



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة الشهيد الشيخ العربي التبسي - تبسة

Université Echahid Cheikh Larbi Tebessi - Tébessa
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de Génie Mécanique

THÈSE DE DOCTORAT

Présentée pour l'obtention du **diplôme de Doctorat LMD**

En : **Génie Mécanique**

Spécialité : **Construction Mécanique**

Par : **LEMITA Nourelhouda**

Intitulé de la thèse

**Élaboration et Caractérisation de Structure Composite à Base de
Matrice Organique Renforcée par de Nouvelles Fibres
Cellulosiques Naturelles Extraites de la Plante *Strelitzia Reginae***

Présentée et soutenue publiquement, le **04/05/ 2023**, devant le jury composé de :

TORCHANE Lazhar	Prof	Président	U.Tébessa
DEGHBODJ Samir	Prof	Directeur de thèse	U.Tébessa
ZITOUNE Redouane	Prof	Examineur	ENST
HECINI Mabrouk	Prof	Examineur	U.Biskra
DIHA Abdellah	MCA	Examineur	U.Tébessa
HARKATI Elhadi	Prof	Examineur	U.Tébessa

2022/2023



Dédicace

*Je dédie ce travail à tous ceux qui ont toujours
cru en moi*

*À mes parents, source de vie, d'affection et
d'amour et sans eux, je ne serais pas devenue ce
que je suis aujourd'hui*

*À mes frères et mes sœurs, source
d'encouragement*

*À mes nièces et mes neveux, source de joie et
de bonheur*

Remerciements

Si la réalisation d'une thèse s'apparente à un effort solitaire, nul doute que sans les nombreuses rencontres qu'elle nécessite elle resterait une coquille vide.

Au moment où ce travail est finalisé, mes plus sincères remerciements vont à Monsieur DAGHBOUDJ Samir, Professeur de l'Université Laarbi-Tebessi de Tébessa (Algérie) pour m'avoir proposé ce sujet de recherche et pour avoir accepté de diriger cette thèse du début à la fin. Le caractère amical de nos relations a contribué à rendre nos discussions ouvertes et les trois années passées à travailler ensemble très agréables.

Un remerciement tout particulier aux membres du jury qui ont accepté de ménager un espace dans leur agenda pour évaluer ce travail. Je pense notamment à Professeur TORCHANE Lazhar, Docteur DIHA Abdellah et Professeur HARKATI Elhadi de l'université de Tébessa, Professeur ZITOUNE Redouane de l'école nationale supérieure de technologie et Professeur HECINI Mabrouk de l'université de Biskra.

J'adresse également mes remerciements à l'ensemble des personnes du Centre de recherche en technologies industrielles CRTI qui m'ont donné un coup de pouce et participé, de près ou de loin à mon travail. Je remercie en particulier le Docteur HALIMI Rafik pour l'importante participation sur la préparation et la caractérisation des composites. Ainsi que le Docteur REKBI Mohamed Laid Fares pour son accueil au sein du CRTI et son implication à faciliter la caractérisation des fibres. Je garderai un souvenir exceptionnel de leur richesse humaine qui est un exemple, la confiance qu'ils m'ont accordée et ses précieux conseils.

Je suis très reconnaissant à Monsieur ROKBI Mansour Maître de conférence à l'Université de M'sila, de m'avoir accueilli dans le Laboratoire de Génie Mécanique et de partager ses connaissances sur l'extraction des fibres.

J'ai eu l'occasion au cours de ma thèse de visiter de nombreux laboratoires. Je tiens à remercier le Laboratoire de Physique de l'Université de M'sila pour m'avoir ouvert ses portes aussi souvent que nécessaire. Je pense en particulier au Professeur SAHNOUN Foudil, au Professeur HERAIZ Menad et au Docteur LAMARA Smail pour leur grande disponibilité, leur soutien et les importantes astuces partagées d'analyse physico-chimique des fibres végétales.

Un grand merci à Monsieur ARIBI Chouaib, Docteur à l'Université de Boumerdes pour sa collaboration dans la réalisation des tests de traction des fibres élémentaires.

Sans oublier le Docteur MIMOUNI Oussama du Centre de Recherche-Développement des Forces Aériennes, je lui adresse un remerciement spécial pour son autorisation de faire l'analyse mécanique dynamique.

Résumé

Les fibres de végétales constituent des matériaux disponibles et biodégradables. Elles offrent une bonne résistance à la traction et à l'abrasion et sont plus souples que les fibres synthétiques couramment utilisées comme renfort. Leur densité plus faible permet d'alléger le matériau. C'est dans cette perspective et dans un contexte de développement durable, que s'inscrit le travail de cette thèse qui propose une contribution dans ce domaine scientifique en pleine expansion. Le propos de cette thèse est d'introduire un nouveau type de fibres extraites de la plante *Strelitzia reginae*, en examinant leur potentiel et leur aptitude à être employées comme renfort dans des applications composites. Les propriétés morphologiques, physiques, chimiques et mécaniques ont été étudiées et analysées. Après l'extraction, les fibres cellulosiques brutes sont traitées par un procédé alcalin (NaOH). Ceci a permis d'améliorer nettement l'état de leur surface. Les fibres ont été analysées du point de vue anatomique et morphologique. Une caractérisation physico-chimique, des observations à la microscopie électronique optique et à balayage (MEB), la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), l'analyse thermogravimétrique (ATG), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et la diffraction des rayons X (DRX), ont été effectuées sur les fibres traitées et non traitées. Par la suite, ces mêmes fibres ont été testées en traction uniaxiale en vue notamment d'évaluer les caractéristiques mécaniques, telles que la contrainte de rupture, le module d'Young et la déformation à la rupture. Les composites fabriqués à partir de ces fibres et d'une matrice époxyde ont ensuite été caractérisés. Des éprouvettes normalisées avec différentes orientations de fibres ont été caractérisées au moyen d'essais de traction statique, d'essais de flexion 3 points et de mesures de dureté. Enfin, la dernière partie de ce travail a été consacrée à la description des différents mécanismes d'endommagement et à l'analyse du comportement dynamique des composites biosourcés en utilisant la méthode d'analyse mécanique dynamique DMA.

Mots clés : Nouvelle fibre végétale, matériau bio-composite, traitement chimique, caractérisation, orientation des fibres, DMA.

Abstract

Vegetal fibers are widely available and biodegradable materials. They offer good tensile strength and abrasion resistance and are more flexible than the synthetic fibers commonly used as reinforcement. Their lower density permits to lighten the material. It is in this perspective and in a context of sustainable development, that the work of this thesis proposes a contribution in this scientific field in great expansion. The purpose of this thesis is to introduce a new type of fiber extracted from the plant *Strelitzia reginae*, by examining their potential and their ability to be used as reinforcement in composite applications. Morphological, physical, chemical and mechanical properties were investigated and analyzed. After extraction, the raw cellulosic fibers were treated with an alkaline process (NaOH), which resulted in a significant improvement of their surface condition. The fibers were analyzed from the anatomical and morphological standpoints. Physicochemical characterization, optical and scanning electron microscope (SEM) observations, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), thermogravimetric analysis (TGA), differential scanning calorimetry (DSC) and X-ray diffraction (XRD), were carried out on the treated and untreated fibers. Subsequently, these same fibers were tested in uniaxial tensile strength in order to assess mechanical characteristics such as tensile stress, Young's modulus and strain at break. Composites made from these fibers and an epoxy resin matrix were then characterized. Standardized specimens with different fiber orientations were characterized using static tensile tests, 3-point bending tests and hardness measurements. Finally, the last part of this work was devoted to the description of the different damage mechanisms and to the analysis of the dynamic behavior of biosourced composites using the dynamic mechanical analysis method DMA.

Keywords: New plant fiber, bio-composite material, chemical treatment, characterization, fiber orientation, DMA.

ملخص

أصبح الاستثمار المستدام مصدر قلق كبير للعديد من القطاعات الصناعية. أدت التحديات البيئية إلى تزايد الاهتمام بالمواد المستخرجة من الموارد المستدامة. تتطلب هذه الموارد طاقة منخفضة لإنتاجها بالإضافة إلى مواد قابلة لإعادة التدوير مثل تلك الموجودة في المركبات المقواة بالألياف الطبيعية. تم التعرف على هذه الفئة من المواد كبديل محتمل للمركبات المقواة بالألياف الاصطناعية. الألياف الطبيعية هي أجيال جديدة من التعزيزات والمواد المضافة للمواد القائمة على البوليمر وهي نوع من الموارد المتجددة. على مدى العقدين الماضيين، كان تطوير مركبات الألياف الطبيعية أو المركبات الخضراء موضوعاً مثيراً للجدل بسبب الوعي المتزايد بالبيئة العالمية. نظراً لانخفاض تكلفتها وخفة وزنها وقابليتها للتحلل البيولوجي وكثافتها المنخفضة وخصائصها الفيزيائية والميكانيكية الجيدة، يبحث الباحثون في تطوير الألياف النباتية بدلاً من الكربون والزجاج لاستخدامها في تعزيز المواد المركبة لمختلف التطبيقات مثل السيارات والتعبئة والتغليف والبناء والأثاث.

الهدف من هذه الأطروحة هو التعرف لأول مرة على نوع جديد من الألياف المستخرجة من نبات *Strelitzia reginae* بغرض دراسة إمكانية استخدامها كتعزيز في التطبيقات المركبة، تم فحص الخواص المورفولوجية والفيزيائية والكيميائية والميكانيكية. يتضمن توصيف هذه الألياف السليلوزية الجديدة كلاً من الألياف الخام والمعالجة كيميائياً بواسطة هيدروكسيد الصوديوم. الجزء الثاني مكرس للتوصيف الميكانيكي والفيزيائي والميكانيكي الديناميكي للرقائق المركبة التي تم تطويرها باستخدام راتينج الايبوكسي. تخضع العينات القياسية ذات اتجاهات الألياف المختلفة لاختبارات الشد الثابتة واختبارات الانحناء من 3 نقاط وقياسات الصلابة. وأخيراً، يهدف القسم الأخير من هذا العمل إلى وصف آليات الضرر المختلفة وتحليل السلوك الديناميكي للمركبات باستخدام طريقة التحليل الميكانيكي الديناميكي.

الكلمات المفتاحية: ألياف نباتية جديدة، مادة مركبة حيوية، معالجة كيميائية، توصيف، توجيه الألياف، التحليل الميكانيكي

الديناميكي

Sommaire

Dédicace.....	II
Remerciements.....	III
Résumé.....	V
Abstract.....	VI
ملخص.....	VII
Sommaire.....	VIII
Liste des figures.....	XIII
Liste des tableaux.....	XV

Chapitre I : Etat de l'art

1 Généralité sur les composites.....	4
1.1 Introduction	4
1.2 Définition.....	4
1.3 Les avantages des matériaux composites	5
1.4 Caractéristiques générales	5
1.5 Classification des matériaux composites	6
1.6 Constituants de base d'un matériau composite.....	6
1.6.1 La matrice.....	6
1.6.2 Le renfort.....	9
1.7 Domaine d'application	9
1.8 Mise en œuvre	10
1.8.1 Moulage au contact :	10
1.8.2 Moulage par projection :	10
1.8.3 Moulage sous vide :.....	11
1.8.4 Moulage par compression :	11
1.8.5 Moulage par transfert de résine :.....	12
2 Les bio-composites	12
2.1 Les fibres naturelles.....	12
2.2 Comparaison entre les fibres naturelles et les fibres synthétiques	13
2.3 Les fibres végétales	14
2.4 Classification des fibres végétales	14
2.5 Présentation de quelques fibres végétales	15
2.5.1 Le lin	15

2.5.2	Le chanvre	15
2.5.3	Le jute.....	16
2.5.4	La ramie.....	16
2.5.5	L'alfa.....	17
2.5.6	Le raphia.....	17
2.6	Structure des fibres végétales	18
2.6.1	Modèle simplifié	18
2.6.2	Structure détaillée.....	19
2.7	Méthodes d'extraction des fibres végétales.....	25
2.7.1	Extraction mécanique	26
2.7.2	Extraction chimique	27
2.7.3	Extraction biologique	28
2.8	Traitement de surface des fibres végétale.....	29
2.8.1	Les techniques physiques	29
2.8.2	Les techniques chimiques.....	30
2.8.3	Les techniques biologiques	30
2.9	Propriétés usuelles des fibres végétales.....	31
2.10	Synthèse des travaux réalisés sur les paramètres influençant les sur propriétés des fibres végétales	31
2.11	Domaines d'applications des composites à fibres naturelles.....	33
2.12	Synthèse des travaux réalisés sur les biocomposites	34
3	Conclusion	38

Chapitre II : Techniques et méthodologies expérimentales

1	Introduction.....	39
2	Présentation de la plante (oiseau de paradis).....	39
2.1	<i>Strelitzia reginae</i>	39
2.2	Description générale	40
2.3	Nomenclature et classification botanique.....	40
2.4	Culture de la plante.....	41
2.5	Toxicité.....	41
3	Extraction des fibres du <i>Strelitzia reginae</i>	41
4	Traitement alcalin	42
5	Caractérisation des fibres.....	43

5.1	Analyse anatomique	43
5.2	Caractérisation morphologique par microscopie électronique à balayage (MEB)....	45
5.3	Caractérisation Physique	45
5.3.1	Mesure de la densité	45
5.3.2	Mesure du diamètre	46
5.3.3	Analyse par diffraction des rayons X.....	47
5.4	Caractérisation mécanique.....	48
5.4.1	Traction de fibre unitaire	48
5.5	Caractérisation thermique.....	49
5.5.1	Analyse thermogravimétrique	49
5.5.2	Analyse Calorimétrique Différentielle	50
5.6	Caractérisation chimique	51
5.6.1	Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	51
6	Mise en œuvre des plaques bio composites	51
6.1	Préparation de la matrice	51
6.2	Elaboration des plaques de stratifiés fibres <i>Strelitzia reginae</i> /époxy.....	52
6.3	Préparation des échantillons	54
6.3.1	Cuisson des plaques fabriquées.....	54
6.3.2	Découpage des éprouvettes	54
7	Techniques de caractérisation des composites	55
7.1	Essai de traction.....	55
7.2	Essai de flexion.....	57
7.3	Mesure de la densité	57
7.4	Mesure de microdureté	58
7.5	Visualisations microscopique	59
7.6	Techniques de caractérisation mécanique dynamique DMA	60
8	Conclusion	61

Chapitre III : Caractérisation physico chimique et mécanique des fibres du *Strelitzia reginae*

1	Introduction.....	62
2	Analyse anatomique.....	62
3	Caractérisation morphologique	63
4	Caractérisation Physique	66

4.1	Mesure de la densité	66
4.2	Mesure du diamètre	67
4.3	Analyse par diffraction des rayons X	68
5	Caractérisation mécanique	71
5.1	Essai de traction.....	71
6	Caractérisation thermique	76
6.1	Analyse thermogravimétrique	76
6.2	Analyse Calorimétrique Différentielle	78
7	Caractérisation chimique	80
7.1	Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	80
8	Conclusion	81

Chapitre IV: Etude du comportement mécanique statique et dynamique des composites stratifiés

1	Introduction.....	82
2	Résultat et discussions des essais mécaniques et physiques	82
2.1	Analyses microscopiques préliminaires	82
2.2	Calcul de porosité	83
2.3	Caractérisation mécanique de la matrice STR.....	84
2.3.1	Essais de traction.....	84
2.3.2	Essai de flexion 3 points.....	84
2.4	Effet de l'orientation des fibres sur le comportement mécanique des bio-composites élaborés	85
2.4.1	Essai de traction	85
2.4.2	Essai de flexion 3 points.....	88
2.5	Rupture et endommagement des plaques composites unidirectionnelles monocouches.....	91
2.5.1	Mécanismes d'endommagement	91
2.5.2	Observation des faciès de rupture	91
2.5.3	Modes de rupture en traction.....	91
2.5.4	Modes de rupture en flexion.....	92
2.6	Mesure de la microdureté	94
2.7	Mesure de la densité	95
2.8	Analyse mécanique dynamique (DMA)	95
2.8.1	La matrice.....	96

2.8.2	Effet de l'orientation des fibres	97
3	Conclusion	102
	Références bibliographiques	106

Liste des figures

Figure I. 1 Constituant de base d'un composite	5
Figure I. 2 Types de matrice.....	7
Figure I. 3 Types de renfort.....	9
Figure I. 4 Principe de moulage au contact.....	10
Figure I. 5 Principe de moulage par projection.....	11
Figure I. 6 Principe de moulage sous vide	11
Figure I. 7. Principe de moulage par compression	12
Figure I. 8. Principe de moulage par transfert de résine	12
Figure I. 9 Fibre de lin.....	15
Figure I. 10 Fibre de chanvre	16
Figure I. 11 Fibre de jute	16
Figure I. 12 Fibre de ramie.....	17
Figure I. 13 Fibre d'alfa	17
Figure I. 14 Fibre de raphia.....	18
Figure I. 15 Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale	18
Figure I. 16 Structure complète d'une fibre de lin dans un faisceau.....	20
Figure I. 17 Faisceau de fibres	20
Figure I. 18 Structure schématique d'une fibre végétale	21
Figure I. 19 Liaisons hydrogènes des chaînes cellulosiques	22
Figure I. 20 Morphologie d'une microfibrille cellulosique.....	22
Figure I. 21 Structure d'un type de xyloglucane [34]	23
Figure I. 22 Formule chimique de la lignine	24
Figure I. 23 Structure d'une chaîne de pectine [39].....	24
Figure I. 24 Diagramme des méthodes d'extraction des fibres végétales	26
Figure I. 25 Diverses applications des biocomposites	34
Figure II. 1 Sophie Charlotte Von Mecklenbourg Strelitz.....	39
Figure II. 2 La plante de <i>Strelitzia reginae</i>	40
Figure II. 3 Les étapes d'extraction: (a) arbre d'oiseau du paradis, (b) tiges coupées, (c) rouissage, (d) brossage et (e) séchage.	42
Figure II. 4 Les étapes du traitement alcalin: (a) fibres séchées, (b) solution de NaOH, (c) neutralisation et (d) séchage dans l'étuve.	43
Figure II. 5 Différentes étapes suivies dans l'analyse anatomique : (a) coupe des sections, (b) sections dans l'eau, (c) eau de javel, (d) acide acétique, (e) vert de méthyl, (f) rouge Congo, (g) rinçage, (h) échantillons finaux et (i) observation microscopique	44
Figure II. 6 Microscope électronique à balayage (MEB) de type Thermo Scientific Quattro.	45
Figure II. 7 Mesure de la densité des fibres : (a) échantillon à tester (b) Banc d'essai pour la détermination de la densité.....	46
Figure II. 8 Microscope optique Nikon Eclipse	46
Figure II. 9 Analyse par diffraction des rayons X: (a) échantillons à tester (b) machine DRX D2 Phaser-Bruker (c) chambre échantillon	48
Figure II. 10 Machine universelle ZWICK ROELLE Z005	49

Figure II. 11 (a) balance Kern précision de 0.1 mg (b) creusets de la référence et d'échantillon (c) Machine DSC SDT Q600	50
Figure II. 12 Appareillage de la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier : (a) Machine FTIR Nicolet iS10 de Thermo Fisher Scientific (b) Echantillon au cours du test	51
Figure II. 13 Matrice utilisée pour l'élaboration des stratifiés constituée de : (a) Résine et (b) Durcisseur.....	52
Figure II. 14 Etapes de préparation de la résine : (a) agent démoulant, (b) mélange résine-durcisseur, (c) moulage, (d) durcissement, (e) démoulage des éprouvettes.....	52
Figure II. 15 Différentes étapes de préparation des plaques composites <i>Strelitzia reginae</i> /époxy	54
Figure II. 16 Découpage des spécimens utilisés dans la caractérisation	55
Figure II. 17 Géométrie des éprouvettes pour la traction des matrices époxydes.....	56
Figure II. 18 Machine universelle de type Criterion model 45	56
Figure II. 19 Eprouvette normalisée de l'essai de flexion trois points.....	57
Figure II. 20 Principe de l'essai de dureté VICKERS	59
Figure II. 21 Banc d'essai pour essai de micro dureté.....	59
Figure III. 1 (a) Coupe transversale d'une tige fraîche après double coloration, (b) Observation microscopique d'une coupe transversale. (10X), (c) Structure détaillée d'un faisceau cribro-vasculaire. (40X)	63
Figure III. 2 Micrographies MEB de: (a) fibre, brute (b) fibre traitée (T1H) and (c) fibre traitée (T4H).....	65
Figure III. 3 Micrographies MEB de faisceaux de fibres brutes, à différentes échelles, (a) 1 mm, (b) 500 µm, (c) 300 µm et (d) 100 µm respectivement.....	65
Figure III. 4 Micrographies MEB des fibres traitées (T4H), à différentes échelles, (a) 1 mm, (b) 500 µm, (c) 300 µm and (d) 100 µm respectivement.....	66
Figure III. 5 Technique utilisée pour mesurer le diamètre de la fibre.....	68
Figure III. 6 Courbe DRX pour (a) fibre brute, (b) fibre traitée (T1H) et (c) fibre traitée(T4H)	71
Figure III. 7 Une fibre élémentaire soumise à une contrainte de traction jusqu'à la rupture ...	72
Figure III. 8 Courbe typique de contrainte-déformation d'une fibre élémentaire	74
Figure III. 9 Distributions de Weibull Module d'Young.....	75
Figure III. 10 Distributions de Weibull pour la résistance à la traction	75
Figure III. 11 Représentation de la distribution de Weibull du paramètre : déformation à la rupture	76
Figure III. 12 Courbes TGA/DTG pour (a) fibre brute, (b) fibre traitée (T1H) et (c) fibre traitée (T4H).....	78
Figure III. 13 Courbe DSC pour (a) fibre brute, (b) fibres traitées (T1H) et (T4H)	80
Figure III. 14 Spectres FTIR pour la fibre brute, la fibre traitée (T1H) et la fibre traitée (T4H)	81
Figure IV. 1 Observations microscopiques : (a) Fibres sens 90° et (b) Fibres sens 0°	83
Figure IV. 2 Procédé de calcul de taux de fibre et de porosité du composite. (a) : image optique d'une section transversale, (b) : Image binaire,.....	83
Figure IV. 3 Courbe d'essai de traction pour la matrice STR.....	84

Figure IV. 4 Evolution de la déformation de l'éprouvette pendant l'essai de flexion	85
Figure IV. 5 Courbe d'essai de flexion pour la matrice STR.....	85
Figure IV. 6 Effet de l'orientation des fibres sur le comportement en traction des composites	87
Figure IV. 7 Variation du module d'élasticité en fonction de l'orientation des fibres.....	87
Figure IV. 8 Evolution de la déformation de l'éprouvette pendant l'essai de flexion	88
Figure IV. 9 Effet de l'orientation des fibres sur le comportement en flexion des composites	89
Figure IV. 10 Macrographies des modes de rupture en traction	92
Figure IV. 11 Macrographies des modes de rupture en flexion trois points	94
Figure IV. 12 Test de microdureté des composites	94
Figure IV. 13 Propriétés de l'essai de microdureté des composites et de la résine	95
Figure IV. 14 Evolution du module de stockage (E') et du facteur de perte ($\tan \delta$) en fonction de la température à une fréquence de 1.0 Hz de la matrice STR	97
Figure IV. 15 Effet de l'orientation des fibres sur l'évolution du module de stockage des composites.....	98
Figure IV. 16 Effet de l'orientation des fibres sur l'évolution du module de perte des composites.....	99
Figure IV. 17 Effet de l'orientation des fibres sur l'évolution du facteur de perte des composites.....	101
Figure IV. 18 Graphiques de Cole-Cole des composites et de la matrice STR	102

Liste des tableaux

Tableau I. 1 Caractéristiques de quelques thermoplastiques.....	7
Tableau I. 2 Caractéristiques de quelques thermodurcissables	8
Tableau I. 3 Comparaison entre les fibres naturelles et les fibres synthétiques.....	13
Tableau I. 4 Caractéristiques de certaines fibres végétales	31
Tableau III. 1 Comparaison des propriétés physiques de la fibre <i>strelitzia reginae</i> avec d'autres fibres naturelles	67
Tableau III. 2 Paramètres cristallins calculés et expérimentaux à partir des diffractogrammes DRX des fibres SR	69
Tableau III. 3 Comparaison des propriétés mécaniques des fibres de <i>Strelitzia Reginae</i> avec d'autres fibres mentionnées dans les travaux publiés	73
Tableau III. 4 Caractéristiques mécaniques des fibres de <i>Strelitzia Reginae</i> obtenues par la distribution de Weibull.....	74
Tableau IV. 1 Résultats de l'essai de traction et de flexion.....	90
Tableau IV. 2 Résultats des tests de densité.....	95
Tableau IV. 3 Résultats de l'essai DMA pour la matrice STR et différents stratifiés.....	102

Introduction générale

Introduction générale

L'investissement durable est devenu une préoccupation majeure pour de nombreux secteurs industriels et économiques. Les défis environnementaux ont suscité un intérêt croissant pour les matériaux issus de ressources durables. Ces ressources nécessitent peu d'énergie pour leur production ainsi que des matériaux recyclables tels que ceux que l'on trouve dans les composites renforcés de fibres naturelles. Cette catégorie de matériaux a été reconnue comme une alternative potentielle aux composites renforcés de fibres synthétiques. Les fibres naturelles constituent une nouvelle génération de renforts et d'additifs pour les matériaux à base de polymères et sont un type de ressource renouvelable. Au cours des deux dernières décennies, le développement des composites à base de fibres naturelles ou composites verts a été un sujet controversé en raison de la sensibilisation croissante à l'environnement mondial. En raison de leur faible coût, de leur légèreté, de leur biodégradabilité, de leur faible densité et de leurs bonnes caractéristiques physiques et mécaniques, les chercheurs étudient le développement de nouveaux matériaux composites biosourcés en substituant les fibres de verre et de carbone utilisées dans le renforcement des matériaux composites, destinés à diverses applications telles que l'automobile, l'emballage, le bâtiment et l'ameublement, par des fibres d'origines naturelles.

Les nouveaux types de matériaux composites sont en cours de restructuration et d'industrialisation afin d'adapter les produits obsolètes et de fabriquer de nouveaux produits. Le domaine de recherche sur les matériaux composites renforcés par des fibres naturelles (NFC) a connu un grand essor. Ces matériaux sont considérés aujourd'hui et reconnus comme des alternatives efficaces et fiables, aux composites conçues à base de fibres synthétiques.

Dans de nombreux domaines d'application et en particulier dans l'industrie automobile, l'usage des NFC augmente considérablement en raison de leur légèreté et leur capacité d'atténuer le bruit. Ces matériaux ne réduisent pas seulement le poids du véhicule, mais aussi le coût et l'énergie nécessaires à sa production. Ils peuvent également être utilisés pour fabriquer des meubles, des tuiles et des jetées marines. Cependant, les composites en fibres naturelles présentent certains inconvénients par rapport aux composites en fibres synthétiques à savoir : une capacité de charge plus faible, une absorption d'humidité plus élevée et une température de traitement plus basse.

Les fibres naturelles sont de plus en plus utilisées pour le développement de biocomposites destinés à un large éventail d'applications, notamment dans le domaine des textiles. Cet intérêt est principalement dû au caractère renouvelable, au faible coût et à la faible abrasivité de ses fibres naturelles. Les composites renforcés par des fibres naturelles jouent un rôle important et crucial dans l'industrie des composites plastiques car ils contribuent activement au processus de développement de matériaux écologiques plus respectueux de l'environnement.

L'objectif principal de cette recherche est l'étude et la caractérisation de nouveaux composites biosourcés élaborés à base de nouvelles fibres naturelles extraites de l'arbre d'oiseau de paradis, dont le nom scientifique est *Strelitzia reginae* et d'une matrice polymérique. Cette ressource, jusqu'ici non encore exploitée, a été choisie car en plus d'être de nature végétale et disponible localement (Algérie), elle présente des caractéristiques mécaniques et physiques prometteuses. Dans un premier temps, les fibres brutes et les fibres traitées par un procédé alcalin ont été caractérisées physiquement et mécaniquement. Dans une seconde phase les composites élaborés avec ces fibres et une matrice époxyde ont été caractérisés. Des échantillons standardisés avec différentes orientations de fibres ont été caractérisés au moyen d'essais de traction statique, d'essais de flexion 3 points et de mesures de dureté. Enfin, la dernière partie de ce travail a été dédiée à la description des différents mécanismes d'endommagement et à l'analyse du comportement dynamique des composites unidirectionnels monocouches en utilisant la méthode d'analyse mécanique dynamique DMA.

Le premier chapitre a été consacré aux concepts généraux des matériaux composites en présentant une description détaillée des fibres naturelles du point de vue structure, composition chimique, propriétés physiques et mécaniques. Un accent a été mis sur les méthodes d'extraction des fibres, leurs avantages et inconvénients par rapport aux fibres synthétiques. Les différentes techniques de fabrication ont été aussi décrites, ainsi que certains domaines d'application des matériaux biocomposites. Une synthèse bibliographique sur les travaux menés sur les fibres végétales a été présentée.

Dans le deuxième chapitre nous avons présenté les méthodes d'analyse et les machines de caractérisation utilisées pour analyser les caractéristiques des fibres élémentaires et les biocomposites élaborés. La technique de mise en œuvre employée dans l'élaboration des plaques bio-composite (moulage par compression) a été décrite en détail. Les essais de caractérisation des éprouvettes composites réalisés au cours de ce travail ont été aussi présentés (essais de traction, de flexion, de dureté, de densité et analyse mécanique dynamique).

Le troisième chapitre a été dédié à la discussion des résultats expérimentaux obtenus à partir des essais mécaniques, physiques, thermiques et morphologiques effectués sur les fibres élémentaires ainsi que l'influence du traitement chimique sur les échantillons.

Le quatrième et dernier chapitre a été réservé à l'analyse des résultats des tests effectués. L'analyse a concerné la microstructure, la densité, la dureté des spécimens, comportement des composites à la traction et en flexion trois points et la description des différents mécanismes d'endommagement des faciès de rupture des éprouvettes en traction et en flexion trois points. A la fin, le comportement viscoélastique des biocomposites unidirectionnels monocouches a été étudié en utilisant la méthode d'analyse mécanique dynamique, dans le but d'analyser l'influence de l'orientation des fibres sur le comportement viscoélastique des biocomposites.

Chapitre

I

Etat de l'art

Chapitre I

Etat de l'art

1 Généralité sur les composites

1.1 Introduction

Actuellement, les composites renforcés de fibres naturelles sont progressivement utilisés pour remplacer totalement ou partiellement les composites en fibres synthétiques qui, en dépit de leur excellente résistance mécanique, ont un effet négatif sur la santé humaine et l'environnement. Les matériaux bio-composites renforcés par des fibres naturelles connaissent un succès croissant en raison de leurs multiples avantages. Elles représentent des ressources disponibles, renouvelables et au coût compétitif. De ce fait, le domaine d'application de ces matériaux composites est le plus fréquent dans les secteurs de l'aérospatiale, de la marine et également des articles de sport.

1.2 Définition

Il n'existe pas de véritable définition universelle qui puisse caractériser un matériau composite, mais il peut être défini comme étant un matériau différent des matériaux macroscopiquement homogènes habituellement utilisés [1], ce matériau est à base d'au moins de deux matières non miscibles de nature différente, dont les caractéristiques se réunissent donnant un matériau plus performant que les composants pris indépendamment [2, 3]. D'après Jartz [4], les matériaux composites sont des systèmes de matériaux multifonctionnels qui fournissent des caractéristiques qui ne peuvent être obtenues à partir d'un matériau unique. Ce sont des structures cohésives réalisées en combinant physiquement deux ou plusieurs matériaux compatibles, différents par leur composition et leurs caractéristiques et parfois par leur forme". Kelly [5] indique très clairement que les composites ne doivent pas être considérés comme une simple combinaison de deux matériaux. Au sens large, la combinaison possède ses propres propriétés individuelles. Par exemple, la résistance mécanique, la résistance à la chaleur ou toute autre qualité souhaitable est meilleure que celle de chacun des composants pris séparément. Beghezan [6] définit les composites comme étant des composites sont des matériaux composés qui diffèrent des alliages par le fait que les composants individuels conservent leurs caractéristiques mais sont incorporés dans le composite de manière à tirer profit uniquement de leurs attributs et non pas de leurs défauts", afin d'obtenir des matériaux améliorés. Van Suchetclan [7] explique que les matériaux composites sont des matériaux hétérogènes composés de deux ou plusieurs phases solides, qui

sont en contact intime les unes avec les autres à l'échelle microscopique. Ils peuvent également être considérés comme des matériaux homogènes à l'échelle microscopique dans le sens où toute partie de ceux-ci aura la même propriété physique.

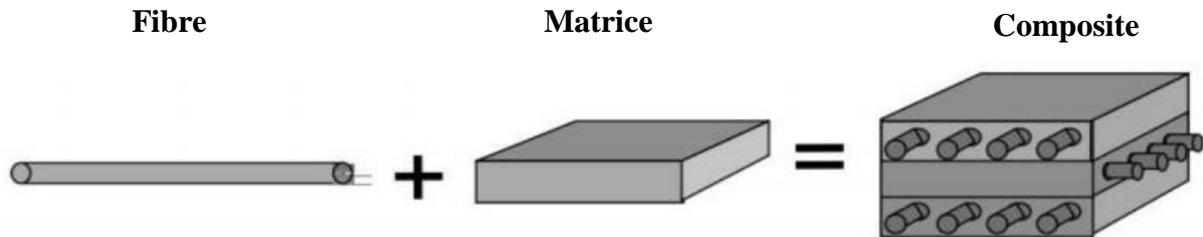


Figure I. 1 Constituant de base d'un composite [8]

1.3 Les avantages des matériaux composites

Les composites sont des matériaux conçus à la fois à la carte, il y a de nombreuses autres considérations qui justifient leur développement comme [9]:

- leur légèreté;
- grande résistance à la fatigue;
- un vieillissement faible en présence d'humidité, de la chaleur et de la corrosion;
- insensibilité aux produits chimiques;
- possibilité de prendre plusieurs formes (pièces complexes);
- bonne tenue au feu (attention aux dégagements toxiques).

1.4 Caractéristiques générales

D'une manière générale, un composite est une distribution de phases discontinues dans une phase continue. La phase discontinue appelée renfort ou armature, est souvent filamenteuse avec des caractéristiques mécaniques très élevées. La phase continue est appelée matrice. Ces phases ne sont pas miscibles et ont des caractéristiques dissemblables. La quantité, la position et l'orientation du renfort ainsi que le choix adéquat de la matrice sont des aspects critiques de la conception et du développement des produits. Ces paramètres doivent être optimisés pour améliorer les permanences du produit final [10].

Les propriétés des matériaux composites dépendent essentiellement :

- des propriétés des matériaux constituants ;
- de leur distribution géométrique ;
- de leurs interactions.

Ainsi pour accéder à la caractérisation d'un matériau composite, il faudra préciser :

- la nature des constituants et leurs propriétés ;

- la géométrie des renforts, distribution ;
- la nature de l'interface matrice-renfort.

1.5 Classification des matériaux composites

Il existe deux types de matériaux composites :

- Les composites grandes diffusions (GD).
- Les composites hautes performances (HP).

Les composites GD ont des propriétés mécaniques plutôt faibles mais sont rentables pour une production de masse. Ils représentent 95 % des matériaux composites utilisés.

Les composites HP ont des propriétés mécaniques spécifiques élevées et un coût unitaire très important. Ils sont les plus utilisés dans l'aéronautique et l'espace [8].

1.6 Constituants de base d'un matériau composite

Un matériau composite est constitué principalement d'une matrice (résine) et d'un renfort (fibres, particules).

1.6.1 La matrice

Dans de nombreux cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère. Elle assure la cohésion, transfère et répartit les contraintes, protège les renforts des agressions extérieures et contrôle la mise en œuvre. Elle détermine également la température limite d'utilisation des structures. Pour ces raisons, les composites peuvent être classés en trois grandes familles par ordre croissant de résistance à la température:

- ✓ les Composites à Matrice Organiques (CMO) ; réservés à des températures $<250^{\circ}\text{C}$;
- ✓ les Composites à Matrice Métallique (CMM) ; utilisations jusqu'à des températures $<800^{\circ}\text{C}$;
- ✓ les Composites à Matrice Céramiques (CMC) ; dédiés aux applications très hautes températures ($>1000^{\circ}\text{C}$) [11].

Les méthodes et paramètres de mise en œuvre de ces composites sont dépendants de la nature et des propriétés de la matrice polymère choisie. Dans notre étude, nous nous intéressons au composite à matrice organique qui peut être classé en deux grandes familles : les thermoplastiques et les thermodurcissables.

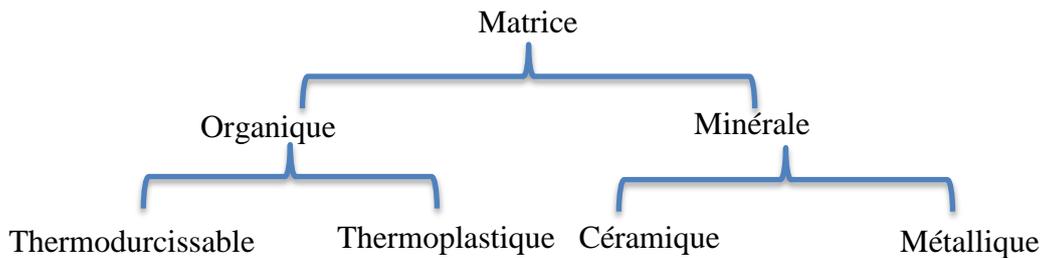


Figure I. 2 Types de matrice

1.6.1.1 Les thermoplastiques

Les matrices thermoplastiques (macromolécules linéaires ou légèrement ramifiées) sont semi-cristallines et se caractérisent par de faibles propriétés mécaniques. Elles sont les plus utilisées en raison de leur facilité de traitement, de leur faible coût, de leur recyclabilité et de leur thermo-réversibilité [12]. Les principales familles de thermoplastiques sont les polyoléfines (polyéthylènes, polypropylènes), les plastiques à base de chlorure de polyvinyle, les acryliques et les polystyrènes [13]. Les principales résines thermoplastiques utilisées dans les composites sont le polypropylène (PP), les polyamides (PA) et le polyéther-éther-cétone (PEEK) [8].

Tableau I. 1 Caractéristiques de quelques thermoplastiques [13]

Polymère	T _g (°C)	T _f (°C)	Densité	σ (MPa)	E (GPa)
PP	5	165	0.92	30	1.2
PLA	60-60	150	-	40-60	3-4
PVC	75-105	160-220	1.39	58	2.9
PS	90-100	-	1.05	55	3.2

1.6.1.2 Les thermodurcissables

Les matériaux thermodurcissables sont généralement des polymères tridimensionnels dans lesquels le taux de réticulation entre les chaînes est très élevé une fois qu'elles sont durcies par la chaleur. La réticulation limite le mouvement de la chaîne et donne un matériau rigide, solide et résistant. Les thermodurcissables se solidifient ou "durcissent" de manière irréversible lorsqu'ils sont chauffés, ils ne peuvent pas être remodelés ultérieurement par réchauffement. Ils sont principalement utilisés dans l'industrie automobile et la construction. Ils sont également utilisés pour créer des jouets, des vernis, des coques de bateau et des colles. Les principales résines thermodurcissables sont les polyesters très largement utilisés, les résines époxy (ou époxydes) qui constituent la résine type pour les composites HP et les résines phénoliques [8].



Résine thermoplastique



Résine thermodurcissable

Figure. 3 Types des matrices organiques

1.6.1.3 La différence entre les résines thermoplastiques et les résines thermodurcissables

Les résines thermoplastiques et les résines thermodurcissables constituent deux formes polymères différentes qui se différencient l'une de l'autre en raison de la réaction qui se produit lorsqu'elles sont soumises à la chaleur.

- les thermoplastiques présentent une rigidité et une résistance moindres que les thermodurcissables (mais cela n'a pas d'importance sur les composites à fibres longues, car la rigidité et la résistance proviennent principalement des fibres) ;
- les thermoplastiques ont un comportement plus ductile que les thermodurcissables et sont donc plus résistants à la fissuration ;
- contrairement aux déchets thermoplastiques qui sont recyclables, les déchets thermodurcissables ne le sont pas ;
- il est possible de stocker indéfiniment les granulés thermoplastiques et à température ambiante. En revanche, les matériaux thermodurcissables sont à conserver au froid et pour une durée limitée en cas de mélange préalable de la résine et du durcisseur ;
- Pour leur mise en forme, les thermoplastiques nécessitent toujours une température élevée ; cependant, ce n'est pas toujours le cas pour les plastiques thermodurcissables.

En général, le choix des matrices thermodurcissables est plus fréquent que celui des thermoplastiques car elles sont plus faciles à former [14].

Tableau I. 2 Caractéristiques de quelques thermodurcissables [13]

Résine	Densité	E (GPa)	σ (MPa)	Tmax (°C)
Epoxyde	1.2	4.5	130	90-200
Uréthane	1.1	0.7-7	30	100
Polyester insaturé	1.2	4	80	60-200
Urée formaldéhyde	1.2-1.5	6-10	40-80	140

1.6.2 Le renfort

Le rôle principal du renfort est d'améliorer certaines des propriétés physiques des matériaux composites à savoir, comportement thermique, résistance à la température, résistance au feu, résistance à l'abrasion, propriétés électriques, etc. Ainsi que certaines des propriétés mécaniques : rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc. Les caractéristiques recherchées pour les renforts sont : caractéristiques mécaniques élevées, masse volumique faible, bonne compatibilité avec les résines, facilité de mise en œuvre, faible coût, etc. Les fibres sont essentiellement courtes (discontinues) ou longues (continues). Elles peuvent se présenter sous forme linéique, surfacique, et multidirectionnelle [15]. Il existe deux catégories de fibres qui peuvent être utilisées comme renforcement:

- La catégorie des fibres inorganiques : les fibres les plus courantes de cette catégorie sont les fibres d'aramides (kevlar) et les fibres de polyester.
- La catégorie des fibres organiques : cette catégorie englobe les fibres minérales (comme les fibres de verres, de carbones, de bores, et de céramiques); les fibres métalliques (comme les fibres d'acier et de fonte); les fibres naturelles qui se divisent en fibres animales (comme les fibres de poil, de laine, et de soie, etc.) et fibres végétales (comme les fibres de Jute, de sisal, de coir, de bois, de bambou, et de palmier) [2].

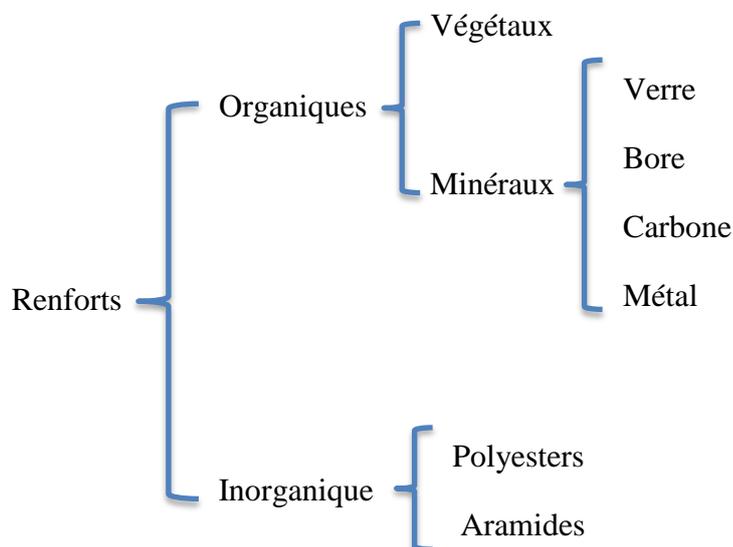


Figure I. 3 Types de renfort

1.7 Domaine d'application

L'utilisation des matériaux composites a fait l'objet d'une évaluation considérable dans différents domaines :

- l'aéronautique ;
- l'aérospatial ;
- le sport ;
- l'industrie navale ;
- secteur militaire
- la biomécanique ; etc.

1.8 Mise en œuvre

Il y a plusieurs procédures de fabrication des composites, elles sont le plus souvent faciles à réaliser et nécessitent un faible coût d'investissement en matériaux. La technique la plus répandue est le moulage [16].

1.8.1 Moulage au contact :

Cette technique est réalisée en introduisant consécutivement dans un moule un agent de démoulage (cire ou film), éventuellement un gel-coat. Alors les couches de renforcement (mat, tissu, etc.) sont placées dans le moule et imprégnées de résine durcissant en chambre à l'aide d'un rouleau. Les couches suivantes sont appliquées après la gélification de la première couche jusqu'à ce que l'épaisseur requise soit atteinte [10].

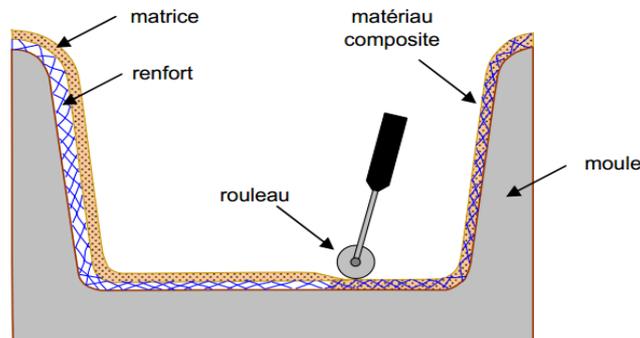


Figure I. 4 Principe de moulage au contact

1.8.2 Moulage par projection :

ce procédé consiste à projeter simultanément des fibres coupées (généralement de 30 mm de long) et imprégnées de résine catalysée sur un moule à l'aide d'un pistolet. Ensuite, elles sont compactées et débarrassées des bulles à l'aide d'un rouleau.

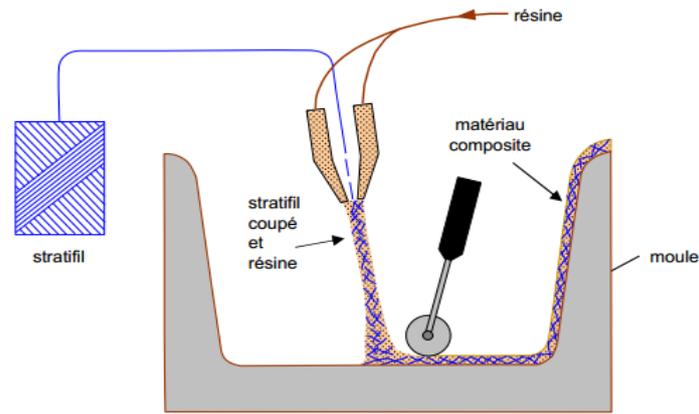


Figure I. 5 Principe de moulage par projection

1.8.3 Moulage sous vide :

les renforts fibreux sont placés à sec sur un film démoulant qui conforme à la forme du moule. Une membrane flexible (caoutchouc, nylon, etc.) fait office de contre-moule et assure l'étanchéité. Le vide ainsi créé permet à la résine de se disperser dans les renforts fibreux et les creux, c'est pourquoi une pompe à vide est utilisée pour produire un vide à travers le moule et le contre-moule poreux, ainsi que pour étaler et libérer la résine. Cette méthode pourrait être combinée avec un système de chauffage pour durcir la résine.

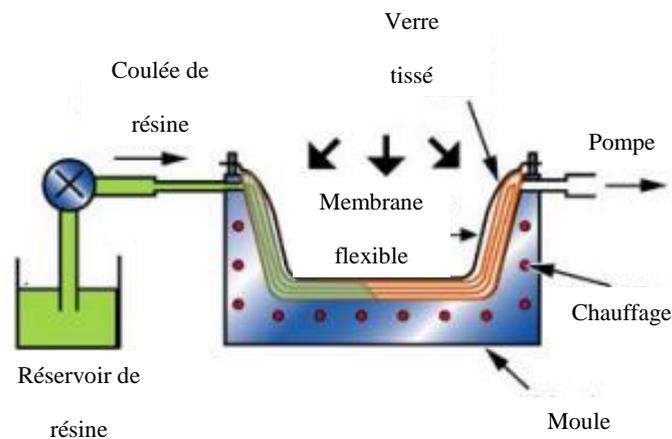


Figure I. 6 Principe de moulage sous vide [3]

1.8.4 Moulage par compression :

Le moulage par compression est l'un des plus économiques pour la fabrication de grandes séries de pièces de petite et moyenne taille. Dans ce processus, une préforme de pâte à mouler (résine, renforcement, catalyseur et additifs déjà prémélangés dans des proportions optimales) est placée dans la cavité d'un moule chauffé, puis pressée aux dimensions finales. Des pressions allant de 0,5 à 15 MPa sont utilisées [16].

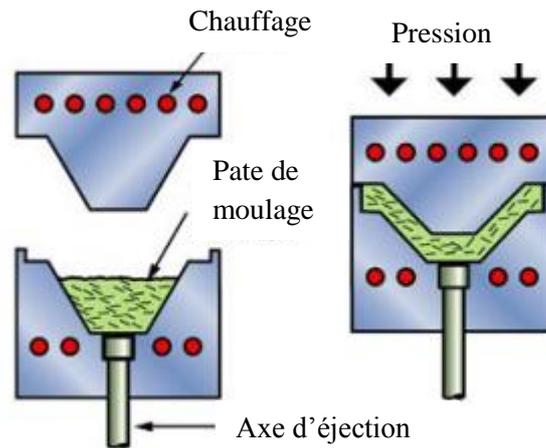


Figure I. 7. Principe de moulage par compression [3]

1.8.5 Moulage par transfert de résine :

Ce mode de moulage consiste à placer dans un moule fermé des renforts fibreux de type mat, des renforts tissés en 2D et 3D ou des renforts tissés multiaxiaux et des préformes. La résine est ensuite injectée dans le moule en un ou plusieurs points en fonction de la taille de la pièce à fabriquer. Cette méthode permet d'obtenir des taux de volume de fibres élevés, ce qui donne des pièces aux caractéristiques mécaniques élevées.

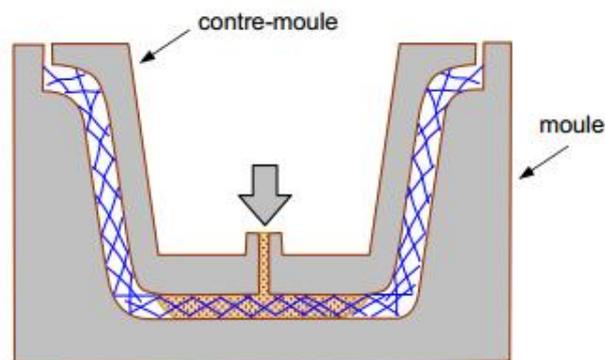


Figure I. 8. Principe de moulage par transfert de résine

Il existe également d'autres procédés : pultrusion, enroulement filamentaire, drapage en autoclave, centrifugation, laminage en continu, thermoformage sous vide, estampage...

2 Les bio-composites

2.1 Les fibres naturelles

Aujourd'hui, les normes environnementales sont de plus en plus strictes, les composites conventionnels présentent des inconvénients liés à la protection de l'environnement [13]. En effet, la production de renforts requiert une importante quantité d'énergie et une utilisation de

ressources non renouvelables (silice pour les fibres de verre, pétrole pour les fibres de carbone), ce qui a pour conséquence la production de sous-produits nocifs. Afin de trouver une solution à ce problème, les fibres naturelles ont été intégrées dans les renforts en raison de leurs meilleures propriétés telles que la biodégradabilité, la facilité de production et leur coût économique inférieur à celui des fibres synthétiques [17]. Les fibres naturelles se classent en trois catégories selon leur origine, qu'elles proviennent de plantes, d'animaux ou de minéraux.

- Toutes les fibres végétales sont constituées de cellulose ; elles comprennent les fibres provenant des poils séminaux des graines (coton, kapok), les fibres libériennes extraites des tiges des plantes (lin, chanvre, jute, ramie), les fibres dures extraites des feuilles (sisal), les troncs (chanvre de Manille), les enveloppes de fruits (noix de coco).
- Alors que les fibres animales sont composées de protéines (poils, plumes, soies, et laine... etc.) ; elles proviennent de poils, comme la toison animale, et de sécrétions comme la soie.
- Les fibres minérales telles que le basalte et l'amiante [18],[19].

2.2 Comparaison entre les fibres naturelles et les fibres synthétiques

Conformément à Faruk et al [20], l'application des composites de fibres naturelles a considérablement progressé et est de plus en plus préférée aux composites de fibres synthétiques tels que les fibres de verre et de carbone en particulier [21]. En plus de la résistance, les composites en fibres naturelles sont excellents dans la plupart des caractéristiques par rapport aux composites à fibres synthétiques. Ces caractéristiques sont les suivants : faible densité, non abrasives à comparer avec les fibres de verre (Tableau I.3) [22], ce qui leur confère une meilleure longévité, propriétés spécifiques élevées, facilement recyclable, moins fragile que les fibres synthétiques et donc facile à traiter, biodégradable, faible consommation d'énergie, faible coût de production, faibles effets nocifs sur la santé, aucune émission de dioxyde de carbone et bonne isolation thermique et acoustique [23, 24]. Les composites à matrice biodégradable (amidon modifié par exemple) sont enfin les matériaux les plus écologiques. Ils peuvent donc être transformés en compost à la fin de leur cycle de vie. Cependant, les propriétés mécaniques de ces matériaux restent globalement inférieures à celles des plastiques renforcés de fibres de verre.

Tableau I. 3 Comparaison entre les fibres naturelles et les fibres synthétiques [22]

Propriétés	Fibre naturelle (végétale)	Fibre synthétique (verre)
Densité	Faible	Double
Renouvelabilité	Oui	Non
recyclabilité	Oui	Non
Consommation d'énergie	Faible	Elevé
Distribution	Large	Large
Neutralité CO2	Oui	Non
L'abrasion à la machine	Non	Oui
Risque pour la santé	Non	Oui
Élimination	Biodégradable	Non-biodégradable

2.3 Les fibres végétales

Les fibres végétales sont des substances biologiques sous forme de fibrilles qui se composent de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine. Elles contiennent une proportion comparativement faible de matières extractives non azotées, de protéines brutes, de lipides et de matières minérales. Les concentrations de ces constituants dépendent fortement de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante. Du point de vue morphologique, les fibres végétales peuvent être comparés à une pile pliée dont la structure se compose d'une lamelle centrale, d'une paroi primaire et d'une paroi secondaire [25].

2.4 Classification des fibres végétales

Il y a plusieurs critères de catégorisation des fibres :

- Selon l'organe de la plante dont elles proviennent, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tige (kenaf, jute, lin, ramie, etc.), fibres de feuilles (sisal, abaca, paille d'herbe, etc.), fibres de fruits (noix de coco) et fibres de graines (coton, kapok, etc.).
- En fonction de leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicelluloses) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigides des matériaux ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois, etc.), qui sont les plus utilisées pour la fabrication de panneaux de particules, et les fibres non ligneuses (souples, flexibles, issues de plantes non ligneuses souvent annuelles et relativement moins riches en lignine telles que le kenaf, le chanvre, le sisal, le jute, le lin, etc.
- En raison de leur longueur, les fibres végétales peuvent être divisées en deux catégories : les fibres longues et fibres courtes. Les fibres longues, appelées fibres

libériennes, provenant des tiges et de l'écorce des tiges des plantes annuelles sont douces. En revanche, les longues fibres lignocellulosiques des feuilles, des troncs d'arbres, des enveloppes de fruits, etc. sont plus dures et plus rigides en raison de leur forte teneur en lignine. Les fibres courtes sont des fibres lignocellulosiques qui sont associées à des fibres longues. Un cas particulier est celui des fibres longues des poils des graines de coton, qui sont unicellulaires et presque totalement cellulosiques [23].

2.5 Présentation de quelques fibres végétales

2.5.1 Le lin

Le lin cultivé (*Linum usitatissimum*) est une plante annuelle de la famille des Linaceae cultivée principalement pour ses fibres, mais aussi pour ses graines oléagineuses.



Figure I. 9 Fibre de lin

Les fibres du lin permettent de faire des cordes, du tissu, ou plus récemment des charges isolantes pour des matériaux de construction. Actuellement, les pays producteurs sont les suivants : Chine, Russie, Ukraine, France, Biélorussie, Pays Bas, Egypte, Belgique, Tchéquie, Lituanie...

Sa culture nécessite peu de pesticides ou de désherbants, elle est moins polluante que le coton, c'est une fibre écologique.

2.5.2 Le chanvre

Le chanvre, *Cannabis sp.*, famille des Cannabaceae, est une plante annuelle herbacée à feuilles palmées. *Cannabis sativa* est cultivé pour sa tige (fibres textiles), ses graines (chènevis pour les oiseaux et huile). *Cannabis indica* est utilisé comme drogue ou entre dans la fabrication de médicaments analgésiques. La différence entre ces 2 variétés est la teneur en substances psychotropes.

Le chanvre est originaire d'Asie centrale mais on trouve sa trace en Chine 5000 ans avant JC. Au tour du bassin méditerranéen sa culture a été prospère pendant plusieurs siècles. On

l'utilise pour faire des toiles de maison, des cordages maritimes, des vêtements et plus tard du papier.



Figure I. 10 Fibre de chanvre

2.5.3 Le jute

Le jute (deux espèces cultivées, *Corchorus olitorius L.*, et *C. capsularis L.*, *Tiliaceae*, "chanvre du bengale") est fortement lignifié, robuste, sert à fabriquer des sacs solides (pour le charbon, les pommes de terre), et des semelles d'espadrilles.



Figure I. 11 Fibre de jute

2.5.4 La ramie

Les fibres des tiges de la ramie (*Boehmeria nivea (L.) Gandisch*, *Urticaceae*, "ortie de Chine") sont constituées de cellulose quasi pure de très bonne qualité et utilisées pour le tissage et la fabrication de papiers résistants. Les fibres sont longues (50 à 250 mm), très solides (un fil ne peut être cassé à la main), imputrescibles, brillantes de sorte que les étoffes rappellent la soie et ont été qualifiées de "soie végétale".



Figure I. 12 Fibre de ramie

2.5.5 L'alfa

L'alfa, *Stipa tenacissima* L., est une plante herbacée (Graminées) d'Afrique du Nord et d'Espagne (ou spart) utilisée pour la fabrication de cordages, d'espadrilles, de tissus grossiers, de papier, tapis, paniers. D'une façon générale, la fabrication d'objets en fibres végétales se nomme sparterie.



Figure I. 13 Fibre d'alfa

2.5.6 Le raphia

Le raphia est une fibre provenant des feuilles d'un palmier le *Raphia ruffia*, originaire de Madagascar. Les feuilles peuvent atteindre 25m sur 4m. Le raphia est une fibre textile très solide. On peut fabriquer des nattes, des cordages, du tissu d'ameublement, des liens (horticulture), des chapeaux, des mules ou encore des objets décoratifs. À Madagascar, il sert par exemple à fabriquer le jabo-landy, habit traditionnel.



Figure I. 14 Fibre de raphia

2.6 Structure des fibres végétales

2.6.1 Modèle simplifié

Une fibre végétale est comparable, en première, à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose (Figure I.15). La matrice est essentiellement constituée d'hémicellulose et de lignine. Les fibrilles de cellulose sont disposées en spirale suivant un angle connu sous le nom d'angle des microfibrilles. Généralement, dans un matériau composite, le taux de renforcement et l'orientation des fibres déterminent les caractéristiques d'élasticité et de fracture. De la même manière, dans une fibre végétale, les propriétés physiques des fibres naturelles sont principalement dépendantes de la composition chimique et physique, de la structure, du pourcentage de cellulose, de l'angle des microfibrilles, de la section transversale et du degré de polymérisation. Pour simplifier, pour un pourcentage donné en cellulose, plus l'angle microfibrillaire est petit, plus la rigidité et la résistance de la fibre sont grandes ; plus l'angle microfibrillaire est grand, plus l'allongement à la rupture est important [26].

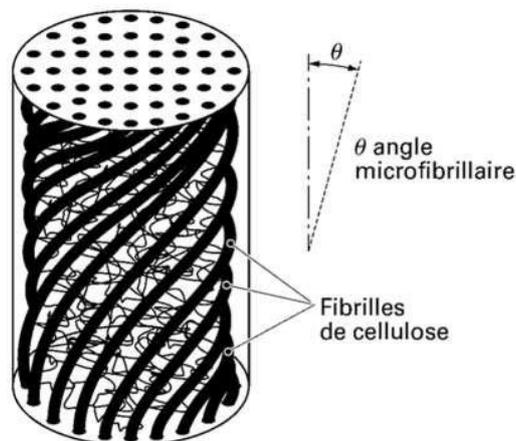


Figure I. 15 Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale [27]

2.6.2 Structure détaillée

2.6.2.1 Structure fibrillaire :

Une fibre végétale peut se comparer à un empilement de plis composites où la structure détaillée est formée d'une paroi primaire et d'une paroi secondaire, composée elle aussi de trois couches : S1, S2 et S3. La plus épaisse des couches est S2, qui détermine le comportement de toute la fibre. Cette structure permet au matériau de présenter un caractère anisotrope marqué. La structure du bois est similaire à celle des fibres végétales. En effet, dans une plante, les fibres sont généralement assemblées en faisceau, ce qui explique leurs formes polygonales (Figure I.17) [26]. Les parois primaire et secondaire sont renforcées par des microfibrilles de cellulose dans une matrice à base d'hémicelluloses et de lignine (Figure I.16). Les microfibrilles sont des molécules longues de cellulose, un polymère linéaire de β -glycopyranose (glucose cyclique). La cellulose en microfibrilles présente des zones cristallines et des zones amorphes. Les hémicelluloses sont des polymères branchés de sucres. La lignine est un polymère tridimensionnel de nature phénolique. En général, on peut examiner les parois cellulaires à différentes échelles et les subdiviser en :

- microfibrilles de 0,5 μm de diamètre ;
- microfibrilles de 10 à 30 nm de diamètre ;
- fibrilles élémentaires appelées micelles de 3,5 à 5 nm de diamètre ;
- molécules de cellulose ;
- une micelle est constituée d'environ 50 à 100 molécules de cellulose.

Entre les fibrilles élémentaires, il existe des espaces d'environ 1 nm de diamètre appelés interspaces. Les microfibrilles sont séparées par des espaces interfibrillaires d'environ 10 nm de large. À l'état natif, la paroi cellulaire est gonflée par l'eau qui remplit les espaces interfibrillaires et intermicellulaires. Entre les fibres se trouve une lamelle moyenne, constituée de pectine, une substance amorphe, qui unit fortement les parois cellulaires adjacentes.

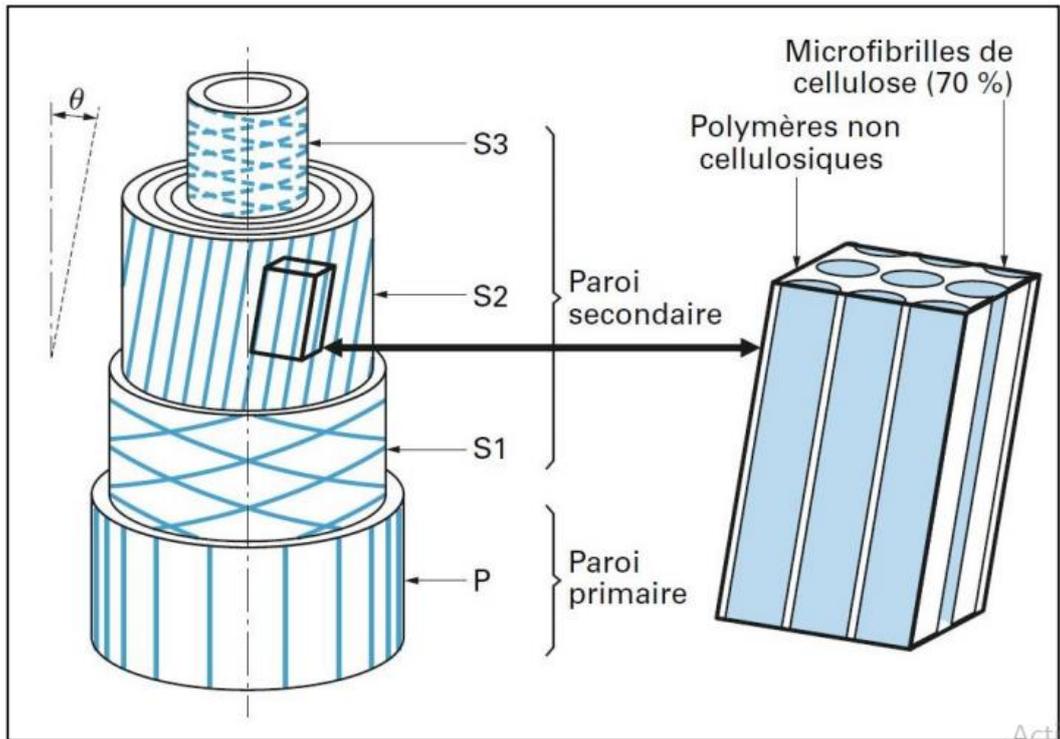


Figure I. 16 Structure complète d'une fibre de lin dans un faisceau [28]

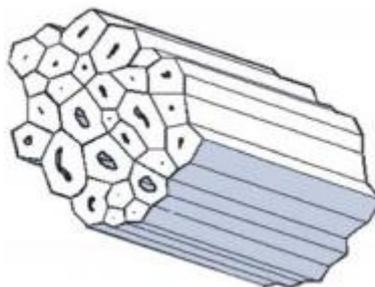


Figure I. 17 Faisceau de fibres

Entre les fibres se trouve une lamelle moyenne, constituée de pectine, une substance amorphe, qui unit fortement les parois cellulaires adjacentes.

La paroi primaire : enferme la cellulose dans une proportion estimative de 8 à 14 %. Les microfibrilles sont emmêlées et formant une maille lâche, un arrangement connu sous le nom de structure dispersée. Elles sont réparties dans une matrice dont la composition est très similaire à la pectine de la feuille centrale. Cette matrice et la lamelle centrale sont en continuité. La paroi primaire est donc très élastique, elle peut être détendue et déformée. Elle peut par conséquent suivre l'augmentation de la taille de la cellule en croissance.

La paroi secondaire : contient beaucoup plus de cellulose que la paroi primaire. Elle présente une stratification à la fois microscopique et submicroscopique.

2.6.2.2 composition chimique

Les fibres végétales sont généralement des cellules végétales mortes et allongées composées principalement de cellulose, d'hémicelluloses, de lignine et de pectines [2, 29]. Les proportions de ces différents constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [18].

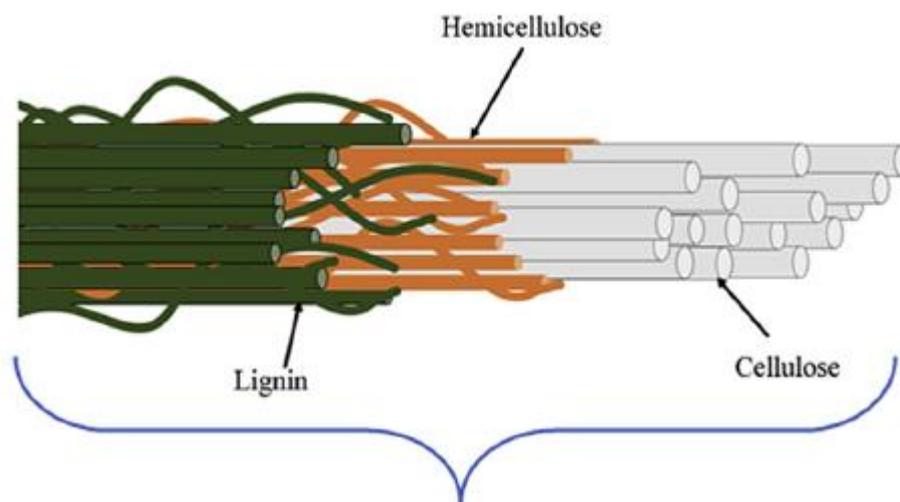


Figure I. 18 Structure schématique d'une fibre végétale

La cellulose : est la molécule biologique la plus répandue sur la terre. Anselm Payen a découvert pour la première fois en 1838 qu'elle était un matériau couramment utilisé dans les parois cellulaires des plantes. [29]. Il a été découvert que de nombreuses parois cellulaires de plantes sont composées d'une même substance, à laquelle il a été attribué le nom de "cellulose". La cellulose est un hydrate de carbone de formule moléculaire $(C_6H_{10}O_5)_n$, où n désigne le degré de polymérisation et dépend fortement de l'origine de la cellulose (varie entre 10 000 et 150 000 selon l'espèce végétale) [17] [30]. Les orientations des molécules de cellulose aussi bien que la présence de groupes hydroxyles libres permettent la formation de liaisons hydrogènes inter et intra-caténares, ce en quoi consiste la formation de "microfibrilles" (Figure I.19). Le repliement de ces microfibrilles donne naissance à des macrofibrilles [31]. Le rôle des liaisons hydrogène dans la formation des zones cristallines est particulièrement important. En effet, plus la densité de la cellulose augmente, plus des zones cristallines se forment. Les microfibrilles de cellulose comportent donc des régions cristallines bien ordonnées et des régions désordonnées, dites amorphes (Figure I.20). La

structure de la majorité des plantes cellulosiques possède 80% de régions cristallines. La cellulose est hautement hydrophile (absorbe l'eau) en raison de la présence de groupes hydroxyles (OH), qui sont résistants aux oxydants. Elle confère à la fibre sa rigidité [32].

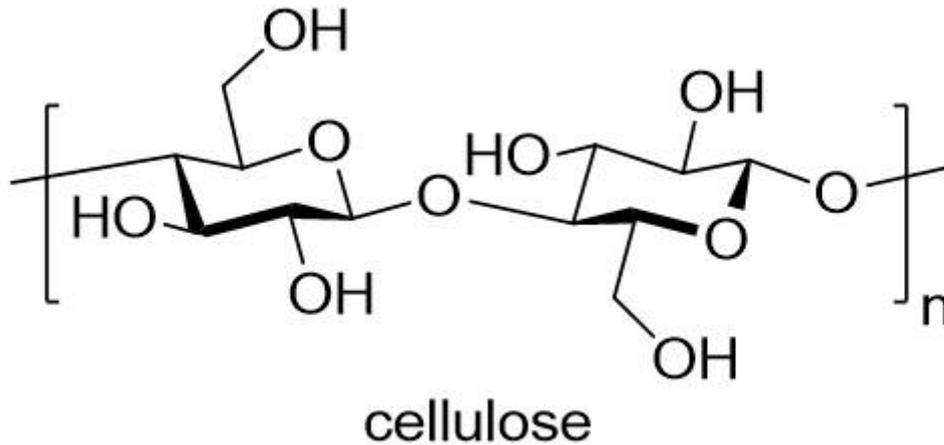


Figure I. 19 Liaisons hydrogènes des chaînes cellulosiques

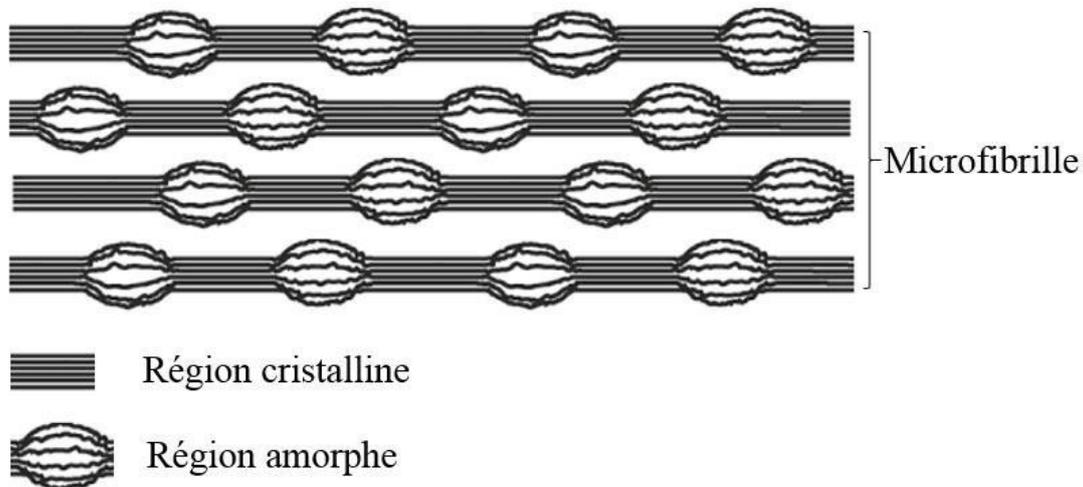


Figure I. 20 Morphologie d'une microfibrille cellulosique [33]

Hémicellulose : La matrice de soutien des microfibrilles de cellulose est constituée d'hémicellulose qui diffère de la cellulose sur trois plans. Elle est formée de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose et acides uroniques, alors que la cellulose ne contient que des unités de 1,4- β D-glucopyranose. Deuxièmement, elle comporte un degré considérable de ramification incluant des groupes latéraux, ce qui est à l'origine de sa nature non cristalline. Enfin, son degré de polymérisation à son état naturel est compris entre 50 et 300, alors que celui de la cellulose native est 10 à 100 fois supérieures [29]. Ce constituant est

responsable de l'élasticité, de la biodégradation, de l'absorption d'humidité et de la dégradation thermique des fibres [32].

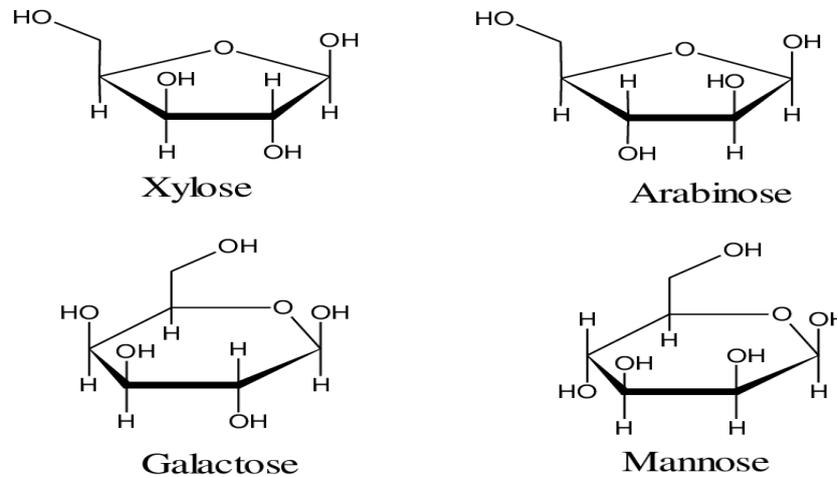


Figure I. 21 Structure d'un type de xyloglucane [34]

La lignine : est une macromolécule dont la composition est extrêmement hétérogène, à base de polymères aromatiques. Après les polysaccharides, c'est le polymère naturel le plus disponible sur terre. Cette substance est responsable de la rigidité structurelle des parois cellulaires et de la protection des plantes contre les attaques d'organismes pathogènes [35]. La lignine est une molécule tridimensionnelle composée d'unités de phényl-propane (Figure I.22). Les unités primaires (monolignols) qui constituent la lignine sont : l'alcool coniférylique, l'alcool sinapylique et l'alcool p-coumarylique. Lors du processus de lignification, de nombreuses phénoloxydases végétales telles que les laccases agissent et autorisent la polymérisation des différentes unités élémentaires [36]. Après avoir été synthétisée, la lignine se combine avec les différents polysaccharides de façon à former une matrice qui constitue la paroi végétale [36, 37]. Par ailleurs, elle est entièrement amorphe et hydrophobe. Les acides ne l'hydrolysent pas, mais elle est soluble à chaud dans la soude, s'oxyde facilement et se condense facilement avec le phénol [36].

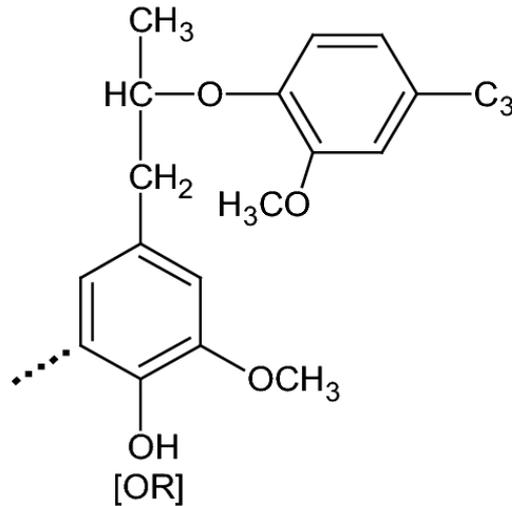


Figure I. 22 Formule chimique de la lignine [38]

Les pectines : qui sont des hétéropolysaccharides, sont destinées à conférer de la souplesse aux plantes. Quant aux cires, elles constituent la dernière partie des fibres et sont composées de différents types d'alcools. On peut considérer la fibre végétale en tant que biocomposite de fibrilles de cellulose associées à une matrice de lignine et d'hémicellulose. En général, les propriétés mécaniques, c'est-à-dire la résistance à la traction et le module d'Young, ont tendance à augmenter à mesure que le pourcentage de cellulose dans les fibres augmente. Pour les fibres végétales, la dureté est en fonction de l'angle des micro-fibrilles et leur ductilité augmente si les micro-fibrilles ont une orientation en spirale le long de l'axe de la fibre. Elles deviennent rigides, inflexibles et hautement résistantes si les microfibrilles sont disposées de manière parallèle à l'axe de la fibre [18]. Le Tableau I.4 présente La composition chimique de certaines fibres végétales [29].

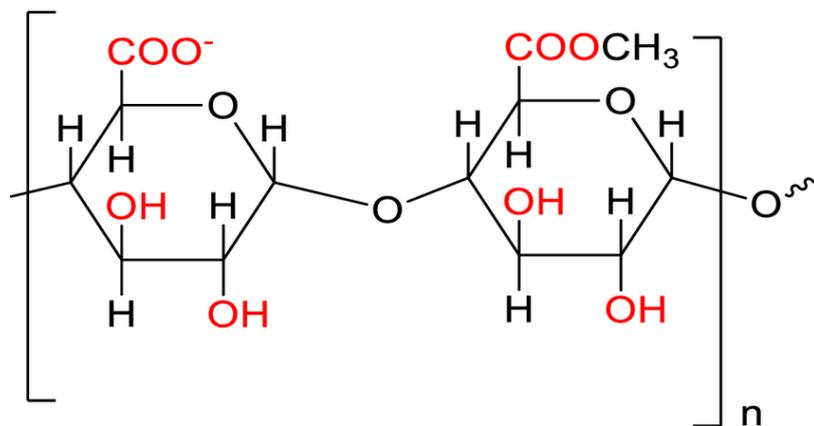


Figure I. 23 Structure d'une chaîne de pectine [39]

Tableau I. 4 Présentation de composition chimique de quelques plantes

Fibres	Celluloses (wt%)	hémicelluloses (wt%)	Lignines (wt%)	Pectines (wt%)
Lin	60-81	14-18.6	2-3	1.8-2.3
Jute	51-72	12-20.4	5-13	0.2
Sisal	43-88	10-12	4-12	0.8-2
Chanvre	70-78	17.9-22	3.7-5	0.9
Kénaf	36	21	18	2
Ramie	68.6-76	13.1-15	0.6-1	1.9-2
Coton	82.7-90	2-5.7	0.5-1	5.7
Bois	45-50	23	27	-
Palmier dattier	41-45	6-10	30-40	-

2.7 Méthodes d'extraction des fibres végétales

Le procédé d'extraction est très classique. Il a comme but de séparer les fibres cellulosiques de la plante par enlèvement des liants tels que la lignine et les pectines. L'extraction est la préoccupation de tous les chercheurs qui souhaitent proposer une méthode convenable et plus économique sans que les caractéristiques physico-chimiques des fibres ne soient pas altérées. En revanche, il existe différentes méthodes d'extraction qui permettent d'obtenir des fibres en fonction du type de la plante source. Elles sont illustrées dans le diagramme ci-après.

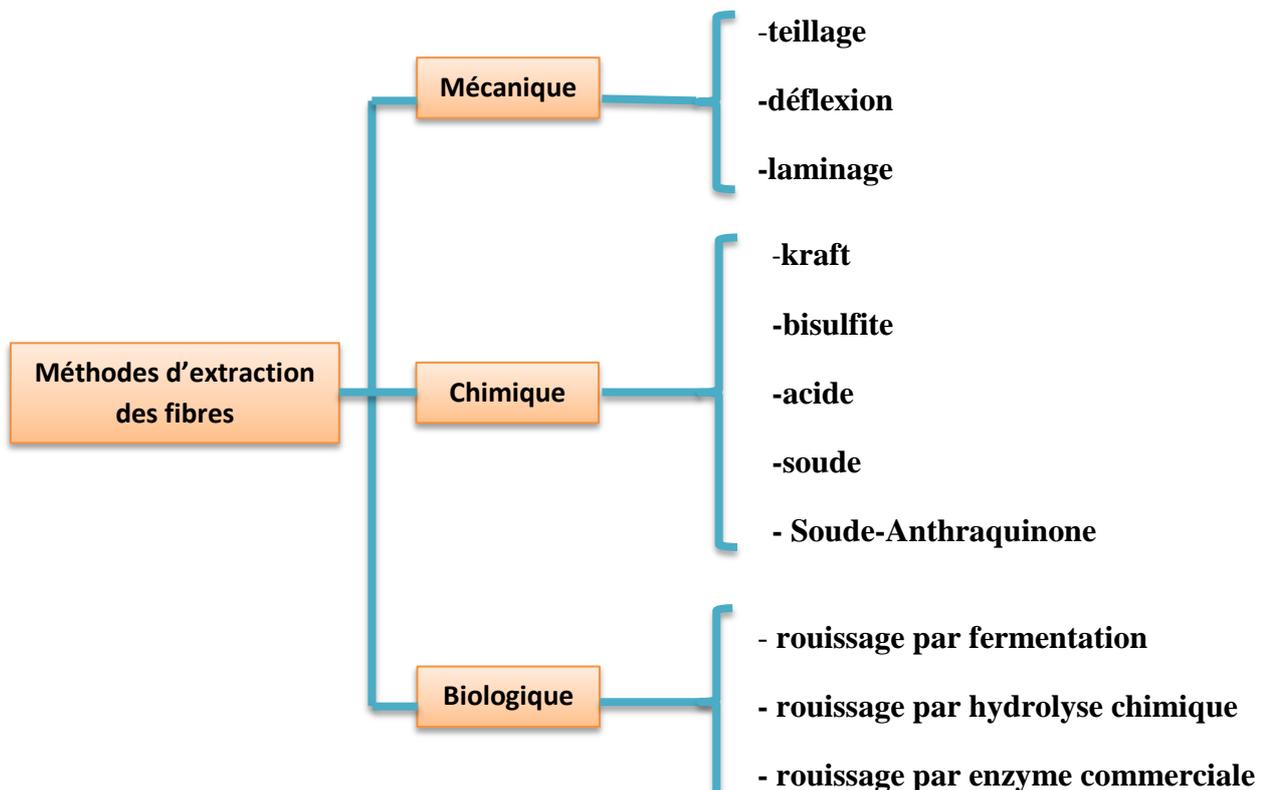


Figure I. 24 Diagramme des méthodes d'extraction des fibres végétales

2.7.1 Extraction mécanique

2.7.1.1 Teillage

Il s'agit d'une opération de séparation des fibres textiles du bois et de l'écorce par broyage et battage. Ce procédé est aussi applicable aux fibres de chanvre et de lin. La récupération des déchets de bois est appelée "anas". Bien que cette dernière méthode ait toujours été effectuée manuellement, elle est aujourd'hui réalisée à l'aide de machines entièrement automatisées sur lesquelles les tiges sont engagées, maintenues et relâchées automatiquement au moyen de systèmes de roues rainurées à grosses dents dans un premier temps, puis à dents plus fines. Les fibres passent ensuite sous la rainure des rouleaux à un angle proche de 90° de manière à rendre le broyage plus efficace. Cette opération se déroule consécutivement du côté de la tête et du pied. En effet, la résistance des fibres courtes, appelées aussi étoupes, est moindre et la récupération des anas se fait par aspiration et séparation.

2.7.1.2 Déflexion

L'extraction des fibres se fait en combinant le grattage et le battage. Les machines appelées "racleurs" permettent de râper les feuilles de la plante et de libérer les fibres. Elles se composent notamment d'un arbre rotatif motorisé, sur lequel sont fixés des supports supportant des batteurs en acier. Entre ces battoirs et une table à ciseaux, les tiges, introduites en amont des machines, sont prises, râpées et guidées vers le côté opposé. Puis, des tamis sont utilisés pour le passage de la poudre et du bois. Leur écartement est réglable en fonction du lot. On utilise surtout cette technique pour prélever les fibres de banane [40].

2.7.1.3 Laminage

Dans cette technique, des tiges sont coupées puis écrasées ou comprimées en continu lors de leur passage entre deux cylindres contrarotatifs. Cela est exécuté successivement plusieurs fois sur les fibres pour assurer une séparation suffisante. En effet, le risque élevé de diminution des propriétés mécaniques des fibres dû à des contraintes mécaniques pouvant être agressives et altérer les caractéristiques intrinsèques de la fibre, quelle que soit la méthode de séparation utilisée, constitue un problème majeur pour tous ces procédés d'extraction mécanique. D'où le prix élevé des lignes d'extraction et leur taille, qui n'est pas toujours rentable lorsqu'il est question de petites productions.

2.7.2 Extraction chimique

2.7.2.1 Procédé Kraft

Cette réaction alcaline est destinée à éliminer la lignine, les pectines et les hémicelluloses en présence d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) et de sulfure de sodium (Na₂S). Le second élément de la solution permet de réduire, de protéger la cellulose et d'empêcher son oxydation. Elle est cuite à une température comprise entre 170° et 175°C et durant 2 à 4 heures.

2.7.2.2 Procédé au bisulfite

Cette méthode de séparation de la lignine des fibres de cellulose fait intervenir différents sels d'acide sulfureux. Ces derniers sont, selon le pH, des sulfites (SO_3^{2-}) ou des bisulfites (HS_3^-). Ce procédé repose essentiellement sur la réaction sur la lignine d'hydrogénosulfite de calcium, de sodium, d'ammonium ou de magnésium qui contiennent de l'anhydride sulfureux libre. Elle présente un pH se situant entre 1,5 et 5 (sulfites ou bisulfites), dure entre 4 et 14 heures et sa température se situe entre 130° et 160° C, qui dépendent également de la base utilisée [29].

2.7.2.3 Procédé acide

La suppression des composants non cellulosiques est effectuée par certains acides (acide sulfurique). En effet, les lignines sont transformées en acide lignosulfonique soluble, ou en acide chlorhydrique, dont les ions chlorate forment des chlorolignines solubles dans l'hydroxyde de sodium.

2.7.2.4 Procédé à la soude

Le concept du processus alcalin réside dans la dissolution de la lignine et de l'hémicellulose, par la soude, des différents constituants qui permettent de constituer la réserve et la paroi extérieure de la tige végétale, en vue de récupérer les fibres de cellulose [41]. En fonction du lot, de l'âge et du type de plante, la température, la pression, la concentration et la durée du traitement sont à déterminer de manière à ne pas détériorer les fibres cellulosiques. Le pH de la solution doit être contrôlé et ajusté à environ 7. Il est possible d'ajouter des réducteurs qui empêchent l'oxydation de la cellulose.

2.7.2.5 Procédé au sulfate neutre de sodium

Une solution de sulfate de sodium avec du carbonate de sodium est utilisée pour extraire les fibres à une température de 170° à 180°C sous pression (en autoclave). Ainsi les substances ligneuses se délignent, se sulfonent et se dépolymérisent et les hémicelluloses se dissolvent, laissant ensuite échapper les fibres cellulosiques. Ceux-ci ont pour effet non seulement d'éviter les inconvénients de l'extraction mécanique, mais aussi et surtout d'économiser un

temps et une énergie considérables. Les procédés chimiques sont parfois préférables en ce qui concerne le rouissage à terre, dans la mesure où ils produisent des fibres caractérisées par une haute qualité constante, quelles que soient les conditions climatiques, généralement en moins de temps.

2.7.3 Extraction biologique

2.7.3.1 Le rouissage :

Les opérations de rouissage servent à retirer et à isoler les fibres et les faisceaux de fibres des éléments non fibreux en dissolvant les matières pectiques et les hémicelluloses par fermentation. Le rouissage commence lorsque la tige atteint la maturité de croissance souhaitée. On distingue plusieurs types de rouissage :

2.7.3.2 Rouissage par fermentation

En Europe du Nord (France, Belgique, Pays-Bas), cette procédure est très largement appliquée. Elle consiste principalement à profiter de la combinaison de l'action du soleil et de la pluie permettant le développement de microorganismes, de champignons et de bactéries. Ainsi, une fois coupées ou arrachées, les tiges de lin sont déposées sur le sol en attendant que les faisceaux de fibres commencent à se séparer [3]. Pour les opérations les plus modernes, les tiges sont ensuite tournées mécaniquement afin de rouiller de l'autre côté de la tige. En dépit de l'efficacité de cette méthode, ses inconvénients ne sont pas négligeables : le producteur se trouve ainsi fortement dépendant des conditions climatiques (excès d'humidité, vent très fort) susceptibles d'influencer sur la qualité moyenne et finale des fibres. La poussière et les contaminants de nature fongique sont donc également des facteurs de risque pour la santé. En outre, comme le processus est très lent (6 à 8 semaines selon les conditions météorologiques), il en résulte des fibres plus raffinées, plus souples mais moins résistantes et de qualité variable. Parmi les microorganismes éventuellement responsables du phénomène de rouissage, on trouve des champignons (*Aspergillus*, *Cladosporium*, *Fusarium*, *Rhizopus* et *Trichoderma*) et des bactéries de type *Epicoccus migrum* (enzymes pectinases, hémicellulases, cellulases...). En effet, on obtient des fibres dont la couleur est plus foncée que celle du rouissage à l'eau.

2.7.3.3 Rouissage à l'eau

Traditionnellement, ce type de rouissage s'effectuait dans un cours d'eau où la plante est soumise à l'action de bactéries anaérobies. Dès que les fibres se détachent sur toute la longueur, la plante est sortie de l'eau pour être séchée. Ensuite le rouissage à l'eau est effectué en cuve, dans de l'eau tempérée (37°C) jusqu'à ce que les fibres soient déliquifiées et non

adhérentes. Cette technique donne des résultats moins aléatoires que dans le cas d'un rouissage à l'air. Les cultivateurs de kénaf et de jute utilisent encore cette solution mais la méthode a été abandonnée dans les pays développés pour cause de pollution importante.

2.7.3.4 Rouissage par hydrolyse chimique

Les chercheurs ont mené de nombreuses recherches pour remplacer le rouissage coûteux sur le terrain en utilisant des équipements et de la main-d'œuvre agricoles, qui dépendent fortement des conditions météorologiques. La sélection des agents chimiques suivants est la plus courante dans la littérature :

- Acide sulfurique H_2SO_4
- Acide oxalique $HOOC-COOH$ (rongeant)
- Soude (NaOH)

Ces agents chimiques peuvent être mis en œuvre par autoclave et améliore la séparation des fibres des autres composants.

2.7.3.5 Rouissage par enzyme commerciale

L'avantage de cette méthode est de pouvoir traiter les fibres dans des zones climatiques moins spécifiques. Le rouissage des enzymes s'est concentré sur les pectinases, complétées par les hémicellulases et les cellulases. Pour remplacer les bactéries, les fibres sont submergées dans l'eau en présence des enzymes [30].

2.7.3.6 Rouissage par utilisation de vapeur

Cette possibilité permettrait une bonne séparation des fibres élémentaires tout en préservant les caractéristiques mécaniques et sans contamination bactérienne. Au stade actuel de nos connaissances, la technique envisagée n'est pas encore utilisée industriellement [42].

2.8 Traitement de surface des fibres végétale

Ces dernières années, plusieurs études ont été menées pour examiner la possibilité d'utiliser des fibres naturelles en remplacement des fibres synthétiques dans les composites renforcés de fibres, mais elles présentent également certains inconvénients lorsqu'elles sont utilisées dans les composites, par exemple, une faible compatibilité avec différentes matrices et une forte absorption d'humidité et une propriété de gonflement qui conduit à la formation de fissures dans les matrices fragiles.

2.8.1 Les techniques physiques

Le traitement au plasma est une technique physique qui a été utilisée avec succès pour modifier la surface de diverses fibres naturelles. On a constaté que les propriétés mécaniques

des fibres naturelles s'amélioreraient considérablement après le traitement au plasma [43]. De plus, le traitement au plasma peut introduire divers groupes fonctionnels à la surface des fibres naturelles et ces groupes fonctionnels peuvent former des liaisons covalentes fortes avec la matrice, ce qui conduit à une interface fibre/matrice forte [44]. L'attaque de la surface due au traitement au plasma peut améliorer la rugosité de la surface et permettre ainsi une meilleure interface avec les matrices par un verrouillage mécanique.

2.8.2 Les techniques chimiques

Les fibres naturelles ont également été traitées avec divers produits chimiques tels que des alcalis, des silanes, des agents hydrofuges, des peroxydes, des permanganates, etc. La mercerisation ou bien le traitement alcalin est le processus au cours duquel le faisceau de fibres se divise en fibrilles séparées, ce qui entraîne une réduction du diamètre des fibres et une augmentation de leur rapport d'aspect, d'où le développement d'une topographie rugueuse et, enfin, une augmentation de l'adhésion interfaciale fibre-matrice et donc une augmentation des propriétés mécaniques des fibres [45]. Sydenstricker et al. [46] ont constaté une augmentation de la résistance à la traction des fibres de sisal par traitement alcalin entre 0,25 et 2% de concentration, après laquelle une tendance décroissante a été observée. La stabilité thermique de la fibre de sisal s'est améliorée après un traitement alcalin à une concentration de 5%, comme indiqué par Kalia et al. [47]. Hajjiha et al. [45] ont révélé que la compatibilité des fibres naturelles avec la matrice avait augmenté après les traitements d'acétylation, d'alcalinisation et de silanisation. Joseph et al. [48] ont analysé l'effet du traitement au permanganate sur les fibres de sisal et ont constaté que la résistance à la traction de la fibre de sisal traitée était d'environ 38,80 MPa, ce qui est considérablement supérieur à celui de la fibre de sisal non traitée. Mishra et al. [49] ont effectué un traitement d'acétylation sur des fibres de sisal mercerisées et déparaffinées. Ils ont observé que l'absorption d'humidité des fibres était réduite après le traitement par acétylation, ce qui est bénéfique pour les applications techniques.

2.8.3 Les techniques biologiques

Outre les voies physiques et chimiques, la surface des fibres naturelles a également été modifiée par des procédés biologiques. Dans une étude récente, des nanofibrilles de cellulose ont été déposées à la surface de fibres de sisal et de chanvre en les utilisant comme substrats pendant le processus de fermentation de la cellulose bactérienne, [50]. Il a été observé que le dépôt d'environ 5-6% de cellulose bactérienne sur la surface de la fibre naturelle a entraîné une amélioration significative de l'adhésion interfaciale avec des matrices polymères telles

que l'acide polylactique et l'acétate-butyrate de cellulose. Par conséquent, ce nouveau processus de modification de surface conduit au développement d'une nouvelle génération de composites à base de fibres naturelles avec une interface fibre/matrice améliorée.

2.9 Propriétés usuelles des fibres végétales

Les propriétés mécaniques et physiques dépendent de plusieurs facteurs. En particulier, on peut faire la distinction entre la nature et la composition chimique des fibres de la plante, les stades d'élaboration, la culture de la plante durant sa croissance, etc. Le tableau ci-dessous résume les caractéristiques de certaines fibres végétales fréquemment exploitées pour renforcer les composites.

Tableau I. 5 Caractéristiques de certaines fibres végétales

Type de fibre	Diamètre (µm)	Densité (g/cm ³)	Contrainte à la rupture (MPa)	Module d'élasticité (GPa)	Déformation (%)	Angle micro-fibrillaire (degée)	Longuer (mm)	Rapport (L/D)
Chanvre	16-50	1.48	550-900	70	1.6	6.2	5-55	960
Jute	5-25	1.3-1.46	393-800	10-30	1.5-1.8	8	-	110
Lin	12-30	1.4-1.5	345-1500	27.6-80	1.2-3.2	10	4-77	1687
Noix de coco	12-24	1.25	175-220	4.0-6.0	1.5-30.0	45	0.3-1	35
coton	12-25	1.5-1.6	287-597	5.5-12.6	3.0-10.0	-	-	-
Sisal	7-47	1.33-1.5	400-700	9.0-38.0	2.0-14.0	20	0.8-8	100
Alfa	5-95	1.51	75-154	12.7	1.6	-	-	-
Ramie	16-126	1.5	220-938	44-128	2.0-3.8	7.5	40-250	3500

2.10 Synthèse des travaux réalisés sur les paramètres influençant les sur propriétés des fibres végétales

Plusieurs paramètres influencent les propriétés physico-mécaniques des fibres végétales, tels que les conditions climatiques et de croissance (température, précipitations, saison de récolte, maturité, etc.), notamment :

- porosité contenue dans la fibre ;
- la taille du lumen ;
- taux de zones en celluloses cristallines et amorphes;

- degré de polymérisation ;
- géométrie des fibres (longueurs et diamètres) ;
- taux d'humidité ;
- présence des défauts ;
- variabilité de la composition chimique.

Par ailleurs, des paramètres extrinsèques tels que les techniques d'extraction, les traitements chimiques et les conditions d'essai (humidité, température, vitesse de contrainte) sont également des facteurs qui peuvent influencer sur les propriétés. En effet, des recherches ont été menées sur l'influence de ces différents paramètres sur le comportement des fibres. Les fibres naturelles se caractérisent par un caractère géométrique non uniforme, elles sont plus épaisses près de la racine et deviennent plus fines près de la pointe [51]. Baley, a indiqué que lorsque la taille du lumen augmente, la section transversale réelle de la fibre diminue, ce qui conduit à une sous-estimation du module de Young [52]. Charlet et al. ont étudié les fibres de lin de la variété Herme en fonction de leur emplacement dans la tige, ils ont montré que les propriétés mécaniques sont meilleures dans la zone médiane alors que le bas des fibres possèdent des propriétés mécaniques plus faibles. Ainsi que le module de Young et la résistance ont tendance à diminuer avec le diamètre. Ces résultats ont été également confirmés sur les tiges des fibres de lin d'agathe [53],[54]. Les parois cellulaires des fibres de lin présentent de nombreux défauts, appelées plans de glissement, bandes de pliage, dislocations ou défauts de micro-compression. Baley, a vérifié si le nombre de défauts est un facteur important dans la résistance à la rupture de fibres de lin en utilisant un microscope optique sous lumière naturelle et lumière polarisée, les résultats ont montré que le défaut de type Kink bands est un paramètre significatif dans la diminution de la résistance à la rupture [51]. Les fibres végétales contiennent une certaine quantité d'eau d'environ 6-10 % [20]. L'eau est un plastifiant des parois cellulaires et une variation de la fraction d'eau influence les propriétés mécaniques en traction des fibres [55]. Baley et al. ont fait une étude sur l'impact de l'eau absorbée sur la contrainte de rupture des fibres de lin, en séchant les fibres sous une température de 105⁰C pendant 14h. Ils ont trouvé que les caractéristiques mécaniques (E et σ_R) diminuent. En outre, après le séchage les fibres ne reprennent pas leurs propriétés initiales du fait de la formation des défauts à l'intérieur [56]. En vue de quantifier l'influence du séchage sur les fibres végétales, Baley et al. ont effectué des analyses ATG sur du lin à une température de 105⁰C pendant 14h. Ensuite, un second chauffage isotherme à 150⁰C pour 5h afin d'estimer la quantité exacte d'eau. Ils ont clairement montré que le séchage des fibres (14 h à 105⁰C)

entraîne une perte importante de résistance (44% en moyenne) et une déformation de rupture (39%), ainsi qu'une modification de la pente du diagramme contrainte-déformation [57]. Par contre les essais de traction longitudinale sur des composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin séchées et montrent que le séchage n'affecte pas la rigidité axiale mais provoque une forte baisse 36% de la résistance du composite, de manière similaire à la baisse de la résistance des fibres.

2.11 Domaines d'applications des composites à fibres naturelles

Les matériaux composites à utilisation industrielle renforcés par des fibres naturelles ne sont pas nouveaux. En 1908, par exemple, des composites combinant une résine phénolique avec du coton ou du papier ont été mis au point pour la production industrielle de panneaux et de tubes pour l'électronique. Au cours des années trente, le Celoron (marque Tufnof), constitué de tissu de coton imprégné de résine phénolique, permettait la réalisation d'engrenages et de cames à longue durée de vie. Pour des applications maritimes, ce matériau a été utilisé pour la réalisation de paliers d'arbres d'hélice, de pièces d'accastillage pour voiliers. Ces produits sont encore utilisés à ce jour. En Inde, en 1978, des maisons et un silo ont été réalisés à Madras en polyester renforcé par des fibres de jute. Mercedes-Benz a utilisé pour son modèle (Classe A), un composite renforcé par des fibres de lin et de sisal afin de réaliser les garnitures intérieures des portières, des dossiers pour sièges, des supports de moquette et de l'habillage de coffre [26]. Pour ce qui est du secteur du bâtiment, les fibres végétales sont principalement utilisées pour la fabrication de matériaux d'isolation écologiques à base de laines végétales (coton, chanvre, laine de bois, lin, etc.) et pour l'isolation thermique et acoustique des murs et des toits. Dans le domaine du génie civil, on trouve du béton à base de bois ainsi que du béton à base de chanvre. On extrait de la tige de chanvre le chènevotte qui est réputé pour ses propriétés isolantes, puis le chanvre est mélangé à du béton dont les domaines d'utilisations sont diverses (blocs préfabriqués, isolation et rénovation, etc...). Les composites renforcés par des biofibres sont de plus en plus utilisés dans les pièces automobiles. Cependant, la nouvelle invention est qu'aujourd'hui, les composites à base de biofibres interviennent également dans la fabrication des pièces extérieures des voitures [58].



Figure I. 25 Diverses applications des biocomposites [8]

2.12 Synthèse des travaux réalisés sur les biocomposites En 2015

Lei gong [59] a développé des composites caoutchouc naturel renforcés par des particules de protéines de soja basés sur l'hydrolyse des protéines et a étudié leurs propriétés mécaniques. Il a été observé que les composites de caoutchouc renforcés par des particules de protéines de soja hydrolysées en petite quantité dans des conditions de traitement alcalin présentent une meilleure résistance à la traction, un meilleur module de traction et une meilleure ténacité, tandis que ces mêmes composites renforcés par des particules de protéines de soja fortement hydrolysées présentent une diminution du module dans une région de déformation plus importante. Essabir et al. [60] ont étudié les performances des composites polyéthylène haute densité chargés par des particules de coquille de noix d'argan traitées. Les résultats des tests morphologiques et structurels effectués ont indiqué que l'adhésion entre les particules de coquille de noix d'argan et la matrice de polyéthylène haute densité après traitement alcalin est améliorée. Ils ont également révélé que les propriétés mécaniques des composites montrent une augmentation notable du module de traction avec l'ajout de particules de coquille d'argan. Les résultats de l'analyse thermique ont révélé que l'incorporation de particules de coquille de noix d'argan dans la matrice de polyéthylène haute densité diminue les températures de décomposition. Ibrahim, I.D., et al. [61] ont examiné les propriétés mécaniques des composites fibres de sisal associés à une matrice polymère en tenant compte des traitements des fibres, de la teneur en fibres et de la méthode de fabrication. Les auteurs

ont montré que les différents traitements des fibres, qui sont effectués pour faire progresser la liaison interfaciale, conduisent à une amélioration des propriétés mécaniques des matériaux composites. Les auteurs ont également examiné l'influence de la teneur en fibres et des méthodes de fabrication, qui peuvent considérablement affecter les propriétés physiques et mécaniques des composites à base de matrice polymère renforcée par des fibres de sisal.

En 2016

Arpitha et Yogesha [62] ont résumé les propriétés mécaniques des composites polymères renforcés de fibres naturelles et ont déclaré que les fibres naturelles sont récemment devenues attractives pour les chercheurs comme une bonne alternative aux composites renforcés de fibres synthétiques. Ils ont également déclaré que les fibres de cellulose naturelles jouent un rôle impératif dans le développement de composites biodégradables pour répondre aux préoccupations environnementales et écologiques actuelles. Enfin, selon les auteurs, ces fibres composites ont également été utilisées dans différents domaines d'applications industrielles. K.H Lim et al. [63] ont caractérisé les propriétés mécaniques des composites renforcés de fibres d'herbe de Napier en mettant un accent sur les propriétés mécaniques. Les auteurs ont étudié les effets des solutions de NaOH à différentes concentrations sur les propriétés de traction et sur la morphologie des fibres. Les résultats ont révélé que les forces maximales des composites sont obtenues à 25% de la teneur en fibres. Essabir et al. [64] ont développé des composites hybrides à base de polypropylène avec l'ajout de fibres de coco/particules de coquille à un pourcentage pondéral total de 20 %. Les effets de l'agent de couplage et de l'hybridation sur les propriétés structurales, mécaniques, thermiques et morphologiques ont été étudiés par les auteurs. Les auteurs ont trouvé que l'agent de couplage augmentait la liaison interfaciale entre les charges et la matrice. Les résultats ont également révélé que l'association de la fibre de coco à des particules de coquille avec le polypropylène avait un effet positif sur le module de traction.

En 2017

Karina et al. [65] ont évalué les propriétés des composites polypropylène recyclé renforcés par la lignine de paille de riz. Les résultats ont montré que la résistance à la traction des composites diminuait lorsque la teneur en lignine augmentait, à cause du faible degré de compatibilité de la lignine et de la formation de fissures due à l'agglomération de la lignine. Les résultats indiquent également que les propriétés (physiques et mécaniques) du polypropylène recyclé et de ses composites en polypropylène vierge ne présentent pas de

différences substantielles. Maslinda et al. [66] ont étudié le comportement d'absorption d'eau et ses effets sur les propriétés (traction et flexion) des composites époxy renforcés par des fibres cellulosiques tissées. Des plaques composites constituées de fils tissés de kenaf et de jute ainsi que de kenaf et de chanvre et de résine de polymère époxy ont été développées par un procédé d'infusion. L'étude de l'absorption d'eau a été réalisée en immergeant les échantillons composites dans de l'eau du robinet à température ambiante. Les résultats obtenus ont montré que les propriétés (mécaniques et de résistance à l'eau) des fibres de kenaf, de jute et de chanvre ont été améliorées par l'hybridation. Il a été observé qu'en raison de la pénétration de l'eau dans l'interface fibre/matrice, les propriétés mécaniques des composites sont réduites. Srinivas et al. [67] ont examiné les propriétés des composites à base de polymères renforcés par des fibres de cellulose naturelles avec leurs techniques de traitement et ont comparé les propriétés chimiques et mécaniques des différents composites en fibres naturelles. Les auteurs ont montré que la sensibilisation à l'environnement et les préoccupations liées à l'effet de serre ont incité les industries de l'automobile, de la construction et des structures à rechercher des matériaux écologiques pouvant remplacer les fibres synthétiques conventionnelles.

En 2018

Lakshumu Naidu et Ajay Kumar [68] ont analysé les propriétés des composites fibres naturelles/polymère améliorés par les traitements chimiques. Les résultats ont révélé que le traitement des fibres augmente la compatibilité entre le renforcement et la matrice et diminue également l'absorption d'humidité relative dans les composites. Pecas et al. [69] ont examiné les applications des composites à base de fibres naturelles. Les auteurs ont déclaré que l'origine des matériaux naturels entraîne une vaste gamme de déviations dans leurs propriétés, qui dépendent principalement de la localité de récolte et des environnements. Par conséquent, il était compliqué de sélectionner la fibre appropriée pour une application spécifique. Ils se sont également penchés sur les tendances futures des applications des fibres naturelles.

Prajapati et al. [70] évaluent les propriétés mécaniques de matériaux composites hybrides renforcés de fibres de coco et de fibres de verre. Les plaques composites ont été préparées par la méthode de stratification à la main en faisant varier la longueur des fibres de coco et les mats de fibres de verre. Les auteurs ont conclu que la longueur des fibres de coco et le nombre de mats de fibres de verre ont un effet appréciable sur les différentes propriétés mécaniques du matériau composite hybride.

En 2019

Sandeep Kumar et al. [71] ont évalué les propriétés physiques, mécaniques et d'usure par glissement de composites à base d'époxyde renforcée par de la balle de riz. Cette dernière a été utilisée comme agent de renforcement avec des pourcentages en poids de 0, 2, 4 et 6 %. Les propriétés mécaniques (résistance à la traction, résistance à la flexion et dureté) ont augmenté en raison d'une meilleure adhérence interfaciale. La valeur la plus élevée des propriétés mécaniques a été atteinte à 6 % en poids de balle de riz parmi tous les composites fabriqués, alors que l'énergie d'impact s'est légèrement détériorée en raison de la diminution de la capacité de déformation de la résine. L'analyse de la variance a également été effectuée pour inspecter le résultat des paramètres du processus sur le taux d'usure des matériaux composites. Les composites polymères renforcés par des feuilles de graphène et des nanotubes de carbone ont été examinés par Lia et al [72]. Les auteurs se sont concentrés sur les propriétés mécaniques et sur le comportement tribologique de deux composites polymères différents et ont également résumé les propriétés de renforcement des nanotubes de carbone et des feuilles de graphène. Krishnasamy et al., [73] ont évalué les propriétés mécaniques d'un composite hybride chanvre et fibres de sisal combinées à une matrice époxyde. Les plaques composites ont été préparées par la technique de moulage par presse à chaud. Les composites hybrides présentaient des propriétés mécaniques équilibrées et une bonne résistance thermique par rapport aux composites non-hybrides. Les formations hybrides ont indiqué que la résistance, la stabilité thermique et la rigidité améliorées des composites sont appropriées pour des applications structurelles.

En 2020

Sumesh et al. [74] ont étudié les propriétés des matériaux composites hybrides ananas et lin associés à une résine époxyde. Les auteurs ont constaté que les résultats des tests mécaniques montrent un impact positif avec l'intégration de fibres hybrides dans les matériaux composites époxy. De plus, il a été identifié que les résultats de la stabilité thermique ont montré une amélioration de la température de dégradation, du pic endothermique et de l'enthalpie, par l'incorporation de fibres hybrides. Tabrej Khan et al. [75] ont étudié l'effets de la séquence d'empilement sur les propriétés mécaniques dynamiques et sur la dégradation thermique des composites hybrides kénaf/jute. Les résultats de la TGA (Analyse thermogravimétrique) et de la DMA (Analyse mécanique dynamique) montrent que la séquence d'empilement a eu un effet positif sur le composite hybride kenaf/jute par rapport_à l'époxy pur. Ceci est dû au fait

que les fibres de kenaf et de jute ont augmenté les valeurs de la température vitreuse (T_g) des composites, affectant ainsi la dégradation thermique. Les résultats ont révélé également que le module de stockage des composites hybrides kenaf/jute a augmenté de plus de 30 % par rapport à l'échantillon d'époxyde pur (EP), car il n'y a pas de liaison entre les fibres et la matrice dans les composites.

En 2021

Supian et al. [76] ont caractérisé les propriétés physiques et mécaniques des composites époxyde renforcée par des fibres de palmier dattier (tige de feuille, tronc d'arbre, tige de fruit et gaine de feuille) et des composites hybrides palmier dattier/bambou. Les différents composites ont été fabriqués à l'aide d'une technique de stratification manuelle combinée à une méthode de moulage par compression. Les composites hybrides palmier dattier/bambou et les composites purs ont été caractérisés par divers tests mécaniques tels que des tests de traction, de flexion et d'impact à basse vitesse. Les résultats expérimentaux du composite hybride palmier dattier/bambou ont montré les propriétés mécaniques les plus élevées par rapport au composite sans hybridation. Les valeurs de la résistance à la traction, de la résistance à la flexion et de celle à l'impact pour le composite hybride palmier dattier/bambou ont été enregistrées à 39.16 , 61.10 MPa et 12.70 J/m, respectivement.

3 Conclusion

Ce chapitre a été consacré aux concepts généraux des matériaux composites en présentant une description détaillée des fibres naturelles du point de vue structure, composition chimique, propriétés physiques et mécaniques. Un accent a été mis sur les méthodes d'extraction des fibres, leurs avantages et inconvénients par rapport aux fibres synthétiques. Les différentes techniques de fabrication ont été aussi décrites, ainsi que certains domaines d'application des matériaux biocomposites. Une synthèse bibliographique sur les travaux menés sur les fibres végétales a été présentée.

Chapitre

II

**Techniques et
méthodologies
expérimentales**

Chapitre II

Techniques et méthodologies expérimentales

1 Introduction

En raison de leurs remarquables performances, leurs propriétés de résistance à la traction, faible coût et abondance naturelle, les fibres végétales cellulosiques représentent une excellente alternative aux fibres synthétiques utilisées dans le renfort des matériaux composites. Cependant, l'extraction des fibres végétales peut être chère, difficile et incontrôlable car les fibres sont enchevêtrées dans un réseau composé de bio-polymères (notamment la lignine, la pectine et l'hémicellulose), qui ont pour fonction de renforcer les fibres et les faire adhérer à leur organisme parent. Il est indispensable de décomposer ces polymères afin d'avoir des fibres fines sans modifier les fibres elles-mêmes pendant le processus. Il est extrêmement important que le poids moléculaire et le degré de cristallinité de la cellulose que contiennent les fibres soient aussi élevés que possible. Ce chapitre est dédié à la présentation de plante testée « l'oiseau de paradis », l'extraction des fibres, leur traitement et caractérisation des fibres, ainsi que l'élaboration du bio-composites à base de matrice polymérique et de ses fibres.

2 Présentation de la plante (oiseau de paradis)

2.1 *Strelitzia reginae*

En 1761, Sophie Charlotte de Mecklembourg-Strelitz (Figure II.1) épousa le roi Georges de Grande-Bretagne. A cette occasion, le directeur du jardin botanique de Kew à Londres, offrit à la jeune mariée de 17 ans, un bouquet de fleurs exotiques qu'il avait baptisé pour la circonstance « *Strelitzia* ». L'épithète *reginae* signifie de la reine [77].



Figure II. 1 Sophie Charlotte Von Mecklembourg Strelitz

2.2 Description générale

Le *Strelitzia reginae* est une plante originaire du cap de bonne Espérance en Afrique du Sud, dont la fleur est d'une beauté exceptionnelle. Sa forme ressemble au bec et au plumage très coloré des volatiles du paradis, d'où son nom commun d'oiseau de paradis (*Bird of Paradise*).



Figure II. 2 La plante de *Strelitzia reginae*

Le *Strelitzia* est une herbacée vivace qui forme de grosses touffes de 1.5 m de haut et de 2 m de diamètre. Son feuillage ressemble à de petites feuilles de bananier avec de longues tiges. Cette plante fait partie de la famille des bananiers, les musaceae [78]. Les feuilles, disposées en deux rangs pour former une couronne en forme d'éventail. Elles sont épaisses, cireuses et vert-grisé brillant, ce qui en fait une plante ornementale très attrayante.

2.3 Nomenclature et classification botanique

nom commun : strélitzia de la reine, Oiseau de paradis, nommé par les anglophones 'Bird of paradise' ;

nom scientifique : *Strelitzia reginae* ;

famille : Strélitziacées ;

catégorie : vivaces herbacées à racines rhizomateuses ;

origine : Afrique du Sud et Mozambique, naturalisé dans des pays au climat approprié ;

floraison : hiver et printemps ;

hauteur : 1.5 à 2m ;

sol : riche en humus, plutôt frais et bien drainé ;

exposition : plein de soleil de préférence ;

semis : oui ;

insectes et maladies : rien de particulier ;

croissance : rapide.

2.4 Culture de la plante

Côté exposition, le *Strelitzia reginae* aime le plein soleil, mais tolère la mi-ombre. Le substrat de **culture** doit être à la fois riche, frais et léger. Ainsi, si la plante apprécie la fraîcheur, elle résiste très bien à la sécheresse. De mars-avril à mi-octobre, cette belle plante tropicale est en phase de croissance. Elle fleurit à la fin du printemps avant de concentrer ses efforts sur la production et le renouvellement des feuilles. A partir d'octobre, la plante entre en période de repos hivernal ; sans être nuls, ses besoins en eau sont alors fortement réduits. L'**oiseau de paradis** prépare pendant la mauvaise saison sa future floraison [79].

2.5 Toxicité

Les feuilles, les fleurs, les graines et les fruits sont toxiques pour les êtres humains et surtout les animaux. Ceux-ci peuvent provoquer des douleurs abdominales et des vomissements. Bien que toxique, le *Strelitzia reginae* été utilisé en phytothérapie pour soulager les démangeaisons [78].

3 Extraction des fibres du *Strelitzia reginae*

L'un des principaux objectifs des chercheurs est de découvrir comment extraire les fibres des diverses ressources naturelles à l'aide de moyens et de techniques économiquement fiables, tout en conservant leurs propriétés physico-chimiques. Dans cette étude, nous avons combiné deux méthodes différentes biologique et mécanique. La plante fraîche a été récoltée au mois de février dans la région d'Alger, qui jouit d'un climat tempéré chaud. La température moyenne annuelle à est de 17.7 °C. Les précipitations annuelles moyennes sont de 707 mm. Les fibres techniques de SR ont été prélevées sur les lames. La première tâche consiste à éliminer toutes les impuretés afin de ne laisser que des lames bien nettoyées et facilement utilisables, car les lames sont parfois recouvertes de terre, de racines, de poussière ou de diverses autres impuretés. Elles ont ensuite été coupées à une certaine longueur (environ 60 à 70cm), et entièrement plongée dans un récipient à couvercle plein d'eau pour en permettre la dégradation microbiologique. Cette opération a duré un mois à température ambiante. Une fois la dégradation est terminée, les fibres sont séparées en utilisant une brosse métallique (3 à 4 passes) dans le but de retirer la lignine environnante. Puis, en utilisant un grattoir qui permet de séparer complètement les fibres qui ont une longueur allant jusqu'à 60cm. Au cours de la dernière étape, les fibres sont donc lavées et séchées à l'air libre pendant 24 heures. La Figure II.3 ci-dessous résume les principales opérations effectuées pour obtenir plus de détails sur ce processus.



Figure II. 3 Les étapes d'extraction: (a) arbre d'oiseau du paradis, (b) tiges coupées, (c) rouissage, (d) brossage et (e) séchage.

4 Traitement alcalin

Les propriétés mécaniques des composites polymères à base de fibres naturelles se sont avérées inférieures à celles renforcées par des fibres synthétiques en raison de la nature hydrophile des fibres naturelles qui entraîne une faible adhésion aux matrices polymères. Par conséquent, l'amélioration de la résistance mécanique a été un objectif principal pour les chercheurs. L'amélioration de l'adhésion entre les fibres et la matrice peut être obtenue en modifiant la surface par divers traitements chimiques. Fondamentalement, dans le processus de traitement alcalin, la lignine et l'hémicellulose sont dissoutes en raison de la rupture des liaisons hydrogène dans la structure du réseau [80]. La réaction qui se produit après le traitement alcalin est indiquée dans l'équation (II.1). Dans cette investigation, les fibres SR ont été immergées dans une solution de NaOH à une concentration de 2%, pour des périodes d'immersion de 1 et 4 heures. Après le traitement, les fibres ont été entièrement rincées à l'eau distillée. Le reste de NaOH a été neutralisé avec une solution d'acide sulfurique à 2% d'eau distillée pendant 10 minutes. Enfin, les fibres ont été séchées dans une étuve pendant 6 heures à 60 °C (Figure II.4).





Figure II. 4 Les étapes du traitement alcalin: (a) fibres séchées, (b) solution de NaOH, (c) neutralisation et (d) séchage dans l'étuve.

5 Caractérisation des fibres

5.1 Analyse anatomique

Afin d'étudier la structure interne de la plante, une analyse anatomique a été réalisée dans le laboratoire de biologie à l'USTHB – Bab ezzouar. Des coupes transversales ont été réalisées à l'aide d'une lame de rasoir bien affûtée, puis plongées dans différentes solutions de coloration (eau de Javel, acide acétique, vert méthyle et rouge Congo). Les échantillons finaux ont été délicatement placés entre la lame et la lamelle et montés sur un microscope BioBlue-Euromex pour l'observation (figure II.5).

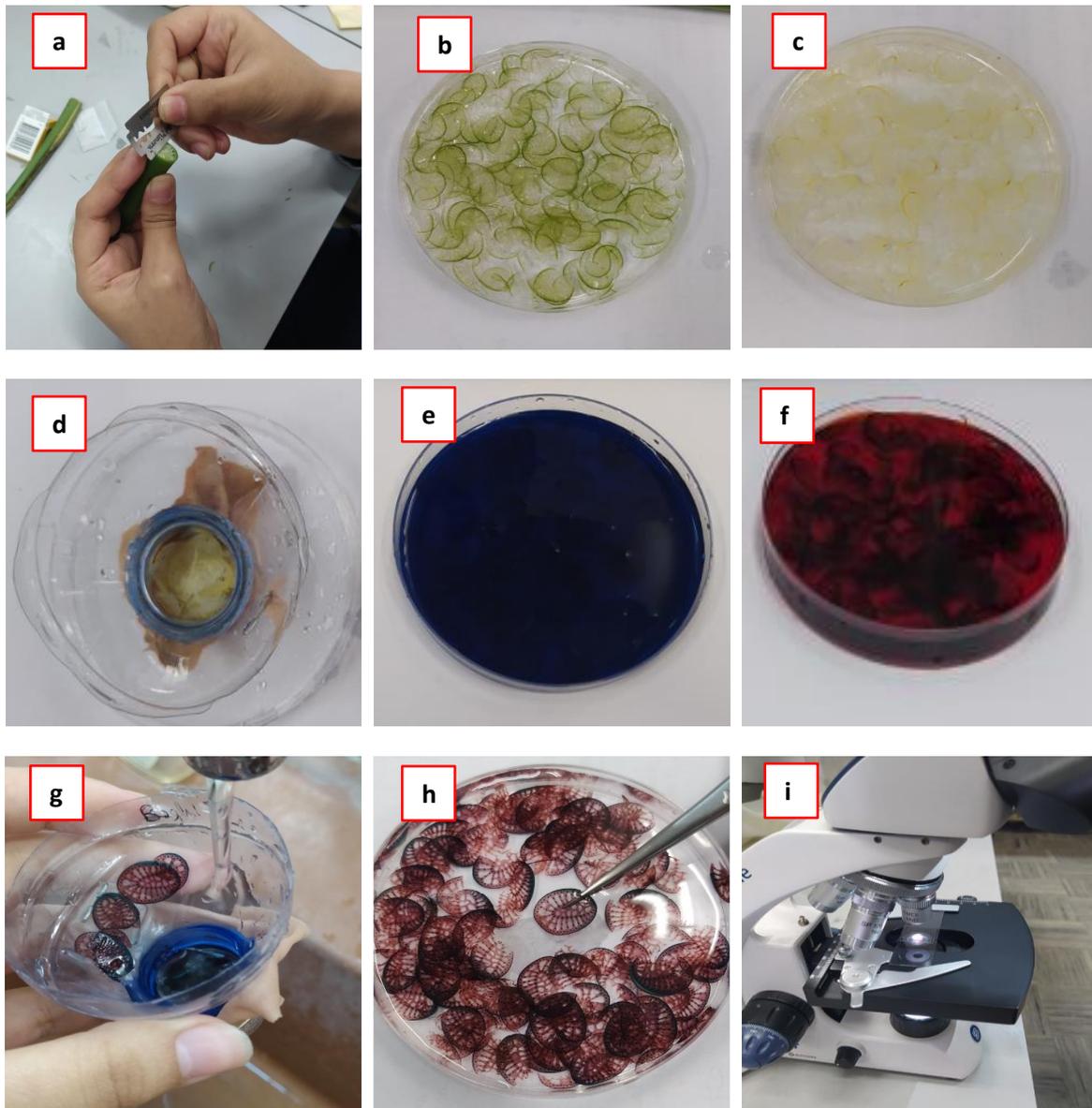


Figure II. 5 Différentes étapes suivies dans l'analyse anatomique : (a) coupe des sections, (b) sections dans l'eau, (c) eau de javel, (d) acide acétique, (e) vert de méthyl, (f) rouge Congo, (g) rinçage, (h) échantillons finaux et (i) observation microscopique

5.2 Caractérisation morphologique par microscopie électronique à balayage (MEB)

Un test de la morphologie de surface des fibres brutes et modifiées a été effectué au laboratoire de l'Institut Clément Ader Toulouse- France, par microscopie électronique à balayage (MEB) de type Thermo Scientific Quattro (Figure II.6).

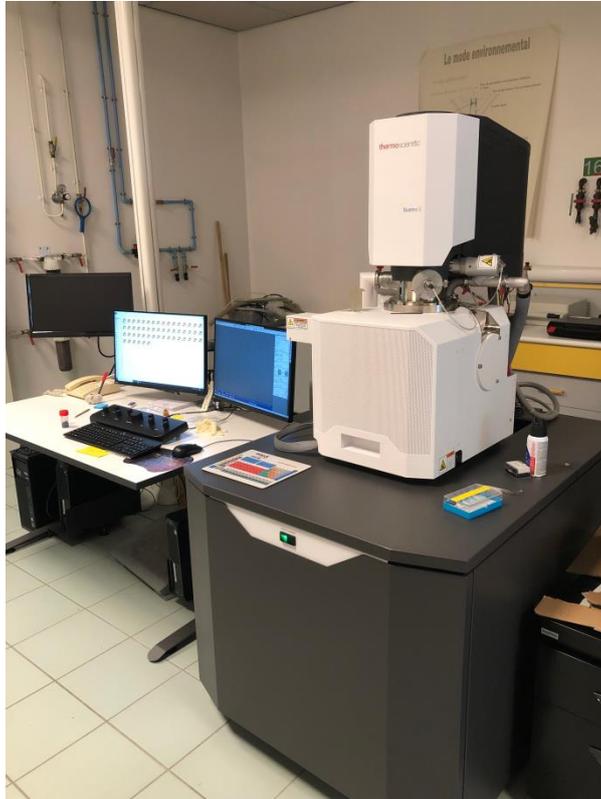


Figure II. 6 Microscope électronique à balayage (MEB) de type Thermo Scientific Quattro.

5.3 Caractérisation Physique

5.3.1 Mesure de la densité

La densité des différentes fibres traitées et non traitées a été estimée selon la norme ASTM D792 par une méthode basée sur le principe d'Archimède [81]. Elle consiste à mesurer la densité par double pesée des fibres à température ambiante (18,7 °C) et à une humidité relative de (57,2%), à l'air libre et immergées dans l'éthanol (Figure II.7). La densité est déterminée par la relation suivante :

$$\rho_f = \frac{\rho_e m_f}{m_f - (m_t - m_e)} \quad (\text{II.2})$$

Dans cette relation, ρ_f et ρ_e sont respectivement la densité des fibres et la densité de l'éthanol ($\rho_e = 0,8051 \text{ g/cm}^3$ à 23°C). m_f , m_t et m_e sont respectivement la masse de l'échantillon dans l'air, la masse totale de l'échantillon dans l'éthanol et la masse de l'éthanol. La balance utilisée

est une balance analytique avec une résolution de 1 mg équipée d'un dispositif de mesure et d'un logiciel qui permet de donner directement la densité de l'échantillon, en introduisant les valeurs des masses dans l'air libre et dans l'éthanol.

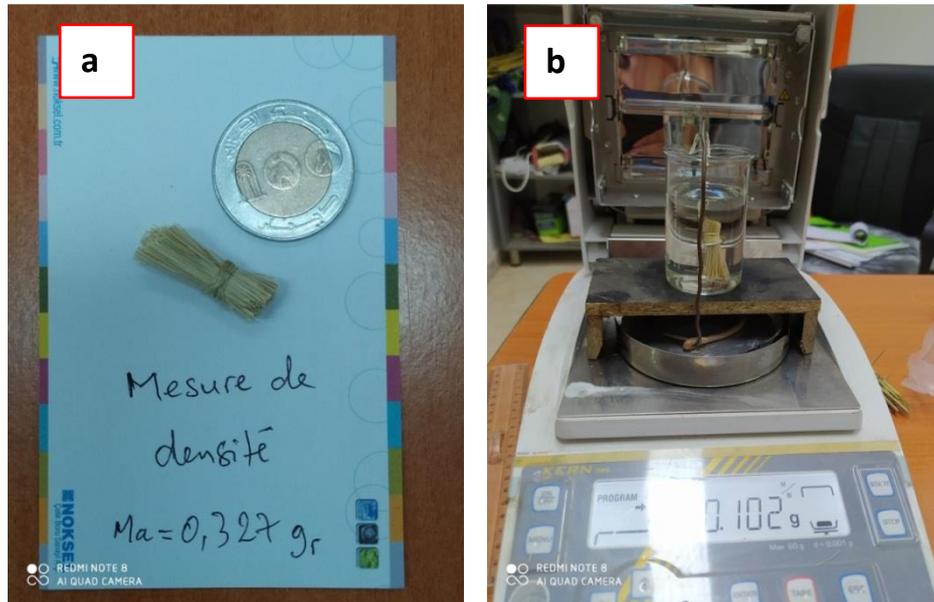


Figure II. 7 Mesure de la densité des fibres : (a) échantillon à tester (b) Banc d'essai pour la détermination de la densité

5.3.2 Mesure du diamètre

Le diamètre des fibres a été déterminé à l'aide d'un microscope optique Nikon Eclipse LV100ND. Celui-ci est couplé à un appareil photo numérique permettant l'acquisition de photos par le logiciel NIS-Elements.

La gamme de grossissement disponible pour ce microscope est de x50 à x1500. Les diamètres moyens des fibres ont été mesurés à trois endroits différents sur la longueur mesurée (section médiane et les deux extrémités).

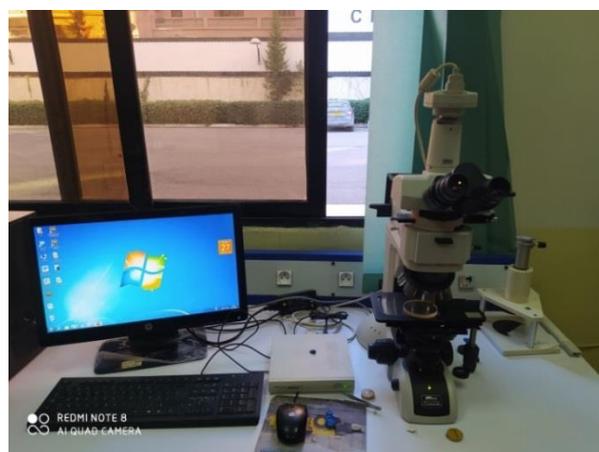


Figure II. 8 Microscope optique Nikon Eclipse

5.3.3 Analyse par diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est appliquée pour détecter la phase d'un matériau cristallin et mesurer l'indice de cristallinité (CI) ainsi que la taille des cristaux (CS). Cette mesure est très précise car elle affecte les propriétés mécaniques. Les tests ont été réalisés par un diffractomètre D2 Phaser-Bruker à température ambiante, une source de rayonnement Cu-K α ($\lambda = 1.54184 \text{ \AA}$) et un générateur fonctionnant à 30 kV et 10 mA. Pour ce faire, les échantillons broyés ont été placés sur un support-échantillon et ensuite scannés dans l'intervalle 2θ des angles allant de 10° à 80° avec une vitesse de $1^\circ/\text{min}$. La méthode empirique de Segal a été utilisée pour déterminer l'indice de cristallinité (CI) des fibres à partir de la formule suivante :

$$CI = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002} \times 100} \quad (\text{II.3})$$

Où l'intensité cristalline maximale est I_{002} à l'angle approximatif $2\theta = 22^\circ$, et I_{am} représente l'intensité amorphe minimale plus proche de $2\theta = 15^\circ$. La taille des cristallites (CS) a été également déterminée en appliquant l'équation de Scherrer :

$$CS = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (\text{II.4})$$

Où CS est donné en (nm), k est la constante de Scherrer (0.9), λ est la longueur d'onde (Å), β est la largeur totale à mi-hauteur des pics (en rad) et θ est l'angle de diffraction.



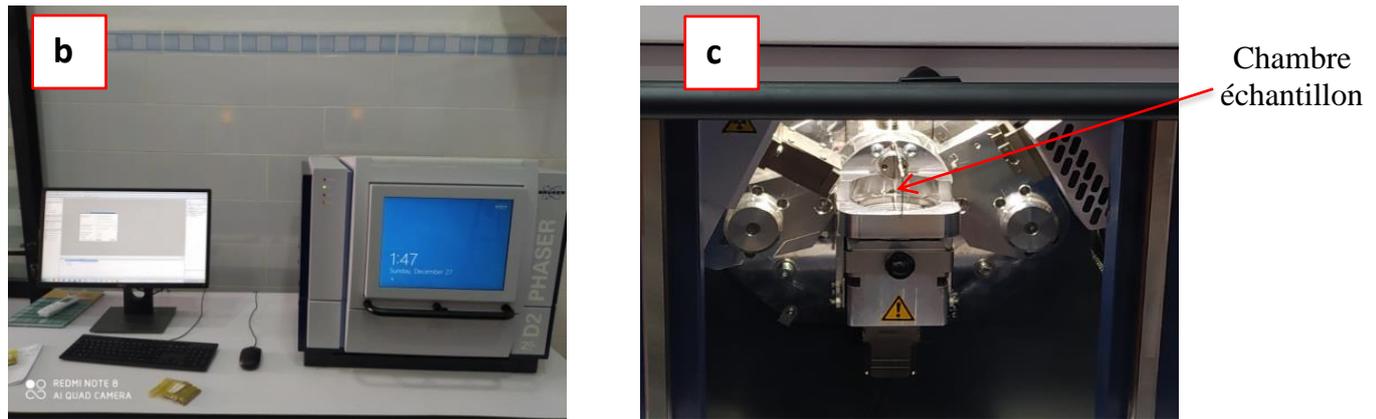


Figure II. 9 Analyse par diffraction des rayons X: (a) échantillons à tester (b) machine DRX D2 Phaser-Bruker (c) chambre échantillon

5.4 Caractérisation mécanique

5.4.1 Traction de fibre unitaire

Le comportement à la traction et les propriétés mécaniques telles que le module d'élasticité, la résistance à la traction et la déformation à la rupture des fibres extraites ont été obtenus à l'aide d'une machine de traction universelle de modèle Zwick/Roell, comme montré sur la Figure II.10. Ce type de machine est doté d'une cellule de charge de 10 kN et d'un système d'entraînement à l'aide d'un moteur électrique. La machine est pilotée par le logiciel Test expert V10.11 qui permet l'acquisition dans un fichier de données et le traitement des résultats sur un ordinateur personnel au moyen d'utilitaires (Microsoft Excel, Origine, Matlab, ...). Les conditions de chargement ont été réalisées à une vitesse de déplacement de 1mm/min et une charge de 1 KN. Les essais de traction ont été réalisés sur quinze échantillons de chaque type de fibres étudiées (non traitées et traitées chimiquement par la soude (1H et 4H). Les fibres sont découpées à une longueur de 30 mm selon la norme ASTM D3822-07 [82]. Tous les tests ont été effectués à température ambiante (15°C) et à une humidité relative de (60%) au niveau du laboratoire URMPE, l'université de M'hamed BOUGARA Boumerdes.



Figure II. 10 Machine universelle ZWICK ROELLE Z005

5.5 Caractérisation thermique

5.5.1 Analyse thermogravimétrique

L'évaluation de la stabilité thermique des fibres naturelles à différentes températures a un rôle essentiel à jouer, car les composites thermoplastiques renforcés de fibres naturelles sont généralement fabriqués à des températures élevées [83]. Une analyse thermogravimétrique ATG a été réalisée afin d'évaluer le comportement de dégradation des fibres pour établir de meilleures conditions de travail dans la mise en œuvre des composites [84]. Afin d'identifier le taux de changement de poids et la stabilité thermique, une analyse thermo-gravimétrique (ATG) a été réalisée à l'aide d'une machine de type Q600 V20.9 Build 20. Les échantillons ont été placés dans un creuset en céramique d'alumine où ils ont été chauffés de 20°C à 600°C en continu à une vitesse de chauffage de 10°C par minute. La masse des échantillons dépend de la taille des creusets utilisés. L'essai a été réalisé sous une atmosphère d'argon avec un débit de 60 ml par minute afin d'éviter toute décomposition oxydative indésirable.

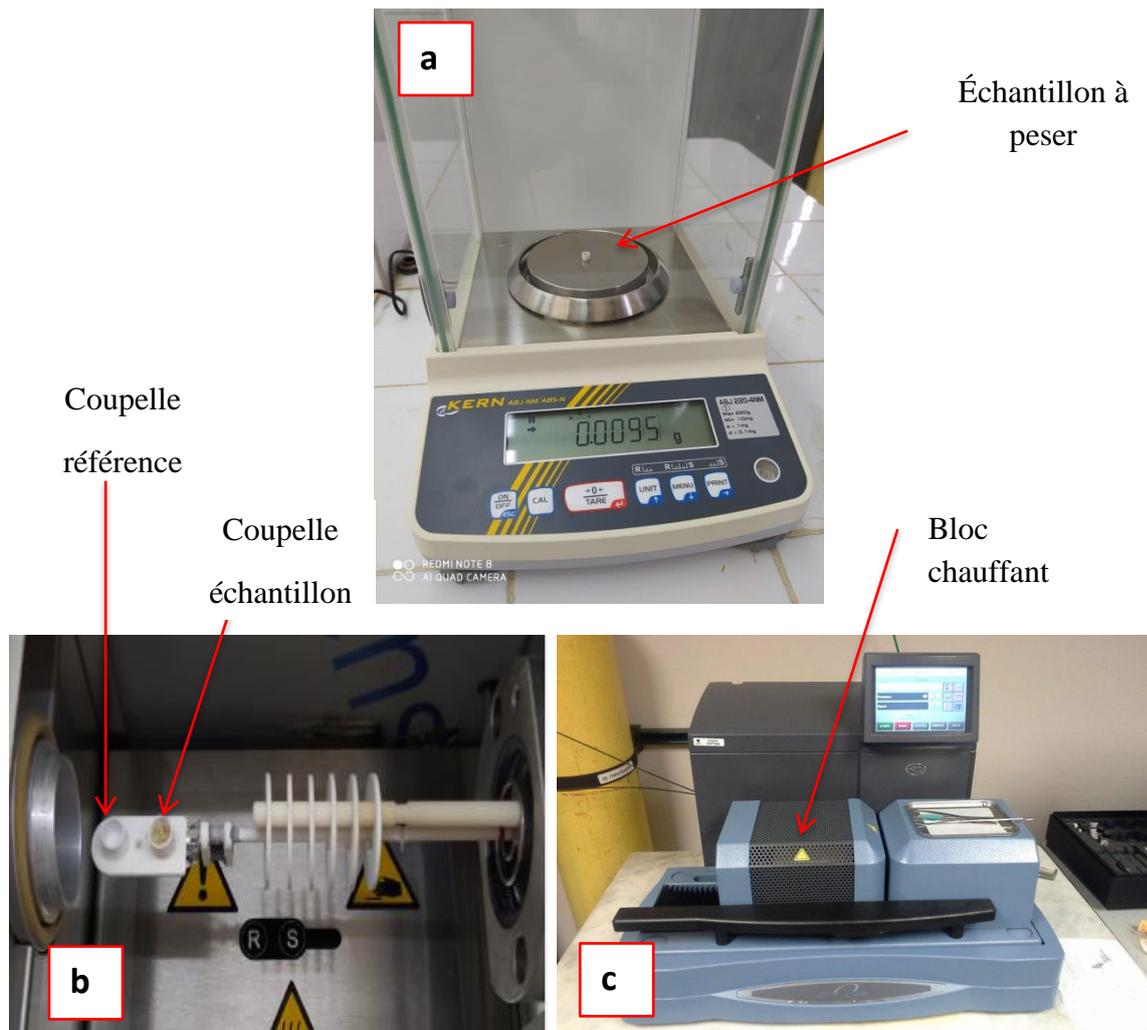


Figure II. 11 (a) balance Kern précision de 0.1 mg (b) creusets de la référence et d'échantillon (c) Machine DSC SDT Q600

5.5.2 Analyse Calorimétrique Différentielle

L'analyse calorimétrique différentielle DSC a pour but de montrer les changements qui se produisent dans les fibres et de détecter leurs transformations de phase lorsqu'elles sont chauffées. Une unité de mesure DSC se compose d'un four et d'un capteur intégré avec des positions définies pour les creusets d'échantillon et de référence (Figure II.11.c). Le détecteur peut être relié à un thermocouple tout comme il peut en faire partie. Le dispositif permet non seulement d'enregistrer la différence de température, entre l'échantillon et la référence (signal DSC), mais aussi la température absolue de l'échantillon ou de la référence. L'analyse a été réalisée à l'aide du même équipement que celui utilisé pour l'analyse thermogravimétrique ; il permet de mesurer simultanément le changement de poids (TGA) et le flux thermique différentiel réel (DSC) sur le même échantillon.

5.6 Caractérisation chimique

5.6.1 Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Dans le but d'identifier les groupes fonctionnels chimiques contenus dans la fibre, une mesure FTIR a été réalisée par le Nicolet iS10 de Thermo Fisher Scientific équipé d'un accessoire ATR Golden Gate à réflexion unique (Figure II.12). Une vitesse de balayage de 32 acquisitions entre 500 et 4000 cm^{-1} avec une résolution de 1cm^{-1} a été appliquée afin d'obtenir les spectres.

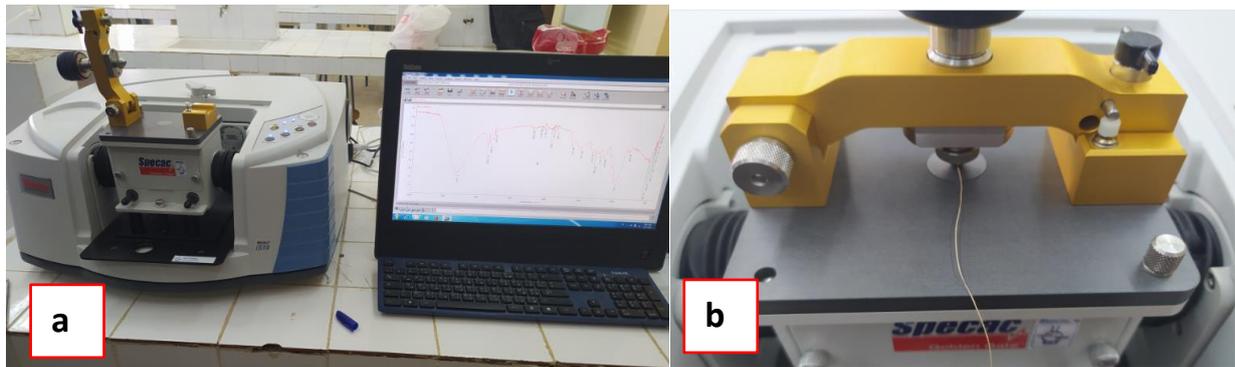


Figure II. 12 Appareillage de la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier : (a) Machine FTIR Nicolet iS10 de Thermo Fisher Scientific (b) Echantillon au cours du test

6 Mise en œuvre des plaques bio composites

6.1 Préparation de la matrice

La matrice utilisée pour l'élaboration des stratifiés époxyde est une résine STR MEDAPOXY, commercialisée en Algérie par la société GRANITEX. Elle est constituée d'un mélange de deux éléments de base : résine tridimensionnel de type DGEBA (Diglycidyl Ether de Bisphénol) avec un durcisseur amine aliphatique (Figure II.13), portant le nom commercial MEDAPOXY primaire. Le rapport des masses entre ces deux constituants est de 0.67. Un moule en aluminium ayant des cavités en forme d'haltère a été employé, le mélange résine-durcisseur a été versé directement dans les cavités avec précaution. Avant le coulage, un agent de démoulage a été appliqué délicatement sur la surface du moule qui a été préchauffé à $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant une heure pour éliminer l'humidité et maintenir la température du moule identique à celle du mélange coulé. Le moule a ensuite été placé dans le four et une fois le cycle de durcissement terminé, les échantillons ont été retirés du moule (Figure II.14.e).



Figure II. 13 Matrice utilisée pour l'élaboration des stratifiés constituée de : (a) Résine et (b) Durcisseur

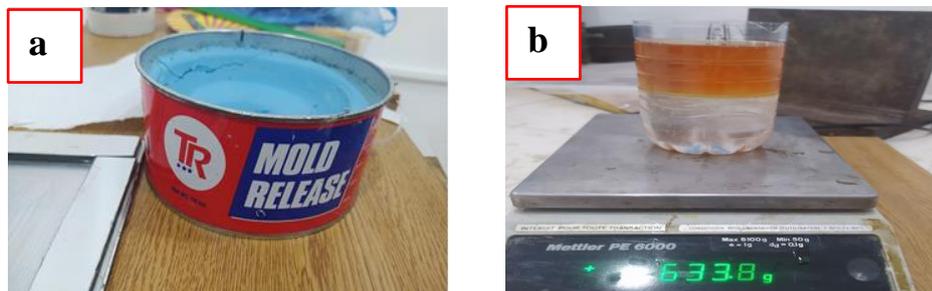


Figure II. 14 Etapes de préparation de la résine : (a) agent démoulant, (b) mélange résine-durcisseur, (c) moulage, (d) durcissement, (e) démoulage des éprouvettes

6.2 Elaboration des plaques de stratifiés fibres *Strelitzia reginae* /époxy

Les performances mécaniques des matériaux composites sont fortement liées à leurs procédés d'élaboration. La performance de ces procédés dépend de plusieurs facteurs tels que : le taux volumique de renforts, le taux de porosité, la qualité de l'imprégnation de renfort et l'uniformité du moulage. Pour la présente étude, les plaques composites unidirectionnelles ont été fabriquées au sein du centre de recherche CRTI (Chéraga-Alger), par un procédé de moulage par compression. Celui-ci a été choisi du fait qu'il est parmi les procédés les plus économiques. Il permet d'obtenir des taux de volume de fibres élevés, ce qui donne des pièces avec des caractéristiques mécaniques élevées. Un moule en aluminium à surface lisse a été fabriqué avec les dimensions 500*300 mm. Sur celui-ci, un film en plastique suivi d'une

couche de tissu d'arrachage a été posé. Le tissu d'arrachage est destiné à faciliter le démoulage de la pièce composite, de protéger le composite pendant la phase de polymérisation et de lui conférer un meilleur état de surface. Le film plastique (la bâche) a été coupé et posé de manière à être parfaitement plat pour ne pas faire apparaître des zones plissées susceptibles de contenir de l'air, assurant ainsi une bonne étanchéité.

Dans l'étape suivante, une couche fine du démoulant est appliquée sur le tissu d'arrachage. Elle permettra l'écoulement de la résine et le décollement facile de la pièce. Ensuite, la résine est appliquée et répartie à l'aide d'un rouleau débulleur et les fibres préparées et brossées sont manuellement alignées le plus régulièrement possible. Puis, la résine est à nouveau coulée sur les fibres sur toute la surface. La partie supérieure de la préfabriqué comporte également les tissus de recouvrement décrits précédemment (le tissu d'arrachage, puis le film en plastique). Enfin, un contre-moule métallique est posé sur l'assemblage. Ce dernier permettra de plaquer la préforme pour donner une deuxième face lisse à la pièce composite finale. Des petits trous latéraux ont été réalisés sur le contre-moule afin d'assurer un bon serrage permettant d'éliminer les bulles d'air. Le composite a durci pendant 24 heures avant d'être retiré du moule, afin de s'assurer qu'il était bien solidifié. Les différentes phases de fabrication de la plaque de bio-composite (stratifié unidirectionnel) sont présentées sur la Figure II.15.

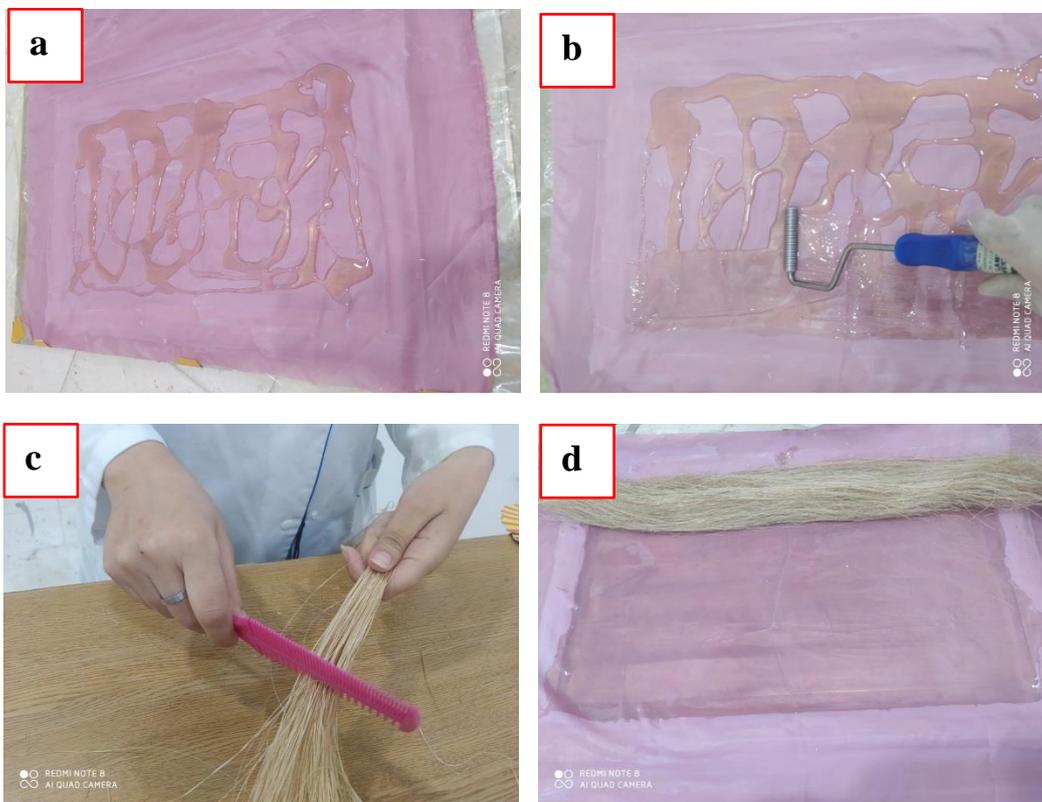




Figure II. 15 Différentes étapes de préparation des plaques composites *Strelitzia reginae* /époxy

6.3 Préparation des échantillons

6.3.1 Cuisson des plaques fabriquées

Après démoulage, la plaque composite est passée au four pour subir un cycle de cuisson qui dure 6 heures à une température de 80 °C, afin d'accélérer la réticulation de la matrice polymère. Dans le but d'avoir une polymérisation totale, elle est ensuite, laissée à l'air libre pendant une période de 15 à 20 jours avant le découpage.

6.3.2 Découpage des éprouvettes

Les échantillons, en fonction de leur destination, sont découpés à l'aide d'une scie diamantée lubrifiée à l'eau (Figure II.16). Après le découpage, les plaques subissent un processus de polissage. Celui-ci consiste à éliminer l'excès de matériaux afin d'ajuster et rectifier les limites sans modifier la forme obtenue. Avant les essais, les spécimens utilisés sont séchés pendant 1 heure à 80 °C, de manière à retirer tous les résidus d'humidité. Cette opération est effectuée juste après la découpe. De cette manière, tous les matériaux seront testés dans les mêmes conditions

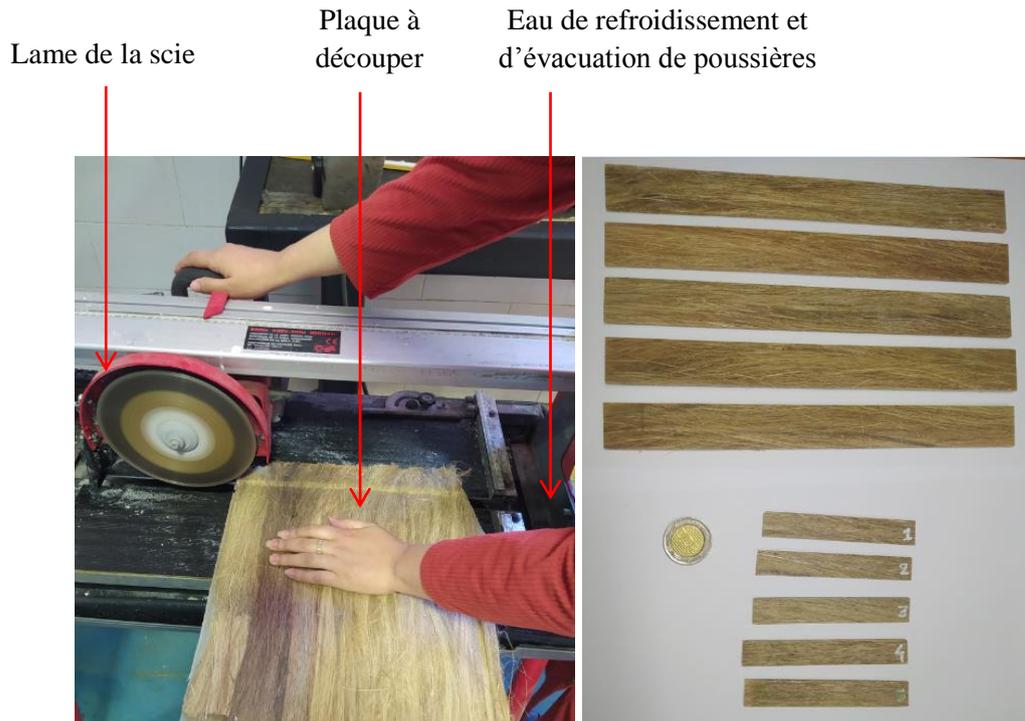


Figure II. 16 Découpage des spécimens utilisés dans la caractérisation

7 Techniques de caractérisation des composites

7.1 Essai de traction

Afin de déterminer les caractéristiques mécaniques des composites stratifiés obtenus à savoir, le module d'Young, le coefficient de Poisson et contraintes à la rupture, des essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes biocomposites de dimensions normalisées ($250 \times 50 \times 2.5 \text{ mm}^3$). La distance entre les mâchoires est de 150 mm. Celle-ci correspond aux exigences des conditions de l'essai de traction statique et à la géométrie des éprouvettes selon la norme ASTM D638. Cinq types différents de composites ont été préparés avec différents angles d'orientation des fibres de renforcement par rapport à l'axe long : 0° , 45° et 90° .

Les essais de traction ont été également effectués sur les matrices STR. Les éprouvettes sont réalisées en forme d'haltère conformément à la norme NF EN ISO 527-4 type B, avec une géométrie indiquée dans la Figure II.17

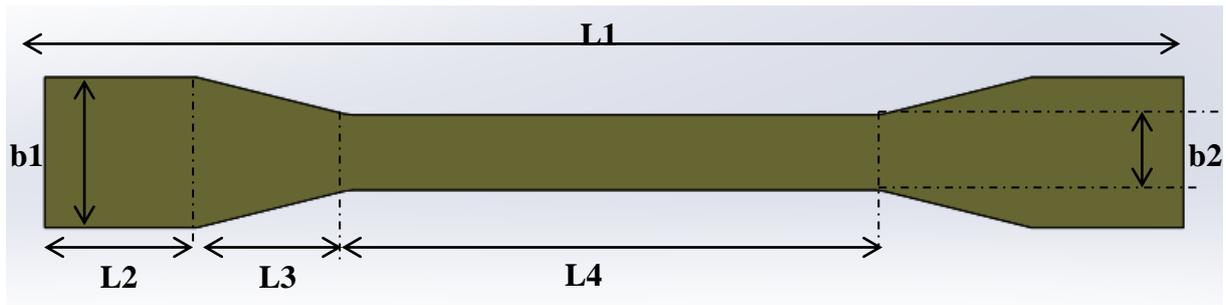


Figure II. 17 Géométrie des éprouvettes pour la traction des matrices époxydes

Eprouvette haltère

Epaisseur : 30-40 $L2 = 20$ mm $L4 = 70$ mm $b2 = 10$ mm

$L1 = 150$ mm $L3 = 20$ mm $b1 = 20$ mm

Les essais de traction sont effectués, à température ambiante, sur une machine universelle hydraulique de type MTS Criterion model 45 dotée d'un capteur de force de 10 kN et d'un extensomètre (Figure II.18). Cette machine est pilotée par ordinateur avec un logiciel MTS testeSuite TW Elite, à une vitesse de déplacement de la traverse de 2 mm/min.

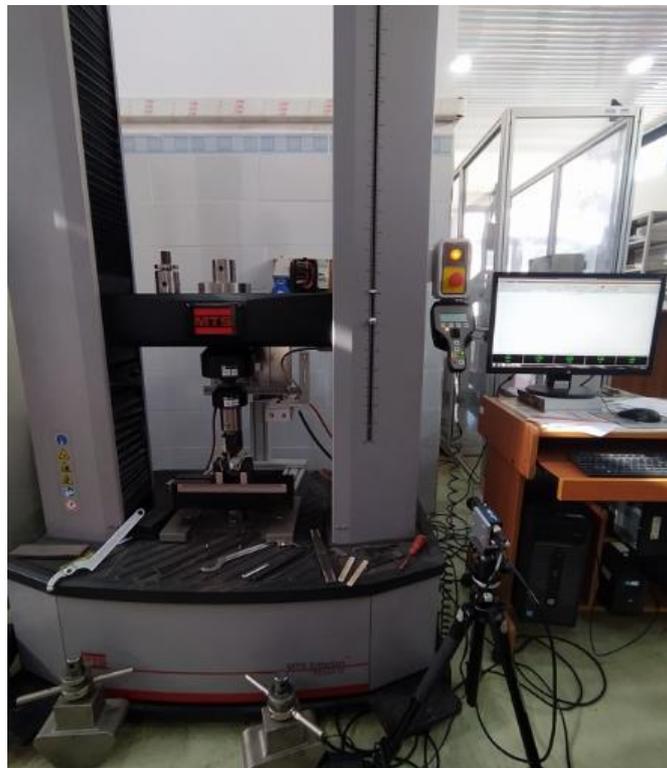


Figure II. 18 Machine universelle de type Criterion model 45

7.2 Essai de flexion

L'essai de flexion 3 points est également utilisé pour mesurer la résistance à la rupture d'un matériau. Une barre du matériau à tester est placée sur deux supports fixes et une force croissante est appliquée au centre de la barre jusqu'à sa rupture. La charge est appliquée sur la surface supérieure du spécimen. La norme ASTM D790-07 [85] est appliquée pour déterminer la géométrie et les dimensions des éprouvettes du test flexion. La forme des éprouvettes est parallélépipédique et de dimensions 80x12x2.1 mm³ (Figure II.19). La contrainte de rupture en flexion trois points est donnée par l'équation suivante :

$$\sigma_{\max} = \frac{3F_{\max} \times L}{b \times h^2} \quad (\text{II.5})$$

Dans cette relation, F_{\max} représente la force maximale de rupture en (N). b et h sont respectivement la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette. L est la distance entre appuis en (mm), donnée par la relation suivante

$$L = 16h \quad (\text{II.6})$$

Pour chacune des orientations (0° , 45° et 90°), quatre échantillons sont testés. Le module de flexion est donné par l'équation :

$$E = \frac{F \times L^3}{4b \times h^3 \times \lambda} \quad (\text{II.7})$$

Avec :

λ : la flèche maximale.

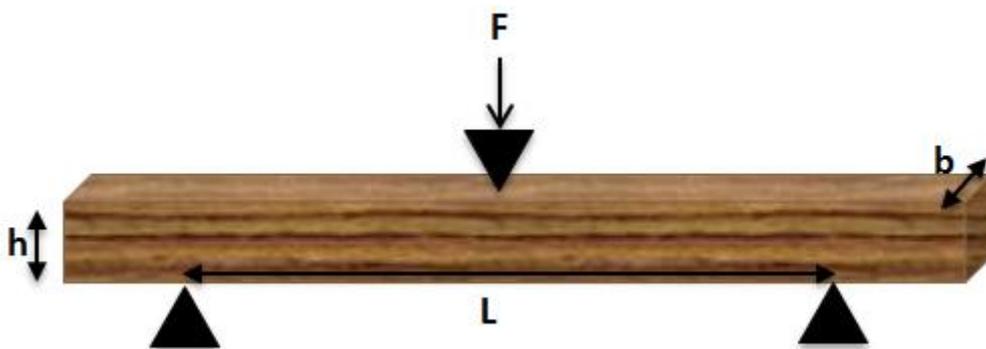


Figure II. 19 Eprouvette normalisée de l'essai de flexion trois points

7.3 Mesure de la densité

La densité de la résine et du composite sont déterminées par immersion à la balance hydrostatique (le principe d'Archimède). La méthode est la même que celle qui a été utilisée pour la mesure de la densité des fibres. L'équation suivante a été utilisée :

$$\rho_c = \frac{\rho_e \times m_c}{m_c - (m_t - m_e)} \quad (\text{II.8})$$

Où ρ_c , ρ_e sont respectivement la densité du composite et la densité de l'eau ($\rho_e = 0.998 \text{ g/cm}^3$ à 23°C). m_c , m_t , m_e sont respectivement la masse de l'échantillon à l'air libre, la masse totale de l'ensemble échantillon dans l'eau et la masse de l'eau.

7.4 Mesure de microdureté

Réalisés sous très faible charge, les essais de micro dureté permettent des mesures très localisées (sur environ $100 \mu\text{m}^2$). Il s'agit des essais les plus couramment pratiqués. Le principe est toujours identique : un pénétrateur indéformable laisse une empreinte dans le matériau à tester. On mesure les dimensions de l'empreinte et on en déduit la dureté. Il existe une grande variété d'essais de dureté. Dans notre étude nous avons opté pour l'essai de dureté Vickers (HV), basé sur un micro-duromètre de type INDENTEC ZHV Zwick /Roell piloté par ordinateur et doté du Testing System by Newage (Figure II.21).

La mesure de la microdureté Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136° . L'empreinte a donc la forme d'un carré ; on mesure les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées ; une charge de 10 g, 25 g, 50 g et 100g et un temps d'indentation de 10 s. Chaque test est mesuré en trois endroits différents, avec une barre d'erreur et des valeurs moyennes.

$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2}$	(II.9)
--	--------

HV = Dureté Vickers.

F = Force appliquée [N]

d = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm]

g = Accélération terrestre. [ms^{-2}] (9.80665)

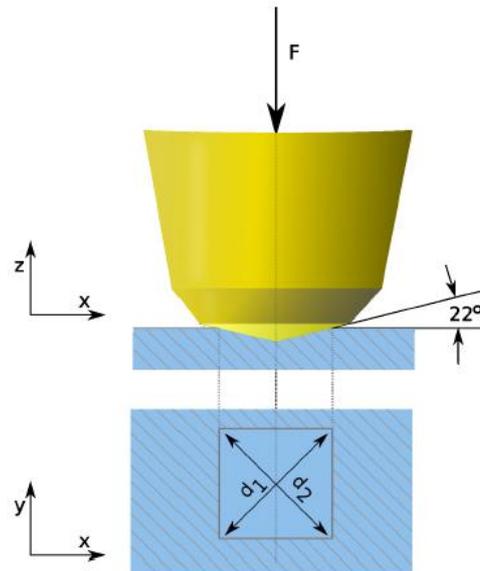


Figure II. 20 Principe de l'essai de dureté VICKERS

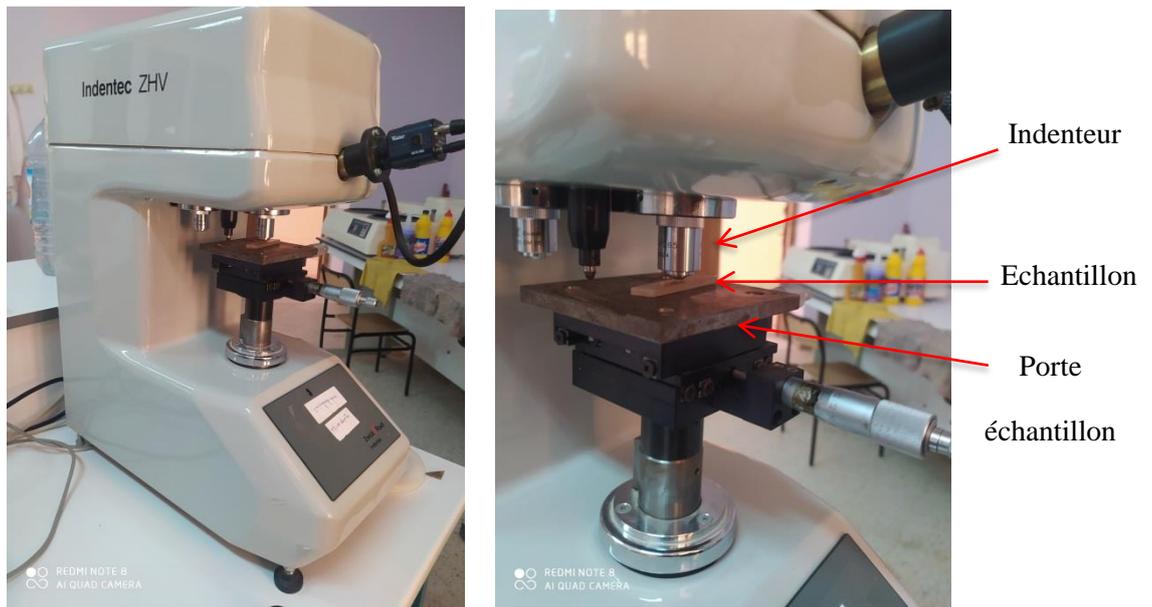


Figure II. 21 Banc d'essai pour essai de micro dureté

7.5 Visualisations microscopique

Afin de vérifier les éventuelles irrégularités (porosités) avant de procéder aux essais mécaniques, des observations au microscope optique et au microscope électronique à balayage (MEB) ont été réalisées avant et après la rupture des échantillons. De cette manière, les surfaces de rupture des différents composites ont été analysées afin de déterminer les différents modes d'endommagement.

La préparation des spécimens pour l'étude microscopique est divisée en plusieurs étapes :

-l'enrobage : L'échantillon est enrobé de résine pour faciliter sa manipulation et assurer la planéité de la surface.

-le polissage : L'objectif principal du polissage est d'obtenir une surface plane avec une rugosité minimale, et de retirer la couche superficielle de l'échantillon qui présente une microstructure non représentative du matériau.

Le polissage a été fait en utilisant un papier abrasif de grade (400 jusqu'à 4000 μ m). Le microscope optique utilisé est de type Nikon, couplé à une caméra numérique qui permet d'acquérir des photos via le logiciel NIS-Elements. La plage de grossissement disponible pour ce microscope est de x50 jusqu'à x1500.

Après avoir préparé les échantillons, un minimum de dix images de chaque échantillon ont été prises à différentes positions pour évaluer le taux de porosité à l'aide du logiciel ImageJ. Cette technique d'analyse d'image repose sur la méthode du seuil de couleur qui permet de distinguer les différents composants de l'échantillon et les pores. Pour convertir l'image couleur en mode binaire, il est nécessaire de passer par une étape de seuillage.

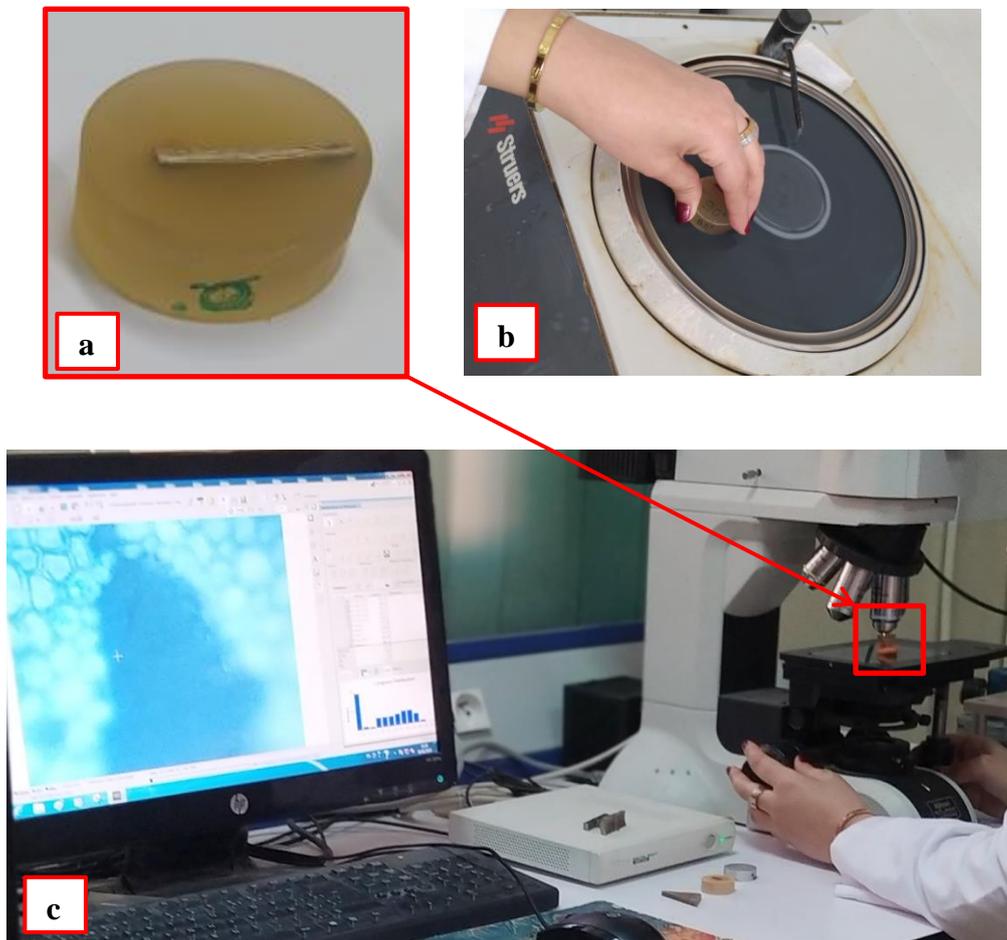


Figure II. 22 (a) Enrobage, (b) polissage et (c) visualisation

7.6 Techniques de caractérisation mécanique dynamique DMA

Les essais mécaniques dynamiques ont été effectués au niveau Centre de Recherche-Développement des Forces Aériennes (CRD-FA) Dar-El Beida (Alger), en mode flexion trois

points (libre) conformément aux normes ASTM D4065 [7], et ASTM D5023 [8]. Afin d'évaluer le module de stockage E' , le module de perte E'' ainsi que le facteur de perte $\tan \delta$, un analyseur mécanique dynamique de type Netzsch DMA 242-C a été utilisé. Cet analyseur est muni d'un capteur de force d'une capacité nominale de 16 N et d'une résolution de 0.01 N, et d'un accéléromètre permettant la mesure du déplacement dans une gamme de fréquence de 0.01-100 Hz. Les spécimens utilisés pour la présente étude sont des spécimens rectangulaires de dimensions $50 \times 10 \times 2 \text{ mm}^3$. Le pendule mobile en flexion est animé d'un mouvement oscillatoire forcé hors résonance à une fréquence de 1Hz, tandis que la température augmente linéairement dans une gamme allant de la température ambiante à 200°C avec une vitesse d'élévation de température constante égale à $3^\circ\text{C}/\text{min}$. L'amplitude de la déformation est de 0.02 mm ou 1% de la hauteur de l'échantillon.

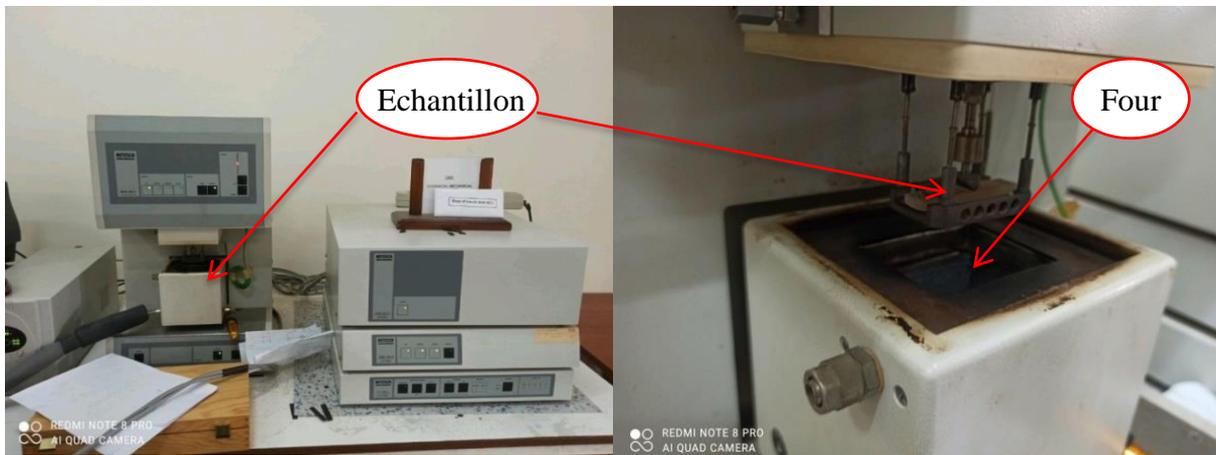


Figure II. 23 Analyseur mécanique dynamique de type Netzsch DMA 242-C

8 Conclusion

Le présent chapitre a été consacré à la description détaillée des méthodes de caractérisation physico-chimique et mécanique des fibres élémentaires, en présentant les appareils et les protocoles d'essais. Dans la seconde partie, la fabrication des plaques composites et la préparation des éprouvettes destinées aux différents essais statiques et dynamiques ont été décrites en montrant l'ensemble des dispositifs expérimentaux utilisés.

Chapitre

III

**Caractérisation physico-
chimique et mécanique
des fibres du *Strelitzia
reginae***

Chapitre III

Caractérisation physico-chimique et mécanique des fibres du *Strelitzia reginae*

1 Introduction

L'objectif principal de ce chapitre est de présenter les résultats de la caractérisation physico-mécanique des fibres végétales extraites de la plante *Strelitzia reginae* de la région d'Alger - Algérie. Dans un premier temps, nous avons effectué une analyse anatomique pour analyser la structure de la plante. La morphologie de la surface des fibres est effectuée par microscopie électronique à balayage (MEB). La caractérisation physique comprend la densité, la mesure du diamètre et l'analyse par la méthode de diffraction de rayon X (DRX). D'autre part, les propriétés thermiques de la fibre ont été testées par une analyse thermogravimétrique (TGA) et par une analyse calorimétrique (DSC). Des essais mécaniques de traction ont été réalisés sur des échantillons de fibres. Nous avons terminé par une analyse chimique (FTIR).

2 Analyse anatomique

La coupe transversale de la tige monocotylédone de l'oiseau de paradis représentée sur la Figure III.1 a été réalisée à partir de tissus frais provenant du milieu de la tige. L'observation des coupes histologiques réalisée sur la Figure III.1b, montre les différents tissus présents tels que les tissus de couverture et de protection, l'épiderme, qui est constitué de petites cellules arrondies qui apparaissent plus épaisses sur la surface externe. Ses parois sont épaissies par un dépôt de cellulose, ce qui confère à la plante une grande résistance à la flexion et à la traction, une élasticité et une certaine souplesse [86]. On trouve également dans le parenchyme médullaire plusieurs cercles concentriques de faisceaux vasculaires de diamètres variables. Chaque faisceau cribrovasculaire est surmonté d'une petite masse de sclérenchyme. Ce sont des tissus conducteurs qui consistent en un amas de xylème et un autre de phloème superposés l'un sur l'autre, comme le montre la Figure III.1c. Les cellules qui bordent les faisceaux sont appelées cellules parenchymateuses et sont généralement isodiamétriques ou allongées, plus ou moins arrondies aux angles, avec une fine paroi pectocellulosique. Les espaces qui les séparent sont appelés méats. Les cellules qui forment les faisceaux sont appelées sclérenchyme. Il s'agit d'un ensemble de cellules mortes aux parois épaisses de lignine qui confèrent à la plante dureté et rigidité. Le sclérenchyme représente la fibre de la plante. Les fibres élémentaires ont une structure cellulaire végétale typique avec une lumière, une lamelle

médiane et une paroi composée de deux couches principales : la paroi primaire et la paroi secondaire. La paroi primaire est constituée de microfibrilles de cellulose dans une matrice de lignine, d'hémicelluloses et de protéines. La paroi secondaire est principalement composée de cellulose, mais peut être également imprégnée de lignine [87].

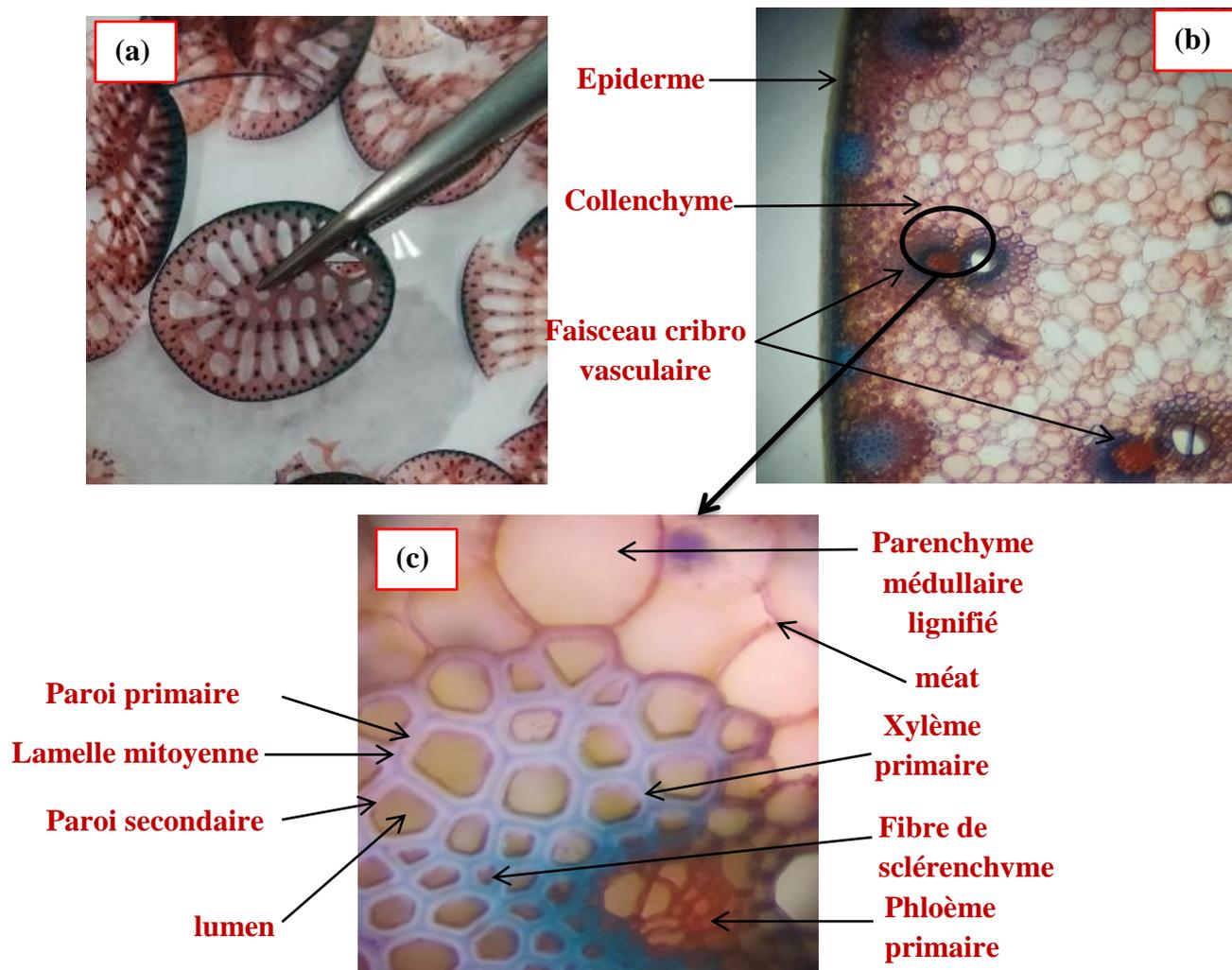
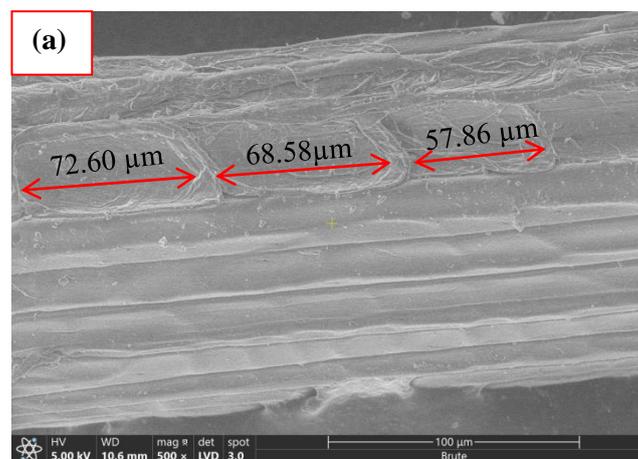


Figure III. 1 (a) Coupe transversale d'une tige fraîche après double coloration, (b) Observation microscopique d'une coupe transversale. (10X), (c) Structure détaillée d'un faisceau cribro-vasculaire. (40X)

3 Caractérisation morphologique

Ce test est important car il fournit des informations sur l'adhésion interfaciale entre les fibres et la matrice [45, 88]. La Figure III.2 montre des vues longitudinales de fibres brutes et traitées. Comme il est bien connu, les résultats de la caractérisation des fibres sont généralement influencés par la présence d'impuretés, de substances cireuses et de vides sur la surface latérale [89]. La Figure III.2a montre l'existence de cavités et de piqûres sur la surface rugueuse externe, les mêmes défauts ont été observés dans des travaux précédents ; sur la

surface des fibres de *Juncus effusus* [90] et sur la surface latérale des fibres de *Coccinia grandis* [91]. Ces cavités réduisent considérablement les performances mécaniques des fibres. La Figure III.3a représente une vue générale d'une fibre cellulosique brute avec une surface extérieure rugueuse résultant de cires et d'autres substances. Cette morphologie de surface favorise la liaison de l'interface entre les fibres et la résine lors de la fabrication du composite. Les Figures III.3b, III.3c et III.3d représentent un agrandissement de la Figure III.3a à l'échelle X100, X300 et X500 respectivement. A plus fort grossissement, on peut observer que la structure de la fibre est formée de plusieurs fibrilles cellulosiques élémentaires maintenues ensemble par la lignine et l'hémicellulose [91] tandis qu'il est évident de voir clairement dans la Figure III.3d présente une surface irrégulière avec des impuretés indésirables qui sont attribuées à l'hémicellulose, aux résidus de lignine et à d'autres substances non cellulosiques. De plus, ces contaminants facilitent la séparation des fibres de la matrice. Les fibres ont été traitées avec une solution alcaline, afin d'éliminer les impuretés de leurs surfaces. Ce traitement chimique fournit un moyen important pour éliminer la lignine [92], favorable à l'adhésion fibre-matrice car elle ajoute des groupes fonctionnels pour assurer une meilleure liaison dans les composites polymères [91] et diminuer le diamètre des fibres. Les Figures III.2b et III.2c montrent la micrographie MEB des fibres traitées pendant une (T1H) et quatre heures (T4H) respectivement, la surface de la fibre est rugueuse avant le traitement et devient lisse après le traitement, sans composants amorphes dus la dissolution des quantités importantes d'impuretés. Ces observations sont similaires à celles d'autres chercheurs [90, 93]. D'après les micrographes obtenus pour les fibres traitées on peut conclure que cette plante peut être utilisée comme renfort de nouveaux matériaux composites.



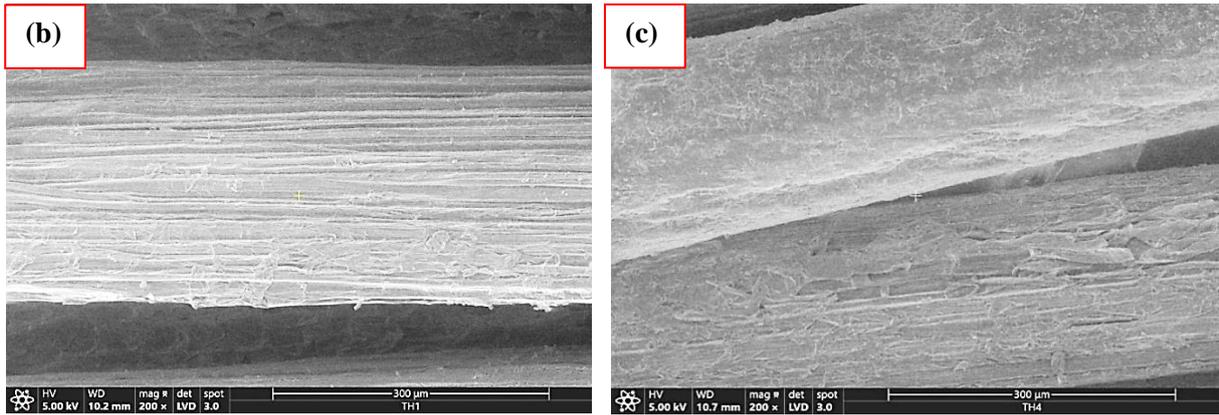


Figure III. 2 Micrographies MEB de: (a) fibre, brute (b) fibre traitée (T1H) and (c) fibre traitée (T4H)

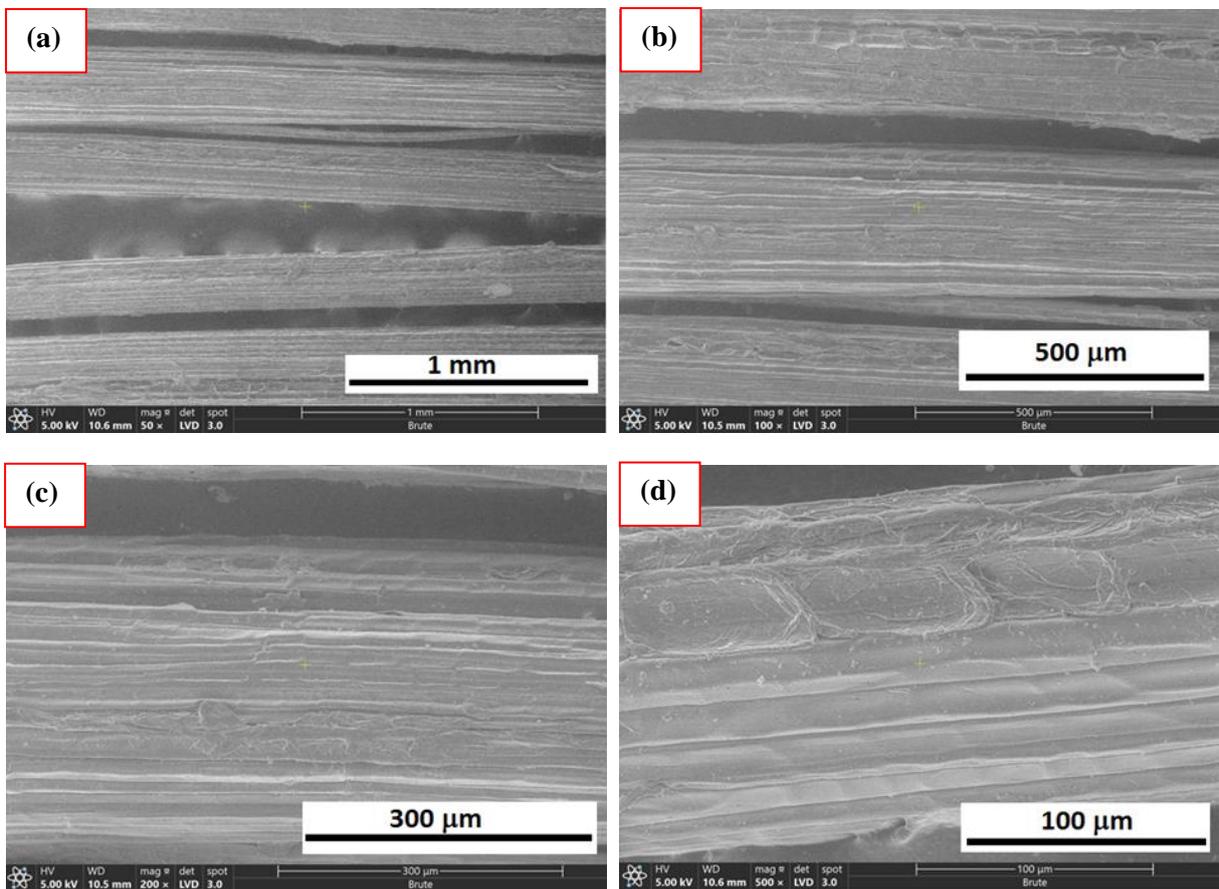


Figure III. 3 Micrographies MEB de faisceaux de fibres brutes, à différentes échelles, (a) 1 mm, (b) 500 µm, (c) 300 µm et (d) 100 µm respectivement

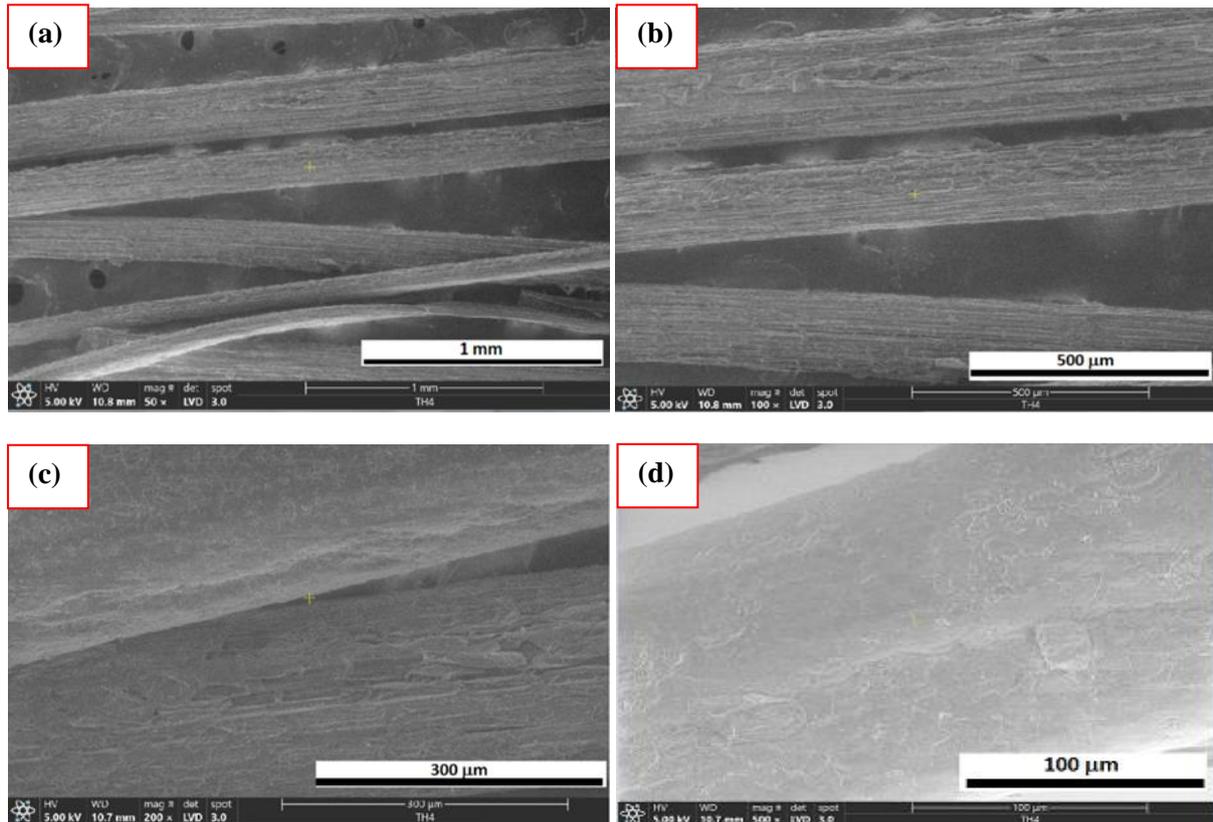


Figure III. 4 Micrographies MEB des fibres traitées (T4H), à différentes échelles, (a) 1 mm, (b) 500 μm, (c) 300 μm and (d) 100 μm respectivement

4 Caractérisation Physique

4.1 Mesure de la densité

Les fibres de *Strelitzia reginae* traitées avec différentes concentrations d'hydroxyde de sodium NaOH, présentent des valeurs de densité accrues par rapport aux fibres non traitées (1.113 g/cm³ pour (T1H), 1.15 g/cm³ pour (T4H) et 1.057 g/cm³ pour les fibres non traitées). Ceci peut être expliqué par les changements de structure morphologique qui se sont produits sur la fibre après le traitement à la soude. Dans des travaux antérieurs, Loganathan et al. [94], ont démontré que la densité de la plante *Cyrtostachys renda* est significativement améliorée en accroissant la concentration et le temps de trempage dans la soude ; la densité la plus faible des fibres traitées était de 3% de NaOH pendant 1 h, en raison de l'élimination de 17% de l'hémicellulose. Le traitement alcalin a contribué à l'élimination progressive des micro-vides existant dans la fibre, à l'amélioration de la cristallinité démontrée par une analyse DRX et donc à la diminution du volume et à l'augmentation de la densité donnée par la relation suivante :

$$\rho = m/v$$

III.1

4.2 Mesure du diamètre

Les diamètres moyens des échantillons ont été calculés comme une moyenne de 03 mesures le long de la fibre (Figure III.5) et étaient de 200 μm pour les fibres non traitées, 190 μm pour les fibres traitées au T1H NaOH et 170 μm pour les fibres traitées au T4H NaOH. Cette réduction du diamètre est principalement le résultat du nettoyage des contenus amorphes et autres impuretés présentes à la surface de la fibre. Lorsque la lignine est éliminée, le diamètre de la fibre est réduit ; cette constatation a été confirmée par les résultats du travail d'Obi [45], qui a également montré que le diamètre moyen des fibres fines de fruits de *Borassus* diminuait avec l'augmentation de la période de traitement alcalin. Les différentes caractéristiques physiques de la fibre *Strelitzia reginae* comparées avec d'autres fibres naturelles sont présentées dans le Tableau III.1.

Tableau III. 1 Comparaison des propriétés physiques de la fibre *strelitzia reginae* avec d'autres fibres naturelles

Types de fibre	Brute/ traitée	Diamètre (μm)	Densité (g/cm^3)	Références
<i>strelitzia reginae</i>	Brute	200	1.075	Présent travail
	T1H	190	1.113	
	T4H	170	1.15	
Fibre de racine de banian	Brute	0.09-0.14	1.234	[96]
	5wt.% NaOH	0.08-0.12	1.269	
Derris scandens	Raw	158-169	1.43 ± 0.018	[97]
Parthenium Hysterophorus	Brute	381.67	1,251	[98]
	Traitée par alcali	197.27	1,360	
Doum	brute	178.72 ± 41.7	1.19 ± 0.05	[84]
	Traitée	165.81 ± 36.5	1.36 ± 0.04	
Jute	-	40-350	1.460	[99]
Ramie	-	50	1.5	[92]
Cotton	-	-	1.5–1.6	
Lin	-	-	1.4–1.5	

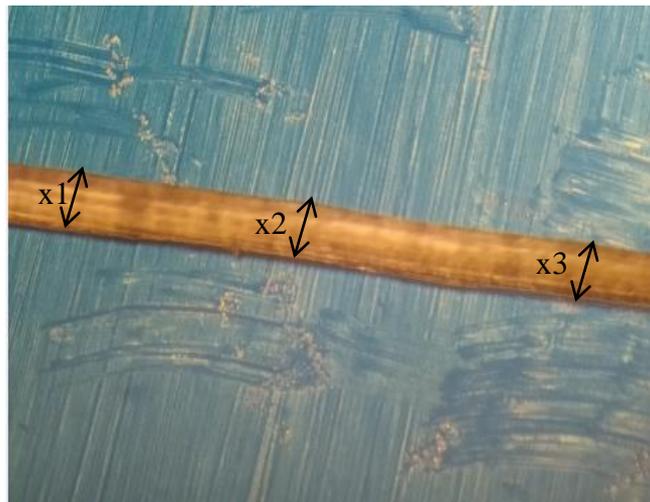


Figure III. 5 Technique utilisée pour mesurer le diamètre de la fibre

4.3 Analyse par diffraction des rayons X

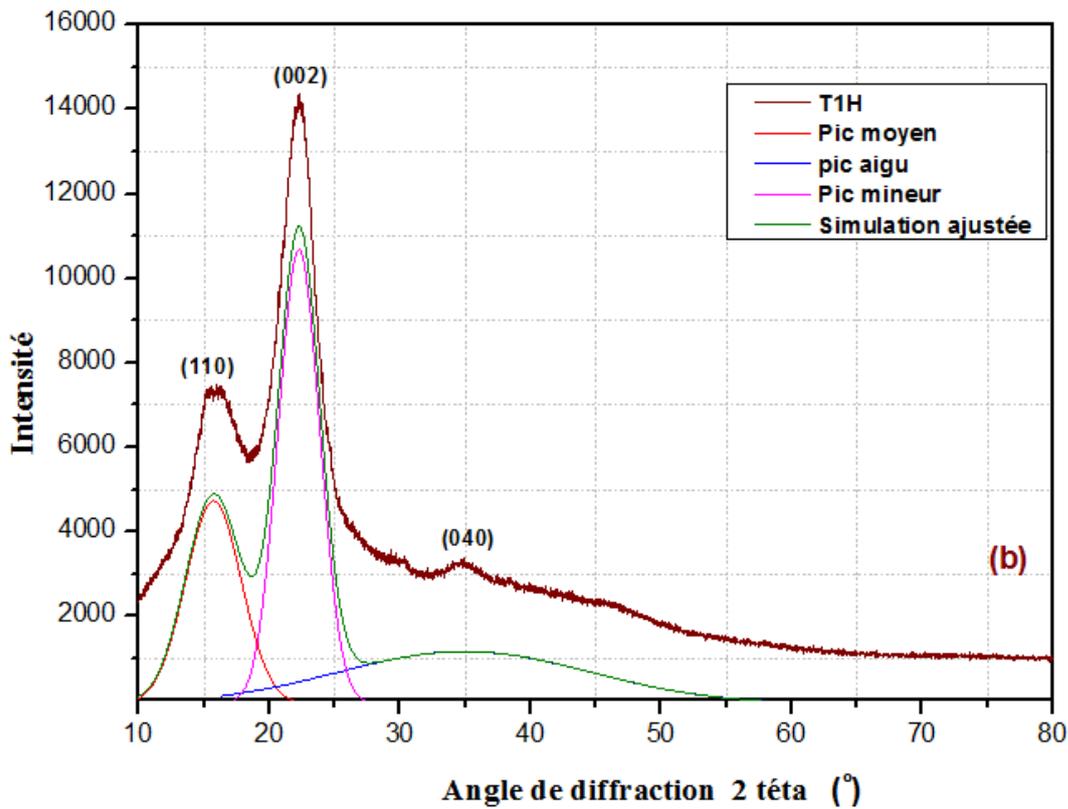
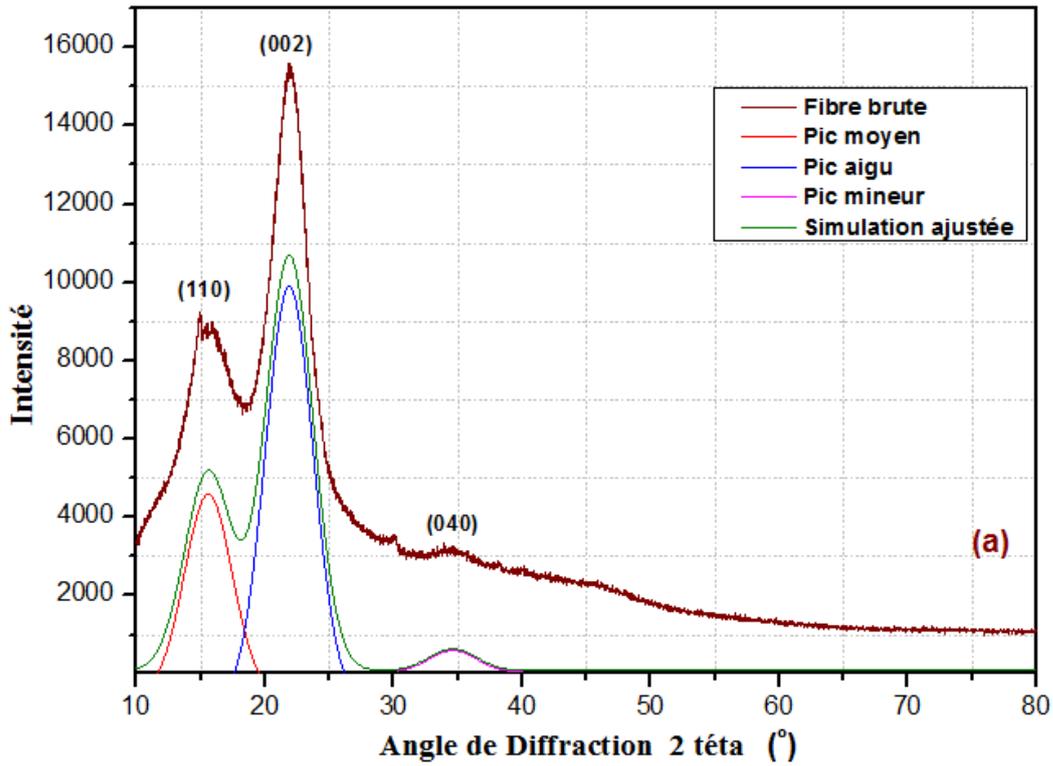
Dans la figure III.6, les diagrammes de diffraction obtenus pour les fibres SR non traitées et traitées aux alcalis entre $2\theta=10$ et 80° sont présentés. Trois principaux pics distinctifs sont observés pour chaque type de fibre. Le pic moyen initial est détecté à $2\theta= 14.92^\circ$ pour la fibre brute, $2\theta= 15.99^\circ$ pour la (T1H) et $2\theta= 15.11^\circ$ pour la (T4H) au plan de réseau (110), ce qui indique la présence de constituants amorphes de cellulose, d'hémicellulose, de pectine et de lignine [98, 100]. Les principaux pics cristallins aigus pour chaque fibre peuvent être notés comme ayant été formés à environ $2\theta= 21.89^\circ$, $2\theta= 22.29^\circ$ et $2\theta= 22.19^\circ$ pour les fibres SR brutes, (T1H) et (T4H), respectivement au niveau du plan cristallographique du réseau (002) qui marque l'existence d' α -cellulose ou de cellulose [101, 102]. Le pic le plus bas est situé à $2\theta= 33.9^\circ$, $2\theta= 34.9^\circ$ et $2\theta= 34.5^\circ$ pour les fibres SR brutes, (T1H) et (T4H), respectivement au plan cristallographique (040), ceci est dû aux parties amorphes de la cellulose [103]. D'après les valeurs de l'indice de cristallinité (CI) présentées sur le Tableau III.2, on peut voir clairement que le CI est plus élevé après un traitement alcalin pendant 4 heures (T4H), les raisons de ceci étant dues à la réduction des chaînes de cellulose suite à l'élimination des constituants amorphes tels que l'hémicellulose, la pectine et la lignine et des impuretés de la fibre et aussi par la diminution de l'hydrophobie suite au traitement [104, 105]. En outre, les valeurs de la taille des cristallites (CS) trouvées par l'équation de Scherrer étaient respectivement de 14,8 nm, 11,4 nm et 21,9 nm pour la fibre brute, (T1H) et (T4H). La taille des cristaux obtenue est similaire à celle des fibres cellulosiques citées dans le tableau III.2.

Le traitement alcalin conduit à un clivage aléatoire des cristallites, ce qui entraîne un désordre dans les cristallites de la fibre, car ils ne font pas partie de la cristallite et sont

donc considérés comme amorphes. Un tel désordre est démontré par une diminution de la taille des cristallites et c'est le cas pour (T1H). Après quatre heures de traitement (T4H), le NaOH pénètre dans la fibre de cellulose et provoque un gonflement de la structure, ce qui entraîne une augmentation de la taille des cristallites [106]. L'amélioration de la taille des cristaux est un changement avantageux car la capacité d'absorption d'eau de la bio-fibre dépend de la taille de ses cristaux et l'augmentation de la taille des cristaux favorise la résistance à l'absorption d'humidité et la réactivité chimique de la fibre. [96].

Tableau III. 2 Paramètres cristallins calculés et expérimentaux à partir des diffractogrammes DRX des fibres SR

Type de fibre	Position de pic (°)	FWHM	Area (%)	Indice de cristallinité (%)	Taille des cristallites (nm)	Référence
Fibre brute	14.92	5.48	39429.29	70	14.8	Présent travail
	21.89	3.98	62560.98			
	33.9	5.68	11529.03			
Traitée T1H	15.99	4.97	29501.56	70	11.4	Présent travail
	22.29	3.80	62208.25			
	34.93	4.97	10589.07			
Traitée T4H	15.11	5.23	35026.19	72	21.9	Présent travail
	22.19	3.75	65701.98			
	34.48	5.08	10519.75			
Sisal	16.81	4.89	/	71.2	3.37	[107]
	22.31	3.37				
Lin	/	/	/	70	5.4	[107]
Herbe de Mendong	16.31	/	/	58.6	14.3	[107]
	22.35					
	34.7					
Prosopis juliflora	18.12	/	/	46	15	[100]
	22.67					
Faisceaux vasculaires du palmier-dattier	15.79	1.74	2789.23	47.82	5.78	[108]
	22.28	1.40	7487.62			
Fibres de palmier-dattier	15.81	1.79	3006.61	56.68	5.63	[108]
	22.24	1.44	7980.62			



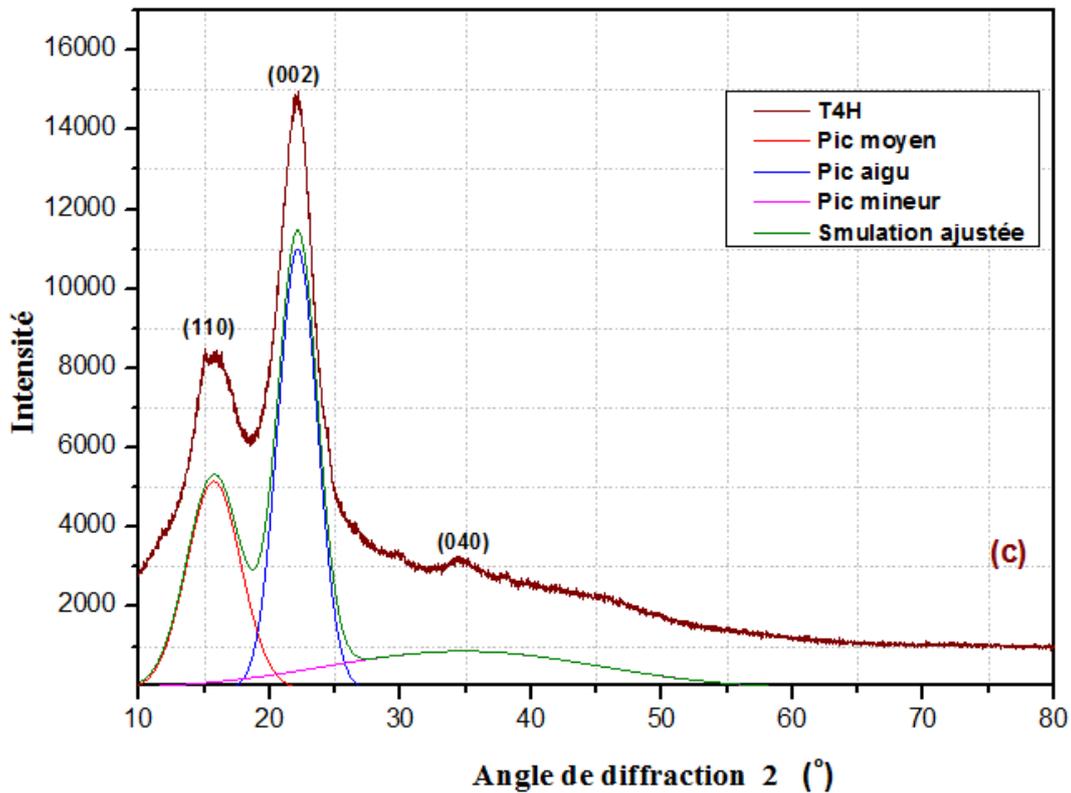


Figure III. 6 Courbe DRX pour (a) fibre brute, (b) fibre traitée (T1H) et (c) fibre traitée(T4H)

5 Caractérisation mécanique

5.1 Essai de traction

La Figure III.8 représente une courbe typique contrainte-déformation indiquant un comportement fragile avec une chute brusque de la charge au moment de la rupture [109, 110]. Sur cette courbe, on peut distinguer deux parties différentes : une première partie linéaire, presque jusqu'à 0.75 % de déformation (le module d'Young a été calculé à partir de cette région grâce à la pente de la courbe). Une seconde partie non linéaire correspondant à une déformation de 1 %, jusqu'à la rupture finale de la fibre (Figure III.7).

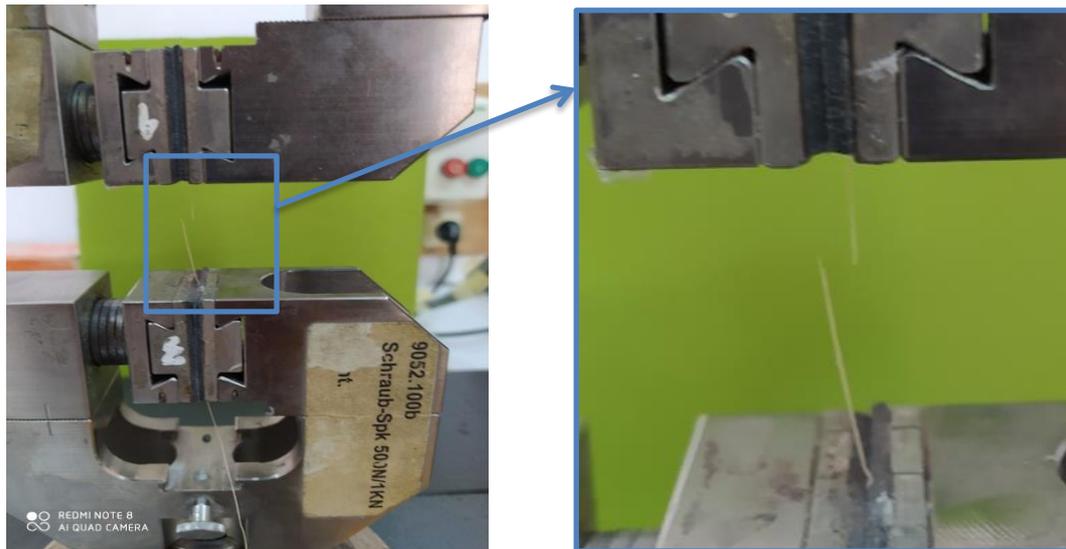


Figure III. 7 Une fibre élémentaire soumise à une contrainte de traction jusqu'à la rupture

Comme déjà rapporté dans les travaux de Belaadi et al. [111] et Fiore et al. [112], ce comportement peut être expliqué par la délamination entre les cellules des fibres et la rupture de la faible paroi cellulaire primaire. Les propriétés mécaniques des fibres testées avant et après le traitement alcalin ont été résumées dans le Tableau III.3 et comparées à d'autres travaux antérieurs. Comme pour la plupart des fibres naturelles, on peut voir que les résultats obtenus des essais exhibent une grande dispersion qui est conditionnée par plusieurs paramètres tels que : les conditions de test, les caractéristiques de la plante , les conditions climatiques [110], et le processus d'extraction [113, 114]. Selon [99], la variation du nombre de cellules des fibres d'un faisceau à l'autre peut également causer la dispersion de la traction. En raison de cette dispersion dans les résultats obtenus, nous avons effectué une analyse statistique en utilisant les tracés d'ajustement de la distribution de Weibull à deux paramètres des données d'essai (résistance à la traction, module d'Young et déformation à la rupture), comme présenté dans les Figures III.9, III.10 et III.11. L'utilisation de la distribution de Weibull a fourni une approximation raisonnable des résultats obtenus. Le modèle de Weibull à deux paramètres utilisé est donné par l'équation suivante :

$$P(\psi) = \exp \left[- \left(\frac{\psi}{\psi_0} \right)^m \right]$$

III.2

Dans cette relation, $P(\psi)$ est la probabilité de survie du paramètre ψ qui représente dans cette étude la résistance à la traction, le module de Young et la déformation à la rupture, m le paramètre de forme et ψ_0 une valeur moyenne de ψ . Les valeurs P sont estimées à l'aide de l'équation suivante :

$$P = \frac{(i-0.5)}{n}$$

III.3

Dans cette relation, i est le rang et n le nombre de tests. Les deux valeurs m et ψ sont estimés à partir du tracé de la distribution de Weibull de $\ln[\ln(1/(1-p))]$ en fonction de $\ln(\psi)$ pour les fibres non traitées et traitées (T1H) et (T4H). Le module de Weibull et les caractéristiques de la distribution de Weibull pour les fibres non traitées et traitées (1H et 4H) sont résumés dans le Tableau III.4. On peut constater que les valeurs moyennes des résultats expérimentaux pour la résistance à la traction, le module d'Young et la déformation à la rupture des fibres traitées et non traitées sont très proches de celles obtenues par la distribution de Weibull.

Tableau III. 3 Comparaison des propriétés mécaniques des fibres de *Strelitzia Reginae* avec d'autres fibres mentionnées dans les travaux publiés

Type de fibres	Résistance à la traction (MPa)	Module d'Young (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Références
Banane	529-724.12	8-20	1-3.5	[115]
Sisal	274-526	6.7-21.7	1.8-7.7	[116]
Agave	63-211	10.44	5-10	[110]
Alfa	134-220	13-17.8	1.5-2.4	[117]
Bambou	440-600	35-46	1.4	[116]
Écorce de kénaf	427-519	23.1-27.1	-	[118]
Palmier Dattier	90-176	3-7.7	3.8-4.8	[119]
Fibres brutes	148.16-420.36	6.02-13.68	2.45-3.43	Présent travail
Traitées (1 H NaOH)	196.43-393.23	7.90-16.86	2.61-4.24	
Traitées (4 H NaOH)	269.45-533.33	12.30-27.31	3.43-5.79	

Tableau III. 4 Caractéristiques mécaniques des fibres de *Strelitzia Reginae* obtenues par la distribution de Weibull

	Module d'Young(GPa)			Résistance à la traction (MPa)			Déformation à la rupture (%)		
	m	Weibull	Moy	m	Weibull	Moy	m	Weibull	Moy
Brutes	4.75	10.72	9.89	3.63	301,87	271.79	9.89	3,18	3.03
Traitées (1 H)	5.52	12.96	12.08	5.41	327,01	306.23	7.84	3,61	3.41
Traitées (4 H)	6.07	19.73	18.39	6.64	454,86	421.39	7.56	4,61	4.33

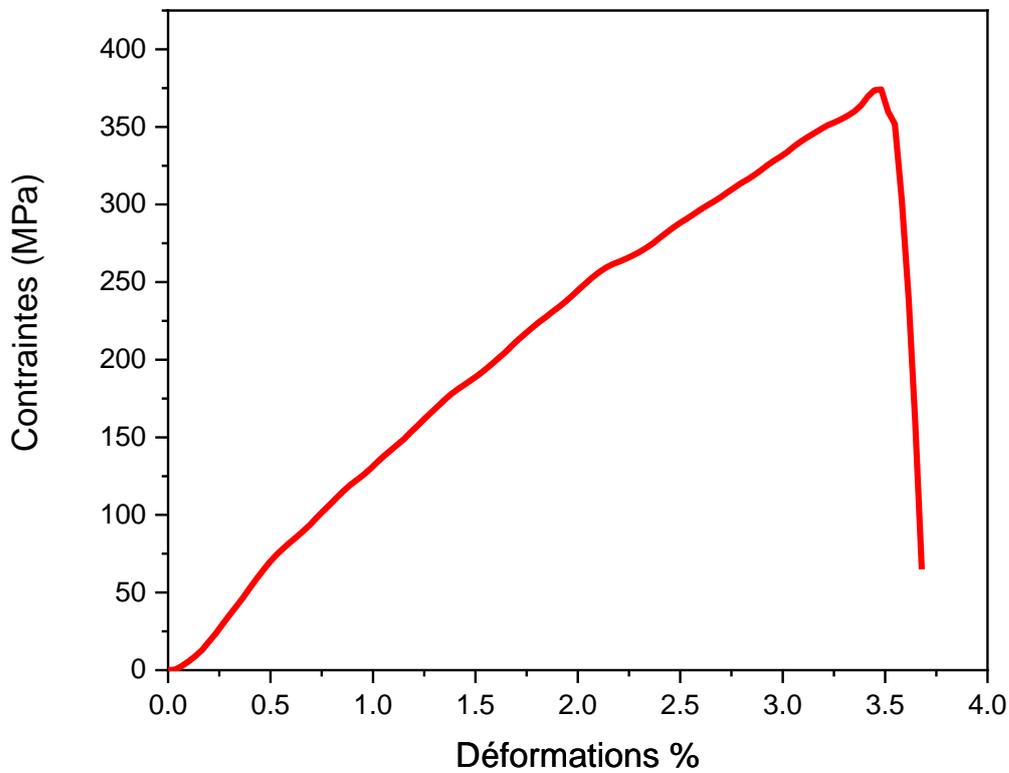


Figure III. 8 Courbe typique de contrainte-déformation d'une fibre élémentaire

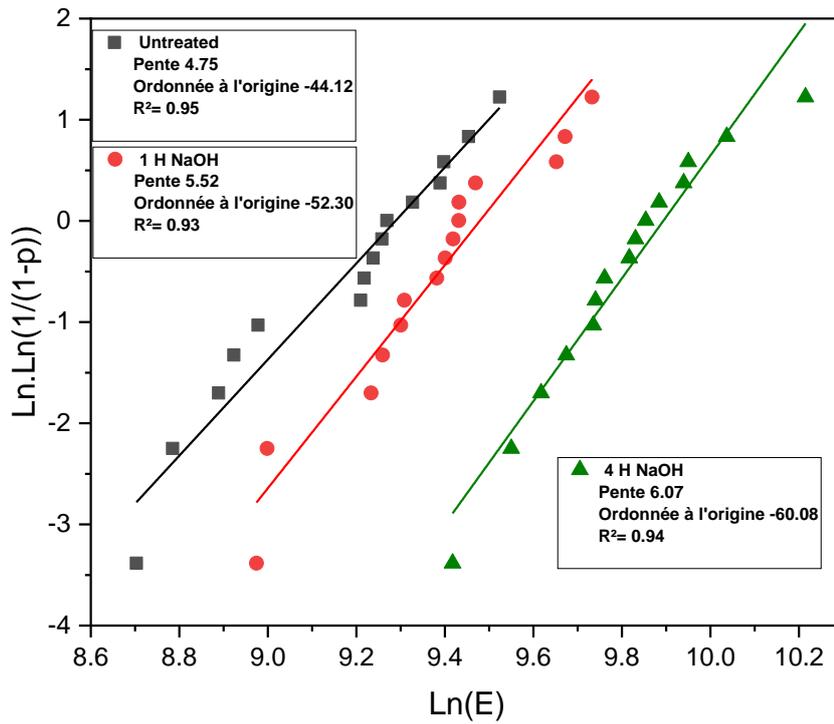


Figure III. 9 Distributions de Weibull Module d'Young

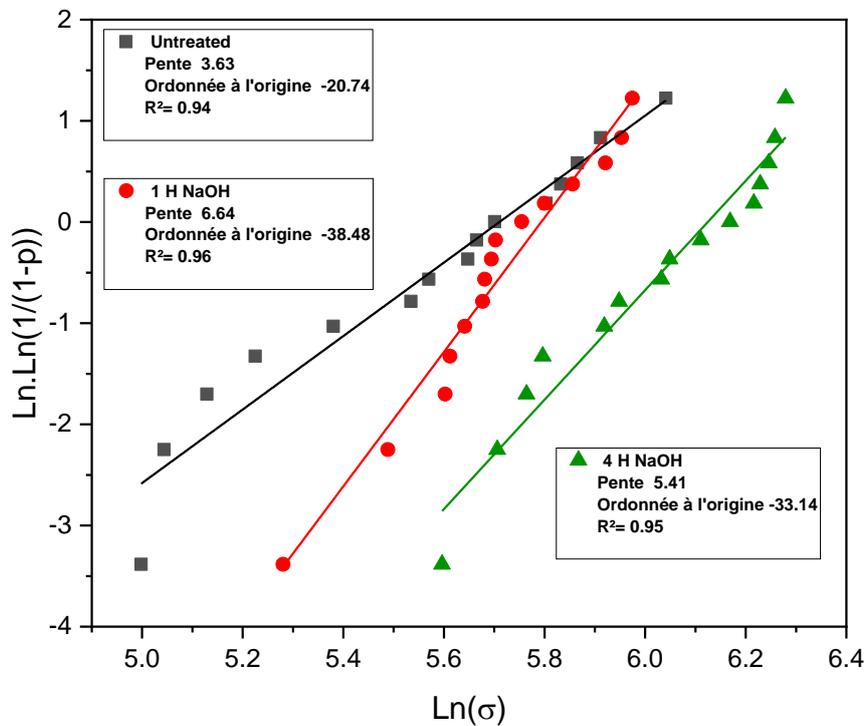


Figure III. 10 Distributions de Weibull pour la résistance à la traction

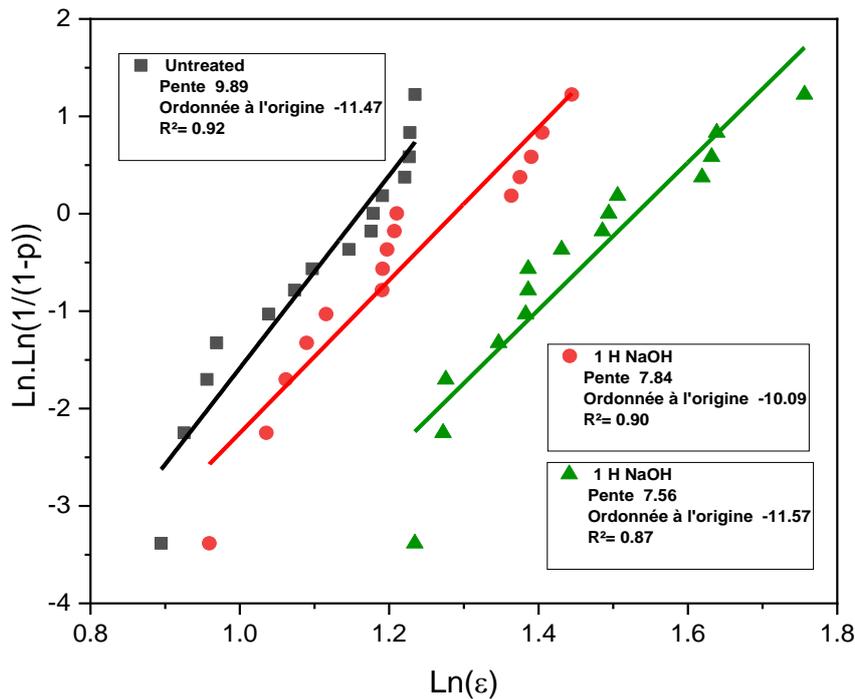


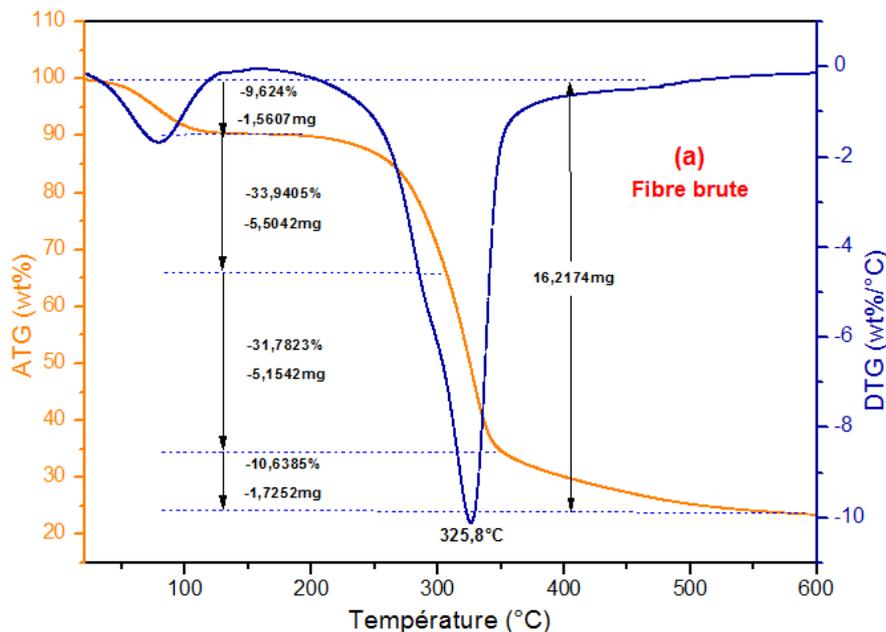
Figure III. 11 Représentation de la distribution de Weibull du paramètre : déformation à la rupture

6 Caractérisation thermique

6.1 Analyse thermogravimétrique

La Figure III.12 présente les courbes thermogravimétriques TG et ses dérivées DTG. On remarque qu'il existe quatre stades de dégradation pour les trois types de fibres (brute, T1H et T4H). Le stade initial se produit entre 33 et 116 °C avec une perte de poids de 9.624%, 36 à 127°C avec une perte de poids de 8.9728% et 33 à 125°C avec une perte de poids de 8.3944%, respectivement pour la fibre non traitée, (T1H) et (T4H), ce qui indique l'élimination de l'humidité existante causée par le caractère hydrophile des matériaux lignocellulosiques [108] et l'élimination de certaines cires de la surface des fibres SR [120]. La deuxième perte de poids est plus élevée pour la fibre brute, elle est estimée à 33.9405% de 260 jusqu'à la température de 349 °C, tandis qu'elle est estimée à 13.2473% et 10.2478% pour les deux fibres (T1H) et (T4H) respectivement. Cette perte correspond à la décomposition de l'hémicellulose et d'une petite quantité du cellulose [121]. Le stade suivant de dégradation est enregistré entre 305 et 349 °C, 297 à 377 °C et de 330 à 377 °C pour la fibre non traitée, les fibres traitées aux alcalis (T1H) et (T4H) respectivement. Cette étape est caractérisée par une perte de poids majeure d'environ 51.2681% des (T4H) qui est

attribuée à l'élimination de la cellulose [99]. Le dernier stade de la courbe de dégradation thermique apparaît à environ 538°C pour les fibres (T1H) et (T4H) et atteint 552 °C pour la fibre brute. La composition en lignine et les autres constituants chimiques non celluloses de la fibre sont détériorés avec une perte de poids mineure de -9.4583% pour les (T1H). D'après la Figure III.12a, on peut constater que la fibre non traitée ne subit pas de chute de poids notable jusqu'à une valeur de 233 °C, ce qui spécifie que la fibre brute a une stabilité thermique approximative de 233 °C, ce résultat est similaire à celui d'autres études conduites précédemment et faisant l'objet d'analyse thermique de fibres naturelles telles que la tige de *Cissus Quadranularis* [122], les fibres de *Furcraea Foetida* [97], mais après le traitement alcalin, la stabilité thermique est augmentée jusqu' à 254 °C pour les fibres traitées (T1H) et 240 °C pour celles (T4H). Ces résultats montrent que le traitement alcalin a eu une influence positive sur les caractéristiques thermiques. En outre, en suivant la courbe DTG, le point de dégradation thermique de la cellulose a été trouvé à 327.8 °C pour la fibre non traitée, 353.4 et 352.7 °C respectivement, pour les fibres (T1H) et (T4H), ce qui est comparable à celui des fibres d'Areca fruit Husk (342.1°C), de la racine de *Cissus Quadranularis* Root (328.9 °C) et des écorces de *Thespesia populnea* (323.7 °C) [31]. Suite à cette analyse thermogravimétrique , les fibres SR traitées à l'alcali sont potentiellement recommandées pour être utilisées comme renforts des polymères composites.



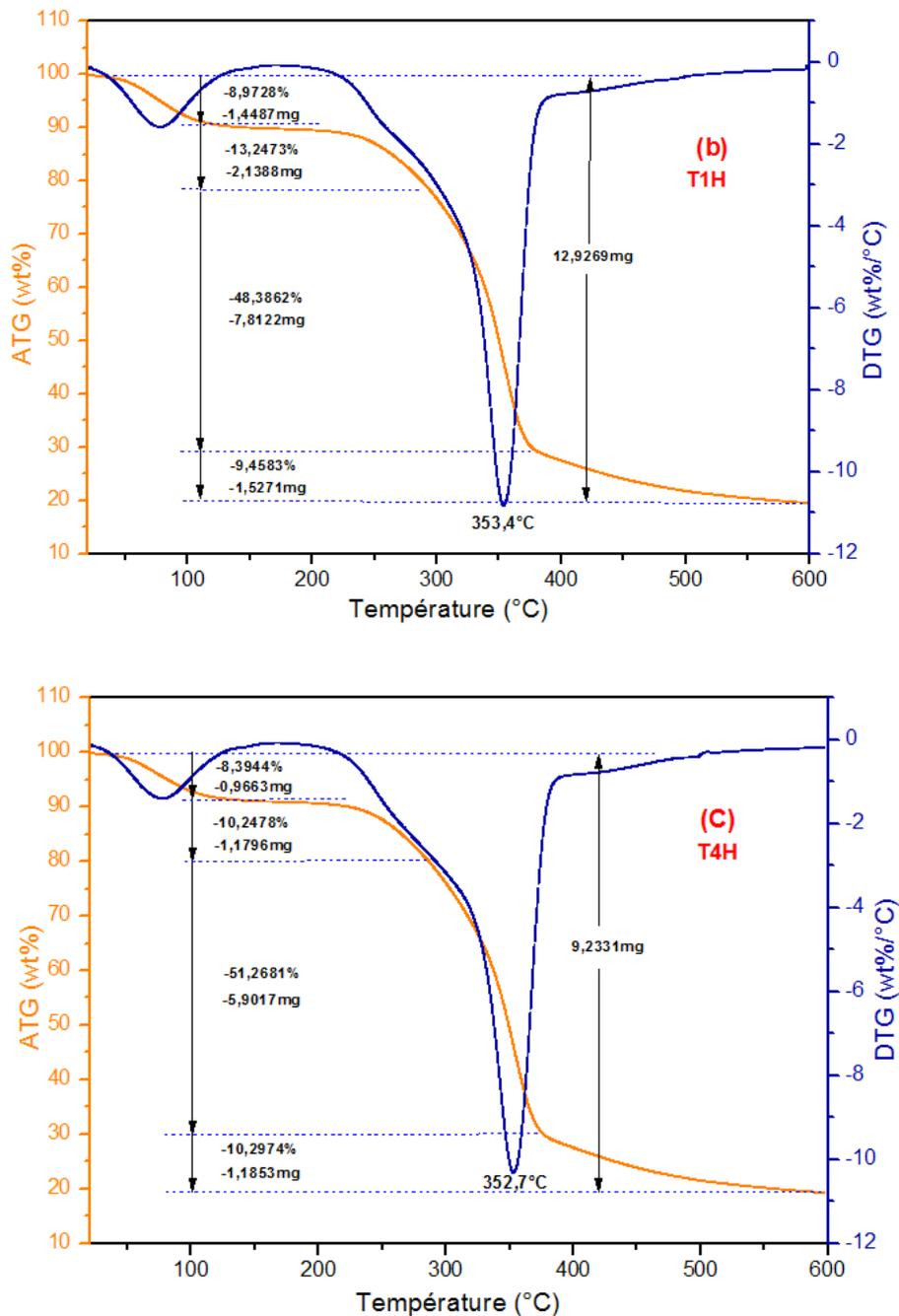
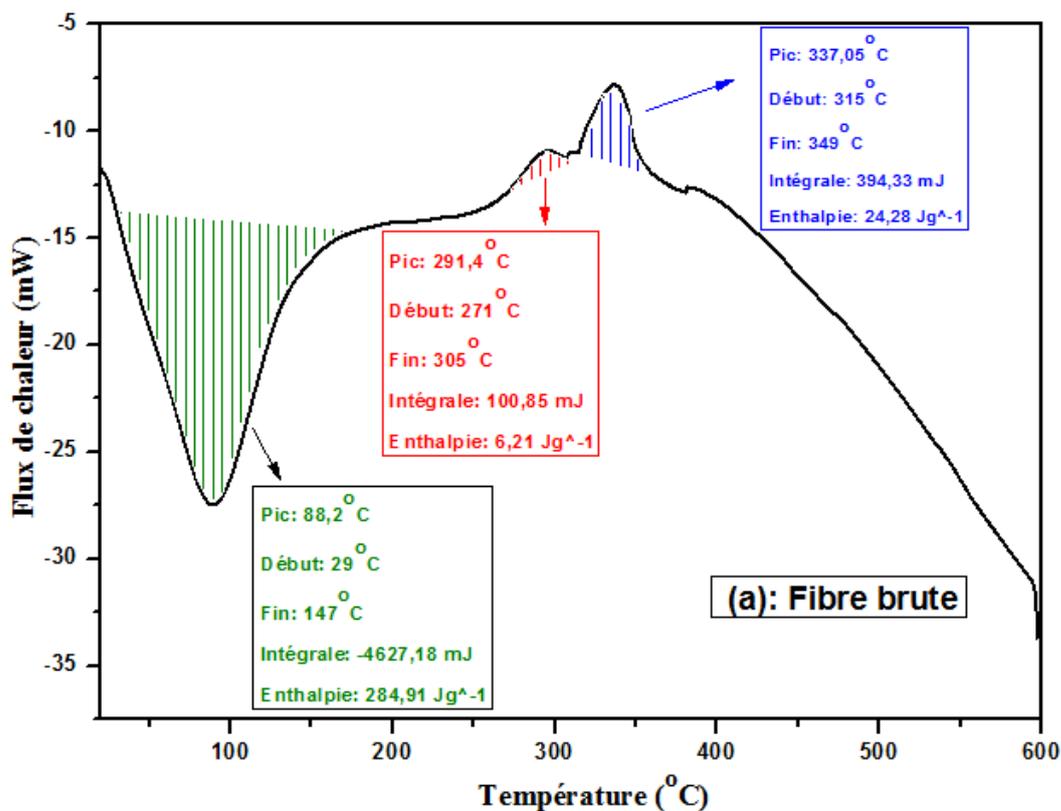


Figure III. 12 Courbes TGA/DTG pour (a) fibre brute, (b) fibre traitée (T1H) et (c) fibre traitée (T4H)

6.2 Analyse Calorimétrique Différentielle

L'analyse Calorimétrique Différentielle DSC a pour le but de montrer les changements qui se produisent dans les fibres et de détecter leurs transformations de phase lorsqu'elles chauffent. L'analyse a été réalisée à l'aide du même équipement que celui utilisé pour l'analyse thermogravimétrique ; il permet de mesurer simultanément le changement de poids (TGA) et le flux thermique différentiel réel (DSC) sur le même échantillon. La Figure III.13 montre que la courbe DSC des fibres SR non traitées et traitées présente différents pics [123]. Shahinur et al.

[124] ont trouvé que la réponse endothermique se produit en raison de la volatilisation (gaz) des molécules, tandis que pour la réponse exothermique, la formation de charbon (résidu solide) se produit. Pour les deux résultats obtenus pour les fibres non traitées et traitées, un pic endothermique à 100 °C a été observé, ceci dû à la déshydratation de l'eau stockée dans la fibre [108]. L'enthalpie associée, déterminée par l'intégration du pic, est de 284.91 J/g pour la fibre brute, 315.78 J/g et 227.71 J/g pour les fibres (T1H) et (T4H) respectivement. Les pics dans la région de température de 160 à 260 °C ne montrent aucune réaction endothermique ou exothermique et correspondent à l'état stable le plus élevé des fibres. Sur la courbe DSC de la fibre SR brute (Figure. 11a), l'hémicellulose présente un pic exothermique à 291.4 °C avec une valeur enthalpique de 6.21J/g, sa structure amorphe se décompose et forme du charbon résiduel [125], tandis que la dégradation thermique de la cellulose était plus forte jusqu'à 349 °C avec un pic de 337.05 °C avec une enthalpie associée de 24.28 J/g. Pour les fibres traitées au NaOH (T1H) et (T4H) comme le montre (Figure. 11b), on peut constater que la détérioration des hémicelluloses est totalement absente. Ceci est probablement dû à la réduction de la lignine, des hémicelluloses et de l' α -cellulose dans la fibre à la suite du traitement au NaOH [125, 126].



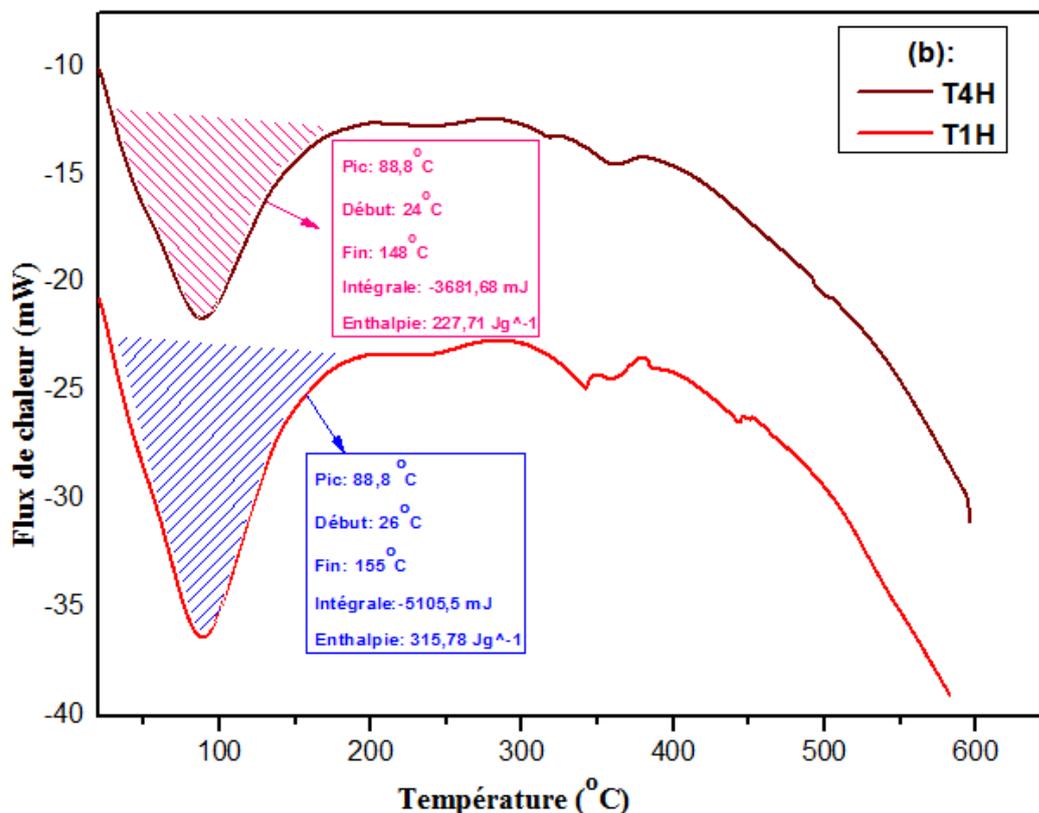


Figure III. 13 Courbe DSC pour (a) fibre brute, (b) fibres traitées (T1H) et (T4H)

7 Caractérisation chimique

7.1 Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Les spectres générés par l'analyse FTIR des fibres non traitées et traitées sont présentés dans la Figure III.14. Ils exposent des motifs similaires de 4000 cm^{-1} à 500 cm^{-1} . La première bande d'absorption de toutes les fibres est centrée à 3310 cm^{-1} , indiquant la présence de groupe O-H liés à l'hydrogène [83, 99]. L'apparition de ce groupe hydroxyle démontre la présence de cellulose, de lignine et d'eau dans la fibre. On peut également observer dans cette bande une réduction de l'intensité de la liaison hydrogène dans les groupes hydroxyle cellulosiques sur les fibres traitées, réduisant ainsi le comportement hydrophile [94]. Les pics suivants sont observés à 2887 cm^{-1} pour la fibre non traitée, ils sont attribués à l'étirement C-H, vibration dans l'alpha-cellulose et l'hémicellulose, tandis que les fibres traitées (T1H) et (T4H) montrent un double pic à 2839 et 2911 cm^{-1} correspondant à l'étirement asymétrique et symétrique CH_2 , respectivement [108]. Un petit pic à 2089 cm^{-1} est attribué aux étirements $\text{C}=\text{C}$ de la cire. Le pic à 1734 cm^{-1} est lié à l'étirement $\text{C}=\text{O}$ dans les liaisons ester carboxylique de la lignine. Néanmoins, Boumediri et al. [108] a cité qu'il peut être lié au groupe $\text{C}=\text{O}$ et à la vibration d'étirement d'un groupe ester dans l'hémicellulose. Ce pic a été

atténué après le traitement chimique. Le pic reçu à 1618 cm^{-1} est la conséquence de l'absorption d'eau [84, 108, 127]. Un pic clair observé à 1243 cm^{-1} pour la fibre non traitée s'explique par l'étirement C-O du groupe acétyle dans la lignine [89, 94]. Cependant, il a été noté que ce pic est presque absent dans les fibres traitées en raison de la dissolution de la lignine et de l'hémicellulose.

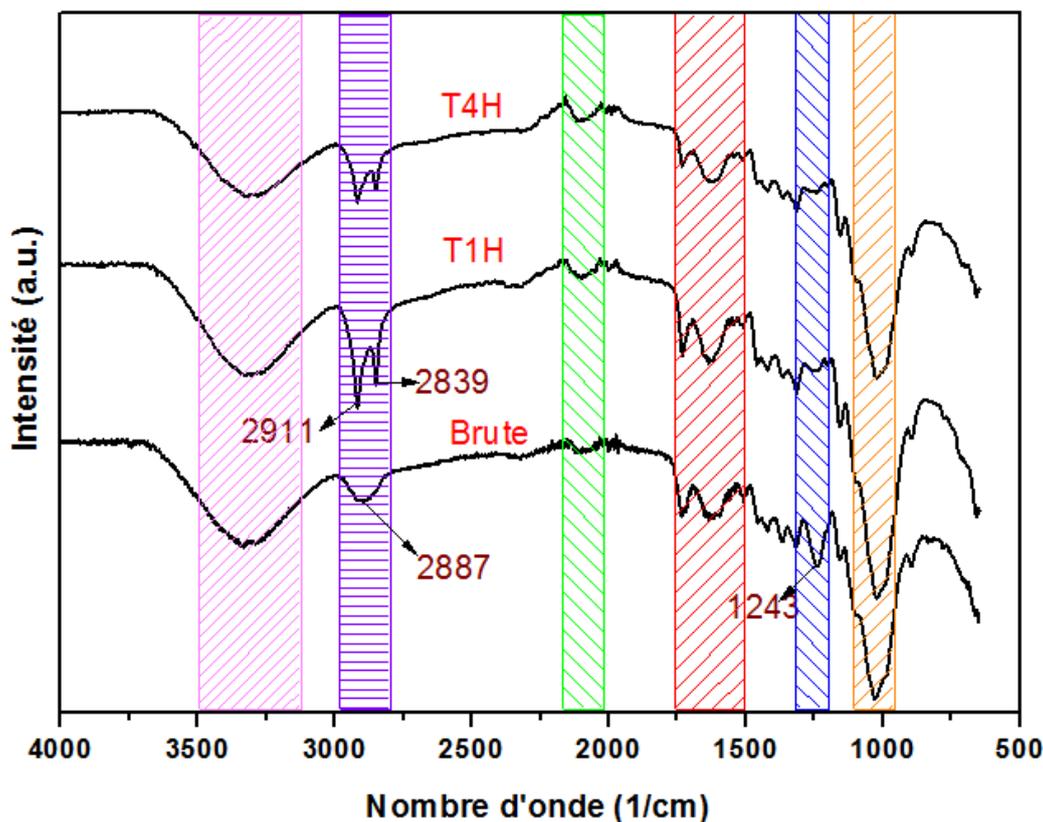


Figure III. 14 Spectres FTIR pour la fibre brute, la fibre traitée (T1H) et la fibre traitée (T4H)

8 Conclusion

Dans ce chapitre, de nouvelles fibres ont été extraites de la plante *Strelitzia Reginae*. Ces fibres ont été caractérisées pour explorer leurs propriétés thermiques et physico-mécaniques en utilisant les techniques de l'ATG, la DSC, la FTIR, les tests de traction, la cristallographie DRX, l'analyse anatomique et la morphologie de surface.

Les résultats obtenus à partir des tests expérimentaux réalisés dans cette étude ont confirmé et validé l'applicabilité des fibres SR comme renforts de nouveaux matériaux composites destinés à des applications légères et biodégradables.

Chapitre

IV

**Etude du comportement
mécanique statique et
dynamique des
composites**

Chapitre IV

Etude du comportement mécanique statique et dynamique des composites

1 Introduction

Ce chapitre est dédié à la présentation et à la discussion des résultats obtenus à partir de la caractérisation mécanique, physique et mécanique-dynamique, des plaques en composite unidirectionnel monocouche élaborés. Dans un premier temps, des échantillons normalisés avec différentes orientations des fibres (0° , 45° , 90°) sont soumis à des essais mécaniques de traction statique et de flexion 3 points jusqu'à la rupture, pour déterminer leurs propriétés mécaniques. Ensuite, une description des différents mécanismes d'endommagement et des observations microscopiques et macroscopique par un microscope optique des faciès de rupture des éprouvettes de traction et de flexion ont été présentés et analysés. Enfin, nous avons fait une analyse du comportement dynamique des composites unidirectionnels monocouches à l'aide de la méthode d'analyse mécanique dynamique DMA qui a pour objectif est de connaître les effets de l'orientation des renforts sur le comportement viscoélastique des composites élaborés.

2 Résultat et discussions des essais mécaniques et physiques

2.1 Analyses microscopiques préliminaires

La Figure IV.1 montre deux observations au microscope optique à des grossissements $\times 10$ et $\times 50$ d'une zone d'un échantillon poli, composée de fibres naturelles longues et de la résine STR. En effet, ces observations permettent de mettre en évidence la répartition alternée de la distribution irrégulière des fibres dans la matrice, qui se caractérise par la présence de zones riches en fibres et d'autres riches en résine. On peut voir que les fibres SR sont bien dispersées dans la matrice, ce qui engendre un impact positif sur les propriétés mécaniques du composite. Par ailleurs, les observations microscopiques montrent la présence de défauts provenant de l'élaboration des plaques. Bien qu'on soit en présence d'un renfort naturel absorbant, on constate que ces défauts sont principalement des porosités qui apparaissent surtout au niveau des zones riches en résine. Dans les composites, il est toujours possible

d'observer la présence de porosités [128]. Leur importance varie en fonction du procédé de fabrication. (tailles inférieures à 0.5 mm).

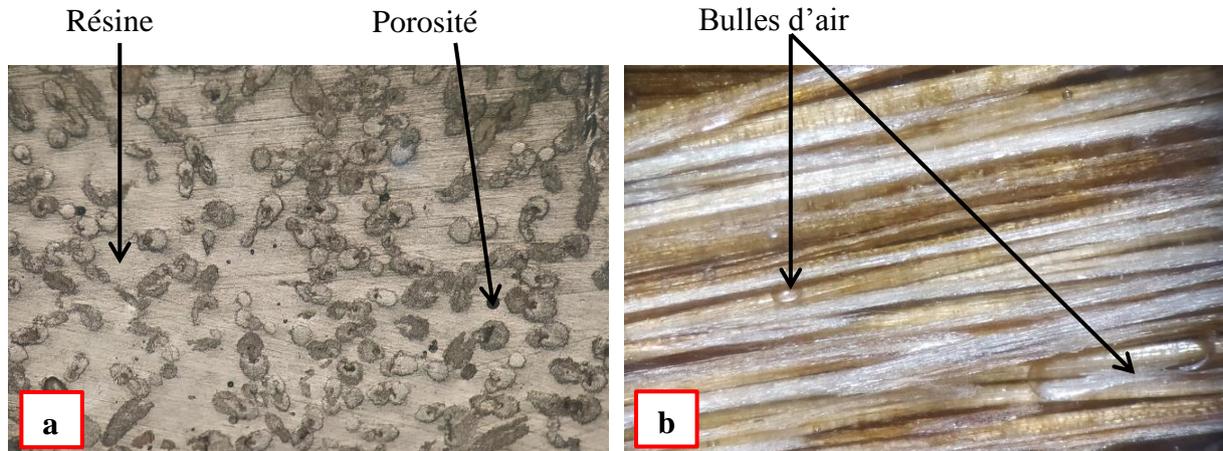


Figure IV. 1 Observations microscopiques : (a) Fibres sens 90° et (b) Fibres sens 0°

2.2 Calcul de porosité

Le défaut de porosité est défini, dans un matériau composite, par de toutes petites cavités qui emprisonnent des matières gazeuses [129]. Après avoir pris les images au microscope optique et les avoir traitées par ImageJ, le taux de porosité du composite unidirectionnel monocouche est estimé à 1.3161% alors que la matrice contenait 2.137%. On remarque que le taux de porosité du composite est inférieur à celui de la matrice, ce qui explique une bonne distribution de la résine entre les fibres et une bonne adhésion entre les fibres et la matrice. Cette porosité est plus ou moins importante selon le mode d'élaboration, du défaut d'adhésion fibre-matrice par manque de matière ou pression insuffisante. Selon Selsabil et al. [130], la présence de porosité est une source d'affaiblissement du comportement mécanique.



Figure IV. 2 Procédé de calcul de taux de fibre et de porosité du composite. (a) : image optique d'une section transversale, (b) : Image binaire,

2.3 Caractérisation mécanique de la matrice STR

2.3.1 Essais de traction

L'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour les cinq éprouvettes (matrice époxyde) sollicitées en traction est illustrée sur la La Figure IV.5. Chacune des courbe comporte deux phases : la première exhibitte un comportement linéaire jusqu'à une limite élastique moyenne de 20 MPa. Dans la deuxième phase, on observe un comportement non linéaire jusqu'à la rupture à une contrainte de 38.17 MPa qui correspond à une déformation de 4.37%. Le module de traction a été déterminé à partir des pentes des courbes dans un intervalle situé entre 0.05 % et 0.25 % de la déformation totale. La résistance à la traction a été déterminée à partir de la contrainte maximale du matériau. Un minimum de cinq échantillons a été testé pour chaque formulation comme requis.

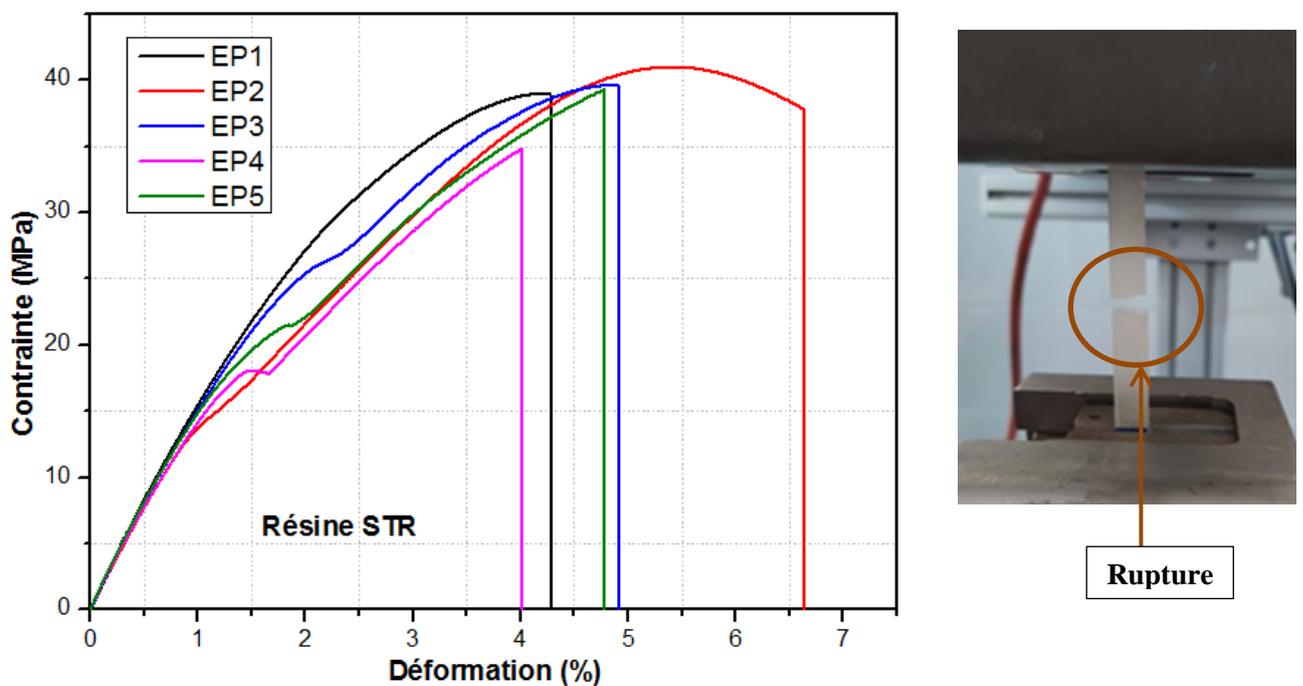


Figure IV. 3 Courbe d'essai de traction pour la matrice STR

2.3.2 Essai de flexion 3 points

Les tests de flexion 3 points ont été effectués à température ambiante sur des spécimens préparés selon la norme ASTM 790 [85]. La figure IV.6 illustre les courbes force-déplacement pour les essais de flexion trois points de la résine époxy. Celle-ci est caractérisée par un comportement en deux phases : une phase élastique linéaire jusqu'à une charge de 130 N, puis un comportement non linéaire jusqu'à la rupture pour une charge de 180 N avec une flèche moyenne de 7,88 mm. La valeur du module de flexion est de 1.64 GPa.

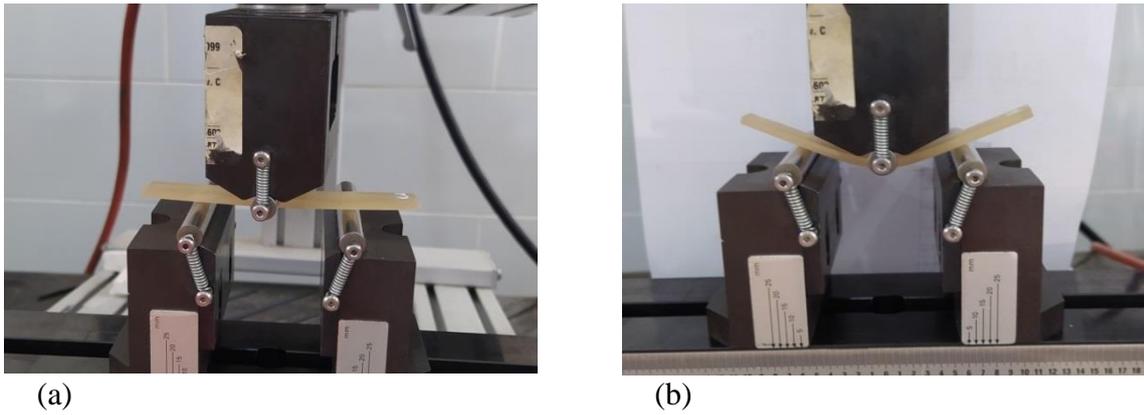


Figure IV. 4 Evolution de la déformation de l'éprouvette pendant l'essai de flexion

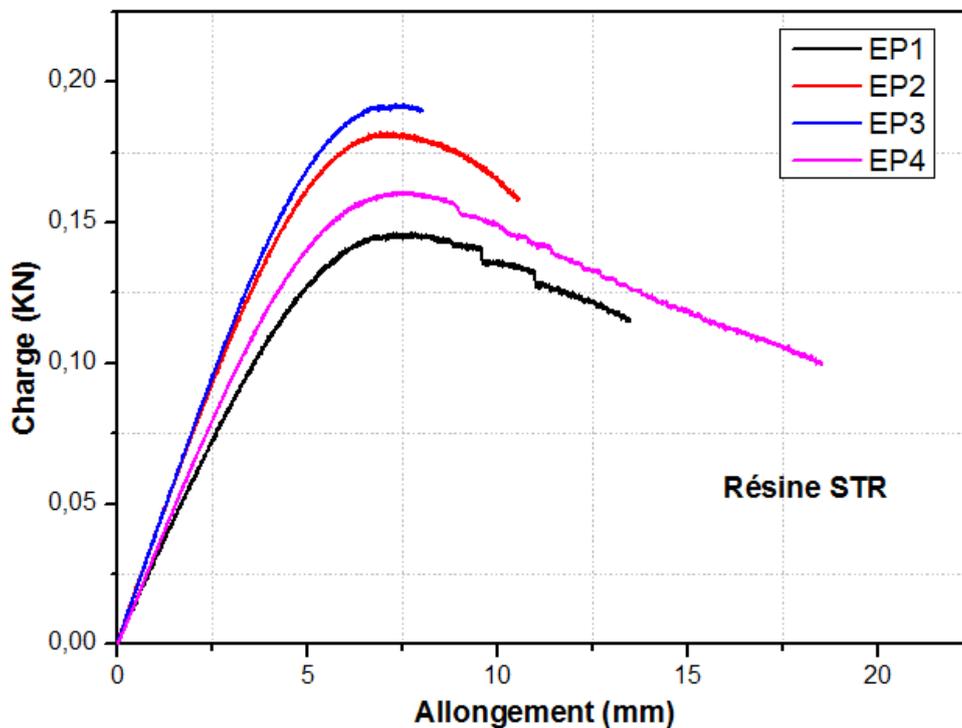


Figure IV. 5 Courbe d'essai de flexion pour la matrice STR

2.4 Effet de l'orientation des fibres sur le comportement mécanique des bio-composites élaborés

2.4.1 Essai de traction

L'essai de traction est l'un des plus fréquents et des plus étudiés des tests mécaniques. Il consiste à exercer sur une éprouvette une force croissante ou bien une déformation constante qui va progressivement la déformer jusqu'à la rupture. La relation entre la contrainte à la traction et l'orientation des fibres est représentée sur la Figure IV.6. On peut constater sur le graphique que la contrainte de traction du composite diminue avec l'augmentation de l'angle d'orientation des fibres, ce qui indique la dépendance de la résistance du composite avec l'orientation des fibres. La raison de cette diminution peut être interprétée comme suit:

1- Il est connu que la résistance est plus élevée lorsque la charge est appliquée le long de la direction du grain de n'importe quel matériau et que sa valeur est moindre lorsque la charge est appliquée en travers de la direction du grain. Le même principe fondamental peut être appliqué aux fibres d'un composite. À l'orientation 0° , la longueur de la fibre est dans la direction de la charge et la longueur de la fibre signifie le long du grain du matériau. Par conséquent, la résistance sera automatiquement plus élevée à l'orientation 0° . En revanche, à l'orientation 90° , la longueur de la fibre est perpendiculaire à la direction de la charge et perpendiculaire à la longueur de la fibre signifie à travers le grain du matériau, ce qui donne une résistance inférieure [131].

2- La longueur des fibres dans l'éprouvette est réduite progressivement de 0° à 90° , ce qui augmente le nombre de fibres avec des longueurs courtes de valeurs variables mais sans aucun changement dans la charge des fibres dans toutes les éprouvettes. Étant donné qu'à l'orientation 90° , la longueur des fibres dans l'échantillon est très faible par rapport aux autres orientations, le contenu de la matrice, c'est-à-dire la résine époxy et le durcisseur, qui ont moins de rigidité que les fibres, sont confrontés directement à la charge et il y a beaucoup de couches alternées de résine époxy pour partager la charge d'une fibre transversale à une autre fibre transversale, ce qui donne une faible valeur de résistance, alors que dans les autres orientations, la résine et les fibres partagent la charge en raison de l'inclinaison des fibres, ce qui augmente la valeur de la plus faible à la plus élevée à l'orientation 0° où la fibre qui a plus de rigidité est directement chargée dans la direction. Par conséquent, la résistance à la traction augmente avec la diminution de l'orientation de la fibre, c'est-à-dire de la direction transversale à la direction longitudinale. [131, 132]

Ainsi, la résistance à la traction maximale a été trouvée à l'orientation 0° avec une valeur de 51.5 MPa qui a été réduite à une résistance à la traction de 12.70 MPa à l'orientation 90° . On observe également que la diminution de la résistance est plus faible de 33.728 % entre les orientations 0° et 45° , en raison d'une contrainte de traction plus importante que la contrainte de cisaillement dans les fibres. Tandis qu'entre les orientations 45° et 90° , la diminution de la résistance est de 62.819 %, en raison d'une contrainte de cisaillement plus importante que la contrainte de traction dans les fibres.

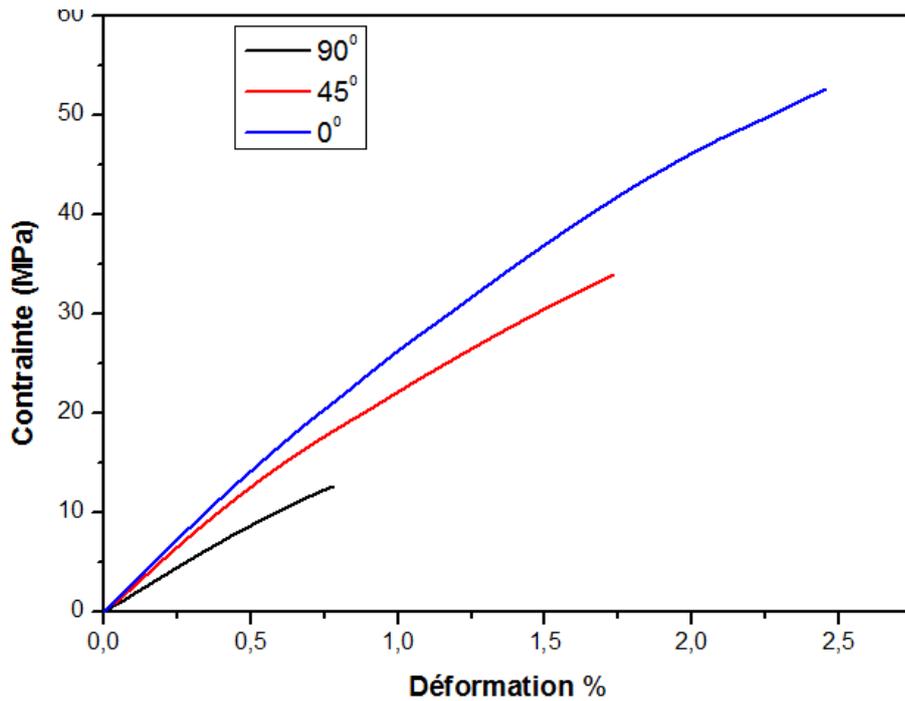


Figure IV. 6 Effet de l'orientation des fibres sur le comportement en traction des composites

La courbe de la Figure IV.7 indique la variation du module d'Young en fonction de l'orientation des fibres. On peut constater que ce module diminue également de l'orientation 0° à 90° tout comme la résistance à la traction. Ces valeurs de module d'élasticité sont déduites à partir des pentes des courbes contrainte-déformation de quatre spécimens, moyennées pour chaque orientation. Le module d'élasticité a diminué de 2843.3 MPa pour l'orientation 0° à 2613.5 MPa pour l'orientation 45° et 1820.5 MPa pour l'orientation 90°. Il est observé sur le graphique que le taux de diminution est plus élevé de l'orientation 45° à l'orientation 90°.

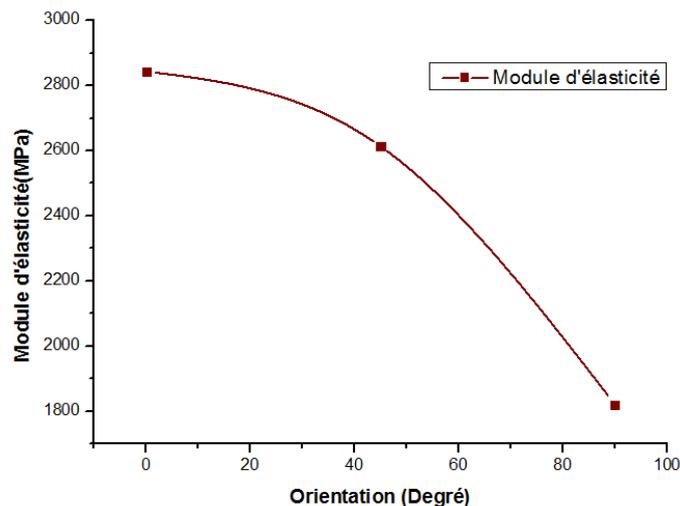
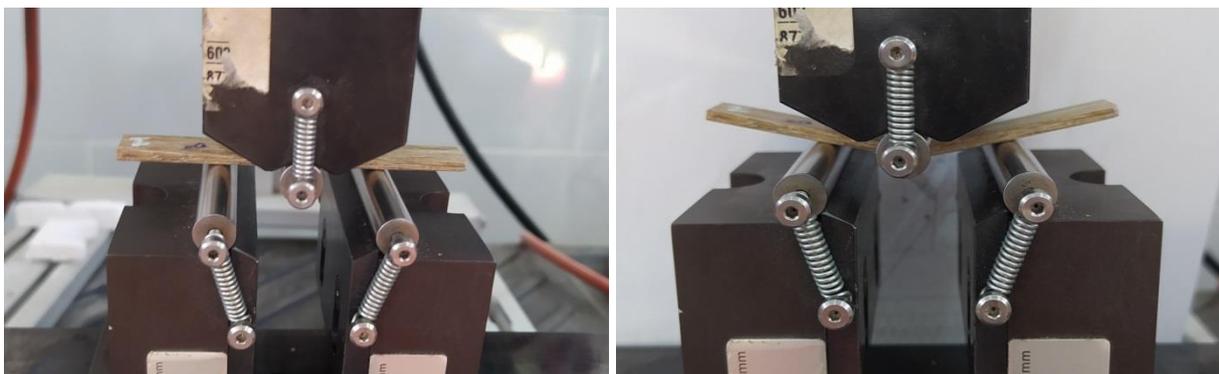


Figure IV. 7 Variation du module d'élasticité en fonction de l'orientation des fibres

Le pourcentage de vides et d'inclusions dans le composite peut avoir un effet négatif [130] sur la résistance et le module de Young. De multiples facteurs comme les propriétés du matériau, les paramètres d'entrée et les défauts peuvent influencer la résistance à la traction et le module de Young du composite. Les résultats des tests de traction sont résumés dans le Tableau IV.1.

2.4.2 Essai de flexion 3 points

La résistance à la flexion est un aspect important pour évaluer la rigidité d'un composite donné. Ce comportement en flexion est généralement analysé au moyen d'un essai de flexion à trois points. Au cours duquel, les couches sont soumises à différentes contraintes, la couche médiane subissant un cisaillement, la couche supérieure une compression et la couche inférieure une tension [129]. La rupture du composite qui en résulte est donc attribuée à la fois à la flexion et au cisaillement. Plusieurs propriétés importantes du matériau, telles que le module d'élasticité en flexion, la contrainte et la déformation en flexion, la réponse contrainte-déformation de l'échantillon, peuvent être déterminées et calculées à partir de l'essai de flexion trois points. Dans ce travail, l'essai de flexion trois points a été réalisé au moyen d'une machine d'essai universelle. La variation de la contrainte de flexion en fonction de la déformation de flexion des composites matrice époxyde renforcée par des fibres SR, pour des spécimens à différents angles d'orientations des fibres est présentée sur la Figure IV.9. Une courbe typique représentative a été choisie parmi 4 courbes résultant des quatre essais expérimentaux de chaque orientation des fibres.



Début d'essai

fin d'essai

Figure IV. 8 Evolution de la déformation de l'éprouvette pendant l'essai de flexion

Les résultats montrent que la résistance à la flexion des composites avec une configuration longitudinale (à l'orientation 0°) avec la valeur 80.72 MPa est légèrement plus élevée par rapport à la résine STR avec la valeur 75.50 MPa. En changeant l'angle d'orientation des fibres à 45° , une diminution de la résistance de 61.2% a été observée. Cela montre

l'importance de la disposition des fibres de renforcement et que les changements de l'angle d'orientation des fibres peuvent induire un affaiblissement substantiel du matériau.

La résistance à la flexion transversale des composites ; l'angle d'orientation des fibres 90° est déjà considérablement inférieur à la valeur du matériau de la matrice utilisée. La déformation à la rupture la plus élevée montre un comportement fragile. Cependant, l'utilisation de la résine joue un rôle essentiel pour maintenir les fibres en tant que structure dressée et les empêcher de se plier.

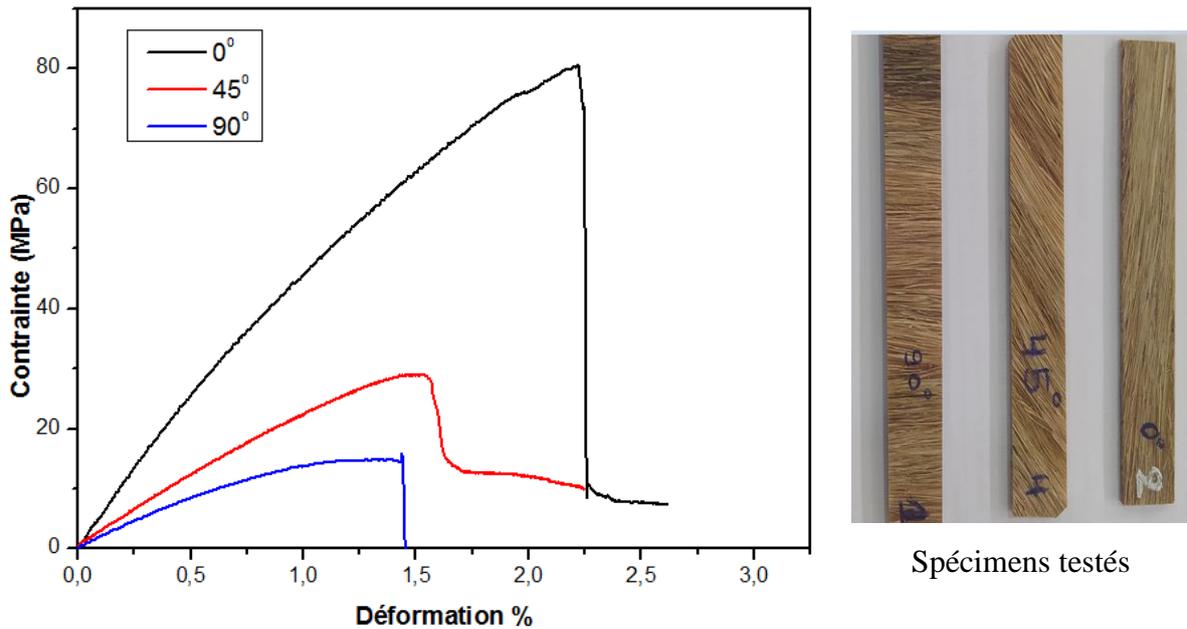


Figure IV. 9 Effet de l'orientation des fibres sur le comportement en flexion des composites
 Les données acquises lors de l'essai de flexion sont présentées dans le tableau IV.1. On constate qu'en termes de module de flexion qui varie entre 0.8 GPa et 3.1 GPa, les échantillons à fibres unidirectionnels sont les plus élevés comparés aux autres échantillons. Le module de flexion permet de déterminer le degré de déformation d'un matériau sous une contrainte de flexion et fournit une mesure de la ductilité du matériau.

D'après les travaux des chercheurs précédents, il a été constaté que l'orientation des fibres influence les propriétés des composites [132, 133]. De multiples facteurs peuvent influencer la résistance à la flexion et le module des composites. Un facteur pourrait être la faible liaison interfaciale entre les fibres et la matrice époxy qui facilite le transfert de charge. La fraction volumique et l'orientation des fibres ont été déterminées comme des facteurs importants dans les propriétés mécaniques des composites [134]. Un pourcentage plus élevé de vides a également un effet négatif sur le module de flexion et la résistance des composites.

Tableau IV. 1 Résultats de l'essai de traction et de flexion

	Echantillons	Traction			Flexion 3-points				Références
		E (GPa)	σ_t (MPa)	ϵ_t %	E _f (GPa)	σ_f (MPa)	d _f (mm)	τ (MPa)	
<i>Srelitzia reginae</i> Composites	Résine STR	1.67 ± 0.30	38.18 ± 2.83	4.37 ± 0.57	1.64 ± 0.02	75.49 ± 1.53	7.88 ± 0.31	7.14 ± 1.49	Présent travail
	0 ⁰	2.84 ± 0.65	51.5 ± 2,25	2.37 ± 0.46	3.11 ± 0.28	80.72 ± 4.14	3.08 ± 0.22	4.17 ± 0.87	
	45 ⁰	2.61 ± 0.85	34.13 ± 2.2	1.73 ± 0.29	1.6 ± 0.06	31.32 ± 12.99	2.51 ± 0.86	1.80 ± 0.13	
	90 ⁰	1.82 ± 0.32	12.69 ± 0.35	0.78 ± 0.11	0.8 ± 0.19	11.34 ± 4.99	1.91 ± 0.4	0.80 ± 0.37	
<i>Hibiscus sabdariffa</i> Composites	Résine époxy	0.208 ± 0.026	13.18 ± 2.35	-	1.647 ± 0.321	32.23 ± 4.43	-	-	[135]
	0 ⁰	0.369 ± 0.013	73.87 ± 5.60	-	7.180 ± 0.637	83.90 ± 8.25	-	-	
	45 ⁰	0.231 ± 0.016	12.60 ± 0.45	-	1.600 ± 0.144	21.30 ± 0.46	-	-	
	90 ⁰	0.286 ± 0.056	18.20 ± 1.00	-	2.720 ± 0.395	44.60 ± 2.52	-	-	

2.5 Rupture et endommagement des plaques composites unidirectionnelles monocouches

2.5.1 Mécanismes d'endommagement

Les mécanismes d'endommagement des composites sont différents et dépendent de plusieurs paramètres tels que : la déformation à la rupture, la fissuration de la matrice, la décohésion entre les fibres et la matrice et le délaminage entre les couches [55]. Ces endommagements ont pour origine la formation de microfissures ou de vides au sein de la structure interne du matériau. La présence de ces microfissures a un impact et une influence sur le comportement du pli unidirectionnel [15]. Le développement de ces anomalies entraîne une rupture de la couche composite.

2.5.2 Observation des faciès de rupture

Les observations microscopiques des faciès de rupture des différents laminés étudiés sont réalisées à l'aide d'un microscope optique. La caractérisation est une méthode très simple, qui repose sur l'observation directe de l'endommagement juste à la fin de l'essai.

2.5.3 Modes de rupture en traction

Les modes de rupture des différents composites soumis à des essais de traction sont présentés dans la Figure IV.10. Ces figures montrent que pour les trois bio-composites avec différentes orientations des fibres, la rupture se produit de manière brutale ce qui atteste de son caractère fragile qui conduit à une rupture totale de l'éprouvette [18]. Dans le cas des échantillons unidirectionnels dont les fibres sont orientées selon la direction de la sollicitation, la rupture se traduit par une fissuration longitudinale de la matrice (zones riches en résine) suivie par la décohésion fibre/matrice et finalement de la rupture des fibres qui subissent totalement les efforts [136]. Tandis que pour les échantillons orientés à 90° , la fissuration transversale de la matrice est le premier mode de rupture, puis l'initiation de la fissuration longitudinale de la matrice qui entraîne le délaminage jusqu'à la rupture finale de l'éprouvette provoquée par la rupture des fibres. Pour les échantillons avec une orientation des fibres à 45° , il apparaît une rupture inclinée et causée par une décohésion fibres/matrice. Les observations des faciès de rupture en traction montrent que le mode d'endommagement des composites dépend de l'orientation de la fibre.



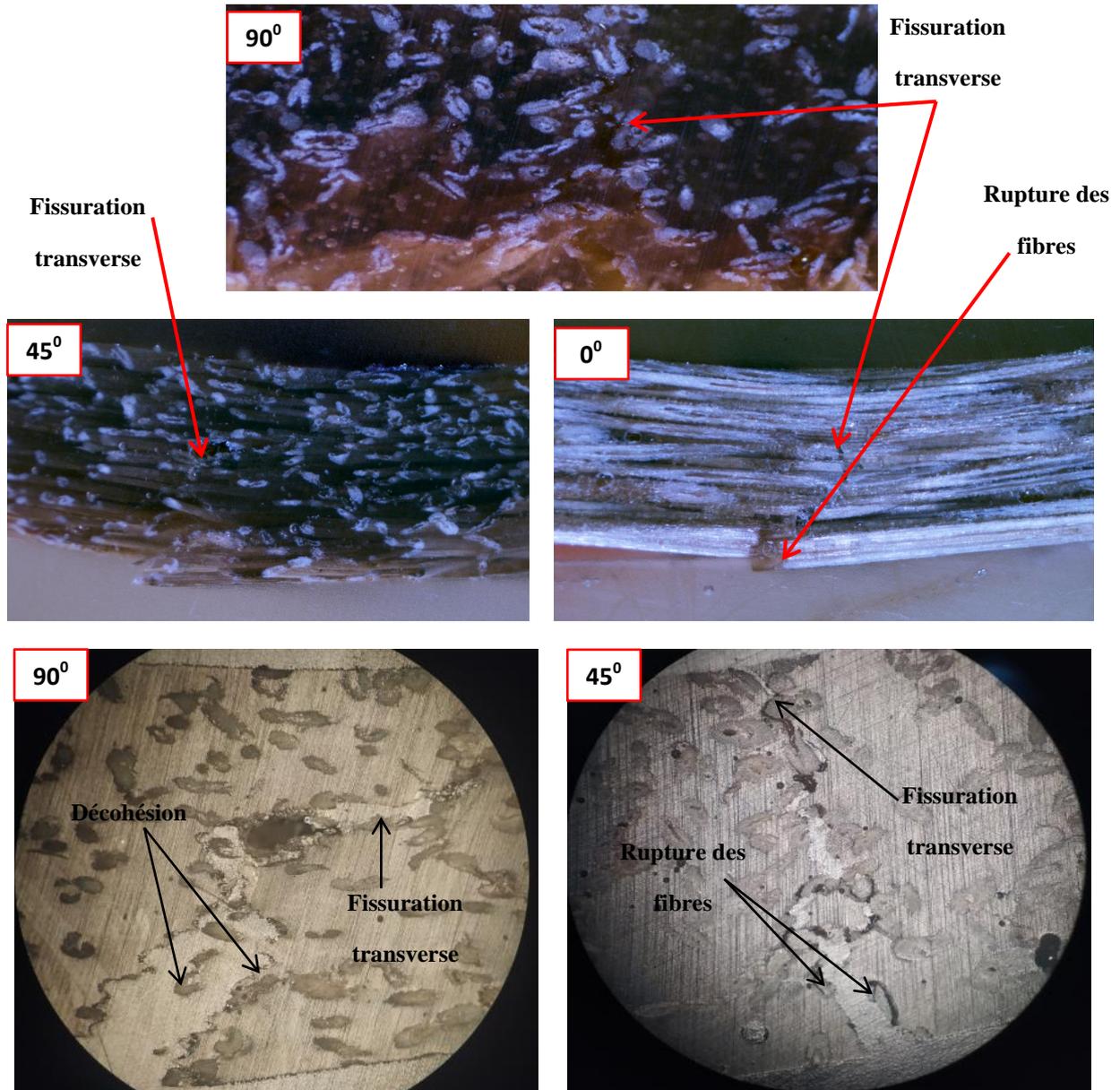
Figure IV. 10 Macrographies des modes de rupture en traction

2.5.4 Modes de rupture en flexion

Les micrographies ci-dessous de la Figure IV.11 présentent les modes d'endommagement pour les différents stratifiés en fin d'essai de flexion. Pour les trois orientations, on peut voir que la rupture est initiée par une fissuration transverse de la matrice sur la face inférieure des spécimens en traction. Dans le cas des éprouvettes dont les fibres sont orientées à 90°, la rupture apparaît en premier lieu par fissuration transverse de la matrice qui se propage au niveau des défauts et mène à la décohésion de l'interface fibre/matrice. Pour les éprouvettes ayant les fibres orientées à 45°, les échantillons sont d'abord endommagés par une fissuration transversale de la matrice entre les fibres de la face inférieure tendue. La propagation de ces fissures sous la croissance de la charge vers la face supérieure comprimée, provoque la rupture des fibres jusqu'à la rupture brusque de l'éprouvette. Les micrographies qui présentent des éprouvettes où le sens des fibres est longitudinal montrent une grande déformation de la matrice et de nombreuses fibres rompues. La rupture d'une fibre se produit dès que la contrainte de traction σ_f dans une fibre atteint la contrainte à la rupture σ_{fu} de la fibre. Tandis que la fissuration longitudinale se manifeste au moment où la contrainte de cisaillement τ_m

dans la matrice est supérieure à la contrainte de cisaillement à la rupture τ_{mu} , ce qui se produit généralement à proximité d'une fibre.

Il est noté dans tous les composites testés, La présence de micro-défauts dans le matériau (tels que des vides, des fibres cassées), qui est possible à l'origine de la fissuration initiées par une forte concentration locale de contraintes [15]



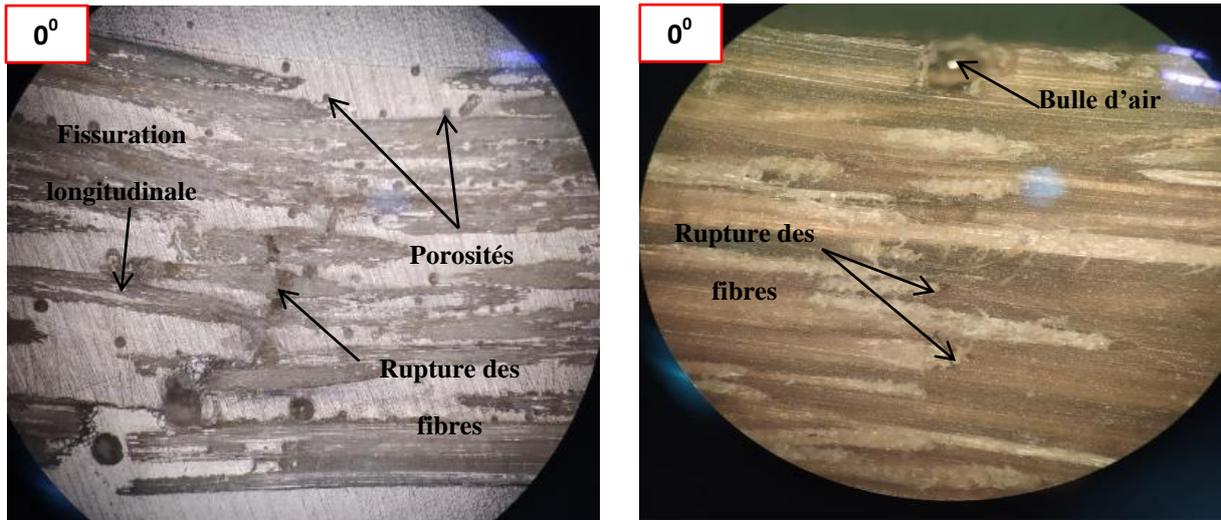


Figure IV. 11 Macrographies des modes de rupture en flexion trois points

2.6 Mesure de la microdureté

La Figure IV.12 représente la marque d'indentation du pénétrateur Vickers aux différentes positions de l'échantillon de microdureté de la résine pure. La mesure de dureté obtenue à partir d'un matériau dur indique une indentation peu profonde, tandis que La mesure de dureté obtenue à partir d'un matériau mou indique une indentation profonde.

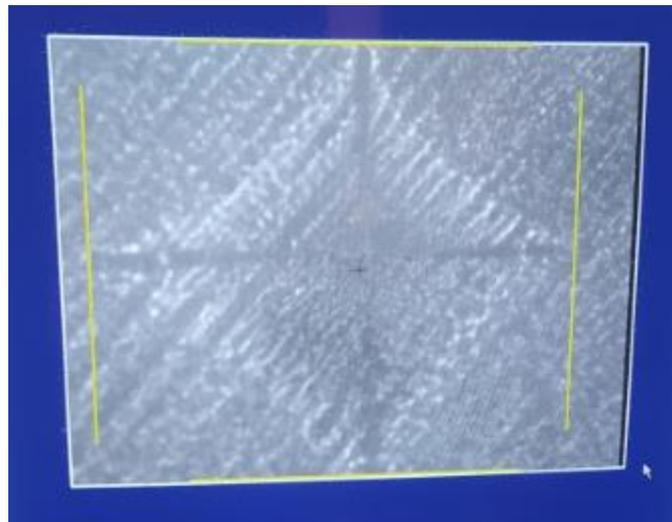


Figure IV. 12 Test de microdureté des composites

En raison de l'introduction de particules de renforcement dans la matrice, la microdureté est augmentée. La dureté la plus élevée a été obtenue à 10 g pour une valeur de 29.5 ± 0.7 HV. Par conséquent, l'ajout de fibres dans la matrice de résine entraîne une amélioration significative de la dureté des composites. Les mêmes remarques ont été faites dans l'étude de Suresh et al., ils ont dit que l'augmentation de la microdureté est due à un degré plus élevé de finesse de la teneur en fibres et à une bonne mouillabilité. [137].

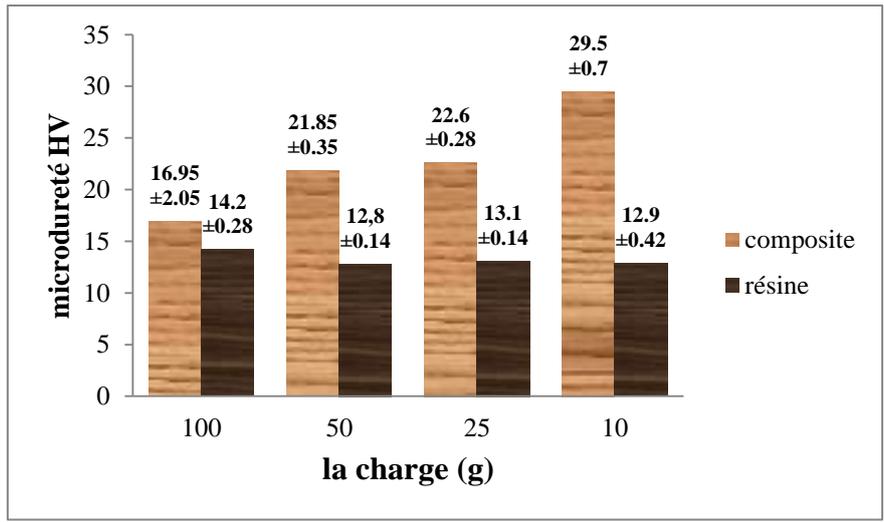


Figure IV. 13 Propriétés de l'essai de microdureté des composites et de la résine

2.7 Mesure de la densité

La mesure de la densité permettra notamment de déterminer la teneur en porosité des matériaux. Cette mesure peut aussi expliquer le comportement mécanique des composites fabriqués [21].

Les résultats de la mesure de la densité du composite époxy/SR montrent une réduction très significative de cette propriété lorsque les fibres sont incorporées dans la matrice, en raison de la plus faible densité des fibres par rapport à la matrice. Cette constatation est le signe d'une meilleure adhésion par la réduction des pores et la disparition des espaces entre la matrice et les fibres. Les résultats des tests de densité peuvent être vus dans le Tableau IV.2.

Tableau IV. 2 Résultats des tests de densité

La densité (g/cm ³)	Fibres SR brutes	Matrice STR	Composite
Mesure 1	1.0577775	1.1378419	1.0649606
Mesure 2	1.039715	1.1384001	1.0743564
Mesure 3	1.074562	1.1370777	1.0353346
Moyenne	1.0573 ± 0.017	1.1377	1.0582 ±0.02

2.8 Analyse mécanique dynamique (DMA)

La DMA est une méthode d'analyse permettant de caractériser le comportement viscoélastique d'un matériau composite dans un domaine de faible déformation. Le principe de cette technique est basé sur la réponse d'un matériau soumis à une contrainte mécanique sinusoïdale en fonction du temps, de la température et de la fréquence. On décrit alors le comportement viscoélastique par un module complexe ($E^* = E' + iE''$) dont la partie réelle E'

[138], appelée module de stockage (reflète le comportement élastique conservateur du matériau) et la partie imaginaire E'' , appelée module de perte (caractérisant le comportement visqueux et dissipatif du matériau). On appelle le ratio $E''/E' = \tan \delta$ le facteur de perte ou d'amortissement [128, 136]. Avec la détermination de ces différents paramètres, il est possible de préciser la température de relaxation mécanique associée à la transition vitreuse ainsi que la mobilité moléculaire dans le matériau (énergie d'activation, temps de relaxation...).

En général, les propriétés mécaniques dynamiques, appelées aussi propriétés viscoélastiques, du composite dépendent de nombreux facteurs tels que la nature de la matrice, la nature des interfaces renfort/matrice et l'orientation des fibres [139].

2.8.1 La matrice

Les résultats de l'essai DMA révèlent que la température affecte fortement les propriétés viscoélastiques de la matrice. En effet, deux transitions ont été remarquées : une première transition dénotant une relaxation (β) correspondante à des mouvements de quelques chaînes macromoléculaires et de groupes de liaison localisés, pour lesquels l'espace commence à être suffisant pour se déplacer. Cette détente fait son apparition à 50°C. Elle est caractérisée par une diminution de 24.64% du module de stockage. La seconde relaxation est celle de la température de transition vitreuse (T_g), laquelle se caractérise par une importante réduction de 81.61 % du module de stockage E' ainsi que par un maximum du facteur d'amortissement $\tan \delta$. En effet, le passage de l'état vitreux à l'état caoutchouteux résulte de l'activation des mouvements collectifs des chaînes moléculaires qui se glissent entre elles en entraînant la rupture partielle des liaisons faibles [140]. Conséquemment, l'énergie excédentaire est dissipée sous forme de chaleur. Au-delà de la T_g qui est estimée de 68 °C, on observe une forte baisse du facteur d'amortissement $\tan \delta$ et une lente diminution du module E' jusqu'à une température d'environ 130 °C où les deux paramètres se stabiliseront.

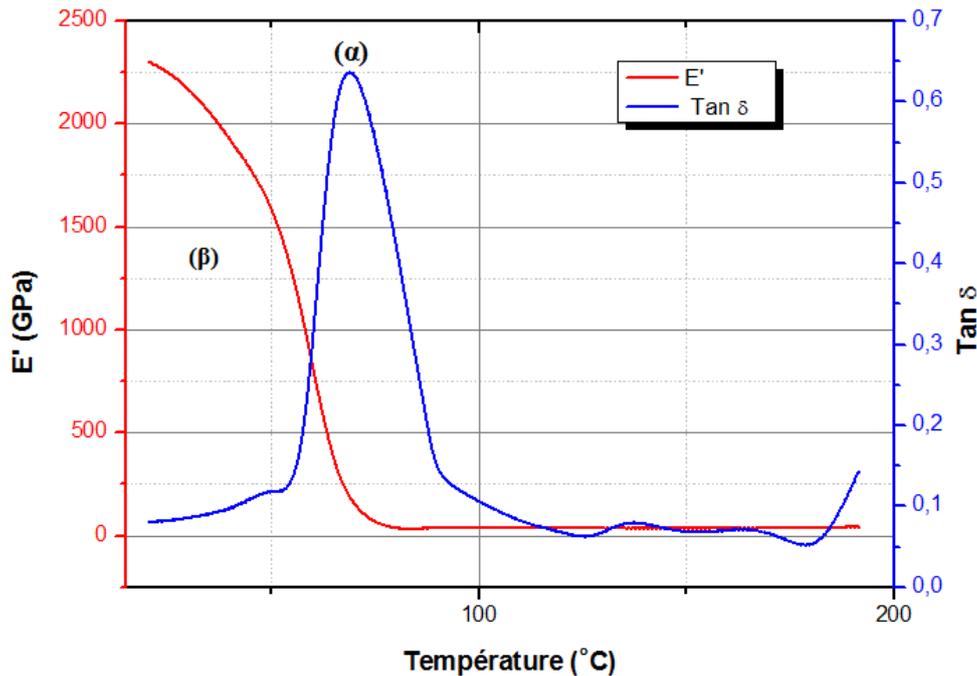


Figure IV. 14 Evolution du module de stockage (E') et du facteur de perte ($\tan \delta$) en fonction de la température à une fréquence de 1.0 Hz de la matrice STR

2.8.2 Effet de l'orientation des fibres

2.8.2.1 Le module de stockage E'

Le graphique du module de stockage en fonction de la température fournit des informations importantes sur le degré de réticulation, la rigidité et la liaison interfaciale fibre/matrice des matériaux [141]. Le module de stockage peut être décrit en trois phases : région vitreuse, région de transition et région caoutchouteuse. La région vitreuse désigne l'état rigide (hautement immobile), compact et serré des composants composites. La région de transition est le stade où la courbe du module de stockage chute après avoir traversé la température de transition vitreuse (T_g), car au-dessus de la température T_g (indiquée dans le tableau 2), la mobilité de la chaîne polymère augmente [142]. Enfin, la région caoutchouteuse est une zone de température qui rend le matériau plus lâche structurellement, et aucun autre changement ne se produit. Le module de stockage est généralement lié au module d'Young. Il est souvent associé à la "rigidité" d'un matériau et détermine la rigidité ou la légèreté d'un échantillon [143] considéré comme un matériau ayant tendance à stocker l'énergie qui lui est appliquée pour un usage futur.

La Figure IV.15 montre l'effet de différentes orientations (0° , 45° et 90°) sur le module de stockage en fonction de la température. Il a été observé que le E' diminue avec l'augmentation de la température. Ceci est dû au changement de phase dans les composites de la région

vitreuse à la région caoutchouteuse [139]. Dans cette étude, la phase vitreuse se produit jusqu'à 50°C, où tous les composites ont des valeurs de module de stockage plus élevées. Le composite orienté à 0° a un module de stockage plus élevé dans la zone vitreuse. Cela est attribué à la rigidité très élevée imposée par la structure unidirectionnelle des fibres et en raison d'une meilleure liaison interfaciale. L'orientation des fibres à 90° présente le module de stockage le plus faible dans la phase vitreuse. Une augmentation supplémentaire de la température jusqu'à 100°C rend les chaînes polymères mobiles, ce qui entraîne une chute rapide de la valeur du module de stockage pour tous les composites. Il s'agit de la phase de transition, où tous les composites ont montré des courbes descendantes.

La phase caoutchouteuse se produit au-dessus de 100°C, où le module de stockage de tous les composites diminue sensiblement en raison de la mobilité accrue des chaînes de polymère.

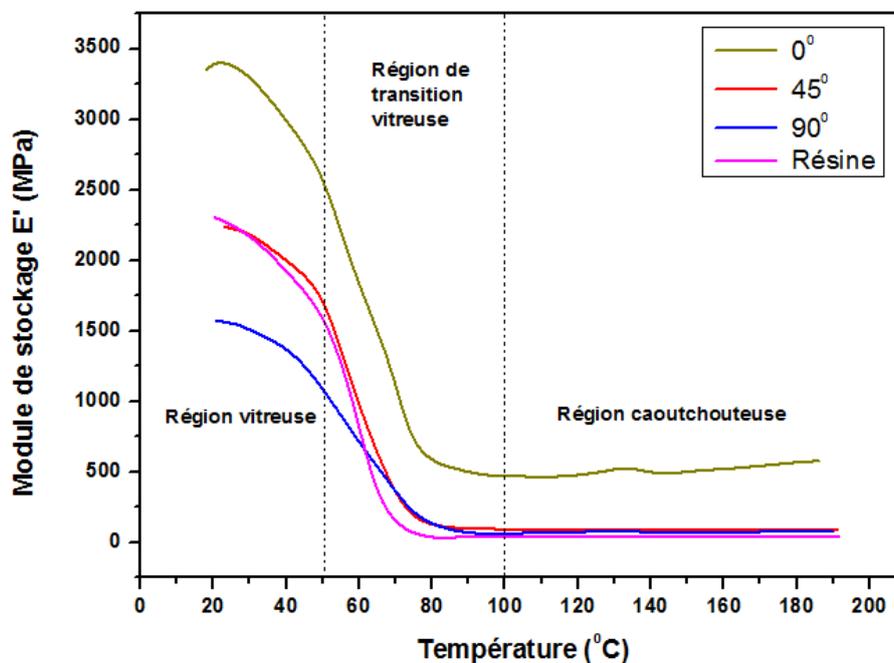


Figure IV. 15 Effet de l'orientation des fibres sur l'évolution du module de stockage des composites

2.8.2.2 Le module de perte E''

Le module de perte est la mesure de l'énergie dissipée sous forme de chaleur lors d'une charge cyclique, il traduit le comportement visqueux [142, 143]. La Figure IV.16 montre le tracé du module de perte pour les composites de fibres de Sterilitzia reginae. La valeur du module de perte augmente avec une augmentation de la température jusqu'à une température particulière, puis diminue. La température correspondant à la valeur maximale du module de perte est connue comme la température de transition vitreuse (T_g). La quantité de chaleur dissipée correspondant à la température de transition vitreuse (T_g) est la plus élevée. Pour

tous les composites, les valeurs maximales du module de perte sont apparues à une température supérieure à celle de l'époxy pur, ce qui explique que les composites à base de fibres de *Sterilitzia reginae* ont une température de transition vitreuse inférieure à celle de l'époxy pur. La cause possible de ce phénomène est la mobilité améliorée des chaînes de polymère époxy à basse température (50°C-100°C) en raison d'une bonne liaison entre la fibre et la matrice. Comme pour le module de stockage, le composite orienté à 0° possède un module de perte plus élevé que les composites orientés à 45° et 90°, en raison de la fraction interne qui a augmenté la dissipation de l'énergie. De même, le composite orienté à 0° reflète une température de transition vitreuse plus élevée que les composites orientés à 45° et 90°. De plus, l'incorporation des fibres SR dans les composites a amélioré le comportement mécanique des échantillons, bien que les composites orientés à 90° ont montré un module de perte plus faible à cause de distribution des fibres qui empêchent le polymère de s'écouler librement

Tous les modules de perte ont atteint leur valeur maximale, ce qui montre la dissipation de l'énergie mécanique à une température plus élevée puis a diminué, indiquant le mouvement libre des chaînes de polymère. Il est également clairement démontré qu'après l'incorporation des fibres SR dans la matrice, le pic de relaxation s'est élargi.

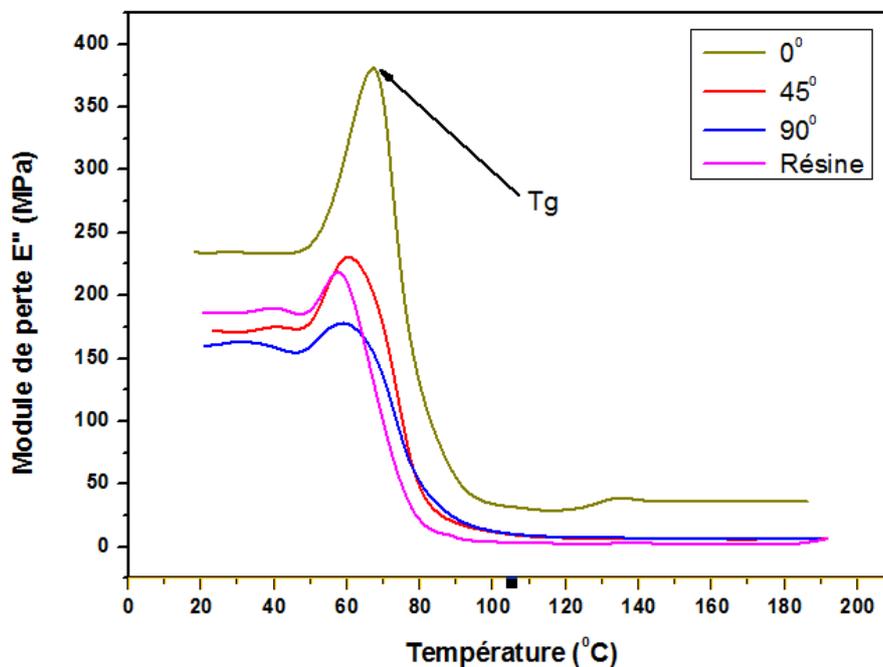


Figure IV. 16 Effet de l'orientation des fibres sur l'évolution du module de perte des composites

2.8.2.3 Le facteur de perte $\tan \delta$

Le facteur de perte de matériau est le rapport entre l'énergie perdue et l'énergie stockée dans un cycle de chargement cyclique [143]. La Figure IV.17 montre le tracé du facteur de perte de matière pour la résine et les composites de fibres SR avec divers orientations.

Il est facile de voir que l'incorporation des fibres SR dans la matrice a affecté le facteur d'amortissement. On peut voir également que le $\tan \delta$ des composites SR/époxy augmente avec l'augmentation de la température jusqu'à atteindre son maximum à leur température de transition vitreuse (T_g), suivie d'une chute dans la région caoutchouteuse. Ces observations sont liées au degré de mouvement moléculaire dans la matrice époxy, à la viscoélasticité ainsi qu'à certains défauts qui contribuent à l'amortissement [141]. Le composite avec une orientation des fibres à 0° a une valeur de pointe plus faible du facteur de perte que l'époxy pur et les composites orientés à 45° et 90° , ce qui indique une mobilité moindre des molécules de polymère. Tandis que la résine époxy pure se comporte différemment et présente un pic plus élevé de facteur d'amortissement, cela peut être dû au fait que les molécules de la matrice circulent librement. Une hauteur de pic plus faible ou un amortissement plus faible représente une meilleure adhérence interfaciale entre la fibre et la matrice.

Il est donc possible de conclure que l'incorporation de fibres continues SR dans l'époxy améliore la mobilité des chaînes de polymère époxy, ce qui entraîne une température de transition vitreuse supérieure à celle de l'époxy pur. L'augmentation de la T_g est attribuée aux fortes interactions entre les fibres et la matrice époxy. Pour tous les composites avec les différentes orientations, les valeurs maximales du facteur de perte sont apparues à une température plus élevée par rapport à l'époxy pur.

Les résultats de l'essai DMA sont regroupés dans le Tableau IV.3

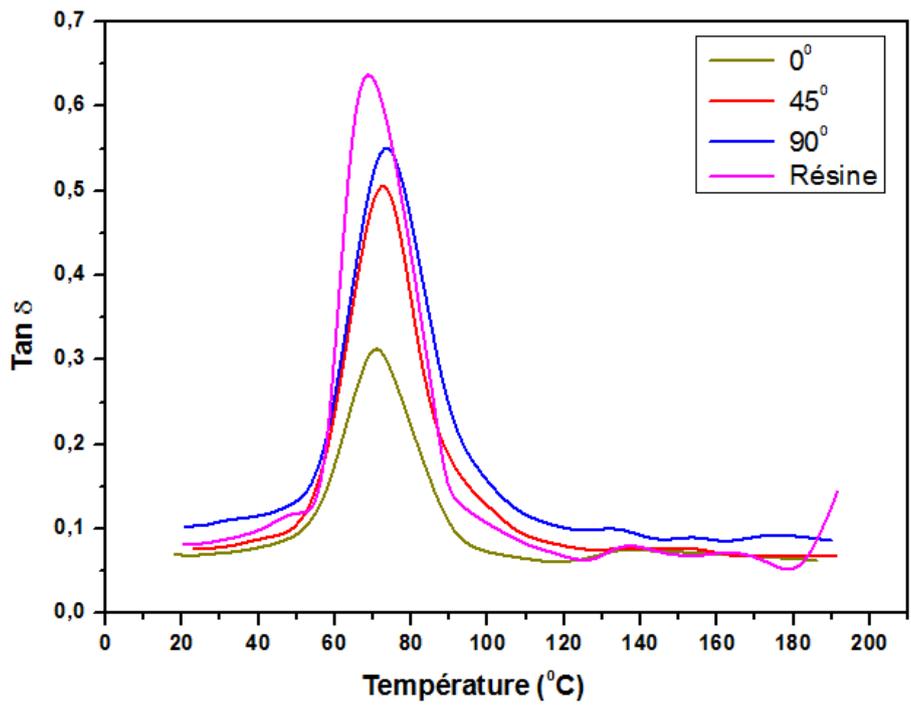


Figure IV. 17 Effet de l'orientation des fibres sur l'évolution du facteur de perte des composites

2.8.2.4 Cole-Cole Plot

Le tracé de cole-cole est utilisé pour comprendre le comportement structurel du composite polymère, comme la dispersion de la charge dans la matrice polymère est uniforme ou non, représentant l'homogénéité ou l'hétérogénéité des composites et l'interaction entre la fibre et la matrice [138, 139].

Le diagramme de Cole-Cole a été dessiné en utilisant les résultats expérimentaux obtenus entre le module de stockage et le module de perte. E' (module de stockage) a été tracé sur l'axe horizontal contre E'' (module de perte) tracé sur l'axe vertical [144]. En général, le tracé de Cole-Cole est utilisé pour les matériaux polymères qui ont un ou plusieurs processus de relaxation avec des fréquences comparables qui obéissent au processus de relaxation.

Selon les chercheurs [138, 144], un arc lisse et semi-circulaire des courbes tracées indique un système polymérique homogène avec une charge bien dispersée. D'autre part, les courbes imparfaites ou elliptiques indiquent un système hétérogène et une séparation de phase du système composite.

La Figure IV.18 illustre le tracé de cole-cole des composites SR/matrice époxy. La courbe de Cole-Cole pour l'époxy pur est lisse et semi-circulaire, ce qui indique l'homogénéité du matériau. Alors que les graphiques pour les composites orientés en fibres longitudinales (0°), transversales (90°) et inclinées (45°) sont rugueux et elliptiques, indiquant l'hétérogénéité des composites.

En résumé, la caractérisation de la nature du composite polymère a été connue par le tracé de Cole-Cole.

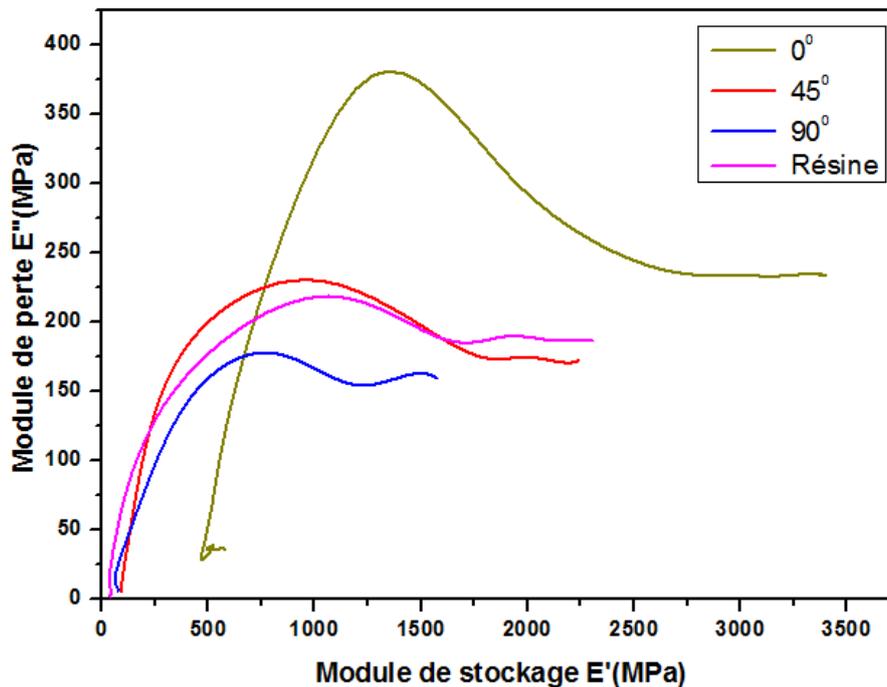


Figure IV. 18 Graphiques de Cole-Cole des composites et de la matrice STR

Tableau IV. 3 Résultats de l'essai DMA pour la matrice STR et différents stratifiés

Stratifiés	E' à 150°C (GPa)	Perte de E' (%)	Tan δ Max pic	Tg de Tan δ (°C)	Tg de E' max (°C)
0°	0.51	86	0.31	70.8	79.3
45°	0.08	76	0.50	72.5	72.0
90°	0.08	56	0.56	73.7	78.4
Résine	0.04	94	0.63	68.3	72.3

3 Conclusion

Au vu des résultats trouvés dans ce chapitre consacré à la caractérisation mécanique, physique, morphologique et mécanique-dynamique des composites unidirectionnels monocouches, les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- Les divers mécanismes d'endommagement dépendent de la disposition des fibres par rapport à la direction de la contrainte.

- Les performances des composites sont toujours présentées en termes de caractéristiques mécaniques, telles que les propriétés de traction, de flexion et la dureté.
- Les résultats obtenus lors des essais de traction et de flexion trois points prouvent l'anisotropie des spécimens composites.
- La présence de fibres dans la matrice de résine entraîne une amélioration significative de la micro-dureté des composites.
- L'incorporation de fibres dans la matrice montre une meilleure adhésion par la réduction des pores et la disparition des espaces entre la matrice et les fibres, ce qui conduit à la réduction de la densité.
- la méthode d'analyse dynamique mécanique DMA a été utilisés pour l'étude du comportement viscoélastique des différents composites. Le comportement viscoélastique des composites a été étudié en fonction de l'orientation des fibres, il a été montré que la présence de fibres dans la matrice influence fortement le comportement viscoélastique.

Conclusion générale

Conclusion générale

Le but principal de ce travail est d'introduire une nouvelle fibre extraite de l'arbre oiseau de paradis dont le nom scientifique est *Sterilitzia reginae*, sa caractérisation physico-chimique et mécanique et l'élaboration d'un nouveau bio-composite à base de cette fibre. Pour ce faire, les fibres élémentaires de RS extraites traitées par la soude (NaOH 2%) et non traitées ont été analysées du point de vue : analyse anatomique et morphologie de surface, caractérisation physico-chimique, observations microscopique optique et électronique à balayage (MEB), caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), analyse thermogravimétrique (ATG), analyse calorimétrique différentielle (DSC) et analyse par diffraction des rayons X (DRX). Par la suite ses mêmes fibres ont été testées en traction uniaxiale afin d'évaluer les caractéristiques mécaniques à savoir la contrainte ultime, le module de Young et la déformation à la rupture de ces nouvelles fibres. Les composites élaborés à base de ces fibres et une matrice époxyde ont été caractérisée. Des échantillons standardisés avec différentes orientations de fibres ont été caractérisé au moyen d'essais de traction statique, d'essais de flexion 3 points et de mesures de dureté. Enfin, la dernière partie de ce travail a été dédiée à la description des différents mécanismes d'endommagement et à l'analyse du comportement dynamique des composites stratifiés en utilisant la méthode d'analyse mécanique dynamique DMA.

L'analyse menée dans le cadre de cette thèse a permis de tirer les conclusions suivantes :

- Les fibres SR présentent une faible densité (1.113 g/cm^3 avant traitement et respectivement 1.15 g/cm^3 et 1.075 g/cm^3 après traitement (T1H) et (T4H)). Elle présente une bonne légèreté par rapport aux fibres synthétiques de fibre de verre E (2.62 g/cm^3) et par rapport à la fibre naturelle de jute (1.5 g/cm^3). Cette caractéristique la rend appropriée comme renfort pour les matériaux composites utilisés dans des applications exigeant la légèreté, tels que les casques, les panneaux de porte et les garnitures automobiles.
- L'analyse anatomique de la tige de SR montre la richesse de la plante en fibres de xylème et met en évidence sa structure cellulaire hiérarchisée qui est composée d'une paroi primaire, d'une paroi secondaire, d'un lumen et d'une lamelle moyenne. Elle révèle également un épiderme bien visible à l'extérieur et un parenchyme à l'intérieur
- Les résultats obtenus à partir de l'analyse FTIR et des rayons X ont confirmé que la fibre SR est riche en cellulose avec un indice de cristallinité de 70% pour les fibres brutes et de 72% pour la fibre traitées pendant 4 heures.

- L'analyse ATG et DSC des fibres SR brutes et traitées a révélée qu'elles sont thermiquement stables jusqu'à 233 °C et 254 °C respectivement. Cette analyse a aussi confirmé la bonne stabilité thermique de la fibre SR après la modification de surface en fonction du temps de traitement à la soude (NaOH). Sa dégradation thermique est supérieure à la température de transition vitreuse des résines thermodurcissables et aux températures de fusion des matrices thermoplastiques.
- La modification de la surface des fibres traitées a été observée sur les micrographes MEB qui ont permis de montré des détails essentiels de la nature de la surface et confirmé que la rugosité de la surface des fibres SR traitées a été améliorée. Ces constatations confirment la bonne adhérence entre les fibres SR et la résine.
- Les résultats des tests mécaniques de traction, réalisés sur les fibres de SR ont révélé que le traitement à la soude (NaOH) améliore considérablement la résistance à la traction : 328.11 MPa pour la fibre traitée (T1H) et 456.96 MPa pour la fibre (T4H) contre 302.02 MPa pour la fibre brute.
- Comme pour le cas des autres fibres naturelles, les résultats obtenus par les essais de traction à savoir : la résistance à la traction, le module de Young et la déformation à la rupture des fibres traitées et non traitées présentaient une dispersion. Ces résultats ont été analysés statistiquement par la méthode statistique, distribution de Weibull.
- Le procédé de mise en œuvre des éprouvettes composites SR/époxyde choisi, est le moulage par compression. Trois types d'éprouvettes ont été fabriqués à différentes orientations des fibres (fibres orientées à 0°, 90° et 45°).
- Les résultats expérimentaux des essais de traction et de flexion trois points ont mis en évidence l'anisotropie des composites. Les essais de traction ont montré que la résistance à la traction augmente avec la diminution de l'angle d'orientation des fibres, la valeur maximale a été observée pour une orientation des fibres à 0° avec une valeur de 51.5 MPa qui a été réduite à une valeur de 12.70 MPa pour l'orientation à 90°. De même pour le module de Young qui a passé de 2843.3 MPa pour l'orientation 0° à 2613.5 MPa pour l'orientation 45° et 1820.5 MPa pour l'orientation 90°. Les résultats des essais de flexion ont prouvé l'importance de l'arrangement des fibres de renforcement et le fait que des changements dans l'angle d'orientation des fibres peuvent induire un affaiblissement substantiel du matériau.

- La plus grande dureté a été obtenue à 10 g pour une valeur de 29.5 HV. Cependant, la présence de fibres dans la matrice de résine a comme conséquence une amélioration significative de la dureté des composites.
- La densité du composite a été également identifiée, les mesures ont révélé que cette propriété est considérablement réduite lorsque les fibres sont incorporées dans la matrice.
- L'analyse des modes d'endommagement pour les tests de flexion, a indiqué la présence de deux modes (fissuration de la matrice et rupture des fibres) dans le cas des composites orientés à 0° et 45°. Sur les échantillons orientés à 90°, il a également été observé la présence de deux mécanismes (fissuration de la matrice et décohésion des fibres). De plus, une présence de micro-défauts dans le matériau a été remarquée.
- Le comportement viscoélastique des composites a été étudié en fonction de l'orientation des fibres grâce à la méthode d'analyse dynamique mécanique DMA. Les tests ont révélé un impact important de l'augmentation de la température sur le module de stockage et sur le facteur de perte. La chute du module de stockage traduit la mobilisation des mouvements collectifs des chaînes moléculaires engendrant ainsi la rupture de certains des liens faibles du polymère. L'analyse des tracés de cole-cole est une analyse qui permet de fournir des informations précieuses sur le degré d'homogénéité du système des composites. Ces tracés examinent les changements structurels survenus dans les polymères après l'incorporation des fibres.

Suite à ce travail, plusieurs perspectives peuvent être envisagées à court terme, au niveau de la fibre ou du bio-composite :

- Fibres : Traitement des fibres en fonction de la température et de la concentration et des solutions utilisées. Il faudra également modifier la méthode d'extraction des fibres et proposer un protocole de tissage.
- Composites : Etudier l'influence de l'architecture des fibres, du type de la matrice, de la méthode d'élaboration et du traitement des fibres sur les propriétés des bio-composites.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] Kharoubi, M., *Etude du comportement mécanique de matériaux composites sous chargement cyclique et dynamique*, 2009.
- [2] Almi, K., *Développement et caractérisation de matériaux à base du bois de palmier dattier adaptés aux applications de développement durable en Algérie*, 2018, Université Mohamed Khider Biskra.
- [3] Kueny, R., *Biocomposites: composites de hautes technologies en renfort de fibres naturelles et matrice de résines naturelles*, 2013, Université de Lorraine.
- [4] Jartz, A., *Composites Materials Applications*, 1965, Design.
- [5] Kelly, A., *The nature of composite materials*. Scientific American, 1967. **217**(3): p. 160-179.
- [6] Berghezan, A., *Nucleus*, 8 (5). Nucleus A Editeur, 1, rue, Chalgrin, Paris, 1966. **16**.
- [7] Van Suchtelen, J., *Product properties: a new application of composite materials*. Phillips Research Reports, 1972. **27**: p. 28-37.
- [8] Daghboudj, S., *Etude Comparative des Approches Hyper et Hypo Elastiques Utilisées dans l'Etude du Comportement Mécanique des Renforts Tissés*, 2015.
- [9] Latifa, M.B.H., *Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables*, 2016, Université de Mostaganem.
- [10] Berthelot, J., *Mécanique des Matériaux Composites et Structures Composites*. Tec & Doc, Lavoisier, Londres, 2012.
- [11] Blais, M., *Modélisation et suivi du procédé par infusion de résine sur une nouvelle génération de renforts structuraux pour l'aéronautique*, 2016, Université de Lyon.
- [12] Laurent, G., *Généralités sur les matériaux composites*. Ecole d'ingénieur, 2008.
- [13] Ragoubi, M., *Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne*, 2010, Nancy 1.
- [14] Väisänen, T., O. Das, and L. Tomppo, *A review on new bio-based constituents for natural fiber-polymer composites*. Journal of Cleaner Production, 2017. **149**: p. 582-596.
- [15] Samir, D., *Matériaux Composites*.
- [16] Nguyen, A.V., *Matériaux composites à renfort végétal pour l'amélioration des performances de systèmes robotiques*, 2015, Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II.

- [17] Rogge, E., *Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'Alfa (Esparto grass) en vue d'applications textiles*. Mémoire de maîtrise pour l'obtention du grade académique de master, Génie des matériaux, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud-Alsace (UHA, Mulhouse, France), Année universitaire, 2010.
- [18] Belaadi, A., *Elaboration et caractérisation des matériaux composites à renfort en fibres naturelles (fibre de sisal)*, 2011, Université 8 mai 1945 de Guelma.
- [19] Le Troedec, M., *Caractérisation des interactions physico-chimiques dans un matériau composite à base de phyllosilicates, de chaux et de fibres végétales*, 2009, Limoges.
- [20] Faruk, O., et al., *Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010*. Progress in polymer science, 2012. **37**(11): p. 1552-1596.
- [21] Toupe, J.L., *Optimisation des propriétés mécaniques de composites à base de fibres naturelles: application à un composite de fibre de lin avec un mélange de polyéthylène/polypropylène d'origine post-consommation*. 2015.
- [22] Asim, M., et al., *A review on pineapple leaves fibre and its composites*. International Journal of Polymer Science, 2015.
- [23] Ntenga, R., *Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites*, 2007, Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II; Université de Yaoundé.
- [24] Bournaud, A., C. Morvan, and C. Baley. *Apport de la nanoindentation pour la caractérisation mécanique de fibres végétales= Nanoindentation contribution to mechanical characterization of vegetal fibers*. in *JNC 16*. 2009. AMAC.
- [25] Kamila, R., *Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles*, 2015, Boumerdès.
- [26] Baley, C., *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. sl: Techniques de l'ingénieur*. Ref. AM, 2014. **5**: p. 130.
- [27] Page, J., *Formulation et caractérisation d'un composite cimentaire biofibré pour des procédés de construction préfabriquée*, 2017, Normandie Université.
- [28] Saad, H., *Développement de bio-composites à base de fibres végétales et de colles écologiques*, 2013, Pau.
- [29] Djebbloun, Y., *Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales*, 2018, Université Mohamed Khider Biskra.

- [30] Dallel, M., *Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil*, 2012, Université de Haute Alsace-Mulhouse.
- [31] Pearce, E.M. and M. Lewin, *Handbook of fiber chemistry* 1998: Marcel Dekker.
- [32] Amroune, S., *Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier*, 2016, Guelma.
- [33] Bayart, M., *Élaboration et caractérisation de biocomposites à base d'acide polylactique et de fibres de lin: compatibilisation interfaciale par dépôt de revêtements à base d'époxy, de dioxyde de titane, de lignine ou de tanin*. 2019.
- [34] Cantero, D.A., *Intensification of cellulose hydrolysis process by supercritical water. Obtaining of added value products*. University of Valladolid, 2014.
- [35] Do Thi, V.V.D.T., *Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non*, 2011, Université de Grenoble; Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh Ville.
- [36] Alarcón-Gutiérrez, E., *Influence de facteurs abiotiques sur la régulation des paramètres microbiens impliqués dans la dégradation de la matière organique d'une litière forestière méditerranéenne*, 2007, Aix-Marseille 3.
- [37] Ville, H., *Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non*, 2011, Ecole des Mines d'Alès.
- [38] Evstigneyev, E.I. and S.M. Shevchenko, *Structure, chemical reactivity and solubility of lignin: a fresh look*. Wood Science and Technology, 2019. **53**(1): p. 7-47.
- [39] Kayan, G.Ö. and A. Kayan, *Composite of natural polymers and their adsorbent properties on the dyes and heavy metal ions*. Journal of Polymers and the Environment, 2021. **29**(11): p. 3477-3496.
- [40] Kumar, K.P. and A.S.J. Sekaran, *Some natural fibers used in polymer composites and their extraction processes: A review*. Journal of Reinforced Plastics and Composites, 2014. **33**(20): p. 1879-1892.
- [41] Sghaier, S., F. Zbidi, and M. Zidi, *Characterization of Doum palm fibers after chemical treatment*. Textile research journal, 2009. **79**(12): p. 1108-1114.
- [42] Maache, M., *Elaboration et caractérisation des composites à renfort en fibres naturelles des plantes sauvages*, 2018.
- [43] Oliveira, F.R., et al., *Surface modification of banana fibers by DBD plasma treatment*. Plasma chemistry and plasma processing, 2012. **32**(2): p. 259-273.

- [44] Cruz, J. and R. Figueiro, *Surface modification of natural fibers: a review*. Procedia Engineering, 2016. **155**: p. 285-288.
- [45] Sahu, P. and M. Gupta, *Sisal (Agave sisalana) fibre and its polymer-based composites: a review on current developments*. Journal of Reinforced Plastics and Composites, 2017. **36**(24): p. 1759-1780.
- [46] Sydenstricker, T.H., S. Mochnaz, and S.C. Amico, *Pull-out and other evaluations in sisal-reinforced polyester biocomposites*. Polymer testing, 2003. **22**(4): p. 375-380.
- [47] Kalia, S., V.K. Kaushik, and R.K. Sharma, *Effect of benzylation and graft copolymerization on morphology, thermal stability, and crystallinity of sisal fibers*. Journal of Natural Fibers, 2011. **8**(1): p. 27-38.
- [48] Joseph, K., et al., *A review on sisal fiber reinforced polymer composites*. Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, 1999. **3**: p. 367-379.
- [49] Mishra, S., et al., *Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites*. Composites science and technology, 2003. **63**(10): p. 1377-1385.
- [50] Pommet, M., et al., *Surface modification of natural fibers using bacteria: depositing bacterial cellulose onto natural fibers to create hierarchical fiber reinforced nanocomposites*. Biomacromolecules, 2008. **9**(6): p. 1643-1651.
- [51] Baley, C., *Influence of kink bands on the tensile strength of flax fibers*. Journal of materials science, 2004. **39**(1): p. 331-334.
- [52] Baley, C., *Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2002. **33**(7): p. 939-948.
- [53] Charlet, K., et al., *Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2007. **38**(8): p. 1912-1921.
- [54] Charlet, K., et al., *Influence of an Agatha flax fibre location in a stem on its mechanical, chemical and morphological properties*. Composites science and technology, 2009. **69**(9): p. 1399-1403.
- [55] Mouhoubi, B., *Comportement à la rupture du composite à fibres végétales*, 2018.
- [56] Baley, C., C. Morvan, and Y. Grohens. *Influence of the absorbed water on the tensile strength of flax fibers*. in *Macromolecular Symposia*. 2005. Wiley Online Library.

- [57] Baley, C., et al., *Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2012. **43**(8): p. 1226-1233.
- [58] Elouaer, A., *Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales*, 2011, Reims.
- [59] Jong, L., *Influence of protein hydrolysis on the mechanical properties of natural rubber composites reinforced with soy protein particles*. Industrial Crops and Products, 2015. **65**: p. 102-109.
- [60] Essabir, H., et al., *Morphological, structural, thermal and tensile properties of high density polyethylene composites reinforced with treated argan nut shell particles*. Journal of Bionic Engineering, 2015. **12**(1): p. 129-141.
- [61] Ibrahim, I. and H. Shuaibu, *Ownership structure and dividend policy of listed deposit money banks in Nigeria: A Tobit regression analysis*. International Journal of Accounting and Financial Reporting, 2016. **6**(1): p. 1-19.
- [62] Arpitha, G. and B. Yogesha, *An overview on mechanical property evaluation of natural fiber reinforced polymers*. Materials Today: Proceedings, 2017. **4**(2): p. 2755-2760.
- [63] Lim, K., et al. *Effect of nano-clay fillers on mechanical and morphological properties of Napier/epoxy Composites*. in *Journal of Physics: Conference Series*. 2017. IOP Publishing.
- [64] Essabir, H., et al., *Structural, mechanical and thermal properties of bio-based hybrid composites from waste coir residues: Fibers and shell particles*. Mechanics of Materials, 2016. **93**: p. 134-144.
- [65] Karina, M., et al., *Physical and mechanical properties of Recycled polypropylene composites reinforced with Rice Straw lignin*. BioResources, 2017. **12**(3): p. 5801-5811.
- [66] Maslinda, A., et al., *Effect of water absorption on the mechanical properties of hybrid interwoven cellulosic-cellulosic fibre reinforced epoxy composites*. Composite Structures, 2017. **167**: p. 227-237.
- [67] Srinivas, K., A.L. Naidu, and M.R. Bahubalendruni, *A review on chemical and mechanical properties of natural fiber reinforced polymer composites*. International Journal of Performability Engineering, 2017. **13**(2): p. 189.

- [68] Naidu, A.L. and A. Duppala, *A study on different chemical treatments for natural fiber reinforced composites*. Internat. J. Mechan. Product. Eng. Res. Develop, 2018. **8**(5): p. 143-152.
- [69] Peças, P., et al., *Natural Fibre Composites and Their Applications: A Review*. Journal of Composites Science, 2018. **2**(4): p. 66.
- [70] Prajapati, P., C. Sharma, and R. Rana, *Evaluation of mechanical properties of coir and glass fiber hybrid composites*. Materials Today: Proceedings, 2018. **5**(9): p. 19056-19062.
- [71] Kumar, S., et al., *Synergy of rice-husk filler on physico-mechanical and tribological properties of hybrid Bauhinia-vahlii/sisal fiber reinforced epoxy composites*. Journal of Materials Research and technology, 2019. **8**(2): p. 2070-2082.
- [72] Li, Y., Q. Wang, and S. Wang, *A review on enhancement of mechanical and tribological properties of polymer composites reinforced by carbon nanotubes and graphene sheet: molecular dynamics simulations*. Composites Part B: Engineering, 2019. **160**: p. 348-361.
- [73] Thiagamani, S.M.K., et al., *Investigation into mechanical, absorption and swelling behaviour of hemp/sisal fibre reinforced bioepoxy hybrid composites: Effects of stacking sequences*. International journal of biological macromolecules, 2019. **140**: p. 637-646.
- [74] Sumesh, K., K. Kanthavel, and V. Kavimani, *Peanut oil cake-derived cellulose fiber: Extraction, application of mechanical and thermal properties in pineapple/flax natural fiber composites*. International journal of biological macromolecules, 2020. **150**: p. 775-785.
- [75] Sultan, H., et al., *The Effects of Stacking Sequence on Dynamic Mechanical Properties and Thermal Degradation of Kenaf/Jute Hybrid Composites*. Journal of Renewable Materials, 2021. **9**(1): p. 73-84.
- [76] Supian, A., et al., *Mechanical and physical performance of date palm/bamboo fibre reinforced epoxy hybrid composites*. Journal of Materials Research and technology, 2021. **15**: p. 1330-1341.
- [77] http://nature.jardin.free.fr/vivace/ft_strelitzia.html.
- [78] <https://www.tahitiheritage.pf/oiseau-paradis-strelitzia-reginae/>.
- [79] <https://www.jardipartage.fr/oiseau-de-paradis-plante>.

- [80] Hamidon, M.H., et al., *Effects of fibre treatment on mechanical properties of kenaf fibre reinforced composites: a review*. Journal of Materials Research and technology, 2019. **8**(3): p. 3327-3337.
- [81] ASTM, N., *Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement*. ASTM D-792. United States, 2008.
- [82] Testing, A.S.f. and Materials. *ASTM D3822-07 standard test method for tensile properties of single textile fibers*. 2007. ASTM.
- [83] Manimaran, P., et al., *Characterization of natural cellulosic fibers from Nendran Banana Peduncle plants*. International journal of biological macromolecules, 2020. **162**: p. 1807-1815.
- [84] Mansour, R., A. Abdelaziz, and A.F. Zohra, *Characterization of long lignocellulosic fibers extracted from Hyphaene thebaica L. leaves*. Research Journal of Textile and Apparel, 2018.
- [85] ASTM, I., *Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials*. ASTM D790-07, 2007.
- [86] Abot, A., *Caractérisation des fibres longues de chanvre (Cannabis sativa) en vue de leurs utilisations dans des matériaux composites*, 2010, Poitiers.
- [87] Jebadurai, S.G., et al., *Comprehensive characterization of natural cellulosic fiber from Coccinia grandis stem*. Carbohydrate polymers, 2019. **207**: p. 675-683.
- [88] Bahrami, M., et al., *Characterization of hybrid biocomposite poly-butylsuccinate/carbon fibers/flax fibers*. Composites Part B: Engineering, 2021. **221**: p. 109033.
- [89] Narayanasamy, P., et al., *Characterization of a novel natural cellulosic fiber from Calotropis gigantea fruit bunch for ecofriendly polymer composites*. International journal of biological macromolecules, 2020. **150**: p. 793-801.
- [90] Fatma, N., et al., *The effect of doum palm fibers on the mechanical and thermal properties of gypsum mortar*. Journal of Composite Materials, 2019. **53**(19): p. 2641-2659.
- [91] Pandiarajan, P., et al., *Characterization of raw and alkali treated new cellulosic fiber from the rinds of Thespesia populnea plant*. Journal of Natural Fibers, 2020: p. 1-12.
- [92] Li, X., L.G. Tabil, and S. Panigrahi, *Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: a review*. Journal of Polymers and the Environment, 2007. **15**(1): p. 25-33.

- [93] Arsyad, M., I. Wardana, and Y.S. Irawan, *The morphology of coconut fiber surface under chemical treatment*. Matéria (Rio de Janeiro), 2015. **20**: p. 169-177.
- [94] Loganathan, T.M., et al., *Characterization of alkali treated new cellulosic fibre from *Cyrtostachys renda**. Journal of Materials Research and technology, 2020. **9**(3): p. 3537-3546.
- [95] Maache, M., et al., *Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus L.** Carbohydrate polymers, 2017. **171**: p. 163-172.
- [96] Ganapathy, T., et al., *Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fibres extracted from the aerial roots of banyan tree*. International journal of biological macromolecules, 2019. **138**: p. 573-581.
- [97] Sarala, R., *Characterization of a new natural cellulosic fiber extracted from *Derris scandens stem**. International journal of biological macromolecules, 2020. **165**: p. 2303-2313.
- [98] Vijay, R., et al., *Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fibers from *Tridax procumbens**. International journal of biological macromolecules, 2019. **125**: p. 99-108.
- [99] Ravindran, D., S.B. SR, and S. Indran, *Characterization of surface-modified natural cellulosic fiber extracted from the root of *Ficus religiosa tree**. International journal of biological macromolecules, 2020. **156**: p. 997-1006.
- [100] Saravanakumar, S., et al., *Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Prosopis juliflora bark**. Carbohydrate polymers, 2013. **92**(2): p. 1928-1933.
- [101] Mayandi, K., et al., *A comparative study on characterisations of *Cissus quadrangularis* and *Phoenix reclinata* natural fibres*. Journal of Reinforced Plastics and Composites, 2015. **34**(4): p. 269-280.
- [102] Ilyas, R., et al., *Mechanical testing of sugar palm fiber reinforced sugar palm biopolymer composites*, in *Advanced Processing, Properties, and Applications of Starch and Other Bio-Based Polymers* 2020, Elsevier. p. 89-110.
- [103] Cheng, D., et al., *Characterization of potential cellulose fiber from *Luffa vine*: A study on physicochemical and structural properties*. International journal of biological macromolecules, 2020. **164**: p. 2247-2257.
- [104] Jiang, Y., et al., *Tensile properties and structure characterization of palm fibers by alkali treatment*. Fibers and Polymers, 2019. **20**(5): p. 1029-1035.
- [105] Adel Salih, A., R. Zulkifli, and C.H. Azhari, *Tensile properties and microstructure of single-cellulosic bamboo fiber strips after alkali treatment*. Fibers, 2020. **8**(5): p. 26.

- [106] Suryanto, H., et al. *Effect of alkali treatment on crystalline structure of cellulose fiber from mendong (Fimbristylis globulosa) straw*. in *Key Engineering Materials*. 2014. Trans Tech Publ.
- [107] Suryanto, H., et al., *Morphology, structure, and mechanical properties of natural cellulose fiber from mendong grass (Fimbristylis globulosa)*. *Journal of Natural Fibers*, 2014. **11**(4): p. 333-351.
- [108] Boumediri, H., et al., *Extraction and characterization of vascular bundle and fiber strand from date palm rachis as potential bio-reinforcement in composite*. *Carbohydrate polymers*, 2019. **222**: p. 114997.
- [109] Mustapha, F., et al., 858. *Structural health monitoring (SHM) for composite structure undergoing tensile and thermal testing*. *Journal of Vibroengineering*, 2012. **14**(3).
- [110] Bezazi, A., et al., *Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of Agave americana L. natural fibres*. *Composites Part B: Engineering*, 2014. **66**: p. 194-203.
- [111] Belaadi, A., et al., *Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres*. *Materials & Design*, 2013. **46**: p. 76-83.
- [112] Fiore, V., T. Scalici, and A. Valenza, *Characterization of a new natural fiber from Arundo donax L. as potential reinforcement of polymer composites*. *Carbohydrate polymers*, 2014. **106**: p. 77-83.
- [113] Zakikhani, P., et al., *Morphological, mechanical, and physical properties of four bamboo species*. *BioResources*, 2017. **12**(2): p. 2479-2495.
- [114] De Rosa, I.M., et al., *Effect of chemical treatments on the mechanical and thermal behaviour of okra (Abelmoschus esculentus) fibres*. *Composites science and technology*, 2011. **71**(2): p. 246-254.
- [115] Prasad, A.R. and K.M. Rao, *Mechanical properties of natural fibre reinforced polyester composites: Jowar, sisal and bamboo*. *Materials & Design*, 2011. **32**(8-9): p. 4658-4663.
- [116] de Andrade Silva, F., N. Chawla, and R.D. de Toledo Filho, *Tensile behavior of high performance natural (sisal) fibers*. *Composites science and technology*, 2008. **68**(15-16): p. 3438-3443.
- [117] Brahim, S.B. and R.B. Cheikh, *Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite*. *Composites science and technology*, 2007. **67**(1): p. 140-147.

- [118] Sathishkumar, T., et al., *Characterization of new cellulose sansevieria ehrenbergii fibers for polymer composites*. Composite Interfaces, 2013. **20**(8): p. 575-593.
- [119] Al-Sulaiman, F.A., *Mechanical properties of date palm fiber reinforced composites*. Applied Composite Materials, 2002. **9**(6): p. 369-377.
- [120] Ilangoan, M., et al., *Extraction and characterisation of natural cellulose fibers from Kigelia africana*. Carbohydrate polymers, 2020. **236**: p. 115996.
- [121] Keskin, O.Y., et al., *Extraction and characterization of cellulosic fiber from Centaurea solstitialis for composites*. Cellulose, 2020. **27**(17): p. 9963-9974.
- [122] Indran, S. and R.E. Raj, *Characterization of new natural cellulosic fiber from Cissus quadrangularis stem*. Carbohydrate polymers, 2015. **117**: p. 392-399.
- [123] Elseify, L.A., et al., *Review on cellulosic fibers extracted from date palms (Phoenix Dactylifera L.) and their applications*. Cellulose, 2019. **26**(4): p. 2209-2232.
- [124] Shahinur, S., et al., *Effect of chemical treatment on thermal properties of jute fiber used in polymer composites*. Journal of Composites Science, 2020. **4**(3): p. 132.
- [125] Kabir, M., et al., *Effects of chemical treatments on hemp fibre structure*. Applied Surface Science, 2013. **276**: p. 13-23.
- [126] Bharath, K., et al., *Alkaline effect on characterization of discarded waste of Moringa oleifera fiber as a potential eco-friendly reinforcement for biocomposites*. Journal of Polymers and the Environment, 2020. **28**(11): p. 2823-2836.
- [127] Vinod, A., et al., *Characterization of untreated and alkali treated natural fibers extracted from the stem of Catharanthus roseus*. Materials Research Express, 2019. **6**(8): p. 085406.
- [128] Halimi, R., et al., *Study and analysis of mechanical and viscoelastic behavior in flexure of laminated composites*. International Journal of Materials Research, 2016. **107**(1): p. 78-87.
- [129] Tossou, E., *Développement de nouveaux composites hybrides renforcés par des fibres de carbone et de lin: mise en oeuvre et caractérisation mécanique*, 2019, Normandie Université.
- [130] Laraba, S.R., et al., *Development of sandwich using low-cost natural fibers: Alfa-Epoxy composite core and jute/metallic mesh-Epoxy hybrid skin composite*. Industrial Crops and Products, 2022. **184**: p. 115093.
- [131] Chavali, P.J. and G.B. Taru, *Effect of fiber orientation on mechanical and tribological properties of banana-reinforced composites*. Journal of failure analysis and prevention, 2021. **21**(1): p. 1-8.

- [132] Kumaar, A.S., et al., *Mechanical properties of alkali-treated carica papaya fiber-reinforced epoxy composites*. Journal of Natural Fibers, 2022. **19**(1): p. 269-279.
- [133] Yahaya, R., et al., *Effect of fibre orientations on the mechanical properties of kenaf-aramid hybrid composites for spall-liner application*. Defence Technology, 2016. **12**(1): p. 52-58.
- [134] Sathishkumar, T., P. Navaneethakrishnan, and S. Shankar, *Tensile and flexural properties of snake grass natural fiber reinforced isophthallic polyester composites*. Composites science and technology, 2012. **72**(10): p. 1183-1190.
- [135] Kazi, A.M. and R. DVA, *Characterization of continuous Hibiscus sabdariffa fibre reinforced epoxy composites*. Polymers and Polymer Composites, 2022. **30**: p. 09673911211060957.
- [136] Rafik, H., *Etude du comportement à l'endommagement des matériaux composites stratifiés*, 2018, Université M'hamed Bougara de Boumerdès.
- [137] Suresh, S., D. Sudhakara, and B. Vinod, *Investigation on industrial waste eco-friendly natural fiber-reinforced polymer composites*. Journal of Bio-and Tribo-Corrosion, 2020. **6**(2): p. 1-14.
- [138] Chee, S.S., et al., *Thermomechanical and dynamic mechanical properties of bamboo/woven kenaf mat reinforced epoxy hybrid composites*. Composites Part B: Engineering, 2019. **163**: p. 165-174.
- [139] Alothman, O.Y., et al., *Thermal characterization of date palm/epoxy composites with fillers from different parts of the tree*. Journal of Materials Research and technology, 2020. **9**(6): p. 15537-15546.
- [140] Saba, N., et al., *A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites*. Construction and Building Materials, 2016. **106**: p. 149-159.
- [141] Asim, M., et al., *Effects of Date Palm fibres loading on mechanical, and thermal properties of Date Palm reinforced phenolic composites*. Journal of Materials Research and technology, 2020. **9**(3): p. 3614-3621.
- [142] Kazi, A.M., R. DVA, and S. Waddar, *Characterization of interwoven roselle/sisal fiber reinforced epoxy composites*. Polymer Composites, 2022. **43**(3): p. 1421-1428.
- [143] Jawaid, M., et al., *Effect of jute fibre loading on tensile and dynamic mechanical properties of oil palm epoxy composites*. Composites Part B: Engineering, 2013. **45**(1): p. 619-624.

- [144] Rathinasabapathi, G. and A. Krishnamoorthy, *Cole-cole plot of graphene nano filler disseminated glass fiber reinforced polymer composites*. *Materials Today: Proceedings*, 2021. **44**: p. 3816-3822.