



الجمهورية الجزائرية
الديمقراطية
الشعبية



Republique Algérienne Démocratique Et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث
العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة العربي
التبسي - تبسة

Université Larbi tébessi – Tébessa –

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Génie mécanique

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du **diplôme de Master Académique**

En : (Génie Mécanique)

Spécialité : (Génie Des Matériaux)

Par : (BOUTARFIF Amira)

Sujet

Valorisation des performances mécaniques et thermiques
des composites issues des résidus agro-ressource

Présenté et soutenu publiquement, le 20/6 /2021, devant le jury composé de :

M/ DEGHBODJ Samir

MCA

Président

M/ KHELIFA Hocine

MCA

Rapporteur

M/ DIHA Abdallah

MCA

Examineur

Promotion : 2020/2021



Je dédie ce travaille modeste :
Plus respectivement à mes chers parents
Ma mère et mon frère Walid que Dieu les fasse miséricordes,
et mon père pour leur soutien,
Je leur souhaite une bonne santé, que dieu me le garde.
A mes sœurs : Assia, Samah, Nadia , Laila et Ilhem
A mes frères : Mabrouk , Badri, Billel et Mounir
Je vous souhaite un avenir plein de joie et de tout le bonheur.
Et mon marie Hassan pour son soutien continu
A toutes ma famille élargie et mes amis , merci pour votre
soutien continu
A la promotion de génie mécanique 2020-2021.
Et a toutes les personnes qui m'ont aidé de proche ou de loin.



Remerciement

*Avant tout nous remercions **dieu** qui nous a donné la patience
de terminer ce travail.*

*Nous tenons d'abord à remercier très chaleureusement **Dr. Houcin
Khelifa** qui nous a permis de bénéficier de son encadrement.*

*Les conseils qu'il nous a prodigué, la patience, la confiance qu'il
nous a témoignés ont été déterminants dans la réalisation de notre
travail de recherche.*

*Nous présentons nos profonds remerciements aux membres de jury
qui ont bien voulu accepter d'examiner et de juger notre travail de
recherche.*

*Nous tenons également à remercier tous les enseignants et le
personnel de département
Merci à tous et à toutes*

Amira

ملخص

إن استخدام الألياف الطبيعية كتعزيز في المواد المركبة له ما يبرره من أجل تعزيز الموارد المحلية في البلدان الأقل تصنيعًا ولتطوير المواد والتقنيات التي تجعل من الممكن تقليل التأثير على البيئة وكذلك استخدام الموارد المتجددة.

الهدف الأساسي من هذا العمل هو التوصيف المورفولوجي والحراري والفيزيو-حراري للألياف النباتية لـ DISS من أجل معرفة سلوكها لاستخدامها لاحقًا كعنصر تقوية في المركبات. تقودنا نتائج هذا العمل إلى معرفة الخصائص المعدنية والحرارية لهذا النوع من أجل استخدامها بدلاً من الألياف الاصطناعية مثل الألياف الزجاجية.

Résumé

L'utilisation de fibres naturelles comme renfort dans les matériaux composites se justifie pour valoriser une ressource locale dans des pays peu industrialisés et de développer des matériaux et des technologies permettant de réduire les impacts sur l'environnement ainsi que l'utiliser des ressources renouvelables.

L'objectif primordiale de ce travail est la caractérisation morphologique, thermique et thermo-physique des fibres végétales de DISS en vue de connaître leur comportement pour une utilisation ultérieure comme un élément de renforcement dans les composites. Les résultats de ce travail nous conduisent à connaître les propriétés métallographiques et thermiques de ce genre en vue de l'utiliser à la place des fibres synthétique comme les fibres de verres.

Abstract

The use of natural fibers as a reinforcement in composite materials is justified in order to enhance a local resource in less industrialized countries and to develop materials and technologies that make it possible to reduce the impact on the environment as well as the use of renewable resources.

The primary objective of this work is the morphological, thermal and thermophysical characterization of the plant fibers of DISS in order to know their behavior for later use as a reinforcing element in composites. The results of this work lead us to know the metallographic and thermal properties of this kind in order to use it instead of synthetic fibers such as glass fibers.

Table des matières

Dédicace

Remerciement

الملخص.....	I
Résumé	I
Absstract	I
Tables des matières	II
Liste des tableaux	IV
Liste des figures	V
Introduction générale.....	1

Chapitre I: Les fibres végétales comme substituent des fibres synthétiques

I.1.Introduction	3
I.2. Généralité sur les fibres naturelles	4
I.3. Les fibres végétales, définition, types et structure	4
I.3.1. Définition.....	4
I.3.2. Classification	5
I.3.3. Structure	5
I.4. Composition chimique de la fibre végétale	7
I.5. Différentes fibres végétales	8
I.6. Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales	13
I.7. Propriétés des fibres végétales.....	14
I.7.1. Propriétés mécaniques	14
I.7.2. Propriétés thermiques	15

I.8. Paramètres influençant sur les propriétés des fibres végétales	17
I.9. Traitement alcalin et modification de la surface des fibres	19
I.10. Effet du traitement alcalin	21
I.11. Conclusion	22

Chapitre II : Etude expérimentale et caractérisation métallographique et thermo-physiques des fibres naturelles de DISS

II.1. Introduction	23
II.2. Matériau de base utilisé	23
II.2.1. Extraction des fibres	24
II.3 Caractérisation métallographique	24
II.3.1 Objectif et observation par microscope optique des fibres	24
II.4. Caractérisation thermo-physique	25
II.4.1 L'Analyse thermogravimétrique (ATG)	25
II.4.2 L'Analyse de transformation de fourier par infrarouge (FTIR)	29
II.5. Conclusion.....	

Chapitre III : Résultats obtenus et interprétations

III-1. Introduction.....	36
III.1. Résultats obtenus et interprétations	36
III.1.1. Observation par microscope optique :	36
III.2. Analyse thermogravimétrique ATG	37
III.3. spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)	39
III.4. CONCLUSION	41
Conclusion générale	42

Références

Liste des Tableaux

Tableau N°	Titre	Page
I-1	Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales	8
I-2	Les avantages et les inconvénients des fibres végétales	13
I-3	Comparaison des propriétés mécaniques des fibres végétales et des Fibres de verre.	15
I-4	Conductivité thermique des fibres végétales comparée à celle de fibres de verre	17
I-5	Comportement mécanique de composites à base de fibres de Sisal	22
III-1	les différents phénomènes observés en fonction de la longueur d'onde.	40

Liste de figure

Figure N°	Titre	Page
I-1	montre les différentes matières naturelles que nous pouvons utiliser dans l'élaboration des matériaux bio-composites.	4
I-2	Les différentes formes de fibres végétales	5
I-3	Structure de la fibre végétale	6
I-4	Structure de la fibre végétale Modèle de la description de structure d'une fibre végétale	7
I-5	Exemple de représentation schématique de l'agencement des différents composants des fibres végétales à l'échelle micrométrique	8
I-6	Fibre de l'abaca	9
I-7	Fibre de lin	9
I-8	Fibre de chanvre	10
I-9	Fibre de coton	10
I-10	Fibre de le kénaf	11
I-11	Fibre de jute	11
I-12	Fibre de Sisal	12
I-13	Fibre de ramie	12
I-14	Fibre de palmier dattier	13
I-15	Différents types de courbes contrainte-déformation des (a) fibres de Chanvre et (b) différentes zones de la courbe de Type 3	14
I-16	Courbes TGA des fibres brutes et des fibres traitées selon (a)	16
I-18	Différents diamètres mesurés sur une fibre de lin selon	18
I-19	Images MEB des sections (a) d'une fibre de chanvre vierge et (b) D'une fibre cassée	19

II-1	Fibre de DISS	23
II-2	Microscope optique utilisé	25
II-3	Architecture de l'analyse ATG.	26
II-4	représentation de la courbe dérivée (DTG) de l'ATG	28
II-5	Montage de la machine TGA/DSC 3+ avec leur balance	28
II-6	Principe de base de l'analyse FTIR	30
II-7	Schéma de principe d'un spectromètre à transformée de Fourier	32
II-8	spectre IR du polystyrène	33
II-9	Spectres FTIR de fibre Lygeum-spartum	34
II-10	la machine FTIR	35
III-1	Fibres de DISS sous l'analyse métallographique	36
III-2	Analyse métallographique de fibre de DISS brute a) humide b) sèche	37
III-3	Courbes thermogravimétriques de fibre brute de DISS	38
III-4	Courbe FTIR des trois différentes largeurs	39

Introduction générale

Les matériaux composites présentent l'avantage de combiner des matériaux de différentes natures, ce qui conduit à une variété de leurs performances. Parmi les types de renforts les plus utilisés, les fibres de carbone présentent un module d'élasticité élevé permettant la conception de pièces de grandes rigidités statiques mais elles possèdent une faible capacité d'amortissement. Les fibres végétales, par contre, possèdent une faible densité, de bonnes propriétés spécifiques et des capacités d'amortissement élevées.

En combinant la chimie, la science des matériaux, la biologie et l'agronomie, les recherches dans le domaine des composites participent à cette logique de valorisation de la plante entière, en exploitant complètement les propriétés de tous les constituants de la fibre naturelle.

Aujourd'hui, les industriels s'intéressent de plus en plus au renforcement des polymères et/ou les plastiques par des fibres naturelles pour, généralement, réduire les impacts environnementaux. La sélection de ce type de renfort n'est pas simple, ce terme correspondant à des fibres d'origine végétale, animale ou minérale. L'usage de fibres naturelles comme renfort de matériaux est souvent associé à une démarche d'écoconception, néanmoins les impacts environnementaux restent à évaluer à l'aide d'analyse de cycle de vie (ACV) pour quantifier les gains. Il est par ailleurs nécessaire de remettre en cause des idées préconçues sur des sujets tels que, par exemple, le vieillissement des fibres végétales en milieu humide, l'usage de bio-composites en milieu sévère et l'adhérence entre fibres végétales et polymères.

L'incorporation de fibres végétales (bois, lin, chanvre, diss...etc) dans les matrices thermoplastiques ou thermodurcissables en remplacement des fibres de verre est un concept déjà industrialisé et commercialisé. On trouve ces bio-composites dans les meubles de jardin, les bardages, les plinthes et huisseries, les pièces d'habillage intérieures d'automobilesetc. Parmi les diverses sources fibreuses utilisées, les fibres de diss est particulièrement performant grâce aux propriétés mécaniques de ses fibres longues, mais aussi aux qualités agronomiques de la plante. Cette fibre représente un bon exemple de valorisation de la plante entière. En effet, les fibres longues, essentiellement cellulosiques, sont utilisées en industrie papetière pour la fabrication de papiers spéciaux très fins et résistants (bibles, monnaie, filtres).

Par ailleurs, cette mémoire aborde trois grands chapitres essentiels, en présentant dans le premier chapitre une analyse bibliographique sur les fibres végétales, leurs compositions chimiques et les paramètres qui affectent les propriétés des matériaux bio-composites, avec les différentes ressources disponibles, leurs propriétés et spécificités puis leur usage comme renfort de matériaux composites. Le comportement mécanique et thermo-physique de ce genre de fibre est toujours réalisé.

Le deuxième chapitre comprend les matériaux utilisés ainsi que les techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation thermo-physique (ATG, FTIR) des fibres de disse, les machines utilisées pour cette caractérisation sont détaillées dans ce chapitre. Le troisième chapitre est consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués.

Enfin, dans la conclusion, nous évoquerons les principaux résultats trouvés et nous décrirons les perspectives ouvertes par ce travail.

I.1. Introduction :

Pour diverses raisons, les industriels s'engagent dans une politique de développement durable et favorisent l'émergence de l'utilisation des ressources naturelles renouvelables. Parmi ces ressources sont d'origine végétale, elles sont actuellement utilisées dans un large éventail, certaines sont issues des plantes

Le présent chapitre a pour objectif de donner une vue bibliographique et récolte des données sur les fibres végétales, leurs propriétés, leurs types, leurs utilisations, leurs applications dans l'industrie. Le comportement mécanique ainsi que thermo-physique sont aussi récapitulé dans ce chapitre.

I.2. Généralité sur les fibres naturelles :

En prenant en considération les enjeux du développement durable vers la mise en valeur et la gestion des ressources renouvelables, les matériaux bio-composites à base de fibres naturelles tendent ont considérer comme des ressources ayant des critères écologiques à travers l'utilisation des matières naturelles recyclables. Les fibres naturelles sont actuellement largement utilisées, elles sont subdivisées en fonction de leur origine, venant des plantes, des animaux ou des minerais [1].

Toutes les fibres de plantes (végétales) se composent de cellulose tandis que les fibres animales se composent de protéines (cheveux, plumes, soies, et laines ... etc). Les fibres de plantes incluent les fibres de filasses ou les fibres dures, graines, fruits, bois, pailles et d'autres fibres d'herbes, nombreuses études menés par plusieurs chercheurs traitent la tendance de renforcer les composites par les fibres végétales permis eux les fibres de : sisal [2;3] cassava [4], chanvre [5], palmier [6], [7], lin [8], cactus [9], et banane [10],... etc)

Au cours de ces dernières années, les chercheurs se sont intéressés à l'exploitation de la fibre naturelle en tant que renfort pour les matériaux composites [11]. La biodégradabilité de la fibre naturelle peut contribuer à un écosystème sain tandis que leurs faibles coûts et leurs hautes performances peuvent accomplir des intérêts économiques pour les industriels [12]. La Figure I.1 montre les différentes matières naturelles que nous pouvons utiliser dans l'élaboration des matériaux bio-composites.

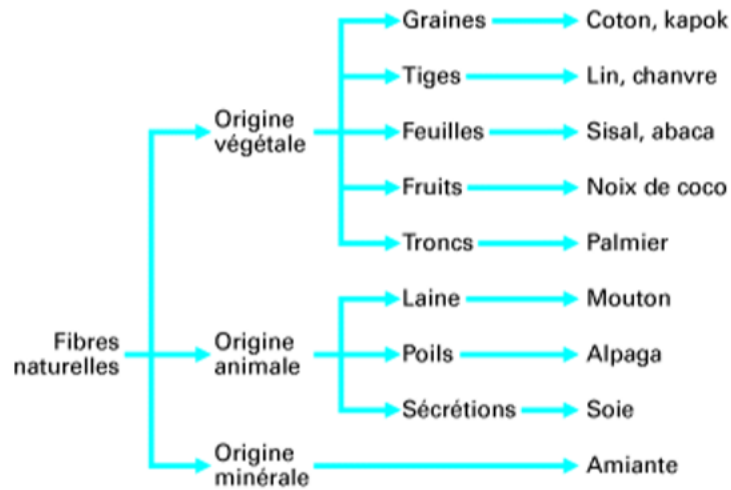


Figure I.1 : Différentes matières naturelles : animales, végétales et minérales [13].

Pendant les deux dernières décennies, l'intérêt pour le bio-polymère naturel est la recherche de bio-composites ont augmenté en raison des préoccupations environnementales et de l'épuisement des ressources fossiles (pétroliers), ceci peut être expliqué par l'augmentation exponentielle du nombre de brevets et de publications au sujet des biomatériaux types bio-composites [13].

Par ailleurs, l'utilisation de tels matériaux dans les bio-composites a augmenté en raison de leur prix bas, leurs biodégradabilités, leurs légèretés avec une bonne propriété mécanique, ce qui les placent comme un concurrent potentiel des fibres synthétiques et notamment les fibres de verre. La fibre naturelle végétale peut être considérée en tant que composites naturels (bio-composites) constituée principalement en fibrilles de cellulose encastrées dans la matrice de lignine. Les fibrilles de cellulose sont alignées sur la longueur de la fibre ce qui permet de fournir la rigidité et une augmentation de la résistance en traction et en flexion. Le rendement du renfort de la fibre végétale est lié à la nature de la cellulose et de sa cristallinité [11]

I.3. Les fibres végétales, définition, types et structures

I.3.1 Définition

Une fibre végétale est une expansion cellulaire morte, le regroupement de ces cellules forme un faisceau fibreux (figure I.2). La paroi de chaque cellule est composée principalement de cellulose, d'hémicelluloses, de lignine et de pectines. Le lien interstitiel entre les fibres unitaires est composé de pectine et d'hémicelluloses. Les molécules de cellulose s'organisent entre elles en faisceaux de microfibrilles dont les molécules établissent

entre elles des ponts d'hydrogène, et en donnant deux types de structure ; ordonnée ou dissipative, et cela dépend du degré de croissance de la fibre [14].

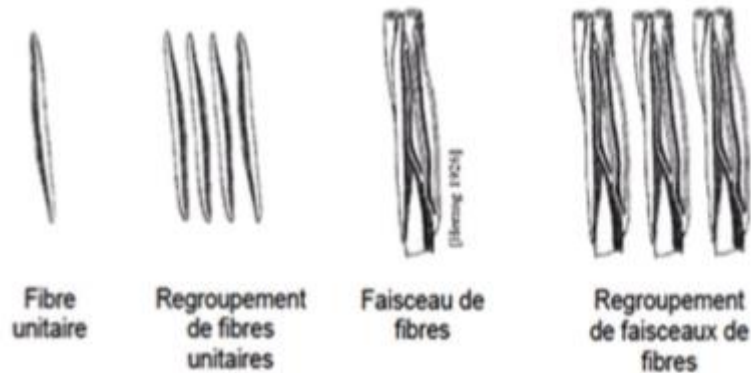


Figure. I 2: Les différentes formes de fibres végétales [14]

I.3.2. Classification

Les fibres végétales sont classées en quatre groupes suivant leur provenance à s'avoir: les fibres de feuille, de tiges, de bois et de surface [14].

- A. **Les fibres de feuilles** : Ces fibres sont obtenues grâce au rejet des plantes monocotylédones. Les fibres sont fabriquées par chevauchement de paquet qui entoure le long des feuilles pour les renforcer ces fibres sont dures et rigides les types de fibres de feuilles les plus cultivées sont la fibre de sisal, d'abaca
- B. **Les fibres de tiges** : Les fibres de tige sont obtenues dans les tiges des plantes dicotylédones. Elles ont pour rôle de donner une bonne rigidité aux tiges de plantes. Les fibres de tige sont commercialisées sous forme de paquet de cor et en toute longueur. Les fibres de tige les plus utilisées sont les fibres de jute, de lin, de ramie, de kenaf, et de chanvre.
- C. **Les fibres de bois** : Les fibres de bois proviennent du broyage des arbres tels que les bambous ou les roseaux. Elles sont généralement courtes
- D. **Les fibres de surface** : Les fibres de surface entourent en général la surface de la tige, de fruits ou de grains. Les fibres de surface des grains constituent le groupe le plus important dans cette famille de fibres. Nous citons entre autres le coton et la noix de coco.

I.2.3. Structure

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de micro fibrille celluloseuses en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine. La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de micro fibrilles (S1, S2, S3) (Figure. I. 3) [15].

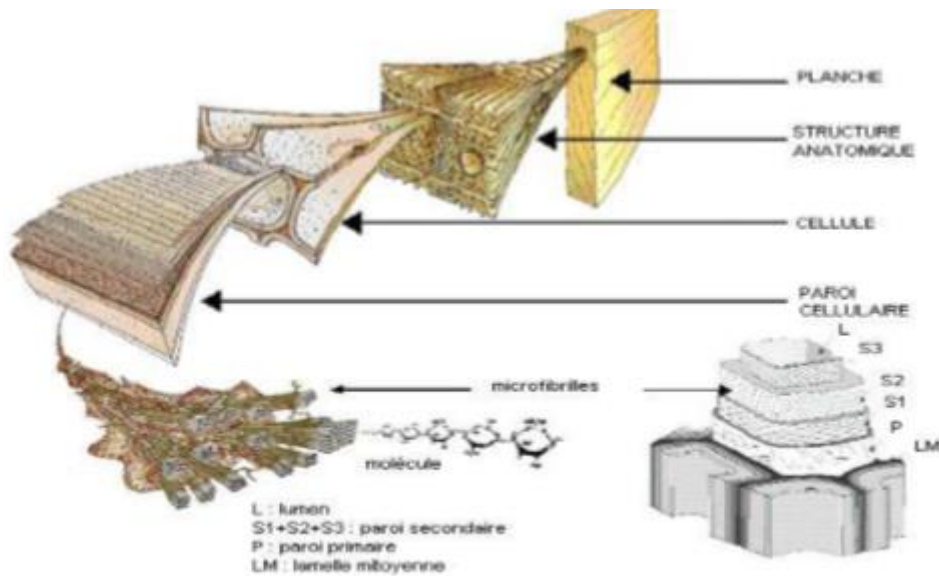


Figure. I.3. : Structure de la fibre végétale [15].

Les micros-fibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle micro fibrillaire dont la valeur varie d'une espèce à l'autre. L'orientation du micro fibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres, plus que l'angle des micros fibrilles augmente, le module de Young (une mesure de la rigidité) décroît, tandis que l'extensibilité des parois augmente. La figure I.4. représente le modèle de la description de structure d'une fibre végétale

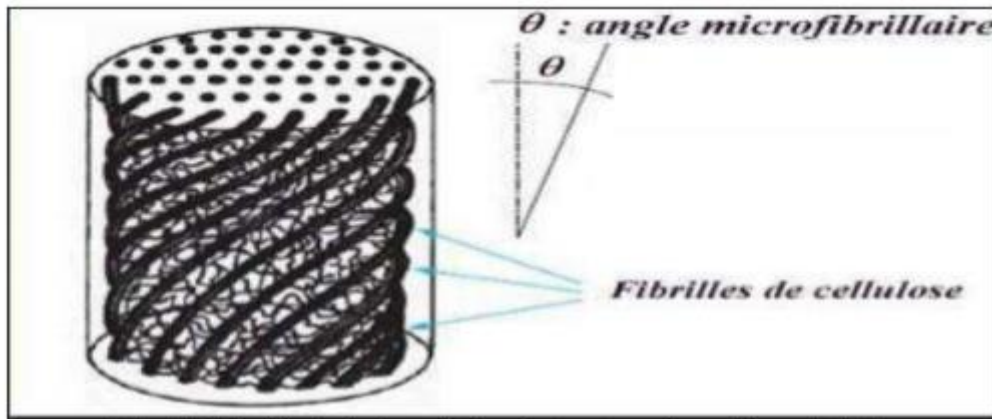


Figure. I.4 : Modèle de la description de structure d'une fibre végétale [15].

I.4. Composition chimique de la fibre végétale

Les différents constituants des fibres végétales (Figure. I.5) sont [15] :

- ✓ **La Cellulose** : La cellulose est le principal composant dans la quasi-totalité des fibres végétales et représente la matière la plus abondante sur la surface de la terre (plus de 50 % de la biomasse). C'est un polymère naturel du premier plan. Généralement, les fibres végétales sont constituées par une chaîne des fibres en cellulose.
- ✓ **Hémicellulose** : Les hémicelluloses représentent le 3ème composant principal juste après la cellulose et la lignine, avec une proportion en poids à peu près 25% de la biomasse. L'hémicellulose présente dans toutes les parois de ces fibres. C'est le constituant responsable de l'élasticité des fibres.
- ✓ **Lignine** : La lignine forme avec la cellulose et l'hémicellulose la grande majorité de la biomasse, elle est 2ème après la cellulose en termes d'abondance. Ses principales fonctions sont d'apporter de la rigidité, une imperméabilité à l'eau et une grande résistance à la décomposition (barrière de protection biologique). La lignine constitue la colle qui lie les fibres végétales entre elles ainsi que leurs parois. C'est un polymère tridimensionnel.
- ✓ **Pectines** : Les pectines jouent un rôle capital dans l'architecture de la paroi végétale. Ces substances pectiques sont présentes avec des proportions variées dans la plupart des végétaux (environ 1% dans le bois).
- ✓ **Extractibles** : Ce sont des molécules de faible masse molaire qui remplissent la lumière des cellules. Ils représentent 2 à 5 % de la masse sèche. La plupart de ces extractibles

sont solubles dans l'eau ou des solvants organiques. Le tableau I.1 illustre Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales [15].

Tableau.I.1. Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales [15].

Fibres	Cellulose	Hémicelluloses	Lignine	Pectine	Cire
Coton	85-90	5,7	0,7-1,6	0-1	0,6
Lin	71	18,6-20,6	2,2	2,3	1,7
Chanvre	70-74	17,9-22,4	3,7-5,7	0,9	0,8
Jute	61,1-71,5	13,6-20,4	12-13	0,2	0,5
Ramie	68,6-76,2	13,1-16,7	0,6-0,7	1,9	0,3
Sisal	66-78	10-14	10-14	10	2
Coco	32-43	0,15-0,25	40-45	3-4	-
Alfa	45	24	24	5	2

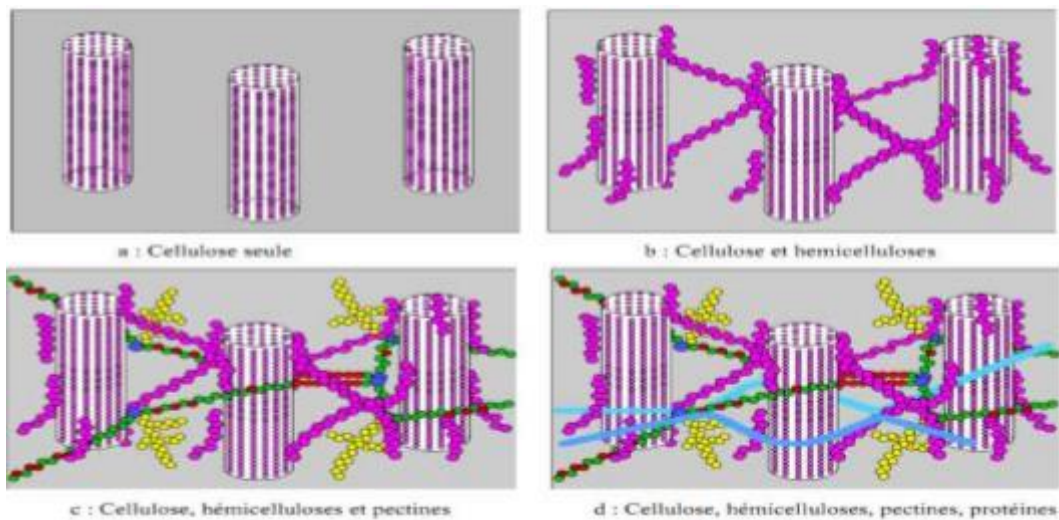


Figure.I.5. Exemple de représentation schématique de l'agencement des différents composants des fibres végétales à l'échelle micrométrique [15].

I.5. Différentes fibres végétales

Les fibres végétales sont de plus en plus utilisées comme renfort dans les matériaux de constructions. Elles constituent en effet une ressource renouvelable, naturellement biodégradable, et disposant de nombreuses qualités mécaniques et hydriques. Les plus

utilisées sont les fibres libériennes, comme le Kenaf, le jute, la ramie, le palmier et surtout le chanvre et le lin [16].

a) **L'abaca** (ou chanvre de manille) est un bananier textile (Musacées) qui pousse aux philippines : les fibres dans les gaines foliaires forment un pseudo tronc très recherché pour la fabrication de cordages légers et insubmersibles, et aussi de rabanes, nappes, stores, vêtements (Figure I.6).



Figure.I.6 Fibre de l'abaca [16]

b) **Le lin** est une plante annuelle qui pousse dans le monde entier, aussi bien en Asie qu'en Europe. La fibre de lin vient des tiges de la plante mais aussi de l'huile extraite des graines (Figure.I.7). L'avantage de cette fibre est sa longueur élevée, en moyenne 25 mm et sa bonne résistance. Le lin peut être utilisé comme substitut au coton. Cette fibre est utilisée pour fabriquer des papiers fins comme les papiers à cigarette ou le papier bible.



Figure.I.7 : Fibre de lin [8]

c) **Le chanvre** : est une fibre libérienne, tout comme le lin, le Kenaf, le jute et la ramie. Les plantes de cette famille présentent toutes des fibres externes longues et étroites et des fibres internes ligneuses (Figure I.8). Par ses possibilités techniques, la fibre de chanvre répond à des besoins textiles traditionnels tout en ouvrant la voie à une foule d'innovations. Cultivé

dans les pays à climat tempéré, on en trouve dans l'est de l'Europe, en France et en Italie. La France est le premier producteur en Europe pour la production de chanvre, Les fibres libériennes sont généralement transformées en textiles (tapis et vêtements) et en produits industriels comme des géotextiles, de la toile anti-érosion, du renfort de composite et du remplissage ce qui constitue d'ailleurs le principal emploi actuel et à venir de la fibre de chanvre. A cause de sa grande solidité et de son intérêt économique. Ses caractéristiques physiques lui confèrent une grande force, ainsi qu'une excellente rentabilité dans le domaine des composites et du papier.



Figure I.8.: Fibre de chanvre [5]

d) Le coton : Le cotonnier est un petit arbuste annuel de 1 à 1,50 m de haut (Figure. I.9). Il est cultivé dans les zones chaudes d'Amérique, d'Afrique, d'Asie et mêmes d'Europe (Espagne). Les fibres de coton proviennent des graines, et sont appelés linters.

Cette fibre est utilisée pour ses bonnes caractéristiques physique et mécanique. Elle est utilisée pour des papiers dits de luxe. Elles sont également utilisées pour les papiers fiduciaires et principalement pour les billets de banques, papiers pour lesquels la caractéristique essentielle est la résistance au pliage.



Figure.I.9. Fibre de coton [16]

e) **Le Kenaf** : est une plante herbacée dont la tige peut atteindre 3 m de haut. Il se trouve principalement dans les régions tropicales et en Amérique du sud. Elle est destinée uniquement pour le domaine papetier. La longueur moyenne des fibres (1,5 mm) est comprise entre celle des fibres de feuillus et celle des fibres de résineux (Figure I.10)



Figure.I.10 Fibre de le kénaf [16]

f) **Le jute** : est une plante buissonnante originaire du sud-est asiatique. Les principaux producteurs sont l'Inde et le Bangladesh. Les fibres utilisées en papeterie sont les déchets de culture et de filature.

La longueur moyenne des fibres est de 2 mm, avec une largeur de 20 μ m. Les caractéristiques de ces fibres sont généralement assimilées à celles du kénaf (Figure.I.11)



Figure. I.11. Fibre de jute [16]

g) **Le sisal** : Le sisal est une plante vivace constituée par une rosette de grandes feuilles à section triangulaire allant jusqu'à 2 m de long (Figure.I.12).

Il s'agit d'une plante tropicale, principalement cultivé en Amérique du sud et en Afrique. La longueur moyenne de ces fibres est de 3 mm.



Figure. I.12 :Fibre de Sisal [3]

h) La rami : est une plante arbustive. Originaires d'Asie de l'Est, la ramie a pour principaux producteurs la Chine, le Japon et l'Amérique. La longueur moyenne des fibres est comprise entre 40 et 250 mm, pour un diamètre moyen de 45 μm . Ces fibres ressemblent aux fibres de lin mais sont encore plus longues, plus solides et plus rigides la figure I.14 représente fibre de ramie



Figure. I.13 : Fibre de ramie [16]

j) Palmier dattier se constitue principalement de 10 parties à savoir : les palmes, la jeune palme, le régime de dattes, les dattes, le gourmand, Le stipe, les cicatrices annulaires, le rejet, le bulbe, les racines [6]. Figure I.14 illustre la fibre de palmier dattier.



Figure I.14 : Fibre de palmier dattier. [6]

I.6. Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales

Les avantages et les inconvénients des fibres végétales en tant que renfort de matériaux polymères sont présentés Tableau.I.3 [17].

Tableau. I.2. Les avantages et les inconvénients des fibres végétales

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none">❖ Faible coût.❖ Biodégradabilité.❖ Neutre pour l'émission de CO₂.❖ Pas de résidus après incinération.❖ Ressource renouvelable.❖ Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité).❖ Non abrasif pour les outillages.❖ Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres.	<ul style="list-style-type: none">❖ Absorption d'eau. - Pour des applications industrielles, nécessite de gestion d'un stock.❖ Fibres anisotropes.❖ Faible stabilité dimensionnelle.❖ Renfort discontinu.❖ Faible tenue thermique 200 à 230°C❖ Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, des conditions météorologiques.

I.7. Propriétés des fibres végétales

I.7.1 Propriétés mécaniques

Les fibres végétales se comportent différemment des autres matériaux conventionnels, généralement, sur une courbe de contrainte-déformation des matériaux synthétiques, la contrainte augmente linéairement avec la déformation avant d'arriver à la zone plastique. Or, les fibres végétales peuvent présenter différents types de courbe de contrainte-déformation, puisque la composition chimique des fibres peut varier, son comportement mécanique varie aussi. Placet et Al [18] ont tracé la courbe de contrainte-déformation en réalisant des essais de traction sur des fibres élémentaires de chanvre. Les fibres n'ont pas été traitées mais seulement rouies à 30°C pendant 72 h pour faciliter la séparation des fibres. Trois types de courbes de contrainte-déformation sont issus des essais de traction sur les fibres végétales. Dans la Figure I-6 (a), Duval et al [19] ont mis en évidence ces trois types de courbes. La Figure I-6(b) décrit les différentes zones dans la courbe de Type 3.

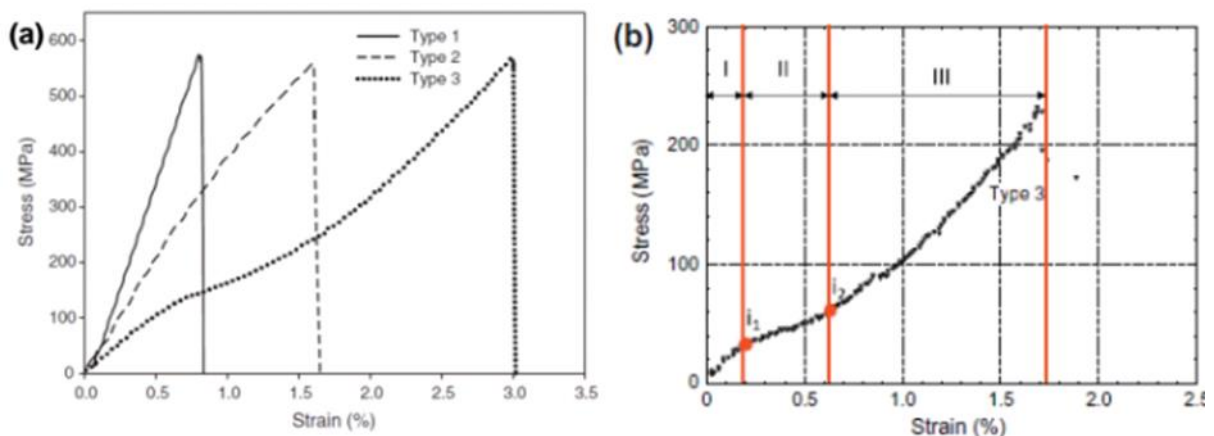


Figure I-15 Différents types de courbes contrainte-déformation des (a) fibres de Chanvre [18] et (b) différentes zones de la courbe de Type 3 [19]

La courbe du 'Type 1' décrit un comportement purement élastique avec le Module de Young facilement calculé sur la pente de la partie linéaire. La courbe du 'Type 2' est non linéaire avec de l'écoulement plastique et une diminution de rigidité. Alors que la courbe du 'Type 3' présente plusieurs non-linéarités et a été désignée par Bourmaud et al [20 ;21], et Charlet et al [22]. Selon la Figure I-15(b), la zone I est linéaire et une diminution de rigidité

apparaît à la zone II. Cette diminution est engendrée par le réarrangement des microfibrilles selon la direction de la traction. Ensuite, la rigidité augmente d'une façon quasi-parabolique dans la Zone III jusqu'à la rupture. Il se peut que les fibres provenant de la même récolte présentent ces trois types de courbes. Pour connaître la cause de cette disparité, Des hypothèses comme la maturité ou la position des fibres dans la tige pourraient être considérées. Néanmoins, la courbe du Type 3 est la plus souvent rencontrée pour la plupart des fibres végétales.

Tableau I-3 Comparaison des propriétés mécaniques des fibres végétales et des Fibres de verre [22].

Fibre	Densité (g/cm ³)	Contrainte maximale (MPa)	Module de Young (GPa)	Déformation à la rupture (%)
Chanvre	1,07	389	35	1,6
Lin	1,54	600 – 2000	12 – 85	1 – 4
Sisal	1,45	350 – 700	9 – 21	3 – 7
Coton	1,5 – 1,6	287 – 597	5,5 – 12,6	7 – 8
Jute	1,44	393 – 773	26,5	1,5 – 1,8
Bois	0,3 – 1,1	80 – 200	8 – 15	-
Verre	2,54	2000 – 3400	72 – 73	3 – 4,6

Ce tableau détaille les propriétés mécaniques des fibres végétales comparativement aux fibres de verre. On note que le module de Young et la densité des fibres végétales sont inférieurs à ceux des fibres de verre. En se basant sur la rigidité spécifique (rigidité/densité), les fibres végétales ont montré des rigidités spécifiques supérieures à celle de fibres de verre. Cette caractéristique rend les fibres végétales comparables voire meilleures que les fibres synthétiques.

I.7.2 Propriétés thermiques

Pour élaborer les bio-composites, le polymère est chauffé jusqu'à sa Température de fusion. Ensuite, les fibres végétales sont mélangées dans le polymère fondu et donc doivent

subir une température élevée pendant le mélange. Si la Température est trop élevée pour les fibres, elles peuvent subir une dégradation thermique qui est une détérioration moléculaire causée par la surchauffe qui ensuite modifie le poids moléculaire du matériau.

Par conséquent, elle diminue les propriétés bénéfiques comme la rigidité et la ductilité. La dégradation thermique agit ainsi comme la limite supérieure de la température d'utilisation d'un matériau. Chaque matériau a sa propre température où il commence à se dégrader. Donc, pour les matériaux hétérogènes, il est indispensable de déterminer le début de leur dégradation thermique. A cet effet, il existe l'analyse thermogravimétrique (TGA). Cette technique effectuée en chauffant l'échantillon dans un environnement contrôlé pendant que sa masse soit mesurée. Si un matériau est thermiquement stable, sa masse reste constante. Les fibres végétales sont généralement moins stables thermiquement que les matrices thermoplastiques, donc la compatibilité thermique entre ces deux matériaux est très importante.

Talla et al [23] ont étudié un bio-composite PET renforcé par des fibres de chanvre pour analyser sa stabilité thermique. Deux types de fibres sont étudiés, Fibres traitées et non traitées. Dans la Figure I-16 (a), montre que les fibres traitées commencent à se dégrader à environ 275°C tandis que les fibres non traitées se dégradent à partir de 230°C. Néanmoins, les deux types de fibres restent stables Jusqu'à 300°C. Les données de Oza et al [24] sont similaires : les fibres traitées Se dégradent à partir de 275°C alors que celles non traitées se dégradent à 225°C.

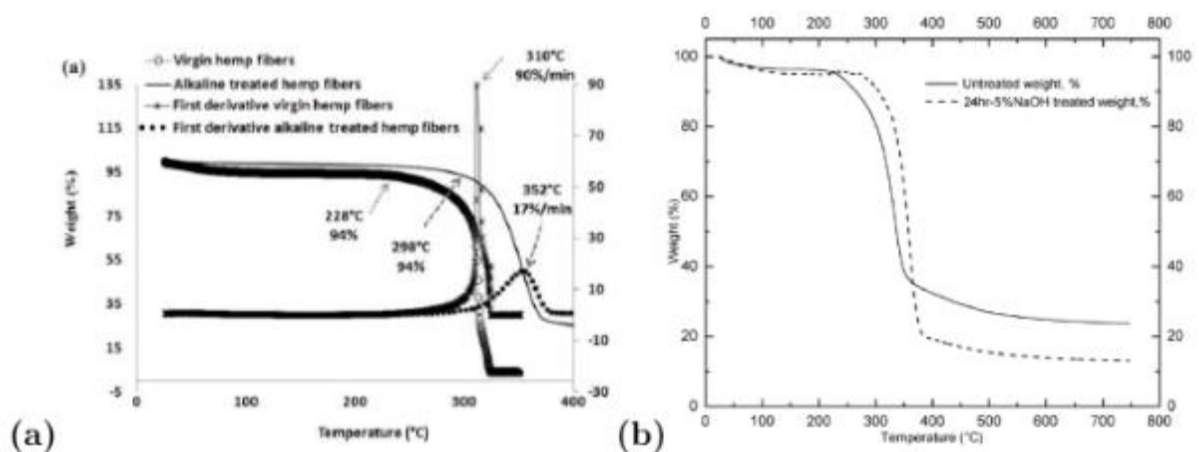


Figure I-16 Courbes TGA des fibres brutes et des fibres traitées selon (a) Talla et Al [23].
et (b) Oza et al. [24]

La conductivité thermique des fibres végétales est plus délicate à déterminer. Les techniques expérimentales actuelles nécessitent des échantillons à l'échelle du millimètre au minimum. Les fibres élémentaires qui sont à l'échelle du micron rendent ce procédé difficile. Généralement, les fibres sont compactées à l'aide de l'adhésif pour donner une forme de nattes de fibres végétales afin de faciliter la détermination de leurs propriétés thermiques. Ces nattes de fibres végétales sont poreuses et leurs propriétés thermiques ne sont pas exactement celles des fibres élémentaires. Or, cela reste la meilleure façon de connaître la conductivité thermique des fibres végétales. Le Tableau I-4 détaille la conductivité thermique de quelques types de nattes de fibres végétales. Ces très basses conductivités motivent l'utilisation de ces nattes pour des applications d'isolation thermique pour les murs et les toitures. D'autres utilisations des fibres végétales sont explorées par Kymäläinen et al [25].

Tableau I-4 Conductivité thermique des fibres végétales comparées à celle de fibres de verre

Fibres	Densité ρ (kg/m ³)	Conductivité thermique λ (W/mK)	Références
Lin	5 – 50	0,038 – 0,075	Wieland <i>et al.</i> (2000)
Chanvre	5 – 50	0,040 – 0,082	Wieland <i>et al.</i> (2000)
Coco	85	0,058	Kochhar et Manohar (1997)
Canne à sucre	100 – 125	0,0469 – 0,0496	Kodah <i>et al.</i> (1999)
Liège	120 – 180	0,045	Silva <i>et al.</i> (2008)
Cellulose	30 – 45	0,041 – 0,050	Kymäläinen et Sjöberg (2008)
Laine de verre	20 – 50	<0,040	Murphy <i>et al.</i> (1997)

I.8. Paramètres influençant sur les propriétés des fibres végétales

Lors de la détermination des propriétés mécaniques et thermiques des fibres végétales, on note une large dispersion des résultats expérimentaux et cela rend leur caractérisation très difficile. En effet, il existe plusieurs paramètres qui influencent les propriétés mécaniques et thermiques des fibres végétales. Par exemple, la sensibilité des fibres végétales à l'humidité a augmenté leur conductivité thermique [26] et leurs propriétés

mécaniques [11][18]. Les techniques de culture, d'extraction ou de séparation peuvent également les influencer. Duval et al [9], Bourmaud, et Baley [27] ont souligné que les fibres de chanvre et de lin qui se situent au milieu de la tige possèdent les meilleures propriétés mécaniques alors que celles en bas de la tige sont mauvaises dues à leur âge. Les fibres végétales qui sont constituées de plusieurs composants peuvent être considérées comme un composite, avec le pourcentage de cellulose ou l'angle des microfibrilles comme facteurs déterminants. Dai et Fan [28] ont montré que les fibres de chanvre possédant le plus petit angle de microfibrilles présentent les meilleures propriétés mécaniques. Mwaikambo [29] a confirmé cette observation en étudiant différentes fibres végétales avec différents angles de microfibrilles. Fei Y et al [30] qui ont étudié la morphologie des fibres de lin, ont observé une large dispersion de leur diamètre. La Figure I-17 montre les différents diamètres mesurés sur une fibre de lin ainsi que son diamètre moyen.

Pour un diamètre moyen de $16,9 \mu\text{m}$, son diamètre peut varier de $\pm 2,9 \mu\text{m}$ sur toute la longueur de la fibre. Cette variation de diamètre peut expliquer les fortes dispersions des propriétés mécaniques sur les courbes de contrainte-déformation. Le calcul de la contrainte nécessite un diamètre constant. Pour effectuer un calcul rapide et uniforme sur toutes les fibres, le diamètre moyen est souvent utilisé. Mais, on note que cette méthode ne représente pas les vraies propriétés des fibres. Les essais mécaniques sur les fibres de lin ont montré des fortes dispersions sur le module de Young de $63 \pm 36 \text{ GPa}$ et la contrainte maximale de $125 \pm 700 \text{ MPa}$.

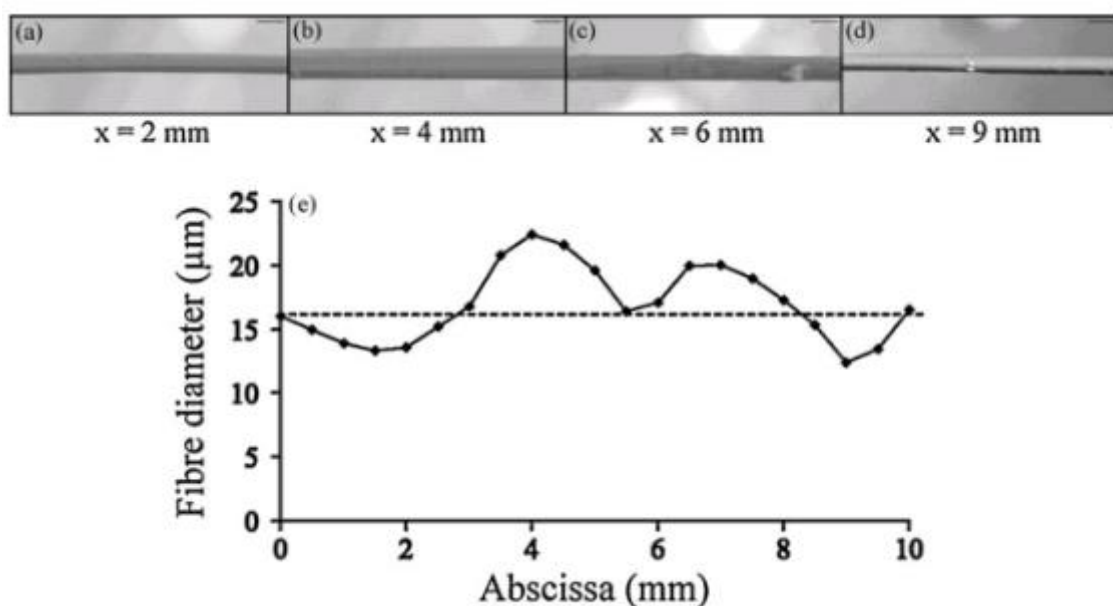


Figure I-17 Différents diamètres mesurés sur une fibre de lin selon [30].

Les fibres ont tendance à rompre au point où le Diamètre est plus petit que le diamètre moyen. Par contre, une forte dispersion est toujours présente même pour les diamètres identiques. Ceci est expliqué par les approximations nécessaires pour la détermination des sections qui sont considérées Circulaires alors qu'elles sont plutôt polygonales. Dans la Figure I-18, il est évident que la fibre brute et la fibre cassée après l'essai de traction n'ont pas de forme circulaire.

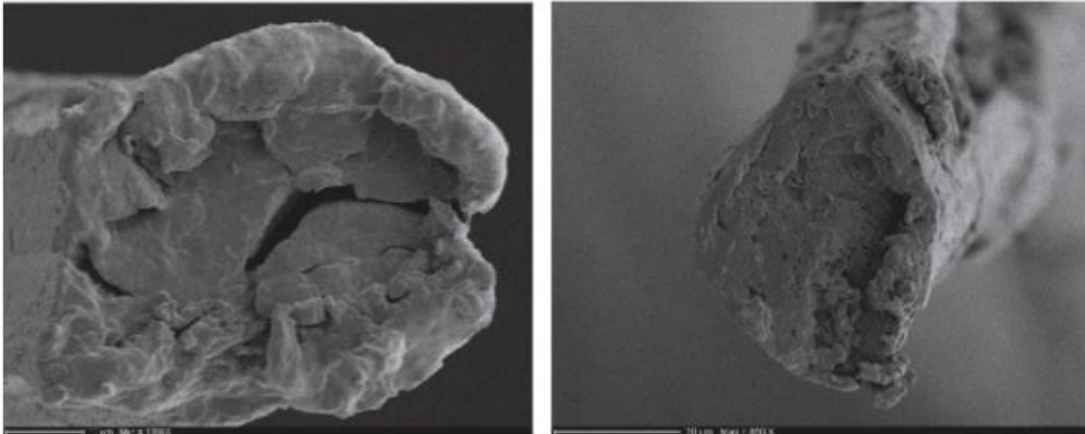


Figure I-18 Images MEB des sections (a) d'une fibre de chanvre vierge et (b) D'une fibre cassée selon Placet et al. [18]

I.9. Traitement alcalin et modification de la surface des fibres

Les prétraitements et les modifications de la surface des fibres notamment de cellulose ont comme objective la réduction des contraintes liées aux propriétés des fibres végétales et d'améliorer leur adhésion avec une matrice polymérique et réduire l'absorption d'humidité. Leur stabilité thermique limitée et leur incompatibilité avec les matrices des polymères synthétiques constituent un défi majeur à leur Introduction aux usages industriels [31 ;32].

Il a été démontré qu'un traitement approprié appliqué sur les fibres peut entraîner une compatibilité avec la matrice polymère, qui améliore la qualité des composites. Une bonne performance des matériaux composites exige une bonne dispersion et une bonne cohésion avec la matrice du polymère afin d'atteindre un transfert efficace du contrainte à l'intérieur de la structure. Pour ces raisons-là, plusieurs études ont été effectuées pour contourner ces contraintes en se basant sur des méthodes physiques, chimiques et bien même biologique.

Les modifications chimiques comprennent les traitements alcalins et le greffage de certaines molécules tel que le silane (alcoxyde de silicium fonctionnalisé) et l'acide acétique, ou encore des molécules à base de benzoyl, d'isocyanate, de triazine ou d'imidazolidinone, etc [32][31]. Leurs action est soit la réduction des liaisons hydrogène à l'intérieur de la Structure complexe de la fibre soit en faisant réagir les nombreux groupes hydroxyle sur la surface de La fibre avec d'autres groupes actifs du réactif [32 ;33].

Telles que les méthodes chimiques, les méthodes physiques sont diverses ; l'explosion par la vapeur [34], le traitement par le plasma [35], le traitement thermique, le laser, les rayons gamma et les UV, toutes sont des techniques utilisées pour modifier la surface structurale des fibres en provoquant la séparation des fibrilles et leur réorganisation de tel sorte elles peuvent être déposées dans une Direction uniforme à l'intérieur de la matrice et en modifiant ainsi les propriétés structurelles de la surface fibrillaire [32]. Ces traitements sont généralement Utilisés en combinaison avec d'autres traitements de bases que ça soit des traitements chimiques ou Biologiques.

Les agents biologiques tels que les microorganismes et notamment les champignons pourvus d'un bagage enzymatique spécifique sont une alternative aux méthodes chimiques et physiques. Les modifications biologiques offrent plusieurs avantages par rapport aux procédés chimiques et physiques. Ils peuvent séparer sélectivement les composés hydrophiles tels que les hémicelluloses et les pectines avec un apport d'énergie plus faible. Li et al, Pickering et al [36 ;37] ont utilisés des enzymes et des chélateurs pour séparer les faisceaux du chanvre en fibres individuelles, ils ont constaté que la cristallinité (par diffraction des rayons X) et les propriétés thermiques (analyse thermogravimétrique) se sont améliorées après la séparation. Dans une autre étude, Pietak et al [38] ont étudié le caractère hydrophile des fibres naturelles en utilisant le microscope et la technique de l'angle de contact, ils ont constaté une augmentation de l'adhésion entre fibre et matrice. Kardas et al. [39] rapportent aussi que le micro-relief du tissu de polyester traité par L'estérase prend une texture homogène lors de sa production. La pectinase aussi a été prouvé par Saleem et al. [40] qu'elle améliore les caractéristiques mécaniques du biocomposites ; selon leur étude, les fibres de chanvre traitées avec 8% de pectinase dans une solution d'anhydride maléique augmente la résistance à la traction, la résistance à la flexion et l'élasticité du composite

I.10. Effet du traitement alcalin

Différents traitements sont proposés dans la bibliographie. Les fibres végétales brutes peuvent être immergées dans une solution aqueuse de soude. Le traitement des fibres révèle une modification de la surface des fibres, il y a élimination partielle des lignines et d'autres constituants solubles en milieu alcalin et augmente le nombre de sites réactifs sur la surface de la fibre. De plus, la défibrillation favorise l'ancrage mécanique des fibres dans la matrice.

Le traitement à la soude ou mercerisage est l'un des traitements chimiques les plus utilisés avec les fibres naturelles utilisées pour le renforcement des thermoplastiques et les thermodurcissables. Selon la norme ASTM D1965, Le mercerisage par une base forte provoque un gonflement important accompagnée de changements dans la structure fine, des dimensions, de la morphologie et des propriétés mécaniques. Ce traitement provoque la diminution des liaisons hydrogène entre la cellulose et les deux autres principaux constituants : Hémicellulose et lignine. Le traitement par la soude change la topographie de la surface des fibres, élimine la cire, la pectine, une partie de la lignine, et l'hémicellulose. En effet, l'élimination de ces composants est nécessaire car du fait de leur structure amorphe, ils conduisent à une résistance en traction plus faible [41].Après le traitement à la soude, beaucoup de groupes -OH demeurent à la surface des fibres. Ces derniers sont éliminés par un rinçage par l'acide acétique ou par les silanes.

La soude provoque un gonflement de la fibre, au cours de laquelle la structure cristalline se relaxe. La cellulose native peut être transformée en différentes formes polymorphes par des traitements chimiques ou thermiques. Le type et la concentration d'alcalin (KOH, LiOH NaOH) influent sur le degré de gonflement, et donc le degré de transformation en cellulose-II. Le Diamètre de l'ion Na⁺ est favorable pour l'élargissement de l'espace entre les plans réticulaires et pénétrer. Cela conduit à la formation d'un réseau Na-cellulose-I. Les espaces créés sont remplis de molécules d'eau. Dans cette structure, les groupes -OH de la cellulose sont convertis en groupes

Gassan et al [42] ont incorporé 20% en poids de fibres de sisal dans une matrice polypropylène. Différents traitements des fibres avec un silane (vinyltris), un PPGAM et une solution alcaline sont réalisés. Les propriétés mécaniques obtenues des composites à base de polypropylène chargé avec des fibres traitées ou non sont comparées (Tab.I.5).

Tableau I.5. : Comportement mécanique de composites à base de fibres de Sisal [ALB01]

Fibre Sisal	E (GPa)	σ (MPa)	ϵ_R (%)	Résistance à l'impact ($J.m^{-1}$)
Brut	1.7	34	5.8	17
Traitée PpgAM	2.1	39	4.2	32
Traitée NaOH	2.3	45	4.7	43
Traitée Silane	2.0	39	4.9	37

A l'exception de l'allongement à la rupture, les traitements alcalins améliorent les propriétés mécaniques des composites. Notons que les composites à base de fibres de sisal traitées par la soude présentent les meilleures propriétés mécaniques. En effet, ces matériaux sont à la fois plus rigides et plus résistants à la rupture. Le PpgAM est l'agent de pontage le plus utilisé et peut être ajouté directement pendant la mise en œuvre. Il apporte une réelle amélioration du comportement mécanique des composites Polyoléfines – charge végétale.

II.11 Conclusion

Les fibres naturelles présentent de nombreux avantages, faible coût, ressource renouvelable, biodégradabilité, propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité). Comme tous les produits naturels, les propriétés mécaniques et physiques des fibres naturelles varient considérablement. Ces propriétés sont gouvernées par la composition chimique et structurale et dépendent du type de la fibre. La cellulose, le composant principal de toutes les fibres végétales, varie d'une fibre à une autre.

II. Introduction

Ce chapitre s'appuie sur la présentation biologique des fibres de DISS ainsi que les différentes méthodes de caractérisations de ces genres de fibres naturelles à savoir métallographiques en utilisons un microscope optique et thermo-physique sous forme des méthodes ATG et FTIR, et ceux pour décrire leurs comportement générale.

II.1. Matériau de base utilisé

Dans cette recherche, nous avons utilisé les fibres de DISS comme élément d'étude et de caractérisation, afin de l'utiliser comme élément de renforcement dans les composites à matrices plastiques. Pour cela des méthodes de caractérisations métallographiques et physicochimiques sont établies.

Le matériau de base utilisé appelé fibre de « DISS », connu sous le nom scientifique (*ampélodesmos mauritanicus*), appelé en Italie (Disa) et en Espagne (Carritx), il appartient à la famille des graminées (Fig.II.1). C'est une plante répandue dans l'Afrique du nord méditerranéenne et les régions sèches dans le monde est spécialement en Algérie. Cette plante était utilisée auparavant dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécaniques, l'utilisation de ces fibres est limitée à la confection des couffins, à lier les branches de vignes ou à la confection des balais cantonniers.



Figure II.1 : Fibre de DISS

Le DISS se trouve à l'état sauvage, c'est une plante annuelle, et très répandue sur toute la côte algérienne, et jusqu'à plus de 100 Km à l'intérieur du pays [43].

Chapitre II : Etude expérimentale et caractérisation métallographique et thermo-physiques des fibre naturelles de DISS

En raison de ses qualités mécaniques et en tant que fibre pour la fabrication de tapis, cette herbe pousse mieux dans des sols sableux, caillouteux ou argileux qui sont modérément humides, sa hauteur peut atteindre 3 mètres environ. L'utilisation de cette herbe dans les composites permet de préserver les ressources non renouvelables et d'ouvrir de nouveaux marchés. Les fibres DISS présentent une surface rugueuse, à relief très irrégulier avec la présence d'épines ou de crochets (0.20mm de longueur). A l'intérieur, la fibre est constituée d'un certain nombre de cavités [44]. .

II.2. Extraction des fibres

Dans cette étude, les fibres de DISS sont extraites, à partir des tiges citées précédemment. Pour extraire les fibres, nous avons utilisé une extraction manuelle et ou mécanique par brossage, les fibres obtenues sont nommées fibres brutes.

II.3 Caractérisation métallographique :

II.3.1 Objectif et observation par microscope optique des fibres :

Le microscope est un instrument d'optique qui permet d'examiner des objets ou des éléments invisibles ou difficilement visibles à l'œil nu, grâce à une lentille, ou il muni d'un objectif et d'un oculaire qui permet de grossir l'image d'un objet de petites dimensions (ce qui caractérise son grossissement) et de séparer les détails de cette image (et son pouvoir de résolution) afin qu'il soit observable par l'œil humain..

Le microscope optique utilisé dans cette étude est de modèle MOTIC BA310MET-T (système de lumière réfléchié et transmise) installé au laboratoire des matériaux composites et nouveaux matériaux LMNM à l'université de Guelma.(figure II.2) Ce microscope est de type siedentopf binoculaire ou trinoculaire, inclinée 30°, pivotante sur 360°. Oculaires grand champ avec haut point focal N-WF 10X/20mm et ajustement dioptrique sur les 2 oculaires. Tourelle quintule inversée avec objectifs plans achromatiques CCIS (Colour Corrected Infinity System) et correction de couleur à l'infini PL 5X, 10X, 20X, 50X.[47]



Figure II.2 : Microscope optique utilisé

II.4. Caractérisation thermo-physique

II.4.1 L'Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG), en anglais : thermogravimetric analysis (TGA), est une technique d'analyse thermique qui consiste en la mesure de la variation de masse d'un échantillon en fonction du temps, pour une température ou un profil de température donné.

Cette technique est couramment utilisée pour caractériser la décomposition et la stabilité thermique des matériaux mais aussi pour étudier la cinétique de dégradation par un processus physicochimique, elle nous permet entre autre de déterminer Les températures de décomposition, Taux de dégradation, Stabilités thermiques, et les stabilités oxydantes; Vies de produit. L'analyse thermogravimétrique a été utilisée pour la compréhension de la dégradation thermique des polyuréthanes à différentes structures et l'étude de différentes étapes de décompositions. Les expériences peuvent être réalisées sous vide, en milieu oxydant (O₂) ou en milieu inerte (N₂ ou Ar). La stabilité d'un polymère peut être évaluée avec l'augmentation de la perte en masse à chaque étape de dégradation thermique et peut être déterminée quantitativement. Parfois, les courbes de TG ne permettent pas de

distinguer clairement les processus superposés ; ces derniers sont plus évidents par l'utilisation de la thermogravimétrie différentielle (DTG) qui enregistre la dérivée de la perte de masse en fonction de la température [45].

Pour faciliter la lecture, il est pratique de représenter la courbe dérivée (DTG) de l'ATG. Cette courbe permet d'identifier plus facilement les phénomènes de perte de masse puisqu'ils se présentent sous forme de pics. La figure II.3 montre le comportement thermogravimétrique ATG (a) et DTG (b) du polypropylène PP, de fibres de chanvre et à titre de comparaison d'un système NTC/PP à 30% en fibres

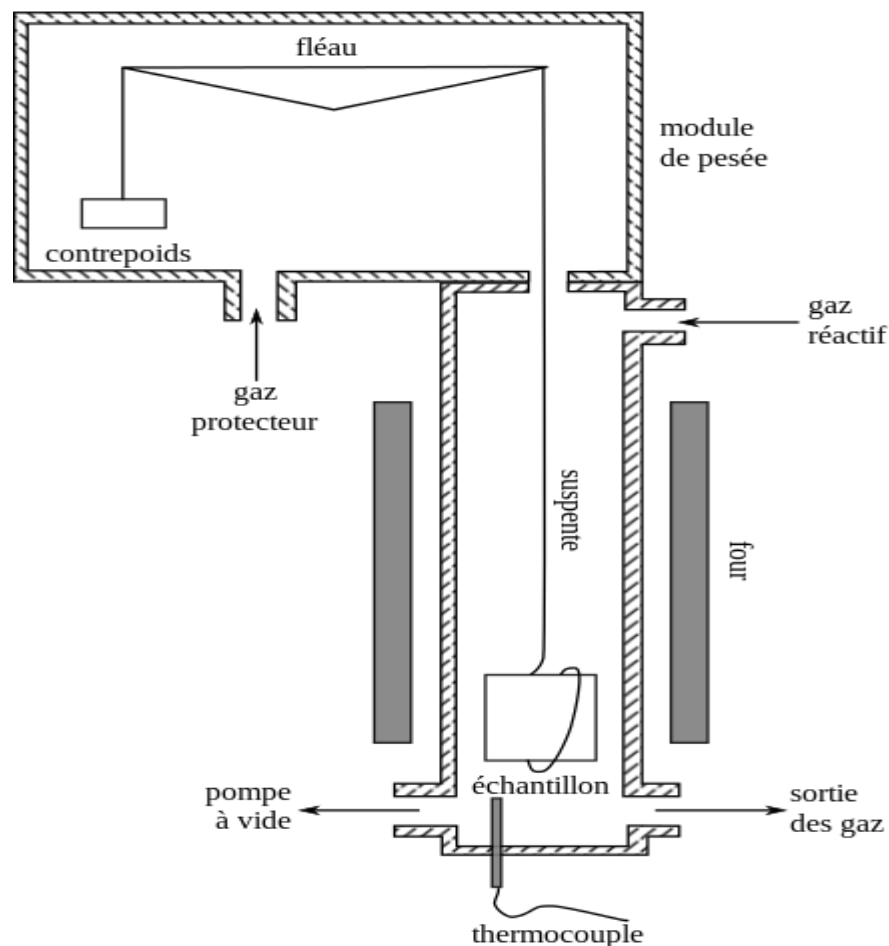


Figure II.3: Architecture de l'analyse ATG.

Un appareil se compose typiquement d'une enceinte étanche permettant de maîtriser l'atmosphère de l'échantillon, d'un four permettant de gérer la température, d'un module de pesée (microbalance), d'un thermocouple pour mesurer la

Chapitre II : Etude expérimentale et caractérisation métallographique et thermo-physiques des fibre naturelles de DISS

température et d'un ordinateur permettant de piloter l'ensemble et d'enregistrer les données.

La microbalance est normalement sous atmosphère inerte (par exemple diazote ou argon) ; ce gaz constitue un « couvercle » empêchant le gaz réactif de pénétrer dans l'enceinte du module de pesée, et le gaz doit être moins dense que le gaz réactif. L'appareil dispose d'un système de refroidissement, habituellement à circulation d'eau, afin de limiter les parties chaudes.

Selon les modèles, l'appareil peut être plus ou moins automatisé (commandes de la pompe à vide et ouverture et fermeture des gaz manuelles, ou bien commandes automatisées avec électrovannes). Pour accrocher l'échantillon, on utilise typiquement une des solutions suivantes :

On l'entoure d'un fil de platine ; On le perce d'un trou, et on l'accroche à un fil de platine (technique de l'« hameçon ») ; On le place dans une nacelle, de fil de platine tressé (facilite le flux de gaz) ou d'alumine (plus inerte à haute température), la nacelle étant accrochée à la suspenste.

À la place de la suspenste, on peut utiliser une « canne ATD » : il s'agit d'un module d'analyse thermodifférentielle de petite taille qui remplace la suspenste. La canne ATD permet de relever la chaleur de réaction, et la balance mesure la variation de masse. On a alors un appareil mixte ATG-ATD (ou TG-DTA en anglais).

On distingue typiquement deux types de mesure :

- Les mesures à température constante ;
- Les cyclages en température.

Chapitre II : Etude expérimentale et caractérisation métallographique et thermo-physiques des fibre naturelles de DISS

Un graphe de perte de masse (en haut) et sa dérivée (en bas) traités.

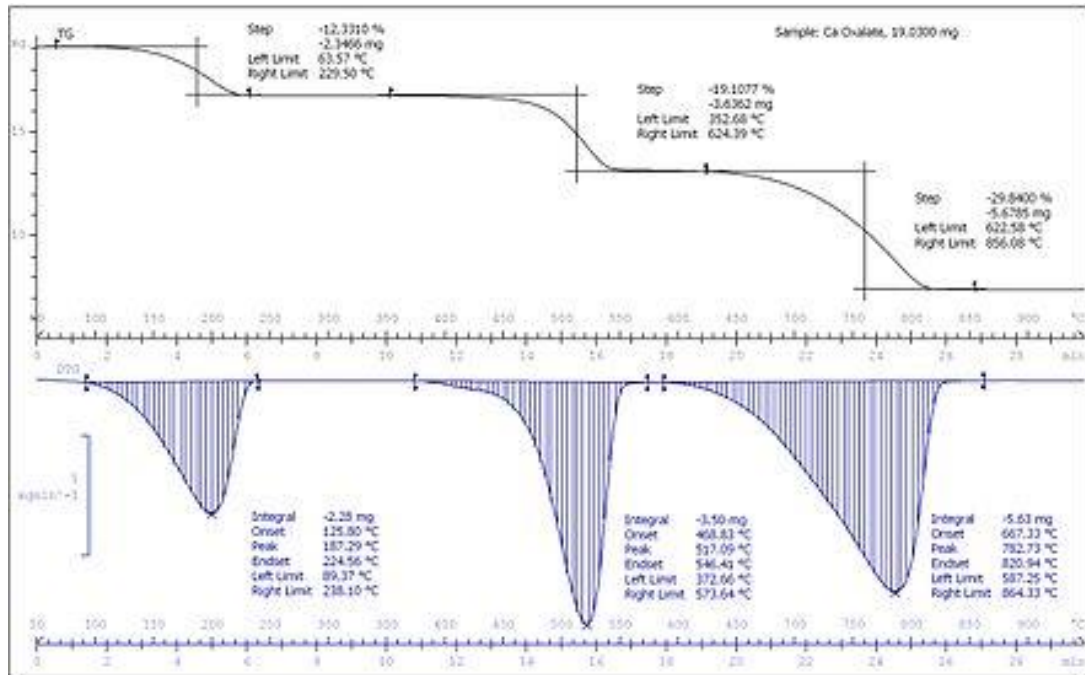


Figure II.4 représentation de la courbe dérivée (DTG) de l'ATG

Dans un matériau ligno-cellulosique soumis à un programme de montée en température, les hémicelluloses se décomposent généralement les premières, suivies par la cellulose et la lignine. Ces réactions ont lieu essentiellement dans la région amorphe des fibres et continuent à se produire jusqu'à ce que le degré de polymérisation devienne constant 160.



Figure II.5 : Montage de la machine TGA/DSC 3+ avec leur balance.

II.4.2 L'Analyse de transformation de fourier par infrarouge (FTIR)

1- principe de base

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF ou FTIR) est une technique efficace qui va nous permettre d'analyser les propriétés chimiques et structurales de différentes fibres végétales afin d'étudier les modifications résultants de traitements effectués, elle permet aussi l'identification de composés organiques, quel que soit leur état (solide, liquide ou gaz.....). et de déterminer également la teneur d'une substance dans un mélange.

Le principe de la spectroscopie infrarouge (IR) repose sur l'absorption de la lumière par la plupart des molécules dans la région de l'infrarouge du spectre électromagnétique et en convertissant cette absorption en vibration moléculaire. Cette absorption correspond spécifiquement aux liaisons présentes dans la molécule. Avec un spectromètre, cette absorption du rayonnement infrarouge par le matériau de l'échantillon est mesurée en fonction de la longueur d'onde (sous la forme de nombres d'onde, typiquement de 4000 à 600 cm^{-1}).

Le résultat est un spectre qui donne une "empreinte chimique" distinctive qui peut être utilisée pour visualiser et identifier des échantillons organiques et inorganiques.

2- Objectif de l'IRTF

L'acquisition des spectres IRTF n'est pas seulement beaucoup plus rapide que celle obtenue avec des instruments dispersifs classiques mais les spectres montrent un rapport signal sur bruit significativement plus élevé et, comme l'échelle de longueur d'onde est calibrée avec un laser très précis, les spectres obtenus ont une précision de longueur d'onde bien supérieure.

Ici, une source continue génère de la lumière IR sur un large éventail de longueurs d'onde infrarouges. La lumière infrarouge passe ensuite par un interféromètre et est ensuite dirigée vers l'échantillon. Contrairement aux mesures dispersives, nous obtenons d'abord un interférogramme, qui doit être converti en spectre IR.

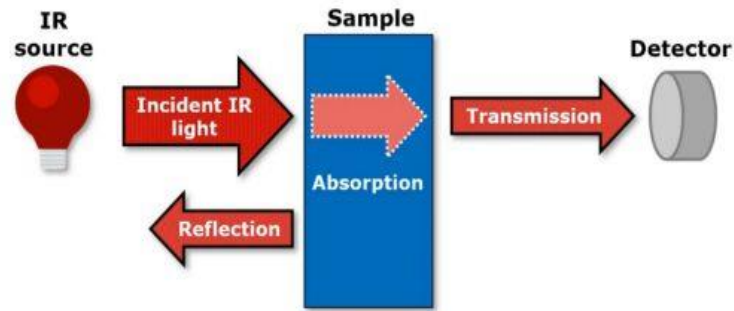
FTIR basics

The principles of infrared spectroscopy



How is an infrared spectrum measured?

➤ The remaining light is transmitted and collected by a detector



Innovation with Integrity

3

Figure II.6: Principe de base de l'analyse FTIR

Cette figure montre la configuration la plus basique pour mesurer les spectres IR dans la transmission ou la réflexion.

Cela dépend de l'échantillon à analyser. Classiquement, un échantillon solide est broyé avec du bromure de potassium (KBr), qui est transparent dans l'IR, et pressé sous forme de pastille, ou préparé en fine lame et placé entre deux fenêtres KBr, tandis que les liquides sont mesurés directement ou dilués avec un solvant transparent dans l'IR, par ex. CCl_4 .

3- Principe de la Transformée de Fourier :

Le Principe de Transformation de Fourier (TF) se base sur le fait que chaque fonction peut être décomposée en une somme de fonctions sinusoïdales, chaque fonction sinusoïdale étant définie par deux valeurs: sa fréquence (longueur d'ondes) et son amplitude (intensité).

La Transformation de Fourier est une procédure mathématique qui permet de décomposer un interférogramme en une somme de fonctions sinusoïdales, représentant chacune une onde donnée. La fréquence et l'amplitude de ces ondes sont calculées à partir des données de l'interférogramme. [45]

Chapitre II : Etude expérimentale et caractérisation métallographique et thermo-physiques des fibre naturelles de DISS

L'IRTF repose sur l'absorption d'un rayonnement infra-rouge à simple ou double faisceau par l'échantillon à analyser. Un interféromètre de Michelson est placé entre l'échantillon et la source lumineuse de manière à moduler chaque longueur d'onde du faisceau en différentes fréquences. Ceci donne lieu à un interférogramme qui n'est pas exploitable. Il lui est donc appliqué une transformée de Fourier qui permet d'obtenir un spectre infra-rouge en amplitude de longueur d'onde de la bande spectrale étudiée.

Lorsque la longueur d'onde (l'énergie) apportée par le faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et on enregistrera une diminution de l'intensité réfléchié ou transmise. Le domaine infrarouge entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} (2.5 – 25 μm) correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules. Toutes les vibrations ne donnent pas lieu à une absorption, cela va dépendre aussi de la géométrie de la molécule et en particulier de sa symétrie. Pour une géométrie donnée on peut déterminer les modes de vibration actifs en infrarouge grâce à la Théorie des Groupes. La position de ces bandes d'absorption va dépendre en particulier de la différence d'électronégativité des atomes et de leur masse. Par conséquent à un matériau de composition chimique et de structure donnée va correspondre un ensemble de bandes d'absorption caractéristiques permettant d'identifier le matériau.

L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier qui envoie sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'onde auxquelles le matériau absorbe et les intensités de l'absorption. La figure III.31 décrit le schéma d'un spectromètre à transformée de Fourier. [46]

Un spectromètre FT-IR est composé essentiellement de :

Une source lumineuse

Un séparateur de rayons

Un dispositif permettant de générer des interférences : l'interféromètre

Un compartiment échantillon

Un détecteur photosensible

Un système de traitement de signal (transforme le signal analogique en signal numérique manipulable par le système informatique). [25]

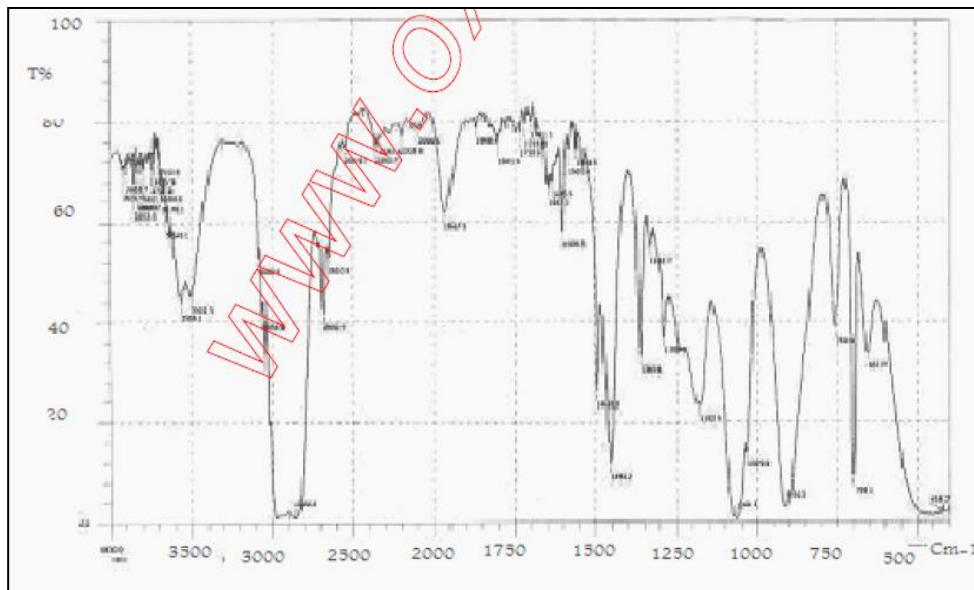


Figure II.7: Schéma de principe d'un spectromètre à transformée de Fourier. [25]

Le faisceau infrarouge provenant de la source A est dirigé vers l'interféromètre de Michelson qui va moduler chaque longueur d'onde du faisceau à une fréquence différente. Dans l'interféromètre le faisceau lumineux arrive sur la Séparatrice.

La moitié du faisceau est alors dirigée sur le miroir fixe, le reste passe à travers la séparatrice et est dirigé sur le miroir mobile. Quand les deux faisceaux se recombinent, des interférences destructives ou constructives apparaissent en fonction de la position du miroir mobile. Le faisceau modulé est alors réfléchi des deux miroirs vers l'échantillon, où des absorptions interviennent. Le faisceau arrive ensuite sur le détecteur pour être transformé en signal électrique. [46]

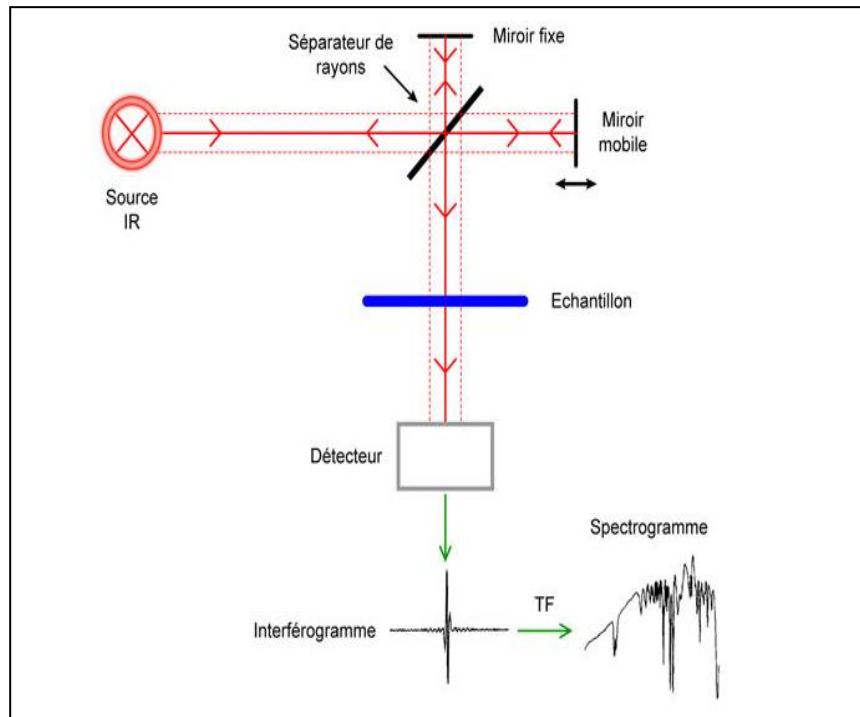


Figure II.8: spectre IR du polystyrène. [46]

Le Détecteur qui reçoit le faisceau transmis capte un ensemble de raies, qui forment ce qui est appelé un spectre.

Grâce aux vibrations caractéristiques des fonctions chimiques des molécules, il sera possible d'identifier les principaux composants dans l'échantillon. Il sera ensuite possible d'obtenir puis de comparer les spectres infra-rouge obtenus à ceux de la base de données afin pour déterminer la présence de telle ou telle substance dans l'échantillon, avant de procéder à d'autres analyses complémentaires, notamment quantitatives. [24]

Par exemple, Belouadah et al [50] ont étudié FTIR des fibres de Lygeumspartum. Le spectre obtenu FTIR est représenté sur la Figure III.33. Une grande bande d'absorption, observé autour 3340 cm^{-1} , est attribué au groupe hydroxyle (-OH). Les deux pics à 2915 cm^{-1} et 2848 cm^{-1} sont associés à (CH₂) des groupes de la cellulose et de l'hémicellulose. Le nombre d'onde à 1732 cm^{-1} et 1637 cm^{-1} correspond aux groupes carbonyle (C=O) de lignine et d'hémicellulose, tandis que la très faible intensité de la bande à 1512 cm^{-1} indique (C=C) des groupes de lignine. Le pic autour 1427 cm^{-1} correspond à la (CH₂) les groupes de cellulose. Alors, la

Chapitre II : Etude expérimentale et caractérisation métallographique et thermo-physiques des fibre naturelles de DISS

présence de pic autour 3340 cm^{-1} est associée à (C-H) les groupes de cellulose. Le pic localisé à 1237 cm^{-1} indique groupes ($--\text{COO}$) d'hémicellulose. En outre à 1158 cm^{-1} nous avons trouvé le des groupes (C-O-C) de la cellulose et de l'hémicellulose. Le nombre d'onde autour 1037 cm^{-1} correspond à la (C-O) les groupes de cellulose. En outre, la présence d'un pic aux alentours 898 cm^{-1} est associée à (C-O) les groupes qui sont liés à β - glycosidiques, tandis que le petit coup d'oeil autour de 588 cm^{-1} correspond à la (C-OH) courbure. [46]

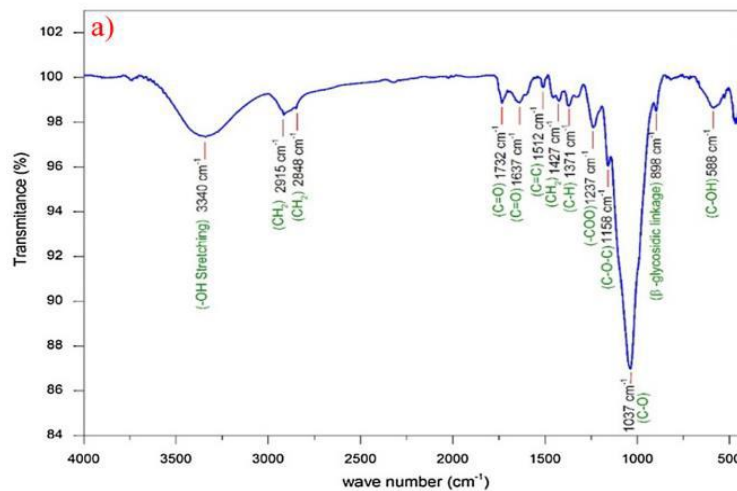


Figure II.9: Spectres FTIR de fibre Lygeum-spartum. [46]

En quelques secondes, l'interférogramme est recueilli par le spectromètre, traité par le calcul de transformation de Fourier et converti pour donner le spectre entier de l'échantillon. A partir de là, nous revenons à la théorie générale de la spectrométrie, de l'intensité lumineuse, de la transmission, de l'absorption et de leur relation avec les éléments constitutifs d'un échantillon spécifique. [45]



Figure II.10: la machine FTIR.

II.5.Conclusion :

Ce chapitre nous a permis de connaître les caractéristiques des fibres naturelles de DISS comme fibre de renforcement. Ce document aussi permet de présenter les techniques expérimentales les plus couramment utilisées, aussi bien dans les laboratoires universitaires qu'industriels, pour caractériser le comportement de ces genres de fibres. Les techniques abordées ici sont des techniques d'analyse thermique (ATG, FTIR).

III.1. Introduction :

Les industriels s'intéressent de plus en plus au renforcement des composites au différents types de matrices par de fibres naturelles pour, généralement, réduire les impacts environnementaux. La sélection de ce type de renfort n'est pas simple, ce terme correspondant à des fibres d'origine végétale, animale ou minérale.

L'objectif de cette recherche n'est pas de faire un inventaire de toutes les fibres disponibles, mais de présenter un des exemples intéressants, d'illustrer leurs capacités de renforcement et de prendre du recul par rapport à leurs usages. Il existe de nombreuses variétés de fibres naturelles, mais seules certaines présentent des propriétés mécaniques remarquables justifiant leur usage comme renfort de matériaux composites. On note que ces dernières ont un rôle structurel dans la nature, c'est la fibre de DISS.

Ce chapitre aborde la présentation des résultats obtenus concernant les caractéristiques thermo-physiques de DISS, on s'intéresse à l'interprétation des résultats obtenus.

III.1. Résultats obtenus et interprétations

III.1.1. Observation par microscope optique :

Des images en microscope optique de fibres de DISS brute humide et sèche ont été réalisées afin de caractériser la surface extérieure de la fibre. Cette analyse permet de générer les images aux dessous (figure III. 1et 2)

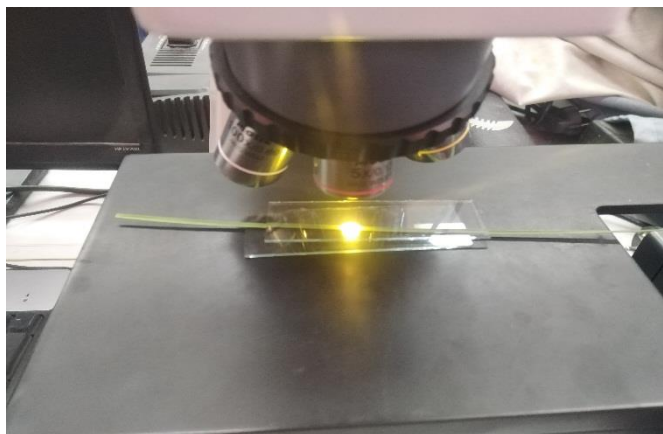


Figure III.1 : Fibres de DISS sous l'analyse métallographique

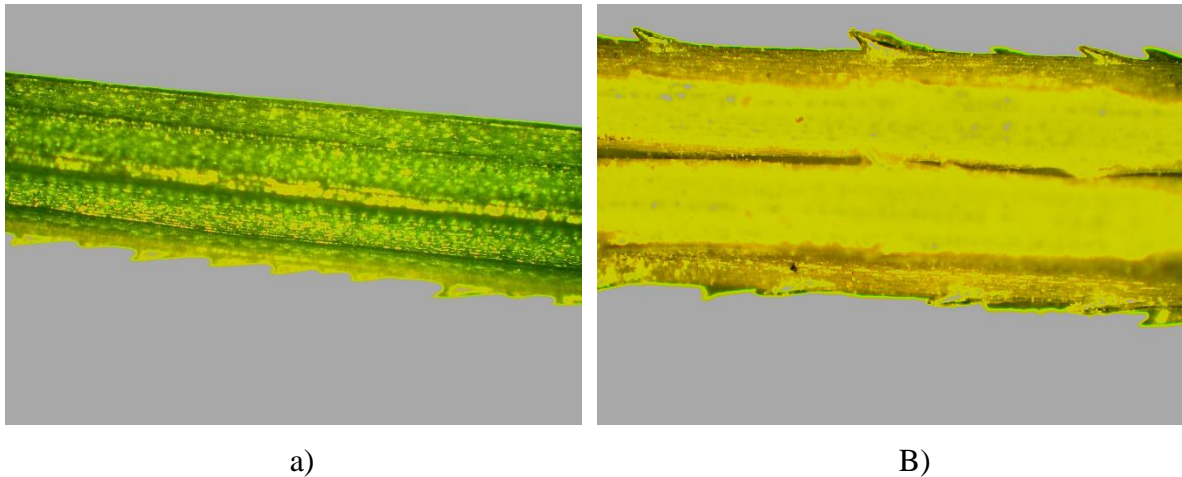


Figure III.2 : Analyse métallographique de fibre de DISS brute a) humide b) sèche

On peut y voir clairement dans les micrographies des surfaces des fibres brutes, que les parois cellulaires primaires qui recouvrent la fibre l'existence d'une couche extérieure normalement gouvernée par la présence des cellulose, hémicelluloses et de la pectine. Ces couches influent directement sur les propriétés mécaniques, physico-chimique et thermiques ainsi que sur la capacité d'adhérence interfaciale entre fibre/matrice, D'ou l'effet du résultat du traitement alcalin (par exemple par NaOH) pour éliminer ces couches.

III.2. Analyse thermogravimétrique ATG

La stabilité thermique des fibres naturelles a été identifiée comme l'un des propriétés la plus recherchée. Il est important de connaître la dégradation des propriétés mécaniques lorsque les fibres sont exposées à une température élevée. L'analyse thermogravimétrique (TGA) démontrée la fiabilité des fibres à être stables aux changements des températures et par conséquent, la dégradation des propriétés mécaniques. Cette analyse est illustrée à la figure III.3.

La courbe TGA des fibres de DISS brut montre une légère diminution du poids lorsque la température augmente jusqu'à 100 ° C, ce qui pourrait être attribué à la teneur en humidité de la fibre, puis une stabilité jusqu'à 220 ° C au-dessus de laquelle une dégradation rapide commence. Ces résultats sont comparables à ceux d'autres types de fibres naturelles.

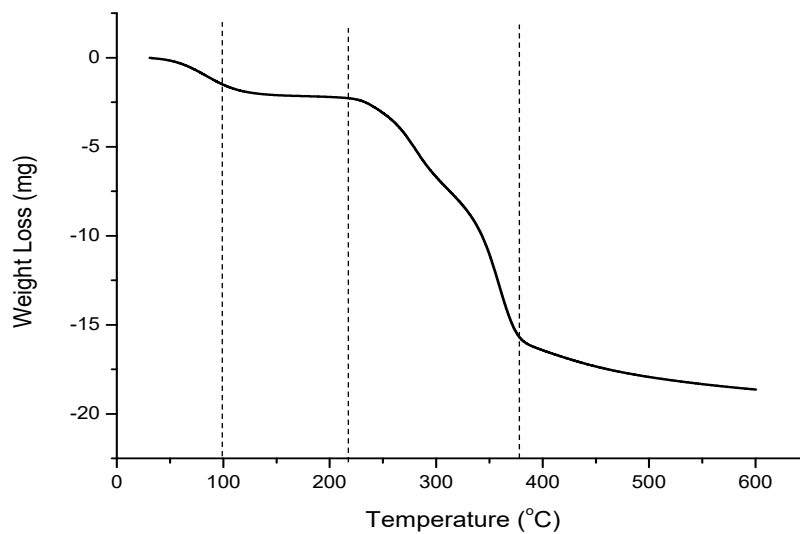


Figure III.3 : Courbes thermogravimétriques de fibre brute de DISS

- **La première région :** qui s'étend de 0°C jusqu'à 100°C, révèle une faible perte de masse peut atteindre 2.5 mg, cela s'explique par la vaporisation de l'eau.
- **La deuxième région :** qui s'étend de 100°C jusqu'à 220°C cette zone se caractérise par une bonne stabilité thermique (Zone de fonctionnement sans risques du fibre)
- **La troisième région :** qui s'étend de 220°C jusqu'à 380°C cette zone se caractérise par la décomposition des principaux composants chimiques de la fibre de DISS. Il est à signaler une dégradation maximale qui traduit la dégradation de la cellulose. A partir de cette température, on observe une perte de masse qui traduit la dépolymérisation des hémicelluloses, des pectines puis de la cellulose.
- **La quatrième région :** qui s'étend de 380°C jusqu'à 600°C dans cette zone on peut observer nettement la dégradation de la cellulose, Au-delà de cette température, c'est la dégradation de la lignine qui se poursuit. Même si la température exacte de dégradation de la lignine dans les fibres cellulosiques n'est pas connue, elle est donnée à 450°C pour la lignine..

III.3. spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La technique spectroscopique FTIR est l'une des méthodes les plus utilisées pour l'analyse qualitative et quantitative, Les spectres IR ont été enregistrés sur un spectromètre piloté par un ordinateur muni d'un logiciel de traitement. Elles permettent aussi par interprétation des spectres obtenus, de déceler les groupements fonctionnels contenus dans une molécule, ainsi que les liaisons entre les carbones d'une chaîne. Elle peut aussi donner une indication rapide et qualitative sur le changement de la structure chimique.

La figure III.4 montre les spectres infrarouges des fibres de DISS brutes pour trois différentes largeurs mesurées, ces spectres sont focalisés dans la région spectrale entre 4000 et 500 cm^{-1} .

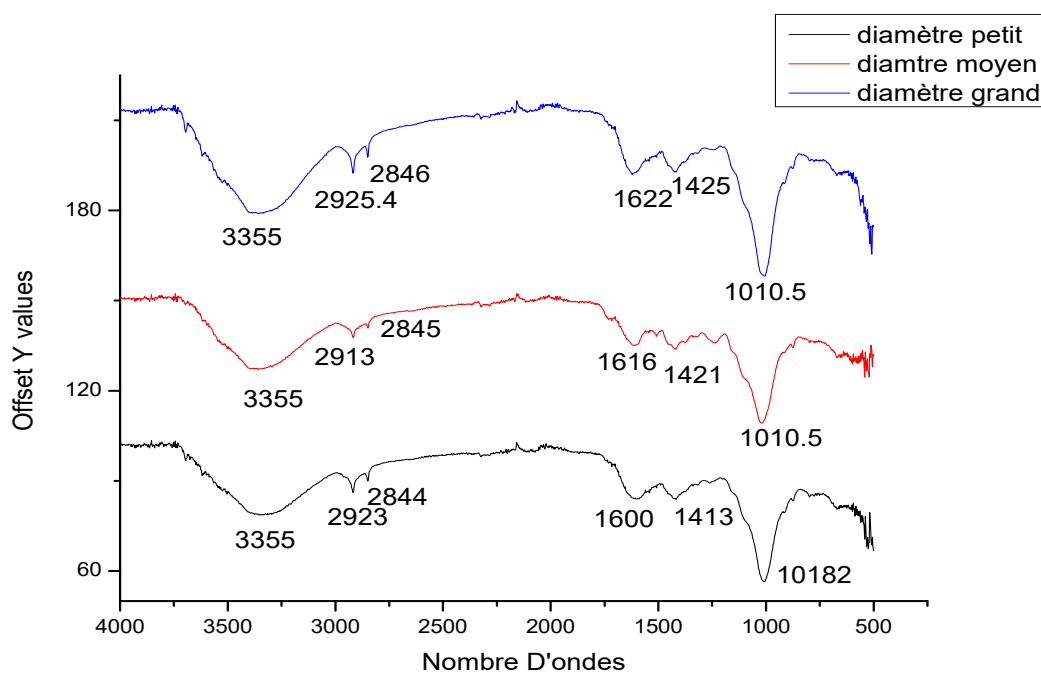


Figure III.4: Courbe FTIR des trois différentes largeurs

Pour comprendre les phénomènes observés dans la structure de la fibre de DISS, le tableau suivant qui représente les différents phénomènes observés en fonction de la longueur d'onde nous aide à faciliter l'interprétation des résultats.

Chapitre III : Résultats obtenus et interprétations

Tableau III.1 : les différents phénomènes observés en fonction de la longueur d'onde.

Longueur d'onde	Type de vibration	source	références
3330	OH élongation	polysaccharides	De Rosa et al, 2010
2918	CH élongation	Cellulose, hémicellulose	Lopattananon et al, 2006 Terpàkovà et al, 2012
2850	CH élongation	Cellulose, hémicellulose	De Rosa et al, 2010
1730	CO élongation	Pectines, hémicellulose	Oujai and Shanks, 2005
1630	OH	Eau	Ganan and Mondragon
1513	C=C aromatique, élongation Symétrique	Lignine	Ganan and Mondragon
1422	CH ₂ -	Cellulose	De Rosa et al, 2010
1367	CH, CO aromatique	Polysaccharides	De Rosa et al, 2010
1318	CH, CO aromatique	Polysaccharides	De Rosa et al, 2010
	OH déformation dans le plan	Cellulose	Terpàkova et al, 2012
1240	CO élongation	Hémicellulose	De Rosa et al, 2010
		Lignine	Sgriccia et al, 2008
1160	Déformation anti - symétrique de la liaison C- O-C	Cellulose	De Rosa et al, 2010
1030	COOH élongation	Cellulose	De Rosa et al, 2010
895	Elongation des liaisons β - glucosidique des anneaux de glucose	polysaccharides	Gañãñ and Mondragon
660	COOH déformation	polysaccharides	Terpàková et al, 2012
830	CH aromatique : déformation hors plan	Lignine	Oujai and Shanks, 2005

La première constatation que nous pouvons observer dans les courbes FTIR que dans les trois différentes largeurs de la fibre, les bandes d'absorption sont presque les mêmes.

A partir des théories données dans le tableau III.1, nous pouvons constater aussi que : La large bande d'absorption dans la région de 3355 cm^{-1} pourrait être observée dans les trois spectres, elle indique que seulement 30% de l'énergie incidente a été transmise, et qui est attribuée à l'étirement de l'hydrogène O-H.

D'autres pics montrent la présence de la cellulose comme ceux observés à (pic $2925\text{-}2923\text{ cm}^{-1}$), attribués à la vibration d'élongation de la liaison C-H et du groupement CH₂.

La réduction de l'absorption abordée par le pic étroit et intense 1010.5 cm^{-1} correspond à l'étirement du groupe carbonyle (C=O), cette région pourrait être attribuée à l'élimination des hémicelluloses au cours du traitement alcalin.

Le pic assez étroit et peu intense 1600 cm^{-1} est attribué à la vibration du groupe C-H.

III.4. CONCLUSION

Les fibres végétales voient leurs applications, se développer fortement ces dernières années aussi bien dans l'habitat que dans les transports et les loisirs. Les études effectuées au laboratoire de mécanique (**LMANM**) ont mis en évidence que les propriétés des fibres varient fortement en fonction de divers facteurs.

L'objectif principal de cette recherche était d'étudier le comportement thermophysique de la fibre de DISS en tant que renforçant naturel dans le composite pour une ultérieure utilisation.

CONCLUSION GENERALE

L'objectif essentielle de cette recherche est d'étudier thermo physiquement la fibre végétale de DISS pour l'utiliser ultérieurement comme un élément de renforcement fibreux dans les composites, cette recherche révèle les points suivants :

- La photographie microscopique de fibre de DISS obtenue après différent agrandissement des surfaces des fibres brutes montre clairement que les parois cellulaires primaires qui recouvrent la fibre sont entourées par une couche extérieure normalement gouvernée par la présence d'un grand pourcentage de cellulose, et des faibles pourcentages d'hémicelluloses et de la pectine.
- La couche cellulosique normalement influentes d'un grand pourcentage directement sur les propriétés mécanique, physico-chimique et thermiques ainsi que sur la capacité d'adhérence inter faciale entre fibre/matrice, D'où l'effet du résultat du traitement alcalin (par exemple par NaOH) pour éliminer ces couches.
- La technique d'analyse thermique gravimétrique ATG nous a permis d'étudier les pertes de masse ainsi que les températures de dégradations des fibres de DISS en fonction de l'augmentation de température. Les résultats de cette technique montrent que la température de sécurité pour une utilisation garantie des fibres de DISS allant jusqu'à 220°C. Au-delà de cette température la décomposition des principaux composants chimiques de la fibre de DISS commence.
- L'Analyse de transformation de fourrier par infrarouge FTIR nous permettre d'analyser les propriétés chimiques et structurales afin d'étudier les modifications résultantes et aussi l'identification de composés organiques. La première constatation que nous pouvons observer dans les courbes FTIR que dans les trois différentes largeurs de la fibre, les bandes d'absorption sont presque les mêmes.
- A partir des théories récapitulées dans le tableau III.1, des bandes d'absorption nous pouvons attribuer à chaque bande d'absorption leur signification physique. Par exemple, la large bande d'absorption dans la région de 3355 cm^{-1} pourrait être

observée dans les trois spectres, elle indique que seulement 30% de l'énergie incidente a été transmise, et qui est attribuée à l'étirement de l'hydrogène O-H. D'autres pics montrent la présence de la cellulose comme ceux observés à (pic 2925-2923 cm^{-1}), attribués à la vibration d'élongation de la liaison C-H et du groupement CH₂. La réduction de l'absorption abordée par le pic étroit et intense 1010.5 cm^{-1} correspond à l'étirement du groupe carbonyle (C=O), cette région pourrait être attribuée à l'élimination des hémicelluloses au cours du traitement alcalin. Le pic assez étroit et peu intense 1600 cm^{-1} est attribué à la vibration du groupe C-H.

Finalement, pour une perspective étude, les traitements alcalins sont indispensables pour une utilisation plus efficace. L'élaboration d'un composite renforcé du fibre de DISS est aussi nécessaire pour mieux comprendre leur comportement.

Références bibliographiques

- [1] I. Vroman, Panorama des agro-ressources en industrie. Quelle place pour les espèces fourragères ? Fourrages (2010) ref 203, pages 183-188.
- [2] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bouchak, F. Scarpa. Fatigue in sisal fiber reinforced polyester composites: hysteresis and energy dissipation. *Procedia Engineering* 2014;74:325 – 328.
- [3] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bouchak, F. Scarpa. Thermochemical and statistical mechanical properties of natural sisal fibres. *Composites: Part B* 2014;67:481– 489.
- [4] E.M. Teixeiraa, D. Pasquinib, A.A.S. Curveloa, E. Corradinic, M.N. Belgacemd, A. Dufresne. Cassava bagasse whiskers reinforced plasticized cassava starch. *Carbohydrate Polymers* 2009;(3)78:422-431.
- [5] A. Keller. Compounding and mechanical properties of biodegradable hemp fibre composites. *Composites Science and Technology* 2003;63:1307–16.
- [6] H. Kaddami, A. Dufresne, B. Khelifi, A. Bendahou, M. Taourirte, M. Raihane, N. Issartelc, H. Sautereauc, JF Gérardc, N. Sami. Short palm tree fibers–Thermoset matrices composites. *Composites: Part A* 2006;(9)37:1413-1422.
- [7] S. Amroune, A. Bezazi, A. Belaadi, C. Zhu, F. Scarpa. S. Rahatekar, A. Imad. Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (*Phoenix dactylifera L.*). *Composites: Part A* 2015;71:95–106.
- [8] J.L. Thomason, J.K. Carruthers, G. Johnson. Fibre cross-section determination and variability in sisal and flax and its effects on fibre performance characterisation. *Composites Science and Technology* 2011;71:1008–15.
- [9] M. Bouakba, A. Bezazi, K. Boba, F. Scarpa, S. Bellamy. Cactus fibre/polyester biocomposites: Manufacturing, quasi-static mechanical and fatigue characterization. *Composites Science and Technology* 2013;74:150–159.
- [10] M.M. Ibrahim, A. Dufresne, W.K. El-Zawawy, F.A. Agblevor. Banana fibers and microfibrils as lignocellulosic reinforcements in polymer composites. *Carbohydrate polymers* 2010;(4)81:811-819.

Références bibliographiques

- [11] C. Baley. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites - Présentation des différentes fibres naturelles. Techniques de l'Ingénieur, Référence AM5130. 10 janv. 2013.
- [12] M.J. John, S. Thomas. Bio-fibres and bio-composites. *J of Carbohydrate Polymers*, 2008;71:343–364.
- [13] P.V. Josepha, M.S. Rabello, L.H.C. Mattoso, K. Joseph, S. Thomas. Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Composites Science and Technology* 2002;62:1357–1372.
- [14] F. Vilaplana, E. Strömberg, S. Karlsson. Environmental and resource aspects of sustainable biocomposites. *Polymer Degradation and Stability*. 2010;95:1-15.
- [15] Rachdi M., 2013. Contribution à l'Etude de la durabilité de mortier de plâtre à base de sable de dunes renforcé par des fibres de palmier dattier. Mémoire de Magister. 57-61.
- [16] Harche M., 1985. Differentiation et structure pariétale des fibres foliaires de l'Alfa (*Stipa tenacissima* L.).Thèse de doctorat d'état es-sciences ,univ.P.et M.Curie, France.
- [17] Kurek B., 2006. les fibres naturelles, propriétés, qualités et défauts, journée technique de matériaux renforcés par fibre naturelles, Bellignat, France.
- [18] Placet, V., Cisse, O., Boubakar, M.L., 2012a. Influence of environmental relative humidity on the tensile and rotational behaviour of hemp fibres. *J. Mater. Sci.* 47, 3435–3446. Baley, C., 2005. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Tech. Ing.*
- [19] Duval A., Bourmaud A., Augier L., Baley C., 2011. Influence of the sampling area of the stem on the mechanical properties of hemp fibers. *Mater. Lett.* 65: 797–800.
- [20] Bourmaud, A., Morvan, C., Baley, C., 2010. Importance of fiber preparation to optimize the surface and mechanical properties of unitary flax fiber. *Ind. Crops Prod.* 32, 662–667.
- [21] Bourmaud, A., Baley, C., 2009. Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling. *Polym. Degrad. Stab.* 94, 297–305.
- [22] Charlet, K., Jernot, J.-P., Breard, J., Gomina, M., 2010. Scattering of morphological and mechanical properties of flax fibres. *Ind. Crops Prod.* 32, 220–224. .

Références bibliographiques

- [23] Talla, A.S.F., Erchiqui, F., Kaddami, H., Kocaeffe, D., 2015. Investigation of the thermostability of poly(ethylene terephthalate)-hemp fiber composites: Extending natural fiber reinforcements to high-melting thermoplastics. *J. Appl. Polym. Sci.* 132, 42500.
- [24] Oza, S., Wang, R., Lu, N., 2011. Thermal and mechanical properties of recycled high density polyethylene/hemp fiber composites. *Int. J. Appl.* 1.
- [25] Kymäläinen, H.-R., Sjöberg, A.-M., 2008. Flax and hemp fibres as raw materials for thermal insulations. *Build. Environ.* 43, 1261–1269.
- [26] Korjenic, A., Petránek, V., Zach, J., Hroudová, J., 2011. Development and performance evaluation of natural thermal-insulation materials composed of renewable resources. *Energy Build.* 43, 2518–2523.
- [27] Bourmaud, A., Baley, C., 2007. Investigations on the recycling of hemp and sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Polym. Degrad. Stab.* 92, 1034– 1045.
- [28] Dai, D., Fan, M., 2010. Characteristic and Performance of Elementary Hemp Fibre *Mater. Sci. Appl.* 01, 336–342.
- [29] Mwaikambo, L., 2006. Review of the history, properties and application of plant fibres. *Afr. J. Sci. Technol.* 7, 121.
- [30] Fei Y., Wu Q., Zhou D., 2009. Thermal decomposition of natural fibers: Global kinetic modeling with nonisothermal thermogravimetric analysis. *J. Appl. Polym. Sci.* 114 : 834–842.
- [31] Mohanty A., Misra M., Drzal L., 2002. Sustainable bio-composites from renewable resources: opportunities and challenges in the green materials world. *J. Polym. Environ.* 10:19–26.
- [32] Bledzki A.K., Gassan J., 1999. Composites reinforced with cellulose based fibers. *Prog. Polym. Sci.* 24: 221–274.
- [31] Jacob M., Rajesh J., Anandjiwala D., 2008. Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites. *Polym. compos.* 187-207.
- [32] Gonzalez A.U.J., Olayo R., Franco P., 1999. Chemical modification of henequén fibers with an organosilane coupling agent. *Composites : Part B.* 30: 321–331.

Références bibliographiques

- [33] Tserki V., Zafeiropoulos N., Simon F., Panayiotou C., 2005. A study of the effect of acetylation and propionylation on surface treatments of natural fibers. *Composites Part A*. 36 : 1110–1118.
- [34] Kalia S., Kaith B., Kaur I., 2009. Pretreatments of natural fibres and their application as reinforcement in polymer composites, a review. *Polym. Eng. Sci.* 49 : 1253–1272.
- [35] Yuan X., Jayaraman K., Battacharyya D., 2004. Effects of plasma treatment in enhancing the performance of wood fibre-polypropylene composites. *Composites Part A*, 35 : 1363–1374.
- [36] Li X., Tabil L G., Panigrahi S. and Crerar W. J., 2009. The Influence of Fiber Content on Properties of Injection Molded Flax Fiber-HDPE Biocomposites, *Canadian Biosystem. Eng.* 08: 1-10.
- [37] Pickering K.L., Li Y., Farrell R.L., Lay M., 2007. Interfacial modification of hemp fiber reinforced composites using fungal and alkali treatment, *J. Biobased Mater. Bioenergy*. 1: 109–117.
- [38] Pietak A., Korte S., Tan E., Downard A., Staiger M.P., 2007. Atomic force microscopy characterization of the surface wettability of natural fibers. *Appl. Surf. Sci.* 253 : 3627–3635.
- [39] Kardas I., Symonowicz B., Sztajnowski S., 2009. Comparison of the effect of PET fibers surface modification using enzymes and chemical substances with respect to changes in mechanical properties. *Fibers Text. East. Europ.* 17 : 93–97.
- [40] Saleem Z., Rennebaum H., Pudel F., Grimm E., 2007. Treating bast fibers with pectinase improves mechanical characteristics of reinforced thermoplastic composites. *Comp. Sci. Technol.* 68 : 471–490.
- [41] Gustavsson M.T., Persson P.V., Iversen T., Martinelle M., Hult K., Teeri T.T., Brumer H., 2005. Modification of cellulose fiber surface by use of a lipase and a xyloglucan endotransglycosylase. *Biomacromol.* 6: 196–203
- [42] Gassan J., Gutowski V.S., 2000. Effects of corona discharge and UV treatment on the properties of jute-fiber epoxy composites. *Compos. Sci. Technol.* 60: 2857–2863.
- [43] Martin Lévesque, « L'essai de traction de matériaux composites unidirectionnels à fibres continues », Université de Montréal, Décembre 2000

Références bibliographiques

- [44] Nicolas Tessier- Doyen, « Etude expérimentale et numérique du comportement Thermomécanique de matériaux réfractaires modèles », L'université de Limoges, 2003.
<https://www.wikiwand.com/fr/analyse-thermogravimetric>
- [45] Guemaz Nora « Préparation et étude de stabilité thermique des polyuréthanes » mémoire magistère, L'université de Limoges » 24 / 05 / 2012.
- [46]<https://www.bruker.com/fr/products-and-solutions/infrared-and-raman.html>
- [47]<http://web.utk.edu/~prack/MSE%20300/Lightmicroscopyhandout.pdf>