric Loranger, professeur à l'UQTR, pour sa disponibilité, son évaluation et la correction des articles, ainsi que pour son professionnalisme et son investissement dans cette thèse.

Je tiens à remercier également les membres de Jury, les professeurs Vincent FRANÇOIS de l'Université du Québec à Trois-Rivières, Mathilde JEAN-ST-LAURENT de l'Université du Québec à Trois-Rivières et Robert MATHIEU de l'Université de Sherbrooke pour avoir examiné ce travail et contribué à son amélioration grâce à leurs commentaires constructifs.

Je tiens à remercier M. Jonathan St-Arnault, ingénieur à l'UQTR, M. Dany Lemay, ancien technicien à l'UQTR, M. Lagacé Sébastien, technicien à l'UQTR, Mme Isabelle Boulan, technicienne à l'I2E3, et M. Daniel Begin, agent de recherche à l'I2E3, pour

leur aide dans la réalisation de mes tâches techniques (fabrication et caractérisation).
Je tiens à souligner leur professionnalisme.

Je tiens à remercier le M. Ameen Topa chercheur à l'université de Malaysia pour leur aide dans la partie de simulation numérique.

Un grand merci au Conseil de recherche en sciences naturelles et en génie du Canada (CRSNG) pour le financement de ce projet.

C'est grâce au soutien de ma famille que j'ai pu surmonter les moments les plus difficiles de la vie. Ma mère, mon père, mes frères et ma sœur, malgré les 6500 km qui nous séparent, votre amour a toujours été ma source de motivation.

Je tiens à remercier toutes les personnes qui m'ont aidé, soutenu et encouragé tout au long de la réalisation de ce projet de recherche.

Enfin, je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué d'une manière ou d'une autre à l'aboutissement de cette thèse.

Octobre 2023

RÉSUMÉ

Au cours des deux dernières décennies, les fibres naturelles ont été de plus en plus utilisées dans la fabrication de matériaux composites en raison de leurs avantages, tels que leur faible densité et leurs propriétés mécaniques spécifiques élevées. De plus, ces matériaux sont recyclables, écoresponsables et sont moins chers que les fibres synthétiques. Ces matériaux, appelés "bio-composites", sont aujourd'hui utilisés dans plusieurs domaines industriels, tels que l'emballage, l'industrie automobile et le secteur de la construction. Cependant, la sensibilité des fibres naturelles aux paramètres climatiques, tels que la température, les rayons ultraviolets et l'humidité, limite leur utilisation pour des applications structurelles et extérieures. Les chercheurs ont déjà étudié la durabilité de cette catégorie de matériaux et ils ont constaté que la dégradation dépendait en grande partie des fibres, de la matrice et de leurs interactions. Étant donné que les structures exposées à l'extérieur peuvent subir à la fois des dommages induits par les rayons UV et des impacts à basse vitesse, l'objectif de ce travail est d'étudier expérimentalement et numériquement l'effet des rayons UV sur les propriétés mécaniques et le comportement en traction et à l'impact des bio-composites thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles courtes, en mettant l'accent sur l'effet de la composition chimique des fibres naturelles. Différentes méthodes et analyses d'évaluation de l'endommagement ont été employées pour mieux appréhender la détérioration des propriétés mécaniques et chimiques de ce matériau tout au long de sa durée de vie. Une analyse préalable de ses propriétés mécaniques a été réalisée pour obtenir les données nécessaires, avant l'évaluation de son comportement à long terme. Les points originaux de ce travail sont l'utilisation de la technique d'émission acoustique (EA) pendant les essais de traction pour quantifier les dommages induits par les rayons UV afin de mieux comprendre leur effet sur le comportement mécanique, ainsi que le rôle de la composition chimique des fibres naturelles dans les interactions fibres-matrice et sur la dégradation environnementale des matériaux étudiés. Les résultats montrent que ce composite reste un matériau à fort potentiel pour des applications de structure en termes de propriétés mécaniques et résistance à l'impact. En utilisant le vieillissement accéléré UV ainsi que diverses méthodes d'essai des matériaux, nous avons pu identifier les facteurs critiques associés aux mécanismes

de dégradation et les disparités entre les deux bio-composites examinés. Le modèle par éléments finis a été validé par les mesures expérimentales et peut être considéré comme un outil pour prédire la réponse à l'impact des matériaux thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles courtes. En outre, dans le cadre de cette étude, un modèle de prédiction des propriétés d'impact des bio-composites a été développé en utilisant un algorithme de Réseau de Neurones Artificiels (ANN). Les résultats de ces prédictions ont montré un accord substantiel avec les données expérimentales, renforçant ainsi l'utilité de cette méthode pour évaluer le comportement en impact de ces matériaux. Cette approche prometteuse ouvre de nouvelles perspectives pour la conception et l'optimisation de bio-composites renforcés par des fibres naturelles dans diverses applications.

Mots clés : Bio-composite, fibres naturelles, impact à basse vitesse, rayons ultraviolets UV, endommagement, résistance mécanique, énergie de choc, émission acoustique, tomographie à rayon X, Algorithme ANN, prédiction.

TABLE DES MATIÈRES

CHAPITRE 1. INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
1.1. Contexte	1
1.2. Problématique et objectifs	2
1.3. Relation entre les chapitres	4
CHAPITRE 2. REVUE DE LITTÉRATURE	7
2.1. Généralité sur les matériaux bio-composites à fibres courtes	7
2.1.1. Marché des bio-composites	8
2.1.3. Les fibres naturelles	12
2.1.4. Les matrices thermoplastiques	16
2.1.5. Traitement et adhésifs	18
2.1.6. Procédé d'injection des bio-composites à fibres courtes	21
2.1.7. Propriétés mécaniques des bio-composites	21
2.2. Effet des rayons UV sur les bio-composites	23
2.2.1. Test de vieillissement accéléré	24
2.2.2. Mécanismes de dégradation des bio-composites sous l'effet des UV	25
2.2.3. Effet du vieillissement accéléré sur les performances physicochimiques et mécaniques des SNFT	26
2.3. Comportement à l'impact	38
2.3.1. Classification de type d'impact	38
2.3.2. Impact à basse vitesse	39
2.3.3. Comportement à l'impact à basse vitesse des bio-composites (SNFT)	40
2.3.4. Modélisation	43
2.4. Prédiction de la durabilité des bio composites utilisant l'algorithme des réseaux de neurones (ANN)	48

2.4.1. La méthode des réseaux de neurones	48
2.4.2. Architecture des réseaux de neurones artificiels	48
2.4.3. Avantages des Réseaux de Neurones Artificiels (ANN).....	50
2.4.4. Application des réseaux de neurones (ANN) pour la prédiction de la durabilité des bio composites	50
2.4. Bilan de littérature	52
CHAPITRE 3. MATÉRIAUX ET MÉTHODES	62
3.1. Matériaux.....	62
3.2. Procédé de fabrication	63
3.3. Méthodes	63
3.3.1. Test de vieillissement	63
3.3.2. Caractérisation chimique	64
3.3.3. Aspect Visuel	65
3.3.4. Caractérisation mécanique.....	66
3.3.5. Contrôle non destructif des dommages après impact	68
3.3.6. Analyse par élément fini (FEA)	76
3.3.7. Prédiction par les réseaux de neurones	80
CHAPITRE 4- ARTICLE 1 : Effet des teneurs en cellulose et en lignine sur les propriétés mécaniques et les performances d'impact de chute de poids des composites moulés par injection PP/fibres de lin ou de pin.....	84
4.1. Avant-propos	84
4.2. Résumé	85
4.3. Abstract.....	86
4.4. Introduction.....	86
4.5. Materials and Methods	89
4.5.1. Test specimen production process	89
4.5.2. Tensile test	91

4.5.3. Drop weight impact test.....	91
4.5.4. Test sample damage analysis	91
4.5.5 Impulse excitation	92
4.5.6 Numerical analysis	92
4.6. Results and discussion	93
4.6.1. Tensile tests.....	93
4.6.2 Impact tests.....	96
4.6.3. Analysis of damage sustained.....	100
4.7. Conclusion	108
CHAPITRE 5 - ARTICLE 2 : Influence de l'irradiation UV sur les propriétés mécaniques et les performances à l'impact des bio-composites en polypropylène renforcé de fibres courtes de lin et de pin.	113
5.1. Avant-propos.....	113
5.2. Résumé.....	114
5.4. Introduction.....	116
5.5. Materials and Methods.....	118
5.5.1. Samples and manufacturing method.....	118
5.5.2. Accelerated aging test.....	118
5.5.3. The FTIR spectral measurements	119
5.5.4. Roughness measurements.....	119
5.5.5. Color analysis	119
5.5.6. Three-point flexural test.....	119
5.5.7. Drop-weight impact test	120
5.6. Results and Discussion.....	120
5.6.1. Fourier transform infrared spectroscopy analysis.....	120
5.6.2. Color measurement.....	121
5.6.3. Roughness measurement.....	123

5.6.4.	Bending test	125
5.6.5.	Drop-weight impact test	131
5.7.	Conclusions	140
	References	142
	CHAPITRE 6 - ARTICLE 3 Étude expérimentale et numérique de la photodégradation dans les bio-composites courts de lin et de fibre de pin à l'aide d'essais de traction et d'impact de chute de poids et d'une analyse FEA.	147
6.1.	Avant-propos	147
6.2.	Résumé	148
6.3.	Abstract	149
6.4.	Introduction	149
6.5.	Experimental methods	151
6.5.1.	Materials and specimens	151
6.5.2.	Aging test	152
6.5.3.	Visual aspect	152
6.5.3.1.	Color measurement	152
6.5.3.2.	Surface roughness measurement	153
6.5.4.	Mechanical tests	153
6.5.4.1.	Tensile test	153
6.5.4.2.	Drop weight impact test	153
6.6.	Finite element analysis	154
6.7.	Results and discussion	154
6.7.1.	Visual aspect	154
6.7.2.	Tensile test	157
6.7.3.	Drop weight impact test	162
6.8.	Conclusion	170

CHAPITRE 7- ARTICLE 4 Approche de réseau de neurones artificiels pour évaluer les performances d'impact des biocomposites de fibres naturelles exposés au rayonnement UV.....	174
7.1. Avant-propos	174
7.2. Résumé	175
7.3. Abstract.....	175
7.4. Introduction.....	176
7.5. Methodology	179
7.6. Experimental Part.....	179
7.6.1. material and manufacturing	179
7.6.2. Condition	180
7.6.3. Experimental tests.....	180
7.7. Artificial neural network (ANN)	183
7.8. Results and discussion	184
7.8.1. Experimental results	184
7.8.1.1. Mass loos	184
7.8.1.2. Hardness	184
7.8.1.3. Roughness	185
7.8.1.4. Frequencies	186
7.8.1.5. Impact properties.....	187
7.8.2. ANN approach.....	190
7.8.2.1. ANN model validation	190
7.8.2.2. Prediction.....	192
7.9. Conclusion	194
CHAPITRE 8 : CONCLUSION GÉNÉRALE.....	199

LISTE DES FIGURES

Figure 1. 1. les performances des bio-composites et leurs applications à ce jour [6].	2
Figure2. 1. Diagramme à bulles pour le module d'Young et le prix de certains matériaux [12].	8
Figure2. 2. Marché des bio-composites. (À gauche) : Évolution du marché des bio-composites. (À droite) : Répartition des bio-composites par application.[3].	9
Figure2. 3 Panneaux de porte dans la BMW I3 [4].	10
Figure2. 4. Composites thermoplastiques chargés de fibres de bois (WPC) et ses applications (Han et al. 2013) [6].	11
Figure2. 5. Classification des fibres naturelles [adapté 7].	12
Figure2. 6. (a) Structure hiérarchique d'un arbre avec une représentation de l'organisation de la cellulose dans le bois. Régions cristallines (contenant des nanocristaux de cellulose) et amorphes (désordonnées) de fibrilles élémentaires composées d'unités de chaîne de cellulose simples (modifier de [8]).	13
Figure2. 7. Composition chimique de diverses fibres naturelles (modifier de [2]).	14
Figure2. 8. Profils de contraintes sur la fibre pour différentes longueurs de fibres (modèle de Kelly et Tyson) [2].	16
Figure2. 9. Triangle des thermoplastiques par structure, performance et prix (PlasticsEurope Market Research Group PEMRG. 2010).	17
Figure2. 10. Structure hypothétique de l'agent de couplage MAHgPP et les fibres de jute à leur interface [19]	18
Figure2. 11. Procédé de moulage par injection des SNFT [37].	21
Figure2. 12. (A et B) Le testeur de vieillissement accéléré QUV/spray. Chiffres adaptés avec la permission de la réf. 108, the Royal Microscopical Society, Copyright 2016 (Numéro de licence : 4761390867194) et (C) son diagramme schématique.(Modifier de [73]).	24
Figure2. 13. Dégradation par rayons UV du composite fibre naturelle/polymère et de ses composants (modifier de [2]).	26

Figure2. 14. Photos visuelles de tous les groupes de composites en fonction du temps de vieillissement.....	33
Figure2. 15. Changements de trois paramètres de couleur : (a) L*, (b) a*, (c) b* et (d) changement de couleur (E) de tous les groupes de composites en fonction du temps de vieillissement.	33
Figure2. 16. Micrographies prises balayage électronique du composite (HDPE/fibre de pin) : Non vieillis (Haut gauche), vieillis à 400h à l’arc Xénon (haut droite), vieillis à 2000h à l’arc Xénon (bas gauche) et à deux ans d’exposition à l’extérieur (James S. 2008) [69].....	34
Figure2. 17. Configuration d’essai d’impact à basse vitesse.	39
Figure2. 18. Le diagramme schématique des tracés force-temps, déplacement-temps et énergie-temps d’un test d’impact à basse vitesse d’un matériau composite.....	40
Figure2. 19. (À gauche) résistance aux chocs (force maximale) de différents composites fibres de bois-PP avec et sans agent de couplage [teneur en fibres de bois 50% en poids]. (À droite) indice d’amortissement de différents composites fibre de bois-PP avec et sans agent de couplage [teneur en fibres de bois 50 % en poids] [108].	41
Figure2. 20. Influence de la charge des fibres sur la résistance au choc à l’écoulement des fibres de composites d’abaca-PP [109].	42
Figure2. 21. (À gauche) dispositif d’impact de chute de poids ; (À droite) : force de contact en fonction du temps et clichés associés au temps correspondant aux différents événements sur la courbe pour un impact d’échantillon PP-H est 12 (J) [110].	43
Figure2. 22. Sélection des méthodes de calcul pour les composants moulés par injection en plastique renforcé de fibres courtes [115].	46
Figure2. 23. Géométrie et maillage par éléments finis de la plaque composite, de la pointe de l’impacteur et des brides [110].	47
Figure2. 24. Comparaison de l’historique des temps de force pour (a) 3J et (d) l’impact 12 J du bio-composite PP-H, surface inférieure des plaques à la fin de la phase de chargement du modèle LS Dyna (b et c) et de (c et f) expériences de tours de largage [110].	47
Figure2. 25. Architecture ANN - Pensée Artificielle.....	49
Figure2. 26. Fonction d’activation (algorithme ANN)	49

Figure3. 1. Procédé du moulage par injection des éprouvettes en bio-composites...	63
Figure3. 2. Chambre de test de vieillissement accéléré QUV/se.	64
Figure3. 3. Le système d'analyse chimique FTIR « spectromètre Nicolet iS10 FT-IR ».....	65
Figure3. 4. Espace de couleur CIE L a b.....	66
Figure3. 5. Essai de traction	67
Figure3. 6. Essai de flexion.....	67
Figure3. 7. Essai d'impact à basse vitesse	68
Figure 3. 8. Mécanismes d'endommagement des composites à fibres courtes [13].	69
Figure3. 9. Synoptique d'un système d'émission acoustique [15].....	70
Figure3. 10. Une forme d'onde AE typique et les caractéristiques les plus importantes.	71
Figure3. 11. Organigramme de l'algorithme K-moyenne.....	72
Figure3. 12. L'énoncé du problème d'un cadre d'apprentissage automatique d'émission acoustique. a) Définition du signal AE, b) classification des dommages à l'aide de l'algorithme de clustering K-mean, c) L'algorithme de clustering K-mean utilise ces fonctionnalités pour partitionner les formes d'onde, qui peuvent ensuite être étiquetées en fonction de leur mécanisme de dommage source.....	73
Figure3. 13. Technique IET.	74
Figure 3. 14. Illustration du modèle géométrique adopté, de la pointe de l'impacteur, des conditions aux limites et du maillage éléments finis.	77
Figure3. 15. Comportement du matériau Elasto-plastique bilinéaire (MAT 24).....	78
Figure3. 16. Résultats de l'étude de convergence du maillage.	80
Figure3. 17. Architecture du modèle ANN.	81
Figure4. 1. A) Impact test sample PP30-F, B) X-ray microtomography, C) 3D reconstructed CT scan showing the distribution of voids in the specimen.	90
Figure4. 2. Illustration of the adopted geometrical model, the impactor tip, boundary conditions and finite element mesh.....	92
Figure4. 3. Stress-strain curve for the pure PP, PP30-F and PP30-P composites.....	93

Figure4. 4. (a) Typical stress/strain curves (black) and acoustic energy burst amplitude with damage mode shown versus elongation of PP30-F composite material test coupons. (b) Fractured face of specimens of PP30-F composite. (c) Contribution of the damage mechanisms to the final fracture of the PP30-F samples.....	95
Figure4. 5. (a) Typical stress/strain curves (black) and acoustic energy burst amplitude with damage mode shown versus elongation of PP30-P composite material test coupons. (b) Fractured face of specimens of PP30-P composite. (c) Contribution of the damage mechanisms to the final fracture of the PP30P samples	96
Figure4. 6. Load (left vertical axis) and energy absorption (right vertical axis) versus displacement, a) PP with flax fiber; b) PP with pinewood fiber.	97
Figure4. 7. Load over time (left) and displacement (right) of the tested PP materials, (a and b) composite PP30-F, (c and d) composite PP30-P, and (e and f) pure PP..	99
Figure4. 8. Visible damage revealed by retting the polypropylene composite test specimens (PP-30F = and PP-30P)	101
Figure4. 9. Depression depth in PP30- F and PP30-P composites.....	102
Figure4. 10. Micro-CT images of impact damage at 2 J to polypropylene composite reinforced with a) flax fiber, b) pinewood fiber	103
Figure4. 11. Micro-CT images of impact damage at 3 J to polypropylene composite reinforced with a) flax fiber, b) pinewood fiber.	104
Figure4. 12. damages of bio-composites (permanent displacement and cracks depth). a) PP30-F; b) PP30-P.....	105
Figure4. 13. Young’s modulus of polypropylene composite versus impact energy.	106
Figure4. 14. Comparison of experimentally measured and finite-element-model-predicted load over time and the corresponding surface appearances of polypropylene/flax fiber composite test specimens in impact tests at 2 J and 5 J. ..	107
Figure4. 15. Comparison of experimentally measured and finite-element-model-predicted load over time and the corresponding surface appearances of polypropylene/pinewood fiber composite test specimens in impact tests at 2 J and 5 J.	107

Figure5. 1. Infrared spectra of unaltered and altered samples: a) PP30-F and b) PP30-P.	121
Figure5. 2. Evolution of the changes in color and luminosity as a function of the exposure time of Bio-composites PP30-F and PP30-P: a) L,a,b color change of PP30-F, b) L,a,b color change of PP30-P, c) total color changes iof PP30-F and PP30-P, and d) image color change.	122
Figure5. 3. Topography surfaces and roughness profiles of unaltered and altered PP30-F samples at 960 h.	123
Figure5. 4. Topography surfaces and roughness profiles of unaltered and altered of PP30-P samples at 960 h.	124
Figure5. 5. Mean roughness (Ra) evolution of PP30-F and PP30-P as a function of the exposure time.	124
Figure 5. 6. Bending test results for unaltered and altered samples a) PP30-F, b) PP30-P.	125
Figure5. 7. Evolution of mechanical bending properties of PP30-F and PP30-P on normalized axes: a) bending modulus (E_b), b) flexural strength (σ_b), and c) deformation at failure (ϵ_b).....	127
Figure 5. 8. a) Correlation between the stress–strain curves and the normalized acoustic emission energy, and b) correlation between the stress–strain curves and the evolution of the normalized crack length in the bending tests of the unaltered PP30-F and PP30 -P bio-composites.	129
Figure 5. 9. Correlation between the stress–strain curves and the normalized AE energy, and correlation between the stress–strain curves and the evolution of the normalized crack length of the bending tests, respectively, for a) PP30-F altered at 320 h; b) PP30-P altered at 320 h; c) PP30-F altered at 960 h; and d) PP30-P altered at 960 h.	130
Figure 5. 10. The SEM images of the surfaces of the unweathered and weathered samples at 320 h and at 960 h.	131
Figure 5. 11. Load-time response of altered and unaltered bio-composites: a) PP30-F and b) PP30-P.....	133
Figure 5. 12. Load-time response of altered and unaltered bio-composites a) PP30-F and b) PP30-P.....	134

Figure 5. 13. Impact property evolution of PP30-F and PP30-P (unaltered and altered samples).....	135
Figure 5. 14. Tomography image of impacted PP30-F samples: a) non-weathered, b) weathered at 320 h, and c) weathered at 960h.	138
Figure 5. 15. Tomography image of impacted PP30-P samples: a) non-weathered, b) weathered at 320 h, and c) weathered at 960 h.	139
Figure 6. 1. Finite element model	154
Figure 6. 2. Color change (ΔE_{ab}) and SEM images of natural-fiber-reinforced polypropylene after 1440 h of exposure to UV with or without moisture. Top row: flax fiber; bottom row: pinewood fiber	155
Figure 6. 3. Surface topography and roughness profiles of flax-fiber-reinforced polypropylene (A) and pinewood-fiber-reinforced polypropylene after 1440 h of exposure to UV	156
Figure 6. 4. Tensile test of plant-fiber-reinforced polypropylene after 1440 h of UV exposure (F = flax; P = pinewood).....	157
Figure 6. 5. Evolution of mechanical properties of plant-fiber-reinforced polypropylene as function of UV exposure time. (A) E/E_0 : Young's modulus retention and (B) R/R_0 : Strength of material retention. (F = flax; P = pinewood)	159
Figure 6. 6. (a) Stress-strain and acoustic emission curves obtained during tensile fracture of unaged flax-fiber-reinforced polypropylene; (b) Scanning electron micrograph of the fracture surface; (c) Relative contribution of each damage mechanism.....	161
Figure 6. 7. (a) Stress-strain and acoustic emission curves obtained during tensile fracture of unaged pinewood-fiber-reinforced polypropylene; (b) Scanning electron micrograph of the fracture surface; (c) Relative contribution of each damage mechanism.....	161
Figure 6. 8. Comparison of stress-strain and acoustic emission curves obtained for polypropylene reinforced with flax fiber (a) or with pinewood fiber (b) after 1440 h of UV-accelerated aging under dry conditions	162

Figure 6. 9. Comparison of stress-strain and acoustic emission curves obtained for polypropylene reinforced with pinewood fiber (a) or with pinewood fiber (b) after 1440 h of UV-accelerated aging under dry conditions	162
Figure 6. 10. Load displacement response (to 2 Joule impact) of polypropylene reinforced with flax fiber (A) or with pinewood fiber (B) before and after UV-accelerated aging without or with moisture	163
Figure 6. 11. Time course of energy absorption by polypropylene reinforced with flax fiber (F) or with pinewood fiber (P) in 2 Joule impact tests before and after UV-accelerated aging.....	164
Figure 6. 12. Impact property retention by polypropylene bio-composite reinforced with flax fiber (F) or pinewood fiber (P) in 2 Joule tests as function of UV-accelerated aging time. (A) Maximum load sustained; (B) Absorbed energy	166
Figure 6. 13. Experimentally measured (EXP) and numerically predicted (LS-DYNA) time courses of impact tests (2 Joule) on pinewood-fiber-reinforced polypropylene exposed to UV for 1440 h under dry conditions (A) and under moist conditions (B)	168
Figure 6. 14. Post-test retting of bio-material coupons	169
Figure 6. 15. Crack length measurements taken from test coupons and from simulated impact tests (at 2 Joule) for pinewood-fiber-reinforced polypropylene exposed to UV for 1440 h under dry conditions	169
Figure 7. 1. Prediction Methodology	179
Figure 7. 2. The equipment and samples used: 1- injection moulding machine; 2- accelerated weathering machine; 3- an unaged and aged PP30-F samples example; 4- impulse excitation technic device; 5- 3d confocal microscopy device; 6- Hardness machine; 7- Drop weight impact machine	182
Figure 7. 3. Architecture of ANN algorithm.....	183
Figure 7. 4. The average hardness of unaged and aged PP30-F and PP30-P bio-composites after 1440 h of exposure.....	185
Figure 7. 5. The average roughness of unaged and aged PP30-F and PP30-P bio-composites after 1440 h of exposure.....	186

Figure 7. 6. The bending and torsional frequencies of unaged and aged PP30-F and PP30-P bio-composites after 1440 h of exposure	187
Figure 7. 7. The maximum impact load of unaged and aged PP30-F and PP30-P bio-composites after 1440 h of exposure.....	188
Figure 7. 8. The absorbed energy of unaged and aged PP30-F and PP30-P bio-composites after 1440 h of exposure.....	189
Figure 7. 9. Linear coefficient regression of the ANN model (PP30-F).....	191
Figure 7. 10. Linear coefficient regression of the ANN model (PP30-P).....	192
Figure 7. 11. Comparison between experimental and ANN concerning (Load).....	193
Figure 7. 12. Comparison between experimental and ANN concerning (Energy) ..	194

LISTE DES TABLEAUX

Tableau2. 1. Avantages et inconvénients des SNFT [1].....	9
Tableau2. 2. Pièces intérieures en bio-composites de différents modèles de véhicule [5]	10
Tableau2. 3. Propriétés mécaniques des fibres naturelles et synthétiques [1].....	15
Tableau2. 4. Propriétés mécaniques et thermiques de quelque thermoplastique (Michaud. Franck 2011).....	18
Tableau2. 5. Travaux récents sur les bio-composites renforcés de fibres lignocellulose traitées en surface (modifié de la Reff [20]).	19
Tableau2. 6. Propriétés de traction des composites en polypropylène renforcés avec 30 % en poids de différentes fibres naturelles et composition chimique de chaque fibre.	23
Tableau2. 7. Comparaison du test de vieillissement accéléré au Weather-Ometer (chambre à arc au xénon) et au vieillissement naturel. Adapté et reproduit avec la permission de la Réff [74] (numéro de licence : 4784951380217).....	25
Tableau2. 8. Études récentes sur la configuration des tests de vieillissement accéléré par les intempéries et les conditions de test de différents bio-composites et principale conclusion (modifié de la Reff [73])......	27
Tableau2. 9 Vue d'ensemble quelques articles qui portent sur l'effet du vieillissement UV sur les propriétés mécaniques des bio-composites SNFT	37
Tableau2. 10. Régimes de vitesse et applications représentatives et méthodes d'essai soumises à des impacts (Backman et Goldsmith, 1978 [103] et Børvik, 2001 [104]) adaptés par (Kuruvita. A. 2013 [102]).	38
Tableau2. 11. Avantages et inconvénients des approches micromécanique et phénoménologique [12].	45
Tableau3. 1. Propriétés chimiques, géométriques, physiques et mécaniques des fibres naturelles [2].....	62
Tableau3. 2. Conditionnement des échantillons PP30-F et PP30-P.	64
Tableau 3. 3. Mechanicals Tests and characterization methods for SNFT according to the ASTM standard.	66

Tableau3. 4. MAT24 Propriétés des matériaux pour les bio composites .	78
Table4. 1. Tensile Properties of Polypropylene composites reinforced with 30 wt % of different naturals fibers and chemical composition of each fiber.	88
Table4. 2. Flax and pinewood fiber geometry.	90
Table4. 3. Tensile test mechanical properties.	94
Table4. 4. Impact test results.	100
Table5. 1. Chemical, physical, and mechanical properties of natural fibers.	118
Table5. 2. Flexural properties of composites before and after 960 h weathering. ...	127
Table5. 3. Impact properties of composites before and after weathering for 960 h.	136
Table5. 4. Percentage of voids in impacted PP30-F and PP30-P samples.	140
Table 6. 1. Properties of bio-composite reinforcing fibers [16]	152
Table 6. 2. Mechanical properties of plant-fiber-reinforced polypropylene before and after 1440 h of UV-accelerated aging	158
Table 6. 3. Summary of plant-fiber-reinforced polypropylene low-velocity impact test results	165
Table 6. 4. Real versus simulated drop-impact test results for plant-fiber-reinforced polypropylene.	169
Table 7. 1.. Test and characterization method for SNFT bio-composites	181
Table 7. 2. Experimental data results	189

LISTE DES ÉQUATIONS

Équation2. 1	$(LcDc) = \sigma f \max 2 * tu$	16
Équation3. 1	$\Delta E = \Delta L * 2 + \Delta a * 2 + \Delta b * 2$	65
Équation 3. 2	$E = 0.9465.m.f.f.L2.Tb.t3$	74
Équation3. 3	$E1 = 37.6991.f1.D2.m.1 - \mu 2K12.t3$	75
Équation3. 4	$E2 = 37.6991.f2.D2.m.1 - \mu 2K22.t3$	75
Équation3. 5	$E = E1 + E22$	75
Équation3. 6	$V_{\text{impacteur}} \sqrt{2gH}$	79
Équation4. 1	$Di = Ei14Ei$	94
Équation5. 1	$\Delta E = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2}$	119
Equation6. 1.	$\Delta E = \sqrt{(L - L_0)^2 + (a - a_0)^2 + (b - b_0)^2}$	153

SIGLES ET ABRÉVIATIONS

ANN	:	Réseaux de neurones artificiels
ASTM	:	Société américaine pour les essais et les matériaux
D1	:	Diamètre de l'impacteur
D2	:	Diamètre d'échantillons d'impact
D3	:	Diamètre d'encastrement
D_{\max}	:	Déplacement maximal
E	:	Énergie
E_{ab}	:	Énergie absorbée
E_b	:	Module de Young (flexion)
E_{el}	:	Energie élastique
E_{\max}	:	Energie maximale
E_{rr}	:	Erreur
E_t	:	Module de Young (traction)
F	:	Force
f_b	:	Fréquence (mode de flexion)
F_c	:	Force critique
F_{\max}	:	Force maximale
f_t	:	Fréquence (mode de torsion)
FTIR	:	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
H	:	Dureté
HR	:	Humidité

IET	:	Technique d'excitation impulsive
L/D	:	Rapport de forme
M	:	Masse
MSE	:	Erreur quadratique moyenne
MLP	:	Perceptron Multi-Couches
PP30-F	:	Polypropylène renforcé avec 30 % de fibres de lin.
PP30-P	:	Polypropylène renforcé avec 30 % de fibres de pin.
R	:	Coefficient de corrélation linéaire
Ra	:	Rugosité moyenne
RNC	:	Réseaux de Neurones Convolutifs
RNR	:	Réseaux de Neurones Récursifs
SNFT	:	Thermoplastique à fibres naturelles courtes
T	:	Temps
UV	:	Rayon ultraviolet
UV	:	Ultraviolet
Y_d	:	Limite élastique
ε_b	:	Déformation à la rupture (Flexion)
ε_t	:	Déformation à la rupture (traction)
σ_b	:	Contrainte (Flexion)
σ_t	:	Contrainte (traction)
τ	:	Contrainte de cisaillement

CHAPITRE 1. INTRODUCTION GÉNÉRALE

1.1.Contexte

Les matériaux composites présentent un rapport propriété/poids très élevé. Ils suscitent un intérêt majeur depuis des décennies, car des pièces ayant des propriétés parfois comparables à celles des métaux peuvent être fabriquées à moindre poids [1–3]. Il en résulte des pièces légères ayant une incidence majeure dans plusieurs domaines, notamment le transport et l'emballage, car l'énergie nécessaire pour déplacer les véhicules ou leur cargaison est ainsi réduite. En revanche, les composites actuels sont généralement constitués de fibres synthétiques, verre, carbone, kevlar, etc., [2,3]. Leur procédé d'obtention est énergivore, et leur recyclage, une fois imprégné de résine dans un composite, pose un problème. Leur biodégradabilité et surtout leur recyclabilité sont également très limitées. La résine utilisée dans les matrices est généralement fabriquée à partir de produits dérivés du pétrole, notamment les résines thermoplastiques [4,5]. En bref, dans une perspective de développement durable, les fibres et matrices actuellement utilisées dans les matériaux composites sont à tout le moins discutables. Grâce à une plus grande sensibilisation à l'environnement, la dernière décennie a connu une utilisation croissante de fibres naturelles comme renfort dans les matériaux composites. Ce virage vert contribue fortement à diminuer l'effet négatif de notre croissance économique sur l'environnement [1,6]. Plusieurs travaux démontrent que les performances mécaniques des matériaux composites thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles (SNFT), rapportées aux densités de ces dernières, sont comparables à celles des fibres de verre [1,7]. Aujourd'hui, les SNFT sont utilisées dans plusieurs secteurs industriels, tels que les panneaux muraux, les meubles, les pièces automobiles, l'emballage, les articles de sport, etc. [5]. Cependant, la disparité de leurs propriétés mécaniques, associée au caractère aléatoire de leurs modes d'endommagement, empêche la croissance de leur utilisation pour des applications avancées, par exemple les pièces et les structures d'avions (Figure 1.1) [6,8,9]. Ceci découle de la difficulté d'assurer une reproductibilité des propriétés physiques et morphologiques des fibres, qui dépendent de divers paramètres tels que l'origine des graines des plantes, le type de sol sur lequel elles ont été plantées, etc. [1]. De plus, le développement de structures à forte valeur ajoutée à base de composites à fibres naturelles est très limité en raison du manque de connaissances sur la prédiction de leur comportement mécanique à long terme [10]. Dans ce contexte, une meilleure compréhension du comportement à l'endommagement des SNFT et de leur évolution, fondée

sur des études expérimentales, est vitale pour améliorer leur durabilité et développer des outils de simulation numérique viables.

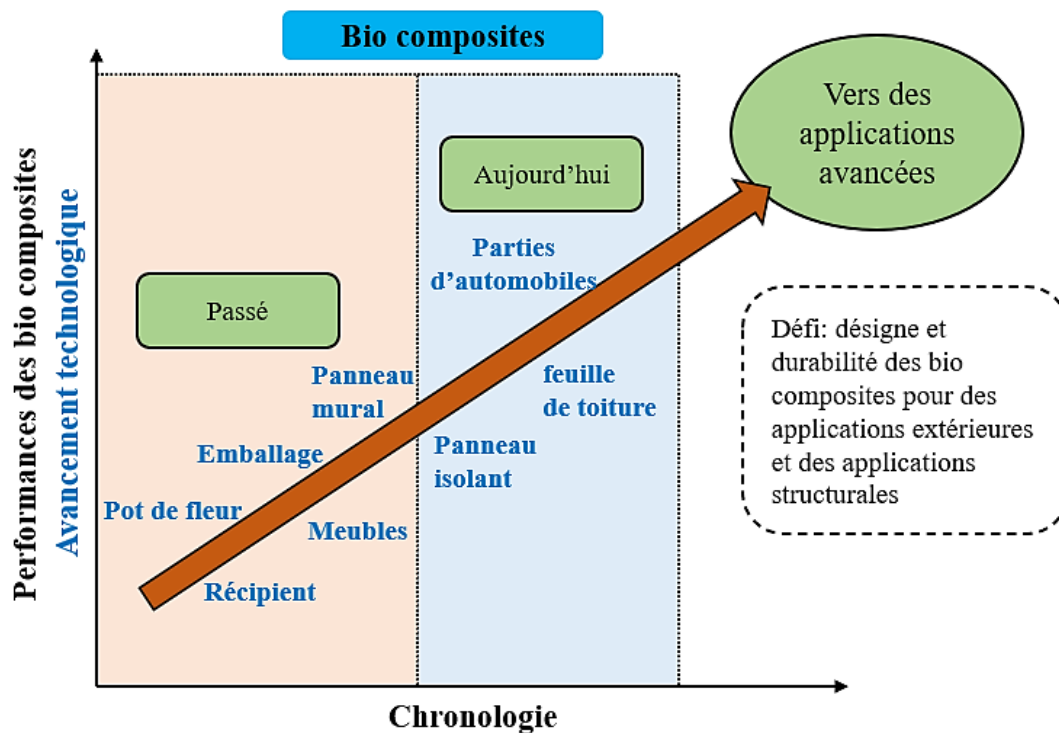


Figure 1. 1 les performances des bio-composites et leurs applications à ce jour [6].

1.2.Problématique et objectifs

Si les bio-composites présentent des propriétés mécaniques susceptibles de répondre à diverses exigences industrielles (faibles densités, bonnes propriétés mécaniques, faibles coûts, facilités d'usinage sans détériorer les outils, etc) et donc de concurrencer des matériaux non dégradables dans plusieurs domaines d'application, la disparité de leurs propriétés et la variabilité de leur comportement empêchent la croissance de leur utilisation, contrairement aux composites à fibres synthétiques. En effet, les performances mécaniques des bio-composites sont directement liées à différents paramètres, à savoir la morphologie des fibres et leurs compositions chimiques (la cellulose, l'hémicellulose et la lignine), leur répartition dans le bio-composite, la qualité de l'adhésion fibre/matrice et leur procédé de fabrication. Cependant, la composition chimique des fibres et leur morphologie peuvent être considérées comme les paramètres les plus importants pour influencer les performances mécaniques des bio-composites à fibres courtes [10,11]. Par exemple, une fibre contenant plus de cellulose reflète une rigidité et une résistance mécaniques relativement élevées dans les bio-composites. Un autre exemple, un rapport (longueur/diamètre) de la fibre naturelle plus élevé améliore l'interaction fibre-matrice et

conduit à des bio-composites avec des propriétés mécaniques élevées [1]. Un autre problème majeur pour le développement des SNFT est l'effet de l'environnement, en particulier l'humidité, la chaleur et le rayonnement ultraviolet (UV), qui causent leur dégradation dans le temps. Plusieurs études ont démontré que le caractère hydrophile des fibres naturelles et leur faible résistance à la chaleur sont à l'origine de ce problème (elles commencent à se dégrader à 180°C) [10]. Ce dernier se manifeste par une forte diminution de la résistance de rupture des SNFT à la traction, à la flexion ou aux chocs [12]. Certes, nous pouvons facilement mesurer les propriétés initiales des SNFT, mais leur évolution au cours du temps reste difficile à prévoir. De plus, le retour d'expérience relatif à ces matériaux reste limité. La maîtrise et la compréhension des interactions SNFT-environnement climatique, via une démarche scientifique, sont donc nécessaires pour améliorer la durabilité des SNFT et favoriser leur utilisation dans l'industrie. Généralement, l'amorçage des fissures dans les matériaux composites débute dès leur mise en service. Par conséquent, pour notre étude, il est intéressant de s'attacher à l'évaluation de l'endommagement des SNFT plutôt qu'à leur durée de vie, étant donné que leurs performances peuvent être rapidement altérées. L'interaction de l'environnement et des conditions de service mécanique des pièces provoque un endommagement irréversible qui doit être quantifié et modélisé.

Le but de cette thèse est d'étudier l'effet du vieillissement UV sur le comportement mécanique des composites à fibres naturelles (SNFT), en mettant l'accent sur l'influence des propriétés chimiques et de la morphologie des fibres naturelles. Notre étude a pour objectif de répondre aux questions suivantes :

1. Quels sont les effets des UV sur le comportement à l'endommagement des SNFT pour une sollicitation mécanique donnée ?
2. La cinétique de l'endommagement est-elle modifiée dans un milieu couplant l'humidité et les UV ?

Les objectifs de cette thèse peuvent être résumés en quatre points :

- I) Le premier consiste à comprendre le comportement mécanique en statique et à l'impact des SNFT Polypropylène renforcés par 30 % en poids de fibres courtes de Lin (PP30-F) ou de Pin (PP30-P).
- II) Le deuxième est d'évaluer l'effet du vieillissement ultraviolet sec et humide sur le comportement mécanique en statique et à l'impact des SNFT.
- III) Le troisième objectif est de modéliser par la méthode des éléments finis le comportement à l'impact du matériau étudié.

- IV) Le dernier est de proposer un modèle basé sur les algorithmes ANN pour corrélées les propriétés d'impact à basse vitesse des bio-composites non vieillis et vieillis.

1.3. Relation entre les chapitres

Suite à cette introduction, le chapitre 2 fera le point sur la littérature concernant les matériaux bio-composites à fibres courtes (SNFT), leur comportement mécanique (quasi statique et impact à basse vitesse), ainsi que leur durabilité sous l'effet de différentes conditions environnementales. Par la suite, le chapitre 3 portera sur les matériaux et les méthodes utilisés. Dans le cadre de ce travail, nous avons rédigé quatre articles. Le premier article, qui correspond au chapitre 4, traitera le comportement mécanique (quasi statique et impact à basse vitesse) des bio-composites avant vieillissement. Plus précisément, nous avons quantifié l'endommagement des SNFT sous une charge quasi statique et dynamique. Dans cet article, un modèle numérique a été développé pour comprendre le comportement à l'impact des bio-composites. Le deuxième article, qui constituera le chapitre 5, portera sur l'influence des rayons UV dans un milieu sec sur les SNFT, afin de comprendre leur comportement mécanique (quasi statique et impact à basse vitesse) à long terme. Autrement dit, il portera sur la quantification des dommages induits par rayons UV dans les SNFT. Le troisième article, qui correspond au chapitre 6, traitera l'effet des rayons UV sur le comportement mécanique et le comportement à l'impact à basse vitesse des bio-composites SNFT dans un milieu sec et/ou humide. Dans cet article l'effet de l'humidité sur l'accélération de la dégradation des performances des bio-composites sera détaillé. Le quatrième article, qui constituera le chapitre 7, portera sur la prédiction des propriétés d'impact à basse vitesse des bio-composites vieillis. Dans cet article l'algorithme ANN a été utilisé comme outil de prédiction. Enfin, la conclusion présentera une synthèse globale des résultats de notre travail et sera exposée dans le chapitre 8.

References

- [1] Pickering KL, Efendy MGA, Le TM. A review of recent developments in natural fiber composites and their mechanical performance. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2016;83:98–112. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.038>.
- [2] Djabali A, Toubal L, Zitoune R, Rechak S. Fatigue damage evolution in thick composite laminates: Combination of X-ray tomography, acoustic emission and digital image correlation. *Compos Sci Technol* 2019;183. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2019.107815>.

- [3] Djabali A, Toubal L, Zitoune R, Rechak S. An experimental investigation of the mechanical behavior and damage of thick laminated carbon/epoxy composite. *Compos Struct* 2018;184:178–90. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.09.069>.
- [4] Thakur VK, Thakur MK. Processing and characterization of natural cellulose fibers/thermoset polymer composites. *Carbohydr Polym* 2014;109:102–17. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.03.039>.
- [5] Chauhan V, Kärki T, Varis J. Review of natural fiber-reinforced engineering plastic composites, their applications in the transportation sector and processing techniques. *J Thermoplast Compos Mater* 2019. <https://doi.org/10.1177/0892705719889095>.
- [6] Andrew JJ, Dhakal HN. Sustainable biobased composites for advanced applications: recent trends and future opportunities – A critical review. *Compos Part C Open Access* 2022;7:100220. <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2021.100220>.
- [7] Puech L, Ramakrishnan KR, Le Moigne N, Corn S, Slangen PR, Duc A le, et al. Investigating the impact behaviour of short hemp fibres reinforced polypropylene bio-composites through high speed imaging and finite element modelling. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2018;109:428–39. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.03.013>.
- [8] Bravo A, Toubal L, Koffi D, Erchiqui F. Damage characterization of bio and green polyethylene-birch composites under creep and cyclic testing with multivariable acoustic emissions. *Materials (Basel)* 2015;8:7322–41. <https://doi.org/10.3390/ma8115382>.
- [9] Bravo A, Toubal L, Koffi D, Erchiqui F. Characterization of Tensile Damage for a Short Birch Fiber-reinforced Polyethylene Composite with Acoustic Emission. *Int J Mater Sci* 2013;3:79–89.
- [10] Azwa ZN, Yousif BF, Manalo AC, Karunasena W. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibers. *Mater Des* 2013;47:424–42. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.11.025>.
- [11] Morin S, Dumoulin L, Delahaye L, Jacquet N, Richel A. Green composites based on thermoplastic starches and various natural plant fibers: Impacting parameters of the mechanical properties using machine-learning. *Polym Compos* 2021;42:3458–67. <https://doi.org/10.1002/pc.26071>.
- [12] Nasri K, Toubal L, Koffi D. *Composites Part C: Open Access Influence of UV*

irradiation on mechanical properties and drop-weight impact performance of polypropylene bio-composites reinforced with short flax and pine fibers 2022;9. <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2022.100296>.

CHAPITRE 2. REVUE DE LITTÉRATURE

2.1. Généralité sur les matériaux bio-composites à fibres courtes

Dans ce chapitre, nous abordons tout d'abord les notions de base et les généralités relatives aux matériaux thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles courtes obtenus par moulage par injection. Ensuite, nous examinons l'impact du vieillissement par rayonnement UV sur les bio-composites, en étudiant leurs effets sur les propriétés chimiques, physiques et mécaniques. Après, nous présentons le comportement des SNFT en termes d'impact à basse vitesse. Enfin nous présentons la prédiction de la durabilité des bio composites.

Les bio-composites à fibres courtes (SNFT) sont constitués d'une matrice thermoplastique et de renforts de fibres naturelles, avec ou sans agent de coulage. Les thermoplastiques couramment utilisés pour fabriquer ces bio-composites sont des thermoplastiques standards tels que le polypropylène et le polyéthylène. Les fibres ont une taille allant de 0,1 à 2 mm en longueur.

D'un point de vue économique, les thermoplastiques standards et les fibres naturelles sont des matériaux moins coûteux. Par exemple, le coût du polyéthylène est de 1,6 \$CAN/kg [11], et celui des fibres de lin est de 5,22 \$CAN/kg [1].

Cependant, les thermoplastiques standards présentent généralement des propriétés mécaniques très faibles qui limitent leur utilisation pour des applications structurales. Les fibres naturelles, quant à elles, ont souvent une résistance et une rigidité élevées, mais leur faible ténacité les rend peu utilisables pour des applications structurelles [12]. En combinant les matrices thermoplastiques et les fibres naturelles dans un composite, on obtient un matériau qui combine les propriétés individuelles de chaque matériau, ce qui n'aurait pas été possible si chaque matériau était utilisé seul pour des applications d'ingénierie structurelle.

L'idée est donc de renforcer les thermoplastiques standards comme le polypropylène et le polyéthylène avec des fibres naturelles pour obtenir un matériau présentant des propriétés mécaniques plus élevées, équivalentes à celles des thermoplastiques techniques tels que les polyamides (nylon), mais à moindre coût (Figure 2.4). Cela présente un grand intérêt d'un point de vue économique et écologique.

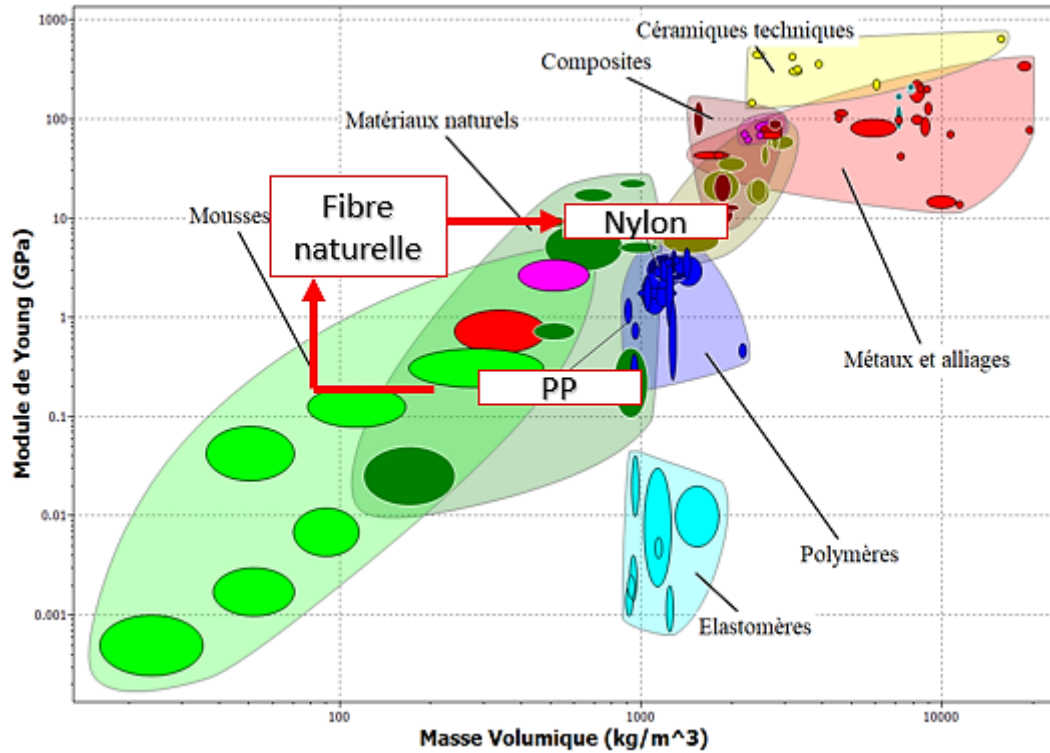


Figure 2. 1. Diagramme à bulles pour le module d'Young et le prix de certains matériaux [12].

2.1.1. Marché des bio-composites

Les bio-composites ont connu un essor considérable dans divers secteurs industriels tels que le transport, la construction, l'emballage, etc. [1,2]. En 2021, leur marché était estimé à 25,4 milliards de dollars américains et devrait atteindre 123,61 milliards de dollars américains d'ici 2030, avec un taux de croissance annuel d'au moins 11 % [3]. La figure 2.1 illustre l'évolution de ce marché ainsi que la répartition en volume selon les secteurs d'application. La construction et l'automobile représentent la part la plus importante du marché des bio-composites. Ils sont considérés comme une alternative avantageuse aux composites à fibres synthétiques, en raison de leur coût moindre [1]. Le tableau 2.1 récapitule les avantages et les inconvénients des bio-composites.

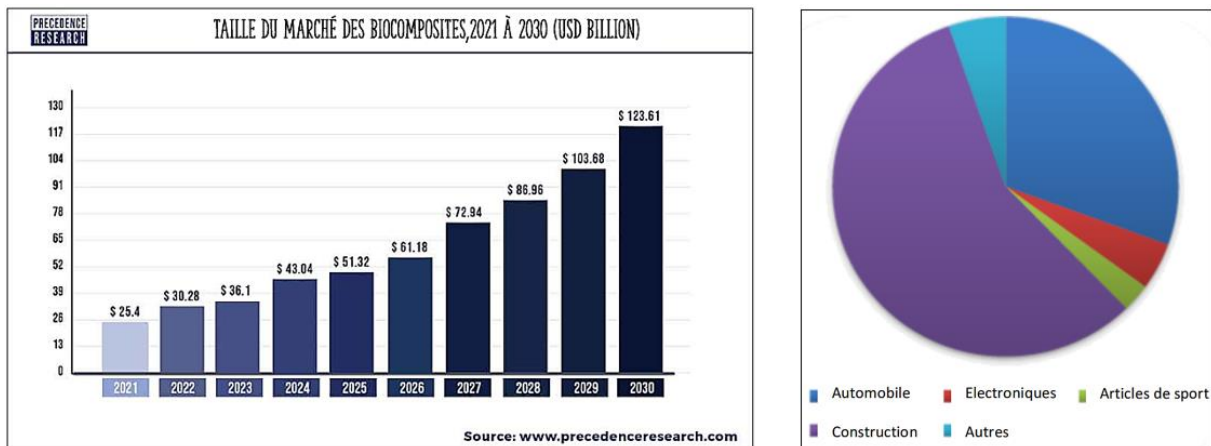


Figure 2. *Marché des bio-composites. (À gauche) : Évolution du marché des bio-composites. (À droite) : Répartition des bio-composites par application.[3].*

Tableau 2. 1. *Avantages et inconvénients des SNFT [1].*

Avantages	Désavantages
<ul style="list-style-type: none"> Faible densité et résistance et rigidité spécifiques élevées 	<ul style="list-style-type: none"> Durabilité inférieure à celle des composites en fibres synthétiques, mais peut-être considérablement améliorée avec un traitement
<ul style="list-style-type: none"> Les fibres sont une ressource renouvelable, dont la production nécessite peu d'énergie, impliquent l'absorption de CO₂, tout en restituant de l'oxygène à l'environnement 	<ul style="list-style-type: none"> Absorption élevée de l'humidité, ce qui entraîne un gonflement
<ul style="list-style-type: none"> Les fibres peuvent être produites à moindre coût que les fibres synthétiques 	<ul style="list-style-type: none"> Résistance inférieure, en particulier la résistance aux chocs par rapport aux composites de fibres synthétiques
<ul style="list-style-type: none"> Processus de fabrication à faible risque 	<ul style="list-style-type: none"> Plus grande variabilité des propriétés
<ul style="list-style-type: none"> Faible émission de fumées toxiques lorsqu'elles sont soumises à la chaleur et lors de l'incinération en fin de vie 	<ul style="list-style-type: none"> Températures de traitement inférieures limitant les options de matrice
<ul style="list-style-type: none"> Moins de dommages abrasifs à l'équipement de traitement par rapport à ceux des composites de fibres synthétiques 	

Secteur automobile

De nos jours, de nombreux constructeurs automobiles en Europe et en Amérique du Nord ont recours à des bio-composites pour la fabrication de différentes pièces telles que les panneaux de porte, les plateaux d'emballage, les porte-chapeaux, les panneaux d'instruments, les capots internes de moteur, les pare-soleil, les doublures de coffre, les dossiers de siège et les panneaux extérieurs sous le plancher. Cette tendance à utiliser des matériaux bio-composites a pour objectif principal de réduire le poids des véhicules et donc de diminuer leur consommation de

carburant. Un exemple concret est la BMW i3, dont les panneaux de porte sont composés à 60 % de fibres de kénaf (voir figure 2.2) [4].

Le choix des fibres utilisées pour concevoir les structures des véhicules automobiles dépend de la localisation géographique des constructeurs et de leurs choix de conception. Les fibres naturelles les plus couramment utilisées dans l'industrie automobile comprennent le bois, le chanvre, le lin, le kénaf, le sisal, le coton, le bambou et la jute. Les matrices les plus fréquemment utilisées sont le polypropylène et le polyéthylène. Le tableau 2.2 présente les pièces intérieures en bio-composites de différents modèles de véhicules.

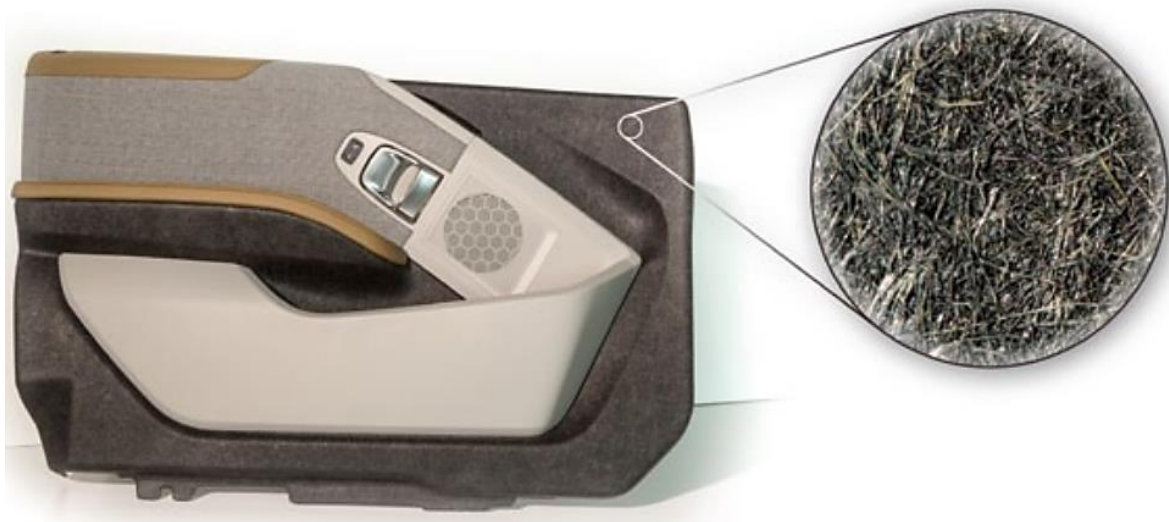


Figure2. 3 Panneaux de porte dans la BMW I3 [4].

Tableau2. 2. Pièces intérieures en bio-composites de différents modèles de véhicule [5] .

Constructeurs	Modèles	Pieces	Matrice	Fibres
Daimler/ Mercedes-Benz	Classes A, C, E, S	Housses, revêtements, Dossiers, tableaux de bord, panneaux de porte, panneaux de recouvrement	Époxy, polyesters PP, PE	Jute, Banane, Lin, Chanvre, Sisal, Laine, coton
Volkswagen	Golf A4, Passat, Audi A2	Dossiers de siège, revêtement de bavette arrière, panneaux de porte	PP, PU	Lin, Sisal
BMW	Series 3, 5, 7	Revêtements, panneaux de porte, panneaux isolants acoustiques	PU, copolymère acrylique	Chanvre, Lin sisal
Ford	Ford Mondeo, Ford Flex 2010 SUV	Panneaux de porte	PP	Kénaf, paille de plé
General Motors	Chevrolet	Plage arrière	PP	Lin

Impala				
Toyota	ES3	Garniture et autres pièces intérieures	PLA	Kénaif
Mitsubishi Motors		Panneaux de porte, Plancher de coffre	PBS	Bambou
Renault	Clio	Plage arrière	PP	Lin
Peugeot	Peugeot 308, Peugeot 406	Panneaux de porte, Plage arrière, faux plancher de coffre	PP	Chanvre
Lotus	Éco Élise	Tapis intérieurs, sièges	Polyester	Chanvre, sisal, laine
Alfa Romeo	Giulia	Tableau de bord	PP	Chanvre

Secteur de la construction

Le domaine de la construction, notamment en Amérique du Nord, fait largement appel aux bio-composites bois/polypropylène et bois/polyéthylène pour la fabrication de cadres de portes et de fenêtres, de tressages, de sols laminés et d'isolants de murs [1]. L'utilisation de ces bio-composites vise à réduire l'empreinte environnementale des constructions [1]. La construction est le secteur dominant sur le marché mondial des bio-composites, représentant plus de 50 % en volume en 2015 [5]. Ces matériaux sont appelés WPC (plastiques renforcés par des fibres de bois) et sont généralement extrudés sous forme de planches pleines ou creuses (voir figure 2.3).



Figure2. 4. Composites thermoplastiques chargés de fibres de bois (WPC) et ses applications (Han et al. 2013) [6].

2.1.3. Les fibres naturelles

Les fibres naturelles constituent une ressource renouvelable très prometteuse pour les matériaux composites en tant que matériau de renfort polymère alternatif.

En plus d'être écologiques, recyclables et réutilisables, elles permettent de réduire l'utilisation de matériaux fossiles et d'atteindre la neutralité en CO₂. De plus, leur légèreté permet d'améliorer l'efficacité énergétique des applications aérospatiales et automobiles, tout en fournissant des propriétés mécaniques spécifiques élevées.

2.1.3.1. Origine des fibres naturelles et classification

Les fibres naturelles proviennent de différentes sources biologiques, notamment des animaux, des minéraux, des plantes et des arbres [7]. Dans les matériaux composites, les fibres issues de sources végétales telles que les arbres et les plantes sont souvent utilisées comme renforts. On peut les classer en fibres primaires (sisal, coton, chanvre, jute, kénaf, etc.) qui sont cultivées spécifiquement pour leurs fibres, et en fibres secondaires (palmier à l'huile, ananas, coco, banane, etc.) qui sont des sous-produits [7]. Les fibres végétales peuvent également être classées en fonction de la partie de la plante d'où elles sont issues, comme le liber, la feuille, la graine, l'herbe, le fruit, ou le bois (Figure 2.5) [7].

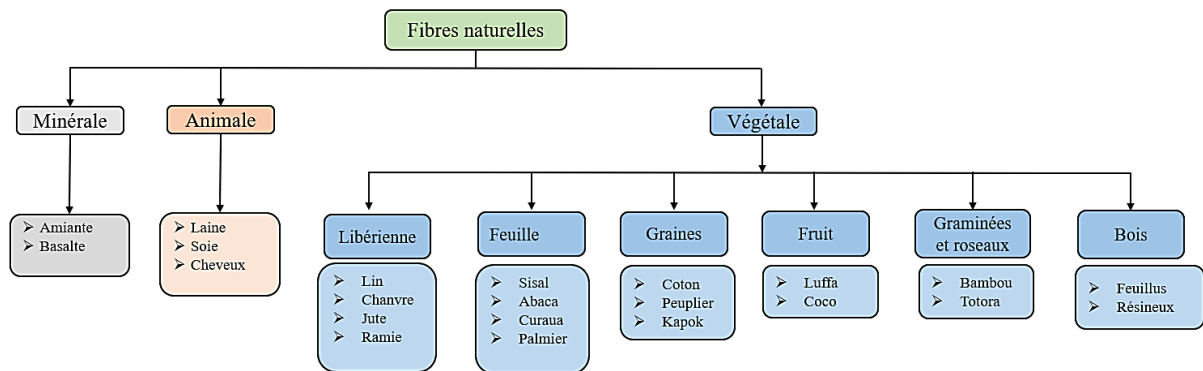


Figure 2. 5. Classification des fibres naturelles [adapté 7].

2.1.3.2. Structure morphologique et composition chimique

La structure morphologique des fibres végétales peut être représentée sous forme d'un matériau multicouche composé d'une lamelle, d'une couche primaire P et de couches secondaires S1, S2 et S3 (Figure 2.6) [8]. Les fibres utilisées dans les composites sont principalement extraites de la couche S2, qui est la plus épaisse. Chaque couche est principalement composée de cellulose

et d'hémicellulose, qui sont combinées avec de la lignine et une quantité moindre de composants extractibles tels que la pectine, la protéine, l'amidon, l'eau et des substances inorganiques.

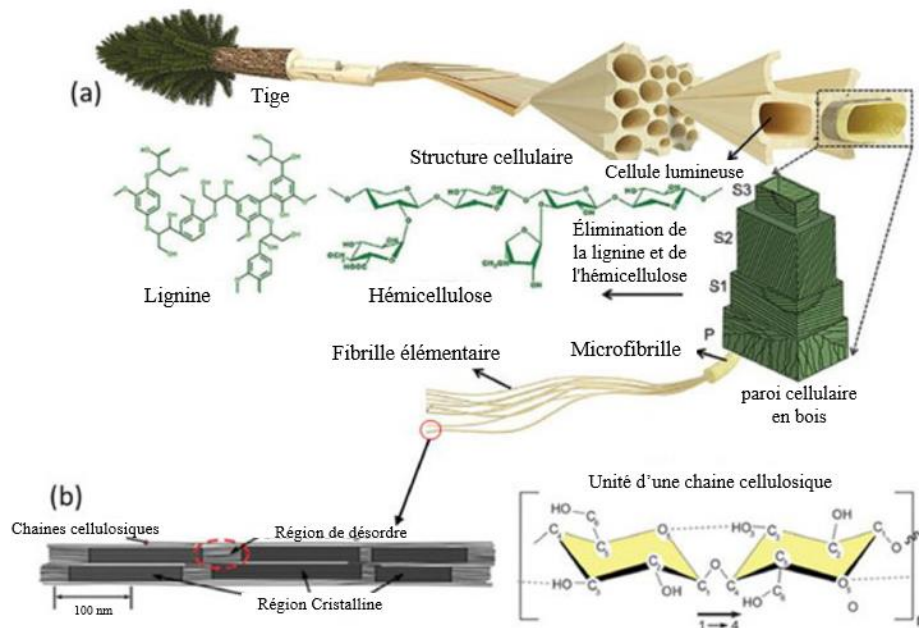


Figure2. 6. (a) Structure hiérarchique d'un arbre avec une représentation de l'organisation de la cellulose dans le bois. Régions cristallines (contenant des nanocristaux de cellulose) et amorphes (désordonnées) de fibrilles élémentaires composées d'unités de chaîne de cellulose simples (modifier de [8]).

Cellulose :

La cellulose est le principal composant structural des fibres végétales. Elle est composée de longues chaînes linéaires d'unités D-anhydroglucose reliées entre elles par des liaisons β -1,4-glycosidiques, disposées dans un seul plan [9]. La cellulose a une microstructure semi-cristalline, avec une forte proportion de cristallinité, maintenue par des liaisons hydrogène intermoléculaires. Le degré de cristallinité de la cellulose dans les fibres peut atteindre 80 % [8]. La cellulose joue un rôle essentiel dans la résistance et de rigidité aux fibres [1].

Hémicellulose :

Les hémicelluloses sont des chaînes de polysaccharides très ramifiées [9]. Ces chaînes sont plus courtes que celles de la cellulose et sont donc facilement dégradées pour devenir solubles. De plus, la présence de zones cristallines est assez rare, et le degré de polymérisation des chaînes d'hémicellulose est relativement faible. Les hémicelluloses sont très sensibles à l'eau et aux agents extérieurs tels que les bactéries et les acides [2].

Lignine :

La lignine est un réseau polymère tridimensionnel très ramifié présent dans toutes les parois des fibres. Ce réseau est constitué de composés aliphatiques et aromatiques, principalement de trois types de phénols substitués : le p-hydroxyphényl (H), la vanilline (G) et le syringaldéhyde (S) [10]. La lignine joue un rôle de matrice qui maintient les fibres de cellulose ensemble et améliore leur résistance en compression. Elle contribue également à la résistance des fibres à l'eau et a un effet important sous l'action des rayons ultraviolets et des réactifs chimiques [2].

La composition chimique varie d'une plante à l'autre et dans différentes parties de la même plante. La figure 2.7 présente la composition chimique de quelques fibres naturelles.

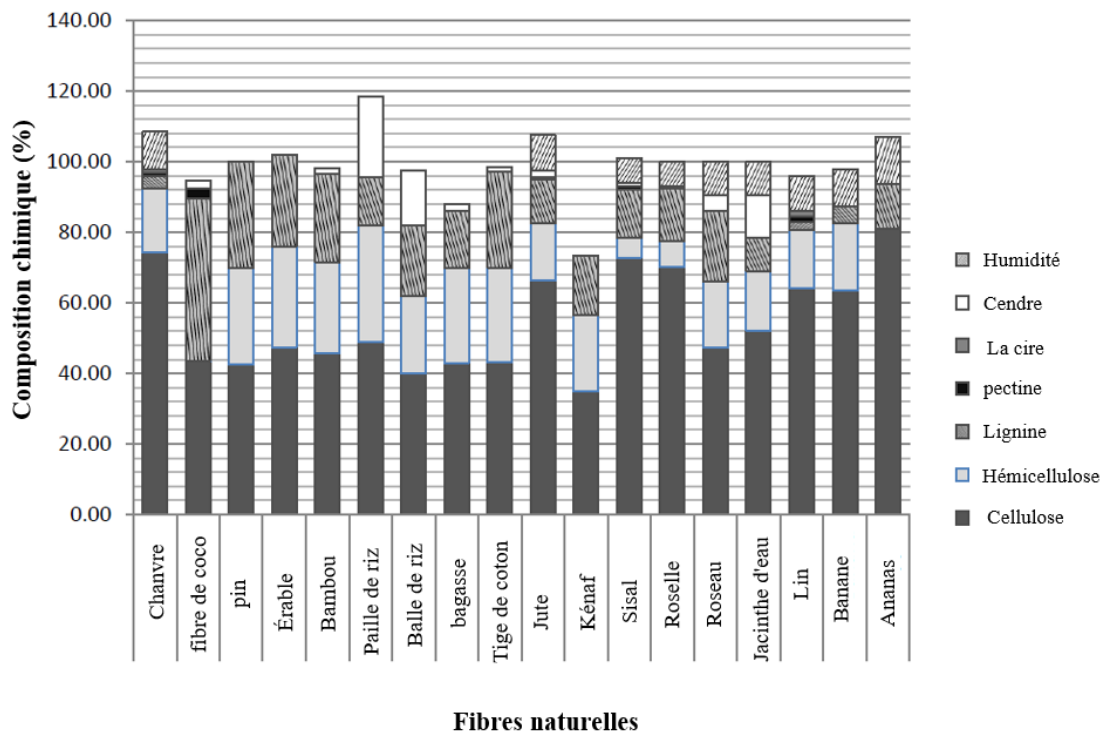


Figure2. 7. Composition chimique de diverses fibres naturelles (modifier de [2]).

2.1.3.3. Propriétés mécaniques des fibres naturelles

Les fibres naturelles possèdent des propriétés mécaniques intéressantes et, dans certains cas, comparables à celles des fibres synthétiques telles que les fibres de verre. Cependant, les propriétés des fibres naturelles sont très dispersées par rapport à celles des fibres synthétiques en raison de plusieurs facteurs qui influencent leurs propriétés. Le Tableau 2.3 présente les propriétés physiques et mécaniques des fibres naturelles de différentes plantes ainsi que des

fibres synthétiques. Les facteurs qui affectent les propriétés mécaniques des fibres naturelles peuvent être regroupés en trois catégories [11] :

- Les facteurs liés à la fibre, tels que le lieu et les conditions de culture, le taux d'humidité, les défauts tels que les coudes ou les zones amorphes, le pourcentage de zones cristallines et amorphes, la composition chimique, l'angle des microfibrilles, le diamètre des échantillons, la variation du diamètre le long de la fibre, la densité de la matière et la position de la fibre dans la tige.
- Les facteurs liés aux processus d'obtention des fibres, tels que les méthodes d'extraction et les conditions de conditionnement (température, taux d'humidité).
- Les facteurs liés aux essais de traction, tels que la température d'essai, la longueur des fibres testées, la vitesse de déformation et le type de la machine d'essai.

Tableau2. 3. Propriétés mécaniques des fibres naturelles et synthétiques [1].

Fibre	Densité (g/cm ³)	Longueur (mm)	Déformation (%)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Résistance spécifique à la traction (MPa/g cm ⁻³)	Module de Young spécifique (GPa/g cm ⁻³)
Ramie	1.5	900–1200	2,0–3,8	400–938	44–128	270–620	29–85
Lin	1.5	5–900	1.2–3.2	345–1830	27–80	230–1220	18–53
Chanvre	1.5	5–55	1.6	550–1110	58–70	370–740	39–47
Jute	1,3–1,5	1,5–120	1,5–1,8	393–800	10–55	300–610	7.1–39
Harakeke	1.3	4–5	4.2–5.8	440–990	14–33	338–761	11–25
Sisal	1,3–1,5	900	2,0–2,5	507–855	9.4–28	362–610	6,7–20
Alfa	1.4	350	1,5–2,4	188–308	18–25	134–220	13–18
Coton	1,5–1,6	10–60	3,0–10	287–800	5.5–13	190–530	3.7–8.4
Coco	1.2	20–150	15–30	131–220	4–6	110–180	3.3–5
Soie-	1.3	Continu	15–60	100–1500	5–25	100–1500	4–20
La plume	0,9	10–30	6.9	100–203	3–10	112–226	3.3–11
Laine	1.3	38–152	13.2–35	50–315	2.3–5	38–242	1,8–3,8
E-verre	2.5	Continu	2.5	2000–3000	70	800–1400	29

2.1.3.4. Notion du rapport de forme critique

Une adhésion plus forte entre la fibre et la matrice est un indicateur d'une résistance accrue des bio-composites lorsqu'ils sont soumis à des contraintes mécaniques. Une plus grande surface de contact entre la fibre et la matrice permet un meilleur transfert des contraintes de la matrice vers la fibre, mais il est préférable d'éviter la rupture des fibres pour maintenir les propriétés mécaniques optimales.

Kelly et Tyson ont proposé le concept de la longueur critique d'une fibre (L_c) et du rapport d'aspect des fibres (l/d) [2]. La longueur critique (pour un diamètre donné) correspond à la longueur pour laquelle la contrainte maximale à la rupture ($\sigma_{f \max}$) de la fibre peut être atteinte (Figure 2.8). Au-delà de cette longueur, la fibre risque de se rompre et le renforcement optimal est donc théoriquement réalisé (Figure 2.8). Par exemple, la longueur critique des fibres libériennes telles que le lin, le chanvre, le jute et le kénaf serait d'environ 0,2 à 3 mm.

Le rapport de forme critique $(L/D)_c$ pour atteindre la contrainte à la rupture de la fibre ($\sigma_{f \max}$) s'écrit :

$$\text{Équation 2.1} \quad \left(\frac{L_c}{D_c}\right) = \frac{\sigma_{f \max}}{2 \cdot \tau_u}$$

Où, L est la longueur de la fibre, L_c est la longueur critique de la fibre, $\sigma_{f \max}$ est la contrainte maximale à la traction de la fibre, τ_u est la contrainte de cisaillement de la fibre-matrice .

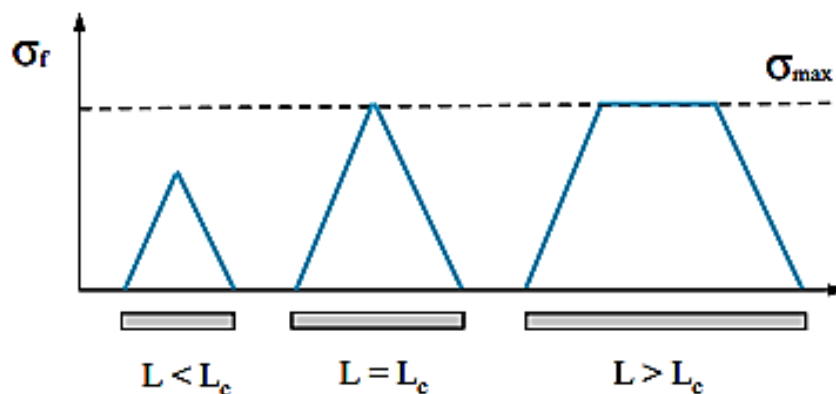


Figure 2. 8. Profils de contraintes sur la fibre pour différentes longueurs de fibres (modèle de Kelly et Tyson) [2].

2.1.4. Les matrices thermoplastiques

La matrice joue un rôle essentiel dans la composition des matériaux composites, car elle assure la fixation et le maintien des fibres dans l'arrangement géométrique souhaité, ainsi que leur collage les unes aux autres. De plus, elle permet de transmettre les forces de la fibre individuelle à la fibre adjacente, ainsi que de supporter les charges mécaniques, telles que les contraintes transversales et de cisaillement. En outre, elle empêche le flambement des fibres lors d'une contrainte de compression dans le sens longitudinal [12].

Les thermoplastiques sont les matrices les plus couramment utilisées dans la fabrication de bio-composites SNFT, en raison de leur traitement à basse température et de leur légèreté [13–18]. Toutefois, leur choix est limité par la température à laquelle les fibres naturelles se dégradent, qui est d'environ 200°C. Cela signifie que seuls les thermoplastiques qui peuvent être durcis en dessous de cette température, tels que les polyoléfines, peuvent être utilisés comme matrices (Figure 2.9). En effet, le polyéthylène et le polypropylène sont les deux matrices thermoplastiques les plus couramment utilisées dans la fabrication de bio-composites SNFT.

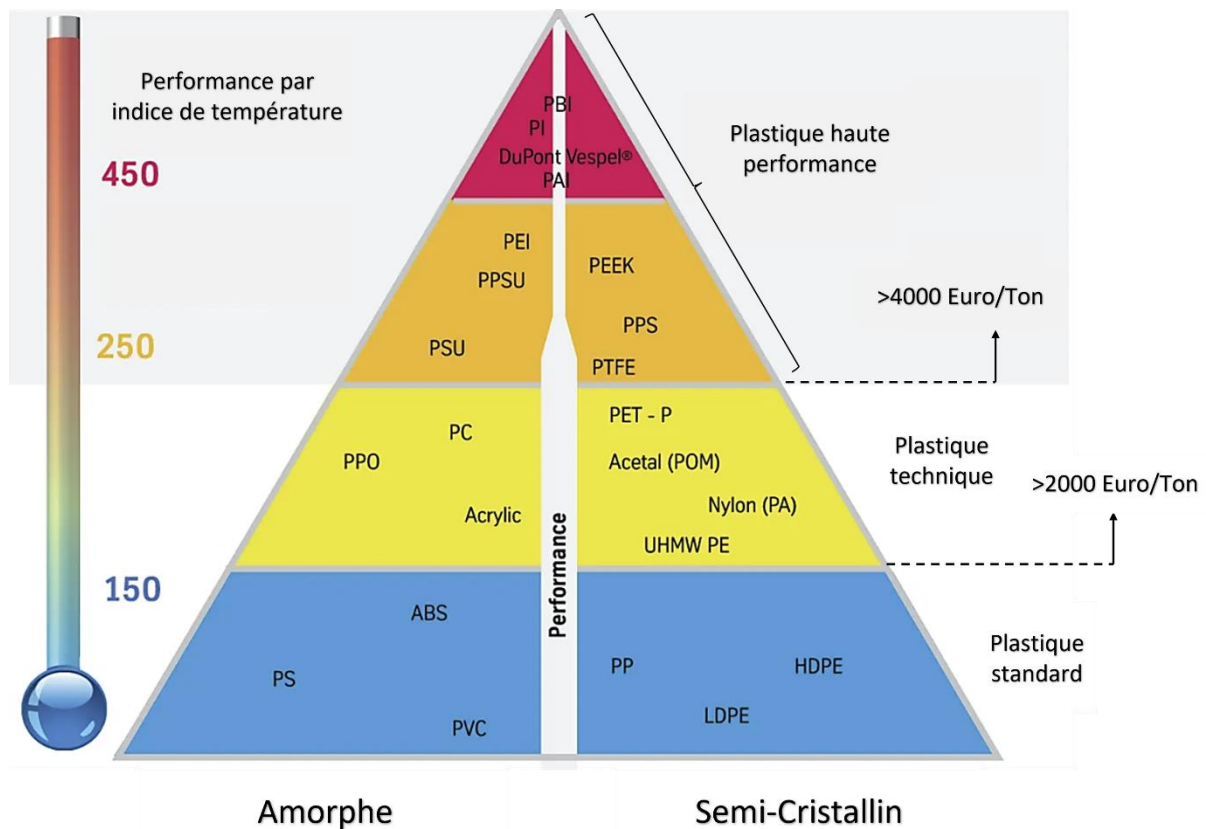


Figure2. 9. Triangle des thermoplastiques par structure, performance et prix (PlasticsEurope Market Research Group PEMRG. 2010).

Certes, le choix de la matrice pour les bio-composites est limité par la température de dégradation des fibres naturelles, mais il est également important de prendre en compte les propriétés mécaniques telles que la rigidité et la résistance mécanique lors de la sélection de la matrice. Le tableau 2.4 présente les propriétés mécaniques et thermiques de divers thermoplastiques.

Tableau2. 4. Propriétés mécaniques et thermiques de quelque thermoplastique (Michaud. Franck 2011).

Désignation	Densité	E (GPa)	σ_{\max} (MPa)	T _g (°C)	T _f (°C)
PP	0.92	1.2	30	5	165
PEHD	0.95	1.1	28	-100	134
PVC	1.39	2.9	58	75-105	160-220
PS	1.05	3.2	55	90-100	-
PET	1.3	2.6	47	70	255-265

2.1.5. Traitement et adhésifs

L'incompatibilité entre les fibres et la matrice est l'un des problèmes majeurs rencontrés dans la fabrication de bio-composites SNFT. Cette incompatibilité est due aux différences de nature chimique entre les fibres, qui sont hydrophiles, et la matrice, qui est hydrophobe. Elle entraîne une diminution des propriétés mécaniques due à un mauvais transfert de contrainte. Cependant, des solutions existent pour améliorer cette incompatibilité, telles que l'ajout d'additifs ou le traitement des fibres par des méthodes chimiques, physiques ou biologiques (voir Figure 2.10) [19]. Le tableau 2.5 présente quelques-unes des recherches récentes menées sur les composites renforcés par des fibres naturelles modifiées ou traitées. Pour plus de détails sur les traitements des fibres naturelles et l'amélioration de l'interaction entre les fibres naturelles et la matrice polymère, vous pouvez vous référer à l'article [20].

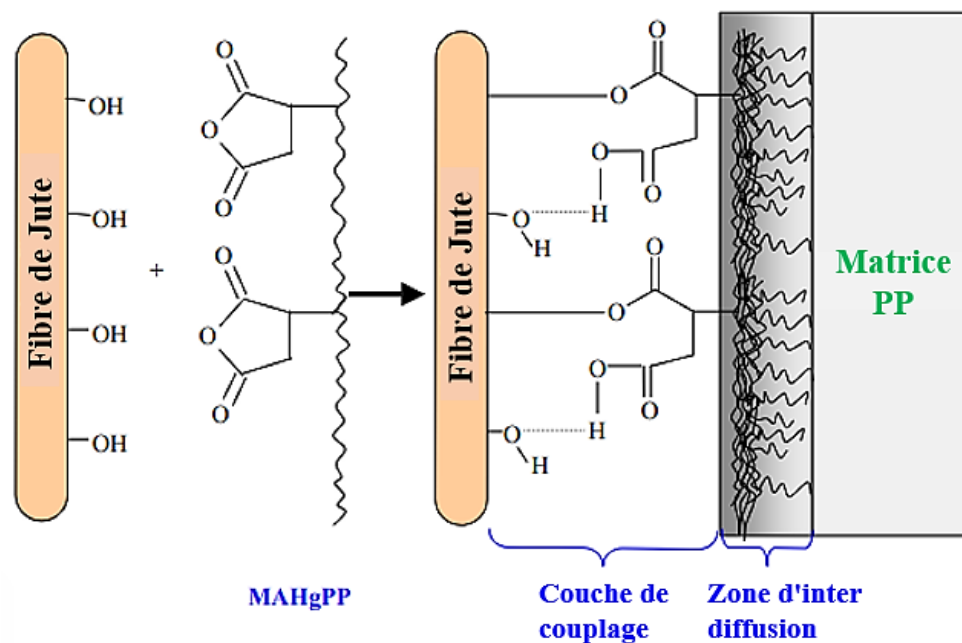


Figure2. 10. Structure hypothétique de l'agent de couplage MAHgPP et les fibres de jute à leur interface [19]

Tableau2. 5. Travaux récents sur les bio-composites renforcés de fibres lignocellulose traitées en surface (modifié de la Reff [20]).

Méthodes de traitement	Matériaux composites	Résultats	Auteurs
Traitements chimiques			
NaOH	Chanvre/euphorbe	Amélioration de la résistance à la traction, résistance au cisaillement	[21]
	Sisal/polyester	Résistance à la traction améliorée	[22]
	Banane/PU	Adhérence interfaciale augmentée de 93%	[23]
	Bagasse/polyester aliphatique	Amélioration de la résistance à la traction, à la flexion et à l'impact	[24]
Silanes et NaOH	Lin/PLA	Augmentation de l'hydrophobicité et des propriétés mécaniques	[25]
	Chanvre/PLA	Augmentation de la force d'adhérence	[26]
Mercerisation	Sisal/PP	Amélioration des résistances à la traction, à la flexion et aux chocs	[27]
Traitements physiques			
Argon et air plasma	Bois/PP	Amélioration de la résistance à la traction et du module	[28]
Plasma d'argon et d'air	Bois/PP	Propriétés de traction améliorées	[29]
Décharge Corona	Miscanthe/PLA	Adhérence fibre-matrice améliorée	[30]
Traitement Corona	Miscanthus/PP, Miscanthus/PLA	Interaction interfaciale améliorée	[30]
Flamme, décharge abrasion mécanique	Corona, Bois/polymère	Résistance à la traction accrue	[28]
Laser, ozone et plasma	Jute	Augmentation de la rugosité de surface	[21]
Traitement au plasma	Fibre de coco/PLA	Stabilité thermique accrue et retrait réduit	[23]
Plasma	Lin/polyester	Amélioration des propriétés de résistance à la traction, à la flexion et au cisaillement interlaminaire	[31]
Rayonnement UV (jusqu'à 50)	Jute/PE/PP	Propriétés de traction et de flexion améliorées	[32]
Traitements biologiques			

Enzyme		Lin/chanvre	Stabilité thermique améliorée	[33]
Schizophyllum (champignons)	commune	Chanvre/PP	Résistance à la traction améliorée (28%)	[34]
Traitement fongique		Chanvre/PP	22% de résistance supérieure	[35]

2.1.6. Procédé d'injection des bio-composites à fibres courtes

Le processus de moulage par injection est une méthode rentable pour produire des composants en grande quantité. Pour les matériaux SNFT, le processus se déroule généralement en deux étapes distinctes (Figure 2.11). La première étape consiste en la préparation de la matière première, qui implique le mélange des fibres et de la matrice dans une unité de plastification chauffée, équipée d'une vis rotative qui transforme le mélange en granulés de bio-composite SNFT. Ce processus peut entraîner une réduction supplémentaire de la longueur des fibres en raison de la forte contrainte mécanique subie par ces dernières lors du découpage et du mélange. La deuxième étape est l'injection proprement dite. Elle commence par la phase de remplissage, où la matière fondue est injectée à haute pression et haute vitesse dans la cavité du moule à partir de la buse. La vis de la machine de moulage agit comme un vérin pour appliquer la pression nécessaire. Les fibres incluses dans la matière fondue sont orientées par le flux de matière pendant l'injection. Ensuite, une phase de pression de remplissage et de maintien est appliquée pour compenser la réduction de volume due à la fusion thermoplastique et au retrait thermique du matériau. Enfin, le composant est refroidi jusqu'à ce qu'il puisse être retiré du moule sans déformation [36].

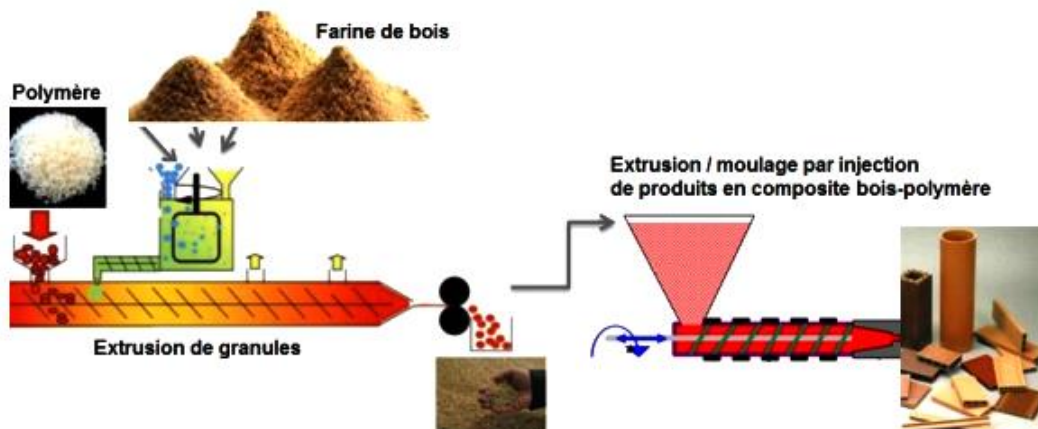


Figure 2. 11. Procédé de moulage par injection des SNFT [37].

2.1.7. Propriétés mécaniques des bio-composites

Au-delà des avantages écologiques, les SNFT se caractérisent par des propriétés mécaniques spécifiques élevées, parfois sont comparables à leurs homologues synthétiques (composites à fibre de verre ou de carbone). Cela a fait l'objet de plusieurs travaux de recherches. La majorité de ces travaux porte sur l'évaluation des propriétés mécaniques en quasi statique (traction et

flexion) [13–18,38–41]. Dans ces travaux les chercheurs se focalisent sur l'effet du taux de fibres et des agents de couplage sur les propriétés mécaniques. D'ailleurs, ils ont constaté qu'une augmentation du taux de fibres et d'agent de couplage résulte des bio-composites avec une rigidité et une résistance mécanique améliorées. La résistance au choc aussi a été étudiée par plusieurs chercheurs [13,42]. La majorité de ces études ont utilisé les essais de Charpy et/ou Izod pour l'évaluation. Il a été constaté que l'élévation du taux de fibres baisse la résistance à l'impact et accroît l'indice d'amortissement. Cependant, les propriétés mécaniques des SNFT dépend d'autres facteurs à savoir : le type de la fibre naturelle, le type de la matrice, l'interaction fibres matrice, ainsi que le procédé de fabrication. Néanmoins, aucune liste exhaustive ne peut être trouvée dans la littérature pour décrire les facteurs pouvant influencer les propriétés mécaniques des bio-composites SNFT [43]. Cependant, la composition chimique des fibres, leurs méthodes de fabrication et leur morphologie sont généralement considérées comme les paramètres les plus importants pour influencer les performances mécaniques des bio-composites SNFT [43]. Les fibres sont principalement composées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Quelques travaux ont été passés en revue sur les propriétés mécaniques du polypropylène (PP) renforcé avec diverses fibres naturelles courtes en tenant compte de la composition chimique des fibres (tableau 2.6). Il a été observé que, en général, les bio-composites affichant les meilleures propriétés mécaniques présentent des fibres naturelles ayant une teneur plus élevée en cellulose et en hémicellulose.

D'autres chercheurs comme Alencar et al. (2013) [44] ont analysé la rupture des bio-composites SNFT. En utilisant la technique d'émission acoustique, ils ont montré que les mécanismes d'endommagement, qui contribuent à la rupture totale de ces bio-composites, sont les microfissures dans la matrice, la friction matrice/matrice, la décohésion au niveau de l'interface fibres/matrice et la friction fibres/matrice. Ils ont également montré que l'amélioration des propriétés mécaniques est directement liée à l'amélioration de l'interface fibre-matrice.

La durabilité des SNFT a également fait l'objet de plusieurs travaux de recherche. Par exemple, M.D.R.Beg et al. (2008) [42] ont constaté que la présence d'humidité entraîne une diminution de la rigidité, de la résistance mécanique et de la dureté Vickers. Des revues approfondies portant sur les propriétés mécaniques des bio-composites SNFT peuvent être trouvées dans [1,2,7].

Tableau2. 6. Propriétés de traction des composites en polypropylène renforcés avec 30 % en poids de différentes fibres naturelles et composition chimique de chaque fibre.

Composites	Fibres	Cellulose* (%)	Hémicellulose* (%)	Lignine* (%)	Module de Young E (GPa)	Limite élastique Y _d (MPa)	Auteurs
PP30-Lin	Lin	71 ± 1	19.6 ± 3.00	2.2 ± 0.2	4.55 ± 0.5	18.4	[45,46]
PP30-Kénaf	Kénaf	68 ± 9	20.3 ± 2	15 ± 6	4.45 ± 0.49	19	[47,48]
PP30-Chanvre	Chanvre	70 ± 5	15 ± 4.2	8 ± 4	4.45 ± 0.50	16.8	[49,50]
PP30-Jute	Jute	66 ± 7	17 ± 3.00	12.5 ± 7.2	4.5 ± 0.71	19	[46,51]
PP30-Curaua	Curaua	71.6 ± 2	9.9	9 ± 2	3 ± 1.55	18	[52,53]
PP30-Sisal	Sisal	65 ± 0.5	12	9.9 ± 1	3.15 ± 1.47	15	[54,55]
PP30-Bagasse	Bagasse	55.2 ± 2	18.8 ± 2	24 ± 2	2.85 ± 0.63	-	[56]
PP30-Bouleau	Bouleau	44.06 ± 1	30.5 ± 2.5	10.12 ± 5.5	3.37	-	[14]
PP30-Pin	Pin	41 ± 2	26 ± 3	28 ± 3	2.76	14	[57]
PP30-Tremble	Tremble	48.8	20.05	27.5	3.23	12.5	[14]
PP30-Balle de riz	Balle de riz	37 ± 4	21.5 ± 2	20	2	13.5	[58]
PP30-Bambou	Bambou	34.5 ± 15	30 ± 15	26 ± 5.00	1.9 ± 4	9	[59,60]

(*) Propriétés chimiques des références en fibres naturelles [2,14,44,61–65]
 (PP) Polypropylène.

2.2. Effet des rayons UV sur les bio-composites

Plusieurs études ont évalué la durabilité des bio-composites en considérant les variations des conditions climatiques dans plusieurs régions du monde, notamment les régions tropicales, continentales et méditerranéennes [66–69]. Les bio-composites se dégradent sous l'effet d'une combinaison de facteurs environnementaux tels que les rayons ultraviolets (UV), la température, l'humidité et les attaques biologiques. Dans des études antérieures, des tests de vieillissement artificiel accéléré ont été utilisés pour prédire l'altération des matériaux [42,70–72]. L'avantage de tels tests par rapport à l'exposition naturelle est qu'ils permettent de gagner du temps, sont reproductibles et permettent de comprendre l'effet de chaque facteur de l'environnement sur la dégradation.

2.2.1. Test de vieillissement accéléré

Le test de vieillissement accéléré est une méthode alternative pour évaluer la durabilité à long terme des bio-composites SNFT. Ce test se déroule dans des chambres de laboratoire qui simulent l'environnement climatique en exposant des échantillons à des flux de chaleur, d'humidité et de rayonnements ultraviolets de manière contrôlée. Les paramètres de la machine comprennent le temps d'exposition, la température, l'intensité des rayons UV et le nombre de cycles d'exposition à l'humidité. Quatre sources de lumière sont disponibles pour le rayonnement UV, à savoir les lampes à arc au xénon, les lampes UV fluorescentes, les lampes au mercure et les lampes à arc au carbone. Les lampes UV fluorescentes sont les plus couramment utilisées lors des études de vieillissement des bio-composites. La figure 2.12 montre un testeur de vieillissement accéléré QUV/SE de Q-Lab Co., USA, équipé de lampes fluorescentes UVA-340 (irradiance UV à une longueur d'onde de 340 nm), ainsi que son schéma.

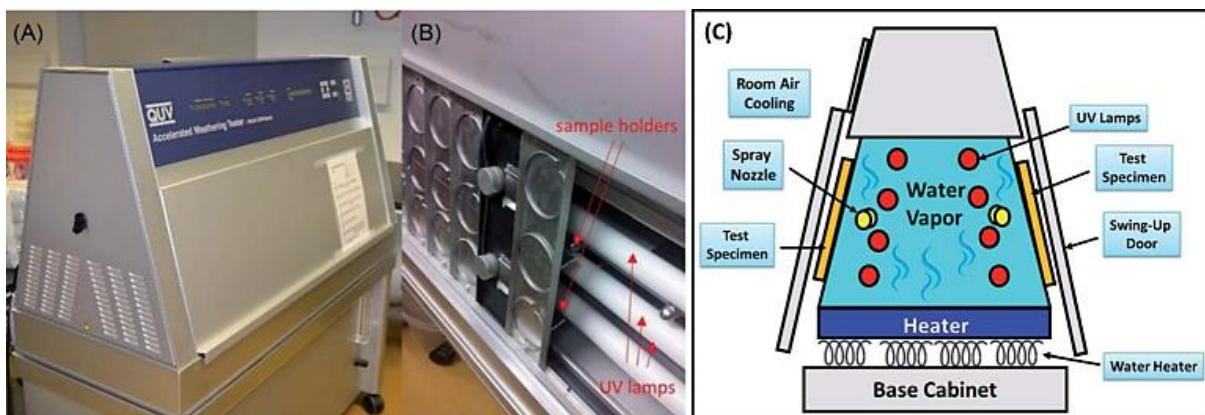


Figure2. 12. (A et B) Le testeur de vieillissement accéléré QUV/spray. Chiffres adaptés avec la permission de la réf. 108, the Royal Microscopical Society, Copyright 2016 (Numéro de licence : 4761390867194) et (C) son diagramme schématique. (Modifier de [73]).

Le tableau 2.7 permet de comparer la durée de vieillissement équivalente obtenue lors de tests de vieillissement accéléré par UV dans un Weather-Ometer (chambre à arc au xénon) pour différentes conditions climatiques reproduisant l'altération naturelle. Ces conditions sont conçues pour simuler environ un an d'exposition naturelle aux intempéries en seulement 2 à 3 mois, avec une irradiation UV de 300 à 400 nm de longueur d'onde.

Tableau2. 7. Comparaison du test de vieillissement accéléré au Weather-Ometer (chambre à arc au xénon) et au vieillissement naturel. Adapté et reproduit avec la permission de la Réff [74] (numéro de licence : 4784951380217).

Emplacement	Type de climat	Exposition moyenne au rayonnement solaire en un an		Durée équivalente pour l'exposition Weather-Ometer ^c	
		Totaliser ^a	UV ^b	En jours	En mois
Floride, États-Unis	Subtropical	6588 MJ·m ⁻²	280 MJ·m ⁻²	95	3.2
Bandol, France	Méditerranéen	5500 MJ·m ⁻²	382 MJ·m ⁻²	69	2.3
Arizona, États-Unis	Désert	8004 MJ·m ⁻²	334 MJ·m ⁻²	79	2.6

a Rayonnement solaire mesuré entre 300 nm et 3000 nm. *b* Rayonnement solaire mesuré entre 300 nm et 400 nm. *c* Concernant les rayonnements UV uniquement, selon 168 cycles de 120 min (EN ISO 4892-2).

2.2.2. Mécanismes de dégradation des bio-composites sous l'effet des UV

La présence d'oxygène dans l'air, associée aux rayons UV et/ou aux températures élevées, peut provoquer des réactions de photo-oxydation au niveau de la lignine des fibres naturelles, entraînant une dégradation des fibres. Ces réactions peuvent également se produire au cours de la fabrication et du stockage de la matrice polymère, entraînant la formation de groupes chromophores, de quinones et d'hydroperoxydes radicalaires, qui agissent comme catalyseurs de la dégradation de la matrice polymère sous l'effet des UV. Ce processus de dégradation des matrices polymères (scission des chaînes polymères) conduit à la formation de fissures superficielles, et donc à une dégradation des propriétés mécaniques des bio-composites. La figure 2.13 présente un diagramme schématique de la dégradation du composite fibre naturelle/polymère due à l'exposition aux UV [2]. La photo-oxydation des bio-composites entraîne également une décoloration, des surfaces rugueuses et une perte de masse. De plus, les températures élevées peuvent également entraîner des réactions de photo-oxydation au niveau des bio-composites, tandis que l'humidité accélère ces réactions. Des revues approfondies de la littérature sur les mécanismes de dégradation des bio-composites sous l'effet des UV ont été fournies dans [2,73].

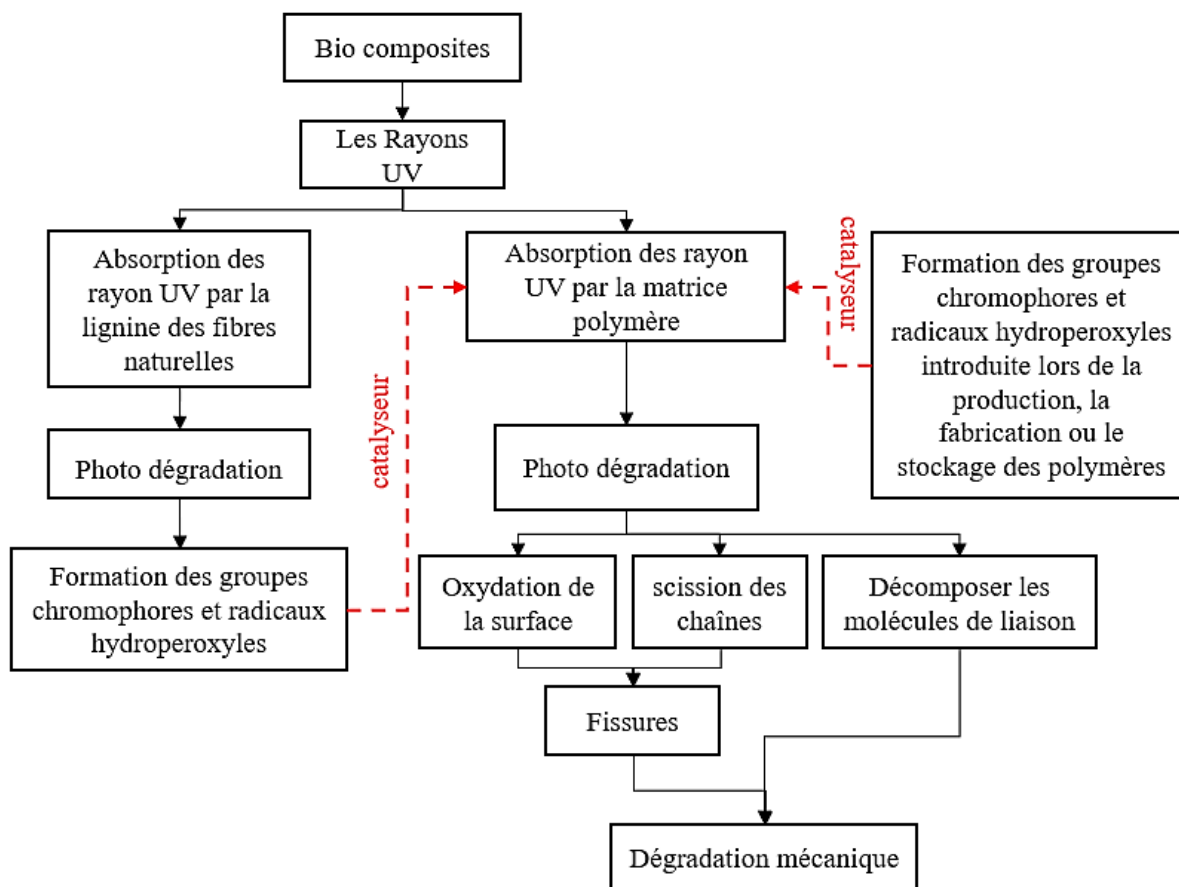


Figure2. 13. Dégradation par rayons UV du composite fibre naturelle/polymère et de ses composants (modifier de [2]).

2.2.3. Effet du vieillissement accéléré sur les performances physicochimiques et mécaniques des SNFT

Plusieurs chercheurs ont étudié l'effet du vieillissement accéléré sur les performances des bio-composites SNFT, notamment sur les propriétés chimiques, physiques, visuelles et mécaniques. Le tableau 2.8 présente les études récentes ainsi que les conditions d'essais de vieillissement des bio-composites SNFT.

Tableau 2. 8. *Études récentes sur la configuration des tests de vieillissement accéléré par les intempéries et les conditions de test de différents bio-composites et principale conclusion (modifié de la Reff [73]).*

Matériaux composites	Condition de vieillissement et norme	Intensité d'irradiation et longueur d'onde	Température de la chambre	Durée du test	Résultats
WPCBP/WF/PP	Météomètre accéléré UV-340A, ISO 4892-1	0,83	50 °C	15 jours	WPCBP et WF améliorent le taux de rétention des propriétés mécaniques de PP après exposition aux UV. Une quantité plus élevée de WPCBP augmente l'indice de carbonyle en raison de la présence de métaux de transition dans le WPCBP qui accélèrent le photo-vieillissement.
Tourteau de lin/PLA	Lumière UV, ISO 4892-3	0,76 W m ⁻² , 340 nm	60 °C	250 et 500h	L'incorporation de biofiller accélère la dégradation. Dégradation hydrolytique sur phase amorphe (vieillissement UV initiaux – 250 h). Dégradation hydrolytique sur phase cristalline (vieillissement UV ultérieurs – 500 h).
SiCO/PLA	Lampe Xénon, ASTM G155-13 cycle 1	0,35 Wm ⁻² (340 nm)	63 °C, 30 % d'humidité, lumière et pulvérisation d'eau pendant 18 min	260 et 520h	Les propriétés de traction, la stabilité thermique et la rhéologie ont diminué après le vieillissement, tandis que le pourcentage de cristallite a augmenté.
PF/PP, PALF/PP	Lampes à pression de mercure	400 watts (300 nm)	60 °C	30, 40, 50h	Le PF/PP présente une meilleure rétention des propriétés que le PALF/PP après le photo-

						vieillessement en raison de la teneur plus élevée en lignine du PF.
Fibre de bois/PP (blanchi et écriu) avec MAPP	Ampoule fluorescente UVA, ASTM G154-00a	0,68 W m ⁻² (340 nm)	50 °C, 2 h de condensation par cycle	150, 400, 600, 800 et 1000 heures		Les composites de fibres de bois blanchies et non blanchies présentent une réduction de l'appui mécanique. Après vieillissement accéléré. Réduction de l'appui mécanique. Était due à la dégradation de la lignine, à la scission de la chaîne du PP et à la détérioration de l'interface fibre-matrice.
Farine de bois/PP avec MAPP	Météo-Ohmètre (arc au xénon)	Lampe 3500 W, 60 W m ⁻² , 300–400 nm	60 °C	14 jours		Les WF/PP recyclés vieillis aux UV ont pu retrouver les propriétés initiales des bio-composites WF/PP.
WF/PP, lignine/PP, cellulose/PP	Vieillessement accéléré QUV, ASTM G154	0,89 W m ⁻² , à 340 nm	60 °C, 4 h de condensation par cycle	960 heures		Le composite contenant de la lignine était plus sensible à la photodégradation (à partir des résultats de changement de couleur). La lignine / PP a montré une meilleure rétention de la résistance et du module de flexion, une meilleure hydrophobicité et moins de fissures, sur une surface vieillie aux UV, que les bio-composites PP.
Amidon/WF/PLA avec 15% de glycérol	Lampes fluorescentes, ASTM G154-06	0,89 W m ⁻² , à 340 nm	4 h de condensation par cycle	300, 600 et 1200h		De l'acide carboxylique s'est formé à la surface après le vieillissement aux UV Le glycérol a montré un effet stabilisateur sur la durabilité aux UV des bio-composites.

Lignine/PLA	Lampe au mercure	39 mW·cm ⁻² , 200–700 nm	30 °C, 60 % d'humidité	600 heures	L'énergie de surface libre a augmenté après les intempéries. La lignine/PLA montre moins de réduction de la résistance à la traction et aux chocs que les autres échantillons après vieillissement aux UV.	[81]
Mt/PLA (1% en masse)	Lampes fluorescentes, SAE J2020, ASTM G154-05 et ISO 4892-3	0,49 W m ⁻² , 310 nm	70 °C, 4 h de condensation sombre par cycle	50, 100, 150 et 200h	Le nanocomposite PLA avec 1% en masse d'argile Mt a montré un effet extrêmement bénéfique sur les performances de durabilité après une altération accélérée (bonne rétention mécanique de la prop.).	[82]
HNT/APL	Lampes fluorescentes, cycle-C de l'ISO 4892-3	0,49 W m ⁻² , 310 nm	70 °C, 4 h de condensation sombre par cycle	300 heures	Les intensités des bandes IR distinctives du PLA ont diminué après la dégradation due aux intempéries en raison de la photolyse, de l'hydrolyse et de la scission de chaîne. L'effet de renforcement du HNT dans le PLA pourrait compenser la perte d'appui mécanique. Après vieillissement.	[83]
TiO₂ / EVA/PLA	Vieillissement accéléré, ISO 4892/3	N.-É.	60 °C, 8 h d'irradiation, 4 h de condensation d'humidité par cycle	8 à 56 cycles	Différentes formes de cristaux de TiO ₂ pourraient affecter le degré de photodégradation. Le TiO ₂ rutile n'améliore pas la dégradation, mais les nanoparticules de TiO ₂ anatase et de cristaux mixtes ont favorisé la dégradation des nanocomposites.	[84]

WF/PP avec pigments	Vieillissement accéléré, ASTM G 154	0,89 W m ⁻² , à 340 nm	60 °C, 8 h d'irradiation, 4 h de condensation par cycle	240, 480, 720 et 960 heures	L'incorporation de pigments s'est avérée être une méthode de coloration plus efficace pour améliorer la stabilité de la couleur pendant les intempéries par rapport à l'utilisation du colorant WF	[85]
WF/HDPE	Vieillissement accéléré, ASTM G154-12a	0,89 W m ⁻² , à 340 nm	60 °C, 8 h d'irradiation, 4 h de condensation par cycle	500, 1000, 1500 et 2000 heures	La dégradation par les intempéries des bio-composites est affectée par le type de WF <i>A. Mangium</i> /HDPE montre une meilleure stabilité de la couleur de surface et des propriétés après vieillissement que <i>E. urophylla</i> et <i>P. caribaea</i> /HDPE	[86]
ZnO/WF/HDPE	Lampes UVB, ASTM D4329	313 nm	60 °C, 8 h d'irradiation, 4 h de condensation par cycle	500, 1000 et 1500 heures	Fissures de surface, changements d'angle de contact et support mécanique. La perte a été réduite avec l'augmentation de la teneur en ZnO L'incorporation de ZnO a modifié le mécanisme de photodégradation des bio-composites	[87]
Sciure de teck/PBS	ASTM-G154 cycle A	N.-É.	60 °C, 8 h d'irradiation, 4 h de condensation par cycle	5 cycles, 60 heures	Le module de traction a augmenté tandis que les propriétés de flexion ont diminué Perte de support mécanique était due à la dégradation hydrolytique induite par l'hydrophilie de la bio fibre lignocellulosique	[88]
Biofibres (Chêne, loupe de coton et bagasse de guayule)/HDPE	Vieillissement accéléré, lampes UV fluorescentes, ASTM G 154	0,85 W m ⁻² , 340 nm	45 °C, UV irradié pendant 4 h (60 °C), condensation pendant 4 h (50 °C)	2200 heures	Les agents de couplage ont aidé à retenir l'appui mécanique. Des bio-composites après exposition aux UV Les biofibres accélèrent le taux de dégradation UV du HDPE	[89]

Fibre de lin/soja de saccharose époxydé	Lampes fluorescentes UVA-340 de 40 watts	0,5 Wm ⁻²	40 °C, 4 h UV et condensation d'eau	1000 h de chaque côté	Les propriétés des bio-composites réduites après altération Les traitements des fibres aident à améliorer la résistance à la dégradation des propriétés après les intempéries	[90]
FDE/PLA, SD/PLA	Lampes fluorescentes UVA-340					

a Abréviation : WPCBP : déchets de circuits imprimés ; WF : farine de bois ; SiCO : silice poreuse encapsulée dans de l'oléorésine de capsicum ; PF : fibre de palmier ; PALF : fibres de feuilles d'ananas ; MAPP : polypropylène maléate ; Mt : montmorillonite ; HNT : nanotubes d'halloysite ; EVA : copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ; NS : non précisé ; PBS : poly(succinate de butylène) ; FDE : effluent laitier de ferme ; SD : poussière de ponceuse à bois, ZnO : oxyde de zinc .

2.2.3.1. Changements chimiques

Badji et al. [72] ont utilisé le spectre FTIR pour évaluer les changements chimiques des bio-composites (polypropylène renforcé par des fibres de chanvre) vieilliss par rayons UV. Ils ont constaté que toutes les composantes de la fibre naturelle se dégradent sous l'effet des UV, mais que ces réactions sont principalement attribuées aux réactions carbonylées et carbonées de la lignine.

2.2.3.2. Changement de couleur

D'autres chercheurs ont évalué les changements de couleur des bio-composites soumis à des rayonnements UV [50,72,85,91]. La plupart de ces chercheurs ont évalué de telles propriétés selon le système CIE 1976 (L^* , a^* , b^*) ; où L^* (de 0 à 100) indique un matériau qui s'éclaircit, et a^* et b^* sont les positions de la chromaticité sur les axes de -300 à +300, qui sont l'axe vert-rouge et l'axe bleu-jaune respectivement. Étant donné que le système L^* , a^* et b^* est uniforme, il permet de calculer la différence de couleur entre les échantillons non altérés et altérés. Le changement de couleur total (ΔE) a été calculé conformément à la norme ASTM D2244.

Ces chercheurs ont constaté qu'après vieillissement, les bio-composites présentent une décoloration sévère en raison de la photo-oxydation de la lignine. Cette décoloration est le résultat de la perte de la teneur en méthoxyle de la lignine, de la formation de groupes chromophobes à base de carbonyle et de la photodissociation des liaisons carbone-carbone. Une décoloration plus rapide des composites a été observée avec la pulvérisation d'eau, qui accélère les réactions de la photo-oxydation [92,93]. De plus, le degré de changement de couleur et de luminosité augmente en fonction du temps d'exposition.

Peng et al 2014 [91], ont évalué le changement de couleur des bio-composites SNFT à base de polypropylène (PP) sous l'effet des rayons UV. L'accent a été mis sur l'effet de la composition chimique de la fibre naturelle telle que la cellulose (C) et la lignine (L) (L1= 10 % de lignine, L2= 20 % de lignine et L3= 30 % de lignine) sur l'altération. Ils ont constaté que la lignine est le principal élément responsable de la couleur des bio-composites, dans lesquels les bio-composites contenant des fibres naturelles avec un taux élevé de lignine présentent une couleur relativement plus foncée (Figure 2.14). Cependant, sous l'effet des rayons UV, les paramètres de couleur des bio-composites changent (une augmentation de la luminosité, et une dégradation des paramètres de chromaticité a^* et b^*). Plus le taux de lignine est élevé, plus le changement est important (Figure 2.15).

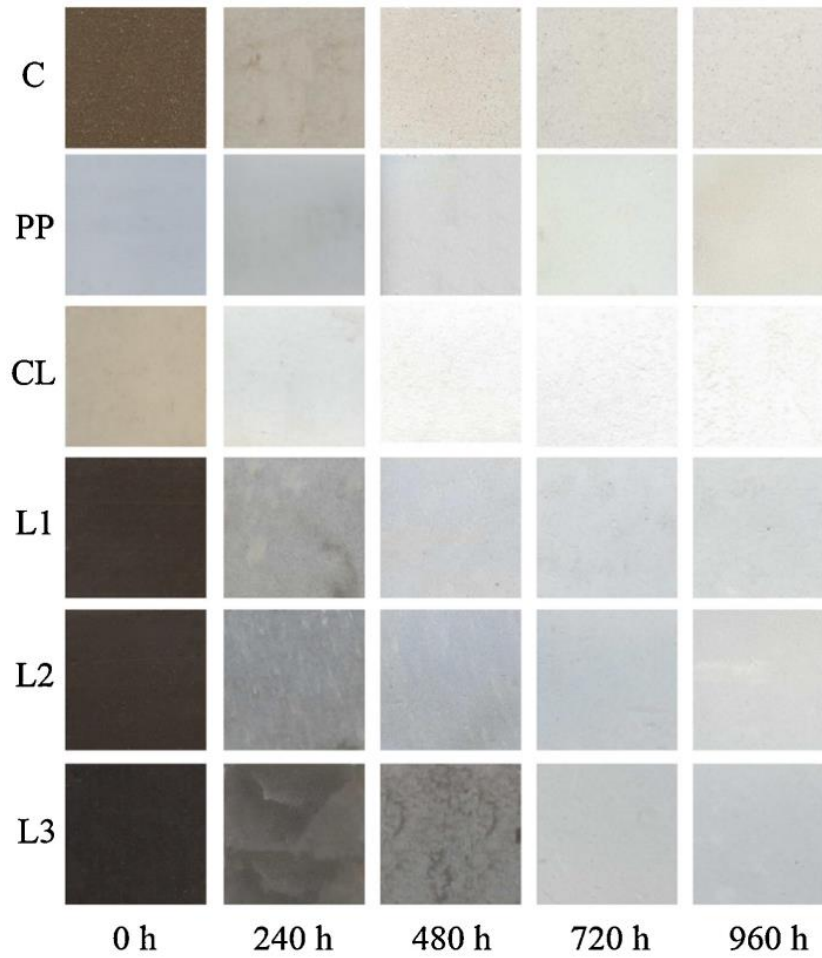


Figure2. 14. Photos visuelles de tous les groupes de composites en fonction du temps de vieillissement.

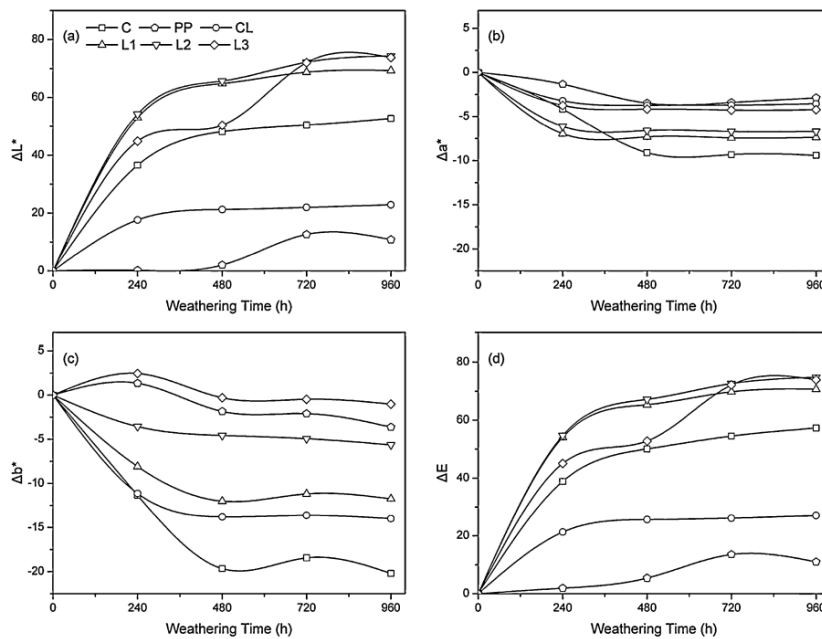


Figure2. 15. Changements de trois paramètres de couleur : (a) L^* , (b) a^* , (c) b^* et (d) changement de couleur (E) de tous les groupes de composites en fonction du temps de vieillissement.

2.2.3.3. *Changement de l'état de surface (rugosité)*

Certains chercheurs ont étudié l'effet du vieillissement sur la rugosité des bio-composites [69,91]. Ils ont constaté une augmentation de la rugosité après vieillissement, qui est attribué à l'augmentation de la durée d'exposition des bio-composites aux rayonnements UV, entraînant une photo-oxydation, ainsi qu'à la scission des chaînes polymères et à l'apparition de microfissures à la surface [94,95]. James S. et al.[69] ont décrit la dégradation de la surface des SNFT pendant le vieillissement en trois étapes : d'abord, la surface commence à s'éroder en créant plusieurs cavités, ensuite le nombre et la taille de ces cavités augmentent avec le temps d'exposition, et finalement des microfissures apparaissent sur la surface du composite (Figure 2.16). Plusieurs chercheurs ont confirmé que les microfissures sont la principale cause de la dégradation des propriétés mécaniques des SNFT sous l'effet des rayons UV.

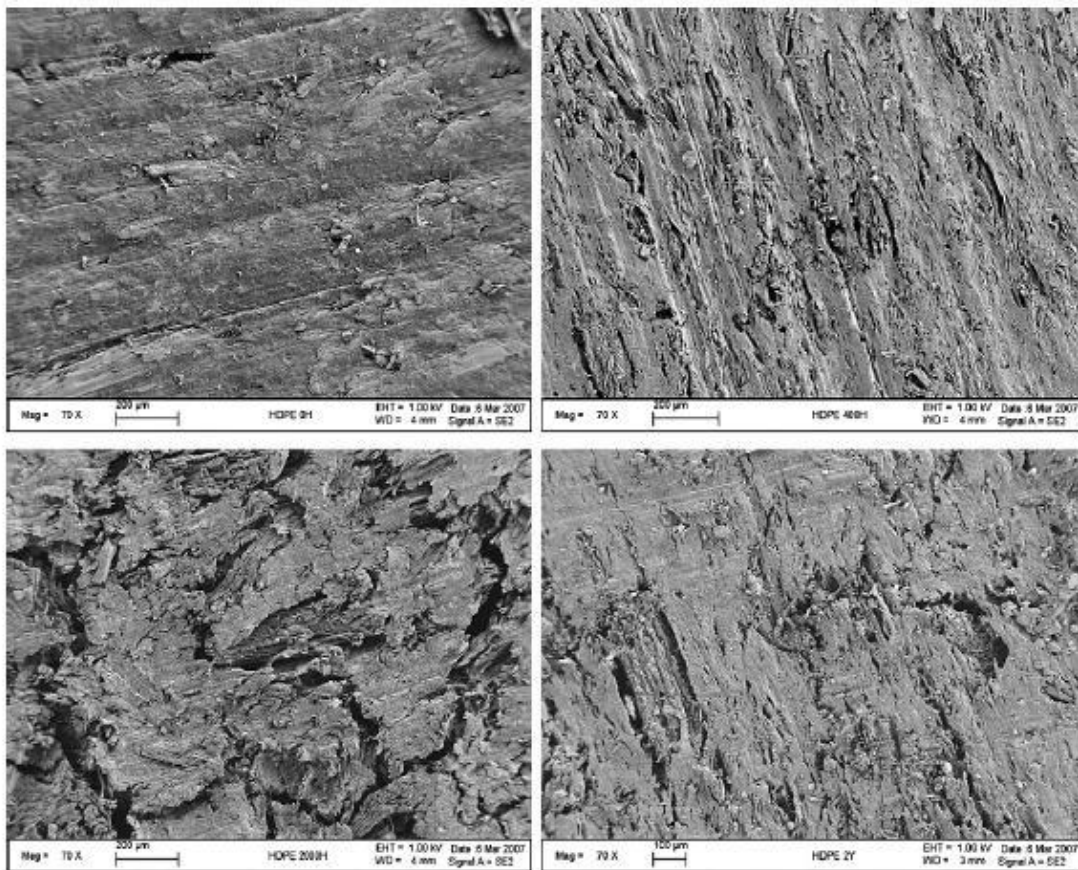


Figure 2. 16. Micrographies prises balayage électronique du composite (HDPE/fibre de pin) : Non vieillis (Haut gauche), vieillis à 400h à l'arc Xénon (haut droite), vieillis à 2000h à l'arc Xénon (bas gauche) et à deux ans d'exposition à l'extérieur (James S. 2008) [69].

2.2.3.3. Dégradation des propriétés mécaniques

La photo-dégradation des propriétés mécaniques des bio-composites implique plusieurs facteurs tels que la teneur en fibres, les agents de couplages, le type de fibre, le type de la matrice thermoplastique, les procédés de fabrication et les conditions climatiques. Le tableau 2.9 résume quelques travaux de littérature qui portent sur la dégradation des propriétés mécaniques par vieillissement et qui sont reliés directement avec notre projet.

Selon les travaux de R. Selden et al (2004) [96] et P.V. Joseph et al (2002) [55], il a été constaté que le taux de dégradation des SNFT augmente en fonction de la teneur de fibres, mais il diminue avec la présence des agents de couplages en raison d'une meilleure dispersion des fibres dans la matrice thermoplastique.

Peng et al. 2014 [91], a étudié l'effet de la composition chimique des fibres naturelles sur le vieillissement des bio-composites (Polypropylène renforcé par des fibres de bois courtes). Il a été rapporté que l'élimination de la lignine des fibres naturelles se traduit par une rigidité et une résistance mécanique relativement plus élevées. Néanmoins, après vieillissement, la cellulose engendre plus de fissures à la surface des échantillons bio-composites et donc une dégradation des propriétés mécaniques relativement élevées. Cela indique que la lignine peut agir comme un inhibiteur de dégradation. De même, Beg KL (2008) [42] a étudié le vieillissement des bio-composites (Polypropylène renforcé par des fibres de Kraft blanchi et écru). Les bio-composites de fibres Kraft blanchies (% lignine < 1%) ont présenté une dégradation relativement élevée en termes de propriétés mécaniques en raison de l'absence de lignine dans la structure fibreuse.

Ratanawilai et Taneerat [97] ont montré que les bio-composites à base de Polypropylène présentaient une résistance aux rayons UV plus élevée que les bio-composites à base de polyéthylène basse densité (LDPE), de chlorure de polyvinyle (PVC) et de polyéthylène haute densité (HDPE).

En termes de méthodes de fabrication, les bio-composites moulés par injection se dégradent plus lentement que les composites extrudés ou celui obtenu par thermocompression. Stark et al. [98] ont rapporté que les bio-composites moulés par injection (HDPE renforcé par 50 % de fibres de bois courtes) sont plus résistants à l'irradiation UV que les échantillons extrudés ou moulés par thermocompression, en raison de la formation d'une couche de surface hydrophobe riche en polypropylène sur les composites moulés par injection.

L'étude de l'effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques des SNFT devrait inclure l'action combinée du rayonnement UV, de la chaleur et de l'humidité. Stark et al. (2006) [99] ont constaté que les bio-composites (HDPE renforcé par des fibres de bois courtes) subissaient plus de perte de propriétés mécaniques lorsqu'ils étaient exposés au rayonnement UV avec un cycle de pulvérisation d'eau par rapport au cycle de rayonnement UV seul. De plus, Napat Pattamasattayasonthi et al. (2011) [100] ont étudié l'effet de la température sur l'altération accélérée des SNFT (PVC renforcé par des fibres de bois courtes). Ils ont constaté que les propriétés de traction et de flexion des bio-composites diminuaient de manière monotone lorsque le temps de vieillissement augmentait, l'effet étant plus prononcé à des températures de condensation élevées.

Tableau 2. 9 Vue d'ensemble quelques articles qui portent sur l'effet du vieillissement UV sur les propriétés mécaniques des bio-composites SNFT

Facteurs	Auteurs	Particularité	Composition		Procédé de fabrication	Condition			Propriétés mécaniques
			Matrice	Fibre naturelle		Type de lampe	I	Temps	
Microstructure	M.D.H. Beg, K.L 2008 [42]	Effet de la lignine	PP	Fibre de Kraft blanchi et non blanchi	M.I	340 nm	I=0,06	1000 h	Et [GPa], Rt [MPa], En [J]
	Yao Peng et al (2014) [91]	Effet de la lignine et de la cellulose	PP	Cellulose, lignine	M.I	340 nm	I=0,89	960 h.	Ef [GPa], Rf [MPa],
	Heikko Kallakas et al. (2015) [70]	Effet de la longueur des fibres	LLDPE	Fibres de bois	M.I	250 nm	I=0,45	-	Ef [GPa], Rf [MPa], En [J]
	R. Sélden et al. (2004) [96]	Effet du taux des fibres	PP	Fibre de bois	M.I	340 nm	I=0,048	1344 h	Ef [GPa], Rf [MPa], En [J]
	P.V. Joseph et al (2002) [55]	Effet des traitements et additifs	PP	Fibre de sisal	M.I	-	-	2016 h	Et [GPa], Rt [MPa],
	Yao Peng et al (2020)	Effet du stabilisateur UV	PP	Fibre de bois	-	340 nm	I=0,89	960 h	Ef [GPa], Rf [MPa], En [J]
	Robert H. Falk et al. (2000) [101]	Effet des colorants	HDPE	Fibre de bois	M.I	340 nm	I=0,06	1500 h	Ef [GPa], Rf [MPa],
Procédé de fabrication	Nicole M. Stark et al. (2004) [98]	Effet du procédé de fabrication	HDPE	Fibre de bois	M.I EX EX modifié	Arc au xénon (I=0,06 kW / m2.)	3000 h	Ef [GPa], Rf [MPa],	
Effet de la température et de l'humidité	Napat Pattamasattayas onthi et al (2011) [100]	Effet de la température	PVC	Fibre de bois	EX	340 nm	I=0,89	504 h	Et [GPa], Ef [GPa], Rf [MPa],
	Nicole M. Stark et al. (2006) [99]	Effet de l'humidité	HDPE	Fibre de bois	M.I EX	I=123J / m2. Avec et/ou sans HR	-	-	Ef [GPa], Rf [MPa],

Note : MI (moulage par injection) ; EX (Extrusion) ; PP (Polypropylène) ; HDPE (polyéthylène haute densité); LLDPE (polyéthylène basse densité) ; PVC (chlorure de polyvinyle) ; I (Intensité) ; Et (module de Young) ; Ef (Module de flexion), Rt (résistance de traction) ; Rf (résistance de flexion) ; En (Énergie) ; HR : humi

2.3. Comportement à l'impact

Les phénomènes d'impact physique sont courants dans différents secteurs tels que la construction, l'automobile, le maritime, l'armée, l'aérospatiale et les équipements de sport [102]. Cette section accorde une attention significative aux phénomènes d'impact et aux dommages qui en résultent, en particulier lorsqu'il s'agit de matériaux composites biosourcés (SNFT).

2.3.1. Classification de type d'impact

Les phénomènes d'impact sont classés en plusieurs catégories en fonction de leur vitesse, tels que les impacts à basse vitesse, les impacts balistiques et les impacts ultrasoniques. Chaque catégorie nécessite un appareil et une méthode d'essai de matériaux spécifiques. Le tableau 2.10 récapitule ces catégories d'impact selon leur vitesse.

Tableau2. 10. Régimes de vitesse et applications représentatives et méthodes d'essai soumises à des impacts (Backman et Goldsmith, 1978 [103] et Børvik, 2001 [104]) adaptés par (Kuruvita. A. 2013 [102]).

Régime de vitesse	Équipement d'impact	d'essai	Méthode d'essai	Application typique
Basse vitesse [0-50 m/s]	- Toure d'impact - Accélération pneumatique	-	- Machine d'essai quasi statique - Hydraulique	- Objets tombés de véhicule - Collision avec un navire
Vitesse des sous-artillerie [50-500 m/s]	- Pistolet à air comprimé - Pistolet à gaz	-	- Pneumatique - Hydraulique - Test de choc Taylor - Pression Split Hopkinson (SHPB))	- Bombes et missiles en chute libre - Industrie nucléaire - Fragments dus à l'explosion d'une bombe - Fragments dus aux ouragans
Vitesse des artilleries [500-1300 m/s]	- Pistolet à gaz - Pistolet à gaz comprimé	-	- Test de choc Taylor - Pression (SHPB)	- Industrie militaire
Ultat-artillerie [1300-3000 m/s]	- Pistolet à gaz comprimé - Pistolet à poudre	-	- Test de choc Taylor (Impact Patel)	- Industrie militaire
Hypervitesse [>3000 m/s]	- Pistolet à gaz léger à l'étage de remorquage	-	- Test de choc Taylor (Impact Patel)	- Industrie spatiale
Vitesse la plus élevée [> 12000 m/s]	-	-	-	-

2.3.2. Impact à basse vitesse

Il est difficile de distinguer les impacts à haute vitesse des impacts à basse vitesse, car cela dépend de plusieurs facteurs, tels que la masse, la vitesse, les propriétés mécaniques et géométriques de l'impacteur et les propriétés mécaniques et géométriques de la cible. La plage de vitesse pour les impacts à basse vitesse est variable. Selon Richardson et Wisheart (1996) [105], la vitesse peut varier entre 1 et 10 m/s en fonction de la dureté du matériau, de la masse de l'impacteur et de la dureté de l'impacteur. Warren (1996) [106] affirme que la vitesse d'impact à basse vitesse ne dépasse pas 50 m/s. Selon Zhou (1995) [107], la limite pour les impacts à basse vitesse varie entre 2 et 8 m/s.

2.3.2.1. Test d'impact à basse vitesse

La procédure standard pour effectuer des essais d'impact à basse vitesse (IBV) sur des bio-composites SNFT est définie par la norme ASTM D5628. La figure 2.17 présente la configuration du test IBV. L'impacteur est une structure en acier de forme hémisphérique avec un diamètre de $d_1=20$ mm. La cible est une plaque circulaire de diamètre $d_2=60$ mm, encadrée à un diamètre de $d_3=40$ mm. L'énergie d'impact varie en fonction de la masse et de la vitesse de l'impacteur.

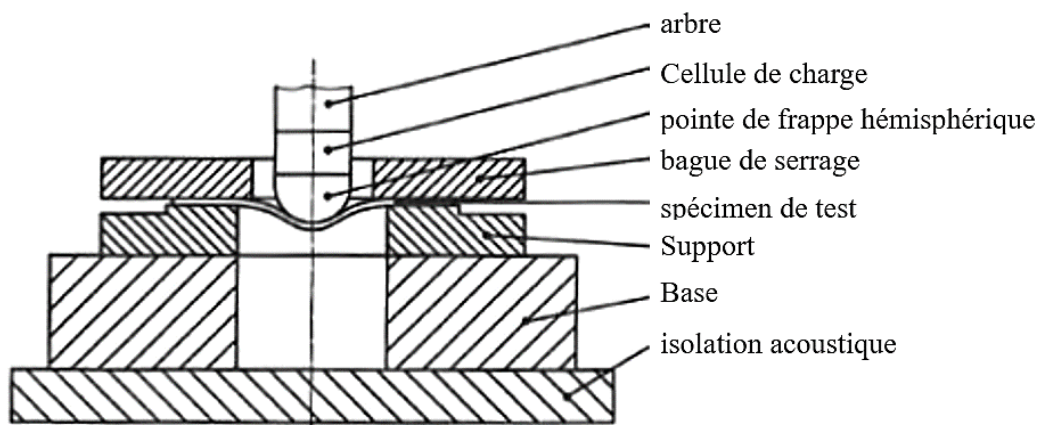


Figure2. 17. Configuration d'essai d'impact à basse vitesse.

Le test d'impact à basse vitesse fournit des données de base à savoir la force en fonction du temps. Les autres données importantes telles que la déflexion du composite, l'énergie absorbée par le composite et la vitesse de l'impacteur sont évaluées à partir des données force-temps. La figure 2.18 montre le diagramme schématique des tracés force-temps, déplacement-temps et énergie-temps d'un test d'impact à basse vitesse typique.

De telles courbes permettent d'évaluer la force critique (F_{ini}), la force maximale (F_{max}), le temps de réponse (OA), l'énergie absorbée (E_a), l'énergie maximale (E_{max}), l'énergie élastique (E_{el}) le déplacement maximal (d_{max}) et le déplacement permanent (d_{per}).

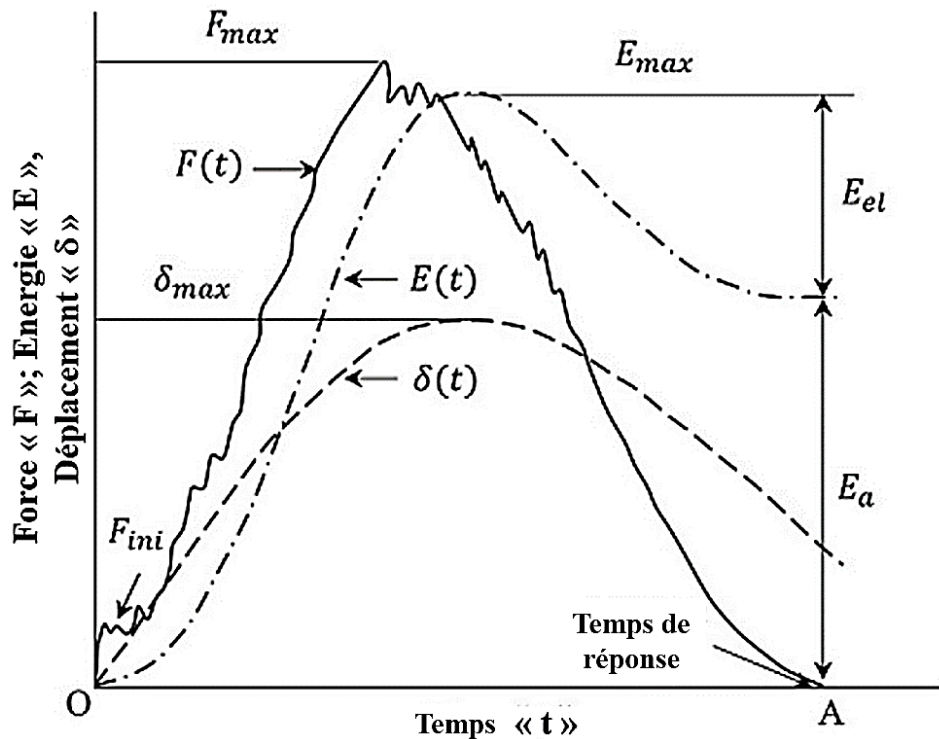


Figure2. 18. Le diagramme schématique des tracés force-temps, déplacement-temps et énergie-temps d'un test d'impact à basse vitesse d'un matériau composite.

2.3.3. Comportement à l'impact à basse vitesse des bio-composites (SNFT)

De nombreuses études se sont intéressées au comportement des composites à fibres naturelles longues soumis à des sollicitations d'impact en raison de l'importance des paramètres qui affectent leur microstructure. Cependant, peu de résultats expérimentaux sont disponibles pour les matériaux bio-composites à fibres courtes SNFT. Quelques travaux ont toutefois été réalisés, notamment ceux de Bledzki et al. (2003) [108], Bledzki et al. (2007) [109], Puech et al. (2018) [110] et Koffi et al. (2020) [13].

Les travaux de Bledzki et al. (2003) [108] ont porté sur l'évaluation de l'énergie absorbée (Figure 2.19) des composites SNFT à base de polypropylène. Différents types de fibres ont été considérés, notamment les fibres de bois dur, les fibres de bois tendre, les fibres de bois longues

et les copeaux de bois. Les chercheurs ont également étudié l'influence des additifs (avec et/ou sans MAH-PP) sur le taux de l'énergie absorbée après impact. Les essais ont été réalisés conformément à la norme ISO 6603-2, avec une énergie d'impact $E = 0,96 \text{ J}$. Les résultats ont montré que l'ajout de 5 % de MAH-PP comme agent de couplage améliore considérablement la résistance aux chocs des composites. L'amélioration en termes d'énergie absorbée peut atteindre jusqu'à 60 % pour les bio-composites à base de fibres de bois durs (Figure 2.19, à droite). En outre, les composites fibres de bois dur-PP avec 5 % MAH-PP présentent la résistance aux chocs la plus élevée par rapport aux autres composites (Figure 2.19, à gauche).

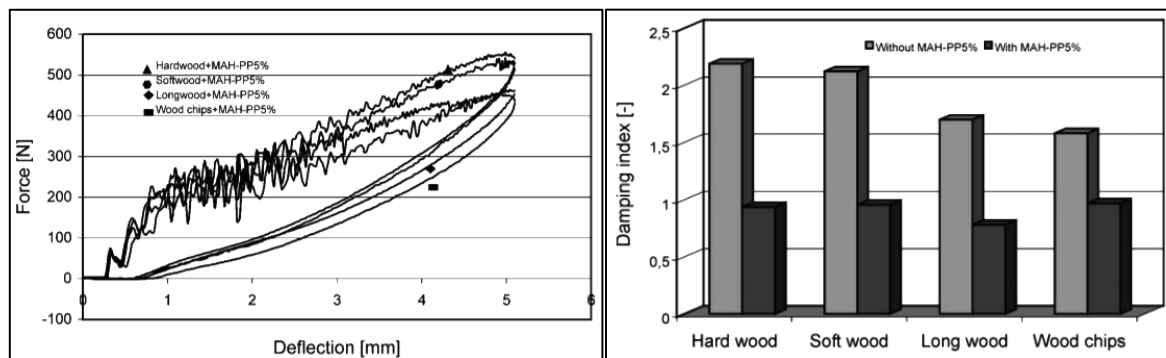


Figure 2. 19. (À gauche) résistance aux chocs (force maximale) de différents composites fibres de bois-PP avec et sans agent de couplage [teneur en fibres de bois 50% en poids]. (À droite) indice d'amortissement de différents composites fibre de bois-PP avec et sans agent de couplage [teneur en fibres de bois 50 % en poids] [108].

Bledzki et al 2007 [109] ont évalué l'effet du taux de fibres sur les propriétés d'impact des bio-composites SNFT. Ils ont fabriqué des composites PP renforcés de fibres d'abaca avec différentes charges de fibres (20, 30, 40, 50 % en poids et dans certains cas 35 et 45 % en poids). Les essais d'impact à basse vitesse ont été effectués selon la norme ISO 6603-2 avec une énergie d'impact $E = 0.96 \text{ J}$ (Figure 2.20). Les résultats ont montré que les bio-composites renforcés par 40 % de fibres ont enregistré les meilleurs résultats en termes d'énergie absorbée.

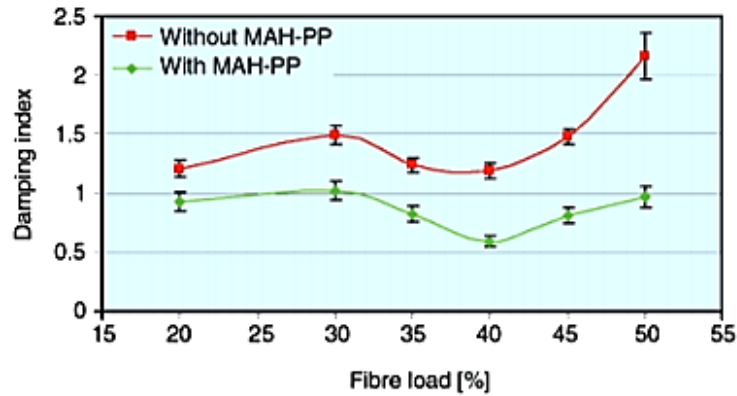


Figure2. 20. Influence de la charge des fibres sur la résistance au choc à l'écoulement des fibres de composites d'abaca-PP [109].

Laurent Puech et al. [110], ont présenté une étude expérimentale et numérique du comportement à l'impact des bio-composites SNFT renforcés avec 20 % de fibres de chanvre courtes. Des tests d'impact ont été réalisés à l'aide d'une machine d'impact à poids réduit équipée d'une caméra à grande vitesse pour mesurer la propagation des macro-fissures et la corrélérer à la réponse dynamique *figure 2.21*.

La courbe force déplacement de l'impact dans le cas perforant montre l'évolution des fissures en fonction de la force d'impact *figure 2.21*. Travée [0-1] : la courbe ne montre aucun signe d'endommagement du matériau. De plus l'évolution de la force est presque linéaire lorsque le temps et le déplacement augmentent. À la fin de la phase élastique, une chute de charge, clairement visible, est notée (point «1 » sur la *figure 2.21*). Toute énergie qui dépasse cette dernière est utilisée pour la propagation des dommages (fissuration matricielle, décohésion fibres-matrice, arrachement fibre-matrice, rupture des fibres). Bien entendu, tous ces modes de rupture conduisent à une diminution de la résistance résiduelle du matériau. Ensuite, une série de chutes de charge [travée 1-4], entraînant des oscillations dans les courbes et une force de déplacement menant à des défaillances importantes dans le matériau. À la fin de la phase d'endommagement, une chute de charge [travée 4-5], clairement visible est notée et correspond à la rupture du matériau, le point 5 correspond à la force maximale ainsi que le déplacement maximal. La travée 5-6 indique une diminution de la charge de contact concernant le processus de pénétration. Enfin au-delà du point 6, la force diminue lentement et correspond au glissement de l'impacteur au long de l'échantillon pénétré et l'énergie est dissipée par frottement. L'énergie dissipée peut être calculée comme la différence entre l'énergie cinétique initiale et l'énergie résiduelle.

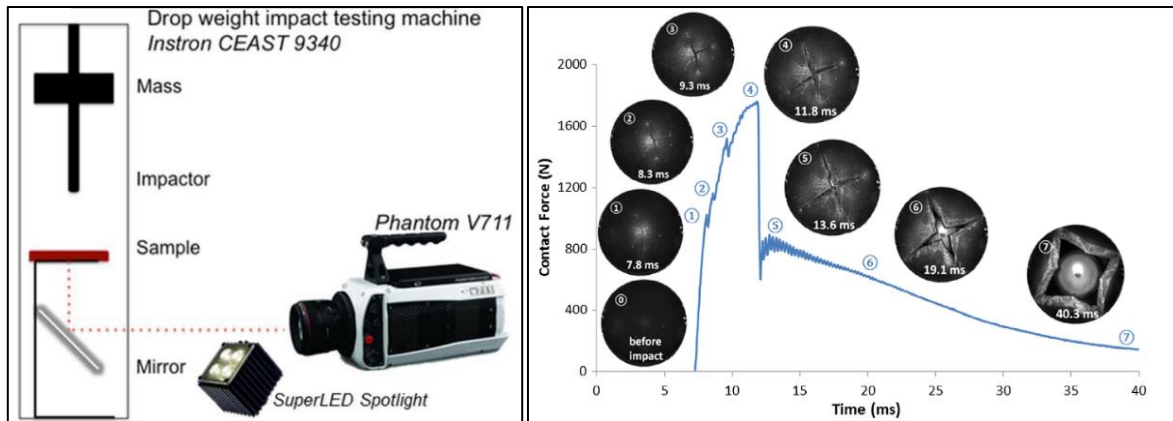


Figure 2. 21. (À gauche) dispositif d'impact de chute de poids ; (À droite) : force de contact en fonction du temps et clichés associés au temps correspondant aux différents événements sur la courbe pour un impact d'échantillon PP-H est 12 (J) [110].

Dans un autre travail plus récent, Koffi et al 2020 [13] ont étudié l'influence de la teneur en fibres sur le comportement au choc du polyéthylène renforcé de fibres courtes de bouleau. Ils ont constaté que l'énergie absorbée et la déformation à la rupture diminuaient à mesure que la teneur en fibres augmentait.

2.3.4. Modélisation

Généralement, la modélisation du comportement à l'impact à basse vitesse des bio-composites SNFT repose sur des approches numériques telles que la méthode des éléments finis (FEA). Le comportement des bio-composites SNFT obtenus par injection dépend de plusieurs paramètres, tels que les propriétés mécaniques des constituants (fibres, matrice et interface), l'orientation des fibres (anisotropie) et la géométrie des fibres (rapport longueurs/diamètre L/d). Dans le cadre d'une approche numérique FEA, la prise en compte de ces paramètres est nécessaire pour développer un modèle correspondant au comportement anisotrope des bio-composites SNFT. Plusieurs outils commerciaux de calcul numérique FEA, tels que ABAQUS, ANSYS et LS-DYNA, offrent des modèles pour le calcul des structures en composites. Cependant, ces modèles trouvés dans ces outils sont développés pour la prédiction des composites à fibres longues et non pour les composites à fibres courtes. Ainsi, une démarche numérique pour la prédiction du comportement global de tels matériaux par la méthode FEA pose un problème. Il existe plusieurs approches FEA dans la littérature pour la modélisation des bio-composites SNFT. Les modèles trouvés peuvent être classés en modèles micromécaniques et en modèles phénoménologiques.

2.3.4.1. Approche micromécanique

Il s'agit d'une modélisation à un niveau microscopique qui évalue le comportement des fibres et de la matrice de manière indépendante. Ce type de modèle, basé sur des techniques d'homogénéisation, prend en compte la fraction volumique des fibres dans la matrice, l'orientation des fibres ainsi que le comportement non linéaire de la matrice. Plus de détails sur les techniques de modélisation micromécanique se trouvent dans les travaux de Tucker et al. (1999) [111], Klusemann et al. (2009) [112] et Böhm (2017) [113], ainsi que dans les manuels des logiciels spécialisés en homogénéisation comme Digimat.

2.3.4.2. Approche phénoménologique

Les modèles qui décrivent le comportement global des bio-composites (SNFT) sans considérer spécifiquement les constituants individuels (fibres, matrice) sont appelés approche phénoménologique. Ces modèles analysent le comportement du matériau à un niveau macroscopique, basé sur les résultats (propriétés mécaniques) obtenus expérimentalement. Plus de détails sur les techniques de modélisation phénoménologique des bio-composites (SNFT) se trouvent dans les travaux de Nutini (2010) [114], Kolling et al. (2010), Schöpfer (2011) [115], Witzgall et al. (2015) [116] et Koukal (2014) [117].

2.3.4.3. Le choix de la méthode pour le calcul numérique

Le tableau 2.11 présente les avantages et les inconvénients de chaque méthode. Avant de sélectionner une méthode de calcul, plusieurs critères doivent être pris en compte, tels que les propriétés des composants, le procédé de fabrication, l'effort de modélisation et le temps de calcul. Le diagramme de la figure 2.22 illustre les questions et suggestions décrites pour la sélection de la méthode de calcul [115]. Dans laquelle cette méthode permet de choisir le modèle macroscopique (qu'il soit isotopique ou anisotrope) en fonction de divers critères, tels que l'orientation des fibres dans la matrice et les paramètres d'injection.

Tableau2. 11. *Avantages et inconvénients des approches micromécanique et phénoménologique [12].*

Model	Avantages	Inconvénients
Micromécanique	<ul style="list-style-type: none"> • Le nombre d'expériences nécessaires pour prédire le comportement efficace est réduit. • Capables de traiter directement tous les aspects des informations du tenseur d'orientation des fibres. • Ils peuvent prendre en compte le comportement dans chaque configuration d'orientation. 	<ul style="list-style-type: none"> • Le temps de calcul élevé pour la modélisation de la plasticité. • Le comportement d'interface fibre-matrice est généralement négligé. • Les valeurs des matériaux de matrice utilisés dans ces modèles représentent le meilleur ajustement pour obtenir une prédiction composite adéquate et ne représentent pas le comportement physique réel (informations de matrice virtuelle).
Phénoménologique	<ul style="list-style-type: none"> • Gain de temps de calcul. 	<ul style="list-style-type: none"> • L'effort expérimental important afin d'identifier les paramètres anisotropes variant localement dans les composants SF RTP complexes. • Ces modèles ne permettent pas une entrée directe de l'orientation des fibres. • Ne prennent fondamentalement en compte que l'orientation principale.

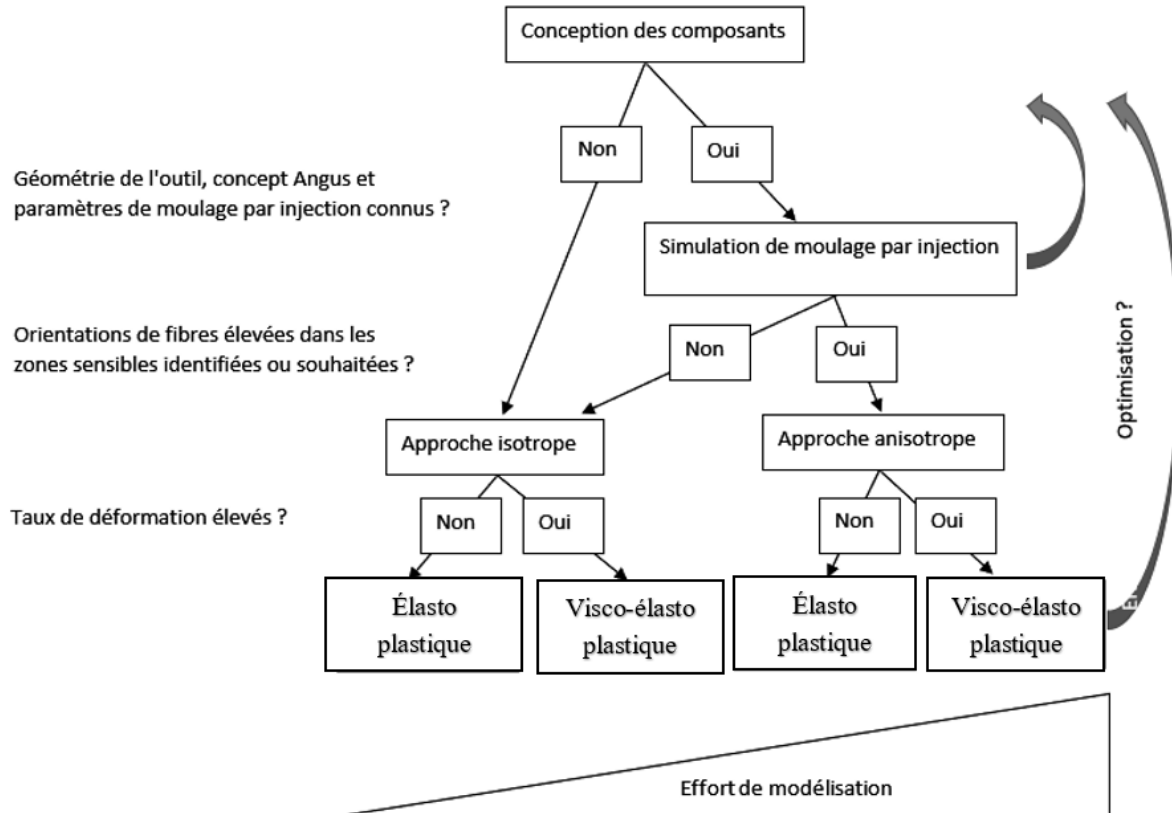


Figure 2. 22. Sélection des méthodes de calcul pour les composants moulés par injection en plastique renforcé de fibres courtes [115].

2.3.4.4. Modélisation numérique du comportement à l'impact des bio-composites (SNFT). Dans notre travail, nous nous intéressons à la modélisation phénoménologique plutôt qu'à la modélisation micromécanique. Toutefois, peu de chercheurs dans la littérature se sont intéressés à la modélisation numérique (méthode phénoménologique) des bio-composites (SNFT). Shakti S. Chauhan et al (2018) [118], ont utilisé un modèle élastoplastique bilinéaire pour définir la limite d'élasticité et le module de Young des composites polypropylène-fibres de bambou, et ont trouvé un bon accord entre les résultats expérimentaux et les simulations pour les essais de traction. De même, Puech et al. (2018) [110] ont modélisé numériquement le comportement à l'impact à basse vitesse du bio-composite (PP 20 % fibres de chanvre) avec la méthode phénoménologique (voir figure 2.23). Ils ont utilisé un modèle élastoplastique pour la modélisation. Les résultats montrent que le modèle est capable de prédire non seulement le comportement à l'impact, mais aussi les dommages induits tels que la propagation des fissures (voir figure 2.24).

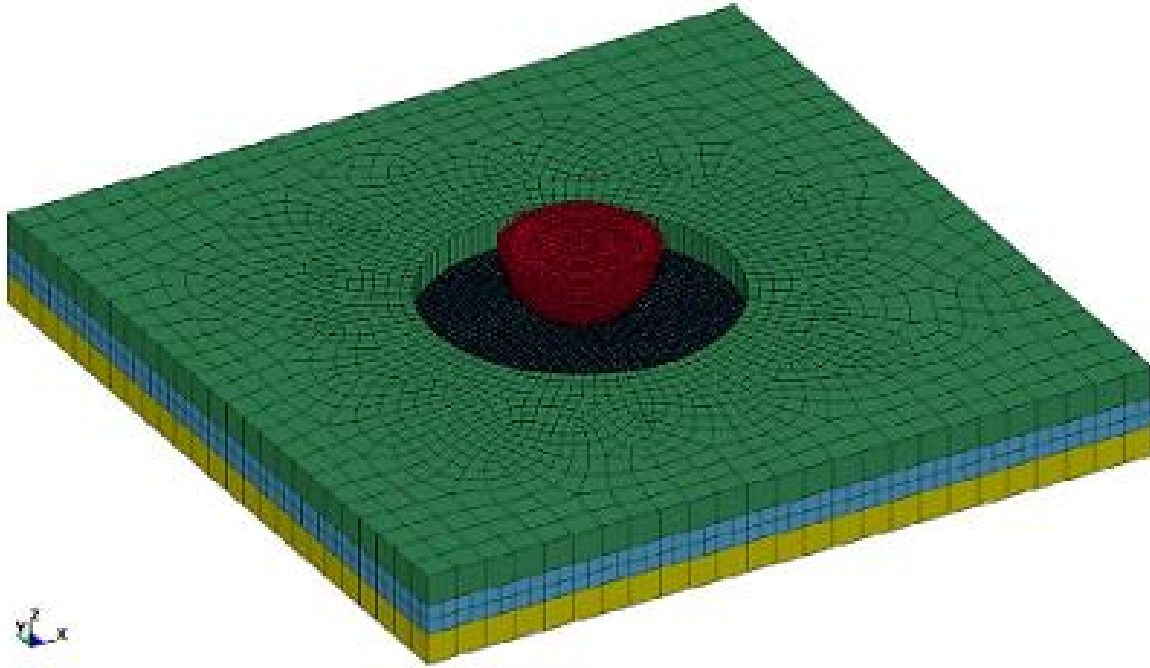


Figure2. 23. Géométrie et maillage par éléments finis de la plaque composite, de la pointe de l'impacteur et des brides [110].

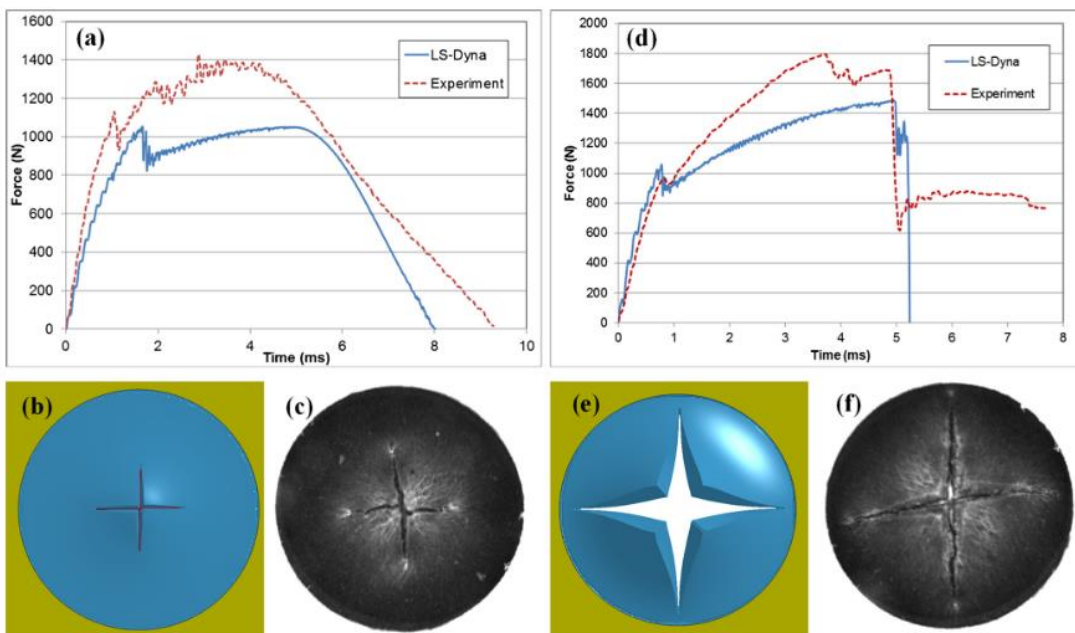


Figure2. 24. Comparaison de l'historique des temps de force pour (a) 3J et (d) l'impact 12 J du bio-composite PP-H, surface inférieure des plaques à la fin de la phase de chargement du modèle LS Dyna (b et c) et de (c et f) expériences de tours de largage [110].

2.4. Prédiction de la durabilité des bio composites utilisant l'algorithme des réseaux de neurones (ANN).

2.4.1. La méthode des réseaux de neurones

Les Réseaux de Neurones Artificiels (ANN) sont des algorithmes basés sur le fonctionnement du cerveau et sont utilisés pour modéliser des schémas complexes et prédire des problèmes. Le Réseau de Neurones Artificiels (ANN) est une méthode d'apprentissage profond qui a émergé de la notion de Réseaux de Neurones Biologiques du cerveau humain. Le développement des ANN découle d'une tentative de reproduire le fonctionnement du cerveau humain. Le fonctionnement des ANN est extrêmement similaire à celui des réseaux de neurones biologiques, bien qu'ils ne soient pas identiques. L'algorithme des RNA ne traite que des données numériques et structurées. Les Réseaux de Neurones Convolutifs (RNC) et les Réseaux de Neurones Récursifs (RNR) sont utilisés pour traiter des formes de données non structurées et non numériques telles que les images, le texte et la parole. Cette section se concentre exclusivement sur les Réseaux de Neurones Artificiels.

Un Réseau de Neurones Artificiels (ANN) est un modèle computationnel inspiré de la structure neuronale du cerveau humain. Il est composé de nœuds interconnectés (neurones) organisés en couches. L'information circule à travers ces nœuds, et le réseau ajuste les forces de connexion (poids) lors de l'apprentissage pour apprendre à partir des données, ce qui lui permet de reconnaître des schémas, de faire des prédictions et de résoudre diverses tâches en apprentissage automatique et en intelligence artificielle.

2.4.2. Architecture des réseaux de neurones artificiels

- 1- L'architecture du réseau comporte trois couches : la couche d'entrée, une ou plusieurs couches cachées, et la couche de sortie. En raison du nombre de couches, on les appelle parfois le MLP (Perceptron Multi-Couches).

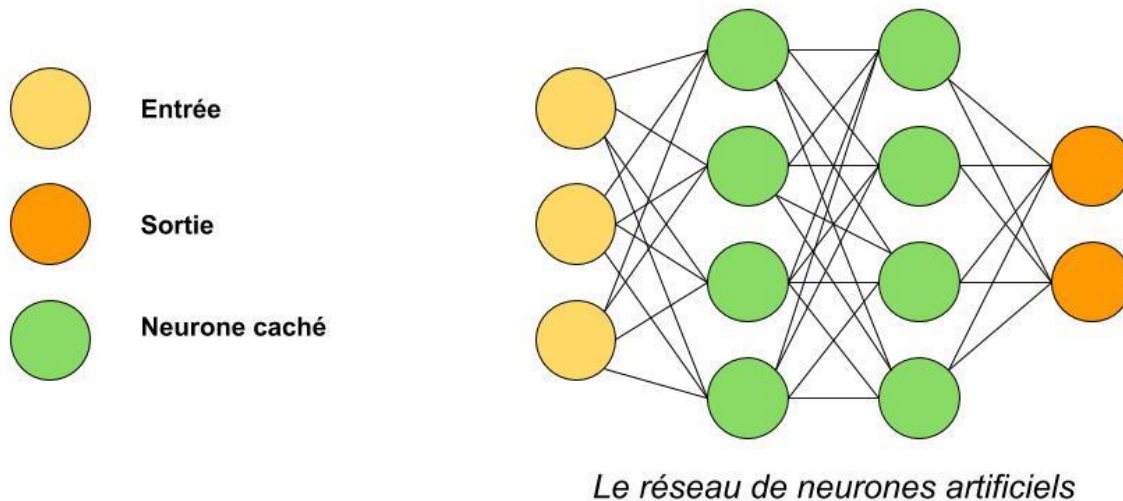


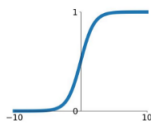
Figure2. 25. Architecture ANN - Pensée Artificielle

- 2- On peut considérer la couche cachée comme une "couche de distillation" qui extrait les schémas les plus pertinents des entrées et les transmet à la couche suivante pour une analyse plus poussée. Cela accélère et améliore l'efficacité du réseau en reconnaissant uniquement les informations les plus importantes des entrées et en éliminant les informations redondantes.
- 3- La fonction d'activation est importante pour deux raisons : d'abord, elle permet de mettre en marche le modèle. Ce modèle capture la présence de relations non linéaires entre les entrées. Elle contribue à la transformation de l'entrée en une sortie plus utilisable.

Activation Functions

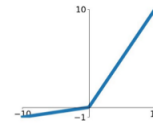
Sigmoid

$$\sigma(x) = \frac{1}{1+e^{-x}}$$



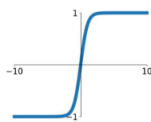
Leaky ReLU

$$\max(0.1x, x)$$



tanh

$$\tanh(x)$$

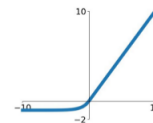


Maxout

$$\max(w_1^T x + b_1, w_2^T x + b_2)$$

ELU

$$\begin{cases} x & x \geq 0 \\ \alpha(e^x - 1) & x < 0 \end{cases}$$



ReLU

$$\max(0, x)$$

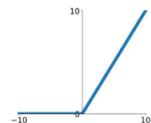


Figure2. 26. Fonction d'activation (algorithme ANN)

4- Trouver les "valeurs optimales des poids W " qui minimisent l'erreur de prédiction est essentiel pour construire un modèle réussi. L'algorithme de "rétropropagation" réalise cela en transformant le RNA en un algorithme d'apprentissage qui tire des leçons des erreurs.

5- L'approche d'optimisation utilise une technique de "descente de gradient" pour quantifier les erreurs de prédiction. Pour trouver la valeur optimale de W , de petits ajustements sont essayés, et l'impact sur les erreurs de prédiction est examiné. Finalement, ces valeurs de W sont choisies comme idéales, car d'autres modifications de W ne réduisent pas les erreurs davantage.

2.4.3. Avantages des Réseaux de Neurones Artificiels (ANN)

Les RNA offrent de nombreux avantages clés qui les rendent particulièrement adaptés à des problèmes et des situations spécifiques :

- 1- Les ANN peuvent apprendre et modéliser des interactions non linéaires et complexes, ce qui est essentiel, car de nombreuses relations entre les entrées et les sorties dans la vie réelle sont non linéaires et complexes.
- 2- Les ANN peuvent généraliser - après avoir appris à partir des entrées d'origine et de leurs associations, le modèle peut déduire des relations inconnues à partir de données anonymes, lui permettant de généraliser et de prédire des données inconnues.
- 3- Les ANN n'imposent aucune contrainte sur les variables d'entrée, contrairement à de nombreuses autres approches de prédiction (comme la manière dont elles devraient être distribuées). De plus, de nombreuses études ont montré que les ANN peuvent mieux simuler l'hétéroscédasticité, c'est-à-dire des données présentant une forte volatilité et une variance non constante, en raison de leur capacité à découvrir des corrélations latentes dans les données sans imposer d'associations prédéfinies. Cela est particulièrement utile dans la prévision des séries temporelles financières (par exemple, les prix des actions) où la volatilité des données est significative.

2.4.4. Application des réseaux de neurones (ANN) pour la prédiction de la durabilité des bio composites

Plusieurs chercheurs ont prédit la durabilité des bio-composites utilisant l'algorithme des réseaux de neurones (ANN) [119–122]. Par exemple, M. R. Ahmad et al (2021) [121] ont mis en avant l'utilisation de l'intelligence artificielle, en particulier les réseaux de neurones artificiels

(ANN), pour développer des modèles mathématiques visant à prédire la densité sèche, la résistance à la compression et la conductivité thermique des bio-composites à base de chanvre. Grâce à l'analyse d'une vaste base de données constituée à partir d'études antérieures, les chercheurs ont réussi à former des modèles ANN qui ont montré une forte corrélation avec les résultats expérimentaux. Ces modèles ANN ont également réussi les tests statistiques et d'indices de performance, démontrant ainsi leur grande capacité de prédiction, leur capacité de généralisation solide et leur haute précision. De plus, la comparaison des résultats obtenus avec les techniques d'analyse de régression a confirmé la supériorité des modèles ANN par rapport aux méthodes traditionnelles.

K. Touati et al [122], ont utilisé un modèle de réseau de neurones artificiels (ANN) pour prédire le comportement hygrothermique d'un prototype de bâtiment en terre crue. Plus précisément, un modèle de réseau de neurones à mémoire à court et long terme (LSTM) a été développé et entraîné à cette fin. Les résultats de validation ont montré une excellente concordance entre les prédictions du modèle et les données expérimentales. Les valeurs de R2 étaient de 0,994 pour la température de l'air intérieur, 0,960 pour l'humidité relative, et 0,973, 0,925 et 0,938 pour la teneur en humidité à différentes profondeurs dans les murs du bâtiment. Ces résultats suggèrent que le modèle LSTM basé sur les réseaux de neurones artificiels est une approche très prometteuse pour prédire le comportement hygrothermique d'un bâtiment en terre crue. Ce modèle a montré une capacité élevée à reproduire les conditions intérieures du bâtiment et pourrait avoir des applications potentielles dans la gestion de l'automatisation des bâtiments et de l'énergie.

C. U. Atuanya et al. [123], ont réalisé une étude axée sur l'utilisation des réseaux de neurones artificiels (ANN) pour la prédiction des propriétés d'impact d'un composite composé de fibres de bois de palmier-dattier recyclé et de polyéthylène basse densité (PEBD). Cette recherche met particulièrement l'accent sur la capacité des RNA à prédire avec précision ces propriétés d'impact, offrant ainsi une méthode prometteuse et économique pour l'analyse des matériaux. Les résultats de l'étude ont montré une forte corrélation entre les prédictions du modèle de RNA et les valeurs expérimentales, établissant ainsi l'efficacité de cette approche pour la prédiction des caractéristiques des matériaux.

D'après les études précédemment évoquées, les méthodes basées sur les réseaux de neurones artificiels (ANN) sont de plus en plus couramment utilisées pour prédire la durabilité des bio-composites. Ces matériaux, souvent composés de divers éléments naturels, posent des défis en termes de modélisation en raison de leur complexité. Les ANN ont émergé comme des outils

polyvalents pour relever ces défis. La force des ANN réside dans leur capacité à analyser des données complexes, à identifier des modèles et des relations, et à prédire avec précision la durabilité des bio-composites dans différentes conditions environnementales. Cette approche ouvre des perspectives prometteuses pour la conception de bio-composites durables et respectueux de l'environnement, avec des applications potentielles dans la construction et l'industrie. En comprenant mieux le comportement de ces matériaux, il devient possible de les intégrer de manière plus efficace dans diverses applications, contribuant ainsi au développement de solutions plus respectueuses de l'environnement.

2.4. Bilan de littérature

La revue de littérature souligne l'importance de mener des études sur la durabilité des bio-composites (SNFT) face aux rayons UV. Les rayons UV ont été identifiés comme ayant un impact significatif sur la dégradation des propriétés physiques, chimiques et mécaniques de ces matériaux, ainsi que sur leur aspect visuel, notamment la couleur et la rugosité. La composition chimique des fibres naturelles joue également un rôle important dans leur résistance à la dégradation par les rayons UV, la lignine est considérée comme un amortisseur de la dégradation. Cependant, malgré les études existantes, il n'y a pas eu d'études sur l'effet des rayons UV sur le comportement à l'impact à basse vitesse des bio-composites SNFT, qui sont vulnérables à l'impact dans ces conditions. Par conséquent, il est nécessaire de mener des études sur l'effet des rayons UV sur le comportement à l'impact des bio-composites SNFT.

References

- [1] Pickering KL, Efendy MGA, Le TM. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2016;83:98–112. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.038>.
- [2] Azwa ZN, Yousif BF, Manalo AC, Karunasena W. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Mater Des* 2013;47:424–42. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.11.025>.
- [3] Bio-composites Market Size, Trends, Growth, Report 2030 n.d. <https://www.precedenceresearch.com/bio-composites-market> (accessed December 15, 2022).

- [4] Schmiedel I, Barfuss GS, Nickel T, Pfeufer L. Use of Visible Natural Fibres in Vehicle Interiors. *ATZ Worldw* 2014;116:20–3. <https://doi.org/10.1007/s38311-014-0189-9>.
- [5] BADJI C. Vieillessement de matériaux composites renforcés de fibres naturelles : étude de l'impact sur les propriétés d'aspect et sur les émissions dans l'air intérieur 2017:314.
- [6] Zor M, Gardner DJ. INVESTIGATION OF THE FURNITURE PERFORMANCE TESTS OF ENGINEERED WOOD FILLED FOAMING STYRENE MALEIC ANHYDRIDE (SMA) COMPOSITES ENGINEERED WOOD FILLED FOAMING STYRENE MALEIC 2018.
- [7] Faruk O, Bledzki AK, Fink HP, Sain M. Bio-composites reinforced with natural fibers: 2000-2010. *Prog Polym Sci* 2012;37:1552–96. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2012.04.003>.
- [8] Gauss C, Pickering KL, Muthe LP. The use of cellulose in bio-derived formulations for 3D/4D printing: A review. *Compos Part C Open Access* 2021;4:100113. <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2021.100113>.
- [9] Bouzouita S. Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites 2013.
- [10] Samanta AK. Application of natural dyes to cotton and jute textiles: Science and technology and environmental issues. 2018. <https://doi.org/10.1002/9781119407850.ch11>.
- [11] Nguyen DC. Caractérisation de l'interface fibre / matrice. Application aux composites polypropylène / chanvre Spécialité : 2016.
- [12] Dillenberger F. On the anisotropic plastic behaviour of short fibre reinforced thermoplastics and its description by phenomenological material modelling. vol. 53. 2020.
- [13] Koffi A, Koffi D, Toubal L. Mechanical properties and drop-weight impact performance of injection-molded HDPE/birch fiber composites. *Polym Test* 2021;93:106956. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106956>.
- [14] Mijiyawa F, Koffi D, Kokta B V., Erchiqui F. Formulation and tensile characterization of wood-plastic composites: Polypropylene reinforced by birch and aspen fibers for gear applications. *J Thermoplast Compos Mater* 2015;28:1675–92. <https://doi.org/10.1177/0892705714563120>.
- [15] Bravo A, Toubal L, Koffi D, Erchiqui F. Characterization of Tensile Damage for a Short Birch Fiber-reinforced Polyethylene Composite with Acoustic Emission. *Int J Mater Sci* 2013;3:79–89.
- [16] Bravo A, Toubal L, Koffi D, Erchiqui F. Damage characterization of bio and green polyethylene-birch composites under creep and cyclic testing with multivariable acoustic emissions. *Materials (Basel)* 2015;8:7322–41. <https://doi.org/10.3390/ma8115382>.
- [17] Bravo A, Toubal L, Koffi D, Erchiqui F. Development of novel green and bio-composite materials: Tensile and flexural properties and damage analysis using acoustic emission. *Mater Des* 2015;66:16–28. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.10.026>.
- [18] Toubal L, Cuillière JC, Bensalem K, Francois V, Gning PB. Hygrothermal effect on moisture kinetics and mechanical properties of hemp/polypropylene composite: Experimental and numerical studies. *Polym Compos* 2016;37:2342–52.

<https://doi.org/10.1002/pc.23414>.

- [19] Duncan WE, Whitehead D, Wray HL, McLachlan JA. A 1,25-dihydroxyvitamin D3 receptor-like protein in mammalian and avian liver nuclei. *Endocrinology* 1988;122:2584–9. <https://doi.org/10.1210/endo-122-6-2584>.
- [20] Andrew JJ, Dhakal HN. Sustainable biobased composites for advanced applications: recent trends and future opportunities – A critical review. *Compos Part C Open Access* 2022;7:100220. <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2021.100220>.
- [21] Mwaikambo LY, Tucker N, Clark AJ. Mechanical properties of hemp-fibre-reinforced euphorbia composites. *Macromol Mater Eng* 2007;292:993–1000. <https://doi.org/10.1002/mame.200700092>.
- [22] Li X, Tabil LG, Panigrahi S. Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: A review. *J Polym Environ* 2007;15:25–33. <https://doi.org/10.1007/s10924-006-0042-3>.
- [23] Jang JY, Jeong TK, Oh HJ, Youn JR, Song YS. Thermal stability and flammability of coconut fiber reinforced poly(lactic acid) composites. *Compos Part B Eng* 2012;43:2434–8. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2011.11.003>.
- [24] Cao Y, Shibata S, Fukumoto I. Mechanical properties of biodegradable composites reinforced with bagasse fibre before and after alkali treatments. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2006;37:423–9. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.05.045>.
- [25] Gustavsson MT, Persson P V., Iversen T, Martinelle M, Hult K, Teeri TT, et al. Modification of cellulose fiber surfaces by use of a lipase and a xyloglucan endotransglycosylase. *Biomacromolecules* 2005;6:196–203. <https://doi.org/10.1021/bm049588i>.
- [26] Pickering KL, Sawpan MA, Jayaraman J, Fernyhough A. Influence of loading rate, alkali fibre treatment and crystallinity on fracture toughness of random short hemp fibre reinforced polylactide bio-composites. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2011;42:1148–56. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.04.020>.
- [27] Mohanty S, Verma SK, Nayak SK, Tripathy SS. Influence of fiber treatment on the performance of sisal-polypropylene composites. *J Appl Polym Sci* 2004;94:1336–45. <https://doi.org/10.1002/app.21161>.
- [28] Averous L, Boquillon N. Bio-composites based on plasticized starch: Thermal and mechanical behaviours. *Carbohydr Polym* 2004;56:111–22. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2003.11.015>.
- [29] Yuan X, Jayaraman K, Bhattacharyya D. Effects of plasma treatment in enhancing the performance of woodfibre-polypropylene composites. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2004;35:1363–74. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2004.06.023>.
- [30] Ragoubi M, George B, Molina S, Bienaimé D, Merlin A, Hiver JM, et al. Effect of corona discharge treatment on mechanical and thermal properties of composites based on miscanthus fibres and polylactic acid or polypropylene matrix. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2012;43:675–85. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.12.025>.
- [31] Sarikanat M, Seki Y, Sever K, Bozaci E, Demir A, Ozdogan E. The effect of argon and air plasma treatment of flax fiber on mechanical properties of reinforced polyester composite. *J Ind Text* 2016;45:1252–67. <https://doi.org/10.1177/1528083714557057>.

- [32] Pickering KL, Li Y, Farrell RL. Fungal and alkali interfacial modification of hemp fibre reinforced composites. *Key Eng Mater* 2007;334-335 I:493–6. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/kem.334-335.493>.
- [33] Manimaran P, Senthamaraikannan P, Sanjay MR, Marichelvam MK, Jawaid M. Study on characterization of *Furcraea foetida* new natural fiber as composite reinforcement for lightweight applications. *Carbohydr Polym* 2018;181:650–8. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.11.099>.
- [34] Li Y, Pickering KL, Farrell RL. Analysis of green hemp fibre reinforced composites using bag retting and white rot fungal treatments. *Ind Crops Prod* 2009;29:420–6. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2008.08.005>.
- [35] Onwulata CI, Cooke PH, Harden J, Liu Z, Erhan SZ, Akin DE, et al. Microstructuring of Milk-Protein-Coated Flax Fibers. *J Biobased Mater Bioenergy* 2008;1:372–9. <https://doi.org/10.1166/jbmb.2007.012>.
- [36] Proy J, Massa F, Notta-Cuvier D, Lauro F, Tison T, Spingler G. Integrating fibers and injection molding process variability in short-natural-fiber-reinforced thermoplastics behavior: A review. *Mater Today Commun* 2021;29:102785. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.102785>.
- [37] Bernier P, Boudreault A, Vallée V. Étude Sur Les Produits Pouvant Être Fabriqués À Partir De Bois De Trituration De Feuillus 2013:155.
- [38] Nasri K, Toubal L, Koffi D. Composites Part C: Open Access Influence of UV irradiation on mechanical properties and drop-weight impact performance of polypropylene bio-composites reinforced with short flax and pine fibers 2022;9. <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2022.100296>.
- [39] Blais P, Toubal L. Single-Gear-Tooth Bending Fatigue of HDPE reinforced with short natural fiber. *Int J Fatigue* 2020;141. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.105857>.
- [40] Mejri M, Toubal L, Cuillière JC, François V. Hygrothermal aging effects on mechanical and fatigue behaviors of a short- natural-fiber-reinforced composite. *Int J Fatigue* 2018;108:96–108. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.11.004>.
- [41] Mejri M, Toubal L, Cuillière JC, François V. Fatigue life and residual strength of a short-natural-fiber-reinforced plastic vs Nylon. *Compos Part B Eng* 2017;110:429–41. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.11.036>.
- [42] Beg MDH, Pickering KL. Accelerated weathering of unbleached and bleached Kraft wood fibre reinforced polypropylene composites. *Polym Degrad Stab* 2008;93:1939–46. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2008.06.012>.
- [43] Morin S, Dumoulin L, Delahaye L, Jacquet N, Richel A. Green composites based on thermoplastic starches and various natural plant fibers: Impacting parameters of the mechanical properties using machine-learning. *Polym Compos* 2021;42:3458–67. <https://doi.org/10.1002/pc.26071>.
- [44] Bravo A, Toubal L, Koffi D, Erchiqui F. Characterization of Tensile Damage for a Short Birch Fiber-reinforced Polyethylene Composite with Acoustic Emission. *Int J Mater Sci* 2013;3:79–89.
- [45] Barkoula NM, Garkhail SK, Peijs T. Effect of compounding and injection molding on the mechanical properties of flax fiber polypropylene composites. *J Reinf Plast Compos*

- 2010;29:1366–85. <https://doi.org/10.1177/0731684409104465>.
- [46] Tanguy M, Bourmaud A, Beaugrand J, Gaudry T, Baley C. Polypropylene reinforcement with flax or jute fibre; Influence of microstructure and constituents properties on the performance of composite. *Compos Part B Eng* 2018;139:64–74. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.11.061>.
- [47] Zampaloni M, Pourboghrat F, Yankovich SA, Rodgers BN, Moore J, Drzal LT, et al. Kenaf natural fiber reinforced polypropylene composites: A discussion on manufacturing problems and solutions. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2007;38:1569–80. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.01.001>.
- [48] Sanadi AR, Caulfield DF, Jacobson RE, Rowell RM. Reinforcing polypropylene with agricultural fibers. *Proc Int Jute Allied Fibre Symp Bio-composites Blends New Dehli, India 1994*:163–7.
- [49] Sathish T, Palani K, Natrayan L, Merneedi A, de Pours MV, Singaravelu DK. Synthesis and characterization of polypropylene/ramie fiber with hemp fiber and coir fiber natural biopolymer composite for biomedical application. *Int J Polym Sci* 2021;2021. <https://doi.org/10.1155/2021/2462873>.
- [50] Badji C, Beigbeder J, Garay H, Bergeret A, Bénézet JC, Desauziers V. Exterior and under glass natural weathering of hemp fibers reinforced polypropylene bio-composites: Impact on mechanical, chemical, microstructural and visual aspect properties. vol. 148. Elsevier Ltd; 2018. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2017.12.015>.
- [51] Yang Y, Ota T, Morii T, Hamada H. Mechanical property and hydrothermal aging of injection molded jute/polypropylene composites. *J Mater Sci* 2011;46:2678–84. <https://doi.org/10.1007/s10853-010-5134-8>.
- [52] Delgado-Aguilar M, Tarrés Q, De Fátima M, Marques V, Espinach FX, Julián F, et al. materials Explorative Study on the Use of Curauá Reinforced Polypropylene Composites for the Automotive Industry n.d. <https://doi.org/10.3390/ma12244185>.
- [53] Bispo SJL, Freire Júnior RCS, Barbosa JF, Silva CC da, Cöuras Ford ETL. Recycling of polypropylene and curaua fiber-based eco-composites: Effect of reprocessing on mechanical properties. *J Strain Anal Eng Des* 2022;57:75–83. <https://doi.org/10.1177/0309324721997652>.
- [54] Jarukumjorn K, Suppakarn N. Effect of glass fiber hybridization on properties of sisal fiber-polypropylene composites. *Compos Part B Eng* 2009;40:623–7. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2009.04.007>.
- [55] Joseph P V., Rabello MS, Mattoso LHC, Joseph K, Thomas S. Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Compos Sci Technol* 2002;62:1357–72. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(02\)00080-5](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(02)00080-5).
- [56] Chaharmahali M, Hamzeh Y, Ebrahimi G, Ashori A, Ghasemi I. Effects of nano-graphene on the physico-mechanical properties of bagasse/polypropylene composites. *Polym Bull* 2014;71:337–49. <https://doi.org/10.1007/s00289-013-1064-3>.
- [57] Pérez E, Famá L, Pardo SG, Abad MJ, Bernal C. Tensile and fracture behaviour of PP/wood flour composites. *Compos Part B Eng* 2012;43:2795–800. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.04.041>.
- [58] Hidalgo-Salazar MA, Salinas E. Mechanical, thermal, viscoelastic performance and

- product application of PP- rice husk Colombian bio-composites. *Compos Part B Eng* 2019;176:107135. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107135>.
- [59] Ibrahim ID, Jamiru T, Sadiku RE, Kupolati WK, Agwuncha SC, Ekundayo G. The use of polypropylene in bamboo fibre composites and their mechanical properties - A review. *J Reinf Plast Compos* 2015;34:1347–56. <https://doi.org/10.1177/0731684415591302>.
- [60] Yang Z, Peng H, Wang W, Liu T. Crystallization behavior of poly(ϵ -caprolactone)/layered double hydroxide nanocomposites. *J Appl Polym Sci* 2010;116:2658–67. <https://doi.org/10.1002/app>.
- [61] Sierra Beltran MG, Schlangen E. Wood fibre reinforced cement matrix: A micromechanical based approach. *Key Eng Mater* 2008;385–387:445–8. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/kem.385-387.445>.
- [62] Marchessault RH. Wood chemistry, fundamentals and applications. vol. 252. 1994. [https://doi.org/10.1016/0008-6215\(94\)90030-2](https://doi.org/10.1016/0008-6215(94)90030-2).
- [63] Thygesen A, Madsen B, Bjerre AB, Lilholt H. Cellulosic fibers: Effect of processing on fiber bundle strength. *J Nat Fibers* 2011;8:161–75. <https://doi.org/10.1080/15440478.2011.602236>.
- [64] Shahria S. Fabrication and Property Evaluation of Hemp–flax Fiber Reinforced Hybrid Composite. *Chem Mater Eng* 2019;7:17–23. <https://doi.org/10.13189/cme.2019.070202>.
- [65] Komaki K, Kuroda T. Mechanical properties of FRP. *J Soc Mater Sci Japan* 1972;21:899–905. <https://doi.org/10.2472/jsms.21.899>.
- [66] Soccalingame L, Perrin D, Bénézet JC, Bergeret A. Reprocessing of UV-weathered wood flour reinforced polypropylene composites: Study of a natural outdoor exposure. *Polym Degrad Stab* 2016;133:389–98. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2016.09.011>.
- [67] Belec L, Nguyen TH, Nguyen DL, Chailan JF. Comparative effects of humid tropical weathering and artificial ageing on a model composite properties from nano- to macro-scale. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2015;68:235–41. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.09.028>.
- [68] Thirmizir MZA, Ishak ZAM, Taib RM, Rahim S, Jani SM. Natural Weathering of Kenaf Bast Fibre-Filled Poly(Butylene Succinate) Composites: Effect of Fibre Loading and Compatibiliser Addition. *J Polym Environ* 2011;19:263–73. <https://doi.org/10.1007/s10924-010-0272-2>.
- [69] Fabiyi JS, McDonald AG, Wolcott MP, Griffiths PR. Wood plastic composites weathering: Visual appearance and chemical changes. *Polym Degrad Stab* 2008;93:1405–14. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2008.05.024>.
- [70] Kallakas H, Poltimäe T, Süld TM, Kers J, Krumme A. Kunstliku vanandamise mõju puitplastkomposiitide mehaanilistele ja füüsikalistele omadustele. *Proc Est Acad Sci* 2015;64:94–104. <https://doi.org/10.3176/proc.2015.1S.05>.
- [71] Peng Y, Liu R, Cao J. Characterization of surface chemistry and crystallization behavior of polypropylene composites reinforced with wood flour, cellulose, and lignin during accelerated weathering. *Appl Surf Sci* 2015;332:253–9. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.01.147>.

- [72] Badji C, Beigbeder J, Garay H, Bergeret A, Bénézet JC, Desauziers V. Correlation between artificial and natural weathering of hemp fibers reinforced polypropylene bio-composites. *Polym Degrad Stab* 2018;148:117–31. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2018.01.002>.
- [73] Chang BP, Mohanty AK, Misra M. Studies on durability of sustainable biobased composites: a review. *RSC Adv* 2020;10:17955–99. <https://doi.org/10.1039/c9ra09554c>.
- [74] Soccalingame L, Perrin D, Bénézet JC, Mani S, Coiffier F, Richaud E, et al. Reprocessing of artificial UV-weathered wood flour reinforced polypropylene composites. *Polym Degrad Stab* 2015;120:313–27. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2015.07.013>.
- [75] Tian S, Luo Y, Chen J, He H, Chen Y, Ling Z. A comprehensive study on the accelerated weathering properties of polypropylene-wood composites with non-metallic materials of waste-printed circuit board powders. *Materials (Basel)* 2019;16. <https://doi.org/10.3390/ma12060876>.
- [76] Mysiukiewicz O, Barczewski M, Skórczewska K, Szulc J, Kloziński A. Accelerated weathering of polylactide-based composites filled with linseed cake: The influence of time and oil content within the filler. *Polymers (Basel)* 2019;11:1–21. <https://doi.org/10.3390/polym11091495>.
- [77] Techawinyutham L, Siengchin S, Dangtungee R, Parameswaranpillai J. Influence of accelerated weathering on the thermo-mechanical, antibacterial, and rheological properties of polylactic acid incorporated with porous silica-containing varying amount of capicum oleoresin. *Compos Part B Eng* 2019;175:107108. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107108>.
- [78] Chollakup R, Askanian H, Delor-Jestin F. Initial properties and ageing behaviour of pineapple leaf and palm fibre as reinforcement for polypropylene. *J Thermoplast Compos Mater* 2017;30:174–95. <https://doi.org/10.1177/0892705715598356>.
- [79] Mehta G, Mohanty AK, Drzal LT, Kamdem DP, Misra M. Effect of accelerated weathering on bio-composites processed by SMC and compression molding. *J Polym Environ* 2006;14:359–68. <https://doi.org/10.1007/s10924-006-0029-0>.
- [80] Lv S, Liu X, Gu J, Jiang Y, Tan H, Zhang Y. Effect of glycerol introduced into PLA based composites on the UV weathering behavior. *Constr Build Mater* 2017;144:525–31. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.03.209>.
- [81] Spiridon I, Leluk K, Resmerita AM, Darie RN. Evaluation of PLA-lignin bioplastics properties before and after accelerated weathering. *Compos Part B Eng* 2015;69:342–9. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.10.006>.
- [82] Kaynak C, Sari B. Accelerated weathering performance of polylactide and its montmorillonite nanocomposite. *Appl Clay Sci* 2016;121–122:86–94. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2015.12.025>.
- [83] Kaynak C, Kaygusuz I. Consequences of accelerated weathering in polylactide nanocomposites reinforced with halloysite nanotubes. *J Compos Mater* 2016;50:365–75. <https://doi.org/10.1177/0021998315575038>.
- [84] Van Cong D, Trang NTT, Giang NV, Lam TD, Hoang T. Effect of TiO₂-Crystal Forms on the Photo-Degradation of EVA/PLA Blend Under Accelerated Weather Testing. *J*

- Electron Mater 2016;45:2536–46. <https://doi.org/10.1007/s11664-016-4409-5>.
- [85] Peng Y, Wang W, Cao J, Guo X. Effects of a layered double hydroxide (LDH) on the photostability of wood flour/polypropylene composites during UV weathering. *RSC Adv* 2015;5:41230–7. <https://doi.org/10.1039/c5ra04999g>.
- [86] Nguyen VD, Nguyen TT, Zhang A, Hao J, Wang W. Effect of three tree species on UV weathering of wood flour-HDPE composites. *J For Res* 2020;31:1071–9. <https://doi.org/10.1007/s11676-019-00890-4>.
- [87] Rasouli D, Dintcheva NT, Faezipour M, La Mantia FP, Mastri Farahani MR, Tajvidi M. Effect of nano zinc oxide as UV stabilizer on the weathering performance of wood-polyethylene composite. *Polym Degrad Stab* 2016;133:85–91. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2016.08.004>.
- [88] Hongsriphan N, Jeensikhong K, Sornnuwat K, Yaemyen N. Properties of Renewable Bio-composite from Poly(butylene succinate) and Teakwood Sawdust before and after Accelerated Weathering Condition. *J Bionic Eng* 2018;15:1075–86. <https://doi.org/10.1007/s42235-018-0095-8>.
- [89] Bajwa DS, Bajwa SG, Holt GA. Impact of biofibers and coupling agents on the weathering characteristics of composites. *Polym Degrad Stab* 2015;120:212–9. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2015.06.015>.
- [90] Taylor C, Amiri A, Paramarta A, Ulven C, Webster D. Development and weatherability of bio-based composites of structural quality using flax fiber and epoxidized sucrose soyate. *Mater Des* 2017;113:17–26. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.10.002>.
- [91] Peng Y, Liu R, Cao J, Chen Y. Effects of UV weathering on surface properties of polypropylene composites reinforced with wood flour, lignin, and cellulose. *Appl Surf Sci* 2014;317:385–92. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.08.140>.
- [92] Michel AT, Billington SL. Characterization of poly-hydroxybutyrate films and hemp fiber reinforced composites exposed to accelerated weathering. *Polym Degrad Stab* 2012;97:870–8. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2012.03.040>.
- [93] Matuana LM, Jin S, Stark NM. Ultraviolet weathering of HDPE/wood-flour composites coextruded with a clear HDPE cap layer. *Polym Degrad Stab* 2011;96:97–106. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2010.10.003>.
- [94] Hu RH, Sun M young, Lim JK. Moisture absorption, tensile strength and microstructure evolution of short jute fiber/poly lactide composite in hygrothermal environment. *Mater Des* 2010;31:3167–73. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.02.030>.
- [95] Dhakal HN, Zhang ZY, Richardson MOW. Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Compos Sci Technol* 2007;67:1674–83. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.06.019>.
- [96] Seldén R, Nyström B, Långström R. UV aging of poly(propylene)/wood-fiber composites. *Polym Compos* 2004;25:543–53. <https://doi.org/10.1002/pc.20048>.
- [97] Ratanawilai T, Taneerat K. Alternative polymeric matrices for wood-plastic composites: Effects on mechanical properties and resistance to natural weathering. *Constr Build Mater* 2018;172:349–57. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.266>.
- [98] Stark NM, Matuana LM, Clemons CM. Effect of processing method on surface and

- weathering characteristics of wood-flour/HDPE composites. *J Appl Polym Sci* 2004;93:1021–30. <https://doi.org/10.1002/app.20529>.
- [99] Stark NM, Matuana LM. Influence of photostabilizers on wood flour-HDPE composites exposed to xenon-arc radiation with and without water spray. *Polym Degrad Stab* 2006;91:3048–56. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2006.08.003>.
- [100] Pattamasattayasonthi N, Chaochanchaikul K, Rosarpitak V, Sombatsompop N. Effects of UV weathering and a CeO₂-based coating layer on the mechanical and structural changes of wood/PVC composites. *J Vinyl Addit Technol* 2011;17:9–16. <https://doi.org/10.1002/vnl.20246>.
- [101] Falk RH, Lundin T, Felton C. The effects of weathering on wood-thermoplastic composites intended for outdoor applications. *Proc 2nd Annu Conf Durab Disaster Mitig Wood-Frame Hous* 2001:175-179r263.
- [102] Kuruvita Arachchige Don LPK. Low-velocity impact analysis of monolithic and laminated glass using finite element method (FEM). *PQDT - UK Irel* 2014:1.
- [103] Backman ME, Goldsmith W. The mechanics of penetration of projectiles into targets. *Int J Eng Sci* 1978;16:1–99. [https://doi.org/10.1016/0020-7225\(78\)90002-2](https://doi.org/10.1016/0020-7225(78)90002-2).
- [104] 125260_FULLTEXT01.pdf n.d.
- [105] Richardson MOW, Wisheart MJ. Review of low-velocity impact properties of composite materials. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 1996;27:1123–31. [https://doi.org/10.1016/1359-835X\(96\)00074-7](https://doi.org/10.1016/1359-835X(96)00074-7).
- [106] KURTZ M. Information To Users Umi. *Dissertation* 2002:274.
- [107] Zhou G. Prediction of impact damage thresholds of glass fibre reinforced laminates. *Compos Struct* 1995;31:185–93. [https://doi.org/10.1016/0263-8223\(94\)00062-X](https://doi.org/10.1016/0263-8223(94)00062-X).
- [108] Bledzki AK, Faruk O. Wood fibre reinforced polypropylene composites: Effect of fibre geometry and coupling agent on physico-mechanical properties. *Appl Compos Mater* 2003;10:365–79. <https://doi.org/10.1023/A:1025741100628>.
- [109] Bledzki AK, Mamun AA, Faruk O. Abaca fibre reinforced PP composites and comparison with jute and flax fibre PP composites. *Express Polym Lett* 2007;1:755–62. <https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2007.104>.
- [110] Puech L, Ramakrishnan KR, Le Moigne N, Corn S, Slangen PR, Duc A le, et al. Investigating the impact behaviour of short hemp fibres reinforced polypropylene bio-composites through high speed imaging and finite element modelling. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2018;109:428–39. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.03.013>.
- [111] Tucker CL, Liang E. 1999 - Stiffness predictions for unidirectional short-fiber composites.pdf. *Compos Sci Technol* 1999;59:655–71.
- [112] Klusemann B, Svendsen B. Homogenization methods for multi-phase elastic composites: Comparisons and benchmarks. *Tech Mech* 2010;30:374–86.
- [113] Bohm HJ. A Short Introduction to Basic Aspects of Continuum Micromechanics. *Composites* 2016;206:206.
- [114] Nutini M, Vitali M. Simulating anisotropy with Ls-dyna in glass- reinforced , polypropylene-based components. *LS-Dyna Forum* 2010:1–12.

- [115] Gmbh V, Schöpfer J. IVW - Schriftenreihe Band 97 Methoden der Charakterisierung und. n.d.
- [116] Witzgall C, Wartzack S. Validation of an approach for the simulation of short fiber reinforced thermoplastics in early design phases Validierung eines Ansatzes zur Simulation kurzfaserverstärkter Thermoplaste in frühen Entwurfsphasen 2015.
- [117] Koukal A. Crash- und Bruchverhalten von Kunststoffen im Fußgängerschutz von Fahrzeugen 2014:50.
- [118] Chauhan SS, Aggarwal P, Venkatesh GS, Abhilash RM. Mechanical characterization, modelling and application design of bamboo-polypropylene composites. *Int J Plast Technol* 2018;22:85–103. <https://doi.org/10.1007/s12588-018-9204-0>.
- [119] Ahmad MR, Chen B, Dai JG, Kazmi SMS, Munir MJ. Evolutionary artificial intelligence approach for performance prediction of bio-composites. *Constr Build Mater* 2021;290:123254. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123254>.
- [120] Jimenez-Martinez M, Alfaro-Ponce M. Fatigue damage effect approach by artificial neural network. *Int J Fatigue* 2019;124:42–7. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.02.043>.
- [121] Khan MA, Aslam F, Javed MF, Alabduljabbar H, Deifalla AF. New prediction models for the compressive strength and dry-thermal conductivity of bio-composites using novel machine learning algorithms. *J Clean Prod* 2022;350:131364. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.131364>.
- [122] Touati K, Benzaama MH, El Mendili Y, Le Guern M, Streiff F, Goodhew S. Hygrothermal and Economic Analysis of an Earth-Based Building Using In Situ Investigations and Artificial Neural Network Modeling for Normandy's Climate Conditions. *Sustain* 2023;15. <https://doi.org/10.3390/su151813985>.
- [123] Atuanya CU, Government MR, Nwobi-Okoye CC, Onukwuli OD. Predicting the mechanical properties of date palm wood fibre-recycled low density polyethylene composite using artificial neural network. *Int J Mech Mater Eng* 2014;9:1–20. <https://doi.org/10.1186/s40712-014-0007-6>.

CHAPITRE 3. MATÉRIAUX ET MÉTHODES

Dans ce chapitre, nous présentons la méthodologie utilisée dans cette thèse. Tout d'abord, nous abordons les matériaux bio-composites utilisés dans cette étude. Ensuite, nous décrivons la méthode de fabrication des échantillons ainsi que celle de leur vieillissement. Nous présentons également la caractérisation chimique, esthétique et mécanique des échantillons, ainsi que l'utilisation de techniques non destructives pour la détection des dommages, la simulation numérique et la prédiction.

3.1. Matériaux

Les matériaux utilisés dans ce travail seront le PP30-F (polypropylène renforcé à 30 % en poids de fibres de lin "FF30P233-00") et le PP/30P (polypropylène renforcé à 30 % en poids de fibres de pin "WP30P233-00"). Ces matériaux ont été achetés sous forme de granulés pour injection chez Rhotech, aux États-Unis (ANNEXE 1). Les fiches techniques des deux matériaux peuvent être trouvées dans l'annexe 1. Bien que le fournisseur ait refusé de nous donner des informations sur les propriétés des fibres naturelles utilisées, il est connu que les fibres naturelles sont principalement constituées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine [1]. Selon la littérature, le tableau 3.1 présente la composition chimique des fibres naturelles ainsi que leurs propriétés géométriques, physiques et mécaniques. D'après ces données, il est clair que les fibres de pin sont riches en lignine, tandis que les fibres de lin, à faible teneur en lignine, présentent des teneurs significativement élevées en cellulose et en hémicellulose. En outre, les fibres de lin ont un rapport longueur/diamètre plus élevé que les fibres de pin (double).

Tableau 3. 1. Propriétés chimiques, géométriques, physiques et mécaniques des fibres naturelles [2].

Matériaux	Propriétés chimiques*			Propriétés géométriques			Propriétés physiques et mécaniques*		
	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	l (mm)	d (μm)	l/d	ρ ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	E (GPa)	σ (MPa)
Lin	68,7–75,5	12.2–14	2.1–4.7	$1,9 \pm 0,02$	$27 \pm 0,01$	70,3 4	1.28–1.3	27–80	345–1830
Bois Pin	42	29	28	$1,1 \pm 0,02$	$32 \pm 0,01$	34,4 7	1.2	9	730

l : longueur moyenne ; d : largeur moyenne ; l/d : rapport d'aspect ; ρ : densité ; E : module d'Young ; σ : contrainte.

* [3–9]

3.2. Procédé de fabrication

Les échantillons destinés aux essais de traction, de flexion et d'impact à basse vitesse sont fabriqués par moulage par injection à une température de 200 °C, conformément aux normes ASTM D638 [10], ASTM D790 [11] et ASTM D2856, respectivement. L'injection est réalisée à l'aide d'une presse d'injection fournie par Zhafir Plastics Machinery Co., Chine. Avant d'être injectés, les granulés sont préalablement séchés dans une étuve à une température de $T = 80\text{ °C}$ pendant 2 heures. Cette procédure vise à éliminer l'humidité contenue dans les fibres, réduisant ainsi la formation de microvides dans les échantillons après injection. Vous pouvez observer la machine d'injection en action lors de la fabrication des échantillons dans la figure 3.1. Pour plus de détails sur les dimensions des échantillons et les paramètres d'injection, veuillez-vous référer à l'ANNEXE 2 et 3.



Figure3. 1. Procédé du moulage par injection des éprouvettes en bio-composites.

3.3. Méthodes

3.3.1. Test de vieillissement

Pour étudier le vieillissement accéléré des bio-composites PP30-F et PP30-P, nous exposons les échantillons à deux cycles de vieillissement différents, conformément aux normes ASTM G154. Les détails de chaque cycle sont présentés dans le tableau 3.2. Les tests de vieillissement sont effectués dans une chambre de vieillissement accéléré QUV/SE de Q-Lab Co (voir Figure 3.2), en utilisant des lampes fluorescentes UVA-340 pour une irradiance UV à une longueur d'onde de 340 nm.

Tableau3. 2. Conditionnement des échantillons PP30-F et PP30-P.

Condition	Description
Cycle 1	Le premier cycle de vieillissement consiste en 8 heures d'exposition aux rayons UV avec un niveau d'éclaircissement de 1,55 W/m ² à 60°C. Les échantillons seront prélevés pour l'évaluation après chaque semaine pendant deux mois.
Cycle 2	Le deuxième cycle de vieillissement consiste en 8 heures d'exposition aux rayons UV secs avec un niveau d'éclaircissement de 1,55 W/m ² à 60°C suivis par 4 heures de condensation d'eau à 50°C. Comme la deuxième condition, les échantillons seront prélevés pour l'évaluation après chaque semaine pendant deux mois.



Figure3. 2. Chambre de test de vieillissement accéléré QUV/se.

3.3.2. Caractérisation chimique

L'interaction entre les rayons UV et le bio-composite provoque des changements au niveau de la structure chimique en raison des réactions de la photo-oxydation. Afin de développer une compréhension détaillée de ces changements chimiques, nous caractérisons ces matériaux à l'aide de la spectroscopie infrarouge FTIR. La figure 3.3 présente le système d'analyse chimique FTIR, le spectromètre Nicolet iS10 FTIR, que nous utilisons lors de la caractérisation.



Figure3. 3. Le système d'analyse chimique FTIR « spectromètre Nicolet iS10 FT-IR ».

3.3.3. Aspect Visuel

3.3.3.1. Couleur

La couleur n'est pas une propriété intrinsèque d'un objet, mais elle dépend de multiples facteurs tels que l'objet lui-même, la source lumineuse et l'observateur. Ainsi, pour quantifier la couleur d'un objet, nous utilisons un spectrocolorimètre et exprimons le résultat dans un système de coordonnées tridimensionnel, dont deux coordonnées représentent la chromaticité et une coordonnée représente la luminosité [12].

CIE Lab (plus précisément Lab*) est un modèle de représentation des couleurs développé en 1976 par le CIE. L'espace Lab est une tentative pour linéariser la réponse logarithmique de l'œil et préciser sa tolérance tout en tenant compte de sa grande sensibilité à la luminance. Dans l'acronyme Lab* (voir figure 3.4), le signe * représente la dérivée des valeurs L, a et b. En pratique, L* représente la luminance, a* est un point sur l'axe vert-rouge et b* un point de l'axe jaune-bleu, leur produit définissant un point dans l'espace colorimétrique. Cet espace est le plus proche de la sensibilité de l'œil humain, mais ne représente pas pour autant sa sensibilité réelle. Nous effectuons la mesure de couleur à l'aide du capteur Nix Mini. Les changements totaux de couleur sont calculés conformément à la norme ASTM D2244, comme indiqué ci-dessus.

Équation3. 1 $\Delta E = \sqrt{\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2}}$

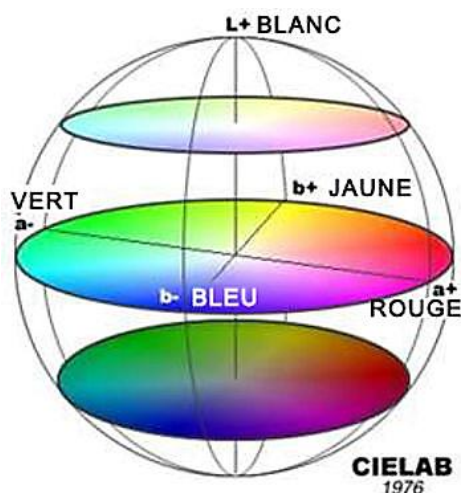


Figure 3. 4. Espace de couleur CIE L a b.

3.3.3.2. Rugosité et état de surface

Nous utilisons un microscope confocal laser 3D (Keyence, Canada) pour caractériser en détail les modifications de surface provoquées par le vieillissement des échantillons dans les différentes conditions. Nous obtenons des images 3D de micro-topographies de surface afin de mesurer le profil de rugosité de chaque surface. De plus, nous effectuons une analyse d'image à l'aide de la microscopie électronique à balayage (MEB) pour visualiser les surfaces des matériaux, tant celles qui sont non vieilles que celles qui ont subi le vieillissement.

3.3.4. Caractérisation mécanique

Nous évaluons le comportement mécanique des matériaux à l'aide d'essais quasi-statiques (traction et flexion trois points) ainsi que d'essais dynamiques (impact à basse vitesse), comme illustrés dans les figures 3.5, 3.6 et 3.7 respectivement. Vous pouvez trouver les détails de chaque test, y compris les dispositifs et les méthodes de mesure, dans le tableau 3.3.

Tableau 3. 3. Mechanicals Tests and characterization methods for SNFT according to the ASTM standard.

Tests	Méthodes	Machines	Propriétés
Test de traction	ASTM D-638 [10]	Machine Instron Model LM-U150 Cellule de charge 10 kN Vitesse de test 1mm/min	E_t (GPa), R_t (MPa), ϵ_t (%)
Test de flexion trois points	ASTM D-790 [11]	Machine Instron Model LM-U150 Cellule de charge 10 kN Vitesse de test 1mm/min	E_t (GPa), R_t (MPa), ϵ_t (%)
		Machine Instron Model CEAST 9350	

Test d'impact à basse vitesse	ASTM D-5628	Cellule de charge 22 kN	F (kg/m ²), D (mm), En (J)
		Énergie d'impact 1.6 jusqu'à 5joule.	
		Masse d'impact 5.4Kg	

Note : E: Module de Young; R Résistance mécanique; ϵ : déformation; F; Force; D: déplacement et En; Energie.

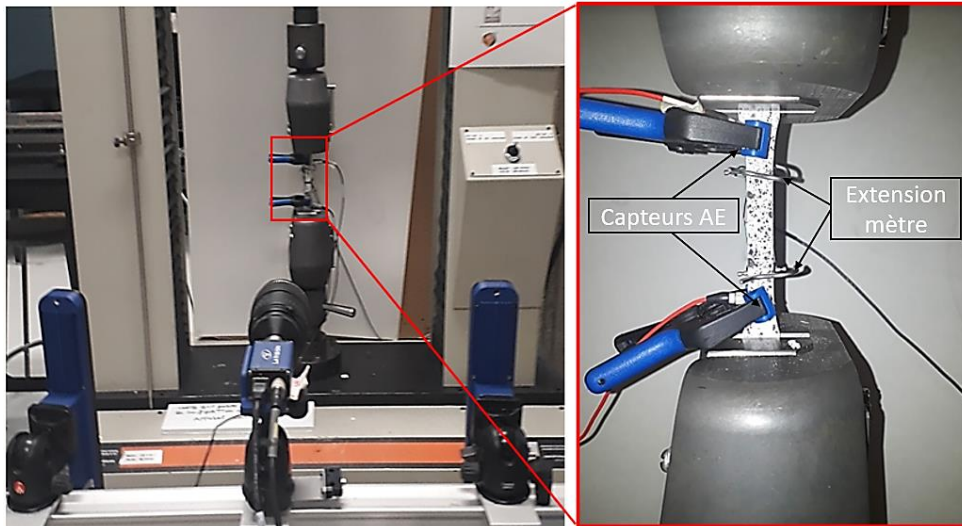


Figure3. 5. Essai de traction

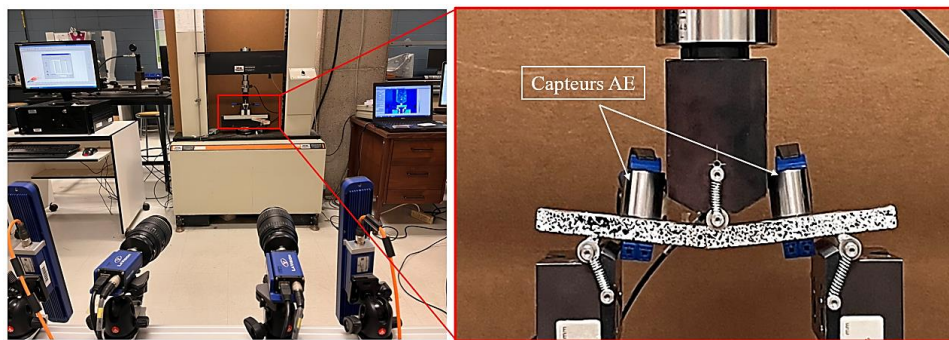


Figure3. 6. Essai de flexion.

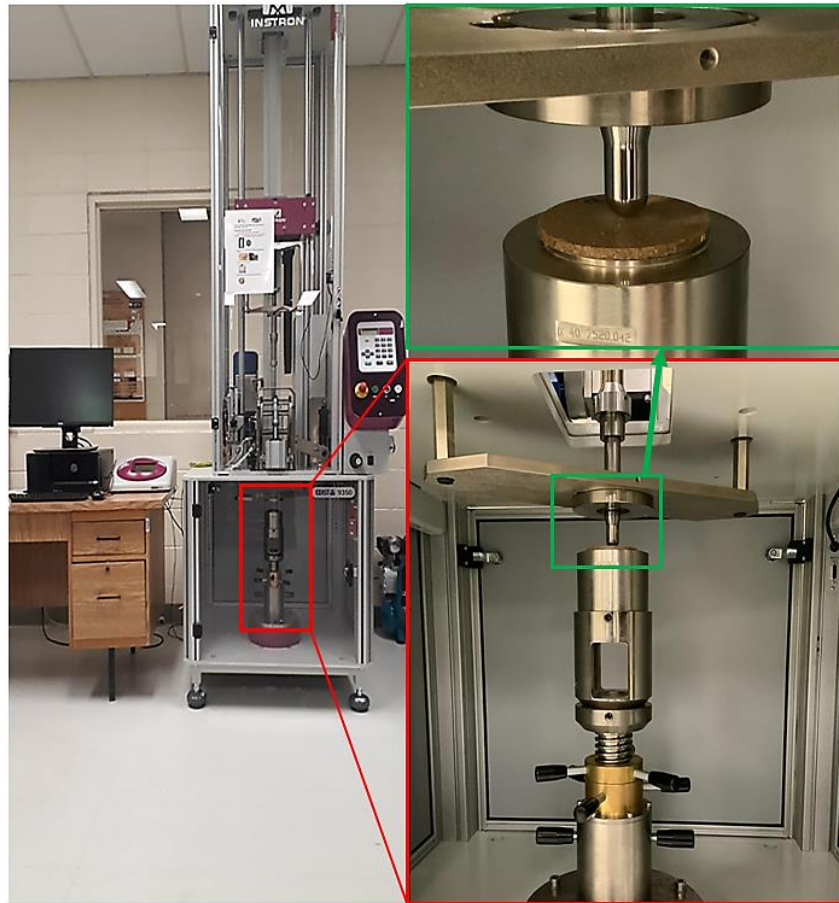


Figure3. 7. Essai d'impact à basse vitesse

3.3.5. Contrôle non destructif des dommages après impact

3.3.5.1. Technique d'émission acoustique

La technique d'émission acoustique est une technique non destructive qui permet la surveillance en temps réel des événements de défaillance dans les matériaux composites. Elle consiste en la transmission d'ondes de contrainte élastique à travers un matériau, provenant d'une source interne telle que l'initiation et la croissance d'une fissure. [14]. En termes de surveillance des modes d'endommagement par la technique d'émission acoustique, cela implique de détecter, de définir et de classer les mécanismes d'endommagement qui contribuent à la défaillance des SNFT. La Figure 3.8 présente quelques modes d'endommagement qui peuvent se produire lors de la défaillance des matériaux composites a fibres courtes, il s'agit de rupture matrice-matrice, décohésion fibres-matrice, friction fibres-matrice et friction matrice-matrice.

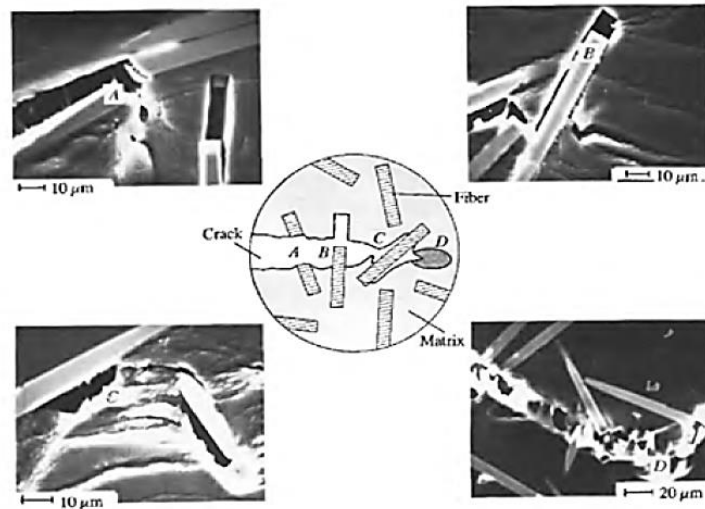


Figure 3. 8. Mécanismes d'endommagement des composites à fibres courtes [13].

3.3.5.1.2. Appareil de mesure

Nous réalisons nos mesures par émission acoustique (EA) à l'aide d'un dispositif fourni par Physical Acoustics Corporation (MISTRAS, USA), comme le montre la Figure 3.9. Nous fixons deux capteurs de type Micro-80 (large bande, 100-1000 kHz) sur la surface de l'éprouvette, en utilisant un adhésif en silicone comme agent de couplage entre le transducteur et l'éprouvette. Afin de filtrer les bruits de fond, nous établissons un seuil acoustique à 35 dB.

La qualité des données AE que nous mesurons dépend principalement du choix des paramètres de synchronisation du système de forme d'onde, notamment le temps de définition de crête (PDT), le temps de définition de coup (HDT) et le temps de verrouillage de coup (HLT). Nous utilisons les valeurs des paramètres de synchronisation suivantes : PDT = 40 μ s, HDT = 80 μ s et HLT = 200 μ s.

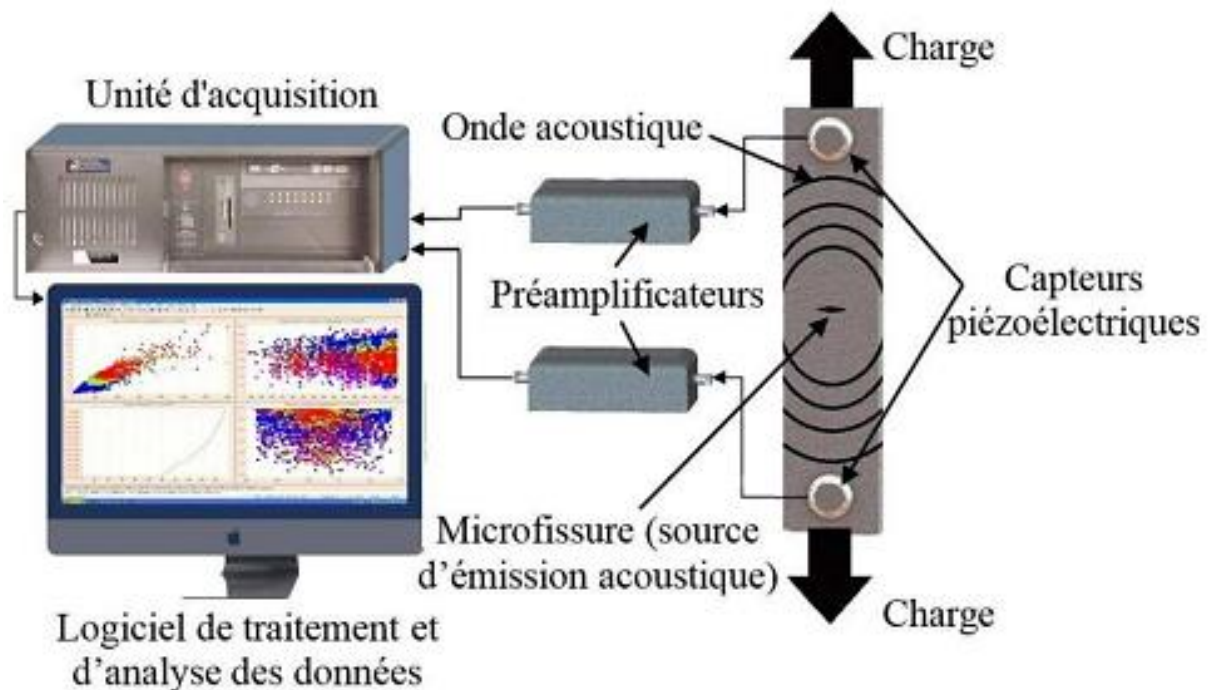


Figure3. 9. Synoptique d'un système d'émission acoustique [15].

La figure 3.10 présente une forme d'onde AE typique. Les principales caractéristiques de telle onde sont [16] :

- Durée (μs) : temps écoulé entre le premier et le dernier dépassement de seuil de la Salve.
- Amplitude (dB) : amplitude maximale atteinte sur la durée de la salve.
- Temps de montée (μs) : temps écoulé entre le premier dépassement de seuil et l'amplitude maximale.
- Nombre de coups : nombre de dépassement de seuil sur la durée de la salve.
- Nombre de coups au pic : nombre de coups entre le premier dépassement de seuil et le pic d'amplitude maximum.
- Énergie (J) : intégrale du signal au carré sur la durée de la salve.
- Fréquence moyenne : $f_{moy} = \frac{\text{nombre de coups}}{\text{durée}}$.
- Fréquence d'initiation : $f_{ini} = \frac{\text{nombre de coups au pic}}{\text{temps de montée}}$.
- Fréquence de réverbération : $f_{rév} = \frac{\text{nombre de coups} - \text{nombre de coups au pic}}{\text{durée} - \text{temps de montée}}$.

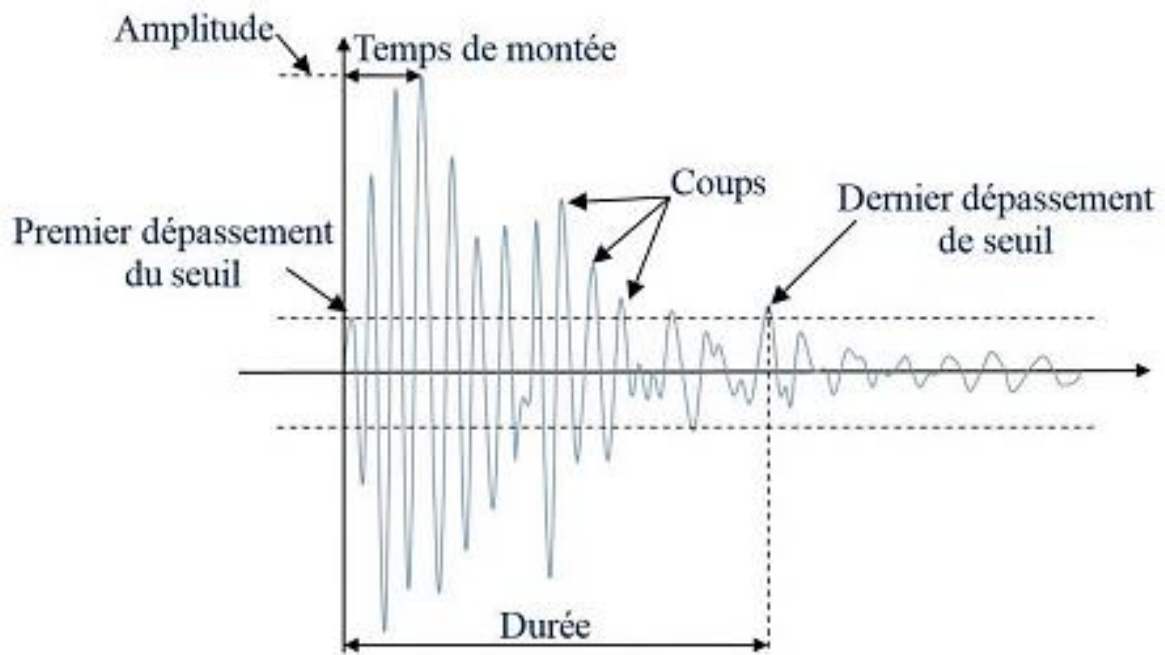


Figure 3.10. Une forme d'onde AE typique et les caractéristiques les plus importantes.

3.3.5.1.3. Classification des mécanismes d'endommagement

Plusieurs chercheurs ont classé les mécanismes d'endommagement dans les SNFT. Ils ont utilisé des algorithmes de Machine Learning pour la classification tels que l'algorithme K-Moyenne, les réseaux de neurones et l'analyse par composante principale. Cependant, dans notre cas, nous avons opté pour l'algorithme K-Moyenne en raison de sa simplicité.

Après avoir enregistré les signaux AE, nous filtrons et traitons ces données à l'aide de l'algorithme K-moyenne pour classer les mécanismes d'endommagement. Les signaux enregistrés sont classés en fonction de leur amplitude, du nombre de coups, de la durée et de la fréquence.

Le principe de la classification par l'algorithme K-moyenne consiste à spécifier le nombre n de classes à diviser et à générer n centroïdes de manière aléatoire. La première classification se réalise en calculant la distance entre chaque point et le centroïde correspondant. Ensuite, pour chaque classe, un nouveau centroïde est calculé, et leur position est continuellement mise à jour par des itérations répétées jusqu'à atteindre l'objectif final d'avoir des points proches regroupés dans les mêmes classes et des points éloignés répartis entre les différentes classes. La Figure 3.11 illustre l'organigramme du processus de regroupement par l'algorithme K-moyenne.

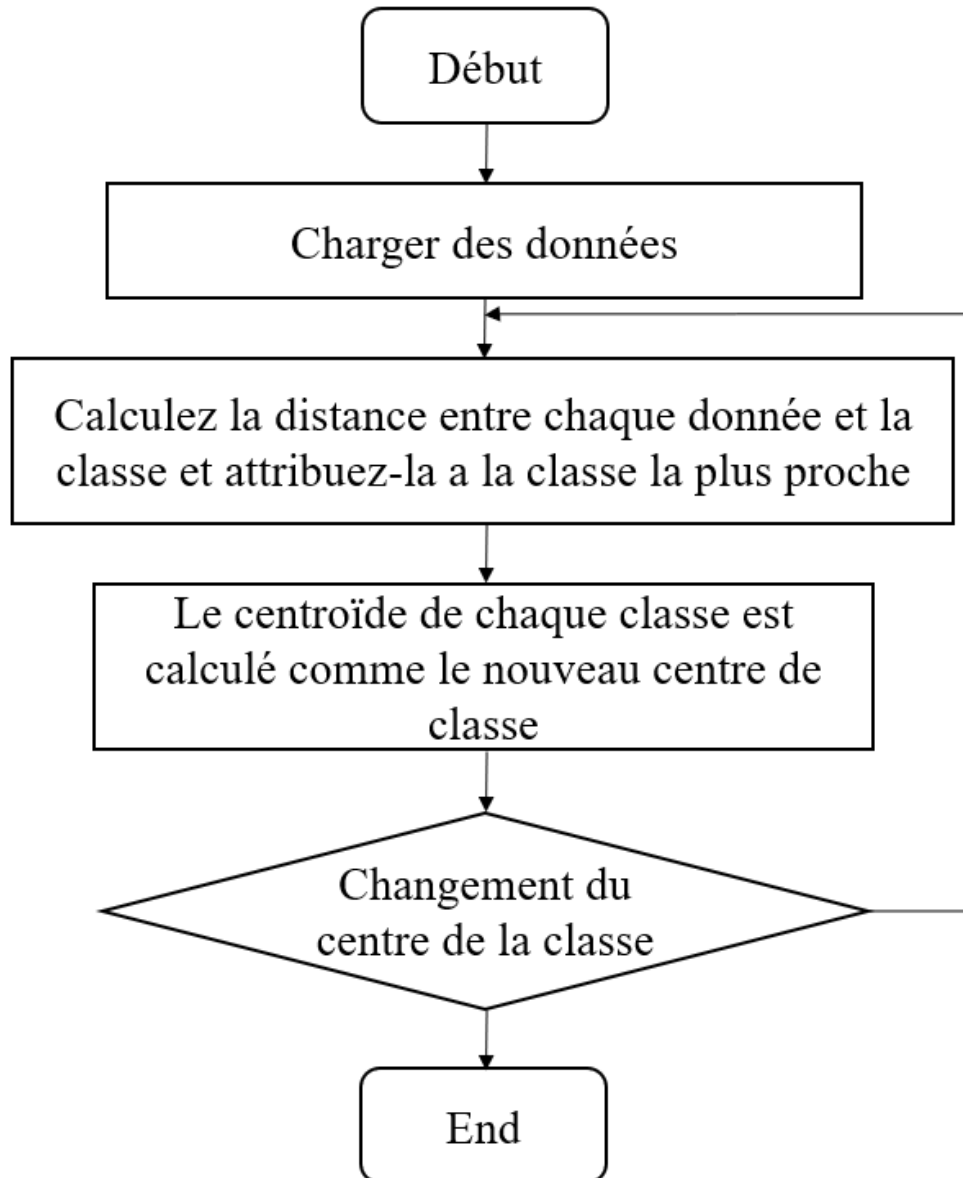


Figure3. 11. Organigramme de l’algorithme K-moyenne.

Pour le cas de la classification des mécanismes d’endommagement, le regroupement des signaux AE par l’algorithme K-moyenne suit les étapes suivantes :

- Étape 1 : Par hypothèse, il existe quatre mécanismes d’endommagement pour le cas des bio-composites SNFT. Alors, quatre points centroïdes sont générés de manière aléatoires.
- Étape 2 : calculer la distance entre chaque point et les quatre points centraux. Ensuite, classez ce point avec le point central de la classe la plus proche comme une seule catégorie.

- Étape 3 : Calculez les centroïdes des quatre catégories de données classées à l'étape 2 et prenez-les comme nouveaux points centraux des classes.

Étape 4 : répétez les étapes 2 et 3 jusqu'à ce que les centroïdes du cluster ne changent plus.

La figure 3.12 présente un résumé de la classification des mécanismes d'endommagement des SNFT à l'aide de l'Algorithme K-Moyenne.

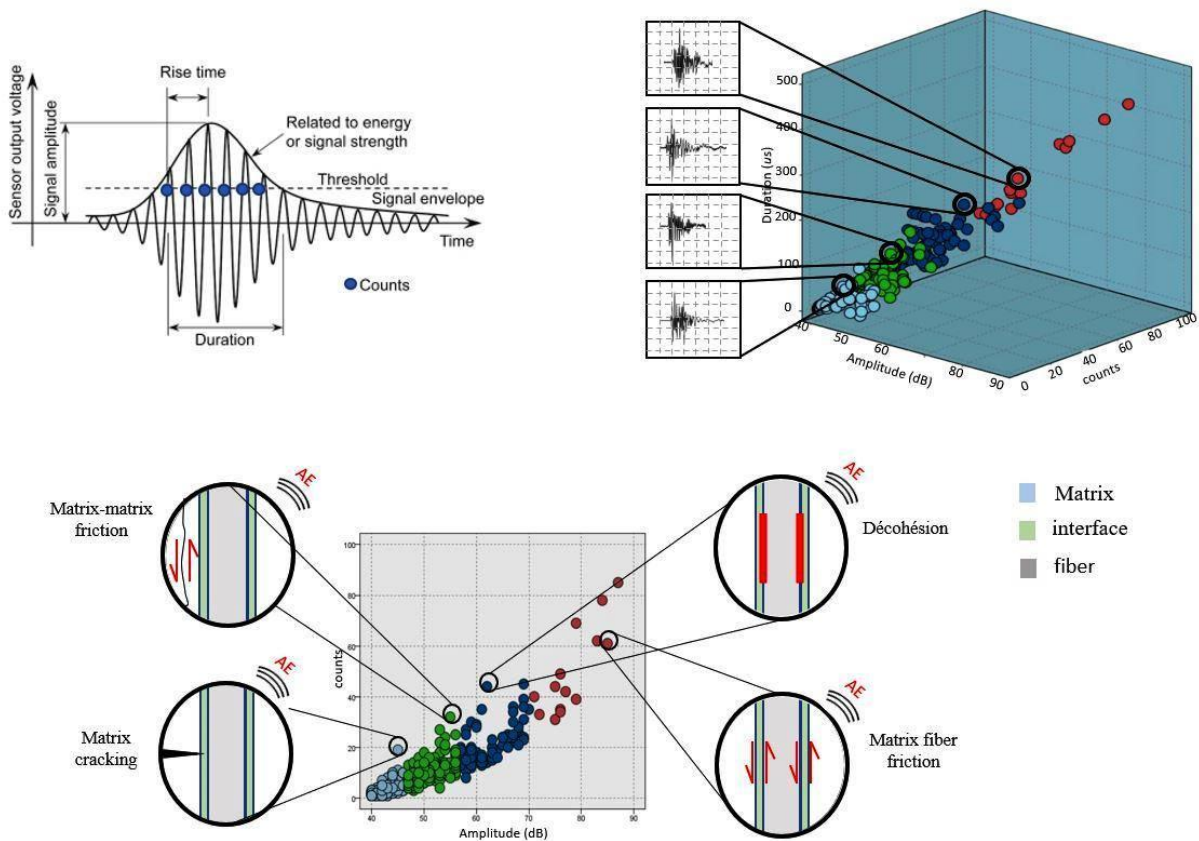


Figure 3.12. L'énoncé du problème d'un cadre d'apprentissage automatique d'émission acoustique. a) Définition du signal AE, b) classification des dommages à l'aide de l'algorithme de clustering K-mean, c) L'algorithme de clustering K-mean utilise ces fonctionnalités pour partitionner les formes d'onde, qui peuvent ensuite être étiquetées en fonction de leur mécanisme de dommage source.

3.3.5.2. Technique d'excitation impulsionnelle (IET)

La technique d'excitation par impulsions a pour but de mesurer le module de Young des bio composites avant et après impact. L'IET est une mesure non destructive qui permet l'analyse des propriétés élastiques de nombreux matériaux (Spinner et Tefft, 1961). Ces techniques peuvent mesurer les frottements internes et les fréquences de résonances (mode de flexion, mode de torsion ou mode de torsion-flexion). Et à partir de ces fréquences, il devient possible

de calculer les propriétés élastiques telles que le module de Young, le module de cisaillement et le coefficient de Poisson. Les mesures IET respectent la norme ASTM E1876. [17]. Les mesures IET sont effectuées à l'aide du système de mesure fourni par IMCE Belgique (Figure 3.13). Le système utilise un impacteur automatique pour générer des vibrations impulsionnelles dans l'échantillon, dont les fréquences dépendent des propriétés mécaniques et de la géométrie du matériau. Un microphone capte ces vibrations et les convertit en un signal électrique, qui est ensuite traité à l'aide du logiciel professionnel résonant RFDA (Frequency and Damping Analyzer) pour mesurer les fréquences de résonance et donc les propriétés élastiques du matériau.

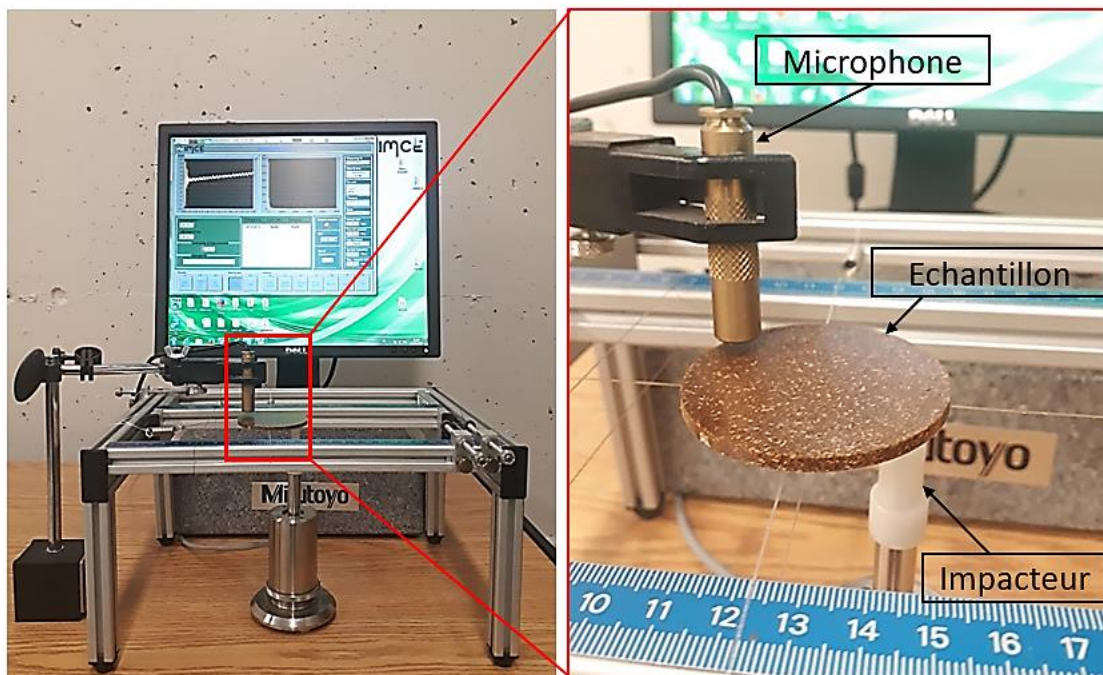


Figure3. 13. Technique IET.

Après avoir mesuré les fréquences de résonances dans des conditions de flexion et de torsion, le module de Young est peut-être identifié selon les équations suivantes :

- Cas 1 : Échantillons de flexion

Équation 3. 2
$$E = \frac{[0.9465.m.f_f.L^2.(T)]}{(b.t^3)}$$

Avec E est le module d'Young dynamique, m est la masse de l'échantillon, L est la longueur de l'échantillon, b est la largeur, t est l'épaisseur, f_f Est la fréquence de résonance en mode flexion (Hz), et T est le coefficient de correction géométrique.

- Cas 2 : Échantillons d'impact

Pour le cas d'un disque, deux calculs de E (E1 et E2) sont effectués indépendamment des deux mesures de fréquence de résonance en mode torsion et en mode flexion respectivement, puis une valeur finale E est déterminée en faisant la moyenne des deux valeurs calculées E1 et E2.

$$\text{Équation 3. 3} \quad E_1 = \frac{[37.6991.f_1.D^2.m.(1-\mu^2)]}{(K_1^2.t^3)}$$

$$\text{Équation 3. 4} \quad E_2 = \frac{[37.6991.f_2.D^2.m.(1-\mu^2)]}{(K_2^2.t^3)}$$

$$\text{Équation 3. 5} \quad E = \frac{[E_1+E_2]}{2}$$

Avec E est le module d'Young dynamique, E_1 est le module d'Young dynamique calculé en mode torsion, E_2 est le module d'Young dynamique calculé en flexion, m est la masse de l'échantillon, D est le diamètre du disque, t l'épaisseur du disque, f_1 est la fréquence de résonance en mode flexion (Hz), f_2 est la fréquence de résonance en mode torsion (Hz), μ est le coefficient de Poisson et K_1 et K_2 sont des coefficients de correction géométrique.

3.3.5.3. Technique de rouissage

L'examen visuel des fissures macroscopiques dues à l'impact est facilité par la pulvérisation d'un liquide coloré sur les surfaces des éprouvettes fissurées. Après avoir laissé pénétrer le liquide pendant 20 minutes, l'excès de pénétrant est éliminé par application d'un buvard pour révéler la présence de discontinuités.

3.3.5.4. Tomographie à rayon X

Un appareil EasyTom 130 a été utilisé à 130 kV et 300 mA pour obtenir des scans de rayons X micro-CT des échantillons après impact. Le numériseur est équipé d'un tube à rayons X micro-focus scellé avec une taille de spot de 3 μm et d'un détecteur à écran plat haute résolution de 1920 \times 1536 pixels de 127 μm de diamètre chacun. La résolution maximale dans les conditions de cette étude était d'environ 18 μm . Ces mesures ont permis de distinguer les fibres, la matrice et les pores (espace vide) dans le matériau ainsi que le type et l'étendue des dommages subis en fonction de l'énergie d'impact.

3.3.5.5. Machine à mesurer tridimensionnelle (MMT)

Le profil de la surface impactée des échantillons non perforés est mesuré à l'aide d'une machine de mesure de coordonnées BH305 (Mitutoyo). La profondeur et le diamètre de l'empreinte laissée par l'impacteur sont documentés. La résolution de cet appareil est de 0,001 mm. Les profils sont mesurés un mois après le test d'impact pour permettre aux échantillons de restituer la déformation viscoélastique.

3.3.6. Analyse par élément fini (FEA)

LS-DYNA est un logiciel de simulation numérique très puissant et polyvalent utilisé principalement pour la modélisation de la dynamique des structures, la mécanique des fluides, et d'autres phénomènes physiques complexes. Il est largement employé dans l'industrie automobile, aérospatiale, de la défense et de nombreuses autres disciplines pour simuler des scénarios de crash, des tests d'impact, des écoulements de fluides, et bien d'autres applications. LS-DYNA offre une large gamme de capacités de modélisation et est connu pour sa capacité à gérer des simulations complexes et multiphysiques, faisant de lui un outil essentiel pour l'ingénierie et la recherche en sciences appliquées. Dans cette section nous avons analysé le comportement à l'impact des bio-composites à fibres courtes SNFT par la méthode des éléments finis utilisant le logiciel LS DYNA. La description du modèle est en détail dans les sections qui suivent.

3.3.6.1. Modélisation des bio composites

Le modèle d'assemblage par éléments finis des bio-composites SNFT est illustré aux figures 3. Le bio-composite est modélisé sous forme de plaque et maillé avec des éléments de coque épaisse. L'impacteur est modélisé comme une pièce solide et maillée avec des éléments tétraédriques solides. Le bio-composite utilisé dans l'expérience a une épaisseur totale de 3,2 mm et un diamètre de 62,5 mm. Tandis que l'impacteur a un diamètre de 20 mm. De plus, les plaques de fixation sont placées à un diamètre de 40 mm du centre de l'échantillon. Dans cette recherche, le bio-composite est considéré comme un matériau isotrope avec un comportement élastoplastique. Tandis que l'impacteur et les plaques de fixation sont considérés comme de l'acier. Un schéma résumant les étapes de la simulation numérique se trouve peut-être dans l'ANNEXE 4.

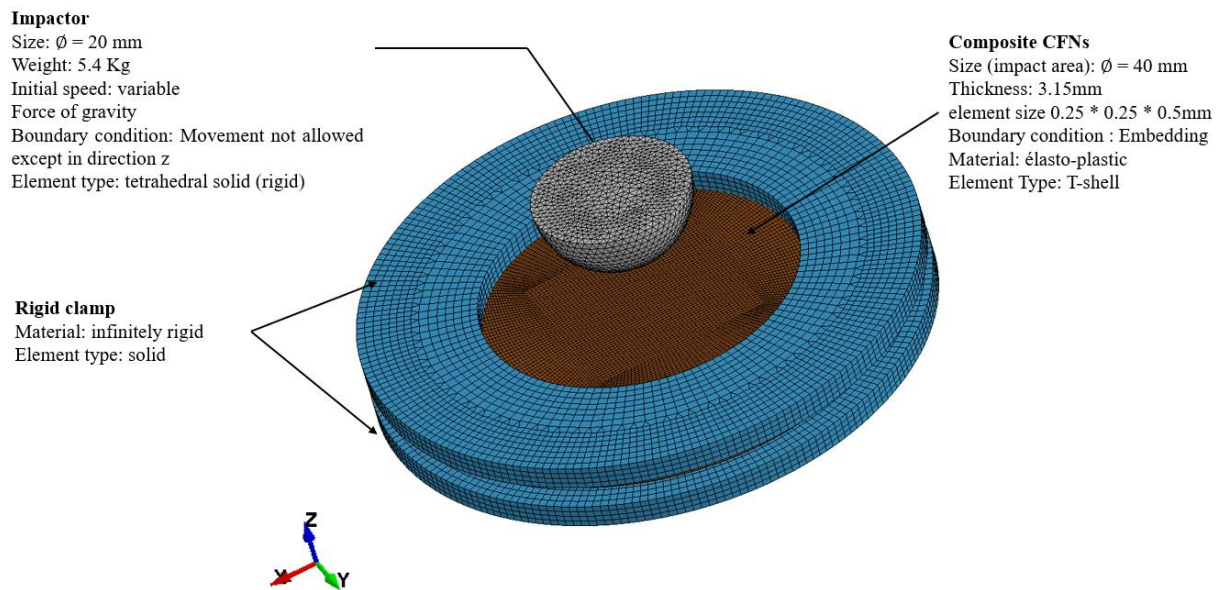


Figure 3. 14. Illustration du modèle géométrique adopté, de la pointe de l'impacteur, des conditions aux limites et du maillage d'éléments finis.

3.6.6.2. Détail en maille

Le bio-composite est maillé à l'aide de 320,000 éléments de coque épaisse (ELFORM = 2 Belytschko-Tsay) avec une taille d'élément de 0,250,250,5 mm, chaque élément comportant huit nœuds et un point d'intégration réduit dans le plan. Ce type d'élément est rapide et économique, généralement recommandé pour la plupart des applications [18]. L'impacteur est maillé à l'aide de 4,800 éléments tétraédriques (ELFORM = 2), chaque élément ayant quatre nœuds et un point d'intégration réduit par élément.

3.6.6.3. Définition des contacts

L'interaction de contact entre les éléments de coque épaisse du bio-composite et les éléments tétraédriques de l'impacteur, ainsi qu'entre les éléments de coque épaisse du bio-composite et les éléments solides des gabarits de fixation, est modélisée à l'aide de la formulation "CONTACT AUTOMATIC SURFACE TO SURFACE" de LS-DYNA.

3.6.6.4. Définition du matériau

La carte de modèle de matériau MAT24 est utilisée pour modéliser les éléments de coque épaisse *PART_COMPOSITE. En ce qui concerne les critères de défaillance, l'approche MAT ADD ERROSION est sélectionnée. Pour l'impacteur en acier, le matériau MAT20 (Rigid Solid) est appliqué. La simplification de l'impacteur en corps rigide reste acceptable, car sa rigidité dépasse considérablement celle du matériau bio-composite. Dans la définition du matériau de

l'impacteur, les valeurs typiques pour l'acier sont utilisées, avec $E = 200 \text{ GPa}$ et $\nu = 0,32$. De plus, étant donné que seule la pointe de l'impacteur est modélisée dans l'assemblage, la densité de l'impacteur est artificiellement augmentée à $\rho = 1,312 \cdot 10^{-6} \text{ tonne/mm}^3$ pour obtenir la masse totale de l'ensemble pendule et bras, qui s'élève à 4,4 kg.

Tableau3. 4. MAT24 Propriétés des matériaux pour les bio composites .

Paramètres	Unités	Valeur	
		PP30-F	PP30-P
Ro	Tonne/mm ³	$1.09 \cdot 10^{-6}$	$1.08 \cdot 10^{-6}$
E	GPa	3.94	3.51
PR	-	0.38	0.38
SIGY	MPa	18.26	13.84
ETAN	GPa	1.19	0.71
FAIL	%	1.71	1.92

Avec :

- Ro : Densité
- E : Module de Young
- PR : Coefficient de poisson
- SIGY : Limite élastique
- ETAN : Module de Young tangentielle
- FAIL : Déformation a la rupture

La figure 3.15 présente le comportement du matériau Elasto-plastique bilinéaire (MAT 24) [18]. Dans laquelle E est le module de Young , E_t est le module de Young tangentiel, et σ_y est la limite élastique.

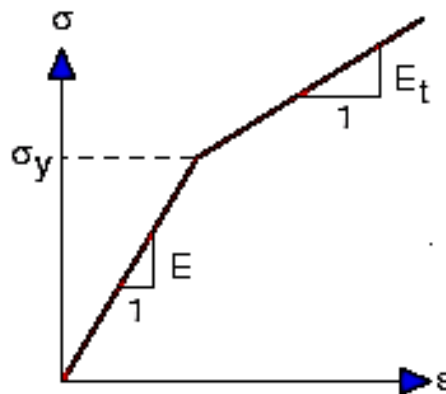


Figure3. 15. Comportement du matériau Elasto-plastique bilinéaire (MAT 24).

Pour l'érosion des éléments, le modèle MAT ADD EROSION est utilisé pour la modélisation. Un critère de déformation plastique efficace est employé pour définir l'érosion des éléments (MAT ADD EROSION), permettant ainsi une représentation de l'endommagement continu au

sein du matériau bio-composite. Lorsqu'une déformation plastique effective calculée pour un élément dépasse la valeur prédéfinie, cet élément est supprimé du modèle, et la simulation se poursuit avec le modèle érodé, c'est-à-dire le bio-composite endommagé.

3.6.6.5. Etat d'impact initial

Les simulations d'impact à faible vitesse des bio-composites sont réalisées pour des énergies d'impact : $E = 1, 6, 2, 3, 4$ et 5 J. Ces énergies d'impact sont appliquées au modèle sous forme de vitesses initiales sur l'impacteur (voir Figure 3.14). Le tableau 5 illustre la relation entre l'énergie d'impact et la vitesse d'impact, basée sur l'équation de conservation de l'énergie suivante.

$$\text{Équation 3. 6} \quad V_{\text{impacteur}} = \sqrt{2gH}$$

Où H est la hauteur initiale de chute du pendule et g est l'accélération due à la gravité.

3.6.6.6. Condition aux limites

Lors du test de choc, le bio-composite est serré dans une configuration où une pression est appliquée par des plaques en acier. Les plaques sont considérées comme des matériaux infiniment rigides. (Voir Figure. 3.14) .

3.6.6.7. Pas de temps et heures de fin

Le pas de temps pour la sortie des données historiques est défini à $1,00 \times 10^{-5}$ s, et le temps de fin est également défini à $0,025$ s. Cette petite valeur du pas de temps permet $1\ 800$ incréments de données, et le temps de fin est suffisamment long pour capturer l'intégralité de l'événement d'impact.

3.6.6.8. Sensibilité du maillage

Dans la modélisation par éléments finis, un maillage plus fin conduit généralement à une solution plus précise. Cependant, à mesure que la taille des éléments diminue, le temps de calcul augmente également. Une étude de sensibilité du maillage est réalisée pour déterminer la taille optimale de l'élément/du maillage qui garantira que les résultats de l'analyse ne sont pas affectés par la modification de la taille du maillage. Dans cette étude de sensibilité du maillage, le nombre d'éléments des bio composites varie entre 20 et 70 . Ces valeurs correspondent à des tailles d'éléments de 4.5 mm^3 , 1.53 mm^3 , 1 mm^3 , 0.25 mm^3 , 0.1253 mm^3 et 0.031 mm^3 ,

respectivement. Le tableau 6 résume les différentes tailles de maillage prises en compte dans l'étude, et la figure 8 montre les différentes densités de maillage sur les bio composites.

Tableau 6 . Tailles des éléments prises en compte pour le maillage.

Taille de l'élément	Total d'éléments par coque
1.5*1.5*2 mm	2215
1*1*1.5 mm	6600
1*1*1 mm	9970
0.5*0.5*1 mm	39880
0.5*0.5*0.5 mm	79000
0,25*0.25*0.5 mm	320000

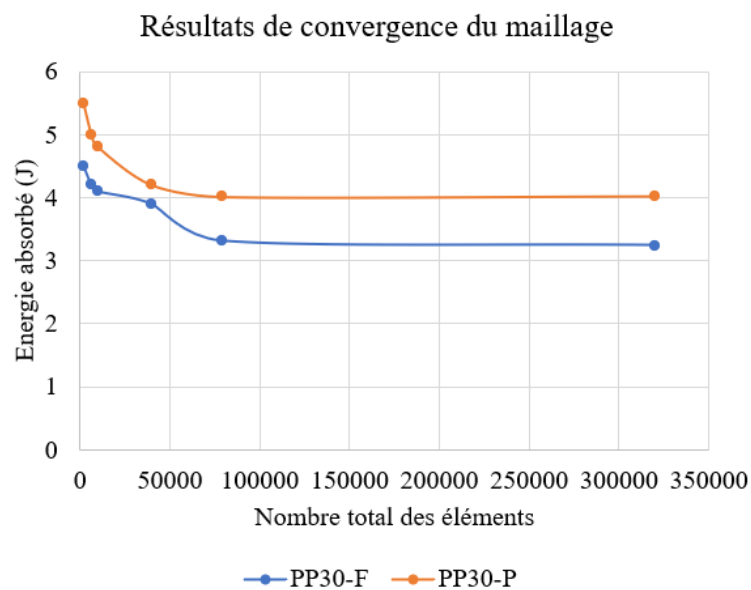


Figure3. 16. Résultats de l'étude de convergence du maillage.

3.3.7. Prédiction par les réseaux de neurones

Un modèle ANN est utilisé pour prédire les performances d'impact à long terme des bio-composites thermoplastiques. Sept paramètres sont recueillis à partir d'études expérimentales. Les paramètres d'entrée de l'ANN incluent des résultats de tests non destructifs tels que la masse (M), la dureté (H), la rugosité (Ra), et la fréquence naturelle (ft, fb), tandis que les paramètres de sortie sont le maximum de charge d'impact et l'énergie absorbée (F, Eab).

3.3.7.1. Algorithme ANN

L'algorithme ANN ressemble au fonctionnement du cerveau humain. Ce sont les cellules, appelées perceptrons, qui sont liées entre elles par des interactions pondérées. Plus de détails sur la méthode ANN se trouvent dans de nombreux manuels (voir, par exemple, Aleksander et Morton, 1990, Fausett, 1994, Haykin, 1998). La figure 3.15 présente l'architecture d'un tel algorithme dans lequel il est composé de trois parties à savoir les couches d'entrée, les couches cachées et les couches de sortie. L'interconnexion entre ces couches peut varier et la qualité de l'algorithme dépend du choix des fonctions non linéaires décrivant ces interconnexions. L'entrée de chaque neurone a un facteur de pondération. L'entraînement d'un réseau ANN consiste à ajuster les valeurs de ces facteurs à l'aide d'un algorithme de rétropropagation. Pour le calibrage des facteurs de pondération, le réseau doit être entraîné en lui présentant une base de données et les valeurs de sortie correspondantes. Ensuite, pour sélectionner le meilleur réseau ANN, un ensemble de tests et de validation doit être effectué à chaque cycle en calculant l'erreur quadratique moyenne (MSE).

La base de données est construite à partir des tests d'évaluation ci-dessus. Vingt-et-un ensembles de données pour chaque matériau sont utilisés pour entraîner, tester et valider le modèle ANN, afin de prédire l'énergie d'impact. Cinq paramètres d'entrée sont sélectionnés : la masse, la rugosité Ra, la dureté H et les fréquences propres f_b (Fréquence de flexion) et f_t (Fréquence de torsion).

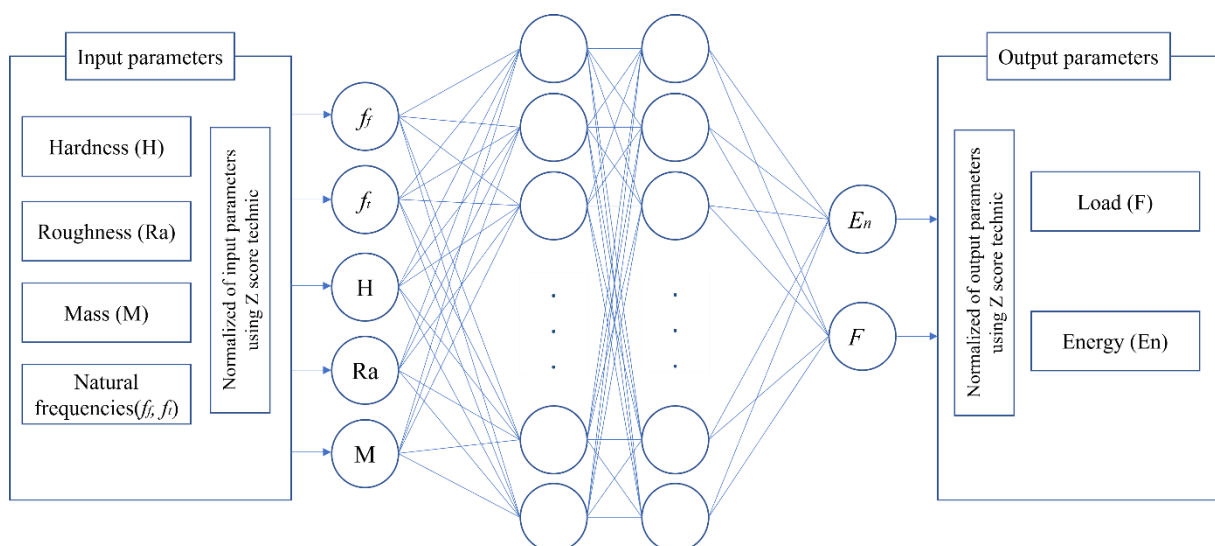


Figure3. 17. Architecture du modèle ANN.

References

- [1] Pickering KL, Efendy MGA, Le TM. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2016;83:98–112. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.038>.
- [2] Nasri K, Toubal L, Koffi D. *Composites Part C : Open Access* Influence of UV irradiation on mechanical properties and drop-weight impact performance of polypropylene bio-composites reinforced with short flax and pine fibers 2022;9. <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2022.100296>.
- [3] Roux C, Robertson J, Acid I, Acid D, Acid L. *FIBERS | Types* n.d.
- [4] Sierra Beltran MG, Schlangen E. Wood fibre reinforced cement matrix: A micromechanical based approach. *Key Eng Mater* 2008;385–387:445–8. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/kem.385-387.445>.
- [5] Marchessault RH. *Wood chemistry, fundamentals and applications*. vol. 252. 1994. [https://doi.org/10.1016/0008-6215\(94\)90030-2](https://doi.org/10.1016/0008-6215(94)90030-2).
- [6] Thygesen A, Madsen B, Bjerre AB, Lilholt H. Cellulosic fibers: Effect of processing on fiber bundle strength. *J Nat Fibers* 2011;8:161–75. <https://doi.org/10.1080/15440478.2011.602236>.
- [7] Shahria S. Fabrication and Property Evaluation of Hemp–flax Fiber Reinforced Hybrid Composite. *Chem Mater Eng* 2019;7:17–23. <https://doi.org/10.13189/cme.2019.070202>.
- [8] Komaki K, Kuroda T. Mechanical properties of FRP. *J Soc Mater Sci Japan* 1972;21:899–905. <https://doi.org/10.2472/jsms.21.899>.
- [9] Pine Wood _ Properties, Price & Application _ Material Properties n.d.
- [10] ASTM D638-14. Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens. *ASTM Int* 2016;82:1–15. <https://doi.org/10.1520/D0638-14.1>.
- [11] ASTM D790-17. Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials. *D790. Annu B ASTM Stand* 2002;i:1–12. <https://doi.org/10.1520/D0790-17.2>.
- [12] BADJI C. Vieillissement de matériaux composites renforcés de fibres naturelles : étude de l’impact sur les propriétés d’aspect et sur les émissions dans l’air intérieur 2017:314.
- [13] Liang S. Etude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales. *Prise en compte de la variabilité des propriétés* 2012:234.
- [14] Djabali A, Toubal L, Zitoune R, Rechak S. An experimental investigation of the mechanical behavior and damage of thick laminated carbon/epoxy composite. *Compos*

- Struct 2018;184:178–90. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.09.069>.
- [15] Université D, Curie M, Vi P, Calas MG, Monteil MA, Smektala MF, et al. Thèse de doctorat Thèse de doctorat 2006. <https://doi.org/10.5281/zenodo.4407056>.
- [16] Bravo A, Toubal L, Koffi D, Erchiqui F. Characterization of Tensile Damage for a Short Birch Fiber-reinforced Polyethylene Composite with Acoustic Emission. *Int J Mater Sci* 2013;3:79–89.
- [17] Specimens C, Frits G, Whiteware FC, Modulus S, Resonance S. Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration. *ASTM Int* 2012;i:1–16.
- [18] Hallquist JO, LIVERMORE SOFTWARE TECHNOLOGY CORPORATION (LSTC). *LS-DYNA Keyword User's Manual Volume II: Material Models*. vol. II. 2018.

CHAPITRE 4- ARTICLE 1 : Effet des teneurs en cellulose et en lignine sur les propriétés mécaniques et les performances d'impact de chute de poids des composites moulés par injection PP/fibres de lin ou de pin.

4.1. Avant-propos

Le chapitre présente un article scientifique intitulé « *Effect of cellulose and lignin content on the mechanical properties and drop-weight impact damage of injection-molded polypropylene-flax and-pine fiber composites* ». Cet article compare deux matériaux composites bio renforcés par des fibres naturelles (fibre de lin et de pin) en termes de comportement quasi statique et d'impact à basse vitesse. Il étudie l'effet de la composition chimique des fibres naturelles sur les interactions fibre/matrice et leur impact sur les propriétés mécaniques. De plus, il présente un modèle numérique pour la simulation du comportement à l'impact des deux matériaux. Cet article a été soumis à la revue scientifique « Journal of Composite Materials » en février 2023 et est accepté par la revue.

Les auteurs et leurs coordonnées correspondantes sont dans l'ordre :

Khaled Nasri, Ing. Étudiant au doctorat en génie mécanique

Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse (I2E3),
Université du Québec à Trois-Rivières, Département de génie mécanique, 3351, boul. Des
Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7

Courriel : khaled.nasri@ugtr.ca

Lotfi Toubal, Ph. D. directeur de thèse

Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse (I2E3),
Université du Québec à Trois-Rivières, Département de Génie mécanique, 3351, boul. Des
Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7

Courriel : lotfi.toubal@uqtr.ca

Éric Loranger, Ph. D

Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse (I2E3),
Université du Québec à Trois-Rivières, Département de génie mécanique, 3351, boul. Des
Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7

Courriel : Eric.Loranger1@uqtr.ca

Contributions des auteurs : M. Nasri est l'auteur principal de cet article et a effectué les expériences scientifiques et la rédaction. M. Toubal est le directeur de cette recherche et M. Loranger, a aidé à la rédaction et à la correction de l'article.

4.2. Résumé

Les matériaux bio-composites à fibres naturelles courtes à base de thermoplastique (SNFT) sont largement utilisés dans divers secteurs industriels tels que l'emballage et le transport en raison de leurs propriétés mécaniques élevées. Toutefois, ils sont vulnérables aux dommages dus aux chocs lorsqu'ils sont utilisés pour des applications structurales, mais peu d'études ont examiné leur comportement à l'impact. Par conséquent, cet article se concentre sur l'effet de la composition chimique des fibres (cellulose, hémicellulose et lignine) sur le comportement à l'impact à basse vitesse des bio-composites SNFT.

Dans un premier temps, des essais de traction ont été effectués pour étudier le comportement quasi statique des bio-composites (polypropylène renforcé par 30 % de fibres de lin ou de pin, soit respectivement PP30-F et PP30-P) afin de mieux comprendre les interactions fibres/matrice et l'impact de la composition chimique des fibres naturelles sur ces interactions.

Les résultats ont montré que les bio-composites PP30-F sont plus résistants que les PP30-P en raison de leur meilleure cohésion fibre/matrice. Les analyses des résultats d'émission acoustique ont confirmé cette observation.

Ensuite, des tests d'impact à basse vitesse ont été effectués pour étudier les dommages (fissures et indentation) induits par le test d'impact. Les PP30-F ont présenté plus de résistance, mais ont absorbé moins d'énergie que les PP30-P. Les fissures se sont propagées plus facilement dans les PP30-F que dans les PP30-P en raison de leur rigidité supérieure, comme cela a été démontré dans les résultats de traction. Cependant, les PP30-P ont été plus déformables.

Enfin, un modèle d'éléments finis a été développé sur la base des résultats expérimentaux pour prédire le comportement aux chocs des bio-composites. Les résultats du modèle ont été en bon accord avec les résultats obtenus expérimentalement.

Mots clés :

Bio-composite, irradiation UV, propriétés résiduelles, impact à faible vitesse, fibres de lin et de pin ; analyse de défaillance, analyse non destructive.

4.3. Abstract

The design of bio-composites for structural application needs a better understanding of their mechanical behavior. This study examines the tensile strength and drop weight impact response of polypropylene reinforced with flax or pinewood short fibers, which differ in composition (cellulose, hemicellulose, and lignin) and length-to-diameter ratio. Flax fibers, twice the length of pine fibers and having a higher cellulose content, were found to increase bio-composite stiffness and shock resistance. However, pine fibers, containing more lignin, increased material ductility and energy absorption. The impulse excitation, acoustic emission, and micro-CT techniques were used to evaluate post-impact mechanical properties and the contribution of each damage mechanism to final material failure (tearing). Experimental results were used to validate a model based on finite elements, which might become a useful tool for predicting the impact resistance of natural-short-fiber-reinforced thermoplastic bio-composites.

Keywords: Bio-composites; Natural fiber structure; Drop impact response; Damage mechanism; Finite element analysis.

4.4. Introduction

Standard thermoplastics reinforced with short natural fibers (SNFT) have become a very interesting category of bio-composites offering specific mechanical properties comparable to those of synthetic fiber composites or some engineering thermoplastics such as Polyamide (PA6 and PA11) [1]. They are used in several industrial sectors, namely automotive, construction and packaging. The advantages of SNFT include high specific mechanical properties, less abrasiveness, recyclability, low cost of the implementation, and above all the possibility of manufacturing parts in a single injection molded element, in complex shapes. However, despite

these advantages, the use of SNFT for structural applications remains limited as reported in the literature [1–4].

The design and sizing of SNFT for structural applications requires a better understanding of their mechanical behavior. Quantitative analyses to assess the behavior of these materials, their properties, and their failure modes are extremely important and remain a current issue. This importance stems from the fact that the mechanical behavior of SNFT and their mechanical performances are directly linked to different parameters, namely the fiber's morphologies and their chemical compositions, their distribution in the bio-composite, the quality of fiber/matrix adhesion and their manufacturing process [5–8].

No exhaustive list can be found in the literature to describe the variables and parameters that can influence the mechanical performance of short fiber bio-composites [9]. However, the chemical composition of the fibers, their manufacturing methods, and their morphology can be considered as the most important parameters to influence the mechanical performance of thermoplastic composites reinforced with short natural fibers [2,9]. The fiber consists essentially of cellulose, hemicellulose and lignin. Crystalline cellulose is hydrophilic and influences the elastic limit of the material. Hemicellulose and cellulose influence its stiffness and hydrophobic lignin plays an important role in the ductility of the material [8,10]. We have reviewed some works on the mechanical properties of polypropylene (PP) reinforced with various short natural fibers considering the chemical composition of fibers (Table 4.1). From these results, we found that generally the bio-composites that have the best mechanical properties (higher Young's modulus and yield stress) have natural fibers that have a higher cellulose and hemicellulose content. Moreover, we found that for a combined percentage of cellulose and hemicellulose around 90%, the bio-composites present an elastic limit and a Young's modulus around $Y_d=18$ MPa and $E=4.5$ GPa respectively. While for a percentage combined such constituents between 70 and 80%, the bio-composites reflect a Young's modulus around $E=3$ GPa and an elastic limit around $Y_d=15$ MPa. Exceptionally, bio-composites based on curaua fiber have an elastic limit $Y_d=18$ MPa despite having a combined percentage of around 80%. Otherwise, for bio-composites reinforced with natural fibers which contains a combined percentage of cellulose and hemicellulose less than 70% has a Young's modulus and an elastic limit around $E=2$ GPa and $Y_d=13$ MPa respectively.

Although the mechanical properties of SNFT are related to the chemical constituents of natural fibers, however such properties can be influenced by other factors such as the manufacturing process. Tanguy M et al (2017) [8] showed that although flax fibers have more cellulose in their

structures than jute fibers, polypropylene reinforced with short jute fibers has better mechanical properties than that reinforced with short flax fibres. This is due to the orientation of the fibers in the matrix caused by the injection molding process. The PP-Jute samples have more fibers oriented in the direction of flow with a high "skin" layer ratio.

Table 4. 1. Tensile Properties of Polypropylene composites reinforced with 30 wt % of different natural fibers and chemical composition of each fiber.

Composites	Fibers	Cellulose * (%)	Hemicellulose* (%)	Lignin* (%)	Young's modulus E (GPa)	Yield strength Y _d (MPa)	Auteurs
PP30-Flax	Flax	71 ± 1	19.6 ± 3.00	2.2 ± 0.2	4.55 ± 0.5	18.4	[8,11]
PP30-Kenaf	Kenaf	68 ± 9	20.3 ± 2	15 ± 6	4.45 ± 0.49	19	[12,13]
PP30-Hemp	Hemp	70 ± 5	15 ± 4.2	8 ± 4	4.45 ± 0.50	16.8	[14,15]
PP30-Jute	Jute	66 ± 7	17 ± 3.00	12.5 ± 7.2	4.5 ± 0.71	19	[8,16]
PP30-Curaua	Curaua	71.6 ± 2	9.9	9 ± 2	3 ± 1.55	18	[17,18]
PP30-Sisal	Sisal	65 ± 0.5	12	9.9 ± 1	3.15 ± 1.47	15	[19,20]
PP30-Bagasse	Bagasse	55.2 ± 2	18.8 ± 2	24 ± 2	2.85 ± 0.63	-	[21]
PP30-Birch	Birch	44.06 ± 1	30.5 ± 2.5	10.12 ± 5.5	3.37	-	[22]
PP30-Pine	Pine	41 ± 2	26 ± 3	28 ± 3	2.76	14	[23]
PP30-Aspen	Aspen	48.8	20.05	27.5	3.23	12.5	[22]
PP30-Rice husk	Rice husk	37 ± 4	21.5 ± 2	20	2	13.5	[25]
PP30- Bamboo	Bambo o	34.5 ± 15	30 ± 15	26 ± 5.00	1.9 ± 4	9	[26,27]

(*) Chemical properties of natural fiber references [2,22,28–33]

(PP) Polypropylene.

In these studies, the effect of the natural fiber microstructural parameters on mechanical properties of the SNFT has been studied and in most of these works the mechanical characterization was carried out by quasi-static tests (tensile and bending). However, the design of SNFT for structural applications are vulnerable to low velocity impacts such as the likelihood of the tool dropping onto structures during maintenance, impact from debris, hailstones or projectiles and collision of a foreign body during takeoff. In contrast, few studies in the literature have investigated the drop weight impact behavior of SNFT. Puech et al (2018) [34]

studied experimentally and numerically the drop weight impact behavior of polypropylene reinforced with 12% hemp fibers (PP-H). Using a high-velocity camera, the behavior of PP-H was observed throughout the drop weight impact damage stages, revealing an elastic phase followed by a nonlinear phase marking initiation and progression of cracks to perforation. Bledski et al (2003) [35] studied the effect of the manufacturing process on the impact resistance by drop weight impact test. Better results could be obtained by the injection molding than by thermocompression molding. In a more recent study, Koffi et al (2020) [36] investigated the influence of fiber content on the impact behavior of birch short fiber reinforced polyethylene. They found that the energy absorbed and the deformation at failure decreased as the fiber content increased. However, even if there are studies on the drop weight impact behavior of SNFT, with reference to the literature, no author has considered the effect of the chemical structure of natural fibers on the impact behavior of SNFT.

In the present study, the drop weight impact behaviors of polypropylene bio-composites reinforced with short flax or pine fibers were studied experimentally and by numerical analysis, emphasizing the influence of chemical properties and morphology of natural fibers. Cellulose, hemicellulose, and lignin are known to play a major role in fiber/matrix interactions and therefore the mechanical strength of bio-composites. First, the bio-composites were characterized by tensile tests in which the progression of damage during the tests was monitored by acoustic emission. Then drop weight impact tests were performed on an impact tower. The damage induced by the impact test was observed using retting technique, X-ray tomography and coordinate measuring machines. Finally, based on the experimental results, a finite element model was made to predict the impact behavior of bio-composites.

4.5. Materials and Methods

4.5.1. Test specimen production process

Polypropylene bio-composite grains reinforced with 30% short flax fiber (PP30-F) or reinforced with 30% short pine fiber (PP30-P) purchased from Rhotech, USA, were used in this study. Although the above company refused to provide us with the characteristics of natural fibers, but it is known that natural fibers are mainly composed of cellulose, hemicellulose, and lignin. According to Table 4.2, the chemical composition of flax fibers is as follows: $71 \pm 1\%$ cellulose, $19.6 \pm 3.00\%$ hemicellulose, and $2.2 \pm 0.2\%$ lignin, while pine wood fiber contains $41 \pm 2\%$ cellulose, $26 \pm 3\%$ hemicellulose, and $28 \pm 3\%$ lignin [30–36]. This suggests that pine fibers are high in lignin and low lignin flax fibers have a very high percentage of cellulose and hemicellulose fibers.

A 100-ton capacity Zerus 900 press (Zhafir plastic machines distributed by Haitien, Zeres series, model ZE900/210) was then used to inject composite. The test sample dimensions were in accordance with ASTM D638 [37] and ASTM D5628 [38] for Tensile and impact respectively. The injection was made at a temperature of 180°C. To eliminate the moisture in the fibers and thus reduce or even avoid micro voids in the samples once injected, the granules were dried in an oven at a temperature equivalent to $T=80^{\circ}\text{C}$. for 2 hours before being injected. Figure 4.1 shows a micro-CT analysis of a PP/flax fiber test sample. The white spots (C) indicate the presence of pores. The geometrical dimensions of the fibers (Table 4.2) and the percentage of pores in the material (less than 5%) were derived from this imaging.

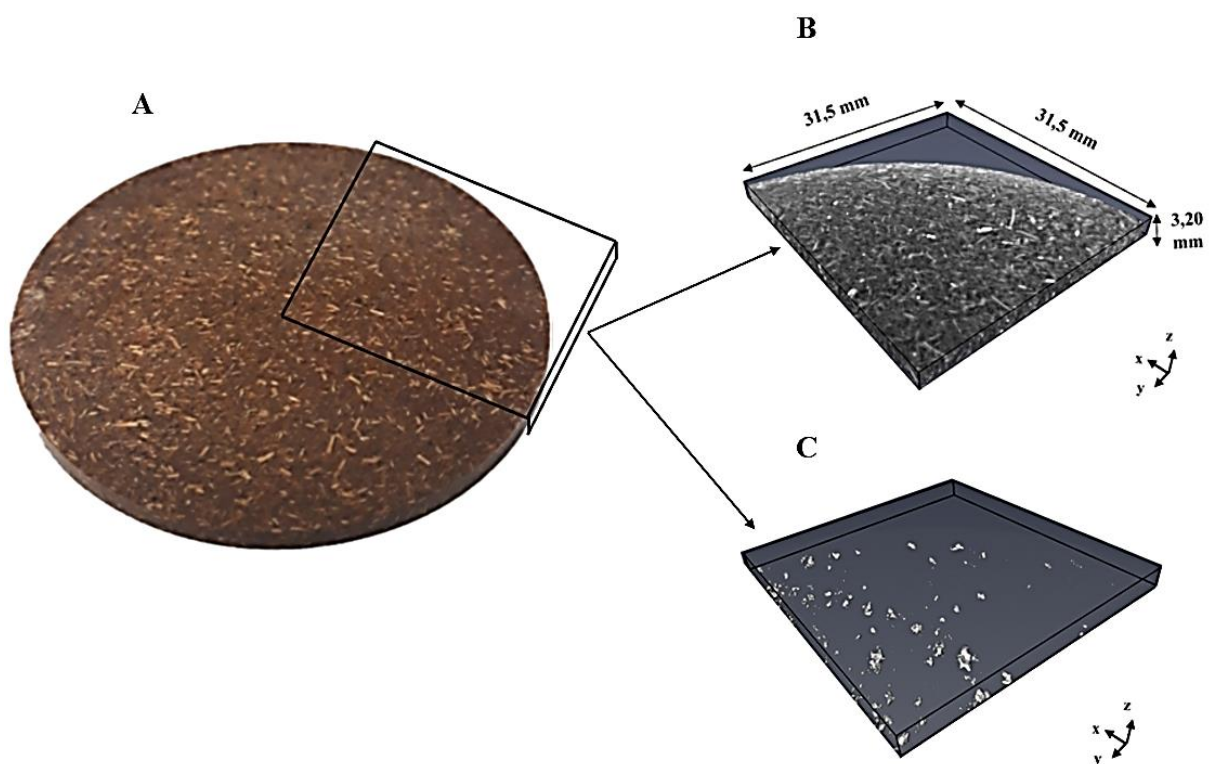


Figure4. 1. A) Impact test sample PP30-F, B) X-ray microtomography, C) 3D reconstructed CT scan showing the distribution of voids in the specimen.

Table4. 2. Flax and pinewood fiber geometry.

Material	Mean length L (mm)	Mean width D (μm)	Aspect ratio (L/D) 10^{-3}
Flax fiber	1.9 ± 0.02	27 ± 0.01	7.03
Pinewood	1.1 ± 0.02	32 ± 0.01	3.44

4.5.2. Tensile test

Tensile tests were conducted using an Instron electromechanical device (model LM-U150) fitted with a 10 kN load cell, in accordance with ASTM standard D 638 [37]. Three samples were tested for each experimental condition. Deformation and displacement were measured using a digital images correlation system (LaVision Inc., Göttingen, Germany).

Acoustic emission was measured using an apparatus from Physical Acoustics Corporation (Princeton Jct, NJ, USA) with two Micro-80 large-band sensors (100–1000 kHz). The timing parameters were PDT = 40 μ s, HDT = 80 μ s and HLT = 200 μ s. The recorded signals were classified according to amplitude, number of hits, duration and frequency. Based on the unsupervised neural network technique, each group of acoustic events was attributed to a damage mechanism.

4.5.3. Drop weight impact test

Hemispherical 20 mm impactors were used to deliver the impact on an Instron CEAST 9350 device fitted with a 22 kN load cell. Impact energy ranged from 1.6 J to 5 J with the different impactor masses. An anti-bounce system was used to ensure a single impact on the test specimen. Three samples were tested per experimental treatment. The tests were conducted in accordance with ASTM standard D5628 [38].

4.5.4. Test sample damage analysis

4.5.4.1. X-ray micro-tomodensitometry

An EasyTom 130 apparatus was used at 130 kV and 300 mA to obtain micro-CT X-ray scans of the samples after impact. The scanner is equipped with a sealed micro-focus X-ray tube with a 3 μ m spot size and a high-resolution flat-screen detector with 1920 \times 1536 pixels each 127 μ m in diameter. The maximal resolution under the conditions of this study was about 18 μ m. These measurements allowed the distinguishing of fiber, matrix, and pores (empty space) in the material as well as the type and extent of damage sustained as a function of impact energy.

4.5.4.2. Post-test retting of material coupons

Visual examination of the macroscopic cracks due to impact was facilitated by spraying a colored liquid onto cracked test specimen surfaces. Allowing the liquid to penetrate for 20 minutes, the excess penetrant was removed by applying a blotter to reveal the presence of discontinuities.

4.5.4.3. Coordinate measuring machines

The cross-sectional profile of unperforated impact test samples was recorded using a coordinate measuring machine BH305 (Mitutoyo). This provided the depth and diameter of the imprint

left by the impactor. The resolution of this device is 0.0001 mm. The profiles were measured one month after the impact test to allow the samples to recover from viscoelastic deformation.

4.5.5 Impulse excitation

To calculate the Young’s modulus of each post-impact test coupon, the fundamental resonance frequency in the flexion and twisting modes was measured using an acoustic impulse excitation system (IMCE, Belgium). Elastic properties such as Young’s modulus and the Poisson coefficient can be calculated from the frequencies in accordance with ASTM standard E1876 [39]. This rapid and low-cost technique allows measurement of the stiffness of a material, both initial and After a damage is sustained [40].

4.5.6 Numerical analysis

The finite elements model developed to predict material behavior is illustrated in Figure 4.2. An explicit algorithm for the simulation was derived using LS-DYNA software. An elastoplastic model of type MAT24 was used with T-Shell type elements to define mechanical behavior [41]. The impactor was meshed with 6,180 tetrahedral-shaped solid elements and the sample holding clamp with 11,640 cubic solid elements. The automatic surface-to-surface contact algorithm was used to define the element-by-element contact between the target and the impactor and between the target and the sample clamps. Non-perforating and perforating impact energies of respectively 2 J and 5 J were considered. For greater stability in the calculation of the explicit scheme, the Friedrich-Levy condition [41] was used with a time step δt of 10^{-5} s.

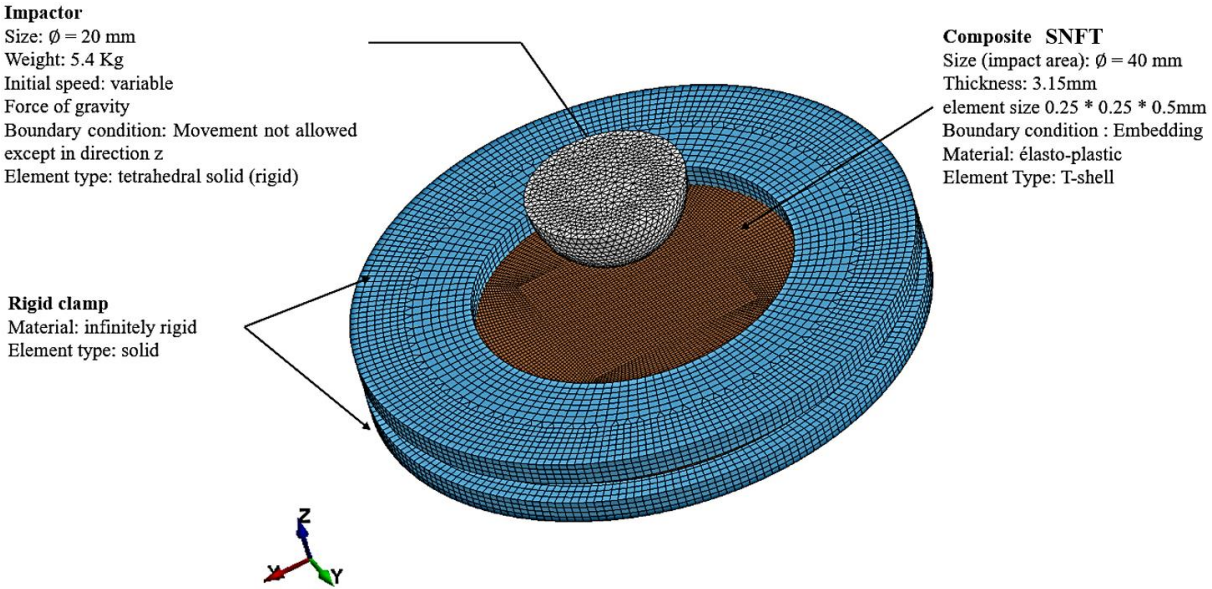


Figure4. 2. Illustration of the adopted geometrical model, the impactor tip, boundary conditions and finite element mesh

4.6. Results and discussion

4.6.1. Tensile tests

The stress-strain curves obtained from the Tensile tests of the three materials are shown in Figure 4.3. The response features a linear portion and a non-linear portion. The flax-fiber composite material had higher strength than the pinewood fiber composite, but less deformation at the breaking point. The ductility of the pinewood PP composite was therefore greater. Only part of the pure polypropylene curves is shown, since the plastic deformation exceeded the dimensional limits of the Tensile machine used in this study.

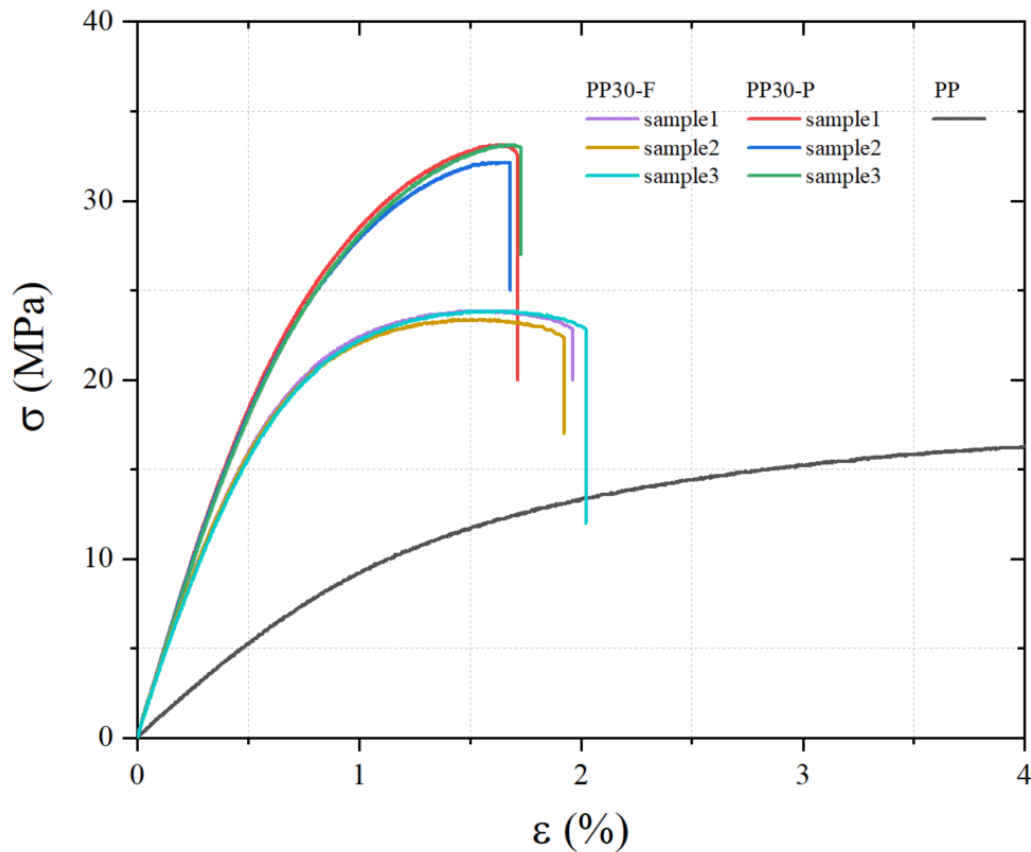


Figure 4. 3. Stress-strain curve for the pure PP, PP30-F and PP30-P composites.

These results suggest that fibers having higher cellulose and hemicellulose contents (flax) confer greater strength and stiffness to the PP composite material. This type of natural fiber has been found previously to increase composite strength and stiffness [9]. Fibers containing more lignin improve ductility, which is consistent with the greater plastic deformation at failure of the pinewood fiber PP composite [9]. The fiber length to diameter ratio could also contribute to the mechanical properties since flax and pinewood differ two-fold in this respect (Table 4.2). It

is known that a high ratio improves fiber/matrix adhesion and thus the mechanical properties of the composite material [42].

The measured mechanical properties of the three materials are listed in Table 4.3. Compared to pure PP, the composites made with pinewood fiber and flax fiber were superior in terms of young's modulus (respectively 247% and 290%), yield stress (53% and 153%), and maximal stress (92% and 40%). However, both fibers decreased ductility. These results are comparable to findings reported previously.

Table 4. 3. Tensile test mechanical properties.

Material	Young's Modulus E (GPa)	Yield stress Y _d (MPa)	Maximal stress σ (MPa)	Failure strain ε (%)
PP	1.01 ± 0.01	4.78 ± 0.01	-	-
PP30-F	3.94 ± 0.02	18.26 ± 0.21	32.84 ± 0.01	1.71 ± 0.03
PP30-P	3.51 ± 0.01	13.84 ± 0.15	23.67 ± 0.01	1.92 ± 0.05

Using a k-means clustering, we identified the acoustic signature of the four mechanisms of damage at work during the Tensile test (Figure 4.4-a and Figure 4.5-a), namely matrix micro-fissures, matrix internal friction, fiber/matrix decohesion, and fiber/matrix friction [43,44]. These mechanisms overlap, each contributing to the final material failure as shown in the bar diagram in Figure 4.4-c and figure 4.5-c. Each contribution was calculated as damage index D:

$$\text{Equation 4. 1 } D_i = \frac{E_i}{\sum_1^4 E_i}$$

Where D_i represents the damage by mode i and E_i is the associated energy.

It is clear that matrix micro-fissure is the dominant type of damage, contributing 56% and 64% respectively for flax fiber and pinewood. The other modes contribute as follows: fiber/matrix decohesion 12%, matrix internal friction 26%, and fiber/matrix friction 6% for flax fiber composite, and respectively 21%, 11%, 4% for pinewood. However, in the case of flax fiber, the less dominant mechanisms all start to appear once the test is well underway, at 1.2% elongation. For pinewood fiber, this occurs starting at 0.5% elongation, the beginning of the plastic phase. Lignin being an hydrophobic substance [8], it will adhere more easily to PP and increase the quality of the matrix-fiber interface. Thus, better physical properties from pinewood fiber composites were expected but they were instead found for the flax fibers composites. With nearly zero lignin content and a less hydrophobic surface in comparison to

pinewood fibers, the better result for the flax fibers must be explained by a higher length to width ratio and stiffer individual fiber [45]. The results are indeed showing increased fiber/matrix adhesion and delayed the onset of decohesion type damage until the final quarter of the Tensile curve. In the end, the better affinity of the pinewood fiber lignin was overcome by the better aspect ratio and intrinsic stiffness of flax fiber. Thus, showing that the results for the two proposed fibers are the result of a competition between chemical affinity and physical considerations.

To corroborate the results obtained by the AE analysis, the fractures were analyzed by SEM (scanning electron microscope). Figure 4.6-b and figure 4.6-b shows the fractured face of the unaged PP30-F and PP30-P specimens. Overall, all mechanisms detected by the AE analysis can be visualized. On the other hand, as demonstrated by AE analysis, a high amount of fiber decohesion is possibly visualized in P30-P rather than PP30-F.

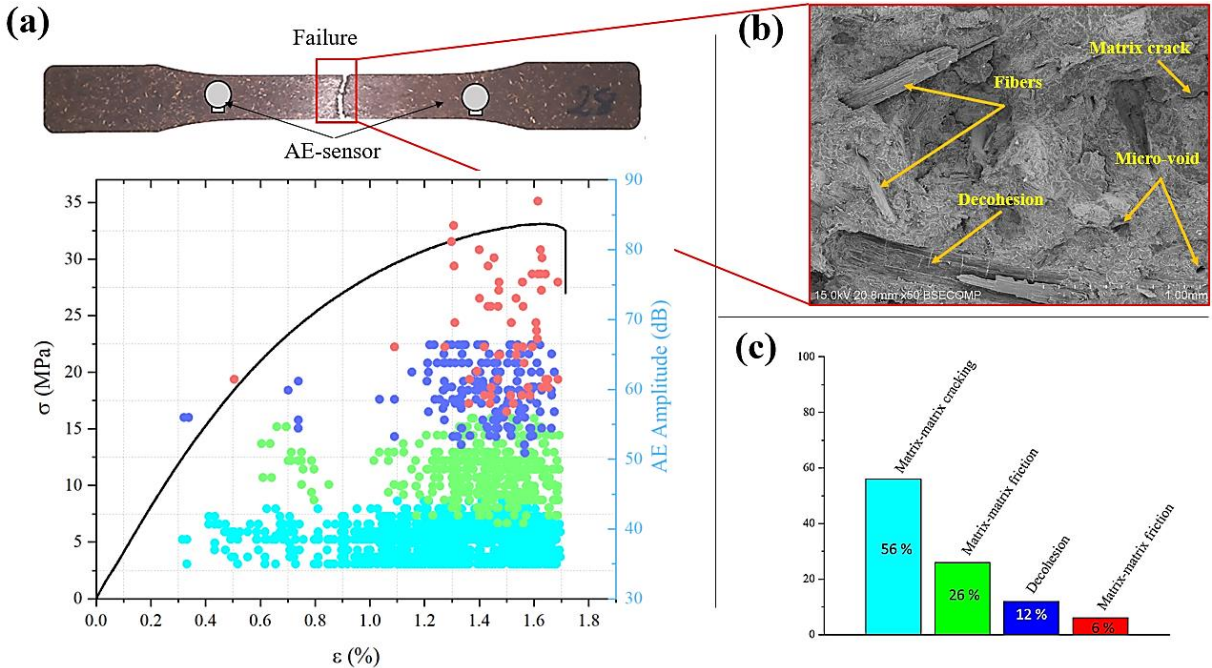


Figure 4.4. (a) Typical stress/strain curves (black) and acoustic energy burst amplitude with damage mode shown versus elongation of PP30-F composite material test coupons. (b) Fractured face of specimens of PP30-F composite. (c) Contribution of the damage mechanisms to the final fracture of the PP30-F samples

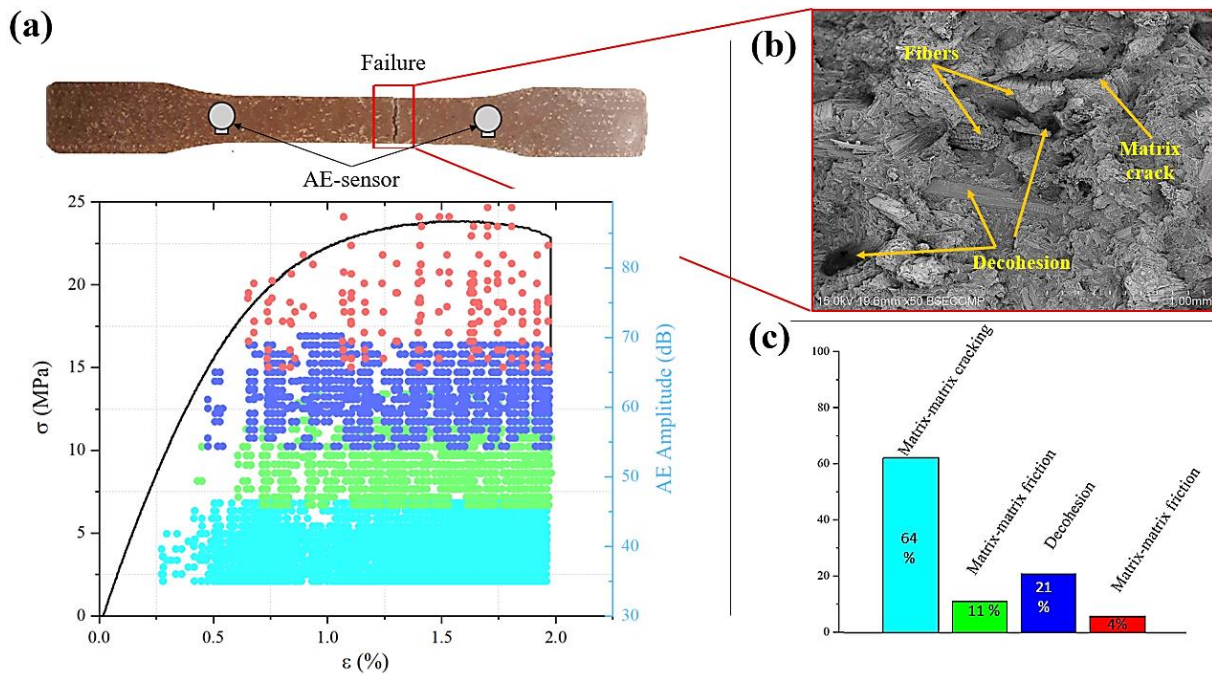


Figure 4. 5. (a) Typical stress/strain curves (black) and acoustic energy burst amplitude with damage mode shown versus elongation of PP30-P composite material test coupons. (b) Fractured face of specimens of PP30-P composite. (c) Contribution of the damage mechanisms to the final fracture of the PP30P samples

4.6.2 Impact tests

Neither composite material was perforated before the impact energy reached at least 4 Joules. However, both were perforated at 5 J. The contact force and the energy absorbed as a function of displacement at 5 J are shown in Figure 4.6. The behavior of the material appears to go through four phases. The first of these is a linear phase where no loss of strength is apparent and little energy is absorbed, corresponding to elastic behavior. At the beginning of the second phase, the strength falls slightly and the slope of the displacement force curve changes, indicating the limit of elastic behavior and the onset of damage to the material, confirmed by the change in the slope of the energy absorption curve. These changes correspond to the propagation of micro-fissures within the test specimen during impact. These can only lessen the stiffness and the resistance of the material. At the end of this phase, the strength is maximal. The third phase begins with a significant loss of measured strength and a decrease in the slope of the energy curve, indicating the formation of cracks in the material [34]. The strength then oscillates around a constant until a second drop occurs, indicating that the cracks have reached the edges of the sample holding clamp, marking the end of this phase. Absorbed energy beyond this point is the result of perforation (final phase). The maximal energy absorptions were 3.86 J for the flax fiber and 4.21 J for the pinewood composites. Beyond the perforation point, strength decreased slowly, due to slipping of the impactor through the penetrated sample and

dissipation of energy by friction. A high-velocity camera recorded these same phases in previous study [34].

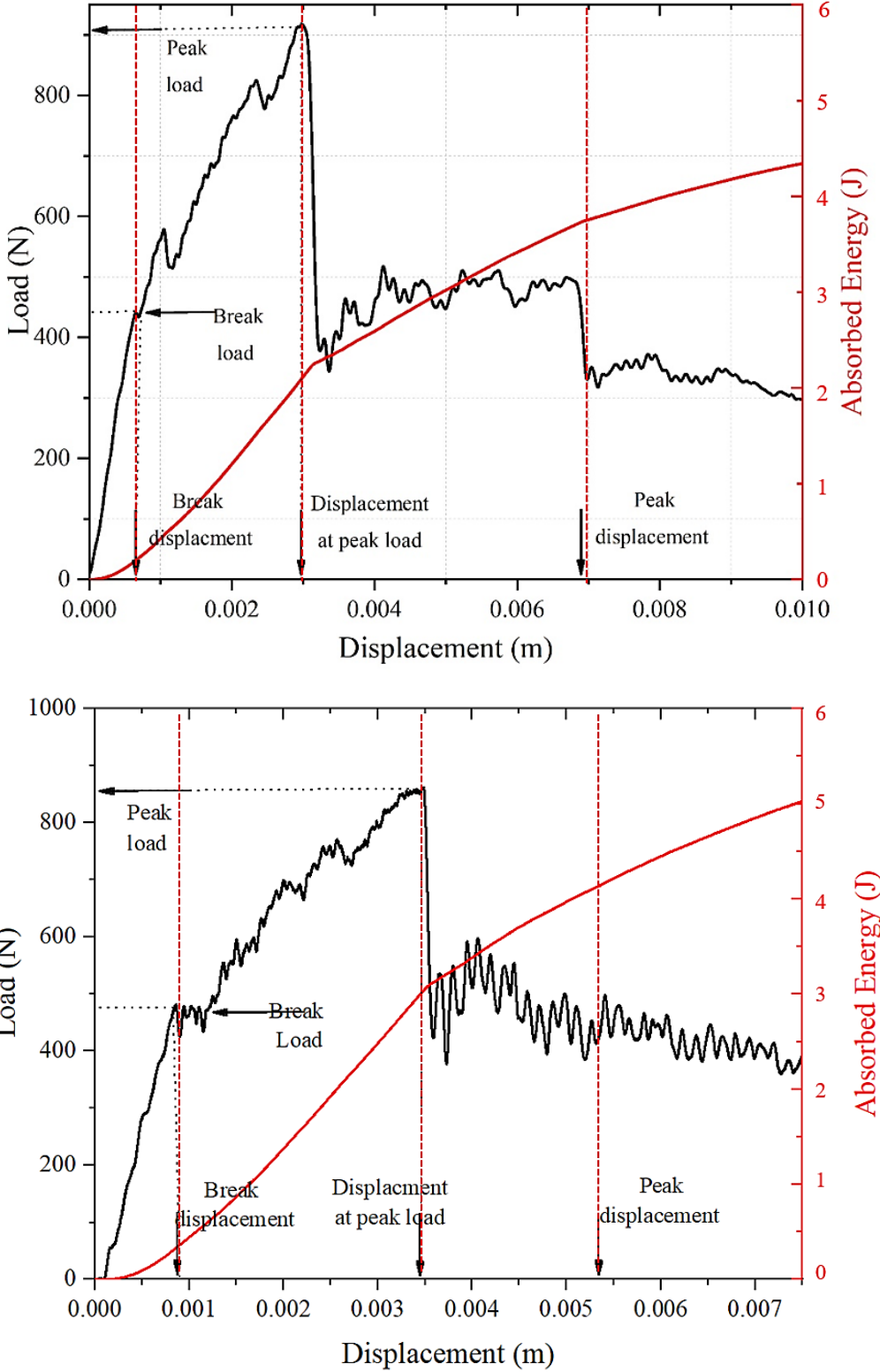


Figure 4. 6. Load (left vertical axis) and energy absorption (right vertical axis) versus displacement, **a)** PP with flax fiber; **b)** PP with pinewood fiber.

Typical loads curves as a function of time and displacement for the different impact energies used in this study are shown in Figure 4.7. Two types of behavior emerge as a function of energy. At 1.6 and 2 Joules, irreversible displacement remains low, and only a few small drops in contact load are observed. These could be associated with initiation and propagation of fissures that do not affect the strength of the composite materials. Starting at 3 Joules, permanent deformations become apparent, and the drops in contact strength are more significant. This reveals the appearance and propagation of larger cracks that decrease the strength of the material. No such damage is observed in pure polypropylene, only non-significant permanent deformation.

The impact tests are summarized in terms of initial impact energy, maximal strength, maximal displacement, and energy absorbed in Table 4.4. The values show the good reproducibility and low standard deviation of these measurements. Clear increases in maximal load, maximal displacement and energy absorbed as a function of initial impact energy are noted for all three materials. Based on these results, the flax fiber imparted better impact properties to the composite than did pinewood fiber, but the latter allowed a higher maximal displacement and hence absorbed energy. These differences between the two composite materials are due mainly to the chemical properties of the fibers (Table 4.1), and to the fiber/matrix interaction. In a study of the impact of natural fiber constituents on the mechanical properties of bio-composite materials, cellulose was found to maximize stiffness and strength, whereas lignin decreased strength but improved ductility [9]. The ratio of absorbed energy to initial impact energy, called the damage coefficient (λ), has been used widely to evaluate damage sustained by tested composite materials in terms of impact energy. For both PP composites, this ratio increased considerably at impact energies above 3 J and reached a maximum at 5 J (the perforation energy).

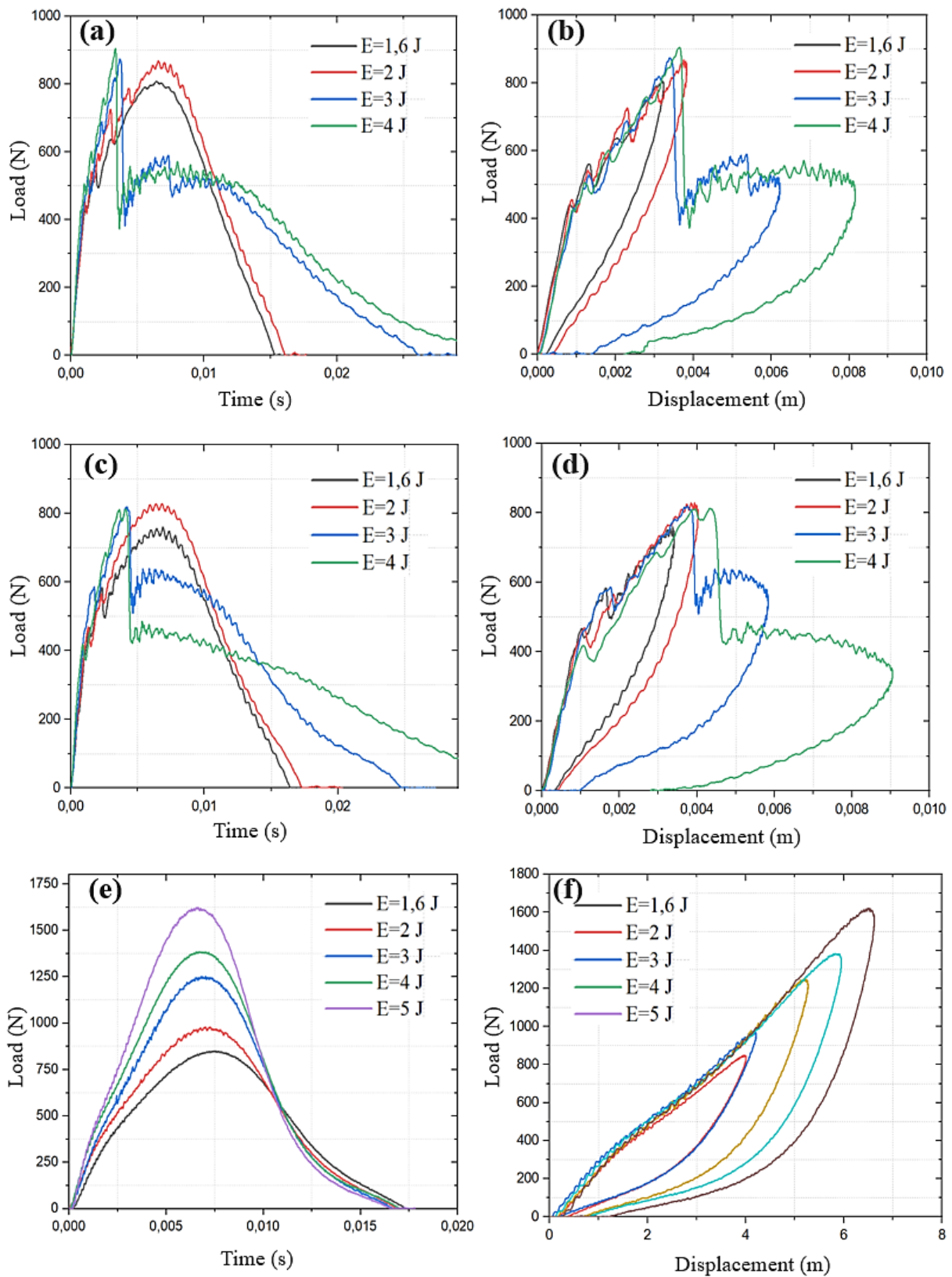


Figure 4. 7. Load over time (left) and displacement (right) of the tested PP materials, (a and b) composite PP30-F, (c and d) composite PP30-P, and (e and f) pure PP.

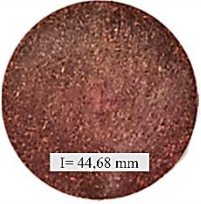
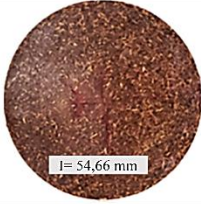
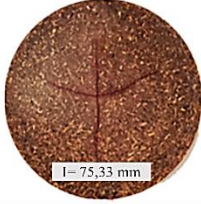
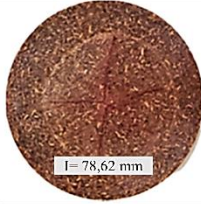

Table 4.4. Impact test results.

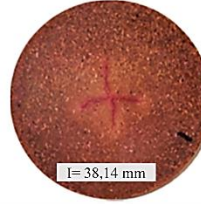
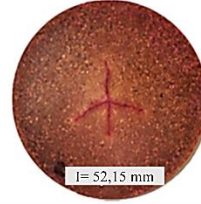
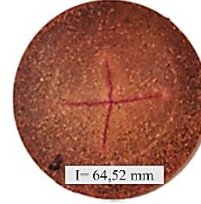
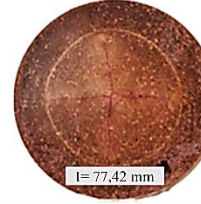

Material	Initial energy (J)	Peak Load (N)	Maximal displacement (mm)	Absorbed energy (J)	Damage (λ , %)	Crack length (χ , mm)	Depth (δ , mm)
Flax fiber composite	1.6	813.24±5.66	3.24±3.24	0.37±0.02	23.13	44.68±2.48	0.22±0.02
	2	874.11±13.45	3.82±3.82	0.53±0.01	26.52	52.15±2.22	0.38±0.04
	3	892.02±8.42	5.22±5.22	1.67±0.03	55.66	75.33±5.13	0.51±0.02
	4	928.64±16.22	8.15±8.15	2.58±0.03	64.51	78.62±8.74	0.72±0.03
	5	951.72±20.77	Perforation	3.86±0.03	77.20	Perforation	
Pinewood fiber composite	1.6	766.51±4.88	3.41±3.41	0.48±0.01	30.12	38.14±3.11	0.26±0.02
	2	822.76±5.61	4.02±4.02	0.65±0.01	32.16	54.66±4.22	0.42±0.01
	3	827.38±9.13	5.83±5.83	1.71±0.02	57.44	64.52±7.42	0.56±0.04
	4	833.15±12.24	9.17±0.18	2.74±0.04	68.52	77.42±8.14	0.75±0.04
	5	862.28±22.31	Perforation	4.21±0.04	84.20	Perforation	
Pure polypro	1.6	873.22±3.14	4.02±0.05	0.26±0.01	16.25	No damage (plastic deformation only)	
	2	980.61±4.45	4.17±0.07	0.58±0.01	29.00		
	3	1256.47±5.43	5.21±0.04	1.28±0.02	42.66		
	4	1388.13±4.24	5.84±0.10	2.19±0.01	54.75		
	5	1610.27±5.18	6.74±0.06	3.16±0.02	63.20		

Damage coefficient λ = absorbed energy / initial energy

4.6.3. Analysis of damage sustained

The appearance of the test samples after retting is shown in Figure 4.8. Cracks are visible in the center of the specimen. The algebraic sum of the crack lengths (χ , Table 4.4) in all directions was measured using image analysis. In all samples examined, the total crack length and the size of the damaged zone were proportional to the impact energy to which the specimen was subjected.

Composites PP30/F				
E = 1,6 J	E = 2 J	E = 3 J	E = 4 J	E = 5 J
				

Composites PP30/P				
E = 1,6 J	E = 2 J	E = 3 J	E = 4 J	E = 5 J
				

Note. I : Length

Figure 4. 8. Visible damage revealed by retting the polypropylene composite test specimens (PP-30F = and PP-30P)

The depth of the damage inflicted at the different impact energies, measured using a Mitotoyo type 3D coordinate measuring machine (BH305), was compared to a reference (zero deformation) far from the damaged zone (Figure 4.9). It should be noted that the maximal permanent displacement is recorded in the center of the specimen (depth δ , Table 4.4). At a given impact energy, composite made with pinewood fiber had overall a greater permanent formation, since this material was more ductile. However, the cracks were bigger in the flax fiber composite, since this material was more rigid.

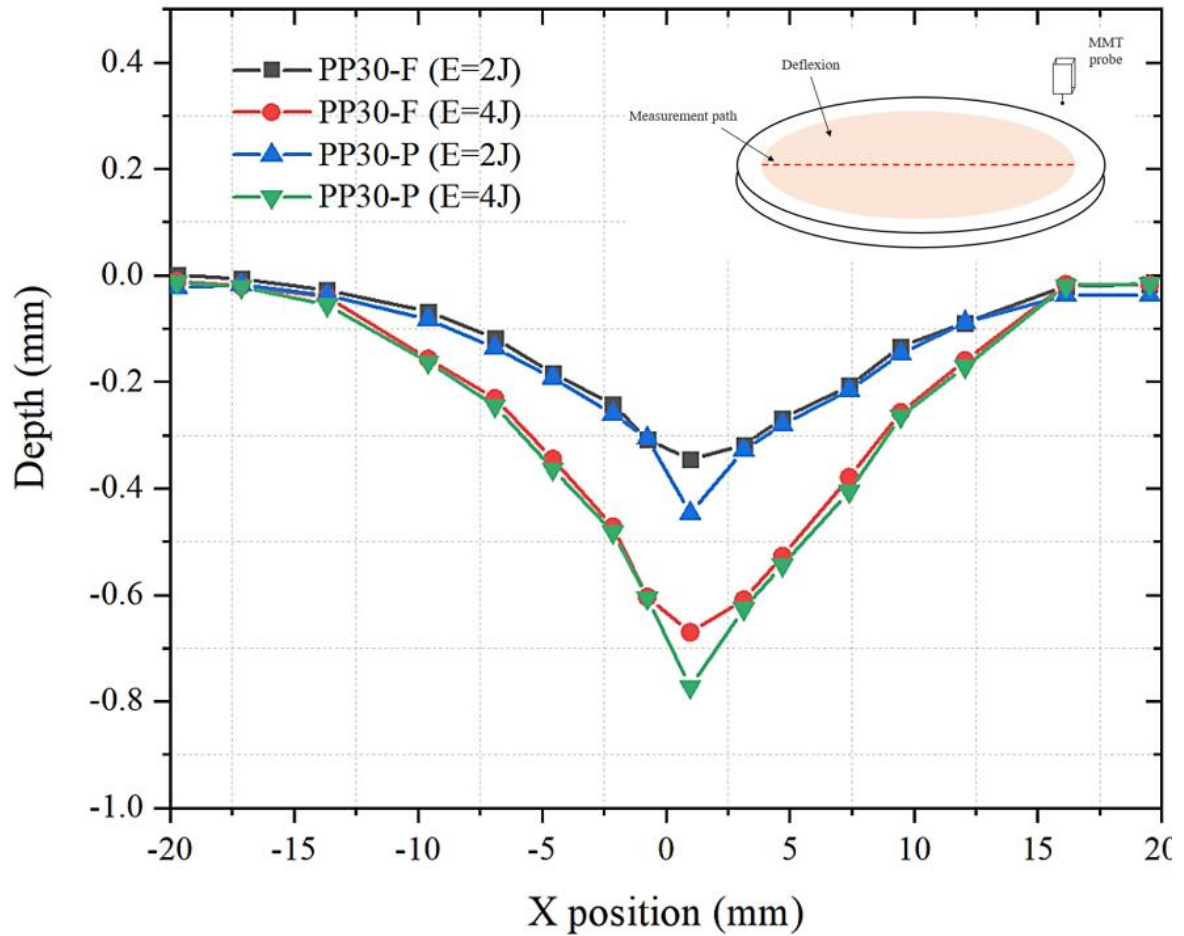


Figure 4. 9. Depression depth in PP30- F and PP30-P composites.

Micro-CT analysis images of crack size and indentation depth are shown in Figure 4.10 for 2 J impact tests and in Figure 4.11 for 3J impact tests. These show that cracks occurred primarily in the center of the test specimen. Their lengths were 51.23 mm and 77.42 mm in flax fiber material and 50.48 mm and 66.23 mm in pinewood fiber material. The corresponding indentations were 0.41 mm, 0.57 mm, 0.41 mm, and 0.59 mm. Tomography results were close to those by retting and coordinate measurement.

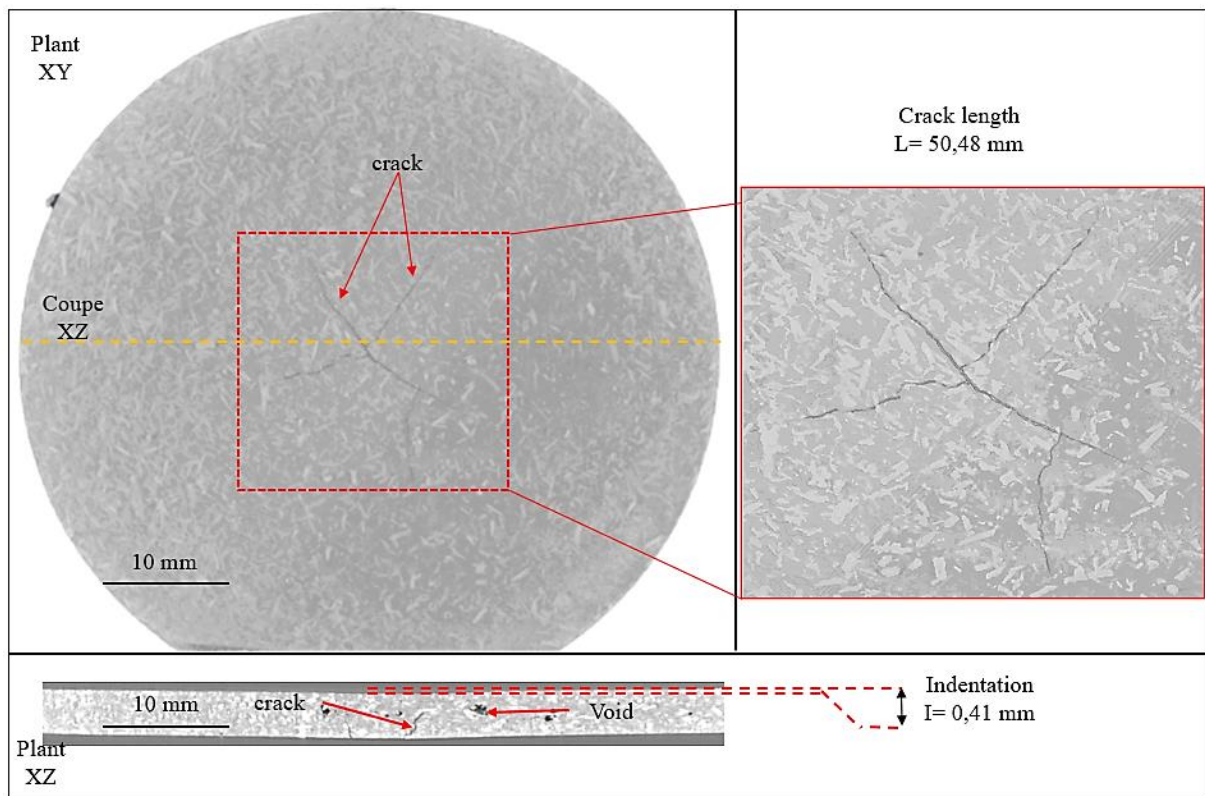
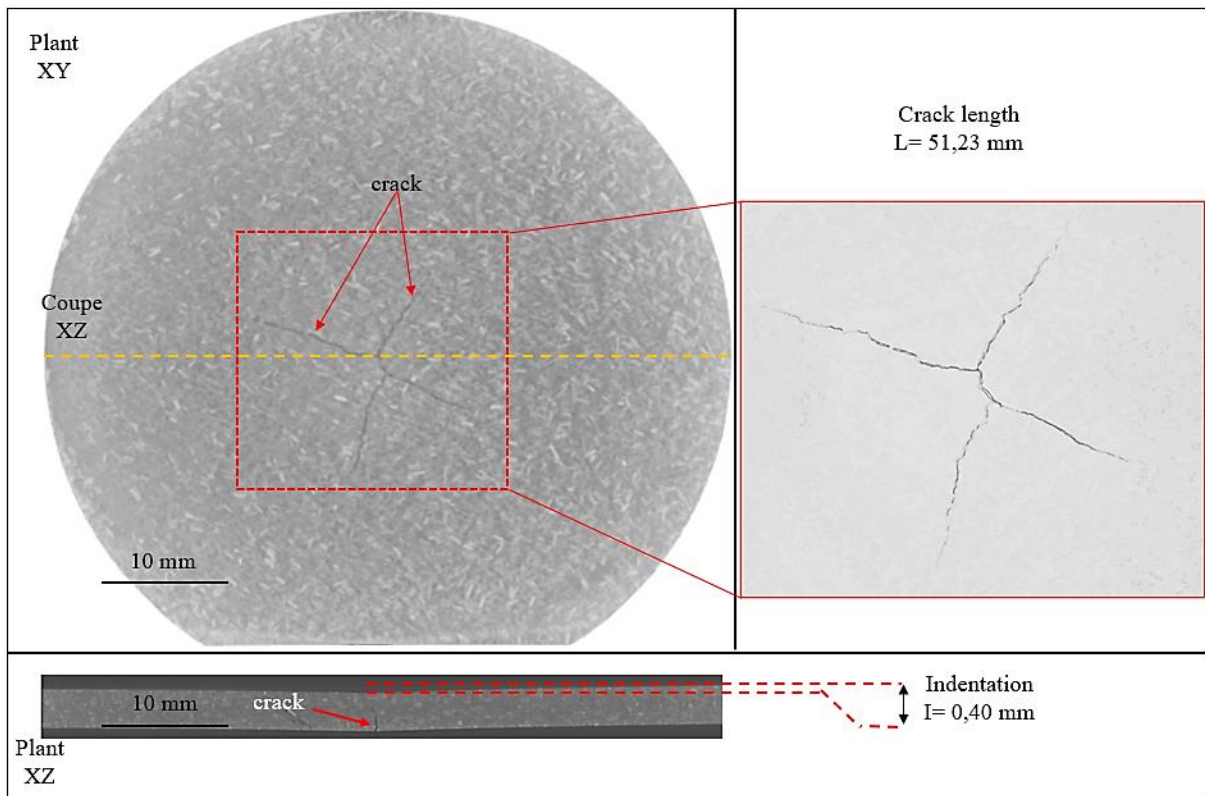


Figure4. 10. Micro-CT images of impact damage at 2 J to polypropylene composite reinforced with a) flax fiber, b) pinewood fiber

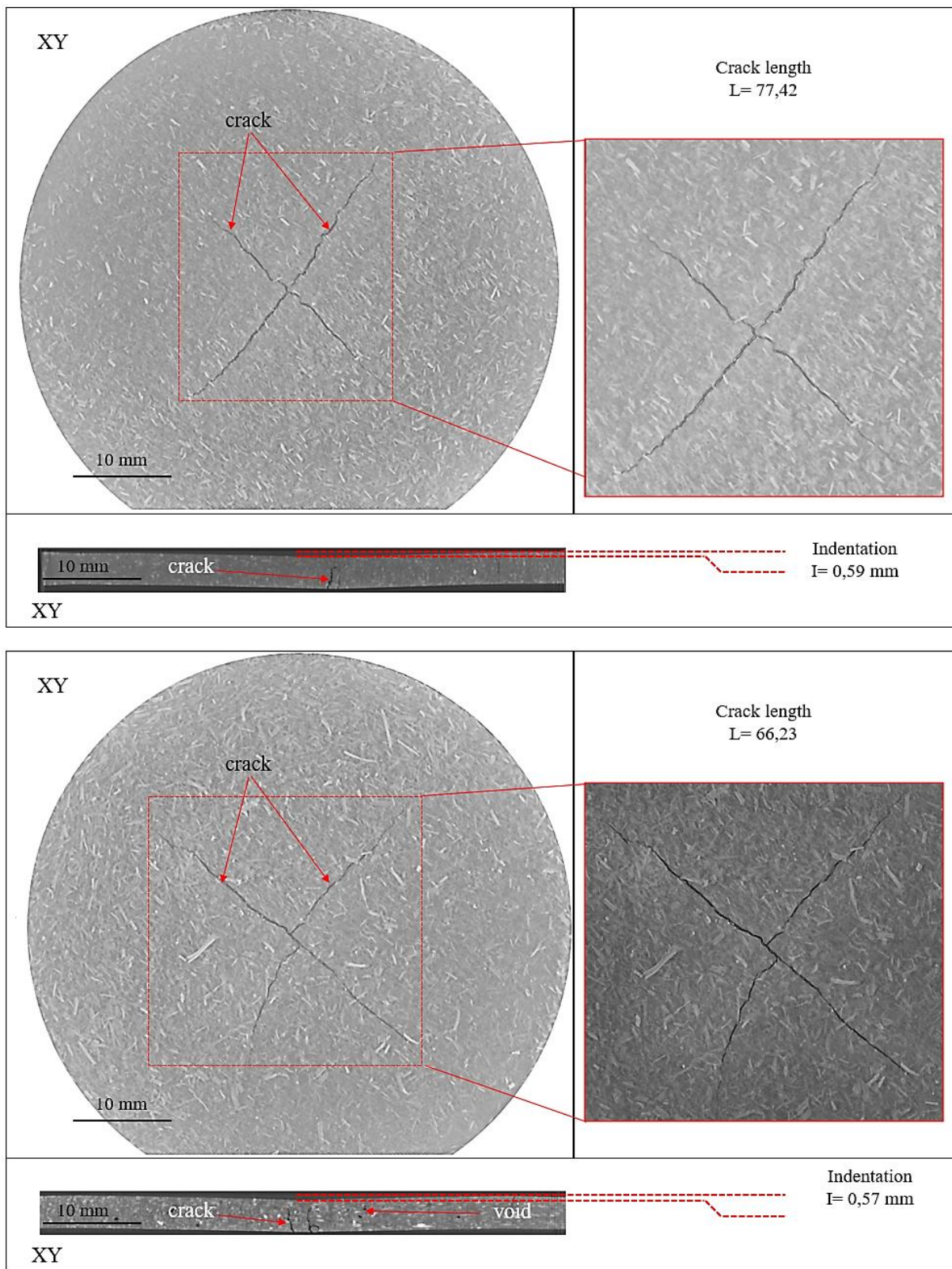


Figure4. 11. Micro-CT images of impact damage at 3 J to polypropylene composite reinforced with **a)** flax fiber, **b)** pinewood fiber.

Figure 4.12 presents the damage of bio-composites in terms of permanent displacement and the depth of the cracks inside the samples. The results were obtained from X-ray tomography measurements. According to the figures, we notice that the PP30-F presents more cracks but less permanent displacement. This suggests that PP30-F are more brittle and more rigid as confirmed previously (section 6.7.2.1).

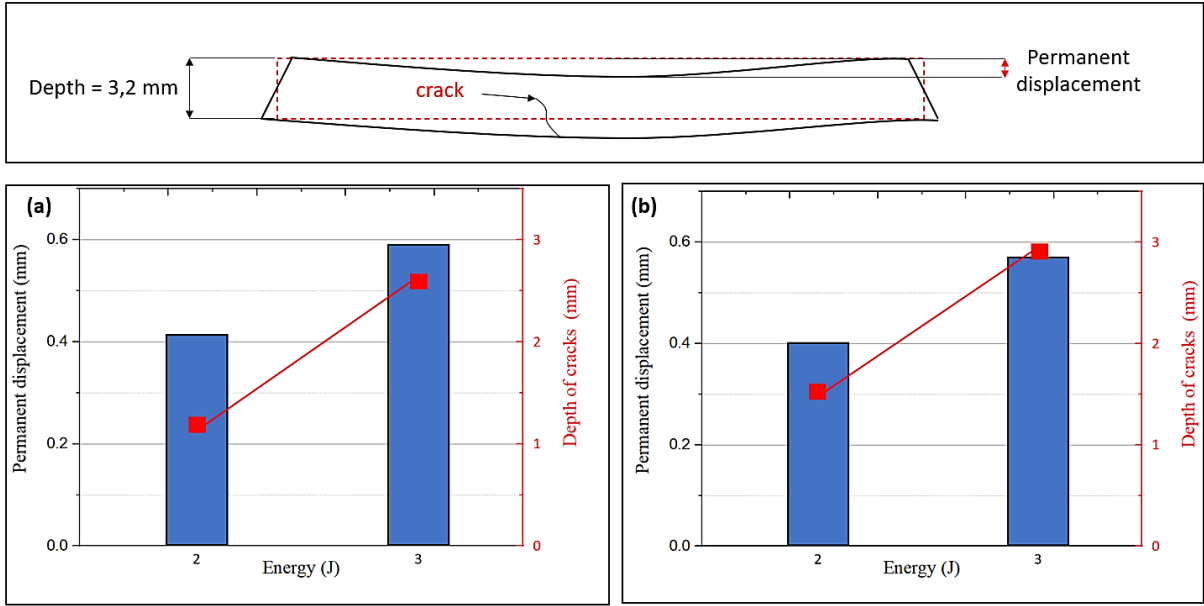


Figure 4. 12. damages of bio-composites (permanent displacement and cracks depth). **a)** PP30-F; **b)** PP30-P.

The variation of Young's modulus with impact energy, as measured by the pulse excitation technique, is shown in Figure 4.13. If an event (impact) changes the structure of the specimen, then such property will be affected. Based on these results, the stiffness of the material decreased as a linear function of the impact. Impact-induced damage contributed to a proportional drop in Young's modulus. However, the degradation was more important in the PP30-F than the PP30-P, it comes down to the severity of the damage (crack coppice), the PP30-F suffered more damage than the PP30-P for a given energy.

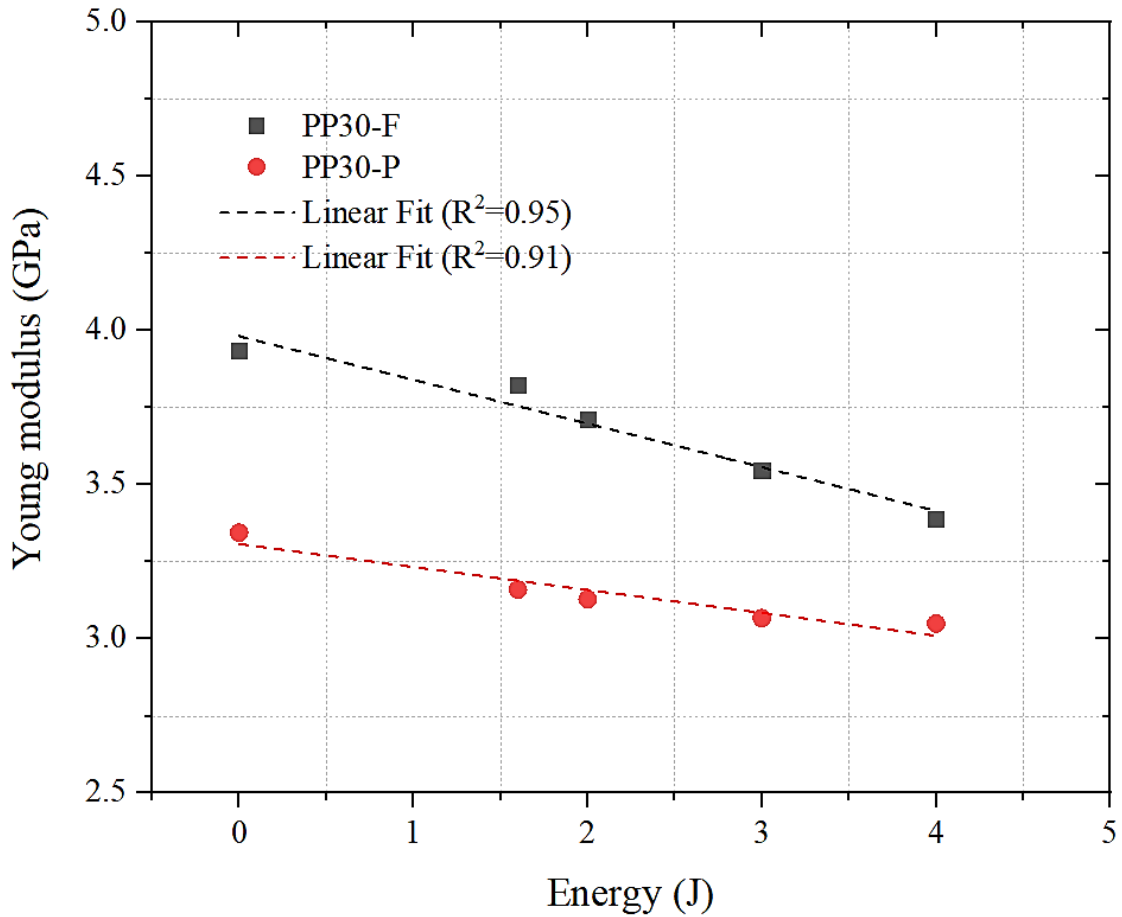


Figure4. 13. Young's modulus of polypropylene composite versus impact energy.

3.4. Numerical modeling

The change in load over time during impact tests at 2 and 5 Joules, measured experimentally and modeled using finite elements, under non-perforating and perforating conditions, are shown for flax-fiber-reinforced composite material in Figure 4.14 and for pinewood-fiber-reinforced material in Figure 4.15. The experimental and modeled contact strength values behave quite similarly at both impact energies during the initial (elastic) phase, reaching similar maxima followed by a precipitous drop. The slight difference appearing at this point may be attributed to the coefficient of friction and to heterogeneities present in the real specimens, which the model cannot take into consideration. The model estimated that perforation of the flax-fiber-reinforced material would occur at 7 ms, which differed from the experimental value by 0.5 ms. The corresponding values for pinewood-fiber-reinforced material were 4.5 and 4.2. The images of the samples show that the model skillfully predicts crack propagation in these composite materials, at least in impact tests.

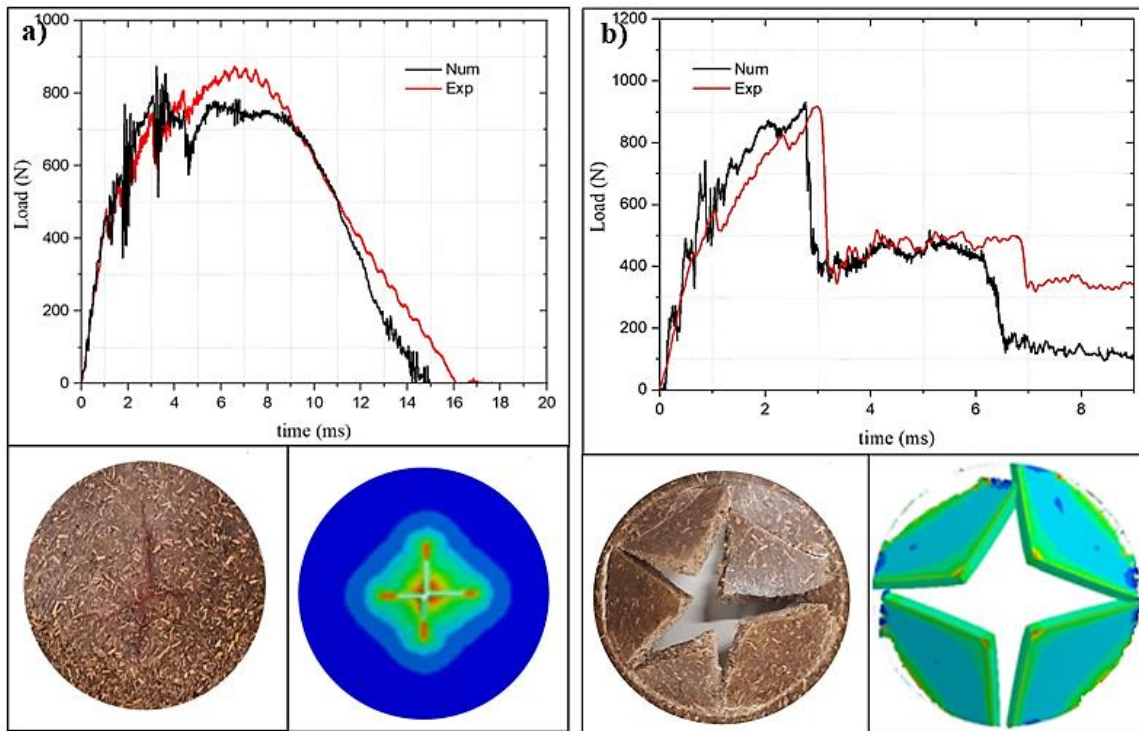


Figure4. 14. Comparison of experimentally measured and finite-element-model-predicted load over time and the corresponding surface appearances of polypropylene/flax fiber composite test specimens in impact tests at 2 J and 5 J.

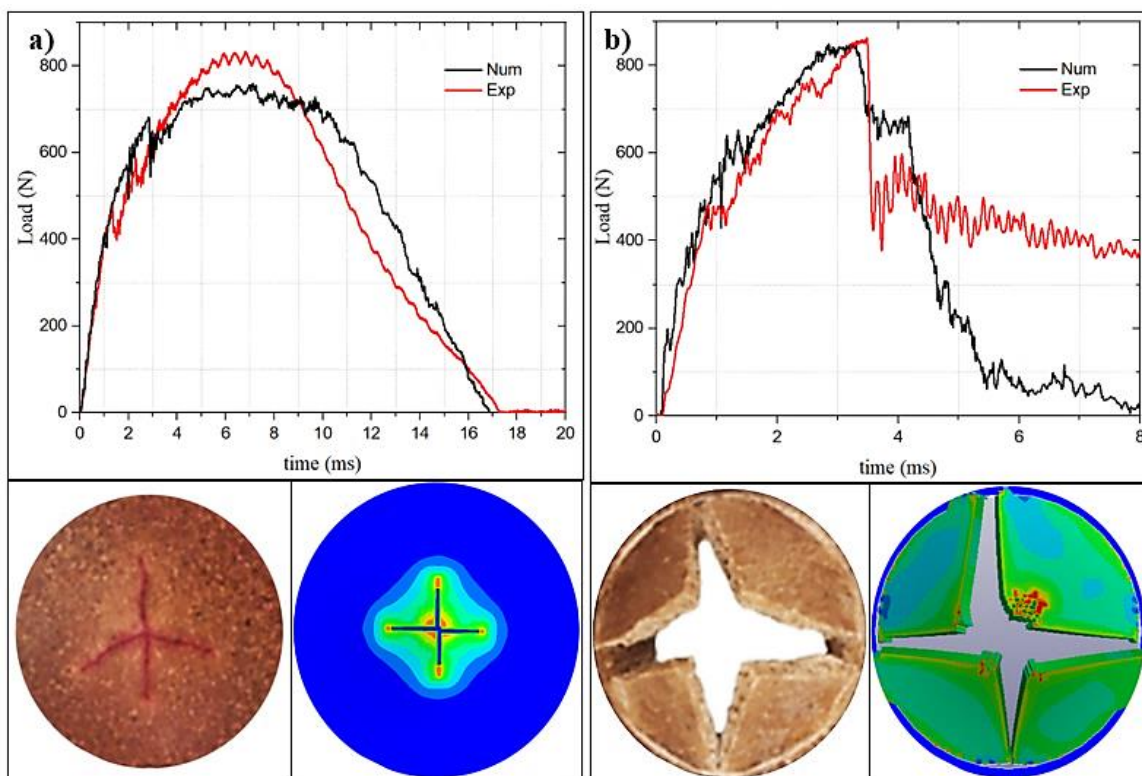


Figure4. 15. Comparison of experimentally measured and finite-element-model-predicted load over time and the corresponding surface appearances of polypropylene/pinewood fiber composite test specimens in impact tests at 2 J and 5 J.

4.7. Conclusion

In this study, we compared two types of natural fiber, namely flax and pinewood, used as the reinforcing portion of mold-injected composite material made with polypropylene as the matrix, in terms of mechanical properties measured by Tensile and impact. The damage sustained by the materials under the test conditions were measured using micro-CT and impulse excitation. The damage and the influence of the fiber portion on composite mechanical properties were modeled using a finite elements method.

Tensile test results showed that flax fiber composite was stiffer and stronger than pinewood fiber composite. This is due likely to the longer length and thus more surface area per unit of mass for physical binding of flax fibers with the matrix polymer. Flax fiber also has the higher percentage of cellulose and hemicellulose, showing better intrinsic physical resistance. In the end, the better affinity of the pinewood fiber lignin for PP was overcome physical considerations of flax fiber. However, the higher percentage of lignin in pinewood fiber might explain greater ductility of its polypropylene composite. Acoustic emission analysis showed that the superior mechanical properties of the flax fiber composite are likely due to better fiber/matrix cohesion. The study confirms that damage mechanisms are highly material-dependent.

Impact test results revealed the superior resistance of the flax fiber composite. This material was also deformed less, indicating that it absorbed less energy than the pinewood fiber composite. For both materials, cracks induced by impact were proportional to the initial impact energy upon drop. These cracks decreased stiffness, significantly at impact energies of 3 J or more. Non-destructive techniques like the micro-CT technique revealed damage characteristics that will be assessed to advance understanding of damage propagation processes.

The numerical model developed using finite elements was found skillful at predicting the impact behavior of the composite materials. Agreement between the experimental results and the model-generated values for the contact strength and crack size time course was good. The model is thus valid and could perhaps be used to predict the impact behavior of these two bio-composites on large dimensional scales.

Acknowledgements

The authors thank professor Redouane Zitoune from Institut Clément Ader, Toulouse France, for micro-CT measurement and the National Sciences and Engineering Research Council of Canada for funding this research.

References

- [1] Pickering KL, Efendy MGA, Le TM. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2016;83:98–112. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.038>.
- [2] Azwa ZN, Yousif BF, Manalo AC, Karunasena W. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Mater Des* 2013;47:424–42. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.11.025>.
- [3] Gurunathan T, Mohanty S, Nayak SK. A review of the recent developments in bio-composites based on natural fibres and their application perspectives. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2015;77:1–25. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.06.007>.
- [4] Andrew JJ, Dhakal HN. Sustainable biobased composites for advanced applications: recent trends and future opportunities – A critical review. *Compos Part C Open Access* 2022;7:100220. <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2021.100220>.
- [5] Barkoula NM, Alcock B, Cabrera NO, Peijs T. Flame-Retardancy Properties of Intumescent Ammonium Poly(Phosphate) and Mineral Filler Magnesium Hydroxide in Combination with Graphene. *Polym Polym Compos* 2008;16:101–13. <https://doi.org/10.1002/pc>.
- [6] Mortazavian S, Fatemi A. Fatigue behavior and modeling of short fiber reinforced polymer composites: A literature review. *Int J Fatigue* 2015;70:297–321. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2014.10.005>.
- [7] Ratanawilai T, Taneerat K. Alternative polymeric matrices for wood-plastic composites: Effects on mechanical properties and resistance to natural weathering. *Constr Build Mater* 2018;172:349–57. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.266>.
- [8] Tanguy M, Bourmaud A, Beaugrand J, Gaudry T, Baley C. Polypropylene reinforcement with flax or jute fibre; Influence of microstructure and constituents properties on the performance of composite. *Compos Part B Eng* 2018;139:64–74. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.11.061>.
- [9] Morin S, Dumoulin L, Delahaye L, Jacquet N, Richel A. Green composites based on thermoplastic starches and various natural plant fibers: Impacting parameters of the mechanical properties using machine-learning. *Polym Compos* 2021;42:3458–67. <https://doi.org/10.1002/pc.26071>.
- [10] Peng Y, Liu R, Cao J, Chen Y. Effects of UV weathering on surface properties of polypropylene composites reinforced with wood flour, lignin, and cellulose. *Appl Surf Sci* 2014;317:385–92. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.08.140>.
- [11] Barkoula NM, Garkhail SK, Peijs T. Effect of compounding and injection molding on the mechanical properties of flax fiber polypropylene composites. *J Reinf Plast Compos*

- 2010;29:1366–85. <https://doi.org/10.1177/0731684409104465>.
- [12] Zampaloni M, Pourboghrat F, Yankovich SA, Rodgers BN, Moore J, Drzal LT, et al. Kenaf natural fiber reinforced polypropylene composites: A discussion on manufacturing problems and solutions. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2007;38:1569–80. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.01.001>.
- [13] Sanadi AR, Caulfield DF, Jacobson RE, Rowell RM. Reinforcing polypropylene with agricultural fibers. *Proc Int Jute Allied Fibre Symp Bio-composites Blends New Dehli, India* 1994:163–7.
- [14] Sathish T, Palani K, Natrayan L, Merneedi A, de Poures MV, Singaravelu DK. Synthesis and characterization of polypropylene/ramie fiber with hemp fiber and coir fiber natural biopolymer composite for biomedical application. *Int J Polym Sci* 2021;2021. <https://doi.org/10.1155/2021/2462873>.
- [15] Badji C, Beigbeder J, Garay H, Bergeret A, Bénézet JC, Desauziers V. Exterior and under glass natural weathering of hemp fibers reinforced polypropylene bio-composites: Impact on mechanical, chemical, microstructural and visual aspect properties. vol. 148. Elsevier Ltd; 2018. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2017.12.015>.
- [16] Yang Y, Ota T, Morii T, Hamada H. Mechanical property and hydrothermal aging of injection molded jute/polypropylene composites. *J Mater Sci* 2011;46:2678–84. <https://doi.org/10.1007/s10853-010-5134-8>.
- [17] Delgado-Aguilar M, Tarrés Q, De Fátima M, Marques V, Espinach FX, Julián F, et al. materials Explorative Study on the Use of Curauá Reinforced Polypropylene Composites for the Automotive Industry n.d. <https://doi.org/10.3390/ma12244185>.
- [18] Bispo SJL, Freire Júnior RCS, Barbosa JF, Silva CC da, Cöuras Ford ETL. Recycling of polypropylene and curaua fiber-based ecocomposites: Effect of reprocessing on mechanical properties. *J Strain Anal Eng des* 2022;57:75–83. <https://doi.org/10.1177/0309324721997652>.
- [19] Jarukumjorn K, Suppakarn N. Effect of glass fiber hybridization on properties of sisal fiber-polypropylene composites. *Compos Part B Eng* 2009;40:623–7. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2009.04.007>.
- [20] Joseph P V., Rabello MS, Mattoso LHC, Joseph K, Thomas S. Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Compos Sci Technol* 2002;62:1357–72. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(02\)00080-5](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(02)00080-5).
- [21] Chaharmahali M, Hamzeh Y, Ebrahimi G, Ashori A, Ghasemi I. Effects of nano-graphene on the physico-mechanical properties of bagasse/polypropylene composites. *Polym Bull* 2014;71:337–49. <https://doi.org/10.1007/s00289-013-1064-3>.
- [22] Mijiyawa F, Koffi D, Kokta B V., Erchiqui F. Formulation and tensile characterization of wood-plastic composites: Polypropylene reinforced by birch and aspen fibers for gear applications. *J Thermoplast Compos Mater* 2015;28:1675–92. <https://doi.org/10.1177/0892705714563120>.
- [23] Pérez E, Famá L, Pardo SG, Abad MJ, Bernal C. Tensile and fracture behaviour of PP/wood flour composites. *Compos Part B Eng* 2012;43:2795–800. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.04.041>.
- [24] Haque MMU, Goda K, Ogoe S, Sunaga Y. Fatigue analysis and fatigue reliability of

- polypropylene/wood flour composites. *Adv Ind Eng Polym Res* 2019;2:136–42. <https://doi.org/10.1016/j.aiepr.2019.07.001>.
- [25] Hidalgo-Salazar MA, Salinas E. Mechanical, thermal, viscoelastic performance and product application of PP- rice husk Colombian bio-composites. *Compos Part B Eng* 2019;176:107135. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107135>.
- [26] Ibrahim ID, Jamiru T, Sadiku RE, Kupolati WK, Agwuncha SC, Ekundayo G. The use of polypropylene in bamboo fibre composites and their mechanical properties - A review. *J Reinf Plast Compos* 2015;34:1347–56. <https://doi.org/10.1177/0731684415591302>.
- [27] Yang Z, Peng H, Wang W, Liu T. Crystallization behavior of poly(ϵ -caprolactone)/layered double hydroxide nanocomposites. *J Appl Polym Sci* 2010;116:2658–67. <https://doi.org/10.1002/app>.
- [28] Amaral G, Bushee J, Cordani UG, KAWASHITA K, Reynolds JH, ALMEIDA FFMDE, et al. Title. vol. 369. 2013. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>.
- [29] Sierra Beltran MG, Schlangen E. Wood fibre reinforced cement matrix: A micromechanical based approach. *Key Eng Mater* 2008;385–387:445–8. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/kem.385-387.445>.
- [30] Marchessault RH. Wood chemistry, fundamentals and applications. vol. 252. 1994. [https://doi.org/10.1016/0008-6215\(94\)90030-2](https://doi.org/10.1016/0008-6215(94)90030-2).
- [31] Thygesen A, Madsen B, Bjerre AB, Lilholt H. Cellulosic fibers: Effect of processing on fiber bundle strength. *J Nat Fibers* 2011;8:161–75. <https://doi.org/10.1080/15440478.2011.602236>.
- [32] Shahria S. Fabrication and Property Evaluation of Hemp–flax Fiber Reinforced Hybrid Composite. *Chem Mater Eng* 2019;7:17–23. <https://doi.org/10.13189/cme.2019.070202>.
- [33] Komaki K, Kuroda T. Mechanical properties of FRP. *J Soc Mater Sci Japan* 1972;21:899–905. <https://doi.org/10.2472/jsms.21.899>.
- [34] Puech L, Ramakrishnan KR, Le Moigne N, Corn S, Slangen PR, Duc A le, et al. Investigating the impact behaviour of short hemp fibres reinforced polypropylene bio-composites through high speed imaging and finite element modelling. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2018;109:428–39. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.03.013>.
- [35] Bledzki AK, Faruk O. Wood fibre reinforced polypropylene composites: Effect of fibre geometry and coupling agent on physico-mechanical properties. *Appl Compos Mater* 2003;10:365–79. <https://doi.org/10.1023/A:1025741100628>.
- [36] Koffi A, Koffi D, Toubal L. Mechanical properties and drop-weight impact performance of injection-molded HDPE/birch fiber composites. *Polym Test* 2021;93:106956. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106956>.
- [37] ASTM D638-14. Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens. *ASTM Int* 2016;82:1–15. <https://doi.org/10.1520/D0638-14.1>.
- [38] Flexible T, Materials B, Load PU, Sensors D. Standard Test Method for Impact Resistance of Flat , Rigid Plastic Specimen by Means of a Striker Impacted by a Falling Weight (Gardner Impact) 1 2004;i:1–8.
- [39] Specimens C, Frits G, Whiteware FC, Modulus S, Resonance S. Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration.

ASTM Int 2012;i:1–16.

- [40] Toubal L, Zitoune R, Collombet F, Gleizes N. Moisture Effects on the Material Properties of a Jute/Epoxy Laminate: Impulse Excitation Technique Contribution. *J Nat Fibers* 2018;15:39–52. <https://doi.org/10.1080/15440478.2017.1302389>.
- [41] Hallquist JO, LIVERMORE SOFTWARE TECHNOLOGY CORPORATION (LSTC). *LS-DYNA Keyword User ' S Manual Volume II: Material Models*. vol. II. 2018.
- [42] Stark NM, Rowlands RE. Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites. *Wood Fiber Sci* 2003;35:167–74.
- [43] Bravo A, Toubal L, Koffi D, Erchiqui F. Development of novel green and bio-composite materials: Tensile and flexural properties and damage analysis using acoustic emission. *Mater Des* 2015;66:16–28. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.10.026>.
- [44] Bravo A, Toubal L, Koffi D, Erchiqui F. Damage characterization of bio and green polyethylene-birch composites under creep and cyclic testing with multivariable acoustic emissions. *Materials (Basel)* 2015;8:7322–41. <https://doi.org/10.3390/ma8115382>.
- [45] Bos HL, Müssig J, van den Oever MJA. Mechanical properties of short-flax-fibre reinforced compounds. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2006;37:1591–604. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.10.011>.

CHAPITRE 5 - ARTICLE 2 : Influence de l'irradiation UV sur les propriétés mécaniques et les performances à l'impact des bio-composites en polypropylène renforcé de fibres courtes de lin et de pin.

5.1. Avant-propos

L'article scientifique présenté dans ce chapitre a pour titre « *Influence of UV irradiation on mechanical properties and drop-weight impact performance of polypropylene bio-composites reinforced with short flax and pine fibers* ». Cet article compare deux matériaux bio-composites renforcés par deux types de fibres naturelles (fibre de lin et de pin) en termes de durabilité. Il montre l'effet des rayons UV sur le comportement quasi statique et dynamique (impact à basse vitesse), les changements chimiques de la structure et l'aspect visuel (couleur et rugosité) des deux matériaux. Il a été soumis à la revue scientifique "Composites Part C: Open Access" en mai 2022 et publié en juillet 2022 (Tome 9, octobre 2022, 100296).

Les auteurs et leurs coordonnées correspondantes sont dans l'ordre :

Khaled Nasri, Ing. Étudiant au doctorat en ingénierie – Concentration génie mécanique

Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse (I2E3),
Université du Québec à Trois-Rivières, Département de génie mécanique, 3351, boul. Des
Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7.

Courriel : khaled.nasri@ugtr.ca

Lotfi Toubal, Ph. D. directeur de thèse

Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse (I2E3),
Université du Québec à Trois-Rivières, Département de génie mécanique, 3351, boul. Des
Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7.

Courriel : lotfi.toubal@uqtr.ca

Éric Loranger, Ph. D

Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse (I2E3),
Université du Québec à Trois-Rivières, Département de génie mécanique, 3351, boul. Des
Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7.

Courriel : Eric.Loranger1@uqtr.ca

Koffi Demagna, Ph. D. Codirecteur de thèse

Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse (I2E3),
Université du Québec à Trois-Rivières, Département de génie mécanique, 3351, boul. Des
Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7.

Courriel : koffi.demagna@uqtr.ca

Contributions des auteurs : M. Nasri est l'auteur principal de cet article et a effectué les expériences scientifiques et la rédaction. M. Toubal est le directeur de cette recherche et M. Loranger a aidé à la rédaction et à la correction de l'article. M. Koffi, codirecteur de cette recherche.

5.2. Résumé

En raison de leurs performances mécaniques, les bio-composites, plus spécifiquement les thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles courtes (SNFT), sont de plus en plus utilisés dans différents secteurs d'application tels que les transports, les emballages et les articles de sport. Cependant, la sensibilité des fibres naturelles aux facteurs environnementaux limite leur utilisation dans des applications extérieures. Dans cet article, l'effet des rayons UV sur la structure chimique, l'aspect visuel et les propriétés mécaniques des bio-composites (polypropylène renforcé par des fibres de lin ou de pin) a été étudié.

Globalement, les rayons UV engendrent des réactions de photo-oxydation dans les deux matériaux.

Ces réactions ont été plus marquées dans les PP30-P que dans les PP30-F, ce qui est dû à la structure chimique différente des deux fibres (les fibres de pin présentent plus de lignine dans leur structure). Ainsi, ces réactions ont entraîné un blanchissement photochimique dans les deux matériaux, ce qui a altéré leur couleur d'origine.

Les interactions de la photo-oxydation ont causé des fissures superficielles qui ont résulté en une surface rugueuse dans les deux matériaux. Puisque les fibres de lin présentent plus de cellulose et d'hémicellulose dans leur structure, les fissures ont été moins profondes dans les PP30-F que dans les PP30-P (la lignine jouant le rôle d'un absorbeur des rayons UV). Ces fissures superficielles ont engendré une concentration de contraintes dans les deux matériaux, entraînant une dégradation des propriétés mécaniques, que ce soit en termes de flexion quasi statique ou d'impact à basse vitesse. La dégradation a été plus importante dans les PP30-F que dans les PP30-P, car ces derniers ont présenté plus de microfissures superficielles.

Mots clés :

Bio-composite, Rayonnement UV, Propriétés résiduelles, Impact à basse vitesse, Fibres de lin et de pin, Analyse des dommages, Analyse non destructive.

5.3. Abstract

The design of bio-composite structures for outdoor applications should consider the influence of ultraviolet (UV) irradiation on the mechanical performances to more accurately determine their durability characteristics and prevent significant damage. Ultraviolet radiation causes the discoloration, surface roughness, mass loss, and degradation of the mechanical properties of bio-composites. In this study, the flexural strength and low-velocity impact response of polypropylene reinforced with short flax or pine fibers, which differed with respect to their physical and chemical properties, were investigated. Flax fibers are twice the length of pine fibers and exhibit higher cellulose contents. Moreover, flax fibers have been demonstrated to increase the flexural strength and impact resistance of bio-composites. However, under UV irradiation, pine fibers containing more lignin dampened the degradation. Under photo-oxidative conditions, lignin is degraded to protect crystalline cellulose by acting as a light-absorbing compound. Non-destructive techniques such as Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), colorimetry, confocal imaging, acoustic emission, and CT scanning were therefore used to evaluate the effect of UV radiation on the chemical properties, color change, surface roughness, bending behavior, and drop-impact damage.

Keywords: Bio-composites, UV irradiation, Residual properties, Low-velocity Impact, flax and pine fibers; failure analysis, Non-destructive analysis.

5.4. Introduction

Bio-composites, particularly short natural fiber-reinforced thermoplastic (SNFT) composites, have recently attracted significant industrial interest, and are typically used in the automotive industry, packaging, and construction sector [1]. The advantages of bio-composites include the cost and properties such as low density, excellent mechanical properties, and environmental friendliness [1,2]. However, it should be noted that these bio-composites allow for the manufacture of parts with complex shapes (gears, etc.) in a single injection molded element. However, the sensitivity of natural fibers to the climatic environment limits the use of bio-composites in exterior applications, as previously reported [3–14].

Several researchers studied the durability of bio-composites by considering the variations in climatic conditions in several regions of the world, namely the tropical, Mediterranean, and continental regions [15–18]. Bio-composites degrade under the effects of a combination of environmental factors such as temperature, humidity, ultraviolet (UV) rays, and biological attack. In previous studies, laboratory UV-weathering chambers were used to accelerate the degradation process and predict the alteration of materials [11–13,19]. The advantage of accelerated aging tests is related to their capacity to reproduce (within several weeks) the degradation of bio-composites, which generally occurs outdoors over months or years. In addition, using accelerated aging testers, the contribution of each factor (humidity, UV, etc.) to degradation can be quantified. In particular, high temperatures and UV irradiation generate photo-oxidation in bio-composites; thus causing discoloration, increased surface roughness, mass loss, and a degradation of the mechanical properties such as the tensile strength and Young's modulus. An extensive review of the literature on the aging of bio-composites was provided in [20].

The decrease in the SNFT performance under the effect of inclement weather is largely due to the degradation of natural fibers [21]. However, the degradation of natural fibers is dependent on their chemical and physical characteristics [22]. Peng et al. 2015 [11] studied the influence of the chemical composition of natural fibers (cellulose, hemicellulose, and lignin) on the accelerated deterioration of polypropylene SNFT reinforced with short wood fibers. It was reported that the removal of lignin from natural fibers results in a relatively higher stiffness and mechanical strength. However, under UV irradiation, cellulose promoted the formation of microcracks on the surface of the bio-composite samples, thus promoting the degradation of

the mechanical properties. This indicates that lignin can act as a degradation inhibitor. Similarly, Beg K. L. (2008) [12] studied the accelerated weathering of bleached and unbleached PP /Kraft bio-composites. Bleached Kraft fiber bio-composites (%lignin < 1%) exhibited increased degradation in terms of the mechanical strength and impact resistance due to the absence of lignin in the fiber structure. Moreover, Stark et al 2006 [23] reported that injection-molded Polypropylene/50% short wood fibers bio-composites are more resistant to UV irradiation than thermocompression-molded samples, as they exhibit a more significant encapsulation of fibers by a matrix layer. In a more recent study, Ratanawilai and Taneerat (2018) [24] found that SNFT based on PP demonstrated an improved weather resistance than SNFT based on low-density polyethylene (LDPE), high-density polyethylene (HDPE), and polyvinyl chloride (PVC).

In the abovementioned studies, the influence of natural fiber and its chemical and physical structures on the aging of SNFT was determined; and in most of these studies, the degradation of mechanical properties was evaluated primarily based on quasi-static tests (traction and/or bending), in addition to Izod tests. However, SNFT structures designed for exterior applications are vulnerable to low-speed impact. Significantly few studies were conducted on the low-speed impact of SNFT [25,26]. As mentioned previously, the impact on SNFT causes damages (cracks and indentations), which are proportional to the impact speed. Moreover, as reported, this damage can be attributed to different fiber/matrix interactions; and therefore to the SNFT damage mechanisms. However, with reference to the literature, few studies considered the influence of UV irradiation on the drop-weight impact performance of short natural fiber-reinforced thermoplastic composites; and in particular, the influence of lignin and its role in stabilizing the impact performance after the UV irradiation of SNFT [27].

The aim of this study was to determine and evaluate the influence of natural fibers, Whether rich or poor of the lignin content, on the mechanical properties and the impact behavior of UV-altered SNFT. Hence, an injected polypropylene reinforced with 30% flax fibers or pine wood fibers was evaluated in this study. The visual aspect (color and roughness), chemical properties, and mechanical properties were monitored throughout the alteration. The mechanical behavior was assessed based on quasi-static bending and low-speed impact tests. Using an acoustic emission (AE) technique, the damage was monitored in real-time during the bending tests. The evolution of cracks during bending tests were monitored using a charge-coupled device (CCD) camera, and the damage induced by the drop-weight impact test was observed using three-dimensional (3D) X-ray tomography.

5.5. Materials and Methods

5.5.1. Samples and manufacturing method

The bio-composite grains PP30-F (polypropylene reinforced with 30% by the weight of flax fiber) and PP/30P (polypropylene reinforced with 30% by the weight of the pine fiber) purchased from Rheteck, USA, were used in this study. Natural fibers mainly consist of cellulose, hemicellulose, and lignin. With reference to the literature, Table 5.1 presents the chemical composition of natural fibers and their physical and mechanical properties. Based on the data, it was found that pine fibers are rich in lignin, and flax fibers low in lignin exhibit significantly high cellulose and hemicellulose contents.

In accordance with the ASTM D-790 and ASTM D-2856 standards, the bending and impact samples were injection-molded at a temperature of 200 °C using an AlorAir Zeus ZTR 900 press with a capacity of 100 t (Zhafir plastic machines distributed by Haitien; Zeres Series; ZE900/210). Prior to injection, the granules were dried in an oven at a temperature equivalent to $T = 80$ °C for 2 h, to eliminate the humidity in the fibers, and therefore reduce or prevent microvoids in the samples after injection.

Table 5.1. Chemical, physical, and mechanical properties of natural fibers.

Materials	Chemicals properties*			Physicals properties*	Mechanicals properties*	
	Cellulose (%)	Hemicellulos e (%)	Lignine (%)	ρ (g.cm ⁻³)	E (GPa)	σ (MPa)
Flax	68.7–75.5	12.2–14	2.1–4.7	1.28–1.3	27–80	345–1830
Wood Pine	42	29	28	1.2	9	730

ρ : density; E: Young Modulus; σ : Stress.
* [28–34]

5.5.2. Accelerated aging test

Accelerated artificial aging was performed using a QUV/SE apparatus from Q-Lab Co., USA, with UVA-340 fluorescent lamps (UV irradiance at a wavelength of 340 nm) for a total of 960 h. Each aging cycle consisted of 8 h of dry UV exposure with an irradiance level of 1.55 W/m² at 60 °C. The changes in the surface color, roughness, surface morphology, flexural properties, and drop-weight impact behavior of the tested samples were evaluated after 0 h, 160 h, 320 h, 640 h, and 960 h.

5.5.3. The FTIR spectral measurements

Fourier transform infrared spectroscopy (Nicolet™ iS10 FTIR spectrometer) was used to study the surface chemical changes in the bio-composites before and during accelerated weathering. The scans were recorded with absorbance units of 650–4000 cm⁻¹ at a resolution of 2 cm⁻¹ to study the functional groups on the bio-composite surfaces. The measured spectra allowed for the analysis of the functional group modifications of the samples after UV aging.

5.5.4. Roughness measurements

The surface micro-topographies and roughness of the non-weathered and weathered samples were measured using a 3D laser confocal microscope (Keyence, Canada). The measurements allowed for the evaluation of the evolution of the sample roughness as a function of the exposure time using the average roughness parameter Ra.

5.5.5. Color analysis

The color evaluation of the unaged and aged samples was performed. The color was determined using a Nix Mini sensor according to the CIE 1976 system (L*, a*, b*); where L* (from 0–100) indicates a lightening material, and a* and b* are the positions of the chromaticity on the axes from -300 to +300, which are the green-to-red and blue-to-yellow axes, respectively. Given that the L*, a*, and b* system is uniform, it allows for the calculation of the color difference between the non-weathered and weathered samples. The total color change (ΔE) was calculated in accordance with the ASTM D2244 standard using:

Equation 5.1
$$\Delta E = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2}.$$

5.5.6. Three-point flexural test

Bending tests were performed using an Instron Model LM-U150 equipped with a 10 KN load cell, in accordance with the ASTM D790 standard [38] at a load speed of 1 mm/min. Three samples of each type were tested to verify the repeatability of the results. The deformation and strain were measured using a digital image correlation system (LaVision Inc., Göttingen, Germany).

The damage Mechanisms were continuously monitored during the bending test using an AE measurement system supplied by the Physical Acoustics Corporation (MISTRAS, USA). The AE signals were obtained using Micro-80 sensors (wideband, 100–1000 kHz), in which a silicone adhesive was employed as a coupling agent between the transducer and the specimen. To eliminate the background noise, the acoustic threshold was set as 35 dB. It should be noted that the quality of AE data depends on the AE wave parameters, namely, the peak definition

time (PDT), hit definition time (HDT), and hit lockout time (HLT). The parameters were defined as PDT = 40 μ s, HDT = 80 μ s, and HLT = 200 μ s. Before each test, a pencil break test procedure was used to calibrate the acquisition system and optimize the distance between the two sensors. The recorded AE acoustic signals were classified with respect to the amplitude, number of counts, duration, and frequency [2,35,36]. Based on the K-means clustering algorithm, each group of acoustic events was assigned to a damage mechanism.

5.5.7. Drop-weight impact test

Impact tests were performed in accordance with the ASTM D5628 standard using an Instron CEAST 9350 machine equipped with a 22-KN acquisition load cell. All samples were tested at a low impact energy of 2 J. We selected this low energy to study the influence on the material during UV-accelerated weathering. To verify the repeatability of the results, three samples were tested in each experiment, and the average of the results was considered for interpretation. After the tests, the cracks and damages in the impacted samples were measured using X-ray tomography.

5.6. Results and Discussion

5.6.1. Fourier transform infrared spectroscopy analysis

The FTIR spectra (600-2000 cm^{-1}) of SNFT PP30/F and PP30/P are shown in Figure 5.1. Spectral analysis revealed that the chemical structures of both SNFT did not change after aging, given that the same characteristic bands typical of the original bands (unaltered SNFT) were observed. The photo-oxidation of the composites under UV irradiation can be mainly attributed to the carbonyl and carbon reactions, which correspond to the peaks at 1640 cm^{-1} and 1731 cm^{-1} [19,37]. Based on the results, the intensity of both peaks at 1640 cm^{-1} and 1731 cm^{-1} in both SNFT increased during aging. After 960 h of exposure, the intensity of the peaks at 1640 cm^{-1} and 1731 cm^{-1} reached 104% and 60%, respectively, for PP30/F; and 275% and 128%, respectively, for PP30-P. These results suggest that pine fibers (rich in lignin) undergo more photo-oxidation reactions under UV irradiation. The presence of such bands before aging in the two SNFT was due to the presence of carbonyl and carbon double bonds in cellulose, and especially the lignin of natural fibers [37].

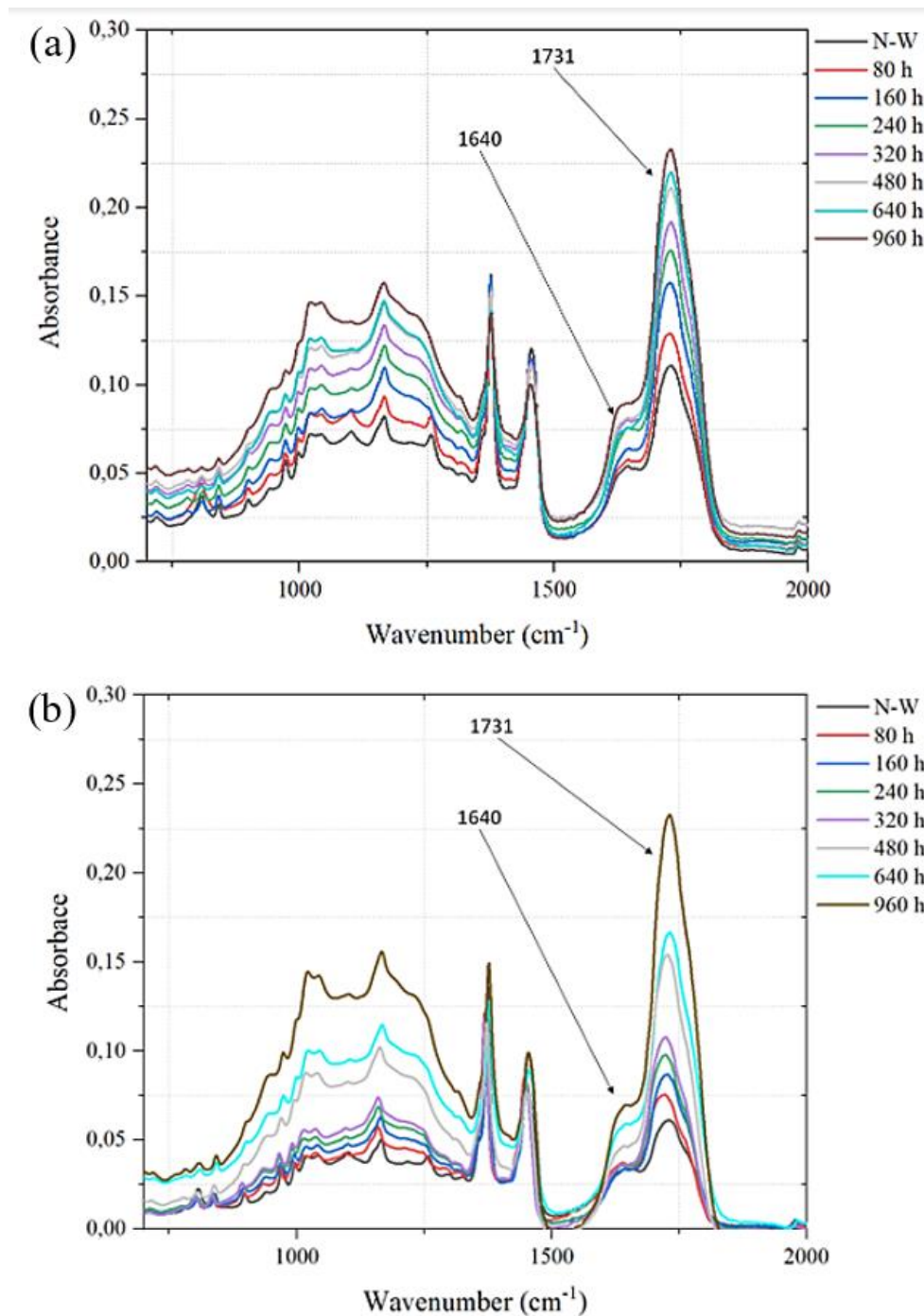


Figure 5.1. Infrared spectra of unaltered and altered samples: a) PP30-F and b) PP30-P.

5.6.2. Color measurement

The results in Figure 5.2 present the decoration of PP30-F and PP30-P as a function of the exposure time. The results revealed that the color change DE of the two materials evolved significantly within the first 480 h of exposure, and slight changes were recorded until 960 h. Hence, the change reached its maximum. These changes were attributed to a significant increase in the luminosity parameter (L value). Quantities a and b exhibited a small decrease for both materials (figure 5.2). An analysis of the images in Figure 5.2-d revealed that both materials

exhibited significant color changes. The two materials were photobleached and illuminated after 960 h of UV exposure. The changes in the color of the bio-composites are mainly due to the loss of the methoxyl content of the lignin, the photo-dissociation of the carbon-carbon bonds and the formation of carbonyl-based chromophore groups [20]. According to the results the PP30-P are lighter, and they have a greater clarity L^* in the initial state (before aging), reflecting a color difference ΔE^* lower than PP30-F after ageing. This can be explained by the fact that the color of the natural fiber reverts to the rate of quinone structures including anthraquinones, naphthoquinones, phenanthraquinones and benzoquinones from lignin[38], and that Pine and Flax fibers has a different lignin structure[39,40], therefore the color properties will be different in the two natural fibres. It is known that lignin mainly consists of a compound of three types of substituted phenols, which include: p-hydroxyphenyl (H), vanillin (G), syringaldehyde (S) [38]. In the case of Pin fibres, the G unit represents more than 90% of its lignin structure[40] while the Flax fibers contain 72% G unit, 13% H unit and 15% S-unit [39]. After 960 h of exposure, the color changes reached 40.95% and 31.31% for PP30-F and PP30-P, respectively.

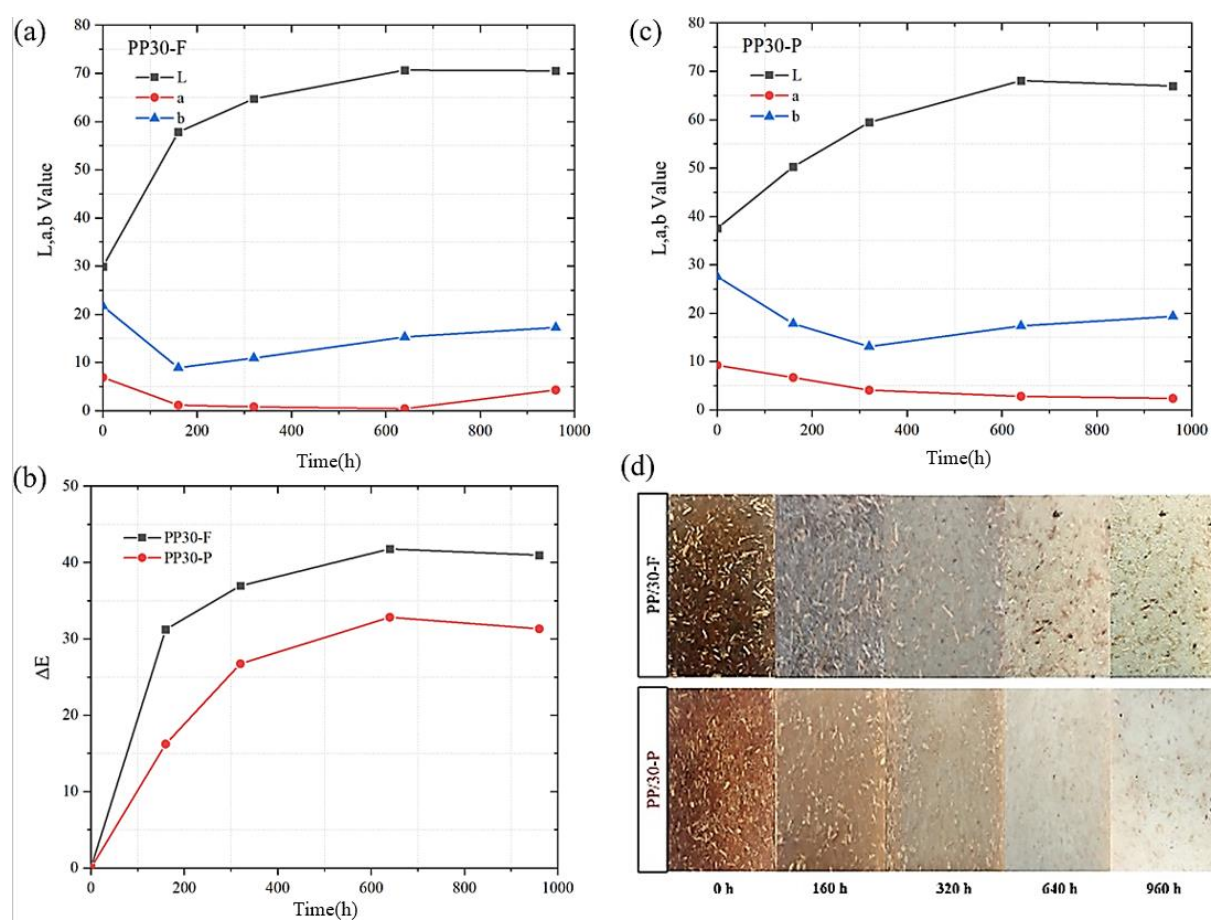


Figure 5. Evolution of the changes in color and luminosity as a function of the exposure time of Bio-composites PP30-F and PP30-P: a) L,a,b color change of PP30-F, b) L,a,b color change of PP30-P, c) total color changes of PP30-F and PP30-P, and d) image color change.

5.6.3. Roughness measurement

Figures 5.3 and 5.4 present the micro-topographies of the samples during aging. Before aging, both bio-composites exhibited defect-free and smooth surfaces. After 960 h of exposure, large cracks were observed. The cracks were mainly due to the splitting of the chains of the PP matrix [20]. However, the phenomenon was less significant for PP30-P (contains more lignin) when compared with PP30-F, which can be attributed to the antioxidant effect of lignin [20]. Moreover, the profiles of the surface samples were indicated in the same figure.

The evolution of the average roughness of the PP30-F and PP30-P samples as a function of the exposure time is presented in Figure 5.5. An analysis of the results revealed that the roughness increased as a function of the exposure time for both materials. The increase in roughness can be attributed to the increase in the duration of exposure of the bio-composites to UV irradiation, thus leading to photo-oxidation; in addition to the scission of the polymer chain and surface microcracks [19,37]. The appearance of these led to an increase in the roughness of the bio-composites [20]. Moreover, PP30-P exhibited relatively fewer rough surfaces, which may be due to the antioxidant effect of lignin. On average, pine fibers contain more lignin than flax fibers by a factor of 10 (Table 5.1). After 960 h of exposure, the PP30-F exhibited an Ra of 17.86 μm when compared with that of 9.07 μm for PP30-P.

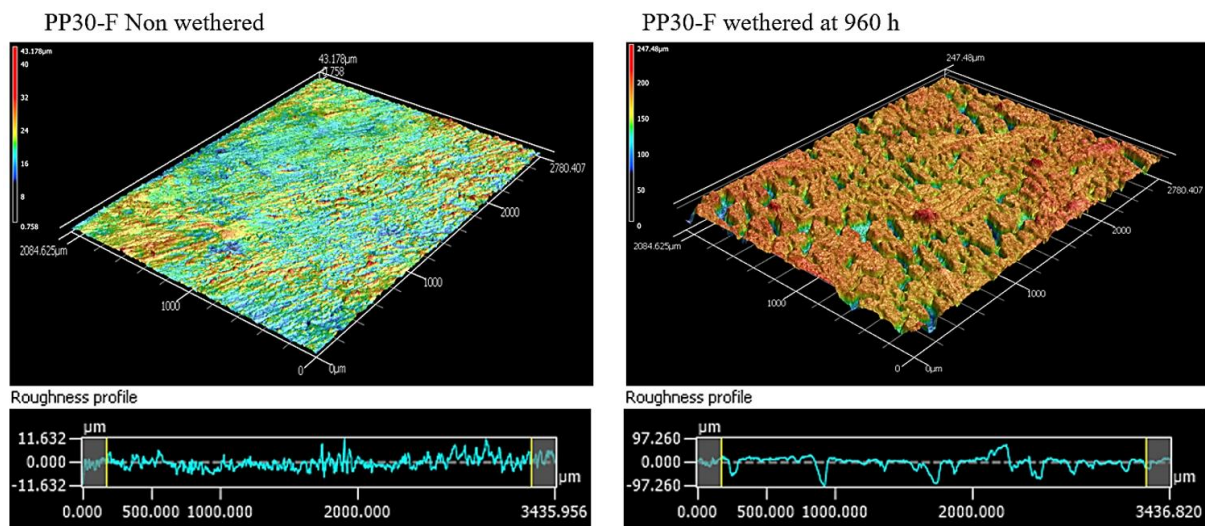


Figure 5.3. Topography surfaces and roughness profiles of unaltered and altered PP30-F samples at 960 h.

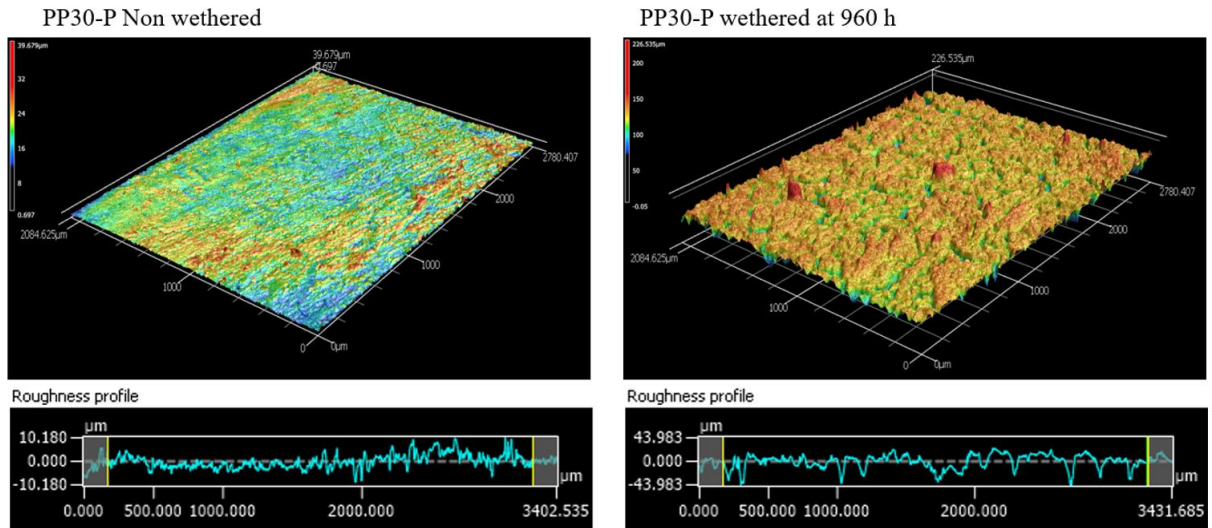


Figure5. 4. Topography surfaces and roughness profiles of unaltered and altered of PP30-P samples at 960 h.

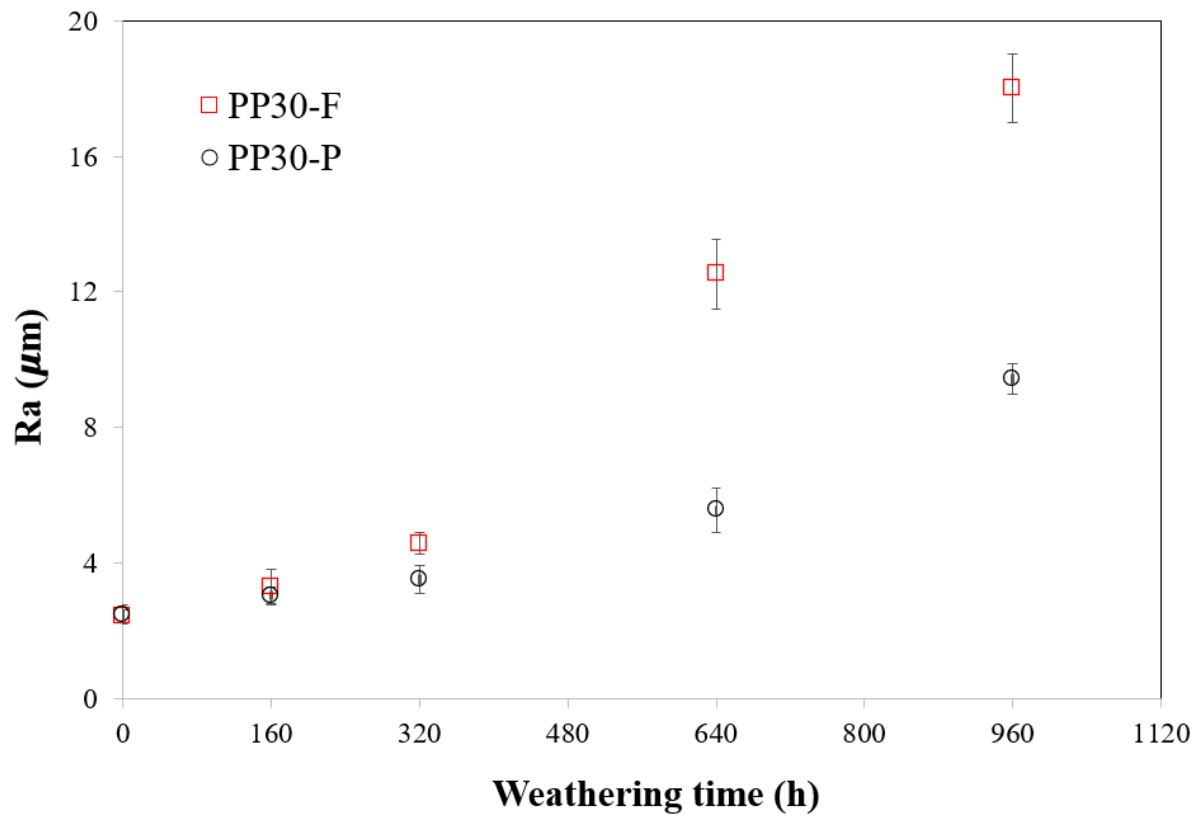


Figure5. 5. Mean roughness (Ra) evolution of PP30-F and PP30-P as a function of the exposure time.

5.6.4. Bending test

Figure 5.6 presents the stress–strain curves of all the PP30-F and PP30-P samples. An analysis of the results revealed that the mechanical behavior of SNFT occurred in two phases: elastic linear behavior followed by a nonlinear part (plastic deformation and damage) until the fracture of the material. A decrease in mechanical properties was recorded for the specimens exposed to UV radiation. This decrease can be attributed to the appearance of surface anomalies (microcracks), which amplified the local stresses thereby reducing the mechanical resistance of the material.

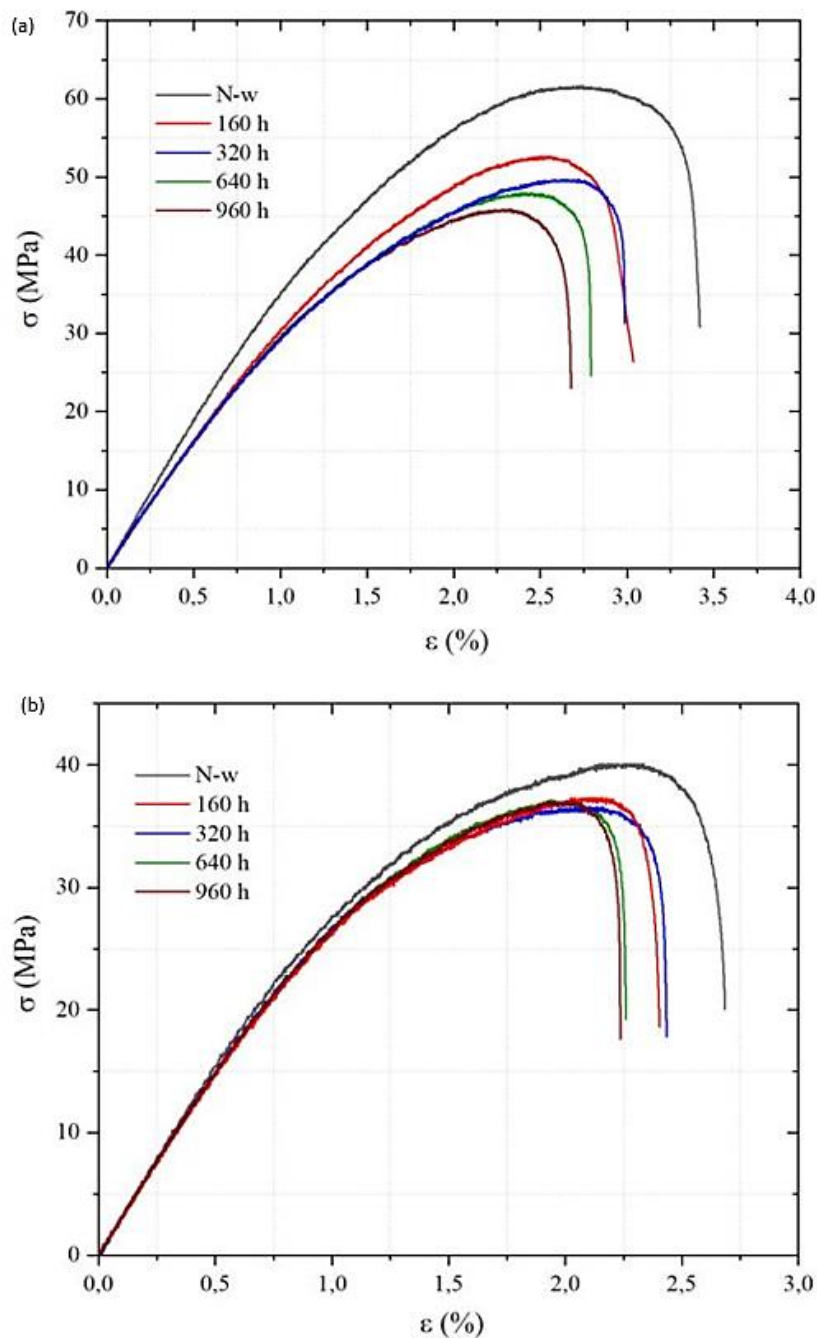


Figure 5. 6. Bending test results for unaltered and altered samples a) PP30-F, b) PP30-P.

Figure 5.7 presents the degradation of the mechanical properties in bending: stiffness, mechanical resistance, and strain at break (ϵ_b) of the PP30-F and PP30-P bio-composites as a function of the exposure time to UV radiation. Before aging, PP30-F exhibited a Young's modulus, mechanical strength, and strain at break greater than those of PP30-P by 15%, 20%, and 5%, respectively. This suggests that fibers containing more cellulose and hemicellulose (flax) impart superior mechanical properties. Moreover, the difference can be attributed to the L/D ratio, in that fibers have a ratio twice as large as that of pine fibers, as shown in Table 5.1. As is common knowledge, a large aspect ratio yields an improved fiber adhesion matrix, thus reflecting the excellent mechanical properties of bio-composites [41]. When the samples were exposed to UV radiation, all properties of both bio-composites were degraded due to surface oxidation, changes in matrix crystallinity, and interfacial degradation [42]. The mechanical properties of both bio-composites were degraded, with a significant decrease in the first 480 h, followed by a slight decrease after 960 h of exposure. In particular, the rate of decrease in PP30-F was greater; thus, it was more sensitive than PP30-P. This can be attributed to the antioxidant effects of lignin. Peng et al 2015 [11] noted that lignin induced a smaller decrease in the flexural strength and Young's modulus of SNFT.

The mechanical bending properties of the unaltered and altered bio-composites at 960 h and the percentage loss of each property are listed in Table 5.2. The results revealed the high reproducibility of the measurements with a low standard deviation. Before aging, the PP30-F samples exhibited relatively superior properties ($E_b = 3.64$ GPa, $\sigma_b = 61.55$ MPa, $\epsilon_b = 3.44\%$) to those of PP30-P ($E_b = 3.29$ GPa, $\sigma_b = 40.11$ MPa, $\epsilon_b = 2.68\%$). However, they underwent more degradation after 960 h of exposure, with a significant decrease of 17.03% in E_b , 26.43% in σ_b , and 23.83% in ϵ_b ; whereas, those of PP30-P decreased by 9.72%, 9.70%, and 17.53%, respectively.

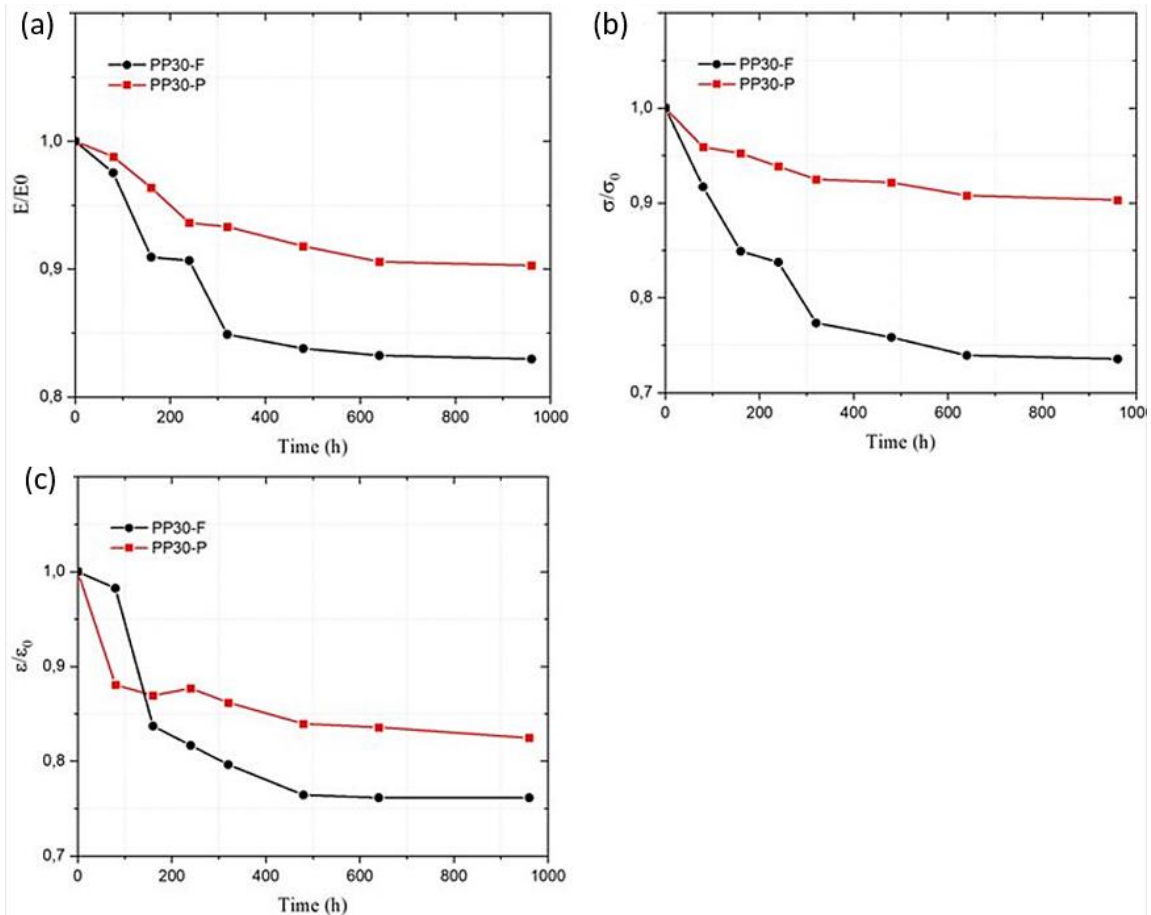


Figure5. 7. Evolution of mechanical bending properties of PP30-F and PP30-P on normalized axes: a) bending modulus (E_b), b) flexural strength (σ_b), and c) deformation at failure (ϵ_b).

Table5. 2. Flexural properties of composites before and after 960 h weathering.

Materials	Conditions	Flexural properties		
		E_b [Gpa]	σ_b [Mpa]	ϵ_b [%]
PP30/F	Unweathered	3.64 (4.94)	61.55 (2.85)	3.44 (0.29)
	Weathered for 960 h	3.02 (2.98)	45.28 (2.38)	2.62 (0.76)
	Difference [%]	17.03	26.43	23.83
PP30/P	Unweathered	3.29 (2.43)	40.11 (2.79)	2.68 (0.75)
	Weathered for 960 h	2.97 (3.70)	36.22 (2.78)	2.21 (0.45)
	Difference [%]	9.72	9.70	17.53

E_b : Bending modulus; σ_b : Flexural strength; ϵ_b : Deformation at failure.
Values in parentheses are standard deviations.

The cumulative AE energy and crack propagation were recorded using two acoustic sensors and a digital image correlation system, respectively, to investigate the damage evolution and its contribution to the behavior of the bio-composites. The crack evolution during the test is shown in Figures 5.8 and 5.9. Before aging, during flexure, the stress–strain curves of the two materials exhibited a linear region, in which no AE activity or crack propagation was recorded. The slopes of the stress–strain curves of PP30-F and PP30-P then decreased from 0.65% and 0.72%, respectively. The first acoustic emission burst was then detected, and the AE energy increased slightly until strains of 2.7% and 2.25% were reached for PP30-F and PP30-P, respectively, thus indicating damage and plastic deformation until the maximum flexure strength point. Finally, the stress–strain curves decreased rapidly, and the AE energy curve was exponential, thus indicating the propagation of macrocracks prior to the final failure.

Similar to the results obtained for the unweathered samples, the weathered PP30-P sample at 320 h exhibited a linear region, followed by a non-linear region, and then a rupture phase (crack propagation). However, the second phase was within the strain range of 0.6–1.8%. This discrepancy can be attributed to the presence of superficial microcracks in the bio-composites due to photo-oxidation, which led to indications of damage when compared with the unaged samples. Figure 5.10 presents the scanning electron microscopy (SEM) images, which allows for the visualization of the surface states of the samples before the bending test.

However, when PP30-F was exposed for 320 h, PP30-P and PP30-F exposed for 960 h exhibited different results to those obtained previously, in that the behavior of the materials was first linearly elastic. However, the AE energy increased from the start of loading, thus suggesting that indications of damage were recorded. This can be attributed to the increase in size of the superficial microcracks (figure 5.10), which then propagated under the influence of weak mechanical stresses. This propagation of superficial microcracks led to the recording of the indications of damage during the linear phase. Thereafter, the slopes of the stress–strain curves decreased in parallel, and those of the AE energy curves increased slightly, thus indicating the start of the second viscoelastic phase. The second phase extended to 2.4%, 1.9%, and 2.6% deformation for PP30-F altered at 320 h, PP30-F altered at 960 h, and PP30-P altered at 960 h, respectively. Finally, a downward shift in the stress–strain curves corresponded to an exponential increase in the AE energy. Similarly, the crack–strain curve increased exponentially, thus indicating the total rupture of the specimens.

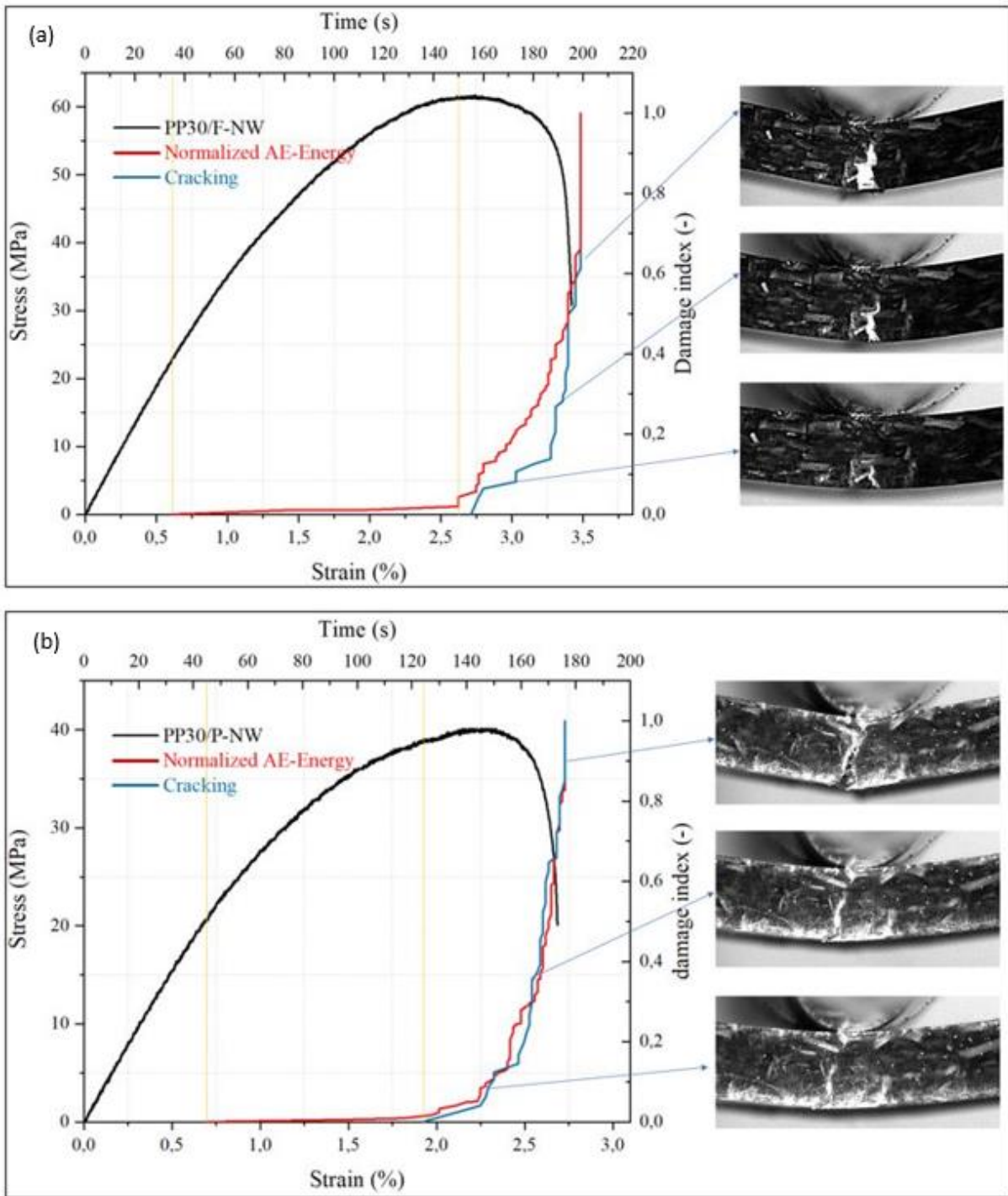


Figure 5. 8. a) Correlation between the stress–strain curves and the normalized acoustic emission energy, and b) correlation between the stress–strain curves and the evolution of the normalized crack length in the bending tests of the unaltered PP30-F and PP30 -P bio-composites.

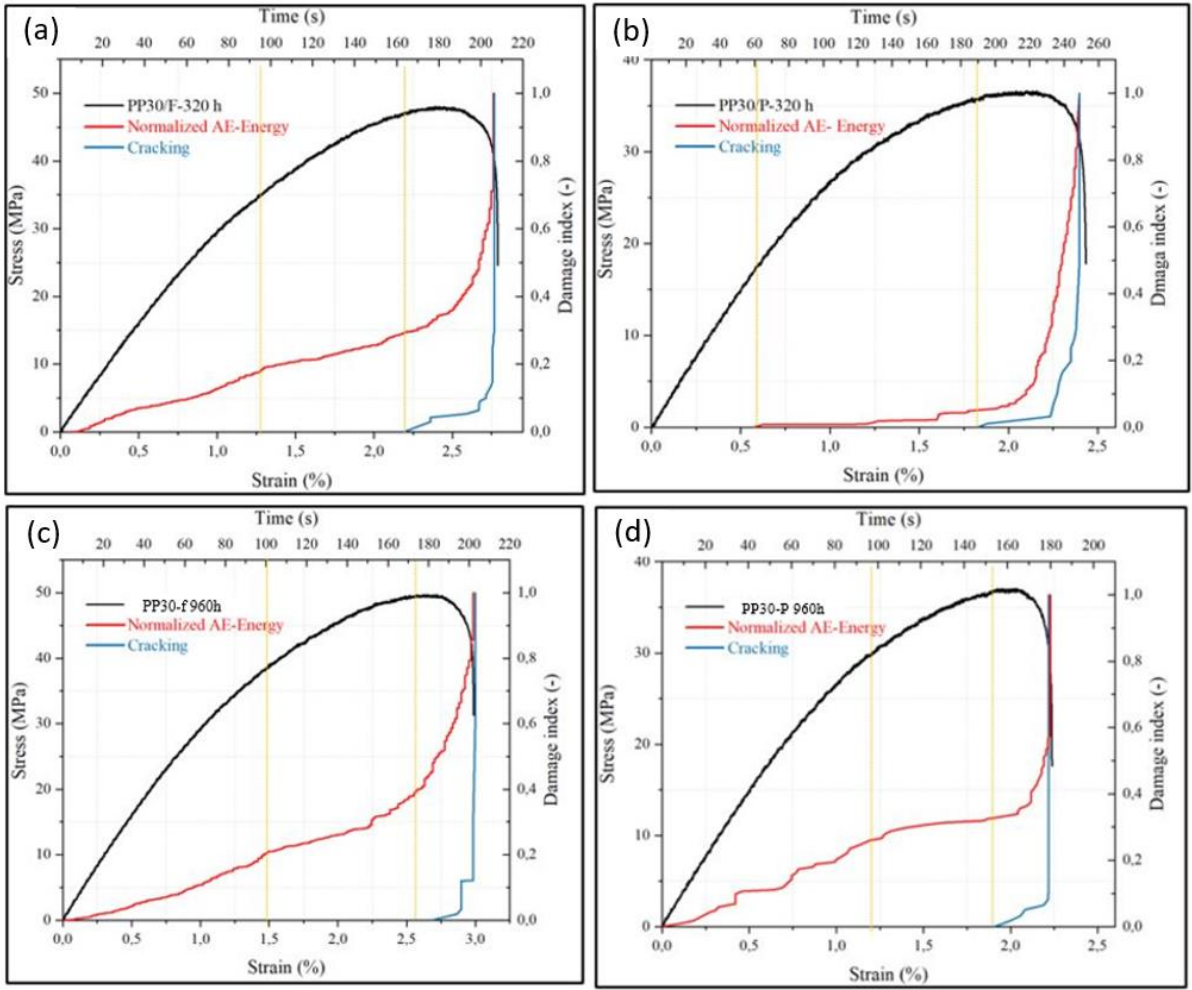


Figure 5. 9. Correlation between the stress–strain curves and the normalized AE energy, and correlation between the stress–strain curves and the evolution of the normalized crack length of the bending tests, respectively, for a) PP30-F altered at 320 h; b) PP30-P altered at 320 h; c) PP30-F altered at 960 h; and d) PP30-P altered at 960 h.

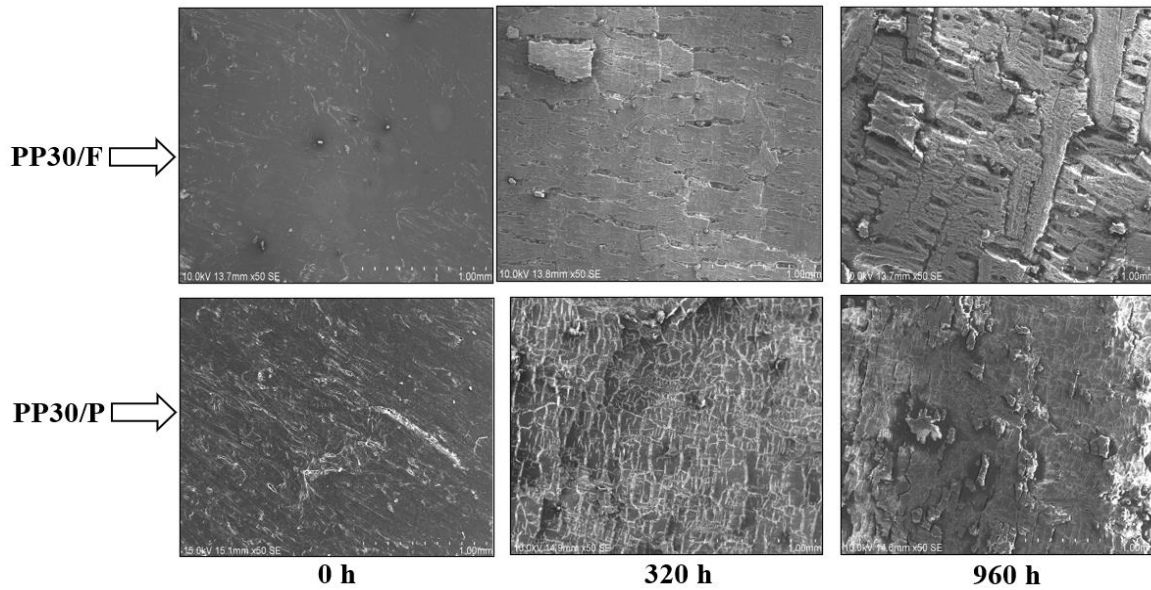


Figure 5. 10. The SEM images of the surfaces of the unweathered and weathered samples at 320 h and at 960 h.

5.6.5. Drop-weight impact test

Figures 5.11-a and 5.11-b present the force–time responses of the PP30-F and PP30-P bio-composites (altered and unaltered). The responses of all the samples were bell-shaped. In addition, they exhibited significant load drops, followed by high-amplitude oscillations. These correspond to the damage mechanisms of both bio-composites. The oscillations increased with an increase in the exposure of both materials to UV radiation. This is because the weathered bio-composites exhibited superficial microcracks (Figure 5.10). These microcracks caused more damage to the bio-composites during impact loading. The first drop in the curves corresponds to the critical load F_c and indicates the start of material damage. Moreover, the variation and increase in energy beyond this point was due to the initiation and propagation of microcracks in the bio-composites [25,26]. These microcracks decreased the rigidity and strengths of the materials. In addition, there was a significant drop in load, which coincided with the maximum force in the force–time curves from 320 h and 640 h of exposure for PP30-F and PP30-P, respectively. In general, this decrease corresponds to an accumulation of cracks, or significant loss in the mechanical resistance of the material [26]. Furthermore, the response time increased as a function of the exposure time for both materials.

During the testing of all the samples, the striker rebounded with the elastic energy stored in the samples. This indicates that the impact behavior of the samples was not perforation. The energy absorbed by the samples can be calculated as the area between the loading and unloading parts

of the force–displacement curve. The force–displacement curves of Bio-composites PP30-F and PP30-P (altered and unaltered) are presented in Figures 5.12-an a and 5.12-a a. With respect to the data, the area between the loading and unloading parts increased slightly as a function of the exposure time in both bio-composites. This indicated that the material absorbed more energy. Similarly, the maximum displacement increased as a function of the exposure time for both materials.

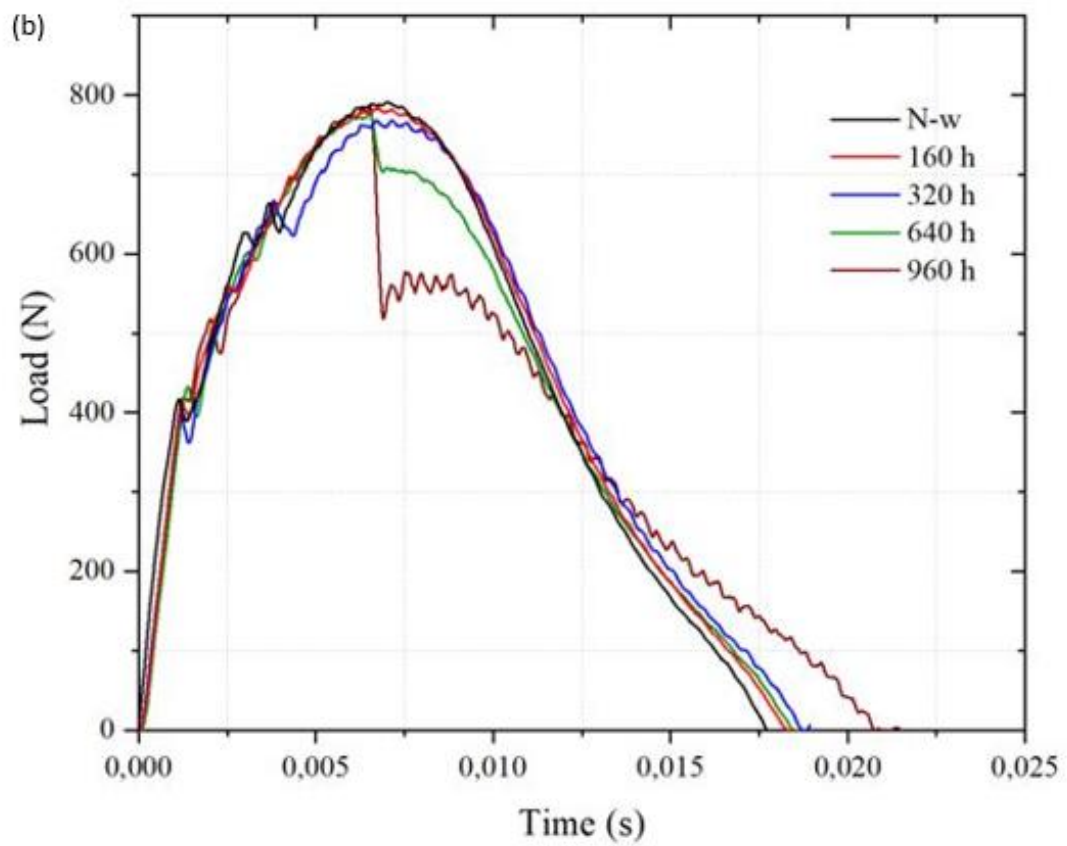
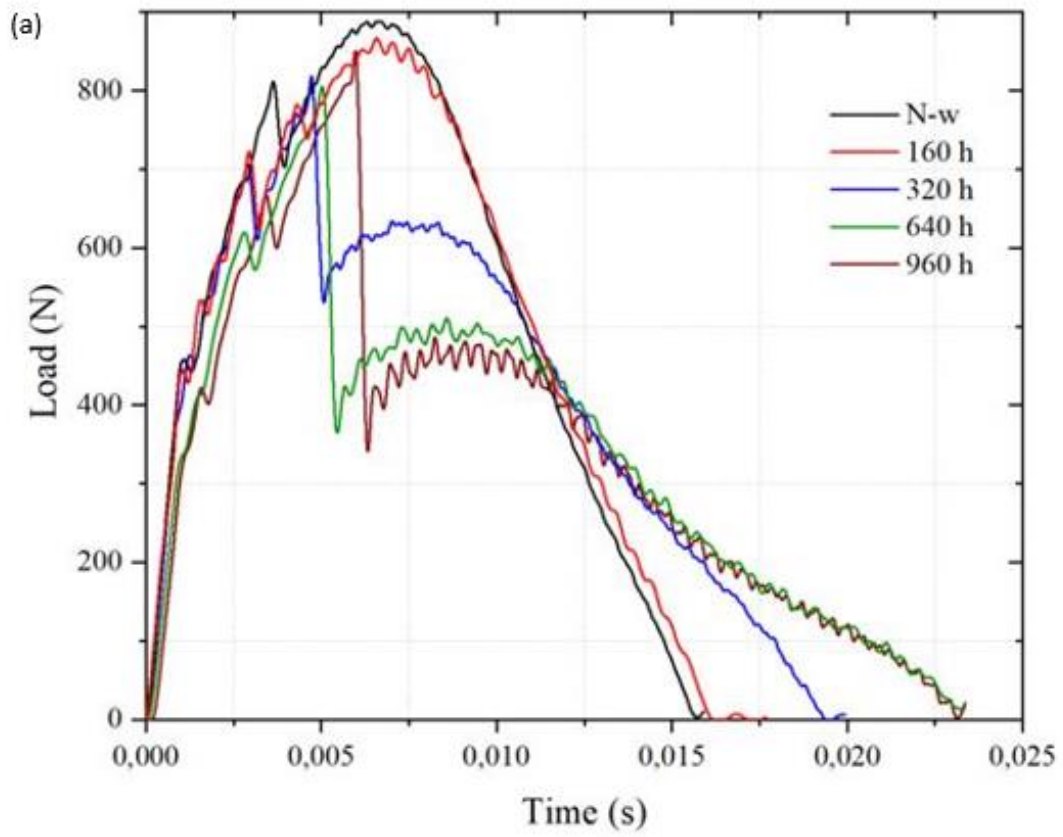


Figure 5. 11. Load-time response of altered and unaltered bio-composites: a) PP30-F and b) PP30-P.

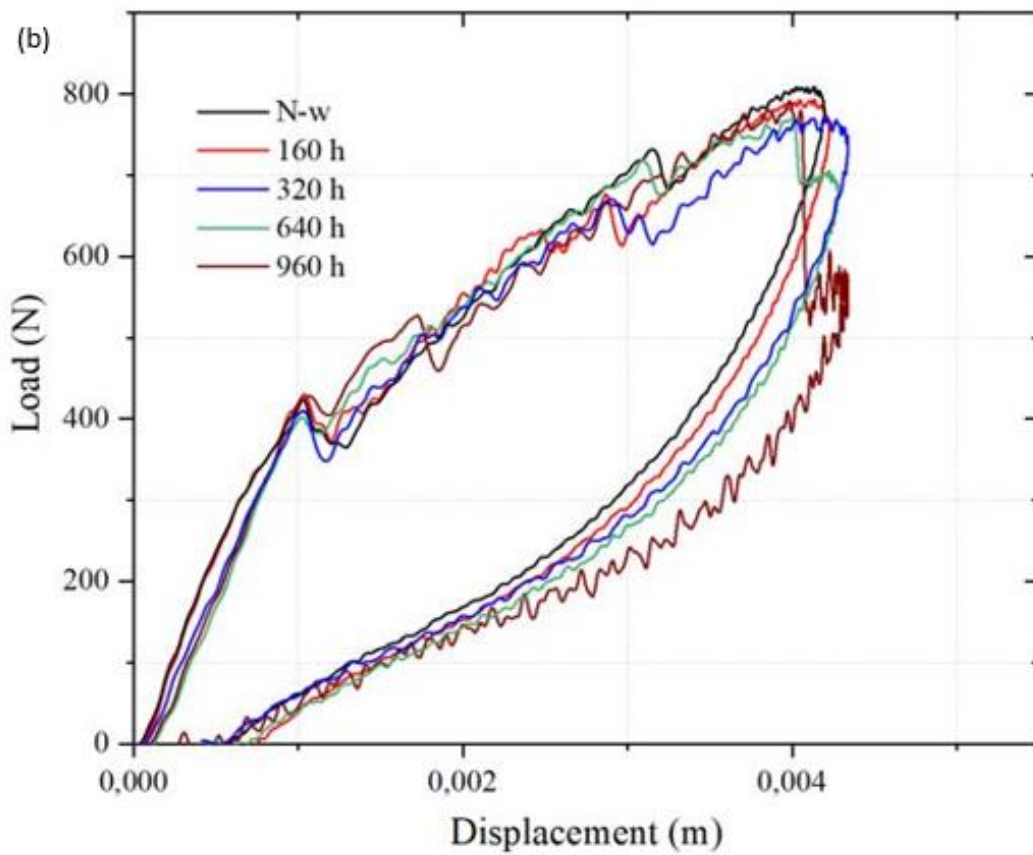
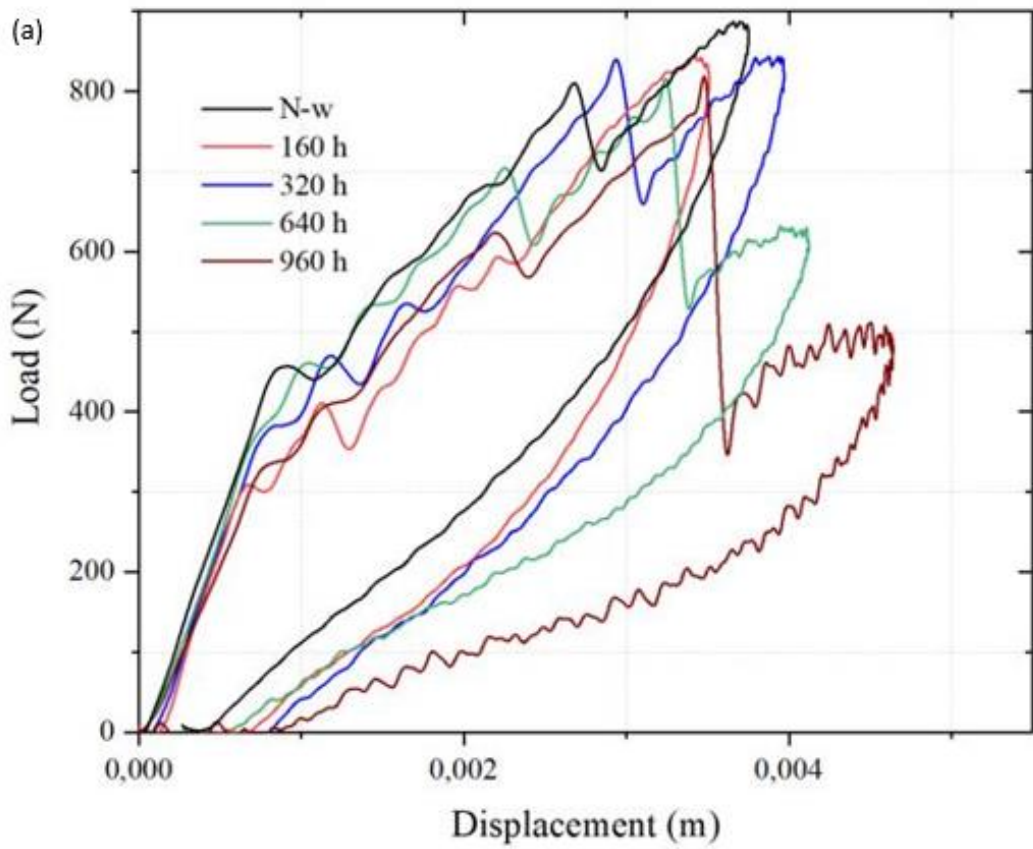


Figure 5. 12. Load-time response of altered and unaltered bio-composites a) PP30-F and b) PP30-P.

Figure 5.13 presents the evolution of the impact properties of PP30-F and PP30-P as functions of the exposure time. The analysis of the results revealed that, for both materials, the critical force and maximum force decreased in accordance with an increase in the exposure time, in parallel; and the deformation and absorbed energy increased. This was similar to the results obtained from the bending tests (Figure 5.7). Compared with PP30-P, the degradation rate of PP30-F was higher, especially within 480 h of exposure. This can be primarily attributed to the surface conditions of the samples, in which PP30-F exhibited more significant surface damage, as previously mentioned (Figure 5.10).

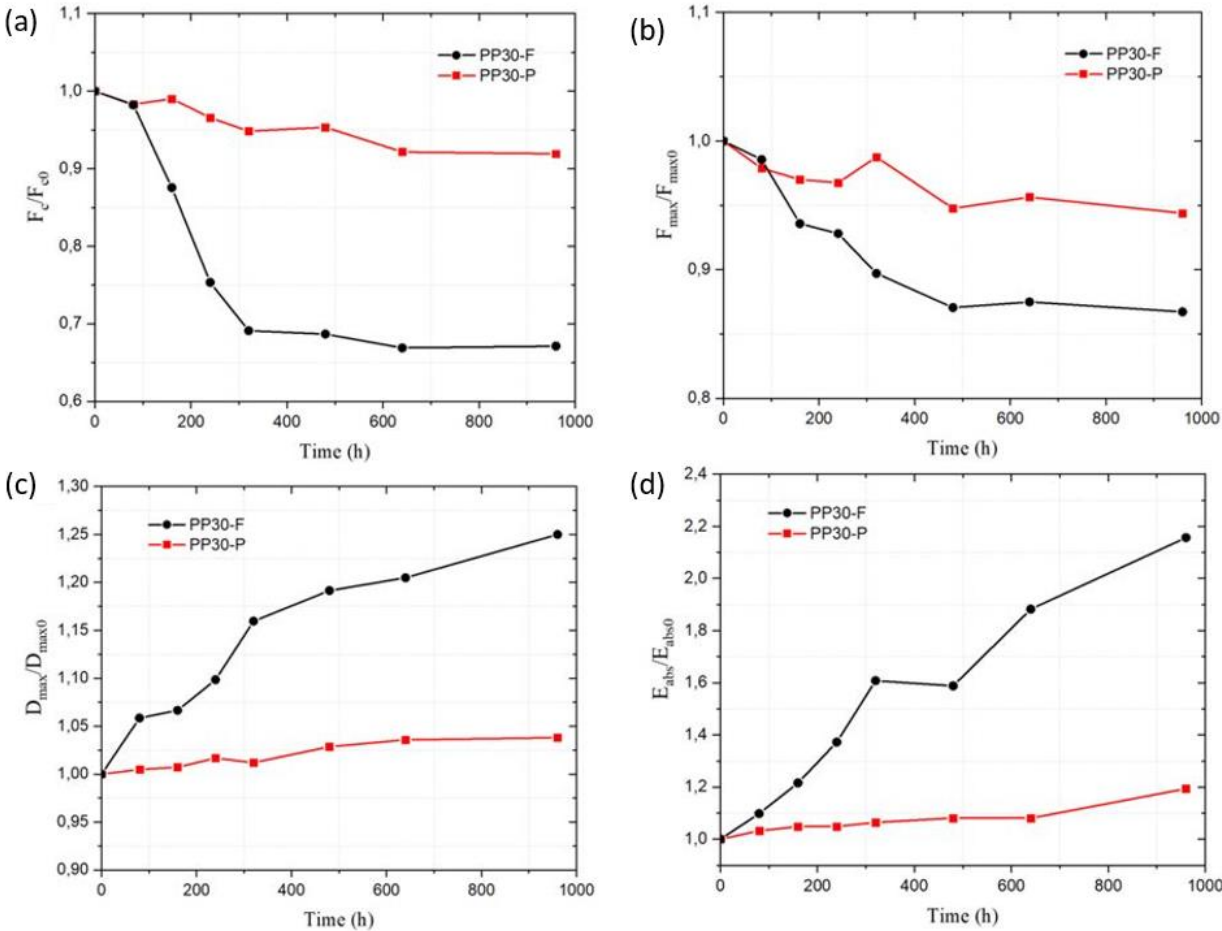


Figure 5.13. Impact property evolution of PP30-F and PP30-P (unaltered and altered samples).

Table 5.3 lists the impact properties (F_c , F_{max} , D_{max} , and E_{max}) of the unweathered and weathered bio-composites at 960 h, in addition to the percentage decrease in each property. The results

exhibited a high reproducibility of the measurements with a low standard deviation. Before alteration, when compared with PP30-P, PP30-F exhibited the maximum resistance and a greater critical force. However, the PP30-F samples were relatively less deformable and absorbed less energy. In particular, $F_c = 450$ N, $F_{max} = 900$ N, $D_{max} = 5$ mm, and $E_{abs} = 0.5$ J were obtained for PP30-F; and $F_c = 420$ N, $F_{max} = 850$ N, $D_{max} = 6$ mm, and $E_{abs} = 0.64$ J for PP30-P. The difference in properties between the two bio-composites can be primarily attributed to the difference in the chemical and physical properties of each fiber (Table 5.1). After 960 h of exposure, PP30-F exhibited greater degradation than PP30-P. The degradation of PP30-F was 33% of F_c , 13% of F_{max} , 25% of D_{max} , and 52% of E_{abs} ; which respectively corresponded to 10%, 5%, 4%, and 24% for PP30-P.

Table 5. 3. Impact properties of composites before and after weathering for 960 h.

Materials	Conditions	F_c [N]	F_{max} [N]	D_{max} [mm]	E_{ab} [J]	T [s]
P 30/F	Unweathered	450.31 (1.13)	903.78 (1.15)	3.76 (2.92)	0.51 (1.96)	15.82 (3.22)
	Weathered for 960 h	302.75 (2.76)	783.25 (1.64)	4.70 (1.70)	0.96 (1.04)	23.97 (2.75)
	Difference [%]	32.77	13.34	25	88.24	51.52
PP30/P	Unweathered	418.01 (1.11)	802.44 (1.37)	4.20 (6.36)	0.62 (1.61)	17.14 (2.45)
	Weathered for 960 h	375.38 (2.56)	757.11 (2.07)	4.36 (2.75)	0.74 (1.35)	21.23 (3.25)
	Difference [%]	10.19	5.64	3.8	19.35	23.86

F_c : critical load; F_{max} : maximum load; D: maximum displacement; E_{ab} : absorbed energy; T: time.

Values in parentheses are standard deviations.

The damage induced by the impact of the unweathered and weathered bio-composites at 320 h and 960 h are presented in Figures 5.14 and 5.15, respectively. The cracks exhibited X shapes at the centers of the specimens; or were occasionally random, as in the case of the samples altered at 960 h, due to the heterogeneous nature of the bio-composites. The sizes of the cracks increased in accordance with an increase in exposure time for both materials. Moreover, the cracks were surrounded by microcracks. This may be due to the vacuums within the samples. However, in the case of the aged samples, the numbers and sizes of microcracks become important. This may be due to the increase in the sizes of the superficial cracks due to aging in accordance with an increase in the exposure time, thus leading to microcrack propagation under impact action. An increased number of voids was therefore observed.

Table 5.4 presents the void percentages of all impacted samples. Based on the data, the void ratio increased as a function of the exposure time for both materials. Moreover, irrespective of the exposure time, the PP30-F samples exhibited more voids than the PP30-P samples. This indicates that PP30-F was more damaged.

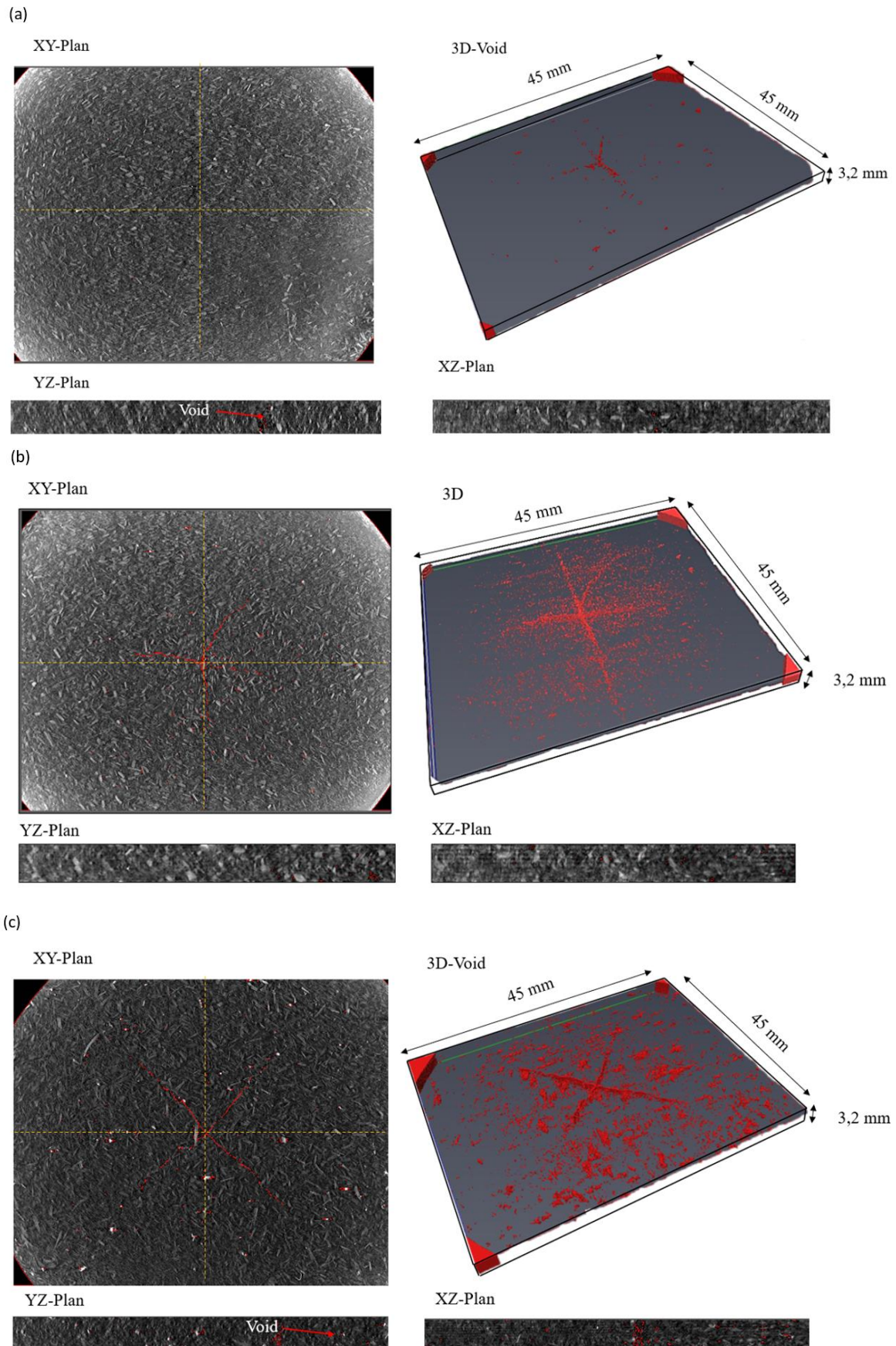


Figure 5. 14. Tomography image of impacted PP30-F samples: a) non-weathered, b) weathered at 320 h, and c) weathered at 960h.

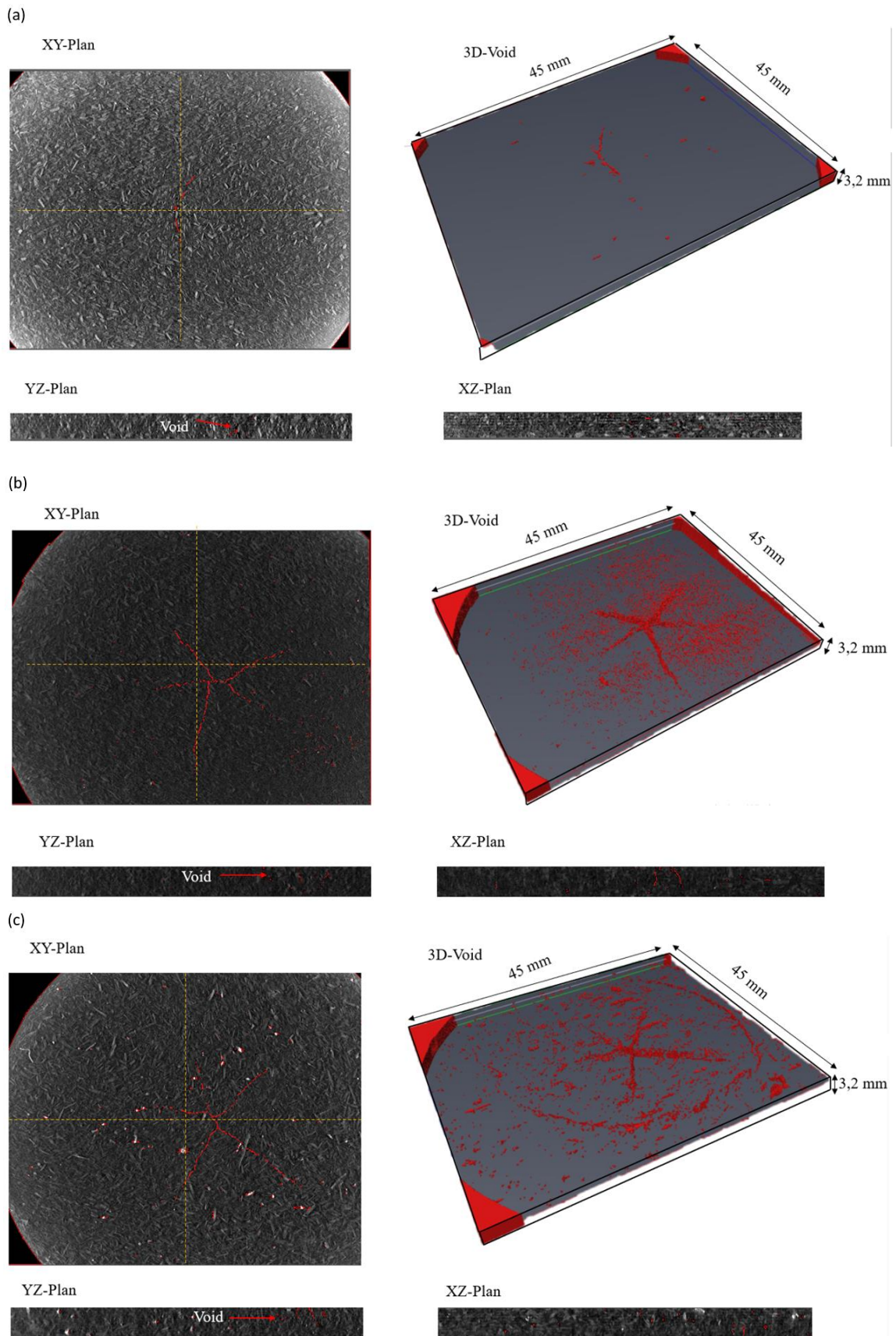


Figure 5. 15. Tomography image of impacted PP30-P samples: a) non-weathered, b) weathered at 320 h, and c) weathered at 960 h.

Table 5. 4. Percentage of voids in impacted PP30-F and PP30-P samples.

Samples	Damage (%)				
	Non weathered	160 h	320 h	640 h	960 h
PP30-F	8.26 %	9,11 %	15,34 %	16,89 %	18,38 %
PP30-P	7.41 %	7,98 %	12,27 %	14,52 %	15,14 %

5.7. Conclusions

In this study, two types of natural fibers, namely, flax fibers and pine fibers, which are used as reinforcements for a polypropylene-based composite, were compared in terms of durability under UV irradiation. Changes in the chemical composition, color, roughness, and mechanical properties of the bio-composites under UV irradiation were evaluated using FTIR, colorimetry, and confocal laser imaging; in addition to bending and drop-weight impact tests. The damage behavior was monitored during the bending tests using the AE technique, and the damage due to the impact was evaluated using computerized tomography (CT) scan measurements.

The results obtained from the chemical analysis revealed that the two bio-composites underwent photo-oxidation; however, the composites reinforced with pine fibers (rich in lignin) underwent more photo-oxidation reactions, thus indicating that lignin promotes photo-oxidation reactions in the bio-composites. In addition, the colorimetry results revealed that the two materials underwent photobleaching, during which their colors changed to almost white after 960 h of exposure after they were dark. However, PP30-F exhibited a relatively significant color change due to the difference in the chemical composition of the lignin in the two fibers.

The images obtained using confocal laser scanning microscopy revealed that after 960 h of exposure to UV radiation, there were large cracks in both bio-composites. However, this phenomenon was less significant in the PP30-P samples than in the PP30-F samples, and the roughness was lower for PP30-P than PP30-F, which can be attributed to the antioxidant effect of lignin.

The results of the bending tests revealed that, before aging, the flax fiber composite was stiffer and stronger than the pine fiber composite. This can be attributed to the greater length (and surface area per unit mass) of the flax fiber-PP matrix interaction. Moreover, flax fiber exhibited the highest percentage of cellulose and hemicellulose, thus demonstrating a superior intrinsic strength. However, after aging, PP reinforced with pine fiber exhibited a relatively lower degradation rate. Since PP 30-P has fewer surface cracks than PP30-F and therefore less stress

concentration. The AE analysis revealed that the degradation of the mechanical properties of the composites under UV irradiation is mainly related to the number and sizes of surface cracks.

The results of the impact tests confirmed the results obtained from the bending tests in terms of the resistance. Before aging, PP30-F had a relatively higher impact resistance; however, after aging, more degradation was observed. In the case of both materials, the crack undergoing impact increased in accordance with an increase in the exposure time, during which the propagation was more critical in PP30-F. This is because PP30-F exhibited more superficial cracks, thus crack propagation occurred more readily under impact loading. In addition, the study confirms that UV irradiation and damage mechanisms are highly material dependent.

References

- [1] Pickering KL, Efendy MGA, Le TM. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2016;83:98–112. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.038>.
- [2] Bravo A, Toubal L, Koffi D, Erchiqui F. Development of novel green and bio-composite materials: Tensile and flexural properties and damage analysis using acoustic emission. *Mater Des* 2015;66:16–28. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.10.026>.
- [3] Seldén R, Nyström B, Långström R. UV aging of poly(propylene)/wood-fiber composites. *Polym Compos* 2004;25:543–53. <https://doi.org/10.1002/pc.20048>.
- [4] Stark NM, Matuana LM. Ultraviolet weathering of photostabilized wood-flour-filled high-density polyethylene composites. *J Appl Polym Sci* 2003;90:2609–17. <https://doi.org/10.1002/app.12886>.
- [5] Sodoke FK, Toubal L, Laperrière L. Hydrothermal effects on fatigue behavior of quasi-isotropic flax/epoxy composites using principal component analysis. *J Mater Sci* 2016;51:10793–805. <https://doi.org/10.1007/s10853-016-0291-z>.
- [6] Toubal L, Zitoune R, Collombet F, Gleizes N. Moisture Effects on the Material Properties of a Jute/Epoxy Laminate: Impulse Excitation Technique Contribution. *J Nat Fibers* 2018;15:39–52. <https://doi.org/10.1080/15440478.2017.1302389>.
- [7] Stark NM, Matuana LM. Influence of photostabilizers on wood flour-HDPE composites exposed to xenon-arc radiation with and without water spray. *Polym Degrad Stab* 2006;91:3048–56. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2006.08.003>.
- [8] Joseph P V., Rabello MS, Mattoso LHC, Joseph K, Thomas S. Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Compos Sci Technol* 2002;62:1357–72. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(02\)00080-5](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(02)00080-5).
- [9] Pattamasattayasonthi N, Chaochanchaikul K, Rosarpitak V, Sombatsompop N. Effects of UV weathering and a CeO₂-based coating layer on the mechanical and structural changes of wood/PVC composites. *J Vinyl Addit Technol* 2011;17:9–16. <https://doi.org/10.1002/vnl.20246>.
- [10] Falk RH, Lundin T, Felton C. The effects of weathering on wood-thermoplastic composites intended for outdoor applications. *Proc 2nd Annu Conf Durab Disaster Mitig*

Wood-Frame Hous 2001:175-179r263.

- [11] Peng Y, Liu R, Cao J. Characterization of surface chemistry and crystallization behavior of polypropylene composites reinforced with wood flour, cellulose, and lignin during accelerated weathering. *Appl Surf Sci* 2015;332:253–9. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.01.147>.
- [12] Beg MDH, Pickering KL. Accelerated weathering of unbleached and bleached Kraft wood fibre reinforced polypropylene composites. *Polym Degrad Stab* 2008;93:1939–46. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2008.06.012>.
- [13] Kallakas H, Poltimäe T, Süld TM, Kers J, Krumme A. Kunstliku vanandamise mõju puitplastkomposiitide mehaanilistele ja füüsikalistele omadustele. *Proc Est Acad Sci* 2015;64:94–104. <https://doi.org/10.3176/proc.2015.1S.05>.
- [14] Mejri M, Toubal L, Cuillière JC, François V. Hygrothermal aging effects on mechanical and fatigue behaviors of a short- natural-fiber-reinforced composite. *Int J Fatigue* 2018;108:96–108. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.11.004>.
- [15] Soccalingame L, Perrin D, Bénézet JC, Bergeret A. Reprocessing of UV-weathered wood flour reinforced polypropylene composites: Study of a natural outdoor exposure. *Polym Degrad Stab* 2016;133:389–98. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2016.09.011>.
- [16] Belec L, Nguyen TH, Nguyen DL, Chailan JF. Comparative effects of humid tropical weathering and artificial ageing on a model composite properties from nano- to macro-scale. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2015;68:235–41. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.09.028>.
- [17] Thirmizir MZA, Ishak ZAM, Taib RM, Rahim S, Jani SM. Natural Weathering of Kenaf Bast Fibre-Filled Poly(Butylene Succinate) Composites: Effect of Fibre Loading and Compatibiliser Addition. *J Polym environ* 2011;19:263–73. <https://doi.org/10.1007/s10924-010-0272-2>.
- [18] Fabiyi JS, McDonald AG, Wolcott MP, Griffiths PR. Wood plastic composites weathering: Visual appearance and chemical changes. *Polym Degrad Stab* 2008;93:1405–14. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2008.05.024>.
- [19] Badji C, Beigbeder J, Garay H, Bergeret A, Bénézet JC, Desauziers V. Correlation

- between artificial and natural weathering of hemp fibers reinforced polypropylene bio-composites. *Polym Degrad Stab* 2018;148:117–31. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2018.01.002>.
- [20] Azwa ZN, Yousif BF, Manalo AC, Karunasena W. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Mater Des* 2013;47:424–42. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.11.025>.
- [21] Sadeghifar H, Ragauskas A. Lignin as a UV Light blocker-a review. *Polymers (Basel)* 2020;12:1–10. <https://doi.org/10.3390/POLYM12051134>.
- [22] Peng Y, Liu R, Cao J, Chen Y. Effects of UV weathering on surface properties of polypropylene composites reinforced with wood flour, lignin, and cellulose. *Appl Surf Sci* 2014;317:385–92. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.08.140>.
- [23] Stark NM, Matuana LM, Clemons CM. Effect of processing method on surface and weathering characteristics of wood-flour/HDPE composites. *J Appl Polym Sci* 2004;93:1021–30. <https://doi.org/10.1002/app.20529>.
- [24] Ratanawilai T, Taneerat K. Alternative polymeric matrices for wood-plastic composites: Effects on mechanical properties and resistance to natural weathering. *Constr Build Mater* 2018;172:349–57. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.266>.
- [25] Koffi A, Koffi D, Toubal L. Mechanical properties and drop-weight impact performance of injection-molded HDPE/birch fiber composites. *Polym Test* 2021;93:106956. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106956>.
- [26] Puech L, Ramakrishnan KR, Le Moigne N, Corn S, Slangen PR, Duc A le, et al. Investigating the impact behaviour of short hemp fibres reinforced polypropylene bio-composites through high speed imaging and finite element modelling. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2018;109:428–39. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.03.013>.
- [27] Pillay S, Vaidya UK, Janowski GM. Effects of moisture and UV exposure on liquid molded carbon fabric reinforced nylon 6 composite laminates. *Compos Sci Technol* 2009;69:839–46. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.03.021>.
- [28] Roux C, Robertson J, Acid I, Acid D, Acid L. FIBERS | Types n.d.
- [29] Sierra Beltran MG, Schlangen E. Wood fibre reinforced cement matrix: A micromechanical based approach. *Key Eng Mater* 2008;385–387:445–8.

- <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/kem.385-387.445>.
- [30] Marchessault RH. Wood chemistry, fundamentals and applications. vol. 252. 1994. [https://doi.org/10.1016/0008-6215\(94\)90030-2](https://doi.org/10.1016/0008-6215(94)90030-2).
- [31] Thygesen A, Madsen B, Bjerre AB, Lilholt H. Cellulosic fibers: Effect of processing on fiber bundle strength. *J Nat Fibers* 2011;8:161–75. <https://doi.org/10.1080/15440478.2011.602236>.
- [32] Shahria S. Fabrication and Property Evaluation of Hemp–flax Fiber Reinforced Hybrid Composite. *Chem Mater Eng* 2019;7:17–23. <https://doi.org/10.13189/cme.2019.070202>.
- [33] Komaki K, Kuroda T. Mechanical properties of FRP. *J Soc Mater Sci Japan* 1972;21:899–905. <https://doi.org/10.2472/jsms.21.899>.
- [34] Pine Wood _ Properties, Price & Application _ Material Properties n.d.
- [35] Bravo A, Toubal L, Koffi D, Erchiqui F. Damage characterization of bio and green polyethylene-birch composites under creep and cyclic testing with multivariable acoustic emissions. *Materials (Basel)* 2015;8:7322–41. <https://doi.org/10.3390/ma8115382>.
- [36] Bravo A, Toubal L, Koffi D, Erchiqui F. Characterization of Tensile Damage for a Short Birch Fiber-reinforced Polyethylene Composite with Acoustic Emission. *Int J Mater Sci* 2013;3:79–89.
- [37] Badji C, Beigbeder J, Garay H, Bergeret A, Bénézet JC, Desauziers V. Exterior and under glass natural weathering of hemp fibers reinforced polypropylene bio-composites: Impact on mechanical, chemical, microstructural and visual aspect properties. vol. 148. Elsevier Ltd; 2018. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2017.12.015>.
- [38] Samanta AK. Application of natural dyes to cotton and jute textiles: Science and technology and environmental issues. 2018. <https://doi.org/10.1002/9781119407850.ch11>.
- [39] Del Río JC, Rencoret J, Gutiérrez A, Nieto L, Jiménez-Barbero J, Martínez ÁT. Structural characterization of guaiacyl-rich lignins in flax (*Linum usitatissimum*) fibers and shives. *J Agric Food Chem* 2011;59:11088–99. <https://doi.org/10.1021/jf201222r>.
- [40] Rowell R, Pettersen R, Tshabalala M. Cell Wall Chemistry. 2012. <https://doi.org/10.1201/b12487-5>.

- [41] Stark NM, Rowlands RE. Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites. *Wood Fiber Sci* 2003;35:167–74.
- [42] Campos A, Marconcini JM, Martins-Franchetti SM, Mattoso LHC. The influence of UV-C irradiation on the properties of thermoplastic starch and polycaprolactone biocomposite with sisal bleached fibers. *Polym Degrad Stab* 2012;97:1948–55. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2011.11.010>.

CHAPITRE 6 - ARTICLE 3

Étude expérimentale et numérique de la photodégradation dans les bio-composites courts de lin et de fibre de pin à l'aide d'essais de traction et d'impact de chute de poids et d'une analyse FEA.

6.1. Avant-propos

Le chapitre présente un article scientifique intitulé " *Experimental and numerical investigation of damage and mechanical property retention by bio-composite plastic made with flax or pinewood fiber and aged by exposure to ultraviolet light*". Cet article se concentre sur la comparaison de deux matériaux composites bio renforcés par des fibres naturelles de lin et de pin en termes de durabilité. Il examine les effets des rayons UV sur les propriétés quasi statiques et dynamiques (impact à basse vitesse), les changements de structure chimique et l'aspect visuel (couleur et rugosité) des deux matériaux. L'article a été soumis à la revue scientifique «Journal of Building Engineering» en mai 2023 et publié en Octobre 2023 (Volume 79, 15 November 2023, 107899).

Les auteurs et leurs coordonnées correspondantes sont dans l'ordre :

- Khaled Nasri, Ing. Étudiant au doctorat en ingénierie – Concentration génie mécanique
Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse
(I2E3), Université du Québec à Trois-Rivières, Département de génie mécanique, 3351, boul.
Des Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7.
Courriel : khaled.nasri@ugtr.ca

- Lotfi Toubal, Ph. D. directeur de thèse
Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse
(I2E3), Université du Québec à Trois-Rivières, Département de génie mécanique, 3351, boul.
Des Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7.
Courriel : lotfi.toubal@uqtr.ca

Contributions des auteurs : M. Nasri est l'auteur principal de cet article et il a effectué les expériences scientifiques et la rédaction. M. Toubal est le directeur de cette recherche et il a aidé à la rédaction et à la correction de l'article.

6.2. Résumé

Les bio-composites, plus spécifiquement les thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles courtes (SNFT), sont très sensibles aux facteurs environnementaux, surtout lorsque les rayons UV sont impliqués. Les rayons UV engendrent des réactions de photo-oxydation au niveau des bio-composites qui entraînent une décoloration, une surface rugueuse et une dégradation des propriétés mécaniques. Ces changements sont plus importants lorsque le milieu est humide.

Dans cette étude, nous avons examiné la durabilité de deux bio-composites (polypropylène renforcé par des fibres de lin ou de pin, respectivement PP30-F et PP30-P) sous l'effet des rayons UV avec et sans humidité. La couleur, la rugosité, la dureté, les propriétés mécaniques et le comportement à l'impact ont été évalués. De plus, un modèle numérique basé sur la méthode des éléments finis a été développé pour simuler le comportement à l'impact à basse vitesse des bio-composites.

Globalement, les deux matériaux ont présenté des changements significatifs de toutes les propriétés. La dégradation a été plus importante lorsque le milieu était humide. Cependant, les bio-composites PP30-P ont montré moins de dégradation, car les fibres de pin contiennent plus de lignine dans leur structure. Autrement dit, la lignine a un effet antioxydant qui atténue la dégradation des bio-composites sous l'effet des UV. D'autre part, le modèle numérique a montré un bon accord avec les résultats obtenus expérimentalement.

Mots clés : Bio-composite, Rayonnement UV, Propriétés résiduelles, Impact à basse vitesse, Fibres de lin et de pin, Analyse des dommages, Analyse non destructive.

6.3. Abstract

The objective of this study was to compare the durability of two types of natural fibers, one rich and one poor in lignin, when used to reinforce polypropylene in the presence of ultraviolet (UV) irradiation with and without humidity. To accomplish this, polypropylene bio-composites reinforced with 30% by weight of short flax and pine fibers (PP30-F and PP30-P) were subjected to two different aging programs, UV-dry and UV-wet. The evolution of color, roughness, and mechanical properties of the bio-composites were then evaluated through colorimetry, confocal laser imaging, tensile tests, and drop-weight tests, respectively. Damage to the bio-composites was monitored using the acoustic emission (AE) technique during tensile testing. Additionally, the impact behavior of unaged and aged bio-composites was simulated using the finite element method. Results showed that PP30-F exhibited superior properties before aging, but experienced more degradation after aging, particularly when exposed to UV rays with humidity. The numerical model was found to be in good agreement with the experimental results.

Keywords: Bio-composites; Natural fiber; Accelerated weathering; low velocity impact response; Damage mechanism; Finite element analysis.

6.4. Introduction

Short natural-fiber-reinforced plastic composites (SNFP) are a very interesting category of bio-composites offering mechanical properties comparable to those of technical thermoplastics such as nylon and polyoxymethylene. They are eco-friendly with high recycling potential, have high specific stiffness and strength, good damping properties, carry lower health risks, and leave a smaller environmental footprint. The introduction of bio-sourced materials and products, often using natural fibers to reinforce plastics, has fueled much innovation. The market for natural-fiber-reinforced composites was valued at \$22.6 billion US in 2020 and is expected to grow to \$36.9 billion US by 2026, maintaining an annual growth rate of at least 5.3% [1]. Until recently, these materials were used mainly in non-structural applications such as flowerpots or trims. However, due to improvements in their performance, SNFP have evolved into semi-structural applications such as car door interior panels, fencing, or wall panels [1, 2]. On the other hand, despite their apparent advantages, the use of bio-composite materials remains limited. Their development for structural applications awaits better understanding of their durability, modes of damage [2–5], and aging under conditions of repeated exposure to

ultraviolet light, moisture, temperature extremes and other environmental factors [6,7]. Photo-oxidation in particular is an important factor to consider when evaluating the durability of bio-composites [3,8,9]. When exposed to moisture and UV radiation, bio-composites may discolor and develop rough surfaces and weakened areas and lose strength, impact response, or other important mechanical properties [10].

Several researchers have investigated UV-induced losses of mechanical properties in bio-composites [8,9,11–18], especially the possible relationship between chemical composition and loss of properties. Breakdown appears to be proportional to the fiber content and to vary with the type of matrix. Natural-fiber-reinforced polypropylene (PP) has been found more resistant to weathering compared to the corresponding low-density polyethylene (LDPE), high-density polyethylene (HDPE), and polyvinyl chloride (PVC) [19]. Furthermore, UV-induced losses of mechanical properties also depend on the bio-composite manufacturing process, for example, injection-molding giving greater resistance than thermocompression molding, due to better distribution of fiber in the matrix [20]. Other researchers have suggested that losses of mechanical properties depend largely on fiber chemical composition, especially cellulose, hemicellulose, and lignin contents. For example, removing lignin from wood fibers increased plastic stiffness and mechanical strength, whereas cellulose-rich fibers are more susceptible to UV, leading to increased microcrack formation at the bio-composite surface [21]. This suggests that for some applications, added lignin may slow the loss of bio-material function. It has been shown more recently that pine-fiber-reinforced polypropylene is more resistant than flax-fiber-reinforced to dry UV, since more lignin is present [16]. The effects of photo-oxidation on the chemical and mechanical properties of bio-composites have been studied extensively and reviewed [3,22].

While it is widely acknowledged that bio-composites are susceptible to degradation by UV, the reality is that bio-composites in outdoor applications are exposed also to fluctuating temperature and moisture. Several researchers have therefore studied these factors in combination to evaluate bio-material performance. It has been shown that bio-composites are more sensitive to photodegradation at higher condensation temperatures [18] and that losses of the mechanical properties of SNFP bio-composites are more significant in a humid environment than in a dry environment, due to increased chemical reactivity [23]. Most of the studies of the effects of combined environmental factors on the loss of mechanical properties in SNFP composites have been conducted using quasi-static tests such as tension and flexural tests. However, bio-composite structures used for outdoor applications are subject to damage by low-velocity

impacts. Only a few studies have investigated the low-velocity impact behavior of bio-composites [24–27], and the effect of dry UV on the impact behavior of SNFP bio-composites has been examined in one study [16].

The aim of our study is to investigate the impact of UV under dry and wet conditions on the low-velocity impact behavior of SNFP bio-composites, with a focus on the effect of fiber chemical composition (cellulose and lignin) and on the individual and combined deleterious effects of drop-weight impact and environmental aging on the damage and the loss of mechanical properties. We examine the case of polypropylene reinforced with flax or pine short fibers (30% by weight) subjected to the two UV-induced accelerated aging conditions. Flax fiber contains more cellulose and hemicellulose and very little lignin. Pine fiber contains at least seven times more lignin than flax fibers. Material color, roughness, and mechanical properties were evaluated using colorimetry, confocal imaging, tensile tests, and low-velocity impact tests. Damage mechanisms were monitored during tensile tests using the acoustic emission technique. A dynamic explicit analysis numerical model was created with LS-DYNA to replicate the experimental outcomes and make predictions about the performance of aged and non-aged bio-composite during low-velocity impact tests. The model calculates important parameters such as contact force and displacement of the bio-composite plate when impacted.

6.5. Experimental methods

6.5.1. Materials and specimens

Polypropylene reinforced (by weight) 30 wt% flax fiber (FF30P233-00) or 30 wt% pine fiber (WP30P233-00) were obtained from Rhetech Inc. (Whitmore Lake, MI, USA). Table 1 summarizes their chemical composition, fiber morphology, and physical and mechanical properties. Pinewood fibres clearly have a high lignin content, while flax fibres contain less lignin and much more cellulose and hemicellulose. In addition, the flax fibers in this study had an aspect ratio (L/d) twice as high as the pinewood fibres.

Table 6. 1. Properties of bio-composite reinforcing fibers [16]

Material	Chemical properties*			Geometrical properties			Physical properties*		
	Cellulose (%)	Hemi (%)	Lignin (%)	<i>l</i> (mm)	<i>d</i> (μm)	<i>l/d</i>	<i>P</i> g cm ⁻³	<i>E</i> GPa	<i>σ</i> MPa
Flax	68.7–75.5	12.2–14	2.1–4.7	1.9 ± 0.02	27 ± 0.01	70.34	1.28–1.3	27–80	345–1830
Pinewood	42	29	28	1.1 ± 0.02	32 ± 0.01	34.47	1.2	9	730

l: mean length; *d*: mean width; *l/d*: aspect ratio; *ρ*: density; *E*: Young's modulus; *σ*: mechanical strength
* [3,28–33]

100-TON HAITIAN ZHAFIR ZTR 900 press (Zhafir Zeres series ZE900/210, Haitian Inc.) was used to injection mold tensile and impact samples in accordance with ASTM D-638 and ASTM D-2856 respectively. The injection temperature was 200°C. To avoid micro-voids and porosity in the samples after injection, the bio-composite granules were dried at 80°C for 2 hours before injection.

6.5.2. Aging test

Two environmental conditions were considered in this study:

- Condition 1 (UV without humidity): The samples were subjected to ultraviolet aging using UVA-340 fluorescent lamps (irradiance at a wavelength of 340 nm) in a QUV/SE aging apparatus (Q-Lab Co., USA). Aging lasted for two months, with 8 hours of UV exposure at an irradiance of 1.55 W/m² at 60°C per day.
- Condition 2 (UV with humidity): The samples were as in condition 1 for two months, but with 4 hours of water condensation at 50°C after each UV exposure at 60°C.

Samples were evaluated after each week in condition 1 and condition 2.

6.5.3. Visual aspect

6.5.3.1. Color measurement

Sample color was evaluated using a Nix Mini commercial sensor. The measurements were conducted in accordance with the CIE 1976 L*, a*, b* system, where L* ranges from 0 to 100 and represents the lightness of the material, and a* and b* indicate the chromaticity positions on the -300 to +300 axes, representing green to red and blue to yellow, respectively.

The total color changes (ΔE) were measured according to ASTM D2244, using equation 1:

$$\text{Equation 6. 1. } \Delta E = \sqrt{(L - L_0)^2 + (a - a_0)^2 + (b - b_0)^2}.$$

6.5.3.2. Surface roughness measurement

A 3D laser confocal microscope (Keyence, Canada) was used to characterize in detail the surface modifications caused by aging the samples under the different conditions. 3D images of surface micro-topographies were obtained to measure the roughness profile of each surface. Image analysis by scanning electron microscopy (SEM) was also performed to visualize the surfaces of the materials, unaged and aged.

6.5.4. Mechanical tests

6.5.4.1. Tensile test

An Instron model LM-U150 electromechanical device equipped with a 10 kN load cell was used to test material tensile strength according to ASTM D638 with a displacement speed of 1 mm/min. To check the repeatability of the results, three samples for each type were tested. The acoustic emission technique was used to monitor the material damage mechanisms. Signals were recorded with an AE system (Physical Acoustics, Princeton Jct, NJ, USA) using a micro-80 sensors (wideband, 100–1000 kHz). A mechanical pencil procedure was used before each test to calibrate the acquisition system and optimize the distance between the two sensors. Using the K-mean clustering algorithm, the recorded acoustic signals were classified based on their amplitudes, counts, duration, and frequency [34,35] to assign each class of acoustic events to a damage mechanism.

6.5.4.2. Drop weight impact test

The impact tests were carried out according to the ASTM D5628 standard using an Instron CEAST 9350 drop tower impact system with a 22 kN load cell. The samples were tested at impact energies of 2 J. To check the repeatability of the results, three samples for each experiment were tested and the average of the results was considered for interpretation.

6.6. Finite element analysis

The finite element model used to predict the response of the material to impact is presented in Figure 6.1. This explicit algorithm developed in LS Dyna software characterizes the materials in terms of an elastoplastic model (MAT24) and a rupture criterion (MAT ADD ERROSION). The MAT24 model parameters are based on tensile test experimental data [36]. Our SNFP were studied with T-Shell elements, while the impactor and the fixing templates were studied with rigid solid elements. The “automatic contact surface to surface” algorithm was used to define the contact between the target elements and the striker elements and between the target elements and the fixture elements. To improve the explicit scheme calculation stability, the Friedrich-Levy condition [36] was used with a time step $\delta t = 10e-5s$.

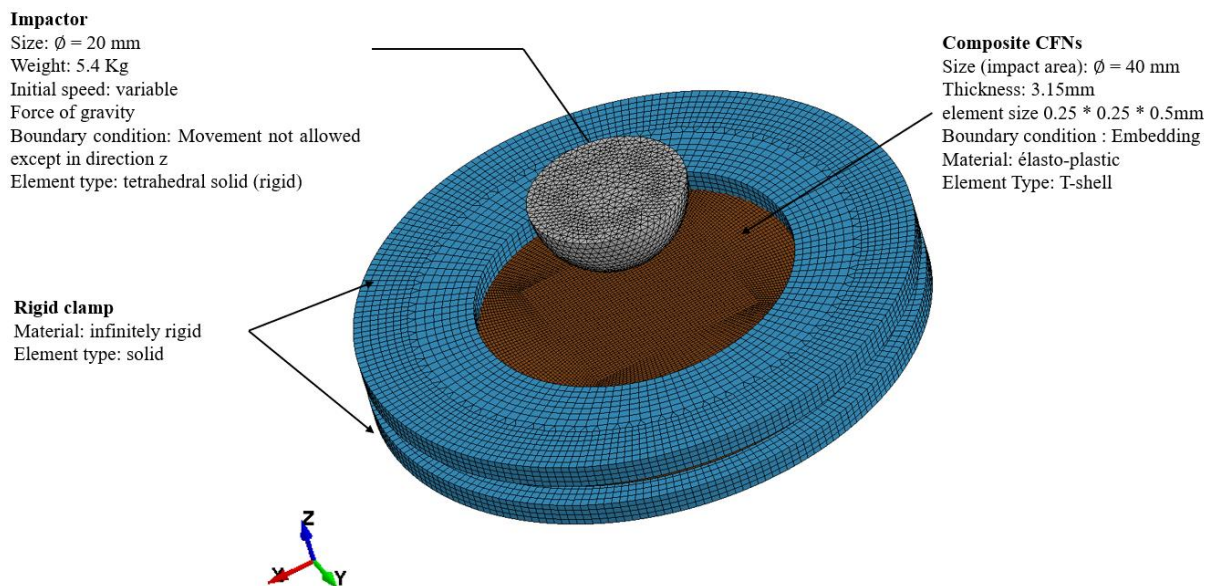


Figure 6.1. Finite element model

6.7. Results and discussion

6.7.1. Visual aspect

6.7.1.1. color change and SEM images

Figure 6.2 shows the decolorizing of bio-composite materials as a function of UV exposure time. These results are consistent with previous studies in which UV produced a greater change in SNFP color under moist conditions than under dry conditions [23].

However, under both conditions, the color change (ΔE) was smaller in pinewood composite than flax fiber composite after the aging treatment, due likely due differences in lignin content and structure, as reported previously [16]. The pronounced discoloration observed in both materials is due mostly to photodegradation of the polypropylene matrix, which causes microcracks that reduce light transmittance [3]. This phenomenon is clear in the SEM images in Figure 6.2, which reveal that the polymer has become highly fragmented. The images show also that surface erosion has occurred in specimens regardless of moisture conditions and is more extensive in the flax-fiber-reinforced material, particularly in areas where the fibers are more exposed, and is observed throughout the specimen. After 1440 hours of exposure, the color changes in flax-fiber-reinforced and pinewood-fiber-reinforced composite materials were respectively 57.6% and 36.2% under dry conditions and 61.4% and 40.3% under moist conditions. These results demonstrate that pinewood fiber is more resistant to UV, at least based on color change.

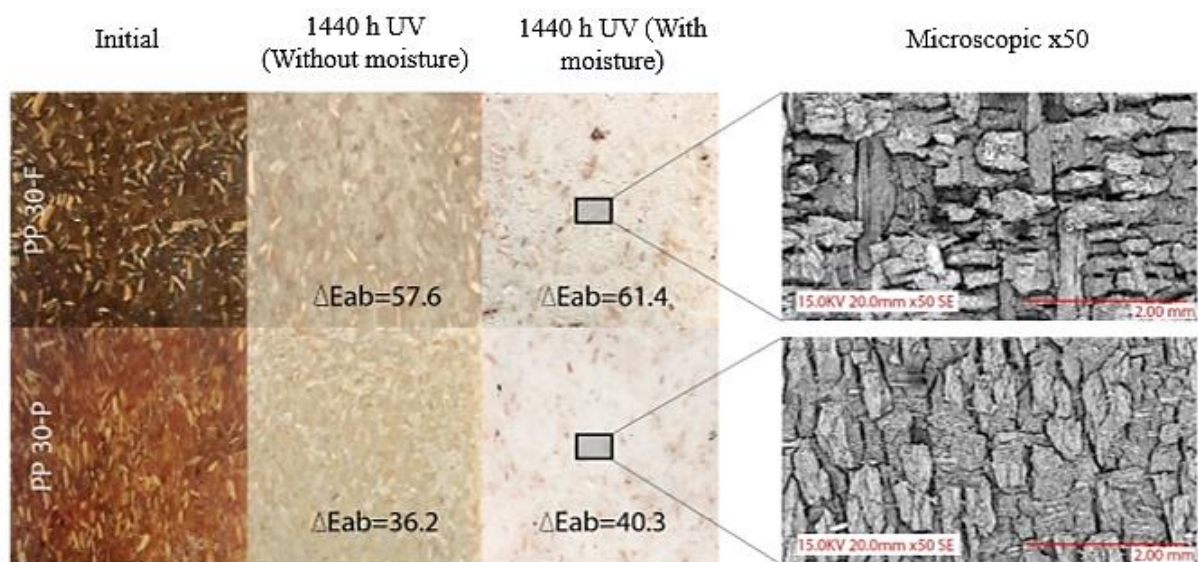


Figure 6. 2. Color change (ΔE_{ab}) and SEM images of natural-fiber-reinforced polypropylene after 1440 h of exposure to UV with or without moisture. Top row: flax fiber; bottom row: pinewood fiber

6.7.1.2. Roughness

Figure 6.3 shows the micro-topographies and roughness profiles of samples before and after aging. Both bio-composites initially had smooth and intact surfaces. After 1440 hours of exposure to UV, many micro-cracks appeared. However, as noted above, a greater number of micro-cracks occurred in the presence of moisture. The cracks are initiated by photo-oxidation and accelerated by moisture. Micro-crack formation on SNFP bio-composite surfaces during

aging due to photo-oxidation has been attributed to polymer chain scission [3,16,23] and likely explains the surface roughness that develops on many materials exposed to UV. However, our pinewood-reinforced polypropylene presented fewer significant cracks than the flax-fiber-reinforced material under both conditions, suggesting that lignin has an antioxidant effect that slows surface degradation, as previously reported [16]. The lignin content of pinewood fibers exceeds that of flax fibers by a factor of at least seven (Table 1). After 1440 h of exposure to UV under dry conditions, the average roughness value (Ra) of flax-fiber-reinforced polypropylene was measured at 19.86 μm , compared to 10.02 μm for pinewood, and the corresponding values under moist conditions were 36.41 μm and 16.73 μm .

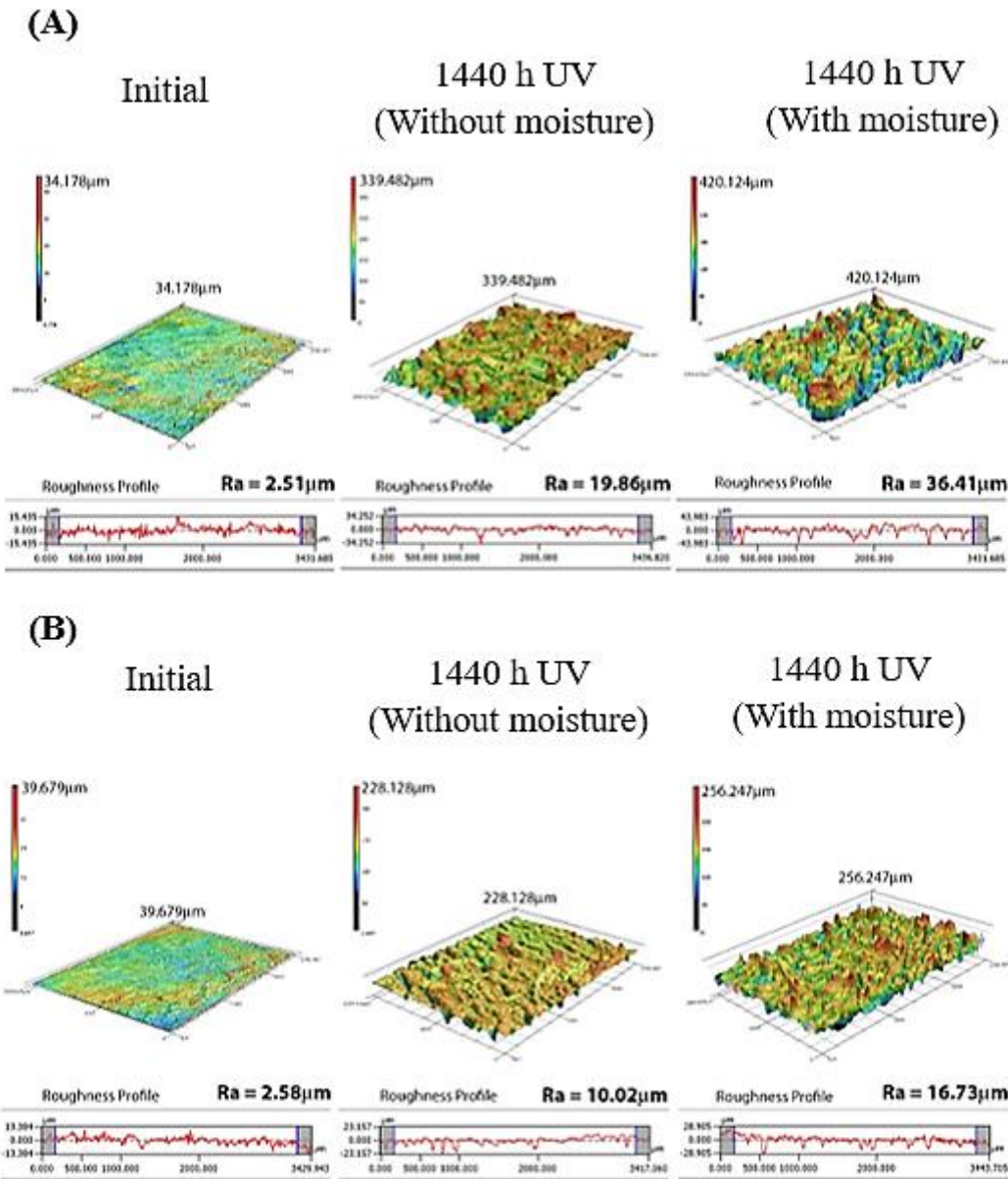


Figure 6. 3. Surface topography and roughness profiles of flax-fiber-reinforced polypropylene (A) and pinewood-fiber-reinforced polypropylene after 1440 h of exposure to UV

6.7.2. Tensile test

6.7.2.1. Mechanical properties

Figure 6.4 shows the stress-strain curves of the two materials unaged, aged without moisture, and aged with moisture. The tension behavior has two phases, the first one is elastic, in which the response to the applied stress is proportionate, followed by a non-linear phase of plastic deformation and damage progressing to the final failure of the material.

Aging caused considerable loss of mechanical properties in both materials, due to the presence of UV-induced surface microcracks, where stress concentrated during the test [16]. This was accentuated in test specimens that had undergone UV-aging in the presence of moisture, which was expected in view of the more significant damage shown in Figure 6.2.

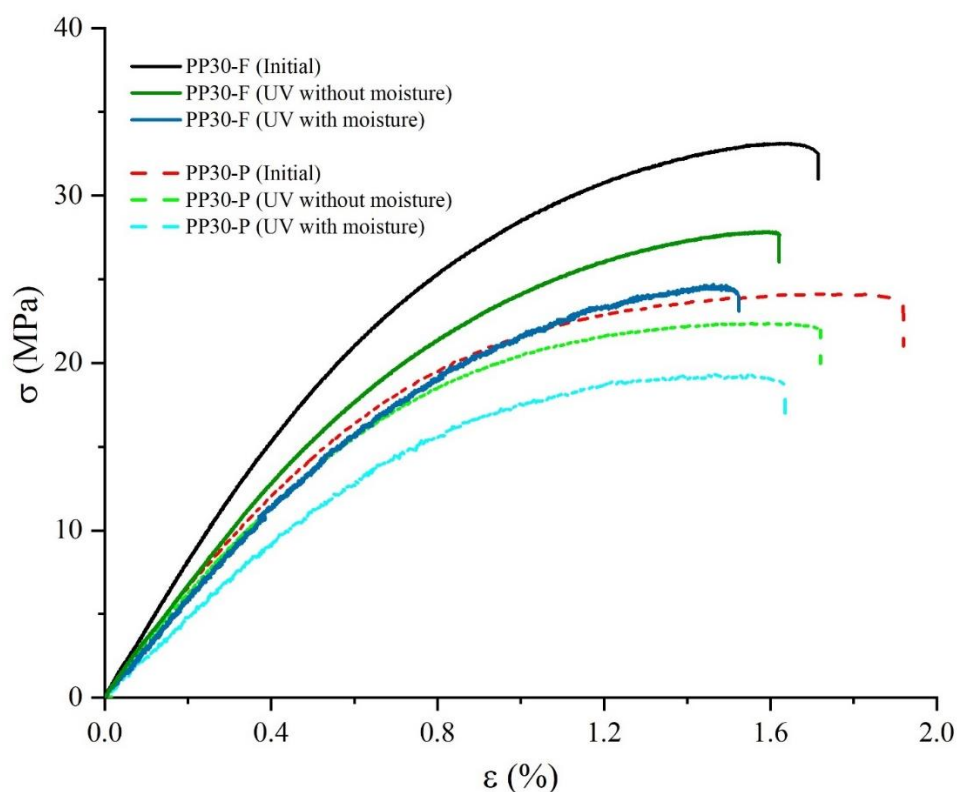


Figure 6. 4. Tensile test of plant-fiber-reinforced polypropylene after 1440 h of UV exposure ($F =$ flax; $P =$ pinewood)

Table 2 summarizes the mechanical properties of the materials before and after 1440 hours of aging. The low standard deviation indicates high reproducibility of measurement. Prior to

aging, the flax-fiber-reinforce material had a greater Young's modulus and strength but lower ductility, suggesting that flax fiber, richer in cellulose and hemicellulose, increases stiffness and mechanical resistance, whereas pine fiber, richer in lignin, increases ductility. However, after aging, degradation was more extensive in the flax-fiber-reinforced plastic (Figure 6.5).

Table 6. 2. Mechanical properties of plant-fiber-reinforced polypropylene before and after 1440 h of UV-accelerated aging

Fiber	Condition	Mechanical properties		
		E (GPa)	R (MPa)	ϵ (%)
Flax	Initial	3.94 (0.01)	32.84 (0.01)	1.71 (0.03)
	UV without moisture	3.18 (0.04)	27.63 (0.04)	1.62 (0.07)
	UV with moisture	2.87 (0.05)	24.56 (0.05)	1.52 (0.06)
Pinewood	Initial	3.51 (0.01)	23.67 (0.01)	1.95 (0.05)
	UV without moisture	3.01 (0.06)	22.34 (0.07)	1.72 (0.04)
	UV with moisture	2.33 (0.04)	19.17 (0.05)	1.63 (0.08)
E: Young's modulus; R: Strength of materials; ϵ : strain. Values in parentheses are standard deviation.				

The evolution of material stiffness and mechanical strength under the two aging conditions is represented in Figure 6.5. Retention of tensile properties appears to decrease with increasing exposure to UV. Moreover, for both materials, the rate of loss is more significant in the presence of moisture. This finding is consistent with previous studies [3]. Moisture accelerates the photo-oxidation and hence the loss of mechanical properties of bio-composites. The presence of lignin (in pinewood-reinforced material) appears to slow this loss, likely by acting as an antioxidant.

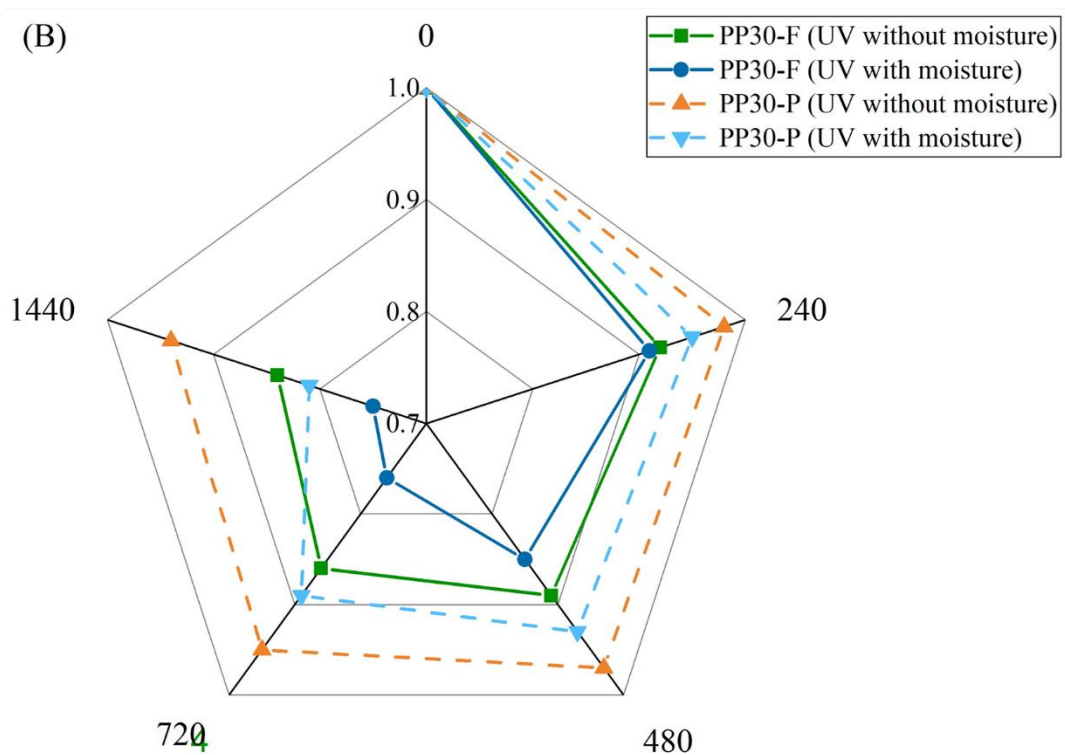
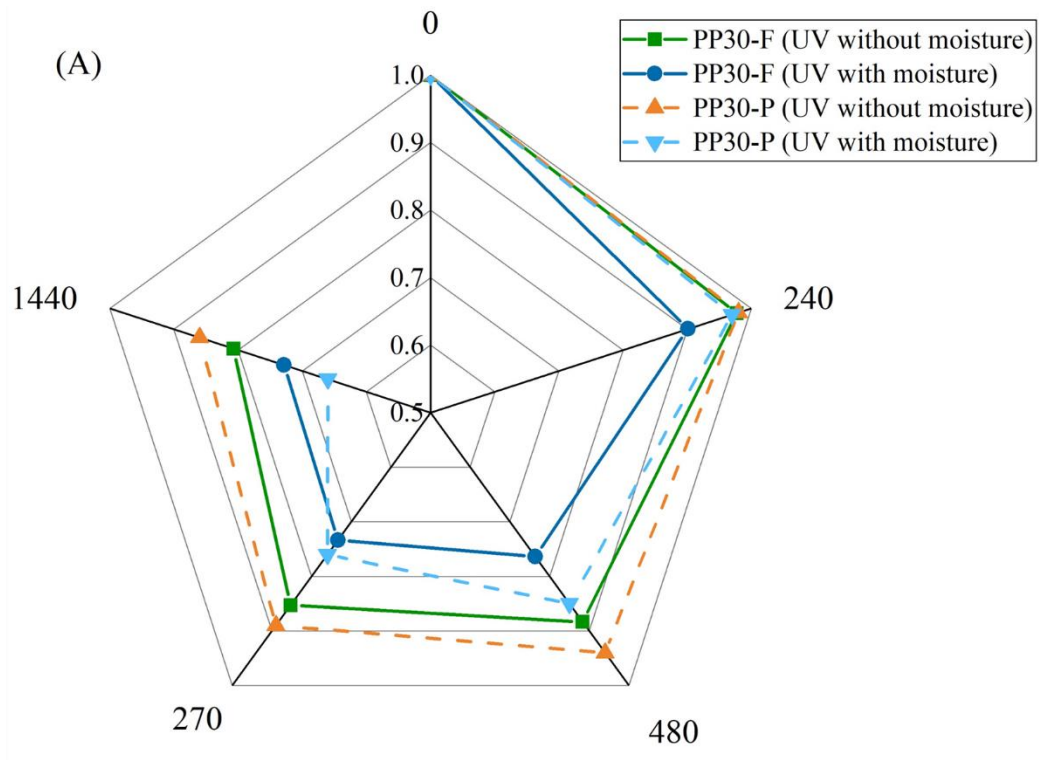


Figure 6. 5. Evolution of mechanical properties of plant-fiber-reinforced polypropylene as function of UV exposure time. (A) E/E_0 : Young's modulus retention and (B) R/R_0 : Strength of material retention. (F = flax; P = pinewood)

6.7.2.2. Acoustic emission data and SEM analysis of fracture surface

The damage mechanisms mainly responsible for the failure of SNFP bio-composites include matrix-matrix cracking, matrix-matrix friction, decohesion, and fiber-matrix friction. Figures 6.6 and 6.7 show the cumulative energy of each damage mechanism, damage event counts, and stress versus strain on the unaged materials as detected by acoustic emission. Scanning electron microscopy images of the fractured surfaces are also shown. These results indicate that both materials exhibited linear elastic behavior with no acoustic event being recorded until the behavior became nonlinear viscoelastic at approximately 0.48% deformation for flax fiber and 0.39% for pinewood fiber. During the final phase, a sudden drop in the stress-strain curve occurred, marking the total rupture of the specimen, in which the acoustic events and energies increase exponentially. Matrix microcracking was the dominant type of damage, contributing to 55.4% and 63.6% for flax fiber and pinewood respectively, while the other modes contributed smaller damage to varying degrees: fiber/matrix decohesion 12.3%, internal matrix friction 26.6%, and fiber/matrix friction 6.1% for the flax fiber composite, and respectively 21.3%, 11.3%, 3.9% for pinewood fiber composite. The SEM images show that fiber decohesion was more extensive in the latter.

Figures 6.8 and 6.9 show the stress-strain and acoustic emission analyses of the bio-composites aged for 1440 h. The material mechanical behavior is again characterized by a linear phase followed by a nonlinear phase until the final failure. However, unlike for the unaged samples, acoustic events (emission energy) occurred at the beginning of the test, indicating that surface microcracks were already present and propagating under minimal stress. Also, the evolution of the energy attributable to the matrix-matrix cracking mechanism suggests that the surface microcracks are due mainly to polymer chain scission (i.e., by photo-oxidation).

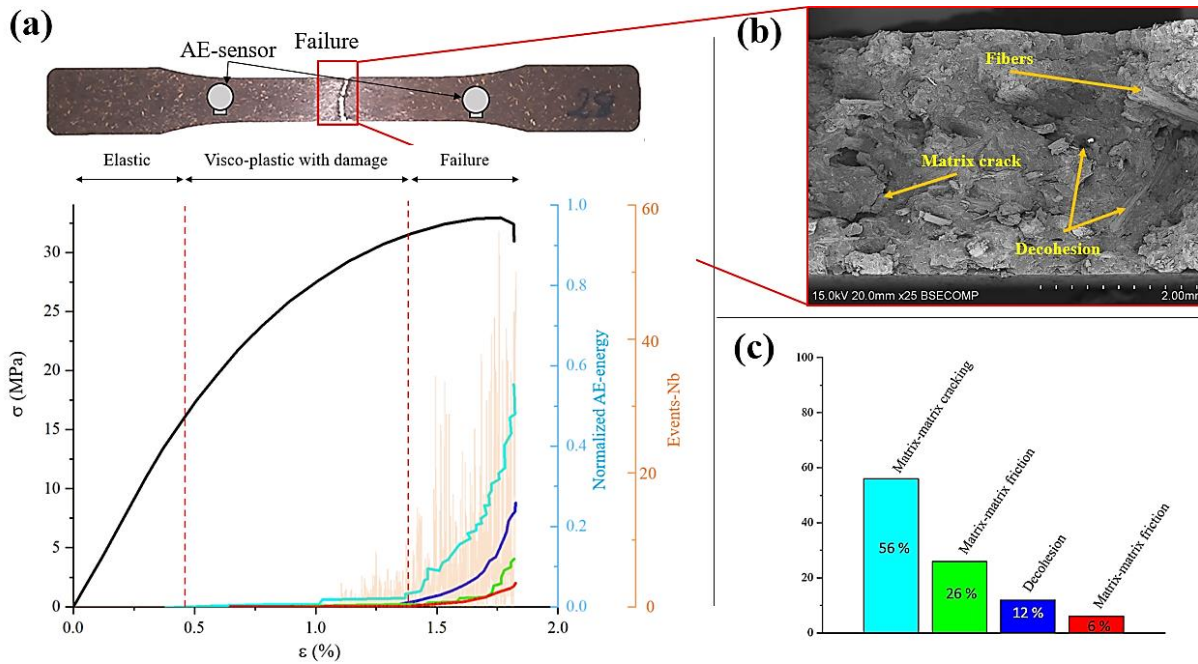


Figure 6. 6. (a) Stress-strain and acoustic emission curves obtained during tensile fracture of unaged flax-fiber-reinforced polypropylene; (b) Scanning electron micrograph of the fracture surface; (c) Relative contribution of each damage mechanism

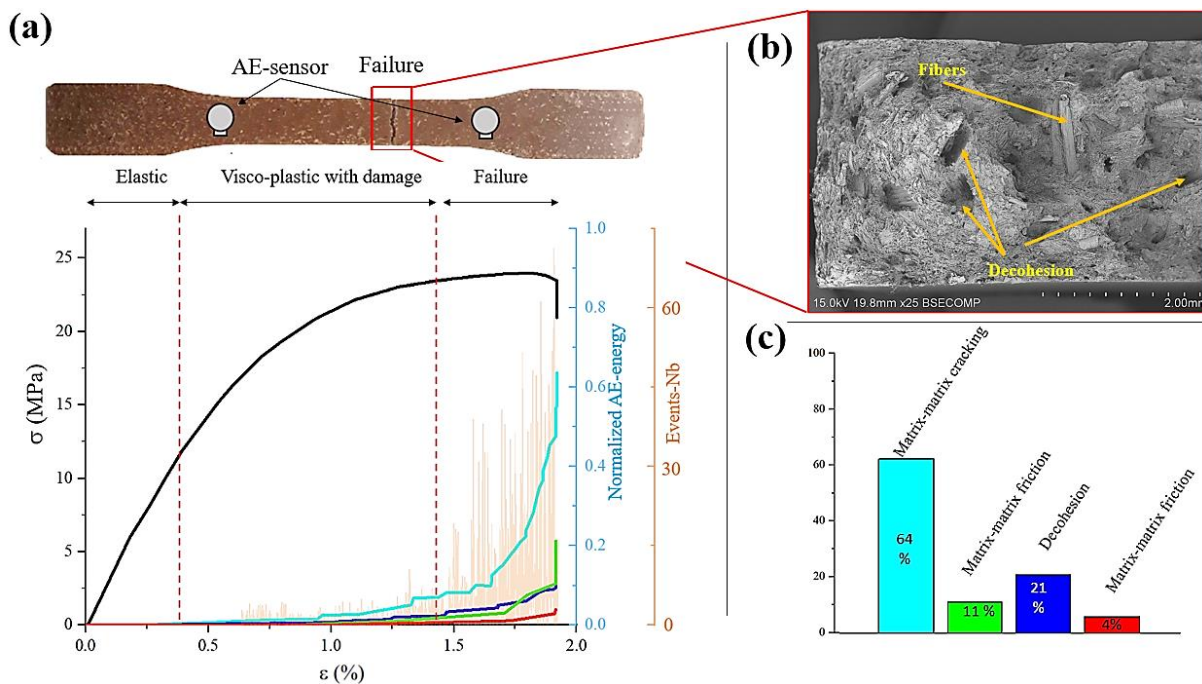


Figure 6. 7. (a) Stress-strain and acoustic emission curves obtained during tensile fracture of unaged pinewood-fiber-reinforced polypropylene; (b) Scanning electron micrograph of the fracture surface; (c) Relative contribution of each damage mechanism

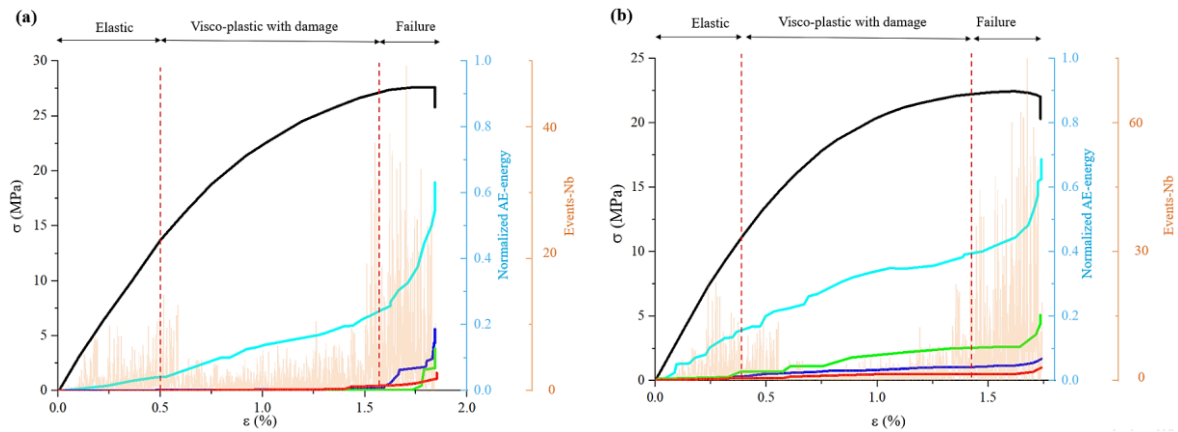


Figure 6. 8. Comparison of stress-strain and acoustic emission curves obtained for polypropylene reinforced with flax fiber (a) or with pinewood fiber (b) after 1440 h of UV-accelerated aging under dry conditions

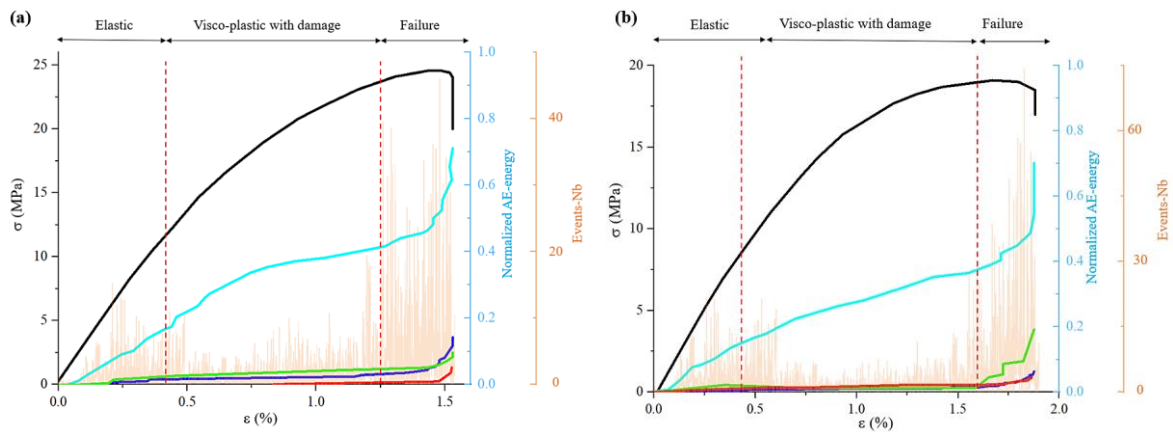


Figure 6. 9. Comparison of stress-strain and acoustic emission curves obtained for polypropylene reinforced with pinewood fiber (a) or with pinewood fiber (b) after 1440 h of UV-accelerated aging under dry conditions

6.7.3. Drop weight impact test.

6.7.3.1. Response force-displacement

Figure 6.10 presents the force-displacement response curves of bio-composites at an impact energy of 2 J before and after aging. Both unaged materials responded to non-perforating impact with a rise phase and a return phase. The rise phase includes a linear region in which no damage was sustained, followed by a non-linear (oscillatory) region indicating damage. The return phase is also non-linear up to permanent displacement. The energy absorbed by the bio-composite is the area between the rise phase and the return phase. After aging, the rise phase of the curve shows a sharp drop coinciding with the maximum force, suggesting an accumulation of cracks [24] that likely began as surface micro-cracks. This crack accumulation resulted in a more significant permanent deformation and greater energy absorption.

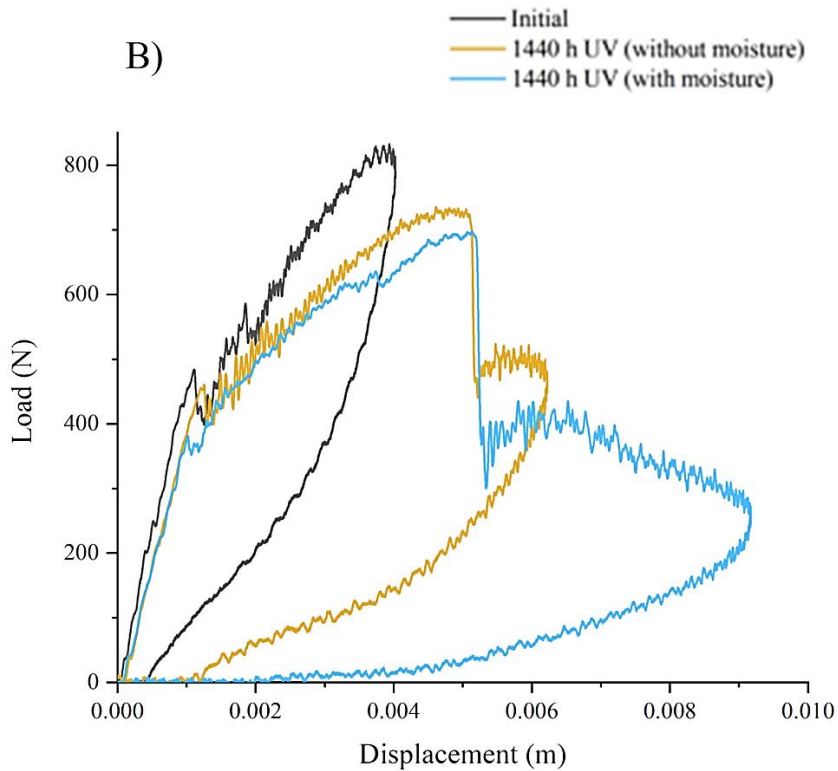
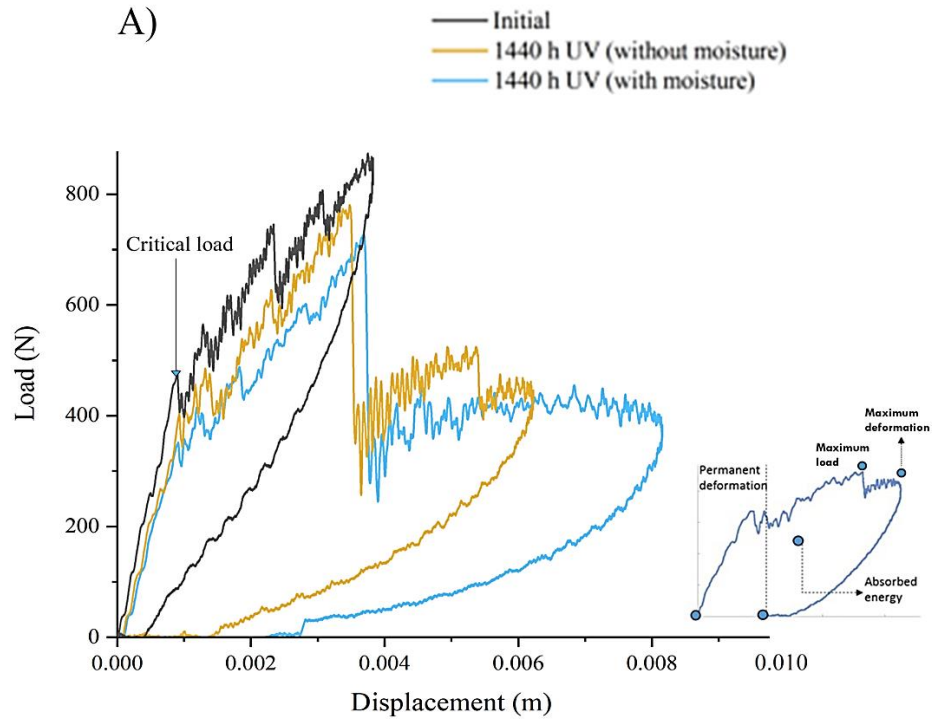


Figure 6. 10. Load displacement response (to 2 Joule impact) of polypropylene reinforced with flax fiber (A) or with pinewood fiber (B) before and after UV-accelerated aging without or with moisture

6.7.3.2. Response energy-time

The energy absorbed by the material can be calculated by measuring the area between the rise and return phases of the load-displacement curves. Figure 6.11 shows the changes in absorbed energy over time. The upward part represents the absorption phase, and the downward part represents the partial restitution phase in terms of kinetic energy required for rebounding. The difference between the two is the total energy absorbed by the material. Overall, the results show that both bio-composite materials absorb a portion of the impact energy, and this absorption increases after aging.

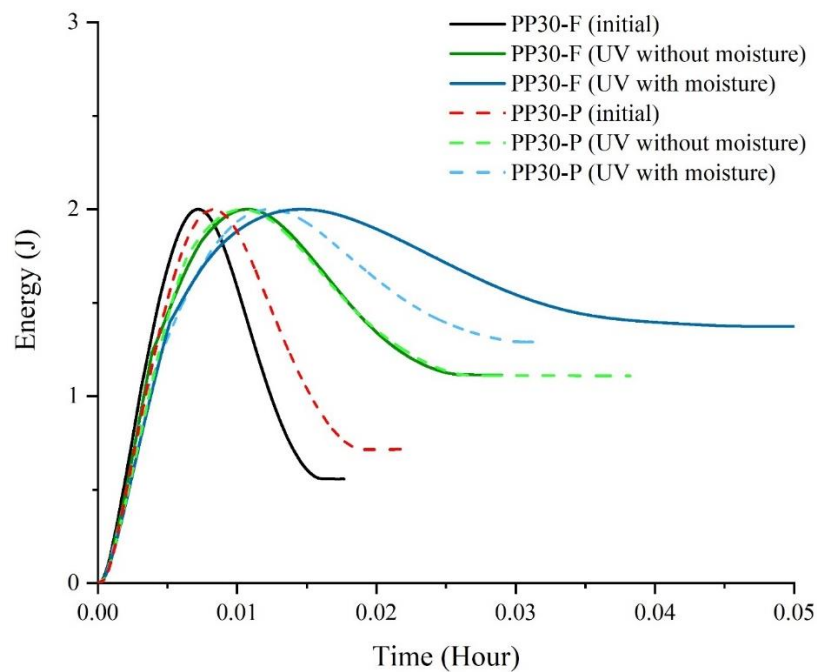


Figure 6. 11. Time course of energy absorption by polypropylene reinforced with flax fiber (F) or with pinewood fiber (P) in 2 Joule impact tests before and after UV-accelerated aging

Table 3 summarizes the impact properties (strength and absorbed energy) of the bio-composite materials before and after aging for 1440 hours. The measurements showed high reproducibility with low standard deviation. The flax-fiber-reinforced plastic exhibited higher maximum strength, while the pinewood-fiber-reinforced plastic absorbed more energy. This difference can be attributed to the chemical and physical characteristics of the fibers (section 6.5.1). After aging, both materials showed a loss of impact properties, flax fiber again weakening faster under both aging conditions. The aging of both materials was again faster in the presence of moisture. As explained above (section 6.7.2.1), the loss of impact resistance was due mainly to

surface microcracks that intensified local stresses in the specimens during drop weight impact tests. The greater energy absorption by unaged pinewood-fiber-reinforced bio-composite is likely related to greater ductility (section 6.7.2.1). However, the greater absorption by the flax fiber material after aging, particularly with moisture is due likely to the presence of more surface cracks (section 6.7.1.2), which were only worsened by the mechanical action. The extent of aging- induced surface damage thus determined energy absorption by the material. The damage index confirms this. The higher this index, the more fragile is the material.

Table 6. 3. Summary of plant-fiber-reinforced polypropylene low-velocity impact test results

Fiber	Condition	Critical Load	Maximum Load	Maximum displacement	Permanent displacement	Absorbed energy	Damage index
		F_c (N)	F_{max} (N)	D_{max} (m)	D_p (m)	E_{ab} (J)	λ (-)
Flax	Initial	451.48 (4.1)	903.78 (1.2)	3.24 (0.2)	0.32	0.51 (0.01)	0.255
	1440 h UV dry	402.15 (1.7)	780,34 (1.9)	5.24 (0.5)	1.11	1.02 (0.01)	0.51
	1440 h UV moist	382.77 (2.7)	772.17 (0.8)	7.97 (0.6)	2.01	1.6 (0.02)	0.8
Pinewood	Initial	448.12 (2.7)	802,23 (0.4)	4.02 (0.3)	0.41	0.62 (0.02)	0.31
	1440 h UV dry	433.94 (4.3)	767.18 (1.6)	5.88 (4.07)	1.05	0.97 (0.03)	0.49
	1440 h UV moist	391.60 (2.8)	734.13 (1.4)	9.21 (4.06)	2.12	1.21 (0.03)	0.61

Figure 6.12 shows the maximum load retention and energy absorbed by the bio-composite materials as a function of UV-induced aging time. Loss of impact properties increased with exposure time due to surface microcracks, which decreased the capacity of the material to withstand the impact test and increased energy absorption. Aging thus pre-damaged the material by initiating what were very likely the cracks that propagated during the stress test, in view of the same pattern of deterioration seen in the tensile tests being reproduced in these tests.

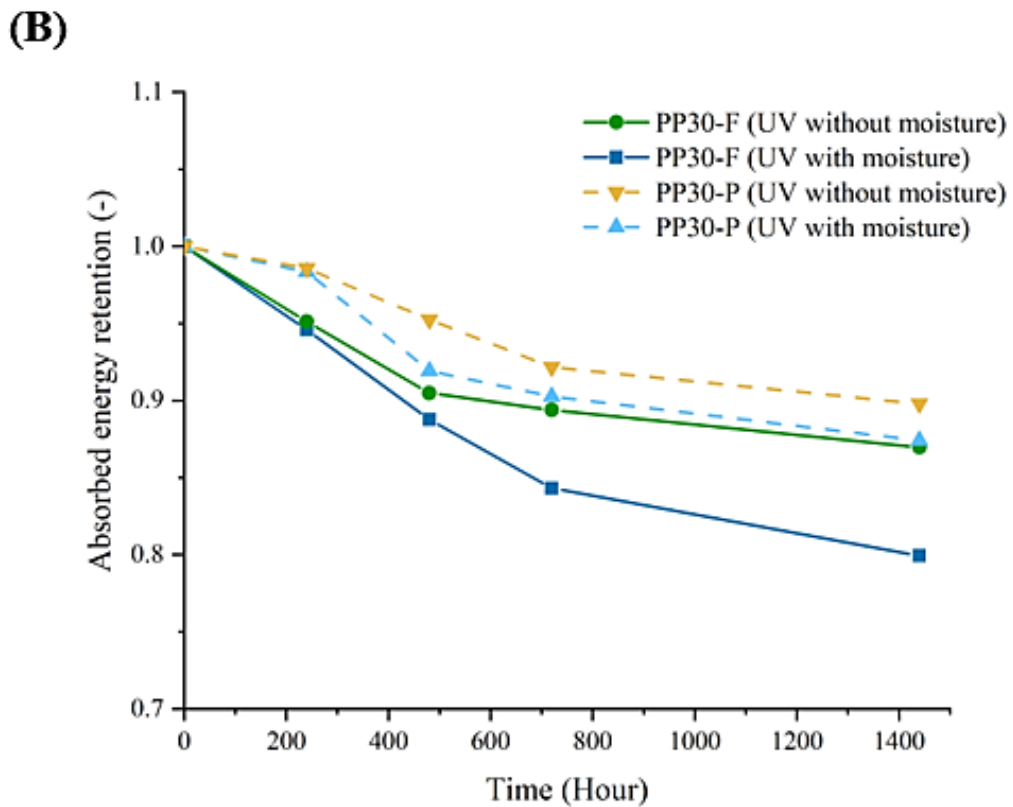
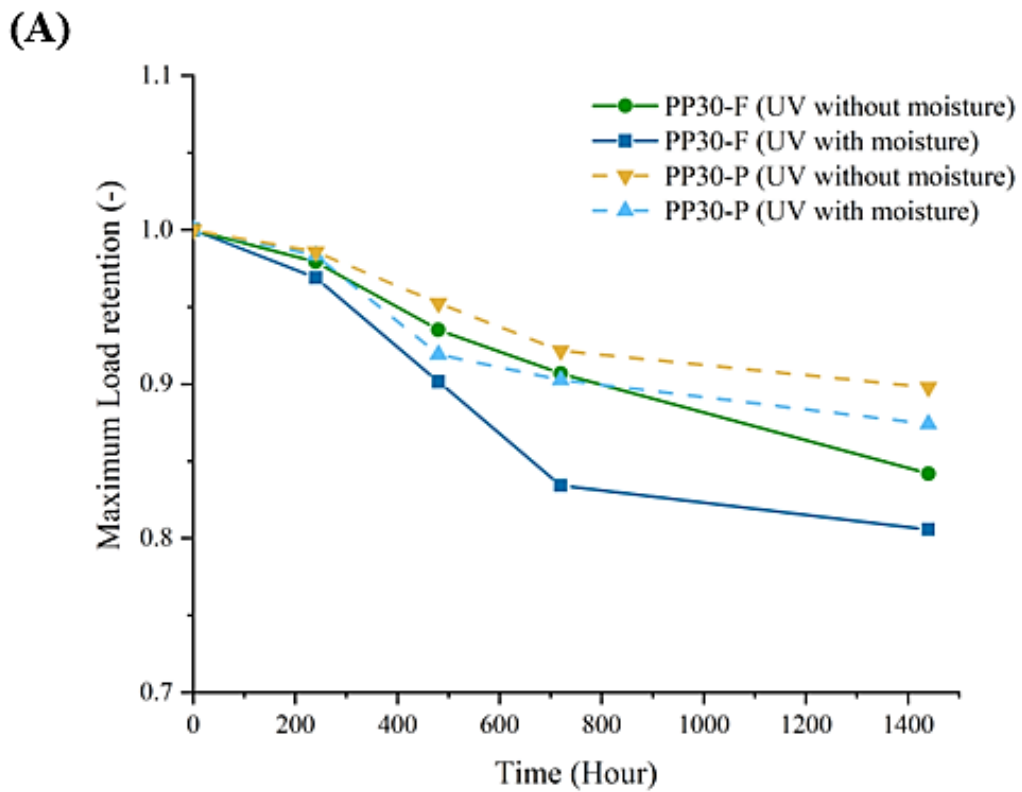


Figure 6. 12. Impact property retention by polypropylene bio-composite reinforced with flax fiber (F) or pinewood fiber (P) in 2 Joule tests as function of UV-accelerated aging time. (A) Maximum load sustained; (B) Absorbed energy

6.7.3.3. Numerical analysis FEA

The impact load-time curves obtained by material testing and by finite element modeling are compared in Figure 6.13. The example shows material exposed to UV for 1440 hours under dry or moist conditions. The prediction has an excellent correlation with the experimental results in terms of the overall shape, with three stages of the impact event: damage initiation, crack propagation, and impactor rebound. The model suggests slightly greater initial material strength, which may be due to the low compliance of the configuration especially to the mechanical properties imported into the model. However, the critical load, maximum load, and maximum displacement are well predicted. The comparison of the numerical model results and the experimental results is summarized in Table 4.

6.7.3.4. Post impact damage

Using the post-test retting method (Figure 6.14), the crack lengths in the impact-tested material coupons were measured and compared to simulation predictions. To determine the length of each visible crack, a spline was created along it and the length was calculated as shown in Figure 6.15. The predicted crack lengths were determined using the same method. For example, the samples aged by UV for 1440 h under dry conditions showed X-shaped cracks at the center of the specimens. The crack sizes were the same for the experimental and the simulation groups with $n = 4$ cracks. The predicted average crack lengths were in good agreement with the actual lengths. However, the crack length range was slightly underestimated. Table 4 summarizes the simulation and experimental results for unaged and aged samples.

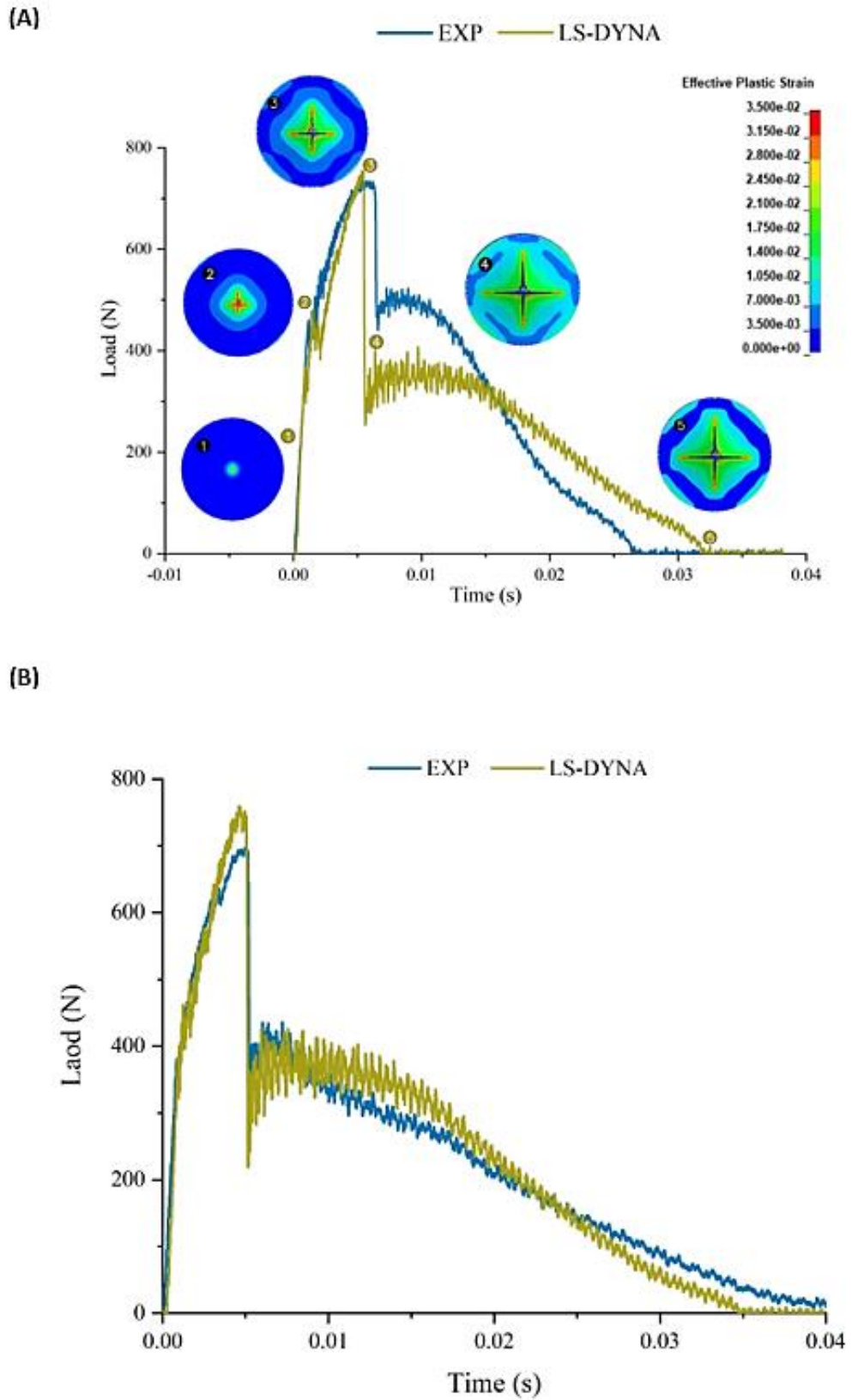


Figure 6. 13. Experimentally measured (EXP) and numerically predicted (LS-DYNA) time courses of impact tests (2 Joule) on pinewood-fiber-reinforced polypropylene exposed to UV for 1440 h under dry conditions (A) and under moist conditions (B)

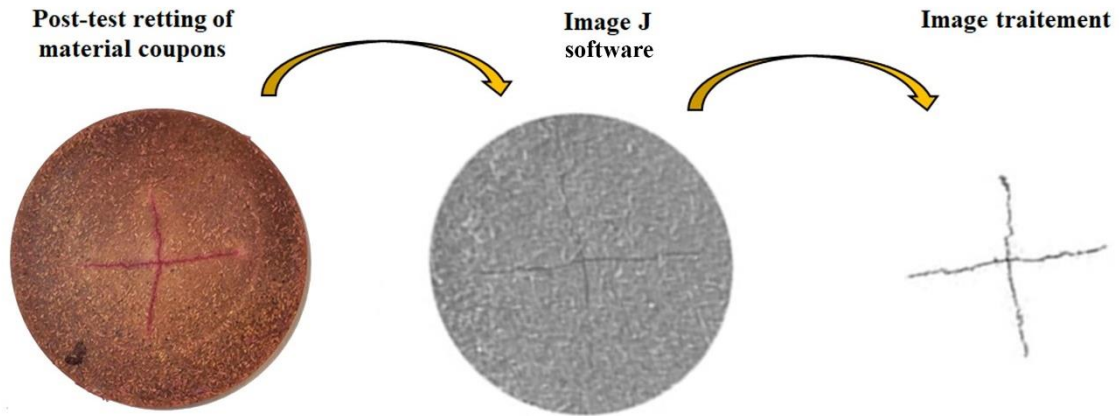


Figure6. 14. Post-test retting of bio-material coupons

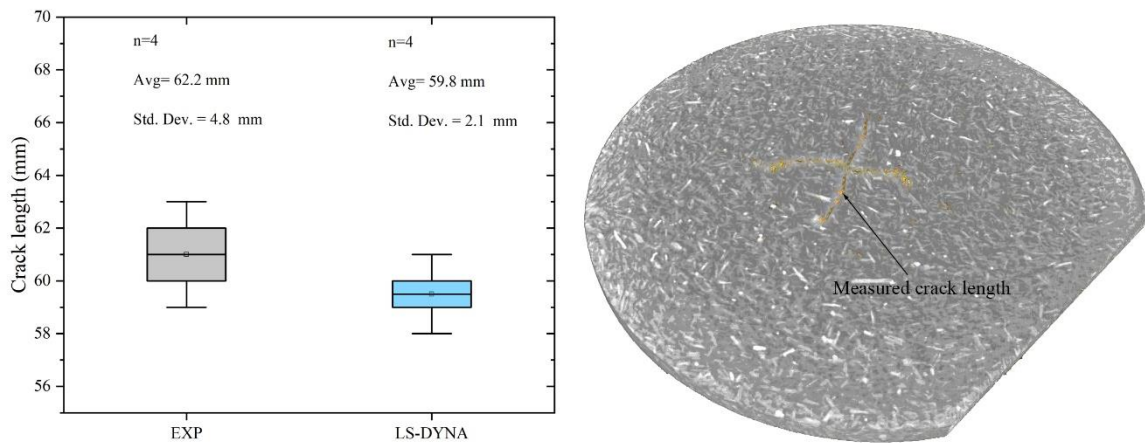


Figure 6. 15. Crack length measurements taken from test coupons and from simulated impact tests (at 2 Joule) for pinewood-fiber-reinforced polypropylene exposed to UV for 1440 h under dry conditions

Table 6. 4.Real versus simulated drop-impact test results for plant-fiber-reinforced polypropylene

Fiber	Condition	Load (N)			Absorbed Energy (J)			Displacement (mm)			Crack length (mm)		
		Real	Sim	Diff	Real	Sim	Diff	Real	Sim	Diff	Real	Sim	Diff
Flax	Initial	903.78	896.41	7.37	3.24	3.42	0.18	0.51	0.48	0.04	54.66	51.24	3.42
	1440 h UV dry	780.34	784.66	4.32	5.24	5.16	0.08	1.51	1.48	0.04	64.2	63.78	0.42
	1440 h UV moist	772.17	771.34	0.83	7.97	8.11	0.14	1.6	1.57	0.03	70.1	68.31	1.79
Pinewood	Initial	802.23	805.47	3.24	4.02	4.06	0.04	0.62	0.68	0.04	52.15	50.35	1.8
	1440 h UV dry	767.18	772.26	5.08	5.88	5.76	0.12	0.82	0.81	0.01	59.8	60.18	0.38
	1440 h UV moist	734.13	731.96	2.17	9.21	9.52	0.31	1.02	1.04	0.02	62.2	63.34	1.14

6.8. Conclusion

The aim of this study was to investigate the effect of UV-accelerated aging under dry and moist conditions on the mechanical performance and damage mechanisms of a bio-composite material consisting of a polypropylene matrix with plant-derived short fiber as the reinforcing filler, namely flax fiber, or pinewood fiber. This choice of fiber allowed us to observe the mitigating effect of a high lignin content (~30%) on the loss of mechanical strength and damage to natural fiber composites as they age.

Using accelerated aging along with various material testing methods (color measurement, roughness measurement, tensile test, drop-weight impact test) and a numerical method (finite element analysis) we were able to pinpoint critical factors associated with the degradation mechanism and disparities between the two bio-composite formulations examined.

Overall, the results showed that moisture accelerated degradation by exposure to UV for both materials. The flax-fiber composite initially showed a slightly greater color change but later became much more decolorized than the pinewood-fiber composite, due to differences in the chemical composition of the two types of natural fibers. More importantly, photo-oxidation of bio-composites creates surface micro-cracks that reduce the transmission of visible light, resulting in the characteristic color change of all bio-composites, namely bleaching.

By reinforcing polypropylene with short natural fibers, its mechanical properties are significantly enhanced, offering both greater rigidity and mechanical strength. This was initially more apparent in the case of flax fiber. However, after aging, the pinewood plastic composite had suffered less loss of mechanical properties due to the presence of fewer surface micro-cracks, regardless of moisture during aging. Acoustic emission analysis confirmed that micro-cracks were the main cause of the loss of mechanical properties and that these micro-cracks were due to the breakdown of polymer chains.

Impact test results confirmed the conclusions drawn from the tensile tests. Before aging, the flax-fiber material was relatively more impact-resistant. However, after aging, this property was largely lost. In both cases, the numbers of surface cracks increased with UV exposure time, and these appeared to propagate more critically during impact tests of flax-fiber composite material.

Finally, numerical simulation showed that the model was correlated well with experimental results under both accelerated aging conditions.

Acknowledgments

The authors thank Professor Redouane Zitoune from Institut Clément Ader, Toulouse France, for providing micro-CT measurements, and the National Sciences and Engineering Research Council of Canada for funding this research.

References

- [1] Bio-composites Market worth \$51.2 billion by 2026 – Report by MarketsandMarkets™ n.d. https://www.marketsandmarkets.com/PressReleases/bio-composite.asp?gclid=CjwKCAjwrDmhBhBBEiwA4Hx5g7p9pZNaNKH_ysSlezL8f12AQghFj-UJ1bm9dWC3jfffcLDgg8cNPRoCV3UQAvD_BwE (accessed April 12, 2023).
- [2] Andrew JJ, Dhakal HN. Sustainable biobased composites for advanced applications: recent trends and future opportunities – A critical review. *Compos Part C Open Access* 2022;7:100220. <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2021.100220>.
- [3] Azwa ZN, Yousif BF, Manalo AC, Karunasena W. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Mater Des* 2013;47:424–42. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.11.025>.
- [4] Pickering KL, Efendy MGA, Le TM. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2016;83:98–112. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.038>.
- [5] Baley C, Bourmaud A, Davies P. Eighty years of composites reinforced by flax fibres: A historical review. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2021;144:106333. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2021.106333>.
- [6] Mejri M, Toubal L, Cuillière JC, François V. Fatigue life and residual strength of a short-natural-fiber-reinforced plastic vs Nylon. *Compos Part B Eng* 2017;110:429–41. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.11.036>.
- [7] Mejri M, Toubal L, Cuillière JC, François V. Hygrothermal aging effects on mechanical and fatigue behaviors of a short- natural-fiber-reinforced composite. *Int J Fatigue* 2018;108:96–108. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.11.004>.
- [8] Badji C, Beigbeder J, Garay H, Bergeret A, Bénézet JC, Desauziers V. Exterior and under glass natural weathering of hemp fibers reinforced polypropylene bio-composites: Impact on mechanical, chemical, microstructural and visual aspect properties. vol. 148. Elsevier Ltd; 2018. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2017.12.015>.
- [9] Badji C, Beigbeder J, Garay H, Bergeret A, Bénézet JC, Desauziers V. Correlation between artificial and natural weathering of hemp fibers reinforced polypropylene bio-composites. *Polym Degrad Stab* 2018;148:117–31. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2018.01.002>.
- [10] Kuka E, Andersons B, Cirule D, Andersone I, Kajaks J, Miltz H, et al. Weathering properties of wood-plastic composites based on heat-treated wood and polypropylene. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2020;139:106102. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.106102>.

- [11] Beg MDH, Pickering KL. Accelerated weathering of unbleached and bleached Kraft wood fibre reinforced polypropylene composites. *Polym Degrad Stab* 2008;93:1939–46. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2008.06.012>.
- [12] Peng Y, Wang W, Cao J, Guo X. Effects of a layered double hydroxide (LDH) on the photostability of wood flour/polypropylene composites during UV weathering. *RSC Adv* 2015;5:41230–7. <https://doi.org/10.1039/c5ra04999g>.
- [13] Kallakas H, Ayansola GS, Tumanov T, Goljandin D, Poltimäe T, Krumme A, et al. Influence of Birch False Heartwood on the physical and mechanical properties of wood-plastic composites. *BioResources* 2019;14:3554–66. <https://doi.org/10.15376/biores.14.2.3554-3566>.
- [14] Seldén R, Nyström B, Långström R. UV aging of poly(propylene)/wood-fiber composites. *Polym Compos* 2004;25:543–53. <https://doi.org/10.1002/pc.20048>.
- [15] Joseph P V., Rabello MS, Mattoso LHC, Joseph K, Thomas S. Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Compos Sci Technol* 2002;62:1357–72. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(02\)00080-5](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(02)00080-5).
- [16] Nasri K, Toubal L, Koffi D. Composites Part C: Open Access Influence of UV irradiation on mechanical properties and drop-weight impact performance of polypropylene bio-composites reinforced with short flax and pine fibers 2022;9. <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2022.100296>.
- [17] Stark NM, Rowlands RE. Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites. *Wood Fiber Sci* 2003;35:167–74.
- [18] Pattamasattayasonthi N, Chaochanchaikul K, Rosarpitak V, Sombatsompop N. Effects of UV weathering and a CeO₂-based coating layer on the mechanical and structural changes of wood/PVC composites. *J Vinyl Addit Technol* 2011;17:9–16. <https://doi.org/10.1002/vnl.20246>.
- [19] Ratanawilai T, Taneerat K. Alternative polymeric matrices for wood-plastic composites: Effects on mechanical properties and resistance to natural weathering. *Constr Build Mater* 2018;172:349–57. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.266>.
- [20] Stark NM, Matuana LM, Clemons CM. Effect of processing method on surface and weathering characteristics of wood-flour/HDPE composites. *J Appl Polym Sci* 2004;93:1021–30. <https://doi.org/10.1002/app.20529>.
- [21] Peng Y, Liu R, Cao J. Characterization of surface chemistry and crystallization behavior of polypropylene composites reinforced with wood flour, cellulose, and lignin during accelerated weathering. *Appl Surf Sci* 2015;332:253–9. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.01.147>.
- [22] Chang BP, Mohanty AK, Misra M. Studies on durability of sustainable biobased composites: a review. *RSC Adv* 2020;10:17955–99. <https://doi.org/10.1039/c9ra09554c>.
- [23] Stark NM, Matuana LM. Influence of photostabilizers on wood flour-HDPE composites exposed to xenon-arc radiation with and without water spray. *Polym Degrad Stab* 2006;91:3048–56. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2006.08.003>.
- [24] Puech L, Ramakrishnan KR, Le Moigne N, Corn S, Slangen PR, Duc A Le, et al. Investigating the impact behaviour of short hemp fibres reinforced polypropylene bio-composites through high speed imaging and finite element modelling. *Compos Part A*

- Appl Sci Manuf 2018;109:428–39. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.03.013>.
- [25] Koffi A, Koffi D, Toubal L. Mechanical properties and drop-weight impact performance of injection-molded HDPE/birch fiber composites. *Polym Test* 2021;93:106956. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106956>.
- [26] Bledzki AK, Mamun AA, Jaszkievicz A, Erdmann K. Polypropylene composites with enzyme modified abaca fibre. *Compos Sci Technol* 2010;70:854–60. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2010.02.003>.
- [27] Bledzki AK, Faruk O. Wood fibre reinforced polypropylene composites: Effect of fibre geometry and coupling agent on physico-mechanical properties. *Appl Compos Mater* 2003;10:365–79. <https://doi.org/10.1023/A:1025741100628>.
- [28] Mijiyawa F, Koffi D, Kokta B V., Erchiqui F. Formulation and tensile characterization of wood-plastic composites: Polypropylene reinforced by birch and aspen fibers for gear applications. *J Thermoplast Compos Mater* 2015;28:1675–92. <https://doi.org/10.1177/0892705714563120>.
- [29] Sierra Beltran MG, Schlangen E. Wood fibre reinforced cement matrix: A micromechanical based approach. *Key Eng Mater* 2008;385–387:445–8. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/kem.385-387.445>.
- [30] Marchessault RH. Wood chemistry, fundamentals and applications. vol. 252. 1994. [https://doi.org/10.1016/0008-6215\(94\)90030-2](https://doi.org/10.1016/0008-6215(94)90030-2).
- [31] Thygesen A, Madsen B, Bjerre AB, Lilholt H. Cellulosic fibers: Effect of processing on fiber bundle strength. *J Nat Fibers* 2011;8:161–75. <https://doi.org/10.1080/15440478.2011.602236>.
- [32] Shahria S. Fabrication and Property Evaluation of Hemp–flax Fiber Reinforced Hybrid Composite. *Chem Mater Eng* 2019;7:17–23. <https://doi.org/10.13189/cme.2019.070202>.
- [33] Komaki K, Kuroda T. Mechanical properties of FRP. *J Soc Mater Sci Japan* 1972;21:899–905. <https://doi.org/10.2472/jsms.21.899>.
- [34] Bravo A, Toubal L, Koffi D, Erchiqui F. Characterization of Tensile Damage for a Short Birch Fiber-reinforced Polyethylene Composite with Acoustic Emission. *Int J Mater Sci* 2013;3:79–89.
- [35] Bravo A, Toubal L, Koffi D, Erchiqui F. Development of novel green and bio-composite materials: Tensile and flexural properties and damage analysis using acoustic emission. *Mater Des* 2015;66:16–28. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.10.026>.
- [36] Hallquist JO, LIVERMORE SOFTWARE TECHNOLOGY CORPORATION (LSTC). LS-DYNA Keyword User ' S Manual Volume II: Material Models. vol. II. 2018.

CHAPITRE 7- ARTICLE 4

Approche de réseau de neurones artificiels pour évaluer les performances d'impact des biocomposites de fibres naturelles exposés au rayonnement UV.

7.1. Avant-propos

Le chapitre présente un article scientifique intitulé " Artificial Neural Network Approach for Assessing Impact Performance of Natural-Fiber Biocomposites Exposed to UV Radiation". Cet article se concentre sur la prédiction des propriétés d'impact de deux matériaux composites bio renforcés par des fibres naturelles de lin et de pin soumis à des rayons UV. Il prédit les propriétés d'impact (résistance et énergie absorbé) en fonction de la masse, de la rigidité, de la rugosité et des fréquences naturelles. L'article a été soumis à la revue scientifique «Journal of Materials Research and Technology» en juin 2023.

Les auteurs et leurs coordonnées correspondantes sont dans l'ordre :

- Khaled Nasri, Ing. Étudiant au doctorat en ingénierie – Concentration génie mécanique

Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse (I2E3), Université du Québec à Trois-Rivières, Département de génie mécanique, 3351, boul. Des Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7.

Courriel : khaled.nasri@ugtr.ca

- Lotfi Toubal, Ph. D. directeur de thèse

Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse (I2E3), Université du Québec à Trois-Rivières, Département de génie mécanique, 3351, boul. Des Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7.

Courriel : lotfi.toubal@uqtr.ca

Contributions des auteurs : M. Nasri est l'auteur principal de cet article et il a effectué les expériences scientifiques et la rédaction. M. Toubal est le directeur de cette recherche et il a aidé à la rédaction et la correction de l'article.

7.2. Résumé

En raison de la croissante prise de conscience des problématiques environnementales, les thermoplastiques bio-composites sont devenus une option privilégiée pour les matériaux respectueux de l'environnement. Étant donné leur durabilité limitée, de nombreuses recherches antérieures se sont concentrées sur l'évaluation expérimentale de la dégradation des propriétés mécaniques des bio-composites à base de fibres naturelles (SNFT), en particulier sous l'effet des rayons UV. Cependant, les tests visant à prédire ces propriétés mécaniques peuvent être longs et coûteux. Dans cette étude, un modèle ANN a été utilisé pour prédire les performances d'impact (résistance et énergie absorbée) d'un polypropylène renforcé avec 30 % de fibres de lin ou de pin, désignés respectivement par PP30-F et PP30-P. Sept paramètres ont été collectés à partir d'études expérimentales. Les paramètres d'entrée du modèle ANN incluent les résultats de tests non destructifs tels que la masse (M), la dureté (H), la rugosité (Ra) et les fréquences naturelles (f_t , f_b), tandis que les paramètres de sortie sont la charge d'impact maximale et l'énergie absorbée (F, E). Le modèle a été développé dans MATLAB en utilisant la boîte à outils ANN. Le coefficient de corrélation linéaire (R^2) et l'erreur quadratique moyenne (MSE) ont été utilisés comme mesures pour évaluer la performance et la précision du modèle ANN. Pour les deux bio-composites étudiés (PP30-F et PP30-P), le modèle ANN présente un écart respectif de 4 % et 3 % par rapport aux données expérimentales.

7.3. Abstract

Due to growing environmental concerns, natural fiber-based biocomposites (SNFT) have emerged as the material for eco-friendly buildings. However, their limited durability has prompted research into the experimental evaluation of the deterioration of the mechanical characteristics of SNFT biocomposites, particularly under the influence of ultraviolet rays. However, conducting tests for evaluating the mechanical properties can be time-consuming and expensive. In this study, an artificial neural network (ANN) model was employed to predict the impact performance (resistance and absorbed energy) of polypropylene reinforced with 30 wt.% short flax or wood pine fibers (referred to as PP30-F or PP30-P, respectively). Seven parameters were collected from experimental studies. The ANN input parameters comprised nondestructive test results, including mass, hardness, roughness, and natural frequencies, while

the output parameters were the maximum impact load and absorbed energy. The model was developed using the ANN toolbox in MATLAB. The linear coefficient of correlation and mean squared error were selected as the metrics for evaluating the performance function and accuracy of the ANN model. For both the PP30-F and PP30-P biocomposites, the ANN predictions deviated from the experimental data by 3 and 4% with regard to the impact load and absorbed energy, respectively.

Keywords: biocomposites; accelerated weathering; low-velocity impact response; ANN prediction.

Nomenclature

ANN: artificial neural network	MAT: materials
ASTM: American Society for Testing and Materials	MSE: mean squared error
E: energy	PP30-F: polypropylene reinforced with 30 wt.% flax fibers
Err: error	PP30-P: polypropylene reinforced with 30 wt.% pine fibers
F: load	R: linear correlation coefficient
f_b: bending frequency	Ra: mean rugosity
f_t: torsion frequency	SNFT: short natural fiber-reinforced thermoplastic
H: hardness	UV: ultraviolet
IET: impulse excitation technique	
M: mass	

7.4. Introduction

Over the past two decades, biocomposite thermoplastics reinforced with short fibers obtained via injection molding (SNFT) have attracted considerable attention [1,2]. They are widely used in various industries, including construction, automotive, and packaging [3,4]. SNFT biocomposites offer highly-specific mechanical properties and are eco-friendly [5,6]. One major challenge in developing natural-fiber composites is their response to environmental factors, such as moisture, ultraviolet (UV) radiation, and heat, which can degrade their mechanical performance and limit their applicability, especially for outdoor applications [7–11].

Researchers have extensively investigated the aging of SNFTs via exposure to real climates (natural aging) [12–15] or simulated conditions in laboratory chambers (artificial aging) [5,16–19]. Accelerated aging offers advantages over natural aging, including time savings and the ability to isolate and understand individual effects of environmental factors on degradation. When SNFTs are exposed to UV rays and/or high temperatures, photooxidation reactions occur in the lignin of natural fibers, with moisture accelerating these reactions [5,20]. Photooxidation causes the splitting of the polymer chains in the thermoplastic matrix, resulting in surface microcracks that amplify the local stresses under mechanical loading [5], thereby degrading the mechanical properties of SNFTs. Additionally, photooxidation reactions cause mass loss, color changes, and alterations in surface roughness [20]. The velocity of photo-oxidation reactions in biocomposites depends on the chemical composition of the natural fibers. Peng et al. [21] investigated the impact of the chemical composition of natural fibers on the performance degradation of polypropylene reinforced with short wood fibers. They revealed that the lignin in natural fibers can act as a UV absorber, mitigating the degradation of the mechanical properties. Similarly, Nasri et al. [5] reported that biocomposites reinforced with wood pine fibers, which have high lignin content, exhibited less significant degradation in mechanical properties than flax fibers. More detailed information regarding the degradation of SNFT biocomposites under UV aging can be found in previous reviews [20,22]. Biocomposites used for exterior applications are susceptible to aging and low-velocity impacts caused by falling objects or debris. Despite this, there have been limited studies on the low-velocity impact properties of SNFTs, and no research has explored the effects of aging on the low-velocity impact properties of SNFT biocomposites [5]. Furthermore, to the best of our knowledge, no previous attempts have been made to predict the impact performance of aged biocomposites.

Artificial neural networks (ANNs) have emerged as highly effective methods for linear and nonlinear predictions concerning the mechanical properties of composite materials, considering their various constituents (such as fibers, matrix, and particles). An ANN creates predictive regression models based on experimental data [23]. Numerous researchers have successfully utilized ANN algorithms to predict the mechanical properties of biocomposite materials. For instance, Stamopoulos et al. [25] developed two ANN models trained using a multiscale methodology to predict the mechanical properties of matrix-dominated composites (for example, transverse strength, transverse stiffness, bending strength, flexural modulus, and short-beam strength), demonstrating consistency with experimental results. Yang et al. [26] developed an ANN model to predict the residual strength of carbon fiber-reinforced carbon

(CFRC) following low-velocity impacts. The model, which was trained using finite-element analysis results, accurately established a nonlinear relationship between the impact parameters and residual strength, thus reducing computational costs and time compared to traditional methods. Fan et al. [27] trained an ANN-based model using limited test data to predict the tensile strengths of composite laminates with open holes. Altabey and Noori [28] developed an artificial neural-network model for predicting the fatigue life of CFRC considering factors such as stress ratio, fiber orientation, materials, and loading conditions. Mohsin et al. [29] developed prediction models using ANN algorithms to predict the compressive strength and dry thermal conductivity of hemp-based biocomposites. Experimental records were used to train the models and demonstrate their accuracy and feasibility. These models offered significant time savings compared with laboratory tests. Zhang et al. [23] provided an in-depth overview of the use of ANNs for the mechanical modeling of composite materials. According to the literature, the use of ANN algorithms is a robust approach for modeling intricate nonlinear connections between inputs and outputs when it is challenging to obtain an accurate analytical expression.

Aging tests require numerous samples and are time-consuming and expensive. Aging (natural or artificial) requires exposure to various environmental conditions for months or even years [16,17]. Therefore, it is crucial to develop models capable of predicting time-dependent performance during aging. The models must be based on easily measurable physical indicators. Ideally, these data should be collectible directly from an actual structure causing destruction or impairing functionality. To achieve this, we aimed to develop an efficient ANN-based model for predicting the low-velocity impact properties of aged biocomposites—specifically polypropylene reinforced with short flax or pine fibers. The novelty of our approach lies in predicting low-velocity impact properties through nondestructive testing, which involves measuring parameters such as mass, hardness, roughness, and resonant frequencies, thereby providing the ANN model its originality. In this regard, the impact samples were exposed to two accelerated aging programs: UV aging in dry and humid environments. Subsequently, the changes in the properties of the biocomposites were evaluated. Finally, the proposed ANN model was validated by experimental results.

7.5. Methodology

This section summarizes the approach adopted to predict the long-term low-velocity impact properties of the PP30-F and PP30-P biocomposites subjected to accelerated weathering. The collected data were used to develop an ANN model. Two aging conditions were used in this study: aging by UV rays with or without moisture. The input parameters of the model were the mass, hardness, roughness, and natural frequencies (bending and torsion modes), and the output parameters were the maximum impact load and absorbed energy. After the ANN model was validated, such models were used to predict the impact performance (F and E). Figure 7.1 presents the methodology of this study.

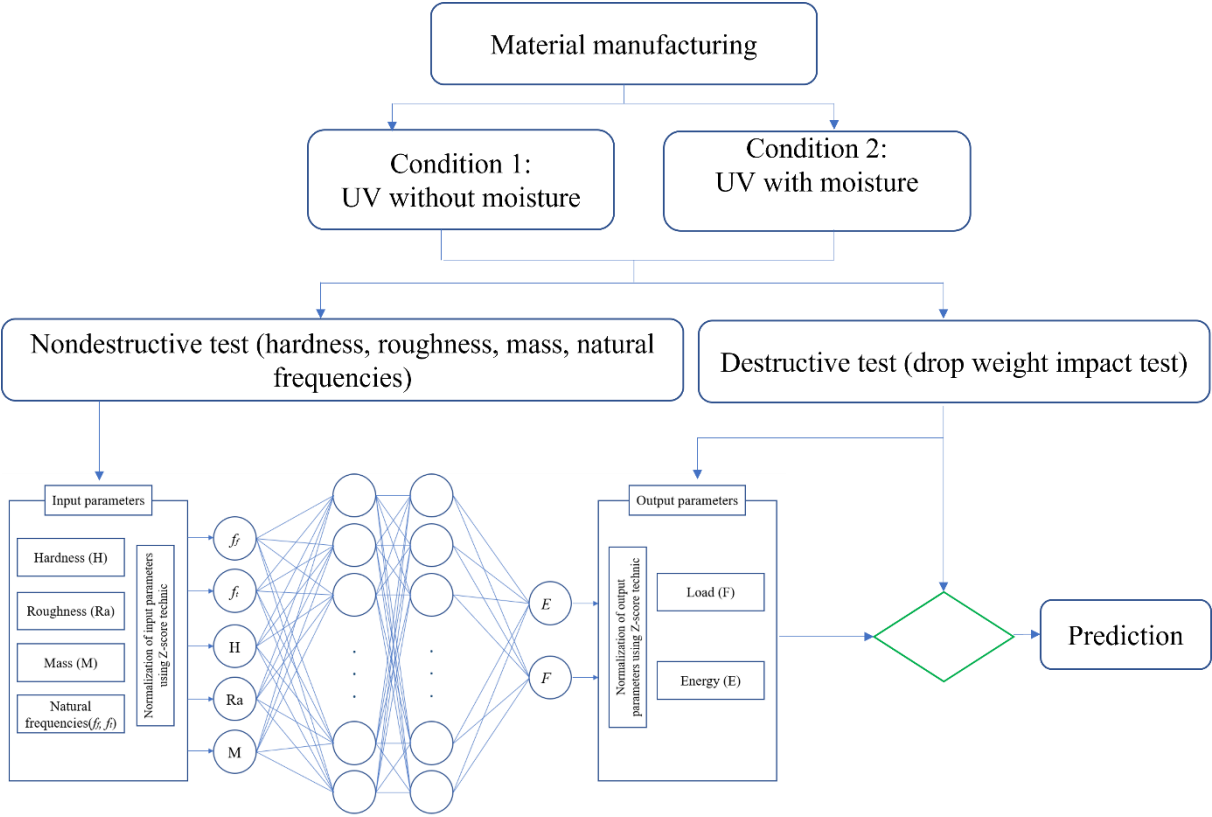


Figure 7. 1. Prediction Methodology

7.6. Experimental Part

7.6.1. material and manufacturing

The materials used in this study were biocomposites of polypropylene reinforced with either 30 wt.% flax fiber (FF30P233-00) or 30 wt.% pine wood fiber (WP30P233-00) purchased from Rhotech Inc. (Whitmore Lake, MI, USA). Flax fibers differ from pine fibers with regard to their

chemical and geometric compositions. Flax fibers are rich in cellulose and have a higher length-to-diameter (L/d) ratio than pine fibers [5], whereas pine fibers are richer in lignin than flax fibers. This difference in fiber composition may influenced the mechanical and aging properties of the studied short-fiber composites.

A 100-ton press (Zhafir Zeres series ZE900/210, Haitian Inc.) was employed to perform injection molding of the impact samples, in accordance with the ASTM D-2856 standard. The injection temperature was maintained at 200 °C. To prevent the occurrence of microvoids and porosity in the samples post-injection, the biocomposite granules were dried at 80 °C for 2 h prior to injection.

7.6.2. Condition

Two environmental conditions were considered in this study:

- Condition 1 (UV without moisture): The samples were subjected to UV aging using UVA-340 fluorescent lamps emitting irradiance at a wavelength of 340 nm. Aging was performed using a QUV/SE aging apparatus (Q-Lab Co., USA). Over a period of two months, the samples were exposed to 8 h of UV radiation each day at an irradiance of 1.55 W/m², and the temperature was maintained at 60 °C.
- Condition 2 (UV with moisture): The samples were subjected to the same conditions as Condition 1 for two months. However, after each UV exposure at 60 °C, the samples were subjected to 4 h of water condensation at 50 °C.

7.6.3. Experimental tests

The mass, roughness, natural frequency, hardness, and impact properties were determined via an electronic scale, confocal microscopy, the impulse excitation technique (IET), a hardness test, and drop-weight impact tests, respectively. The details of each test (device and measurement method) are presented in Table 7.1. The equipment and samples used in this study are presented in Figure 7.2.

Table 7. 1.. Test and characterization method for SNFT bio-composites

Test	Method	Machine	Properties
Physical properties			
Mass measurement	By wight	Electronic scale Accuracy 10^{-3} g	M (kg)
Roughness measurement	Laser surface scan	3D laser confocal microscope (Keyence, Canada)	Ra (mm)
IET	ASTM E-1876-09	IMCE machine Signal-processing software: Resonant Frequency and Damping Analyzer (RFDA)	f (Hz)
Mechanical properties			
Hardness test	ASTM E329	810-124: HM-100 Economical manual type	H (HRC)
Drop-weight impact test	ASTM D-5628	Instron machine Model CEAST 9350, 22-kN load cell initial impact energy of 5 J, mass of impactor: 5.4 kg	F ($\text{kg}\cdot\text{m}\cdot\text{s}^{-2}$), E (J)



Figure 7. 2. The equipment and samples used: 1- injection moulding machine; 2- accelerated weathering machine; 3- an unaged and aged PP30-F samples example; 4- impulse excitation technic device; 5- 3d confocal microscopy device; 6- Hardness machine; 7- Drop weight impact machine

7.7. Artificial neural network (ANN)

An ANN is a network composed of perceptron cells linked by weighted interactions. Figure 7.3 presents the architecture of the ANN used in this study, which was divided into three parts: input, hidden, and output layers. The model was developed using the ANN toolbox implemented in MATLAB R2020 software. Before the ANNs were trained, the data were normalized to the range of -1 to $+1$ using the Z-score technique. This was done to ensure consistency with the transfer function used in the hidden and output layers. Then, the ANN models were trained, tested, and validated using a backpropagation algorithm. Subsequently, a set of data (input data and the corresponding output values) was applied to the developed ANN model to calibrate the weighting factors. A test set was used to select the best ANN through the calculation of the linear correlation coefficient (R^2) and mean squared error (MSE).

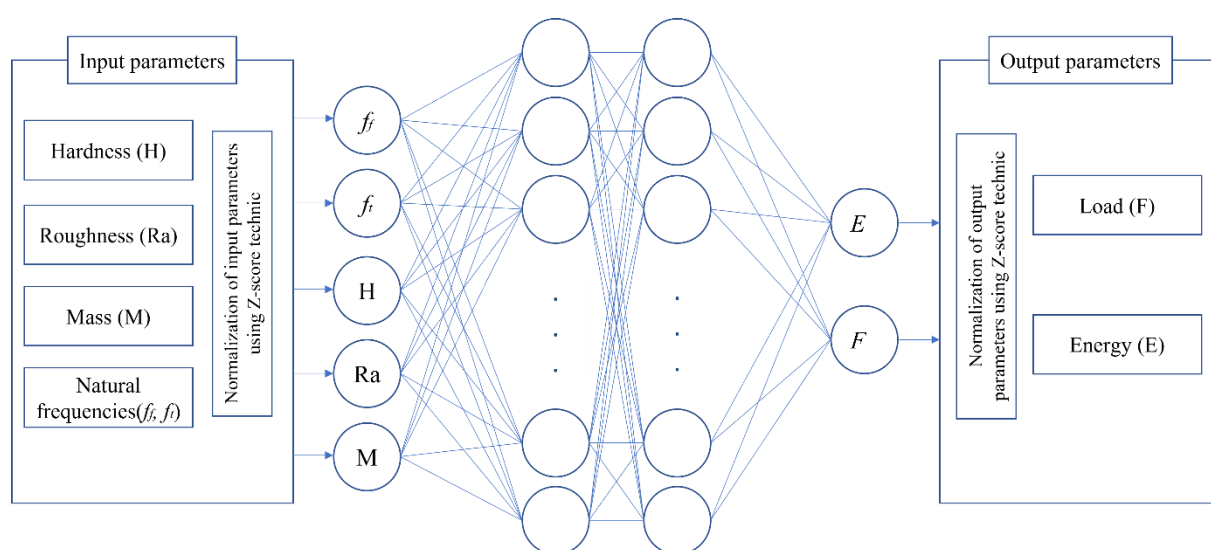


Figure 7. 3. Architecture of ANN algorithm

A database was constructed on the basis of the experimental results. It included 70 sets of data used to validate the ANN model for predicting the impact performance (maximum load and absorbed energy, that is, F and E, respectively) of the biocomposites. Initially, six input parameters were selected: the hardness (H), mean roughness (Ra), and natural frequencies (torsion and bending modal, i.e., f_i and f_b , respectively).

7.8. Results and discussion

7.8.1. Experimental results

The evaluation results are presented in Table 7.2. Both biocomposites exhibited changes in their physical and mechanical properties over time. These changes were more significant under the second treatment (UV irradiation with moisture), possibly because photooxidation reactions are the main contributors to SNFT property degradation [5] and that moisture accelerates these reactions [20]. Consequently, a higher degree of degradation was observed under the second condition (UV irradiation with moisture) for both materials.

7.8.1.1. Mass loss

The masses of the samples decreased with an increase in the exposure time for both conditions (UV with and without moisture). These mass losses were mainly due to the degradation of natural fibers by photo-oxidation reactions [20].

7.8.1.2. Hardness

Prior to aging, the PP30-F biocomposites exhibited higher hardness than the PP30-P biocomposites; the corresponding hardness values were $H = 9.12$ and 8.72 HRC, respectively. After aging, a reduction in the hardness was observed for both materials, as shown in Figure 7.4. However, after 1440 h of UV exposure under dry conditions, the measured hardness of the PP30-F biocomposite was 6.21 HRC, while that of the PP30-P biocomposite was 6.44 HRC. Similarly, under humid conditions, the corresponding values were 5.54 and 5.71 HRC, respectively. This reduction is mainly attributed to the scission of the polymer chains, which led to the formation of surface cracks and embrittlement of the material. The number of chain scissions increased with the exposure time, resulting in shorter polymer chains and degradation of all the mechanical properties. PP30-P exhibited a smaller hardness loss than PP30-F, which can be explained by the antioxidant effect of the lignin in pine fibers [29].

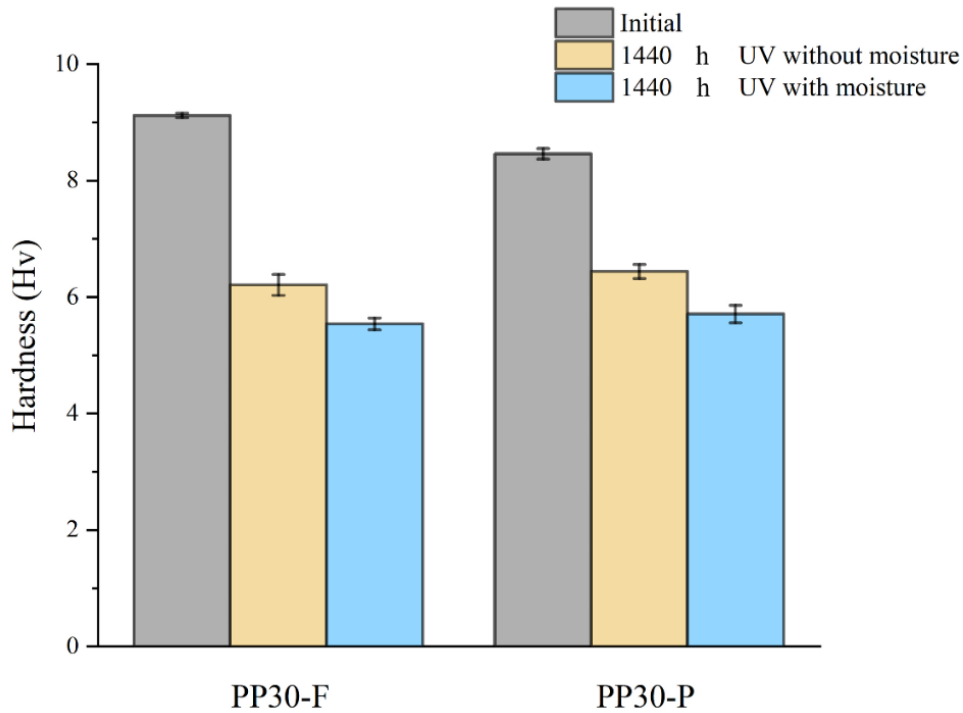


Figure 7. 4. The average hardness of unaged and aged PP30-F and PP30-P bio-composites after 1440 h of exposure

7.8.1.3. Roughness

The measured results for the surface roughness presented in Figure 7.5 indicate that both biocomposites initially had smooth and intact surfaces with a roughness of approximately 2.5 μm . However, after UV exposure in dry or moist conditions, both biocomposites exhibited rough surfaces. The increase in the surface roughness of the UV-exposed biocomposites is attributed to polymer-chain scission resulting from photo-oxidation. Polymer-chain scission is also responsible for the formation of microcracks on the surface of SNFT biocomposites during aging [20]. The PP30-P biocomposite exhibited fewer large cracks than the PP30-F biocomposite under both conditions. The lignin content of pinewood fibers is at least seven times higher than that of flax fibers. This suggests that the presence of lignin in pinewood had an antioxidant effect, delaying surface degradation, as previously reported [5]. After 1440 h of UV exposure in dry conditions, the average roughness (Ra) measured for the PP30-F biocomposite was 19.86 μm , and that for the PP30-P biocomposite was 10.02 μm . Similarly, the corresponding values for humid conditions were 32.41 and 16.73 μm , respectively.

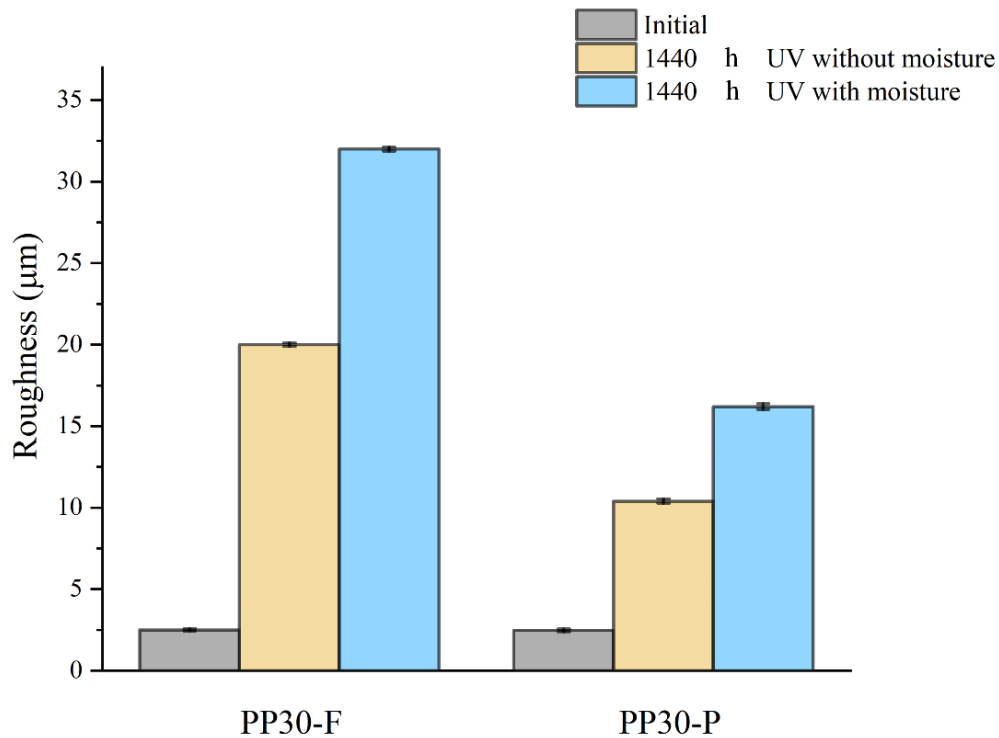


Figure 7. 5. The average roughness of unaged and aged PP30-F and PP30-P bio-composites after 1440 h of exposure

7.8.1.4. Frequencies

Figure 7.6 shows the natural frequencies of the unaged and aged biocomposite samples at 1440 h. The results indicate reductions in the natural frequencies. The UV irradiation was reduced the resonant frequencies of the composites by degrading the polymer materials in both the matrix and the reinforcing fibers. In the case of UV aging combined with moisture, the resonant-frequency reduction was accelerated. Photooxidation causes the splitting of the polymer chains of the thermoplastic matrix, resulting in surface microcracks. When composites are exposed to moisture, water can be absorbed by natural fibers or by the interfaces between the fibers and matrix. This water absorption causes swelling of the fibers and matrix, which affects the fiber–matrix adhesion and the mechanical properties of the composite, reducing the resonant frequency.

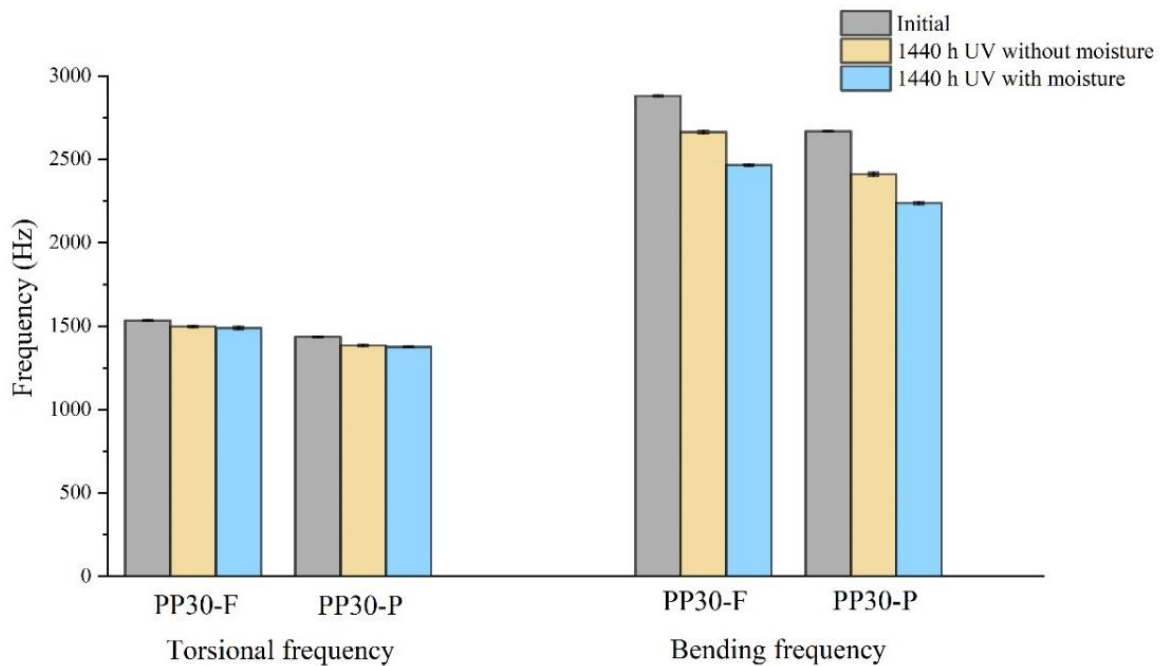


Figure 7. 6. The bending and torsional frequencies of unaged and aged PP30-F and PP30-P biocomposites after 1440 h of exposure

7.8.1.5. Impact properties

The low-velocity impact properties, such as the maximum load and absorbed energy of aged biocomposites were studied to evaluate the effects of aging on their behavior under impact loads. The results (Figures 7.7 and 7.8) indicated significant changes in these properties with an increase in the exposure time, which are mainly attributed to the formation of microsurface cracks during the aging of the biocomposite samples. These microcracks acted as initiation points for damage under an impact load, amplifying the local stresses within the biocomposites. The amplification of local stresses resulting from surface microcracks reduced the strength and absorbed energy of the aged biocomposites.

The PP30-P biocomposites exhibited less degradation than the PP30-F biocomposites with regard to their impact properties. This difference is attributed to the antioxidant effect of the lignin present in wood pine fibers. Lignin suppresses crack propagation during impact by delaying the initiation and evolution of surface microcracks.

Prior to aging, the PP30-F biocomposites exhibited higher load than the PP30-P biocomposites, with a maximum load (F) of 951.72 N and energy absorption (E) of 3.86 J, compared with a maximum load of 862.28 N and energy absorption of 4.21 J for PP30-P. However, after aging,

the PP30-F biocomposites exhibited more significant degradation in both properties. After 1440 h of exposure, the PP30-F biocomposites exhibited a maximum load of 798.84 N and energy absorption of 3.25 J in the first condition (UV without moisture) and a maximum load of 867.18 N and energy absorption of 3.78 J in the second condition (UV with moisture). Meanwhile, the PP30-P biocomposites exhibited a maximum load of 760.82 N and energy absorption of 3.11 J in the first condition and a maximum load of 749.94 N and energy absorption of 3.68 J in the second condition.

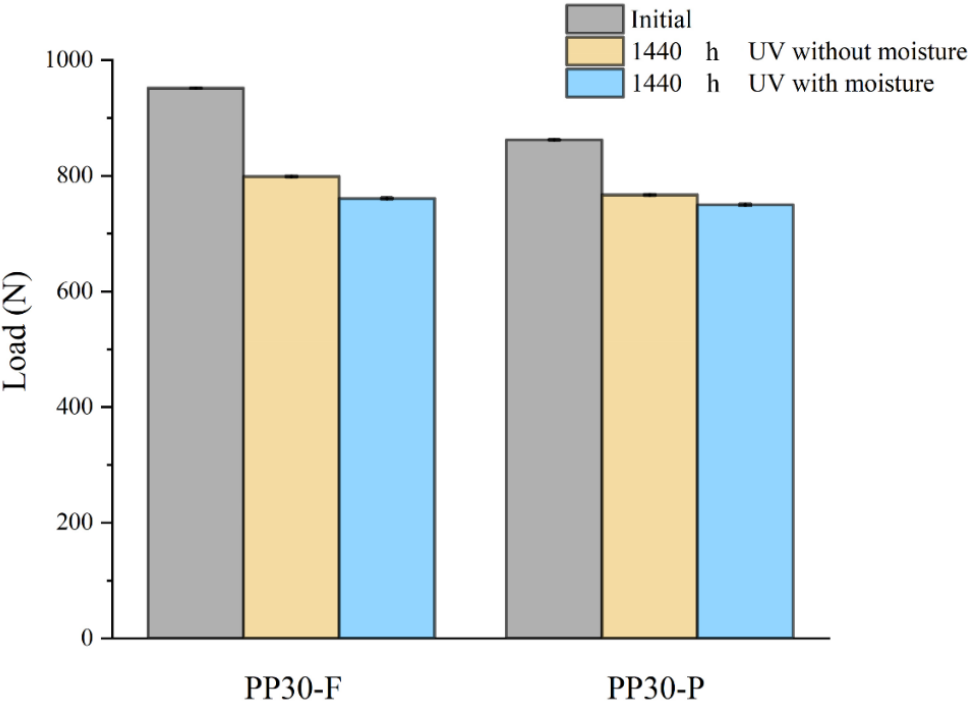


Figure 7. 7. The maximum impact load of unaged and aged PP30-F and PP30-P bio-composites after 1440 h of exposure

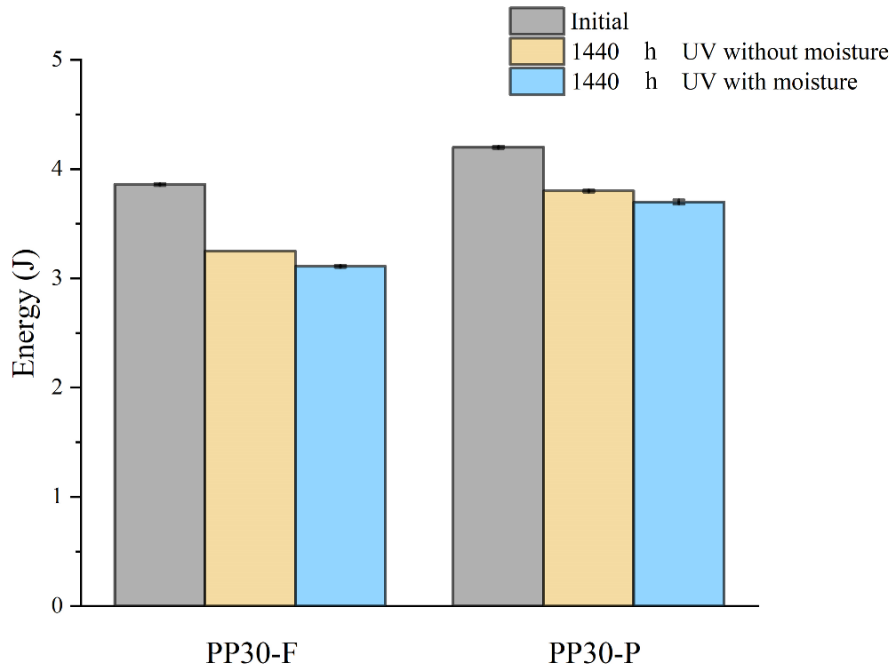


Figure 7. 8. The absorbed energy of unaged and aged PP30-F and PP30-P bio-composites after 1440 h of exposure

Table 2 presents the experimental results for the physical and mechanical properties.

Table 7. 2. Experimental data results

Mat	Condition	Time (Hour)	M (g)	H	Ra	f_t	f_b	F	E
				(HRC)	(mm)	(Hz)	(Hz)	(N)	(J)
PP30-F	UV without moisture	0	9.706 (0.01)	9.12 (0.12)	2.5 (0.01)	1534 (3.45)	2880 (9.51)	951.72 (1.12)	3.86 (0.01)
		120	9.706 (0.02)	8.87 (0.15)	2.8 (0.02)	1530 (10.12)	2887 (9.29)	920.17 (1.18)	3.78 (0.02)
		240	9.702 (0.01)	8.14 (0.21)	3.4 (0.02)	1531 (3.77)	2886 (4.37)	900.51 (1.28)	3.69 (0.02)
		320	9.701 (0.02)	7.92 (0.18)	6.6 (0.02)	1518 (7.48)	2815 (6.29)	894.74 (2.32)	3.61 (0.02)
		480	9.548 (0.04)	7.82 (0.09)	7.8 (0.01)	1502 (3.45)	2755 (7.48)	861.93 (1.78)	3.56 (0.03)
		640	9.341 (0.02)	7.48 (0.19)	9.4 (0.03)	1504 (6.48)	2743 (5.59)	825.46 (1.81)	3.50 (0.03)
		720	9.137 (0.01)	7.25 (0.21)	13 (0.02)	1499 (8.55)	2733 (7.88)	819.36 (1.89)	3.44 (0.03)
		1440	9.012 (0.01)	6.21 (0.22)	19.86 (0.02)	1498 (6.84)	2663 (6.79)	798.84 (2.22)	3.25 (0.02)
		UV with moisture	120	9.704 (0.01)	6.91 (0.15)	4.1 (0.02)	1532 (8.87)	2856 (7.59)	900.14 (1.56)
	240		9.698 (0.02)	6.74 (0.18)	6.4 (0.01)	1530 (7.13)	2764 (8.49)	873.82 (4.27)	3.62 (0.01)
	320		9.645 (0.04)	6.51 (0.19)	11.6 (0.03)	1501 (9.44)	2667 (8.71)	844.84 (3.48)	3.48 (0.01)

PP30-P	UV without moisture	480	9.412 (0.02)	6.45 (0.21)	12.5 (0.01)	1500 (3.19)	2565 (4.14)	825.51 (1.12)	3.39 (0.02)
		640	9.104 (0.04)	6.22 (0.11)	18 (0.01)	1495 (8.42)	2529 (8.46)	802.52 (1.29)	3.22 (0.02)
		720	9.016 (0.02)	6.01 (0.17)	26 (0.02)	1493 (8.42)	2486 (8.46)	795.59 (3.82)	3.18 (0.02)
		1440	8.802 (0.03)	5.54 (0.14)	32.41 (0.02)	1490 (9.43)	2466 (7.68)	760.82 (2.32)	3.11 (0.02)
	UV with moisture	0	9.892 (0.03)	8.72 (0.18)	2.47 (0.03)	1436 (7.12)	2668 (6.41)	862.3 (3.72)	4.2 (0.01)
		120	9.870 (0.03)	8.45 (0.19)	3.00 (0.03)	1415 (9.28)	2610 (9.11)	822.15 (2.32)	4.15 (0.01)
		240	9.841 (0.02)	8.11 (0.27)	4.47 (0.03)	1416 (6.66)	2630 (9.34)	816.2 (4.32)	4 (0.02)
		320	9.832 (0.01)	7.85 (0.24)	5.56 (0.02)	1403 (9.65)	2560 (9.40)	804.74 (2.32)	4.01 (0.02)
		480	9.800 (0.02)	7.64 (0.19)	6.71 (0.02)	1388 (8.41)	2501 (3.54)	802.9 (2.42)	3.9 (0.01)
		640	9.394 (0.04)	7.45 (0.21)	7.91 (0.02)	1389 (8.37)	2490 (8.41)	791.44 (3.42)	3.88 (0.02)
		720	9.234 (0.02)	7.12 (0.17)	8.41 (0.01)	1385 (9.35)	2480 (8.19)	780.6 (1.77)	3.9 (0.03)
		1440	9.108 (0.03)	6.44 (0.19)	10.02 (0.01)	1384 (7.19)	2411 (8.38)	767.2 (2.82)	3.8 (0.02)
		120	9.801 (0.02)	8.24 (0.22)	3.13 (0.03)	1417 (8.48)	2600 (10.21)	820.18 (1.68)	4.14 (0.01)
		240	9.851 (0.01)	7.81 (0.27)	3.27 (0.03)	1415 (6.61)	2510 (4.68)	783.9 (3.91)	4 (0.01)
320	9.762 (0.02)	7.57 (0.29)	4.15 (0.03)	1387 (6.39)	2415 (5.79)	780.21 (3.10)	3.87 (0.01)		
480	9.571 (0.04)	6.94 (0.21)	5.16 (0.03)	1386 (7.55)	2315 (9.12)	775.00 (1.88)	3.8 (0.02)		
640	9.115 (0.02)	6.64 (0.12)	10.4 (0.02)	1381 (8.49)	2280 (9.11)	770.74 (2.94)	3.80 (0.01)		
720	9.104 (0.02)	6.21 (0.28)	12.5 (0.02)	1379 (7.22)	2238 (4.51)	766.8 (1.11)	3.8 (0.01)		
1440	9.011 (0.03)	5.71 (0.21)	16.73 (0.01)	1376 (6.75)	2238 (7.64)	749.9 (1.22)	3.7 (0.03)		

Values in parentheses are standard deviation.

7.8.2. ANN approach

7.8.2.1. ANN model validation

The performance of the ANN model was evaluated according to the convergence of the MSE. The best validation performance was observed after four epochs (MSE = 22). Figures 7.9 and 7.10 present plots of the linear regression coefficients. As shown, the model fit the data well; the global correlation coefficients (R) in the case of PP30-F were 0.999 for training, 0.997 for testing, and 0.999 for validation, and in the case of PP30-P, they were 0.997, 0.999, and 0.999, respectively. In addition, the training, testing, and validation stages of the model for prediction

were positive. This suggests that the model learned effectively, generalized well to new data, and didn't overfit the training dataset. It indicates a promising performance and adds credibility to the model's ability to make accurate predictions.

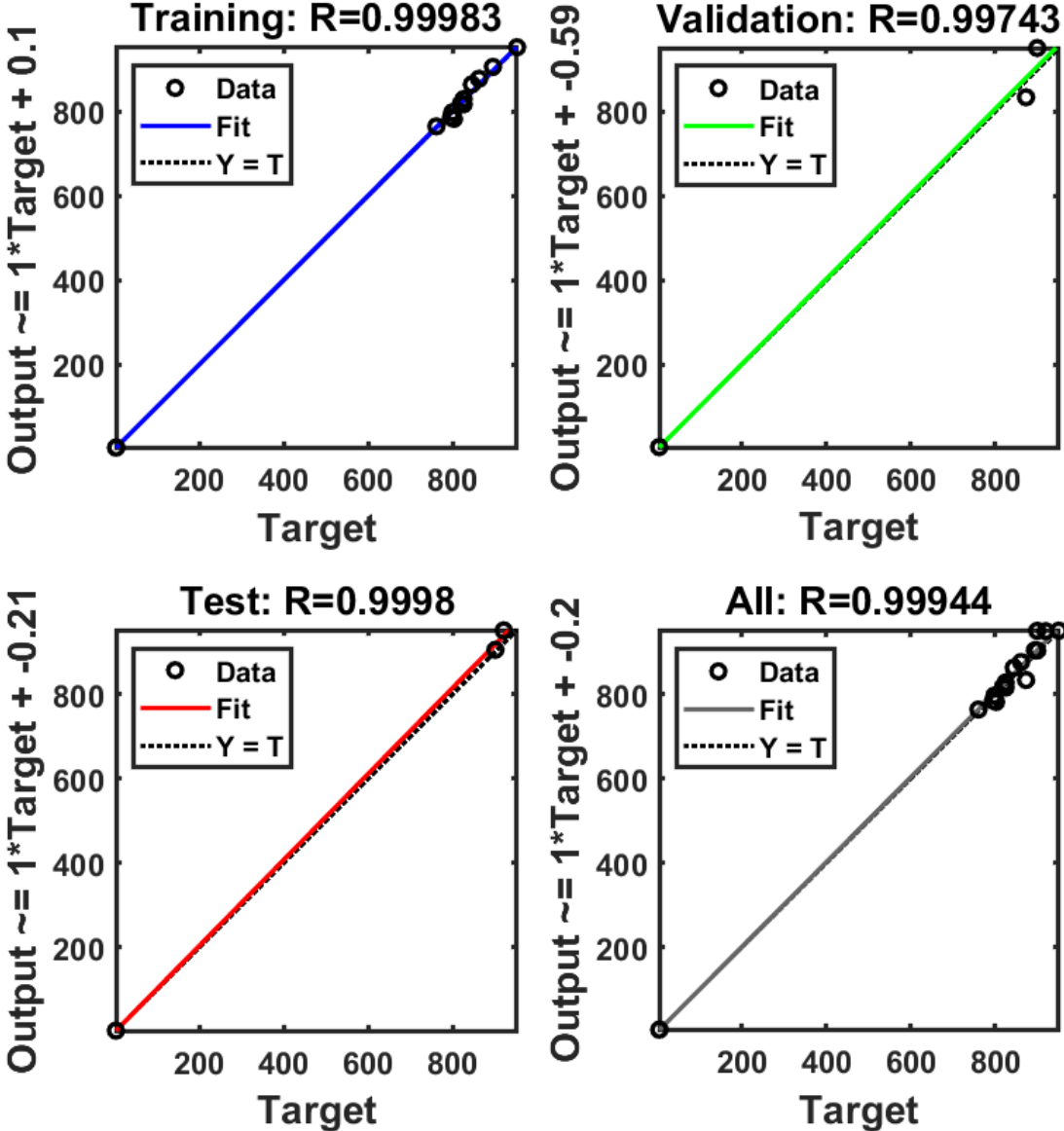


Figure 7. 9. Linear coefficient regression of the ANN model (PP30-F)

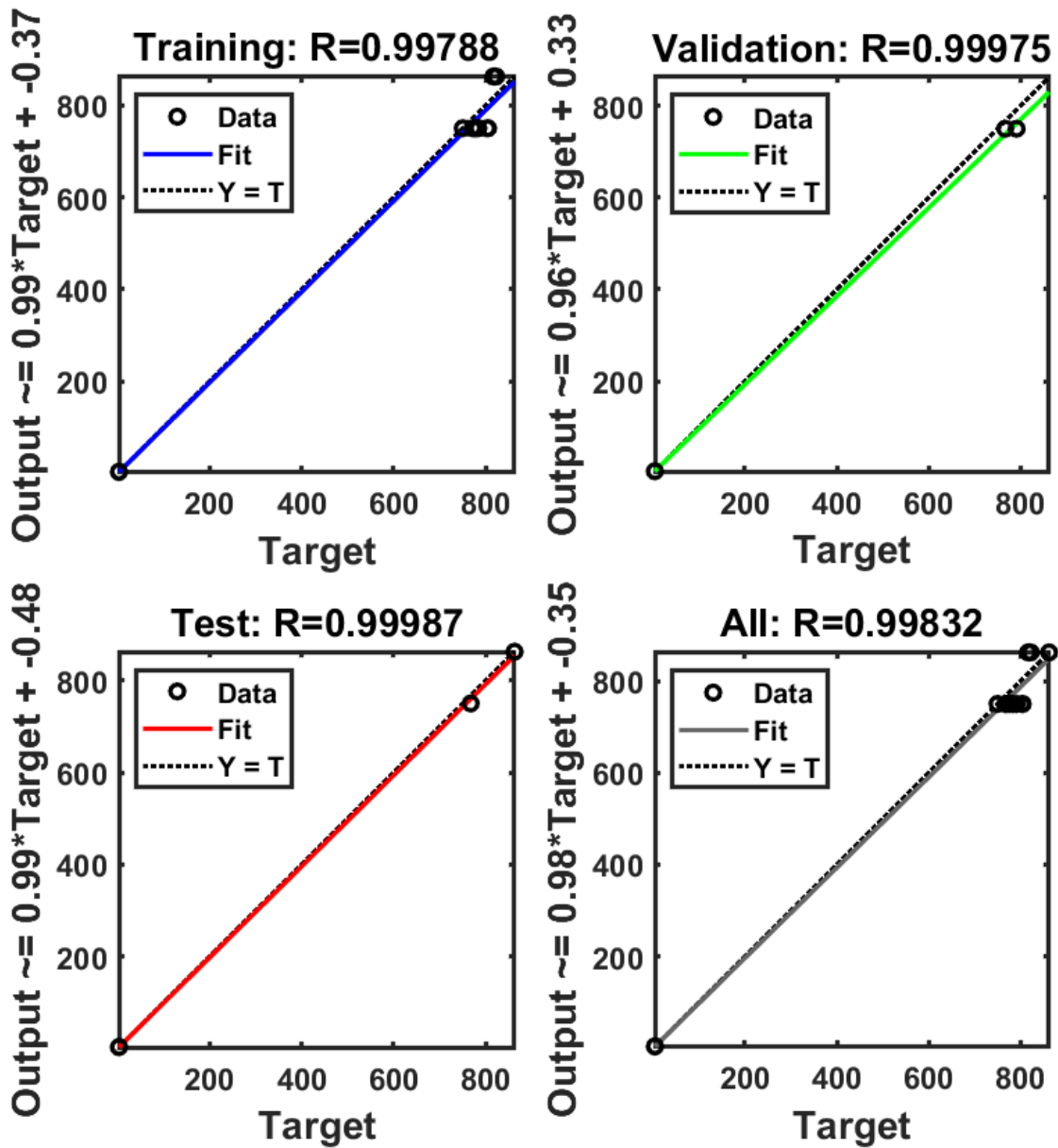


Figure 7. 10. Linear coefficient regression of the ANN model (PP30-P)

7.8.2.2. Prediction

Figures 7.11 and 7.12 present comparisons between the prediction results of the ANN model and the experimentally obtained results. Overall, the proposed model provided accurate results. The ANN results agreed well with the experimental data concerning the impact load and energy absorbed, with maximum errors of 3 and 4%, respectively. Thus, our model can accurately predict the mechanical impact performance of aged SNFT biocomposites.

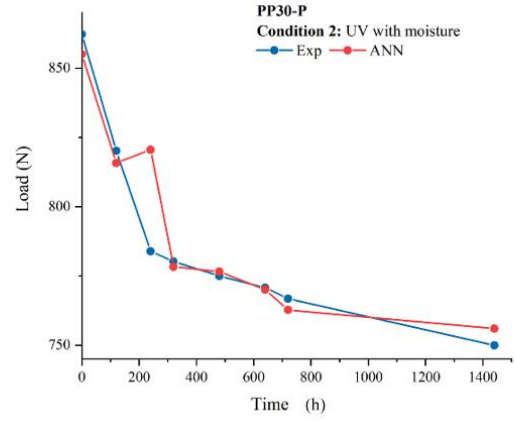
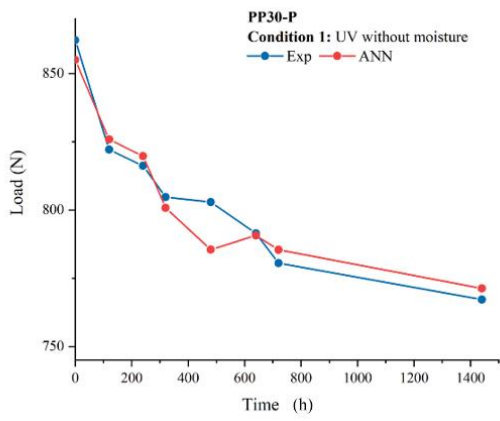
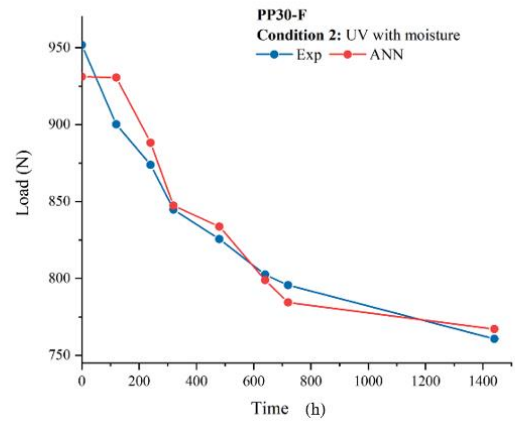
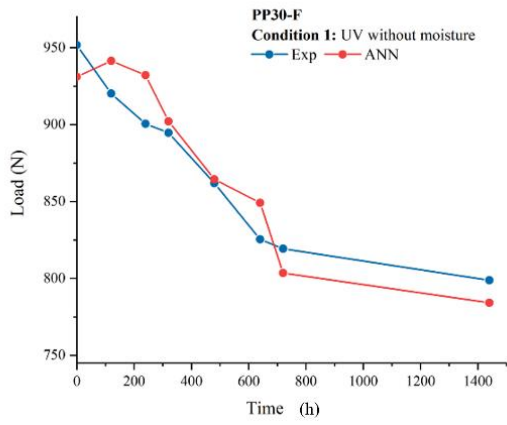


Figure 7. 11. Comparison between experimental and ANN concerning (Load)

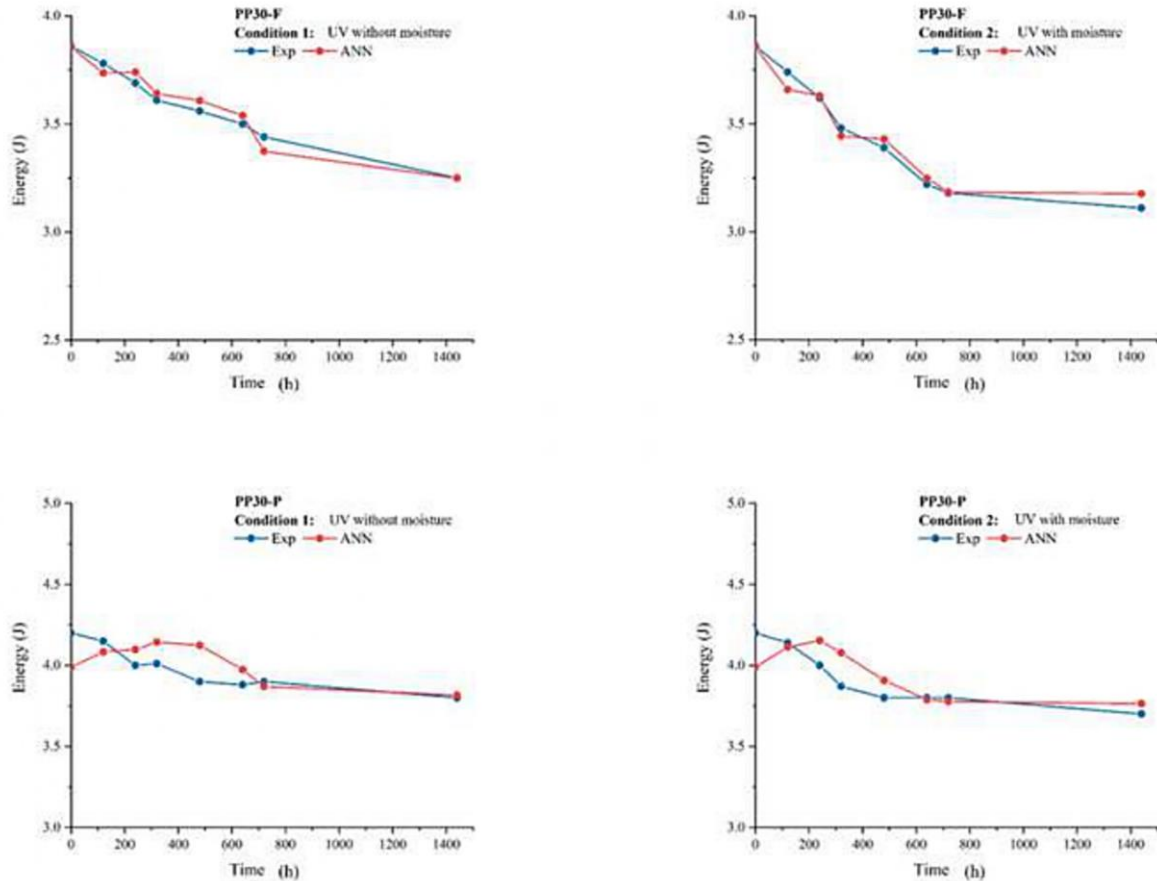


Figure 7.12. Comparison between experimental and ANN concerning (Energy)

7.9. Conclusion

In external applications, biocomposites are vulnerable to environmental aging and low-velocity impacts. Aging reduces the resistance of biocomposites to low-impact collisions. Thus, for avoiding damage, it is important to predict the impact resistance of aged biocomposites.

In this study, a novel ANN prediction model was developed to predict the durability of aged biocomposites with regard to their impact properties. This network was applied to two biocomposite materials (polypropylene reinforced with 30 wt.% flax or pine fibers) under two environmental conditions (UV aging in a dry or moist environment). Unaged and aged biocomposites were evaluated via nondestructive tests, such as mass, hardness, roughness, and IET tests, as well as destructive tests (low-velocity impact tests) to evaluate these properties with respect to the exposure time. The results indicated that all the mechanical properties were degraded after aging. The degradation was more significant under Condition 2 (UV with moisture) than under Condition 1 (UV without moisture). Moreover, PP30-F exhibited a higher degree of degradation than PP30-P under both conditions. Subsequently, the impact properties

of the two composite materials (strength and absorbed impact energy) were predicted using the developed ANN algorithm, for which nondestructive test results were used as inputs. The proposed ANN model proved to be a reliable prediction tool, as indicated by strong agreement between the experimental and predicted results. The correlation coefficient R was 0.999 for the two biocomposites.

Acknowledgements

The authors thank the National Sciences and Engineering Research Council of Canada for funding this research.

References

- [1] Pickering KL, Efendy MGA, Le TM. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2016;83:98–112. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.038>.
- [2] Blais P, Toubal L. Single-Gear-Tooth Bending Fatigue of HDPE reinforced with short natural fiber. *Int J Fatigue* 2020;141. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.105857>.
- [3] Nurazzi NM, Asyraf MRM, Khalina A, Abdullah N, Aisyah HA, Rafiqah SA, et al. A review on natural fiber reinforced polymer composite for bullet proof and ballistic applications. *Polymers (Basel)* 2021;13:1–42. <https://doi.org/10.3390/polym13040646>.
- [4] Lau K tak, Hung P yan, Zhu MH, Hui D. Properties of natural fibre composites for structural engineering applications. *Compos Part B Eng* 2018;136:222–33. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.10.038>.
- [5] Nasri K, Toubal L, Koffi D. *Composites Part C: Open Access Influence of UV irradiation on mechanical properties and drop-weight impact performance of polypropylene biocomposites reinforced with short flax and pine fibers* 2022;9. <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2022.100296>.
- [6] Koffi A, Koffi D, Toubal L. Mechanical properties and drop-weight impact performance of injection-molded HDPE/birch fiber composites. *Polym Test* 2021;93:106956. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106956>.

- [7] Kallakas H, Ayansola GS, Tumanov T, Goljandin D, Poltimäe T, Krumme A, et al. Influence of Birch False Heartwood on the physical and mechanical properties of wood-plastic composites. *BioResources* 2019;14:3554–66. <https://doi.org/10.15376/biores.14.2.3554-3566>.
- [8] Mejri M, Toubal L, Cuillière JC, François V. Hygrothermal aging effects on mechanical and fatigue behaviors of a short- natural-fiber-reinforced composite. *Int J Fatigue* 2018;108:96–108. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.11.004>.
- [9] Sodoke FK, Toubal L, Laperrière L. Hygrothermal effects on fatigue behavior of quasi-isotropic flax/epoxy composites using principal component analysis. *J Mater Sci* 2016;51:10793–805. <https://doi.org/10.1007/s10853-016-0291-z>.
- [10] Matuana LM, Jin S, Stark NM. Ultraviolet weathering of HDPE/wood-flour composites coextruded with a clear HDPE cap layer. *Polym Degrad Stab* 2011;96:97–106. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2010.10.003>.
- [11] Nagaraja S, Bindiganavile Anand P, Mahadeva Naik RN, Gunashekar S. Effect of aging on the biopolymer composites: Mechanisms, modes and characterization. *Polym Compos* 2022:1–11. <https://doi.org/10.1002/pc.26708>.
- [12] Fabiyi JS, McDonald AG, Wolcott MP, Griffiths PR. Wood plastic composites weathering: Visual appearance and chemical changes. *Polym Degrad Stab* 2008;93:1405–14. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2008.05.024>.
- [13] Thirmizir MZA, Ishak ZAM, Taib RM, Rahim S, Jani SM. Natural Weathering of Kenaf Bast Fibre-Filled Poly(Butylene Succinate) Composites: Effect of Fibre Loading and Compatibiliser Addition. *J Polym Environ* 2011;19:263–73. <https://doi.org/10.1007/s10924-010-0272-2>.
- [14] Belec L, Nguyen TH, Nguyen DL, Chailan JF. Comparative effects of humid tropical weathering and artificial ageing on a model composite properties from nano- to macro-scale. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2015;68:235–41. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.09.028>.
- [15] Soccalingame L, Perrin D, Bénézet JC, Bergeret A. Reprocessing of UV-weathered wood flour reinforced polypropylene composites: Study of a natural outdoor exposure. *Polym Degrad Stab* 2016;133:389–98. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2016.09.011>.

- [16] Badji C, Beigbeder J, Garay H, Bergeret A, Bénézet JC, Desauziers V. Exterior and under glass natural weathering of hemp fibers reinforced polypropylene biocomposites: Impact on mechanical, chemical, microstructural and visual aspect properties. vol. 148. Elsevier Ltd; 2018. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2017.12.015>.
- [17] Badji C, Beigbeder J, Garay H, Bergeret A, Bénézet JC, Desauziers V. Correlation between artificial and natural weathering of hemp fibers reinforced polypropylene biocomposites. *Polym Degrad Stab* 2018;148:117–31. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2018.01.002>.
- [18] Peng Y, Liu R, Cao J, Chen Y. Effects of UV weathering on surface properties of polypropylene composites reinforced with wood flour, lignin, and cellulose. *Appl Surf Sci* 2014;317:385–92. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.08.140>.
- [19] Stark NM, Matuana LM. Ultraviolet weathering of photostabilized wood-flour-filled high-density polyethylene composites. *J Appl Polym Sci* 2003;90:2609–17. <https://doi.org/10.1002/app.12886>.
- [20] Azwa ZN, Yousif BF, Manalo AC, Karunasena W. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Mater Des* 2013;47:424–42. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.11.025>.
- [21] Peng Y, Liu R, Cao J, Chen Y. Effects of UV weathering on surface properties of polypropylene composites reinforced with wood flour, lignin, and cellulose. *Appl Surf Sci* 2014;317:385–92. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.08.140>.
- [22] Andrew JJ, Dhakal HN. Sustainable biobased composites for advanced applications: recent trends and future opportunities – A critical review. *Compos Part C Open Access* 2022;7:100220. <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2021.100220>.
- [23] Zhang Z, Friedrich K. Artificial neural networks applied to polymer composites: A review. *Compos Sci Technol* 2003;63:2029–44. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00106-4](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00106-4).
- [24] H M, Rangappa SM, Gapsari F, Siengchin S, Marwani HM, Khan A, et al. Effect of bio-fibers and inorganic fillers reinforcement on mechanical and thermal characteristics on carbon-kevlar-basalt-innegra fiber bio/ synthetic epoxy hybrid composites. *J Mater Res Technol* 2023;23:5440–58. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.02.162>.

- [25] Stamopoulos AG, Tserpes KI, Dentsoras AJ. Quality assessment of porous CFRP specimens using X-ray Computed Tomography data and Artificial Neural Networks. *Compos Struct* 2018;192:327–35. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.02.096>.
- [26] Yang B, Fu K, Lee J, Li Y. Artificial Neural Network (ANN)-Based Residual Strength Prediction of Carbon Fibre Reinforced Composites (CFRCs) After Impact. *Appl Compos Mater* 2021;28:809–33. <https://doi.org/10.1007/s10443-021-09891-1>.
- [27] Fan HT, Wang H. Predicting the Open-Hole Tensile Strength of Composite Plates Based on Probabilistic Neural Network. *Appl Compos Mater* 2014;21:827–40. <https://doi.org/10.1007/s10443-014-9387-2>.
- [28] Altabey WA, Noori M. Fatigue life prediction for carbon fibre/epoxy laminate composites under spectrum loading using two different neural network architectures. *Int J Sustain Mater Struct Syst* 2017;3:53. <https://doi.org/10.1504/ijsmss.2017.10013394>.
- [29] Khan MA, Aslam F, Javed MF, Alabduljabbar H, Deifalla AF. New prediction models for the compressive strength and dry-thermal conductivity of bio-composites using novel machine learning algorithms. *J Clean Prod* 2022;350:131364. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.131364>.

CHAPITRE 8 : CONCLUSION GÉNÉRALE

La dégradation des bio-composites thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles de Lin et Pin sous l'effet des rayons UV a été bien détaillée dans ce travail. Cela comprend l'effet sur les changements chimiques, les changements de couleur, les propriétés mécaniques et les propriétés d'impact à basse vitesse :

- Les différentes propriétés et la dégradabilité des fibres naturelles sont influencées par les différents polymères de leur paroi cellulaire, avec une corrélation entre la présence de cellulose cristalline et la rigidité de la fibre, et entre la lignine et la dégradation par rayon UV. L'étude a également montré que les fibres de Pin, riches en lignine, subissent plus de réactions de photo-oxydation que les fibres PP30-F sous l'effet des rayons UV.
- Les PP30-F présentent plus de changement de couleur que les PP30-P en raison de l'augmentation de la luminosité causée par le phénomène de photoblanchiment. Ce phénomène est dû à la perte de la teneur en méthoxyle de la lignine, à la photodissociation des liaisons carbone-carbone et à la formation de groupements chromophobes à base de carbonyle. En résumé, la composition chimique différente de la lignine dans les fibres naturelles Lin et Pin affecte la façon dont les bio-composites réagissent aux rayons UV, ce qui se manifeste par un changement de couleur différent.
- Les réactions de photo-oxydation entraînent des fissures superficielles et des surfaces rugueuses dans les bio-composites. La fibre de lin riche en cellulose a entraîné plus de microfissures et de rugosité de surface dans les PP30-F par rapport aux PP30-P.
- Les propriétés mécaniques des bio-composites dépendent de la composition chimique et des propriétés géométriques des fibres naturelles, qui influent sur les interactions entre les fibres et la matrice. Une forte teneur en lignine dans les fibres naturelles favorise la cohésion entre les fibres et la matrice, tandis qu'un rapport longueur/diamètre élevé renforce également cette cohésion et améliore les propriétés mécaniques. Les bio-composites PP30-F ont des propriétés mécaniques supérieures aux PP30-P en raison de leur rapport longueur/diamètre plus élevé. Cependant, la teneur en lignine plus élevée des fibres de Pin a permis d'obtenir une meilleure ténacité. De plus, il convient de noter que l'interaction fibre-matrice dans les bio-composites dépend non seulement de la

composition chimique des fibres naturelles, mais aussi de la cristallinité de cette interaction (Trans-cristallinité). Une interaction plus cristalline renforce l'adhérence entre les fibres et la matrice (le cas de la fibre de Lin), ce qui se traduit par des améliorations significatives des propriétés mécaniques des bio-composites. Par conséquent, la trans-cristallinité fibre-matrice est un facteur clé à prendre en compte dans la conception et l'optimisation de ces matériaux.

- Après vieillissement, la lignine offre une protection à la fibre naturelle contre les rayons UV, réduisant ainsi la formation de microfissures superficielles au niveau des surfaces des bio-composites. Cette protection par la lignine contribue à la préservation des propriétés mécaniques des bio-composites, ce qui se traduit par une moindre dégradation des propriétés mécaniques des PP30-P par rapport aux PP30-F. De plus, il est important de noter que lorsque les bio-composites sont exposés à des températures atteignant environ 60°C, la lignine subit un ramollissement, permettant une réorganisation à des températures plus basses. Ce mécanisme de protection de la lignine contre les rayons UV joue un rôle essentiel dans la préservation à long terme des propriétés mécaniques des bio-composites, prolongeant ainsi leur durée de vie dans des conditions environnementales extérieures.
- En analysant les résultats de l'émission acoustique, il a été constaté que les deux matériaux (PP30-P et PP30-F) présentaient des mécanismes d'endommagement similaires, tels que la fissuration matrice-matrice, la friction matrice-matrice, la décohésion fibre-matrice et la friction fibre-matrice, même si les deux fibres naturelles avaient une structure chimique différente. La fissuration matrice-matrice était le mécanisme dominant dans les deux matériaux, bien que la décohésion soit plus importante dans les PP30-P que dans les PP30-F. Cependant, après le vieillissement, il a été découvert que les microfissures superficielles causées par le vieillissement sont la principale raison de la dégradation des propriétés mécaniques des deux bio-composites. La gravité de la dégradation dépend du nombre et de la taille de ces fissures.
- Le comportement à l'impact à basse vitesse des bio-composites SNFT dépend de la fibre naturelle utilisée et de l'interaction entre la fibre et la matrice. Les deux bio-composites ont un comportement similaire en termes d'impact à basse vitesse, avec une phase linéaire suivie d'une phase non linéaire endommagée et enfin la perforation. Cependant,

les deux matériaux ont des propriétés d'impact différentes, le PP30-F absorbant moins d'énergie que le composite de fibres de pin, car il est plus fragile.

- Les propriétés d'impact des bio-composites PP30-P sont moins dégradées par les UV que les PP30-F, en raison de la présence de lignine dans les fibres de pin.
- L'impact des bio-composites engendre des dommages permanents. Ces dommages ont été générés sous forme de fissures et d'indentation. Les dommages induits par impact augmentent en fonction de l'énergie d'impact. Aussi pour une énergie d'impact constante l'endommagement augmente en fonction du temps d'exposition.
- La modélisation du comportement à l'impact des SNFT a été assez réussie. L'accord entre les résultats du modèle et les résultats obtenus expérimentalement pour la force de contact et l'évolution temporelle de la taille des fissures était bon. Le modèle a été validé pour des impacts des structures non vieilles et vieilles.
- Les propriétés d'impact des deux matériaux composites (résistance et énergie d'impact absorbée) ont été prédites par un algorithme ANN dans lequel les résultats des tests non destructifs ont été utilisés comme entrées. Un tel réseau ANN s'est avéré être un outil de prédiction fiable avec une excellente corrélation entre les résultats expérimentaux et les résultats prédits. Le coefficient de corrélation significatif R était de 0,999 pour les deux bio-composites.

Pour finir, cette thèse a permis d'explorer en profondeur les effets de la composition et de la géométrie des fibres sur les comportements des bio-composites à fibres courtes ainsi que leur durabilité sous l'effet des rayons UV. Toutefois, il reste encore des perspectives passionnantes à explorer pour mieux comprendre la complexité de la cristallisation du PP en présence de fibres de différentes natures, ouvrant ainsi la voie à de nouvelles avancées dans le domaine des bio-composites à base de thermoplastiques.

Futurs travaux

- **Application du modèle numérique validé pour les produits utilisés dans des applications extérieures et/ou structurales, tels que les casques de vélo**

Dans le cadre de ma recherche précédente, j'ai développé et validé un modèle numérique robuste pour prédire les propriétés des matériaux composites, en particulier des bio-composites renforcés par des fibres de lin et de pin. Forts de ces résultats prometteurs, nous envisageons

désormais d'appliquer ce modèle à des produits spécifiques destinés à des applications extérieures et structurales, tels que les casques de vélo.

L'utilisation de matériaux composites dans ces domaines exige une compréhension approfondie de leurs performances en termes de résistance, de durabilité et de légèreté. En intégrant notre modèle numérique, nous visons à optimiser la conception de ces produits, en tenant compte des conditions environnementales et des contraintes structurales auxquelles ils seront exposés. Cette approche permettra non seulement d'améliorer la sécurité et le confort des utilisateurs, mais également de contribuer à la réduction de l'empreinte environnementale de ces produits.

Nos futurs travaux consisteront à adapter et à affiner le modèle en fonction des besoins spécifiques de ces applications, à collecter des données expérimentales pour valider nos prédictions et à collaborer avec des entreprises du secteur pour mettre en œuvre ces améliorations dans la conception de produits concrets.

- Généralisation du modèle ANN pour prédire la durabilité des bio-composites, indépendamment du type de fibre

Lors de ma thèse précédente, j'ai développé avec succès un modèle basé sur les réseaux de neurones artificiels (ANN) pour prédire les propriétés d'impact des bio-composites renforcés par des fibres de lin et de pin. Ce modèle a ouvert la voie à une meilleure compréhension et à une prédiction plus précise des performances de ces matériaux, offrant ainsi des opportunités considérables pour diverses applications.

Aujourd'hui, notre objectif est de généraliser ce modèle ANN afin qu'il puisse prédire la durabilité des bio-composites, quel que soit le type de fibre utilisé. Cette généralisation représente un défi important, car différentes fibres peuvent avoir des caractéristiques spécifiques qui influencent la durabilité du matériau final. Pour relever ce défi, nous prévoyons d'élargir notre base de données expérimentales en incluant des bio-composites renforcés par divers types de fibres, telles que le lin, le pin, mais aussi d'autres matériaux.

En parallèle, nous continuerons à améliorer notre modèle ANN en y intégrant de nouvelles données et en optimisant ses paramètres. Cette approche nous permettra de fournir aux chercheurs et à l'industrie des outils puissants pour prédire la durabilité des bio-composites, contribuant ainsi à la promotion de ces matériaux écologiques et innovants dans un large éventail d'applications, de la construction à l'industrie automobile en passant par l'aérospatiale.

ANNEXE 1 : Propriétés des matériaux utilisés selon le fabricant

 **RheTech**
Polymer Compounding and Color Specialists
RheVision® - FF Series

RTI Nomenclature	FF30P233-00
Description	30% Flax Fiber Reinforced Polypropylene
Filler Percentage	30
Density	1.02
Tensile Strength - PSI	4,050
Flexural Modulus - PSI	375,000
Izod Impact Ft/ lb. - in	0.85
HDT @ 66 psi	280
HDT @ 264 psi	176
Mold Shrinkage	0.007

 **RheTech**
Polymer Compounding and Color Specialists
RheVision® - W Series
Data

RTI Nomenclature	WP30P233-00	WM30P233-00	WP30P315-00
Description	30% Pine Wood Reinforced Polypropylene	30% Maple Wood Reinforced Polypropylene	30% Pine Wood Polyolefin with 15% PC Content
Filler Percentage	30	30	30
Density	1.02	1.02	1.02
Tensile Strength - PSI	4,060	4,350	4,350
Flexural Modulus - PSI	405,000	330,000	380,000
Izod Impact Ft/ lb. - in	0.6	0.9	1.2
HDT @ 66 psi	275	266	266
HDT @ 264 psi	172	165	167
Mold Shrinkage	0.007	0.007	0.007

ANNEXE 2 : Paramètre d'injection.



NATURAL FIBER INJECTION MOLDING CONDITIONS

Drying Conditions: It is recommended to use a dessicant dryer for 2 hours at 180°F (80°C). *Maple and Flax Fiber Reinforced Grades Must Be Dried Prior To Molding .*

Recommended Melt

Temperature From Air Shot 350 - 385 °F 177 - 197°C

Temperature Profile:

 Rear: 330 - 390 °F 166 - 199 °C

 Middle: 330 - 390 °F 166 - 199 °C

 Front: 330 - 390 °F 166 - 199 °C

 Nozzle 330 - 390 °F 166 - 199 °C

 Mold: 80 - 140 °F 27 - 60 °C

Hydraulic Pressures:

 Injection: Application Dependant – Do Not Pressure Limit
 Machine - 95 – 99% 1st stage fill percentage .

 Holding: Application Dependant – 30 – 60% of Hydraulic
 Transfer PSI Percentage

 Back: 50 psi

Injection Speed: Application Dependant – Even Particle Distribution Throughout Part

Screw RPM: Recovery 3 seconds before mold opens

Cycle Time: Part Design Dependant

Additional Remarks: Allow 2.0 to 2.5 tons of clamp force per square inch of projected part area.

Note: This is only a recommended molding profile. Molding conditions will vary according to the design of the machine, screw, and parts being produced. Please check with a RheTech, Inc. technical representative for additional information regarding these products.

ANNEXE 3 : Démentions des échantillons selon la norme ASTM

Development of International Standards, Guides and Recommendations issued by the World Trade Organization Technical Barriers to Trade (TBT)

ASTM INTERNATIONAL Designation: D638 - 22

Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics¹

This standard is issued under the fixed designation D638; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last approval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or approval. This standard has been approved for use by agencies of the U.S. Department of Defense.

This international standard was developed in accordance with internationally recognized principles on standardization established in the Decision on Principles for the Development of International Standards, Guides and Recommendations issued by the World Trade Organization Technical Barriers to Trade (TBT) Committee.

ASTM INTERNATIONAL Designation: D790 - 17

Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials¹

This standard is issued under the fixed designation D790; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last approval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or approval. This standard has been approved for use by agencies of the U.S. Department of Defense.

ASTM INTERNATIONAL Designation: D5628 - 10

Standard Test Method for Impact Resistance of Flat, Rigid Plastic Specimens by Means of a Falling Dart (Tip or Falling Mass)¹

This standard is issued under the fixed designation D5628; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last approval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or approval.

ANNEXE 4 : Schéma décrit les étapes de la modélisation du comportement à l'impact à basse vitesse des bio-composites à l'aide du logiciel LS-DYNA.

