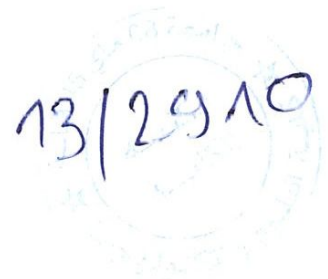


Université du 8 mai 1945 – Guelma
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de Génie Mécanique



Mémoire De Fin D'étude

Présenté par : GHERBI Abderrahmane

Master

Option : Conception et Production Industrielle « CPI »

=====
***Extraction et caractérisation en statique des
fibres végétales***
=====

Sous la Direction du :

Pr. BEZAZI Abderrezak

Année universitaire 2012/2013



Remerciements

Je remercie Dieu tout puissant de m'avoir beaucoup aidé pour élaborer ce travail.

Nous adressons nos remerciements à notre encadreur « Pr. Bezazi Abdelrezak » pour nous avoir dirigés tout le long de ce travail,

Nos sincères remerciements vont également à tous les enseignants du département de Génie Mécanique, et Nous tenons aussi à remercier profondément tout le Personnel

de Bouchelagheme Hafida, Belaadi Ahmed,

Bouchahdanne Karima, Beggat amara,

lehmadi et tous les étudiants des

départements mécanique dans l'université 8

Mai 1945 Guelma sur tout souafa



DEDICACE

*J'ai toujours **pensé** faire où **offrir** quelque chose à mes parents en signe de reconnaissance pour tout ce qu'ils ont consenti comme efforts, rien que pour me voir réussir, et voilà, l'occasion est venue.*

*A **ceux** qui m'ont donné la **vie**, symbole de beauté, et de fierté, de sagesse et de patience.*

*A **ceux** qui sont la source de mon **inspiration** et de mon **courage**, à qui je dois de **l'amour** et de la **reconnaissance**.*

☉ *Mon encadreur **Bezazi Abderrezak***

☉ *A Mes frère, et Ma sœurs, et notre adorable bébé, je vous réserve toujours une place dans mon cœur et mes pensées.*

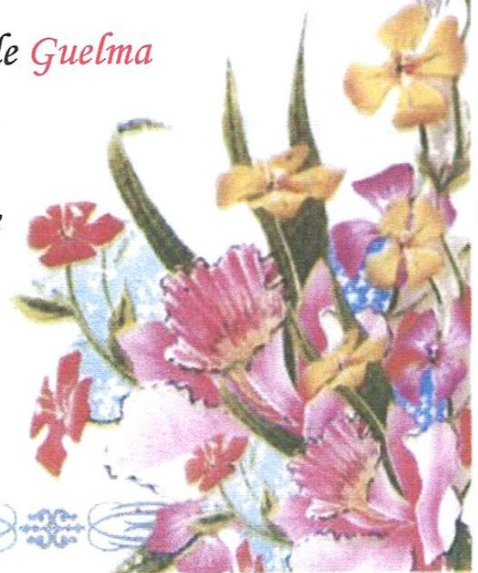
☉ *A mon grand-père et mes grandes mères.*

☉ *A toute ma famille **GHERBI***

☉ *A tous mes **Amis sans exception**.*

☉ *A tout le groupe **CPI** ainsi que les étudiants de **Guelma***

Gherbi Abdrrehmane



SOMMAIRE

Dédicace

Remerciement

Sommaire

Résumé

Introduction générale

Chapitre I : Etude bibliographique

Introduction.....	10
I 1.1 Résumé.....	11
I 1.2 Objectif visé par cet article.....	11
I 1.3 Les principaux résultats obtenus par Belaadi et al.....	13
I 1.3.1 Comportement en traction statique des fibres seules de sisal.....	13
I 1.4 Conclusion.....	14
I 2.1 Résumé.....	15
I 2.2 Objectif visé par cet article.....	15
I 2.3 Les principaux résultats obtenus par Roy <i>et al</i>	15
I 2.3.1 Analyse élémentaire et perte de poids.....	15
I 2.3.2 Teneur en eau et étude de hydrophilicité.....	16
I 2.3.3 Analyse thermique des fibres.....	17
I 2.3.4 Les propriétés de traction.....	18
I 2.4 Conclusion.....	20
I 3.1 Résumé.....	21
I 3.2 Objectif visé par cet article.....	21
I 3.3 Les principaux résultats obtenus par Norul Izani <i>et al</i>	22
I 3.3.3 L'analyse thermogravimétrique (ATG).....	22
I 3.4 Conclusion.....	23
I 4.1 Résumé.....	24
I 4.2 Objectif visé par cet article1.....	24

I 4.3 Les principaux résultats obtenus par Mariam <i>et al</i>	25
I 4.3.1 Composés hybrides basés de bois de palmier dattier farine/fibres de verre.....	25
I 4.4 Conclusion.....	27
I 5.1 Résumé.....	28
I 5.2 Objectif visé par cet article.....	28
I 5.3 Les principaux résultats obtenus par Shinoj <i>et al</i>	29
I 5.3.1 Comportement de dégradation thermique.....	29
I 5.4 Conclusion.....	31
I 4.1 Résumé.....	32
I 4.2 Objectif visé par cet article.....	32
I 4.3 Les principaux résultats obtenus par Ilamid <i>et al</i> sont.....	33
I 4.3.1 Comportement élevé de contrainte (essai de pliage à trois points)	33
I 4 4 Conclusion.....	34
Conclusion	35

Chapitre II : Protocole expérimentale

II 1. Introduction.....	37
II 2. Morphologie de la plante du palmier.....	38
II 2.1. Définition de la plante du palmier dattier.....	38
II 2.2. La grappe de datte.....	38
II 2.3. Le bras de grappe.....	39
II 3. Extraction des fibres.....	40
II 4. Préparation des éprouvettes.....	41
II 5. Traitement chimiques des fibres.....	42
II 6. Mesure du diamètre des fibres.....	43
II 7. Condition d'essais.....	44
II 7.1. Machine d'essais.....	44
II 8. Conclusion.....	45

Chapitre III : Résultats et discussion

III 1. Introduction.....	47
III 2. résultats et discussion.....	48
III 3. conclusion.....	65
Conclusion générale.....	66

Référence bibliographique

Résumé

Afin de protéger l'environnement de nombreux groupes de chercheurs et d'industriels développent des nouveaux matériaux de hautes caractéristiques mécaniques en utilisant des sources renouvelables telles que les fibres végétales qui sont économiques et présente beaucoup d'avantages. Dans l'actuel travail, nous avons étudié les fibres de palmier dattier . La méthode utilisée pour l'extraction de ces fibres est basé essentiellement à l'immersion des bras de grappe de datte dans l'eau, brossage à l'aide d'une brosse métallique jusqu'à la séparation de la matrice organique (la lignine) et d'obtention des fibres. Les études réalisées sont basé sur l'étude de la fibre de palmier dattier traité avec une solution alcaline (NaOH) utilisé à des concentrations différentes et de durée de traitement compris entre 0,5 à 8 heures dans le but de l'amélioration des caractéristiques mécaniques et l'interface fibre/matrice. La caractérisation mécanique est effectuée à l'aide des essais de traction statique sur la fibre non traitée et traitée pour déterminer les propriétés mécaniques à savoir la contrainte, la déformation et le module de Young. Enfin les résultats sont traités par la méthode statistique de Weibull a deux paramètres.

ملخص :

من اجل حماية البيئة العديد من الباحثين والصناعيين يبحثون على تطوير مواد جديدة ذات خصائص ميكانيكية عالية باستخدام مصادر متجددة مثل الألياف النباتية التي هي اقتصادية وتبرز العديد من الإيجابيات. في هذا العمل الحالي، درسنا ألياف نخيل التمر. الطريقة المستخدمة لاستخراج هذه الألياف تركز عموماً على غمر يد عنقود التمر في الماء والكشط بمشط معدني لفصل الدعامة العضوية والحصول على الألياف وتقوم الدراسات على دراسة ألياف النخيل المعالجة بمحلول كيميائي (هيدروكسيد الصوديوم) المستخدم في تركيزات مختلفة ومدة العلاج ما بين 0.5 إلى 8 ساعات من أجل تحسين الخصائص الميكانيكية و واجهة الألياف / المصفوفة التمييز الميكانيكي يتم عن طريق تجارب السحب السكوني على الألياف المعالجة وغير المعالجة من اجل تحديد الخصائص الميكانيكية وهم الإجهاد، والتشوه ومعامل يونغ وأخيراً تتم معالجة النتائج وفقاً لطريقة إحصائية وبيل ثنائي المعلم

Introduction générale

La préoccupation environnementale a sollicité de nombreux chercheurs et industrielles à rechercher de nouveaux matériaux ayant des caractéristiques élevées et d'une source renouvelable et biodégradable qui peuvent substituer les fibres synthétiques polymères conventionnelles telle que les fibres de verre. Les fibres naturelles sont une excellente alternative car elles sont facilement disponibles en forme fibreuse. Les fibres de plante (ligne cellulosique) incluent les fibres de filasse ou les fibres dures, graines, fruits, bois, paille et d'autres fibres d'herbe comme le lin, chanvre, kénaf, banane, palmier, etc.

Il a de plusieurs domaines d'utilisation des différents types de fibre naturelle on cite quelque domaine : Textile: Lin par exemple, mais principalement tissé en Chaine, Cordages, Composites: Filières industrielles: Automobile, Nautisme, Aéronautique, Médical, Papier, Laine d'isolation, etc

Le rôle d'utilisation des fibres naturelle (source végétale) dans les domaines de fabrication des matériaux composite est pour les exigences respectivement.

- La diminution des coûts des matériaux ;
- Les matériaux composites écologiques ;
- La diminution des impacts négatifs sur l'environnement ;
- Fabrication des pièces avec des propriétés mécaniques spécifiques importantes ;
- Trouvé un ensemble de solutions des problèmes de fin vie ;
- la possibilité de donner un caractère (une finition) naturel ;
- la réduction des impacts sur la santé humaine.

Le premier chapitre concerne une étude bibliographique sur les différentes fibres végétales, qui ont fait déjà l'objet d'étude de plusieurs auteurs, et leurs propriétés usuel, et les utilisations de ces fibres comme renforts de matériaux composites. La fibre de palmier dattier est choisie dans notre étude.

Dans le second chapitre est exposé la méthode d'extraction des fibres de palmier dattier, ainsi que les traitements chimique de fibre. De plus, les mesures des diamètres des fibres de palmier dattier ainsi que le matériel utilisé pour cette étude et les méthodes expérimentales sont présentés dans ce chapitre.

Le troisième chapitre est consacré à l'analyse des résultats des travaux expérimentaux effectués pour la détermination des caractéristiques mécaniques des fibres de palmier dattier, en traction statique.

Chapitre I

Etude bibliographie

Introduction

La préoccupation environnementale a sollicité de nombreux chercheurs et industriels à rechercher de nouveaux matériaux ayant des caractéristiques élevées et d'une source renouvelable et biodégradable qui peuvent substituer les fibres synthétiques polymères conventionnelles telle que les fibres de verre. Les fibres naturelles sont une excellente alternative car elles sont facilement disponibles en forme fibreuse. Les fibres de plante (ligne cellulosique) incluent les fibres de filasse ou les fibres dures, graines, fruits, bois, paille et d'autres fibres d'herbe comme le lin, chanvre, kénaf, banane, palmier, etc.

Il a de plusieurs domaines d'utilisation des différents types de fibre naturelle on cite quelque domaine : Textile: Lin par exemple, mais principalement tissé en Chine, Cordages, Composites: Filières industrielles: Automobile, Nautisme, Aéronautique, Médical, Papier, Laine d'isolation, etc.

Le rôle d'utilisation des fibres naturelle (source végétale) dans les domaines de fabrication des matériaux composite est pour les exigences respectivement.

- La diminution des coûts des matériaux,
- Les matériaux composite prendre un attribut écologique,
- La diminution des impacts négatifs sur l'environnement,
- Fabrication des pièces avec des propriétés mécaniques spécifiques importantes,
- Trouvé un ensemble de solutions des problèmes de fin vie,
- la possibilité de donner un caractère (une finition) naturel,
- la réduction des impacts sur la santé humaine.

Article 1: Belaadi, A., Bezazi, A., Bourchak, M., SCARPA. F.

“Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres.” *Journal of Materials and Design* 46 (2013) pp.76–83.

“Traction et comportement statique et en fatigue des fibres de sisal” *Journal of Materials and Design* 46 (2013) pp.76–83.

I 1.1 Résumé :

Belaadi *et al.* [1], on fait une étude sur le comportement en traction statique et en fatigue cyclique des fibres naturelles commerciales de sisal. Due à leurs propriétés mécaniques intéressantes, recyclage et faible coût de production, les composites a renfort en fibre naturelle sont d'un intérêt particulier pour les industrielles telles que les constructeurs d'automobile et d'emballages qui cherche à intégrés des nouveaux matériaux écologiques et biodégradables. Beaucoup de fibre naturelle existe dans la nature et parmi ces fibres le sisal utilisé dans ce travail constitue un excellent matériau de renfort pour les bio-composite de large consommation. Dans ce travail, les valeurs de la contrainte et de la déformation à la rupture et du module de Young de 15 échantillons, testés en traction statique, sont comparés à d'autres résultats de la littérature. Le chargement en fatigue cyclique en traction de huit niveaux de chargement (de 0,6 à 0,95) a été effectué en contrôle déplacement. Les forces maximale enregistrés, entre 9 N et 23 N, sont considérablement plus hautes que celle utilisé auparavant par d'autres auteurs et mènent à la dépendance significative des boucles d'hystérésis. La dissipation d'énergie des fibres de sisal a été évaluée pour les différents niveaux de chargement en fonction du nombre de cycle.

I 1.2 Objectif visé par cet article :

Dans cette étude, Belaadi *et al.*[1], ont d'exploré plus loin le comportement en traction en fatigue cyclique en contrôle déplacement des fibres de sisal soumises dans ce cas-ci, à des forces maximales beaucoup plus élevées (9 N pour le niveau le plus faible et 23 N pour le plus élevé) que celles déjà utilisé par Silva *et al* 0,7 et 3,5 N [2]. Une présentation des propriétés mécaniques en traction statique de ce travail est comparée aux résultats donnés par la littérature. Une analyse en fatigue en traction cyclique en contrôle déplacement est effectuée pour 8 niveaux de chargement des forces maximal jusqu'à 6,3 fois plus haut que celles utilisées dans le travail publié précédemment par Silva *et al.* L'utilisation de ces chargements cycliques caractéristiques mène à un comportement différent et plus prononcé des boucles d'hystérésis et de dissipation d'énergie, avec une grande dépendance des nombres de cycle et des niveaux de chargement.

Les fibres (*Agave sisalana*) utilisées sont des fibres de sisal cardées, particulièrement adaptées pour la production des cordes avec différents types et tailles. Les fibres ont été fournies par l'usine de fabrication des cordes à Bejaia et Blida-Algérie [3]. Les faisceaux de fibres ont un diamètre approximativement 250 μm et une longueur de 0,8 à 1 m. La surface de la fibre a été observé on utilisant le microscope optique ZEISS équipé d'une appareil photo Moticam 2500 à commande numérique piloté par un programme de traitement d'images MoticImages Plus V2.0. La figure 1.1 représente une observation microscopique de la variation du diamètre de la fibre de sisal le long de sa longueur. Le diamètre moyen détecté pour les fibres est de $240 \pm 27 \mu\text{m}$, avec une section transversale de $0,045 \pm 0,009 \mu\text{m}$.

La surface de la fibre de sisal et sa section transversale ont été recouvertes d'une couche fine d'or pour les rendre conductrice avant d'être examinées par un microscope à balayage électronique (MEB) type JSM-5600. La figure. 1 2 montre les micrographies obtenues par le MEB avec de divers rapports optiques prises avec une tension d'accélération de 10-15 kV. La microstructure globule de la fibre de sisal utilisée dans ce travail semble avoir une topologie cellulaire homogène.



Figure 1.1. Mesure du diamètre de la fibre de sisal par un microscope optique.

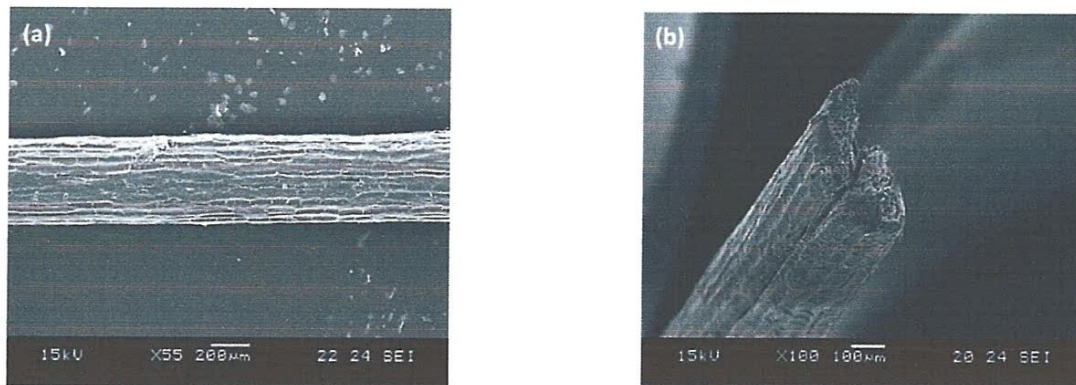


Figure 1.2. Micrographie en MEB de la fibre de sisal: (a) vue longitudinale et (b) section transversale.

Les fibres de sisal sont soumises à une charge de traction quasi-statique selon la norme ASTM D3822-07 a une longueur de mesure (GL) de 20 mm, utilisant une machine universelle de type Zwick d'une capacité 5 kN. Les essais de traction ont été effectués avec une vitesse constante de 1 mm/min. En raison de la variabilité des fibres naturelle, quinze échantillons ont été soumis à un chargement statique jusqu'à la rupture.

I 1.3. Les principaux résultats obtenus par Belaadi *et al* :

I 1.3.1 Comportement en traction statique des fibres seules de sisal :

En raison de la variabilité des fibres naturelles, 15 spécimens validés ont été soumis en traction statiques chargés jusqu'à la rupture, les résultats obtenus sont présentés dans la Figure 1.3a. La distribution de la barre d'erreur est calculée pour montrer les dispersions dans les résultats dans la force des fibres sous forme d'une courbe type charge-déplacement (Fig. 1.3a). La courbe type contrainte-déformation (Fig. 1.3b) obtenue à partir des essais en traction statiques de la fibre de sisal montre un comportement fragile avec une baisse soudaine de la charge.

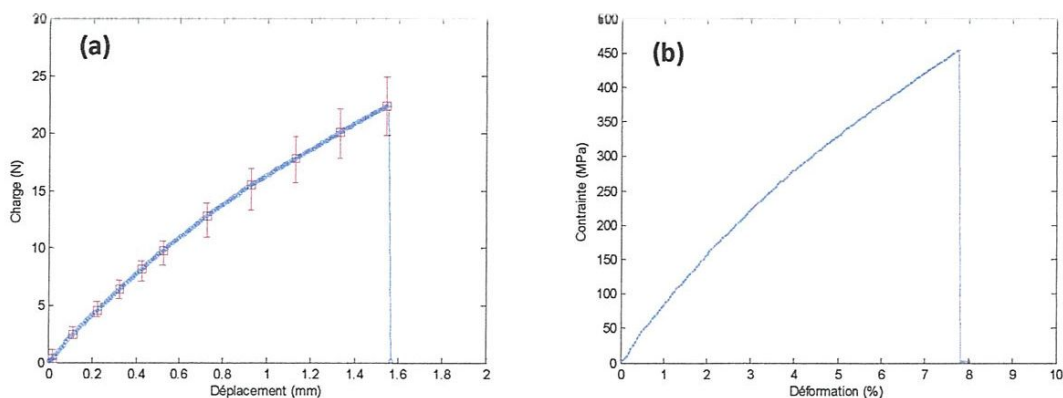


Figure 1.3. Comportement en traction d'une fibre de sisal
(a) charge-déplacement, (b) courbe type contrainte-déformation.

Les résultats des essais de traction d'une seule fibre naturelle de sisal est difficile à analyser en raison de la grande dispersion observé. Cette dispersion peut être principalement liée à trois facteurs d'après Silva *et al* [4] : paramètres/conditions d'essais, les caractéristiques de la plante et mesure de la section de la fibre. En ce qui concerne les caractéristiques de la plante les facteurs qui peuvent affecter le comportement mécanique sont : source de la plante, l'âge, le mécanisme d'extraction de la fibre et présence des défauts dans la fibre. Les valeurs moyennes des propriétés mécaniques des 15 spécimens validés sont enregistrées. La

contrainte moyenne à la traction pour une longueur de mesure égale à 20 mm des échantillons testé est de 462 MPa, alors que le module de Young est de 7,47 GPa.

I 1.4 Conclusion :

Dans ce travail le comportement en traction statique et en fatigue sous chargement cyclique des fibres naturelles de sisal conduit à conclure les points suivants :

- Les propriétés mécaniques en traction statique moyennes contrainte et déformation a la rupture et le module de Young sont caractérisé a partir de 15 échantillons validé d'un filament des fibres de sisal qui présente des grandes dispersions dans les résultats qui est tout à fait caractéristique des fibres naturelles, toutefois ces dispersions sont en bonne concordance avec celles de la littérature.
- Les essais de fatigue en traction cyclique en contrôle déplacement effectués dans ce travail, les forces maximales sont plus élevées (9 à 23 N) comparées avec celle de la littérature (0,7 à 3,25 N). Par conséquent, la forte dépendance des surfaces (aires) des boucles d'hystérésis (l'énergie dissipée) en fonction du niveau de chargement et de nombre de cycle

Article 2: Roy, A., Sumit, C., Sarada, P, K., Basak., R., K, Subhasish, B, Majumder ; Adhikari ,B.

“Improvement in mechanical properties of jute fibres through mild alkali treatment as demonstrated by utilisation of the Weibull distribution model” *Journal of Bioresource Technology* 107 (2012) pp.222–228

“Amélioration des propriétés mécaniques des fibres de jute par l’alcalisation douce comme démontré par l’utilisation du modèle de distribution de Weibull” *Journal of Bioresource Technology* 107 (2012) pp.222–228

I 2.1 Résumé :

Les Fibres de jute traité chimiquement sont pratiquement utilisées comme renfort naturel dans les matériaux composites par Roy *et al.* [5]. Les fibres de jute ont été traitées chimiquement par l’hydroxyde de sodium (NaOH) à différentes concentrations 0,25% à 1,0% pour différents durée de 0,5 à 48 h. L’hydrophilé, la morphologie de surface, l’indice de cristallinité, et les caractéristiques thermiques et mécaniques des fibres non traitées et traitées par l’alcalins ont été étudiés. Les deux paramètres du modèle de la distribution de Weibull ont été appliqués pour observer la variation des propriétés mécaniques des fibres naturelles. Le traitement par alcalin améliore la résistance à la traction et l’allongement à la rupture de 82% et 15%, respectivement, mais diminue l’hydrophilie de 50,5% et le diamètre des fibres de 37%.

I 2.2 Objectifs visé par cet article :

Dans cette étude, Roy *et al.* [5], ont réalisé une recherche sur l’effet du traitement, des fibres de jute par l’utilisation de faibles concentrations d’alcalin, sur les propriétés physico-mécaniques. Les deux paramètres de modèle de la distribution de Weibull ont été appliqués pour obtenir une prévision précise des propriétés mécaniques des fibres.

I 2.3 Les principaux résultats obtenus par Roy *et al* :

I 2.3.1 Analyse élémentaire et perte de masse

Le tableau 2.1 montre l’augmentation progressive de la perte de masse de fibre de jute avec l’augmentation des concentrations de NaOH et du temps de traitement. La cause de la perte de masse été probablement due à la suppression progressive de l’hémicellulose et de la lignine. Le traitement par l’alcalin rompt les liaisons hydrogène entre les groupes hydroxyle (-OH) de la cellulose, l’hémicellulose et la lignine est conduit à la défibrillation, la répartition

du faisceau de fibres en plus petites fibres. Ce changement augmente la surface de la zone effective Mwaikambo *et al* [6].

Tableau 2.1. Perte de masse de fibres de jute après alcalisation à température ambiante.

Alcalin (% en masse)	Perte de masse ^a (%) pour différentes durées d'immersion			
	0,5 h	4 h	24 h	48 h
0,25	1,7 ± 0,8	2,3 ± 0,3	2,5 ± 0,1	2,8 ± 0,6
2,5	1,9 ± 0,3	3,0 ± 0,2	3,3 ± 0,6	6,6 ± 0,7
1,0	5,5 ± 0,8	6,1 ± 0,5	6,7 ± 0,4	8,2 ± 0,6

^a Écart type de ± moyen de six ensemble.

I 2.3.2 Teneur en humidité et étude d'hydrophilicité :

La teneur en humidité de la fibre de jute diminue lorsqu'on augmente la concentration de la solution alcaline et la durée de traitement (tableau 2.2). La teneur en humidité de la fibre de jute non traitée été de 15,51%, mais elle a été réduit à 8,15% après le traitement par l'alcalin de 0,5% pendant 24 h. La réduction maximale de la teneur en humidité (4,08%) a été atteinte lorsque les fibres de jute ont été traitées avec 1% d'alcali pendant 48 h. L'angle de contact des fibres de jute augmente après le traitement par l'alcalin (tableau 2.2).

Tableau 2.2. L'étude de teneur en eau et d'angle de contact de l'alcali a traité des fibres de jute.

Traitement alcalin (wt, %)	Durée de traitement (h)	Teneur en humidité (%) ^a	Angle de contact (°) ^b
0,0	0,0	15,51 ± 0,2	63,9 ± 2,8
0,25	0,5	14,96 ± 0,3	69,3 ± 2,3
0,25	4,0	13,72 ± 0,5	74,7 ± 3,2
0,25	24,0	12,58 ± 0,2	76,4 ± 6,4
0,25	48,0	11,33 ± 0,5	77,7 ± 5,6
0,5	0,5	10,95 ± 0,3	80,4 ± 4,4
0,5	4,0	9,06 ± 0,6	83,7 ± 3,8
0,5	24,0	8,15 ± 0,5	86,5 ± 5,5
0,5	48,0	7,76 ± 0,4	89,2 ± 1,6
1,0	0,5	6,33 ± 0,2	92,3 ± 4,3
1,0	4,0	5,91 ± 0,5	93,7 ± 4,6
1,0	24,0	04,89 ± 0,	3 95,3 ± 5,4
1,0	48,0	04,08 ± 0,1	96,2 ± 3,4

^a Moyenne de trois ensembles expérimentaux.

^b Moyenne de neuf mesures.

Le traitement avec la solution alcaline enlève non seulement l'hémicellulose et les cires mais favorise également l'activation des groupes d'hydroxyle d'unité de cellulose en cassant

les liaisons hydrogène. Ainsi après traitement, la topologie extérieure de la fibre change et devient plus hydrophobe et pourrait donc plus interférer avec une matrice composite Sreekumar *et al* [7].

I 2.3.3 Analyse thermique des fibres :

Les courbes TG et DTG des fibres de jute non traitées et traitées à 0,5% pendant 24 h par l'alcalin sont présentées dans la figure 2.4a. Les profils de décomposition des fibres non traitées sont caractérisés par trois étapes. Le large pic inférieur à 100°C dans la courbe DTG de ces fibres est dû à l'évaporation de l'humidité structurelle. Dans l'étape de décomposition d'abord, un pic d'épaule à environ 271°C correspond à la dégradation des hémicelluloses. Le troisième pic à 320°C correspond à la dégradation thermique de la cellulose et le dernier pic à 421°C peut être attribué à la dégradation oxydative de la lignine et l'oxydation des résidus de carbone Basak *et al* [8]. Le traitement par l'alcalin a un effet considérable sur la dégradation du comportement thermique des fibres. La teneur en humidité, calculée à partir du profil TGA des fibres traitées avec 0,5% de NaOH pendant 24 h est de 6,17% et celle de la fibre de jute non traitée est de 11,32%. Cette diminution de la teneur en humidité lors de l'analyse TGA indique une réduction de l'hydrophilicité des fibres de jute, après traitement par l'alcalin. Des observations similaires ont été rapportées par Reddy *et al.* [9] pour les fibres *Napier d'herbe*. Dans le cas des fibres de jute traitées avec 0,5% de NaOH pendant 24 h, le pic de la dégradation des hémicelluloses a disparu mais le pic de décomposition de la cellulose est resté pratiquement identique à celui de la fibre de jute non traitée. Le caractère résiduel à 600 °C était plus élevé pour les fibres de jute traitées par rapport aux fibres non traitées. La raison de ces changements peut être due à la suppression de l'hémicellulose facilement hydrolysable, qui se décompose plutôt que la cellulose, ce qui conduit à une stabilité thermique plus élevée de la fibre de jute. Ces observations sont similaires à celles rapportées par Rosa *et al.* [10] et Alawar *et al.* [11] qui ont étudié des fibres lignocellulose de coco et des fibres de palmier de date traitées par le NaOH, respectivement.

Un pic endothermique en dessous de 100°C, ce qui entraîne de l'humidité structurelle désorption, a été observée dans les courbes DSC (Fig. 2.4b) des deux fibres de jute traitées et non traitées, mais la valeur de la variation de la désorption d'humidité pour le jute brut était supérieure à celle des fibres traitées pendant 24 h à 0,5% de NaOH. Dans la courbe DSC de la fibre de jute non traitée, l'hémicellulose montre un pic exothermique à 289,9°C, tandis que la cellulose est plus résistante et présente un pic endothermique à 365,7°C ([8]; [12]). Pour les fibres traitées par l'alcalin, le pic exothermique de décomposition de la cellulose devient possible à cause de la rupture des liaisons chimiques entre les constituants en raison de la suppression de l'hémicellulose en cours de traitement alcalin Ray *et al* [13].

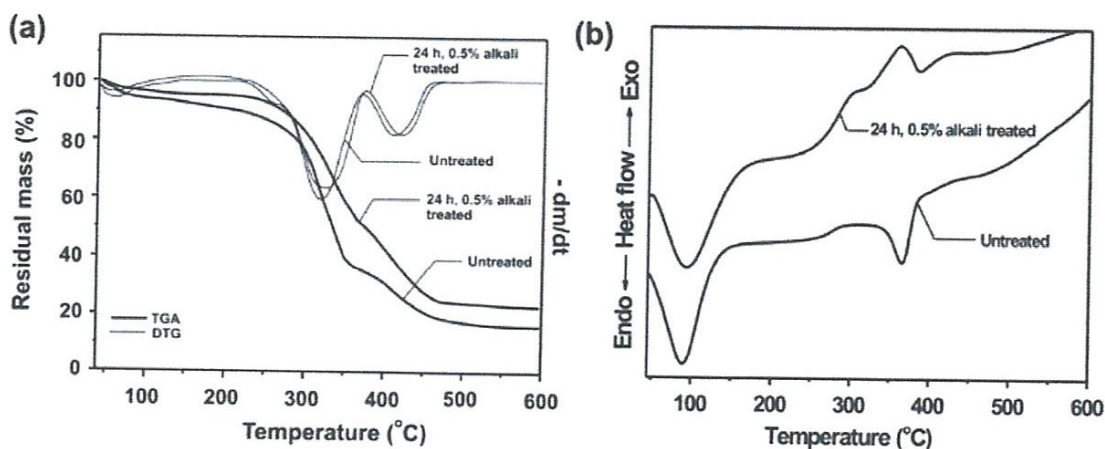


Figure 2.4 (a) courbes TGA et DTG de fibres de jute non traitée et traitée pendant 24h à 0,5% de l'alcalin
(b) l'analyse DSC des fibres de jute non traité et traitée 24h à 0,5% de alcalin.

I 2.3.4 Les propriétés de traction :

Les résultats d'essais de traction des éprouvettes en fibre naturelles sont difficiles à analyser en raison des valeurs très dispersées et il est essentiel d'analyser les données expérimentales par des approches statistiques pour évaluer leurs propriétés mécaniques (Rosa *et al*, [14]). L'analyse statistique des propriétés de la fibre de jute en traction a été faite pour obtenir un résultat significatif à un niveau de confiance de 95%. L'analyse statistique des données expérimentales montre une bonne adéquation avec la distribution de Weibull, ayant un $R^2 \geq 0,967$ (Fig. 2.5a). Les courbes typiques contrainte-déformation des fibres de jute non traités et traités par l'alcalin sont présentés sur la (Fig. 2.5c).

La résistance à la traction (σ_0) de la fibre de jute augmente après le traitement par l'alcalin. La résistance à la traction maximale et l'allongement à la rupture de la fibre de jute traité par l'alcalin à 0,5% pendant 24h a été atteint. Après traitement par l'alcalin, la résistance à la traction de la fibre de jute est améliorée de 82% par rapport à celle non traitée (337 MPa) et l'allongement à la rupture est amélioré de 35% par rapport à l'allongement à la rupture de la fibre de jute brut (1,26%), donc le traitement alcalin rend les fibres plus flexibles. La raison de l'augmentation de la résistance à la traction après le traitement alcalin à 0,5% est le retrait des matériaux non cellulosiques et des impuretés, qui restent dispersées dans la région inter fibrillaire des fibres de jute (Gu [15]). Après le traitement alcalin à faible concentration, les fibrilles deviennent plus capables de se réarrangeant le long de la direction de déformation en traction depuis la région inter-fibrillaire survient moins dense et moins rigide en raison de la suppression de l'hémicellulose. La résistance à la traction d'une fibre avec un petit diamètre est prévue pour être supérieure à celle d'une fibre de grand diamètre. Après le traitement par l'alcalin, les fibres sont devenues plus fins présentant une résistance élevée à la traction et l'allongement à la rupture. Tant résistance à la traction et l'allongement à la rupture diminue avec l'augmentation de diamètre. Les points de données obtenus en traçant

les valeurs statistiquement analysées de résistance à la traction avec le temps raisonnablement bien s'adaptent à l'équation de distribution gaussienne (Fig. 4b) D'où la résistance à la traction approximative peut être prédite à partir de la courbe ajustée à tout moment du traitement.

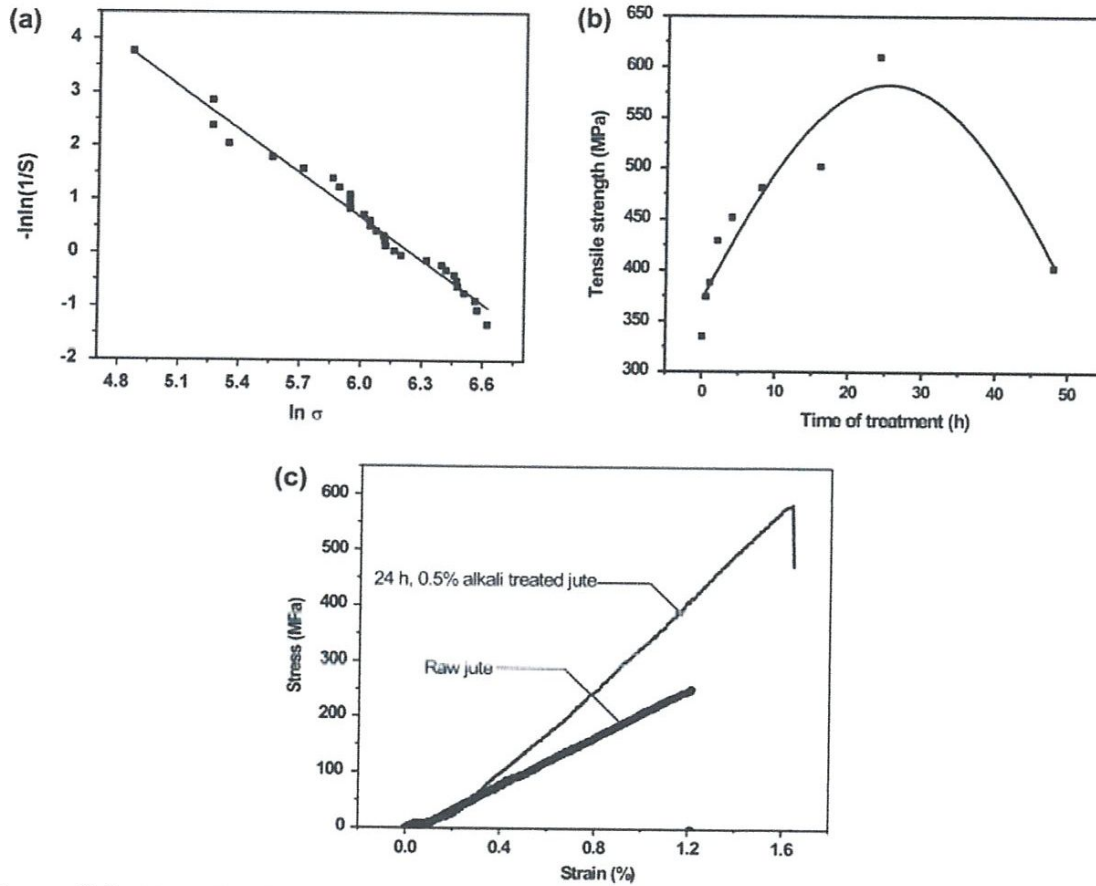


Figure 2.5. (a) courbes de fibres de jute traité par l'alcalin à 0,5% pendant 24 h de $-\ln\ln(1/S)$ en fonction de $\ln\sigma$ pour la résistance à la traction, (b) résistance à la traction (σ_p) de fibre de jute traité par l'alcalin à 0,5% pour des intervalles de temps différents. (c) courbes contrainte-déformation de la fibre de jute non traité et traité par l'alcalin.

Dans un tel contexte, lorsque les fibres sont étirées, des réarrangements entre le résultat fibrilles dans le développement de la contrainte maximale en raison d'un meilleur partage de charge entre eux Bledzki *et al* [16]. Encore une fois, comme les lixiviations de l'hémicellulose due au traitement alcalin conditionnent la chaîne de cellulose dans la fibre dû prend place pour la libération de contraintes internes conduisant à une plus grande résistance à la traction et l'allongement à la rupture Ray et Sarkar [17].

I 2.4 Conclusion :

L'influence des traitements alcalins à faible concentration de la fibre de jute et l'amélioration de leurs propriétés mécaniques, physiques et thermiques ont été étudiés. Le traitement alcalin à faible concentration pendant un temps améliore la résistance à la traction de la fibre de 82% et permet une augmentation de 45% de l'allongement à la rupture. Le lessivage des non-cellulosiques par un traitement alcalin est la principale raison de l'amélioration des propriétés des fibres en traction. Le traitement alcalin a également réduit le caractère hydrophile de la fibre de jute qui pourrait à son tour donnée une meilleure adhérence interface fibre/matrice. Ainsi le traitement alcalin à faible concentration peut trouver des solutions efficaces pour des utilisations industrielles.

Article 3: Norul Izani, M.,A., Paridah, M., T., H'ng, P., S., Anwar, U., M., K., Mohd Nor , M., Y., H'ng, P.,S.,

“Effects of fiber treatment on morphology, tensile and thermogravimetric analysis of oil palm empty fruit bunches fibers” *Journal of Composites: Part B* 45 (2013) pp.1251–1257

“Effets du traitement sur la morphologie des fibres, de traction et analyse thermogravimétrique des fibres de palmier à l’huile grappes de fruits vides ”. *Journal of Composites: Part B* 45 (2013) pp.1251–1257.

I 3.1 Résumé :

Norul Izani *et al.* [18], ont étudié l'évaluation de l'effet du traitement chimique par un alcalin (NaOH) des fibres de jujubes de la grappe de fruit vide (Empty Fruit Bunch « EFB »), la morphologique et la traction de fibre seule de EFB. Ces fibres ont été traité avec l'eau bouillant, et l'hydroxyde de sodium à 2% (NaOH) et de la combinaison des deux produits à la fois (NaOH et l'eau bouillant). La morphologie de la fibre a été caractérisée par un microscope électronique à balayage (MEB). L'analyse thermogravimétrique (ATG) est en outre utilisée pour mesurer la quantité et la vitesse de changement de masse (perte de masse) de fibres traitées en fonction de la température. Sur la base des résultats de ce travail, il semble que le traitement par l'alcalin améliore la plupart des propriétés des fibres. Le traitement par NaOH a été trouvé pour modifier les caractéristiques de la topographie de la surface de la fibre telle que vu par le MEB. La stabilité thermique de la fibre EFB traitée par NaOH et par l'eau bouillant est significativement plus élevée que la fibre non traitée. Les meilleurs résultats ont été obtenus pour la fibre traitée par l'alcalin où la résistance à la traction et le module de Young augmente par rapport aux fibres non traitées. Les résultats globaux montrent que le traitement par alcalin sur la fibre EFB renforce la résistance à la traction et la stabilité thermique des échantillons.

Annulation de participation

I 3.2 Objectifs visé par cet article :

L'objectif principal de l'étude menée par Norul Izani *et al.* [18] est d'évaluer l'influence des traitements de différentes fibres EFB, y compris le trempage à l'NaOH, de l'eau bouillant et le trempage dans la combinaison des deux produits à la fois et la cuisson, sur les propriétés de la fibre seule à la traction et l'analyse thermogravimétrique. En outre, la surface de la fibre traitée a été analysée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB).

I 3.3 Les principaux résultats obtenus par Norul Izani *et al* :

I 3.3.1 L'analyse thermogravimétrique (ATG) :

L'ATG est une technique utile pour l'étude de la décomposition de la stabilité thermique des matériaux composites. La stabilité thermique de la fibre est un paramètre très important pour le traitement et l'utilisation de ces matériaux. La fabrication de tels composites nécessite le mélange de fibres et la matrice à des températures élevées, de telles sortes que la dégradation des matériaux cellulosiques peut produire des effets indésirables sur les propriétés. Un certain nombre de rapports de recherche ont porté sur l'étude de la stabilité thermique des fibres naturelles composites plastiques par l'ATG. Le taux de perte de masse de l'échantillon en fonction de la température mesurée pour prédire le comportement thermique de la matière. L'analyse thermique de ces fibres traitées et non traitées a été un outil important dans la visualisation de la nature physico-chimique de ces fibres, et il détermine leur importance commerciale. L'analyse thermogravimétrique (ATG) de fibre EFB traité a été étudiée en fonction du pourcentage de perte de masse avec l'augmentation de la température. Les augmentations de perte de masse à la température, pour une vitesse de chauffage de 10°C/min est montré dans la figure 3.6 (courbes ATG) et les caractéristiques thermiques correspondantes sont donnés dans le tableau 3.3. Les fibres EFB traités et non traités montre une tendance similaire de décomposition avec une étape du processus de perte de masse, ce qui a une température de transition qui commence de 237 à 262 °C et la gamme de la transition finale de 315 à 375 °C. De la température ambiante jusqu'à 150 °C, les thermogrammes TG (Fig. 3.6) présentent la perte de masse due à la chaleur de vaporisation de l'eau dans l'échantillon. Il est largement admis que la décomposition thermique primaire des matériaux cellulosiques composants se situe entre 200 et 400 °C [19]. La décomposition initiale des composants cellulosiques se déroule principalement dans les régions amorphes [20].

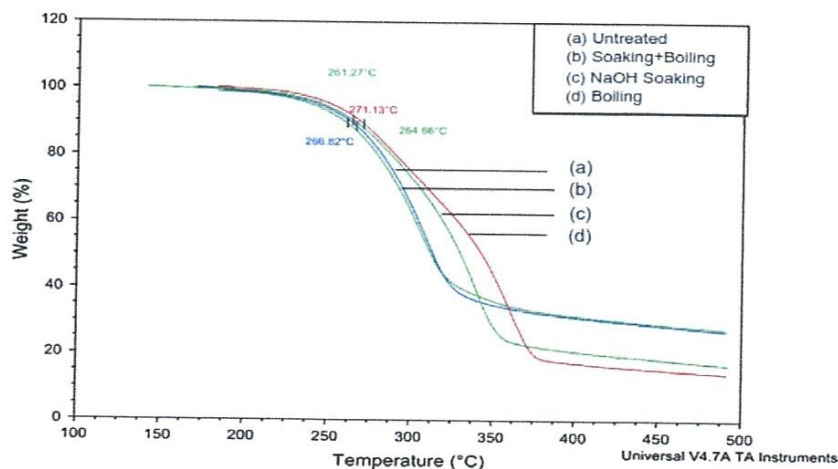


Figure. 3.6. Analyse TG des fibres EFB non traités et traité avec différentes méthodes.

Le tableau 3.3 montre les différentes températures de décomposition pour chaque type de fibre cellulosique. La fibre EFB traité par l'alcalin et l'eau bouillon n'a pas montré des signes de dégradation initiale jusqu'à environ 250 °C et 262 °C, respectivement, ce qui indique une bonne stabilité thermique par rapport aux autres (tableau 3.3).

Tableau 3.3. La température de dégradation de l'analyse TG des fibres EFB non traitées et traitées par différentes méthodes.

échantillon EFB	Températures de transition (° C)			La perte de masse lors de la transition correspondante (%)	Poids résiduel (%) à 500 ° C
	T _i (°C)	T _m (°C)	T _f (°C)		
non traitée	237,0	261,27	315,0	60,0	27,0
Bouillante	262,0	271,13	375,0	80,0	14,0
Traitement par le NaOH	250,0	266,82	363,0	76,0	16,0
Traitement par le NaOH + Eau bouillante	240,0	264,66	325,0	64,0	27,0

T_i: Température initiale de la transition. T_m: température maximale de transition.

T_f: température finale de la transition.

I 3.4 Conclusion :

L'influence des traitements des fibres par le NaOH et l'eau bouillant et la combinaison de ces deux produits sur la résistance des fibres seules à la traction et l'analyse thermique ont été étudiés. Les températures de dégradation initiale et finale pour les fibres EFB ont été mesurées dans la gamme de température 30 à 500 °C. A partir de ces valeurs, on peut conclure que la stabilité thermique des fibres a été améliorée par un traitement alcalin. Les essais de traction sur les fibres EFB révèle que les propriétés mécaniques des fibres traitées par alcalins sont supérieures à celles des fibres non traitées. Le traitement par le NaOH des fibres élimine considérablement les impuretés de la surface, produit des modifications de la surface et sa stabilité thermique est améliorée. Les résultats sont appuyés par une analyse par MEB. En outre, les mesures ATG des fibres traitées et non traitées a révélé que le traitement par le NaOH et l'eau bouillant ont eu un impact positif sur la stabilité thermique de l'échantillon. Cette étude a montré que le traitement alcalin de fibre EFB améliore la résistance à la traction et la stabilité thermique de la fibre.

Article 4: AlMaadeed, M., A., Kahraman, R., Khanam P., N., Madi, N.

“Date palm wood flour/glass fibre reinforced hybrid composites of recycled polypropylene: Mechanical and thermal properties”. *Journal of Materials and Design* 42 (2012) pp.289–294.

“Bois de palmier dattier farine/fibre de verre renforcé composites hybrides de polypropylène recyclé: propriétés mécaniques et thermiques”. *Journal of Materials and Design* 42 (2012) pp.289–294.

I 4.1 Résumé:

AlMaadeed *et al.* [21], on fait une étude sur la Polypropylène recyclé (RPP) composés hybrides basés de bois de palmier dattier farine/fibres de verre préparés par différents rapports pondéraux des deux renforts. Le procédé de mélange est réalisé dans une extrudeuse et les échantillons ont été préparés par la machine de moulage par injection. Les propriétés du PP recyclés ont été améliorées par le renforcement de la farine de bois de palmier. La résistance à la traction et le module d'Young du RPP renforcé par la farine de bois en augmenté encore par l'addition de fibres de verre. Les composites renforcés de fibre de verre ont une dureté plus élevée que les autres composites. Des études morphologiques indiquent que la fibre de verre présente une bonne adhérence avec le PP recyclé, améliore les propriétés mécaniques des composites hybrides avec l'addition de fibres de verre. Addition de 5% en poids de fibres de verre à la farine de bois renforcé RPA augmente la résistance à la traction d'environ 18% par rapport à l'armature de la farine de bois seul. Une augmentation de la teneur des particules de bois dans le PP conduit à une diminution du degré de cristallinité du polymère. La résistance à la traction des composites augmente avec l'augmentation du pourcentage de cristallinité en ajoutant de la fibre de verre. L'amélioration des propriétés mécaniques avec l'augmentation du pourcentage de cristallinité (et avec la diminution de l'épaisseur lamellaire) peut être attribué à la région limitée entre les lamelles car l'agglomération est absent dans ce cas.

I 4.2 Objectif visé par cet article :

Dans cette étude, AlMaadeed *et al.*, ont utilisé la fibre de verre comme renfort pour la fabrication des composites hybrides pour améliorer les propriétés de la farine de bois du palmier dattier/recyclés composites PP. Aucune étude n'a été réalisée sur ce type de bois. L'utilisation de la fibre de verre en renfort avec du plancher de bois en PP recyclé est moins

coûteuse que la fibre de verre seule. Les composites renforcés par des fibres de verre ont été largement utilisés dans les industries de l'automobile et de l'aérospatiale en raison de leur haute résistance associée à une faible masse. En dépit des travaux publiés dont beaucoup sont fondés sur les composites à fibres palmier dattier, aucune recherche n'a été signalée sur les composites à base de PP recyclé palmier dattier en fibres de bois farine/verre hybrides. Les auteurs ont préparé les recyclés à base de polypropylène palmier dattier composites en fibres de bois farine/verre hybrides avec des compositions différentes. Ainsi, l'objectif de leur étude est d'utiliser des produits recyclés dans les matériaux composites et de développer des composites hybrides de PP recyclé en ajoutant des produits en verre et en fibres de bois local. Ces préparés recyclés composites hybrides sera plus économique que pures composites en fibre de verre. Les différents types de composite fabriqué sont présentés dans le Tableau 4.4.

Tableau 4.4. Désignation des composites fabriquée et leurs compositions (fraction massique).

Code	Bois (%)	Fibre de verre (%)	RPP (%)
W-RPP	30	0	70
G-RPP	0	30	70
WGFRPP1	25	5	70
WGFRPP2	20	10	70
WGFRPP3	15	15	70
WGFRPP5	5	25	70

W : Fafine de bois de palmier ;

GF : Fibre de verre ;

RPP : Polypropylène recyclé.

I 4.3 Les principaux résultats obtenus par AlMaadeed *et al* :

I 4.3.1 Composés hybrides basés de bois de palmier dattier farine/fibres de verre :

Les caractéristiques mécaniques en traction tel que la contrainte à la rupture et le module d'Young, des différents types de composites préparés (Tableau 4.4), sont présentées sur la Figure 4.7. L'analyse des résultats obtenue montre que les propriétés mécaniques des RPP sont augmentées par l'addition de la farine de bois. Cependant, l'ajout d'une petite quantité de fibre de verre (5%) à la farine de bois pour renforcer RPP, augmente encore plus les propriétés mécaniques d'environ 18% par rapport au renforcement de farine de bois unique et d'environ 32% par rapport à la matrice RPP. Donc les caractéristiques mécaniques en traction statique du composite hybride RPP ont été améliorées par l'ajout de la fibre de verre et de la farine de bois.

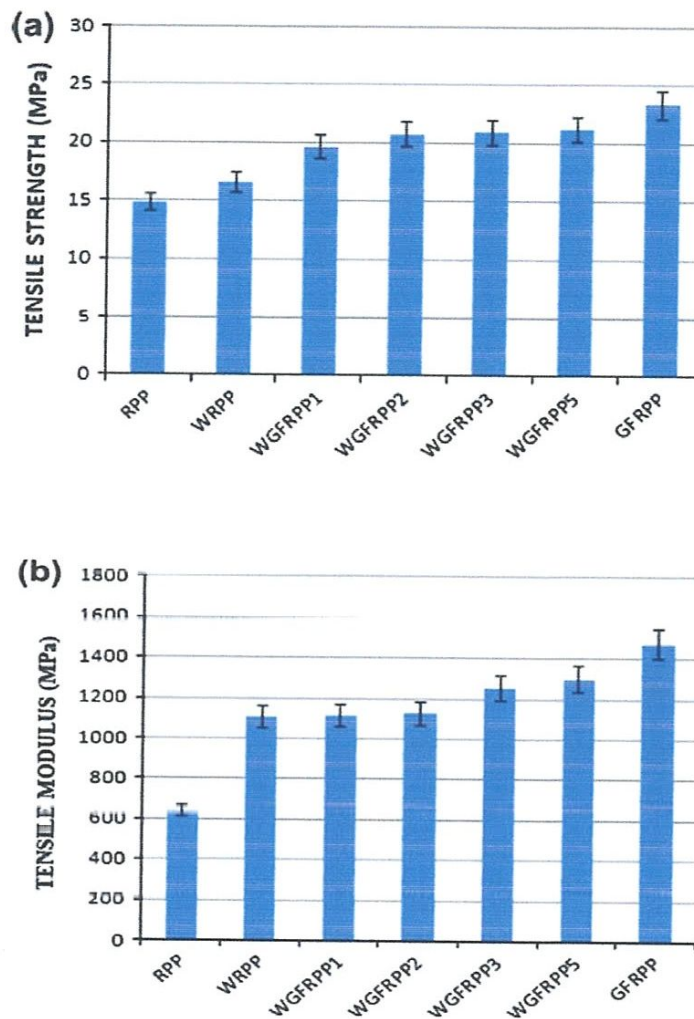


Figure 4.7. (a) Contrainte à la rupture, et (b) module de Young des différents composites étudiés.

Cui et tao [22] ont rapporté que la contrainte à la rupture en traction et la résistance aux chocs du composite bois-plastique pourrait être améliorée par l'ajout de la fibre de verre. Les résultats de Kord *et al.* [23] ont montré que la contrainte à la rupture et le module de Young en traction du composites PP/farine de bois augmente avec l'augmentation de la fraction volumique en fibres de verre. Un travail similaire de Selon Lin *et al.* [24] à constater que les propriétés mécaniques du composite hybride PP renforcé par la farine de bois et les nappes de la fibre de verre augmentent leurs propriétés avec augmentation de la masse surfacique de la nappe de verre. Lorsque l'on compare la contrainte à la rupture et le module de Yong obtenu en traction du RPP, le module de Yong a augmenté plus significativement que la résistance à la traction suite à l'addition de la farine de bois. La raison pour laquelle pourquoi la farine de bois dans WRPP est plus efficace pour améliorer le Module (fig.1 1b) que la résistance à la traction (fig.1 1a) ceci est peut être due à l'adhérence entre la farine de bois et le PP qui est

suffisante pour améliorer le module qui est déterminé à faible charge linéaire dans la région élastique mais casse à des charges plus élevées près de l'ultime résistance de la matrice RPP.

I 4.4 Conclusion :

Les composites à base de polypropylène recyclé en fibres de bois farine/verre hybrides ont été préparés avec des pourcentages différents de l'armature. Les résultats ont montré que les propriétés de traction PP recyclés ont été augmentées par l'ajout de farine de bois. En outre, la résistance à la traction de la farine de bois renforcé de polypropylène recyclé a augmenté de façon significative par l'ajout de fibres de verre dans les composites hybrides aussi peu que 5% en masse. Composites renforcés de fibres de verre a des propriétés de dureté plus élevés que les autres composites. Par incorporation de fibres de verre dans les matériaux composites, les propriétés de dureté ont été améliorées. Des micrographies en MEB, la fibre de verre inférieure et retirer la rupture a été observée, indiquant que la fibre de verre présente une bonne adhérence à la matrice. Il peut également être conclu que l'utilisation de la farine de bois à un certain pourcentage que la charge de fibre de verre renforcé composites hybrides réduira le coût des matériaux sans altérer les propriétés de manière significative. Composites à base de thermoplastiques recyclés et les déchets agricoles fournissent une occasion unique pour le recyclage et de réduire les coûts par rapport à la production de composites en fibre de verre pur.

Article 5: Shinoj, S., Visvanathan., R., Panigrahi, S.

“Towards industrial utilization of oil palm fibre: Physical and dielectric characterization of linear low density polyethylene composites and comparison with other fibre sources”. *Journal of biosystems engineering* 106 (2010) pp.378-388

“Vers une utilisation industrielle de fibre de palmier à l’huile: Caractérisation physique et diélectrique linéaire des composites polyéthylènes à basse densité et comparé avec d’autres sources de fibres” *Journal of biosystems engineering* 106 (2010) pp.378-388

I 5.1 Résumé :

Les propriétés physiques, chimiques et thermiques des fibres de palmier à huile (FPH) sont caractérisées et comparées, avec des fibres de lin et de chanvre, par Shinoj *et al.* [25]. L’effet de la taille des fibres pour chargement et de fibres pour traitement sur les propriétés physiques et diélectrique moulées par compression FPH-LLDPE (linear low density polyethylene) des composites étudiée. La densité des composites et les constantes diélectrique sont prédites à partir des valeurs individuelles des fibres et de la matrice en utilisant différents modèles. L’Analyse de la morphologie des fibres indique que la surface de fibre est poreuse et constituée des éléments vasculaires. La densité réelle de FPH se trouve à 1503 kg/m^3 . La fibre de palmier à huile obtenue à partir du champ contenu de près de 25% d’impuretés, et il a été constaté que la teneur d’équilibre en humidité des fibres est presque doublé avec augmentation de 25% d’humidité relative. Les constantes diélectrique de FPH est de l’ordre de 7,76 à 8,31. Les thermo-grammes des FPH a connu deux pics endothermiques et trois pics exothermiques avec la température de première dégradation à $301,71^\circ\text{C}$. Le traitement par l’alcalin réduit la température de dégradation première à $297,1^\circ\text{C}$. La capacité thermique spécifique des FPH est varié de $1,083 \text{ J/g}^\circ\text{C}$ à $3,317 \text{ J/g}^\circ\text{C}$ dans la plage de température de 20°C à 150°C .

I 5.2 Objectif visé par cet article :

Le but du travail de Shinoj *et al.* [25] est de : (i) caractériser EFB (*Empty fruit bunch*) des fibres de palmier à l’huile avec référence à la fabrication de bio-composites (ii) développer EFB les fibres et de remplir les composites polyéthylènes linéaire à faible densité (PLBD) (iii) évaluer les propriétés physiques et électriques des composites et (iv) prédire les propriétés effectives des composites.

I 5.3 Les principaux résultats obtenus par Shinoj *et al* :

I 5.3.1 Comportement de dégradation thermique :

Le thermo-gramme de DSC de fibres FPH traitée par alcalin et non traitée par rapport à celle de lin et de chanvre est représenté dans la Figure 5.8. Un résumé de l'analyse de ces thermo-grammes est présenté dans le tableau 5.5. Un thermo-gramme similaire de fibres de chanvre obtenues à une vitesse de chauffage de 10 °C/min dans un environnement d'azote purgé à 25 ml/min a été obtenu par Sharifah et Ansell [26]. Le pic endothermique large dans l'intervalle de température de 75°C à 250°C dans le cas de fibres de palmier à l'huile et de lin et de 75°C à 225°C pour les fibres de chanvre est due à la présence des molécules d'eau. Ce large pic est dû à l'élimination de l'humidité liée au séchage de l'échantillon avant l'analyse. La température correspondante au premier pic exothermique pour l'ensemble des fibres étudiées est supérieure à 200°C, ce qui indique la décomposition du polysaccharide autre que la lignine, la cellulose, comme déjà prouvé par [26]. Le premier pic exothermique de fibres FPH non traitées est élevée (301,71°C) comparée à celui traité par l'alcalin (297,10°C). Ceci indique une plus grande stabilité thermique pour FPH non traités. Ray et al. [13] suggère plus précisément que le premier pic exothermique correspondant à la décomposition hémicellulose et le second pic endothermique (369,88°C) correspond à la décomposition de α -cellulose. Cependant, il est observé dans la présente étude que le second pic endothermique correspondant à la décomposition de α -cellulose, modifié à exothermique lors d'un traitement. L'élimination des constituants non cellulosiques, telles que l'hémicellulose, pendant un traitement alcalin conduit à la destruction des liaisons chimiques entre les constituants et pourrait avoir une certaine influence à inverser la dégradation de pic α -cellulose de endothermique à exothermique (Ray et al [13]). Ils ont observé une tendance similaire pour les fibres de jute. Le troisième pic de décomposition de FPH non traités est exothermique (386,18°C), et il est absent pour celles traités. Le prochain pic est exothermique, et les FPH non traitée était plus stable (448,73°C) par rapport à celles traités par l'alcalin (430,56°C). Cette observation est contraire aux résultats rapportés précédemment par Sreekala et al [27], est que le traitement alcalin a augmenté la stabilité thermique de ces fonds. L'histoire de l'échantillon peut être analysée pour avoir plus de perspicacité dans ces résultats. Depuis les premiers pics exothermiques, on peut conclure que FPH est thermiquement plus stable que les fibres de chanvre et de lin comme son premier pic de décomposition se produit à 301,71°C, alors que pour le lin était 286,66°C et pour le chanvre, ce n'était que 243,18°C. Selon Peters et Still [28], une dégradation progressive, y compris une dépolymérisation, l'hydrolyse, l'oxydation, la déshydratation, la décarboxylation se produit même dans cette région stable.

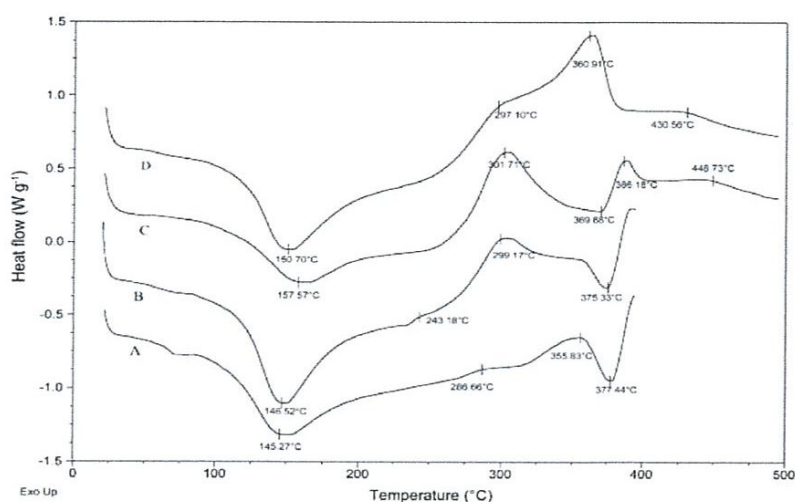


Figure 5.8. Thermo-grammes DSC de OPF traitées et non traitées comparais avec le lin et le chanvre (A- fibres de lin, B- fibres de chanvre, C- fibres de palmier à huile, D- fibre de palmier à huile traité par l'alcalin).

Tableau 5.5 Résumé de l'analyse sur des thermo-grammes DSC.

L'échantillon	Pic	Pic de température°C	Nature du pic
Fibre de palmier à huile	1st	157,57	Endo
	2nd	301,71	Exo
	3rd	369,88	Endo
	4th	386,18	Exo
	5th	448,73	Exo
Fibre de palmier à huile (traité à l'alcalin)	1st	150,70	Endo
	2nd	297,10	Exo
	3rd	360,91	Exo
	4th	430,56	Exo
Fibre de lin	1st	145,27	Endo
	2nd	286,66	Exo
	3rd	355,83	Exo
	4th	377,44	Endo
Fibre de chanvre	1st	146,52	Endo
	2nd	243,18	Exo
	3rd	299,17	Exo
	4th	375,33	Endo

I 5.4 Conclusion :

Les fibres de palmier à huile sont disponibles en vrac dans des moulins d'huile de palmier et leurs utilisations courantes sont très limitées. L'utilisation de ces fibres lignocellulosique en bio-composites peut préserver l'environnement en plus du rendre de la culture du palmier à huile plus durable. La surface de la fibre de palmier à huile est poreuse, est elle est constitué d'éléments de vaisseaux et des organes de silice présents sur la surface de fibre sont enlevés par un traitement à l'alcalin. L'analyse chimique indique que FPH sont riches en lignine et l'hémicellulose contenu, mais elles sont pauvre en cellulose par rapport aux fibres de lin et de chanvre. La densité réelle des FPH a été estimée à 1503 kg/m^3 . L'augmentation de l'humidité relative de 25% à presque doublé la teneur en eau d'équilibre (EMC). La réduction de la taille de la fibre augmente la constante diélectrique, tandis que le traitement alcalin des fibres la diminue. Les FPH non traités sont thermiquement plus stables que les FPH traités comparativement aux fibres de chanvre et de lin textile. La capacité thermique spécifique des FPH augmente de $1,08 \text{ J/g}^\circ\text{C}$ à $3,31 \text{ J/g}^\circ\text{C}$ lorsque la température est passée de 20°C à 150°C . L'addition de fibres de palmier à huile a augmenté la densité de composite FPH-PLBD. La diminution de la taille des fibres légèrement augmente la densité du composite. La variation des tailles de fibres en peu d'effet sur la porosité, le traitement alcalin, cependant réduit considérablement la porosité indiquant une meilleure adhérence fibre-matrice. La constante diélectrique du matériau composite augmente avec le chargement de la fibre. Cette constante diélectrique des composites à fibres traité par l'alcalin change légèrement avec la taille des fibres, cependant les composites à fibres non traitées ne montrent pas une variation de la taille des fibres. Les composites à fibres traités montre une faible constante diélectrique, surtout avec un chargement élevé de fibre.

Article 6: Kaddami, H., Dufresne, A., Khelifi, B., Bendahou, A., Taourirte, M., Raihane, M., Issartel, N., Sautereau, H., Gérard, J., F., Sami N.

“Short palm tree fibers – Thermoset matrices composites” *Journal of Composites: Part A*, 37 (2006) pp.1413–1422.

“Les fibres de palmier courtes - composites à matrices thermodurcissables” *Journal of Composites: Part A*, 37 (2006) pp.1413–1422.

I 6.1 Résumé :

Kaddami *et al* [29], ont rapporté l'utilisation des fibres de palmier courtes ligno-cellulosiques comme renfort dans les matrices polyester et époxydes. La morphologie et les propriétés mécaniques des composites résultants ont été caractérisées par l'utilisation d'une analyse microscopique à balayage électronique, calorimétrie à balayage différentiel, analyse dynamique mécanique et les essais de flexion à trois points. Les auteurs ont montré que la meilleure adhésion interfaciale est obtenus dans le cas des composites à base d'une résine époxyde. Afin d'améliorer l'adhérence interfaciale de l'estérification de ligno-cellulosique en charge dans un milieu alcalin sont effectuée par l'utilisation des anhydrides acétiques et maléiques. Ce type de modification chimique, conduit à un changement dans la composition chimique de la charge, seulement réussi à améliorer les propriétés mécaniques des composites à base d'une résine époxyde.

I 6.2 Objectif visé par cet article :

Il est bien connu dans les pays producteurs de date que les palmiers dattiers ont besoin d'être entretenus chaque année après la récolte des fruits. L'entretien des palmiers dattiers a comme conséquence la production d'une grande quantité de palmiers renouvelables. Ces ressources sont employées comme combustible organique pour des buts domestiques. La valorisation de cette source résiduelle ligno-cellulosique abondante comme renfort dans les composites de polymère pour susciter l'attention pendant les trois dernières années. Kaddami *et al.* [29] ont étudié le traitement des composites en fibres de palmier ligno-cellulosiques et une matrice thermodurcissable et ils ont caractérisé leur comportement morphologique, thermique, et mécanique. Pour un tel but, deux matrices thermodurcissables ont été employées : (i) polyester insaturé et (ii) époxyde/amine. D'ailleurs, l'influence de la modification chimique des fibres de palmier lignocellulosiques sur les exécutions de composites a été également étudiée.

I 6.3 Les principaux résultats obtenus par Kaddami *et al* :

I 6.3.1 Comportement élevé de contrainte (essai de pliage à trois points) :

Les courbes typique charge en fonction du déplacement obtenues à partir des expériences de flexion trois points sont présentées dans la Figure 6.9(a) et (b) pour les deux type de résine (époxyde et polyester insaturé respectivement). Ces courbes ont été obtenues à la température de transition vitreuse de la matrice non infiltrée, c.-à-d., à 46 et 24 °C pour les matériaux composites à base des résines polyesters insaturés et époxyde respectivement. Les propriétés mécaniques déterminées par ces expériences comme ceux exécutées à $T_g - 40$ K sont présentées dans le tableau 6.6. Le stockage des valeurs de module de cisaillement mesuré à partir des expériences d'analyse mécanique dynamique (DMA) sont déterminées à ces températures (T_g et $T_g - 40$ K). Le stockage des valeurs de module à la traction en supposant que le coefficient de Poisson déduit est de 0,35. Les valeurs sont rapportées dans le tableau 6.6 et montrent une bonne corrélation avec le module d'élasticité.

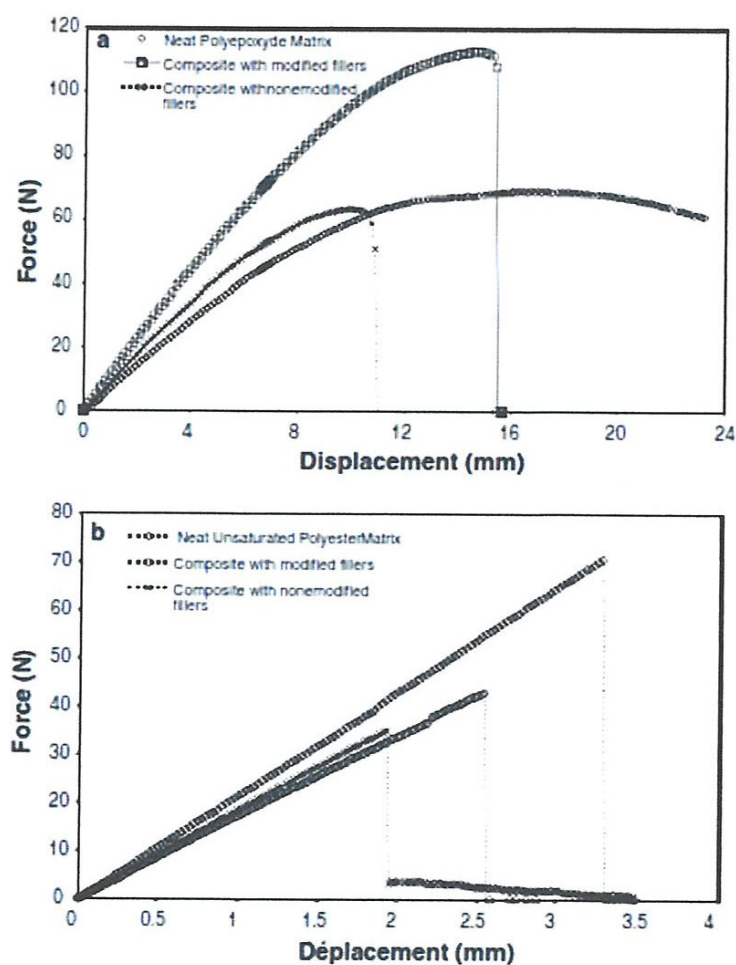


Figure. 6.9. Courbes charge/déplacement obtenues à partir des essais de flexion à trois points exécutés au T_g pour (a) composites à base époxyde et (b) composites à base polyester insaturé.

Tableau 6.6 .Propriétés mécaniques des matrices soignée et des matériaux composites remplis avec la charge ligno-cellulosique obtenue à partir des expériences en flexion à trois points: module de flexion (E_F , les données entre crochets correspond aux valeurs des modules en traction déduites des expériences DMA et en prenant un coefficient de Poisson de 0,35), contrainte à la rupture (σ_B), la charge à la rupture (F) et de l'énergie à la rupture (E_b) (les valeurs sont données \pm l'écart type).

Temperature of The experiment (Texp)	T g of the neat matrix				T g of neat matrix 40 K			
	E_F (GPa)	σ_B (MPa)	F (mm)	E_b (J)	E_F (GPa)	σ_B (MPa)	F(mm)	E_b (J)
Epoxy-based materials								
Neat matrix	1,30 \pm 0,16 [1,55]	No break	–	–	1,92 \pm 0,06 [2,60]	No break	–	–
Unmodified filler	1,92 \pm 0,27 [1,00]	1,27 \pm 0,28	10,51	0,44 \pm 0,18	2,04 \pm 0,10 [1,45]	1,16 \pm 0,25	6,64	0,22 \pm 0,12
Modified filler	2,49 \pm 0,31 [2,00]	1,76 \pm 0,13	11,44	0,72 \pm 0,23	2,23 \pm 0,16 [2,60]	1,34 \pm 0,27	7,82	0,34 \pm 0,13
Unsaturated polyester-based materials								
Neat matrix	1,70 \pm 0,17 [1,55]	2,12 \pm 0,19	15,48	0,78 \pm 0,14	3,50 \pm 0,64 [2,25]	2,11 \pm 0,61	3,66	0,13 \pm 0,06
Unmodified filler	1,92 \pm 0,25 [2,20]	0,86 \pm 0,16	5,42	0,124 \pm 0,058	3,70 \pm 0,46 [3,00]	0,83 \pm 0,09	2,28	0,043 \pm 0,014
Modified filler	1,71 \pm 0,15 [2,20]	0,72 \pm 0,06	5,70	0,118 \pm 0,013	3,69 \pm 0,29 [3,00]	0,74 \pm 0,10	2,19	0,050 \pm 0,012

I 6.4 Conclusions :

Deux résines thermodurcissables renforcées par des fibres naturelles extraites à partir du palmier traités, à savoir le polyester insaturés et l'époxyde, ont été utilisées. Pour améliorer l'adhérence entre la fibre/résine. La surface du remplisseur a été traitée avec de l'acétate en employant une résine polyester et un anhydride maléique en employant une résine époxyde. Tous les résultats conduisent à la conclusion que les bonnes interactions existent entre la charge et la matrice époxyde. Ces interactions peuvent être améliorées par le traitement chimique de la charge. Les propriétés thermomécaniques améliorées, le module de flexion, contrainte à la rupture et l'énergie maximale absorbée ont été rapportés. Ces interactions fortes et/ou des réactions se produisent à l'interface fibre ligno-cellulosique/époxyde résulte à une augmentation significative de la température de transition vitreuse/caoutchouc de la matrice soigné. Au contraire, le niveau d'adhérence est très faible lors de l'utilisation d'une matrice polyester insaturé. Le traitement chimique de la matière de la charge par l'acétate n'améliore pas l'adhésion interfaciale. Il en résulte de très faibles propriétés mécaniques.

Conclusion

D'après cette étude bibliographique menée sur les fibres naturelles, l'effet des traitements chimiques de ces fibres et leur impacts sur les caractéristiques mécaniques et les propriétés thermiques permet de dégager les conclusions suivantes :

- Il existe plusieurs types de fibres naturelles (Alpha, Palmier, Doum, etc.) qui peuvent être utilisés comme renfort pour les matériaux composites avec différentes matrices (polyester, polypropylène recyclé, polyéthylène, époxy, etc.) ;
- Les traitements chimiques par différentes méthodes notamment par un produit alcalin tel que le NaOH influent considérablement sur les :
 - ✓ caractéristiques mécaniques par l'amélioration du module de Young, contraintes et des déformations ;
 - ✓ la concentration du NaOH et la durée de traitement différent d'une fibre à une autre ;
 - ✓ l'optimisation des propriétés thermiques lorsque les fibres traitées résistent aux hautes températures dans les domaines dépendant de leur utilisation.

L'utilisation des fibres végétales sont en général utilisées pour la fabrication de corde ou comme renfort dans les matériaux à faibles caractéristiques mécaniques pour l'amélioration des caractéristiques mécaniques, donner un caractère biodégradable aux matériaux et bénéficier de leur utilisation comme alternative aux matériaux coûteux.

Chapitre II

Protocole expérimentale

Chapitre II

Protocole expérimental

II 1. Introduction

L'utilisation des fibres naturelles a beaucoup d'avantages du fait qu'elles sont dérivées d'une ressource renouvelable et donc biodégradable. Un principal avantage est qu'elles peuvent être facilement rejetées à la fin de leur cycle de vie par le découpage ou par reprise de leur valeur calorifique dans un four, qui n'est pas possible avec des fibres synthétiques telles que les fibres de verre. Actuellement, les fibres naturelles sont utilisées comme renforts dans des applications techniques principalement dans l'automobile, l'industrie des emballages et dans les pièces où une portance élevée n'est pas exigée [30].

Il existe plusieurs types de palmiers et parmi eux on trouve les palmiers dattier qui contiennent plusieurs types de fibres telles que : les fibres unidirectionnelles de palmes (feuille) et de bras de grappe, un tissu bidirectionnel qui couvre les jeunes palmes etc. Dans ce travail les fibres unidirectionnelles des bras de grappes des palmiers dattier seront étudiées.

Dans ce chapitre les différentes techniques expérimentales utilisées pour l'analyse de notre fibre naturelle, seront présentées comme suit :

- Morphologie de la plante de palmier dattier ;
- Extraction des fibres des grappes de palmier ;
- Préparation des éprouvettes ;
- Traitement chimique des éprouvettes (fibres) ;
- Mesure du diamètre des fibres ;
- Réalisation des essais statiques en traction.

II 2. Morphologie de la plante du palmier

II 2.1. Définition de la plante du palmier dattier

Le palmier dattier (Fig. II.1) est un arbre fruitier qui pousse dans les régions chaudes et humide en particulier en Afrique du nord et au moyen orient. Le nom scientifique est *Phoenix dactylifera* de la famille des *Arécacées*, et de la sous-famille des *Coryphoideae*. On ne connaît pas cette espèce à l'état sauvage. Il est typiquement cultivé dans les oasis sahariennes. Il existe plus de 2600 espèces de palmiers. On pourrait croire que c'est un arbre, et bien il n'en est rien : c'est un monocotylédone qui ne contient pas de bois. Tandis qu'un arbre possède un tronc le palmier possède un stipe. De plus, il existe des palmiers mâles et des palmiers femelles, c'est ce qu'on appelle une plante dioïque. Ce végétal mesure généralement entre 15 et 25 mètres et peut atteindre parfois les 30 mètres de haut, sa durée de vie peut même dépasser 100 ans [31].



Figure. II.1 *Palmier dattier.*

II 2.2. La grappe de datte.

C'est le support du fruit du palmier dattier (Fig. II.2a). Les dattes sont accrochées à la grappe par une ventouse en grise de tétine qui lui permet de se nourrir. Une fois fécondée, la grappe se métamorphose à une vitesse considérable. Les changements en forme et en couleur sont au quotidien, avant de prendre sa couleur définitive orange claire. La grappe a la forme d'un pinceau et se compose de deux parties : le bras et les pédoncules.

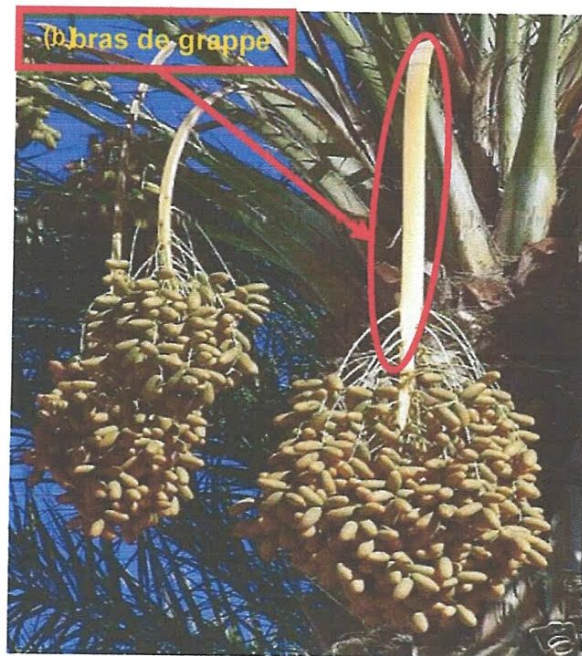
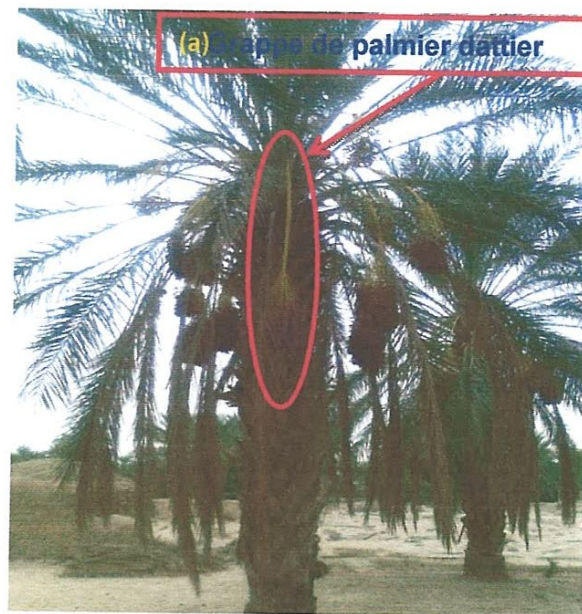


Figure. II.2 Arbre de palmier (a) la grappe de palmier dattier, (b) le bras de grappe.

II 2.3. Le bras de grappe

Le bras de grappe est un ensemble de fibres soudées parallèlement pour former une manche aplatie avec les angles arrondis (Fig. II.2b et Fig. II.3). Une des extrémités est plongée dans le cœur du port, entre la raie et le port. L'autre se termine par un nombre de ramifications en forme de balai où sont accrochées les dattes en séries. Les fibres utilisées dans ce travail sont extraites des bras de grappes.

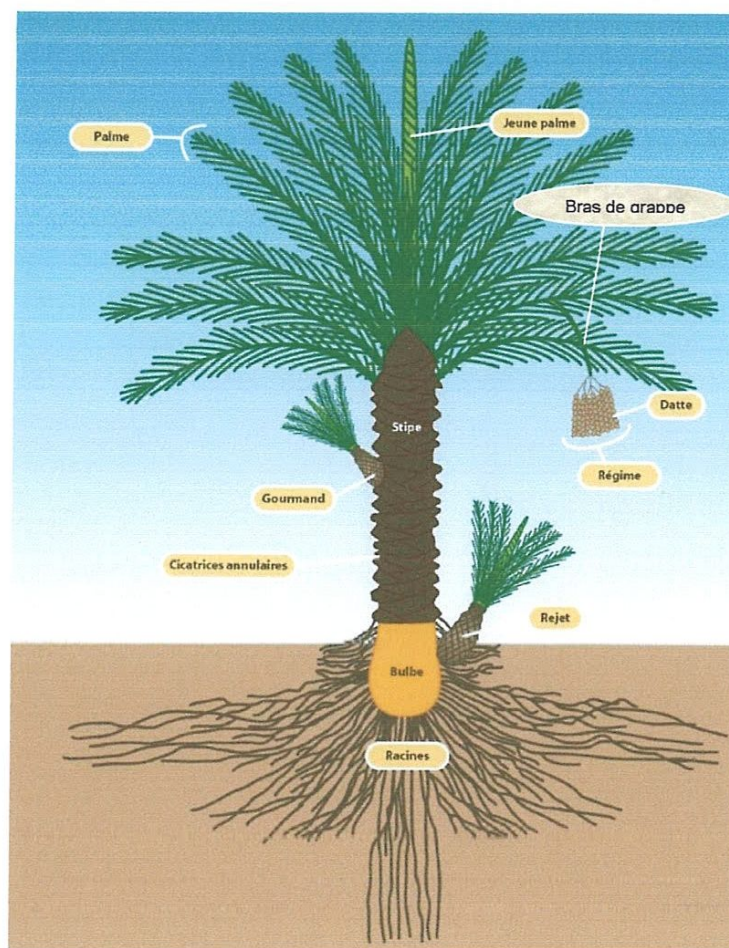


Figure II.3 Présentation schématique d'un palmier dattier.

II 3. Extraction des fibres

Un des objectifs le plus important pour tous les chercheurs est de trouver comment faire l'extraction des fibres à partir de la source végétale, sans pour autant perdre les propriétés physicochimiques, par une méthode économique [32], [33]. Plusieurs méthodes sont utilisées dans ce domaine, l'une d'elles consiste à immerger l'échantillon dans l'eau pour l'extraction de la fibre de dattes par exemple, d'autres utilisent des solutions chimiques tels que les alcalins [34].

Dans notre étude nous avons utilisé la tige de grappe de palmier dattier et afin de séparer les fibres du reste de la grappe, nous avons utilisé une méthode qui consiste à plonger les tiges dans un tonneau (fût) ouvert pendant 1 à 2 jours à une température ambiante (d'environ 25°). Ensuite, les bras de grappe sont frotté avec une brosse métallique pour

séparer la fibre du reste de la matrice organique (la lignine) et on fin la fibre de palmier est obtenue (Fig. II.4). En générale on obtien des fibres ayant un diamètre de moyen de l'orde de 0,45 mm et une longueur variant de 80 a 120 cm.



Figure. II.4. *Fibres extraite.*

II 4. Préparation des éprouvettes

Après l'obtention des fibres ces dernières sont coupées à une longueur constante de 150 mm puis arrangée en plusieurs séries de faisceau de 60 fibres chacune (Fig. II.5).



Figure. II.5. *Les éprouvette de traction.*

II 5. Traitement chimiques des fibres

Les fibres naturelles de palmier dattier en été émergé, à une température ambiante, dans une solution de NaOH avec différentes concentrations (1% et 3%) et pour différentes durées à savoir 0,5, 1, 2, 4, 6 et 8 heures (Fig. II.6). Ensuite, les fibres ont été rincées à l'eau avant d'être plongées dans l'acide sulfurique pendant 5 minutes, puis émergées dans l'eau distillée pendant 15 min pour avoir un PH neutre. Enfin, les fibres ont été séchées dans une étuve à une température de 70 °C pendant une durée de 5 heures (Fig. II.7).



Figure. II.6 Le traitement chimique de la fibre



Figure. II.7. L'étuve de séchage.

II 6. Mesure du diamètre des fibres

Les diamètres des fibres ont été mesurés en utilisant un microscope optique binoculaire type ZEISS équipé d'un appareil photo Moticam 2500 à commande numérique piloté par un programme de traitement d'images MotiCImages Plus V2.0 (Fig. II.8). Contenue de la variabilité des dimensions des fibres naturelle, neuf mesure ont été prise pour calculé le diamètre moyen de la fibre de palmier dattier, tout en supposant que la fibre a une forme cylindrique (Fig. II.9). Les fibres de palmier dattier ont un diamètre approximatif de $450\ \mu\text{m}$ et une longueur de 0,8 à 1,2 m.



Figure. II.8. Microscope optique.

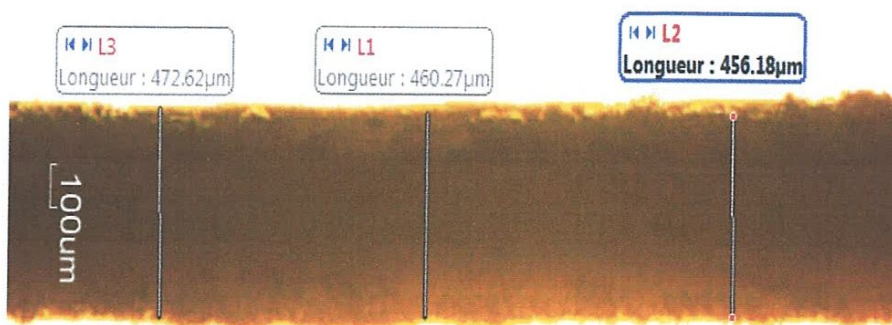


Figure. II.9. Mesure de diamètre.

II 7. Condition d'essais

13 séries contenant chacune 30 fibres ont été testés soit un totale de 390 fibres traité et non traités par le NaOH avec différent temps de traitement. En raison de la variabilité de la fibre naturelles 30 échantillons sont testés pour chaque série (30 fibre par série) avec une longueur de mesure (GL) de 50 mm. Les essais de traction ont été effectués avec une vitesse constante de 1 mm/min. Tous les tests ont été effectués à une température ambiante de 24 °C et une hygrométrie d'environ 50 %.

Les propriétés mécanique ont été calculé à partir des essais statique en traction suivant la norme ASTM D 3822-01 a savoir la contrainte à la rupture est calculé selon la formule (1), le module de Young est calculé à partir de la zone élastique déformation entre 0,5 à 1 %.

$$\sigma(\text{MPa}) = \frac{F}{S} = \frac{F}{\pi r^2} \quad (1)$$

II 7.1. Machine d'essais

Les essais de traction sont réalisés sur une machine d'essai universel de type **ZWICK ROELLE Z005** (Fig. II.10). Cette machine est constituée d'une cellule de charge de 5 kN et un système d'entraînement de la traverse à l'aide d'un moteur électrique. La machine est pilotée par un logiciel Test expert V10.11 qui permet d'enregistrer les résultats sur un procès-verbal d'essais.



Figure. II.10. Machine d'essai.

II 8. Conclusion

Le chapitre II décrit et explique les techniques expérimentales utilisées pour la préparation des échantillons, en plus d'une citation du matériel (machines d'essai, microscope optique, étuve,...etc.). Les échantillons sont des fibres extraites des bras des grappes de palmier dattier. Ces éprouvettes sont traitées chimiquement dans une solution alcaline (NaOH) avec des concentrations comprise entre 1 et 3 % et pendant des durées d'immersion comprise entre 0,5 et 8 heures. Les éprouvettes sont séchées dans une étuve à une température de 70°C pendant 5 heures et avant d'être testés en traction statique ces échantillons sont mesurés avec un microscope binoculaire.

Chapitre III

Résultats et discussion

Chapitre III

Résultats et discussion

III.1. Introduction

Ce chapitre décrit les travaux expérimentaux effectués pour la détermination des caractéristiques mécaniques de la fibre de palmier dattier, préparées au laboratoire à l'université 8 Mai 1945 Guelma, testés en traction statique et il s'agit donc :

D'essai de traction statique effectué sur le renfort en fibre de palmier pour lesquelles la contrainte, déformation et module d'Young sont déterminés.

Les fibres de palmier dattier testées en traction statique dans les mêmes conditions sont regroupées en treize séries de trente spécimens chacune, donc un total de 390 fibres ont été utilisées dans ce travail et leurs courbes contrainte/déformation sont présentées.

Enfin, les résultats présentent une grande dispersion, ceci est un caractère des fibres naturelles, d'où la nécessité d'une étude statistique et probabiliste pour cela une étude statistique des résultats obtenue est effectuée par l'utilisation de la distribution de Weibull.

III. 2. Résultats et discussions

Les fibres de palmier dattier, regroupées en 13 séries de 30 éprouvettes chacune, traité et non traité par hydroxyde de Sodium (NaOH) pour différente concentration et différente durées sont testées en traction statique dans les mêmes conditions. Dans les figures III (1, 2 et 3) est représenté les courbes contrainte/déformation des 13 séries effectuées en traction sur une seule fibre de palmier dattier. Il est évident qu'il y a une dispersion importante dans les résultats, ceci est un caractère des fibres naturelles qui dépend de plusieurs paramètres tel que la maturité de la plante, position de la fibre dans bras des grappes etc., d'où la nécessité d'une étude statistiques.

Il apparaît que la fibre de palmier dattier traité et non traité testé en traction statique présente la même allure (comportement) soit un comportement pratiquement linéaire jusqu'à la rupture brutale de l'éprouvette.

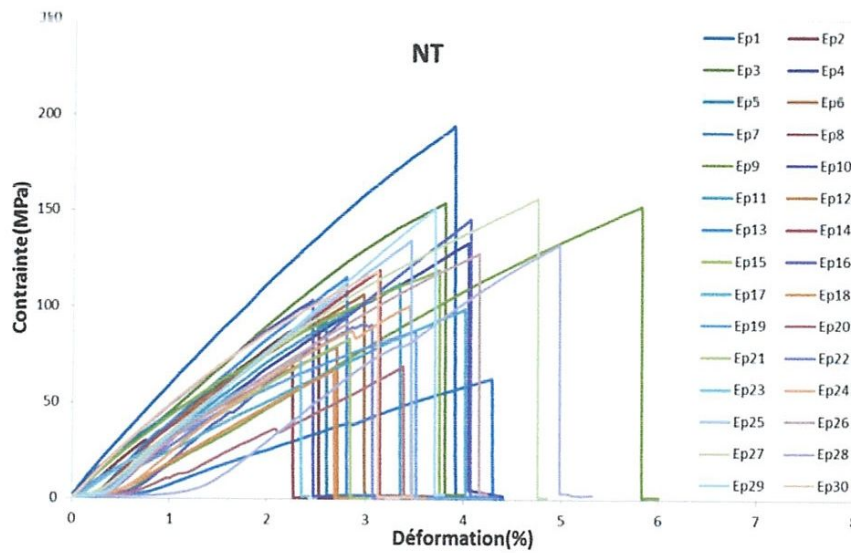


Figure III.1 Contrainte/déformation des fibres de palmier non traité.

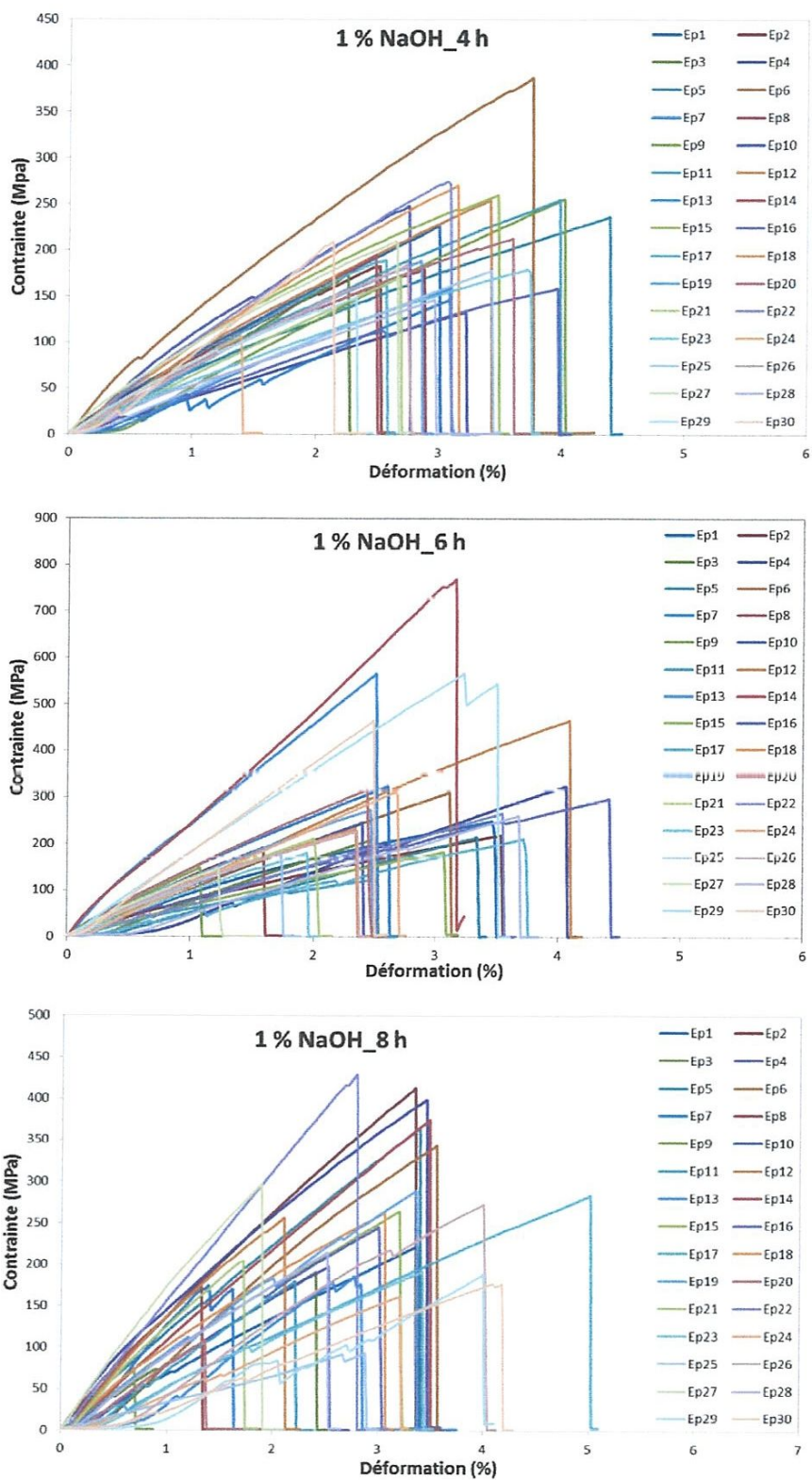
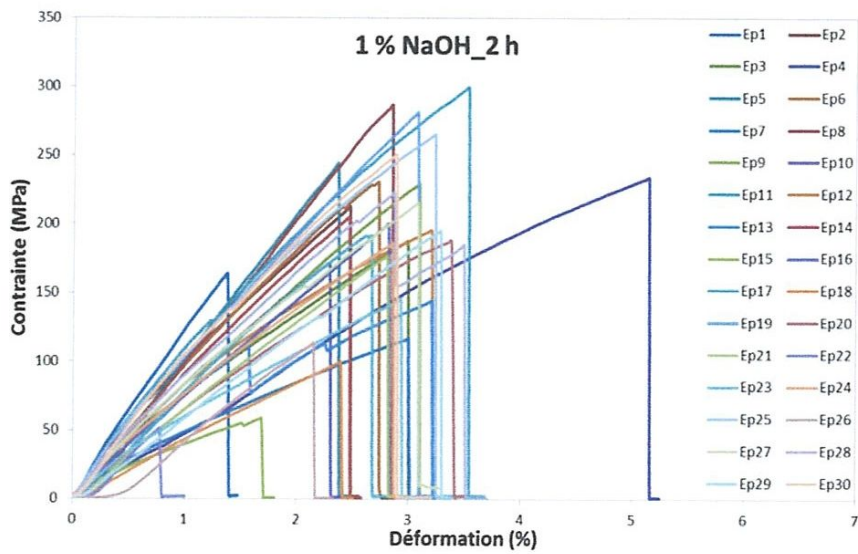
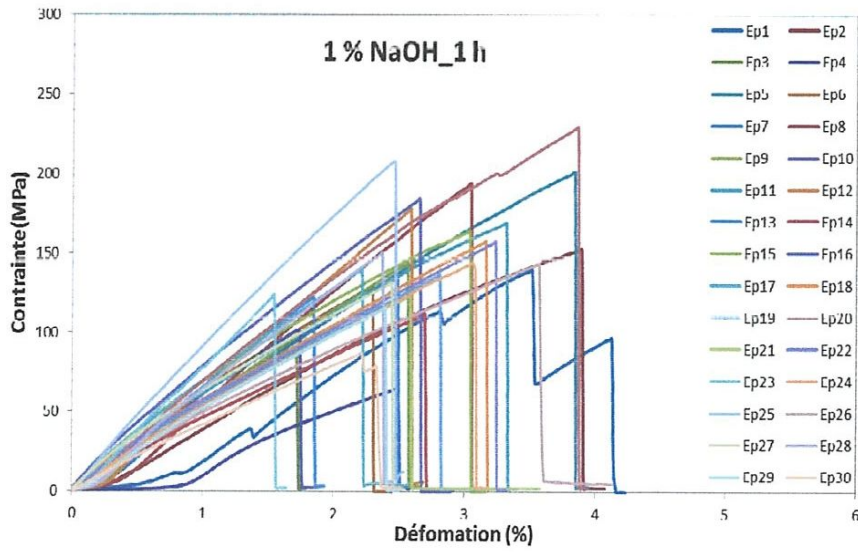
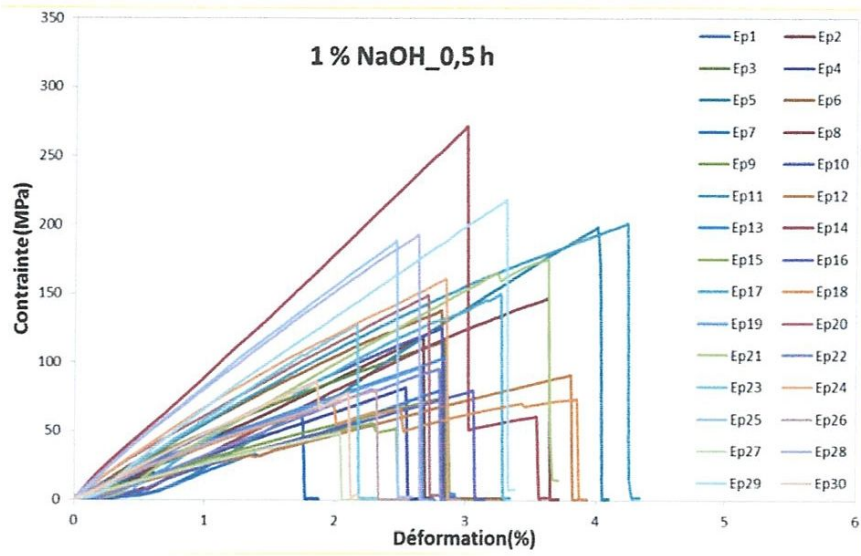
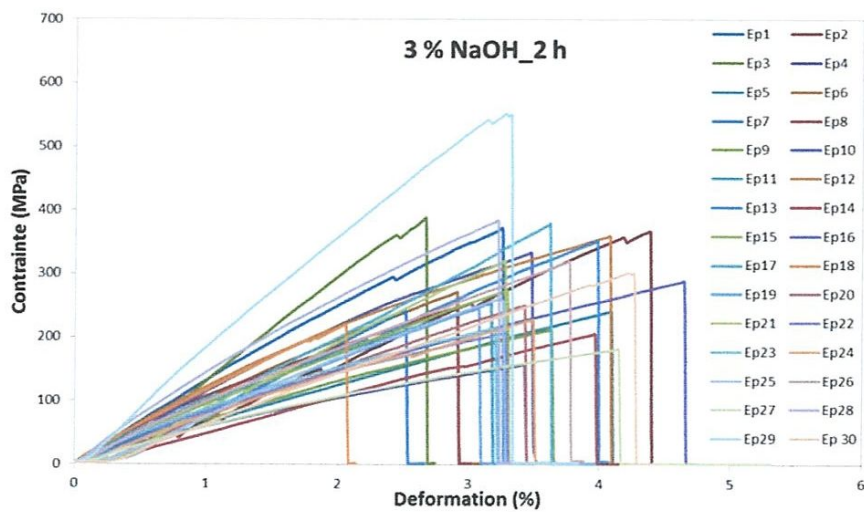
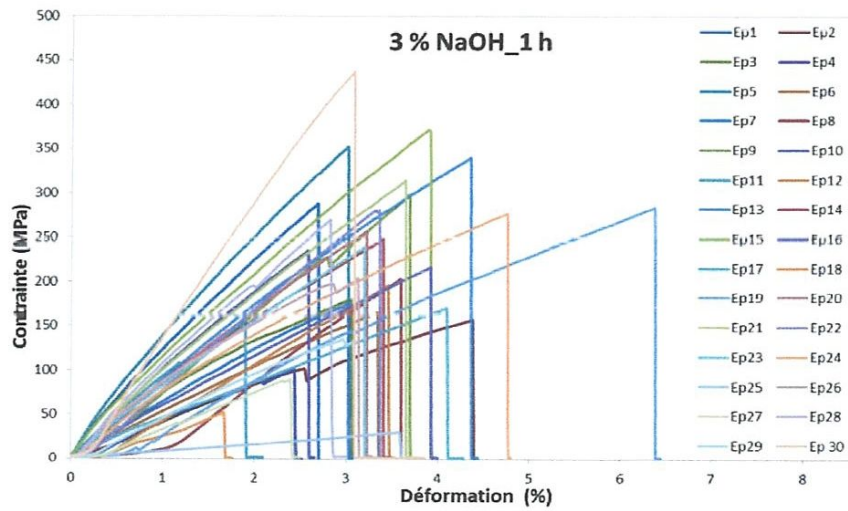
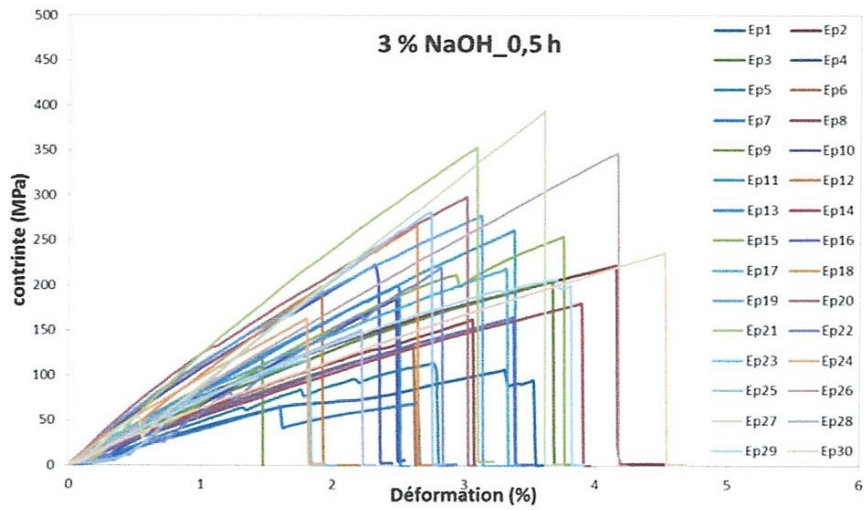


Figure III.2 Contraite/déformation des 6 séries de fibres de palmier traité avec 1% de concentration de NaOH avec différente durée d'immersion de 0,5 à 8 heures.





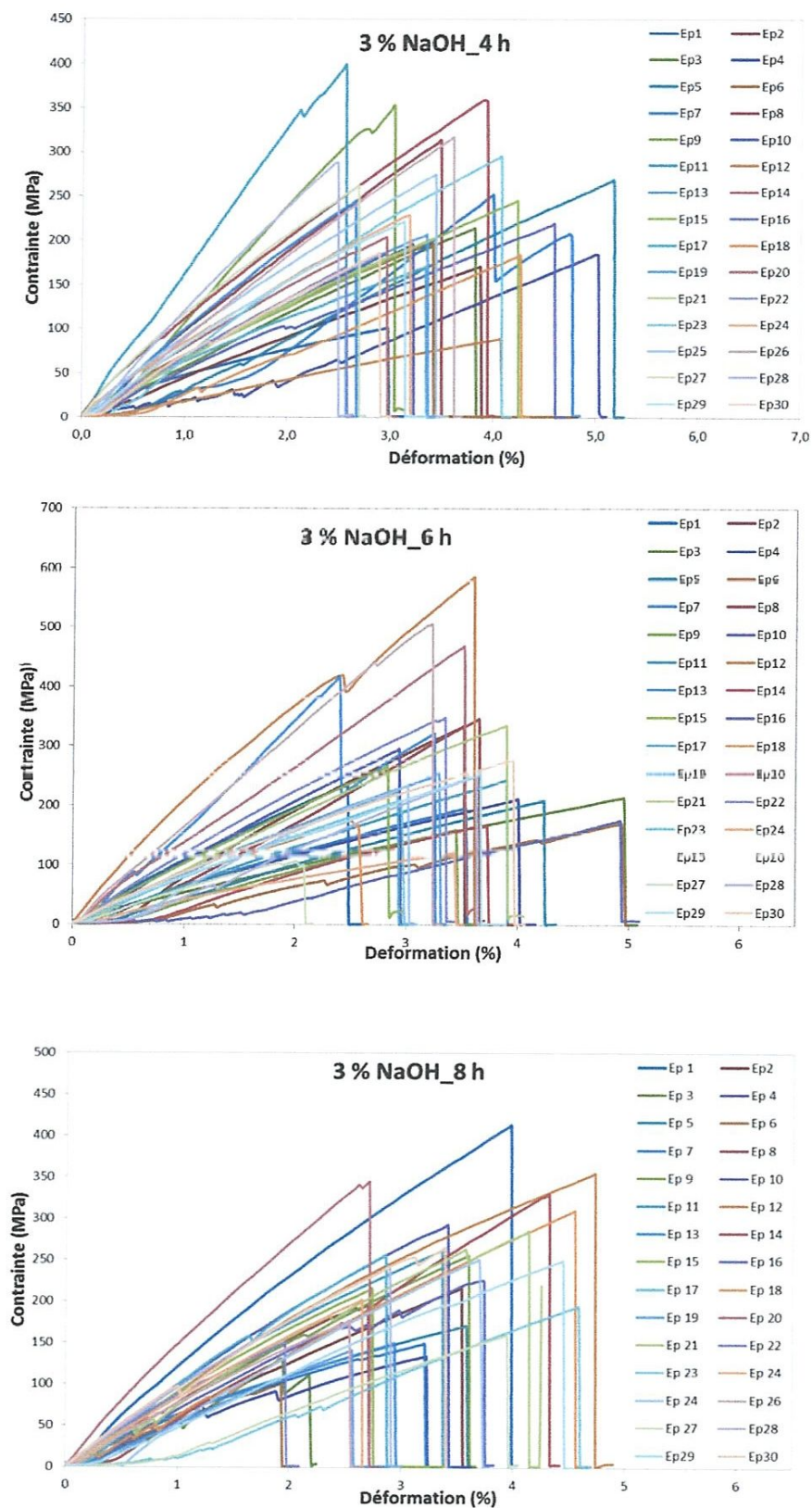


Figure III.3 Contrainte/déformation des 6 séries de fibres de palmier traité avec 3 % de concentration de NaOH avec différente durée d'immersion de 0,5 à 8 heures.

Les **Figures III4 et III5** montrent les valeurs expérimentaux obtenues des contraintes, déformations à la rupture et des modules de Young des spécimens testés de la fibre de palmier dattier non traité et traité par différente durée immersion dans une solution de NaOH ayant une concentration de 1 ou 3%.

Les résultats expérimentaux sont regroupé dans le tableau III.1 qui montre bien les dispersions assez significative des diamètres des fibres testés ainsi que des valeurs des propriétés mécaniques obtenues ; ceci montre bien que nous avons à faire à un matériau très hétérogène et donc un traitement statistique est nécessaire. Les dispersions dans les valeurs obtenues peuvent être dues à trois facteurs principaux d'après Silva et al. [35, 33]: paramètres/états d'essai, caractéristiques du centre de la fibre et de 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 déformation, type de mors (grips) de la machine, et conformité de la machine. Pour ce qui concerne les caractéristiques de la plante, l'âge, type de traitement (mécanisme d'extraction de la fibre) aussi bien que la microstructure de la fibre.

Ces résultats montrent une grande dispersion des valeurs de la contrainte à la rupture et du module de Young par contre ces dispersions sont plus faibles pour la déformation à la rupture. Ceci peut être dû à l'effet du traitement sur la fibre de palmier dattier et que cette fibre naturelle n'a pas la même capacité à supporter le traitement chimique cela dépend de la composition, la taille et le fondement biologique environnant (la lignine) ainsi que de la maturité et l'âge de ces fibres.

L'effet du traitement alcalin est bien visible (Tableau. III 1) et l'augmentation des propriétés mécaniques dépendent fortement de la concentration du produit chimique utilisé (NaOH) et de la durée du traitement. A titre d'exemple, la fibre non traité possède les caractéristiques mécaniques moyennes de la contrainte à la rupture et du module de Young respectivement : **111,76 MPa** et **3653,44 MPa**. Par contre, des augmentations de la contrainte à la rupture de **25,89 %**, **28,93 %**, **86,28 %**, **82,26 %**, **152,55 %** et **115,45 %** sont enregistré respectivement pour des fibres traités par 1% de NaOH pour des durées d'immersion respectivement de 0,5, 1, 2, 4, 6 et 8 heures. Les augmentations de la contrainte sont plus importante pour les faibles durées d'immersions des fibres traités avec 3 % de NaOH notamment pour les mêmes durées soit respectivement **88,64 %**, **100,38%**, **157,48 %**, **109,45 %**, **137,95 %** et **103,56 %**. Ces mêmes constatations sont aussi valable pour le module de Young soit des augmentations de : **45 %**, **59,02 %**, **133,12 %**, **113,30 %**, **198,22 %** et **172,43 %** pour les fibres traités avec 1% de concentration de NaOH et **122,45 %**, **106,21 %**, **169,45 %**, **113,25 %**, **135,20 %** et **110,79 %** pour ceux traités avec 3% de NaOH (**Tableau III 1**). Il

est important aussi de signalé aussi que les traitements chimique conduise a une diminution des déformations. Cette diminution est maximale pour les fibres traitées avec 1 % NaOH pour une durée d'immersion de 6 heures ou une réduction de 22,45 % est enregistrée.

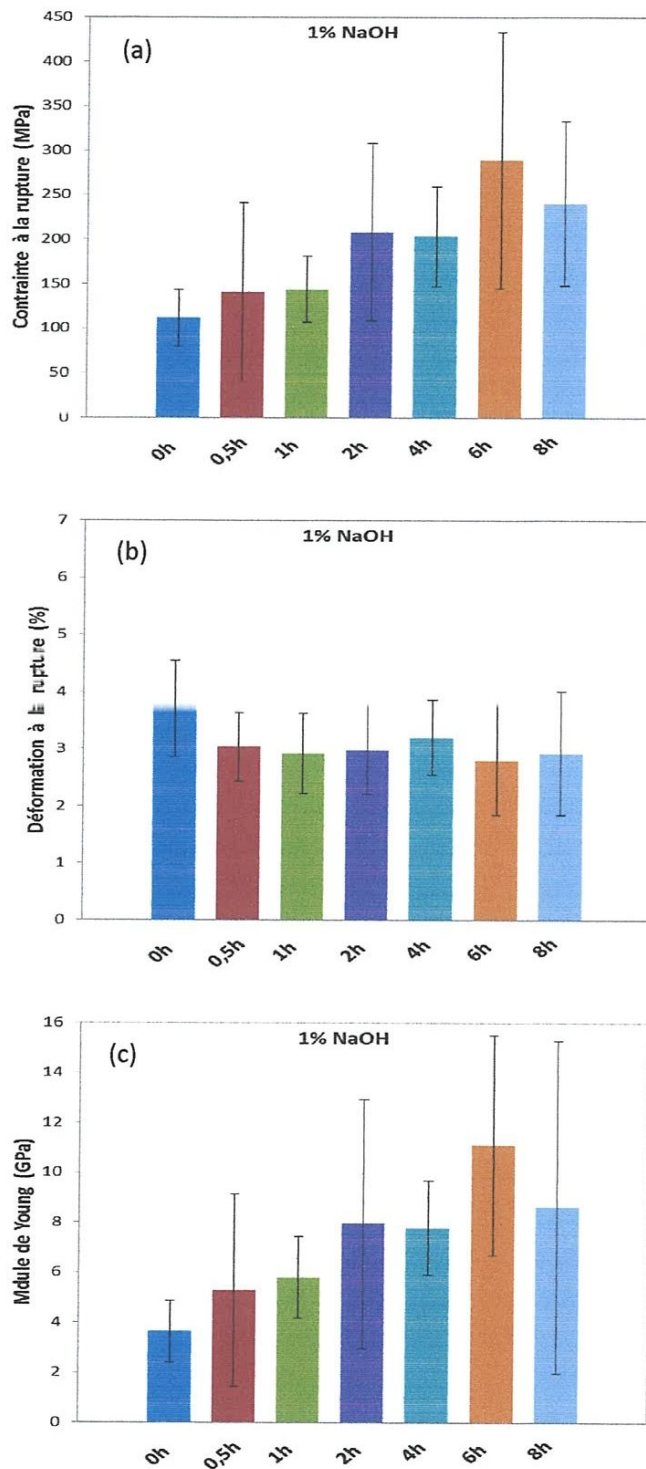


Figure. III.4. Propriétés mécaniques de la fibre de palmier non traité et traité avec 1% de concentration de NaOH aux différentes durées allant de 0,5 à 8 heures.

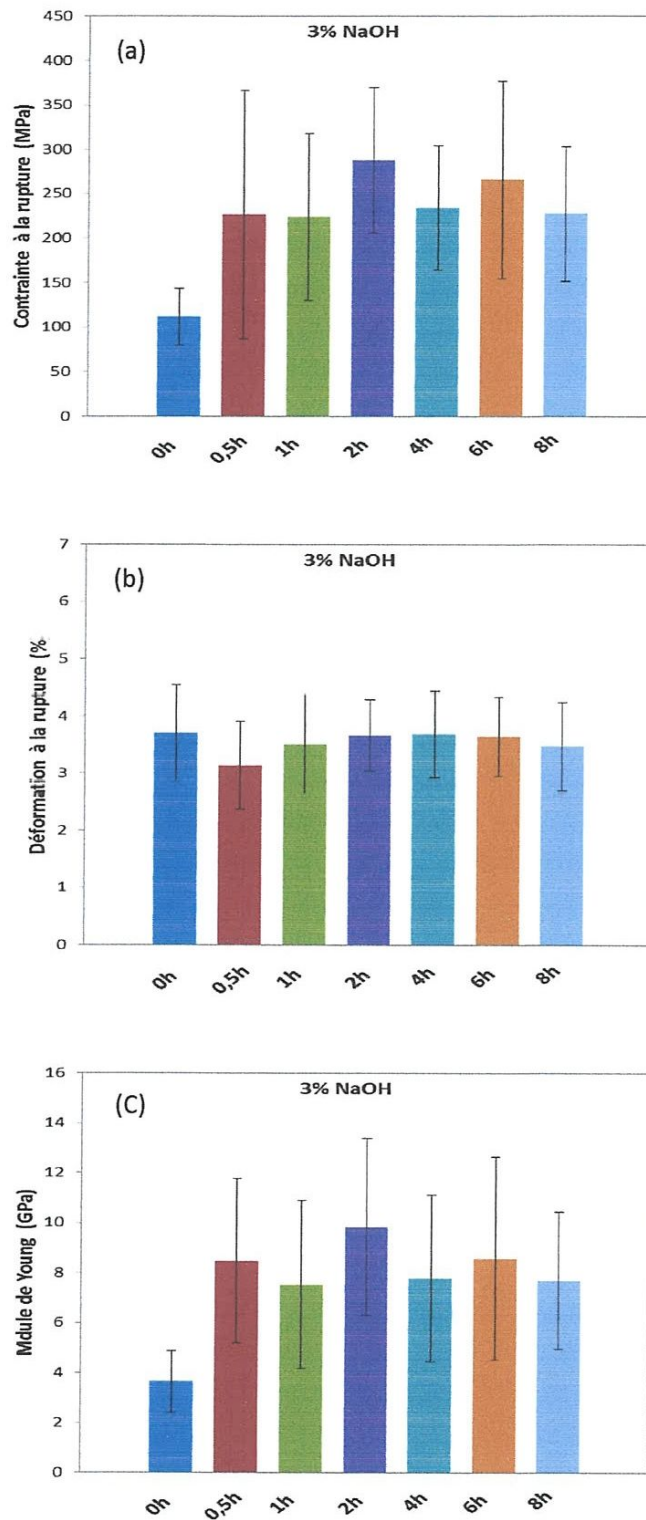


Figure. III.5 Propriétés mécaniques de la fibre de palmier non traité et traité avec 1% de concentration de NaOH aux différentes durées allant de 0,5 à 8 heures.

Tableau. III.1 Résumé des propriétés mécanique des fibres de palmier dattier non traité et traité par 1 et 3% de concentration de NaOH pour des durée de traitement de 0,5, 1, 2, 4, 6 et 8 heures.

Duré	Diamètre (μm)	ε (%)	Variation de ε (%)	σ (MPa)	σ (%)	E (MPa)	E (%)
Non traités	633,16 \pm 67,30	3,70 \pm 0,84	-	111,76 \pm 32,07	-	3653,44 \pm 1234,37	-
1 % NaOH_0,5 H	582,8 \pm 109,17	3,03 \pm 0,6	-18,13	140,74 \pm 106,4	25,89	5296,85 \pm 3840,05	45,00
1 % NaOH_1 H	505,26 \pm 46,59	2,92 \pm 0,70	-21,10	144,13 \pm 37,06	28,93	5808,89 \pm 1631,18	59,02
1 % NaOH_2 H	427,91 \pm 84,17	2,97 \pm 0,76	-19,75	208,1 \pm 100,04	86,28	8516,87 \pm 3912,87	133,12
1 % NaOH_4 H	459,48 \pm 77,44	3,20 \pm 0,65	-13,54	203,71 \pm 56,08	82,26	7792,21 \pm 1884,77	113,30
1 % NaOH_6 H	375,53 \pm 61,35	2,87 \pm 0,81	-22,45	282,26 \pm 123,2	152,55	10894,18 \pm 4045,3	198,22
1 % NaOH_8 H	385,18 \pm 81,15	2,92 \pm 1,07	-21,10	240,82 \pm 92,62	115,45	9952,77 \pm 4350,91	172,43
3 % NaOH_0,5 H	427,17 \pm 106,4	3,14 \pm 0,77	-15,16	210,83 \pm 77,33	88,64	8126,13 \pm 2582,28	122,45
3 % NaOH_1 H	439,85 \pm 81,72	3,50 \pm 0,88	-5,43	223,95 \pm 94,39	100,38	7532,64 \pm 3357,44	106,21
3 % NaOH_2 H	387,91 \pm 56,84	3,67 \pm 0,63	-0,84	287,76 \pm 82,37	157,48	9842,53 \pm 3553,34	169,45
3 % NaOH_4 H	447,43 \pm 90,02	3,69 \pm 0,76	-0,30	234,09 \pm 70,85	109,45	7789,79 \pm 3324,43	113,25
3 % NaOH_6 H	421,07 \pm 73,22	3,64 \pm 0,68	-1,65	265,9 \pm 111,76	137,95,	8591,79 \pm 4062,71	135,20
3 % NaOH_8 H	430,43 \pm 64,24	3,48 \pm 0,76	-5,97	227,51 \pm 76,09	103,56	7700,03 \pm 2746,64	110,79

La figure III.6 montre les courbes type du comportement contrainte/déformation de la fibre de palmier dattier non traité comparé à celle traités par 3 % de concentration NaOH pour une durée de 2 heures (donnant le meilleur résultats). Ce comportement est quasi linéaire jusqu'à la rupture fragile des éprouvettes, la fibre traité est caractérisé par une contrainte moyenne **287,76 MPa** et une déformation a la rupture de **3,67 %** alors que la fibre non traité ces valeurs sont respectivement de **111,76 MPa**, **3,70 %**.

Le traitement chimique par le NaOH avec différentes concentration et différent temps d'immersion permet une amélioration des caractéristiques mécanique à savoir, la contrainte et la déformation à la rupture ainsi que du module de Young. Le traitement des fibres par le NaOH avec une concentration de 3 % pour une durée de 2 heures permet d'avoir les améliorations des caractéristiques les plus importantes soit des augmentations de 157,48 % et 169,45 % de la contrainte à la rupture et du module de Young respectivement.

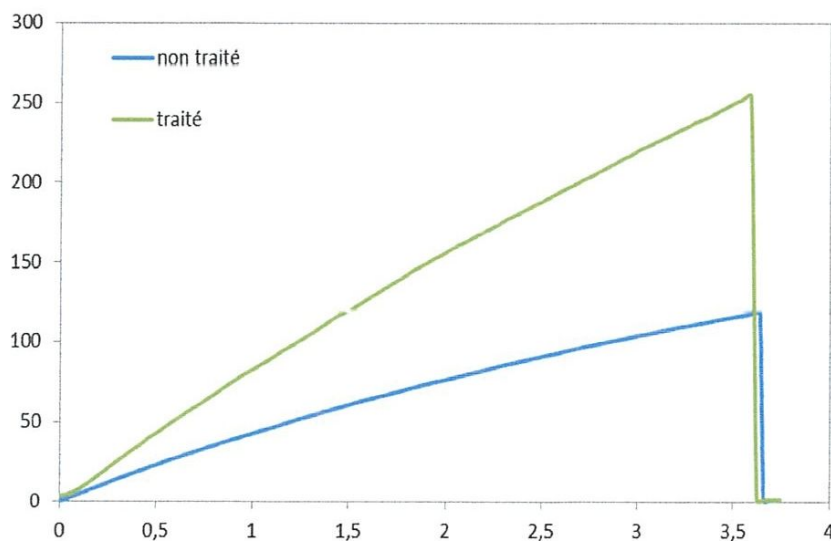
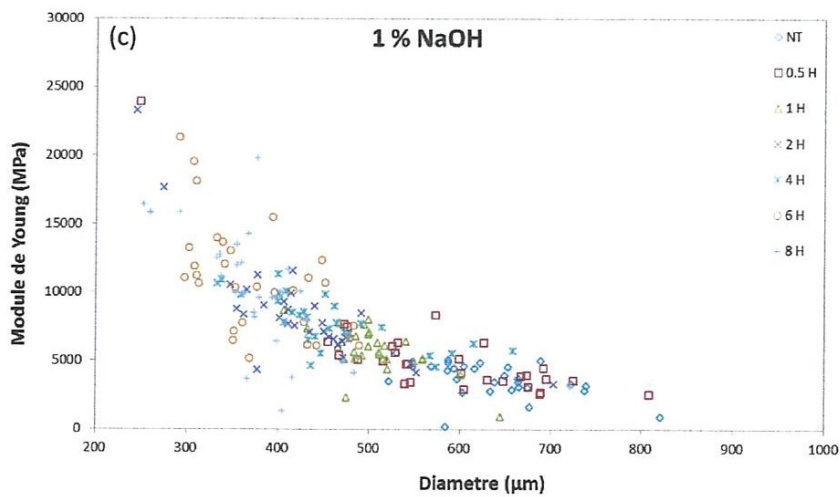
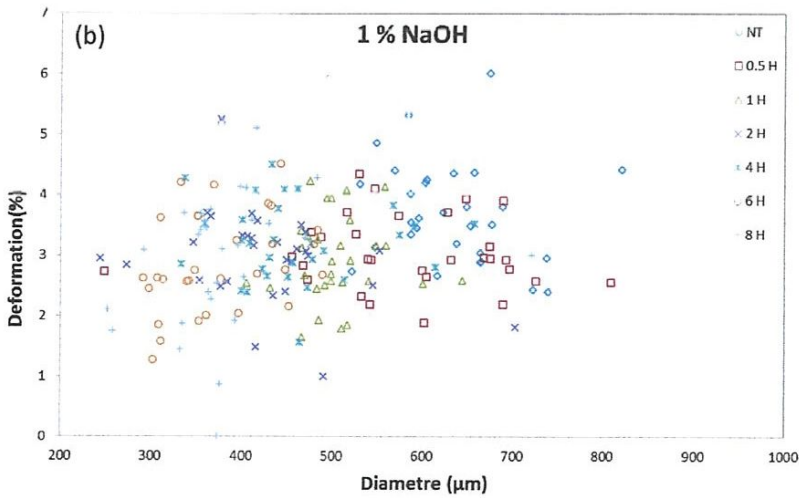
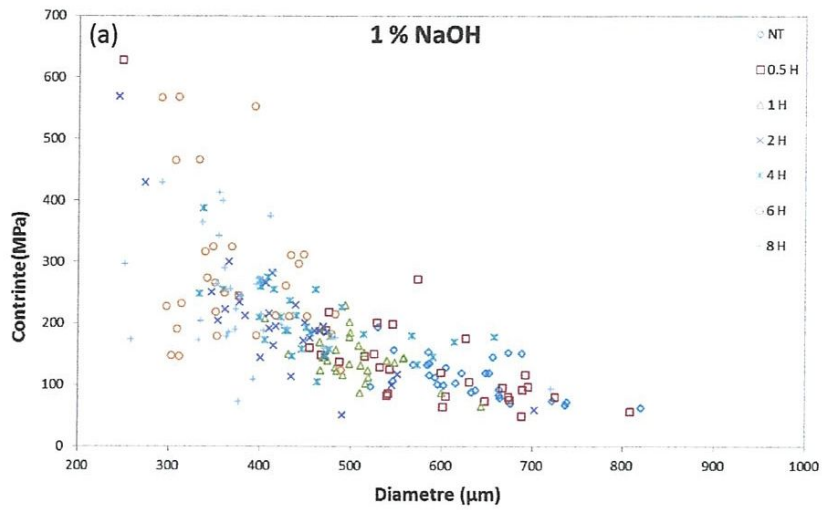


Figure. III.6 Courbe type contrainte/déformation des fibres non traités comparé à celle traités ayant la meilleure amélioration des propriétés mécanique (Contrainte et module de Young).

Les résultats des propriétés mécaniques en fonction du diamètre de la fibre de palmier dattier (Fig. III.7), non traité et traité par NaOH avec une concentrations de 1 et 3% pour les durées de 0,5, 1, 2, 4, 6 et 8 heures se caractérisent par des dispersions qui sont due principalement d'une part à l'origine de leur emplacement dans les plantes (bras de grappe) et aussi à la méthode d'extractions de ces fibres. Les fibres ne possèdent pas les mêmes dimensions tout le long du bras de grappe, c'est à dire que les dimensions des fibres, dans une section droite, sont plus importantes (gros) au centre du bras de grappe et possèdent plus de matrice organique (lignine) par rapport aux fibres du contour et ceci est fonction de la maturation de la plante. Les dimensions du bras de grappe sont plus grandes du côté du stipe par rapport au côté du régime de datte (fig. II.3). De plus, les fibres des bras de grappe plus

mures (plus âgés) possèdent des fibres de dimension plus grandes que celle plus jeunes de la même plante de palmier dattier.



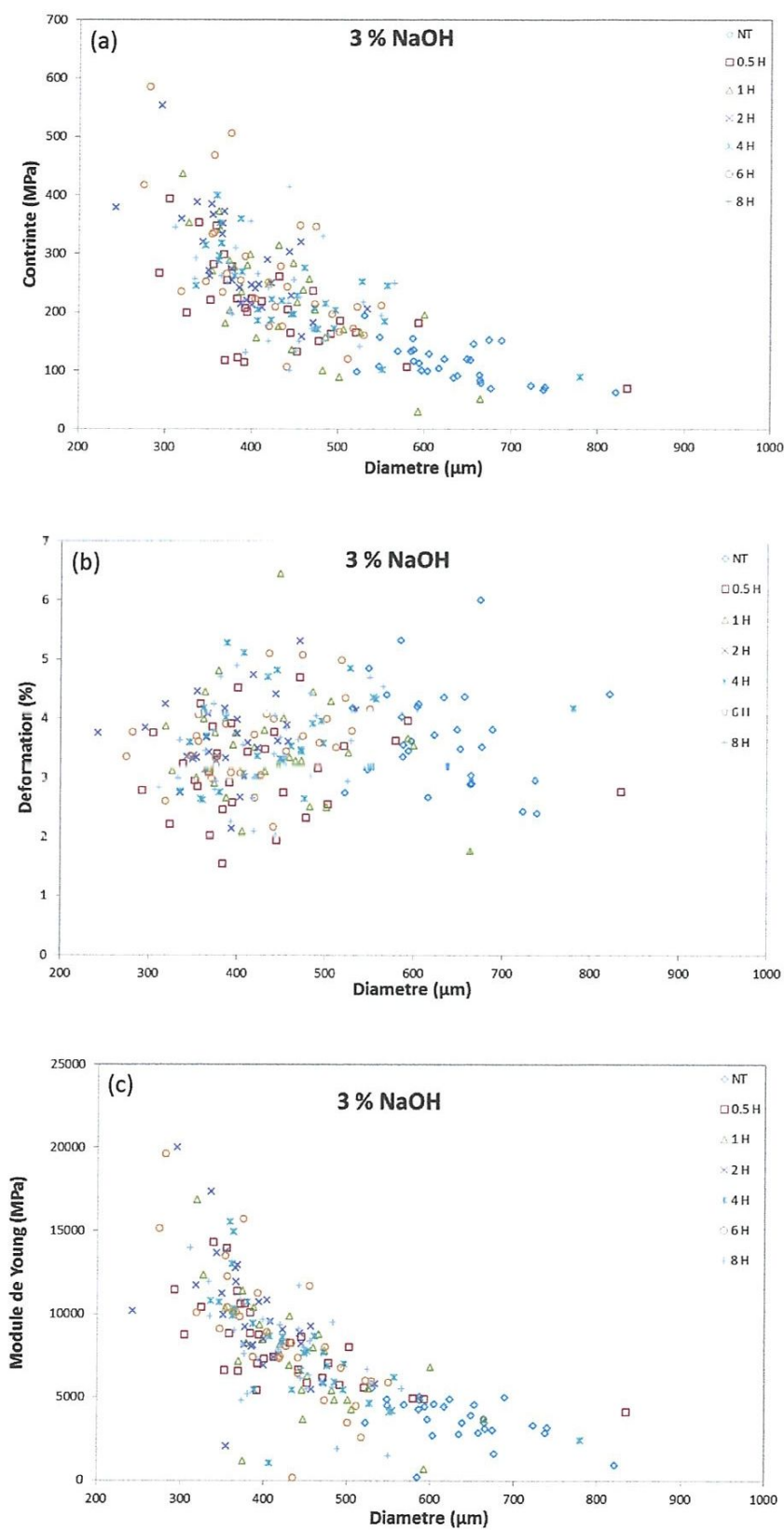


Figure. III.7 Propriétés mécaniques de la fibre de palmier dattier (a) Contrainte en fonction de diamètre (b) Déformation en fonction du diamètre (c) Module de Young en fonction de diamètre

L'analyse des résultats obtenues permet de signaler que les fibres de palmier dattier traité, pour une durée de 2 h à 3% de NaOH possède le meilleur comportement permettant d'avoir la valeur moyenne de la contrainte la plus élevée (287,76 MPa), par contre Alawar *et al* [11] trouve pour la fibre de Palmier (mat) traité à une concentration de NaOH de 1% avec une durée 1h. La résistance et le module d'Young de la fibre sont fortement dépendants du diamètre de la fibre. Il est à noter que le diamètre de la fibre influence fortement la résistance (contrainte) et le module d'Young; ces deux paramètres diminuent avec l'augmentation du diamètre de la fibre. Par contre, les traitements chimiques par le NaOH influencent peut-être la déformation à la rupture. La variation des diamètres serait le fait de l'âge (stade de maturité), la position de la fibre dans le bras de grappe et aussi du fait de l'existence de différentes variétés de palmier dattier. Le traitement statistique des résultats permet d'ajuster les données sur la résistance à une loi de distribution afin d'estimer les caractéristiques mécaniques moyennes du matériau. En général, la distribution de Weibull ou la distribution lognormale sont les meilleurs candidats pour les données des propriétés mécaniques.

La distribution de Weibull à deux paramètres a été appliquée pour les propriétés mécaniques à savoir la contrainte à la rupture et le module de Young qui ont montré de grandes dispersions des résultats (Fig. III.2), et l'équation de Weibull est comme suit [36]:

$$F(\chi) = \exp \left[- \left(\frac{\chi}{\chi_0} \right)^{m_x} \right]$$

où $F(\chi)$ est la probabilité de survie en fonction du paramètre χ ;

m est un paramètre de forme sans dimensions qui relie directement aux dispersions des données expérimentales, et χ_0 est un paramètre local représentant une valeur moyenne de χ [37].

Les Figures. III.8 et 9 montrent la distribution de Weibull pour la contrainte à la rupture et le module de Young des fibres de palmier dattier non traité et traité pour les concentrations de 1% et 3% pour les durées respectivement de 6h et 2h. La distribution de Weibull à deux paramètres fournit une approximation raisonnable des données expérimentales pour les deux propriétés mécaniques. La forme de Weibull et les paramètres locaux (qui sont des valeurs caractéristiques de la distribution) pour chaque propriété. Le module de Weibull de la contrainte à la rupture m_σ et du module de Young m_E sont respectivement 3,98 et 1,86 (tableau.III.2) pour une longueur de mesure (GL) de 50 mm. Les modules de Weibull de la contrainte m_σ trouvés dans la littérature pour différents types de fibre et GL sont présentés dans le Tableau. III.3. À titre comparatif, les fibres naturelles de *sisal* pour une GL de 10 mm est de 4,6 alors que celle de palmier dattier du présent travail est seulement de 3,98.

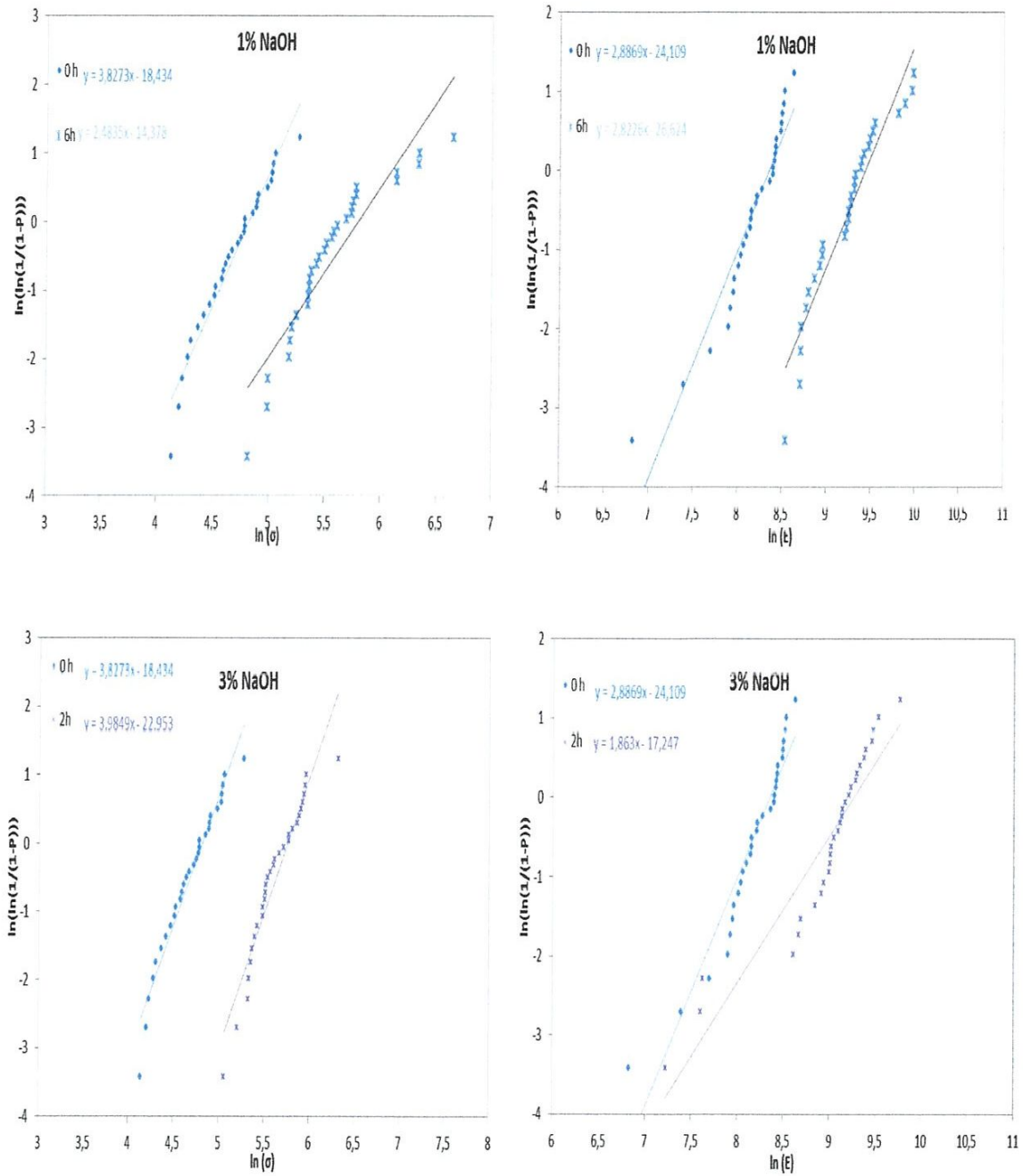


Figure III.8 Distribution de Weibull pour la contrainte et le module de Young des fibres traité pour différente concentration et différente durées.

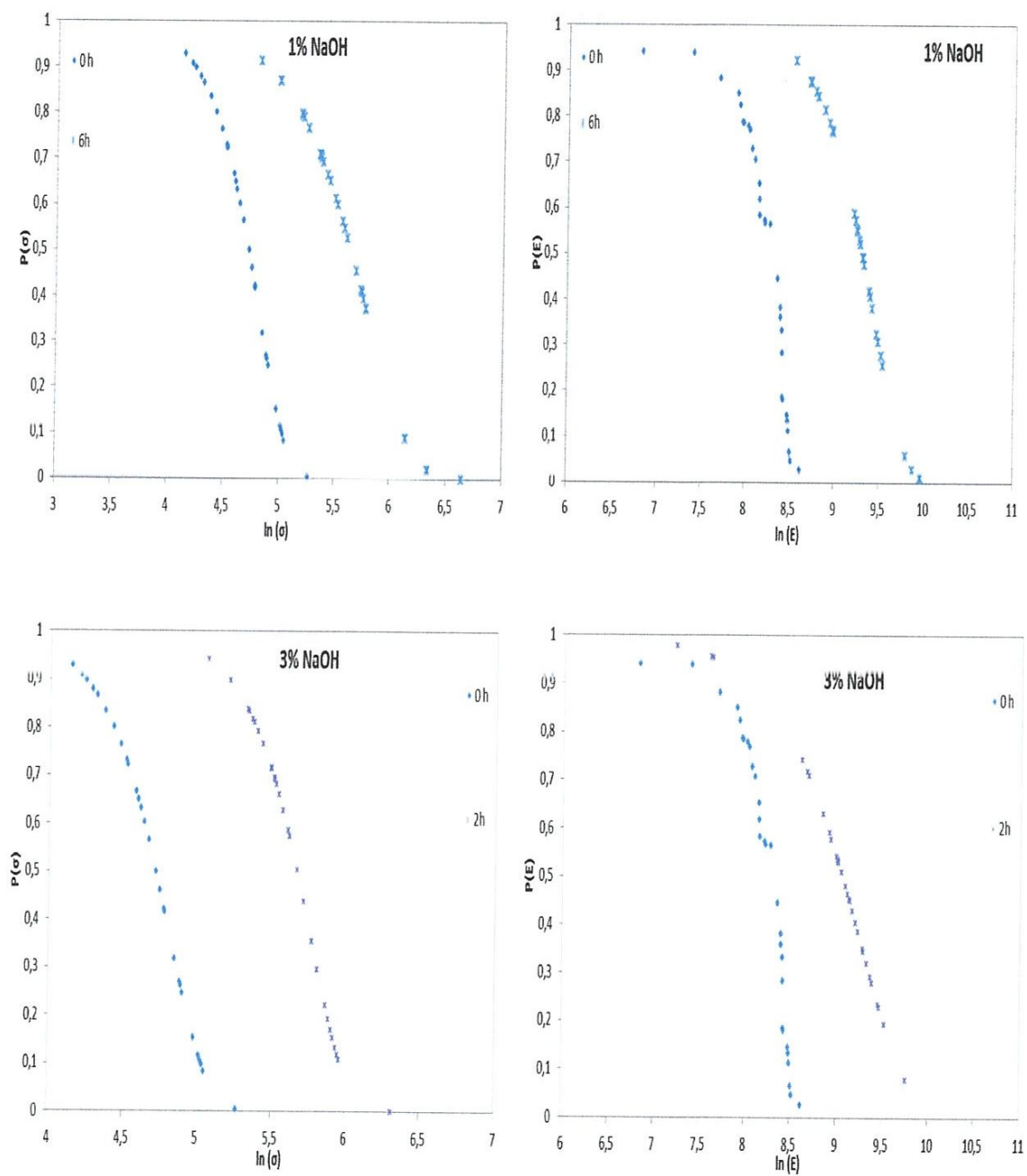


Figure III.9 Probabilité de survie de Weibull pour la contrainte et le module de Young des fibres traitées pour différente concentration et différente durées.

Tableau. III.2 Résumé du module de Weibull de la Contrainte et la module de Young.

Durée	Diamètre	m_{σ}	Variation de m_{σ} %	m_E	Variation de m_E %
NONTR	633,16 ± 67,30	3,83	;	2,89	;
1 % NaOH_0,5 H	582,81 ± 109,17	1,97	-48.46	2,19	-24.10
1 % NaOH_1 H	505,26 ± 46,59	4,08	6.65	2,33	-19.21
1 % NaOH_2 H	427,91 ± 84,17	2,25	-41.32	2,71	-6.23
1 % NaOH_4 H	459,48 ± 77,44	4,12	7.70	4,46	54.42
1 % NaOH_6 H	375,53 ± 61,35	2,48	-35.11	2,82	-2.22
1 % NaOH_8 H	385,18 ± 81,15	2,63	-31.19	1,87	-35.30
3 % NaOH_0,5 H	427,17 ± 106,44	2,29	-40.20	3,05	5.52
3 % NaOH 1 H	439,85 ± 81,72	1,91	-50.12	1,64	-43.21
3 % NaOH_2 H	387,91 ± 56,84	3,98	4.12	1,86	-35.47
3 % NaOH_4 H	447,43 ± 90,02	3,34	-12.63	2,03	-29.64
3 % NaOH_6 H	421,07 ± 73,22	2,76	-27.86	1,18	-59.18
3 % NaOH_8 H	430,43 ± 64,24	3,24	-15.22	2,24	-22.39

La comparaison des résultats expérimentaux obtenus avec ceux de la littérature est difficile du fait de la nature des plantes, de leurs maturités, des conditions climatiques du développement de ces plantes et des conditions d'essais, notamment la vitesse de sollicitation. Néanmoins, un résumé des résultats des essais de traction statique sur les fibres naturelles de la littérature [35, 38-41] sont présentés dans le Tableau. III.3. Les dispersions dans les valeurs obtenues sont comparées avec ceux de la littérature, peut [35, 42] est due à trois facteurs principaux: paramètres/états d'essai, caractéristiques du centre de la fibre et de la mesure de la section de la fibre. Les paramètres d'essais qui pourraient influencer les résultats peuvent être: précision de l'instrumentation, longueur de mesure, vitesse de déformation, type de mors (grips) de la machine, et conformité de la machine. Pour ce qui concerne les caractéristiques de la plante, l'âge, type de traitement (mécanisme d'extraction de la fibre) aussi bien que la microstructure de la fibre.

Tableau. III.3 Résumé des propriétés mécanique des fibres naturelles en traction de la littérature comparé au présent travail.

Type de fibre	GL (mm)	Contrainte à la rupture (MPa)	module de Young (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Module Weibull		Référence
					m_{σ}	m_E	
Sisal	10	391 ± 89 10	7 ± 4.	5,2 ± 2.5	4.6		[35]
Sisal	20	392 ± 105	10,4 ± 3.0	3,8 ± 1.1	3.7		[35]
Sisal	30	385 ± 99	14,8 ± 6.2	2,8 ± 0.6	3.6		[35]
Sisal	40	400 ± 126	15,7 ± 6.0	2,6 ± 0.8	3.0		[35]
P. tenax	20	770 ± 320	23,89 ± 9.45	5,04 ± 0.80	2.491		[38]
P. tenax	30	579 ± 286	27.22 ± 10.51	3.25 ± 0.99	2.258		[38]
P. tenax	40	465 ± 214	27.39 ± 12.06	2.26 ± 0.20	2.238		[38]
Lin	-	1339 ± 486	58 ± 15	3,27 ± 0.4	-		[39]
Jute	20	505 ± 165	30 ± 14	-	-		[40]
Chanvre	8	636 ± 253	24,7 ± 11.4	2,1 ± 0.7	-		[41]
L'Agave americana	10	132 ± 111	1.81 ± 0.73	51.62 ± 38.99	3,07	3.41	[33]
Palmier dattier	50	287.76 ± 82.37	9.842 ± 3.553	3.61 ±	3,98	1,86	Présente étude

III. 3. Conclusion

Ce travail consacré à l'extraction et à la caractérisation d'une fibre végétale de palmier dattier qui pousse dans le Sahara Algérien.

Le choix du traitement chimique nécessite la définition de la concentration et de la structure chimique des agents de couplage ainsi que la prise en considération de la forme, de la taille et de l'espèce de la fibre végétale.

Cette étude permet de mettre en évidence l'influence et la dépendance des propriétés mécaniques telle que la contrainte et la déformation à la rupture et le module de Young des fibres non traitées et traitées chimiquement par un alcalin (NaOH).

Les résultats obtenus montrent que le traitement à 3% de NaOH 2h est le meilleur traitement comparé aux autres. Enfin les résultats expérimentaux obtenus sur une seule fibre, sollicitée en traction statique, sont analysés par la distribution de Weibull à deux paramètres. Les valeurs des modules de Weibull de la fibre de palmier dattier testée à une longueur de mesure (GL) de 50 mm pour la contrainte maximale et le module de Young sont respectivement égales à 3,98 et 1,86.

Conclusion générale

Les fibres naturelles présentent de nombreux avantages par rapport aux fibres synthétiques (faible coût, ressource renouvelable, biodégradabilité, propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité). En revanche, la mauvaise connaissance de ces fibres constitue un inconvénient pouvant être un frein au niveau de leur développement comme matériaux composite au milieu industriel. Dans ce travail de mémoire de fin d'étude (Master) les principales conclusions sont :

✓ Une méthode d'extraction des fibres a été proposée et qui consiste à plonger les tiges dans un tonneau (fût) ouvert pendant une durée à une température ambiante (d'environ 25°). Ensuite, les bras de grappe sont frottés avec une brosse métallique pour séparer la fibre du reste de la matrice organique.

✓ Les échantillons sont des fibres extraites des bras des grappes de palmier dattier. Ces éprouvettes sont traitées chimiquement dans une solution alcaline (NaOH) avec des concentrations comprises entre 1 et 3 % et pendant des durées d'immersion comprises entre 0,5 et 8 heures. Les éprouvettes sont séchées dans une étuve à une température de 70°C pendant 5 heures et avant d'être testées en traction statique ces échantillons sont mesurés avec un microscope optique binoculaire.

✓ Le choix du traitement chimique nécessite la définition de la concentration et de la structure chimique des agents de couplage ainsi que la prise en considération de la forme, de la taille et de l'espèce de la fibre végétale.

✓ Cette étude permet de mettre en évidence l'influence du traitement chimique alcalin (NaOH) sur les propriétés mécaniques telle que la contrainte, la déformation à la rupture et le module de Young.

✓ Les résultats montrent que le traitement à 3% de NaOH pour une immersion de 2h est le meilleur traitement comparant aux autres. Les résultats expérimentaux obtenus sur une seule fibre, sollicitée en traction statique, sont analysés par la distribution de Weibull à deux paramètres. Les valeurs des modules de Weibull de la fibre de palmier dattier testée à une longueur de mesure (GL) de 50 mm pour la contrainte maximale et le module de Young sont respectivement égales à 3,98 et 1,86.

Référence Bibliographique

- [1] Ahmed Belaadi, Abderrezak Bezazi, Mostefa Bouchak, Fabrizio Scarpa. Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres. *Materials and Design* (2013),vol.46, pp. 76–83.
- [2] Silva FA, Chawlab N, Filho RDT. An experimental investigation of the fatigue behavior of sisal fibers. *Mater SciEng A* 2009;516:90–5.
- [3] <<http://www.sarlsocofi.com>> last accessed: [30.03.12].
- [4] Silva FA, Chawla N, Filho RDT. Tensile behaviour of high performance natural (sisal) fibers. *Compos SciTechnol* 2008;68:3433–8.
- [5] Aparna Roy, Sumit Chakraborty, Sarada Prasad Kundu, Ratan Kumar Basak, Subhasish Basu Majumder, Basudam Adhikari. Improvement in mechanical properties of jute fibres through mild alkali treatment as demonstrated by utilisation of the Weibull distribution model. *Bioresource Technology* 107 (2012) 222–228
- [6] Mwaikambo, L.Y., Ansell, M.P., 2002. Modification of Hemp, Sisal, Jute, and Kapok fibres by alkalization. *J. Appl. Polym. Sci.* 84, 2222–2234.
- [7] Sreekumar, P.A., Thomas, S.P., Saiter, J.M., Joseph, K., Unnikrishnan, G., Thomas, S., 2009. Effect of fibre surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding. *Compos. Pt. A* 40, 1777–1784.
- [8] Basak, R.K., Saha, S.G., Sarkar, A.K., Saha, M., Das, N.N., Mukherjee, A.K., 1993. Thermal properties of jute constituents and flame retardant jute fabrics. *Text. Res. J.* 63, 658–668.
- [9] Reddy, K.O., Maheswari, U.C., Reddy, J.P.D., Rajulu, V.A., 2009. Thermal properties of Napier grass fibers. *Mater. Lett.* 63, 2390–2392.
- [10] Rosa, M.F., Chiou, B., Medeiros, E.S., Wood, D.F., Williams, T.G., Mattoso, L.H.C., Orts, W.J., Imama, S.H., 2009. Effect of fibre treatment on tensile and thermal properties of starch/ethylene vinyl copolymers/coir biocomposites. *Bioresour. Technol.* 100, 5196–5202.
- [11] Alawar, A., Hamed, A.M., Al-Kaabi, K., 2009. Characterization of treated date palm tree fibre as composite reinforcement. *Compos.: Pt. B* 40, 601–606.
- [12] Samanta, A.K., Basu, G., Ghosh, P., 2008. Structural features of glycol and acrylamide treated jute fibre. *J. Nat. Fibres* 5 (4), 444–460.
- [13] Ray, D., Sarkar, B.K., Basak, R.K., Rana, A.K., 2002. Study of the thermal behavior of alkali-treated jute fibres. *J. Appl. Polym. Sci.* 85, 2594–2599
- [14] Rosa, I.M., Kenny, J.M., Puglia, D., Santulli, C., Sarasini, F., 2010. Morphological, thermal and mechanical characterization of okra (*Abelmoschus esculentus*) fibres as potential reinforcement in polymer composites. *Compos. Sci. Technol.* 70, 116–122
- [15] Gu, H., 2009. Tensile behaviours of the coir fibre and related composites after NaOH treatment. *Mater. Des.* 30, 3931–3934.
- [16] Bledzki, A.K., Gassan, J., 1999. Composites reinforced with cellulose based fibres. *Prog. Polym. Sci.* 24, 221–274.

- [17] Ray, D., Sarkar, B.K., 2001. Characterization of alkali-treated jute fibres for physical and mechanical properties. *J. Appl. Polym. Sci.* 80, 1013–1020.
- [18] M.A. Norul Izani, M.T. Paridah, P.S. H'ng, U.M.K. Anwar, M.Y. Mohd Nor, P.S. H'ng. Effects of fiber treatment on morphology, tensile and thermogravimetric analysis of oil palm empty fruit bunches fibers. *Composites: Part B* 45 (2013) 1251–1257
- [19] Fisher T, Hajaligol M, Waymack B, Kellogg D. Low temperature formation of aromatic hydrocarbon from pyrolysis of cellulosic materials. *Fuel* 2002;80 . pp.1799–807.
- [20] Mostashari SM, Fallah MH. Thermogravimetric analysis of a cellulosic fabric incorporated with ammonium iron (ii)–sulfate hexahydrate as a flame retardant. *J Ind textile* 2007; 37(1), pp.31–42.
- [21] Mariam A. AlMaadeed, Ramazan Kahraman, P. Noorunnisa Khanam, Nabil Madi. Date palm wood flour/glass fibre reinforced hybrid composites of recycled polypropylene: Mechanical and thermal properties. *Materials and Design* 42 (2012) 289–294.
- [22] Cui Yi Hua, Tao Jie. Fabrication and mechanical properties of glass fibrereinforced wood plastic hybrid composites. *J ApplPolymSci* 2009;112(3):1250–7.
- [23] Kord Behzad, Hosseni Kiakajouri Syed Mohsen. Effect of nano clay dispersion on physical and mechanical properties of wood flour/poly propylene/glass fibre hybrid composites. *Bio Resour* 2011;6(2):1741–51.
- [24] Lin Qunfang, Zhou Xiaodong, Dai Gance, Bi Yiemao. Some studies on mechanical properties of wood flour/continuous glass mat/polypropylene composite. *J ApplPolymSci* 2002;85:536–44.
- [25] S. Shinoj, R. Visvanathan, S. Panigrahi. Towards industrial utilization of oil palm fibre: Physical and dielectric characterization of linear low density polyethylene composites and comparison with other fibre sources. *Biosystems engineering* 106 (2010) 378e388
- [26] Sharifah, H. A., & Ansell, M. P. (2004). The effect of alkalization and fibre alignment on the mechanical and thermal properties of kenaf and hemp bast fibre omposites: part 1–polyester resin matrix. *Composite Science and Technology*, 64, 1219e1230.
- [27] Sreekala, M. S., Kumaran, M. G., & Thomas, S. (1997). Oil palm fibres: morphology, chemical composition, surface modification, and mechanical properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 66, 821e835.
- [28] Peters, R., & Still, R. (1979). Some aspects of the degradation of polymers used in textile applications. In F. Happey (Ed.), *Applied fibre Science* (pp. 321e420). Academic Press.
- [29] Kaddami, H., Dufresne, A., Khelifi, B., Bendahou, A., Taourirte, M., Raihane, M., Issartel, N., Sautereau, H., Gérard, J., F., Sami N.Short palm tree fibers – Thermoset matrices composites.*Journal of Composites: Part A*, 37 (2006) pp.1413–1422.
- [30]. O. S. David-West, W. M. Banks, R. A. Pethrick, A study of the effect of strain rate and temperature on the characteristics of quasi-unidirectional natural fibre-reinforced composites, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials Design and Applications*, Vol. 225, 2011.
- [31] <http://datepalm.voila.net/anatomie.html#bookmark6>
- [32]. K. Murali Mohan Rao, K. Mohana Rao. Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo. 2005, *j of Composite Structures*.

- [33]. A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bouchak, F. Scarpa. Extraction et caractérisation mécanique des fibres naturelles : *Agave americana* L. Colloque International sur les Matériaux et le Développement Durable (CIMDD'2013) 6-9 Mai, 2013. Université M'Hamed Bougara Boumerdes.
- [34]. Mohamed E. Malainine, Alain Dufresne, Danièle Dupeyre, Mostafa Mahrouz, Roger Vuong, Michel R. Vignon. Structure and morphology of cladodes and spines of *Opuntia ficus-indica*. Cellulose extraction and characterisation. 2003, *J of Carbohydrate Polymers* vol :51 p. 77–83.
- [35]. F. A. Silva, N. Chawla, R. D. T. Filho, Tensile behavior of high performance natural (sisal) fibers, *Compos Sci Technol*, Vol. 68, 2008.
- [36]. W. Weibull, A statistical theory of the strength of materials, *Ing Vetenskaps Akad Handl*, Stockholm, Vol. 151, 1939.
- [37]. L. Peponi, J. Biagiotti, L. Torre, J.M. Kenny, I. Mondragòn, Statistical analysis of the mechanical properties of natural fibers and their composite materials, *Natural fibers. Polym Compos*, Vol. 29, 2008.
- [38] I.M. De Rosa, J.M. Kenny, D. Puglia, Santulli C, Sarasini F. Tensile behavior of New Zealand flax (*Phormium tenax*) fibers. *J Reinf Plast Comp* 29(2010)3450–54.
- [39] C. Baley. Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites: Part A* 33 (2002) 939–48.
- [40] E.S. Rodriguez, PM Stefani, A. Vazquez. Effects of Fibers' Alkali Treatment on the Resin Transfer Molding Processing and Mechanical Properties of Jute-Vinylester Composites. *Journal of Composite Materials* 41 (2007) 1729-740.
- [41] V. Placet, F. Trivaudey, O. Cisse, V. Gucheret-Retel, M. Lamine Boubakar. Diameter dependence of the apparent tensile modulus of hemp fibres: A morphological, structural or ultrastructural effect?. *Composites Part A* 2012;43:275–87.
- [42] N. Chawla, M. Kerr, K. K. Chawla. Monotonic and cyclic fatigue behavior of high-performance ceramic fibers. *J of Am Ceram Soc* 88 (2005) 101–8.