

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique



THÈSE

Présentée pour obtenir le grade de

DOCTEUR (LMD) DE L'UNIVERSITÉ DU 8 MAI 1945 GUELMA

SPÉCIALITÉ : Génie mécanique

Par :

MAACHE Mabrouk

Elaboration et caractérisation des composites à renfort en fibres naturelles des plantes sauvages.

JURY

Président :	M. GUENFOUD Salah	Professeur à l'Université de Guelma
Rapporteur :	M. BEZAZI Abderrezak	Professeur à l'Université de Guelma
Membres :	M. BRIOUA Mourad	Professeur à l'Université de Batna 2
	M. BELBAH Ahmed	MCA à l'Université de Guelma
Invité :	M. REDJEL Bachir	Professeur à l'Université d'Annaba

Année : 2018

Remerciements

Cette thèse a été pour moi une expérience très distractive sur les plans personnels, professionnel. Mon engagement dans ce travail m'a donné l'opportunité de renaître à nouveau. . Plusieurs personnes ont contribué au bon déroulement de ce travail, je tiens à les remercier infiniment.

Je remercie en premier lieu monsieur Bezazi Abderrezak, professeur à l'université 8 Mai 1945 Guelma (Algerie), mon directeur de thèse, pour m'avoir proposé ce sujet de recherche, la confiance qu'il m'a accordé pour mener ce projet de recherche originale. Je serai à jamais reconnaissant envers lui pour m'avoir accueilli dans son laboratoire, pour la qualité de son encadrement, sa patience, sa disponibilité pour m'avoir guidé et encouragé dans ce travail de recherche, pour toutes les connaissances scientifiques et les conseils qu'il m'a apporté, son soutien constant et l'amabilité dont il a fait preuve tout au long de ces années. Grâce à lui j'ai beaucoup appris.

J'espère que les membres du jury trouveront ici l'expression de ma reconnaissance pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de présider ce travail de recherche. A monsieur Guenfoud Salah professeur à l'université de Guelma pour m'avoir fait l'honneur d'accepter de présider le jury de soutenance. Un grand merci à monsieur le professeur Brioua Mourad de l'université de Batna 2. Merci à monsieur le docteur Belbah Ahmed de l'université de Guelma. Je remercie aussi monsieur le professeur Redjel Bachir de l'université d'Annaba d'avoir accepté de faire partie de ce jury.

Je tiens à préciser que la majorité des travaux de recherche présenté dans cette thèse de doctorat ont été réalisés au sein du Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux (LMANM), et le LMS de l'Université 8 Mai 1945 Guelma-Algérie. De plus, le Laboratoire LGP2, Université de Grenoble-France, ainsi que les universités de Tizi-Ouzou et Boumerdès. Je remercie tous les gens qui de près ou de loin ont collaboré pour la réussite de cette thèse.

J'adresse un grand merci à Monsieur Fabrizio Scarpa (Advanced Composites Centre for Innovation and Science (ACCIS), professeur à l'University of Bristol, Angleterre, pour sa collaboration scientifique.

J'adresse aussi mes remerciements à Monsieur le professeur Alain Dufresne du (Laboratoire LGP2), Université de Grenoble), pour m'avoir fait les essais de la caractérisation physicochimique.

Merci à toute l'équipe technique qui m'a accompagné lors de mes essais expérimentaux. Un merci tout particulier aux membres du laboratoire (LMANM) avec qui j'ai collaboré durant ma thèse, Belaadi A, Boumaaza M, Benzannache N, Amroune Salah, Bouchelaghem H, Saaidia A, Moussai T Boumediri H.

Enfin, j'aurais une pensée toute particulière pour ma famille, à mes parents, mes frères, mes sœurs et mes amis, pour le soutien et les encouragements qu'ils m'ont apportés.

Dédicace

Je dédie cette thèse de doctorat :

A mes parents, Mon père et ma mère que Dieu les protège ;

Mon frère et mes sœurs.

Et en particulier à ma petite famille ma femme mes enfants Zineb,

Baha et Alaa

Mabrouk

Résumé :

L'aperçu de matériau composite est très ancien, il suffit de penser à la tradition de mélanger la paille et la boue pour obtenir un matériau de construction. L'incorporation des fibres végétales dans des matériaux thermoplastiques ou thermodurcissables pour la substitution des fibres de verre ou d'autres charges minérales est un concept qui commence à être industrialisé et commercialisé dans des champs liés à la renouvelabilité des ressources et à la recyclabilité. Le développement des nouvelles technologies, de nouveaux outils d'analyse et de nouvelles théories a conduit à une meilleure connaissance des composites utilisés dans divers secteurs en particulier, celui de l'automobile, l'aéronautique et du génie civil. Dans ce contexte, ce travail de thèse s'intéresse d'une part à l'introduction d'une nouvelle fibre issue d'une plante sauvage qui est le *Jonc épars (JE)*, à l'étude de sa morphologie par des observations microscopiques, optique et à balayage électronique (MEB). D'autre part, à la caractérisation des fibres de *JE* non traitées et traitées, par différentes concentrations de NaOH à des divers temps d'immersion, par différentes techniques physico-chimique (FTIR, ATG, DSC et DRX) ainsi que leurs caractérisations mécaniques en traction. De plus, l'élaboration des bio-composites (*JE*/résine bio) ainsi que leur caractérisations mécaniques sous chargement statique en traction uniaxiale et en flexion 3-points. En raison des dispersions des résultats expérimentaux obtenus pour les fibres de *JE* testées en traction statique, une étude statistique s'avère nécessaire. Les modèles de Weibull à deux et à trois paramètres et l'analyse de variance ANOVA, adoptés dans ce travail, ont été utilisées en appliquant le logiciel MINITAB 17 dans le but d'évaluer correctement les caractéristiques mécaniques des fibres de *JE*. Le choix de la fibre *JE* se justifié du fait qu'elle n'a jamais été caractérisée dans les travaux existants dans la littérature.

Mots-clés : Fibres végétales, Jonc épars, traitement chimique, traction, flexion 3-point, bio-composite.

Abstract:

The concept of composite material is very old, just think of the custom of mixing straw and mud to obtain a building material. The incorporation of plant fibers in thermoplastic or thermosetting materials for the substitution of glass fibers or other mineral fillers is a concept that is beginning to be industrialized and marketed in concepts related to resource

renewal and recyclability. The development of new technologies, new analytical tools and new theories has led to a better knowledge of composites used in various sectors in particular, automotive, aeronautics and civil engineering sector.

In this context, this work is initially interested in microscopic, optical and electronic scanning (SEM) observations, physicochemical characterization by (FTIR, ATG, DSC and DRX) and the mechanical tensile characterization of cellulose fibers of soft rush (*JE*) untreated and treated with different concentrations of NaOH at various immersion times. Then realized bio-composites were tested with uniaxial tensile and 3-point bending. Due to the dispersions of the experimental results obtained from the static tensile tests. A statistical study based on the two- and three-parameter Weibull model and the ANOVA analysis of variance was used by applying the MINITAB 17 software for the purpose to correctly evaluate the mechanical characteristics of the *JE*. The choice of this fiber is well justified because it is a new fiber that has not been characterized in the work exists in the literature.

Keywords: Natural fibers, Soft Rush, Chemical treatment, Static tensile, 3-point bending.

ملخص:

ان استخدام الألياف و المواد المركبة يعود الى العهود القديمة التي استخدمت التراب وعززته بألياف التبن لاستخدامه في مجالات البناء، ان ادراج الألياف النباتية في المواد البلاستيكية لاستبدال الألياف الزجاجية أو العضوية وتطويرها وتسويقها في مجالات ذات صلة بالموارد المتجددة القابلة للتدوير. ادى تطوير التقنيات والنظريات الجديدة وأدوات التحليل الى معرفة أدق بالمركبات المستخدمة في مختلف القطاعات على وجه الخصوص في مجال السيارات والملاحة الجوية والهندسة المدنية. تدرج هذه الدراسة ضمن هذا السياق، في بادئ الأمر نقوم بدراسة الخصائص الميكانيكية لشد ألياف السمار الغير معالجة والمعالجة بمحلول هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) بتركيزات مختلفة وأوقات غمر متعددة. كما نقوم أيضا بدراسة الخصائص الفيزيائية والكيميائية لهذه الألياف باستخدام تقنيات (FTIR, DRX, DSC et MEB). بعد ذلك نقوم باختبارات الشد و الثني ثلاثي النقاط على عينات المواد المركبة المعززة بألياف السمار وقد لوحظ التفوق الشديد في نتائج اختبار الشد للألياف مما ترتب عليه دراسة إحصائية لقياس درجة التغير باستخدام برامج حسابات (Minitab V17). ان اختيار هذا النوع من الألياف النباتية يرجع أساسا من جهة إلى العدد القليل للدراسات العلمية في هذا المجال ومن جهة أخرى إلى تواجد هذه المادة بكثرة في الجزائر. إن هذه المادة المتجددة والحيوية جديرة بالدراسة والاهتمام لصناعة مواد بيئية.

الكلمات الأساسية: ألياف نباتية، الخصائص الميكانيكية للشد، حيود الاشعة السينية

Table des matières

Résumé

Introduction générale1

Chapitre I. Etude Bibliographique

I.1 Introduction4

I.2 Origine des fibres naturelles5

I.2.1 Constituants d'une fibre végétale.....7

I.2.1.1 La cellulose9

I.2.1.2 L'hémicellulose.....10

I.2.1.3 La lignine.....10

I.2.1.4 Les pectines.....11

I.2.1.5 Les cires.....12

I.3 Propriétés usuelles des fibres végétales12

I.3.1 Propriétés mécaniques.....12

I.3.2 Propriétés physiques.....15

I.4. Microstructure des fibres végétales.....15

I.5 Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales22

I.6 Méthodes et procédé d'extraction des fibres.....25

I.6.1 Procède de rouissage.....26

I.6.1.1 Rouissage biologique.....26

I.6.1.2 Rouissage physico-chimique.....27

I.6.1.3 Rouissage mécanique.....28

I.7 Échange, événements et visions.....29

I.8 Application des composites à base de fibres végétales.....30

I.9 Synthèse des travaux réalisés sur les fibres végétales.....33

I.10 Conclusion et position du problème39

Chapitre II. Techniques expérimentales et préparation des échantillons

II.1 Introduction	41
II.2 Matériaux	42
II.2.1 Extraction de la fibre de <i>Juncus effusus L.</i>	42
II.2.2 Traitement chimique des fibres.....	43
II.2.2.1 Introduction.....	43
II.2.2.2 Traitement alcalin.....	44
II.3 Appareillages et méthodes expérimentales.....	45
II.3.1 Microscope optique.....	45
II.3.2 Microscope balayage électronique.....	46
II.3.3 Mesure de la densité.....	46
II.3.4 Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	48
II.3.5 Analyse thermogravimétrique (TGA).....	49
II.3.6 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	49
II.3.7 Diffractomètre à rayons X(DRX).....	50
II.3.8 caractérisations mécaniques	51
II.3.8.1 essais de traction sur la fibre élémentaire.....	51
II.4 Elaboration du composite JE/époxy.....	53
II.4.1 La matrice.....	53
II.4.2. Elaboration des bio composites.....	53
II.4.3 Préparation des échantillons.....	55
II.5 Essais mécanique sur les biocomposites.....	56
II.5.1 Essai de traction statique sur les biocomposites.....	56
II.5.2 Essai de flexion statique sur les bio composites.....	57
II.6 Conclusion	59

Chapitre III. Caractérisation physico chimique des fibres du *Jonc épars*

III.1 Introduction	60
--------------------------	----

III.2. Morphologie des fibres.....	60
III.2.1 Analyse par microscope à balayage électronique (MEB).....	60
III.2.2 Détermination du diamètre par microscope optique.....	64
III.2.3 Mesure de la densité.....	65
III.3 Caractérisation physico chimique des fibres.....	66
III.3.1 Caractérisation physico chimique des fibres non traitées.....	66
III.3.1.1 Spectrométrie Infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	66
III.3.1.2 Caractérisation par ATG (DTG).....	69
III.3.1.3 Caractérisation par DSC.....	70
III.3.1.4 Caractérisation par DRX.....	71
III.3.2 Caractérisation physico chimique des fibres traitées.....	73
III.3.2.1 Caractérisation par Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.....	73
III.3.2.2 Analyse thermogravimétrique ATG (DTG).....	79
III.3.2.3 Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	85
III.3.2.4 Caractérisation par DRX.....	87
III.4 Conclusion.....	91

Chapitre IV. Caractérisation mécanique

IV.1 Introduction	92
IV.2 Essais de traction sur les fibres de <i>JE</i>	92
IV.2.1 Essais sur les fibres non traitées.....	92
IV.2.2 Essais sur les fibres traitées.....	103
IV.3 Essais mécanique sur la résine bio et les biocomposites.....	113
IV.3.1 Essais de traction de la résine bio.....	113
IV.3.2 Essais de traction des biocomposites.....	113
IV.3.3 Essais de flexion de la résine bio.....	116
IV.3.4 Essais de flexion des biocomposites.....	117
IV.4 Conclusion.....	120

Chapitre V. Etude et traitement statistique des essais mécaniques

V.1 Introduction.....	122
V.2 Traitement statistique par Weibull à deux et à trois paramètres	123
V.3 Traitement statistique par l'Analyse de Variance ANOVA.....	134
V.3.1 Introduction.....	134
V.3.2 Conditions d'application.....	134
V.3.3 Modèles théoriques d'ANOVA.....	134
V.3.4 Application de l'ANOVA sur les résultats expérimentaux des fibres de <i>JE</i>	137
V.4 Conclusion.....	146
Conclusion & perspectives.....	147
Références bibliographiques.....	150
Travaux scientifiques.....	160

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1 : Classification des fibres naturelles et synthétiques.....	6
Figure I.2 : Arrangement des micros fibrilles et de la cellulose dans la paroi cellulaire végétale.....	7
Figure I.3 : (a) Schéma d'une micro-fibrille montrant les différentes couches. (b) Structure cristalline de la cellulose constituant les micro-fibrilles.....	9
Figure I.4 : Structure chimique de la cellulose.....	10
Figure I.5 : Exemple de structure chimique d'hémicelluloses (xyloglucanes).....	10
Figure I.6 : Représentation schématique de la lignine.....	11
Figure I.7 : Exemple de structure d'une chaîne de pectine.....	12
Figure I.8 : La structure d'une fibre élémentaire (cellule unitaire) dans un faisceau de fibre technique ; ou : 5 : paroi primaire (p) ; 1, 2, 3 : parois secondaires (S ₁ S ₂ S ₃) ; 6 : parois collant les cellules unitaire adjacentes (M) et 4 : lumen (L).....	16
Figure I.9 : Différents types de fibres de sisal : (a) fibre structurelle, (b) fibre a arc avec des tissus conducteurs (c) tissu conducteur.....	18
Figure I.10 : Micrographie MEB de la fibre de <i>Lygeum spartum</i>	19
Figure I.11 : Micrographie MEB de la tige de <i>Cissus Quadrangularis</i> (a) 50×, (b) 100×, (c) 300×, (d) 500×.....	20
Figure I.12 : Micrographie MEB de la fibre curaua.....	21
Figure I.13 : La section transversale et la cellule fibreuse de la fibre de palme.....	22
Figure I.14 : Diagramme d'Ashby comparant les performances mécaniques spécifiques des fibres naturelles comparées aux fibres synthétiques.....	25
Figure I.15 : Diagramme des techniques d'extraction des fibres végétales.....	26
Figure I.16 : (a) Exemple des fibres <i>Agave americana</i> L. de la région de Guelma (Algerie), (b) section de la plante (c) Extraction après 90 jours ; (d) fibres obtenues. (e) Fibres d'Agave par immersion dans l'eau 10 à 13 jours ; (f) fibres obtenues.....	27
Figure I.17 : Séparation des fibres de chanvre par (a) séparation mécanique (b) séparation par explosion à la vapeur.....	28
Figure I.18 : Publications sur les fibres naturelles.....	29
Figure I.19 : Aperçu des applications des composites de fibres naturelles dans le domaine de l'automobile.....	31
Figure I.20 : Panneau utilisé dans l'industrie automobile en fibres de chanvre.....	31

Figure I.21 : Matériels de sport fabriqués en agro-composite renforcés par du Lin : (a) vélo de course Museeuw MF-5 (b) raquette de tennis Artengo 820.....	32
Figure I.22 : Applications des composites de fibres naturelles dans les produits de construction.....	32
Figure I.23 : Tiges de maïs poreuses hiérarchiques bidimensionnelles / composites de carbone pour matériaux d'électrode.....	33
Figure I.24 : Propriétés mécaniques des fibres de bras de grappes de palmiers dattier (a) contrainte à la rupture (b) déformation à la rupture (c) module de Young.....	34
Figure I.25 : (a) Faisceau de 30 fibres de jute, (b) mesure du diamètre à l'aide d'un microscope optique (c) Propriétés mécaniques des fibres de jute de fil non traitées et traitées par différentes concentrations de NaOH pour divers temps d'immersion.....	35
Figure I.26 : Le processus d'extraction des fibres. (Lygeum Spartum L) de la plante aux fibres.....	36
Figure I.27 : Propriétés de flexion quasi statique des composites bio-époxy.....	37
Figure I.28 : Courbe de contrainte-déformation en flexion des biocomposites PP.....	38
Figure I.29 : Courbe de contrainte à la rupture en flexion et module de flexion des bio composites PP.....	39

Chapitre II

Figure II.1 : (a) Plante de jonc épars, (b) Tige de jonc épars, (c) Section transversale (d) Fibres extraites de la tige.....	43
Figure II.2 : Traitement de fibres par NaOH.....	44
Figure II.3 : (a) Microscope optique ZEISS utilisé pour la mesure du diamètre de la fibre (b) Mesure de la fibre de jonc épars.....	45
Figure II.4 : Microscope MEB de type ESEM QUANTA 200.....	46
Figure II.5 : (a) balance Kern précision de 0,1 mg avec le pycnomètre (b) balance avec plein fibres+ l'eau distillée (c) pycnomètre.....	47
Figure II.6 : (a) Machine DSC Mettler Toledo (b) Zoom du creuset avec position de la reference et echantillon (c) balance Kern précision de 0,1 mg. (d) presse pour les capsule.....	48
Figure II.7 : Machine TGA Mettler Toledo.....	49
Figure II.8 : Spectromètre infrarouge Thermo Scientific Nicolet iS10.....	50
Figure II.9 : (a) Diffractomètre <i>PANalytical X'Pert</i> , (b) porte échantillon.....	51
Figure II.10 : Machine universelle de type <i>ZWICK ROELLE Z005</i>	53

Figure II.11 : Etapes de préparation des plaques composites stratifiés par la technique du sac.....	55
Figure II.12 : Découpage de plaques composites stratifiées en éprouvettes et la resine bio.....	56
Figure II.13 : Etuve à commande digitale modèle <i>Memmert</i>	56
Figure II.14 : Essai de traction sur les bio composites.....	58
Figure II.15 : Principe de l'essai de flexion 3-points.....	58

Chapitre III

Figure III.1 : Images MEB de la fibre de <i>JE</i> (a) Vue longitudinale (b) et (c) zoom de la surface.....	61
Figure III.2 : Images MEB d'une fibre technique de <i>JE</i>	62
(a) section transversale, (b) et (c) (d) zoom de la section transversale	
Figure III.3 : Images MEB de la fibre de <i>JE</i> traitée avec :(a) 0,5% NaOH 12h, (b) 1%NaOH 12h, (c) 5%NaOH 4h.....	64
Figure III.4 : Vue longitudinale d'une fibre de <i>JE</i> au Microscope optique.....	65
Figure III.5 : Spectres FTIR des fibres de <i>JE</i> non traitées.....	67
Figure III.6 : Analyse thermogravimétrique TG et DTG.....	70
Figure III.7 : Analyse DSC de la fibre de <i>JE</i> non traitée.....	71
Figure III.8 : Courbes de diffraction des rayons X des fibres de <i>JE</i> non traitées.....	72
Figure III.9 : Spectres FTIR des fibres de <i>JE</i> non traitées et traitées par 0,5%, 2% et 5% NaOH pendant (1h30 min, 4, 8, 12, 24, 48,72h).....	75
Figure III.10 : Spectres FTIR des fibres de <i>JE</i> non traitées et traitées par :	
a) 5% NaOH à des divers temps. b) NaOH avec diverses concentrations (0,5 ; 1 ; 2 ; 3 ; 5%) pendant 12h.....	76
Figure III.11 : Courbes (a) ATG (b) DTG des fibres traitées et non traitées a des diverses concentrations (c) et (d) Zoom de DTG entre (30 et 130 °C) et (310-395°C).....	82
Figure III.12 : Analyse DSC des fibres de <i>JE</i> non traitées et traitées.....	85
Figure III.13 : Analyse DSC des fibres de <i>JE</i> non traitées et celles traitées permettant les meilleurs comportements mécanique à la traction.....	85
Figure III.14 : Analyse DSC des fibres de <i>JE</i> non traitées et celles traitées conduisant à des mauvais comportements mécanique en traction.....	86
Figure III.15 : Spectre DRX des fibres <i>JE</i> traitées et non traitées.....	88

Figure III.16 : Analyse DRX des fibres de <i>JE</i> non traitées et les meilleurs cas des fibres traitées.....	89
Figure III.17 : Analyse DRX des fibres de <i>JE</i> non traitées et les mauvais cas des fibres traitées.....	89
Figure III.18 : Diffractogramme type de la fibre de <i>JE</i> simulé par la fonction Gaussienne (Fit Gaussian) à l'aide du logiciel Origin pro 2015.....	90

Chapitre IV

Figure IV.1 : a) Courbes (Contrainte/Déformation) des trente essais effectués sur les fibres de <i>JE</i> non traitées b) Courbe type d'une fibre de <i>JE</i> non traitée à GL 20.....	93
Figure IV.2 : Propriétés mécaniques en fonction des diamètres des fibres de <i>JE</i> non traitées testées en traction avec GL 20, a) Contrainte à la rupture b) Module de Young c) Déformation à la rupture.....	95
Figure IV.3 : Propriétés mécaniques en fonction du GL (10, 20, 30, 40, 50).....	97
Figure IV.4 : Nuage de points des propriétés mécaniques en fonction du diamètre des fibres : a) Contrainte à la rupture b) Module de Young c) Déformation à la rupture.....	98
Figure IV.5 : Angle de microfibrille avec l'axe de la fibre de <i>JE</i>	100
Figure IV.6 : Courbe type des fibres de <i>JE</i> traitées par 1% NaOH pendant 12h.....	103
Figure IV.7 : Courbe type des fibres de <i>JE</i> non traitées et traitées à 1% NaOH pendant 12h et 48h.....	104
Figure IV.8 : Propriétés mécaniques en fonction des diamètres des fibres de <i>JE</i> traitées à 1% NaOH pendant 12h puis testées en traction avec une GL 20 : (a) contrainte à la rupture (b) module de Young (c) déformation à la rupture	106
Figure IV.9 : Propriétés mécaniques de <i>JE</i> pendant 12h : (a) contrainte à la rupture (b) module de Young (c) déformation à la rupture.....	109
Figure IV.10 : Propriétés mécaniques de <i>JE</i> à 1% NaOH a) contrainte à la rupture b) module de Young c) déformation à la rupture.....	111
Figure IV.11 : Courbe contrainte-déformation de la résine bio, sollicitée en traction.....	113
Figure IV.12 : Courbe type contrainte-déformation des composites sollicitée en traction.....	114
Figure IV.13 : Faciès de rupture des éprouvettes bio-composite sollicités en traction monotone.....	115
Figure IV.14 : Comparaison des courbes types (contrainte – déformation) de composite avec la résine bio.....	116
Figure IV.15 : (a) Courbe contrainte-déformation de la résine bio, sollicitée en flexion.	

(b) Déformation de l'éprouvette sans rupture.	117
Figure IV.16 : Courbes types contrainte-déformation des composites en flexion 3-points dans les deux directions (0 et 90).....	118
Figure IV.17 : Faciès de rupture des éprouvettes bio-composite sollicité en flexion 3-point.....	119
Figure IV.18 : Comparaison des courbes types (contrainte – déformation) des composites avec la résine bio.....	120

Chapitre V

Figure V.1 : Distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres pour la contrainte à la rupture, le module de Young et la déformation à la rupture des fibres de <i>JE</i> non traitées.....	125
Figure V.2 : Distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres, données expérimentales pour la contrainte à la rupture, la déformation à la rupture et le module de Young des fibres de <i>JE</i> non traitées.....	128
Figure V.3 : Diagrammes de valeurs individuelles en fonction du temps de traitement Contrainte ultime, b) Module de Young et c) Déformation à la rupture.....	139
Figure V.4 : Diagrammes de valeurs résiduelles des contraintes à la rupture en fonction du temps de traitement.....	140
Figure V.5 : Diagrammes de valeurs résiduelles des déformations à la rupture en fonction du temps de traitement.....	141
Figure V.6 : Diagrammes de valeurs résiduelles du module de Young en fonction du temps de traitement.....	142
Figure V.7 : Diagrammes de valeurs individuelles en fonction de la concentration de NaOH pour un temps d'immersion de 12h a) la contrainte ultime, b) module de Young et c) déformation à la rupture.....	144

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Composition chimique de quelques plantes.....	8
Tableau I.2 : Valeurs caractéristiques pour la densité, le diamètre et les propriétés mécaniques de Fibres végétales et synthétiques.....	14
Tableau I.3 : Comparaison entre les fibres végétales et synthétiques.....	24
Tableau III.1 : Principales bandes d'absorption infra-rouge des fibres non traitées de <i>JE</i>	68
Tableau III.2 : Principales bandes d'absorption infra-rouge des fibres traitées de <i>JE</i>	77
Tableau III.3 : Perte de masse en % des fibres de <i>JE</i> traitées et non traitées.....	83
Tableau III.4 : Analyse DSC des fibres de <i>JE</i> non traitées et traitées.....	86
Tableau III.5 : Tableau récapitulatif des calculs de la courbe du DRX à la position (2θ) des pic (1 et 2).....	90
Tableau IV.1 : Propriétés mécaniques moyennes des fibres non traitées de <i>JE</i>	102
Tableau IV.2 : Propriétés mécaniques moyennes a une longueur de mesure GL20mm des fibres de <i>JE</i> traitées.....	112
Tableau IV.3 : Propriétés mécaniques moyennes des essais de traction de la résine et des bio-composites.....	116
Tableau IV.4 : Propriétés mécaniques moyennes des essais de flexion de la résine et des bio-composites.....	120
Tableau V.1 : propriétés mécaniques et paramètres statistique de la fibre de <i>JE</i> non traitée à des divers GL (10, 20, 30, 40,50mm).....	129
Tableau V.2 : propriétés mécaniques et paramètres statistique de la fibre de <i>JE</i> traitée.....	131
Tableau V.3 : Meilleurs et mauvais comportement en traction.....	133
Tableau V.4 : Test (ANOVA) à un facteur pour les propriétés mécaniques de la fibre de <i>JE</i> à un niveau de confiance 95% à 1% NaOH.....	143
Tableau V.5 : Test (ANOVA) à un facteur pour les propriétés mécaniques de la fibre de <i>JE</i> à un niveau de confiance 95% à 12h du temps et variation de la concentration de NaOH.....	145

Liste des principaux symboles et abréviations

- ε : Déformation à la rupture en traction (%).
- σ : Contrainte à la rupture de traction (MPa).
- E : Module de Young de traction (GPa).
- F : Force maximale (N).
- ε_f : Déformation à la rupture de flexion (%).
- σ_f : Contrainte à la rupture de flexion (MPa).
- E_f : Module de Young de flexion (GPa).
- h : L'épaisseur des éprouvettes (mm).
- L : Longueur totale des éprouvettes (mm).
- l : La distance entre appuis des éprouvettes (mm).
- b : Largeur des éprouvettes (mm).
- S : Section des éprouvettes (mm²).
- m_σ : Module de Weibull pour la contrainte à la rupture.
- m_E : Module de Weibull pour le module de Young.
- $m_{\varepsilon 0}$: Module de Weibull pour le déformation .
- CrI : Indice de cristallinité
- Cr_{size} : Taille des cristallites
- σ_0 : Contrainte caractéristique.
- E_0 : Module de Young caractéristique.
- ε_0 : Déformation caractéristique.

Abréviations

- GL : Longueur de mesure (distance entre les mors de la machine d'essai).
- MEB : Microscope à balayage électronique.
- JE : Fibre de jonc épars.
- DSC : Analyse calorimétrique différentielle.
- $FTIR$: Analyse par spectrométrie Infrarouge.
- DRX : Diffraction des rayons X.
- TD : Thermogravimétrie.
- NaOH : Hydroxyde Sodium

Introduction Générale

Depuis quelque décennies, le réchauffement de la planète et l'élévation du taux de la toxicité de l'environnement, la communauté scientifique à réorienter ses intérêts vers l'utilisation des matériaux d'origine naturelle donc écologique, focalisant les thèmes de recherche sur les matériaux recyclables, renouvelables, durables, ayant moins d'impact sur la nature. Il serait judicieux de tenir compte de la nature et d'essayer d'en tirer le meilleur profit. Ce n'est pas un hasard que l'année 2009 a été désignée par les Nations Unies comme l'année internationale des fibres naturelles, avec lequel un nouvel accent a souligné le rôle de ce type de fibres dans le monde et sensibiliser l'opinion publique et les organismes gouvernantes de respecter l'environnement et la santé humaine, conduisant à une augmentation de la demande pour les produits qui utilisent des fibres naturelles. Le développement de la prochaine génération de matériaux et de procédés est fortement influencé par les principes de durabilité, d'éco-efficacité, et de la chimie verte. Les fibres naturelles comme le lin, agave americana, le chanvre, le sisal, le jute... ont été proposés comme des fibres végétales pouvant substituées les fibres synthétiques, notamment les fibres de verres, dans de nombreuses applications à cause de leur biodégradabilité et leurs bonnes propriétés physiques et mécaniques. Malgré les avantages que jouent les fibres synthétiques jusqu'à nos jours, elles présentent de sérieux inconvénients tels que (i) la non renouvelabilité, (ii) la non recyclabilité, (iii) la forte consommation d'énergie dans le processus de fabrication, (iv) le risque sanitaire lors de l'inhalation et (v) la non biodégradabilité. Les divers domaines d'application, où les composites renforcés par des fibres naturelles semblent offrir de meilleures perspectives dans divers domaines telles que : les constructions de génie civil, le domaine du transport (routier, naval et peut être même spatial), des meubles, de l'emballage et de nombreux autres domaines.

Récemment, l'utilisation des composites à base de fibres végétales/polymère bio ou non ont eu plus d'ampleur en raison des avantages offerts par ces matériaux, à savoir une résistance élevée, un faible poids, une résistance à la corrosion et un faible coût de maintenance. Ils sont également renouvelables et ont une résistance et une rigidité relativement élevée et ne provoquent aucune irritation de la peau et sont facilement traités. Malgré les avantages offerts par l'utilisation de ces fibres végétales dans les matériaux composites, leur emploi est encore limité pour des applications non structurelles dans des conditions de charge faible et à moyenne échelle à cause de leur faible stabilité thermique, l'absorption de l'humidité, la faible résistance au feu et le changement de propriété après

l'irradiation ultra violé. Plusieurs recherches ont été faites récemment traitant le sujet des nouvelles fibres ligno-cellulosiques (végétales). Ce travail de thèse est avant tout, une étude exploratoire qui s'inscrit dans le cadre d'un domaine de recherche concernant une nouvelle fibre issue d'une plante sauvage qui est le jonc épars (*JE*) dont le nom scientifique est *Juncus Effusus L*, dans le but de l'introduire comme renfort dans les matériaux composites. Il est à noter aussi que cette plante n'a pas encore été éclairée par les chercheurs. Dans ce travail de thèse on s'intéressera à la caractérisation physico chimique et mécanique de cette nouvelle fibre et de mettre les bases pour des recherches futures liées au développement de cette fibre comme renfort potentiel dans les matériaux bio-composites. Le *JE* est une plante très répandue dans de nombreuses régions du globe y compris l'Algérie et que malgré les bonnes propriétés de ténacité et sa force, elle reste inconnue industriellement mais très peu utiliser artisanalement. Les parties de la racine et de la moelle de *JE* ont été utilisées comme plante médicinale dans la médecine orientale. La tige de *JE* est anciennement utilisée pour la fabrication, des nattes, des poufs et des corbeilles. A cet effet, ce travail de thèse est subdivisé en cinq chapitres :

Le premier chapitre fournit les bases concernant les fibres végétales, soulignant l'étroite relation entre la composition chimique et les propriétés physiques, y compris la structure particulière et le comportement mécanique, notant ainsi que certains détails qui ne sont pas reflétés dans les fibres synthétiques tel que la porosité (la présence de lumens) qui est importante pour des domaines d'application spécifiques (par exemple isolation thermique, électrique et acoustique). Inclure les avantages et inconvénients des composites polymères renforcés par des fibres naturelles, des modes d'extraction des fibres de la plante, ce qui représente une étape fondamentale dans le cycle de fabrication.

La description de façon détaillée des machines utilisées ainsi que les différentes techniques d'expérimentation utilisées pour la caractérisation de cette nouvelle fibre sont présentées dans le deuxième chapitre. Les différents instruments et techniques utilisés sont : les microscopes optique et à balayage électronique (MEB), la spectroscopie infra rouge a transformée de Fourier (FTIR), l'analyse thermogravimétrique (ATG), la calorimétrie à balayage différentielle (DSC), la diffraction au rayon X (DRX) et la machine pour les essais mécaniques ainsi que la technique adoptée pour l'extraction des fibres de *JE* à partir des tiges de la plante.

Les résultats obtenus des tests effectués des caractérisations physico-chimiques (FTIR, ATG, DSC, DRX) et de l'étude morphologique faite par MEB des fibres du Jonc épars sont exposés et discutés dans le troisième chapitre.

Le quatrième chapitre est consacré à la présentation et à la discussion des résultats obtenus des essais mécaniques à savoir la traction uniaxiale sur la fibre élémentaire de *JE*, et les bio composite qui ont été aussi caractérisés en flexion 3-points.

Les résultats expérimentaux des tests des fibres naturelles d'origine végétale sont difficiles à analyser en raison de la dispersion des résultats qui sont une caractéristique inhérente de ce type de fibres. Cette variabilité peut être expliquée par la distribution des défauts dans la fibre ou sur la surface, donc il a été jugé indispensable d'utiliser des approches statistiques, qui sont présentées dans le cinquième chapitre, afin de pouvoir évaluer leurs propriétés mécaniques moyennes. Les analyses statistiques adoptées dans ce travail sont l'approche de Weibull à deux et à trois paramètres ainsi l'analyse de la variance ANOVA à un facteur.

Chapitre 1

Synthèse bibliographique

I.1 Introduction

Ce chapitre mettra l'accent sur les différents types de fibres végétales, soulignant l'étroite relation entre la composition chimique et les propriétés physiques, y compris la structure particulière et le comportement mécanique car ceux-ci font actuellement l'objet d'un intérêt considérable. Les composites à matrice polymère renforcés avec des fibres naturelles, notamment d'origine végétale, ont attirés ces dernières années l'attention de la communauté technique, scientifique et industrielle au vu de certains avantages qu'ils présentent comparés aux différents composites traditionnels renforcés par des fibres de verre. En raison du faible coût et la nature renouvelable de la matière première, du faible poids spécifique, le traitement dans des conditions de température inférieure, aux avantages environnementaux incontestables du recyclage et de la durabilité exploitable à la fin du cycle de vie du produit.

I.2 Origine des fibres naturelles

Les fibres naturelles sont subdivisées en fonction de leurs origines, minérale, animale ou végétale. Les premières sont de longueur limitée, à l'exception des types particuliers tels que ceux de l'amiante, qui sont maintenant connus pour être dangereux pour la santé humaine (cancérogénicité). Les fibres animales telles que (la soie et la laine) sont destinées principalement au secteur du textile. Les fibres végétales sont des structures biologiques principalement composées de celluloses, d'hémicelluloses et de lignines. Dans une proportion beaucoup plus faible, elles peuvent contenir également de la pectine et des substances cireuses constituées de différents types d'alcools et de plusieurs acides (acide palmitique, acide stéarique, acide oléagineux) [MOH-00, BLE -99]. Elles sont d'origine diverse, et peuvent provenir non-seulement des plantes très différentes mais aussi de différentes parties de la plante.

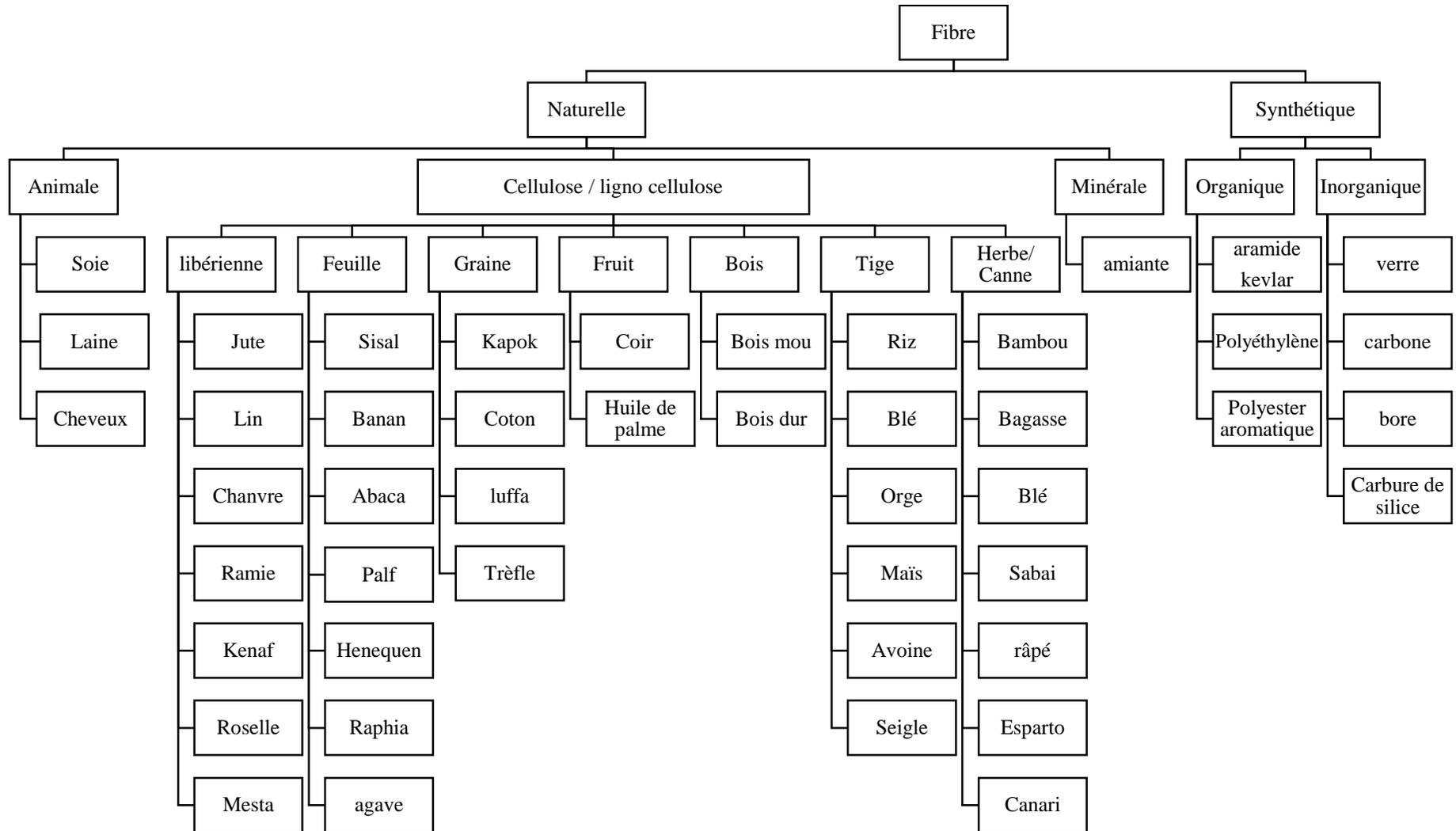


Figure I.1 : Classification des fibres naturelles et synthétiques [YAN-16].

1.2.1 Constituants d'une fibre végétale

Les fibres végétales sont des structures rigides micro fibrillaires [BRU-07]. Les principaux constituants de cette dernière sont (Figure I.2) :

- Au niveau moléculaire, la paroi de la cellule est généralement composée (i) de la cellulose (structure de fibre), (ii) l'hémicellulose (la matrice), (iii) la lignine (accumule le vieillissement de la plante), et (iv) de la pectine (agissant en tant que liant ou une colle aux interfaces) ;
- Des cellules individuelles (appelées micro fibrilles ou fibrilles) avec un noyau creux (lumen) ;
- réseaux cellulaires (faisceaux de fibres ou fibres techniques)

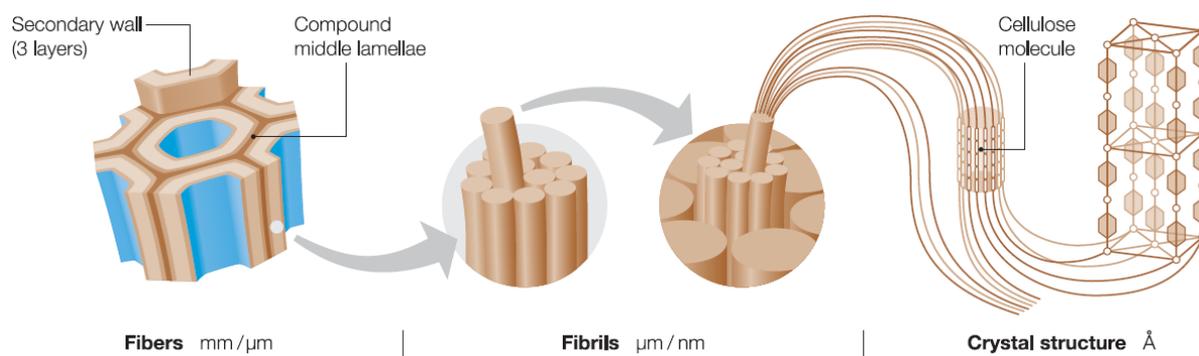


Figure I.2 : Arrangement des micros fibrilles et de la cellulose dans la paroi cellulaire végétale [ZIM-04].

Les quantités relatives des constituants dépendent d'une espèce à une autre, pour le même type de fibre la composition chimique dépend de la maturité de l'organe de provenance de la fibre, des conditions climatiques ainsi que des méthodes utilisées pour l'extraction de la fibre [BEL-99]. Mais dans chaque cas a prévalence de cellulose de sorte que ces fibres sont souvent désignées comme des fibres lignocellulosiques. Le tableau I.1 montre la composition chimique des principales fibres végétales et leurs principaux constituants. On peut noter aussi une forte hygroscopicité de toutes les fibres d'origines végétales avec une teneur en humidité

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

dans laquelle il atteint des valeurs comprises dans l'intervalle de 8 à 12,6 % en poids. Ceci explique par la nature polaire de la macromolécule de cellulose, en raison de la présence de nombreux groupes hydroxyle (trois pour chaque unité monomère du glucoside) et des atomes d'oxygène. La structure moléculaire des fibres végétales révèle deux régions distinctes (Figure I.3) : un bloc de molécules cristallines dense impénétrable. Les zones cristallines possèdent des densités plus élevées que celles amorphes et sont plus résistantes à l'eau [WAL-93] et une région amorphe où l'eau peut être absorbée. Les zones amorphes possèdent moins de liaisons hydroxyles inter-chaines et peuvent réagir avec les molécules de l'eau. L'absorption d'humidité oblige les molécules de cellulose de s'éloigner de plus et, par conséquent, la fibre gonfle lorsqu'elle est mouillée attribuant le caractère hydrophile à cette dernière. Ceci est une caractéristique importante des fibres végétales, car il en résulte que la performance d'un produit sera influencée par sa réaction à l'humidité.

Tableau I.1 : Composition chimique de quelques plantes.

Type de fibre	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Pectine (%)	Eau (%)	Cire (%)	Référence
chanvre	70–74	17.9–22.4	3.7–5.7	0.9	6.2–12	0.8	[MOH-05]
Lin	71	18.6–20.6	2.2	2.3	8–12	1.7	
Jute	61–71.5	13.6–20.4	12–13	0.2	12.5–13.7	0.5	
Ramie	68.6–76.2	13.1–16.7	0.6–0.7	1.9	7.5–17	0.3	
Kénaïf	45–57	21.5	8–13	3–5	-	-	
Banane	63–64	10	5	-	10–12	-	
sisal	66–78	10–14	10–14	10	10–22	2	
coton	85–90	5.7	-	0–1	7.85–8.5	0.6	
coir	32–43	0.15–0.25	40–45	3–4	8	-	
Henequen	77.6	4–8	13.1				
palmie	32 -35,8	24,4 -28,1	26,7 -28,1	-		7	[AMR -16]
Noix de Coco	32 -46	0,15 -0,3	40-45	4	-		[CHE -15]
Bambou	41.7-46.0	20.6-24.5	19.6-24.2	-	-	-	[SI -15]
Miscanthus	31.0-31.5	29.2-35.4	25.3-26.7	-	-	-	[SI -15]

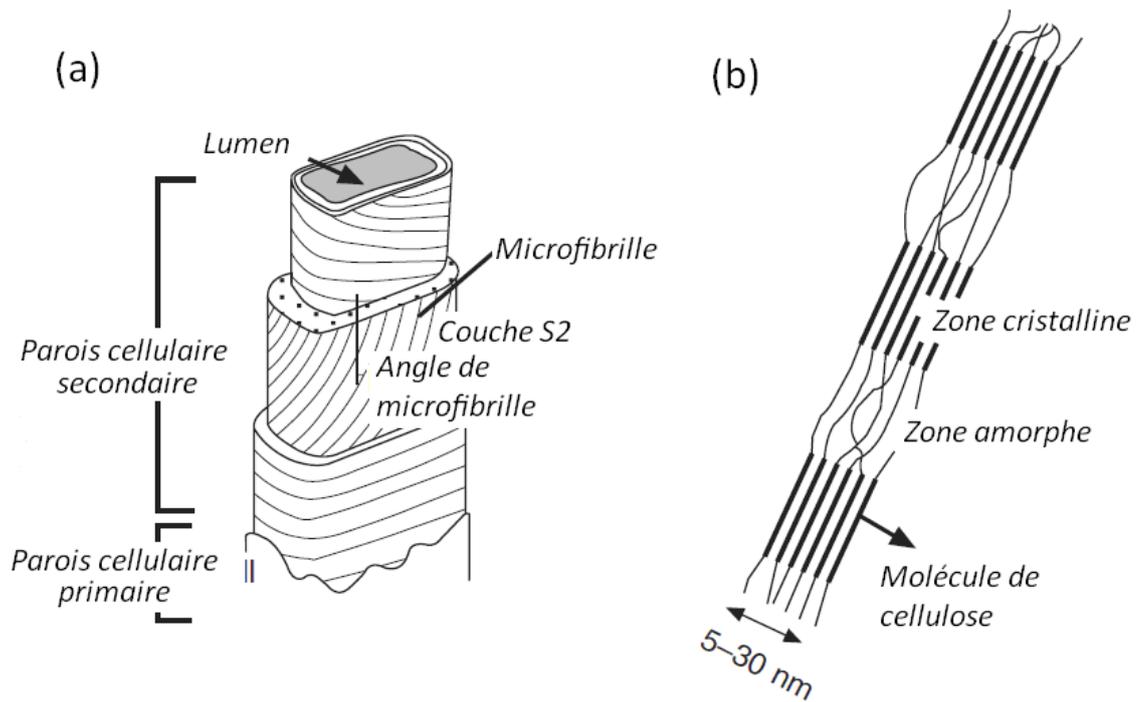


Figure I.3 : (a) Schéma d'une micro-fibrille montrant les différentes couches. (b) Structure cristalline de la cellulose constituant les micro-fibrilles [BAI-04].

1.2.1.1 La cellulose

La Cellulose comme composante principale de la lignocellulose, est la plus abondante ressource naturelle de glucides. Ce homopolymère naturel est le constituant principal de la paroi cellulaire de nombreux végétaux avec une teneur variant de 15% à 99% notamment des plantes et des arbres. Il s'agit d'un polysaccharide homopolymère linéaire $(C_6H_{10}O_5)_n$ (Figure I.4). Son motif répétitif est le cellobiose constitué de successions d'unités D-anhydroglucose reliées entre elles par des liaisons β -1,4-glycosidiques [BAI-04]. Le degré de polymérisation varie entre 10000 et 150000 selon l'espèce végétale [ROW-00]. La cellulose est considérée comme le principal composant qui soutient la structure de la fibre par le contrôle de sa résistance, sa rigidité et sa stabilité structurelle [JON-09, KAB-13].

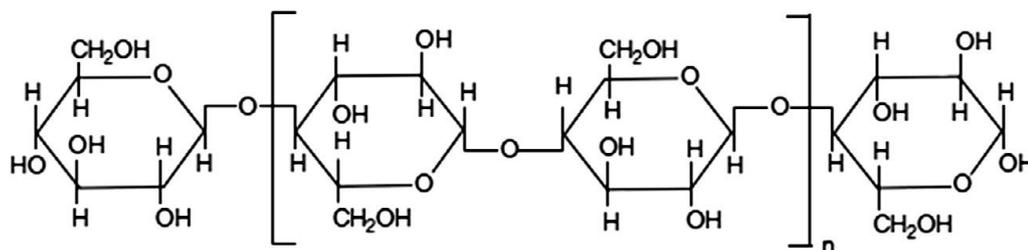


Figure I.4 : Structure chimique de la cellulose [MOH-05].

1.2.1.2 L'hémicellulose

L'hémicellulose (Figure I.5) est le deuxième composant de la paroi chez les végétaux. Les hémicelluloses sont des polysaccharides caractérisées par des masses molaires beaucoup plus faibles que celle de la cellulose et par des structures moins régulières à la fois par la présence de différentes unités dans leurs chaînes ou de ramifications. Elle se dépose comme un ciment entre les micros fibrilles cellulosiques qui forment le squelette de la paroi cellulaire. Elle protège le réseau cristallin de la cellulose. On regroupe sous le nom d'hémicellulose tous les polysaccharides autres que la cellulose et les substances pectiques présentes dans la paroi cellulaire. L'hémicellulose est responsable de la plupart des phénomènes de dégradation thermique [BEG-08].

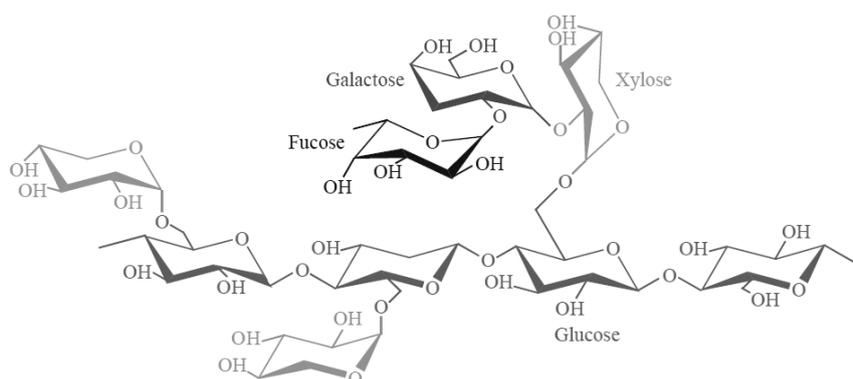


Figure I.5 : Exemple de structure chimique d'hémicelluloses (xyloglucanes) [SED-07].

1.2.1.3 La lignine

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

Il s'agit d'un polymère réticulé ayant une structure très complexe avec les constituants aliphatiques et aromatiques qui varie aussi en fonction de l'espèce et de l'âge du végétal, des conditions climatiques environnantes. La lignine joue le rôle de liant entre les fibres et les micros fibrilles améliorant ainsi leur résistance à la compression [EIC-01]. Elle est essentielle à la rigidité structurale de la plante et joue un rôle essentiel dans le transport de l'eau et des nutriments tout en conférant une résistance aux contraintes mécaniques, à la photo dégradation et à divers agents infectieux [GAL-17], totalement amorphe et hydrophobe agit comme une barrière pour l'eau, limitant sa pénétration à travers la paroi cellulaire. La lignine est une molécule à trois dimensions composée d'unités de phényle propane (Figure I.6). Les unités primaires (monolignols) constituant la lignine sont, l'alcool coniférylique, l'alcool sinapylique et l'alcool p-coumarylique.

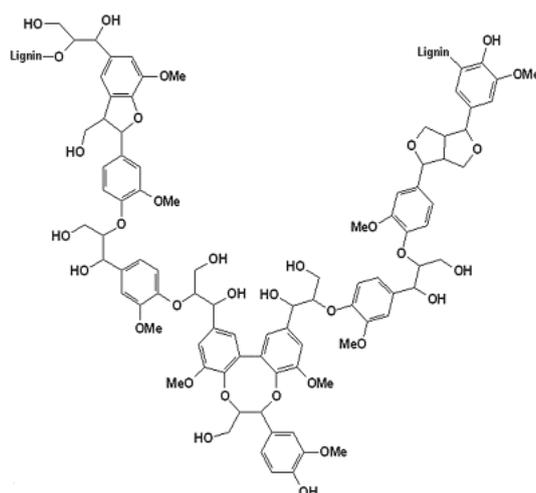


Figure I.6 : Représentation schématique de la lignine [ENR-07].

1.2.1.4 Les pectines

Les pectines sont produites dans toutes les cellules végétales des plantes supérieures et sont un des constituants de la paroi végétale (Figure I.7), constituée typiquement environ 30 % des parois primaires. C'est un polysaccharide hétérogène caractérisé par une teneur élevée en acide D-galacturonique. Elles jouent un rôle structural, leurs chaînes sont reliées entre elles pour constituer un réseau ou un gel. Cet ensemble permet d'emmagasiner une grande quantité d'eau [STA-06].

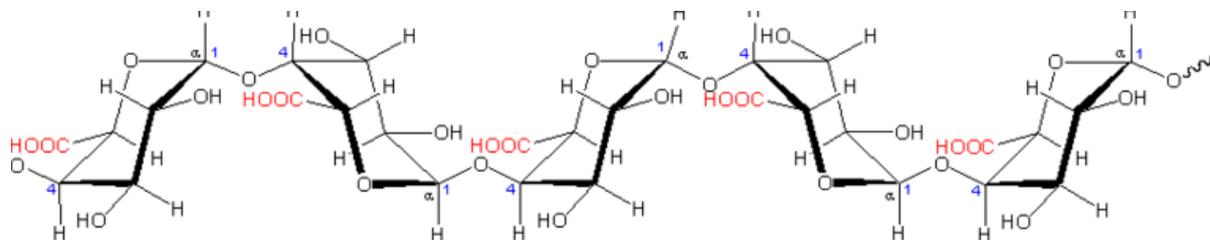


Figure I.7 : Exemple de structure d'une chaîne de pectine [BOU-11].

1.2.1.5 Les cires

Les cires, représentent les différents alcools et acides gras contenus dans les fibres. Ces substances ne sont pas solubles dans l'eau

I.3 Propriétés usuelles des fibres végétales

Plusieurs facteurs peuvent influencer les propriétés des fibres. On peut notamment distinguer l'influence des conditions : i) culturelles de la plante pendant sa croissance (variété de semis, terrain, traitements phytosanitaires, engrais, maturité), ii) climatiques (saison, température, pluviométrie), iii) les étapes de l'élaboration (séchage, rouissage, teillage, filature, traitements) et leurs structures, les dimensions des cellules, les défauts, et la composition chimique.

1.3.1 Propriétés mécaniques

Les variables importantes qui déterminent les propriétés globales des fibres sont : la structure, l'angle microfibrillaire, les dimensions des cellules, la composition chimique [JON-08, DIT-12]. De plus, le mode d'extraction de la fibre et les caractéristiques indépendantes et variables (défaut naturels, milieu de croissance, climat et âge de la plante, localisation de la fibre dans la plante, etc.).

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

Généralement, la résistance à la traction et le module de Young des fibres végétales augmentent avec l'augmentation de leur teneur en celluloses. La défaillance de la fibre s'effectue lorsqu'un élément matriciel perd son collage avec les fibrilles de renforcement et que la liaison hydrogène dans les microfibrilles de cellulose est cassée. Par conséquent, plus la teneur en celluloses est faible, plus la résistance à la traction est faible [KOM-14].

Les propriétés mécaniques sont affectées par la présence du lumen qui est le plus souvent négligé considérant la section transversale pleine. En effet, quand le diamètre du lumen est important par rapport à celui de la fibre, la section réelle des parois de la fibre est plus faible, ce qui conduit à une sous-estimation des propriétés mécaniques. De même, l'eau absorbée par les fibres végétales s'infiltre dans les pores et les régions amorphes des fibres en réduisant la cohésion entre les microfibrilles et agit comme un plastifiant [BAL-02, JOF-03] en transformant la matrice pectique en un gel presque fluide [GIR-97]. Par contre, l'absorption d'eau n'a que peu d'effet sur la cellulose et l'hémicellulose, la rigidité des régions cristallines n'est pas affectée par l'augmentation d'humidité [HEA-63]. L'humidité provoque la formation de champignons à la surface de la fibre après 3 jours d'exposition, ce qui dégrade la fibre et diminue ses propriétés mécaniques [STA-01].

Les fibres lignocellulosiques présentent des propriétés mécaniques qui sont comparables ou même supérieures à celles de fibres de verre.

Le Tableau I.2 montre les propriétés mécaniques de quelques fibres lignocellulosiques et synthétiques usuelles reportées dans la littérature.

Tableau I.2 : Valeurs caractéristiques pour la densité, le diamètre et les propriétés mécaniques de Fibres végétales et synthétiques.

Type de fibre	Diamètre (μm)	Densité (g / cm^3)	σ (MPa)	E (GPa)	ϵ (%)	Références
lin	16.8 \pm 2.7	1.38	945 \pm 200	52.5 \pm 8.6	2.07 \pm 0.45	[BAL-14].
chanvre	42	1.07	285	14.4	2.2	[PLA-09].
jute	-	1.35-1.45	393-773	25-55	1.4-3.1	[SUM-10].
kenaf	-	1.19–1.2	470–785	25.1	1.75–1.9	[BLE-15].
<i>CQ stem</i>	770-870	1.22	2300-5479	56-234	3.75-11.14	[IND-15].
<i>CQ root</i>	610-725	1.51	1857-5330	68-203	3.57-8.37	[IND-15].
<i>Lygeum spartum L.</i>	180-433	1.4997	64.63-280	4.47-13.27	1.49-3.74	[BEL-15].
<i>Arundo donax</i>	-	1.168	248	9.4	3.24	[FIO-14].
Fique	50-200	0.870	200	8-12	4-6	[GAN-04].
Artichaut	300	1.579	182	10.7	2.8	[FIO-11].
Feuille d'ananas		1.07	126.6	4.405	2.2	[ARI-06].
<i>Phoenix dactylifera L.</i>	577 \pm 83	-	117 \pm 35	4.3 \pm 1.4	3.13 \pm 0.7	[AMR-15].
Agave	239 \pm 68	-	132 \pm 66	1.83 \pm 0.94	33.29 \pm 13.55	[BEZ-14].
feuille de palmier		-	97-196	2.5-4.7	2-4.5	[SUL-02].
Oil palm empty fruit bunch	330-340	-	49	2.76	7	[IZA-13].
Verre –E	-	2.5	2000–3500	70	2.5	[CHA-17].
Carbone	-	1,7-1,9	4000	230–240	1.4–1.8	
Aramide	-	1.4	2800-3600	80-190	2-7	

I.3.2 Propriétés physiques

Les propriétés mécaniques des fibres celluloses dépendent également des propriétés physiques de ces fibres telles que le diamètre de la fibre, la longueur, la densité, le gain d'humidité et l'angle de microfibril, etc. [YAN-16].

La structure hiérarchique des fibres végétales naturelles confère au matériau fibreux une excellente performance de propriétés. Les molécules d'hémicellulose sont liées avec une liaison d'hydrogène à la cellulose et agissent comme une matrice de cimentation entre les microfibrilles de cellulose, formant le réseau cellulose/hémicellulose, qui est considéré comme le principal composant structurel de la cellule fibreuse [BIS-05]. Certains éléments physiques importants doivent être connus sur chaque fibre végétale avant qu'elle soit utilisée pour atteindre le potentiel maximal [HAN-97], tel que la forme, taille, l'angle fibrillaire, épaisseur des parois cellulaires, le taux de cristallinité. La présence du lumen diminue la densité apparente de la fibre et agit comme isolant acoustique et thermique. Les dimensions des cellules individuelles des fibres lignocellulosiques dépendent des espèces, de la maturité et de l'emplacement des fibres dans la plante et aussi sur les conditions d'extraction des fibres [JAW-11].

I.4 Microstructure des fibres végétales

Les types de fibres diffèrent les unes des autres pour les différents facteurs. Ils peuvent varier la quantité de cellules pour chaque fibre, la taille des cellules et l'épaisseur de leurs parois et la surface de la section transversale. Tous ces facteurs caractérisent chaque fibre végétale, si bien que chacune présente les caractéristiques mécaniques propres, pour ces raisons, les fibres végétales ont des valeurs de résistance à la traction et le module de Young différentes. Les formes géométriques non régulières des fibres, contribuent également à une évaluation difficile des caractéristiques mécaniques des fibres. Les propriétés physiques et mécaniques proviennent principalement de la structure des parois cellulaires. La figure I.8 montre la subdivision microscopique d'une fibre naturelle.

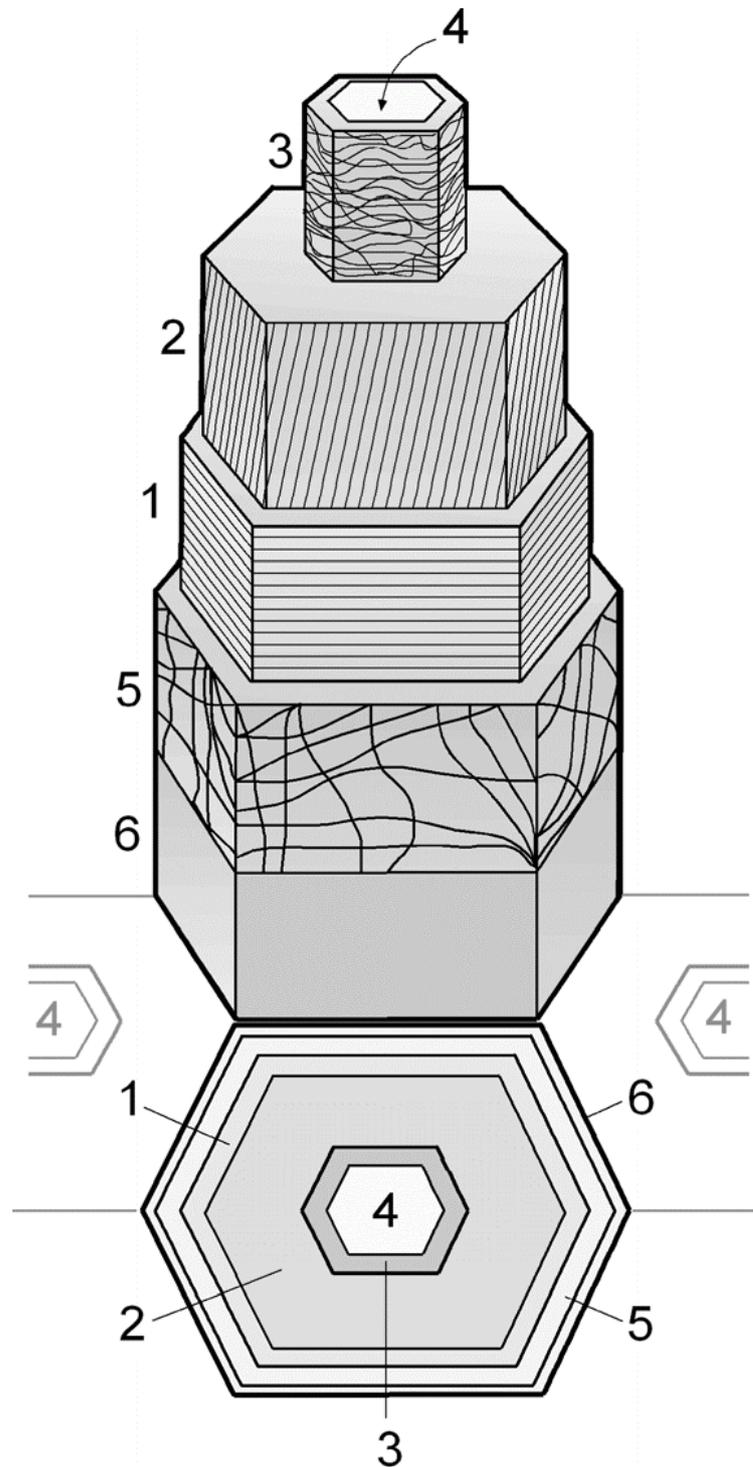


Figure I.8 : La structure d'une fibre élémentaire (cellule unitaire) dans un faisceau de fibre technique ; ou : 5 : paroi primaire (p) ; 1, 2, 3 : parois secondaires (S_1 S_2 S_3) ; 6 : parois collant les cellules unitaire adjacentes (M) et 4 : lumen (L) [SHA-13].

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

Chaque fibre végétale élémentaire est une cellule unique avec une paroi cellulaire épaisse et allongée entourant une cavité centrale (lumen) Figure I.7. Alors que le mur cellulaire est responsable de l'intégrité structurelle de la plante vivante, le lumen est utilisé pour transporter la sève cellulaire, à savoir les fluides aqueux qui circulent à travers la plante et portent les aliments et autres substances vers divers tissus [DIA-16]. En règle générale, la paroi cellulaire primaire représente moins de 2% de l'épaisseur totale de la paroi cellulaire, tandis que la paroi cellulaire secondaire représente jusqu'à 90% de l'épaisseur totale de la paroi cellulaire. Notamment, la paroi cellulaire S_2 est la sous-couche principale, représentant plus de 80% de l'épaisseur totale de la paroi cellulaire [SHA-13].

Les microfibrilles dans les couches S_1 et S_3 sont généralement orientées à peu près perpendiculairement à l'axe de la fibre alors que dans la couche S_2 elles sont orientées selon un angle aigu toujours par rapport à l'axe. Les micro-fibrilles sont faiblement liées et ordonnées, tandis que ceux dans la paroi secondaire montrent un système beaucoup plus régulier [ABE-05].

Microstructure de quelques fibres végétales

Les Figures I.9 à I.13 représentent des observations au microscope à balayage électronique (MEB) de quelques fibres végétales.

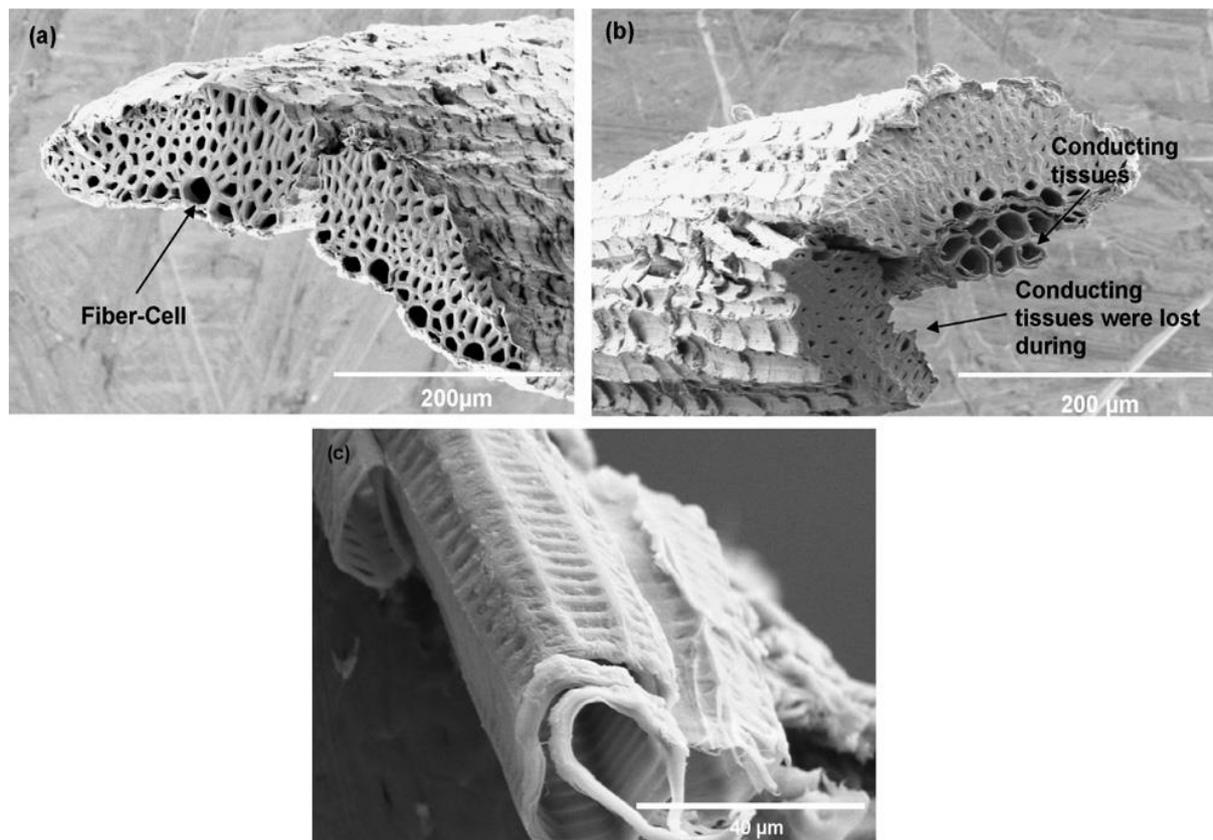


Figure I.9 : Différents types de fibres de sisal : (a) fibre structurale, (b) fibre a arc avec des tissus conducteurs (c) tissu conducteur. [SIL-08].

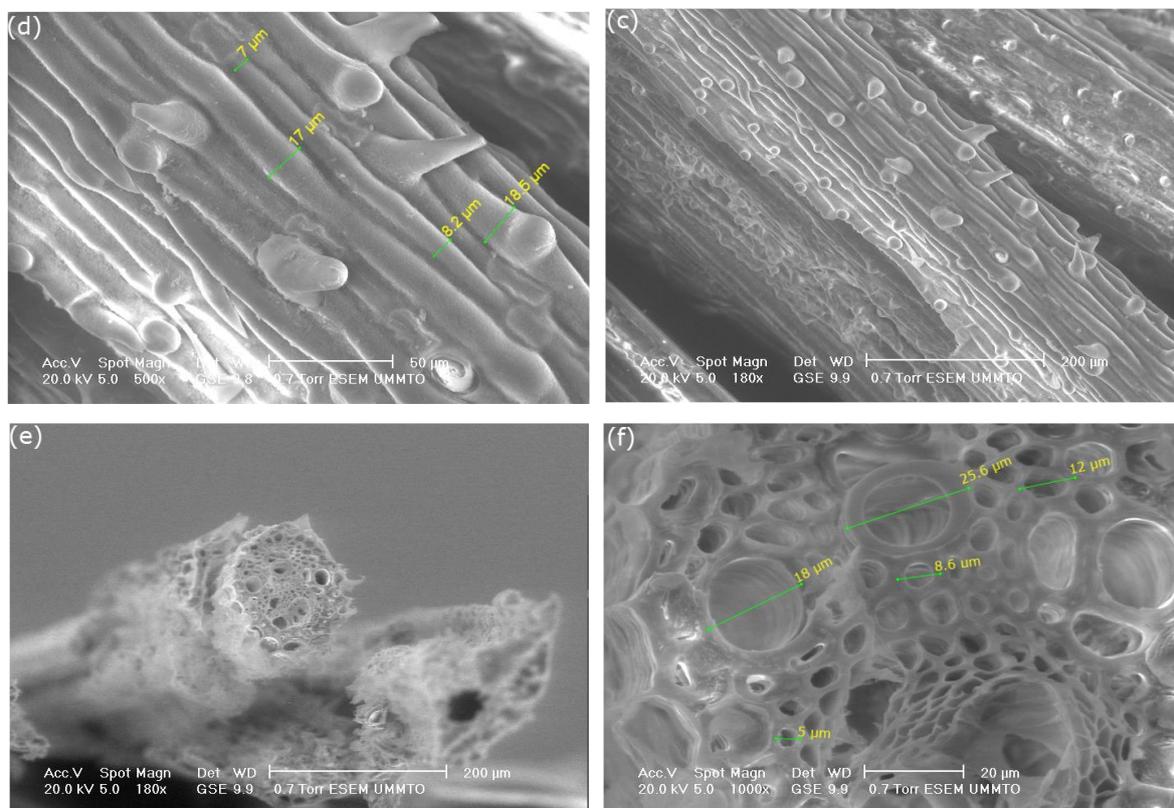


Figure I.10 : Micrographie MEB de la fibre de *Lygeum spartum* [BEL-15].

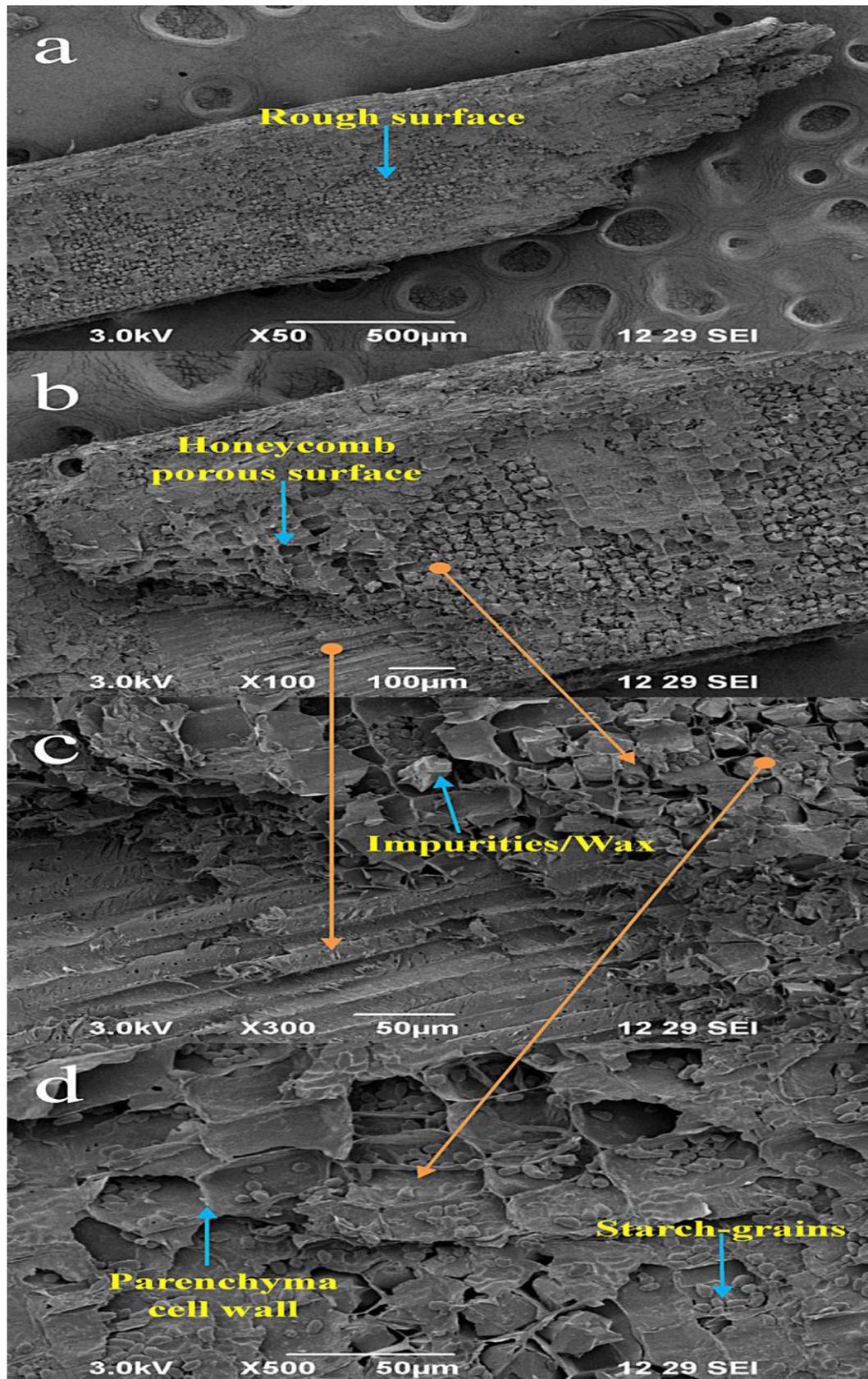


Figure I.11 : Micrographie MEB de la tige de *Cissus Quadrangularis* (a) 50×, (b) 100×, (c) 300×, (d) 500×. [Ind-15].

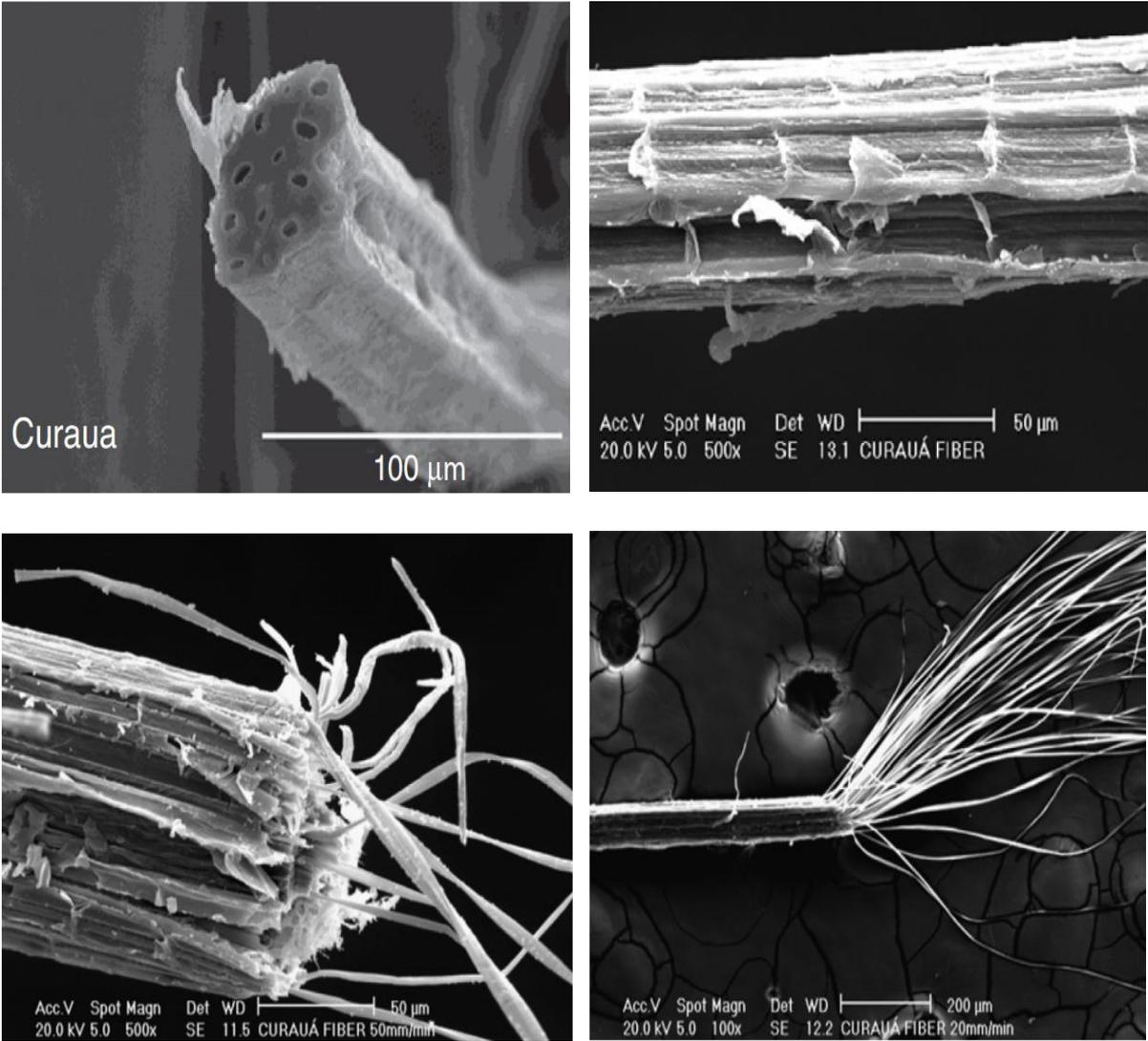


Figure I.12 : Micrographie MEB de la fibre curaua. [FID-13, TOM-07].

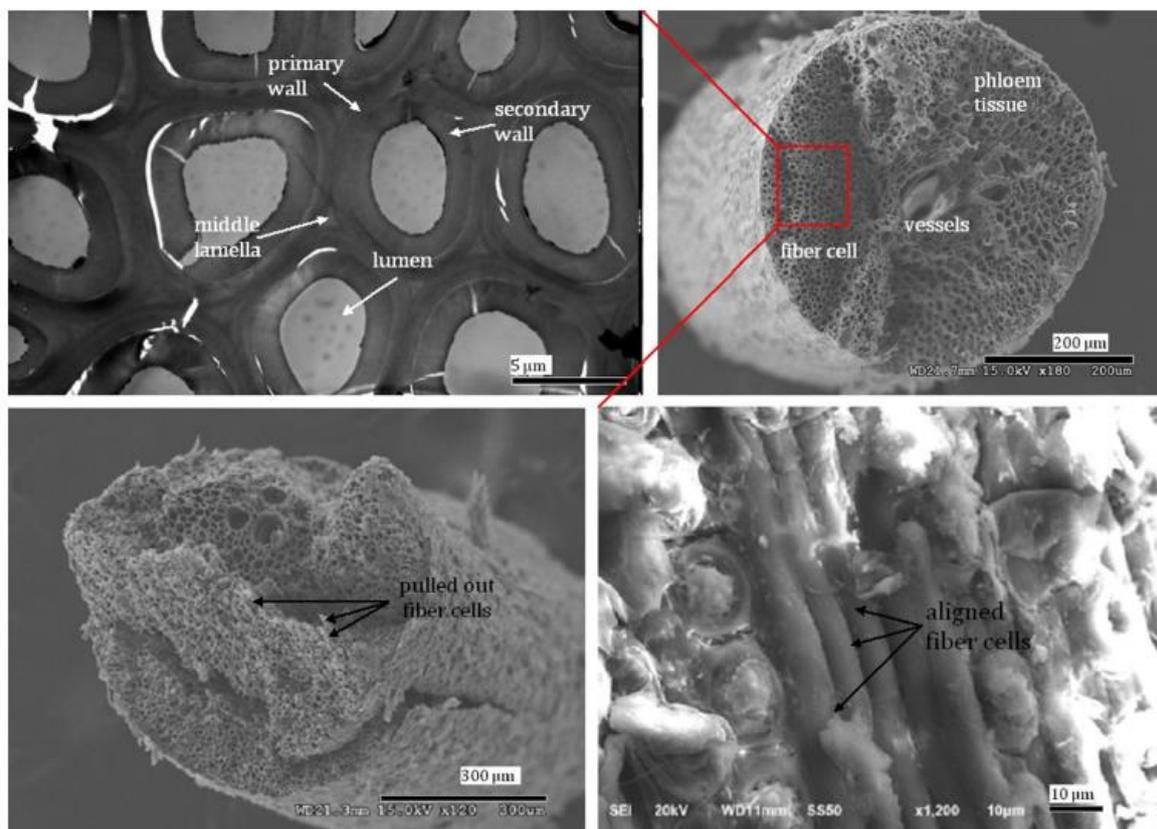


Figure I.13 : La section transversale et la cellule fibreuse de la fibre de palme [ZHA-15].

I.5 Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales

Les préoccupations environnementales et les législations gouvernementales tendent à rediriger l'intérêt de la communauté scientifique vers l'utilisation de matériaux d'origine naturelle, concentrant ainsi les sujets de recherche sur les matériaux recyclables, renouvelables et durables ayant un impact réduit sur la nature. Le développement de la prochaine génération de matériaux et de processus est donc fortement influencé par les principes de la durabilité, de l'éco-efficacité et de la chimie verte. Les fibres naturelles comme le lin, agave americana, le chanvre, le sisal, le jute ont été proposés comme des fibres végétales pouvant substituer les fibres synthétiques, notamment les fibres de verre, dans de nombreuses applications à cause de leur biodégradabilité et leurs bonnes propriétés physiques et mécaniques. Les principaux avantages et inconvénients de ces fibres sont les suivants :

1. Faible poids spécifique, ce qui entraîne une plus grande résistance spécifique et rigidité par rapport aux composites renforcés de fibres de verre ;

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

2. Existence sous forme fibreuse ;
3. Ressource renouvelable avec production nécessitant peu d'énergie. En effet, la quantité d'énergie nécessaire pour la production de textiles et de tissus de fibres végétales a été estimée à environ 80% inférieure à celle de la production de fibres de verre ;
4. Bonnes propriétés d'isolation thermique et acoustique ;
5. non abrasives à l'équipement de traitement par rapport aux fibres de verre, ce qui leur confère des avantages notamment quant à la longévité de l'outillage ;
6. Biodégradabilité ;
7. Faible coût ;
8. L'atmosphère de traitement est amicale avec irritations cutanées et respiratoires réduites lors de la manipulation et de l'utilisation.

Les principaux inconvénients sont :

9. Faible résistance à l'humidité ce qui entraîne un gonflement des fibres et par conséquent des variations dimensionnelles du matériau final ;
10. Faible résistance au feu ;
11. Grande dispersion de tous les paramètres à cause de l'origine des fibres, la qualité des semences, les conditions météorologiques pendant la croissance, la récolte et les procédures de traitement influent sur la performance des matériaux finaux ;
12. Faible adhésion fibre/matrice à cause des groupes hydroxyles et polaires dans les composants ;
13. Dépendance des prix par rapport aux résultats de la récolte ou de la politique agricole des états ;
14. Température de traitement maximale limitée par la stabilité thermique. La température moyenne maximale supportée par les fibres est comprise entre 150 et 200 degrés, en fonction du temps durant lequel elles y sont soumises. Au-dessus de cette plage de température, les fibres se dégradent et subissent des transformations physiques et chimiques désavantageuses.

Les fibres végétales offrent plusieurs avantages économiques, techniques et avantages écologiques par rapport aux fibres synthétiques (Tableau I.3).

Tableau I.3 : Comparaison entre les fibres végétales et synthétiques.

Propriétés	Fibres végétales	Fibres de verre	Fibres de carbone
Coût	Bas	Moyen	Élevé
Densité [gcm^{-3}]	Basse ~ (0,97-1,55)	Élevée (2,50-2,70)	Moyenne ~ (1,70-2,20)
Propriétés mécaniques	Moyenne et basse	moyenne	élevée
Dispersion des propriétés mécaniques	Importante	moyenne	moyenne
Abrasif pour les machines	Non	Oui	Oui
Source renouvelable	Oui	Non	Non
Recyclable	Oui	Non	Non
Biodégradable	Oui	Non	Non
Consommation d'énergie	basse	haute	haute

Généralement pour les secteurs de l'automobile et de l'aéronautique on cherche souvent à alléger les structures tout en gardant de bonnes propriétés mécaniques. Les propriétés mécaniques spécifiques (rapportées à leur densité) semblent alors être les plus pertinentes à prendre en compte pour le choix des matériaux à utiliser pour des applications industrielles. L'utilisation des composites à base de fibres naturelles permet une réduction de la masse des structures d'environ 10 à 30%, un avantage extrêmement valorisable dans le domaine de l'automobile [BLE-06], ceci peut conduire à une réduction de 10% de la masse du véhicule ce qui peut réduire la consommation du carburant d'environ 7% [MAR-14].

C'est dans cette direction qu'Ashby [ASH-08] a mis en place un diagramme qui consiste à optimiser deux indices de performance : la rigidité spécifique et la contrainte spécifique. L'objectif est de trouver un bon compromis entre ces deux indices afin de classer et sélectionner les matériaux. Les données d'un diagramme d'Ashby [ASH-08] sur les fibres naturelles (Figure I 14) confirment que les fibres végétales et plus précisément les fibres libériennes (Lin, chanvre, jute) possèdent une rigidité spécifique supérieure à celle des fibres de verre. La résistante spécifique reste meilleure pour le verre. D'après le diagramme d'Ashby, le lin et le chanvre semblent être des bons concurrents pour le verre dans le domaine des composites.

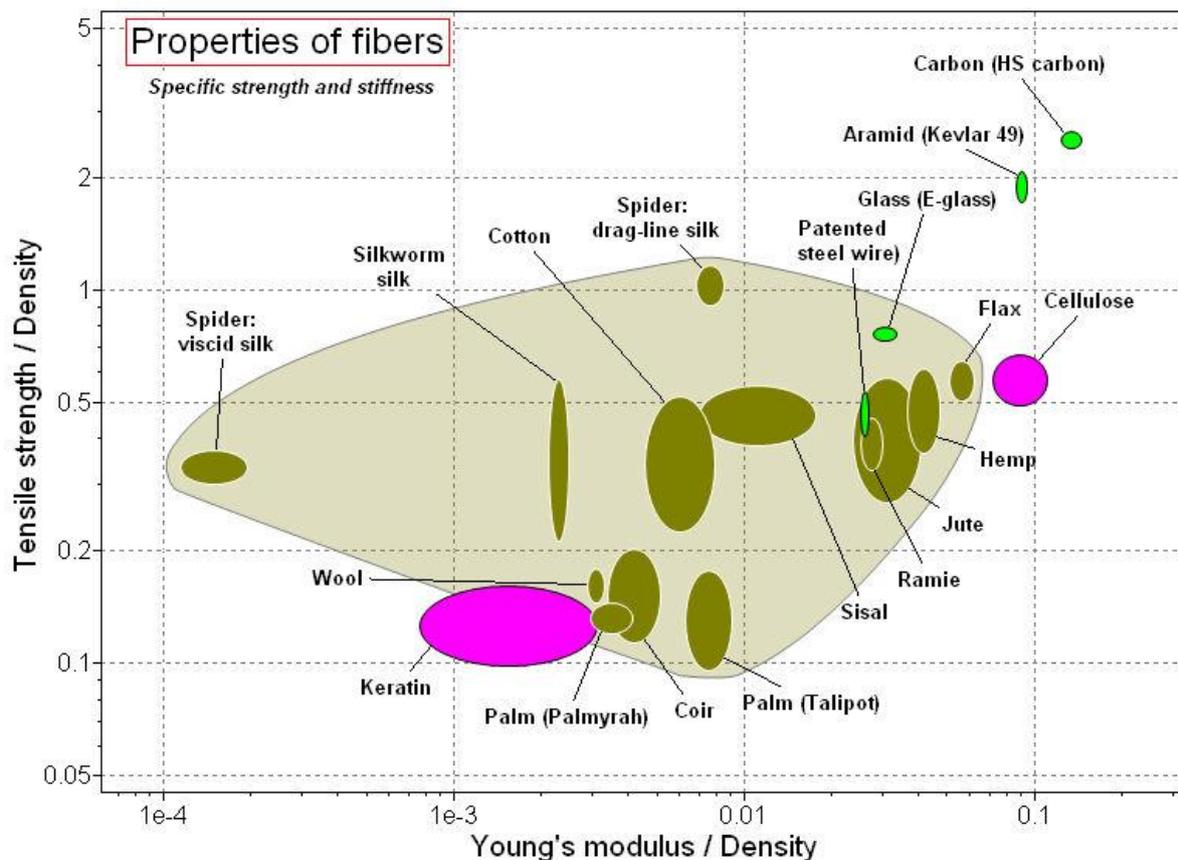


Figure I.14 : Diagramme d'Ashby comparant les performances mécaniques spécifiques des fibres naturelles comparées aux fibres synthétiques [ASH-08].

I.6 Méthodes et procédé d'extraction des fibres

Les techniques d'extraction des fibres végétales ont un effet significatif sur la qualité et la performance des fibres obtenues. Vu la diversité de provenance de la fibre végétale (tige, feuille, graine, fruit) le procédé d'extraction diffère d'un type de fibre à l'autre. Les procédés de séparation des fibres généralement utilisés actuellement sont illustrés dans le diagramme (Figure I.15).

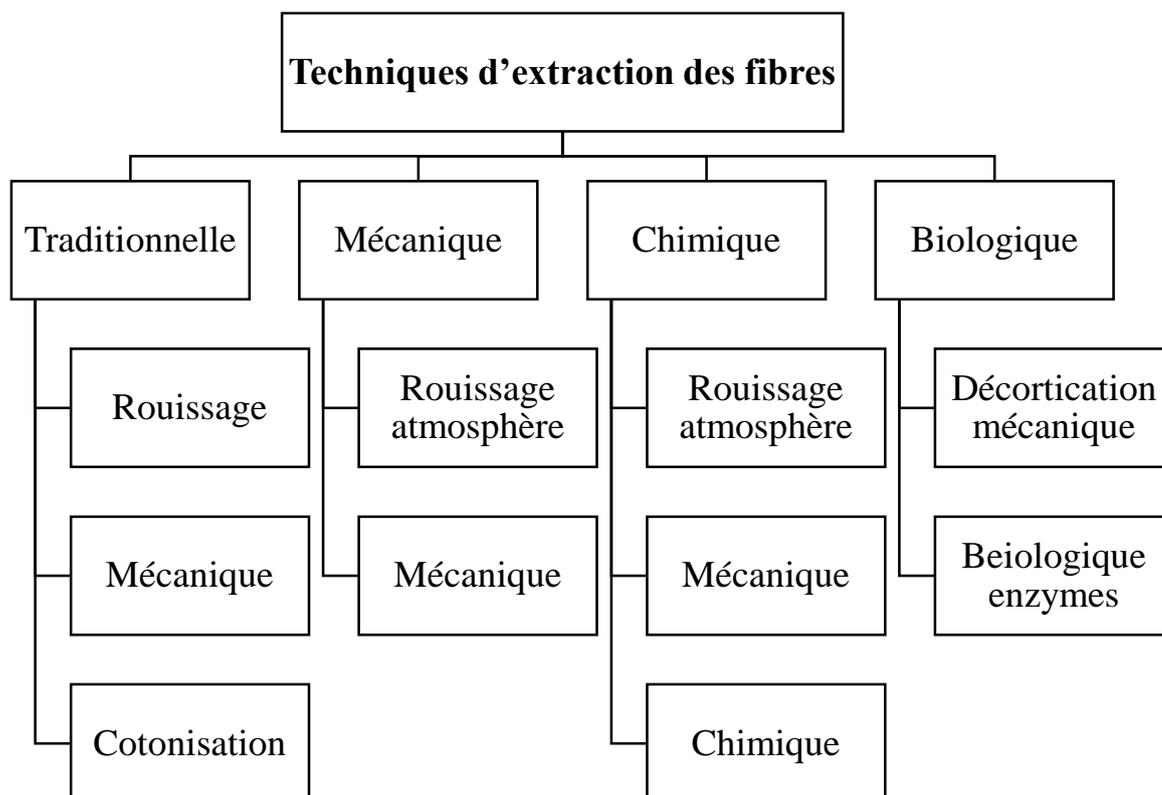


Figure I.15 : Diagramme des techniques d'extraction des fibres végétales. [BAL04].

I.6 1 Procède de rouissage

I.6.1.1 Rouissage biologique

Dans cette technique la récolte est soumise aux bactéries et à l'humidité pour faciliter la séparation des faisceaux de fibres de tiges ou de feuilles par leur décomposition. Les bactéries anaérobies se développant au cours de la fermentation abandonnent diverses enzymes produisant une dégradation progressive des ciments intercellulaires [SHA-92]. Bezazi *et al.* [BEZ-14] ont extrait la fibre de l'Agave americana par deux techniques d'extraction : celle obtenue par rouissage dans l'eau pendant 10 à 13 jours et celle obtenue par enfouissement dans la terre pendant 90 jours (Figure I.16).



Figure I.16 : (a) Exemple des fibres *Agave americana* L. de la région de Guelma (Algérie), (b) section de la plante (c) Extraction après 90 jours ; (d) fibres obtenues. (e) Fibres d'Agave par immersion dans l'eau 10 à 13 jours ; (f) fibres obtenues [BEZ-14].

1.6.1.2 Rouissage physico-chimique

Il existe deux types :

1-Rouissage par solution alcalin : Les produits chimiques utilisés dans les travaux de la littérature sont variés. Des chélateurs des ions calcium comme l'acide éthylène diamine tétra acétique (EDTA) sont surtout utilisés [SHA-88]. L'application est réalisée dans le but d'éliminer les complexes de calcium présents dans les lamelles mitoyennes des plantes.

2- Rouissage par explosion à la vapeur : La méthode à l'explosion à la vapeur (Steam Explosion process) consiste à mettre les fibres dans une cuve avec de la vapeur et y augmenter la pression. Des traitements chimiques sont également ajoutés afin d'obtenir la qualité de fibres désirées.

Cette technique est assez énergivore puisqu'elle demande de 0,3 à 0,7 tonne de vapeur par tonne de fibres [BAU-04].

L'étude menée par Keller [KEL-03] sur les fibres de chanvre séparées par explosion à la vapeur montre quelles sont bien isolées grâce à l'élimination de la majeure partie des substances colleuses. Leurs surfaces semblent plus lisses que celles des fibres séparées mécaniquement (Figure I.17)

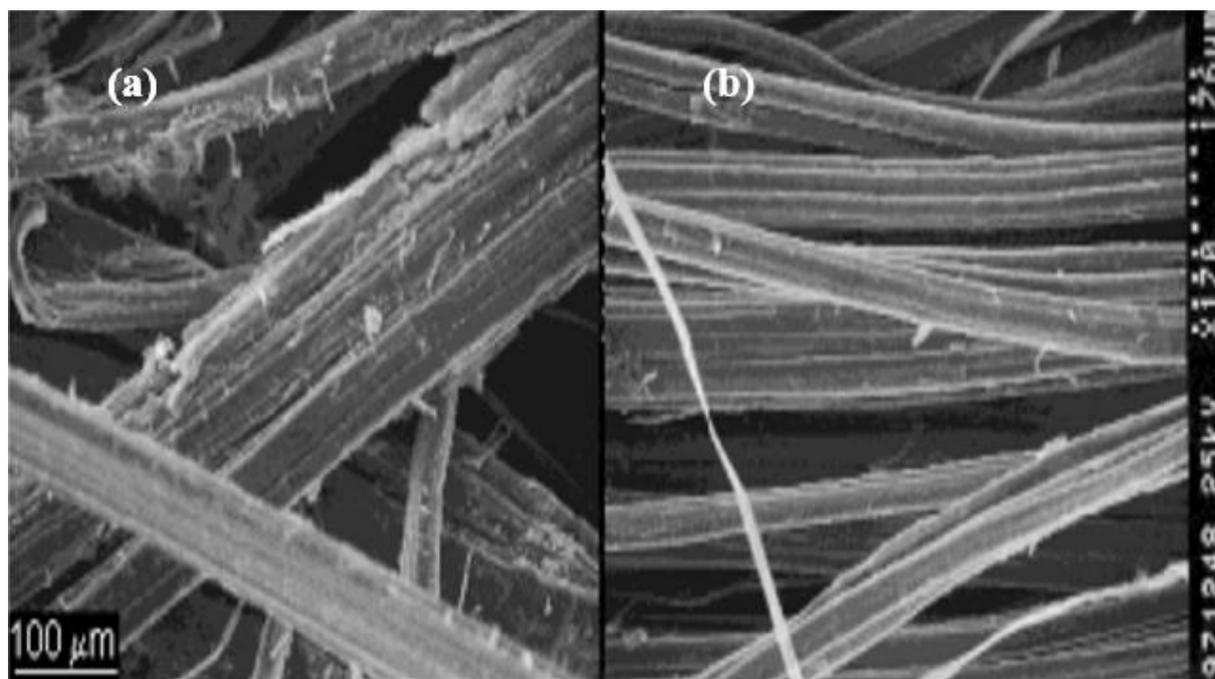


Figure I.17 : Séparation des fibres de chanvre par (a) séparation mécanique (b) séparation par explosion à la vapeur [KEL-03].

I.6.1.3 Rouissage mécanique

Les méthodes mécaniques d'extraction par des machines à décortiquer qui sont utilisées pour les fibres telles que la banane, le sisal, le lin ou jute. En Allemagne, la société Ariadne, a conçu, suite à différents projets de recherche, une machine de décortication mobile (2 remorques de camion) capable via des réglages divers de sortir la qualité de fibres demandée par l'utilisateur. Cette machine décortique le chanvre, mais aussi le lin ou toute autre plante à fibres. Les fibres peuvent être plus ou moins longues (le secteur du textile recherche des fibres entre 5 et 10 cm de long) et avec plus ou moins de fibrilles [BAU-04].

I.7 Échange, événements et visions

Au cours des dernières décennies, les matériaux composites bio ou non ont connus une évolution notable. Un regain d'intérêt est apparu car une nouvelle génération de composites a fait son apparition grâce aux recherches permettant de mieux comprendre leurs comportements et par conséquent, les performances se sont améliorées et de nouvelles opportunités ont été identifiées. Les tendances récentes telles que le désir de diminuer la dépendance au pétrole et aux dérivés pétrochimiques, la volonté d'augmenter l'aspect «ecofriendly» de nos produits de consommation (valoriser des produits à plus faible empreinte environnementale).

D'après l'European Industrial Hemp Association (EIHA), dans les dix prochaines années (2010-2020), la part des biocomposites sur le marché européen des composites va augmenter de manière significative allant de 12% pour l'année 2010 ce marché devrait atteindre 22% en 2020 [EIHA-10].

De même les recherches scientifiques concernant les fibres naturelles d'après une étude réalisée par Amroune [AMR-16] ou l'auteur a présenté le nombre de publications référencées sur le site web "Science Direct" géré par l'éditeur Elsevier. Le nombre de publications passant de 5508 au début des années 2000 à 8572 en 2005. Et de 12116 en 2010 à 20726 en 2015 (Figure I.18).

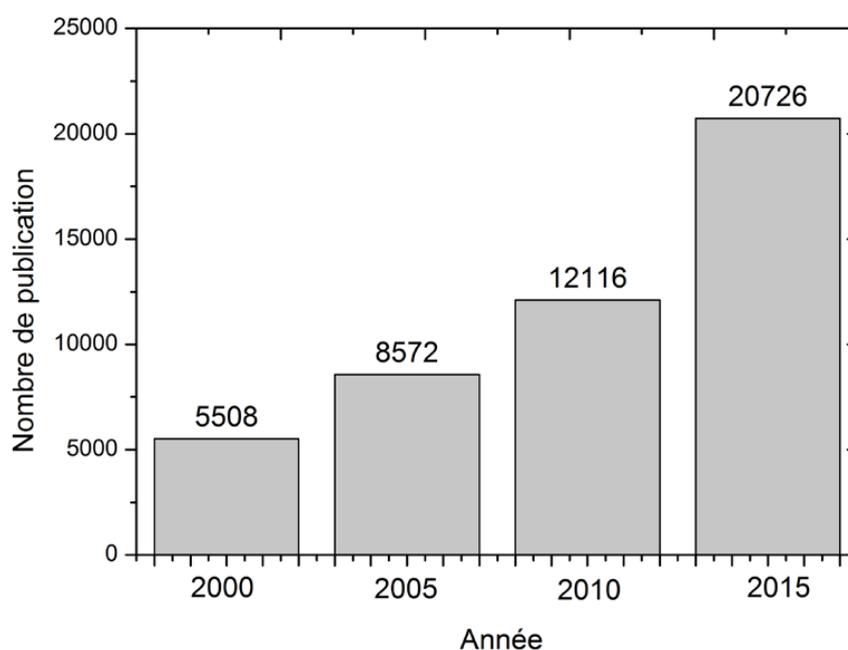


Figure I.18 : Publications sur les fibres naturelles [AMR-16].

I.8 Application des composites à base de fibres végétales

Depuis de nombreuses années, laboratoires et centres techniques à travers le monde réalisent des travaux visant à incorporer des matériaux d'origine végétale. Ces travaux répondent au souci de préserver l'environnement tout en limitant les prélèvements de matières non renouvelables. Les fibres végétales (bois, lin, chanvre, coton, sisal...) incorporées dans des matrices bio ou non en forment des composites déjà industrialisés et commercialisés. Les polymères renforcés de fibres végétales ont été utilisés avec succès dans les domaines, aéronautique, mécanique et naval. Récemment, leurs propriétés mécaniques remarquables, leurs rapports rigidité / poids élevés et leur résistance / poids, ainsi que la résistance considérable à la corrosion, ont également améliorés leur utilisation dans le domaine du génie civil, remplaçant ou intégrant matériaux traditionnels tels que l'acier, l'aluminium, les briques de céramique, le bois, le ciment, les agrégats, le revêtement et les matériaux de séparation pour le développement de bâtiments durables.

Les applications commerciales sont à plus de 95% dans le marché de l'automobile pour des composants intérieurs (Figures I.19, I.20) suivi du domaine de la construction ,cadres de fenêtres, panneaux de toits, parties de ponts, le domaine du sport ,coque de bateaux, canoë, cadres de vélos, raquettes de tennis (Figure I.21), le domaine des meubles et des produits de consommation (chaises, tables, casques, valises et emballages) figure I.22 et le domaine de la tuyauterie et réservoirs. Dans la plupart de ces applications les fibres végétales ne sont utilisées que comme des charges légères, peu coûteuses et écologiques.

Les chercheurs ont également revendiqués ses applications prometteuses dans la conception de ponts de liaison, d'escaliers, de garde-corps, de portes et de cadres de portes pour éoliennes, en raison de ses poids inférieurs et de ses propriétés d'amortissement inférieures à celles des blocs en bois coûteux. [SCA-15] ont rapporté une évaluation comparative entre des composites de verre E et de fibres de chanvre basées sur un projet préliminaire d'hélicoptère, pour étudier l'utilisation de composites à fibres naturelles pour des applications semi-structurelles, telles que l'application de racks et pour intérieurs giravions. Récemment les déchets de tiges de maïs ont été convertis en composites carbonés conducteurs poreux hiérarchiques bidimensionnels pour les matériaux d'électrode de batteries lithium-ion par un procédé d'activation chimique vert et simple (Figure I.23) [XU-16]



Figure I.19 : Aperçu des applications des composites de fibres naturelles dans le domaine de l'automobile [FAR-12].



Figure I.20 : Panneau utilisé dans l'industrie automobile en fibres de chanvre [Source Flexform Technologies].

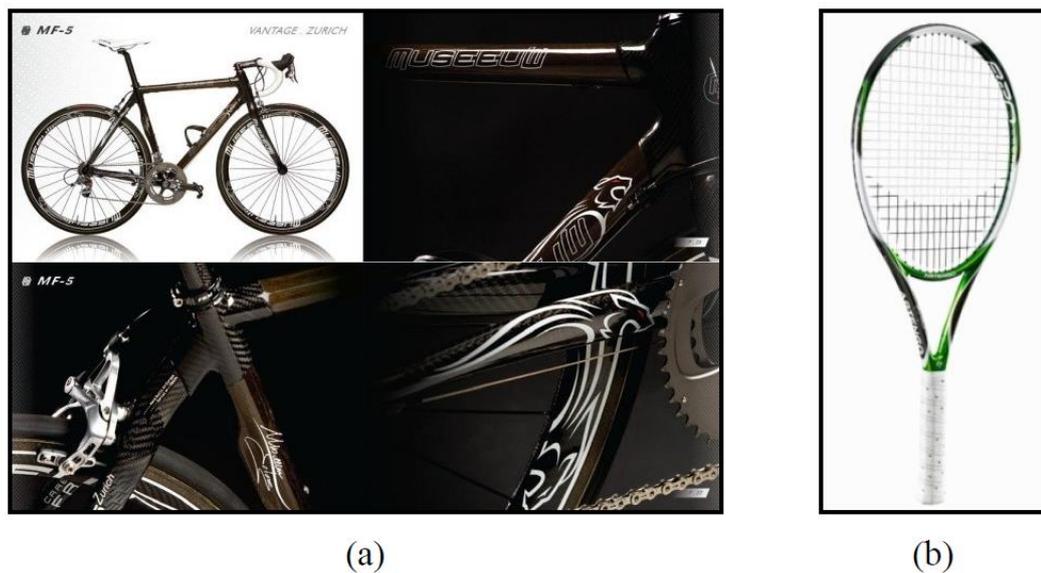


Figure I.21 : Matériels de sport fabriqués en agro-composite renforcés par du Lin : (a) vélo de course Museeuw MF-5 (b) raquette de tennis Artengo 820 [ILC-13].



Figure I.22 : Applications des composites de fibres naturelles dans les produits de construction [FAR-12].



Figure I.23 : Tiges de maïs poreuses hiérarchiques bidimensionnelles / composites de carbone pour matériaux d'électrode [XU-16].

I.9 Synthèse des travaux réalisés sur les fibres végétales

L'utilisation des composites à base de fibres végétales/polymère bio ou non, ces dernières décennies, ont eu plus d'amplitude en raison des avantages offerts par ces matériaux. Plusieurs recherches ont été faites traitant le sujet des fibres ligno-cellulosiques.

L'étude portée par (Amroune et al 2015) [AMR-15] sur les fibres de bras de grappes des palmiers dattier (Figure I.24) révèle que l'effet des traitements chimiques à l'alcalin en variant le temps de permanence et le taux de concentration de la solution NaOH affecte les propriétés mécaniques des fibres de bras de grappes des palmiers dattier. Les résultats obtenus exhibent une nette amélioration des propriétés mécaniques notamment lorsque la concentration de la solution alcaline est faible (0,5% de NaOH) pour une durée d'immersion de 12h. Ce qui a permis une augmentation de 178% de la contrainte à la rupture de (117 MPa à 327,71 MPa) et 167% de la valeur du module de Young de (4,33GPa 11,62GPa) à par rapport aux fibres non traitées.

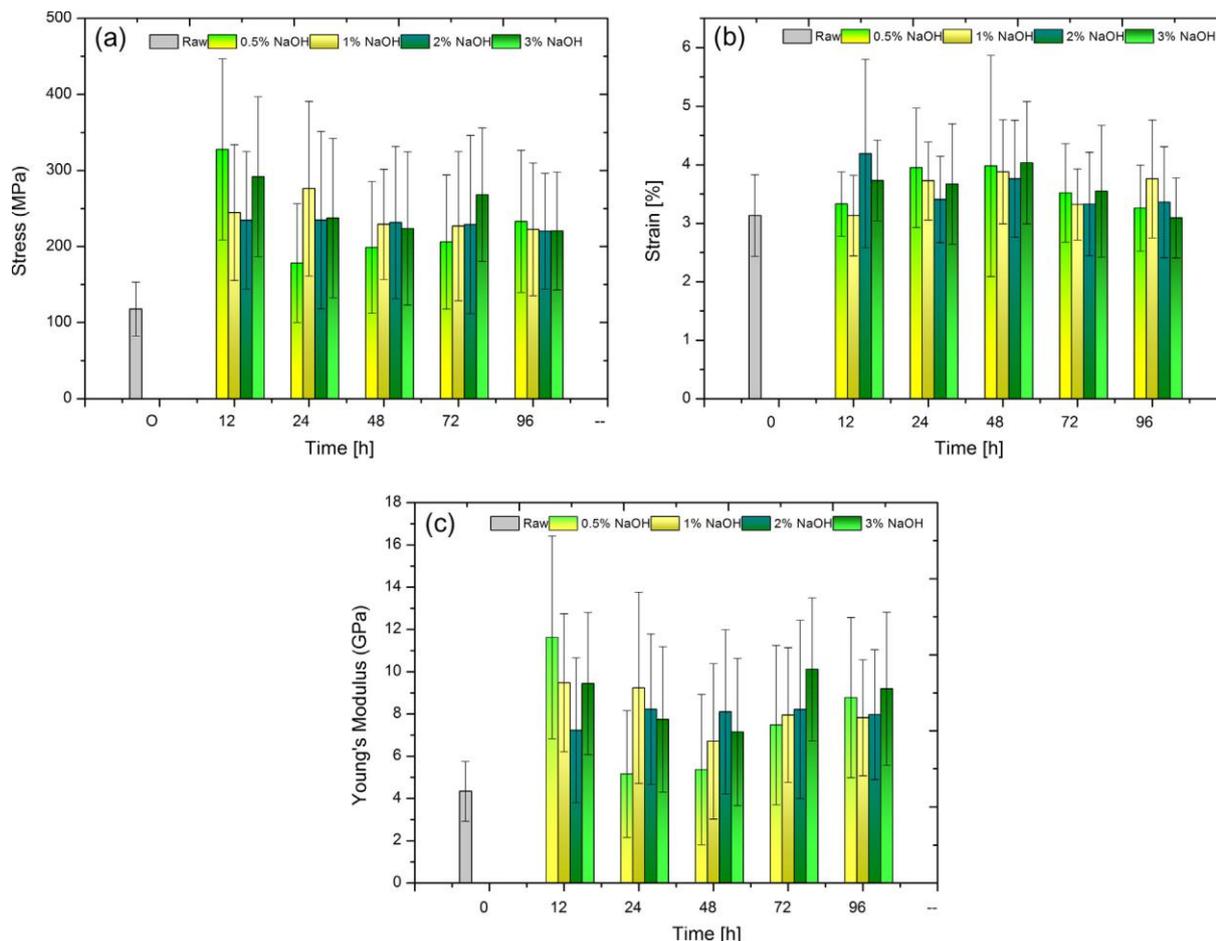


Figure I.24 : Propriétés mécaniques des fibres de bras de grappes de palmiers dattier (a) contrainte à la rupture (b) déformation à la rupture (c) module de Young [AMR-15].

L'analyse conduite par (Saaidia et al 2017) [SAA-17] sur les propriétés mécano-physiques et conception statistique des fils de jute traité et non traité (Figure I.25). Les propriétés mécaniques à savoir le module de Young, la contrainte et la déformation à la rupture ont eu une augmentation à de faibles concentrations de NaOH (2%) et à faible temps d'immersion (2h) de 5-34% pour la contrainte de (117.7 à 178.4 MPa) et de 5-25% pour le module d'Young de (19.78 à 26.4 GPa) par rapport aux fibres non traitées. contre les propriétés mécaniques à des forte concentration de NaOH (5%, 10% et 25%)

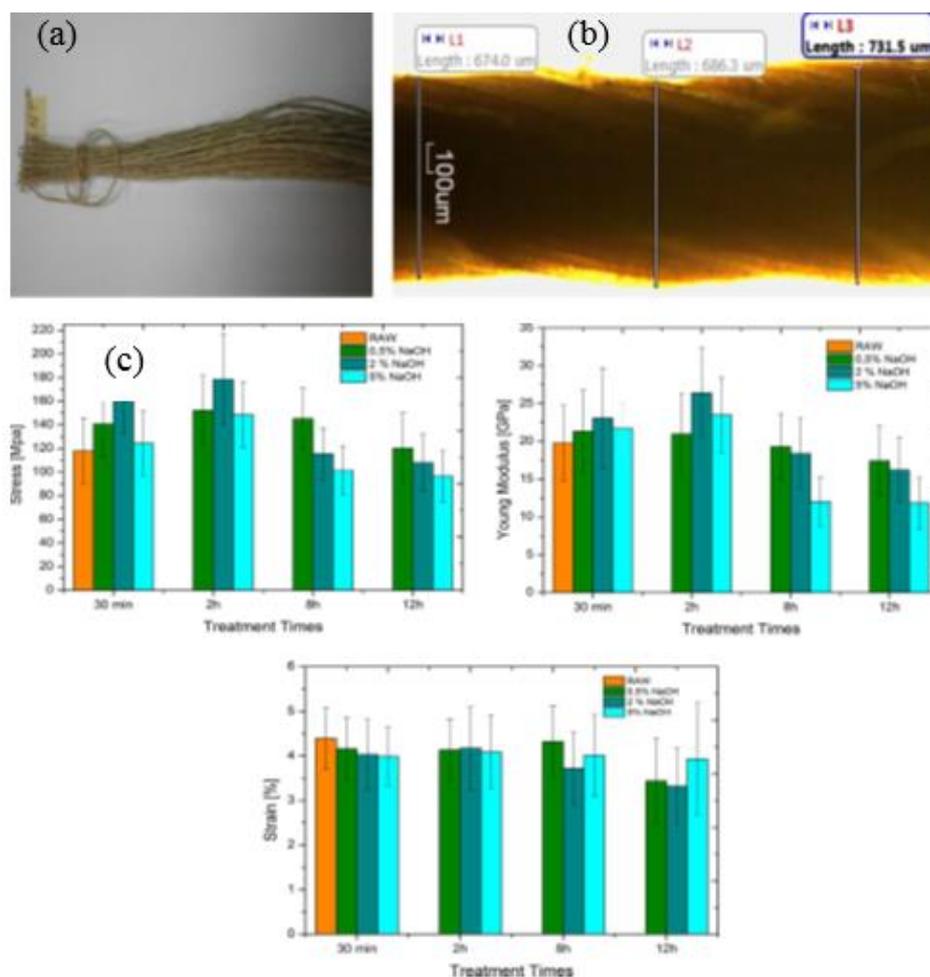


Figure I.25 : (a) Faisceau de 30 fibres de jute, (b) mesure du diamètre à l'aide d'un microscope optique (c) Propriétés mécaniques des fibres de jute de fil non traitées et traitées par différentes concentrations de NaOH pour divers temps d'immersion [SAA-17].

Le travail réalisé par (Belouadah et 2015) [BEL-15] sur la caractérisation d'une nouvelle fibre cellulosique naturelle *Lygeum Spartum* L (LS) pour évaluer leur utilisation potentielle comme renfort dans les composites. Les tiges de LS ont été coupées à une longueur de 50 à 97 cm environ, lavées avec de l'eau distillée pour éliminer les contaminants et la saleté adhérente. Après cela, les tiges ont été complètement immergées dans le récipient rempli d'eau fraîche et couvert pendant une période de 15 jours à température ambiante pour subir une dégradation microbienne. la (Figure I.26) illustre le processus d'extraction de la fibre de (LS). Les tiges LS ont été brossées manuellement, lavées plusieurs fois dans de l'eau distillée pour éliminer toute matière indésirable restante de la surface de la fibre. Enfin, les faisceaux de fibres ont été séchés dans le four à 70 °C pendant 6h pour éliminer l'humidité. Les fibres ont été

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

soumises à une charge de traction quasi-statique et une vitesse constante de 1 mm/min à une longueur de mesure de 40mm. Les valeurs moyennes de la contrainte à la rupture, de la déformation à la rupture et du module de Young de 30 échantillons ont été trouvées respectivement égales 280MPa, 13.2GPa. 1.49 – 3.74%.

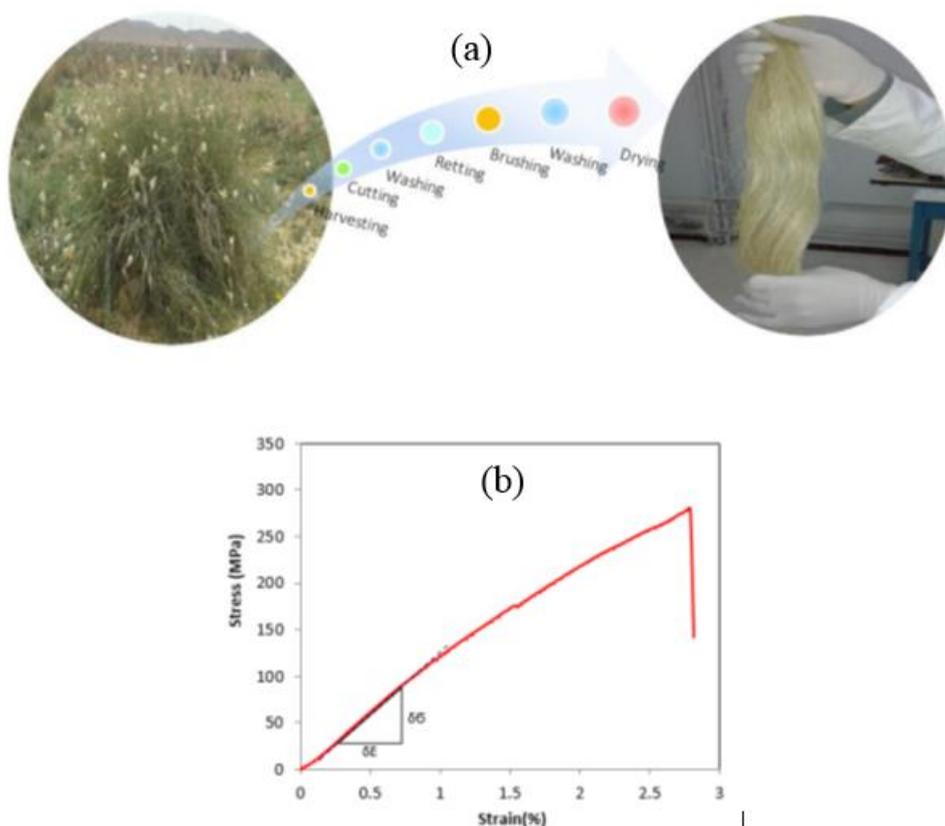


Figure I.26 : Le processus d'extraction des fibres. (Lygeum Spartum L) de la plante aux fibres [BEL-15].

Scalici et al [SCA-16], ont étudié l'effet du traitement par plasma sur les propriétés de la fibre extraite de la feuille d'*Arundo Donax L.* et ses composites époxy biosourcés. Les fibres ont été séparées des feuilles par un processus de peignage traditionnel avec un brossage métallique. Les fibres extraites de longueur 20 cm à 25 cm, ont été séchées à 103 ° C pendant 24 h dans un four pour éliminer la teneur en humidité.

Le traitement au plasma a été réalisé en utilisant un modèle de réacteur plasma Tucano avec une chambre ayant un volume d'environ 5,5 L. Le processus a été réalisé en quatre étapes : i) réaction chambre de la pression ambiante à 0,2 mbar ; ii) la stabilisation de la pression interne (5 s) ; iii) entrée d'air et réaction au plasma (pendant traitement au plasma, la pression totale

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

était de 0,5 mbar) ; iv) ventilation à pression ambiante (environ 150s). En particulier, les fibres étaient exposées à une puissance de plasma de 150 W pendant 120s. Les échantillons choisis sont soumis à une charge de traction quasi-statique selon la norme ASTM D 3379 à une longueur de mesure (GL) de 30 mm avec une vitesse de la traverse de 1mm/min. Les valeurs moyennes de la contrainte à la rupture, la déformation à la rupture et le module de Young ont été trouvées égales à 193,5 (MPa), 1,53 (%) et 18,04 (GPa), pour les fibres non traitées 192,32 (MPa), 1,55 (%) et 17,98 (GPa) pour les fibres qui ont subi un traitement au plasma. Les propriétés de traction de la fibre élémentaire sont légèrement influencées par le traitement au plasma. Les résultats d'essais de flexion quasi-statiques pour les composites bio-époxy non traités et traités au plasma en variant à la fois la teneur en fibres et la longueur. Les deux composites traités et non traités montrent un incrément de module par rapport à la résine pure (indiquée par les pointillés noir sur la Figure) respectivement 3GPa, 2GPa et 1,66GPa. (Figure I.27). L'effet bénéfique du traitement au plasma sur la compatibilité fibre-matrice conduit à l'incrément du module de flexion, de 2GPa à 3GPa. Par contre la résistance à la flexion des composites non traités est inférieure à celle de la résine (53,4 MPa). Ils ont expliqué cela avec l'accroissement de la surface d'interface entre les deux matériaux peu compatibles (fibres arundo non traitées et matrice des bio-époxy) qui conduit à l'incrément statistique des vides et des défauts, qui favorisent les échecs prématurés des composites. La qualité d'interface a été améliorée par le traitement au plasma des fibres, une augmentation de la contrainte de flexion est observée jusqu'à atteindre 73,5 MPa pour les composites (3cm-5%).

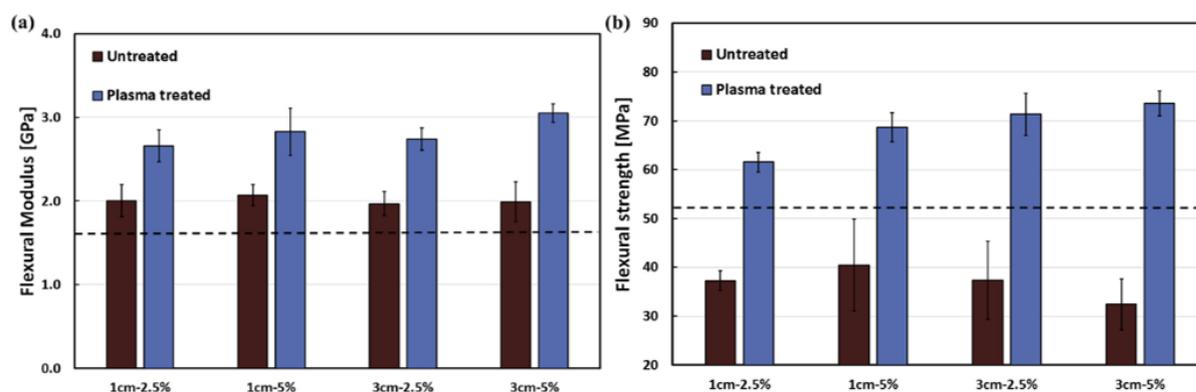


Figure I.27 : Propriétés de flexion quasi statique des composites bio-époxy [SCA-16].

Bledzki et al [BLE-15] ont étudié les Bio composites en polypropylène renforcés de fibres de résineux, d'abaca, de jute et de kenaf. Un rapport pondéral matrice à fibre de (60/40)% a été utilisé pour tous les bio composites. Les résultats de test en flexion quasi-statiques moyens obtenus pour 10 échantillons pour chaque biocomposite affirment que tous types de renforcement ont changé les caractéristiques du matériau (Figure I.28). Ils ont observé après traitement d'image en deux dimensions de chaque fibre que la géométrie des fibres et le facteur de forme influencent significativement les propriétés mécaniques, outre la teneur en cellulose, est l'alignement des microfibrilles de cellulose dans le faisceau de fibres qui détermine sa résistance à la traction.

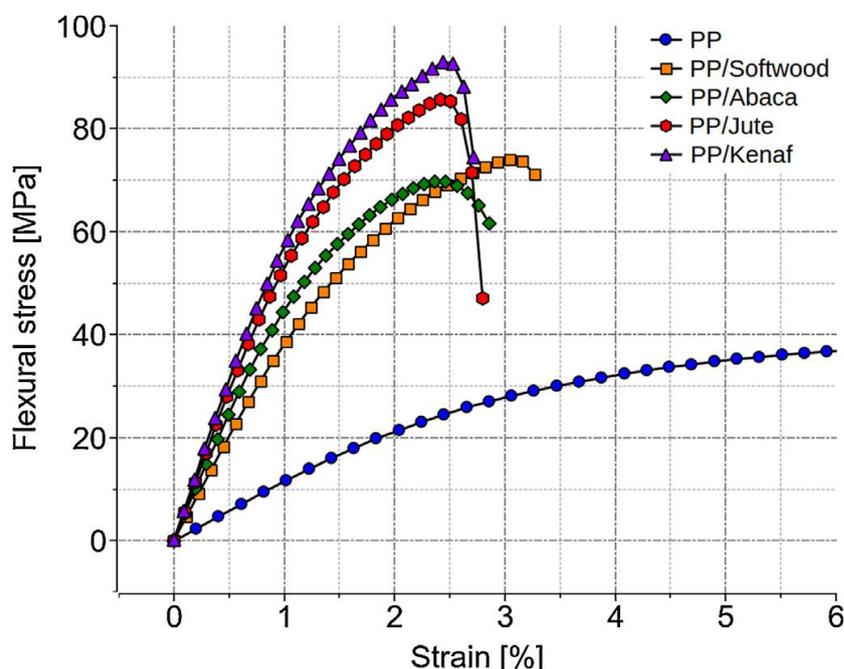


Figure I.28 : Courbe de contrainte-déformation en flexion des biocomposites PP [BLE-15].

Le module de Young a été calculé dans la partie élastique de la contrainte /déformation. (0,05-0,25%) les résultats obtenus (Figure I.29) illustrent la résistances à la flexion et le modules E des biocomposites renforcés avec les quatre types de fibres. Les résultats ont montré qu'à (60/40)% en poids de rapport matrice / fibre il a eu une augmentation de presque 4 fois du module de Young du matériau obtenue avec des fibres de bois résineux, tandis que les fibres de kénaf peuvent fournir un gain jusqu'à 6 fois.

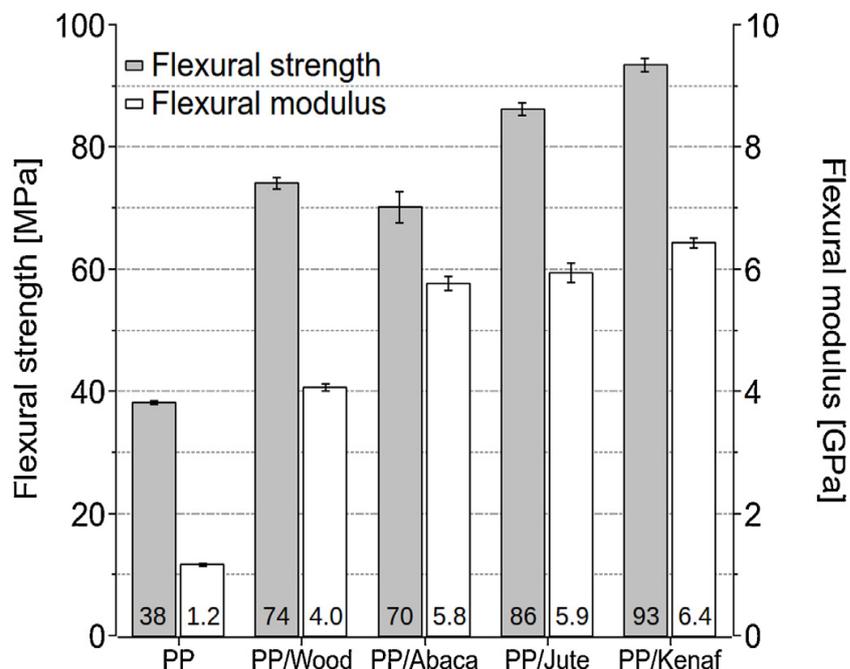


Figure I.29 : Courbe de contrainte à la rupture en flexion et module de flexion des bio-composites PP [BLE-15].

I.10 Conclusion et position du problème

La disponibilité des fibres végétales avec les qualités requises est le point clé pour répondre à la demande et le cycle d’approvisionnement pour leur application en tant que renforts dans les composites. Il y a encore un besoin de développer les fibres végétales qui répondent à des normes de qualité élevées avec des propriétés homogènes tel que requis pour les applications de haut point. Le principe est de développer une gamme complète d’actions soigneusement contrôlées en commençant par la production et la récolte des cultures économiquement et écologiquement stable de la matière première, avec des procédures d’extraction des fibres et des traitements de fibres adéquates pour fournir des fibres qui répondent à la qualité.

Ce document représente un résumé du travail de recherche effectué jusqu’à maintenant sur le thème des matériaux innovants pour la construction durable et les matériaux de construction réalisé sur l’expérimentation d’une nouvelle fibre végétales pour pouvoir avoir un

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

matériau composite biocompatible recyclable ayant des propriétés mécaniques et thermiques adéquates pour être utiliser dans les applications non structurelles dans des conditions de charge faible et à moyenne échelle. L'addition de cette nouvelle fibre extraite de la plante de jonc épars de nom scientifique (*Juncus Effessus L.*) dans les matériaux composites bio ou non représente une voie encourageante car elle permet l'amélioration de l'ensemble des propriétés du matériau. D'après l'étude bibliographique faite sur les fibres naturelles et plus particulièrement ceux issues des plantes végétales que les fibres végétales sauvages sont très rarement étudiier par conséquence les composites à base de ces fibres sont rarement trouvables ou bien ils sont sur le point d'être réalisé. C'est dans ce contexte que ce travail de thèse a été entrepris

Chapitre II

Techniques et méthodologies expérimentales

II.1 Introduction

Les fibres végétales ont l'ampleur d'être utilisées dans plusieurs domaines tel que : l'automobile, génie civil et le secteur d'emballage. L'intégration de celles-ci en substitution des fibres synthétiques dans les composites, fait l'objet de nombreux travaux dans la littérature. C'est dans ce contexte que s'intègre le présent travail de thèse ayant pour objectif de valoriser les fibres sauvages disponibles en Algérie. La nouvelle fibre issue de la plante sauvage de jonc épars (*JE*), dont le nom scientifique est *Juncus effusus L.*, a été choisie comme sujet d'étude.

Ce chapitre est consacré à la description et à la présentation des matériaux utilisés dans cette étude et la description des différentes techniques et méthodologies expérimentales adoptées pour la caractérisation morphologique, physicochimique et mécanique pour évaluer les propriétés des fibres unitaires de *JE* et du bio composite *JE*/résine bio-sourcé.

Pour ce faire :

- L'étude de la morphologie de la fibre et la mesure des diamètres a été effectuée par microscopie optique et à balayage électronique (MEB).
- La caractérisation, physico chimique et mécanique de la fibre de *JE* et des bio composites élaborés a été réalisé par plusieurs machines et appareils, à savoir : la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), l'analyse thermogravimétrique (TGA), diffractométrie à rayons X (DRX).
- La machine universelle (*Zwick Rokwell*) a été utilisée pour la caractérisation mécanique en statique des fibres unitaires sollicitées en traction et du bio-composite élaboré testé en traction et en flexion 3-points. Les éprouvettes de bio composite ont été coupées à l'aide d'un disque diamanté, séchées dans un four avant d'être testées en traction et en flexion 3-point suivant les normes ASTM.

II.2 Matériaux

II.2.1 Extraction de la fibre de *Juncus effusus* L.

La plante de jonc épars (*JE*) appelé encore *Juncus effusus* L. est une espèce végétale sauvage de plante herbacée qui fait partie de la famille des Juncacées qui pousse dans les lieux humides comme (rivière, montagne ... etc.). Elle pousse en Europe occidentale et méridionale, en Afrique du Nord et en Amérique du Sud. La floraison a lieu entre juin et septembre. Les plantes de *JE* se présentent sous forme de touffe d'herbe avec une pointe épineuse, constituée de tiges creuses de forme cylindrique de diamètre (4 à 8 mm) remplie d'une matière spongieuse blanche d'une hauteur maximale d'environ 1 m (Figure II.1). Le jonc épars forme des rhizomes souterrains traçants, produisant des touffes de tiges atteignant un mètre de longueur. Les feuilles sont réduites à des gaines basilaires rousses. Les fleurs sont petites (environ 2 à 3 mm), à 3 sépales et trois pétales beige verdâtre, 3 étamines et un ovaire à trois lobes https://fr.wikipedia.org/wiki/Juncus_effusus. Les parties des racines et de la moelle de *JE* ont été utilisées comme plantes médicinales dans la médecine orientale [PAR-13]. La tige de jonc épars est anciennement utilisée pour la fabrication, des nattes, des poufs et des corbeilles.

Les fibres du *JE* utilisées dans ce travail de recherche ont été extraites au mois d'octobre 2015 (pour assurer la maturation totale de plante) dans la région de Guelma ayant un climat subtropical humide, la température moyenne est de 6,4°C en hiver et de 35,6°C en été. Pendant l'été la température peut atteindre 45°C et même plus [(Rapport Climatologique Annuel, Guelma, 2014 <http://www.infoclimat.fr/climatologie/annee/2014/guelma/valeurs/60403.html>].

Les fibres techniques de *JE* ont été extraites à partir de leur tige par un procédé manuel d'épilage après 3 heures d'ébullition, sécher à une température ambiante de 24°C dans un état naturel sec pendant une semaine avant d'être analysées ou caractérisées. Les fibres du *JE* n'ont pas encore attirés l'attention de beaucoup de chercheurs dans le but de les utilisées dans la production des matériaux composites. Ce travail de recherche est probablement, à notre connaissance, l'un des premier travaux ayant étudié les propriétés physico chimique et mécanique de la fibre de *JE* et d'avoir identifié ces propriétés mécaniques en traction. De plus, la proposition de son utilisation comme renfort (fibres longue de *JE*) dans les matériaux bio-composite élaboré et caractérisé en traction et flexion 3-points.

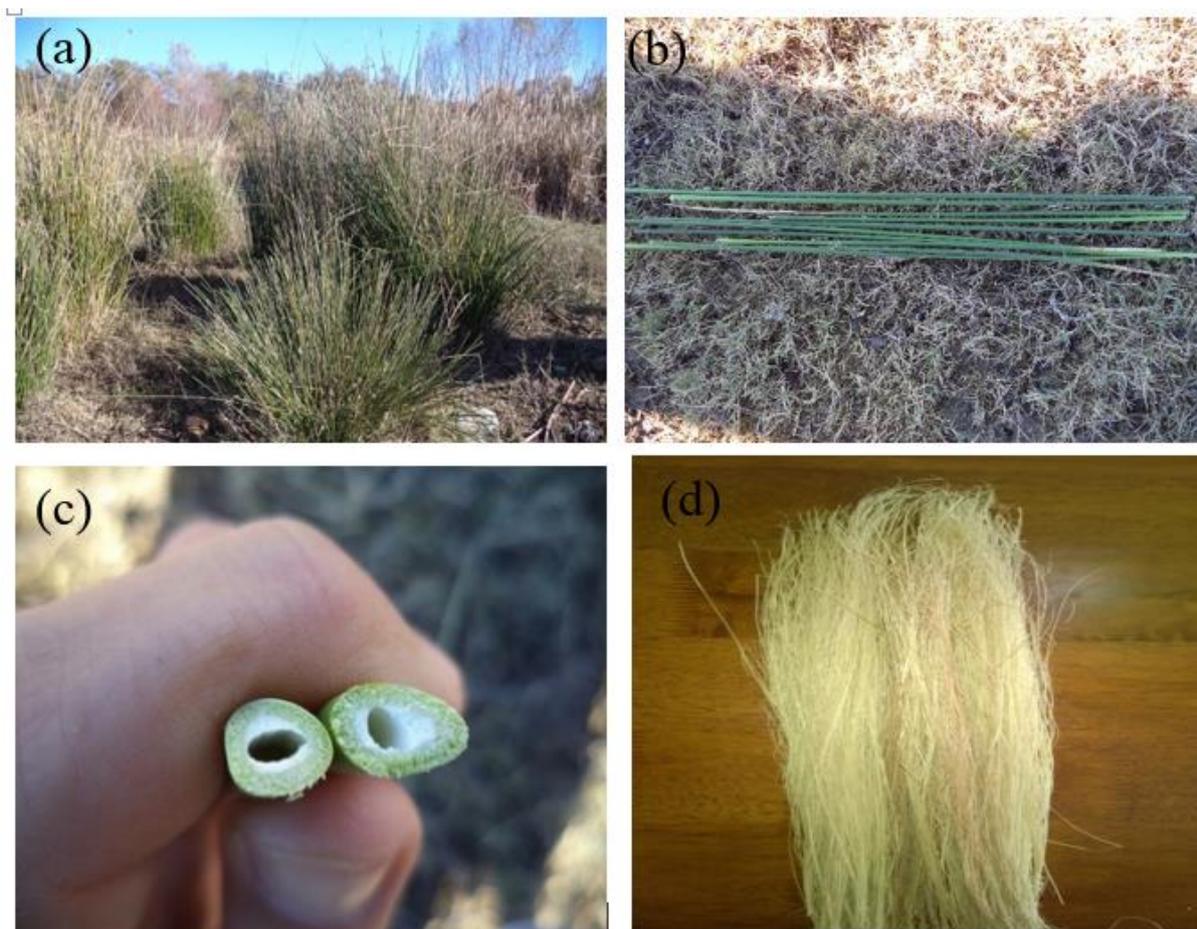


Figure II.1 : (a) Plante de jonc épars, (b) Tige de jonc épars, (c) Section transversale
(d) Fibres extraites de la tige.

II.2.2 Traitement chimique des fibres

II.2.2.1 Introduction

Les fibres végétales ont la propriété hydrophile qui est incompatible avec les matrices polymères qui sont hydrophobes. Or, la qualité de l'interface fibre-matrice est importante pour l'utilisation des fibres végétales comme renfort dans les matériaux composites. Il est donc très souvent nécessaire de modifier la surface des fibres pour optimiser cette interface. Les procédés de modification fréquemment utilisés sont des méthodes physiques ou chimiques. Le traitement des fibres de *JE*, adopté dans ce travail, est un traitement chimique par un alcalin, il s'agit d'hydroxyde de sodium (NaOH).

II.2.2.2 Traitement alcalin

Le traitement des fibres par un alcalin permet de détruire les faisceaux des fibres végétales pour libérer les fibrilles individuelles et donner une topographie plus rugueuse ce qui conduit à l'amélioration de l'encrage mécanique fibre/matrice. Les différentes étapes suivies pour la préparation des échantillons pour le traitement chimique sont décrites dans la figure II.2. En premier lieu, les fibres extraites (Figure II.2a) sont rassemblées en plusieurs faisceaux de 60 fibres environ (Figure II.2b), la deuxième étape consiste à l'immersion, à température ambiante, de ces faisceaux d'éprouvettes dans une solution de NaOH ayant différentes concentrations (0,5%, 1%, 2%, 3% et 5%) pour les durées de 1h 30 min, 4, 8, 12, 24, 48, et 72 heures (Figure II.2c). Ensuite, elles ont été rincées à l'eau avant d'être plongées dans l'acide sulfurique (H₂SO₄) pendant 5 minutes, puis elles sont émergées dans l'eau distillée pendant 15 min pour avoir un PH neutre. Enfin, elles ont été séchées dans une étuve à une température de 70°C pendant une durée de 5 heures. La réaction de la fibre de jonc épars avec le NaOH est décrite comme suit :



Figure II.2 : Traitement de fibre par NaOH.

II.3 Appareillages et méthodes expérimentales

II.3.1 Microscope optique

Les diamètres des fibres extraites ont été mesurés en utilisant un microscope optique **ZEISS** équipé d'une caméra Moticam 2500 à commande numérique piloté par un logiciel de traitement d'image Motic Images Plus V2.0 (Figure II.3). Les fibres possèdent une variation du diamètre le long de leur longueur, en dépit de cela, la section transversale effective des fibres a été déterminée en utilisant leur diamètre moyen tout en supposant que leurs formes soient parfaitement cylindriques (sans tenir compte de la présence du lumen) pour simplifier l'analyse. C'est un procédé couramment utilisé dans de nombreux articles traitant des investigations sur les fibres naturelles et leurs composites. Les diamètres moyens des fibres ont été mesurés à neuf emplacements différents tout le long de la longueur mesurée (section du milieu et les deux extrémités) c.à.d. trois mesures à chaque emplacement. Les fibres extraites de la tige de jonc épars ont un diamètre moyen d'environ 310 μm .

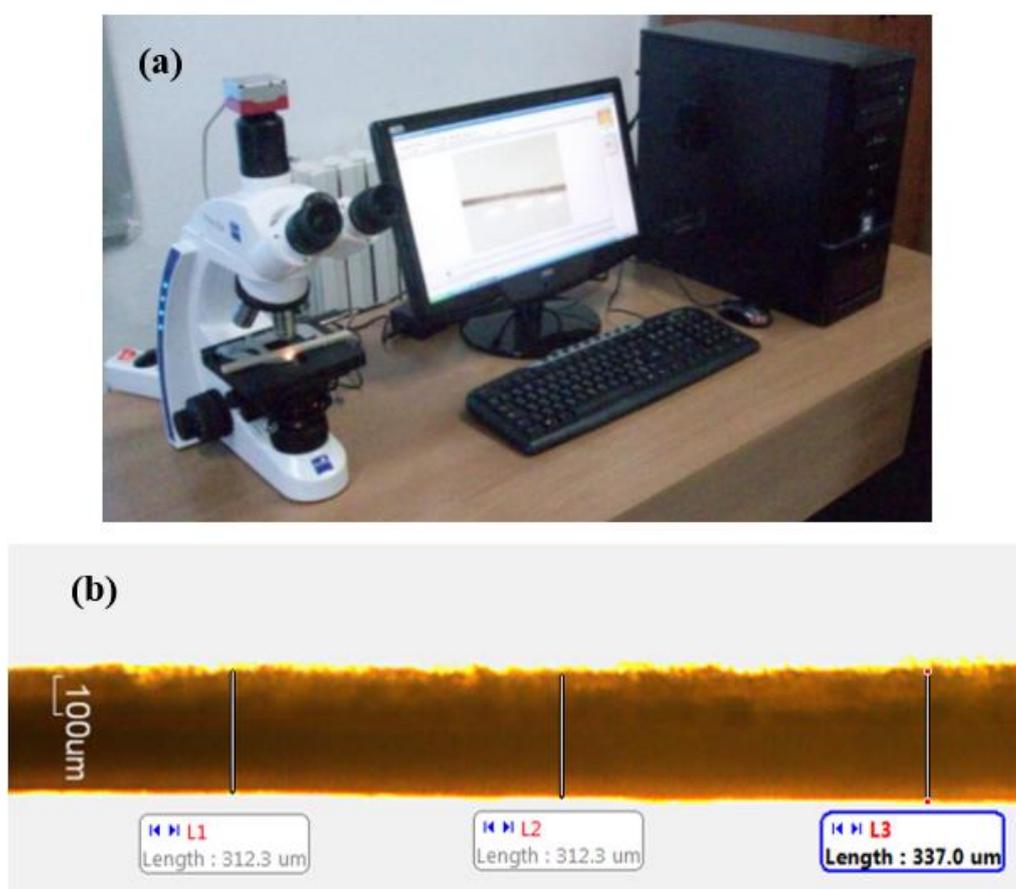


Figure II.3 : (a) Microscope optique ZEISS utilisé pour la mesure du diamètre de la fibre
(b) Mesure de la fibre de jonc épars.

II.3.2 Microscope balayage électronique

La microstructure et la morphologie de surface a été examinée en utilisant un microscope à balayage électronique (MEB) environnemental type *ESEM QUANTA 200* laboratoire LGP2- université de Grenoble- France (Figure II.4). Cet appareil est équipé avec une platine Peltier motorisée ($-5^{\circ}\text{C} + 55^{\circ}\text{C}$), une caméra infra-rouge, un micro-injecteur et un micro-manipulateur. La résolution des images peut aller jusqu'à 3584×3094 pixels (16 bits).



Figure II.4 : Microscope MEB de type ESEM QUANTA 200.

II.3.3 Mesure de la densité

La mesure de la densité de la fibre de *JE* a été effectuée en utilisant un pycnomètre pour des solides avec de l'eau distillée comme liquide d'immersion selon la norme ASTM D 2320-98 (2003). Les pesées sont effectuées à l'aide d'un pycnomètre de 50 ml de volume et une balance de 0,1 mg de précision au niveau du laboratoire de mécanique appliquée des nouveaux

matériaux (LMANM) de l'université de Guelma (Figure II.5). La densité de la fibre été calculée en utilisant la relation :

$$\rho_{JE} = \frac{(W_3 - W_1)}{[(W_2 - W_1) - (W_4 - W_3)]} \rho_w \quad (II.1)$$

Où :

ρ_{JE} est la densité de la fibre extraite du *Juncus Effusus L.* ;

ρ_w est la densité de l'eau distillée (0,9970 g.cm⁻³ à 25°C) ;

W_1 est la masse du pycnomètre vide ;

W_2 est la masse du pycnomètre rempli d'eau distillée à 25°C ;

W_3 est la masse du pycnomètre plus une certaine quantité de fibres coupées ;

W_4 est la masse du pycnomètre rempli de fibres coupées et d'eau distillée à 25°C.

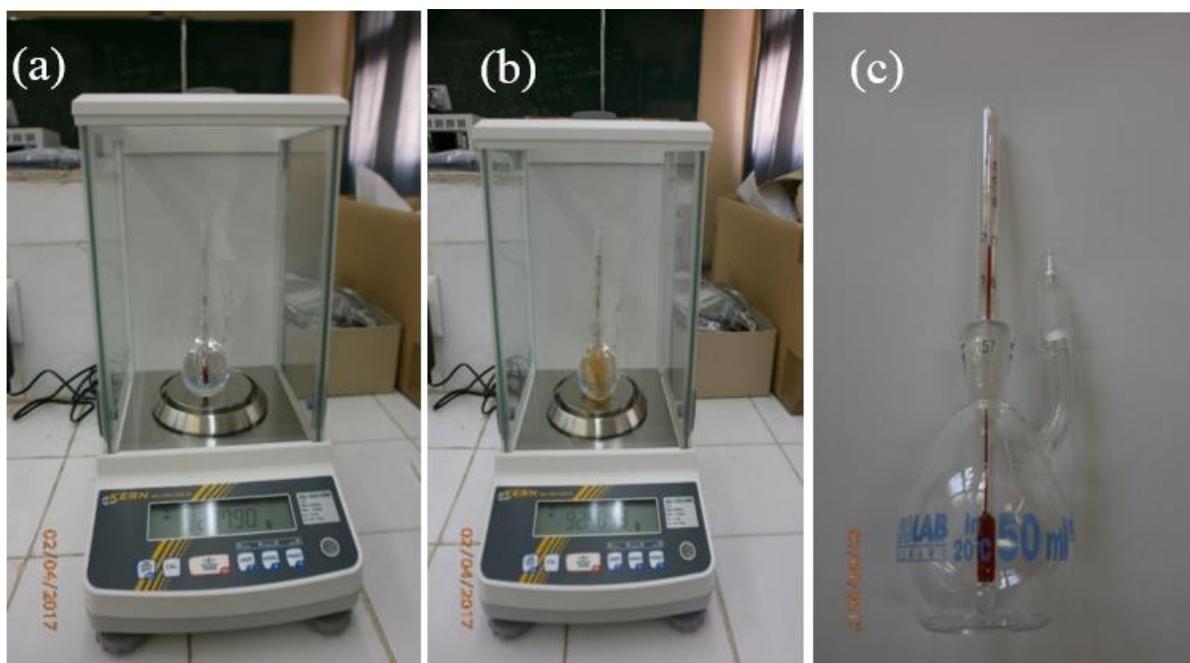


Figure II.5 : (a) balance Kern précision de 0,1 mg avec le pycnomètre (b) balance avec plein fibres+ l'eau distillée (c) pycnomètre.

II.3.4 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

Les essais de la calorimétrie à balayage différentielle (DSC) ont été réalisés au niveau du Laboratoire (LMANM) de l'université 08 Mai 1945 de Guelma à l'aide d'un appareil **Mettler Toledo DSC3+ STAR^e SYSTEM** (Figure II.6) en régime dynamique dans la gamme de température entre 30°C et +450°C. La mesure est réalisée avec une vitesse de montée en température de 10°C/min sous un balayage d'azote. Le flux de chaleur est détecté par une mesure différentielle par rapport à une référence. La masse de fibre utilisée dans cette étude est de l'ordre de 6,0 mg mesuré par une balance de type Kern de 0,1 mg de précision (Figure II.5c). Les fibres de *JE* ont été coupées puis introduites dans des capsules de 10ml de volume ensuite cette dernière est celée par une petite presse (Figure II.6d).

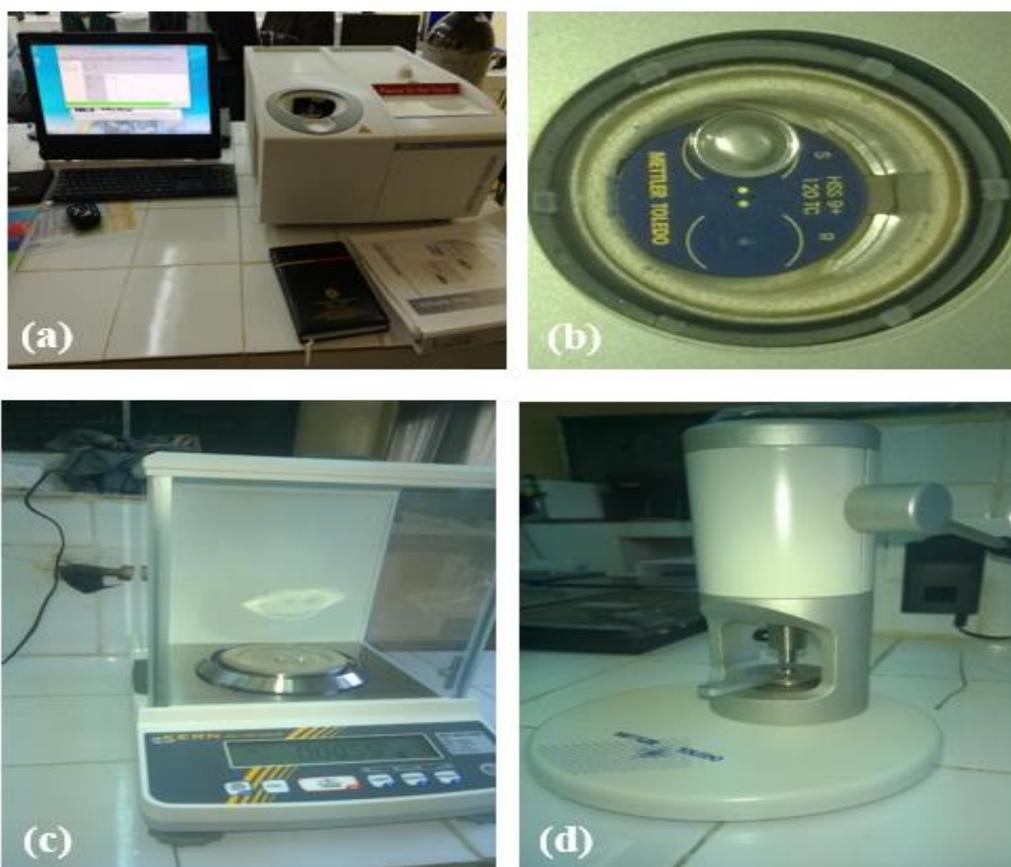


Figure II.6 :(a) Machine DSC Mettler Toledo (b) Zoom du creuset avec position de la référence et échantillon (c) balance Kern précision de 0,1 mg. (d) presse pour les capsules.

II.3.5 Analyse thermogravimétrique (ATG)

Les essais d'analyse thermogravimétrique (ATG) ont été réalisés au niveau du Laboratoire (LMANM) de l'université 8 Mai 1945 de Guelma en utilisant une machine de type **Mettler Toledo TGA/DSC3+ STAR^e SYSTEM**. (Figure II.7). L'analyse ATG a été effectuée sous une atmosphère d'azote sous un taux de 100 ml/min avec une vitesse de chauffage constante de 10 °C/min, alors que le refroidissement a été effectué avec une vitesse de 30°C/min. Cette technique permet de déterminer la température de dégradation des matériaux. La masse de l'échantillon utilisée dans cette étude pour les fibres traitées à des diverses concentrations et temps d'immersion est de l'ordre de 10,0 mg.



Figure II.7: Machine ATG Mettler Toledo.

II.3.6 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Afin d'identifier les groupes fonctionnels de la fibre de *JE* la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier FTIR nous avons utilisé un appareil de type **Thermo Scientific Nicolet iS10** au niveau du Laboratoire (LMANM) de l'université 8 Mai 1945 de Guelma avec son propre logiciel d'analyse quantitative (Figure II.8). Les spectres des échantillons des fibres de *JE*, non traitées et traitées par différentes concentrations de NaOH et avec différents temps d'immersion, ont été obtenus avec 32 acquisitions entre 500 et 4000 cm^{-1} avec une résolution de 2 cm^{-1} .



Figure II.8 : Spectromètre infrarouge Thermo Scientific Nicolet iS10.

II.3.7 Diffractomètre à rayons X (DRX)

L'analyse par diffraction des rayons X a été réalisée sur un système de diffractomètre *PANalytical X'Pert* (Figure II.9) avec un rayonnement $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$). L'intensité diffractée du rayonnement a été enregistrée entre $6^\circ \leq 2\theta \leq 60^\circ$ avec un pas de 0.066° , sous une tension 40 kV et une intensité de 40 mA au niveau du laboratoire LGP2- université de Grenoble, France. L'indice de cristallinité (*CrI*) de la fibre de *JE* a été calculé selon la méthode empirique développé par *Ségal et al.* [SEG-59].

De nombreuses études utilisent la méthode *Ségal et al.* pour estimer l'indice de cristallinité des fibres naturelles. Cet indice, *CrI%*, est déterminé en utilisant les intensités des raies I_{002} et I_m . L'intensité I_{002} représente à la fois le matériau amorphe et cristallin alors que, I_m représente seulement la partie amorphe. Cette méthode suppose que la contribution de la partie amorphe est la même à $18,5^\circ$ jusqu'à 22° .

$$CrI\% = \frac{I_{002} - I_m}{I_{002}} \quad (II.2)$$

Où :

I_{002} est l'intensité du pic de la cellulose au pic aux alentours de $2\theta = 22^\circ$

I_m est l'intensité attribuée à la cellulose amorphe environ $2\theta = 18,5^\circ$.

La taille des cristallites (Cr_{size}) a été calculée en utilisant l'équation de *Scherrer* [SAR-13].

$$Cr_{size} = \frac{K \lambda}{\beta \cos\theta} \quad (II.3)$$

Où :

Cr_{size} est la dimension des cristallites dans la direction perpendiculaire au plan cristallographique, K est la constante de Scherrer (0.9), λ est la longueur d'onde du rayonnement ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$), β est la largeur de la raie (en radians) à mi-hauteur (*FWHM*) et θ est l'angle de diffraction au sommet de la raie (en radians) au angle de *Bragg*.

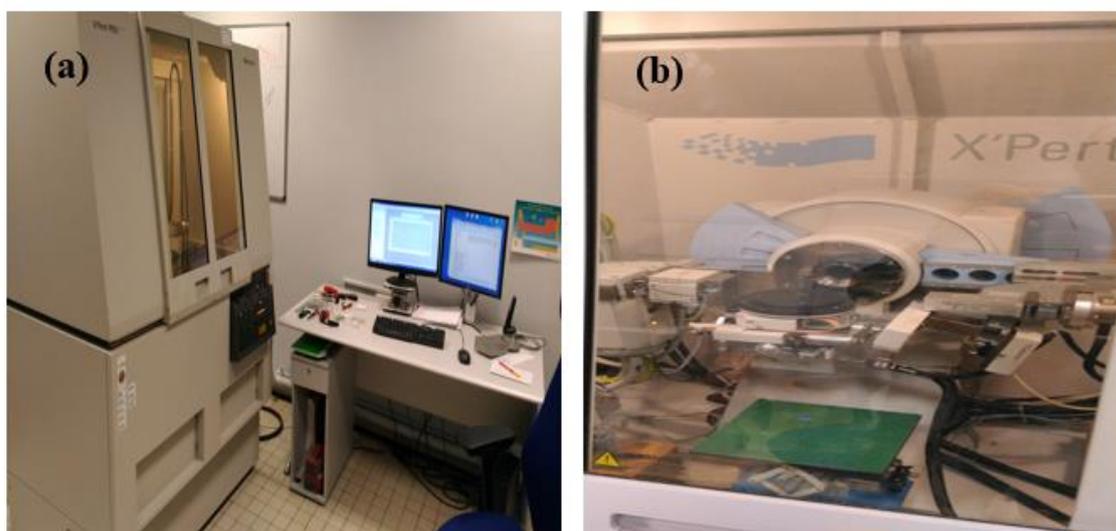


Figure II.9 : (a) Diffractomètre *PANalytical X'Pert*, (b) porte échantillon.

II.3.8 Caractérisations mécaniques

II.3.8.1 Essais de traction sur la fibre élémentaire

Les tests ont été réalisés sur une machine universelle de type *Zwick / Roell Z005* (Figure II.10) avec une cellule de charge 5 kN selon la norme ASTM D3822-07. Les extrémités des fibres ont été attachées directement au mors. Les Pincettes, à commande manuelle, utilisées pendant les essais ont un auto-alignement (concentrique) à l'aide des ressorts mécaniques. Les essais de traction statique ont été effectués à une vitesse constante de 1 mm/min. En raison de la variabilité des fibres végétales, un total de 30 fibres non traitées a été choisi au hasard dans un lot donné et tester sous une charge de traction monotone à cinq différentes longueurs de

mesure (GL) : 10, 20, 30, 40 et 50 mm (30 fibres pour chaque longueur de mesure) pour obtenir une moyenne valide. Le module de Young a été calculé dans la partie élastique de la contrainte/déformation (c'est-à-dire à 0,2-1% de déformation). Les échantillons soumis aux essais quasi-statiques ont été chargés jusqu'à la rupture totale. Il est signalé que tous les tests ont été effectués à une température ambiante de 23°C et une humidité relative de 49%.

Pour les fibres traitées, 30 échantillons ont été testés à une longueur de mesure GL20 mm pour chaque concentration et temps d'immersion. Les valeurs de la force et du déplacement de la traverse mobile sont enregistrées simultanément. La contrainte et la déformation à la rupture et le module de Young, peuvent être estimées grâce aux relations (équations II.4, II.5 et II.6) selon la norme ASTM comme suit :

$$\sigma = F/S ; S=\pi r^2 \quad (II.4)$$

$$\varepsilon = \Delta l/l_0 \quad (II.5)$$

$$E=\sigma/\varepsilon \quad (II.6)$$

Où :

F : la force en (N) ;

S : la section de la fibre en (mm²) ;

r : rayon moyen de la fibre ;

Δl : valeur du déplacement enregistrée par la machine en (mm) ;

l_0 : la longueur initiale (mm) ;

σ : la contrainte à la rupture en (MPa) ;

ε : la déformation à la rupture en (%) ;

E : le module de Young en (GPa).



Figure II.10 : Machine universelle de type **ZWICK ROELLE Z005**.

II.4 Elaboration du composite *JE*/époxy

II.4.1 La matrice

La matrice utilisée est une résine époxyde biosourcé à 70%. La préparation de la résine est effectuée à une température ambiante avec un ratio de 66% de résiné et 33% de durcisseur selon les recommandations du fabriquant.

II.4.2 Elaboration des bio composites

Les étapes de préparation d'une plaque bio composite (stratifiée unidirectionnelle) sont illustrées dans la (Figure II.11). Une couche de tissu d'arrachage est déposée sur le moule, suivi par le dépôt et étalement par un pinceau de la résine bio sur ce dernier (Figure II.11a et b), ensuite d'un dépôt de la fibre de *JE* (Figure II.11c). La résine est encore une fois versée sur les fibres et étalée à l'aide du pinceau sur toute la surface du pli (Figure II.11d), enfin un tissu d'arrachage est déposé. Le moule est fermé par un film plastique transparent collé sur le pourtour de la plaque par une bande adhésive (Figure II.11e). Après la pompe à vide est actionnée à 0,5 bar de dépression pendant 6 heures ce qui permet la solidification de la plaque. La pompe à vide aspire l'air emprisonné dans le sac et fait donc une dépression, en d'autres

Chapitre II : Techniques et méthodologies expérimentales

termes elle exerce une force de compression sur la plaque stratifiée, ce qui permet de densifier la plaque et de dégager les bulles d'airs. Avant d'être découpées et testées, les plaques ainsi obtenues sont démoulées et laissées à température ambiante pendant 15 jours afin d'avoir une polymérisation totale de la résine.

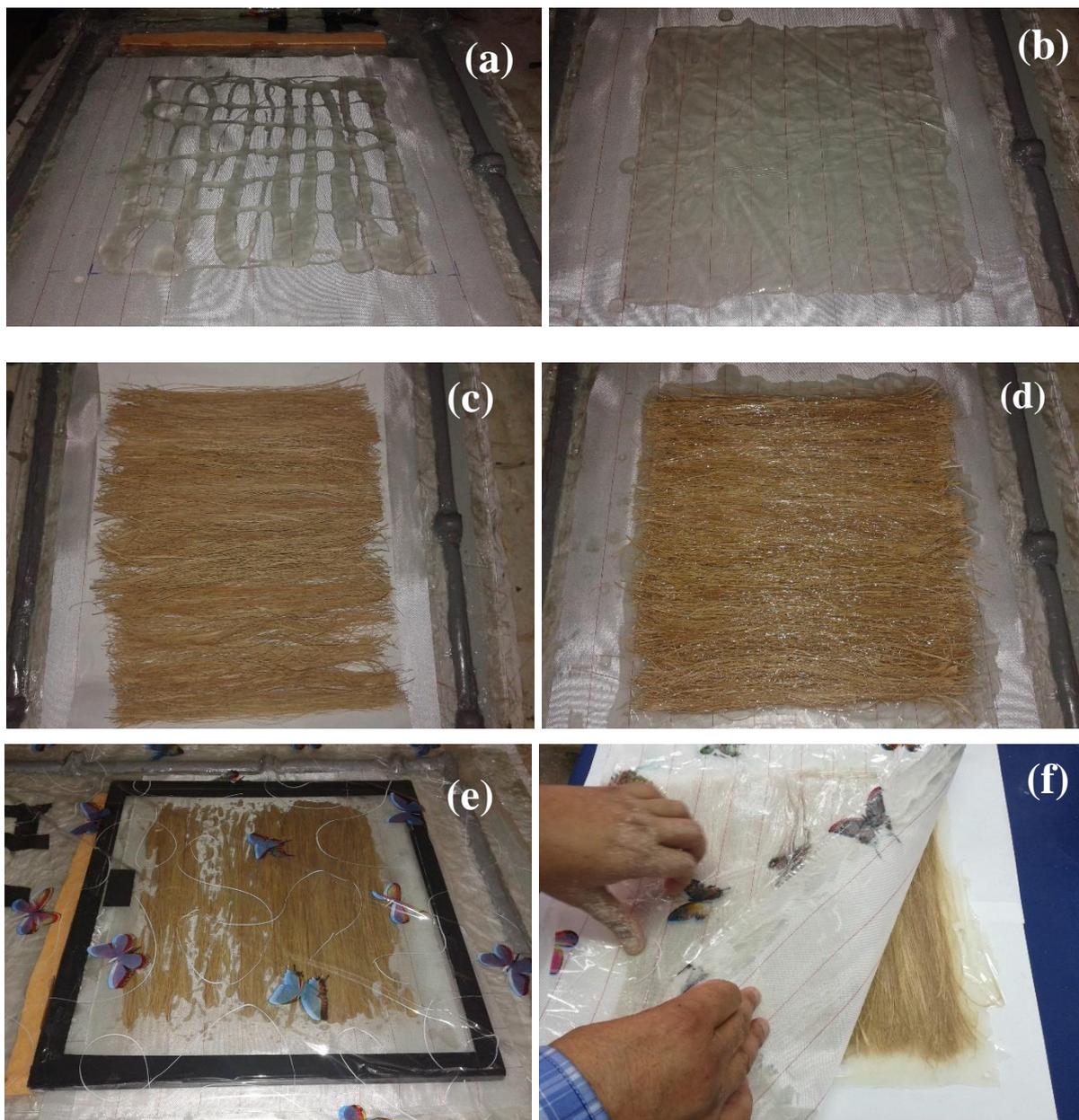




Figure II.11 : Etapes de préparation des plaques composites stratifiés par la technique du sac.

II.4.3 Préparation des échantillons

Les plaques bio-composites ont été découpées en éprouvettes pour les essais de traction et flexion 3-points respectivement suivant les normes ASTM D638 et ASTM D790. La coupe est effectuée par une tronçonneuse à disque diamanté (Figure II.12) dans le laboratoire de mécanique appliquée des nouveaux matériaux (LMANM). Il est à noter aussi que avant la découpe des éprouvettes, les bords de chaque plaque ont été découpés afin d'éviter leurs effets sur le comportement des éprouvettes. Ensuite les éprouvettes ont été séchées dans une étuve à température constante de 70°C pendant 6 h (Figure II.13).



Figure II.12 : Découpage de plaques composites stratifiées et la résine bio en éprouvettes.



Figure II.13 : Etuve à commande digitale modèle Memmert.

II.5 Essais mécanique sur les biocomposites

II.5.1 Essai de traction statique sur les biocomposites

L'essai de traction statique est l'un des essais les plus utilisés, par la communauté académique et industrielle, pour qualifier les matériaux et caractériser leurs comportements mécaniques. Sa mise en œuvre est simple et il permet d'accéder à des paramètres particulièrement importants. L'essai de traction consiste à appliquer sur une éprouvette normalisée d'un matériau d'étude (Figure II.14) un effort F et à mesurer l'allongement correspondant δl , ou inversement d'imposer l'allongement δl et à mesurer l'effort F . La distance entre les mâchoires est de l'ordre de 150 mm (selon la norme ASTM D638), la température de la salle d'essai est fixée à 23°C. Afin de caractériser le matériau, on introduit des variables relatives au matériau : la contrainte et la déformation peuvent être déterminées selon la norme ASTM D638 :

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{ab} \quad (II.7)$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (II.8)$$

Ou :

F : la force (N) ;

S : la section de l'éprouvette (mm²) ;

a et b : respectivement l'épaisseur et la largeur de l'éprouvette (mm) ;

Δl : la valeur obtenue par la machine (mm) ;

l_0 : la longueur initiale (mm) ;

σ et ε : Respectivement la contrainte (MPa) et la déformation (%) à la rupture.

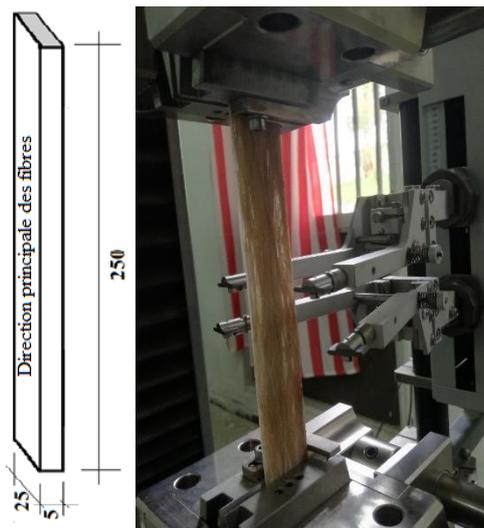


Figure II.14 : Essai de traction sur les bio composites.

II.5.2 Essai de flexion statique sur les bio composites

L'essai de flexion est très utilisé dans le cas des matériaux fragiles. La flexion 3-points consiste à étaler l'éprouvette sur deux appuis et lui appliquer une force à vitesse constante perpendiculairement à sa surface (Figure II.15). La distance entre appuis est de l'ordre de 70 mm (au moins $16h$ pour avoir la flexion pure d'après la norme ASTM D790), la température de la salle d'essai est environ à 23°C .

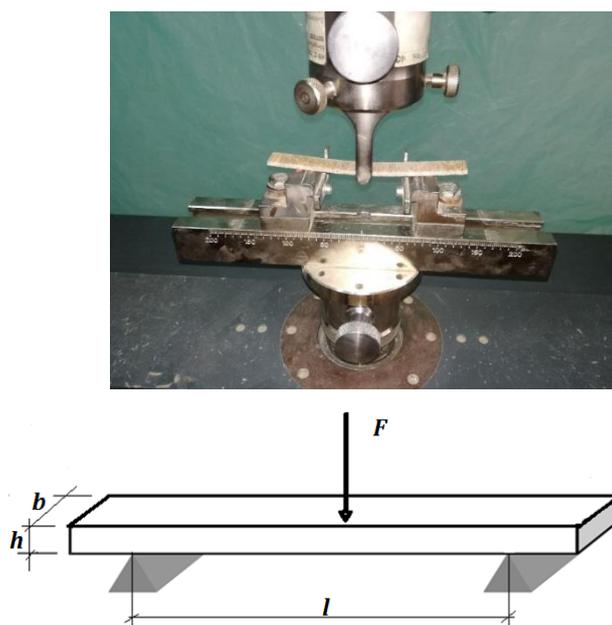


Figure II.15 : Principe de l'essai de flexion 3-points.

Les propriétés mécaniques (la contrainte à la rupture et le module de Young en flexion) sont déterminées par les formules suivantes la norme ASTM D790 :

$$\sigma_f = \frac{3 F l}{2 b h^2} \quad (II.9)$$

$$Ef = \frac{l^3 F}{4wbh^3} \quad (II.10)$$

$$\varepsilon_f = \frac{6wf}{h^2} \quad (II.11)$$

Ou :

F : la force (N),

l : la longueur entre appuis (mm),

b et h sont respectivement la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette (mm),

σ_f : la contrainte à la rupture (MPa),

ε_f : la déformation (%),

E_f : le module de Young (GPa).

II.6 Conclusion

Ce chapitre présente les moyens expérimentaux qui ont servi à la caractérisation physico-chimique et mécanique de la fibre unitaire de jonc épars et des stratifiés en bio composite élaborer de cette fibre de même que la description des différents dispositifs et machines utilisées et les normes appliquées pour les essais statiques effectués.

Chapitre III

Caractérisation physico chimique des fibres du *Jonc épars*

III.1 Introduction

Ce chapitre regroupe les résultats obtenus des différentes techniques de caractérisations physico-chimiques de cette nouvelle fibre extraite de la tige de jonc épars (*JE*) dont le nom scientifique est *Juncus effesus.L.* Les surfaces externes et les sections droites des fibres de *JE* ont été examinées en utilisant un microscope optique ou à balayage électronique (MEB) afin d'étudier leur morphologie ainsi que la détermination de leurs diamètres. La densité des fibres a été déterminée en utilisant un pycnomètre. La Spectroscopie infra-rouge à transformée de Fourier (FTIR) est utilisée pour déterminer les groupes fonctionnels. Le comportement thermique de la fibre a été évalué en utilisant l'analyse thermogravimétrique (ATG) et l'analyse calorimétrique (DSC). Toutes ces techniques de caractérisations physico-chimique ont été appliquées sur des fibres de *JE* non traitées ainsi que ceux traitées par différentes concentrations de NaOH et différents temps d'immersion dans le but d'analyser les changements apporter à la fibre après traitement.

III.2 Morphologie des fibres

III.2.1 Analyse par microscope à balayage électronique (MEB)

L'analyse microscopique des surfaces longitudinales et la section transversale des fibres de *JE* permet d'étudier la morphologie des cellules constituant un faisceau de fibres (appelé aussi fibre technique) et d'identifier les phénomènes de dégradation possibles ou les anomalies présentes causées par le traitement NaOH ou bien par le mode d'extraction. Pour cette analyse un microscope à balayage électronique (MEB) environnemental de type ***ESEM QUANTA 200***

Chapitre III : Caractérisation physico chimique des fibres du *Jonc épars*

du laboratoire LGP2 de l'université de Grenoble a été utilisé pour prendre des microphotographies à différents grossissements des surfaces externes et sections droites.

La figure III.1a montre la morphologie de la microstructure globale de la fibre du *JE* non traitée qui présente, à sa surface externe, des cavités rugueuses avec de petits vides similaire à ceux observé par *Indran et al.*[IND-14] pour des fibres de racine de *Cissus Quadrangularis*, ceci est typique pour la plupart des surfaces des fibres végétales. La présence de ces cavités permettent d'améliorer énormément l'ancrage mécanique fibre/matrice des matériaux bio-composites.

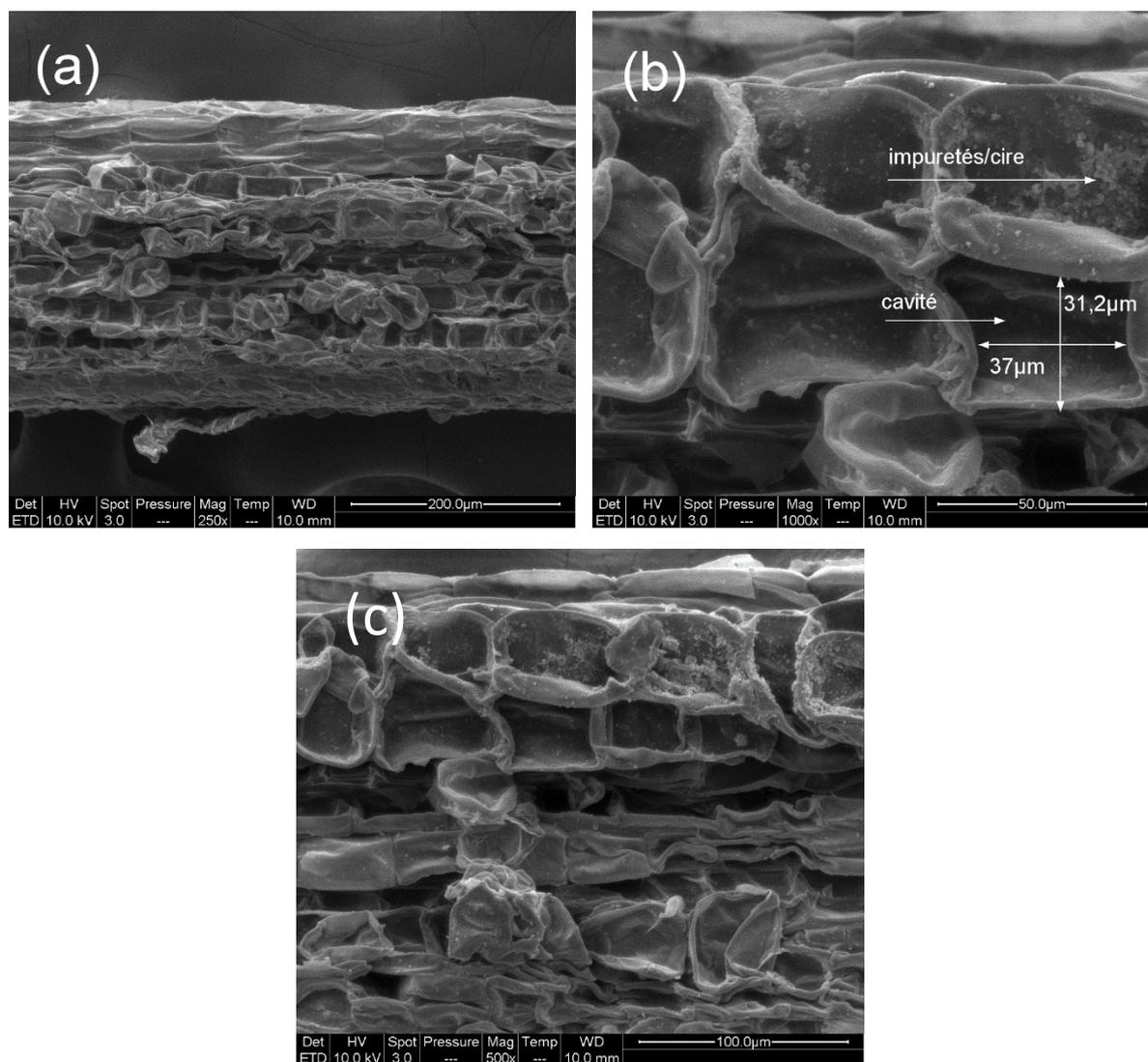


Figure III.1 : Images MEB de la fibre de *JE* (a) Vue longitudinale (b) et (c) zoom de la surface.

Les Figures III.1b, III.1c présentent la vue en zoom de la surface extérieur du *JE* de la vue longitudinale qui montre clairement la présence des impuretés (principalement de la

Chapitre III : Caractérisation physico chimique des fibres du *Jonc épars*

lignine) qui est la chose typique pour les fibres non traitées qui conditionne les caractéristiques mécaniques et la liaison inter faciale pour les bio-composites [FIO-14].

La figure III.2 représente la section transversale de la fibre de *JE* montrant sa structure cellulaire. On constate aussi que la section de la fibre est constituée de cellules poreuses et des principaux vides (ou principales lumens) qui sont utilisés pour le transport de la sève cellulaire, à savoir, fluides aqueux qui circulent à travers la plante et porte la nourriture et d'autres substances à divers tissus [DIA-16]. La porosité importante constatée explique bien la faible valeur de la masse volumique ($1,139 \text{ g.cm}^{-3}$) de la fibre *JE* par rapport aux autres fibres naturelles. Les cellules fibreuses sont reliées entre elles par l'intermédiaire de la lamelle médiane (ML) riche en lignine (Figure 2c). Ceci est similaire à celui trouvé dans les travaux de Diaz *et al* [DIA-16], pour la fibre de palme de pêche et de Beakou *et al* [BEA-08]. pour la fibre de *Rhectophyllum*. La figure III 2d montre que les cellules sont sous forme de ressorts (en forme d'hélice).

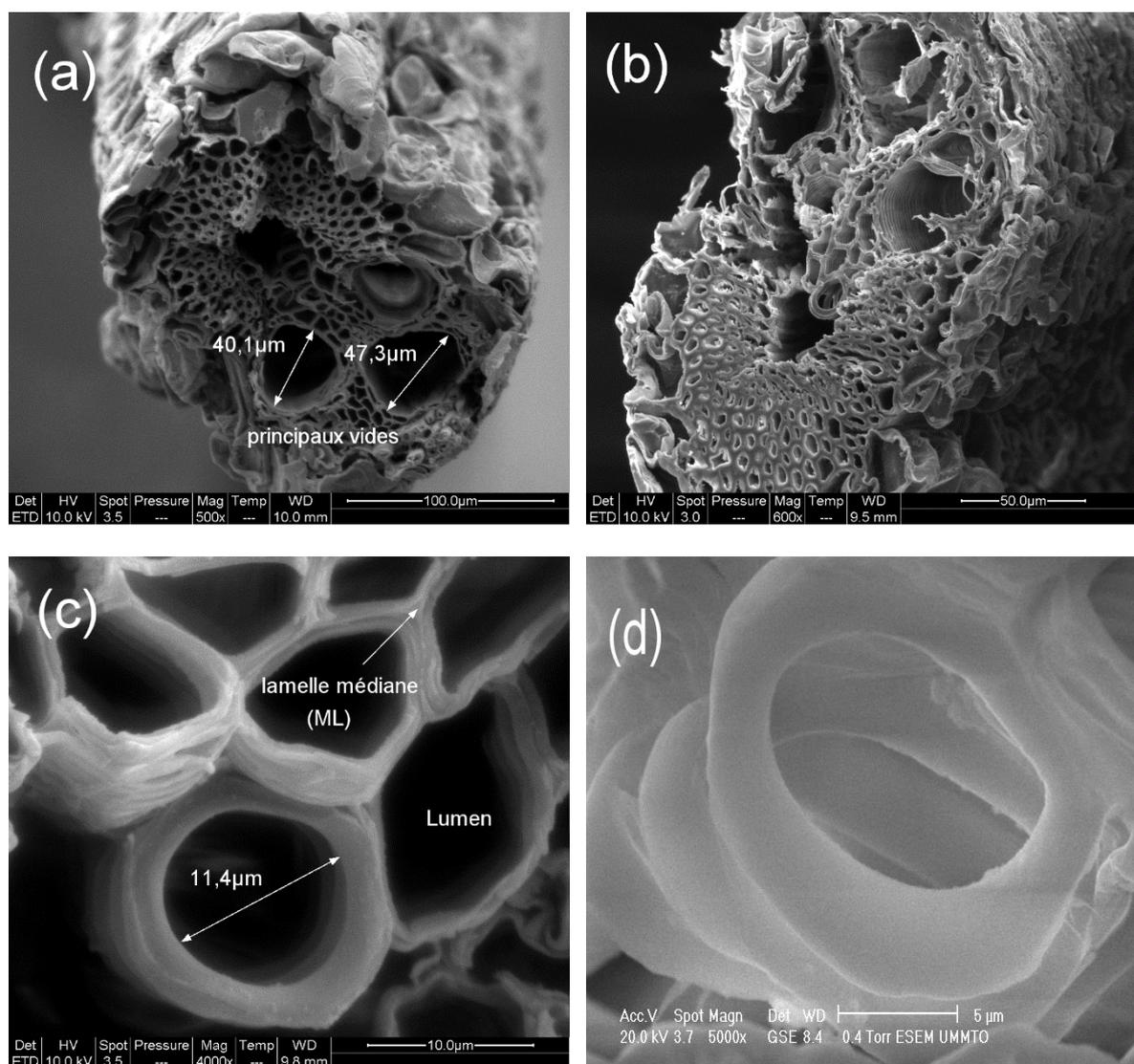


Figure III.2 : Images MEB d'une fibre technique de *JE*.

(a) section transversale, (b) et (c) (d) zoom de la section transversale.

La surface des fibres de *JE* non traitées est recouverte par les graisses, les cires ou encore des polysaccharides tels que les lignines, hémicelluloses ou pectines (Figure III.1a, b). Après leur immersion dans une solution alcaline (NaOH), ce traitement avec la soude nettoie les fibres en surface en dégradant leurs constituants amorphes [GOV-06]. La figure III.3 présente des micrographies de fibres de *JE* après leur immersion dans une solution alcalin (NaOH). Les chaînes de cellulose au sein du micro fibrilles perdent localement leur structure cristalline et les micros fibrilles sont beaucoup moins liées entre elles [GOD 06]. La région inter fibrillaire est moins dense et moins rigide, ce qui permet aux fibrilles de se réorganiser dans le sens de la traction lorsque les fibres sont étirées [BAL 02], ce qui permet un partage de la charge.

L'augmentation de la concentration de 0,5% à 5% de NaOH ainsi que le temps de traitement entraînant d'avantage la réduction des matériaux de cimentation et les autres impuretés conduisant ainsi à la formation d'une région fibreuse plus notable. La fibrillation augmente la surface effective pour l'enclenchement mécanique entre la matrice et la fibre, améliorant ainsi l'interface de liaison [CHA-17]. L'étude menée par [AYD-11] sur les fibres de lin traitées à l'alcalin révèle que l'effet de la fibrillation de ces fibres est devenu plus prononcé avec l'augmentation de la concentration jusqu'à 30% de NaOH.

L'observation au microscope électronique de la fibre de *JE* traitée (Figure III.3) montre qu'un traitement alcalin augmente le degré de rugosité de surface par rapport à celle des fibres non traitées en raison de l'élimination de la lignine et l'hémicellulose et peut donc contribuer à l'amélioration de la qualité de l'interface fibre/matrice.

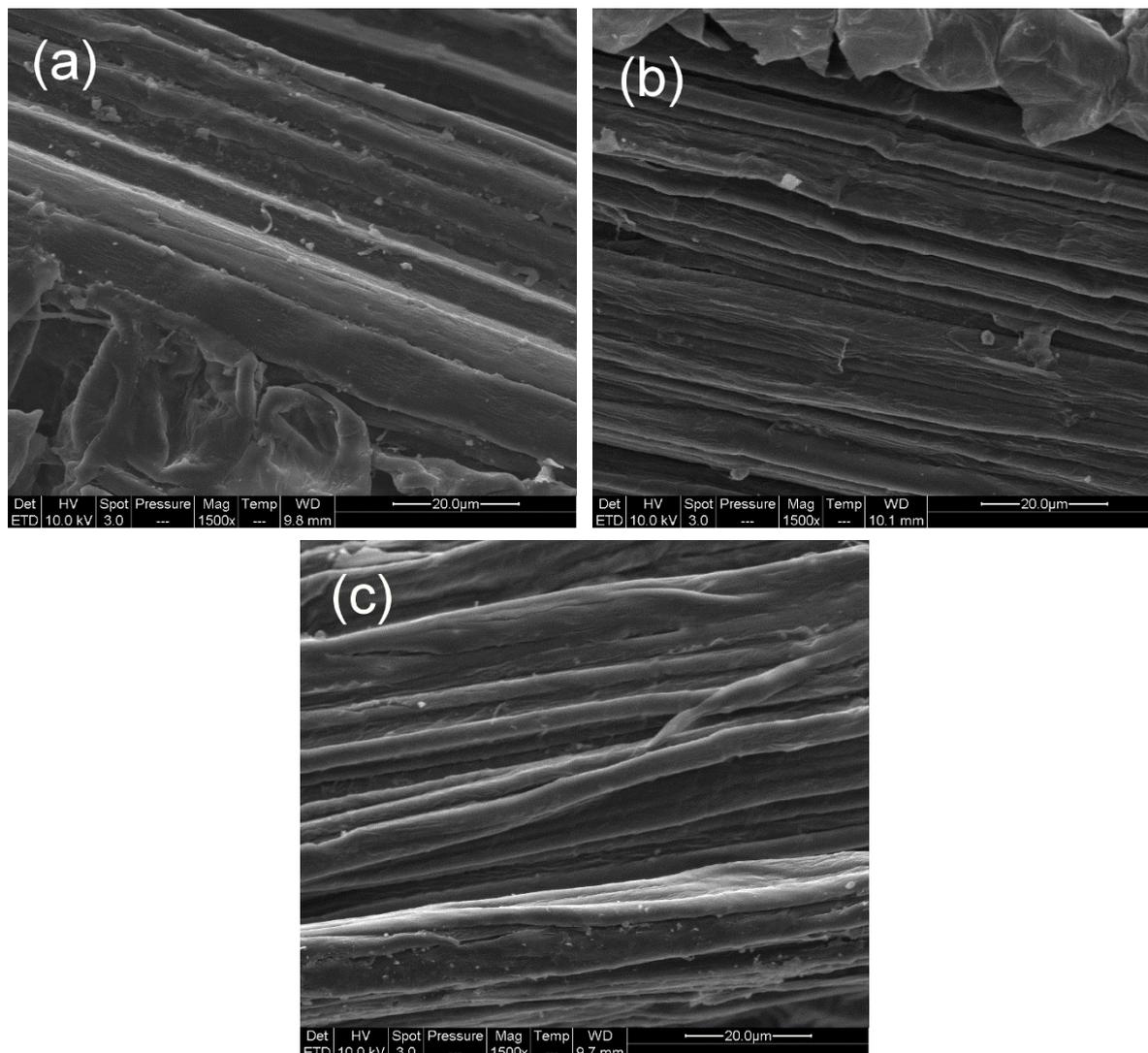


Figure III.3 : Images MEB de la fibre de *JE* traitée avec :
 (a) 0,5% NaOH 12h, (b) 1%NaOH 12h, (c) 5%NaOH 4h.

III.2.2 Détermination du diamètre par microscope optique

Le diamètre des fibres a été mesuré en utilisant un microscope optique **ZEISS** équipé d'une caméra numérique Moticom 2500 et piloté par un logiciel de traitement d'image *Motic Images Plus V2.0*. Les fibres peuvent avoir une variation du diamètre le long de leur longueur, en dépit de cela, la section transversale effective des fibres a été déterminée en utilisant leur diamètre moyen tout en supposant que leurs formes soient parfaitement cylindriques (sans tenir compte de la présence du lumen) pour simplifier l'analyse. C'est un procédé couramment utilisé dans de nombreux articles traitant des investigations sur les fibres naturelles et leurs composites

[AMR-15, BEZ-14, LI-09, VIR-10]. Les diamètres moyens des fibres ont été mesurés à neuf emplacements différents le long de la longueur mesurer (section du milieu et les deux extrémités) c.à.d. trois mesures à chaque emplacement comme cela est montrée dans la figure III 4. Les fibres extraites de la plante de jonc épars, de couleur jaunâtre, ont un diamètre moyen de 310 μm .

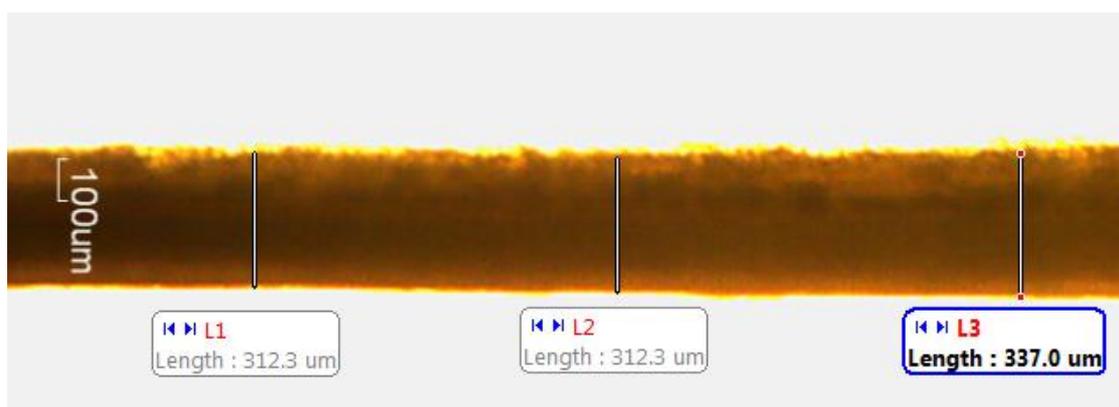


Figure III.4 : Vue longitudinale d'une fibre de *JE* au Microscope optique.

III.2.3 Mesure de la densité.

La mesure de la densité permet en général d'apprécier la teneur de la porosité dans les matériaux. La plupart des fibres naturelles ont une densité (environ 1,5 g/cm^3) inférieure à celle des fibres de verres (environ 2,5 g/cm^3).

Bien que les fibres naturelles soient compactées pendant leurs traitements, leurs densités (environ 1,5 g/cm^3) restent considérablement inférieures à celles des fibres synthétiques telles que les fibres de verre (environ 2,5 g/cm^3), ceci les rendent attrayantes en tant que renforts dans les applications où le poids est une considération. Dans cette étude, la densité de la fibre de *JE* (déterminée par la méthode du pycnomètre) a été calculée en utilisant l'équation selon la norme ASTM D 2320-98 (2003)

$$\rho_{JE} = \frac{(W_3 - W_1)}{[(W_2 - W_1) - (W_4 - W_3)]} \rho_w \quad (III.1)$$

Chapitre III : Caractérisation physico chimique des fibres du *Jonc épars*

Où :

ρ_{JE} est la densité de la fibre extraite du *Juncus Effusus L.* ;

ρ_w est la densité de l'eau distillée (0,9970 g.cm⁻³ à 25°C) ;

W_1 est la masse du pycnomètre vide ;

W_2 est la masse du pycnomètre rempli d'eau distillée à 25°C ;

W_3 est la masse du pycnomètre plus une certaine quantité de fibres coupées ;

W_4 est la masse du pycnomètre rempli de fibres coupées et d'eau distillée à 25°C.

La densité trouvée est égale à 1,139 g/cm³, cette valeur représente l'une des valeurs les plus faibles pour les fibres lignocellulosiques [MAA-17]. Cette faible densité peut entraîner une réduction de la masse pour certaines applications spécifiques.

III.3 Caractérisation physico chimique des fibres

III.3.1 Caractérisation physico chimique des fibres non traitées

III.3.1.1 Caractérisation par Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La figure III.5 montre les spectres Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) des fibres de *JE* présentant les principales bandes correspondant aux vibrations des différents groupements. Les pics des spectres FTIR obtenus sont comparés à ceux rapportés dans la littérature (Tableau III.1).

Le pic à 665 cm⁻¹ est attribué à la vibration des liaisons glycosidiques [JAO-09]. Le pic à 894 cm⁻¹ peut être attribué à la présence de Liaison β -glycosides entre les monosaccharides [RED-14, ROS-10]. Le pic obtenu à 1035 cm⁻¹, peut être associé à l'élongation vibratoire qui appartient au polysaccharide dans la cellulose (CO et O-H) [PAI-07, FIO-14]. Alors que, le pic d'absorbance centré à 1248 cm⁻¹ est dû à la déformation des groupes (C-O) acétyles xyloxy dans la lignine [RAO-07, LIU-04]. L'absorbance à 1315 cm⁻¹ est associée au groupe aromatique dans les polysaccharides (C-O) [LIU-09]. Le pic observé à 1380 cm⁻¹ est attribué à la vibration de flexion de (C-H). [TRO-08, BEZ-14]. Le pic signalé à 1425 cm⁻¹ est associé à la flexion symétrique CH₂ présente dans la cellulose [BEL-15, SGR-08]. Le pic 1519 cm⁻¹ indique des groupes (C = C) de lignine [BEL-15]. Le pic absorbé à 1621 cm⁻¹ peut être due à la

Chapitre III : Caractérisation physico chimique des fibres du Jonc épars

présence de l'eau dans la fibre [DER-10]. Les deux pics observés à 2854 cm^{-1} et à 2921 cm^{-1} sont attribués aux vibrations d'étirage CH à partir de CH et CH_2 dans la cellulose et l'hémicellulose [ALV-06 ; PAI-07]. Le pic à 3310 cm^{-1} appartient au groupe d'hydroxyle [BEZ-14].

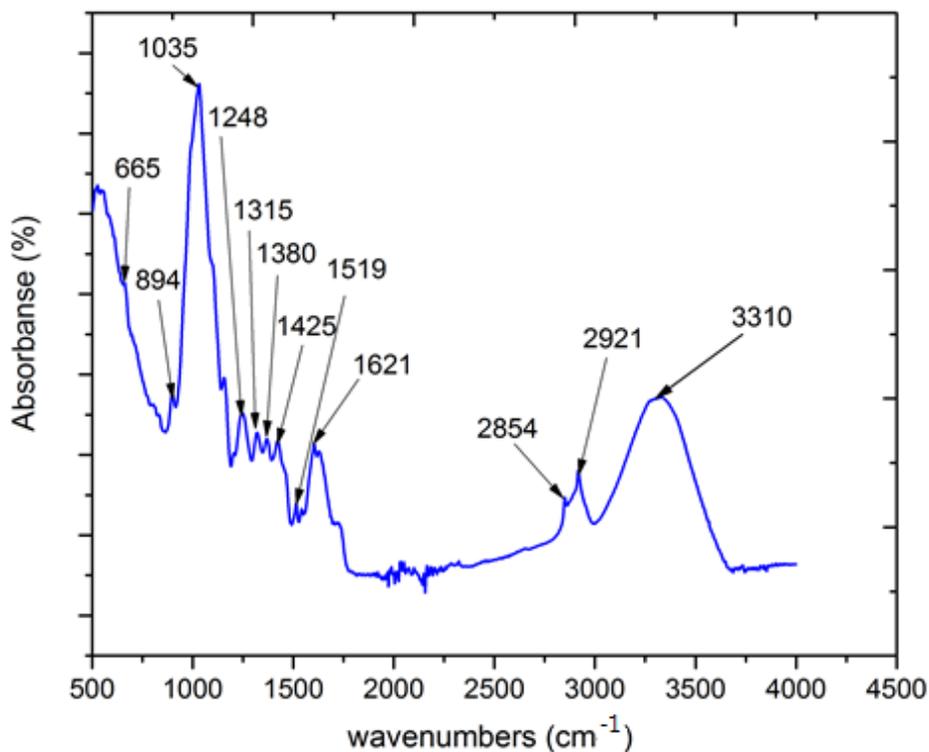


Figure III.5 : Spectres FTIR des fibres de *JE* non traitées.

Tableau III.1 : Principales bandes d'absorption infra-rouge des fibres non traitées de *JE*.

positions des Bandes (cm ⁻¹)	Nombre d'ondes (cm ⁻¹)	Origines	Références
3310	3600–3100	Bande d'hydrogène, liaison O-H et la cellulose	[BEZ-14, AMR-15]
2921-2854	2950 and 2854	Extension des vibrations des groupes C-H pour CH et CH ₂ dans la cellulose et l'hémicellulose	[ALV-06 ; PAI-07]
1621	1740–1600	Présence de l'eau dans la fibre	[DER-10]
1519		(C=C) groupes de lignine	[BEL-15]
1425	1430	Elongation symétrique, CH ₂	[BEL-15, SGR-08]
1380	1377	Déformation dans le plan de groupes C-H et CH ₂	[TRO-08, BEZ-14]
1315	1320	Groupes C-O aromatique dans les polysaccharides	[LIU-09]
1248	1243	C-O Déformation des groupes acétyles xylanes dans la lignine	[RAO-07, LIU-04]
1035	1055	CO et O-H élongation vibratoire qui appartient au polysaccharide dans la cellulose	[AMR-15, PAI-07, FIO-11]
894	894	Liaison β-glycosides entre les monosaccharides	[RED-14, ROS-10]
665	670–620	Vibration des liaisons glycosidiques	[JAO-09]

III.3.1.2 Caractérisation par ATG (DTG)

L'analyse thermogravimétrique ATG consiste à mesurer la variation de la masse d'un échantillon soumis à un traitement thermique, c'est donc une analyse quantitative. Elle permet d'étudier les phénomènes chimiques, physiques ou physico-chimiques qui se traduisent, sous l'effet de la température et sous atmosphère contrôlée, par une variation de masse.

La figure III.6 montre les courbes ATG et sa dérivé DTG qui nous permet de faire une étude sur la stabilité thermique de la fibre *JE* qui est un facteur important limitant l'utilisation des fibres naturelles comme renfort dans les composites [FIO-14]. La première chute de la masse de l'ordre de 5,65% a été enregistrée entre 30 et 110°C est attribué par plusieurs auteurs [BEL-15, DER-10, FIO-14] à la vaporisation de l'eau absorbée dans la fibre ce qui confirme son hydrophilité. Ensuite, une stabilité thermique est noté jusqu'à environ 220°C où aucun pic significatif n'a été observé avec des pertes de masses mineures en dehors de celles attribuées à l'humidité ceci est en bonne accord avec les travaux de [DER-10]. Le deuxième processus de perte de masse qui représente l'initiation de dégradation de la fibre de *JE* a été observé entre 220°C et 360°C ; ceci peut être attribué à la décomposition thermique de l'hémicellulose et des liaisons glycosidiques de la cellulose [IND-14]. Le pic observé à 300°C indique la décomposition possible de la cellulose I et α -cellulose [SAR-13]. Des pics similaires ont été reportés dans la littérature pour les fibres de bambou, chanvre, jute et de kenaf aux températures de 321°C, 308,2°C, 298,2°C et 307,2°C respectivement [IND-14]. Le pic observé à 455°C est attribué à la dégradation de la lignine car cette dernière commence le procédé de sa dégradation lorsqu'elle est chauffée entre 280 et 500°C [SEK-13]. En outre, on a observé un pourcentage résiduel en masse de 3,64%. Les produits finaux de la dégradation de la cellulose contiennent des résidus carbonés et des charges non dégradées.

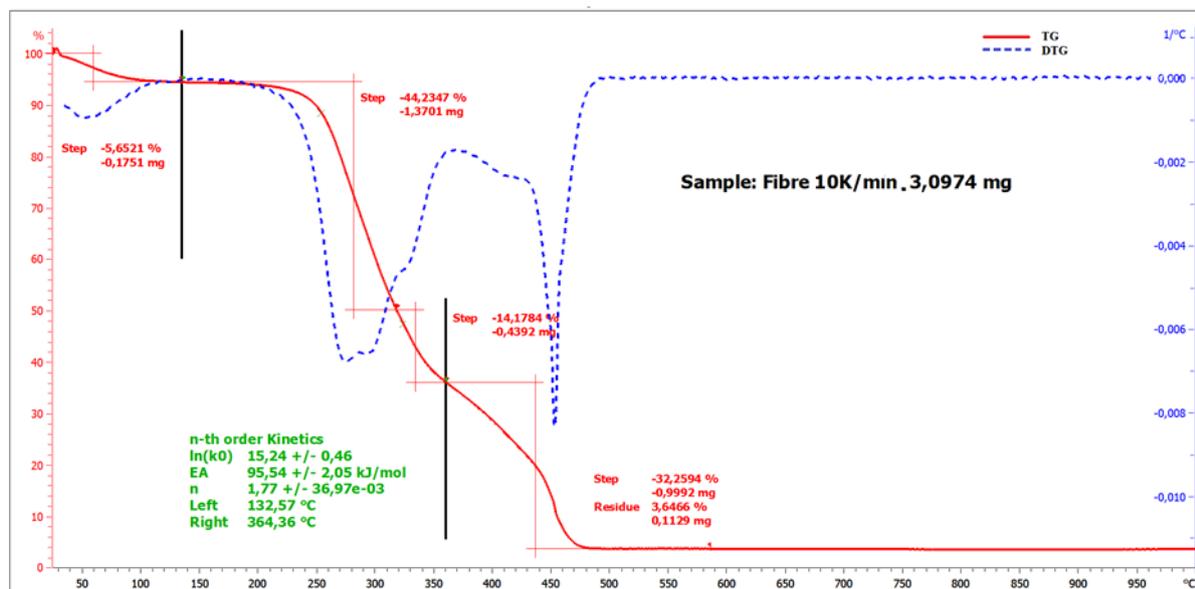


Figure III.6 : Analyse thermogravimétrique TG et DTG.

III.3.1.3 Caractérisation par DSC

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) de la fibre de *JE* non traitée a été effectuée sur une machine de type Mettler Toledo TA300 sous atmosphère azote. Des creusets en aluminium sont utilisés comme support des échantillons. Le cycle adopté consiste à un chauffage de l'échantillon de la température ambiante (environ 30°C) jusqu'à 200°C avec un taux de chauffage de 10 °C/min. Par contre, le refroidissement est effectué à une vitesse de 30°C/min sous un débit d'azote de 150 ml/min. La masse des échantillons est d'environ 6,10 mg, celle-ci a été déterminée en utilisant une balance de précision 0,01mg.

La figure III.7 illustre le thermo-gramme endothermique et exothermique de la fibre de *JE* analysé par la technique de DSC. Un grand pic est enregistré à une température de 82,25 °C qui correspond à l'évaporation de l'eau, l'énergie produite par cette évaporation est l'enthalpie (ΔH), qui varie d'une fibre à l'autre, et la valeur de ΔH déterminé pour ce pic est égale à 188,10 J/g. Un autre petit pic a été aussi observé à 162,98 °C qui correspond à la décomposition des polysaccharides (lignine) avec une enthalpie de 1,85 J/g.

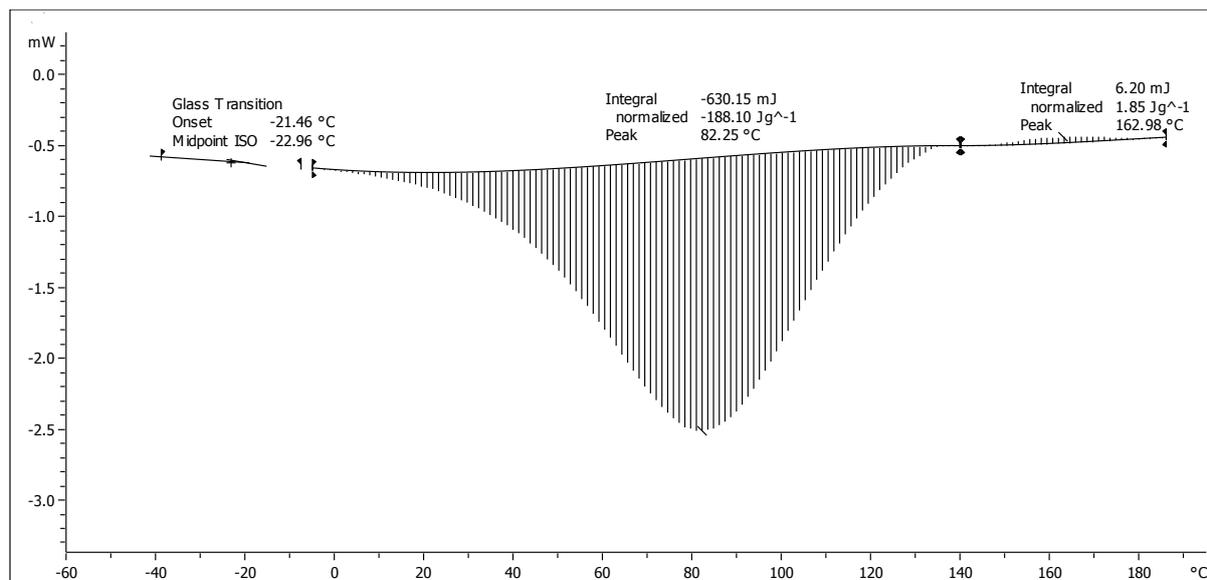


Figure III.7 : Analyse DSC de la fibre de *JE* non traitée.

III.3.1.4 Caractérisation par DRX

La figure III.8 montre le spectre de diffraction des rayons X de la fibre de *JE* non traitée qui se caractérise par la présence de deux pics. Le premier pic d'intensité minimale observée à ($2\theta = 18^\circ$) correspond à la phase amorphe et le pic majeur enregistré à ($2\theta = 22^\circ$) contribue à la phase amorphe et les fractions cristallines, ceci est en bonne concordance avec les travaux de *Arthanarieswaran et al.* [ART-15] et celui de *Saravanakumar et al* [SAR-13] affecté au plan cristallographique (200) de la cellulose I, cela confirme la semi cristallinité de la fibre de *JE*. L'indice de cristallinité de la fibre de *JE* a été calculé en utilisant l'expression empirique suivante développé par *Segal et al* [SEG-59] :

$$CrI\% = \frac{I_{002} - I_m}{I_{002}} \quad (III.2)$$

Où :

I_{002} est l'intensité du capital de la cellulose du pic aux alentours de $2\theta = 22^\circ$

I_m est l'intensité attribuée à la cellulose amorphe environ $2\theta = 18^\circ$.

Chapitre III : Caractérisation physico chimique des fibres du Jonc épars

L'indice de cristallinité CrI a été trouvé égal à 42,84%. Cette valeur calculée est supérieure à celle trouvée pour la fibre non traitée de *Date palm* 19,9% [ABD-12], *Coconut* non traité 29,93% [CAR-10] et plus petite que celle trouvée pour la fibre de *Acacia leucophloea Bark* 51% [ART-15], *Lygeum Spartum L* 46,19 % [BEL-15], *Cissus quadrangularis stem* 47,15% *Cissus quadrangularis root* 56,6 [IND-14,15] *Napier grass* 62,43% [KOMM-16].

La taille des cristallites a été évaluée en utilisant l'équation de Scherrer [SAR-13] :

$$Cr_{size} = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (III.3)$$

Où :

K est la constante de Scherrer (0,9), λ est la longueur d'onde du rayonnement ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$), β est la largeur totale du pic mesurée à la moitié de son intensité maximale (FWHM) et θ est l'angle de diffraction.

La valeur de Cr_{size} a été trouvée égale à 3,6nm pour les fibres non traitées de *JE* [MAA-17].

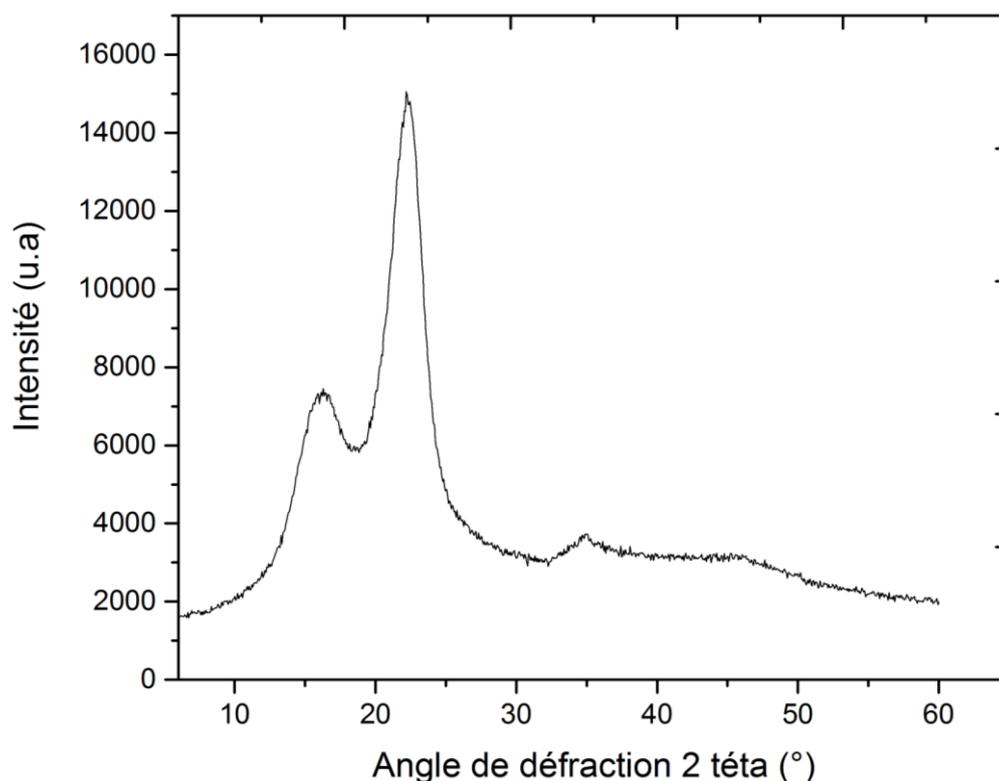


Figure III.8 : Courbes de diffraction des rayons X des fibres de *JE* non traitées.

III.3.2. Caractérisation physico chimique des fibres traitées

Dans ce qui suit la caractérisation par Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier FTIR a été effectué pour tous les échantillons traités. Tandis que, les techniques ATD (DTG), DSC et DRX ont été effectuées seulement pour les fibres non traitées ainsi que ceux ayant montré un bon ou un mauvais comportement en traction. Il s'agit des fibres de *JE* traitées par (NaOH ayant une concentration de 0,5 %, 1%, 2% et 5% pendant 4, 8, 12 et 48, heure.

III.3.2.1 Caractérisation par Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Les essais de FTIR ont été effectués au niveau du (laboratoire LMANM) cette technique nous permet de connaître la nature chimique d'un produit par identification des bandes d'absorptions présentées sur un spectre. Les caractéristiques spectrales contiennent des informations sur les liaisons chimiques. Car chaque bande d'absorption concorde à un mode de vibration d'une liaison chimique. Cette technique est largement utilisée, notamment pour étudier les phénomènes de diffusion de l'eau dans les résines époxydes [COT-01].

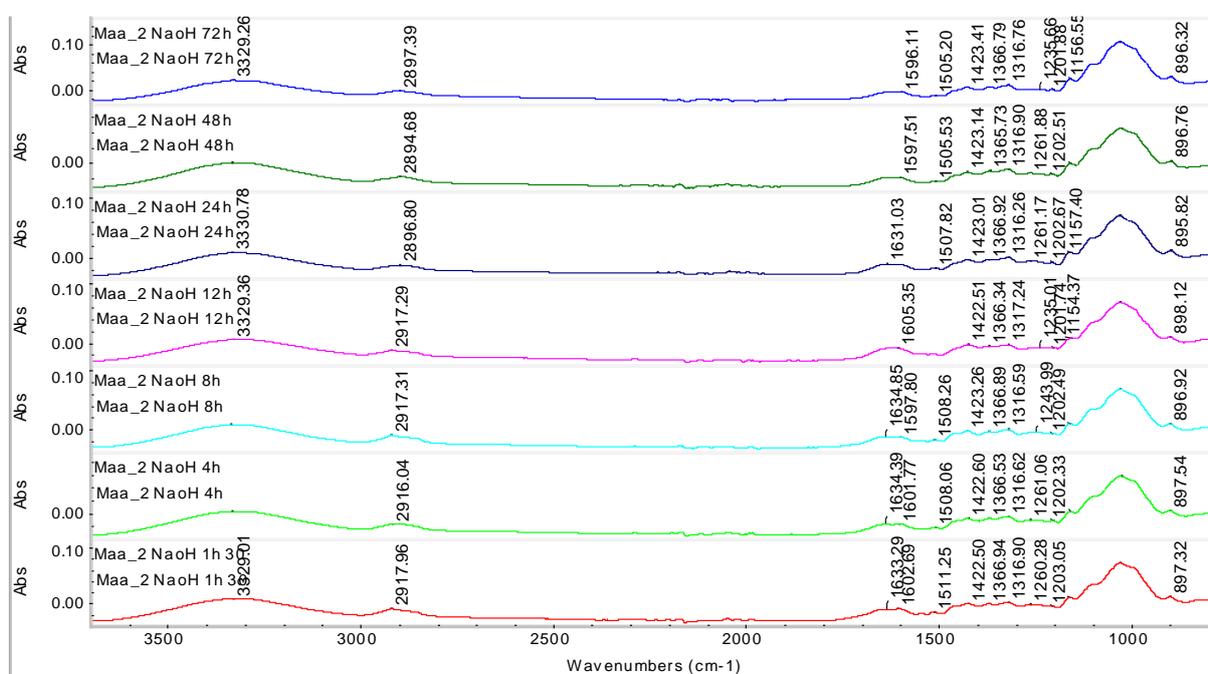
Les spectres infrarouge obtenus par absorbance des fibres de *JE* non traitées et traitées à des diverses concentrations (0,5% ; 1% ; 2% ; 3% ; 5%) et temps d'immersion (1h 30min, 4, 8, 12, 24, 48, 72h) dans la solution NaOH sont présentés dans les figures III.9 et III.10.

La concentration du NaOH n'a pratiquement aucun effet sur la position des pics avec une très faible variation dans les intensités. Ceci est en bonne concordance avec l'étude menée par Amroune *et al.* [AMR-15] sur les fibres des bras de grappe de palmier dattier sur (*Phoenix dactylifera L.*) traitées par NaOH pour des diverses concentrations (0,5%,1%, 2% et 3%) et temps de permanence (12, 24, 48, 72 et 96h). Les auteurs ont constatés que le traitement n'a pas une influence significative sur la position mais une légère baisse de l'intensité des pics.

L'hydrophilé des fibres de *JE* traitées et non traitées est mise en évidence par de larges bandes d'absorption dans la région de 3310-3334 cm^{-1} . Dans le spectre du *JE* non traitée, le pic d'absorption observé à 1248 cm^{-1} attribuer à l'étirement des vibrations du groupe acétyle dans la lignine (C-O) a été décalé entre 1235 et 1262 cm^{-1} et parfois disparaît pour certaines fibres

Chapitre III : Caractérisation physico chimique des fibres du *Jonc épars*

traitées avec NaOH (voir Figure III.9 et Tableau III.2). Tandis que, le traitement de la fibre à 0,5% de NaOH pendant 1h 30min qui a presque les mêmes pics attribués à la fibre non traitée. Dans les études présentées par *Naili et al.* [NAI-17] pour la fibre de la plante de *Juncus* et par *Brígida et al.* [BRI-10] pour la fibre de noix de *coco* le pic observé à 1248 cm^{-1} disparaît complètement après un traitement alcalin. De même, pour le pic d'absorption observé à 1721 cm^{-1} pour les fibres non traitées correspondant à l'étirement C = O de l'hémicellulose. Dans notre cas, ce pic était absent dans le spectre des fibres traitées par le NaOH (Figure III.9) indiquant ainsi l'élimination de l'hémicelluloses et de lignine. L'élimination de ce pic a été observée dans une étude antérieure portée par *Shekeil et al* [SHE-12] sur la fibre de kenaf traité à 2% de NaOH et par *Fávaro et al.* [FAV-10] sur la fibre de sisal à 10% NaOH pour un temps de 3h, ainsi que par *Brígida et al.* [BRI-10] pour la fibre de noix de coco.



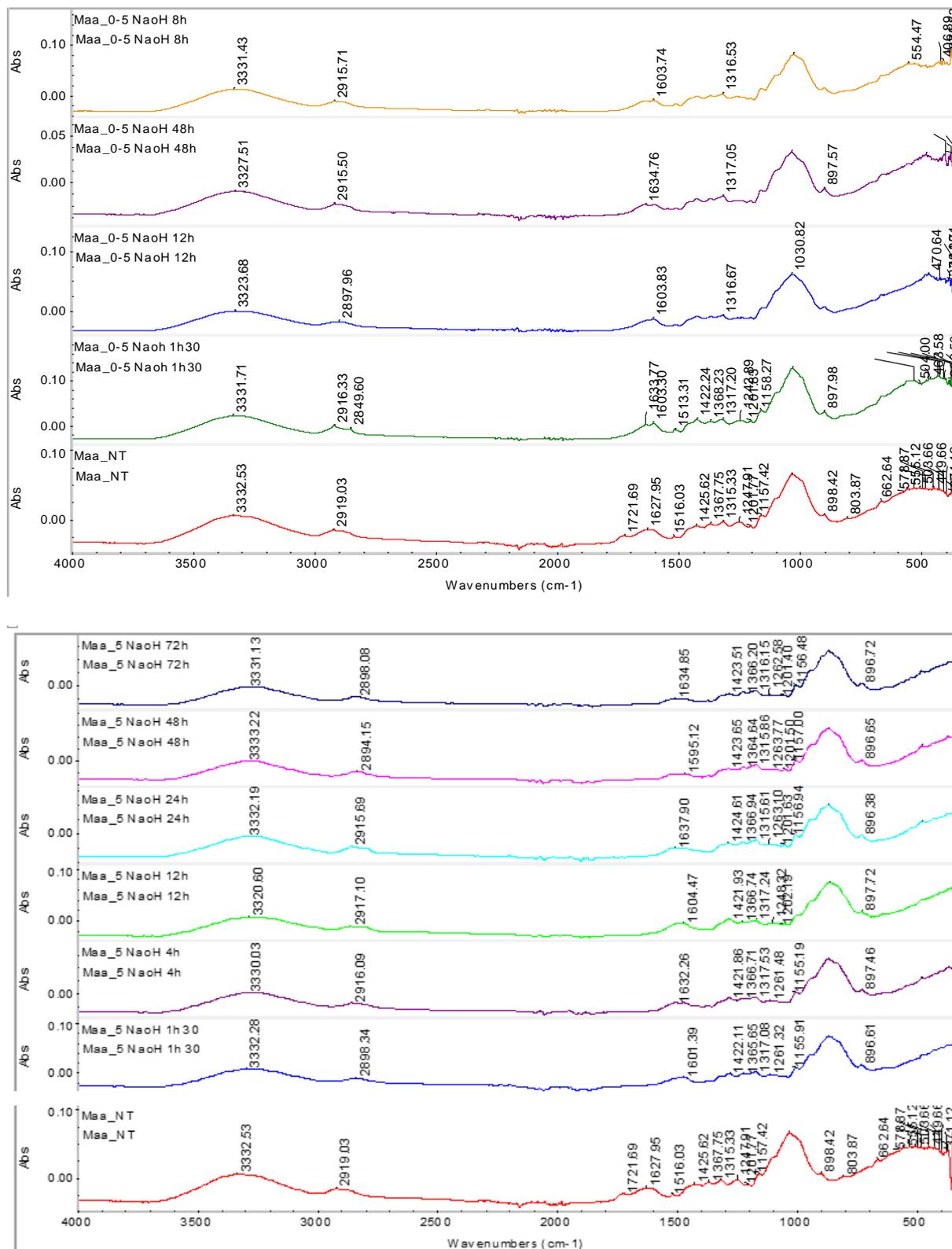


Figure III.9 : Spectres FTIR des fibres de *JE* non traitées et traitées par 0,5%, 2% et 5% NaOH pendant (1h30 min, 4, 8, 12, 24, 48, 72h).

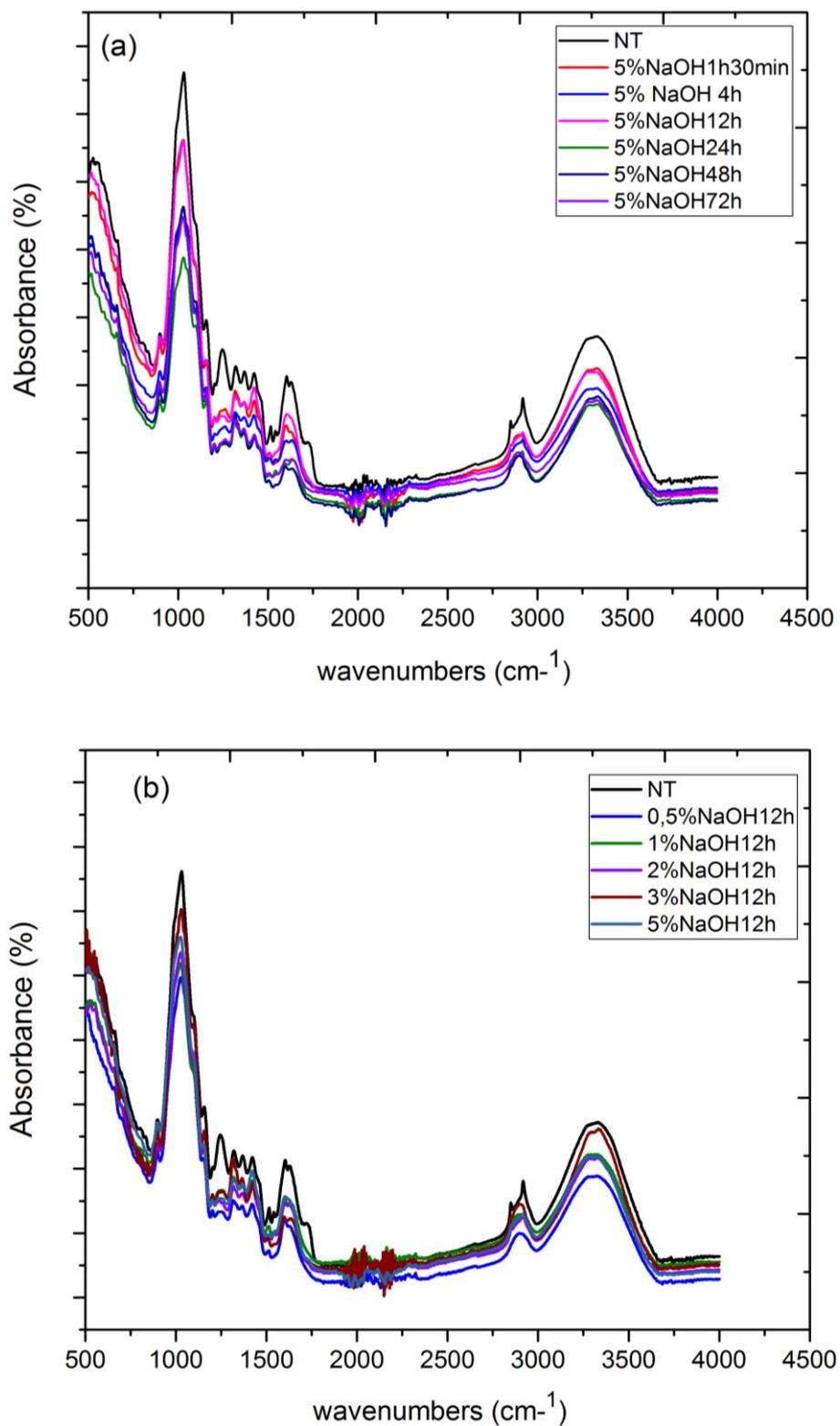


Figure III.10 : Spectres FTIR des fibres de *JE* non traitées et traitées par :

a) 5% NaOH à des divers temps.

b) NaOH avec diverses concentrations (0,5 ; 1 ; 2 ; 3 ; 5%) pendant 12h.

Chapitre III : Caractérisation physico chimique des fibres du Jonc épars

Tableau III.2 : Principales bandes d'absorption infra-rouge des fibres traitées de JE.

Référence	Nombre d'ondes (cm ⁻¹)	3100–3600	2950 et 2854	1600-1740	1430	1377	1320	1243	1055	894
Bezazi <i>et al.</i> (2014)	Attribution	Bande d'hydrogène O-H	Extension des vibrations des groupes C-H pour CH et CH ₂ dans la cellulose et l'hémicellulose	Groupements carbonyles C=O des groupes acétyles des hémicelluloses	Elongation symétrique CH ₂	Déformation dans le plan de groupes C-H et CH ₂	Groupes C-O aromatique dans les polysaccharides	C-O Déformation des groupes acétyles xylanes dans la lignine	CO et O-H élongation vibratoire qui appartient au polysaccharide dans la cellulose	Liaison β-glycosides entre les monosaccharides
Positions des Bandes (cm-1)										
Non traités		3332	2919	1721	1425	1367	1315	1248	1035	898
Fibres traités										
concentration	Temps (h)	Positions des Bandes (cm-1)								
0,5% NaOH	1,5h	3331	2916	1633	1422	1368	1317	1242	1030	898
	8h	3331	2915	1603	1422	1367	1316	-	1025	898
	12h	3323	2897	1603	1423	1367	1316	-	1031	898
	48h	3327	2915	1634	1423	1367	1317		1032	897
1% NaOH	1,5h	3330	2917	1625	1420	1367	1316	1260	1034	897
	4h	3331	2914	1632	1422	1369	1318		1031	898
	24h	3323	2919	1631	1425	1365	1314	-	1035	896
	48h	3326	2914	1621	1421	1367	1317	-	1033	897
2% NaOH	1,5h	3329	2918	1633	1422	1367	1317	1260-	1026	897
	4h	3332	2916	1634	1423	1367	1317	1261	1026	898
	8h	3333	2917	1635	1423	1367	1317	1243	1027	897
	12h	3329	2917	1605	1423	1366	1317	1235	1028	898
	24h	3331	2897	1631	1423	1367	1316	1261	1028	896
	48h	3330	2894	1631	1423	1366	1317	1261	1025	897
	72h	3329	2897	1622	1423	1367	1317	1235	1029	897

Chapitre III : Caractérisation physico chimique des fibres du Jonc épars

3% NaOH	1,5h	3329	2918	1604	1422	1369	1318	1259	1025	897
	4h	3330	2917	1604	1423	1367	1317	1261	1023	898
	8h	3332	2916	1597	1423	1367	1317	1261	1029	896
	12h	3334	2896	1596	1424	1366	1316	1244	1029	900
	24h	3330	2898	1597	1423	1367	1316	1262	1030	896
	48h	3333	2915	1634	1423	1367	1317	1262	1027	897
	72h	3332	2900	1633	1423	1366	1316	1232	1028	897
5% NaOH	1,5h	3332	2898	1601	1422	1365	1317	1261	1031	896
	4h	3330	2916	1632	1421	1366	1318	1261	1034	897
	12h	3320	2917	1604	1421	1366	1317	1248	1032	898
	24h	3332	2916	1638	1424	1367	1315	1263	1020	896
	48h	3333	2894	1595	1424	1364	1315	1263	1035	897
	72h	3331	2898	1634	1424	1366	1316	1262	1035	897

III.3.2.2 Caractérisation par ATG (DTG)

La stabilité thermique de la fibre de *JE* a été étudiée à l'aide de la technique d'analyse thermogravimétrique (ATG). L'allure générale des courbes des fibres de *JE* traitées et non traitées (Figure III.11) étant similaire. Les fibres traitées se caractérisent par un allongement de la plage de la stabilité thermique avec un décalage de la température du pic jusqu'à 31 °C (de 320 à 351 °C). Cela est dû au fait que la teneur relative de la lignine et de l'hémicellulose de la fibre de *JE* a diminué après le traitement, ce qui confirme la disparition des pics enregistrés dans l'analyse FTIR, ce qui est en bonne concordance avec les travaux de *Liu et al* [LIU-04].

La figure III.11a présente l'évolution des courbes ATG des fibres de *JE* traitées et non traitées. Les évolutions des courbes de perte de masse des fibres de *JE* se déroule en quatre phases (régions) de perte de masse : 30°-200°C, 200°- 310°C, 310°-395°, 395°-600.

Phase 1 (30°-200°C) :

Dans cette phase la perte de masse est de l'ordre de 5,35 à 7,39% (dépendant de la concentration du NaOH et du temps d'immersion) qui s'effectue principalement entre la température 30° et 110°C, avant que la masse ne se stabilise. Cette étape est liée à l'évaporation de l'humidité contenue dans la fibre de *JE*. Au-delà de cette zone, et jusqu'à 200°C, la masse varie peu ce qui montre une bonne stabilité thermique.

Phase 2 (200°-310°C) :

Le deuxième processus de perte de masse qui représente l'initiation de dégradation de la fibre de *JE* a été quantifié entre 21,90 à 37,39 %, ceci est relié à la décomposition des fibres par dépolymérisation des hémicelluloses et des pectines. Cette phase est caractérisée par la grande perte de masse des fibres non traitées 37,39 % par rapport à celle des fibres traitées qui varie de 21,90 à 22,96 %. La vitesse de décomposition des fibres de *JE* traitées est très fortement ralentie par rapport aux fibres non traitées, ce qui confirme encore une fois que le traitement a contribué à l'élimination de l'hémicellulose. Le traitement à l'alcalin semble donc protéger un peu plus les fibres au cours de cette étape. De plus, il est à noter que cette phase est caractérisée par l'irréversibilité de la décomposition de la fibre de *JE*.

Phase 3 (310°-395°C) :

Cette phase se caractérise par les plus grandes pertes de masse des fibres traitées qui varie entre 39,09 et 43,85 % comparativement à ceux non traitées qui est de l'ordre de 25,77 %,

Chapitre III : Caractérisation physico chimique des fibres du Jonc épars

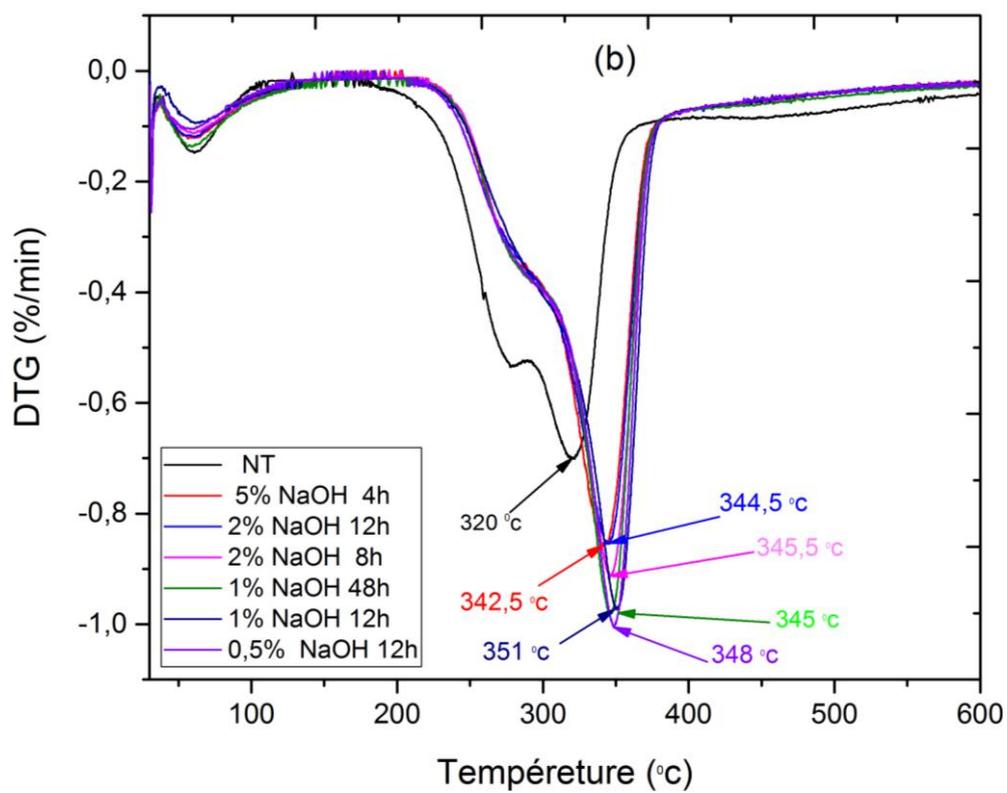
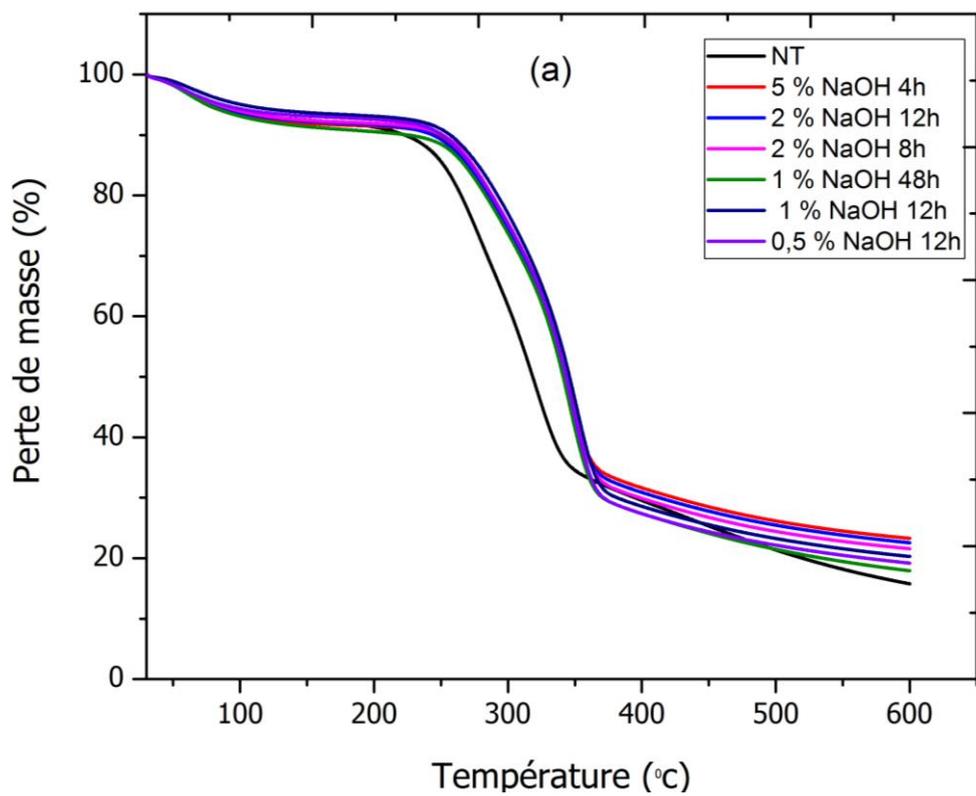
ceci est un comportement inverse par rapport à celui enregistré en phase 2. Un maximum de dégradation apparaît environ 350°C, qui traduit la dégradation de la cellulose. La vitesse de cette étape de décomposition est très rapide pour les fibres traitées.

Phase 4 (395°-600°C)

Cette phase finale de dégradation est caractérisée par la perte de masse très lente correspondant à la décomposition de la lignine et semble se stabiliser vers 600°C.

Le taux des résidus de dégradation thermique augmente considérablement de 15,77% pour les fibres non traitées à 23,28% dans le cas des fibres traitées (Tableau III.3). Les fibres de *JE* qui ont subi un traitement alcalin présentent des résidus élevés par rapport aux fibres non traitées ce qui est en bon accord avec le travail de *Mittal et al* [MIT-17] porté sur la fibre de la paille de blé. Une observation similaire a été rapportée par *Saha et al* [SAH -91] sur les fibres de feuille d'ananas traitée avec NaOH qui ont expliqué que la mercerisations réduisait considérablement l'hémicellulose, donnant lieu à un complexe lignine-cellulose, rendant ainsi le produit plus stable que l'échantillon non traitée, ce qui se reflétait dans la quantité développée de résidus carbonisés.

La figure III.11b illustre la courbe de la dérivée première DTG exhibant un comportement thermique plus homogène des fibres de *JE* traitées indiquant les pics de dégradation de la fibre de *JE* traitées et non traitées. Après traitement, la température à la vitesse maximale de décomposition de la fibre de *JE* a augmenté, indiquant que le traitement a amélioré la stabilité thermique de la fibre *JE*. Cela est dû au fait que la teneur relative de la lignine et de l'hémicellulose de la fibre de *JE* a diminué après le traitement avec une solution alcaline. L'apparition de deux pics seulement pour les échantillons traités aux alentours de (58 et 351 °C) sont causés principalement par la dégradation de cellulose et de la lignine. Ce phénomène a été également rapporté par *Brigida et al* [BRI-10] dans le cas des fibres de noix de coco. Dans l'intervalle de température 30° à 130°C (Figure III.11c), correspondant à l'évaporation de l'humidité qui est une caractéristique commune observée pour les fibres lignocellulosique, apparaît le premier pic enregistré entre 58 et 61°C. Le deuxième pic se manifeste entre 320-351°C (Figure III.11d) correspond à la dépolymérisation de la cellulose.



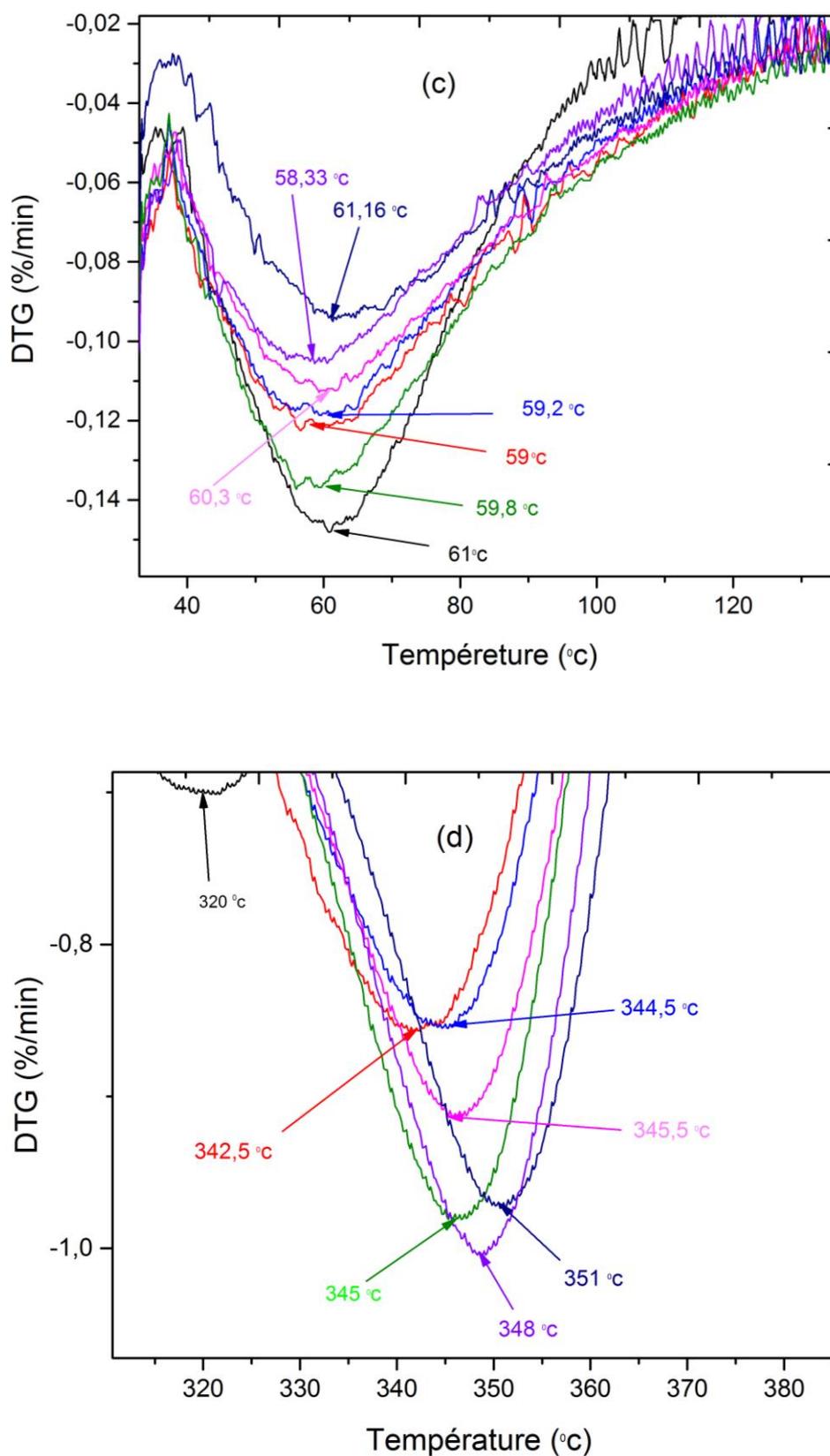


Figure III.11 : Courbes (a) ATG (b) DTG des fibres traitées et non traitées a des diverses concentrations (c) et (d) Zoom de DTG entre (30 et 130 °C) et (310-395°C).

Tableau III.3 : Perte de masse en % des fibres de *JE* traitées et non traitées.

Echantillon		Etape 1		Etape 2		Etape 3		Etape 4		Résidus à 600°C en %
		(°C)	Perte de masse %							
NT	Intervalle	30-200	6,84	200-310	37,39	310-395	25,77	395-600	14,22	15,77
	Pic	61				320				
0,5% NaOH 12h	Intervalle	30-200	6,05	200-310	22,81	310-395	43,40	395-600	8,54	19,18
	Pic	58,3				348				
1% NaOH 12h	Intervalle	30-200	5,35	200-310	21,85	310-395	43,85	395-600	8,65	20,28
	Pic	61,16				351				
2% NaOH 8h	Intervalle	30-200	6,50	200-310	22,10	310-395	41,12	395-600	8,69	21,57
	Pic	60,3				345,5				
1% NaOH 48h	Intervalle	30-200	7,39	200-310	22,96	310-395	41,90	395-600	9,81	17,92
	Pic	59,8				345				
2% NaOH 12h	Intervalle	30-200	6,75	200-310	22,76	310-395	39,23	395-600	8,70	22,54
	Pic	59,2				344,5				
5% NaOH 4h	Intervalle	30-200	6,99	200-310	21,90	310-395	39,09	395-600	8,71	23,28
	Pic	59				342,5				

III.3.2.3 Caractérisation par DSC

Les essais de la calorimétrie à balayage différentielle (DSC) ont été réalisés au niveau du Laboratoire (LMANM) de l'université 08 Mai 1945 de Guelma à l'aide d'un appareil **Mettler Toledo DSC3+ STAR^e SYSTEM** en régime dynamique dans la gamme de température entre 30°C et 450°C. La mesure est réalisée avec une vitesse de montée en température de 10°C/min sous un balayage d'azote. Le flux de chaleur est détecté par une mesure différentielle par rapport à une référence. La masse de fibre utilisée dans cette étude est de l'ordre de 6,10 mg mesuré par une balance de type Kern de 0,01 mg de précision.

La figure III.12 présente les thermogrammes endothermiques et exothermiques des fibres de *JE* non traitées et traitées avec NaOH à des diverses concentrations et temps d'immersion. L'allure générale de ces thermogrammes étant similaire, le comportement thermique des fibres de *JE* ne semble pas avoir été affecté par le traitement chimique mais on constate le déplacement des pics endothermiques des fibres traitées par rapport à ceux non traitées ce comportement est dû à la diminution de l'humidité après le traitement à l'alcalin.

Dans la région 30-240°C un grand pic endothermique est observé dans les courbes aux alentours de 82 à 92,83°C qui correspond à l'évaporation de l'eau. L'intervalle entre 130 et 240 °C ne manifeste aucun changement exothermique ou endothermique ce qui confirme les résultats obtenu par la ATG de la plage de stabilité thermique de la fibre de *JE*.

Les pics observés à 278,5°C et à 341,83°C ont été causés respectivement par la décomposition de l'hémicellulose et α -cellulose.

Dans l'intervalle de 320 à 400°C se manifeste un pic endothermique qui représente la dégradation de la cellulose. Ce pic qui apparaît pour les fibres non traitées à 341,83°C s'est décalé à une température légèrement élevée entre 346,66 et 356,33°C pour les fibres de *JE* traitées.

Les figures III.13 et III.14 représentent les thermogrammes des fibres de *JE* conduisant à des meilleurs et mauvais comportements mécanique en traction. L'analyse des courbes de DSC seules ne permet pas de comprendre pourquoi les fibres de *JE* ont montré ce comportement.

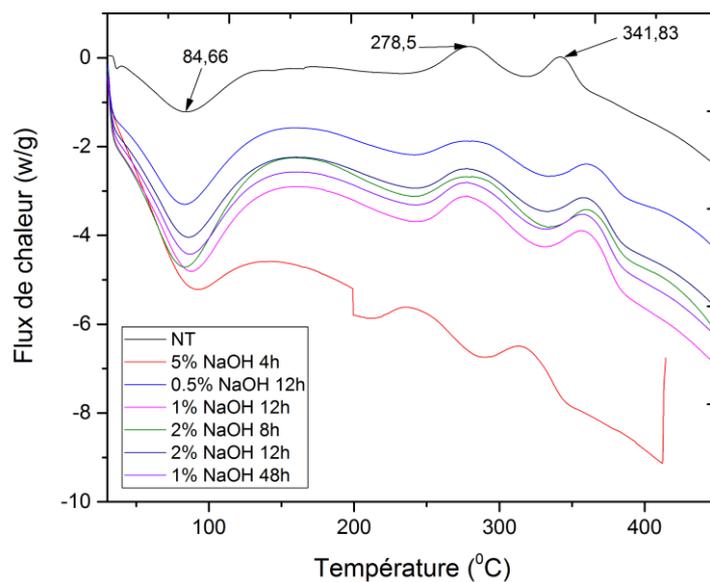


Figure III.12 : Analyse DSC des fibres de *JE* non traitées et traitées.

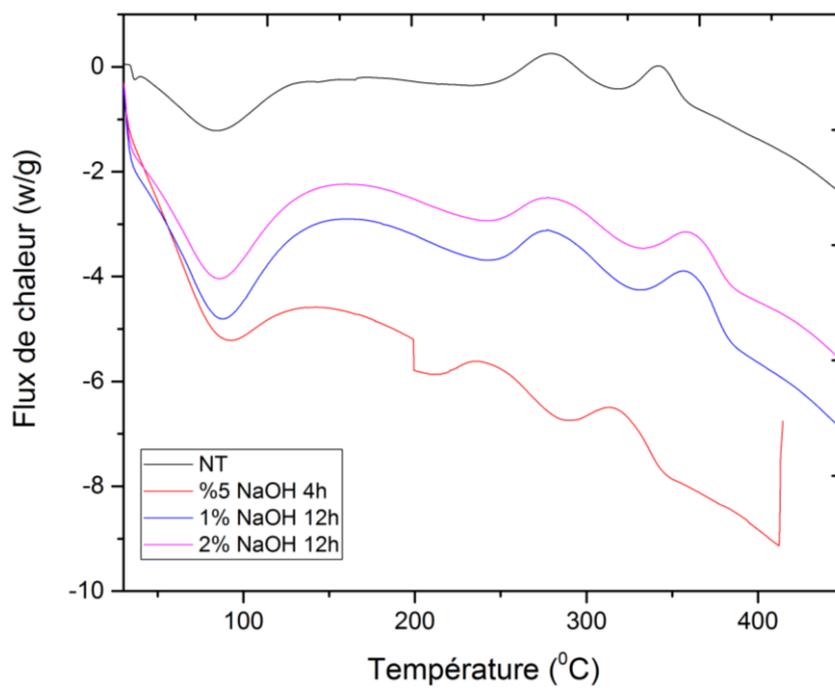


Figure III.13 : Analyse DSC des fibres de *JE* non traitées et celles traitées permettant les meilleurs comportements mécaniques à la traction.

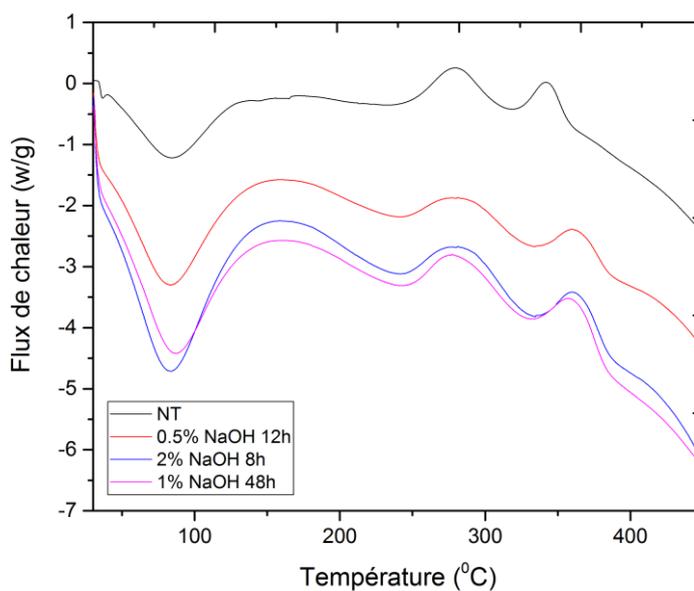


Figure III.14 : Analyse DSC des fibres de *JE* non traitées et celles traitées conduisant à des mauvais comportements mécanique en traction.

Tableau III.4 : Analyse DSC des fibres de *JE* non traitées et traitées

	Phase 1 Evaporation de l'eau	Phase 2 décomposition des polysaccharides (lignine)	Phase 3 décomposition α - cellulose
Fibre	Plage de température 30-240°C	Plage de température 240-320°C	Plage de température 320-400°C
NT	84,33	279,83	341,83
0,5 NaOH 12h	83,83	275,83	355,17
1 NaOH 12h	88,33	269,50	345,55
1 NaOH 48h	87,83	277,17	356,33
2 NaOH 8h	87,83	272,50	351,83
2 NaOH 12h	69,17	264,83	346,66
5 NaOH 4h	92,83	275,83	350,83

III.3.2.4 Caractérisation par DRX

Chapitre III : Caractérisation physico chimique des fibres du Jonc épars

L'évolution de la structure cristalline de la fibre de *JE* traitées et non traitées a été étudiée à l'aide de la technique de la diffraction des rayons X qui est l'un des moyens d'investigation de la microstructure très puissant, non destructive permettant d'obtenir des informations détaillées sur la composition et la structure cristallographique de produits naturels ou synthétisés, et d'associer l'évolution de la microstructure avec le comportement mécanique macroscopique. Les différents diffractogrammes obtenus sont représentés dans la (Figure III.15). L'allure générale des courbes étant similaire, les plans cristallographiques ne semblent pas avoir été altéré par le traitement à l'alcalin. La courbe de diffraction des rayons X montre que l'intensité des pics cristallographiques correspondant est augmentée de façon significative après un traitement alcalin des fibres de *JE*.

On remarque que l'intensité maximale à tendance à augmenter avec l'augmentation de la concentration de NaOH ceci est en bonne concordance avec l'étude présentée par *Hosur et al* [HOS-15] sur l'effet du traitement alcalin sur la structure de la fibre de lin en utilisant la diffraction au rayon X. De même les résultats de DRX de *Benyahia, et al* [BEN-13] sur les fibres d'Alfa a montré que l'indice de cristallinité (*CrI* %) et l'intensité maximale augmentaient en raison du traitement avec NaOH.

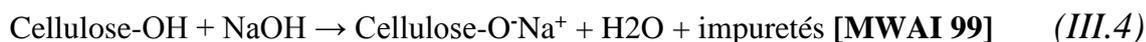
Il est évident que le taux de concentration et le temps d'immersion dans la solution influent sur l'intensité des pics, majeure et la concentration majeure et l'intensité des pics. Par contre l'intensité des pics pour la même concertation mais un temps d'immersion divers à titre d'exemple les pics à 2% NaOH avec un temps de permanence dans la solution de 12h sont plus grande que celle de 2% NaOH avec 8h de permanence (Figure III.15).

Le traitement alcalin conduit à une cristallinité plus élevée que celle des fibres non traitées. Il est de l'ordre de 42,84% pour les fibres de *JE* non traitées. Après une immersion de la fibre de *JE* dans la solution de NaOH et un temps de traitement indiquer dans le tableau III.5 l'indice de cristallinité a augmenté de (42,84 - 61,38%). Cette augmentation de 18,54% est en réalité la conséquence de la dégradation de la lignine et une partie d'hémicellulose dans le milieu alcalin et donc une baisse de la contribution de la partie amorphe qui va en faveur de la cellulose cristallisée.

L'effet du traitement avec NaOH se manifeste par la variation progressive de l'aire en dessous des pics observés sur les diffractogrammes. Cette variation est liée à la modification de la cristallinité de la cellulose I présente dans la fibre végétale. Hypothèse avancée par [GOV 06] dans laquelle le traitement alcalin hydrolyse les parties amorphes de la cellulose présentes dans les fibres, et augmentent ainsi la quantité de celluloses cristallines

La cellulose existe sous plusieurs états polymorphiques, le plus connu étant la cellulose I encore appelée cellulose native, constituant la partie cristalline de la cellulose [VAN-06].

La réaction entre la cellulose et la soude est décrite par la réaction.



Selon [VAN-06, FEN 83], les ions sodium Na^+ se placent dans l'unité cellulaire de la cellulose, ce qui pourrait augmenter ainsi les paramètres de maille. Cependant, ce phénomène d'augmentation des paramètres de maille n'est pas visible sur nos diffractogrammes (Figure. III.15). En effet, la position en 2θ des pics de diffraction n'est pas déplacée de façon significative (tableau III.4), donc il est difficile d'observer des variations de l'angle de diffraction (2θ) et donc des modifications de paramètres de maille.

Les figures III.16 et III.17 représentent les diffractogrammes des fibres de *JE* conduisant à des meilleurs et mauvais comportements mécanique en traction. Les diffractogrammes révèlent que nous ne pouvons pas dire que les fibres de *JE* qui ont eu un taux de cristallinité élevé, doivent certainement conduire à un meilleur comportement mécanique.

Pour déterminer la quantité de cristallinité en pourcentage, la méthode de déconvolution des pics cristallins et des halos amorphes a été utilisée. Pour ce processus, les résultats obtenus par la diffraction au rayon X ont été traités à l'aide du logiciel origine pro 2015 en s'appuyant sur la fonction gaussienne (Figure III.18)

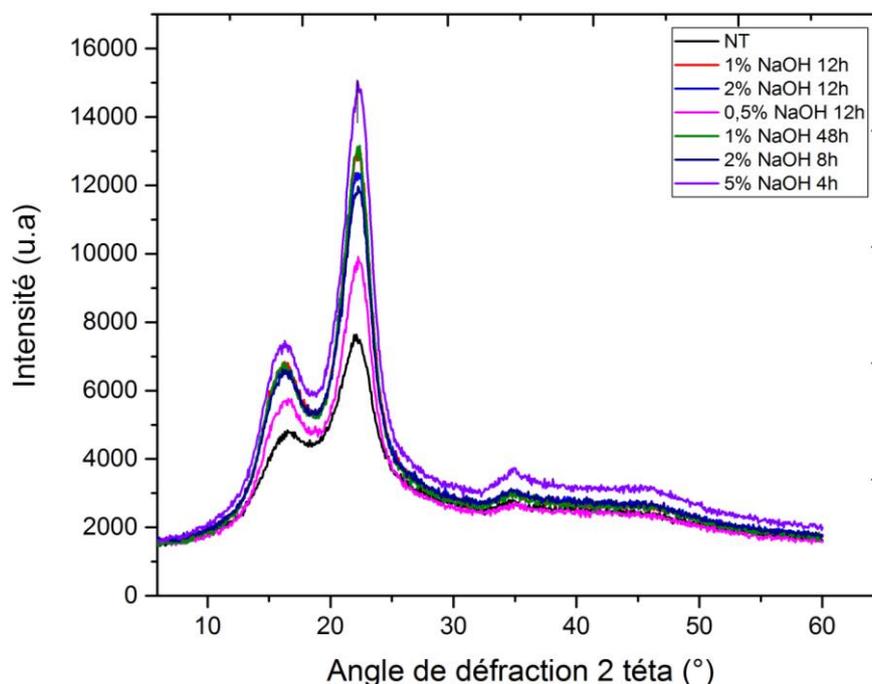


Figure III.15 : Spectre DRX des fibres *JE* traitées et non traitées.

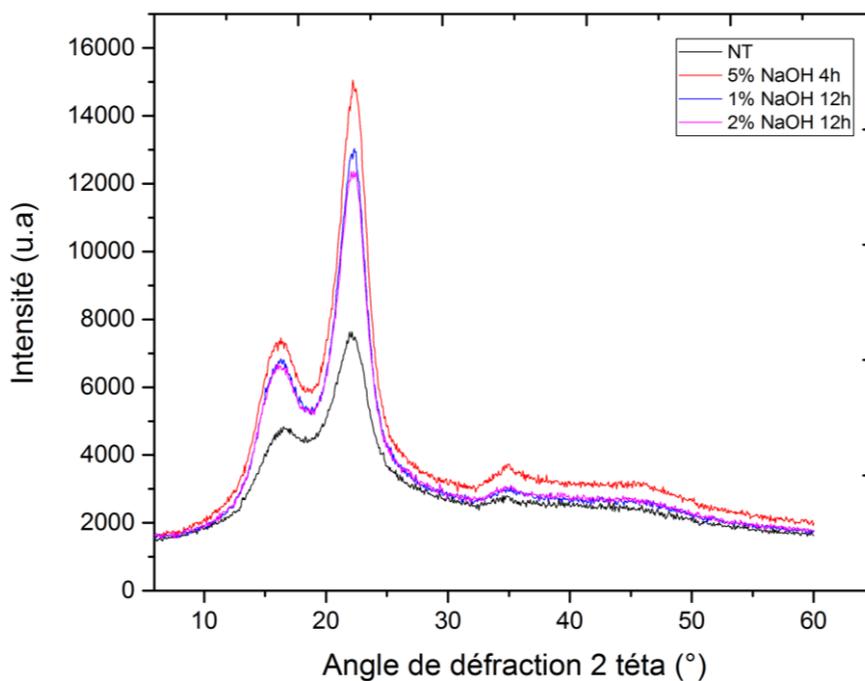


Figure III.16 : Analyse DRX des fibres de *JE* non traitées et les meilleurs cas des fibres traitées.

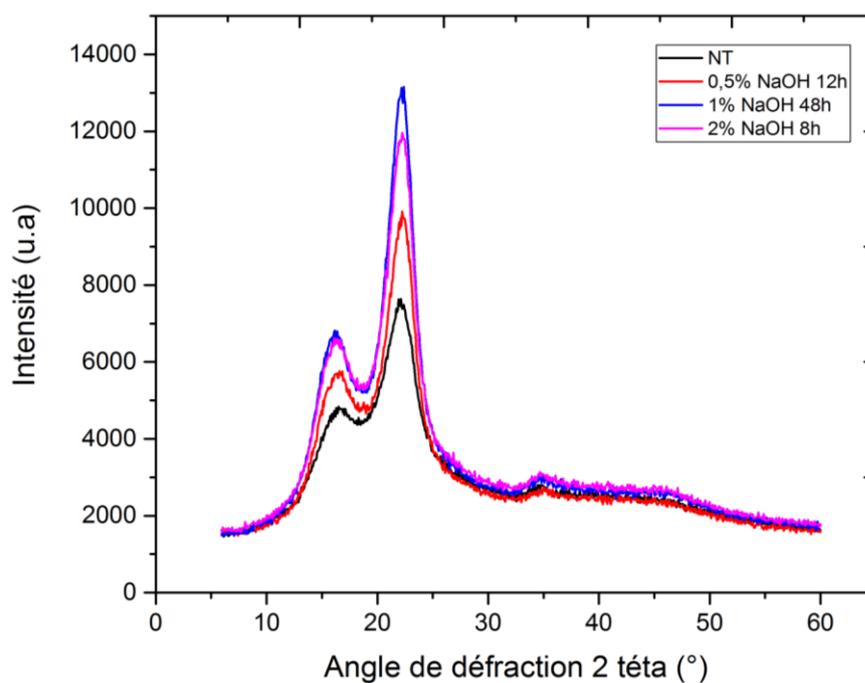


Figure III.17 : Analyse DRX des fibres de *JE* non traitées et les mauvais cas des fibres traitées.

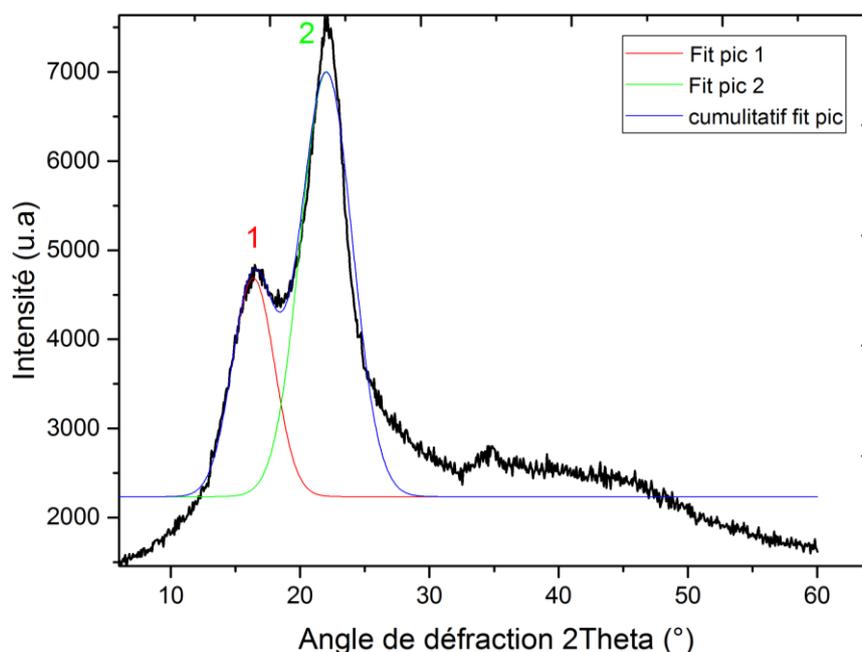


Figure III.18 : Diffractogramme type de la fibre de *JE* simulé par la fonction Gaussienne (Fit Gaussian) à l'aide du logiciel Origin pro 2015.

Tableau III.5 : Tableau récapitulatif des calculs de la courbe du DRX à la position (2θ) des pic (1et 2).

Fibre	2θ (°)	<i>FWHM</i>	Air	Total de l'air	<i>Air</i> (%)	<i>I</i>	<i>Cr_{size}</i>	<i>CrI</i> %
NT	18,50	4,72	10078,21	34031,69	29,61	4363	3,6	42,84
	22,0	3,85	23953,48		70,39	7634		
0,5% NaOH 12h	18,83	4,26	16021,07	43001,66	37,26	4787	3,8	50,87
	22,10	3,62	26980,59		62,74	9745		
1% NaOH 12h	18,80	4,25	19586,12	54874,56	35,69	5426	4,1	57,89
	22,14	3,38	35202,63		64,15	12886		
1% NaOH 48h	18,69	4,28	19671,93	54931,21	35,81	5196	4,2	60,44
	22,17	3,33	35259,28		64,19	13136		
2 % NaOH 8h	18,76	4,27	18545,00	51300,32	36,15	5454	3,9	54,42
	22,24	4,49	32755,32		63,85	11966		
2% NaOH 12h	18,77	4,24	18829,35	52581,01	35,81	5345	4,0	56,76
	22,14	3,43	33751,66		64,19	12364		
5% NaOH 4h	18,80	4,35	21112,30	60998,32	34,61	5814	4,2	61,38
	22,19	3,32	39886,02		65,39	15056		

FWHM (full width maximum) c.-à-d. : la largeur du pic à mi-hauteur entre la ligne de fond continue et le sommet du pic. θ angle de diffraction. *I* intensité du pic. Cr_{size} La taille des cristallites. CrI % Indice de cristallinité

III.4 Conclusion

Le but de ce chapitre a été consacré à la caractérisation physico chimique des fibres de *JE* et d'analyser l'effet du traitement alcalin sur la fibre.

Les analyses au MEB révèlent que les fibres de *JE* non traitées présentes des impérities sur la surface et après un traitement à l'alcalin, ce dernier a augmenté le degré de rugosité de surface par rapport à celle des fibres non traitées en raison de l'élimination de la lignine et l'hémicellulose et contribue à l'amélioration de l'adhérence à l'interface fibre-matrice, favorisant la fibrillation des microfibrilles et cela porte à l'augmentation de la surface effective et assure une bonne muabilité.

L'étude menée par FTIR illustre une dégradation des hémicelluloses par le milieu alcalin et que le traitement à l'alcalin n'a pas eu une influence sur la position des pics mais une légère baisse d'intensité des pics.

Les analyses thermiques ATG DSC indiquent que l'évolution des courbes de perte de masse sont très similaires et proches les unes des autres, quelque soit le taux de concentration de la solution NaOH ou bien le temps d'immersion avec un peu de décalage de la plage la stabilité thermique des fibres traitées.

La diffraction des rayons X a permis de compléter les informations obtenues par le MEB par des informations quantitatives sur la structure cristalline. En effet le traitement à la soude a conduit à la modification de la structure de la fibre de *JE*, il en résulte l'augmentation de l'indice de cristallinité et par conséquent une solubilisation partielle des parties amorphes de la cellulose en milieu alcalin.

Chapitre IV

Caractérisation mécanique

IV.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est d'identifier le comportement mécanique quasi-statique du biocomposite élaboré en traction et en flexion ainsi que ses constituons dans le but d'évaluer leurs caractéristiques mécaniques à s'avoir la contrainte ultime, le module de Young et la déformation à la rupture. Les fibres techniques de jonc épars traitées et non traitées ont été testées en traction, alors que la résine bio utilisée a été caractérisée en traction et en flexion 3-points. Les essais ont été réalisés sous des conditions ambiantes à 24°C et environ 60% d'humidité.

IV.2 Essais de traction sur les fibres de *JE*

IV.2.1 Essais sur les fibres non traitées

Les essais de traction uni-axiale ont été réalisés selon la norme ASTM D3822-07. Pour ce type de test, cinq longueurs de mesure GL (10, 20, 30, 40, 50mm) sont choisies et afin d'obtenir une moyenne valide au moins 30 tests pour chaque GL ont été effectués, soit au total 150 tests. Le module de Young a été calculé dans la partie élastique à 0,3-1% de la valeur de la déformation par la détermination de la pente de la courbe contrainte/déplacement (Figure IV.1).

La figure IV.1a représente les courbes contraintes/déformations des trente tests effectués en traction monotone sur les fibres techniques de *JE* non traitées avec une GL de 20mm, ces courbes se caractérisent par une grande dispersion. L'allure des courbes est pratiquement similaire et nous permet de constater que la contrainte varie quasi-linéairement avec la déformation jusqu'à ce qu'elle atteigne sa valeur maximale ou une rupture brutale est obtenue. Bien que le comportement global soit pratiquement identique, les propriétés mécaniques (la

Chapitre IV : Caractérisation mécanique.

contrainte ultime, la déformation à la rupture et le module d'Young) sont différentes avec des écarts types très élevés.

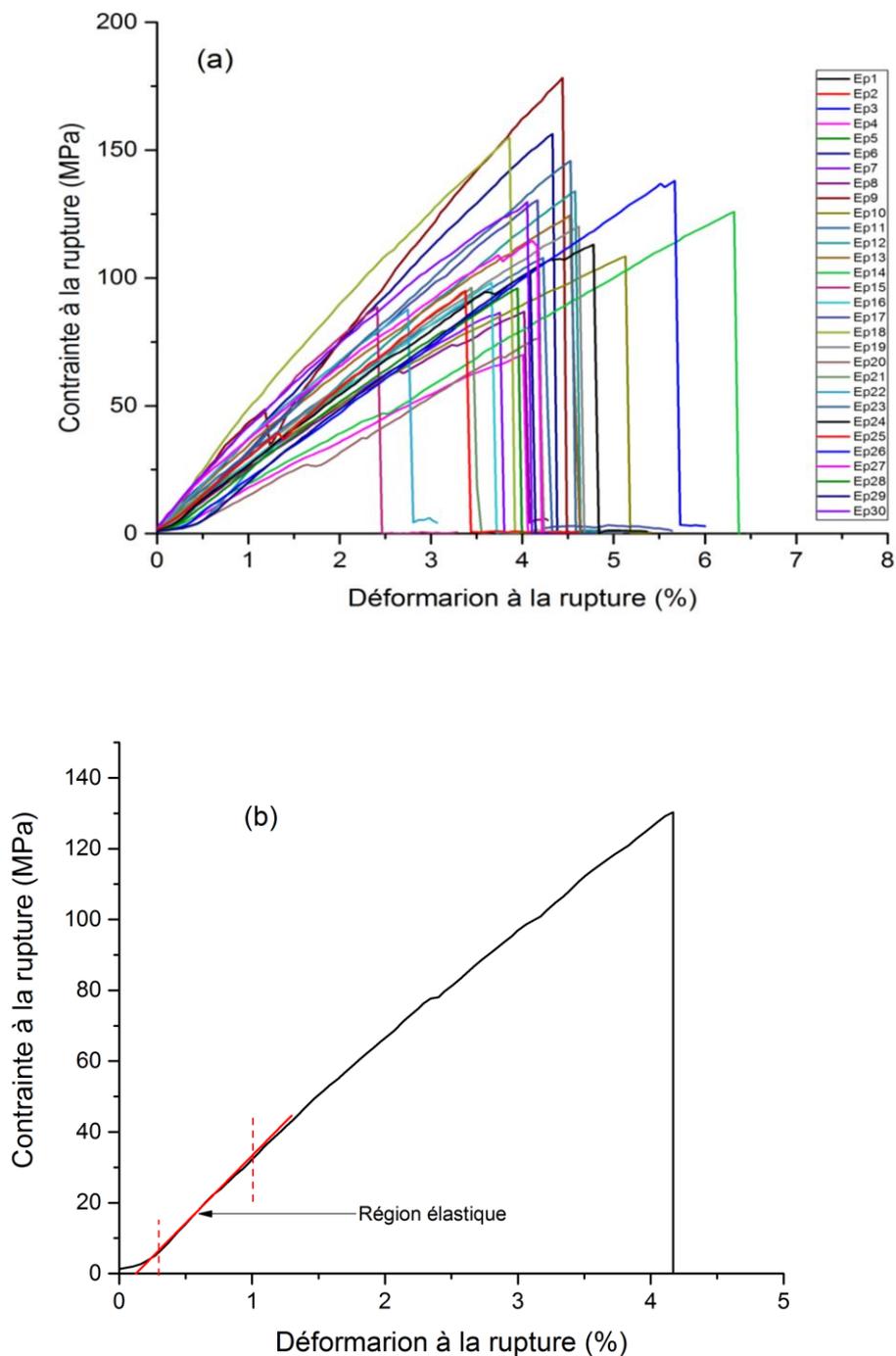


Figure IV.1 : a) Courbes (Contraente/Déformarion) des trente essais effectués sur les fibres de *JE* non traitées b) Courbe type d'une fibre de *JE* non traitée à GL 20.

Chapitre IV : Caractérisation mécanique.

La figure IV.1b illustre l'allure typique de la courbe contrainte/déformation d'une fibre technique de *JE* testée en traction. La fibre de *JE* présente un comportement cassant, avec une baisse soudaine de la charge lorsque la défaillance de la fibre survient [BEZ-14, BEL-15]. Les résultats des tests de traction des fibres naturelles sont difficiles à tester, et l'analyse de leurs résultats n'est pas simple en raison de la grande dispersion observée. Cette dispersion peut être principalement liée à trois facteurs d'après *Silva et al.* [SIL-08] à savoir : (i) paramètres d'essais, (ii) caractéristiques de la fibre et (iii) la mesure de sa section. Les paramètres d'essais qui pourraient influencer les résultats peuvent être : précision de l'instrumentation, longueur de mesure, vitesse de la traverse, type de mors de la machine. En ce qui concerne les caractéristiques de la plante, les facteurs susceptibles d'influer sur le comportement mécanique sont : source végétale, l'âge, procédure d'extraction de la fibre et de la présence des défauts, mode de détermination de la section (prendre en considération les pores ou non).

L'analyse des courbes des figures IV.2a et IV.2b représentant les variations des propriétés mécaniques (contraintes et module de Young) par rapport aux diamètres des fibres non traitées testées en traction avec une longueur de mesure *GL* égale à 20mm. Malgré les dispersions importantes enregistrées, l'analyse de ces résultats permet quand même de montrer que la contrainte et le module d'Young diminuent avec l'augmentation du diamètre de la fibre de *JE*. Ce résultat a été observé aussi dans plusieurs travaux tel que ce de : *Bezazi et al.* [BEZ-14] pour la fibre de (*Agave americana L.*), *Amroune et al.* [AMR-15] pour la fibre de bras de grappe (*Phoenix dactylifera L.*), *Baley* pour la fibre de lin [BAL-02], *Virk et al.* [VIR-10] pour la fibre de jute et *Duval et al.* [DUV-11] pour la fibre de chanvre. En effet, la rupture des fibres est pilotée par la présence des défauts. Donc, plus le diamètre de la fibre augmente plus les probabilités de présence d'un défaut sont grandes par conséquent les probabilités de trouver une rupture prématurée sont importantes. Par contre, la variation du diamètre de la fibre de *JE* n'as pas d'influence significative sur la déformation (Figure IV.2c).

Chapitre IV : Caractérisation mécanique

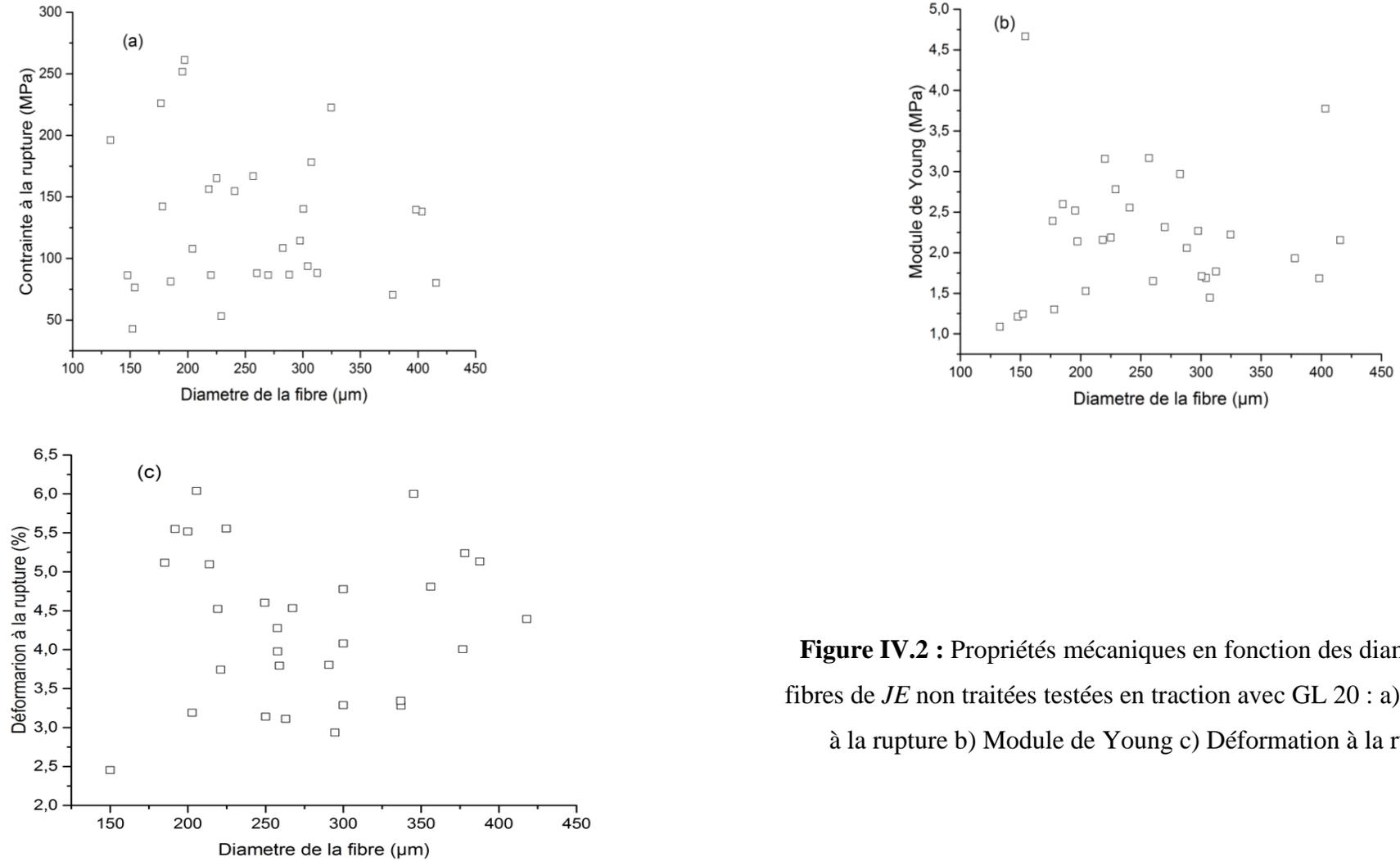


Figure IV.2 : Propriétés mécaniques en fonction des diamètres des fibres de *JE* non traitées testées en traction avec GL 20 : a) Contrainte à la rupture b) Module de Young c) Déformation à la rupture.

Chapitre IV : Caractérisation mécanique

La figure IV.3 montre la dépendance entre la longueur de mesure (GL) et les propriétés mécaniques des fibres de *JE* non traitées. La contrainte et la déformation à la rupture (Figure IV.3a et IV.3c) sont affectées par la longueur de mesure car elles ont tendance à diminuer avec l'augmentation de la longueur de mesure (GL 10, 20, 30, 40, 50mm). Ceci est en bonne accord avec les résultats rapportés pour d'autres fibres naturelles telles que, la fibre de lin de Nouvelle-Zélande (*Phormium tenax*) *De Rosa et al* [DER-10], et la fibre de jute *Virks et al* [VIR-10]. Tandis que, le module d'élasticité (Figure IV.3b) augmente avec l'augmentation de GL, ce comportement a été rapporté dans les travaux de *d'Almeida et al* [D'AL-06] dans le cas des fibres de *Piasava*.

La figure IV.4 illustre les variations des propriétés mécaniques (contrainte ultime, la déformation à la rupture et module de Young) par rapport aux diamètres des fibres. Ces résultats sont caractérisés par une grande dispersion ceci peut être expliqué par la distribution des défauts dans le volume de la fibre, ou encore dans les légères différences dans les microstructures liées aux différents types de fibres végétales [SIL-08]. En ce qui concerne les caractéristiques de la plante les facteurs qui peuvent affecter le comportement mécanique sont : source de la plante, l'âge et les mécanismes d'extraction de la fibre.

Malgré le caractère dispersif des résultats, il ressort que la longueur de mesure (GL) a très peu d'influence sur la valeur de la contrainte. Par contre, le module de Young a tendance à augmenter avec l'augmentation du GL, ce pendant la déformation à la rupture représente des grandes valeurs à GL 10mm après elle montre une baisse rapide lors du passage de GL 10 mm au GL 20mm, ensuite la diminution devient très faible (presque une stabilisation) pour les GL de 30 à 50 mm.

Chapitre IV : Caractérisation mécanique

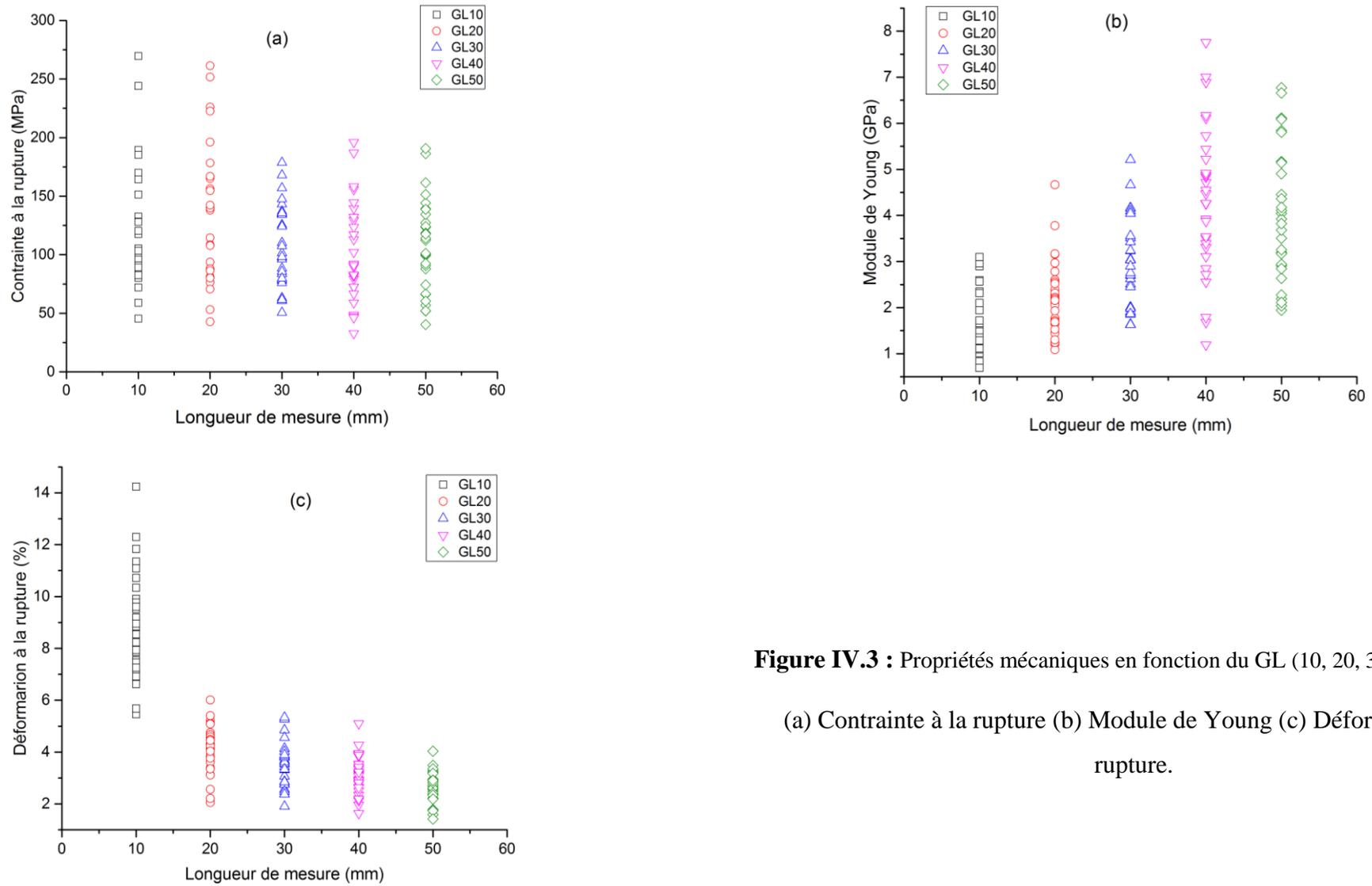


Figure IV.3 : Propriétés mécaniques en fonction du GL (10, 20, 30, 40, 50) :

(a) Contrainte à la rupture (b) Module de Young (c) Déformation à la rupture.

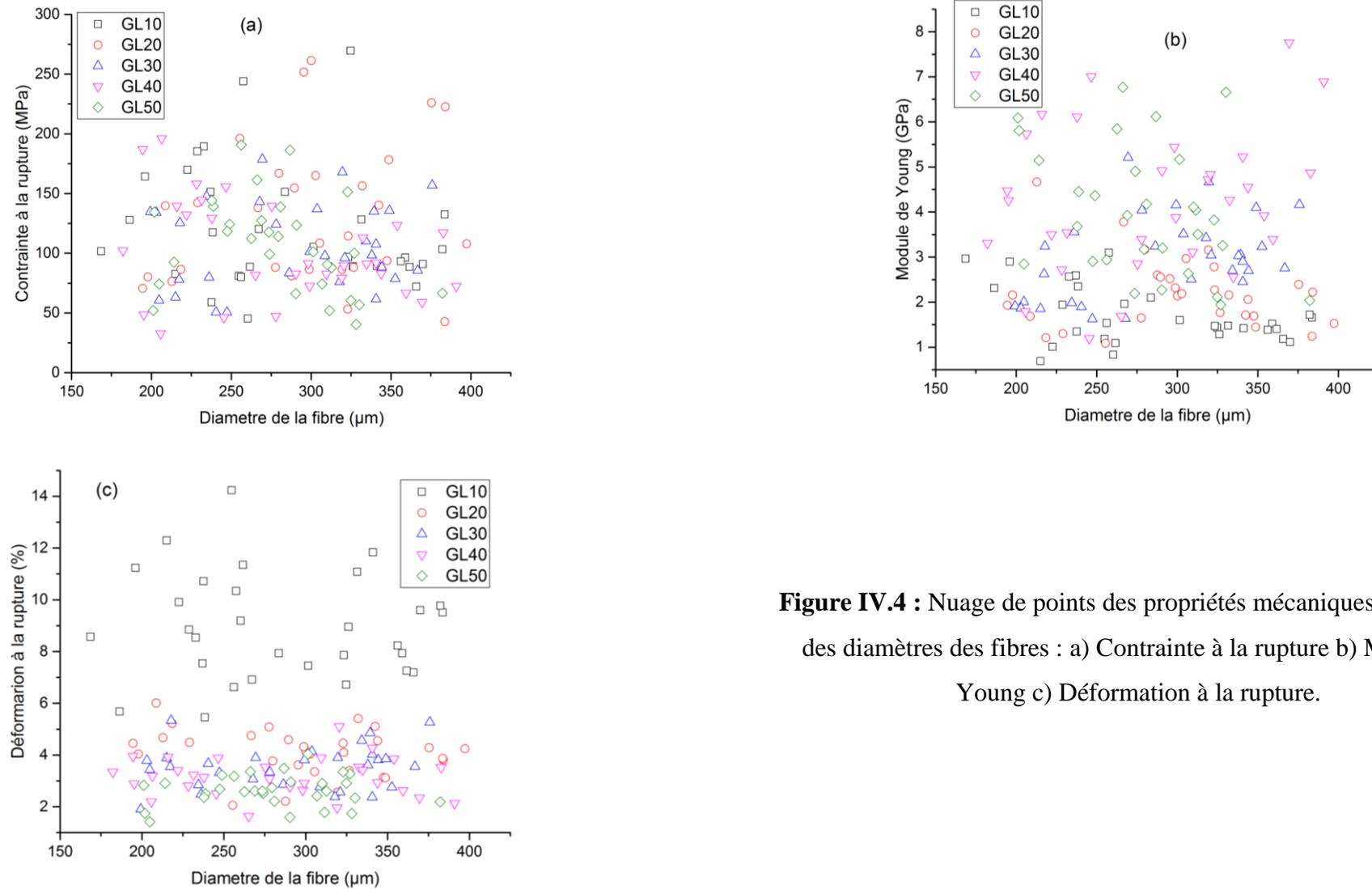
Chapitre IV : Caractérisation mécanique

Figure IV.4 : Nuage de points des propriétés mécaniques en fonction des diamètres des fibres : a) Contrainte à la rupture b) Module de Young c) Déformation à la rupture.

Détermination de l'angle microfibrillaire de la fibre de JE

L'orientation des microfibrilles par rapport à l'axe de la fibre (Figure IV.5) nommé angle de microfibrillaire α peut être calculer de la manière suivante :

- La longueur L_f d'une microfibrille orientée d'un angle initial α par rapport à l'axe de la fibre peut être reliée à sa projection suivant l'axe de la fibre L_0 par :

$$L_f = L_0 \cos \alpha \quad (VI.1)$$

- La déformation vraie ($d\varepsilon$) est définie en rapportant à l'augmentation causée par une augmentation de longueur (dL) à la longueur instantanée (L) :

$$d\varepsilon = \frac{dL}{L} \quad \text{Donc } \varepsilon = \int_{L_0}^L \frac{dL}{L} = [lnL]_{L_0}^L = \ln L - \ln L_0 \rightarrow \varepsilon = \ln \frac{L}{L_0} \quad (VI.2)$$

- La tension de la fibre provoque une réorientation des microfibrilles et un allongement correspondant (ΔL) de la fibre défini par :

$$\Delta L = L_f - L_0$$

$$\text{Donc } \Delta L \text{ est égale : } \Delta L = L_0 \left(\frac{1}{\cos \alpha} - 1 \right) \quad (VI.3)$$

L'angle microfibrilles est déterminé à partir de la déformation globale :

$$\varepsilon = \ln \left(1 + \frac{\Delta L}{L_0} \right) = -\ln(\cos \alpha) \quad (VI.4)$$

D'où l'angle de microfibrilles est déterminé comme suivant :

$$\alpha = \arccos(\exp(-\varepsilon)) \quad (VI.5)$$

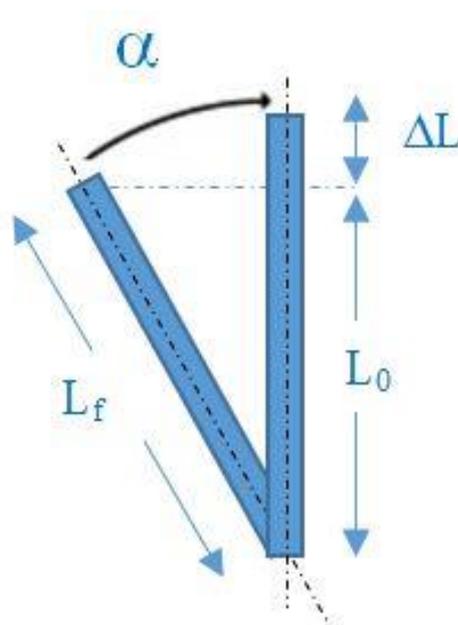


Figure IV.5 : Angle de microfibrille avec l'axe de la fibre de *JE*.

Pour une déformation à la rupture de $(2,21 \pm 0,79 \%)$ la valeur de l'angle microfibrillaire (α) est égale à $11,66^\circ \pm 2,17^\circ$. D'autres fibres cellulosiques reportées dans la littérature telle que la fibre de : jute, de lin, de chanvre et de banane ayant un angle de microfibrille respectivement de $8,1^\circ$; 5° ; $6,2^\circ$ et $11-12^\circ$ [SAR-13]. La valeur trouvée est donc similaire aux fibres de banane.

Plusieurs facteurs peuvent influencer les propriétés des fibres d'une manière générale, la rupture des fibres végétales en traction est contrôlée principalement par la teneur en cellulose et par l'angle microfibrillaire [GAS-01]. Dans l'étude portée par *Beakou et al* [BEA-08] sur la fibre de *Rhectophyllum camerunense* la plus grande déformation de l'ordre de $27,5 \pm 13,5 \%$ a été obtenue pour l'angle microfibrille le plus grand soit 40° . Dans ce contexte *Azwa et al.* [AZW-13] ont rapporté que les petits angles conduisent à une grande résistance et rigidité tandis que la plus grande ductilité est fournie par les plus grands angles.

Chapitre IV : Caractérisation mécanique.

Les propriétés mécaniques moyennes trouvées dans ce travail, en considérant la section circulaire pleine et en variant la longueur de mesure (GL) de 10-50 mm pour un lot de trente échantillons, pris au hasard, ont été trouvées respectivement : la contrainte ultime (130-102 MPa), la déformation à la rupture (8,96 - 2,63 %) et un module de Young (1,7-4,27 GPa). Les propriétés mécaniques de la fibre *JE* obtenues dans ce travail, sont regroupées dans le tableau IV.1, elles ont été comparées avec les résultats relatives aux fibres naturelles végétales disponibles dans la littérature. Le modules de Young des fibres de *JE* est sensiblement équivalent à celui trouvé par Amroune et al. [AMR-15] 4,33 GPa pour la fibre non traitée des bras de grappes des palmiers dattier (*Phoenix dactylifera L.*), et par Bezazi et al. [BEZ 14] 3 GPa pour la fibre du *agave americana* et par Sathishkumar et al [SAT-13] 3,14 GPa pour la fibre de *Spatha* et Izani et al [IZA-13], 2,76 GPa pour la fibre de grappes de fruits de palmier à huile. Par contre, est inférieur à celui trouvé par Belouadah et al. [BEL-15], 13,2 GPa pour la fibre de *Lygeum Spartum* et par Fiore et al [FIO-14] 9,4 GPa pour la fibre de *Arundo donax*. La contrainte ultime et la déformation à la rupture obtenues pour la fibre de *JE* sont respectivement (130-102 MPa et 8,96-2,63 %), très proches de celles trouvées par Amroune et al [AMR-15] pour les fibres de *Phonix dactylifera L.* (117 ± 35 MPa et $3,13 \pm 0,70\%$). Elles se situent dans la gamme des valeurs rapportées par plusieurs auteurs ([ARI-06], [SUL- 02], [BEL-15] et [BEZ 14]) respectivement pour : les feuilles d'ananas, les fibres issues des feuilles de palmier dattier, *Lygeum spartum L.* et les fibres d'*Agave Americana* (Tableau IV.1).

Chapitre IV : Caractérisation mécanique.

Tableau IV.1 : Propriétés mécaniques moyennes des fibres non traitées de *JE*.

Types de fibres	Résultats expérimentaux					références
	Fiber	GL (mm)	Dmoy (µm)	σ (MPa)	E (GPa)	
<i>Arundo donax</i>	30	-	248	9.4	3,24	[FIO-14]
<i>Fique</i>	-	50-200	200	8-12	4-6	[GAN-04]
<i>Pineapple leaf</i>	-	-	126,6	4.405	2,2	[ARI-06]
<i>Artichoke</i>	10	300	182	10,7	2,8	[FIO-11]
<i>Oil palm empty</i>	25	330-340	49	2,76	7	[IZA-13]
<i>Lygeum spartum L.</i>	40	180-433	64,63-280	4,47-13,27	1,49-3,74	[BEL-15]
<i>Palm leaf</i>	-	-	97-196	2,5-4,7	2-4,5	[SUL-02]
<i>Agave americana L</i>	20	241 ± 63	139 ± 51	1.33 ± 0.34	50.9 ± 19.47	[BEZ-14]
<i>Phoenix dactylifera L.</i>	50	577±83	117±35	4,33±1,4	3,13±0,7	[AMR-15]
<i>Saharan aloe vera</i>	70	91.15	621,8	40,03	2,47	[BAL-17]
<i>Juncus effusus L.</i>	10	284 ± 63	121 ± 52	1,70 ± 0,64	8,96 ± 2,11	Travail présent
	20	299± 57	130 ± 58	2,21± 0,79	4,09 ± 0,91	
	30	289 ± 55	106 ± 35	2,97± 0,93	3,52 ± 0,83	
	40	283 ± 62	102 ± 42	4,27 ± 1,60	3,15 ± 0,75	
	50	279 ± 43	107 ± 40	4,00± 1,44	2,63 ± 0,61	

IV.2.2 Essais sur les fibres traitées

Les essais de traction uni axiale ont été réalisés selon la norme ASTM D3822-07 ou 30 fibres ont été choisies au hasard dans un lot donné et testées à une longueur de mesure (GL 20).pour chaque concentration (0,5% ; 1% ; 2% ; 3% ; 5%) et un temps d'immersion de (1h 30min, 4h, 8h, 12h, 24h, 48h, 72h) soit un total de 1050 fibres testées. Le module de Young a été calculé dans la partie élastique (0,3-1%) de la courbe de contrainte/déformation (Figure IV.6). Le module de Young, la contrainte ultime et la déformation à la rupture ont été calculées individuellement pour chaque fibre.

La figure IV.6 représente la courbe type des fibres de *JE* traitées par 1% NaOH pendant 12h, ou un comportement quasi-linéaire est enregistré pour la contrainte en fonction à la déformation jusqu'à ce qu'elle atteigne sa valeur maximale ou une rupture brutale survient.

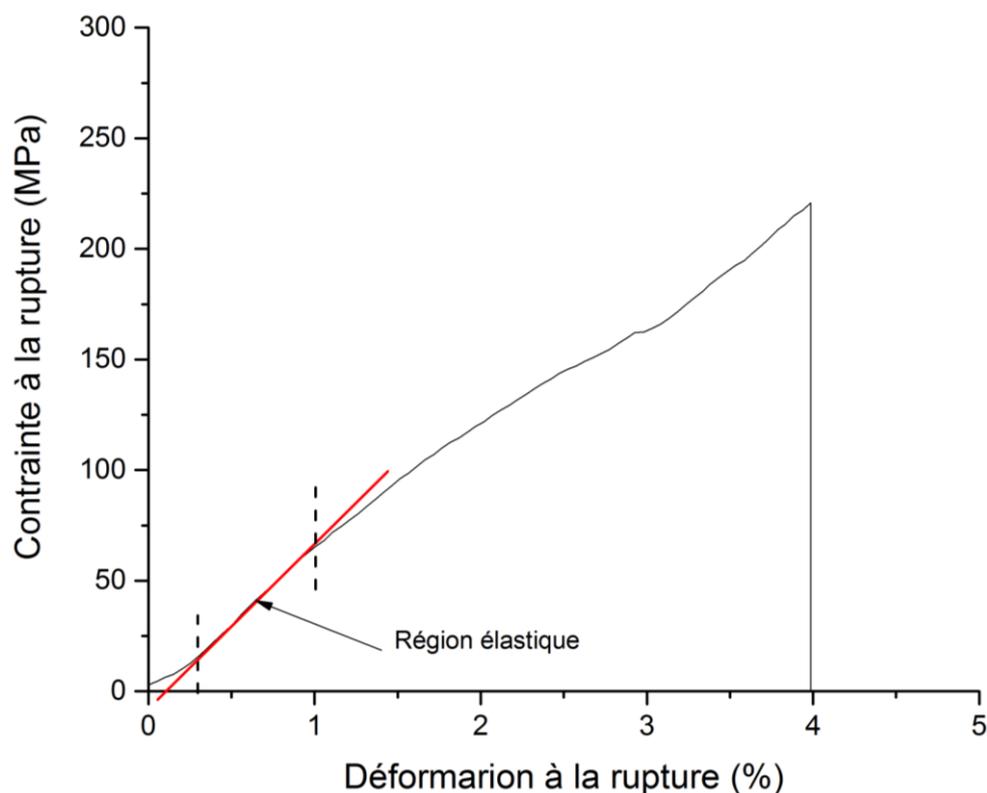


Figure IV.6 : Courbe type des fibres de *JE* traitées par 1% NaOH pendant 12h.

Chapitre IV : Caractérisation mécanique.

Les courbes types contrainte-déformation, illustrées dans la figure IV.7 des fibres de *JE* non traitées et celles traitées avec une concentration de 1% de NaOH pendant 12h et 48h représentant respectivement les meilleurs et les mauvaises caractéristiques mécaniques. Il est à noter donc qu'un traitement par le NaOH peut conduire à une augmentation ou à une réduction des propriétés mécaniques. En effet, les fibres de *JE* traitées avec 1% de NaOH pendant 12h possèdent la contrainte à la rupture et le module de Young les plus élevées avec une augmentation de 74% et 146% respectivement par rapport aux fibres non traitées avec une légère diminution de 6% de la déformation à la rupture. Par contre, le traitement des fibres avec 1% de NaOH pendant 48h conduit à une réduction de 34 % et 72,6% respectivement pour la contrainte et déformation à la rupture, mais avec une augmentation de 96% pour le module de Young par rapport à ceux non traitées. Un traitement chimique vise d'une part l'amélioration des propriétés mécaniques et physico chimique et d'autre part rendre la surface des fibres rugueuse afin d'améliorer la qualité de l'interface fibre/matrice. A cet effet, il faut prendre en considération le taux de concentration de l'alcalin et le temps d'immersion des fibres en cherchant la solution optimale afin d'éviter la dégradation des propriétés des fibres.

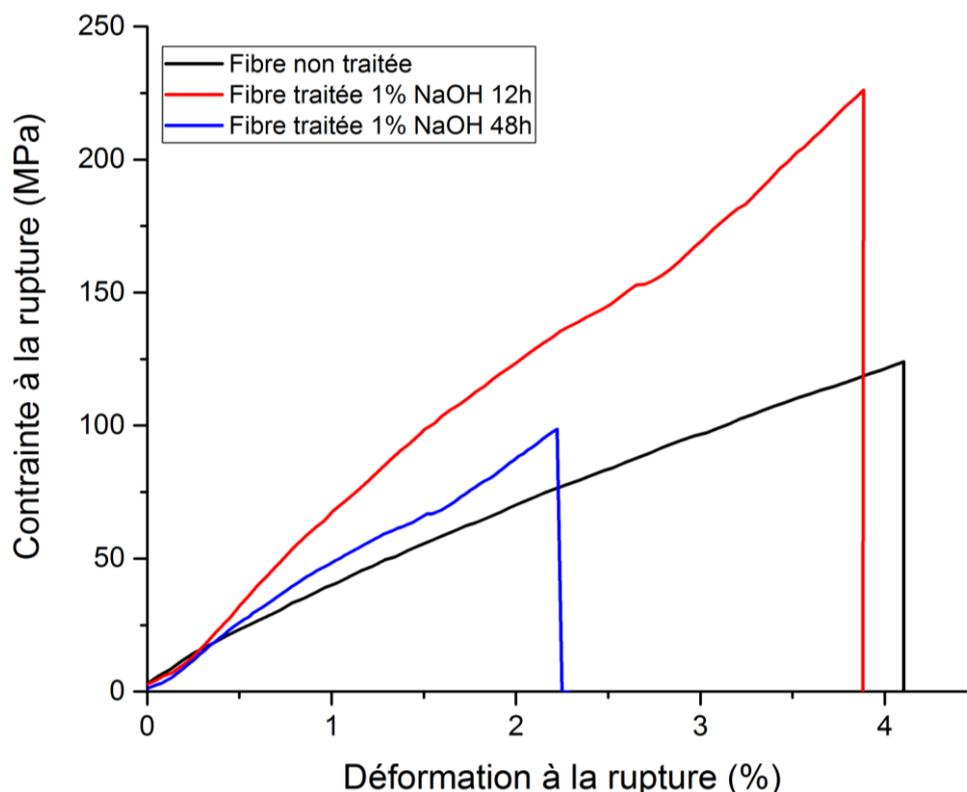


Figure IV.7 : Courbe type des fibres de *JE* non traitées et traitées à 1% NaOH pendant 12h et 48h.

Chapitre IV : Caractérisation mécanique.

Les figures IV.8 illustrent les propriétés mécaniques à savoir la contrainte ultime, le module de Young et la déformation à la rupture en fonction du diamètre des fibres de *JE* traitées à 1% de NaOH pendant 12h. Malgré les fortes dispersions enregistrées, l'analyse de ces résultats montre bien que la contrainte à la rupture et le module de Young diminuent avec l'augmentation du diamètre de la fibre de *JE*, tandis que la déformation à la rupture n'est ou presque pas affectée.

Chapitre IV : Caractérisation mécanique

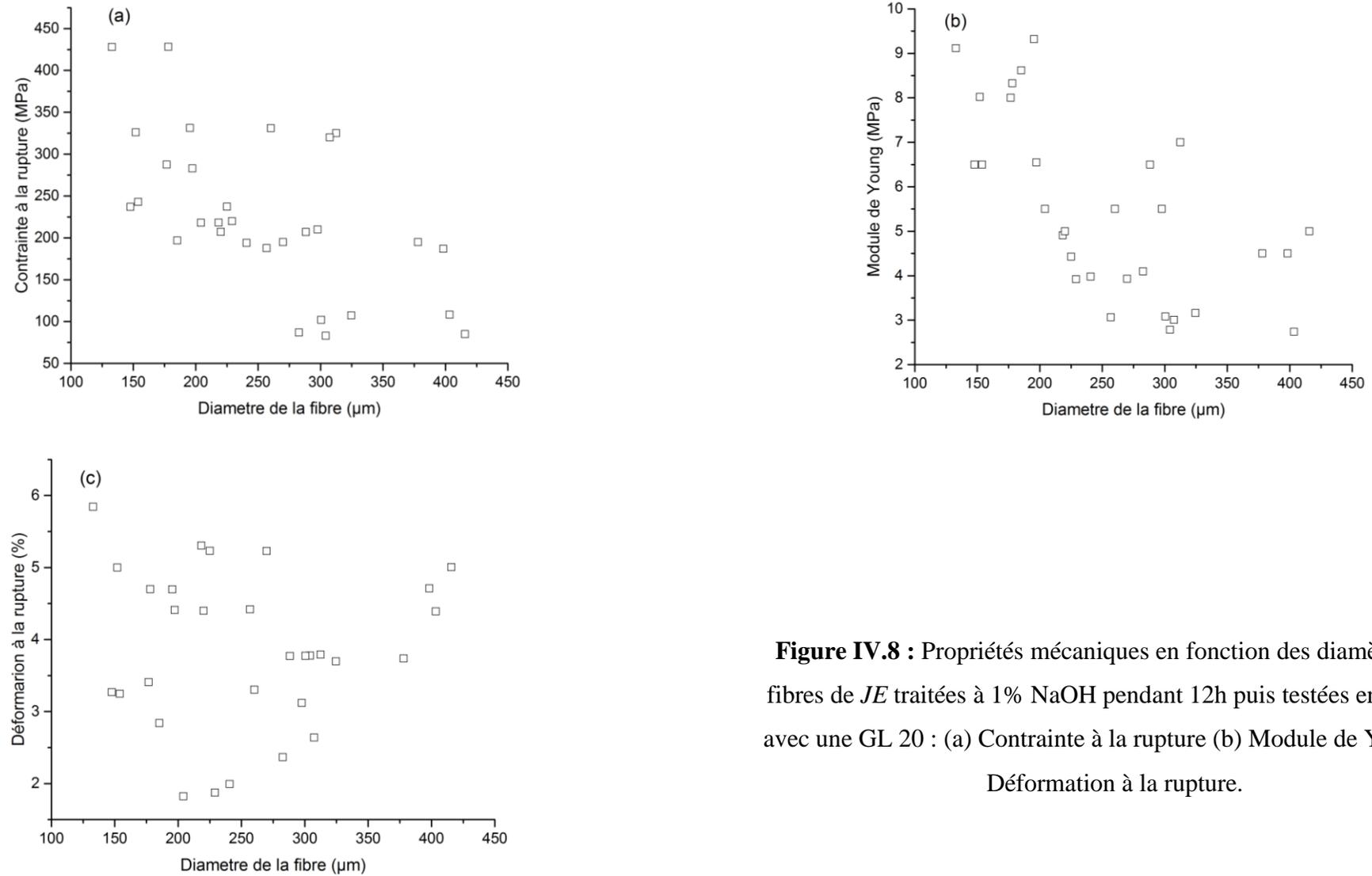


Figure IV.8 : Propriétés mécaniques en fonction des diamètres des fibres de JE traitées à 1% NaOH pendant 12h puis testées en traction avec une GL 20 : (a) Contrainte à la rupture (b) Module de Young (c) Déformation à la rupture.

Chapitre IV : Caractérisation mécanique

Les figures IV.9 représentent les variations des propriétés mécaniques (contraintes et déformation à la rupture et module de Young) des fibres de *JE* non traitées et traitées à différentes concentrations 0,5 ; 1 ; 2 ; 3 et 5% de NaOH pour une même durée de 12h. L'analyse des résultats obtenus montre qu'un traitement par différente concentration de NaOH des fibres de *JE* conduit, soit à une augmentation ou à une diminution des propriétés mécaniques. En effet, un traitement avec une concentration de 1% de NaOH ont les meilleures caractéristiques mécaniques conduisant à une augmentation de 74% et 146% respectivement pour la contrainte et le module de Young et une légère réduction de la déformation de l'ordre de 6% par rapport à la fibre non traitées.

Le traitement à des faibles concentrations de NaOH dans l'étude portée par *Amroune et al* [AMR-15] sur les fibres de bras de grappes des palmiers révèle que l'effet des traitements chimiques à l'alcalin en variant le temps d'immersion et le taux de concentration de la solution NaOH affectent les propriétés mécaniques des fibres de bras de grappes des palmiers dattier. Les résultats obtenus montrent une nette amélioration des propriétés mécaniques notamment lorsque la concentration de la solution alcaline est faible (0,5% de NaOH) pour une durée d'immersion de 12h. Ce qui a permis une augmentation de 178% de la contrainte à la rupture de (117 MPa à 327,71 MPa) et 167% de la valeur du module de Young de (4,33 GPa à 11,62 GPa) par rapport aux fibres non traitées.

De même l'analyse conduite par *Saaidia et al* [SAA-17] sur les propriétés mécano-physiques et conception statistique des fils de jute traités et non traités. Montre que les propriétés mécaniques à savoir le module de Young, la contrainte et la déformation à la rupture ont eu une augmentation à des faibles concentrations de 2% NaOH et à faible temps d'immersion (2h) de (5 à 34%) pour la déformation et (117,7 à 178,4 MPa) pour la contrainte et de (5 à 25%) pour le module d'Young de (19.78 à 26.4 GPa) par rapport aux fibres non traitées contre les propriétés mécaniques à des fortes concentrations de NaOH (5%, 10% et 25%).

L'analyse de *Venkateshwaran et al* [VEN-13], pour les fibres de banane traitées avec une concentration de (0,5% ; 1% ; 2% ; 5% ; 10% ; 15% et 20%) de NaOH pendant 30 min. Parmi les différents niveaux de concentration, le traitement à 1% de NaOH a produit la meilleure contrainte à la rupture et le module Young pour le composite respectivement 33,60 MPa 1,68

Chapitre IV : Caractérisation mécanique.

GPa contre 14,51 MPa 0,725 GPa pour les fibres non traitées soit une augmentation de 131,56% et 131,72% respectivement pour la contrainte et le module par rapport à celui du composite de fibres non traitées. Ils ont également observés que le niveau élevé de concentration de NaOH conduit à une détérioration des propriétés mécaniques qui est due à l'endommagement des fibres causé par le traitement alcalin. Par conséquent, 1% NaOH est la concentration optimale d'alcalin qui fournit une meilleure adhérence d'interface entre la fibre et la matrice.

Chapitre IV : Caractérisation mécanique

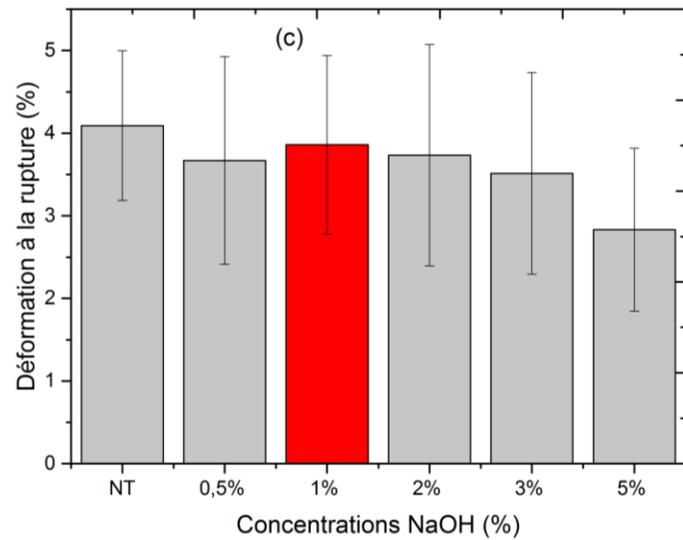
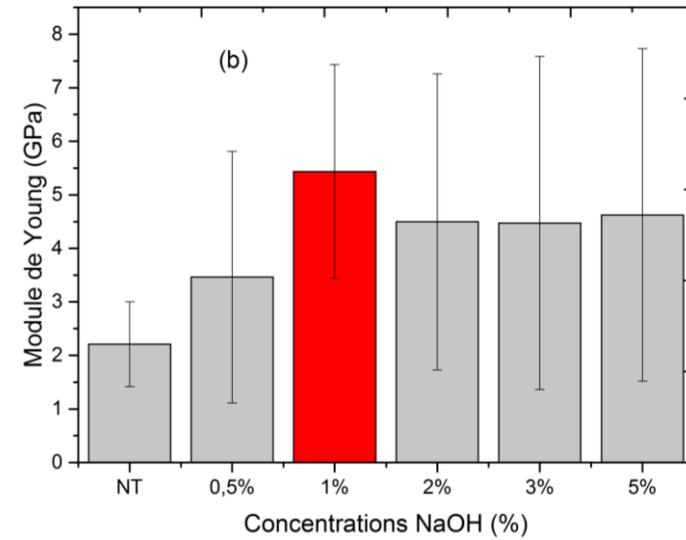
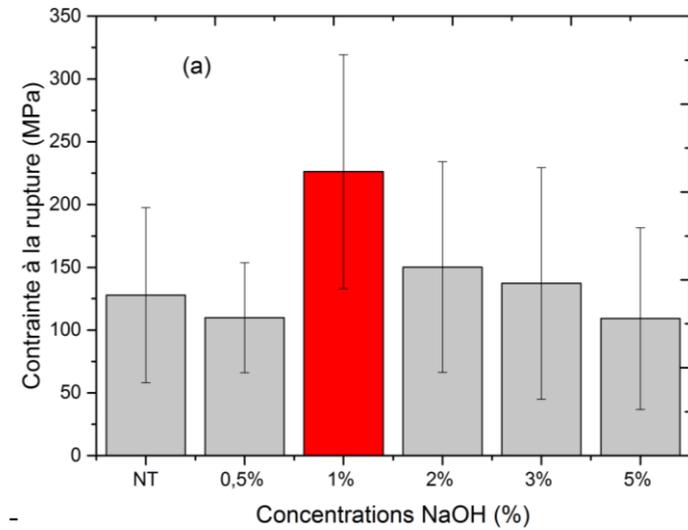


Figure IV.9 : Propriétés mécaniques de *JE* pendant 12h :
 (a) Contrainte à la rupture (b) Module de Young (c) Déformation à la rupture.

Chapitre IV : Caractérisation mécanique

Les figures IV.10 représentent les variations des propriétés mécaniques (la contrainte ultime, la déformation à la rupture et le module de Young) des fibres de *JE* non traitées et traitées à 1% de NaOH pour les durées de 1h 30min, 4, 8, 12, 24, 48 et 72h qui représente le meilleur cas en ce qui concerne le taux de concentrations. L'analyse des résultats obtenus permet de signaler que les fibres de *JE* traitées, pour une durée de 12h, à 1% de NaOH possèdent le meilleur comportement avec une valeur moyenne de la contrainte de 226 MPa contre 130 MPa des fibres de *JE* non traitées, équivalent à une augmentation de 74 % et permet d'avoir une augmentation du module de Young de 2,21GPa à 5,44 GPa, soit une augmentation de l'ordre de 146% par rapport aux fibres non traitées. On remarque que la contrainte à la rupture et le module de Young ont été amplifiés par contre la déformation à la rupture des fibres est réduite après le traitement alcalin de $4,09 \pm 0,91\%$ pour les fibres non traitées à $3,86 \pm 1,08\%$ pour les fibres traitées avec une réduction de 6%. Cette augmentation explique l'effet du traitement sur la fibre.

Chapitre IV : Caractérisation mécanique

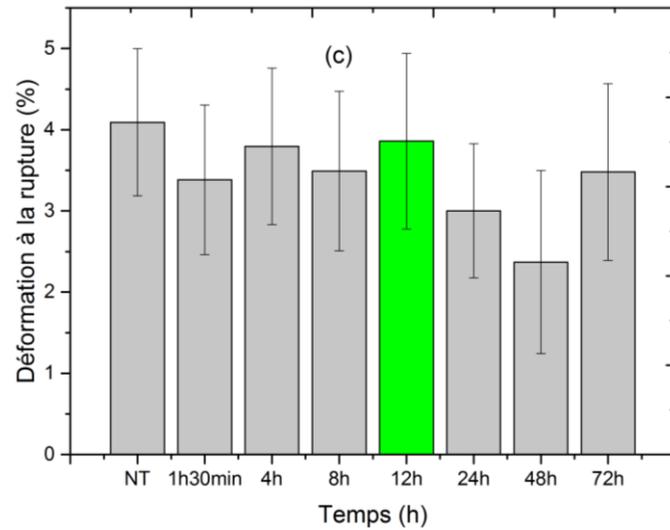
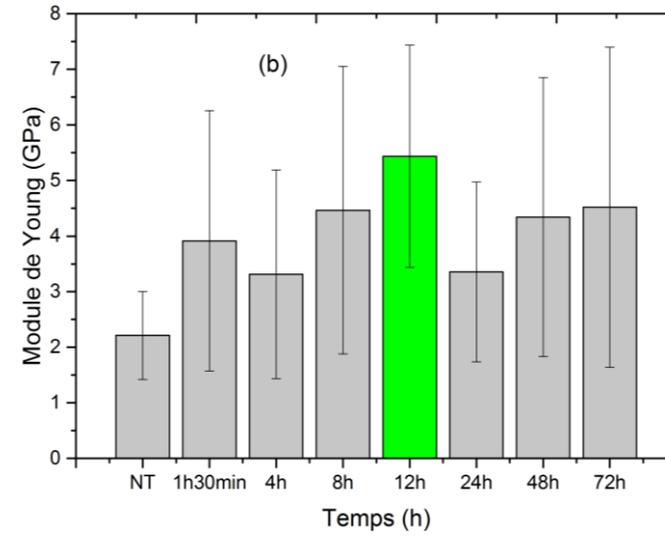
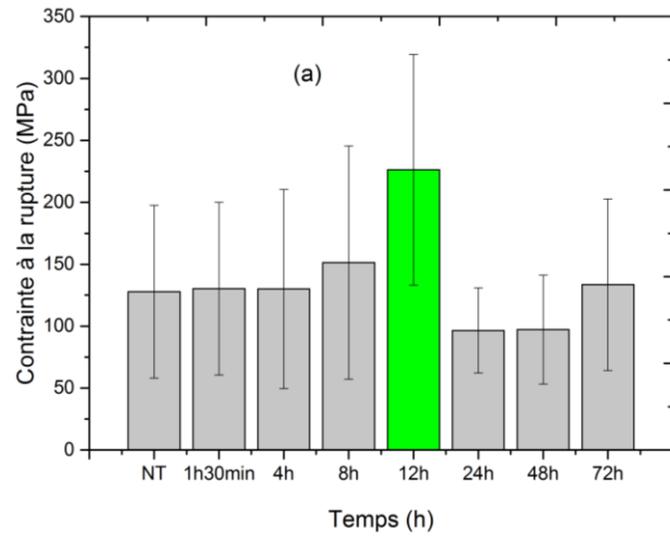


Figure IV.10 : Propriétés mécaniques de *JE* à 1% NaOH :
 a) Contrainte à la rupture b) Module de Young c) Déformation à la rupture.

Chapitre IV : Caractérisation mécanique

Tableau IV.2 : Propriétés mécaniques moyennes a une longueur de mesure GL20mm des fibres de JE traitées.

Types de traitements	Résultats expérimentaux			
	Dmoy (μm)	σ (MPa)	ε (%)	E (GPa)
Non traitée GL20mm	299 \pm 57	130 \pm 58	4,09 \pm 0,91	2,21 \pm 0,79
0,5 % NaOH1h30	268 \pm 89	145 \pm 48	5,03 \pm 0,91	2,99 \pm 1,41
0,5 % NaOH4h	290 \pm 66	141 \pm 68	4,34 \pm 1,32	3,52 \pm 1,65
0,5 % NaOH8h	279 \pm 48	143 \pm 89	3,85 \pm 1,59	5,15 \pm 4,53
0,5 % NaOH12h	265 \pm 74	110 \pm 44	3,67 \pm 1,26	3,46 \pm 2,35
0,5 % NaOH24h	306 \pm 105	121 \pm 51	3,56 \pm 1,19	3,21 \pm 1,97
0,5 % NaOH48h	257 \pm 80	144 \pm 84	3,05 \pm 1,00	5,11 \pm 3,21
0,5 % NaOH72h	251 \pm 65	147 \pm 78	3,18 \pm 1,16	4,84 \pm 2,59
1% NaOH1h30	273 \pm 101	134 \pm 76	3,38 \pm 0,92	3,91 \pm 2,34
1% NaOH4h	279 \pm 98	130 \pm 80	3,80 \pm 0,98	3,31 \pm 1,88
1% NaOH8h	244 \pm 63	151 \pm 94	3,56 \pm 0,98	4,46 \pm 2,59
1% NaOH12h	255 \pm 79	226 \pm 93	3,86 \pm 1,08	5,44 \pm 2,00
1% NaOH24h	308 \pm 75	96 \pm 34	3,00 \pm 0,83	3,35 \pm 1,62
1% NaOH48h	275 \pm 70	97 \pm 45	2,37 \pm 1,13	4,34 \pm 2,51
1% NaOH72h	279 \pm 75	133 \pm 69	3,48 \pm 1,09	4,52 \pm 2,88
2% NaOH1h30	269 \pm 76	145 \pm 75	3,94 \pm 1,34	3,95 \pm 2,28
2% NaOH4h	246 \pm 75	142 \pm 53	3,47 \pm 0,9	4,63 \pm 2,2
2% NaOH8h	289 \pm 72	99 \pm 36	3,58 \pm 1,02	2,87 \pm 1,05
2% NaOH12h	259 \pm 77	153 \pm 84	3,73 \pm 1,34	4,50 \pm 2,76
2% NaOH24h	281 \pm 60	109 \pm 47	3,64 \pm 1,04	3,4 \pm 1,75
2% NaOH48h	255 \pm 81	144 \pm 93	3,05 \pm 1,00	5,07 \pm 3,25
2% NaOH72h	282 \pm 56	119 \pm 70	3,25 \pm 1,03	3,92 \pm 2,23
3% NaOH1h30	232 \pm 53	128 \pm 90	3,38 \pm 0,97	4,27 \pm 2,70
3% NaOH4h	218 \pm 46	149 \pm 73	3,35 \pm 1,19	5,43 \pm 2,14
3% NaOH8h	253 \pm 80	142 \pm 69	3,54 \pm 1,05	4,72 \pm 2,27
3% NaOH12h	269 \pm 100	137 \pm 92	3,51 \pm 1,22	4,47 \pm 3,11
3% NaOH24h	306 \pm 105	113 \pm 50	3,52 \pm 1,12	3,21 \pm 1,97
3% NaOH48h	221 \pm 61	150 \pm 105	3,01 \pm 1,2	5,32 \pm 2,78
3% NaOH72h	282 \pm 61	117 \pm 69	3,29 \pm 1,12	4,06 \pm 2,18
5% NaOH1h30	252 \pm 60	142 \pm 109	3,67 \pm 1,07	4,18 \pm 3,91
5% NaOH4h	244 \pm 59	159 \pm 98	3,34 \pm 1,16	5,32 \pm 3,10
5% NaOH8h	247 \pm 54	137 \pm 95	3,50 \pm 1,02	3,62 \pm 2,04
5% NaOH12h	264 \pm 89	109 \pm 72	2,83 \pm 0,99	4,62 \pm 3,10
5% NaOH24h	294 \pm 87	103 \pm 50	3,12 \pm 1,08	3,44 \pm 2,04
5% NaOH48h	236 \pm 67	131 \pm 77	2,61 \pm 1,07	5,48 \pm 2,87
5% NaOH72h	248 \pm 77	158 \pm 76	3,29 \pm 1,10	5,31 \pm 3,08

IV.4 Essais mécanique sur la résine bio et les biocomposites

IV.4.1 Essais de traction de la résine bio

La figure IV.11 représente les courbes de la variation de la contrainte en fonction de la déformation de la résine bio testée en traction. Cette variation se déroule en trois phases : la première partie élastique linéaire apparaît dans la première zone avec une valeur de déformation proche de 0,8% correspondant à une contrainte de l'ordre de 11 MPa, suivie d'une deuxième phase quasi linéaire. Après le domaine de comportement quasi linéaire commence la troisième phase là où une diminution significative du module de Young est observée ensuite la courbe s'infléchit avant la rupture brutale et les valeurs moyenne de la contrainte et de la déformation à la rupture respectivement de l'ordre de 31,36 MPa et 3,7%. Les courbes ne représentent pas une dispersion importante.

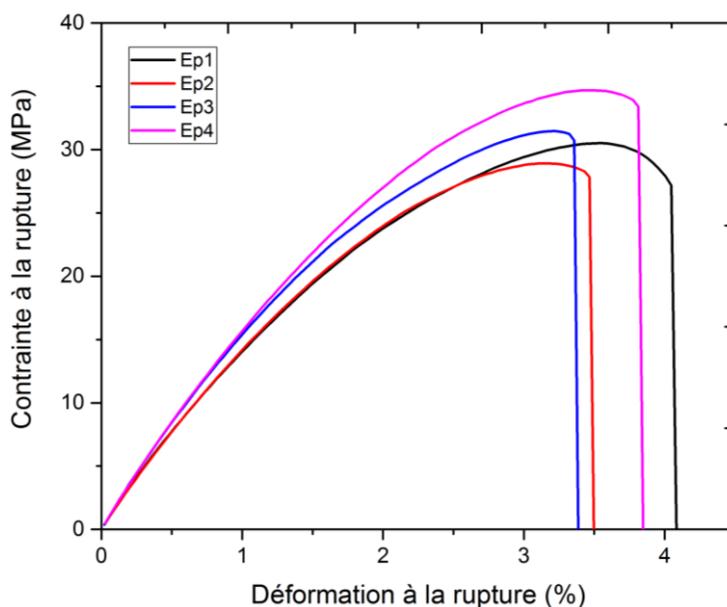


Figure IV.11 : Contrainte-déformation de la résine bio, sollicitée en traction.

IV.4.2 Essais de traction des bio-composites

Les essais de traction ont été effectués jusqu'à la rupture des éprouvettes, pour assurer une bonne reproductibilité des résultats, quatre éprouvettes au moins sont testées à une vitesse de 1 mm/min. Les dimensions des éprouvettes sont préparées selon la Norme ASTM 3039 M-08. Au moins quatre éprouvettes en bio-composites élaborées ont été chargées en traction

Chapitre IV : Caractérisation mécanique.

monotone jusqu'à la rupture. La figure IV.12 montre que les composite renforcés par les fibres de *JE* ont un comportement linéaire fragile ou la contrainte à la rupture demeure proportionnelle à la déformation jusqu'à la rupture brutale de l'éprouvette. Ce comportement semble être piloter par le comportement des faisceaux des fibres de *JE* qui représentent une attitude similaire. Les propriétés mécaniques obtenues à savoir la contrainte ultime, déformation à la rupture et module de Young sont présentées dans le tableau IV.3.

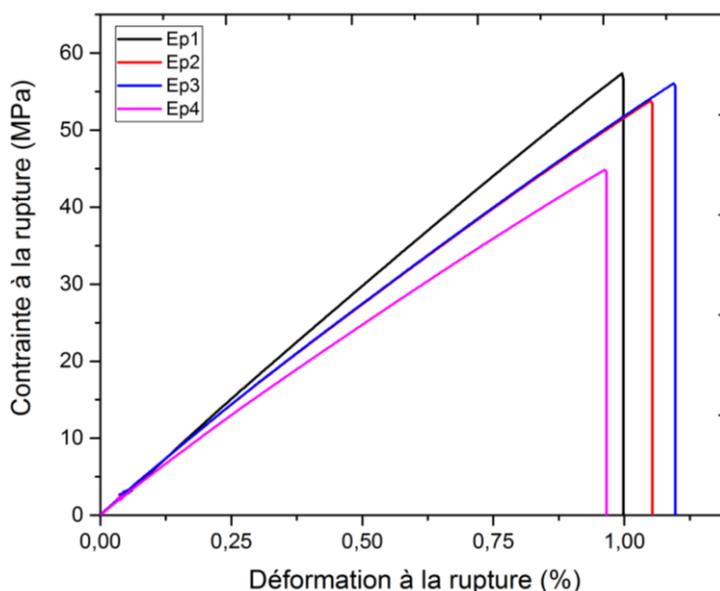


Figure IV.12 : Courbe type contrainte-déformation des composites sollicitée en traction.

Les observations des faciès de rupture des éprouvettes bio-composites, testées en traction monotone, selon l'axe des fibres sont présentées dans la figure IV.13. L'analyse de cette figure montre que la rupture est nette en traction et la surface de rupture est quasi perpendiculaire à la direction de chargement. Ces observations indiquent un comportement à rupture de type fragile pour un chargement en traction.



Figure IV.13 : Faciès de rupture des éprouvettes bio-composite sollicités en traction monotone.

La figure IV.14 illustre la comparaison des courbes types de la résine bio avec le composite. La même allure de courbe de comportement est observée pour les composites et celle des fibres unitaires de *JE*. Par contre, le comportement de la résine bio est caractérisé par trois phases et en fin par l'infléchissement avant la cassure brutale. La contrainte varie quasi-linéairement avec l'augmentation de la déformation jusqu'à ce qu'elle atteigne sa valeur maximale où une rupture brutale est obtenue. L'analyse des résultats du tableau IV.3 montre que l'incorporation de 26% de fibre dans le bio-composite lui confère des augmentations respectives de la contrainte à la rupture et du module d'Young de l'ordre de 68,2% et 66,9 %. Par contre, la matrice (résine bio) possède une déformation à la rupture beaucoup plus grande que le composite de l'ordre de 360% démontrant ainsi son caractère ductile. L'ajout de fibres de *JE* rend le matériau rigide et plus fragile.

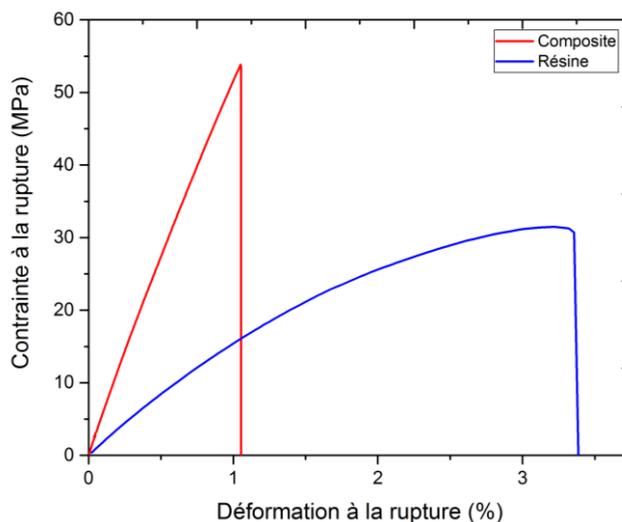


Figure IV.14 : Courbes types (contrainte-déformation) des composites avec la résine bio.

Tableau IV.3 : Propriétés mécaniques moyennes des essais de traction de la résine et des bio-composites.

Type	Contrainte à la rupture (MPa)		Module de Young (GPa)		Déformation à la rupture (%)	
	Moyenne	l'écart type	Moyenne	l'écart type	Moyenne	S.D
Résine	31,36	2,30	1,36	0,10	3,70	0,32
Composite	52,75	6,09	2,27	1,24	1,03	0,06

IV.4.3 Essais de flexion de la résine bio

La figure IV.15a représente le comportement contrainte-déformation de la résine biosourcée qui se caractérise par une phase quasi linéaire, suivi par une phase sous forme parabolique passant par la contrainte maximale moyenne de l'ordre de 54,01 MPa avec une déformation moyenne de 4,31%. Enfin, une diminution de la contrainte d'une manière quasi linéaire avec une pente négative beaucoup plus faible par rapport à celle de la première phase. Le module de Young a été calculé selon la norme ASTM 3039 M-08 on peut constater que la rupture des éprouvettes en résine bio-sourcée n'a pas été atteinte (pliage des éprouvettes) même pour des flèches très importantes (Figure IV.15b).

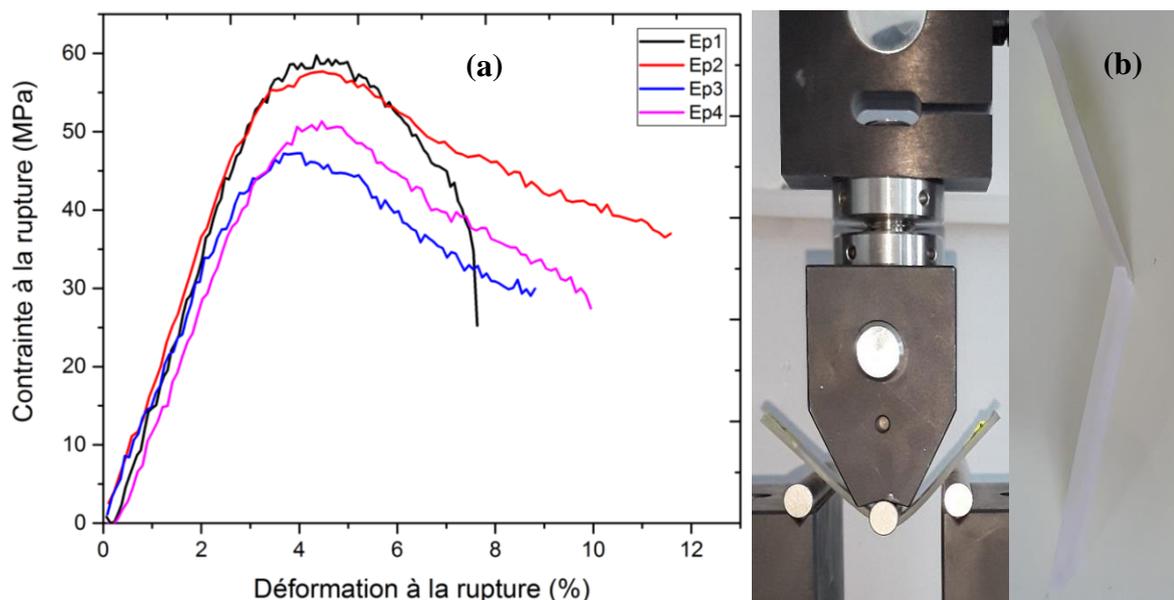


Figure IV.15 : (a) Courbe contrainte-déformation de la résine bio, sollicitée en flexion.
(b) Déformation de l'éprouvette sans rupture.

IV.4.4 Essais de flexion des bio-composites

La figure IV.16 représente les courbes de l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation des bio-composites (dans la direction 0 et 90) sollicités en flexion statique. Dans le cas des composites ayant les fibres dans la direction zéro (0) degré, cette évolution se déroule de façon quasi linéaire, jusqu'à la valeur maximale de la flèche là où une rupture brutale de l'éprouvette survient (Fig. IV.16). Une rupture moins violente est enregistrée dans le cas du composite ayant la direction des fibres orientées à 90 degré (Fig. IV.16), ceci se traduit par la présence d'une deuxième phase plus ductile (longue). Le module de flexion a été calculé dans la zone linéaire selon la norme ASTM D790.

L'analyse des valeurs moyennes des propriétés mécaniques des essais de flexions, du composite ayant les fibres orientées à (0), possède la contrainte à la rupture et le module de Young respectivement de l'ordre de 67,44 MPa et 2,97 GPa qui sont beaucoup plus grandes que celles obtenues pour les composites avec des fibres orientées à (90) ayant pour valeurs 21,42 MPa et 1,58 GPa car dans cette dernière les fibres ne contribuent pas à la flexion. Il est noté que les propriétés mécaniques présentent une assez faible dispersion dans les deux directions,

Chapitre IV : Caractérisation mécanique.

ceci peut être lié directement au processus d'élaboration des bio-composites par la méthode sous vide qui a été utilisée dans ce travail.

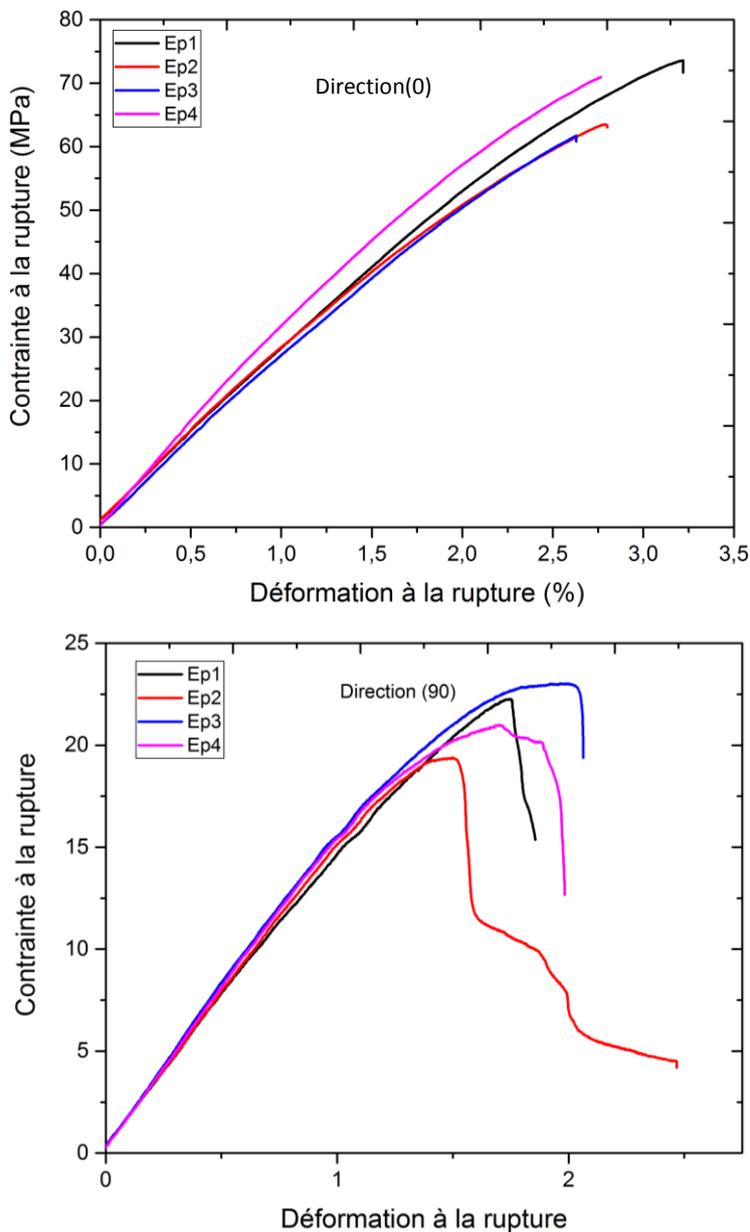


Figure IV.16 : Courbes types contrainte-déformation des bio-composites ayant des fibres de JE orientées à (0) ou (90) sollicité en flexion 3-points.

L'analyse de la rupture à l'échelle macroscopique (Figure IV.17) montre que le profil de rupture est en ligne quasi brisé dans le sens des fibres pour la direction (0), par contre

Chapitre IV : Caractérisation mécanique.

l'orientation à 90° par rapport à l'axe de traction permet d'obtenir une rupture transverse très nette pratiquement dans le même sens des fibres.

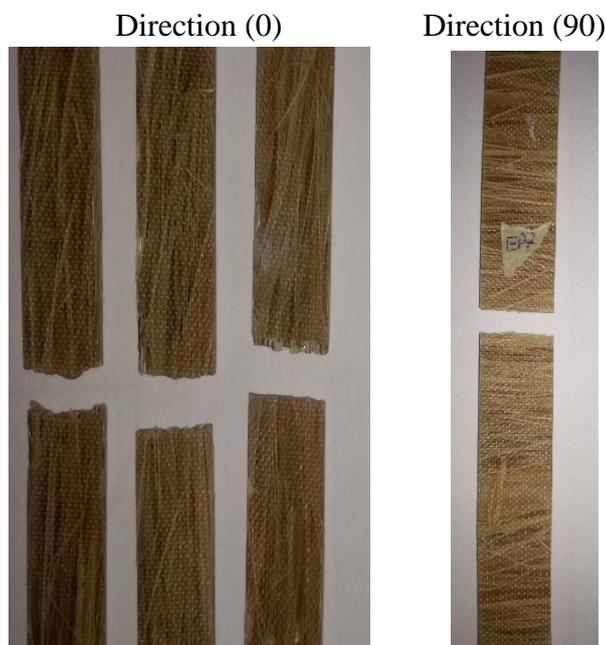


Figure IV.17 : Faciès de rupture des éprouvettes bio-composite sollicité en flexion 3-point.

La figure IV.18 représente la comparaison des courbes types (contrainte-déformation) de la résine bio avec les composites sollicités en flexion. Le composite se caractérise par un comportement quasi linéaire jusqu'à atteindre la contrainte ultime ou une rupture brutale survient. Par contre, le comportement de la résine bio se caractérise par deux phases, linéaire et parabolique suivi par un fléchissement jusqu'à ce qu'elle atteigne la contrainte maximale, suivie d'une diminution de celle-ci avec une pente négative sans pour autant que la rupture des éprouvettes n'est obtenue.

Le rajout de 26% de fibre orienté à (0) dans la résine bio permet des augmentations de la contrainte et du module de Young respectivement de l'ordre de 25% et 77,4 % avec une diminution dans la déformation de l'ordre de 34%.

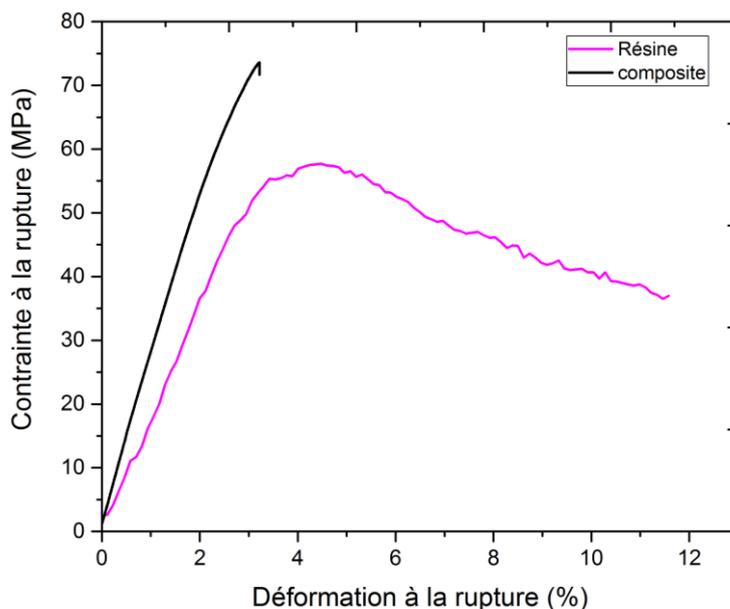


Figure IV.18 : Comparaison des courbes types (contrainte-déformation) des composites avec la résine bio.

Tableau IV.4 : Propriétés mécaniques moyennes des essais de flexion de la résine et des bio-composites.

Type	Contrainte à la rupture		Module de Young		Déformation à la rupture	
	(MPa)		(GPa)		(%)	
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
Résine	54,01	5,76	1,67	0,20	4,31	0,25
Direction 0	67,44	5,72	2,97	0,24	2,85	0,25
Direction 90	21,42	1,59	1,58	0,06	1,73	0,20

IV.5 Conclusion

Dans ce chapitre est décrit la caractérisation mécanique en traction uniaxiale de cette nouvelle fibre issue de la plante de *JE*. Les valeurs de la contrainte ultime, de la déformation à la rupture et du module Young apparaissent assez dispersées. Ces dispersions semblent relever

Chapitre IV : Caractérisation mécanique.

de la nature même des fibres de *JE*. Malgré ces dispersions, le comportement mécanique en traction uniaxiale des fibres de *JE* peut être jugé acceptable vis-à-vis des fibres végétales.

- Les propriétés mécaniques obtenues expérimentalement des fibres de *JE* sollicitées en traction monotone sont comparable avec d'autres fibres trouvées dans la littérature telle que ceux des bras de grappes de palmier dattiers, la Gave American, Pineapple leaf, Artichoke, Palm leaf, Phoenix dactylifera L. etc. ;

- Le temps de traitement et la concentration du NaOH influencent considérablement les propriétés mécaniques des fibres de *JE* ;

- Le traitement à l'alcalin enregistre les meilleures propriétés mécaniques avec une concentration de 1% NaOH pendant une durée de 12h, conduisant à une augmentation de 74% de la contrainte à la rupture et de 146% de la valeur du module de Young par rapport aux fibres non traitées ;

- Les résultats obtenus des essais de traction et de flexion 3-points statique, réalisés sur les bio-composites élaborés, montrent que le rajout des fibres de *JE* dans une matrice bio permet d'améliorer leurs caractéristiques mécaniques (contrainte à la rupture et module Young à la traction et à la flexion). Par contre, l'allongement en traction et la flèche en flexion se trouvent diminués.

Chapitre V

Etude et traitement statistique des essais mécaniques

V.1 Introduction

Les résultats expérimentaux des tests des fibres naturelles d'origine végétale sont difficiles à analyser en raison de la dispersion des résultats qui sont une caractéristique inhérente des fibres végétales. Cette variabilité s'explique par la grande dépendance de ces propriétés aux conditions culturales, climatiques et aux techniques d'élaboration des fibres et donc il est indispensable d'utiliser les approches statistiques pour pouvoir évaluer leurs propriétés mécaniques moyennes. L'analyse statistique des données expérimentales issues des tests en traction uni-axiale de la fibre de *JE* présentée dans ce travail ont été traitées en se servant du logiciel Minitab 17. Le modèle statistique le plus largement utilisé est celui de la distribution de Weibull à deux et à trois paramètres basé sur la théorie du faible-liaison avec des estimateurs et des méthodes différentes utilisant les méthodes LS et ML pour l'intervalle de confiance à 95% CI afin de quantifier le degré de variabilité de la résistance pour la fibre de *JE*. Ce modèle a été utilisé par plusieurs auteurs *Maache et al* [MAA-17] pour la fibre de jonc épars, *Amroune et al.* [AMR-15] pour la fibre des bras de grappes des palmiers dattiers, *Bezazi et al* [BEZ-14] pour la fibre *Agave americana L*, *Belaadi et al.* [BEL-14] pour la fibre de sisal et [BEL-16] le fil de sisal *Fiore et al.* [FIO-14] pour la fibre d'artichaut afin d'estimer les propriétés mécaniques. Ce chapitre est divisé en deux parties. Dans la première partie, est présentée la théorie de la distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres qui a été appliquée pour estimer les propriétés mécaniques à savoir la contrainte et la déformation à la rupture et le module de Young des fibres de *JE* qui ont présentés une grande dispersion dans les résultats des essais de traction statique. Dans la deuxième partie, les résultats des essais statiques de

traction monotone ont été aussi analysés statistiquement par l'analyse de variance (ANOVA) à un facteur en utilisant le logiciel MINITAB version 17.

V.2 Traitement statistique par Weibull à 2 et à 3 paramètres

La contrainte σ peut être représentée par la loi de distribution de Weibull à deux paramètres comme suit [WEI-51] :

$$P(\sigma) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right], \quad \sigma > 0, \quad \sigma_0 > 0, \quad m > 0 \quad (V.1)$$

Où, m est un paramètre de forme sans dimensions relié directement aux dispersions des données expérimentales, σ_0 est un paramètre local qui représente une valeur moyenne de σ et $P(\sigma)$ est la probabilité de défaillance de la fibre en fonction du paramètre σ . Lorsque le paramètre de seuil est appliqué dans la théorie de la distribution, la distribution de Weibull à trois paramètres est obtenue comme suit [WEI-51] :

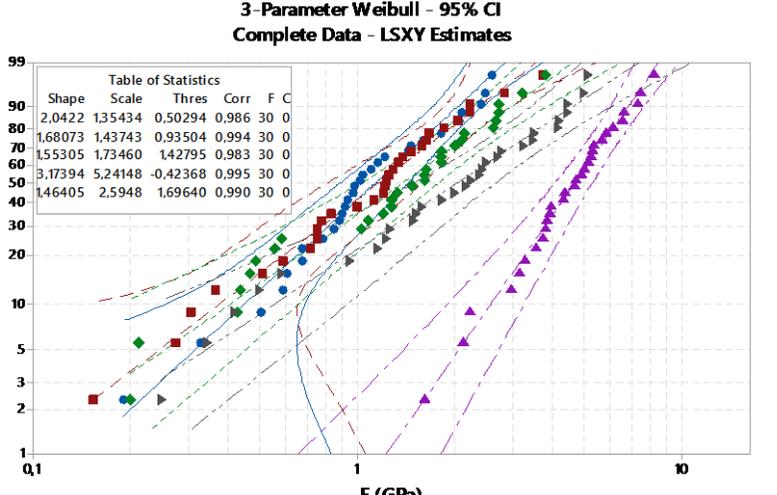
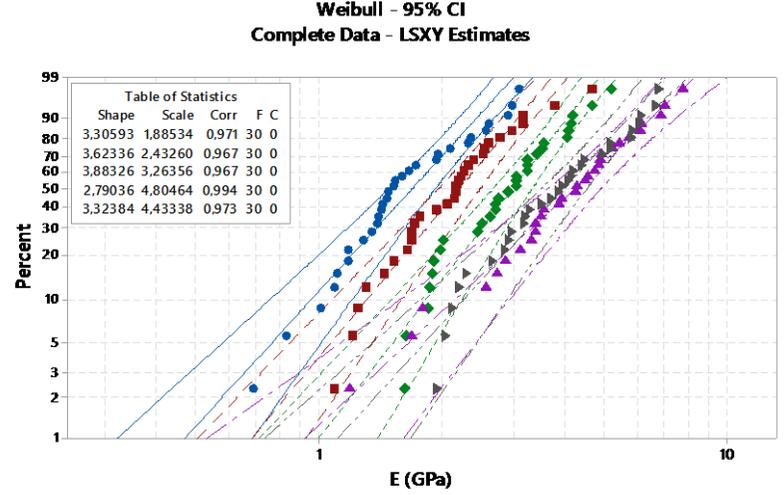
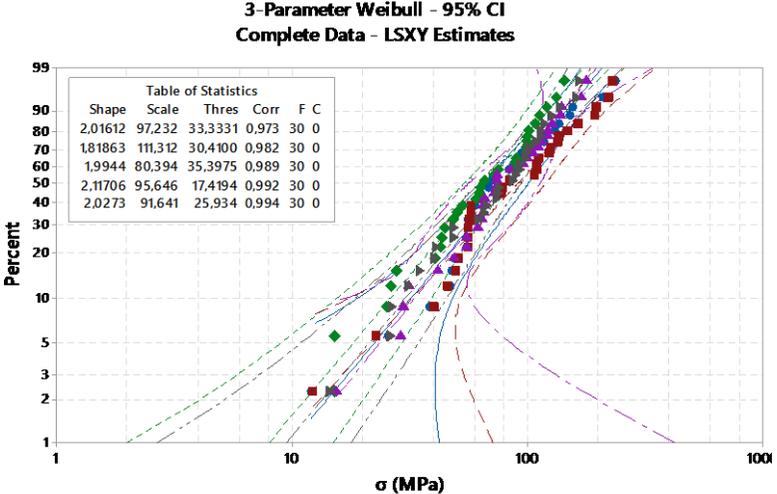
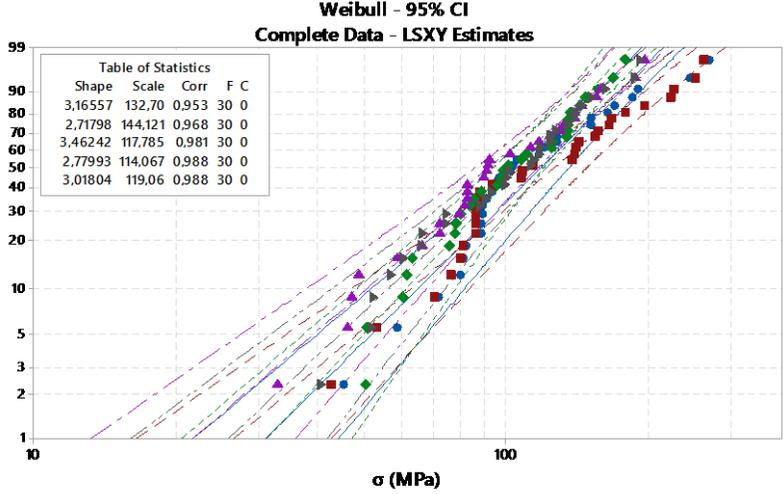
$$P(\sigma) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m \right], \quad \sigma > \sigma_u > \sigma_0 > 0, \quad m > 0 \quad (V.2)$$

Où, σ_u est le paramètre de seuil (contrainte ultime).

Le module de Young, la contrainte et la déformation à la rupture ont été déterminés à un niveau de confiance de 95% pour obtenir un résultat significatif.

La figure V.1 reporte les courbes de distributions statistiques LS de Weibull respectivement à deux et à trois paramètres obtenues pour les propriétés mécaniques à savoir la contrainte ultime, la déformation à la rupture et le module de Young. L'analyse de cette figure montre que le comportement des droites de Weibull à deux paramètres de la fibre de *JE* pour les différentes longueurs de mesures (GL) considérées présente un comportement quasi-linéaire avec un léger décalage les unes des autres, ce comportement est différent de celui enregistré pour les distributions de Weibull à trois paramètres.

Chapitre V : Etude et traitement statistique des essais mécaniques.



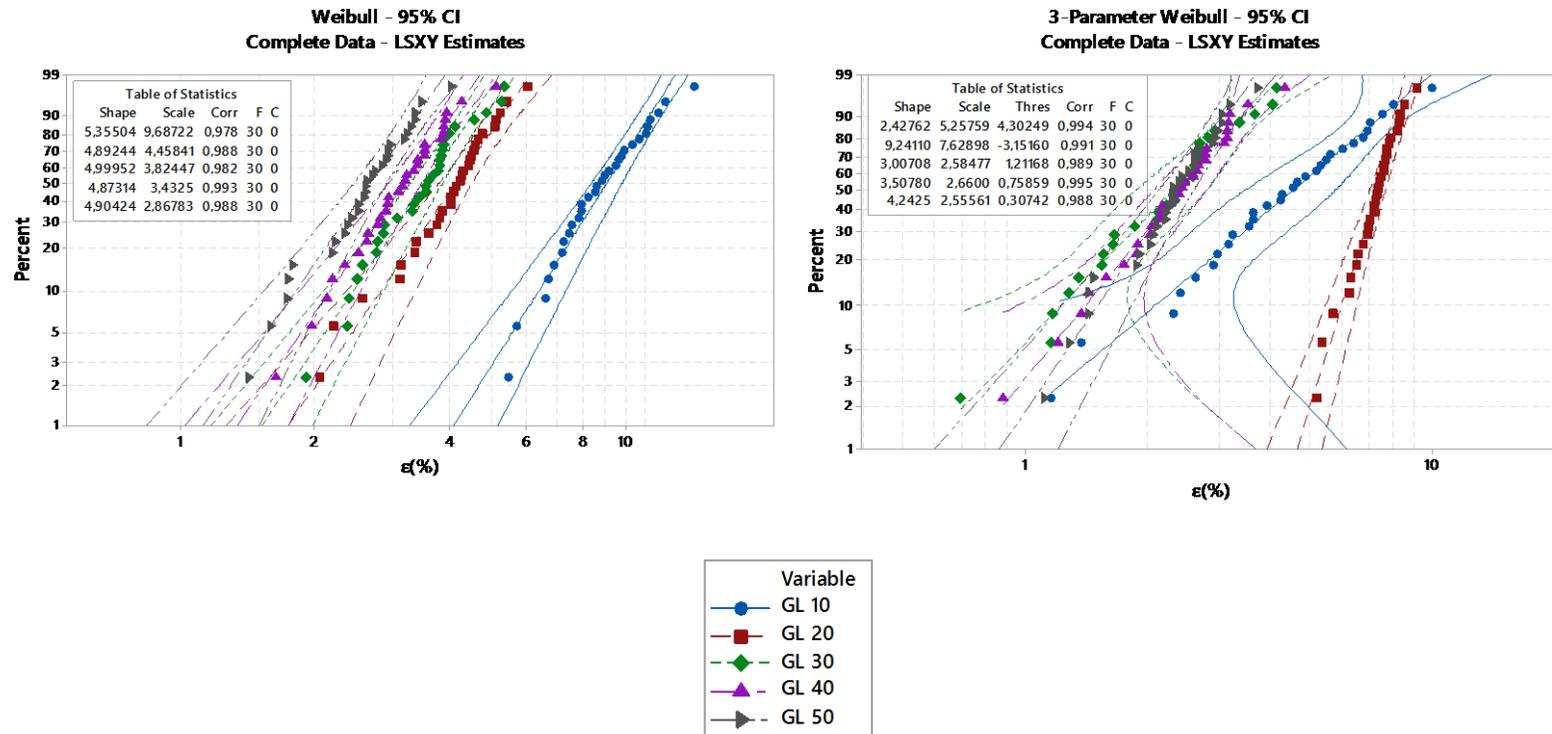


Figure V.1 : Distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres pour la contrainte ultime, le module de Young et la déformation à la rupture des fibres de JE non traitées.

Les valeurs de facteur de corrélation R^2 qui sont un indicateur de la variation du module de Weibull sont très voisines du 1 pour la distribution LS (R^2 est le paramètre d'ajustement, car il indique combien les points du graphique de Weibull seront bien ajustés à son axe. La valeur R^2 peut aller de 0 à 1. Plus R^2 est proche de 1, meilleurs seront les points expérimentaux sur la ligne centrale. Le module de Weibull m peut être considéré comme un paramètre qui caractérise la dispersion des défauts au sein de la matière. Des valeurs élevées de m indiquent que les défauts sont répartis uniformément dans tout le matériau, quels qu'ils soient nombreux ou non, et donc la résistance est presque indépendante de la longueur. Tandis que, des faibles valeurs de m indiquent que les défauts sont moins nombreux et moins répartis, ce qui provoque une plus grande dispersion des résultats [NAI-12]. Cette distribution de défauts au sein des fibres de *JE* entraîne un caractère aléatoire des propriétés mécaniques à la rupture lors de sollicitations à la traction uni-axiale. Le module de Weibull m pour les différentes GL présente des faibles valeurs qui confirment que la répartition des défauts est très hétérogène, c'est pour cela qu'une grande dispersion des paramètres (contrainte, déformation et module de Young) est observée. Ceci est en bonne concordance avec plusieurs travaux de recherches sur différentes fibres végétales [SIL-08, BEL-14, AMR-15, MAA-17, SAA-17]. Le module de la distribution de Weibull à 2 paramètres à un niveau de confiance de 95% pour la fibre non traitée de *JE* est respectivement, pour la contrainte et déformation à la rupture et module de Young m_σ , m_ϵ m_E pour les différentes longueurs de mesure (GL) égale à 10, 20, 30, 40 et 50 mm sont respectivement : $m_\sigma = 3,16 ; 2,71, 3,46 ; 2,77$ et $3,01$; $m_E = 3,30 ; 3,62 ; 3,88 ; 2,79$ et $3,32$ et $m_\epsilon = 5,35 ; 4,89 ; 4,99 ; 4,87$ et $4,90$.

La contrainte caractéristique σ_0 , le module de Young E_0 et la déformation à la rupture ϵ_0 déterminés à partir de la distribution de Weibull à deux paramètres pour la fibre de *JE* non traitée pour les différentes longueurs de mesure considérées sont respectivement pour la contrainte, 132,70, 144,12, 117,78, 114,06 et 119,06 MPa, module de Young 1,88, 2,43, 3,26, 4,80 et 4,43 (GPa) et la déformation la déformation à la rupture 9,68, 4,45, 3,82, 3,43 et 2,86. Il est important de noter que pour GL égale à 10 mm la déformation à la rupture la plus grande est obtenue avec un module de Young le plus faible.

D'après la figure V.1 les paramètres obtenus par la distribution de Weibull à trois paramètres concernant le module m de Weibull sont respectivement, pour la contrainte ultime, la

déformation à la rupture et module de Young m_σ , m_ε m_E pour les différentes longueurs de mesure (GL) 10, 20, 30, 40 et 50 mm sont : $m_\sigma = 2,01, 1,81, 1,99, 2,11$ et $2,02$, $m_E = 2,04, 1,68, 1,55, 3,17$ et $1,46$ et $m_\varepsilon = 2,42, 9,24, 3,00, 3,50$ et $4,24$. La contrainte caractéristique σ_0 , le module de Young E_0 et la déformation à la rupture ε_0 sont respectivement égaux à : 97,23, 111,31, 80,39, 95,64 et 91,64 MPa, 1,35, 1,43, 1,73, 5,24, et 2,59 GPa et 5,25, 7,62, 2,58, 2,66 et 2,55%.

La figure V.2 permet d'examiner les deux types de probabilités (à deux est à trois paramètres) avec l'estimation LS et de les comparer avec les données expérimentales issues des essais de traction monotone sur la fibre de *JE* pour les contraintes à la rupture, déformation à la rupture et le module de Young. A titre d'exemple, si on prend le module m et la contrainte caractéristique σ_0 de Weibull à deux paramètres pour la fibre de *JE* non traitée pour les différentes longueurs de mesure considérées ont pour valeurs respectivement $m\sigma = 3,16, 2,71, 3,46, 2,77$ et $3,01$ et 132, 144, 117, 114,119 MPa, or ceux obtenues par Weibull à trois paramètres sont respectivement $m_\sigma = 2,01, 1,81, 1,99, 2,11$ et $2,02$ et $\sigma_0 = 97,23, 111,31, 80,39, 95,64$ et $91,64$ MPa. De même pour les valeurs de la déformation à la rupture et le module de Young (Tableau V.1). On peut noter clairement que la distribution de Weibull à deux paramètres a permis de donner des valeurs des propriétés mécaniques proches aux valeurs moyennes obtenues expérimentalement pour les fibres non traitées de *JE*. Les valeurs de différents paramètres obtenues sont présentées dans le tableau V.1.

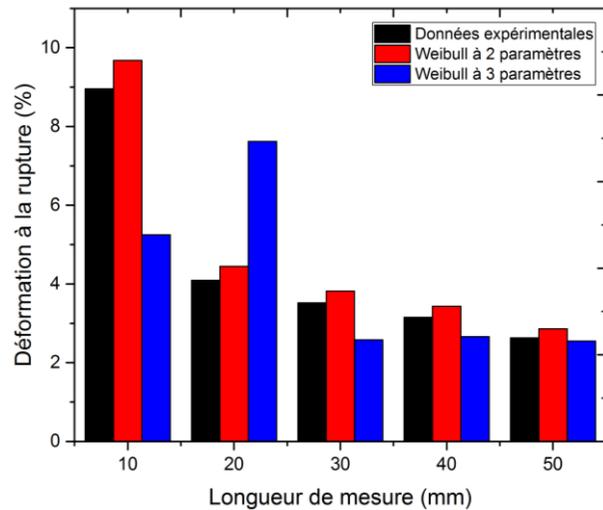
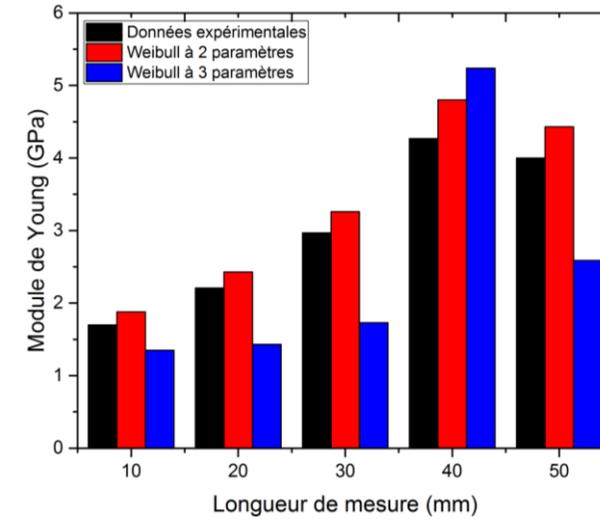
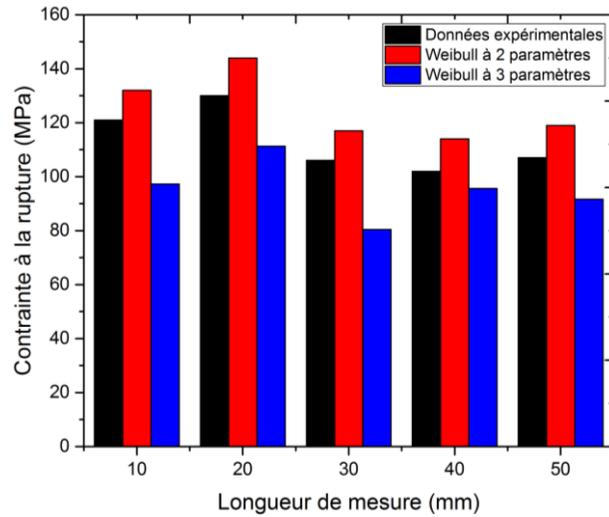


Figure V.2 : Distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres, données expérimentales pour la contrainte à la rupture, la déformation à la rupture et le module de Young des fibres de *JE* non traitées.

Tableau V.1 : Propriétés mécaniques et paramètres statistiques de la fibre de JE non traitée à des divers GL (10, 20, 30, 40,50mm).

GL (mm)	Résultats expérimentaux				Weibull 2P		Weibull 3P			Weibull 2P		Weibull 3P		
	D _{moy}	σ (MPa)	ε (%)	E (GPa)	m	σ_0 (MPa)	m	σ_0 (MPa)	σ_u (MPa)	m	E ₀ (GPa)	m	E ₀ (GPa)	E _u (GPa)
10	284 ± 63	121 ± 52	8,96 ± 2,11	1,70 ± 0,64	3,16	132	2,01	97,23	33,33	3,30	3,3	2,04	1,35	0,5
20	299 ± 57	130 ± 58	4,09 ± 0,91	2,21 ± 0,79	2,71	144	1,81	111,31	30,41	3,62	3,62	1,68	1,43	0,93
30	289 ± 55	106 ± 35	3,52 ± 0,83	2,97 ± 0,93	3,46	117	1,99,	80,39	35,39	3,88	3,88	1,55	1,73	1,42
40	283 ± 62	102 ± 42	3,15 ± 0,75	4,27 ± 1,60	2,77	114	2,11	95,64	17,41	2,79	2,79	3,17	5,24	0,42
50	279 ± 43	107 ± 40	2,63 ± 0,61	4,00 ± 1,44	3,01	119	2,02	91,64	25,93	3,32	3,32	1,46	2,59	1,69

Le tableau V.2 rassemble tous les résultats obtenus des propriétés mécaniques (contraintes et déformation à la rupture et module de Young) expérimentaux et ceux déterminés par la méthode de Weibull à deux et à trois paramètres pour les fibres de *JE* traitées (avec 0,5%, 1%, 2%, 3% et 5% de NaOH et un temps d'immersion de 1h 30min, 4h, 8h, 12h, 24h, 48h et 72h) et non traitées testées avec une GL 20mm. L'analyse des résultats présentés montre que les propriétés mécaniques estimées par la méthode de Weibull à deux paramètres sont proches des valeurs moyennes obtenues expérimentalement avec une légère surestimation. Alors que la méthode de Weibull à trois paramètres sous-estime les caractéristiques mécaniques et les valeurs obtenues par cette méthode sont largement inférieures à celles obtenues expérimentalement.

À titre d'illustration si on prend le cas de 1% NaOH 12h qui a donné les meilleurs résultats concernant les propriétés mécaniques. Les valeurs moyennes des contraintes caractéristiques (σ_0), obtenues par Weibull à deux paramètres, pour les fibres de *JE* non traitées et traitées avec 1 % NaOH pendant 12h testées à un GL 20mm sont égales respectivement à 144 MPa et 254,79 MPa et on constate qu'elles sont légèrement supérieures aux valeurs moyennes obtenues expérimentalement et qui sont respectivement de l'ordre de 130 MPa et 226 MPa. Par contre, les contraintes moyennes obtenues par Weibull à trois paramètres, sont égales respectivement égales à $\sigma_0 = 111,31$ MPa et 194,45 MPa, donc elles restent largement inférieures aux valeurs obtenues expérimentalement.

Le tableau V.3 représente les résultats des propriétés mécaniques de *JE* qui ont conduit à des meilleurs et mauvais comportements mécaniques en traction uni axiale. Les résultats des essais 1% NaOH 12h, 5% NaOH 4h, 2% NaOH 12h indiquent le meilleur comportement en traction. On peut constater que pour avoir un bon comportement mécanique il faut combiner le taux de concentration de NaOH et le temps d'immersion.

Tableau V.2 : Propriétés mécaniques et paramètres statistiques de la fibre de JE traitée.

	D_{moy}	Résultats expérimentaux			Weibull 2P		Weibull 3P			Weibull 2P		Weibull 3P		
		σ (MPa)	ε (%)	E (GPa)	m	σ_0 (MPa)	M	σ_0 (MPa)	σ_u (MPa)	m	E_0 (GPa)	m	E_0 (GPa)	E_u (GPa)
Non traitée (NT) GL20mm	299 ± 57	130 ± 58	4,09 ± 0,91	2,21 ± 0,79	2,71	144	1,81	111,31	30,41	3,62	3,62	1,68	1,43	0,93
0.5 % NaOH1h30	268 ± 89	145 ± 48	5,03 ± 0,91	2,99 ± 1,41	3,32	161,47	1,80	93,7	61,17	2,33	3,38	1,64	2,50	0,74
0.5 % NaOH4h	290 ± 66	141 ± 68	4,34 ± 1,32	352 ± 1,65	2,28	160,11	1,09	92,2	51,56	2,34	3,97	1,96	3,46	0,44
0.5% NaOH8h	279 ± 48	143 ± 89	3,85 ± 1,59	5,15 ± 4,53	1,70	160,70	1,32	131,38	21,34	1,30	5,62	1,06	4,71	0,55
0.5 % NaOH12h	265 ± 74	110 ± 44	3,67 ± 1,26	3,46 ± 2,35	2,83	123,79	1,11	62,3	49,52	1,66	3,91	1,11	2,56	1,00
0.5 % NaOH24h	306 ± 105	121 ± 51	3,56 ± 1,19	3,21 ± 1,97	2,57	136,15	1,80	99,69	31,80	1,76	3,62	1,29	2,79	0,60
0.5 % NaOH48h	257 ± 80	144 ± 84	3,05 ± 1,00	5,11 ± 3,21	1,90	163,15	1,08	87,18	59,36	1,75	5,79	1,05	3,43	1,73
0.5 % NaOH72h	251 ± 65	147 ± 78	3,18 ± 1,16	4,84 ± 2,59	2,04	166,76	1,10	88,98	61,16	2,03	5,48	1,59	4,33	0,95
1% NaOH1h30	273 ± 101	134 ± 76	3,38 ± 0,92	3,91 ± 2,34	1,93	152,17	1,32	106,36	36,16	1,80	4,42	1,13	3,06	0,98
1% NaOH4h	279 ± 98	130 ± 80	3,80 ± 0,98	3,31 ± 1,88	1,81	147,39	1,22	91,49	44,61	1,92	3,75	1,13	2,25	1,14
1% NaOH8h	244 ± 63	151 ± 94	3,56 ± 0,98	4,46 ± 2,59	1,79	171,74	0,97	90,55	59,77	1,88	5,06	1,26	3,54	1,16
1% NaOH12h	255 ± 79	226 ± 93	3,86 ± 1,08	5,44 ± 2,00	2,67	254,79	1,94	194,45	53,34	3,01	6,10	1,24	2,92	2,68
1% NaOH24h	308 ± 75	96 ± 34	3,00 ± 0,83	3,35 ± 1,62	3,02	108,07	1,35	52,96	47,67	2,22	3,79	1,53	2,63	0,98
1% NaOH48h	275 ± 70	97 ± 45	2,37 ± 1,13	4,34 ± 2,51	2,38	110,03	1,38	72,16	30,85	1,89	4,92	1,27	3,36	1,21

Chapitre V : Etude et traitement statistique des essais mécaniques.

1% NaOH72h	279 ± 75	133 ± 69	3,48 ± 1,09	4,52 ± 2,88	2,09	151,36	1,33	101,88	39,33	1,72	5,10	1,14	3,46	1,21
2% NaOH1h30	269 ± 76	145 ± 75	3,94 ± 1,34	3,95 ± 2,28	2,08	164,33	1,17	90,64	58,96	1,86	4,46	1,64	4,00	0,36
2% NaOH4h	246 ± 75	142 ± 53	3,47 ± 0,9	4,63 ± 2,2	2,83	159,37	1,54	85,92	64,72	2,26	5,23	1,40	3,41	1,49
2% NaOH8h	289 ± 72	99 ± 36	3,58 ± 1,02	2,87 ± 1,05	2,86	111,35	1,09	43,55	57,12	2,93	3,22	1,95	2,19	0,92
2% NaOH12h	259 ± 77	153 ± 84	3,73 ± 1,34	4,50 ± 2,76	1,99	173,84	1,16	96,55	60,01	1,79	5,09	1,19	3,33	1,36
2% NaOH24h	281 ± 60	109 ± 47	3,64 ± 1,04	3,4 ± 1,75	2,48	123,44	1,09	57,61	53,39	2,10	3,85	1,51	2,73	0,93
2% NaOH48h	255 ± 81	144 ± 93	3,05 ± 1,00	5,07 ± 3,25	1,75	163,31	1,00	83,60	60,27	1,75	5,74	1,04	3,39	1,73
2% NaOH72h	282 ± 56	119 ± 70	3,25 ± 1,03	3,92 ± 2,23	1,85	134,39	1,25	88,31	36,55	1,92	4,43	1,21	2,72	1,36
3% NaOH1h30	232 ± 53	128 ± 90	3,38 ± 0,97	4,27 ± 2,70	1,61	144,35	1,53	136,72	5,79	1,77	4,83	1,17	3,05	1,38
3% NaOH4h	218 ± 46	149 ± 73	3,35 ± 1,19	5,43 ± 2,14	2,21	168,87	1,01	73,01	76,13	2,72	6,10	1,92	4,40	1,51
3% NaOH8h	253 ± 80	142 ± 69	3,54 ± 1,05	4,72 ± 2,27	2,23	160,82	1,15	86,60	59,20	2,27	5,34	1,03	3,04	1,71
3% NaOH12h	269 ± 100	137 ± 92	3,51 ± 1,22	4,47 ± 3,11	1,66	154,72	1,08	100,46	39,28	1,57	5,02	1,21	3,96	0,75
3% NaOH24h	306 ± 105	113 ± 50	3,52 ± 1,12	3,21 ± 1,97	2,45	127,95	1,60	86,10	35,94	1,76	3,62	1,29	2,79	0,60
3% NaOH48h	221 ± 61	150±105	3,01 ± 1,2	5,32 ± 2,78	1,65	170,17	0,86	74,675	69,51	2,07	6,02	1,13	3,42	2,03
3% NaOH72h	282 ± 61	117 ± 69	3,29 ± 1,12	4,06 ± 2,18	1,86	132,57	1,19	80,45	41,25	2,01	4,59	1,32	2,95	1,33
5% NaOH1h30	252 ± 60	142±109	3,67 ± 1,07	4,18 ± 3,91	1,58	160,11	1,01	78,62	63,56	1,41	4,66	0,96	2,53	1,58
5% NaOH4h	244 ± 59	159 ±98	3,34 ± 1,16	5,32 ± 3,10	1,79	179,76	1,17	118,39	46,50	1,86	6,03	1,11	3,93	1,53
5% NaOH8h	247 ± 54	137 ±95	3,50 ± 1,02	3,62 ± 2,04	1,66	153,81	1,11	90,96	49,03	1,94	4,11	1,09	2,31	1,38

Chapitre V : Etude et traitement statistique des essais mécaniques.

5% NaOH12h	264 ± 89	109 ± 72	2,83 ± 0,99	4,62 ± 3,10	1,71	123,52	1,20	81,27	33,11	1,65	5,21	1,15	3,69	1,11
5% NaOH24h	294 ± 87	103 ± 50	3,12 ± 1,08	3,44 ± 2,04	2,22	116,19	1,24	64,32	42,62	1,83	3,88	1,44	3,11	0,60
5% NaOH48h	236 ± 67	131 ± 77	2,61 ± 1,07	5,48 ± 2,87	1,89	148,52	1,08	65,88	67,32	2,06	6,20	1,18	3,68	1,98
5% NaOH72h	248 ± 77	158 ± 76	3,29 ± 1,10	5,31 ± 3,08	2,29	177,52	1,11	91,11	68,75	1,85	6,00	1,35	4,69	0,99

Tableau V.3 : Meilleurs et mauvais comportements en traction.

	Résultats expérimentaux				Weibull 2P		Weibull 3P			Weibull 2P		Weibull 3P		
	D _{moy}	σ (MPa)	ε (%)	E (GPa)	m	σ ₀ (MPa)	m	σ ₀ (MPa)	σ _u (MPa)	m	E ₀ (GPa)	m	E ₀ (GPa)	E _u (GPa)
NT GL 20mm	299 ± 57	130 ± 58	4,09 ± 0,91	2,21 ± 0,79	2,71	144	1,81	111,31	30,41	3,62	3,62	1,68	1,43	0,93
1% NaOH 12h	255 ± 79	226 ± 93	3,86 ± 1,08	5,44 ± 2,00	2,67	254,79	1,94	194,45	53,34	3,01	6,10	1,24	2,92	2,68
5% NaOH 4h	244 ± 59	159 ± 98	3,34 ± 1,16	5,32 ± 3,10	1,79	179,76	1,17	118,39	46,50	1,86	6,03	1,11	3,93	1,53
2% NaOH 12h	259 ± 77	153 ± 84	3,73 ± 1,34	4,50 ± 2,76	1,99	173,84	1,16	96,55	60,01	1,79	5,09	1,19	3,33	1,36
0.5 % NaOH 12h	265 ± 74	110 ± 44	3,67 ± 1,26	3,46 ± 2,35	2,83	123,79	1,11	62,3	49,52	1,66	3,91	1,11	2,56	1,00
2% NaOH 8h	289 ± 72	99 ± 36	3,58 ± 1,02	2,87 ± 1,05	2,86	111,35	1,09	43,55	57,12	2,93	3,22	1,95	2,19	0,92
1% NaOH 48h	275 ± 70	97 ± 45	2,37 ± 1,13	4,34 ± 2,51	2,38	110,03	1,38	72,16	30,85	1,89	4,92	1,27	3,36	1,21

V.3 Traitement statistique par l'Analyse de Variance ANOVA

V.3.1 Introduction

L'analyse de la variance est une technique statistique fondamentale utilisée pour vérifier l'égalité de la moyenne entre différents groupes, en dissociant la variabilité des données observées en prenant en compte la division en groupes abrégée par le sigle ANOVA (Analysis of Variance). En particulier, il est possible d'estimer la variabilité des observations, à la fois à partir d'une analyse des données au sein des différents groupes et à partir d'une analyse de la variabilité entre les groupes. Dans la nullité des différents groupes appartenant à une même population, cette estimation doit être équivalente. Dans un modèle entièrement randomisé, comme celui que nous allons examiner, les différentes unités (par exemple les individus) diffèrent simplement d'un facteur péri-tonéal, comme l'assignation à un traitement, d'une manière complètement causale. Différents groupes, par exemple associés à différents traitements, peuvent également avoir des nombres différents.

V.3.2 Conditions d'application

L'analyse de variance est un test de comparaison de moyennes faisant appel à la loi de Fisher. En manipulant les moyennes de chaque échantillon, on obtient un indicateur (F-value) qui nous permet de déduire une probabilité d'acceptation ou de rejet de l'hypothèse nulle.

V.3.3 Modèles théoriques d'ANOVA

La mesure unique peut être schématisée de cette manière

$$x_{ij} = \mu + \alpha_i + \varepsilon_{ij} \quad (V.3)$$

où α_i est un facteur constant, lié par exemple au traitement et ε_{ij} est la variable représentant la variabilité aléatoire des données, qui n'est pas contrôlable et non liée au traitement.

L'hypothèse est que la variabilité est de la même entité dans les différents groupes, et que les ε_{ij} sont incorrects.

La moyenne de chaque groupe est égale à :

$$\mu_i = \mu + \alpha_i \quad (V.4)$$

avec $i = 1, 2, \dots, k$, où k est le nombre de groupes et μ est la moyenne générale. De cette façon, $\sum_i \alpha_i = 0$ alors l'hypothèse nulle H_0 se réfère au scénario dans lequel la moyenne des groupes individuels est égale à la moyenne générale et donc $\alpha_i = 0$ pour chaque i .

La déviance totale (ou la somme des carrés) peut être estimée par :

$$SS_{Tot} = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_j} (x_{ij} - \bar{x})^2 = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_j} x_{ij}^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_j} x_{ij}\right)^2}{n} \quad (V.5)$$

Où $n = \sum_i n_i$ est le nombre total de mesures, et n_i sont le nombre de répliques dans le $i^{\text{ème}}$ groupe.

La moyenne de chaque groupe est :

$$m_i = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij} \quad (V.6)$$

La moyenne générale de toutes les observations est :

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^k n_i m_i = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij} \quad (V.7)$$

La variance dans chaque groupe est :

$$s_i^2 = \frac{1}{n_i - 1} \sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - m_i)^2 \quad (V.8)$$

Déviance au sein des groupes (ou somme des carrés SS au sein des groupes)

$$SS_{entro} = \sum_{i=1}^k (n_i - 1) s_i^2 = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_j} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 \quad (V.9)$$

Ou

$$\bar{x}_i = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij} \quad (V.10)$$

Alors que la déviance entre les groupes est :

$$SS_{tra} = \sum_{i=1}^k n_i (\bar{x}_i - \bar{x})^2 = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} \left((x_{ij})^2 / n_i \right) - \frac{\left(\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij}\right)^2}{n} \quad (V.11)$$

La déviance totale (ou la somme des carrés) peut être estimée par :

$$SS_{Tot} = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x})^2 = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij}^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij}\right)^2}{n} \quad (V.12)$$

Où $n = \sum_i n_i$ est le nombre total de mesures, et n_i sont le nombre de répliques dans le $i^{\text{ème}}$ groupe.

La moyenne de chaque groupe est :

$$m_i = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij} \quad (V.13)$$

La moyenne générale de toutes les observations est :

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^k n_i m_i = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij} \quad (V.14)$$

La variance dans chaque groupe est :

$$s_i^2 = \frac{1}{n_i - 1} \sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - m_i)^2 \quad (V.15)$$

Déviance au sein des groupes (ou somme des carrés SS au sein des groupes)

$$SS_{entro} = \sum_{i=1}^k (n_i - 1) s_i^2 = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 \quad (V.16)$$

Où

$$\bar{x}_i = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij}$$

Alors que la déviance entre les groupes est :

$$SS_{tra} = \sum_{i=1}^k n_i (\bar{x}_i - \bar{x})^2 = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} \left(\frac{(x_{ij})^2}{n_i} \right) - \frac{\left(\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij}\right)^2}{n} \quad (V.17)$$

Variance au sein des groupes (MS_w) = écart au sein des groupes / $n-k$.

$$S_{entro}^2 = \frac{SS_{entro}}{n - k} \quad (V.18)$$

Variance entre les groupes (MS_B) = écart entre les groupes / $k-1$;

$$S_{tra}^2 = \frac{SS_{tra}}{k - 1} \quad (V.19)$$

Le rapport entre les variances MS_B / MS_W suit la distribution F, donc il peut être utilisé pour examiner des hypothèses sur la signification de la différence entre la variabilité due au traitement et la F résiduelle doivent prendre en compte les hypothèses suivantes :

$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k$

H_1 : au moins deux μ différents

$$F = \frac{S_{tra}^2}{S_{entro}^2} \quad (V.20)$$

V.3.4 Application de l'ANOVA sur les résultats expérimentaux des fibres de JE

Les résultats expérimentaux obtenus des essais de traction effectués sur les fibres de JE non traitées et ceux traitées à des divers concentrations et temps d'immersion dans la solution NaOH à une longueur de mesure de (GL 20mm), ont été analysés avec le logiciel Minitab 17.

Les figures V.3 montrent les diagrammes des valeurs individuelles à savoir la contrainte à la rupture, le module de Young et la déformation à la rupture des fibres de JE non traitées comparées à ceux traitées avec le NaOH à 1% de concentration qui révèlent que les propriétés mécaniques varient en fonction de la durée d'immersion ce qui est en concordance avec les résultats de l'expérimental. Un traitement judicieux des fibres de JE à l'alcalin permet

d'amélioré les propriétés mécaniques. Dans notre étude le traitement des fibres de *JE* avec 1% de NaOH pendant 12h d'immersion a donné les valeurs les plus élevées de la contrainte à la rupture et du module de Young permettant des augmentations respectives de 74% et 146% par rapport aux fibres non traitées.

Les figures V.4 à V.6 représentent les diagrammes des valeurs résiduelles des propriétés mécaniques (contraintes et déformation à la rupture et module de Young) en fonction du temps d'immersion dans la solution de NaOH, afin d'examiner les hypothèses statistiques.

Les figures V.4a, V.5a et V.6a représentent les droites de Henry, diagramme destiné à repérer la non-normalité. L'analyse de ces figures montre que des points de la déformation à la rupture (Figure V.5a) sont bien collés à la droite d'Henry, alors que ceux de la contrainte à la rupture (Figure V.4a) et du module de Young (Figure V.6a) ne sont pas rigoureusement alignés c'est-à-dire assez éloignés de cette droite notamment aux extrémités. Les points aberrants (très éloigné) peuvent refléter des propriétés particulières d'un phénomène caché ou peuvent tout simplement résulter des erreurs de mesure ou de toute autre anomalie.

Les figures V.4.b, V.5b et V.6b représentent les valeurs résiduelles en fonction des valeurs ajustées, utilisées pour vérifier l'hypothèse selon laquelle les valeurs résiduelles sont normalement distribuées. Dans le cas idéal, les points doivent être répartis aléatoirement des deux côtés de zéro ce qui est en bonne concordance avec les résultats trouvés.

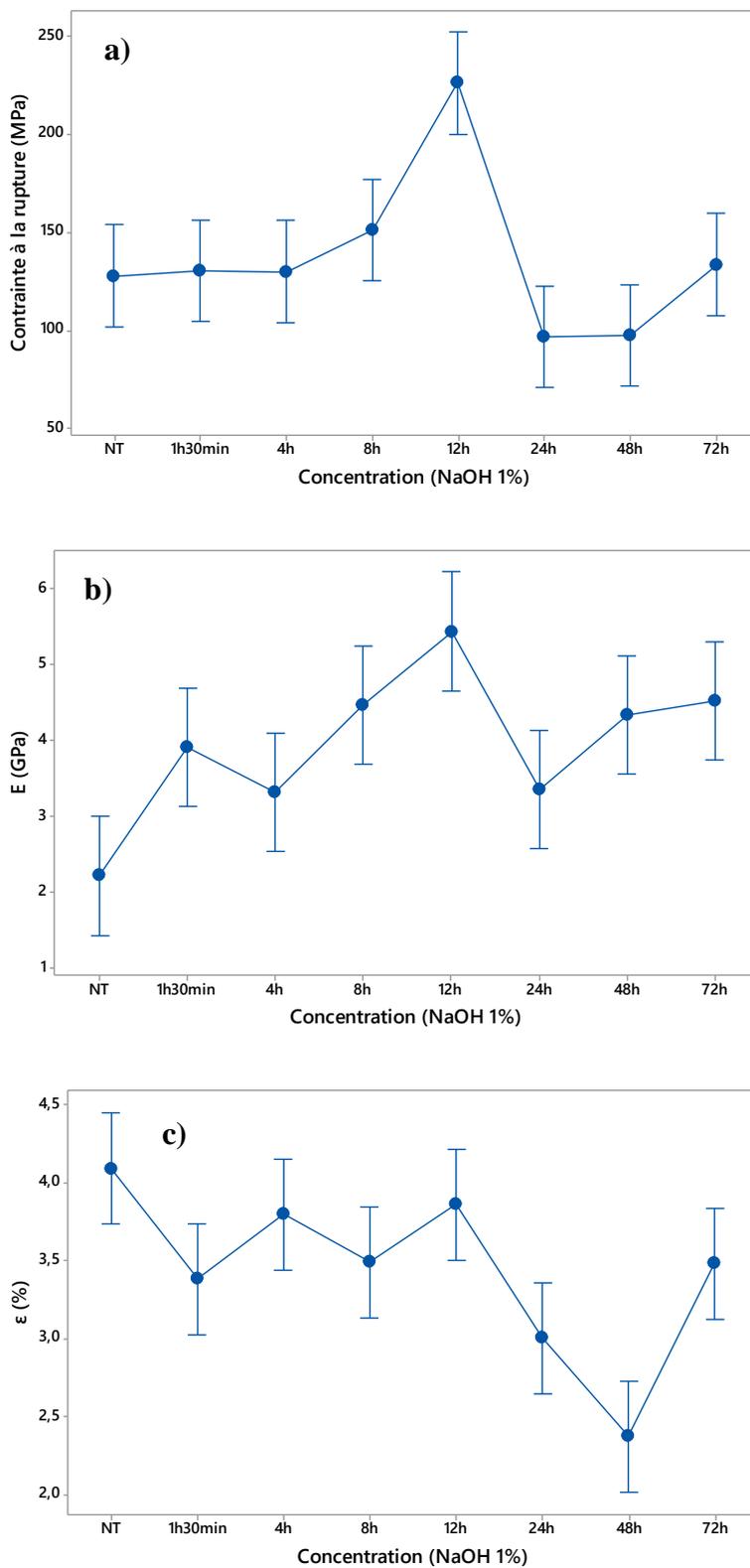


Figure V.3 : Diagrammes de valeurs individuelles en fonction du temps de traitement

a) Contrainte ultime, b) Module de Young et c) Déformation à la rupture.

Les figures V.4c, V.5c et V.6c représentent les histogrammes des valeurs résiduelles, diagrammes destinés à repérer les pics multiples, les valeurs aberrantes et la non-normalité. On remarque que les histogrammes sont sensiblement symétriques, révèlent un schéma en forme proche d'une cloche, indiquant que les valeurs résiduelles ne sont pas vraiment asymétriques et qu'il n'existe pas vraiment des valeurs aberrantes.

Valeurs résiduelles des contraintes

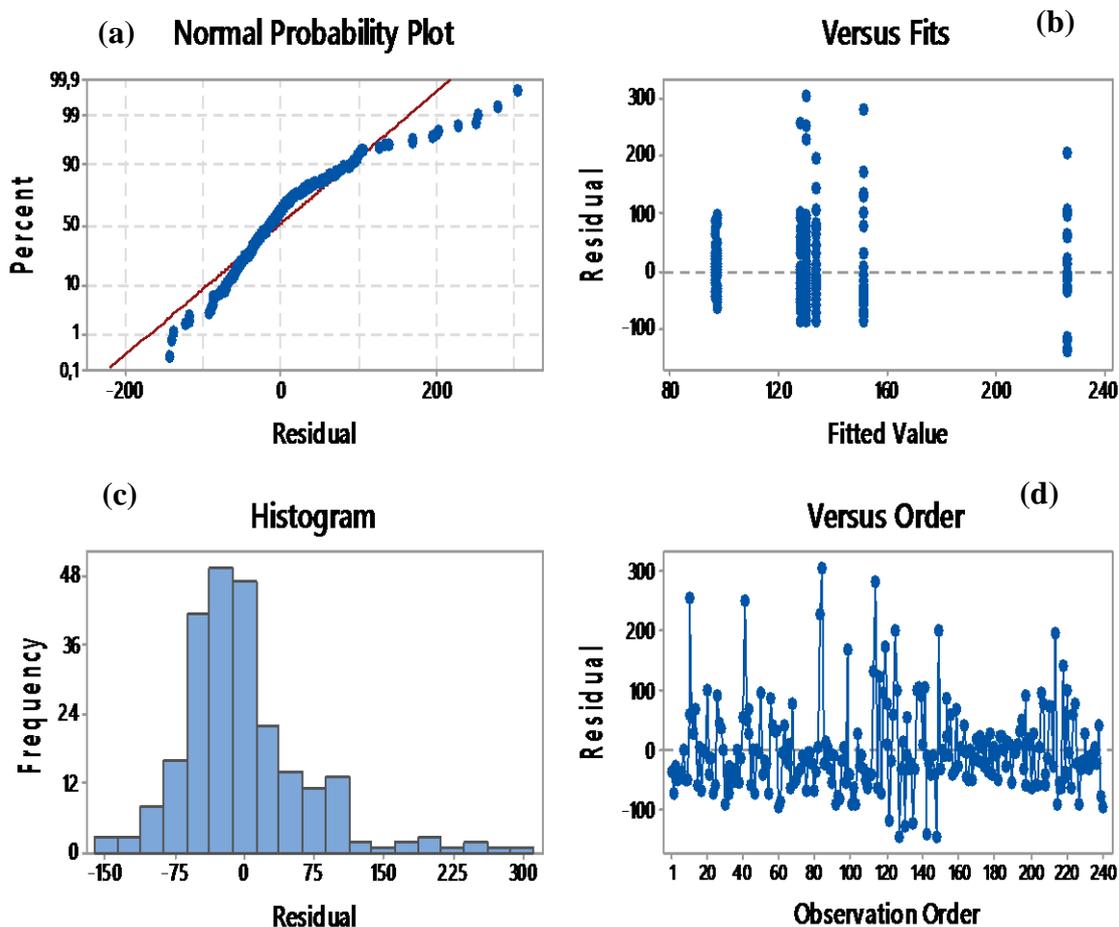


Figure V.4 : Diagrammes de valeurs résiduelles des contraintes à la rupture en fonction du temps de traitement.

Valeurs résiduelles des déformations ε (%)

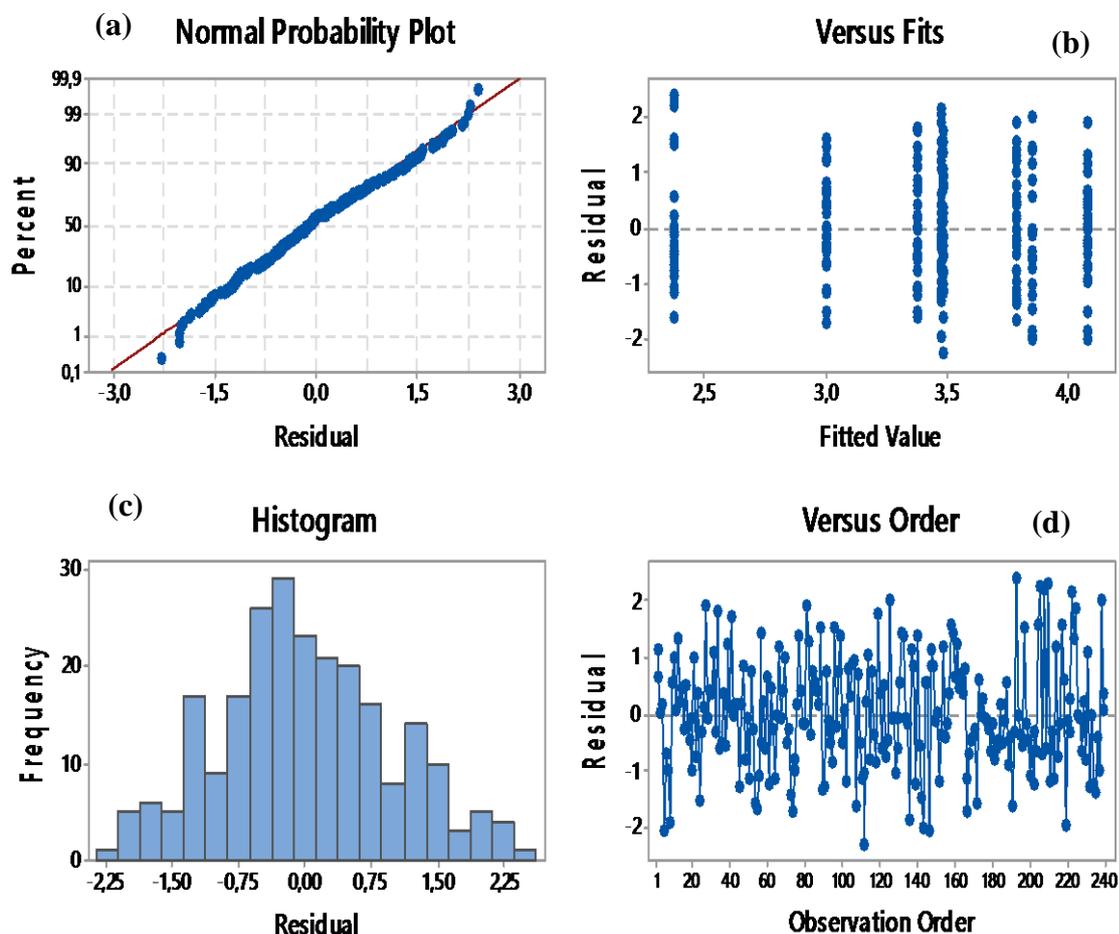


Figure V.5 : Diagrammes de valeurs résiduelles des déformations à la rupture en fonction du temps de traitement.

Les figures V.4d, V.5d et V.6d représentent les valeurs résiduelles en fonction de l'ordre, pour vérifier l'hypothèse selon laquelle les valeurs résiduelles sont indépendantes les unes par rapport aux autres. On remarque que les valeurs résiduelles ne présentent pas une tendance bien définie. Les valeurs résiduelles du graphique doivent être réparties normalement, de façon aléatoire autour de la ligne centrale, ce qui est le cas dans notre travail.

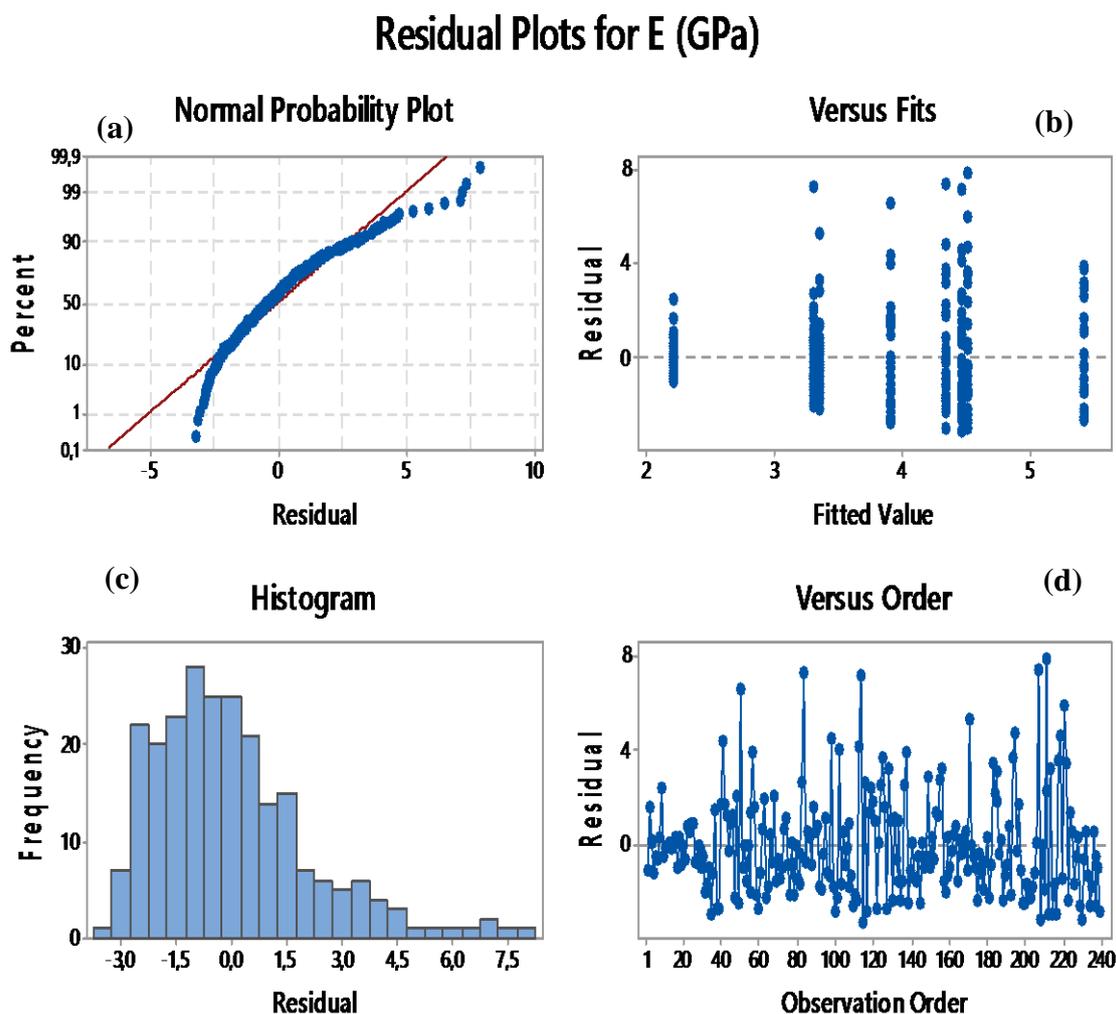


Figure V.6 : Diagrammes de valeurs résiduelles du module de Young en fonction du temps de traitement.

Le tableau V.4 regroupe les valeurs du test de l'analyse de variation à un facteur ANOVA à un intervalle de confiance de 95% CI de l'ensemble des groupes étudiés dans ce travail. La valeur du facteur F pour la contrainte et la déformation à la rupture et le module de Young sont respectivement égaux à 9,53, 9,04 et 6,15. Cependant, la valeur critique de 240 observations pour les trois propriétés mécaniques et $F_{crit} = 2,01$ avec $P\text{-value} = 0,000 < 0,05$, ainsi dans ce cas, la moyenne des différents groupes n'est pas égale. Lorsque $F > F_{crit}$ on peut conclure qu'il y a une différence statistique (variation significative) entre les groupes. En d'autre terme, la variation du temps d'immersion influe sensiblement sur les propriétés mécaniques de la fibre de JE .

Tableau V.4 : Test (ANOVA) à un facteur pour les propriétés mécaniques de la fibre de *JE* à un niveau de confiance 95% à 1% NaOH.

Test d'ANOVA pour la contrainte à la rupture						
Source	DF	SS	MS	F-value	P-value	F_{crit}
BG	7	347294	49613	9,53	0,0000	2,01
WG	232	1207504	5205			
Total	239	1554797				
Test d'ANOVA pour la déformation à la rupture						
Source	DF	SS	MS	F-value	P-value	F_{crit}
BG	7	62,18	8,8823	9,04	0,00	2,01
WG	232	228,08	0,9831			
Total	239	290,25				
Test d'ANOVA pour le module de Young						
Source	DF	SS	MS	F-value	P-value	F_{crit}
BG	7	202	28,86	6,15	0,00	2,01
WG	232	1088,80	4,69			
Total	239	1290,80				

S.S : Somme des carrés – D.F : Degré de liberté – M.S : Moyenne des carrés – F : F-test d'ANOVA à un facteur – P : Probabilité – **F_{crit}** : Valeur critique pour F (Fisher).

La figure V.7 montre les diagrammes des valeurs individuelles à savoir la contrainte à la rupture, le module de Young et la déformation à la rupture des fibres de *JE* non traitées comparé à ceux traitées avec des divers concentrations de NaOH pour un temps d'immersion de 12h. L'analyse à sens unique de la variance (ANOVA) exposée dans la figure V.7 des différentes concentrations a montré que les meilleurs comportements, vis à vis de la contrainte à la rupture et module de Young, sont obtenus pour le cas de traitement avec 1% de NaOH.

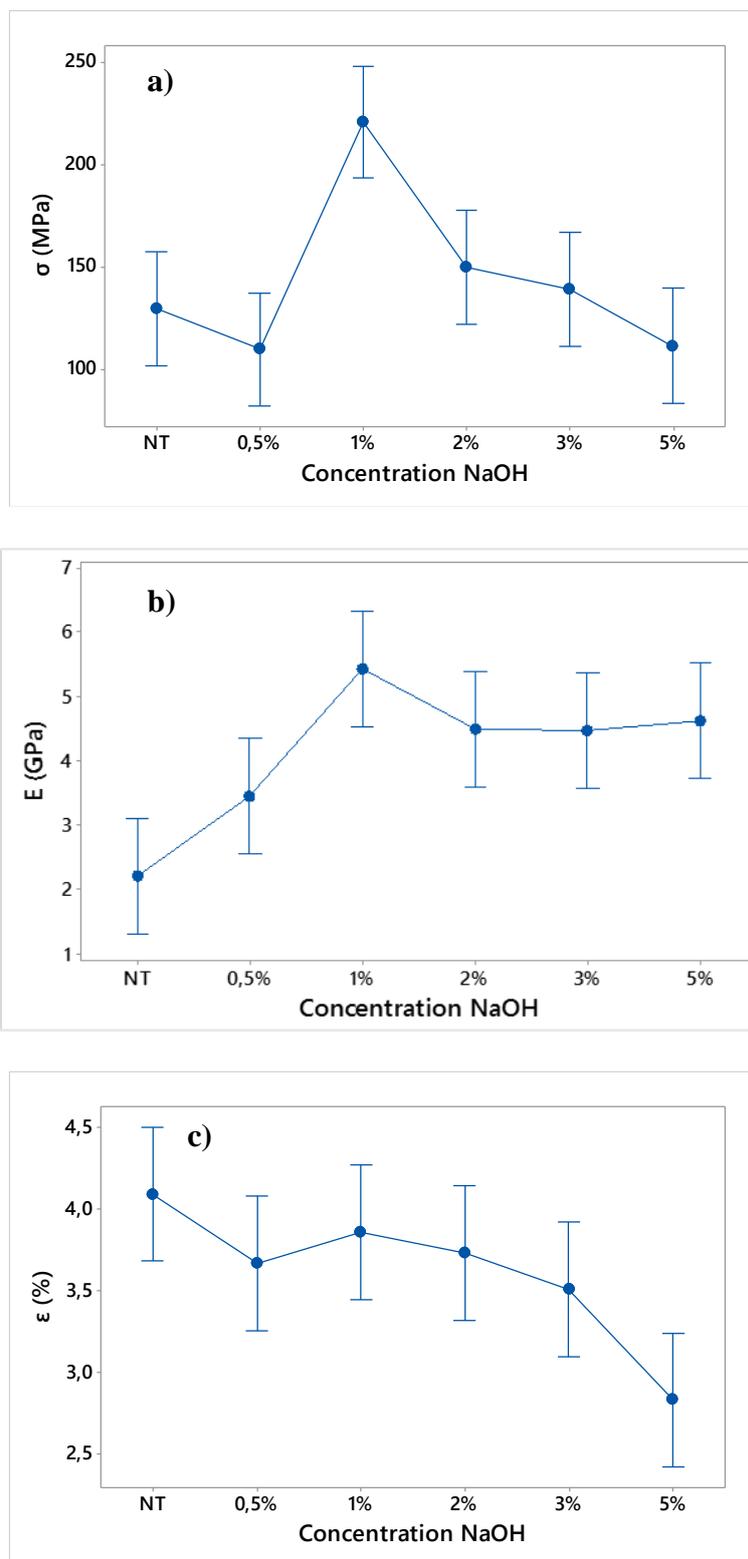


Figure V.7 : Diagrammes de valeurs individuelles en fonction de la concentration de NaOH pour un temps d'immersion de 12h. a) la contrainte ultime, b) module de Young et c) déformation à la rupture.

Le tableau V.5 regroupe les valeurs du test de l'analyse de variation à un facteur ANOVA à un intervalle de confiance 95% CI de l'ensemble des groupes étudiés en faisant varier la concentration de NaOH à un temps d'immersion constant est égale à 12h. Les valeurs du facteur F (Fisher) pour la contrainte ultime, la déformation à la rupture et le module de Young sont respectivement égales à 8,67, 4,27 et 6,14. Cependant, la valeur critique de 180 observations pour les trois propriétés mécaniques et $F_{crit} = 3,87$ avec $P\text{-value} = 0,000 < 0,05$, par conséquent, dans ce cas, la moyenne des différents groupes n'est pas égale. Et comme F est supérieure à F_{crit} , l'hypothèse nulle est rejetée ce qui indique que l'effet ou l'interaction est significatif en terme statistique. Ceci conduit à conclure que l'influence des facteurs explicatifs (variable indépendante c'est-à-dire les concentrations) sur les variables dépendantes (contrainte ultime, module de Young et déformation à la rupture) a un impact significatif sur les propriétés mécaniques.

Tableau V.5 : Test (ANOVA) à un facteur pour les propriétés mécaniques de la fibre de JE à un niveau de confiance 95% à 12h du temps et variation de la concentration de NaOH.

Test d'ANOVA pour la contrainte à la rupture						
Source	DF	SS	MS	F-value	P-value	Fcrit
BG	5	256713	51343	8,67	0,00	3,87
WG	174	1030228	5921			
Total	179	1286942				
Test d'ANOVA pour la déformation à la rupture						
Source	DF	SS	MS	F-value	P-value	Fcrit
BG	5	27,81	5,56	4,27	0,00	3,87
WG	174	226,67	1,30			
Total	179	254,47				
Test d'ANOVA pour le module de Young						
Source	DF	SS	MS	F-value	P-value	Fcrit
BG	5	189,80	37,97	6,14	0,00	3,87
WG	174	1075,70	6,18			
Total	179	1265,50				

V.4 Conclusion

L'étude expérimentale sous chargement statique présentée en *chapitre IV* révèle une grande dispersion des résultats concernant les propriétés mécaniques (contrainte ultime, module de Young et la déformation à la rupture) en traction uni-axiale. A cet effet, des études faisant appel à des approches statistiques s'avèrent nécessaire pour analyser les résultats expérimentaux, dans notre cas les distributions de Weibull à 2 et à 3 paramètres et l'analyse de la variance ANOVA ont été adoptés.

Les principales conclusions que nous pouvons conclure sont les suivantes :

- la distribution de Weibull à deux paramètres permet de mieux estimer les propriétés obtenues expérimentalement, comparativement à celle de Weibull à 3 paramètres.
- L'analyse de variance ANOVA a bien montré que la valeur P du test F est inférieure au seuil de signification 0,05, donc il existe une différence statistiquement significative pour chaque caractéristique mécanique.

Conclusion générale et perspectives de recherche

Le but de ce travail est d'introduire une nouvelle fibre issue de la plante de jonc épars dont le nom scientifique (*Juncus effusus L*), 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 *JE* extraites ont été testées en traction uni axiale à des divers longueurs de mesure (GL) afin d'évaluer les caractéristiques mécaniques à savoir la contrainte ultime, module de Young et la déformation à la rupture de ces nouvelles fibres.

Des études de morphologie et de caractérisation physico-chimique ont été menées sur les fibres de *JE* traitées et non traitées à savoir : les observations microscopique optique et à balayage électronique (MEB), caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), l'analyse thermogravimétrique (ATG), l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) et l'analyse par diffraction des rayons X (DRX).

Les analyses de caractérisations menées dans ce travail de thèse ont abouties à de nombreuses conclusions qui permettent d'envisager des perspectives de recherche variées sur les fibres de *JE* et les bio-composites :

- Les observations par microscopie électronique à balayage (MEB) des fibres de *JE* traitées en comparaison avec celles non traitées montrent que les impuretés à la surface des fibres sont éliminées grâce au traitement NaOH. Le traitement alcalin génère également un changement de la topographie des fibres en éliminant leurs constituants amorphes ce qui entraîne la formation d'une surface plus rugueuse. Une des résultats de ce changement de la topographie est l'augmentation de la surface spécifique assurant une bonne muabilité (amélioration de la qualité de l'interface fibre/matrice) ;
- Les changements de la structure des fibres de *JE* sont observés grâce au spectre infrarouge. L'analyse par FTIR pour les fibres de *JE* non traitées et traitées a montré que la concentration du NaOH n'a pratiquement aucun effet sur la position des pics avec une très faible variation dans les intensités. De l'analyse des spectres résulte une disparition du pic 1721cm^{-1} correspondant à l'étirement de l'hémicellulose. De la même façon, le pic à 1248 cm^{-1} correspondant à la vibration du groupe acétyle dans la lignine a aussi décalé ou disparu. Cette analyse montre que le traitement alcalin a

permis d'éliminer essentiellement les composants qui ont une masse molaire faible ou une structure amorphe (c'est-à-dire l'hémicellulose et la lignine).

- L'analyse thermogravimétrique montre que le traitement alcalin des fibres influence leur stabilité thermique. Cela est dû au fait que la teneur relative de la lignine et de l'hémicellulose de la fibre de *JE* a diminué après le traitement, ce qui confirme la disparition des pics enregistrés dans l'analyse FTIR. Ce comportement peut être expliqué par la perturbation de la structure cristalline des fibres confirmée par diffractométrie de rayons X.
- L'analyse par DRX montre une augmentation de l'indice de cristallinité suite au traitement alcalin appliqué aux fibres de *JE* avec un accroissement jusqu'à 18,54%. Cette augmentation est en réalité la conséquence de la dégradation de la lignine et une partie de l'hémicellulose dans le milieu alcalin.
- Les essais de caractérisation en traction monotone réalisés sur les fibres de *JE* traitées et non traitées ont mis en évidence l'influence du traitement alcalin NaOH qui a conduit à une augmentation ou une diminution des propriétés mécaniques. Les meilleures propriétés mécaniques sont obtenues suite à un traitement par le NaOH à une concentration de 1% de NaOH pendant 12h, qui a permis une augmentation de 74% de la contrainte à la rupture et de 146 % de la valeur du module de Young par rapport aux fibres non traitées avec une diminution de 6% de la déformation à la rupture.
- Vu la dispersion observée des résultats expérimentaux menés sur les fibres de *JE* traitées et non traitées, une étude statistique des propriétés mécaniques basée sur la théorie de Weibull à 2 et à 3 paramètres) et l'analyse de variance ANOVA qui ont été menées. La distribution de Weibull à deux paramètres a permis de donner des valeurs des propriétés mécaniques proches aux valeurs moyennes obtenues expérimentalement par rapport à celle de Weibull à 3 paramètres.
 - Les résultats obtenus suite aux essais de traction et de flexion 3-points statique, réalisés sur les bio-composites élaborés, révèlent un comportement fragile cassant paraît être affecter par le comportement des fibres de *JE* et que le rajout des fibres de *JE* dans une matrice bio a permis d'améliorer leurs caractéristiques mécaniques.

Perspectives

Cette étude, qui constitue une première approche de caractérisation de cette nouvelle fibre et en perspective de ce travail, il serait intéressant de continuer les travaux de recherche par :

- L'élaboration d'un procédé d'extraction de la fibre de *JE* efficace ;
- La nécessité d'une analyse, structurelle, anatomique ou morphologique approfondie pour mieux comprendre, prédire, et améliorer les propriétés mécaniques pour pouvoir l'intégrer dans les matériaux bio-composites ;
- S'intéresser à l'optimisation d'un traitement chimique par d'autres type d'alcalin ;
- Réaliser des bio-composites avec les fibres traitées et non traitées et mettre en évidence de l'effet du traitement sur les bio-composites.

Références bibliographiques

- [ABD-12] Abdal-Hay, A., Suardana, N. P. G., Choi, K. S., & Lim, J. K. (2012). Effect of diameters and alkali treatment on the tensile properties of date palm fiber reinforced epoxy composites. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, 13(7), 1199-1206
- [ABE-05] Abe H., Funada R. – “Review – the orientation of cellulose microfibrils in the cell walls of tracheids in conifers. A model based on observation by field emission-scanning electron microscopy”, *IAWA Journal* (2005), Vol. 26, Issue no. 2, pp. 161-174
- [ALV-06] Alvarez, V. A., & Vazquez, A. (2006). Influence of fiber chemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of MaterBi-Y/sisal fiber composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(10), 1672-1680.
- [AMR-15] Amroune, S., Bezazi, A., Belaadi, A., Zhu, C., Scarpa, F., Rahatekar, S., & Imad, A. (2015). Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (*Phoenix dactylifera* L.). *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 71, 95-106.
- [AMR-16] Amroune S. (2016). Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier. Présentée pour obtenir le grade de docteur de l'université du 8 mai 1945 Guelma
- Annual Climatological Report, Guelma (2014).**
- <http://www.infoclimat.fr/climatologie/annee/2014/guelma/valeurs/60403.html>.
- [ARI-06] Arib, R. M. N., Sapuan, S. M., Ahmad, M. M. H. M., Paridah, M. T., & Zaman, H. K. (2006). Mechanical properties of pineapple leaf fibre reinforced polypropylene composites. *Materials & Design*, 27, 391–396
- [ART-15] Arthanarieswaran, V. P., Kumaravel, A., & Saravanakumar, S. S. (2015). Characterization of new natural cellulosic fiber from *Acacia leucophloea* bark. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 20(4), 367-376.
- [AYD-11] Aydın, M., Tozlu, H., Kemaloglu, S., Aytac, A., & Ozkoc, G. (2011). Effects of alkali treatment on the properties of short flax fiber–poly (lactic acid) eco-composites. *Journal of Polymers and the Environment*, 19(1), 11-17.
- [AZW-13] Azwa, Z. N., Yousif, B. F., Manalo, A. C., & Karunasena, W. (2013). A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Materials & Design*, 47, 424-442.
- [BAI-04] Baillie C., (2004), *Green composites, Polymer composites and the environment*, Woodhead Publishing Ltd & CRC Press LLC

- [BAL-02] Baley, C. (2002). Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 33(7), 939-948.
- [BAL-05] Baley C. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. In *Techniques de l'ingénieur Réf : AM5 130 ; 2005*.
- [BALA-17] AN.Balaji K.J.Nagarajan. (2017). Characterization of alkali treated and untreated new cellulosic fiber from Saharan aloe vera cactus leaves. *Carbohydrate Polymers* 200-208
- [BAU-04] Baudoin Jean-Guy (2004) Document réalisé dans le cadre du projet Farr-wal mené par la Faculté universitaire des Sciences agronomiques de Gembloux pour le compte de Valbiom, avec le soutien de la Région wallonne – Direction générale de l'agriculture
- [BEA-08] Beakou, A., Ntenga, R., Lepetit, J., Ateba, J. A., & Ayina, L. O. (2008). Physico-chemical and microstructural characterization of “*Rhectophyllum camerunense*” plant fiber. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(1), 67-74.
- [BEG-08] Beg M. D. H., & Pickering, K. L. (2008). Accelerated weathering of unbleached and bleached Kraft wood fibre reinforced polypropylene composites. *Polymer Degradation and Stability*, 93(10), 1939-1946
- [BEL-15] Belouadah, Z., Ati, A., & Rokbi, M. (2015). Characterization of new natural cellulosic fiber from *Lygeum spartum* L. *Carbohydrate polymers*, 134, 429-437.
- [BEN-13] Benyahia, A., Merrouche, A., Rokbi, M., & Kouadri, Z. (2013). Study the effect of alkali treatment of natural fibers on the mechanical behavior of the composite unsaturated Polyester-fiber Alfa. *Composites*, vol 2, p3.
- [BEZ-14] Bezazi, A., Belaadi, A., Bourchak, M., Scarpa, F., & Boba, K. (2014). Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of *Agave americana* L. natural fibres. *Composites Part B : Engineering*, 66, 194-203.
- [BIA-04] Biagiotti, J., Puglia, D., & Kenny, J. M. (2004). A review on natural fibre-based composites-part I: structure, processing and properties of vegetable fibres. *Journal of Natural Fibers*, 1(2), 37-68.
- [BIS-05] Bismarck, A., Mishra, S., & Lampke, T. (2005). Plant fibers as reinforcement for green composites. *Natural fibers, biopolymers and biocomposites*, 10, 9780203508206.
- [BLE-99] Bledzki AK, Gassan J. Composites reinforced with cellulose-based fibres. *Prog Polym Sci*. 1999; 24(2):221–274.
- [BLE-06] Bledzki, A. K., Faruk, O., & Sperber, V. E. (2006). Cars from bio-fibres. *Macromolecular Materials and Engineering*, 291(5), 449-457.

- [BLE -15]** Bledzki, A. K., Franciszczak, P., Osman, Z., & Elbadawi, M. (2015). Polypropylene biocomposites reinforced with softwood, abaca, jute, and kenaf fibers. *Industrial Crops and Products*, 70, 91-99.
- [BRI-10]** Brígida, A. I. S., Calado, V. M. A., Gonçalves, L. R. B., & Coelho, M. A. Z. (2010). Effect of chemical treatments on properties of green coconut fiber. *Carbohydrate Polymers*, 79(4), 832-838.
- [BOU-11]** Bouzouita, S. (2011). Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel (Doctoral dissertation, Ecully, Ecole centrale de Lyon).
- [BRU-07]** Brudieux, V. (2007). Extraction, modification enzymatique et caractérisation chimique de nouvelles structures pectiques : application de la relation structure/activité à la dermocosmétique (Doctoral dissertation, Limoges).
- [CAR-10]** Carvalho, K. C. C., Mulinari, D. R., Voorwald, H. J. C., & Cioffi, M. O. H. (2010). Chemical modification effect on the mechanical properties of HIPS/coconut fiber composites. *BioResources*, 5(2), 1143-1155.
- [CHA-17]** Chandrasekar, M., Ishak, M. R., Sapuan, S. M., Leman, Z., & Jawaid, M. (2017). A review on the characterisation of natural fibres and their composites after alkali treatment and water absorption. *Plastics, Rubber and Composites*, 46(3), 119-136.
- [COT-01]** Cotugno, S., Larobina, D., Mensitieri, G., Musto, P., & Ragosta, G. (2001). A novel spectroscopic approach to investigate transport processes in polymers: the case of water-epoxy system. *Polymer*, 42(15), 6431-6438.
- [D'AL-06]** D'Almeida, J. R. M., Aquino, R. C. M. P., & Monteiro, S. N. (2006). Tensile mechanical properties, morphological aspects and chemical characterization of piassava (*Attalea funifera*) fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(9), 1473-1479.
- [DER-10]** I.M. De Rosa, J.M. Kenny, D. Puglia, C. Santulli, F. Sarasini. Tensile behavior of New Zealand flax (*Phormium tenax*) fibers. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 2010 29(23):3450-54.
- [DIT-12]** Dittenber, D. B., & GangaRao, H. V. (2012). Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43(8), 1419-1429.

- [DUV-11]** Duval, A., Bourmaud, A., Augier, L., & Baley, C. (2011). Influence of the sampling area of the stem on the mechanical properties of hemp fibers. *Materials Letters*, 65(4), 797-800.
- [EIC-01]** Eichhorn, S. J., & Young, R. J. (2001). The Young's modulus of a microcrystalline cellulose. *Cellulose*, 8(3), 197-207.
- [FAR-12]** Farsi, M. (2012). Thermoplastic matrix reinforced with natural fibers: a study on interfacial behavior. In *Some critical issues for injection molding*. Intech.
- [FAV-10]** Favaro, S. L., Ganzerli, T. A., de Carvalho Neto, A. G. V., Da Silva, O. R. R. F., & Radovanovic, E. (2010). Chemical, morphological and mechanical analysis of sisal fiber-reinforced recycled high-density polyethylene composites. *Express Polymer Letters*, 4(8).
- [FEN 83]** D. Fengel et G. Wegener, « Derivatives of cellulose », *Wood: chemistry, ultrastructure, reactions*, Berlin: de Gruyter; 1983, pp. 66-105.
- [FID-13]** Fidelis M. E. A., Pereira T. V. C., Gomes O. F. M., Silva F. A., Toledo Filho R. D., - "The effect of fiber morphology on the tensile strength of natural fibers", *Journal of Materials Research and Technology* (2013), Vol. 2, Issue no. 2, pp. 149-157.
- [FIO-11]** Fiore, V., Valenza, A., & Di Bella, G. (2011). Artichoke (*Cynara cardunculus* L.) fibres as potential reinforcement of composite structures. *Composites Science and Technology*, 71, 1138–1144.
- [FIO-14]** Fiore, V., Scalici, T., & Valenza, A. (2014). Characterization of a new natural fiber from *Arundo donax* L. as potential reinforcement of polymer composites. *Carbohydrate Polymers*, 106, 77–83.
- [GAN-04]** Ganan, P., & Mondragon, I. (2004). Figue fiber-reinforced polyester composites: effects of fiber surface treatments on mechanical behavior. *Journal of materials science*, 39(9), 3121-3128.
- [GAS-01]** Gassan, J., Chate, A., & Bledzki, A. K. (2001). Calculation of elastic properties of natural fibers. *Journal of materials science*, 36(15), 3715-3720.
- [GIR-97]** Girault R., Bert F., Rihouey C., Jauneau A., Morvan C., Jarvis M., "Galactans and cellulose in flax fibres : putative contributions to tensile strength", *Int J Bio Macromol* (1997), 21, 179-188.
- [GOD-06]** Goda, K., Sreekala, M. S., Gomes, A., Kaji, T., & Ohgi, J. (2006). Improvement of plant based natural fibers for toughening green composites—Effect of load application during mercerization of ramie fibers. *Composites Part A: Applied science and manufacturing*, 37(12), 2213-2220.

- [GOV-06]** Govin, A., Peschard, A., & Guyonnet, R. (2006). Modification of cement hydration at early ages by natural and heated wood. *Cement and concrete composites*, 28(1), 12-20.
- [HAN-97]** Han, J. S., & Rowell, J. S. (1997). Chemical composition of fibers. Paper and composites from agro-based resources, 83-134.
- [HEA-63]** Hearle J.W.S., “The fine structure of fibres and crystalline polymers - Interpretation of the mechanical properties of fibres”, *Journal of applied polymer science* (1963), 7, 1207-1223.
- [HOS-15]** Hosur, M., Maroju, H., & Jeelani, S. (2015). Comparison of effects of alkali treatment on flax fibre reinforced polyester and polyester-biopolymer blend resins. *Polymers & Polymer Composites*, 23(4), 229.
- [ILC-13]** ILCZYSZYN, Florent. Caractérisation expérimentale et numérique du comportement mécanique des agro-composites renforcés par des fibres de chanvre. 2013. Thèse de doctorat. Troyes.
- [IND-15]** Indran, S., & Raj, R. E. (2015). Characterization of new natural cellulosic fiber from *Cissus quadrangularis* stem. *Carbohydrate polymers*, 117, 392-399.
- [IND-15]** Indran, S., Raj, R. E., & Sreenivasan, V. S. (2014). Characterization of new natural cellulosic fiber from *Cissus quadrangularis* root. *Carbohydrate polymers*, 110, 423-429.
- [IZA-13]** Izani, M. N., Paridah, M. T., Anwar, U. M. K., Nor, M. M., & H'ng, P. S. (2013). Effects of fiber treatment on morphology, tensile and thermogravimetric analysis of oil palm empty fruit bunches fibers. *Composites Part B: Engineering*, 45, 1251–1257.
- [JAO-11]** Jaouadi, M., M'sahli, S., & Sakli, F. (2009). Optimization and characterization of pulp extracted from the *Agave americana* L. fibers. *Textile research journal*, 79(2), 110-120.
- [JAW-11]** Jawaid, M. H. P. S., & Khalil, H. A. (2011). Cellulosic/synthetic fibre reinforced polymer hybrid composites: A review. *Carbohydrate Polymers*, 86(1), 1-18.
- [JOF-03]** Joffe R., Andersons J., Wallström L. “Strength and adhesion characteristics of elementary flax fibres with different surface treatments”, *Composites: Part A* (2003), 34, 603-612.
- [JON-09]** Jonoobi M, Oksman KN, Harun J, Misra M. Chemical composition, crystallinity, and thermal degradation of bleached and unbleached kenaf bast (*Hibiscus cannabinus*) pulp and nanofibers. *Bioresources*. 2009; 4(2):626–639.
- [KAB-13]** Kabir MM, Wang H, Lau KT, Cardona F. Effects of chemical treatments on hemp fibre structure. *Appl Surf Sci*. 2013 ; 276:13–23.

- [KEL-03]** Keller Andreas, Rapports FAT 575 – Matériaux à base de fibres végétales – Etat de la technique et possibilités de développement, Station fédérale de recherches en économie de technologie agricoles, Suisse, 2003
- [KOM-14]** Komuraiah, A., Kumar, N. S., & Prasad, B. D. (2014). Chemical composition of natural fibers and its influence on their mechanical properties. *Mechanics of composite materials*, 50(3), 359-376.
- [KOMM-16]** Kommula, V. P., Reddy, K. O., Shukla, M., Marwala, T., Reddy, E. S., & Rajulu, A. V. (2016). Extraction, modification, and characterization of natural lignocellulosic fiber strands from napier grass. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 21(1), 18-28.
- [KOZ-04]** R. Kozłowski, M. Rawluk, J. Barriga. State of the art-production, processing and applications of fibrous plants. In: Sivam RL, Araujo RC, editors. 2nd international conference on textile engineering (SINTEX-2004) Proceedings. September 7–11; 2004, Natal.
- [LIU-04]** Liu, W., Mohanty, A. K., Drzal, L. T., Askel, P., & Misra, M. (2004). Effects of alkali treatment on the structure, morphology and thermal properties of native grass fibers as reinforcements for polymer matrix composites. *Journal of Materials Science*, 39(3), 1051-1054.
- [LIU-09]** Liu, D., Han, G., Huang, J., & Zhang, Y. (2009). Composition and structure study of natural *Nelumbo nucifera* fiber. *Carbohydrate polymers*, 75(1), 39-43.
- [LUC-11]** Lucintel. Opportunities in natural fiber composites. USA, in: www.lucintel.com. March 2011.
- [MAR-14]** Mårtensson, P. (2014). Cost and weight effective composite design of automotive body structures (Doctoral dissertation, KTH Royal Institute of Technology).
- [MIT-17]** Mittal, V., & Sinha, S. (2017). Effect of alkali treatment on the thermal properties of wheat straw fiber reinforced epoxy composites. *Journal of Composite Materials*, 51(3), 323-331.
- [MOH-00]** Mohanty AK, Misra M, Hinrichsen G. Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: an overview. *Macromol Mater Eng.* 2000; 276-277(1):1–24.
- [MOH-05]** (Mohanty AK, Misra M, Drzal LT. Natural fibers, biopolymers, and biocomposites. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group; 2005.)
- [MWA-06]** Mwaikambo, L. (2006). Review of the history, properties and application of plant fibres. *African Journal of Science and Technology*, 7(2), 121.

- [MWAI 99]** L.Y. Mwaikambo et M.P. Ansell, "The effect of chemical treatment on the properties of hemp, sisal, jute and kapok for composite reinforcement", *Die Angewandte Makromolekulare Chemie*, 1999, pp. 108-116
- [NAI-12]** Naito K, Yang J-M, Tanaka Y, Kagawa Y. The effect of gauge length on tensile strength and Weibull modulus of carbon fibers. *J Mater Sci* 2012; 47:632–42.
- [PAI-07]** Paiva, M. C., Ammar, I., Campos, A. R., Cheikh, R. B., & Cunha, A. M. (2007). Alfa fibres: Mechanical, morphological and interfacial characterization. *Composites Science and Technology*, 67(6), 1132-1138.
- [PAR-14]** Park, S. N., Won, D. H., Hwang, J. P., & Han, S. B. (2014). Cellular protective effects of dehydroeffusol isolated from *Juncus effusus* L. and the mechanisms underlying these effects. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 20(5), 3046-3052.
- [PLA-09]** Placet, V. (2009). Characterization of the thermo-mechanical behaviour of Hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(8), 1111-1118.
- [RAO-07]** Rao, K. M. M., & Rao, K. M. (2007). Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo. *Composite structures*, 77(3), 288-295.
- [RED-14]** Reddy, K. O., Ashok, B., Reddy, K. R. N., Feng, Y. E., Zhang, J., & Rajulu, A. V. (2014). Extraction and characterization of novel lignocellulosic fibers from *Thespesia lampas* plant. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 19(1), 48-61.
- [ROW-00]** Rowell, R. M., Han, J. S., & Rowell, J. S. (2000). Characterization and factors effecting fiber properties. *Natural Polymers and Agrofibers Bases Composites*. Embrapa Instrumentacao Agropecuaria, P. O. Box 741, Sao Carlos, 13560-970 SP, Brazil, 2000., 115-134.
- [SAA-17]** Saaidia, A., Bezazi, A., Belbah, A., Bouchelaghem, H., Scarpa, F., & Amirouche, S. (2017). Mechano-physical properties and statistical design of jute yarns. *Measurement*, 111, 284-294.
- [SAR-13]** Saravanakumar, S. S., Kumaravel, A., Nagarajan, T., Sudhakar, P., & Baskaran, R. (2013). Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Prosopis juliflora* bark. *Carbohydrate polymers*, 92(2), 1928-1933.

- [SAH-91]** Saha, S. C., Ray, P. K., Pandey, S. N., & Goswami, K. (1991). IR and X-ray diffraction studies of raw and chemically treated pineapple leaf fiber (PALF). *Journal of applied polymer science*, 42(10), 2767-2772.
- [SAT-13]** Sathishkumar, T. P., Navaneethakrishnan, P., Shankar, S., & Rajasekar, R. (2013). Characterization of new cellulose sansevieria ehrenbergii fibers for polymercomposites. *Composite Interfaces*, 20, 575–593.
- [SCA-15]** Scarponi, C., & Messano, M. (2015). Comparative evaluation between E-Glass and hemp fiber composites application in rotorcraft interiors. *Composites Part B : Engineering*, 69, 542-549.
- [SED-07]** Sedan, D. (2007). Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment : influence sur les propriétés mécaniques du composite (Doctoral dissertation, Limoges).
- [SEG-59]** Segal, L. G. J. M. A., Creely, J. J., Martin Jr, A. E., & Conrad, C. M. (1959). An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer. *Textile Research Journal*, 29(10), 786-794.
- [SEK-13]** Seki, Y., Sarikanat, M., Sever, K., & Durmuşkahya, C. (2013). Extraction and properties of *Ferula communis* (chakshir) fibers as novel reinforcement for composites materials. *Composites Part B: Engineering*, 44(1), 517-523.
- [SGR-08]** Sgriccia, N., Hawley, M. C., & Misra, M. (2008). Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(10), 1632-1637.
- [SHA-13]** Shah, D. U. (2013). Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: à critical review. *Journal of Materials Science*, 48(18), 6083-6107.
- [SHE-12]** El-Shekeil, Y. A., Sapuan, S. M., Khalina, A., Zainudin, E. S., & Al-Shuja'a, O. M. (2012). Influence of chemical treatment on the tensile properties of kenaf fiber reinforced thermoplastic polyurethane composite. *Express polymer letters*, 6(12).
- [SIL-08]** F.A. Silva, N. Chawla, R.D.T. Filho. Tensile behavior of high performance natural (sisal) fibers. *Composites Science and Technology* 2008; 68:3438–3443.
- [SIL-09]** Silva F. A., Chawla N., Toledo Filho R. D. – “An experimental investigation of the fatigue behaviour of sisal fibers”, *Materials Science and Engineering A* (2009), Vol. 516, pp. 90-95

- [SPL-09] Spinacé M. A. S., Lambert C. S., Femoselli K. K. G., de Paoli M. A. – “Characterization of lignocellulosic curaua fibers”, *Carbohydrate Polymers* (2009), Vol. 77, pp. 47-53
- [STA-01] Stamboulis A., Baillie C.A., Peijs T., “Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers”, *Composites: Part A* (2001), 32, 1105-1115.
- [SUL-02] Al-Sulaiman, F. A. (2002). Mechanical properties of date palm fiber reinforced composites. *Applied Composite Materials*, 9, 369–377.
- [SUM-10] Summerscales, J., Dissanayake, N. P., Virk, A. S., & Hall, W. (2010). A review of bast fibres and their composites. Part 1–Fibres as reinforcements. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(10), 1329-1335.
- [TOL-09] Toledo Filho R., Silva F. A., Fairbairn E. M. R., Melo Filho J. A. – “Durability of compression molded sisal fiber reinforced mortar laminates”, *Construction Building Materials* (2009), Vol. 23, pp. 2409-2420.
- [TOM-07] Tomczak F., Satyanarayana K. G., Sydenstricker T. H. D. – “Studies on lignocellulosic fiber of Brazil: Part III – Morphology and properties of Brazilian curaua fibers”, *Composites Part A: applied science and manufacturing* (2007), Vol. 38, pp 2227-2236.
- [TRO-08] Le Troedec, M., Sedan, D., Peyratout, C., Bonnet, J. P., Smith, A., Guinebretiere, R., & Krausz, P. (2008). Influence of various chemical treatments on the composition and structure of hemp fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(3), 514-522.
- [VAN-06] Van de Weyenberg, I., Truong, T. C., Vangrimde, B., & Verpoest, I. (2006). Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(9), 1368-1376.
- [VEN-13] Venkateshwaran, N., Perumal, A. E., & Arunsundaranayagam, D. (2013). Fiber surface treatment and its effect on mechanical and visco-elastic behaviour of banana/epoxy composite. *Materials & Design*, 47, 151-159.
- [VIR-10] Virk, A. S., Hall, W., & Summerscales, J. (2010). Failure strain as the key design criterion for fracture of natural fibre composites. *Composites Science and Technology*, 70(6), 995-999.

[WAL-93] Walker, J. C. (1993). Basic wood chemistry and cell wall ultrastructure. In *Primary Wood Processing* (pp. 23-67). Springer Netherlands.

[WEI-51] Weibull, W. (1951). A statistical distribution function of wide applicability. *Journal of applied mechanics*, 18(3), 293-297.

Wikipedia.org https://fr.wikipedia.org/wiki/Juncus_effusus

[YAN-16] Yan, L., Kasal, B., & Huang, L. (2016). A review of recent research on the use of cellulosic fibres, their fibre fabric reinforced cementitious, geo-polymer and polymer composites in civil engineering. *Composites Part B: Engineering*, 92, 94-132.

[ZHA-15] Zhang, T., Guo, M., Cheng, L., & Li, X. (2015). Investigations on the structure and properties of palm leaf sheath fiber. *Cellulose*, 22(2), 1039-1051.

[ZIM-04] Zimmermann, T., Pöhler, E., & Geiger, T. (2004). Cellulose fibrils for polymer reinforcement. *Advanced engineering materials*, 6(9), 754-761.

Travaux scientifiques

Publications nationales et internationales

1. **Mabrouk MAACHE**, Abderrezak BEZAZI, Salah AMROUNE, Fabrizio SCARPA, Alain Dufresne. Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effuses L.* *Carbohydrate Polymers (Elsevier)*, 171 (2017) 163–172
2. Ahmed BELAADI, A. Bezazi, **M. Maache**, F. Scarpa, (2014). Fatigue in sisal fiber reinforced polyester composites: hysteresis and energy dissipation. *Procedia Engineering* 74 (2014) 325 – 328 (Elsevier).

Communications nationales et internationales

1. **Mabrouk MAACHE**, Abderrezak BEZAZI, Salah AMROUNE Fabrizio SCARPA. The effect of the gage length and diameter on the mechanical properties of a new lignocellulosic fibre (*Juncus effusus L.*)”, the 3rd International Conference on Mechanics of Composites (MECHCOMP3), to be held in Bologna, Italy, 4-7 July 2017.
2. Salah Amroune **Mabrouk Maache**, Abderrezak Bezazi, Fabrizio Scarpa, Alain Dufresne. 14^{eme} colloque Doctoral MESO (M’Sila 2017) Extraction caractérisation physico-chimique d’une nouvelle fibre vegetale (*juncus effusus L.*)
3. Salah Amroune, AbderrezakBezazi, **Mabrouk MAACHE**, Fabrizio Scarpa, Alain Dufresne Mechanical characterization of bio-composite laminates reinforced with date palm fibres under point bending. The International Conference on Mechanics of Camposites held at the University of Balogna, Itaty, 4-7 July 2017