

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



THÈSE

Présentée pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DU 8 MAI 1945 GUELMA

SPÉCIALITÉ : Génie mécanique

Par :

AZIZ SAAIDIA

**Etude de l'influence de la résine polyester sur le
comportement mécanique du composite à renfort en
fibre de jute.**

JURY

Président :	M. REDJEL Bachir	Professeur à l'Université d'Annaba
Encadreur :	M. BEZAZI Abderrezak	Professeur à l'Université de Guelma
Co- Encadreur :	M. BELBAH Ahmed	MCA à l'Université de Guelma
Membres :		
	M. ADDA BEDIA El Abbès	Professeur à l'Université de Sidi Bel Abbès
	M. EL MAHI Abderrahim	Professeur à l'Université Le Mans France

Année : 2018

Remerciements

Ce travail a été réalisé sous la direction de Monsieur Abderrezak BEZAZI professeur à l'Université 08 Mai 1945 Guelma et directeur du laboratoire de mécanique appliquée des nouveaux matériaux (LMANM) et de Monsieur Ahmed BELBAH, docteur à l'Université 08 Mai 1945 Guelma et chef d'équipe au LMANM.

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude et mes plus vifs remerciements à mon directeur de thèse, le professeur **Abderrezak BEZAZI**, pour son encadrement efficace, sa présence continue, son soutien et ses conseils qui m'ont favorablement impressionné sur le plan humain et scientifique.

Je voudrais aussi exprimer toute ma gratitude et mes remerciements à mon co-directeur de thèse, le docteur **Ahmed BELBAH**, je le remercie pour le soutien et la confiance qu'il m'a témoignés.

Que les membres du jury trouvent ici l'expression de ma reconnaissance pour l'honneur qu'ils me font en acceptant d'apprécier ce travail de recherche. A Monsieur **REDJEL Bachir** professeur à l'Université d'Annaba pour m'avoir fait l'honneur d'accepter de présider le jury de soutenance. Je remercie aussi Messieurs **ADDA BEDIA El Abbes** professeur à l'Université de Sidi Bel Abbès et **EL MAHI Abderrahim** professeur à l'Université Le Mans France pour avoir accepté d'être les rapporteurs de cette thèse.

Je tiens à remercier M. AISSAOUI. Med. Z, Professeur et Vice Recteur à l'UG, ses conseils et son sens de motivation m'ont été très utiles pour mener à terme ce travail.

J'aimerais également remercier M. HADDAD Abdelkrim, Docteur à l'UG, pour son aide et ses conseils.

J'adresse aussi mes remerciements à Monsieur SALAH AMROUNE, Docteur à l'Universités de M'sila, pour son aide concernant les essais de : MEB, FTIR, ATG et DSC ainsi que sa collaboration scientifique et à Monsieur DRABLA Tahar T.S du laboratoire et doctorant en chimie à l'UG pour son aide concernant les préparations des traitements chimiques.

Je tiens à préciser que la majorité des travaux de recherche présentés dans cette thèse de doctorat ont été réalisés au sein de Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux

Matériaux (LMANM), et le LMS de l'Université 8 Mai 1945 Guelma-Algérie. De plus, au Laboratoire LGP2, Université de Grenoble-France, ainsi que, l'Universités de Tizi-Ouzou. Je remercie tous les gens qui ont collaboré avec nous.

Si cette expérience a été menée à bien c'est grâce à de nombreuses personnes que j'ai rencontré durant ces années de thèse et que je souhaite les remercier. Surtout l'équipe du laboratoire (LMANM), BENZANNACHE N., BOUMAAZA M., BOUCHELAGHEM H., MAACHE M., MOUSSAI T. et BOUMEDIRI H. sans oublier tout le personnel du département de génie mécanique pour leur disponibilité AIB M., MADI A., GUENDOUZ A. et BOUSLAH H.

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

Résumé :

Grâce à leurs propriétés mécaniques intéressantes, recyclage et faible coût de production, les composites à renfort en fibres naturelles sont d'un intérêt particulier pour les industriels comme pour les scientifiques qui cherchent à intégrer des nouveaux matériaux écologiques et biodégradables afin de substituer les fibres synthétiques notamment les fibres de verre. L'utilisation croissante de ces composites dans des domaines comme l'automobile, la boiserie, le bâtiment et bientôt l'aéronautique, pose la question de la fiabilité des constructions avec lesquels ils sont fabriqués. Cette fiabilité doit être garantie lors de la conception, par une bonne connaissance des propriétés du matériau utilisé. En l'occurrence pour les composites, il est nécessaire de connaître les propriétés mécaniques de leurs constituants, fibres et matrice. Dans ce contexte, ce travail de thèse s'intéresse dans un premier temps à la caractérisation physicochimique par (MEB, FTIR, DRX, ATG et DSC) et la caractérisation mécanique en traction des faisceaux de fibres de jute non traités et traités par différentes concentrations de NaOH pendant différents temps d'immersion. Ensuite, les bio-composites jute/polyester élaborés sont testés sous chargement statique en traction et en flexion 3-points à différentes vitesses de sollicitation. En raison des dispersions des résultats expérimentaux obtenus, des études statistiques basées sur la méthode de Weibull à deux et à trois paramètres et l'analyse de variance (ANOVA) ont été utilisées dans le but d'évaluer correctement les caractéristiques mécaniques des faisceaux de fibres de jute et des bio-composites élaborés.

Mots Clés : Fibres naturelles, Jute, Bio-composites, Traitement chimique, Traction, Flexion 3-points.

Abstract

Due to their interesting mechanical properties as well as their lightness and low production cost, composites reinforced with lignocellulosic fibres are a particular interest for industrials as for as scientists who seek to integrate new ecological and biodegradable materials in order to substitute synthetic fibres, in particular glass ones. The growing use of bio-composites in different areas such as automotive, woodworking, building and soon aeronautics for secondary structures raises the question of the reliability of the products that are made. This reliability must be guaranteed during the design, by a good knowledge of the properties of the bio-composite materials and their constituents (i.e. reinforcement and matrix).

In this context, this thesis is initially interested to the physico-chemical (FTIR, XRD, DSC and SEM) and mechanical characterization of tensile yarn jute fibres untreated and treated with alkali treatment at different concentrations of NaOH for different times. Then developed bio composites jute / polyester are tested under three-point loading and static tensile. Due to the dispersion results in static tensile testing, a statistical study based on the two and three parameters Weibull and ANOVA analysis were used in order to evaluate correctly the mechanical characteristics of yarn jute fibres.

Keywords: Natural fibres, jute, Bio-composites, Chemical treatment, Static tensile, 3-point bending.

المخلص:

بفضل خواصها الميكانيكية المثيرة للاهتمام وإعادة تدويرها وتكلفة إنتاجها المنخفضة، فإن المواد المركبة المعززة بالألياف الطبيعية لها أهمية خاصة للصناعيين وكذلك للعلماء الذين يتطلعون إلى دمج مواد بيئية جديدة وقابلة للتحلل لتحل محل الألياف الاصطناعية على وجه الخصوص الألياف الزجاجية. إن الاستخدام المتزايد لهذه المواد المركبة في مجالات مثل السيارات والأشغال الخشبية والبناء وقربا الطيران، يطرح مسألة موثوقية المنشآت التي يتم تصنيعها. هذه الموثوقية يجب ان تكون مضمونة أثناء التصميم، من خلال معرفة جيدة لخصائص المواد التي تستعمل. بالنسبة للمواد المركبة في هذه الحالة، فمن الضروري معرفة الخصائص الميكانيكية لمكوناتها، الألياف والمصفوفة.

في هذا السياق، يركز عمل الدكتوراه هذا في البداية على التوصيف الفيزيوكيميائي بواسطة (MEB, FTIR, DRX, TG et DSC) و توصيف الشد الميكانيكي من حزم ألياف jute الغير المعالجة و المعالجة بتركيزات مختلفة من هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) خلال أوقات غمر مختلفة. ثم تم اختبار المواد البيومركبة jute polyster تحت تحميل شبه ثابت في الشد وثلاثة نقاط الانحناء بسرعات تحميل مختلفة. بسبب التفرق الشديد في النتائج التي تم الحصول عليها من اختبارات الشد الساكنة، تم استخدام دراسة إحصائية تعتمد على أسلوب Weibull بمعامل اثنان و ثلاثة وتحليل التباين (ANOVA) من أجل تقييم النتائج بشكل صحيح. للخصائص الميكانيكية لحزم ألياف jute.

الكلمات المفتاحية: الألياف الطبيعية، jute، المواد المركبة، المعالجة الكيميائية، الجر، الانحناء من 3 نقاط.

Table des matières

Résumé	
Abstract	
Introduction générale	1
Chapitre I : Etude Bibliographique	
I.1 Introduction	3
I.2 Généralités sur les matériaux composites	4
<i>I.2.1 Définition d'un matériau composite</i>	4
<i>I.2.2 Les constituants des matériaux composites</i>	4
<i>I.2.2.1 Les renforts</i>	4
<i>I.2.2.2 La matrice</i>	5
<i>I.2.3 Types de matériaux composites</i>	5
<i>I.2.4 Matériaux composites à fibres naturelles</i>	6
<i>I.2.5 Présentations de quelques fibres végétales</i>	8
<i>I.2.6 Morphologie de la plante de jute</i>	11
<i>I.2.6.1 Fibre de jute</i>	11
<i>I.2.6.2 Extraction de la fibre de jute</i>	12
<i>I.2.7 Structure et morphologie de la fibre végétale</i>	14
<i>I.2.7.1 La fibre végétale</i>	14
<i>I.2.7.2 Organisation de la paroi végétale</i>	15
<i>I.2.7.3 Les sous-couches</i>	15
<i>I.2.8 Les constituants de la fibre végétale</i>	16
<i>I.2.8.1 La cellulose</i>	18
<i>I.2.8.2 L'hémicellulose</i>	18
<i>I.2.8.3 La lignine</i>	18
<i>I.2.8.4 Les pectines</i>	19
<i>I.2.8.5 Cires</i>	20
<i>I.2.9 Propriétés usuelles des fibres végétales</i>	20

I.2.9.1 Propriétés physiques.....	20
I.2.9.2 Propriétés mécaniques.....	21
I.2.10 Traitements des fibres végétales.....	21
I.2.10.1 Traitement physique.....	22
I.2.10.1.a Traitement autoclave.....	23
I.2.10.1.b Traitement plasma froid.....	23
I.2.10.2 Traitement chimique.....	23
I.2.10.3 Traitement thermique.....	24
I.2.11 Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales.....	24
I.2.12. Applications des fibres naturelles.....	25
I.3 Synthèse des travaux réalisés sur les fibres végétales	28
I.4 Conclusion et position du problème.....	35

Chapitre II : Matériels et Techniques Expérimentales

II.1 Introduction	37
II.2 Présentation de la fibre de jute.....	38
II.3 La matrice (résine polyester)	38
II.4 Matériels et Méthodes.....	37
II.4.1 Préparation du renfort.....	37
II.4.1.1 Préparation des éprouvettes en tissu de jute.....	39
II.4.1.2 Préparation des éprouvettes en faisceaux de fibres de jute	40
II.4.1.3 Traitement alcalin des faisceaux de fibres de jute.....	41
II.4.2. Elaboration des bio composites.....	42
II.4.3 Découpage des échantillons.....	44
II.4.4 Microscopes optique et électronique à balayage (MEB).....	46
II.4.5 Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR).....	48
II.4.6 Analyses thermogravimétrique.....	49
II.4.7 Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	50
II.4.8 Diffractomètre à RX.....	51
II.4.9 Mesure de la densité.....	52

II.4.10 Machine d'essai mécanique	53
II.4.10.1 Essai de traction sur un faisceau de fibres (yarn).....	52
II.4.10.2 Essai de traction statique sur les bio composites.....	53
II.4.10.3 Essai de flexion trois points sur les bio composites.....	55
II.4.11 Analyse statistique des données	56
II.5 Conclusion	57

Chapitre III : Caractérisation physico-chimique des fibres de jute.

III.1 Introduction	58
III.2 Caractérisation chimico-physique des fibres de jute	59
III.2.1 Analyse par FTIR.....	59
III.2.2 Analyse thermique.....	64
III.2.3 Cristallinité.....	76
III.2.4 Analyse par DSC	78
III.2.5 Analyse par microscopie à balayage électronique (MEB).....	80
III.2.6 Calcul de La densité.....	83
III.3 Conclusion	83

Chapitre IV : Caractérisation mécanique des bio-composite et de ces constituants.

IV.1 Introduction	84
IV.2 Caractérisation en traction	84
IV.2.1 Caractérisation des faisceaux de fibres de jute (yarns).....	84
IV.2.1.1 Influence du nombre d'essais.....	88
IV.2.1.2 Influence du traitement chimique.....	90
IV.2.2 Caractérisation mécanique entraction du tissu de jute.....	95
IV.2.3 Caractérisation en traction du matériau composite.....	97
IV.3 Caractérisation en flexion 3-points	101
IV.3.1 Influence de la longueur entre appui.....	103

IV.3.2 <i>Influence de la vitesse de sollicitation</i>	105
IV.4 Conclusion	107
 Chapitre V : Etude statistique du comportement en statique des faisceaux de fibres de jute	
V.1 Introduction	108
V.2 Analyse de Weibull à deux et à trois paramètres	108
V.2.1 <i>Aspect statistique</i>	108
V.2.2 <i>Analyse statistique</i>	109
V.2.3 <i>Distribution statistique de Weibull</i>	109
V.2.4 <i>Résultats et discussions</i>	112
V.2.4.1 <i>Influence du nombre d'échantillons testés</i>	112
V.2.4.1.1 Modélisation par la fonction de distribution de Weibull à deux paramètres (m, σ_0).....	112
V.2.4.1.2 Modélisation des résultats par la fonction de distribution de Weibull à 3 paramètres (m, σ_0 , σ_u).....	113
V.2.4.1.3 Comparaison des résultats	116
V.2.4.2 <i>Influence du traitement en NaOH</i>	118
V.2.4.3 Comparaison des résultats des différentes concentrations	126
V.3 Analyse de variance ANOVA	128
V.3.1 <i>Définition</i>	128
V.3.2 <i>Approches mathématique</i>	128
V.3.2.1 <i>Moyenne d'une série statistique</i>	128
V.3.2.2 <i>Moyenne d'une série statistique</i>	128
V.4 Application de l'ANOVA sur les résultats expérimentaux des faisceaux de fibres de jute sollicités en traction	129
V.5 Application de l'ANOVA sur les résultats expérimentaux des composites de jute/polyester sollicités en flexion	139
V.6 Conclusion	142
Conclusion & perspectives	143
Références bibliographiques	146
Travaux scientifiques	153

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1 : Matériau composite	4
Figure I.2 : Différentes fibres naturelles : animales, végétales et minérales.....	6
Figure I.3 : Quelques plantes, origine des fibres utilisées comme renfort dans les matériaux composites.....	7
Figure I.4 : La plante de Jute	11
Figure I.5 : Diagramme des techniques d'extraction des fibres végétales	12
Figure I.6 : Extraction des fibres de jute : a) rouissage, b) lavage	13
Figure I.7 : Structure de la fibre végétale	14
Figure I.8 : Organisation de la cellule végétale	15
Figure I.9 : Faisceau de fibres obtenu par microscopie optique.....	15
Figure I.10 : Structure d'une fibre végétale.....	16
Figure I.11 : Structure de cellulose.....	18
Figure I.12 : Structure de l'hémicellulose.....	18
Figure I.13 : Structure de lignine.....	19
Figure I.14 : Structure d'une chaîne de pectine (acide polygalacturonique).....	19
Figure I.15 : Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le domaine d'automobile	26
Figure I.16 : Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le secteur de construction	27
Figure I.17 : Autres applications des matériaux composites à base de fibres naturelles : Eolienne et b) planches de surf..... ;.....	27
Figure I.18 : a) Contrainte en flexion des stratifiés, b) Module de flexion des stratifiés.....	29
Figure I.19 : Load deflection diagrams (flexural), (a) laminates S3, S5 and S6, (b) laminates S4 and S7.....	29
Figure I.20 : Eprouvette sous chargement en flexion avec AE sensors.....	30
Figure I.21 : Temps AE par rapport à la charge, impacts d'AE, taux de comptage d'AE normalisés et comptages cumulatifs pour les stratifiés chanvre / époxy	30
Figure I.22 : Photographies de a) SRF, b) NJS3 c) WJS3 et Photographies optique de d) jute, e) jute après dégradation, f) SRF10.....	31

Figure I.23: Photographies de: a) palmier dattier, b) et c) branches de fruits, d) section transversale FBBPD e) fibres de FBBPD utilisées dans le présent travail.....	32
Figure I.24: a) Courbes contrainte-déformation de trente échantillons testés, b) comportement en escalier des fibres de FBBPD non traitées et c) comparaison des courbes contrainte déformation des fibres FBBPD non traitées et traitées) 0,5% NaOH-12h.....	32
Figure I.25: Photographies de: (a) plante de JE, (b) tige de la plante JE, (c) coupe transversale de la tige (d) fibres extraites de la tige.....	33
Figure I.26: Courbes TGA et DTG de la fibre JE.....	34
Figure I.27: Courbe type contrainte-déformation de <i>Juncus effusus</i> L., fibre avec zoom de la région élastique, b) et c) propriétés en traction de la fibre JE en fonction du diamètre à GL (40 mm).....	34

Chapitre II

Figure II.1: (a) La plante de jute, (b) Transport de fibres de jute sous forme de bottes.....	39
Figure II.2: Résine polyester utilisée.....	39
Figure II.3: (a) Rouleau de tissu de jute de densité 400 g/m ² et (b) zone sélectionnée.....	40
Figure II.4: Eprouvettes de traction du tissu de jute découpées dans les sens chaîne et trame.....	40
Figure II.5: Faisceaux de fibres de jute	41
Figure II.6: a) Bains de NaOH, Acide sulfurique et eau distillée, b) Cordée de fils de jute non traités et traités par NaOH.....	42
Figure II.7: Préparation de plaques composites stratifiées par la technique du sac.....	43
Figure II.8 : Préparation des plaques en résine.....	44
Figure II.9: a) Plaques composites stratifiées obtenues après séchage, b) plaque en résine...44	44
Figure II.10 : Tronçonneuse à disque diamanté utilisée pour le découpage des plaques bio-composites en éprouvettes.....	45
Figure II.11 : Eprouvettes utilisées en flexion 3-points: (a) Composite stratifié jute/polyester (b) Résine polyester	45
Figure II.12 : Etuve à commande digitale, modèle <i>Memmert</i>	46
Figure II.13 : Microscope optique de type ZEISS (Labo LMS Univ. Guelma).....	47

Figure II.14: Microscope MEB de type ESEM XL30 (Univ. Tizi Ouzou).....	47
Figure II.15: Microscope MEB de type <i>ESEM QUANTA 200</i> (Univ. Grenoble).....	48
Figure II.16: Spectromètre Infrarouge de type <i>Thermo Scientific Nicolet Spectrum iS10</i> (Labo LMANM Univ. Guelma).....	49
Figure II.17: Thermogravimétrie <i>TGA/DSC 3⁺ Mettler Toledo</i> (Labo LMANM Univ. Guelma).....	49
Figure II.18 : Equipement utilisé en DSC de type <i>Mettler Toledo DSC 3⁺</i> (Labo LMANM Univ. Guelma).....	50
Figure II.19 : (a) Diffractomètre <i>PANalytical X'Pert</i> (Univ. Grenoble), (b) Porte échantillons.....	51
Figure II.20: (a) Pycnomètre, (b) Balance avec fibre et (c) Balance avec pycnomètre rempli d'eau distillée et de la fibre.....	52
Figure II.21 : Machine universelle de type <i>ZWICK ROELLE Z005</i>	53
Figure II.22 : Essai de traction sur les bio composites.....	55
Figure II.23 : Principe de l'essai de flexion 3-points.....	56

Chapitre III

Figure III.1 : Spectres FTIR des fibres de jute non traitées et traitées à différentes concentrations de NaOH pour différent temps d'immersions.....	61
Figure III.2: Analyse thermogravimétrique ATG de la fibre de jute non traitée.....	65
Figure III.3: Spectres ATG et DTG de la fibre de jute non traitée.....	65
Figure III.4: Analyse thermogravimétrique ATG de la fibre de jute traitée à 0,5% de NaOH pendant 12h.....	67
Figure III.5: Spectres ATG et DTG de la fibre de jute traitée à 0,5% de NaOH pendant 12h.....	68
Figure III.6: Analyse thermogravimétrique ATG de la fibre de jute traitée à 2% de NaOH pendant 12h.....	69
Figure III.7: Spectres ATG et DTG de la fibre de jute traitée à 2% de NaOH pendant 12h.....	69
Figure III.8: Spectres ATG et DTG de la fibre de jute traitée à 5% de NaOH pendant 12h.....	70

Figure III.9: Comparaison des spectres ATG et DTG des fibres de jute traitées à celle non traitée	72
Figure III.10 : Spectres ATG des fibres de jute non traitées et traitées par 0,5% de NaOH à différents temps d’immersion.....	73
Figure III.11 : Spectres DTG des fibres de jute non traitées et traitées par 0,5% de NaOH à différents temps d’immersion.....	73
Figure III.12: Spectres DRX de la fibre de jute non traitée et traitée avec 0.5, 2 et 5% NaOH-12h.....	76
Figure III.13: Spectres DSC des fibres de jute non traitées et traitées avec 0.5, 2 et 5% NaOH-12h.....	79
Figure III.14: Micrographies de la fibre de jute non traité.....	81
Figure III.15: Observation du faisceau de jute non traité (a,b) et traité (c,d) au microscope électronique à balayage.....	82

Chapitre IV

Figure IV.1: (a) Contrainte/Déformation des trente essais effectués sur les faisceaux de fibres, (b) Courbe type contrainte/déformation d’un faisceau de fibres de jute.....	85
Figure IV.2 : Mesure du diamètre d’un faisceau de fibres.....	86
Figure IV.3: Propriétés mécaniques en fonction du diamètre de la fibre de jute.....	87
Figure IV.4: Variation des propriétés mécaniques des faisceaux de fibres en fonction du nombre d’échantillons.....	89
Figure IV.5: Comparaison des courbes type contrainte/déformation des treize séries des faisceaux de fibres traités et non traités.....	90
Figure IV.6: Propriétés mécaniques des faisceaux de fibres de jute non traités et traités par NaOH à différentes concentrations pour différents temps d’immersion.....	91
Figure IV.7 : Comparaison des courbes types contrainte/déformation des faisceaux de fibres traités ave ceux non traités.....	92
Figure IV.8: Propriétés mécaniques des faisceaux de fibres de jute non traités et traités par NaOH ayant différentes concentrations pour une durée d’immersion de 2h.....	93
Figure IV.9: Essai de traction sur le tissu de jute.....	95

Figure IV.10: Contrainte/déformation du tissu de jute sollicité en traction dans le sens : (a) de la chaîne et (b) de la trame.....	96
Figure IV.11: Courbes types des tissus de jute.....	97
Figure IV.12: (a) Contrainte/déformation de cinq éprouvettes en résine sollicitées en traction, (b) Courbe représentative.....	98
Figure IV.13: (a) Contrainte/déformation de cinq éprouvettes en composite (jute/polyester) sollicitées en traction, (b) courbe représentative.....	100
Figure IV.14: Contrainte/déformation de la résine et du composite sollicités en traction.....	101
Figure IV.15: Etapes de chargement d'une éprouvette en composite jute/polyester sollicitée en flexion 3-points.....	102
Figure IV.16: Courbes représentatives des essais de flexion.....	103
Figure IV.17: Propriétés mécaniques du composite en fonction de la longueur entre appui	104
Figure IV.18: Contrainte/déformation des composites jute/polyester à différentes vitesses de sollicitation (2, 5 et 8 mm/min).....	106

Chapitre V

Figure V.1: Distribution de Weibull à deux paramètres pour les contraintes à la rupture des faisceaux de fibres de jute en fonction du nombre des échantillons.....	114
Figure V.2: Distribution de Weibull à trois paramètres pour les contraintes à la rupture des faisceaux de fibres de jute en fonction du nombre des échantillons.....	115
Figure V.3: Distribution de Weibull à deux et à trois paramètres des propriétés mécanique des faisceaux de fibres de jute en fonction du nombre des échantillons.....	117
Figure V.4: Distribution de Weibull pour les contraintes à la rupture des faisceaux de fibres de jute, non traités et traités à 2% NaOH pendant 2h.....	120
Figure V.5: Distribution de Weibull pour les modules de Young des faisceaux de fibres de jute, non traités et traités à 2% NaOH pendant 2h.....	121
Figure V.6: Distribution de Weibull pour les déformations à la rupture des faisceaux de fibres de jute, non traités et traités à 2% NaOH pendant 2h.....	122
Figure V.7: Probabilité de Weibull à 2 et à 3 paramètres des faisceaux de fibres de jute non traités et traités par NaOH avec différentes concentrations pour une durée d'immersion de 2h.....	124

Figure V.8: Distribution de Weibull à deux paramètres du composite jute/polyester à différentes vitesses de sollicitations: a): contrainte, b): module d'élasticité et c): déformation).....	127
Figure V.9: Diagrammes de valeurs individuelles de la contrainte à la rupture des faisceaux de fibres de jute non traités et traités pendant différents temps d'immersions...	130
Figure V.10: Diagrammes de valeurs individuelles du module de Young des faisceaux de fibres de jute non traités et traités pendant différents temps d'immersions....	131
Figure V.11: Diagrammes de valeurs individuelles de la déformation à la rupture des faisceaux de fibres de jute non traités et traités pendant différents temps d'immersions.....	132
Figure V.12: Diagrammes de valeurs résiduelles des contraintes à la rupture en fonction du traitement en NaOH pendant un temps d'immersion de 2H.....	135
Figure V.13: Diagrammes de valeurs résiduelles des modules de Young en fonction du traitement en NaOH pendant un temps d'immersion de 2H.....	136
Figure V.14: Diagrammes de valeurs résiduelles des déformations à la rupture en fonction du traitement en NaOH pendant un temps d'immersion de 2H.....	137
Figure V.15: Diagrammes de valeurs individuelles des propriétés mécaniques du composite jute/polyester à différentes vitesses de chargement.....	140
Figure V.16 : Courbes des valeurs résiduelles du module d'élasticité.....	141

Liste des tableaux

Tableau I.1: Composition chimique de quelques fibres naturelles	17
Tableau I.2: Caractéristiques physiques de quelques fibres végétales.....	20
Tableau I.3: Coefficient d'absorption d'eau de différentes fibres végétales.....	20
Tableau I.4: Propriétés mécaniques de différentes fibres végétales.....	21
Tableau I.5: Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales.....	24
Tableau I.6: Mechanical properties of NJS and WJS composites.....	31
Tableau III.1: Attributions des principales bandes sur les spectres FTIR des fibres de jute non traitées comparés avec ceux de la littérature.....	61
Tableau III.2: Attributions des principales bandes sur les spectres FTIR des fibres de jute traitées à différentes concentrations de NaOH pour différent temps d'immersions.....	62
Tableau III.3: Les valeurs cinétiques de la dégradation thermique des fibres de jute non traitée comparées avec celles de la littérature	65
Tableau III.4: Les valeurs cinétiques de la dégradation thermique des fibres de jute non traitée et traitée.....	70
Tableau III.5: Taille apparente moyenne des cristallites (TAC) au Plan (002) et (004) en fonction de la concentration en NaOH.....	72
Tableau III.6: Analyse DSC des fibres de jute non traitées et traitées à différentes concentrations de NaOH.....	74
Tableau IV.1: Variation des valeurs moyennes des propriétés mécaniques des faisceaux de fibres avec l'augmentation du nombre des échantillons testés.....	84
Tableau IV.2: Variation des valeurs moyennes des propriétés mécaniques des faisceaux de fibres de jute non traités et traités par NaOH à différentes concentrations pour différent temps d'immersion.....	89
Tableau IV.3: Propriétés mécaniques (contrainte déformation à la rupture, et module de Young) en traction des tissus de jute dans le sens chaîne et trame.....	93
Tableau IV.4: Propriétés mécaniques moyennes des essais de traction des bio composites...	96
Tableau IV.5: Propriétés mécaniques des composites sollicités en flexion pour deux longueurs entre appui..... ;.....	100
Tableau IV.6: Valeurs moyennes des propriétés mécaniques des composites sollicités avec différentes vitesses de chargement.....	101

Tableau V.1 : Variation des valeurs moyennes de Weibull à 2 et à 3 paramètres des faisceaux de fibres de jute non traités et traités par NaOH aux différentes concentrations pour les durées d’immersions de 30 min, 2h, 8h et 12h.....121

Tableau V.2: Analyse de variance à un facteur (ANOVA) pour la contrainte (MPa), le module de Young (GPa) et la contrainte (%) en fonction du taux de concentration en NaOH à un niveau de signification de 95%.....132

Liste des principaux symboles et abréviations

Symboles

- ε : Déformation à la rupture en traction (%).
- σ : Contrainte à la rupture de traction (MPa).
- E : Module de Young de traction (MPa) ou bien (GPa).
- ε_f : Déformation à la rupture de flexion (%).
- σ_f : Contrainte à la rupture de flexion (MPa).
- E_f : Module de Young de flexion (MPa) au bien (GPa).
- F : Force maximale (N).
- D : Déplacement maximal ou flèche (mm).
- V : Vitesse d'essai (mm/min).
- h : L'épaisseur des éprouvettes (mm).
- L : Longueur totale des éprouvettes (mm).
- l : La distance entre appuis des éprouvettes (mm).
- b : Largeur des éprouvettes (mm).
- S : Section des éprouvettes (mm²).
- r : Rayon du faisceau de fibres (mm)
- ΔH : Enthalpie (J/g.K).
- CrI : Indice de cristallinité.
- Q : Energie dissipée (J).
- m_σ : Module de Weibull pour la contrainte à la rupture.
- m_E : Module de Weibull pour le module de Young.
- σ_0 : Contrainte caractéristique.
- E_0 : Module de Young caractéristique.

Abréviations

- $NaOH$: Hydroxyde de sodium.
- T : Transmittance.
- T_d : Température de décomposition.
- T_{dmax} : Température de décomposition maximale.
- TAC : Taille apparente moyenne des cristallites.
- GL : Longueur de mesure (distance entre les mors de la machine d'essai).
- MEB : Microscope électronique à balayage.
- DRX : Diffractométrie aux rayons X.
- DSC : Calorimétrie à balayage différentiel.
- $FTIR$: Spectrométrie Infrarouge.
- ATG : Thermogravimétrie.
- CV : Coefficient de variance.

Introduction générale

Les matériaux composites offrent la possibilité de conception en permettant d'alléger des structures et de réaliser des formes complexes, aptes à remplir plusieurs fonctions. Dans les différents domaines d'application (automobile, bâtiment, électricité, équipements industriels,...), leurs performances remarquables sont à l'origine de solutions technologiques innovantes. Cependant, pour faire valoir ces atouts et atteindre ces objectifs, l'industrie des matériaux composites doit mieux intégrer dans sa stratégie de croissance la composante environnementale du développement durable. Les évolutions réglementaires en termes de respect de l'environnement, de recyclabilité des matériaux et d'hygiène et sécurité constituent également des enjeux forts que cette industrie doit relever pour maintenir sa croissance. C'est pour cela que les fibres végétales ont attiré l'intention de plusieurs chercheurs et industriels dans le but de faire des recherches aboutissant à la substitution des fibres synthétiques notamment les fibres de verre et afin de pouvoir concevoir et fabriquer des matériaux composites plus respectueux de l'environnement.

Le marché des fibres végétales est en pleine expansion au niveau mondial. Ainsi chaque année, le volume récolté de ces matériaux verts augmente. Dans certains pays, cette production est un héritage comme dans l'Inde et dans le Bangladesh, où des fibres naturelles sont produites en grandes quantités et elles sont destinées à l'exportation. La France est le premier producteur européen de lin, car les conditions climatiques sont propices à la culture de cette plante. Les premières applications concernent bien évidemment le textile, mais l'industrie automobile occupe une place non négligeable depuis les années 90.

Les fibres végétales se démarquent des fibres de verre par leurs propriétés mécaniques spécifiques élevées grâce à une faible densité, qui induira lors d'applications structurales un gain de masse se traduisant par une économie d'énergie. De plus, les fibres végétales ont aussi l'avantage d'être bio-sourcées et certaines sont disponibles annuellement. Cependant, leur principal et non négligeable inconvénient est leur hydrophilie. La matrice, généralement un polymère, est hydrophobe, alors que les fibres naturelles sont hydrophiles ce qui crée des problèmes d'interface fibre/matrice. De plus les fibres végétales absorbent de l'humidité et peuvent se gonfler ou se rétracter ce qui peut entraîner à moyen ou à long terme une décohésion de l'interface. Afin de remédier à ce phénomène, différents traitements chimiques par un produit alcalin tel que le NaOH avec différentes concentrations et différents temps d'immersions sont à prévoir.

L'objectif principal de ce travail de thèse est la mise en œuvre de composites à matrice thermodurcissable renforcée par des fibres naturelles. Les traitements chimiques des fibres, la

caractérisation physico-chimique et la caractérisation mécanique sont réalisés et en fin l'étude statistique des résultats expérimentaux obtenus de ces matériaux est effectuée.

C'est dans ce contexte global que s'inscrivent mes travaux de thèse dont l'intitulé : **Etude de l'influence de la résine polyester et bio sur le comportement mécanique du composite à renfort en fibre de jute** et qui est structuré en cinq chapitres comme suit ;

Le premier chapitre présente les grandes classes des fibres végétales, ainsi que les enjeux économiques et environnementaux liés à leur utilisation dans l'industrie des composites. A partir d'une étude bibliographique, ce chapitre présente également la morphologie de la fibre végétale à différents échelles. Les principales propriétés mécaniques et hygroscopiques ainsi que les différents traitements chimiques et mécanismes d'absorption d'eau au sein de la fibre végétale sont également étudiés.

Le second chapitre est consacré à la description du matériel utilisé, à savoir les microscopes, optique et à balayage électronique (MEB), la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la diffractométrie à rayons X (DRX), l'analyse thermogravimétrique (ATG), la calorimétrie à balayage différentiel (DSC) et la machine d'essais mécaniques. Nous exposons également le matériau utilisé dans cette étude, ainsi que les différentes techniques expérimentales pour l'évaluation des propriétés physico-chimiques et mécaniques de la fibre de jute utilisée.

Les résultats physico-chimiques obtenus à partir des différents tests effectués par les différentes techniques : MEB, FTIR, ATG, DSC et DRX sont présentés et discutés dans le troisième chapitre. En plus, ces résultats sont comparés avec ceux de la littérature et cela pour les fibres de jute et éventuellement d'autres fibres végétales.

Les essais mécaniques de traction et de flexion 3-points sont présentés et discutés dans le quatrième chapitre. L'analyse des différents résultats obtenus nous a permis de faire la comparaison avec des travaux publiés sur les stratifiés renforcés par des fibres végétales.

Quand au dernier chapitre, il porte sur les études statistiques par analyse de Weibull à deux et à trois paramètres, ainsi que l'analyse de la variance à un facteur (ANOVA) en utilisant le logiciel MINITAB version 16. En premier lieu, la théorie de la distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres est présentée, elle a été appliquée afin d'estimer les propriétés mécaniques à savoir la contrainte, la déformation à la rupture et le module de Young des fibres végétales. Ensuite, les résultats mécaniques obtenus sont vérifiés, par l'analyse ANOVA, dans le but de déduire l'influence des facteurs explicatifs (variable indépendante c'est à dire les concentrations), s'ils ont un impact significatif sur les variables dépendantes (contrainte et module de Young).

La thèse s'achève par une conclusion générale rassemblant une synthèse des résultats et une présentation des perspectives à envisager lors des études complémentaires futures.

Chapitre I

Etude bibliographique

I.1 Introduction

Le marché des fibres naturelles est en pleine expansion avec de nombreux débouchés industriels. Parmi ces marchés naissants, l'intégration des fibres végétales dans les matériaux composites qui représentent aujourd'hui dans le monde quelques dizaines de milliers de tonnes (avec une croissance de 10 à 15% par an), à comparer aux 2 millions de tonnes de fibres principalement des fibres de verre qui renforcent les composites traditionnels.

Différents types de fibres végétales sont utilisées comme renfort dans des matériaux composites, telles que le sisal, le lin, le jute, le chanvre, le alfa et d'autres fibres naturelles. Ces fibres constituent par ailleurs une alternative intéressante pour remplacer les fibres synthétiques notamment les fibres de verre. Le développement de matériaux composites à base de fibres naturelles présente de nombreux avantages du fait de leur biodégradabilité, faible coût, faible masse volumique et qu'elles sont dérivées d'une ressource naturelle renouvelable. Ces atouts ont attiré de nombreuses industries de transformation des matériaux composites qui ont bénéficié d'une croissance rapide et régulière, soutenue en particulier par la diversité des applications, comme l'automobile, les infrastructures, le sport...etc.

Ce chapitre est divisé en deux parties, la première partie contient une revue bibliographique sur les divers aspects qui entourent la compréhension du comportement structural des composites. Le but de cette partie est d'indiquer les différents types des matériaux composites à fibre naturelles et leurs divers domaines d'applications puis, la signification de matériaux composites à fibres de jute et leurs éléments constituants (matrices, renfort). Par la suite, une présentation rapide autour des propriétés des matériaux composite et l'influence des fibres traitées ou non traitées sur leurs comportements a été effectuée afin de pouvoir comprendre, en particulier les caractéristiques des composantes de matériaux composites à fibre de jute (matrice polyester, fibre de jute).

La deuxième partie représente une synthèse des travaux réalisés sur les fibres de jute et d'autres fibres végétales ainsi que ceux sur les bio composites parues dans la littérature.

I.2 Généralités sur les matériaux composites

I.2.1 Définition d'un matériau composite

On appelle matériau composite un assemblage, de plusieurs matériaux non miscibles, possédant des propriétés finales que les éléments de base pris seuls ne possèdent pas (figure I.1). Par exemple, l'ajout d'une faible quantité de fibres à une résine polymère, permet d'obtenir un matériau composite aux propriétés améliorées. Les fibres augmentent les propriétés mécaniques, thermiques et la stabilité dimensionnelle de la résine prise seule [BER 10]. Généralement, on pourra définir deux composants principaux dans un matériau composite : le renfort qui assure la tenue mécanique et la matrice qui assure la cohésion de la structure et la transmission des efforts. Ses propriétés mécaniques et physiques se trouvent alors fortement influencées par:

- la nature des constituants et leurs propriétés ;
- la géométrie du renfort et de sa distribution ;
- le processus de fabrication, qui joue un rôle essentiel notamment sur l'interface renfort/matrice.

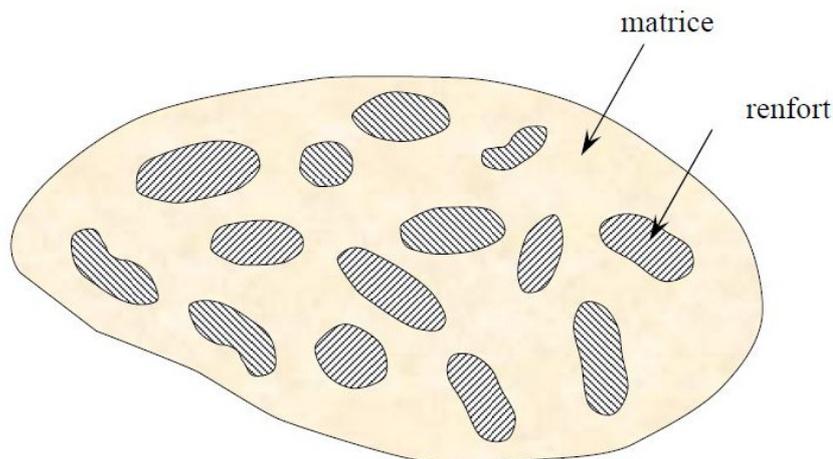


Figure I.1 : Matériau composite [BER 10].

I.2.2 Les constituants des matériaux composites

I.2.2.1 Les renforts

Les renforts représentent les principales composantes porteuses des matériaux composites, en lui apportant ses hautes performances (rigidité, résistance à la rupture, etc.)

Les qualités recherchées pour le renfort sont surtout des caractéristiques mécaniques élevées, une masse volumique faible, une bonne compatibilité avec la résine ainsi qu'une facilité de mise en œuvre et un faible coût. La concentration du renfort est un paramètre déterminant pour les propriétés du matériau composite. Elle est mesurée par la fraction

Chapitre I : Etude bibliographique

volumique ou par la fraction massique du renfort, et elle est généralement comprise entre 0,3 et 0,7.

L'anisotropie du matériau composite est une caractéristique fondamentale, elle est déterminée par l'orientation des fibres dans le cas où le renfort est constitué de fibres. Il faut cependant noter qu'au-delà de la concentration et de l'orientation des renforts, leurs distributions plus au moins homogènes a une influence sur la résistance du composite. En effet pour une concentration donnée du renfort, une distribution uniforme assure une homogénéité du matériau, par contre une distribution non uniforme engendre l'initiation de la rupture dans les zones pauvres en renfort introduisant ainsi une diminution de la résistance du composite.

1.2.2.2 La matrice

La matrice est constituée de résine mélangée, pour améliorer ses caractéristiques, à une charge qui facilite aussi la mise en œuvre et diminue le coût de la production. Le mélange est considéré mécaniquement comme une phase homogène, et nous obtenons ainsi un matériau composite formé d'un renfort et d'une matrice.

Le rôle de la matrice est d'assurer le lien entre les fibres et de transmettre les sollicitations.

Elle assure la résistance du matériau dans le sens transverse du renfort, ainsi qu'une protection physico-chimique des fibres contre les agents nocifs de l'environnement. De plus elle conditionne directement la tenue thermique, et la résistance à la compression et au cisaillement inter-laminaire.

Les résines utilisées doivent être assez déformables et doivent présenter une bonne compatibilité avec les fibres. Elles doivent également avoir une masse volumique faible de manière à conserver au matériau composite des caractéristiques mécaniques spécifiques élevées. Il existe deux grandes familles de résines polymériques, soient les résines thermoplastiques et les résines thermodurcissables.

1.2.3 Types de matériaux composites

La classification des matériaux composites peut se faire selon plusieurs critères [GAY 91], en fonction de la nature des constituants, le domaine d'utilisation ou encore les propriétés mécaniques. En se limitant aux matériaux composites à renfort en fibre et à matrices polymériques, il est possible d'effectuer le classement suivant :

- les composites à fibres longues : représentés par un ensemble de fibres continues et immergées dans une matrice qui assure leur cohésion ;
- les composites à fibres courtes : le renfort se trouve sous forme de fibres discontinues disposées de façon aléatoire non orientée.

- les composites à renfort tissé : un tissu est constitué de fils tissés dans deux directions perpendiculaires, qui sont la direction de chaîne (associée à la direction longitudinale de la couche composite) et la direction de trame (associée à la direction transversale de celle-ci). Les tissus se différencient par le type de fils utilisés et par le mode d'entrecroisement des fils de chaîne et de trame.

1.2.4 Matériaux composites à fibres naturelles

Les fibres naturelles sont subdivisées en fonction de leur origine, venant des plantes, des animaux ou des minerais (figure I.2). Toutes les fibres de plantes (végétales) se composent de cellulose tandis que les fibres animales se composent de protéines (cheveux, plumes, soies, et laines ... etc.). Les fibres de plantes incluent les fibres de filasses ou les fibres dures, graines, fruits, bois, pailles et d'autres fibres d'herbes.

Les principales catégories de fibres végétales sont :

- Fibres libériennes : extraites de la partie extérieure de la tige (lin, chanvre, jute, kénaf, ramie...);
- Fibres extraites des feuilles : fibres de sisal, de bananier, de palmier ;
- Fibres extraites de poils séminaux des graines : fibres de coton, de kapok ;
- Fibres extraites de l'enveloppe du fruit : fibres de coco ;
- Fibres extraites des tiges ou des troncs : paille de blé, de riz, d'orge ou d'autres cultures telles que le bambou.

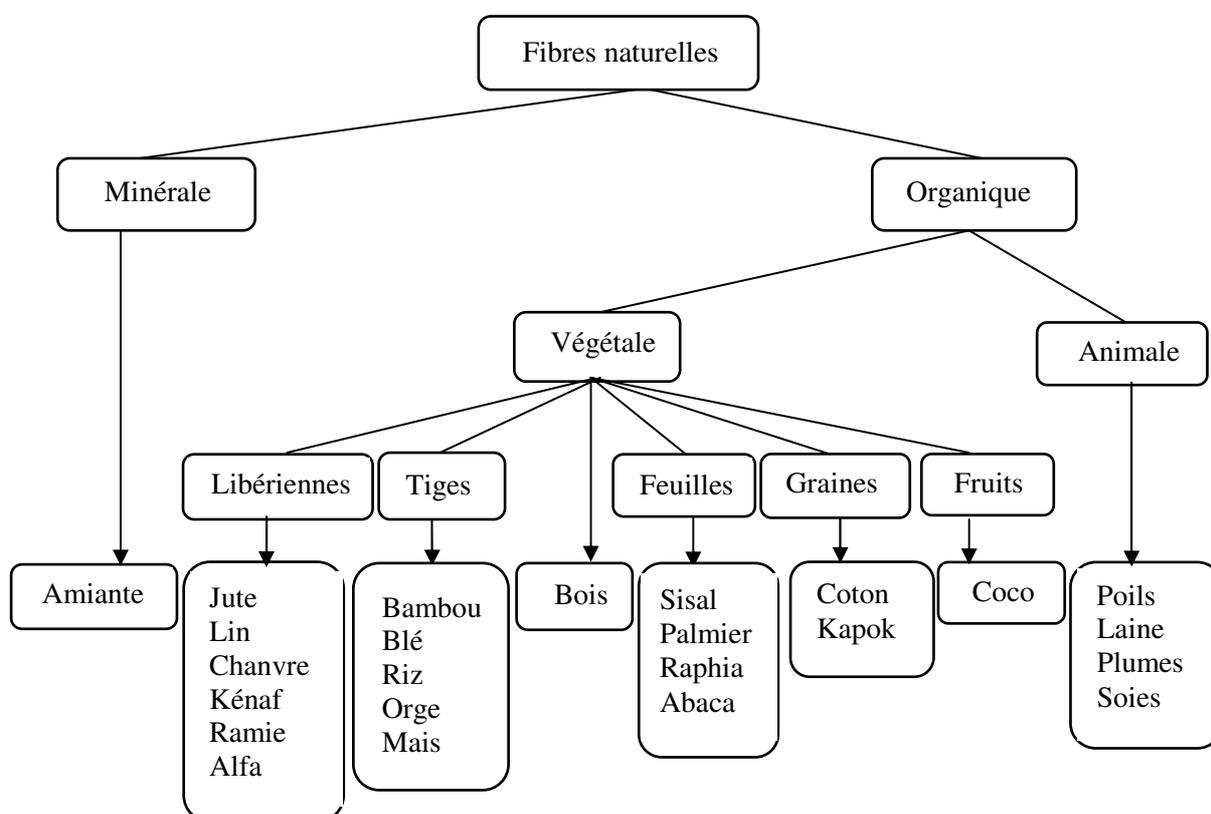


Figure I.2 : Différentes fibres naturelles : animales, végétales et minérales

Chapitre I : Etude bibliographique

Plusieurs types de fibres naturelles d'origine végétale sont utilisés dans le monde des matériaux composites. Les fibres les plus usuelles sont: jute, chanvre, lin, coton, kénaf, sisal, ramie et palmier (**Figure I.2**).



Figure I.3 : Quelques plantes, origine des fibres utilisées comme renfort dans les matériaux composites.

I.2.5 Présentations de quelques fibres végétales

➤ **Fibres de chanvre :** Le chanvre, ou *Cannabis sativa*, est une plante à longues tiges pouvant mesurer jusqu'à 4 mètres de haut. Mais sa culture n'est pas encore très répandue au niveau mondial à cause de la confusion avec le *Cannabis sativaindica* ou *marijuana*, interdite dans plusieurs pays. Le procédé d'obtention de cette fibre suit le même schéma que celui du lin. Plusieurs études ont été menées sur les composites renforcés par du chanvre [WAM 03]. La présence de 40% de fibres de chanvre dans un composite à matrice polypropylène/anhydride maléique permet d'atteindre des propriétés mécaniques de l'ordre de 80% de celle du composite polypropylène/fibre de verre [MUT 07]. D'autres études portant sur la recyclabilité des composites montrent que, même après plusieurs recyclages, les propriétés mécaniques du composite chanvre/polypropylène sont bien conservées [BOU 07].

➤ **Fibres de lin :** La fibre de lin est extraite de la plante qui porte le même nom. La tige peut atteindre 1 mètre de haut. Le procédé d'extraction de la fibre suit les différentes étapes suivantes :

- le rouissage qui permet d'éliminer l'écorce ;
- le teillage qui consiste à extraire les morceaux de bois du xylème contenus à l'intérieur des tiges et à éliminer les fibres courtes ;
- le peignage qui dénoue et aligne les faisceaux d'une longueur d'une dizaine de centimètre tout en enlevant les fibres courtes restantes, et divisant ainsi les faisceaux en fibres techniques.

Le lin est très présent dans les composites car il est compétitif par rapport au verre d'un point de vue mécanique. Le module spécifique d'élasticité du lin est de 37,8 GPa et celui du verre E de 28,7 GPa (tableau I.1). Il est possible d'utiliser la fibre de lin en tant que renfort dans différentes matrices, comme le polypropylène [ZAF 02], ou bien avec un biopolymère, le Poly Acide Lactique (PLA) [DUI 08].

➤ **Fibres de kénaf :** Le kénaf (*Hibiscus cannabinus L.*), aussi appelé chanvre de Deccan, est une plante annuelle de la famille des *Malvaceae* originaire d'Afrique. C'est une plante herbacée dont la tige peut atteindre 4 à 6 m de haut dans environ 4 à 5 mois. Il se trouve principalement dans les régions tropicales et en Amérique du Sud. La production de kénaf en Europe est rare. Elle est destinée uniquement pour le domaine de papeterie. Le rendement en fibre atteint près de 10 t/an/ha. La longueur moyenne des fibres (1,5 mm) est comprise entre celle des fibres de feuillus et celles de résineux. Tout comme le jute, auquel il est apparenté, le kénaf sert à fabriquer des cordes, des ficelles et des toiles grossières ... etc.

➤ **Fibres de sisal :** Les fibres de sisal sont extraites des feuilles du sisal, appelé *Agave sisalana*, originaire du Mexique, sa longueur peut atteindre 1 mètre. Cette plante résistante pousse toute l'année dans des climats chauds et arides souvent impropres aux autres cultures

Chapitre I : Etude bibliographique

Le sisal peut être récolté deux ans après avoir été planté et sa vie productive peut atteindre 12 ans. Chaque plante produit 180 à 240 feuilles selon les conditions géographiques, météorologiques [SIL 08]. Les fibres de sisal sont impropres à l'industrie de l'habillement car elles sont trop raides. Mais elles sont de plus en plus utilisées tant que renfort dans les panneaux de toiture ondulés, car la fibre apporte une bonne résistance mécanique et une bonne tenue au feu.

➤ **Fibres de ramie** : La fibre de ramie, appelée aussi Ortie de Chine, est principalement utilisée dans le textile. Depuis quelques années, cette fibre est intégrée dans la fabrication de composites. Les fibres subissent une mercerisation avant d'être intégrées dans la matrice. Cette méthode augmente jusqu'à trois fois la contrainte à la rupture de la fibre mais diminue son module d'élasticité [GOD 06].

➤ **Fibres d'abaca** : La fibre d'abaca, appelée aussi chanvre de Manille, est extraite de l'abaca, qui est une espèce de bananier. Ces fibres sont très longues et peuvent mesurer jusqu'à 3 mètres. Elles ont une bonne résistance à la rupture et peuvent être associées à différents polymères comme le Poly Acide Lactique (PLA) ou le polypropylène, ce qui confère au composite de bonnes propriétés mécaniques [BLE 09, VIL 10].

➤ **Fibres de coco** : La fibre de coco est issue de la partie extérieure de la noix de coco. Elle est généralement utilisée en corderie. L'avantage de cette fibre est la présence d'une fine couche de composés aliphatiques qui assure ainsi une bonne liaison fibre/matrice suivant la matrice utilisée. En effet, grâce à cette couche aliphatique, la fibre est utilisée avec du polyéthylène sans aucun traitement de surface ni modification chimique du renfort [BRA 05] car cette couche grasse a pour avantage d'améliorer l'interface fibre-matrice. Mais cette couche aliphatique doit être enlevée par un traitement alcalin pour fabriquer un composite polyester/fibre de coco [PRA 83]. En effet, la force nécessaire pour décoller le polyester de la fibre est 90% plus grande pour une fibre traitée par rapport à celle non traitée. De plus, les fibres non traitées, collées entre elles par cette couche aliphatique, seront moins bien dispersées dans le polyester contrairement aux fibres ayant subi un traitement alcalin. La résistance à la flexion et le module de flexion d'un composite contenant 30% de fibres de noix de coco traitées sont 40% plus importants que pour un composite polyester/fibre de coco contenant la même fraction volumique de fibres non traitées.

➤ **Fibres de Raphia** : Le palmier Raphia ou Raphia ruffia (*Raphia farinifera*) est une gigantesque espèce de palmier, de la famille des *Arécacées*, que l'on trouve en masse à Madagascar et dans certaines régions de l'Afrique. Un climat tropical humide et un terrain marécageux sont des critères excellents pour la croissance de cet arbre. Dans ces conditions, il se développe à grande vitesse et peut produire des branches jusqu'à 20 m. Chaque branche contient à son tour 80 à 100 feuilles. Les jeunes feuilles (feuilles de la foliole) peuvent être coupées dans la période de Septembre à Mai. Afin d'obtenir une fibre très fine, seul l'épiderme (30-150 μm d'épaisseur, et 8- 10 mm de largeur) du lobe des jeunes feuilles de palmiers est prélevé dans les 48 heures suivant la récolte. Les fibres sont alors pelées

manuellement puis cet épiderme est mis à sécher au soleil et ensuite fendu sur toute sa longueur de manière à obtenir les fibres elles-mêmes : celles-ci ont alors la longueur de la feuille du palmier mais, une fois nouées les unes aux autres, elles permettent de tisser des étoffes de taille importante. En fait, les fibres de raphia ne peuvent pas être filées. Lorsque le raphia est finalement sec et sa couleur bien connue jaune pâle, il est prêt pour la prochaine étape du processus de production. Un nouveau triage est nécessaire, les fibres sont dénudées des parties sombres et classées suivant la qualité, la couleur et la largeur. Le produit terminé est finalement utilisé pour différents usages : relier les plantes, confectionner des paniers, nattes, chapeaux et même des costumes traditionnels ou des objets décoratifs.

➤ **Fibres de Doum** : Le palmier doum (*Hyphaenethebaica*) pousse dans les régions chaudes et sèches, et se développe jusqu'à 17 m de hauteur. Le tronc peut avoir une circonférence jusqu'à 90 cm, des branches dichotomique et des touffes de grandes feuilles aux extrémités des branches. Les pétioles (tiges de feuille) sont d'environ un mètre de long, le gainage de la branche à la base est armé de robustes griffes vers le haut. Les feuilles sont en forme de ventilateur et mesurent environ 120 à 180 cm. L'arbre est apprécié pour l'ombre qu'il procure. La fibre de Doum extraite à partir des feuilles sert à tisser des paniers, des nattes, des textiles grossiers, des balais, des cordes et de chaume.

➤ **Fibres de jute** : Le jute est une plante herbacée de la famille des *Malvacées* pouvant mesurer 6 m de haut. De cette plante, également appelée chanvre de Calcutta, sont extraites des fibres naturelles. Généralement utilisée pour faire des sacs, la fibre de jute a trouvé une nouvelle voie d'exploitation dans les composites techniques. De part sa forte teneur en lignine, qui lui confère une forte raideur, elle est impropre à l'industrie de l'habillement. Afin d'utiliser la fibre de jute en tant que renfort dans un composite, elle a besoin de subir des modifications chimiques par l'utilisation d'un dérivé d'acides gras donnant à la fibre un caractère naturellement hydrophobe, car l'interface entre la fibre et la matrice n'est pas très bonne à cause du caractère hydrophile de la fibre [COR 07]. Une autre solution pour résoudre ce problème est une modification de la matrice grâce à l'ajout d'un agent couplant. Le composite modifié a un meilleur module d'élasticité que le composite non modifié [BRO 07].

Peu de fibres peuvent être utilisées sans un agent couplant ou sans une modification chimique, à cause d'une interface plus ou moins bonne entre la fibre et la matrice et/ou du caractère hydrophile de la fibre végétale. Cependant, elles sont de plus en plus utilisées dans différents domaines industriels. La liste des fibres présentées précédemment est une liste non exhaustive des principales fibres naturelles utilisées en tant que renfort de matrices polymères. Parmi les fibres naturelles citées, pour des raisons de disponibilité en Algérie grâce à l'importation, un intérêt a été porté sur l'utilisation de la fibre de jute dans la confection des plaques stratifiées pouvant être utilisées dans plusieurs domaines.

1.2.6 Morphologie de la plante de jute

Cette fibre naturelle d'aspect soyeux est surnommée «fibre d'or» en raison de ses reflets (figure I.4). Il s'agit d'une culture annuelle qui prend environ 120 jours pour arriver à la maturité : avril/mi-juillet et/août [WIKJU].



Figure I.4 : La plante de Jute [WIK JU].

Le jute prospère dans les terres tropicales situées à faible altitude et ayant un taux d'humidité compris entre 60 et 90 %. C'est une culture pluviale peu gourmande en engrais et pesticides. Son rendement est d'environ deux tonnes de fibres sèches par hectare. Le jute est l'une des fibres naturelles les moins chères. Il vient en deuxième position derrière le coton sur le plan des volumes produits comme de la diversité des usages.

1.2.6.1 Fibre de jute

La fibre de jute est longue, douce et brillante, sa longueur varie de 1 à 4 mètres et son diamètre de 17 à 20 microns. Elle est essentiellement composée de cellulose végétale et de lignine, qui sont respectivement les principaux composants de la fibre végétale.

En plus la fibre de jute est totalement biodégradable et recyclable, la fibre de jute est respectueuse de l'environnement. Un hectare de jute consomme environ 15 tonnes de dioxyde de carbone et relâche 11 tonnes d'oxygène. La rotation des cultures permet par ailleurs d'améliorer la fertilité des sols au profit de la récolte suivante. De surcroît, le jute ne produit pas de gaz toxique lorsqu'il est brûlé. Le jute est une fibre polyvalente. Avec la révolution industrielle, il a largement devancé le lin et le chanvre dans la fabrication des sacs, lesquels

représentent aujourd'hui encore l'essentiel des produits issus de cette fibre. Le jute a comme caractéristique intéressante de pouvoir être utilisé indépendamment aussi bien qu'avec diverses fibres et matières. S'il est de plus en plus souvent remplacé par des matières synthétiques, certains fabricants tirent parti de sa biodégradabilité pour des usages où ces dernières seraient inadaptées. On le retrouve par exemple dans des toiles pour mottes, destinées à la plantation de jeunes arbres, ou encore dans les géotextiles, pour lutter contre l'érosion et maintenir les sols. Ces produits se désagrègent et il est donc inutile de les retirer du sol [YIM 03].

I.2.6.2 Extraction de la fibre de jute

Les fibres végétales sont extraites à partir des plantes par différentes techniques telles que : mécaniques, chimiques et biologiques (utilisation des bactéries) en fonction du type de plante à étudier. Ces méthodes d'extraction des fibres végétales généralement utilisées de nos jours sont regroupées dans le diagramme de la figure I.5.

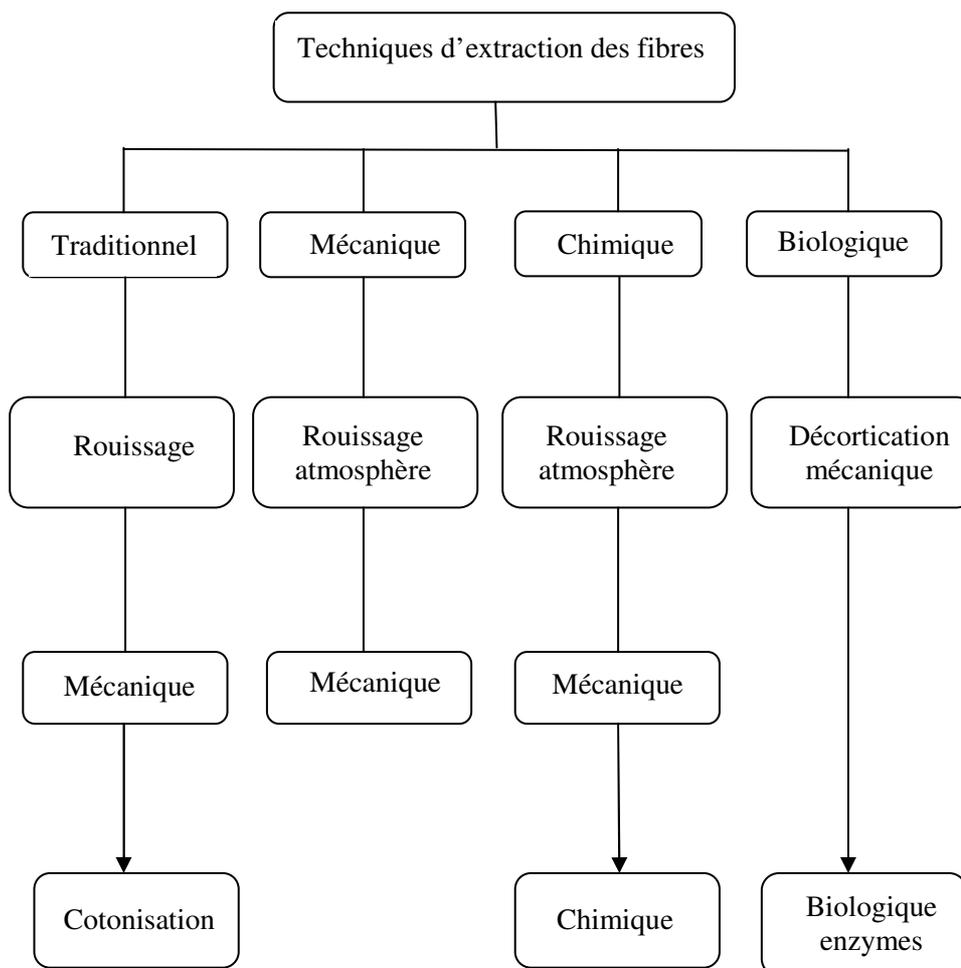


Figure I.5 : Diagramme des techniques d'extraction des fibres végétales [NTE 07].

Chapitre I : Etude bibliographique

La culture du jute est exigeante en main-d'œuvre, mais elle est peu gourmande en engrais et en pesticides. La fibre est le plus souvent récoltée manuellement, la mécanisation n'étant pas adaptée à la culture à petite échelle pratiquée dans les pays en développement.

Les fibres de jute sont extraites par rouissage à partir des tiges de la plante. Les tiges sont fauchées et couchées sur le champ pour les débarrasser des feuilles; au bout de quelques jours, elles sont liées en faisceaux. On procède ensuite au rouissage (figure I.2a), qui consiste à faire flotter les tiges sur un cours d'eau pour les libérer de la pectine et autres substances mucilagineuses qui les soudent. Le rouissage est terminé quand l'enveloppe de la tige, qui contient la fibre, se sépare facilement du cœur ligneux (il dure une à trois semaines).

Après avoir extrait la fibre, le plus souvent manuellement, on procède au lavage et au séchage (figure I.2b).



Figure I.6 : Extraction des fibres de jute : a) rouissage, b) lavage [WIK JU].

I.2.7 Structure et morphologie de la fibre végétale

I.2.7.1 La fibre végétale

La fibre végétale est considérée comme un matériau multicouche du fait des parois cylindriques et concentriques qui la compose.

Au centre de la fibre élémentaire, on distingue le lumen qui contenait, jusqu'à maturité de la fibre, le noyau cellulaire et le cytoplasme. La taille du lumen permet de déterminer la qualité et le degré de maturité de la fibre [VAL 99]. La paroi végétale, qui est l'enveloppe de la cellule végétale, est composée essentiellement de composés glucidiques. Elle comporte deux parties (figure I.7) :

- la paroi primaire ;
- la paroi secondaire, qui est elle-même composée de 3 couches : S1, S2 et S3.

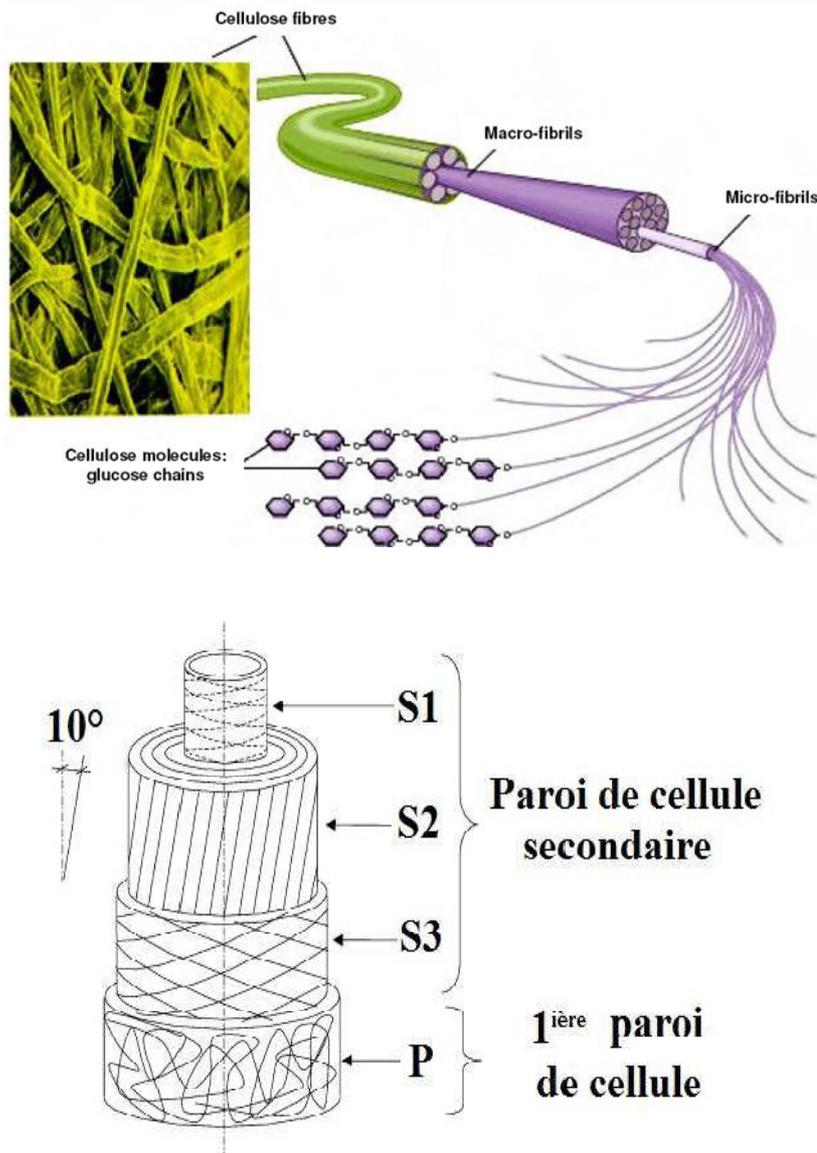


Figure. I.7. Structure de la fibre végétale [PER 00].

1.2.7.2 Organisation de la paroi végétale

Les fibres végétales sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, d'hémicelluloses, et de lignine dont les proportions dépendent de l'organisme producteur du tissu (figure I.8) [DEL 97]. En plus elles contiennent aussi des extractibles, et certains composés inorganiques [ROW 98]. Ces éléments confèrent à la cellule des propriétés biomécaniques de rigidité et d'élasticité, qui peuvent apparaître contradictoires. En effet, d'une part la structure est rigide permettant le maintien de l'organisme et d'autre part l'enveloppe est souple et extensible assurant la croissance des cellules.

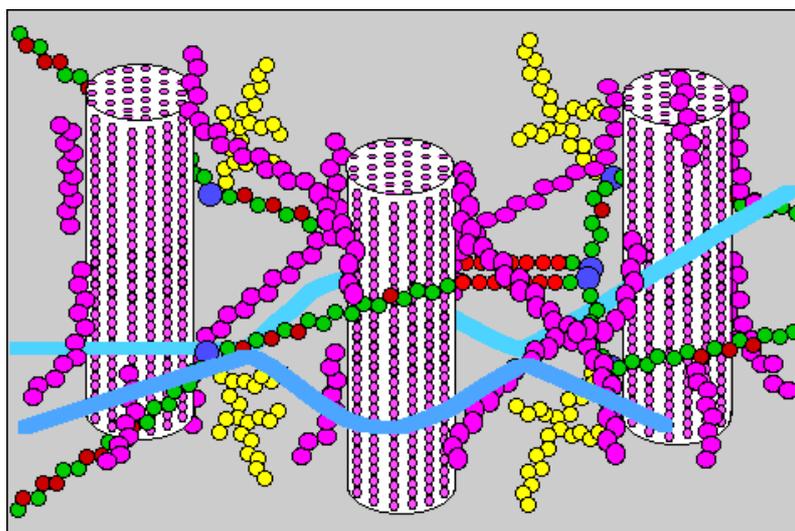


Figure I.8: Organisation de la cellule végétale [SED 07].

1.2.7.3 Les sous-couches

La lamelle mitoyenne (figure I.9) est une interface permettant de coller les fibres entre elles. Elle est composée de polysaccharides amorphes, des pectines notamment, sa composition biochimique dépend de la fibre.

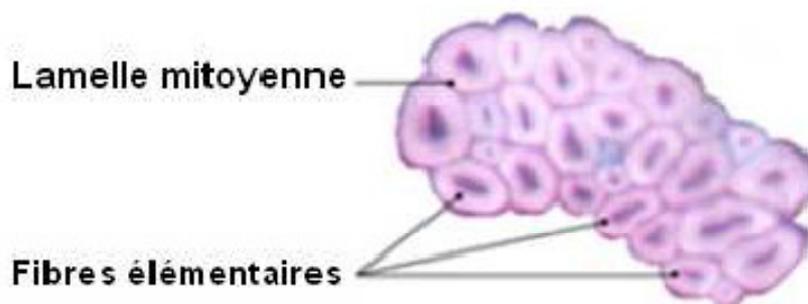


Figure I.9 : Faisceau de fibres obtenu par microscopie optique [ROU 12].

Chapitre I : Etude bibliographique

A l'aide d'un microscope électronique en transmission, les différentes couches de la paroi végétale sont plus ou moins facilement détectables.

La paroi primaire est la paroi la plus externe, cette paroi est poreuse et élastique [ROU 12]. Souvent, la paroi primaire et la lamelle mitoyenne sont associées, car il est difficile de distinguer les deux.

La paroi secondaire ou paroi interne, constitue la plus grande partie du volume de la fibre. Cette paroi se divise en 3 couches : S1, S2 et S3. Ces trois sous-couches se différencient par leur composition biochimique, leur épaisseur ainsi que par leur arrangement.

La paroi primaire ainsi que la paroi secondaire sont considérées comme des composites renforcés de fibrilles. Leurs principaux constituants sont la cellulose, les hémicelluloses et la lignine qui constituent la matrice du composite. Chacune des sous-couches est constituée de lamelles concentriques, qui consistent en un enroulement de micro-fibrilles de cellulose parallèles entre elles dans une matrice de lignine, les hémicelluloses assurent l'interphase.

I.2.8. Les constituants de la fibre végétale

Une fibre végétale est assimilable à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose (figure I.10) [ROW 00]. Une cellule végétale est principalement composée d'hémicellulose et de lignine. Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice suivant un angle nommé angle micro fibrillaire.

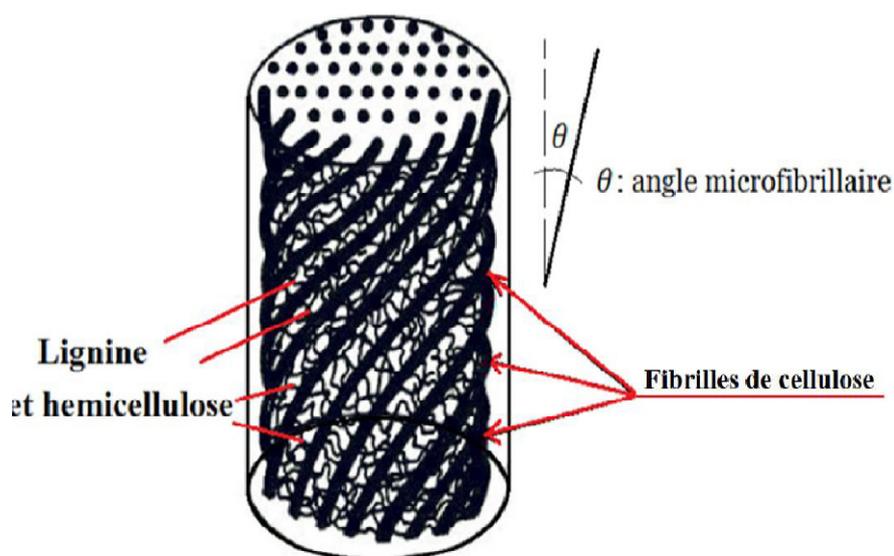


Figure I.10: Structure d'une fibre végétale [ROW 00].

D'autres produits comme les protéines, les pectines, l'amidon et des sels inorganiques sont présents en quantités plus faibles [ROW 95]. Le tableau I.1 donne la composition biochimique de certaines fibres. La composition chimique des fibres dépend de leur origine mais d'une façon générale la cellulose est toujours majoritaire avec des pourcentages en poids pouvant aller de 22% pour les fibres provenant du sabai, jusqu'à 85% pour les linters de coton (tableau I.1). Les concentrations en hémicellulose varient de 12 à 27% en poids et celles de lignines de 7 à 24% en poids.

Tableau I.1: Composition chimique de quelques fibres naturelles [ROW-00]

Composantes (%)	Coton	Jute	Lin	Ramie	Sisal	Bois
Cellulose	82,7	64,4	64,1	68,6	65,8	40 – 50
Hémicellulose	5,7	12	16,7	13,1	12	25 – 40
Pectine	5,7	0,2	1,8	1,9	0,8	-
Lignine	-	11,8	2	0,6	9,9	15 – 35
Cires	0,6	0,5	1,5	0,3	0,3	-
Eau	11	11	1	13,9	15,5	11,2

1.2.8.1 La cellulose

La cellulose obtenue directement à partir des plantes est dite cellulose naturelle et une fois dissoute dans différents solvants, elle est dite régénérée. La structure cristalline de la cellulose naturelle est de la forme cellulose I et celle régénérée, de la forme cellulose II. Les analyses cristallographiques de la cellulose I ont montré la présence de deux types de structures cristallines Ia et Ib [PER 10]. La cellulose peut contenir des successions de zones cristallines et des zones amorphes (figure I.11). Le taux de cristallinité généralement constaté dans la cellulose est de l'ordre de 80%. Cette valeur n'est pas fixe et dépend de la zone de récolte, de la méthode d'extraction des fibres de la plante et des traitements thermiques et chimiques appliqués [ROW 00]. Les groupes hydroxyles (OH) sont susceptibles d'être impliqués dans la formation de liaisons intra et inter chaînes de cellulose et confèrent à celle-ci ses propriétés mécaniques (rigidité et résistance). La forte densité de liaisons hydrogènes entre les chaînes permet une orientation des zones cristallines et empêche la pénétration de solvants. Cependant, les zones amorphes possèdent moins de liaisons hydroxyles inter-chaînes et peuvent réagir avec les molécules de l'eau. Les zones cristallines possèdent des densités plus élevées que celles amorphes et sont plus résistantes à l'eau [WAL 93]. La cellulose est résistante aux fortes solutions basiques (17,5% en masse), mais elle est facilement hydrolysée par les solutions acides en sucres solubles dans l'eau. La cellulose est aussi relativement résistante aux agents oxydants [THO 11].

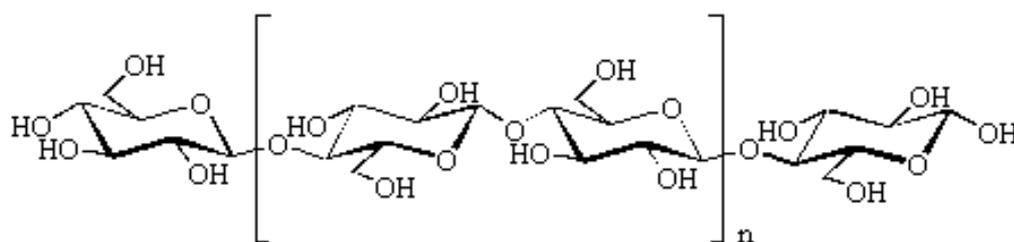


Figure I.11 : Structure de cellulose [THO 11].

1.2.8.2 L'hémicellulose

L'hémicellulose est constituée d'une sélection de polysaccharides (Dxylopyranose, D-glocopyranose, D-galactopyranose..., etc.) qui se présentent en chaînes courtes et hautement ramifiées. Le degré de polymérisation dans ce polymère est de 20 à 300 fois plus faible que dans la cellulose [THY 06]. Les hémicelluloses sont différentes des celluloses par leurs multiples variétés de saccharides constituant le polymère qui sont différents d'une plante à une autre. Ils présentent un degré considérable de ramification de chaînes, tandis que la cellulose est un polymère linéaire. Aussi, l'hémicellulose est rarement cristalline et responsable de la sensibilité des fibres à l'eau à travers l'interface (groupes hydroxyles). Ceci augmente le risque de la dégradation sous l'effet des agents extérieurs (bactéries, acides..., etc.). Une des classes d'hémicelluloses la plus étudiée correspond aux xyloglucanes (figure I.12).

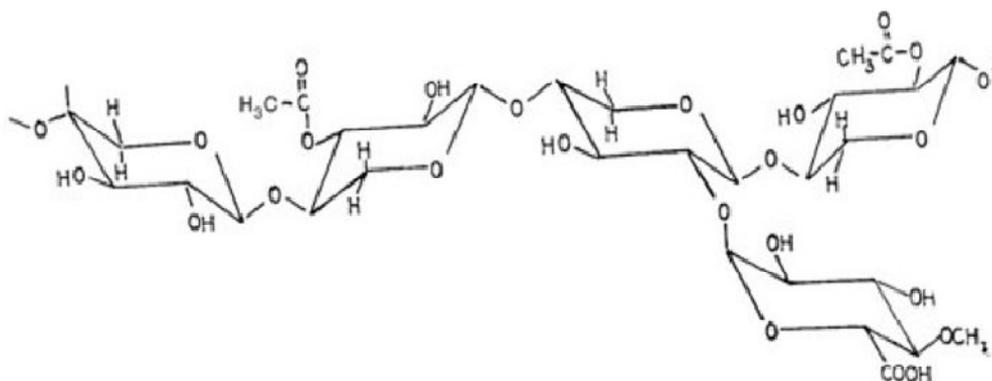


Figure I.12 : Structure de l'hémicellulose [THY 06].

1.2.8.3 La lignine

La lignine est un polymère hydrocarboné de structure très complexe en trois dimensions constitué d'éléments aliphatiques et aromatiques (figure I.13). La lignine joue le rôle de gaine entourant les micro-fibrilles et les fibres en améliorant ainsi leur résistance à la compression [EIC 01]. Par analogie avec les matériaux composites, cette 'colle' joue le rôle de matrice. Elle permet aux plantes de former une structure rigide et aux arbres de grande

hauteur de rester debout. La lignine est répartie à travers les parois cellulaires primaires et secondaires, avec la plus forte concentration se trouvant au niveau de la lamelle mitoyenne. La lignine agit également comme une barrière pour l'eau, limitant sa pénétration à travers la paroi cellulaire. Elle possède des propriétés mécaniques largement inférieures à celles de la cellulose, environ 4GPa en module d'élasticité alors que pour la cellulose cette valeur peut aller jusqu'à 135 GPa [BLE 99]. L'élimination de la lignine devient donc souhaitable pour de meilleures propriétés mécaniques des fibres unitaires. La lignine est considérée comme un polymère thermoplastique, présentant une température de transition vitreuse de l'ordre de 90°C et une température de fusion d'environ 170°C [THO 11]. Pendant les traitements de l'élimination de l'eau des parois cellulaires des fibres, tel que le séchage, la lignine peut être éliminée [KAC 06]. La lignine est aussi sensible aux UV ainsi qu'aux agents chimiques.

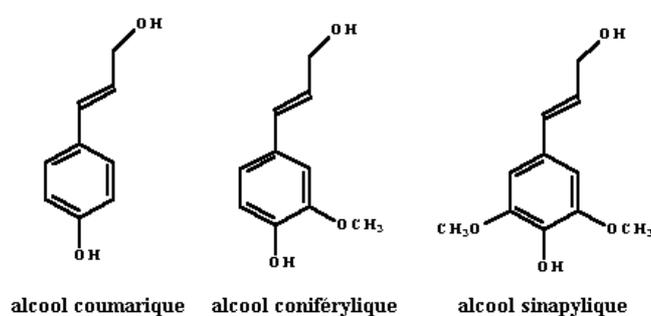


Figure I.13 : Structure de lignine [COU 07].

I.2.8.4 Les pectines

Les pectines regroupent les hétéro-polysaccharides qui se trouvent généralement dans les parois cellulaires primaires des fibres végétales. La structure des pectines dépend de l'espèce végétale et les proportions des différents types varient en fonction de leur position dans les parois cellulaires [SAK 80].

Les pectines sont les composés les plus hydrophiles dans les fibres végétales en raison de la présence de groupes acide carboxylique. La figure I.14 présente un exemple de structure de pectine.

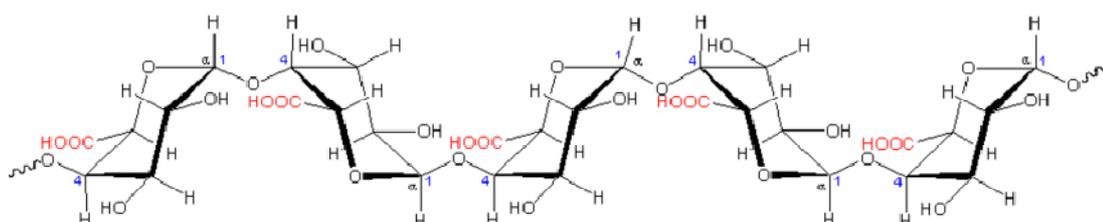


Figure I.14 : Structure d'une chaîne de pectine (acide polygalacturonique) [SAK 80].

I.2.8.5 Cires

Les cires sont des constituants des fibres naturelles, qui peuvent être extraites avec des solutions organiques. Ces matériaux se composent de différents types d'alcools insolubles dans l'eau et de plusieurs acides tels que l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique.

I.2.9 Propriétés usuelles des fibres végétales

I.2.9.1 Propriétés physiques

En général les fibres végétales sont caractérisées physiquement par leur longueur, leur diamètre, et leur densité. D'après une recherche bibliographique sur les caractéristiques physiques de quelques fibres végétales qui ont été étudiées par plusieurs auteurs, sont représentées sur le tableau suivant :

Tableau I.2 : Caractéristiques physiques de quelques fibres végétales

Fibres	Longueur (mm)	Diamètre (μm)	Densité (g/cm^3)	Référence
Coton	35	19	1,5-1,6	[DAL 12]
Lin	4-77	5-76	1,54	[MUK 86]
Sisal	200	0,08-0,30	0,75-1,07	[TOL 03]
Coco	-	0,11-0,53	0,67-1	[TOL 03]
Alfa	5-50	5-95	1,51	[DAL 12]
Jute	9-70	25-200	1,44	[DAL 12]
Chanvre	5-55	10-51	-	[MUK 86]
Ramie	40-250	16-126	-	[BLE 99]
Sisal	0,8-8	7-47	-	[SIL 08]

La variabilité des paramètres géométriques comme la longueur et le diamètre des fibres végétales s'explique de la même manière que celle de sa composition chimique, à savoir l'influence d'une multitude de facteurs sur son développement agricole mais aussi sur sa transformation industrielle. De plus, les dimensions transversales des fibres varient en fonction de sa localisation dans la tige.

Une autre caractéristique importante des fibres végétales est la capacité d'absorption d'eau. En effet, le comportement des fibres à long terme pourra entraîner des variations volumiques des fibres et engendrer des modifications de l'interface fibres/matrice du à la capacité d'absorption d'eau des fibres végétales.

Le tableau I.3 résume des résultats sur le coefficient d'absorption d'eau des fibres végétales les plus couramment utilisées comme renfort de composites.

Tableau I.3 : Coefficient d'absorption d'eau de différentes fibres végétales [MAG 10].

Fibres	Absorption d'eau %
Bagasse	122,5
Coco	93,8
Jute	281
Palmier	129,9
Bambou	51

1.2.9.2 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des fibres végétales sont induites par leurs caractéristiques intrinsèques notamment leurs compositions chimiques (cellulose, hémicellulose, lignine et pectines), structure de la fibre (section, porosité, angle micro-fibrillaire, facteur de forme, rapport longueur/diamètre, etc...), leurs caractéristiques anthropiques (type de défibrage, itinéraire technique, etc...) ou par des caractéristiques indépendantes et variables (taux d'humidité, localisation des fibres dans la tige, défauts naturels, conditions de croissance, ...etc.). Globalement, même s'il existe des variations inter-espèces, le module d'Young des fibres végétales est similaire à celui de la fibre de verre et les propriétés spécifiques rapportées à la densité sont meilleures que cette dernière [BAL 04, BLE 99].

Le comportement mécanique en traction des fibres végétales conditionne l'effet de ce renfort sur le comportement final du composite.

Tableau I.4 : Propriétés mécaniques de différentes fibres végétales

Fibres	Resistance à la traction (MPa)	Déformation à la rupture %	Module d'Young (GPa)
Coton	287-597	7-8	5,5-12,6
Lin	1339	3,27	58
Chanvre	389	1,6	35
Jute	393-773	1,5-1,8	26,5
Sisal	350-700	3-7	9-21
Alfa	75-154	1,6	12,7

1.2.10 Traitements des fibres végétales

Dans la production des matériaux composites, le paramètre prédominant en termes de propriétés mécaniques est probablement l'interaction renfort/matrice. En effet, les interactions

polymère-charge peuvent être de nature physique ou chimique, en fonction de la nature des constituants et des additifs introduits dans le mélange initial. Lors d'un processus de chargement, de bonnes propriétés d'adhésion doivent exister à l'interface pour que l'effort soit transmis de façon efficace de la matrice aux renforts (fibres) et obtenir ainsi des composites avec de bonnes propriétés mécaniques (résistance, rigidité,...). Dans la plus part des cas, cette liaison se traduit par une incompatibilité des fibres avec la matrice, et donc la modification où le traitement de surface de la fibre est nécessaire pour assurer la compatibilité entre elles. Cette approche a été appliquée dans les cas du collage des fibres de verre avec de la résine phénolique [CHO 99], le collage des fibres de carbone avec une résine polyamide par traitement de surface par poudre de carbone [XU 16], le collage des fibres de cellulose par différentes méthodes telles que la délignification [KHA 96], l'acétylation de surface [VAR 94], et le revêtement par greffage par polymérisation [HEI 82].

Afin de stabiliser la fibre végétale, trois classes de traitements peuvent être répertoriées dans la bibliographie ; physique, chimique et thermique [GOV 04]. Plusieurs études ont déjà tenté de modifier les propriétés de surface des fibres de cellulose afin d'améliorer leur adhésion avec une matrice polymérique. Des méthodes variées comme les traitements corona, plasma, alcalin, thermique, la greffe par copolymérisation, le traitement avec des silanes ou encore avec d'autres produits chimiques ont permis d'améliorer la compatibilité des fibres avec la matrice. Cependant, certaines de ces méthodes ont l'inconvénient d'utiliser des équipements et/ou des produits chimiques onéreux [SED 07].

1.2.10.1 Traitement physique

Les procédés physiques peuvent être utilisés sur la surface du renfort ou de la matrice pour diverses raisons :

- Nettoyage et purification de la surface ;
- Oxydation et activation des sites sur la surface.

Ces méthodes entraînent un changement physique et chimique des propriétés structurales du composé. On distingue les traitements par décharges diélectriques tels que le Corona et le plasma froid et par exposition aux rayonnements laser, ultra violet ou gamma.

L'application des fibres végétales comme renfort exige d'une part une forte adhésion entre la fibre et la matrice et d'autre part, une absorption limitée de l'eau par les fibres. Afin d'y parvenir Gouanvé et al. [GOU 06] ont préféré aux traitements chimiques usuels, le traitement autoclave à la vapeur d'eau et le traitement par plasma froid. Le premier a pour objectif de réduire la sensibilité à l'eau des fibres et le second d'améliorer l'adhésion fibre/matrice.

I.2.10.1.a Traitement autoclave

C'est un traitement simple, peu coûteux et sans danger pour l'environnement qui à terme pourrait devenir une voie de substitution aux traitements chimiques actuellement appliqués. Le protocole expérimental est le suivant; il consiste à mettre les non-tissés de fibres, pendant un certain temps, en présence de vapeur d'eau saturante à une température légèrement supérieure à 130°C et pour laquelle la tension de vapeur est de 2 bars. Cette première étape est suivie d'une étape de séchage à température ambiante, puis une autre étape est réalisée à une température d'environ 130°C pendant 2 heures.

I.2.10.1.b Traitement plasma froid

Ce traitement modifie la surface des fibres sans affecter les propriétés intrinsèques du matériau. De plus, cette technique ne nécessite pas l'usage de solvant et les temps de traitements sont courts. Le gaz plasmagène utilisé est l'hélium He, il permet d'introduire des radicaux libres à la surface sans générer de nouvelles fonctionnalités dues à la nature du gaz (exemple : création de fonctions fluorées dans le cas d'un traitement CF₄). Les paramètres optimaux de la phase plasmagène ont été déterminés et correspondent à une puissance de 50W et un temps de traitement de 5min [GOU 06].

I.2.10.2 Traitement chimique

La modification de la surface des fibres par des méthodes chimiques a pour objectif de rendre compatibles deux matériaux par l'introduction d'un troisième aux propriétés intermédiaires. Le couplage réalisé permet l'association des fibres cellulosiques fortement hydrophiles avec les polymères hydrophobes [BLE 99]. Le traitement chimique est basé principalement sur les modifications de surfaces des fibres ligno-cellulosiques en agissant sur la cellulose qui représente le constituant majoritaire de ces fibres. La structure spatiale de la cellulose contrôle ses propriétés physiques et chimiques. En effet, la région amorphe est beaucoup plus accessible à l'attaque des réactifs que la région cristalline [REG 98]. Différents traitements chimiques peuvent être effectués sur les fibres ligno-cellulosiques, nous citons : l'oxydation [BRA 04], l'estérification [SHA 06], l'éthérification et la mercerisation [BIS 91] ...etc. Ces traitements améliorent les caractéristiques adhésives de la surface des fibres en éliminant les impuretés naturelles et artificielles [HAM 94]. La majorité de ces traitements sont précédés par un prétraitement dans une solution alcaline. Le prétraitement de la cellulose de manière à rompre les liaisons hydrogène intra et intermoléculaires facilite sa modification chimique car il rend libre les hydroxyles qui deviennent plus réactifs.

L'addition de l'hydroxyde de sodium (NaOH) à la fibre naturelle favorise l'ionisation du groupe d'hydroxyle selon la formule suivante :



I.1

1.2.10.3 Traitement thermique

Le traitement consiste à chauffer les fibres, sous atmosphères inerte jusqu'à 280°C et de le maintenir suffisamment longtemps pour que sa structure soit modifiée [GOV 04, MER09]. Cette technique appelée (torréfaction) a été particulièrement étudiée par Bourgois et al [BOU 88]. Le procédé qui a été adapté consiste à traiter thermiquement du bois sous atmosphère inerte à des températures inférieures à 280°C. La durée du traitement permet l'obtention des propriétés souhaitées. Il présente l'avantage de moins dégrader la fibre et permet de conserver au maximum ses propriétés mécaniques.

Merzoud et al [MER 07] ont fait le traitement thermique par la mise en ébullition des fibres de diss dans une cocotte pendant quatre heures, puis un lavage afin d'éliminer les sucres et les composants hydrosolubles renfermés dans les fibres.

1.2.11 Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres végétales constituent une alternative intéressante aux fibres de verre en raison de leur biodégradabilité ou recyclabilité. Ces fibres présentent de nombreux avantages comme renfort pour les matériaux composites. En revanche, certains inconvénients peuvent être un obstacle au niveau du développement industriel.

Les principaux avantages et inconvénients sont rassemblés dans le tableau I.5:

Tableau I.5 : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales [CAR 06].

Inconvénients	Avantages
<ul style="list-style-type: none"> - Absorption d'eau - Faible stabilité dimensionnelle - Mauvaise tenue en vieillissement - Faible résistance au feu (200 à 230 °C max) - Fibres anisotropes - Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo ... - Pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock - Renfort discontinu 	<ul style="list-style-type: none"> - Faible densité et faible coût - Facile à recycler et biodégradables - Neutre pour l'émission de CO₂ - Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres - Absence de résidus après incinération - Ressource renouvelable, non abrasives pour les outillages - Demande peu d'énergie pour être produite - Bonnes propriétés d'isolation thermique et acoustique - Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité)

1.2.12. Application des fibres naturelles.

Depuis plusieurs années, les ressources naturelles sont utilisées pour la production de produits de base ainsi qu'une grande quantité de produits techniques. Textiles, cordes, toiles et papiers ont été également faits de fibres naturelles, telles que le jute, le chanvre, le lin, l'alfa, la fibre de coco, et la bagasse de canne à sucre. Dès 1908, les premiers matériaux composites ont été fabriqués pour être utilisés dans des tubes et des tuyaux pour l'électronique [SAD 78].

Actuellement dans les pays de l'UE, environ 75% du poids total des véhicules hors d'usage est recyclé, dont 25%, appelés broyage des résidus de l'automobile, sont éliminés comme le remblai en raison de leurs complexité. La réduction de ce pourcentage reste un défi majeur, l'End-of-Life Véhicule (ELV) Directive Européenne stipule qu'à partir 2015, seulement 5% du poids du véhicule peut être éliminé dans des sites de décharge.

L'utilisation des matériaux qui se dégradent naturellement après leur utilisation est une manière d'éviter la complexité du recyclage. C'est dans ce sens que les chercheurs ont, depuis quelque temps développé l'utilisation des dérivés de fibres de jute, de chanvre, de lin, de sisal, et de noix de coco, à partir des matières végétales telles que BAST (l'extérieur de la tige), afin de renforcer le polymère. Ces fibres cellulosiques offrent une haute rigidité spécifique (par rapport aux poids) et ont peu d'impacts environnementaux par rapport aux produits issus de fibres synthétiques. Elles ont fait leurs preuves parmi les matériaux d'intérieur des véhicules [MEN 07].

Aujourd'hui, la solution aux problèmes écologiques est offerte par les matériaux verts [OFO 11]. En Europe, les constructeurs automobiles utilisent des tapis fabriqués à base d'abaca. Le lin et le chanvre sont utilisés notamment dans la fabrication des portes à panneaux pressés (**Figure 1.3**), tablettes arrière, dossiers de siège, boucliers moteur et appui-tête [FUN 09].

Les composites à fibres naturelles offrent également de vastes possibilités d'exploitation en tant que matériaux de remplacement, en particulier les substituts du bois sur le marché de la construction [YAN 10]. Divers produits composites basés sur la fibre naturelle, tels que les stratifiés, les panneaux, les cloisons, les cadres de portes, les volets, et toiture constituent une alternative aux matériaux existants.

D'autres applications de l'utilisation des fibres dans la matrice polymère sont présentes, comme la conservation des sols, la fabrication du matériel de sport et de plus en plus dans le secteur du sport automobile, en raison de leur potentiel de réduction de masse. Les structures d'impact dans le sport automobile sont tenues d'agir à la fois comme éléments porteurs et des dispositifs pour l'absorption d'énergie [MER 12].

Dans le domaine de construction les fibres de toute nature sont très employées dans différents ouvrages dans le but d'améliorer leurs performances mécaniques et physiques. L'utilisation des fibres végétales dans le renforcement des ciments est relativement récente. En effet, beaucoup de recherches sont en cours dans le but d'arriver à substituer les fibres d'amiante par les fibres végétales. Actuellement, les fibres végétales sont de plus en plus utilisées dans les dalles et la production des tuiles et des dallages de parking ainsi que le renforcement du plâtre [KHE 90].



Figure I.15 : Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le domaine d'automobile [SAX 11]

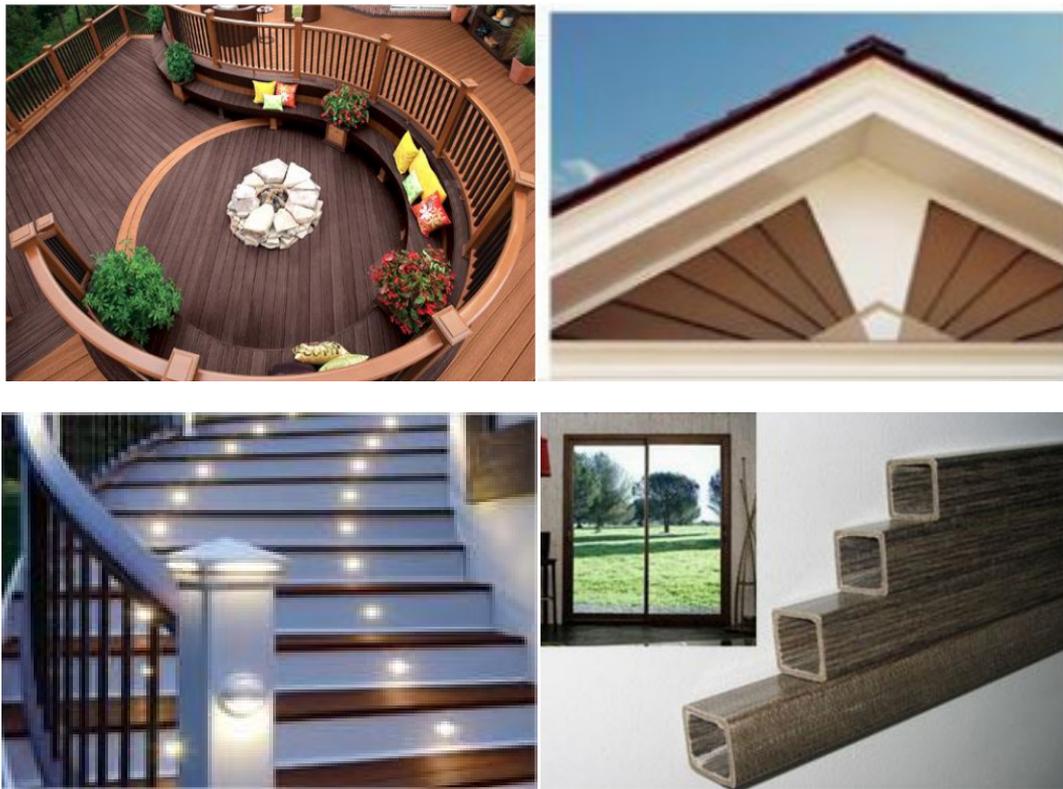


Figure I.16 : Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le secteur de construction.



Figure I.17 : Autres applications des matériaux composites à base de fibres naturelles :
a) Eolienne et b) planches de surf [BAL 13].

I.3 Synthèse des travaux réalisés sur les fibres végétales

Les travaux de recherche sur la caractérisation des fibres naturelles ont pris de l'importance ces dernières années, beaucoup d'études s'intéressent à la caractérisation des fibres et peu d'études sur la caractérisation des faisceaux de fibres (yarns). Les faisceaux de fibres (yarns) ou fils utilisés souvent en cordage ou sous forme de tissu comprennent plusieurs fibres liées entre elles.

Les fibres végétales couramment utilisées sont celles issues des plantes et possèdent de bonnes propriétés mécaniques. Les propriétés de fibres naturelles composées de jute changent considérablement selon leur structure, en effet, elles se composent de plusieurs cellules formant les micro-fibrilles cristallines (cellulose) reliées ensemble par la lignine et l'hémicellulose amorphes comme couche. Ces murs de cellules diffèrent dans leur composition (cellulose, lignine, et l'hémicellulose) et dans leur orientation (angle en spirale) pour lesquelles les paramètres structuraux caractéristiques changent d'une fibre à une autre [GAS 99]. Le composite renforcé par les fibres naturelles de jute présente de bonnes caractéristiques de résistance en traction, avec des propriétés intéressantes en flexion, bien qu'il puisse présenter quelques problèmes de dureté [GOW 99].

La fibre de jute a fait l'objet de plusieurs études scientifiques. Ces études s'étalent sur une multitude de domaines à commencer par la production de la plante jusqu'à son utilisation en passant par la filature, le choix de l'angle micro-fibrillaire, le mode de tissage et les traitements des fibres ... etc. Dans le domaine de la production du jute, plusieurs études ont portées sur l'analyse de la nature, de la variabilité génétique sur le rendement des fibres ainsi que l'identification de l'aspect physiologique et biochimique à court terme sur les espèces de récolte [MIR 08]. Khöler et al [KHO 02] montrent que la variabilité génétique de la fibre de jute est liée à sa nature.

Un des principaux problèmes dans la fabrication du tissu de jute réside dans l'optimisation du filet à utiliser. En effet, l'optimisation du processus d'ouverture de fibre est importante pour améliorer les propriétés mécaniques des fibres [BOI 05]. Le comportement de la fibre de jute est gouverné par deux paramètres, notamment la réorientation suivant l'axe de sollicitation des fibrilles et aussi au glissement de celles-ci les unes par rapport aux autres [KHO 02]. Hearle et al [HEA 63] montrent que l'angle micro-fibrillaire caractérisant le jute est influencé par le pourcentage de cellulose dans le jute (61% à 71%). Les travaux de Broutman et al [BRO 72] montrent que cet angle micro-fibrillaire généralement de l'ordre de 8° influe sur le comportement mécanique du jute, en effet, plus l'angle micro-fibrillaire est faible et plus la rigidité et la résistance de la fibre sont élevées; et plus l'angle micro-fibrillaire est important et plus l'allongement à rupture est important.

Sabeel *et al* [SAB 08] ont présenté une étude expérimentale qui montre l'influence des séquences d'empilement sur les propriétés mécaniques (traction, flexion et de cisaillement inter laminaire) des composites hybrides tissés non traités de jute/polyester. Les résultats (Figures I.18 et I.19) montrent que les propriétés mécaniques du stratifié peuvent être améliorées par l'incorporation de la fibre de verre.

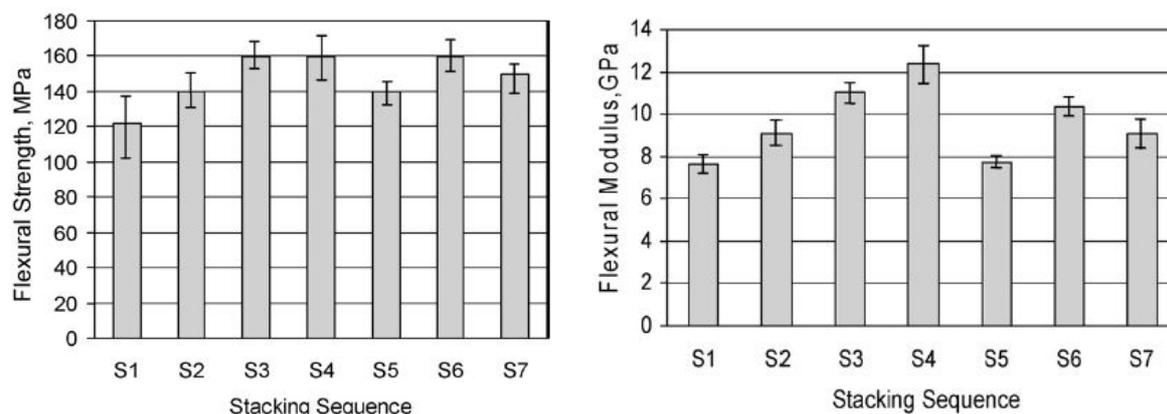


Figure I.18: a) Contrainte en flexion des stratifiés, b) Module de flexion des stratifiés [SAB 08].

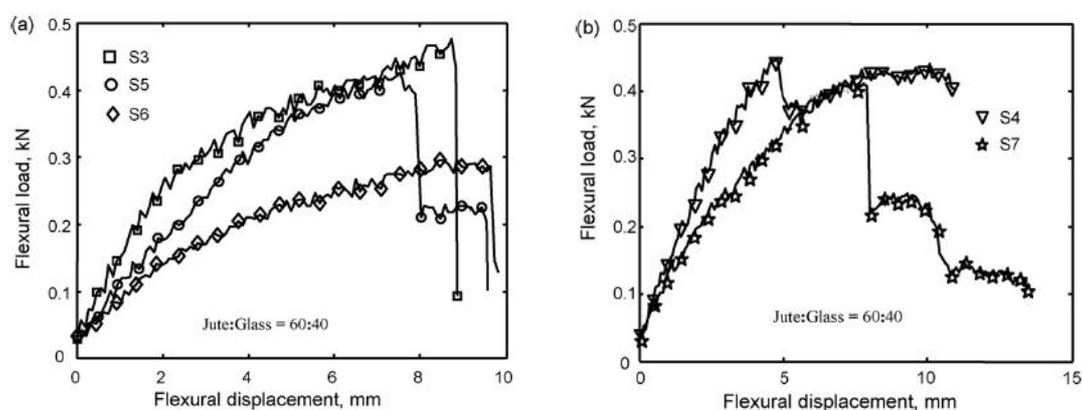


Figure I.19: Diagrammes charge/déplacement (flexion), a) stratifiés S3, S5 et S6, b) stratifiés S4 et S7 [SAB 08].

Dhakal *et al* [DHA 14] ont déterminé les propriétés mécaniques des composites en jute/UP, en procédant à une série d'essais de choc à faible vitesse utilisant trois températures différentes (30, 50 et 75° C) et deux vitesses d'impact (1,5 et 2 m/s). Les résultats montrent que les composites en jute/UP présentent la résistance la plus élevée lors des tests à 30° C. Les composites ont ensuite été soumis à des essais de flexion trois points (figure I.20), les résultats trouvés (figure I.21) montrent que les propriétés mécaniques diminuent avec l'augmentation de la température de l'essai.

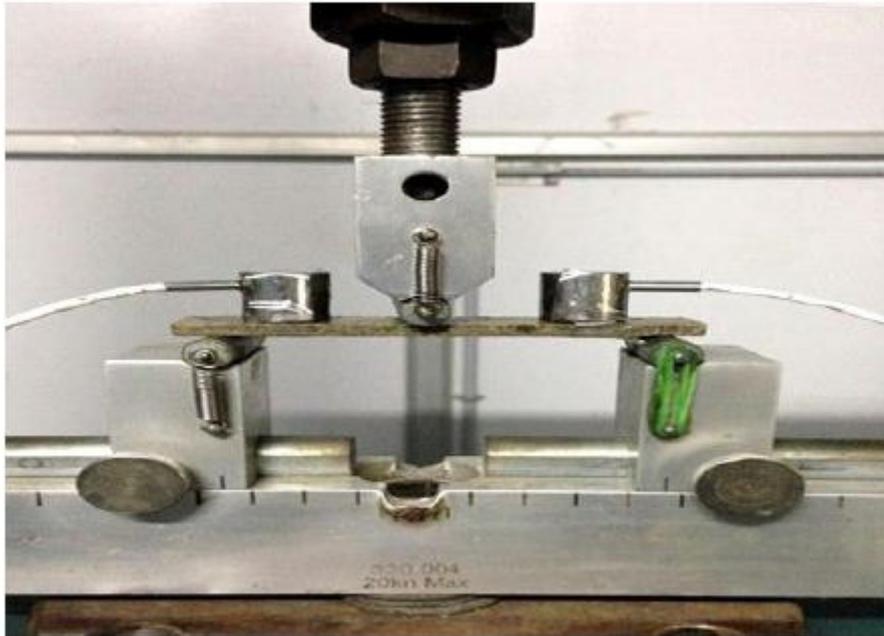


Figure I.20: Eprouvette sous chargement en flexion avec AE sensors [DHA 14].

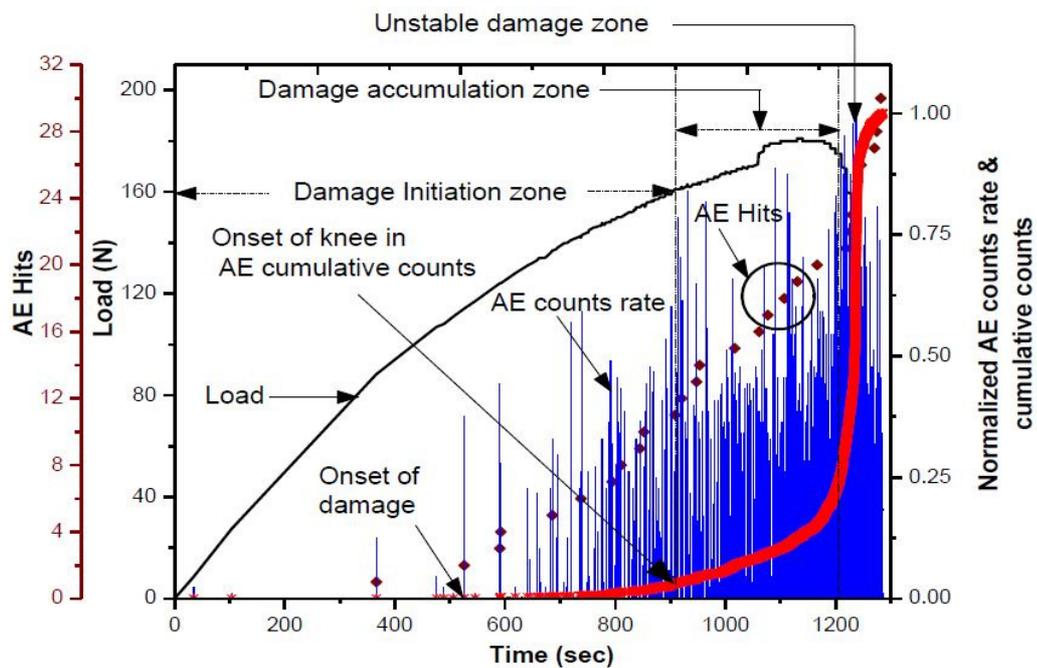


Figure I.21: Temps AE par rapport à la charge, impacts d'AE, taux de comptage d'AE normalisés et comptages cumulatifs pour les stratifiés chanvre / époxy [DHA 14].

Behera et *al* [BER 12] ont étudié la biodégradabilité de deux bio-composites en jute tissé et non tissé avec une résine de soja (figure I.22) par immersion dans de l'eau à température ambiante ainsi qu'à température d'ébullition. Les éprouvettes ont été testées en traction et en flexion statique ensuite les échantillons ont été enterrés dans le sol pour évaluer

Chapitre I : Etude bibliographique

leur biodégradabilité. Leur étude a montré une augmentation au niveau de la résistance et du module de traction du composite en jute non tissé. La perte de poids, l'analyse FTIR et la micrographie du composite après dégradation par le sol ont révélé que le composite dans sa nature est biodégradable (tableau I.6). Cet avantage assure l'élimination sûre des déchets et permet donc la préservation de l'environnement.

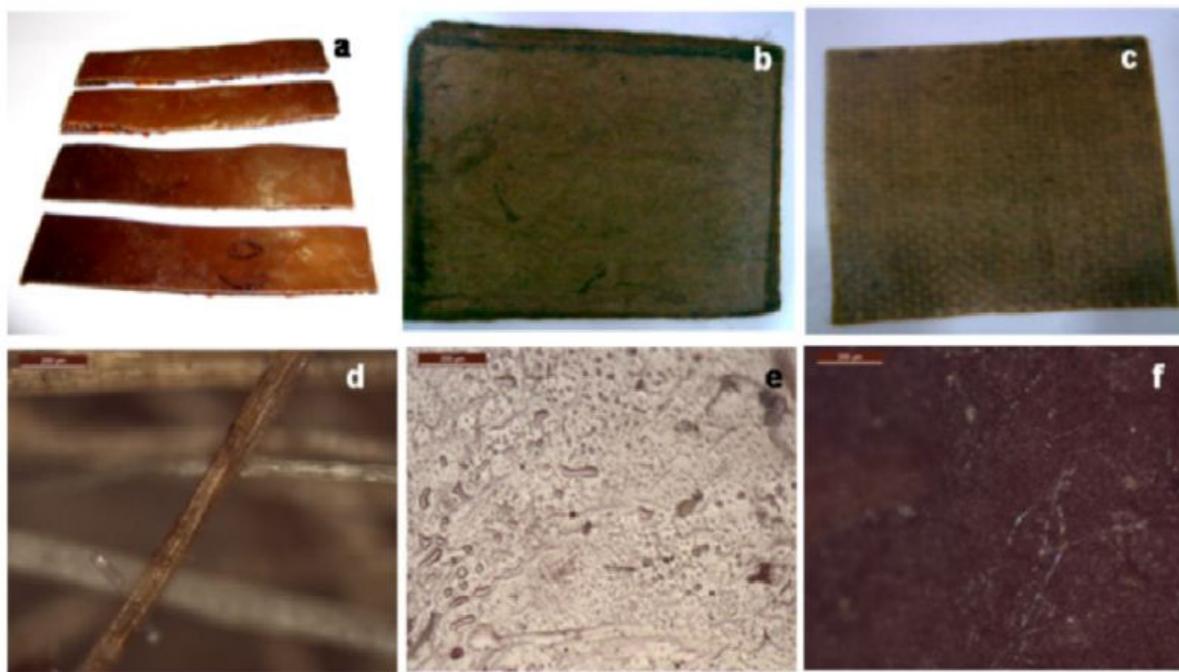


Figure I.22: Photographies de a) SRF, b) NJS3 c) WJS3 et Photographies optique de d) jute, e) jute après dégradation, f) SRF10 [BER 12].

Tableau I.6: Propriétés mécaniques des composites NJS et WJS [BER 12].

Composite	Jute content (wt %)	TS ^a ± SD ^g (MPa)	TM ^b ± SD ^g (MPa)	EB ^c ± SD ^g (%)	FS ^d ± SD ^g (MPa)	FM ^e ± SD ^g (MPa)
NJS1	40	24,8 ± 2,1	780 ± 20	9,3 ± 0,3	25,8 ± 2,0	832 ± 22
NJS2	50	29,6 ± 2,1	824 ± 20	8,7 ± 0,3	30,7 ± 1,9	896 ± 20
NJS3	60	37,1 ± 1,9	10340 ± 20	6,8 ± 0,3	38,4 ± 2,0	1120 ± 21
NJS4	70	35,9 ± 2,0	916 ± 21	6,2 ± 0,3	36,3 ± 2,0	974 ± 20
NJS5	80	31,4 ± 2,0	840 ± 20	5,8 ± 0,3	32,1 ± 1,8	902 ± 21
WJS1	40	22,4 ± 1,9	714 ± 20	10,2 ± 0,3	21,9 ± 2,0	684 ± 20
WJS2	50	27,7 ± 1,9	778 ± 21	8,9 ± 0,3	29,2 ± 2,1	792 ± 20
WJS3	60	35,6 ± 2,1	972 ± 20	7,1 ± 0,3	33,5 ± 2,0	1026 ± 18
WJS4	70	32,5 ± 2,1	804 ± 20	6,8 ± 0,3	31,4 ± 2,1	984 ± 20
WJS5	80	29,4 ± 2,0	764 ± 22	6,1 ± 0,3	28,7 ± 1,9	907 ± 19

^a TS: contrainte de traction, ^b TM: module de traction, ^c EB: déformation à la rupture, ^d FS: contrainte de flexion, ^e FM: module de flexion, ^g SD: écart type.

Chapitre I : Etude bibliographique

Amroune et *al* [AMR 15] ont étudié l'effet des traitements chimiques par NaOH sur les propriétés mécaniques des fibres de bras de grappe des palmiers dattier pendant des temps variables d'immersion. Les résultats trouvés montrent une amélioration des propriétés mécaniques notamment lorsque le traitement chimique appliqué est 0,5% de NaOH pour une durée d'immersion de 12h.

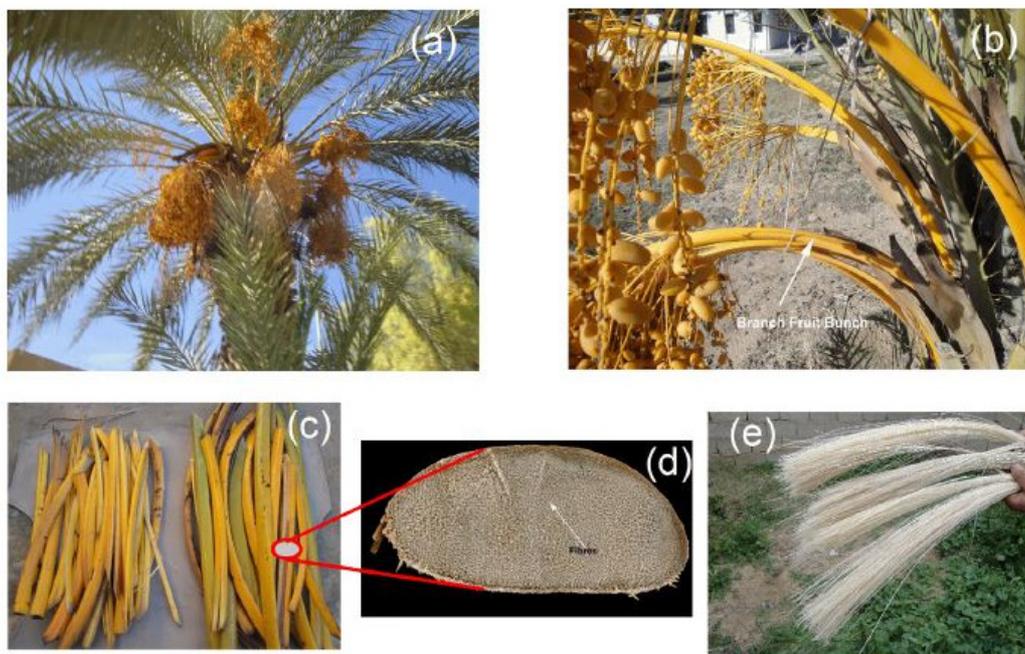


Figure I.23: Photographies de: a) palmier dattier, b) et c) branches de fruits, d) section transversale FBBPD e) fibres de FBBPD utilisées dans le présent travail [AMR 15].

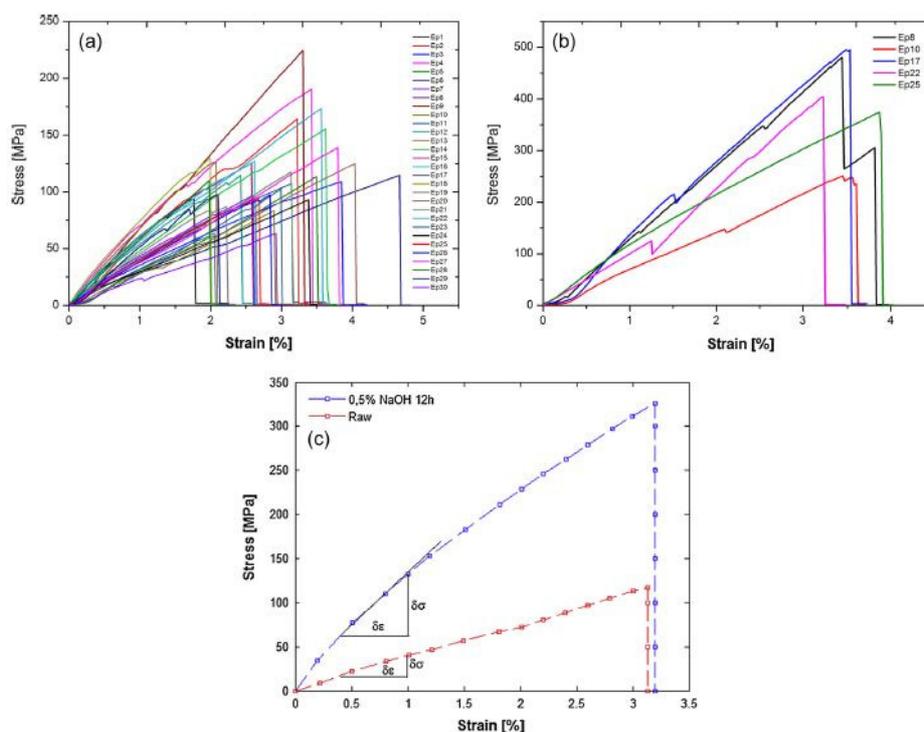


Figure I.24: a) Courbes contrainte-déformation de trente échantillons testés, b) comportement en escalier des fibres de FBBPD non traitées et c) comparaison des courbes contrainte déformation des fibres FBBPD non traitées et traitées) 0,5% NaOH-12h [AMR 15].

Maache et al [MAA 17] ont présenté une nouvelle fibre naturelle végétale sauvage disponible en Algérie (figure I.25) provenant de la tige du Jonc épars de nom scientifique *Juncus effusus* L. (JE). La morphologie et le diamètre des fibres techniques extraites de la tige de la plante de JE ont été caractérisées par microscopie optique et électronique à balayage. Les groupes fonctionnels des fibres extraites de JE ont été étudiés par FTIR, le comportement de dégradation thermique a été examiné et approfondi à partir des courbes TG, DTG (figure I.26) et le taux de cristallinité est déterminé en utilisant le X-ray. De plus, une caractérisation mécanique est effectuée à l'aide des essais de traction de la fibre technique afin d'évaluer ces propriétés mécaniques à savoir la contrainte et la déformation à la rupture et le module de Young (figure I.27). Vu les dispersions dans les résultats expérimentaux obtenus, ces derniers ont été analysés en utilisant les lois statistiques de Weibull à deux et à trois paramètres.

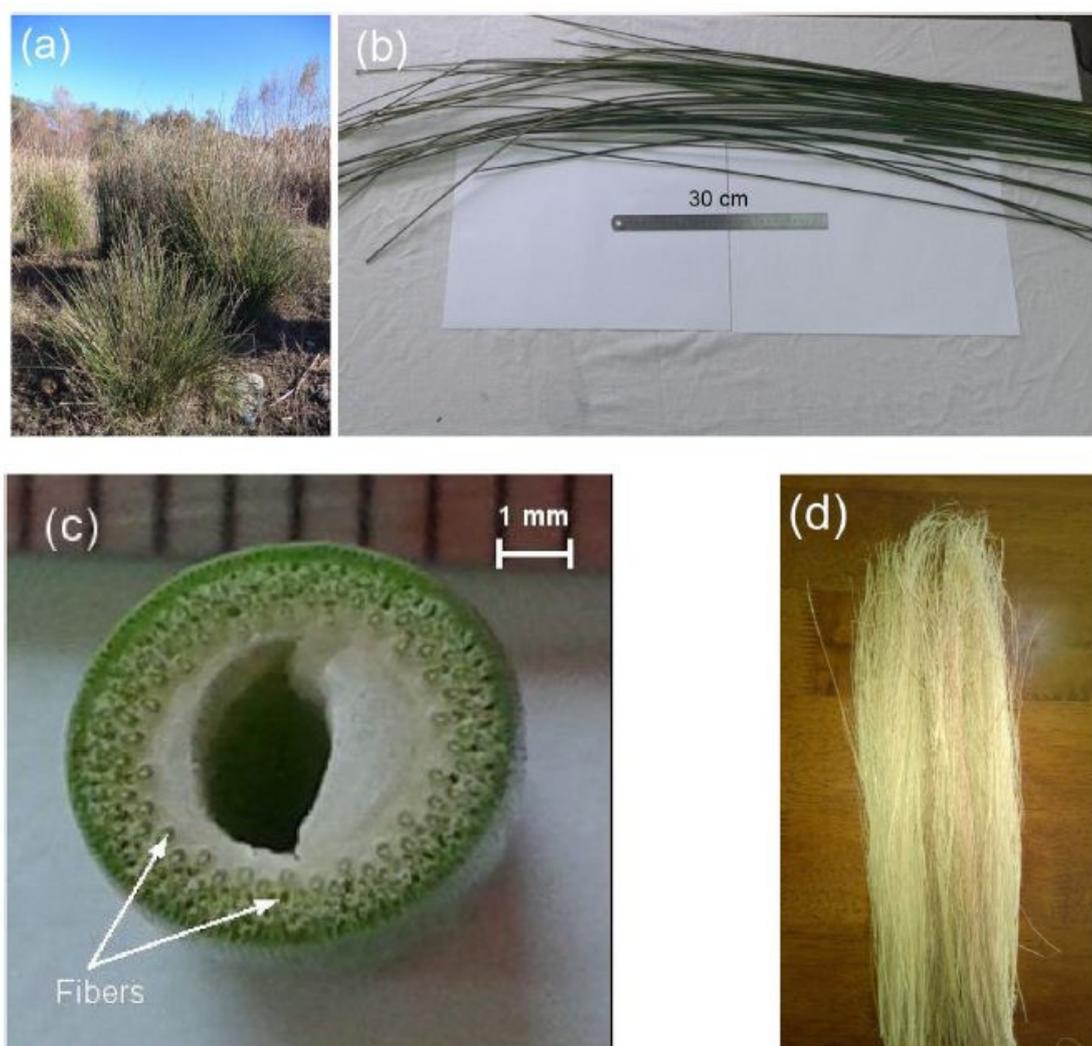


Figure I.25: Photographies de: (a) plante de JE, (b) tige de la plante JE, (c) coupe transversale de la tige (d) fibres extraites de la tige [MAA 17].

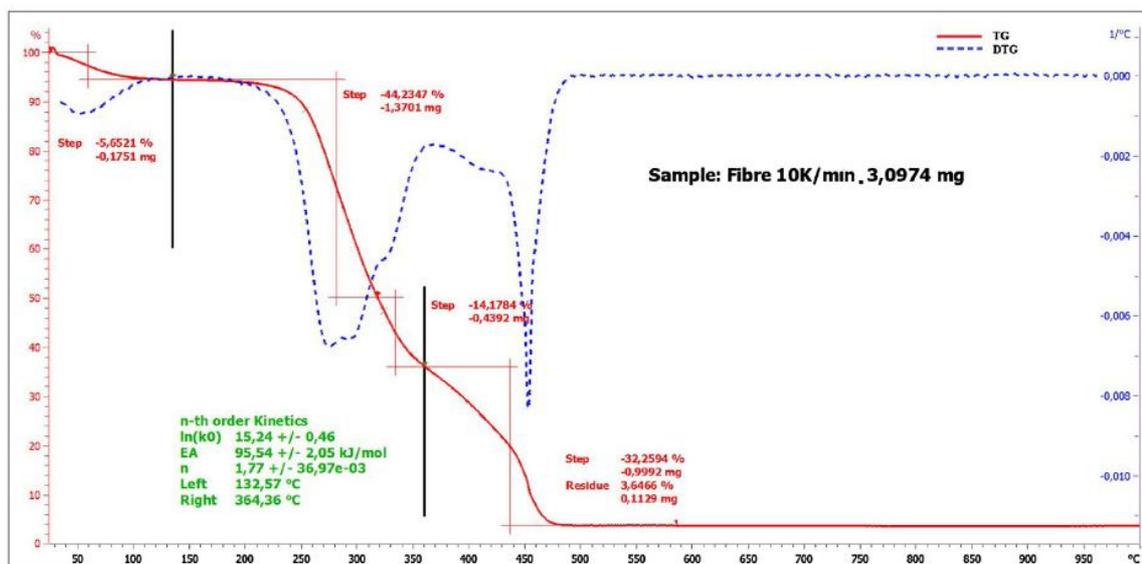


Figure I.26: Courbes TGA et DTG de la fibre JE [MAA 17].

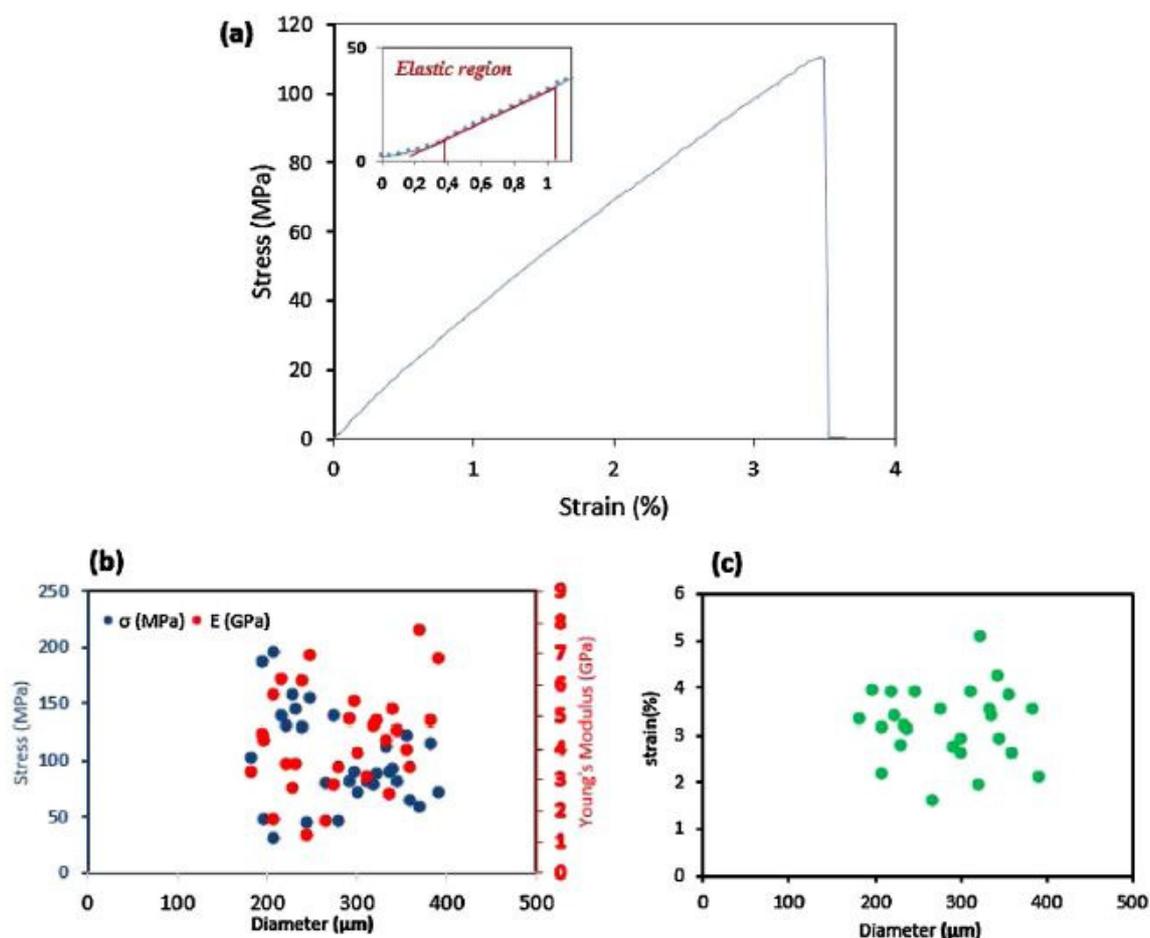


Figure I.27: Courbe type contrainte-déformation de *Juncus effusus* L., fibre avec zoom de la region élastique, b) et c) propriétés en traction de la fibre JE en fonction du diamètre à GL (40 mm) [MAA 17].

I.4 Conclusion et position du problème

Le présent chapitre met l'accent sur les fibres végétales (ligno-cellulosique) employées comme charge ou renfort dans un matériau composite à base de matrice polymère. Ces fibres végétales constituent une ressource renouvelable, naturellement biodégradable, et disposent de nombreuses qualités techniques élevées.

D'après l'étude bibliographique faite sur les fibres naturelles et plus particulièrement celles issues des plantes (végétales) ainsi que sur les bio-composites, les principales conclusions peuvent être dégagées :

- ✓ Du point de vue écologique, les fibres végétales peuvent substituer certaines fibres synthétiques notamment la fibre de verre ;
- ✓ Plusieurs fibres naturelles sont présentées avec leurs caractéristiques mécaniques, leurs avantages et inconvénients ;
- ✓ Le choix du sujet sur les faisceaux de fibres de jute est bien justifié du point de vue scientifique, ce sujet n'a pas été suffisamment étudié par d'autres chercheurs et du point de vue économique, la fibre de jute est disponible en Algérie grâce à l'importation de ces fibres comme produit brute par l'usine de fabrication des cordes et de produits d'emballage de la Wilaya de Béjaia ;
- ✓ Les fibres de jute dont les propriétés mécaniques et thermiques varient selon la nature de la fibre. L'incorporation de 20 à 30% de fibres de jute dans une matrice thermoplastique ou thermodurcissable peut conduire à un matériau bio-composite dont les propriétés en traction sont le double, voir plus que celui de la résine seule.

Notre contribution s'intéresse à la caractérisation mécanique des faisceaux de fibres de jute en traction ainsi que leur caractérisation physico chimique. L'utilisation de ces fibres comme renfort dans les composites stratifiés est aussi étudiée. Les fibres végétales sont hydrophobes alors que la résine est hydrophile ce qui peut provoquer des problèmes au niveau de l'interface fibre/matrice, ceci nous a conduit à une étude de traitements des faisceaux de fibres par des alcalins (NaOH) avec différentes concentrations et temps d'immersion afin d'améliorer les propriétés mécaniques des fibres et la qualité de l'interface c'est-à-dire l'adhésion fibre-matrice par des différents traitements chimiques appropriés.

Les objectifs visés par ce travail sont subdivisés en deux volets :

Le premier est réservé à la caractérisation expérimentale des faisceaux de fibres de jute traités et non traités, en traction sous sollicitations monotones. Des stratifiés constitués de tissus de jute et d'une matrice polyester sont également caractérisés en traction monotone et en flexion 3-points avec différentes vitesses de sollicitations. De plus, une caractérisation physico chimique sera également effectuée sur les fibres en utilisant différentes techniques à

Chapitre I : Etude bibliographique

savoir : l'analyse thermogravimétrie (ATG), la calorimétrie à balayage différentiel (DSC), analyse par transformée de fourrier (FTIR), le diffractomètre à rayons X (DRX) et l'observation des surfaces droites et latérales par différents microscopes optiques et à balayage électronique (MEB).

Le deuxième volet de notre travail sera consacré aux études statistiques par la méthode de Weibull à 2 et à 3 paramètres et par l'analyse de variance ANOVA à un paramètre. Ceci est dans le but d'estimer les propriétés mécaniques à savoir la contrainte, la déformation à la rupture et le module de Young des fibres végétales. On vérifiera aussi l'influence des facteurs explicatifs (variable indépendante c'est à dire les concentrations du NaOH et le temps d'immersion), s'ils ont un impact significatif sur les variables dépendantes (contrainte et module de Young).

CHAPITRE II

Matériels et Techniques Expérimentales

II.1 Introduction

Ce chapitre décrit de façon détaillée, les différentes techniques expérimentales et conditions d'essais utilisées. Il est consacré à la description de la découpe des échantillons de traction du tissu et des fils (Yarn) à partir des rouleaux de tissus de jute et l'élaboration des plaques bio composites constituées par le tissu de jute comme renfort et une résine polyester comme matrice. La caractérisation physico chimique et mécanique de la fibre et des bio composites élaborés à été effectuée par plusieurs machines et appareils qui sont décrites aussi dans ce chapitre, à savoir : les microscopes optiques et à balayage électronique (MEB), l'appareil d'analyse spectroscopique infrarouge (FTIR), la calorimétrie à balayage différentiel (DSC), le diffractomètre à rayons X (DRX) et la machine de traction universelle (Zwick Rokwell) utilisée pour la caractérisation mécanique en statique. Il est à noter aussi qu'une pompe à vide, une tronçonneuse à disque diamanté et une étuve ont été utilisées respectivement pour la réalisation des plaques biocomposites. La découpe des plaques bio-composites en éprouvettes (traction et de flexion) est réalisée suivant les normes ASTM appropriées et le séchage des fibres et éprouvettes.

II.2 Présentation de la fibre de jute

Le matériau de base utilisé dans notre recherche est le « **Jute** », connu sous le nom scientifique (*Corchorus capsularis*), il appartient à la famille des Malvacées. Cette fibre naturelle d'aspect soyeux est surnommée « fibre d'or » en raison de ses reflets (Figure II.1), sa longueur varie de 1 à 4 mètres et son diamètre de 17 à 20 microns. Il s'agit d'une culture annuelle qui prend environ 120 jours pour arriver à maturité : avril/mi-juillet et/août. Le jute prospère dans les terres tropicales situées à faible altitude et ayant un taux d'humidité compris entre 60 et 90 %. C'est une culture pluviale peu gourmande en engrais et pesticides. Son rendement est d'environ deux tonnes de fibre sèche par hectare [WIKJU]. Le jute est l'une des fibres naturelles les moins chères. Il vient en deuxième position derrière le coton sur le plan des volumes produits comme de la diversité des usages.



Figure II.1: (a) La plante de jute, (b) Transport de fibres de jute sous forme de bottes.

II.3 La matrice (résine polyester)

La matrice utilisée dans ce travail lors de l'élaboration des différents types de bio composite est une résine polyester, ce choix est justifié du fait que cette résine est l'une des résines les moins chères et convient bien pour le cas des composites de large consommation (à prix modéré). La résine polyester est un produit de synthèse principalement utilisé dans la fabrication de matériaux composites où les performances mécaniques ne sont pas très élevées.

La résine polyester constitue la matrice, et les renforts peuvent être des matériaux synthétiques notamment des fibres de verre longues (sous forme unidirectionnelles ou tissées) ou fibres courtes (mat) comme ils peuvent être des fibres naturelles d'origine végétale ou animale. Pour utiliser la résine polyester dans la fabrication d'un matériau composite, une préparation est nécessaire. Les polyesters insaturés sont des résines thermodurcissables liquides qui avec l'ajout d'un durcisseur puis un accélérateur de 1 à 1,5 % chacun conduit à une réaction chimique qui permet la polymérisation et ainsi le durcissement du produit obtenu. Il est important de noter que

Chapitre II : Matériels et Techniques Expérimentales

cette réaction chimique est irréversible. De plus, dans certains cas des charges minérales sont rajoutées au mélange afin de réduire le coût et la masse volumique du produit fini.

Pour maintenir les résines à l'état liquide, le styrène composé aromatique à odeur forte caractéristique est utilisé comme solvant. Les résines polyester sont conservées dans des containers métalliques à l'abri de la lumière et au frais. Dans ce travail, la résine utilisée est de type POLYESTER RESIN 716.09 (Figure II.2).



Figure II.2: Résine polyester utilisée.

II.4 Matériels et Méthodes

II.4.1 Préparation du renfort

II.4.1.1 Préparation des éprouvettes en tissu de jute

Le tissu de jute a été fourni sous forme de rouleau par l'usine de fabrication des cordes en fibre naturelles de la Willaya de Bejaia (Figure II.3). Les éprouvettes de traction en tissu de jute ont été découpées selon la norme **AFNOR 57-101** avec les dimensions de $1 \times 25 \times 250 \text{ mm}^3$ à partir du rouleau de tissu (Figure II.4). Il est important aussi de signaler que le tissu de jute présente deux directions (chaîne Y et trame X) comme le montre la figure II.3. Au moins 5 éprouvettes par type en été découpées dans les sens chaîne (Y) et trame (X).

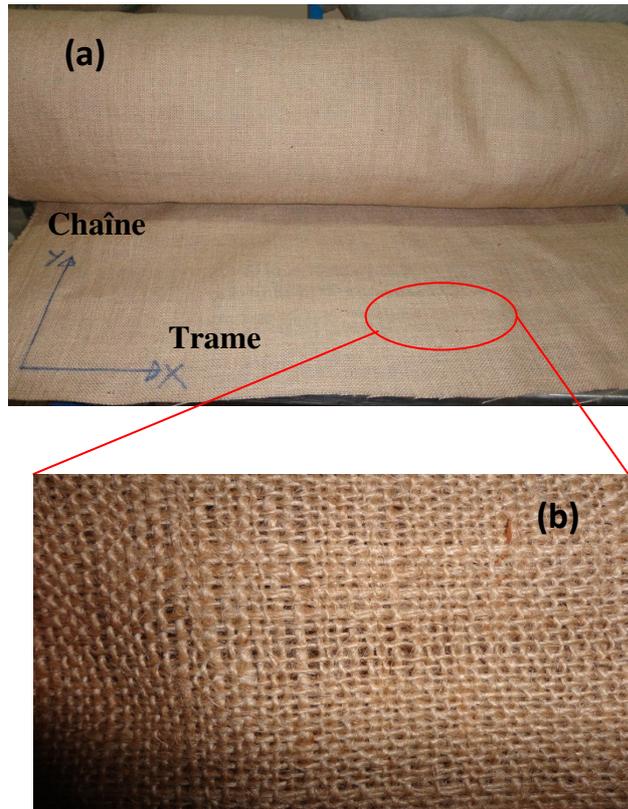


Figure II.3: (a) Rouleau de tissu de jute de densité 400 g/m^2 et (b) Zone sélectionnée.



Figure II.4: Eprouvettes de traction du tissu de jute découpées dans les sens chaîne et trame.

II.4.1.2 Préparation des échantillons en faisceaux de fibres de jute

Les faisceaux (yarns) de jute utilisés dans ce travail ont été découpés à partir des torons du tissu de jute, dans le sens de la chaîne puis regroupées en 66 séries de trente échantillons chacune

Chapitre II : Matériels et Techniques Expérimentales

(Figure II.5) formant ainsi un total de 1980 yarns, parmi les quels 1650 ont subit différents traitements alcalin et le reste sans traitement. Les faisceaux de fibres se composent des centaines de

fibres, formant un diamètre moyen de $860 \mu\text{m} \pm 125 \mu\text{m}$. Les faisceaux (yarns) de jute ont été testés en traction statique dans les mêmes conditions selon la norme ASTM D-578.



Figure II.5: Faisceaux de fibres de jute.

II.4.1.3 Traitement alcalin des faisceaux de fibres de jute

Les faisceaux de fibres de jute ont été traités chimiquement dans le but d'obtenir des surfaces rugueuses afin d'améliorer l'adhérence fibre/matrice. Pour ce faire, les faisceaux de fibres sont immergés dans une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) avec différentes concentrations (0,5%, 2% et 5%) pour des durées de 30 min, 2h, 8h 12 heures à la température ambiante. Ensuite, elles ont été rincées à l'eau avant d'être plongés dans l'acide sulfurique (H_2SO_4) pendant 5 minutes, puis elles sont immergées dans l'eau distillée pendant 15 min pour avoir un PH neutre (Figure II.6), et enfin elles ont été séchées dans une étuve à une température de 70°C pendant une durée de 5 heures.

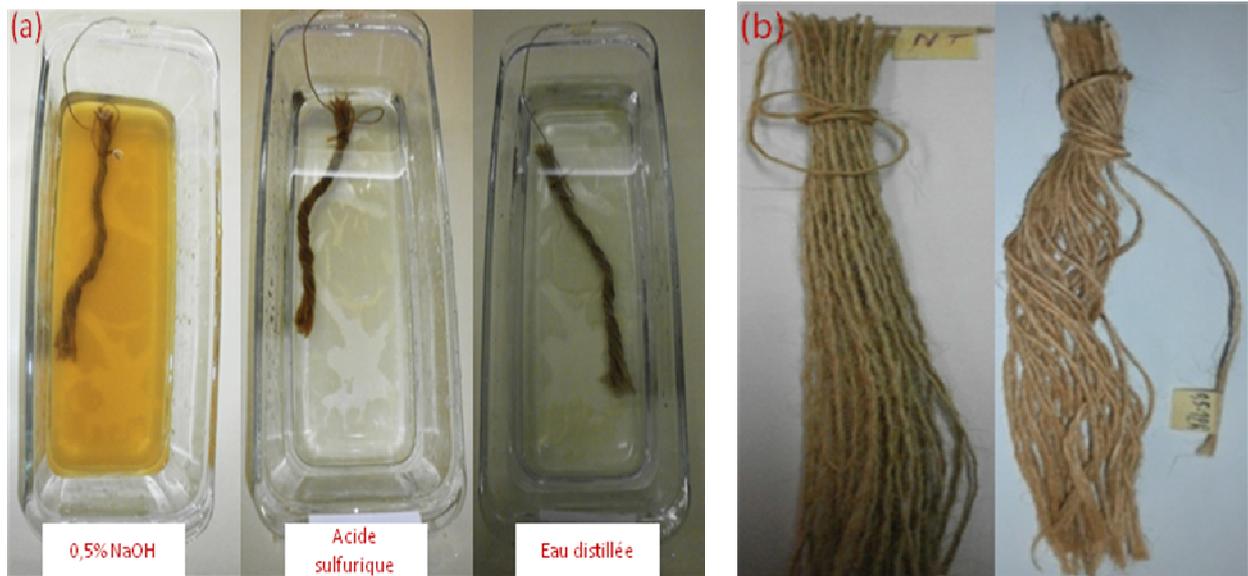


Figure II.6: a) Bains de NaOH, Acide sulfurique et eau distillée, b) Cordées de fils de jute non traitées et traitées par NaOH.

II.4.2. Elaboration des bio composites

Le composite étudié est un stratifié constitué d'un tissu bidirectionnel ayant une masse surfacique de 400g/m^2 et une résine polyester. Les stratifiés élaborés constitués par 3plis sont élaborés sous forme de plaques de dimensions $330 \times 330 \text{ mm}^2$ par la technique du moulage en sac (Figure II.7), alors que les plaques en résine seule sont élaborées par coulée dans un moule en verre de $280 \times 280 \text{ mm}^2$ (Figure II.8). Les bio-composites sont imprégnés à température ambiante, la résine est catalysée et durcie dans des proportions comprises entre 1 et 1,5 % en masse. L'ensemble reste dans le moule pendant 24 heures afin d'avoir une solidification totale de la résine. Ensuite, les plaques stratifiées obtenues sont laissées à l'air libre pendant 7 jours (Figure II.9).

La préparation du renfort est réalisée avant l'élaboration des bio composites. Le tissu est découpé sous forme de plis de dimensions $330 \times 330 \text{ mm}^2$, ces derniers sont regroupés en lots de trois plis chacun, puis ils sont pesés avec une balance électronique d'une précision de 0,01 g.

Les étapes de préparation d'une plaque bio composite (figure II.7) consiste à déposer un tissu d'arrachage sur un moule préparé préalablement, suivi par le dépôt du premier pli en tissu de fibres, ensuite l'étalement de la résine sur toute la surface du pli par un pinceau, l'opération de dépôt de pli et son étalement de résine est répétée pour tous les autres plis constituant la plaque. Enfin un tissu d'arrachage et un tissu absorbant sont déposés pour absorber l'excès de résine. Avant de faire fonctionner la pompe à vide, le moule est fermé par un film en plastique transparent collé sur le pourtour de la plaque par une bande adhésive pour assurer son étanchéité. La dépression créée par la pompe est de l'ordre 30 bars pendant 6 heures (jusqu'à la polymérisation de la plaque), cette dépression exerce une force de compression sur la plaque, ce qui permet de densifier la plaque et de dégager les bulles d'airs emprisonnées dans le moule. La plaque ainsi démoulée après 6 heures

Chapitre II : Matériels et Techniques Expérimentales

(Figure II.9a) est laissée à température ambiante pendant 15 jours afin d'avoir une polymérisation complète.

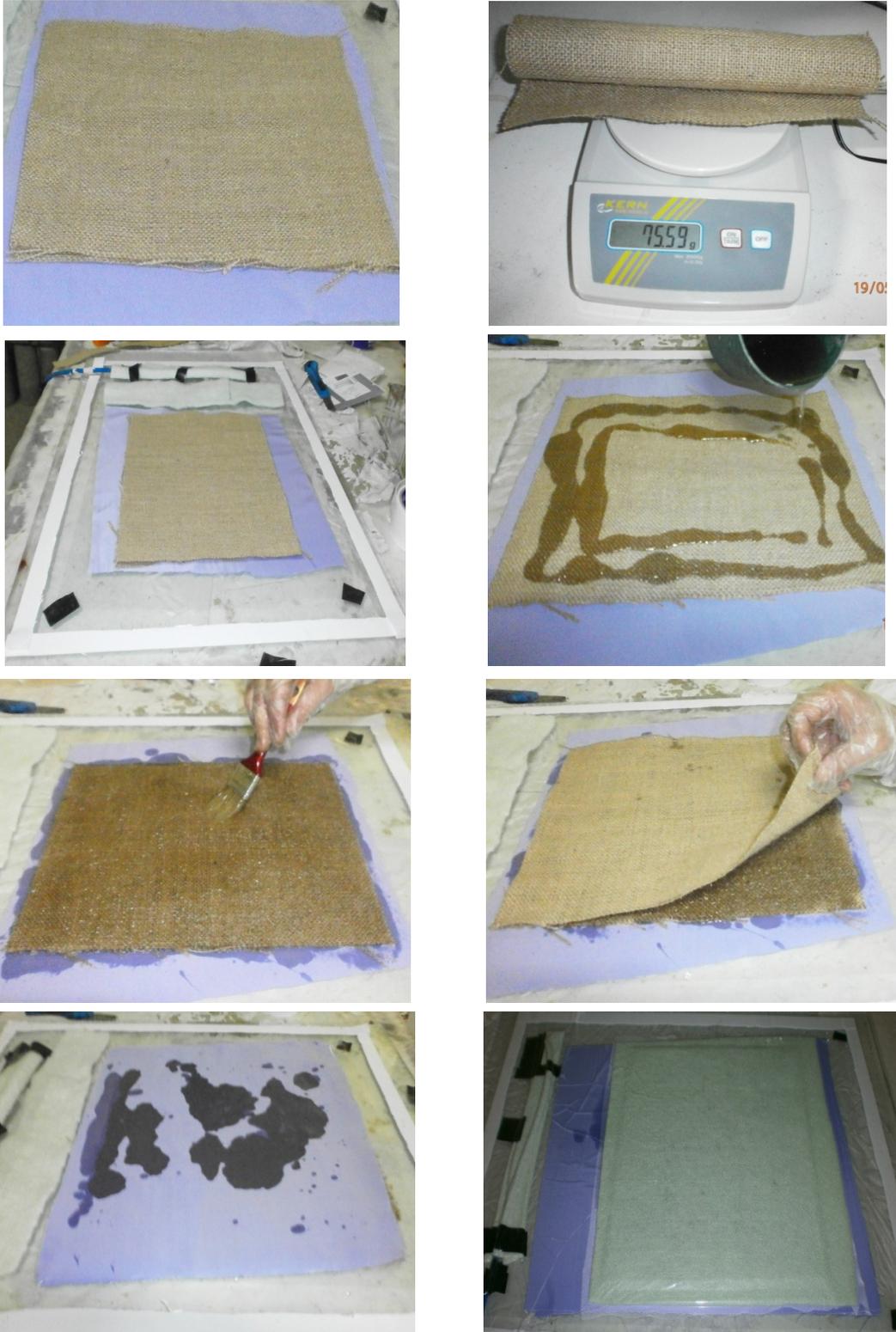


Figure II.7: Préparation de plaques composites stratifiées par la technique du sac



Figure II.8: Préparation des plaques en résine.

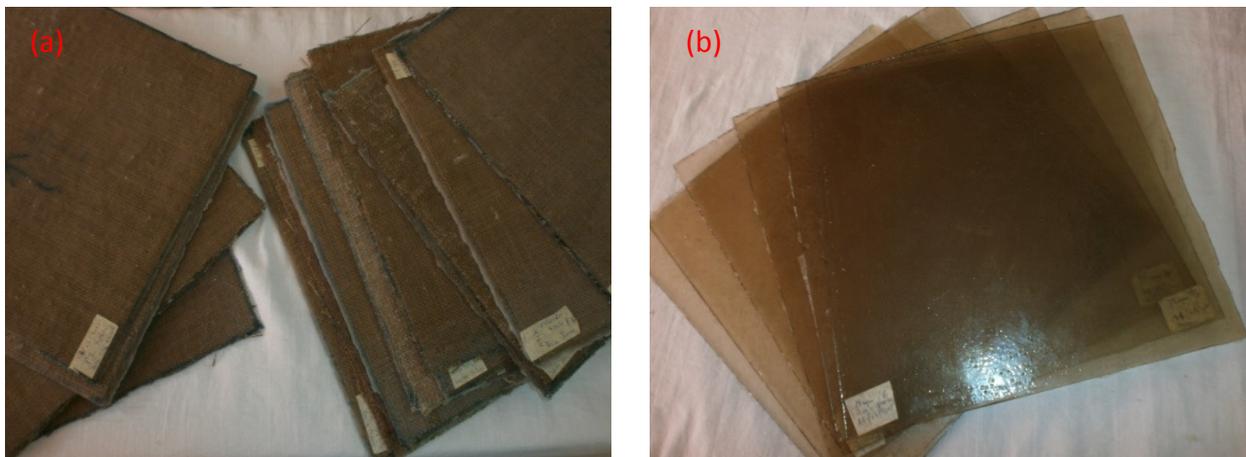


Figure II.9: a) Plaques composites stratifiées obtenues après séchage et b) plaque en résine.

II.4.3 Découpage des échantillons

Les plaques composites sont découpées en éprouvettes, dans le sens chaîne du tissu bidirectionnel, selon la norme ASTM D 790-03, à l'aide d'une tronçonneuse ayant un disque en diamant (Figure II.10 et II.11). Les éprouvettes sont ensuite séchées à une température de 70°C dans une étuve pendant une durée de 5 heures pour assurer une polymérisation complète (Figure II.12).



Figure II.10 : Tronçonneuse à disque diamanté utilisée pour le découpage des plaques bio-composites en éprouvettes.

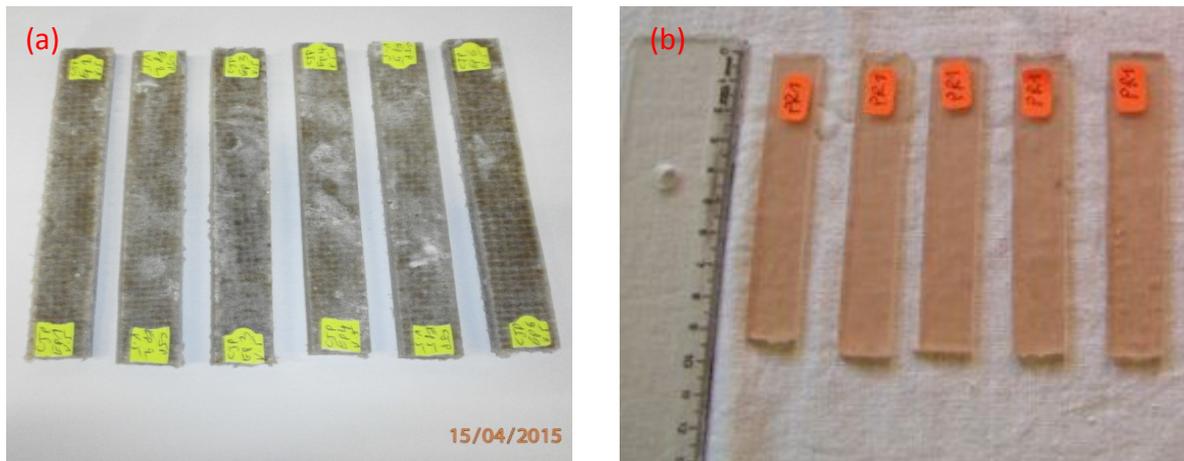


Figure II.11 : Epreuves utilisées en flexion 3-points:
(a) Composite stratifié jute/polyester (b) Résine polyester



Figure II.12 : Etuve à commande digitale, modèle *Memmert*.

II.4.4 Microscopes optique et électronique à balayage (MEB)

Le microscope optique utilisé pour la mesure des diamètres des faisceaux de fibres, est de type **ZEISS** du laboratoire de mécanique et structure (LMS) de l'université de 08 mai 1945 Guelma, Algérie. Le diamètre des faisceaux de fibres est mesuré avant ou après le traitement en utilisant le microscope optique **ZEISS** équipé d'un appareil photo numérique Moticam 2500 piloté par un programme de traitement d'images MoticImages Plus V2.0 (Figure II.13). La mesure est effectuée le long du faisceau, dans 9 endroits différents par échantillon.

Dans le cadre de ce travail, nous avons utilisé, deux microscopes électroniques à balayage, le premier du type **ESEM XL30** (Université de Tizi Ouzou- Algérie, voir figure II.14), couplé à un spectromètre à dispersion d'énergie (EDX). Il est essentiellement composé d'un canon à électrons et d'une colonne électronique dont la fonction est de produire une sonde électronique fine sur l'échantillon, d'une platine porte-objet permettant de déplacer l'échantillon dans les 3 directions et aussi des détecteurs permettant de détecter et d'analyser les rayonnements émis par l'échantillon. En outre, l'appareil doit nécessairement être équipé d'un système de pompes à vide.

Les observations sont réalisées sous des tensions allant de 10 à 25 kV. Les images sont obtenues en utilisant les électrons secondaires ou rétrodiffusés, collectés par un détecteur formé d'un scintillateur couplé à un photomultiplicateur.

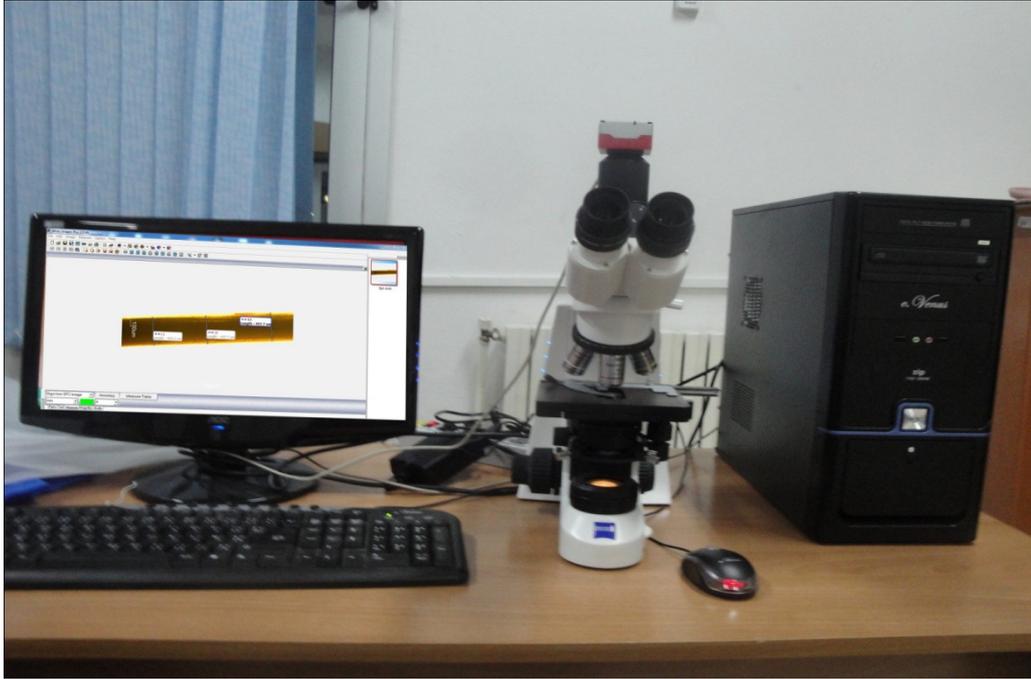


Figure II.13 : Microscope optique de type ZEISS (Labo LMS Univ. Guelma).

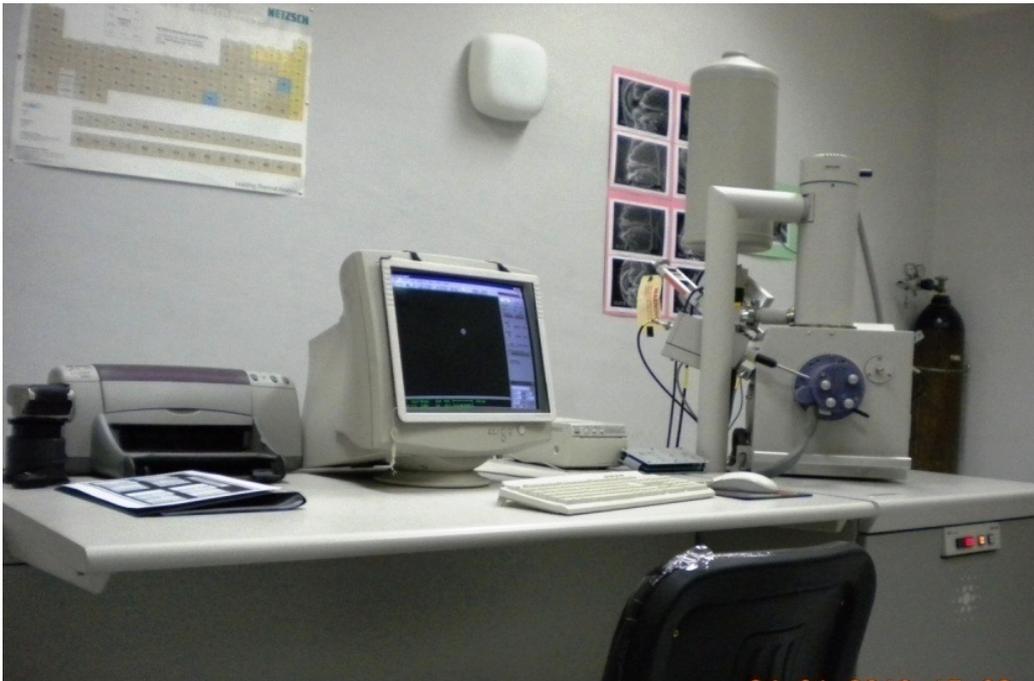


Figure II.14: Microscope MEB de type ESEM XL30 (Univ. Tizi Ouzou).

Un deuxième microscope électronique à balayage (MEB) utilisé dans ce travail est de type environnemental *ESEM QUANTA 200* (laboratoire LGP2- Université de Grenoble- France, voir figure II.15), cet appareil est équipé d'une platine Peltier motorisée (-5°C + 55°C), une caméra infrarouge, un micro-injecteur et un micromanipulateur. La résolution des images peut aller jusqu'à

3584 x 3094 pixels (16 bits). Il est aussi possible de réaliser avec cet appareil des tests en micro analyse X sur ces échantillons.

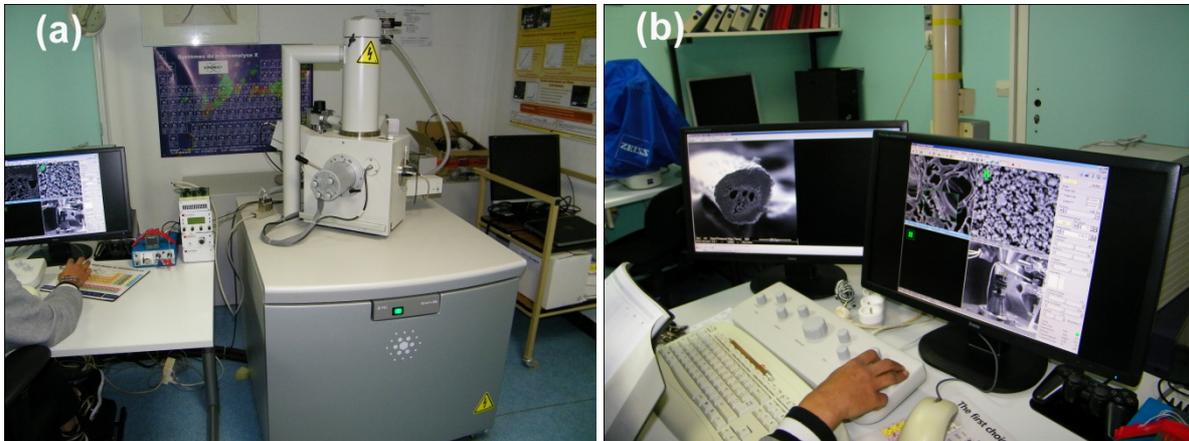


Figure II.15: Microscope MEB de type *ESEM QUANTA 200* (Univ. Grenoble).

II.4.5 Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La technique de spectrométrie Infrarouge permet de connaître la nature chimique d'un produit par identification de certaines bandes d'absorption présentes sur un spectre. Chaque bande d'absorption correspond à un mode de vibration d'une liaison chimique entre deux atomes. Elle permet d'avoir des informations sur la structure moléculaire d'un composé donné en détectant la présence de groupements fonctionnels dans ce composé à partir de leurs propriétés vibrationnelles. En effet, le rayonnement IR, excite des modes de vibration (déformation, élongation) spécifiques de liaisons chimiques. Nous avons obtenus des spectres infrarouges à l'aide d'un spectromètre de type *Thermo Scientific Nicolet Spectrum iS10 FT-IR* du laboratoire de mécanique appliquée des nouveaux matériaux (LMANM) de l'Université de Guelma (Figure II.16), avec son propre logiciel d'analyse. Cet appareil permet de donner directement le spectre sur des échantillons solides sans aucune préparation ou broyage de fibres. Les mesures ont été effectuées avec un balayage par des rayons IR avec des acquisitions tous les 125 nanomètre dans un intervalle qui varie entre 500 et 4000 cm^{-1} . Les formes d'ondes des spectres sont tracées en transmittance (T) par rapport au nombre d'ondes (1/cm).



Figure II.16: Spectromètre Infrarouge de type *Thermo Scientific Nicolet Spectrum iS10* (Labo LMANM Univ. Guelma).

II.4.6 Analyses thermogravimétrique

Les analyses thermogravimétriques (ATG) sont réalisées au laboratoire LMANM de l'Université de Guelma, à l'aide d'un équipement *Mettler Toledo TGA/DSC3⁺ STAR^c SYSTEM* (Figure II.17). Des échantillons d'une masse d'environ 10 mg ont été placés dans un creuset en alumine puis chauffés de 30 à 600 °C avec une vitesse de montée en température de 10°C/min sous un flux d'azote. Cette méthode permet de suivre la perte de masse relative d'un échantillon et de déterminer la température de sa dégradation et donc sa stabilité thermique.



Figure II.17: Thermogravimétrie *TGA/DSC 3⁺ Mettler Toledo* (Labo LMANM Univ. Guelma).

II.4.7 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

Le principe de la DSC est de mesurer la différence de flux de chaleur qui s'établit entre un échantillon (E) et une référence (R), lors d'un chauffage ou d'un refroidissement en maintenant leurs températures égales. Ce flux de chaleur est directement proportionnel à la capacité calorifique du matériau considéré. Si un processus endothermique ou exothermique se manifeste au cours du balayage, une variation du flux est observée qui se traduit par un pic sur le thermogramme de la DSC. Cette technique nous a permis de caractériser les fibres traitées et non traitées afin de voir l'effet du traitement par le NaOH sur ces derniers.

Les essais de DSC ont été réalisés au laboratoire LMANM de l'Université de Guelma à l'aide d'un appareil **Mettler Toledo DSC3⁺ STAR^o SYSTEM** (Figure II.18) en régime dynamique dans la gamme de température entre 10°C et +350°C. La mesure est réalisée avec une vitesse de montée en température de 10°C/min sous un balayage d'Azote de 150 ml/min. Le flux de chaleur est détecté par une mesure différentielle par rapport à une référence.



Figure II.18 : Equipement utilisé en DSC de type **Mettler Toledo DSC 3⁺** (Labo LMANM Univ. Guelma).

Chapitre II : Matériels et Techniques Expérimentales

La masse des échantillons doit être entre 6 et 10 mg environ et dépend de la taille des capsules DSC utilisées (petite capsule 10 μ l et grande capsule 40 μ l). La température de transition vitreuse T_g est prise au point 'ONSET' (température initiale extrapolée correspondant à l'intersection entre la ligne de base et la tangente au point d'inflexion). La chaleur exothermique (ΔH) de la réaction de polymérisation des fibres de jute est calculée à partir du pic exothermique limitée par la ligne de base.

Le bilan thermique s'écrit donc :

$$Q = m Cp - T \quad (\text{II.1})$$

Q : quantité de chaleur échangée en joule (J) ;

m : masse de l'échantillon en gramme (g) ;

T : différence de température en Kelvin (K).

Cp : capacité calorifique (J/g.K)

II.4.8 Diffractomètre à rayons X (DRX)

Le diffractomètre aux rayons X utilisé est de modèle **PANalytical X'Pert**, du laboratoire CMTC de Grenoble, France (voir figure II.19). Il est constitué de différents éléments pouvant être classés en trois catégories suivant leur fonction : source, positionnement et acquisition des données. Les expériences ont été réalisées sous vide à l'aide d'un générateur de rayons X **PANalytical X'Pert**, avec une tension 40 kV et une intensité de 40 mA. L'échantillon analysé est mis dans un moule en acier rectangulaire (15 x 10 mm) sous forme de poudre. L'intensité diffractée du rayonnement de $\text{CuK}\alpha$ (longueur d'onde de 0,1542 nm) a été enregistrée entre $2\theta = 10^\circ$ et 40° .

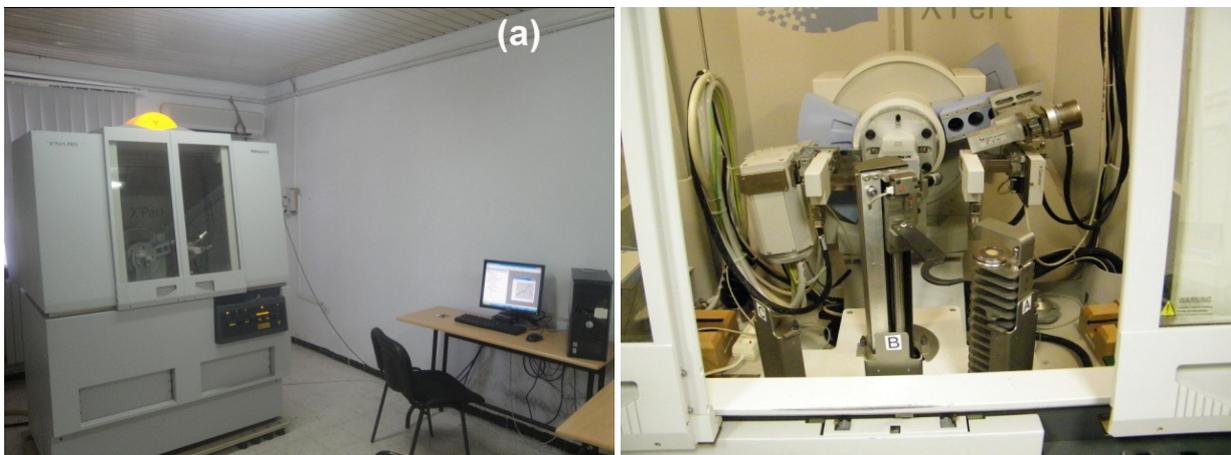


Figure II.19: (a) Diffractomètre *PANalytical X'Pert* (Univ. Grenoble), (b) Porte échantillons.

II.4.9 Mesure de la densité

La densité de la fibre de jute a été déterminée par la méthode du Pycnomètre selon la norme ASTM D 2320-98 R03 Les pesées sont effectuées à l'aide d'un pycnomètre de 50 ml de volume (Figure II.20a) et d'une balance de précision de 0,0001g (Figure II.20b) du laboratoire de mécanique appliquée des nouveaux matériaux (LMANM) de l'Université de Guelma.

Sur la balance, trois pesées sont réalisées:

- ✓ Masse de la fibre seule (M_e)
- ✓ Pycnomètre rempli d'eau distillée (M_E)
- ✓ Pycnomètre rempli d'eau distillée avec une quantité de fibres de jute (M_T)



-a-



-b-



-c-

Figure II.20: (a) Pycnomètre. (b) Balance avec fibre et (c) Balance avec pycnomètre remplie d'eau distillée et de la fibre.

Selon la norme ASTM 2320-98 R03, la valeur de la densité (d_e en g/cm^3) peut être déterminée par l'équation II.2 :

$$d_e = \frac{M_e * d_E}{M_E - (M_T - M_e)} \quad (\text{II.2})$$

Où : M_e : Masse de la fibre de jute seule (g)

M_E : Masse du pycnomètre, de volume 50cm^3 , rempli avec de l'eau distillée (g)

M_T : Masse du pycnomètre, de volume 50cm^3 , contenant une quantité de fibre de jute de masse M_e et le reste de l'eau distillée (g)

d_E : densité de l'eau distillée ($0,997 [\text{g/cm}^3]$).

II.4.10 Machine d'essai mécanique

Les essais mécaniques de traction statique des faisceaux de fibres de jute sont réalisés sur une machine d'essai universelle de type **ZWICK ROELLE Z005** (Figure II.21) du laboratoire LMS de l'université de Guelma. Des essais mécaniques de traction et de flexion 3-points statique des échantillons en bio composites ont été également réalisés sur cette même machine. Ce type de machine est équipé d'une cellule de charge de 5 kN et d'un système d'entraînement de la traverse à l'aide d'un moteur électrique. La machine est pilotée par un logiciel **Testexpert V10.11** qui permet d'enregistrer les résultats sur un fichier texte sous forme d'un procès-verbal d'essais qu'on pourra exploiter par la suite sur un ordinateur personnel ou portable en utilisant un utilitaire (Microsoft Excel, Origine, Matlab, ...) qui permet de lire le fichier récupéré.



Figure II.21 : Machine universelle de type **ZWICK ROELLE Z005**.

II.4.10.1 Essai de traction sur un faisceau de fibres (yarn)

Les propriétés mécaniques (contrainte et déformation à la rupture et module de Young) des faisceaux de fibres de jute sont déterminées selon la norme ASTM D 3822-01 en utilisant une longueur de mesure (GL) de 50 mm. En raison de la variabilité des fibres naturelles, ces dernières sont organisées en 66 séries de 30 échantillons chacune donc au total 1980 échantillons au moins sont testés, parmi les quels 1650 fils ont subit différents traitements alcalins et le reste sans traitement. Les tests ont été conduits sur la machine de traction avec une vitesse de 2 mm/min, à température ambiante (environ 23 °C) et un taux d'humidité de l'ordre de 55 %.

Les valeurs de la force et du déplacement de la traverse mobile sont enregistrées simultanément. Les contraintes et les déformations à la rupture et le module de Young, peuvent être déterminées par les équations II.3, II.4 et II.5) et selon la norme ASTM D 3822-01 comme suit :

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{\pi r^2} \quad (\text{II.3})$$

$$\varepsilon = \frac{\delta l}{l_0} \quad (\text{II.4})$$

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (\text{II.5})$$

où : F : la force (N) ;

S : la section de la fibre (mm²) ;

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

l_0 : la longueur initiale (mm) ;

σ : la contrainte à la rupture (MPa) ;

ε : la déformation (%) ;

E : le module de Young (GPa).

II.4.10.2 Essai de traction statique sur les bio composites

L'essai de traction détermine l'aptitude d'un matériau à se déformer, soumis à un effort variable. Ce type d'essai est nécessaire pour prévoir le comportement du matériau dans des conditions réelles d'utilisation et il consiste à appliquer sur une éprouvette un effort F et à mesurer l'allongement correspondant δl , ou inversement d'imposer l'allongement δl et à mesurer l'effort F (Figure II.22). La distance entre les mâchoires est de l'ordre de 150 mm (selon la norme ASTM D 5083), la température de la salle d'essai est fixée à 23°C. Afin de caractériser le matériau, on introduit des variables relatives au matériau : la contrainte et la déformation qui peuvent être déterminées selon la norme ASTM D 5083, par les équations :

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{a * b} \quad (\text{II.6})$$

$$\varepsilon = \frac{l - l_0}{l_0} \quad (\text{II.7})$$

Où :

Chapitre II : Matériels et Techniques Expérimentales

F : la force (N) ;

S : la section de l'éprouvette (mm^2),

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

l : la valeur obtenue par la machine (mm),

l_0 : la longueur initiale (mm),

σ : la contrainte à la rupture (MPa),

\mathcal{E} : la déformation (%).

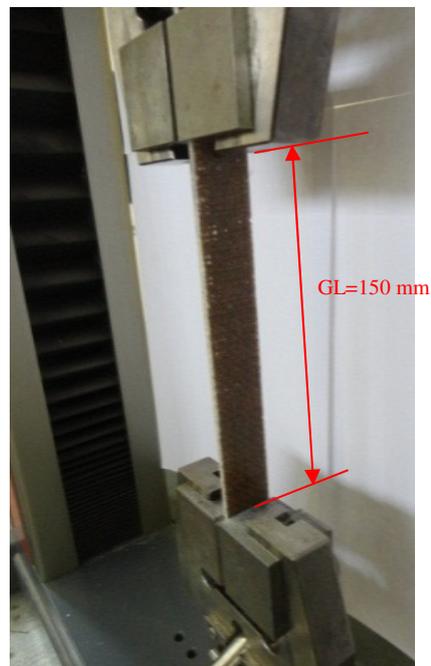
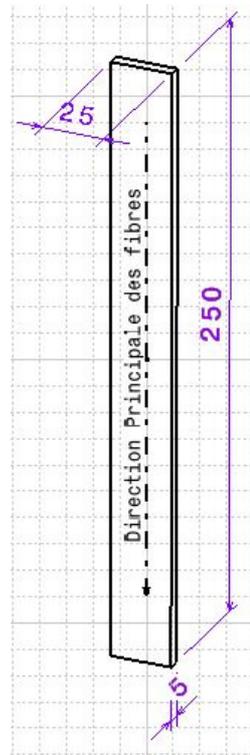


Figure II.22 : Essai de traction sur les bio composites.

II.4.10.3 Essai de flexion trois points sur les bio composites

Le principe de la flexion 3-points consiste à poser l'éprouvette sur deux appuis et lui appliquer une force à vitesse constante perpendiculairement à sa surface (Figure II.23). Les tests ont été effectués avec trois vitesses de chargement soit : 2, 5 et 8 mm/min selon la norme ASTM D 790. La distance entre appuis est de l'ordre de 70 mm et une température de la salle d'essai d'environ 23°C.

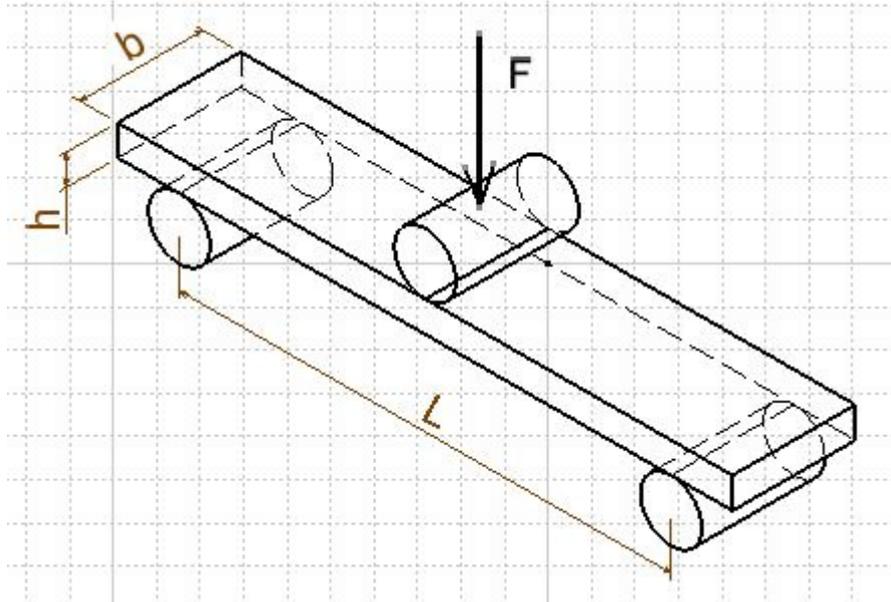


Figure II.23 : Principe de l'essai de flexion 3-points.

Selon la norme ASTM D 790, les propriétés mécaniques (la contrainte à la rupture et le module de Young en flexion) sont déterminées par les formules suivantes :

$$\sigma_f = \frac{3 F l}{2 b h^2} \quad (\text{II.8})$$

$$E_f = \frac{l^3 F}{4 w b h^3} \quad (\text{II.9})$$

$$\epsilon_f = \frac{6 w F}{h^2} \quad (\text{II.10})$$

où :

F : la charge (N),

l : la longueur entre appuis (mm),

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

σ_f : la contrainte à la rupture (MPa),

ϵ_f : la déformation (%),

E_f : le module de Young (GPa).

II.4.11 Analyse statistique des données

L'analyse statistique des données permet l'interprétation des résultats expérimentaux obtenus des caractéristiques mécaniques (contrainte et déformation à la rupture et module de Young) qui se caractérisent par des dispersions afin d'estimer correctement leurs valeurs moyennes. Dans ce travail de thèse deux analyses statistiques utilisant le logiciel Minitab 16 ont été adoptées, il s'agit de l'analyse statistique de Weibull à deux et à trois paramètres et de l'analyse de variance (ANOVA).

L'analyse statistique a été effectuée sur les données obtenues, par les essais de traction sur les faisceaux de fibres à différentes concentrations de NaOH et temps d'immersions et aussi aux essais de flexion sur un composite stratifié 3 plis avec différentes vitesses de chargement 2, 5, et 8 mm/min.

Nous avons essayé de décrire les liens qui existent entre les différentes propriétés mécaniques des faisceaux de fibres de jute non traités et traités ainsi que des composites jute-résine (Contrainte, Déformation et Module d'élasticité) pour différentes concentrations de NaOH en fonction des temps d'immersions.

En utilisant le test de F, nous avons pu déterminer si les différences observées sont significatives ou non par rapport au niveau α choisi (dans notre cas $\alpha = 0,05$). Ce niveau indique que l'on accepte de considérer une différence comme statistiquement significative s'il y a 95% de chances qu'elle soit réelle. Toute valeur p inférieure au niveau α est synonyme d'une différence significative ($<0,05$) ou hautement significative ($<0,01$).

II.5. Conclusion

Ce chapitre a été consacré à l'élaboration des stratifiés en bio composite ainsi que la description des matériels utilisés. Les types du renfort et de la matrice utilisés pour la fabrication des plaques stratifiées jute/polyester ont été définis. Une description des techniques expérimentales et des normes utilisées pour les essais statiques et les essais physico-chimiques a été exposée.

Il est important de noter que la technique d'élaboration sous vide et l'analyse IR ont été utilisées pour la première fois au niveau du laboratoire (LMANM) Guelma.

Chapitre III :

Caractérisation physico-chimique des fibres de jute.

III.1 Introduction

L'utilisation des renforts non conventionnels (végétaux) pour l'élaboration de matériaux composites impose une bonne maîtrise des propriétés physiques et chimiques : masse volumique, absorption de l'eau etc. Pour des raisons de compatibilité entre les fibres naturelles issues de plantes végétales de nature hydrophile et une matrice polymère souvent de caractère hydrophobe, des modifications chimiques de surface sont nécessaires. Une bonne adhérence fibre/matrice à l'interface contribue à l'amélioration du transfert de charges entre les fibres et la matrice et par conséquent l'obtention de meilleures propriétés mécaniques.

Ce chapitre décrit la caractérisation structurale des fibres de jute étudiée en utilisant les techniques non destructives à savoir le microscope optique à balayage (MEB), la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la diffractométrie à rayons X (DRX), l'analyse thermogravimétrique (ATG) et la calorimétrie à balayage différentiel (DSC). Les résultats obtenus des différents tests effectués sont présentés et discutés. Le MEB, est suffisamment puissant, pour permettre des observations détaillées des fibres, de leurs surfaces, de leurs parois, ainsi que de la morphologie de l'interface avec une très grande résolution. C'est certainement la technique la plus largement utilisée lors de l'étude des composites à base de fibres végétales. Les techniques, dites spectroscopiques (FTIR), donnent quant à elles, d'avantage d'informations sur la nature ou la composition chimique des constituants du composite ou de l'adhésion. Les analyses thermiques de type ATG ou DSC, sont précieuses en ce qui concerne l'évaluation des liaisons créées lors d'une cinétique de température.

III.2 Caractérisation physico- chimique des fibres de jute

Plusieurs techniques de modification de surface des fibres naturelles ont fait l'objet de nombreuses citations [FAU 06, MOH 00-BLE 96]. La technique la plus utilisée est le traitement par un alcalin tel que le NaOH [FAU 06-KAA 05]. Ce processus affecte les fibres naturelles et un traitement approprié peut apporter une nette performance vis à vis de la qualité de l'adhérence fibre-matrice par l'augmentation de la surface de contact fibre/matrice. Certains auteurs lient cette amélioration à l'élimination des composés non cellulosiques ; couches cuticule cireuse, huile et impuretés [FAU 06 - KAA 05].

Le traitement alcalin est souvent pratiqué pour extraire la lignine résiduelle, l'hémicellulose et éliminer les impuretés naturelles et artificielles. Il permet aussi de promouvoir la fibrillation des faisceaux [KHA 05]. La concentration du produit chimique alcalin, la température et le temps de traitement des fibres sont des paramètres qui entrent en jeu lors du processus de traitement. L'optimisation de ces paramètres contribue à l'amélioration des propriétés mécaniques du matériau composite [BLE 99]. En revanche, le traitement alcalin peut avoir un effet néfaste sur les fibres végétales, par conséquent, il y a des risques d'endommagement des fibres une fois que ces conditions de traitement ne sont pas optimales.

Pour améliorer les propriétés mécaniques en traction des faisceaux (yarns) de fibres de jute et par conséquent l'amélioration de la qualité de l'interface fibre/matrice des matériaux composites, des traitements des yarns sont effectués avec différentes concentration et temps d'immersions. Au vue de l'étude bibliographique sur le sujet, il a été adopté que les yarns de fibres de jute sont traités par le NaOH, à la température ambiante, avec les concentrations de : 0.5, 2 et 5% et à des durées d'immersions de : 30 min, 2, 4, 8, 12 heures. Après que ces fibres sont lavées et séchées, elles ont été analysées par différentes techniques, physiques et chimiques.

III.2.1. Analyse par FTIR

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF (ou FTIR : Fourier Transformed Infrared spectroscopy) est la technique la plus utilisée dans les analyses chimiques, elle est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau.

L'analyse des faisceaux des fibres de jute a été effectuée à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier de type *Thermo Scientific Nicolet Spectrum iS10* qui envoie sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'ondes absorbées par le matériau ainsi que les intensités de l'absorption.

Les spectres avec les principales bandes IR correspondant à l'ensemble des fibres non

traitées et traitées à différentes concentrations de NaOH et différents temps d'immersions sont représentés sur la figure III.1. Tous les spectres sont tracés en Transmittance (T) par rapport au nombre d'onde ($1/\text{cm}$). Le spectre de la fibre de jute non traitée montre une large bande à 3330 cm^{-1} , elle est principalement due aux groupements OH existants dans la structure de la fibre de jute, qui provient de la cellulose- α présente dans toutes les fibres. Ce résultat est en accord avec les pics à 3350 cm^{-1} , à 3343 cm^{-1} et 3331 cm^{-1} obtenus respectivement par Shaha et al. [SHA 11] pour la fibre de jute, Amroune et al [AMR 15] pour la fibre de palmier dattier et Belaadi et al [BEL 14]. Le pic obtenu à 2917 correspond aux vibrations des chaînes aliphatiques C-H. Il est à signaler également la présence des pics à 1732 cm^{-1} , 1638 cm^{-1} , 1314 cm^{-1} , 1243 cm^{-1} et à 1022 cm^{-1} , ce qui se traduit par l'existence des groupements carbonyles C=O des groupes acétyle des hémicelluloses, CH_3 élongation asymétrique, CH élongation symétrique et aromatique et des liaisons simple C-O.

Il est à noter qu'à partir des spectres FTIR, le traitement NaOH donne lieu à une modification structurelle de la surface de la fibre, où une élimination des pics 1732cm^{-1} et 1243 cm^{-1} a été enregistrée, pour la fibre de jute traitée, qui correspond à la liaison C = O des groupes acétyle de l'hémicellulose et à la liaison CH des vibrations de l'anneau aromatique du squelette de la lignine. Mbadal et al [MBA 16] ont montré l'élimination de ces pics pour la fibre de kénaf traitée à 1% de NaOH. De même Hossain et al [HOS 11] ont montré la disparition du pic à 1730cm^{-1} pour les fibres de jute traitées à 5% de NaOH pendant 2h. A partir de l'analyse FTIR, il semble que le traitement par NaOH a affecté les constituants de la fibre de jute, l'hémicelluloses et la lignine, par conséquent, il a affecté le nombre d'onde et les bandes d'absorption pour la fibre traitée. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau III.1 et III.2 et sont comparés à ceux de la littérature.

Chapitre III : Caractérisation physico-chimique des fibres de jute.

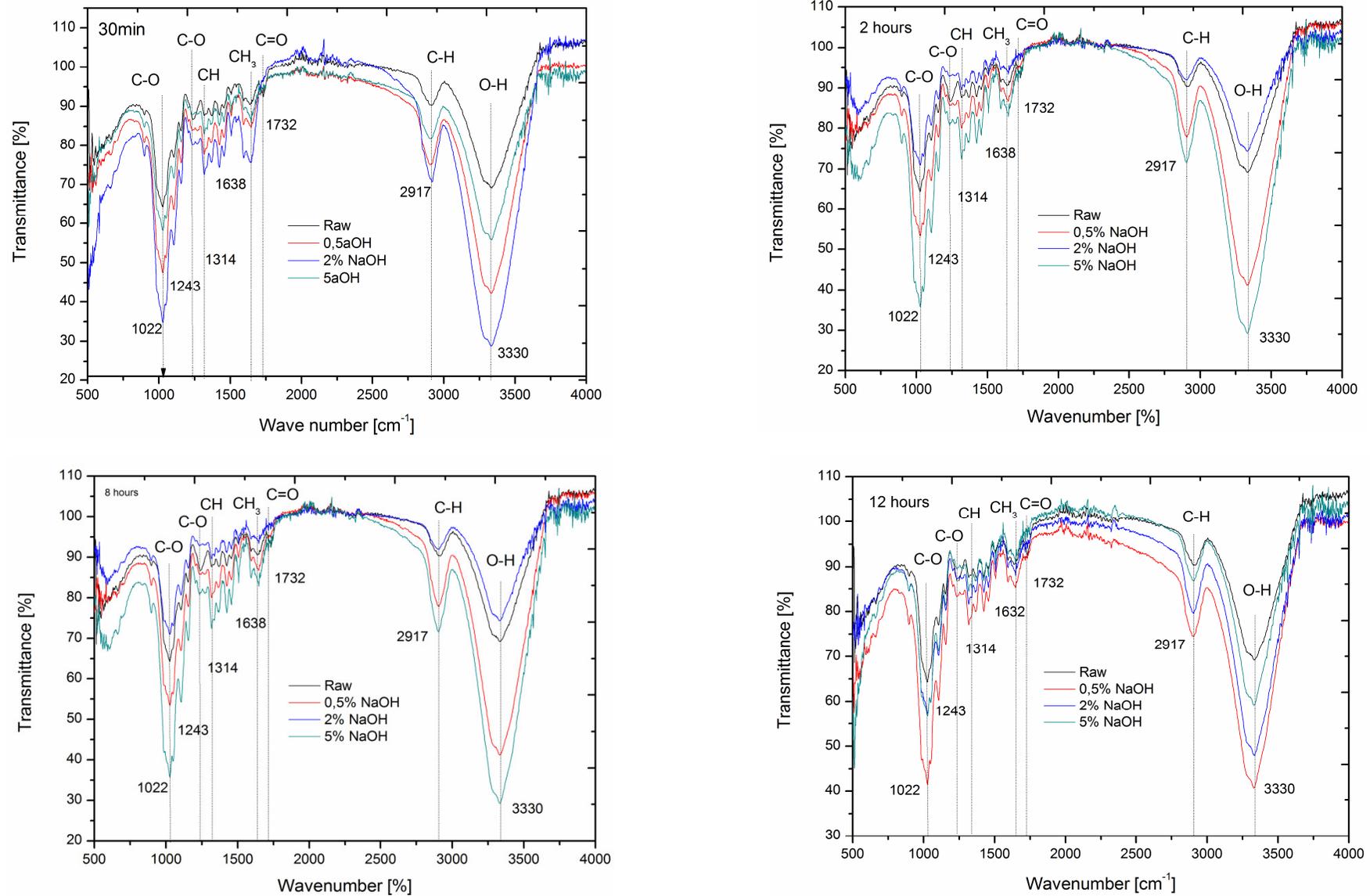


Figure III.1: Spectres FTIR des fibres de jute non traitées et traitées avec différentes concentrations de NaOH pour différents temps d'immersion.

Chapitre III : Caractérisation physico-chimique des fibres de jute.

Tableau III.1 : Attributions des principales bandes des spectres FTIR des fibres de jute non traitées comparées avec celles de la littérature

Fibre	Non traitée	Pic	1	2	3	4	5	6	7	Ref.
			C-O Stretching vibration	C-O stretching vibration of the acetyl group in lignin	CH symmetric stretching and aromatic	CH ₃ Asymmetric stretching	C=O Stretching vibration of carboxylic acid	C-H Stretching of cellulose	O-H Hydrogen bonded of OH stretching in cellulose	
		Position	1022	1243	1314	1638	1732	2917	3330	This work
Jute	NT	Hauteur	64,42	86,71	88,47	90,58	92,85	90,58	69,26	
Kenaf	NT	Position	897 1045	1251	- 1420	1575 -	1737	2923	3440 3812	[MBA 16]
Jute	NT	Position	830 1030	1240	1370 1455	1625	1755	2900	3350	[SHA 11]
kenaf	NT	Position	899 1053	-	- 1505	1595 1640	1740	2900	3400	[ONG 10]
Sisal	NT	Position	1027 -	1236	1371 1426	1604	1736	2918	3331	[BEL 14]
Date Palm	NT	Position	1031	-	-	1536	-	2918	3343	[AMR 15]

Chapitre III : Caractérisation physico-chimique des fibres de jute.

Tableau III.2 : Attributions des principales bandes des spectres FTIR des fibres de jute traitées à différentes concentrations de NaOH pour différents temps d'immersion.

Fibre	Traitement (NaOH)	Pic	1	2	3	4	5	6	7	Ref.			
			C-O Stretching vibration	C-O stretching vibration of the acetyl group in lignin	CH symmetric stretching and aromatic	CH ₃ Asymmetric stretching	C=O Stretching vibration of carboxylic acid	C-H Stretching of cellulose	O-H Hydrogen bonded of OH stretching in cellulose				
			Position	1022	1243	1314	1638	1732	2917		3330		
Jute	0.5% -30min	Height	64,14		86,89	89,78	-	91,60	84,46	Present travail			
	2% -30min	Height	34,57	-	72,99	74,84	-	70,88	29,18				
	5% -30min	Height	58,12	-	83,31	86,04	-	82,10	55,71				
	0.5%-2h	Height	67,45	-	88,18	90,28	-	91,17	70,95				
	2%-2h	Height	54,80	-	82,50	85,58	-	83,26	51,71				
	5%-2h	Height	66,02	-	87,80	89,98	-	90,33	67,84				
	0.5%-8h	Height	53,63	-	80,17	83,14	-	77,90	41,63				
	2%-8h	Height	71,15	-	89,77	91,88	-	91,95	74,62				
	5%-8h	Height	36,16	-	72,66	83,30	-	71,78	28,96				
	0.5%-12h	Height	41,44	-	77,27	80,42	-	74,30	41,00				
	2%-12h	Height	57,39	-	81,28	84,28	-	79,45	48,13				
	5%-12h	Height	56,77	-	84,32	87,05	-	86,89	58,94				
Kenaf	1%	Position	802 1043	-	-	1420	1576	-	-	2932	3419	-	[MBA 16]
		Height	15,42 13,13	-	-	11,96	10,05	-	-	14,93	10,03	-	
Jute	5% -2h	Position	-	-	-	1464	-	1730	2950	3400		[HOS 11]	
Date Palm	2%-24h	Position	1025	-	-		1592	-	2910	3328		[AMR 15]	

III.2.2 Analyse thermique

L'effet de traitement par NaOH sur la stabilité thermique de la fibre de jute a été analysé par une analyse thermogravimétrique (ATG) de type **METTLER TOLEDO TGA/DSC3⁺ STAR^c SYSTEM**. Des échantillons d'une masse de 10 mg ont été placés dans un creuset en alumine puis chauffés de 30 à 600 °C, à un taux de 10 °C / min sous un flux d'azote. L'objectif est de suivre la perte de masse relative de l'échantillon et d'évaluer notamment les températures de dégradation en fonction du taux de concentration en NaOH et le temps d'immersion.

Deux types de courbes sont obtenus, une courbe ATG et une autre DTG, celle de l'ATG nous permet d'identifier plus facilement les phénomènes de perte de masse tandis que la courbe dérivée première DTG indique les pics de dégradation des échantillons.

III.2.2.1 Influence du taux de concentration, avec le NaOH, sur les faisceaux de jutes

D'après la figure III 2, les pertes de masse de la fibre de jute ont été observées en quatre étapes. La première perte de masse égale à 5,96 % apparaît entre 37 °C et 110 °C et peut être attribuée à la perte de l'humidité (vaporisation de l'eau) [BEL 15, FIO 14]. La deuxième étape est caractérisée par une perte de masse de l'ordre de 16,24 % notée entre 110 °C et 310 °C est liée à la décomposition de la faible masse moléculaire de l'hémicellulose [ROS 10]. La perte de masse de 57,32 % est enregistrée dans la troisième étape entre 310 °C et 390 °C et correspond à la dégradation thermique de la cellulose [IND 14]. Le stade final de la perte de masse égale à 6,54 % et s'étend de 390 °C jusqu'à 600 °C est dû à la dégradation de la lignine, de la cire et des impuretés existantes dans la fibre [PAR 06, SEK 13].

Les travaux de Arthanarieswaran et al [ART 15] pour la fibre naturelle d'Acacia leucophloea Bark, ont permis d'enregistrer une perte liée à l'humidité de 9,17% pour un intervalle de température entre la température ambiante et 100°C, une perte liée à la décomposition de l'hémicellulose de 8,3%, une perte liée à la dégradation thermique de la cellulose de 41,51% et enfin une dégradation de 17,84% de la lignine existante dans la fibre. De même Maache et al [MAA 17] ont trouvé pour la fibre de *Juncus effusus L* une perte liée à l'humidité de 5,65%, une perte de 44,23% liée à la décomposition de l'hémicellulose, une dégradation de la cellulose de 14,17% et au stade final une dégradation de 32,25% de la lignine et des impuretés existantes sur la surface de la fibre.

La figure III 3 illustre la courbe de la dérivée première DTG avec les pics de dégradation de la fibre de jute non traitée correspondants aux pertes de masse obtenues par la courbe ATG. Le 1^{er} pic noté à 65 °C correspond à l'évaporation de l'eau et s'étend de 37 à 110 °C. L'épaule qui apparaît à 276,66 °C correspond à la dépolymérisation de l'hémicellulose. L'apparition d'un 2^{ème} pic à 360,66 °C correspond à la dépolymérisation de la cellulose.

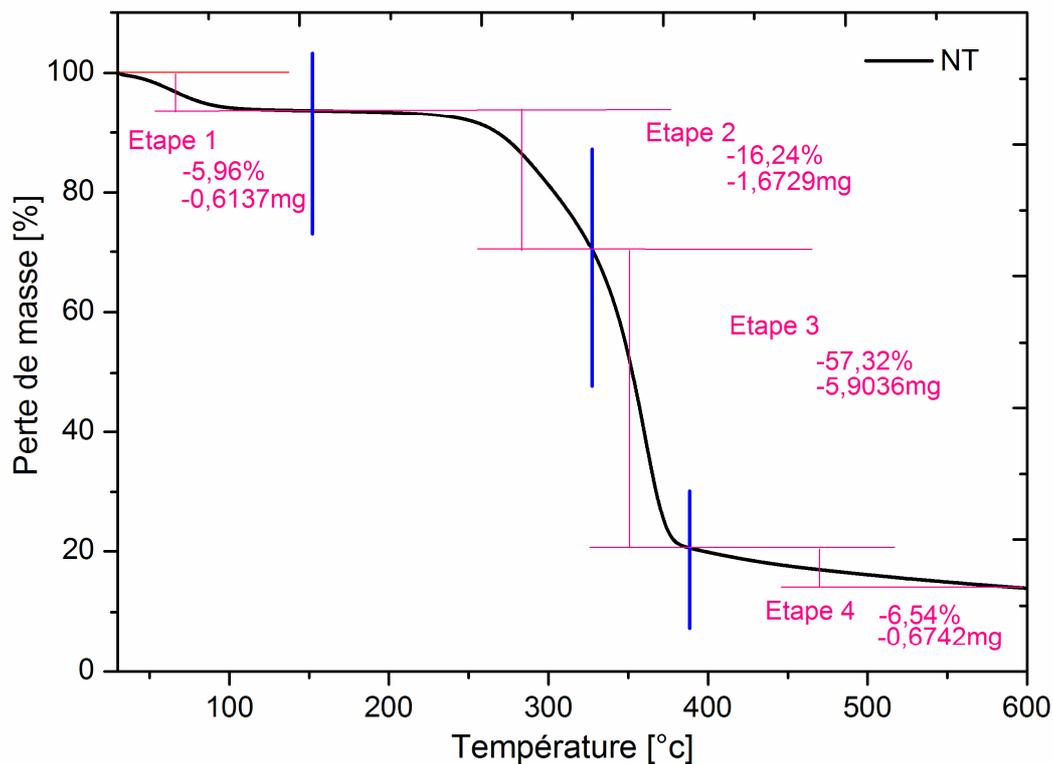


Figure III.2: Analyse thermogravimétrique ATG de la fibre de jute non traitée.

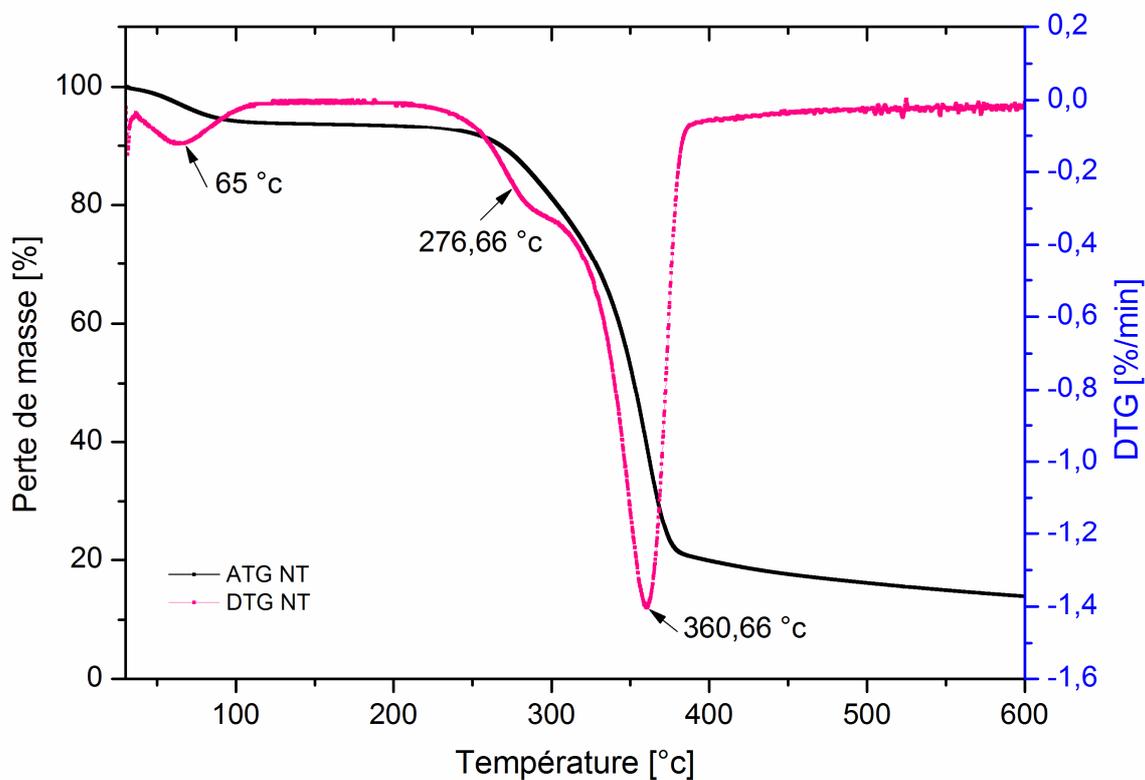


Figure III.3: Spectres ATG et DTG de la fibre de jute non traitée.

Tableau III.3. Valeurs cinétiques de la dégradation thermique de la fibre de jute non traitée comparées avec celles de la littérature.

Fibre	Température de dégradation (°c)	Résidus (%)	Ref
Jute	486,7	15,12	Présent travail
Jute	450	14,68	[JAB 15]
Jute	550	19	[VAR 88]
ALF	599,6	21,46	[ART 15]
CQS	999,5	22,35	[IND 15]
JE	480	3,64	[MAA 17]

ALF : *Acacia leucophloea* Fiber, CQS : *Cissus quadrangularis* stem et JE : *Juncus effusus* L

Le traitement alcalin a eu un effet considérable sur le comportement de dégradation thermique des fibres. Les pertes de masse de la fibre de jute traitée à 0,5% de NaOH pendant 12h sont présentées sur la figure III 4. La perte de masse attribuée à la perte de l'humidité (vaporisation de l'eau) est égale à 5,39 % donc un peu faible que celle trouvée pour la fibre de jute non traitée qui est de l'ordre de 5,96 %. Cette diminution de la perte d'humidité au cours de l'analyse TGA peut être due à une réduction de l'hydrophilie de la fibre de jute après le traitement alcalin. Des observations similaires ont été rapportées par Roy et *al.* [ROY 12] pour la fibre de jute et Reddy et *al.* [RED 09] pour la fibre d'herbe Napier (*Napier grass fibre*).

Une diminution de l'épaulement notée à 270 °C correspondant à la décomposition de la faible masse moléculaire de l'hémicellulose (10,26 %) par rapport à celle de la fibre non traitée est de 16,24 %. La raison de ce changement peut être due à l'élimination de l'hémicellulose facilement hydrolysable, qui se décompose plutôt que la cellulose, ce qui conduit à la stabilité thermique de la fibre de jute. Ces observations sont similaires à celles rapportées par Rosa et *al.* [ROS 09] et Alawar et *al.* [ALA 09] qui ont étudié respectivement les fibres de coco et celles de palmier dattier traitées au NaOH. Le pic de dégradation de la cellulose est plus faible que celui de la fibre non traitée avec une perte de masse de 60,16%.

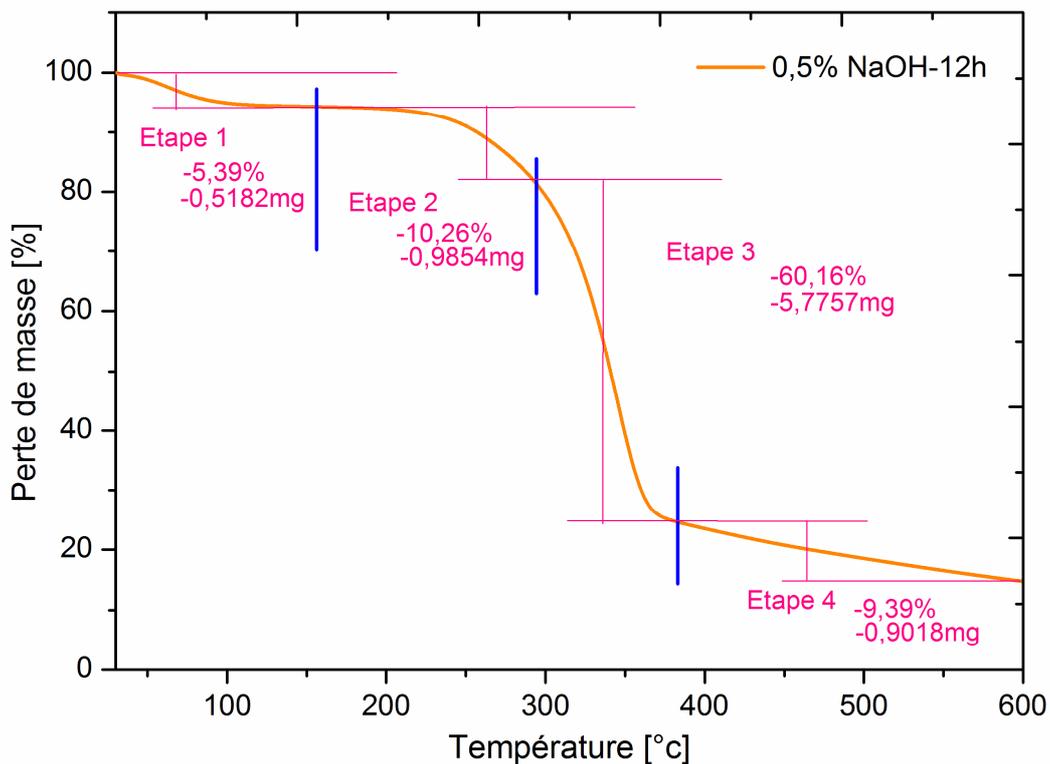


Figure.III.4: Analyse thermogravimétrique ATG de la fibre de jute traitée à 0,5% de NaOH pendant 12h

La courbe DTG (figure III. 5) présente les pics de dégradation de la fibre de jute traitée à 0,5% de NaOH pendant 12h. Le 1^{er} pic enregistré à 62,66°C correspond à l'évaporation de l'eau. Quand à la fibre non traitée, l'épaule observé à 270°C a été légèrement diminué, ceci est dû à la dépolymérisation de l'hémicellulose et à la dégradation de la lignine, de la cire et des impuretés existantes dans la fibre. Cette diminution prouve que le traitement à base de l'hydroxyde de sodium permet d'enlever l'hémicellulose et la lignine. Le pic à 345,33 °C correspond à la dépolymérisation de la cellulose.

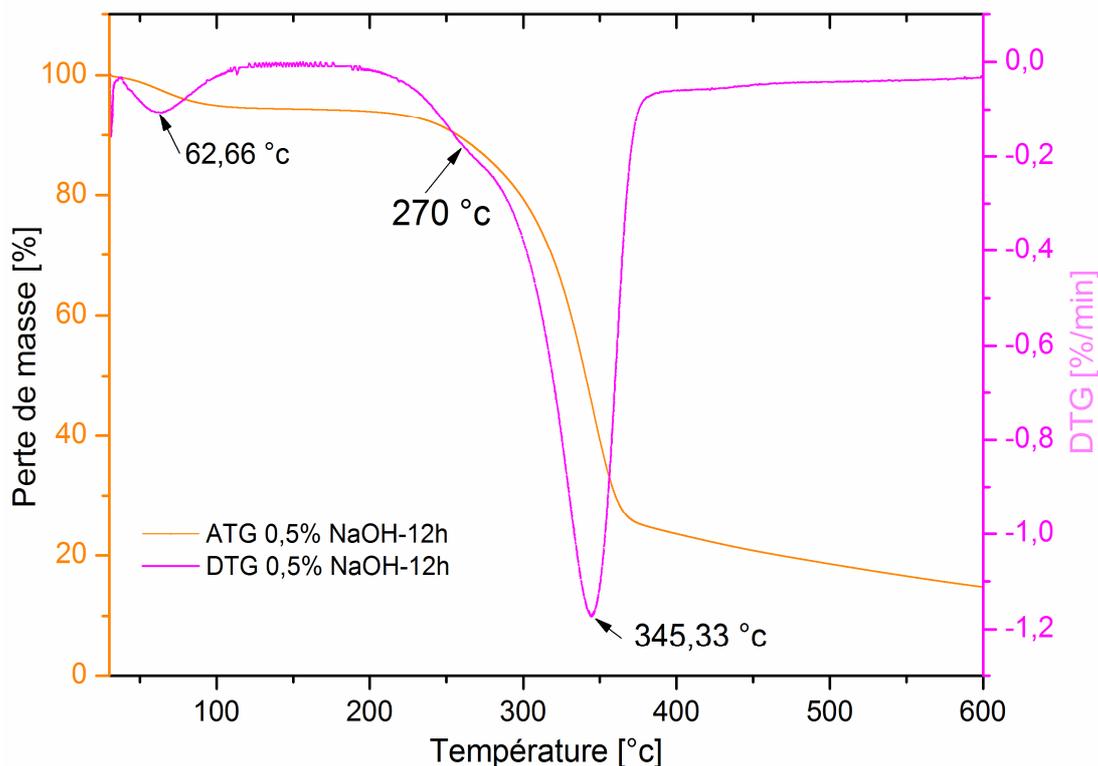


Figure III.5 : Spectres ATG et DTG de la fibre de jute traitée à 0,5% de NaOH pendant 12h.

La courbe ATG correspondante à la perte de masse de dégradation de la fibre de jute traitée à 2 % de NaOH pendant 12h est illustrée sur figure III.6. La première perte de masse égale à 5,66 % apparaît entre 37 °C et 110 °C qui peut être attribuée à la perte de l'humidité (vaporisation de l'eau). La deuxième étape de perte de masse d'environ 8,98 % qui apparaît entre 110°C et 287°C est liée à la décomposition de la faible masse moléculaire de l'hémicellulose. La dégradation la plus importante est enregistrée dans le troisième stade où la perte de masse est de l'ordre de 62,97 % et apparaît entre 287 °C et 390 °C qui correspond à la dégradation thermique de la cellulose. L'échauffement de 390°C à 600 °C permet la dépolymérisation d'une partie de l'hémicellulose et la dégradation de la lignine, de la cire et des impuretés existantes dans la fibre conduisant à une perte de masse de 6,97 %. Enfin, le résidu à 600 °C qui constitue les cendres est trouvé égal à 15,39 %.

Les pics de dégradation sont présentés sur la courbe DTG (figure III.7) où deux pics de dégradation sont observés. Le 1^{er} pic noté à 61 °C, correspond à l'évaporation de l'eau contenue dans la fibre et le 2^{ème} pic à 353,66°C correspond à la dépolymérisation de la cellulose. Une diminution de l'épaule correspondant à la dégradation de l'hémicellulose notée à 262°C pour la fibre non traitée.

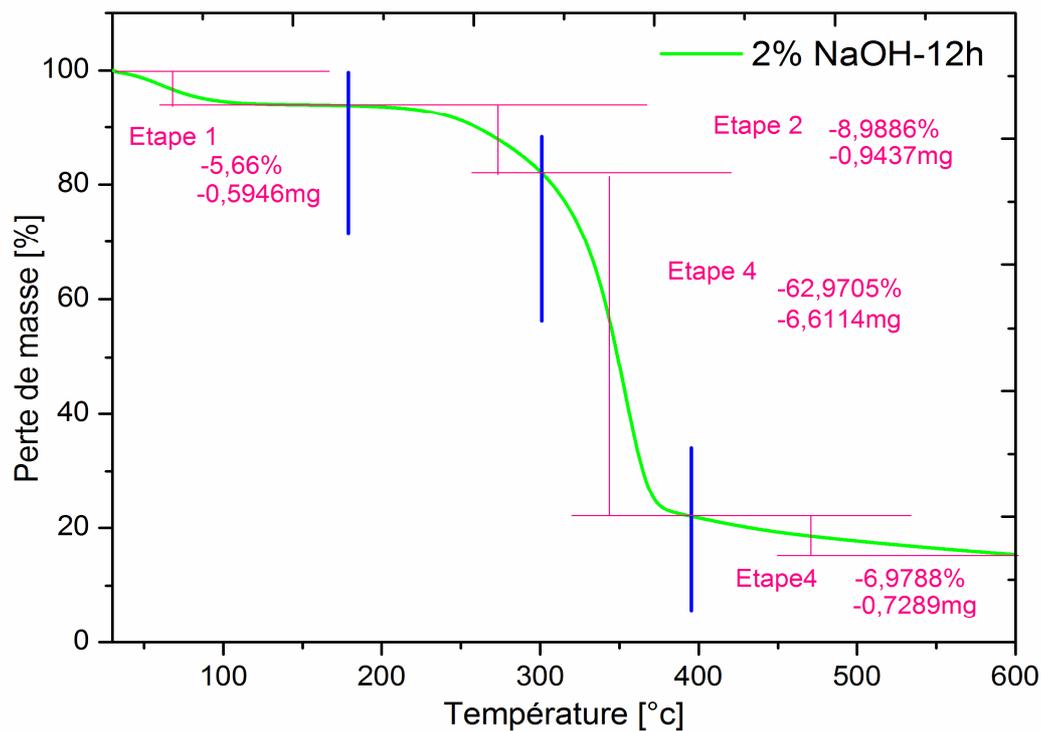


Figure III.6: Spectre ATG de la fibre de jute traitée à 2% de NaOH pendant 12h.

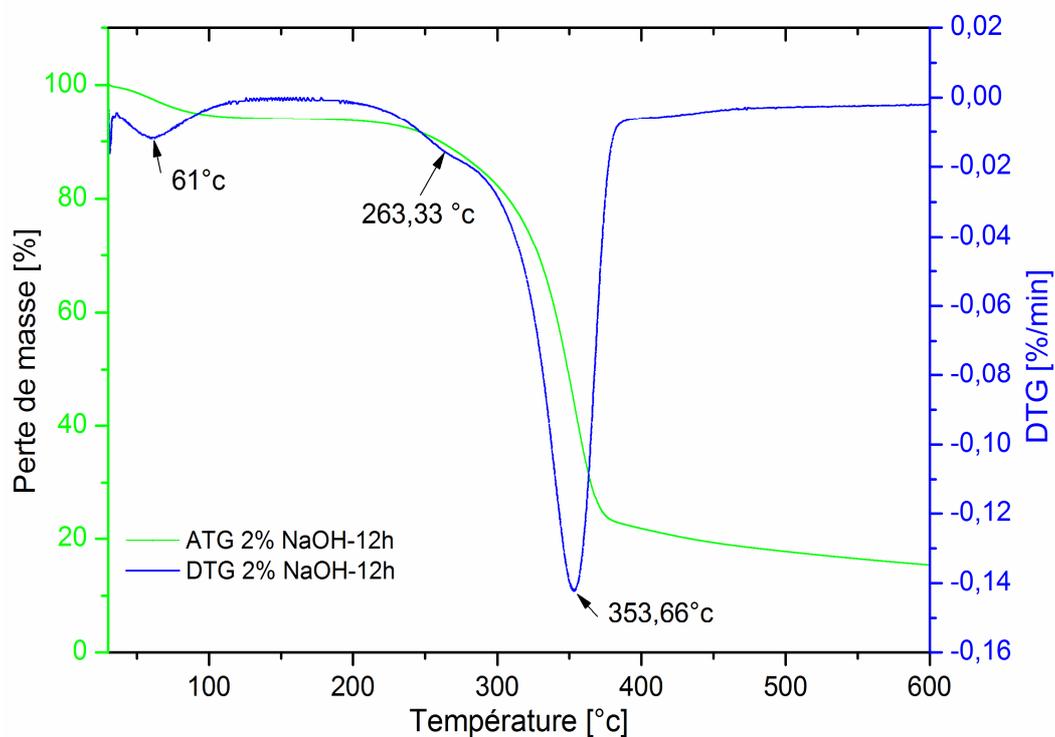


Figure III.7: Spectres ATG et DTG de la fibre de jute traitée à 2% de NaOH pendant 12h.

La figure III.8 présente les courbes ATG et DTG correspondantes aux pertes de masse et aux pics de dégradation de la fibre de jute traitée à 5 % de NaOH pendant 12h. La première perte de masse qui est égale à 5,23 % apparaît entre 37 °C et 100 °C et peut être attribuée à la perte de l'humidité (vaporisation de l'eau). La deuxième étape de perte de masse d'environ 11,71 % qui est liée à la décomposition de la faible masse moléculaire de l'hémicellulose, apparaît entre 100°C et 300 °C. La dégradation la plus importante correspondant à la dégradation thermique de la cellulose est de l'ordre de 61,15 % apparaît entre 300°C et 388°C. L'échauffement de 388°C à 600°C permet la dépolymérisation d'une partie de l'hémicellulose et la dégradation de la lignine, de la cire et des impuretés existantes dans la fibre conduisant à une perte de masse de 6,79 %. Enfin, le résidu à 600°C qui constitue les cendres, est trouvé égal à 15,12 %.

Les pics de dégradation sont présentés sur la courbe DTG (figure III.8) où deux pics de dégradation sont observés. Le 1^{er} pic noté à 60,33 °C correspond à l'évaporation de l'eau contenue dans la fibre et le 2^{ème} pic à 354,66 °C correspond à la dépolymérisation de la cellulose. Des observations similaires à celles enregistrées pour la fibre traitée à 0,5% et 2% de NaOH pendant 12h, montrent une légère diminution de l'épaulement noté à 276,66 °C pour la fibre non traitée. Les valeurs cinétiques de la dégradation thermique des fibres de jute traitées avec NaOH sont regroupées dans le tableau III.4 et comparées avec celles de la littérature.

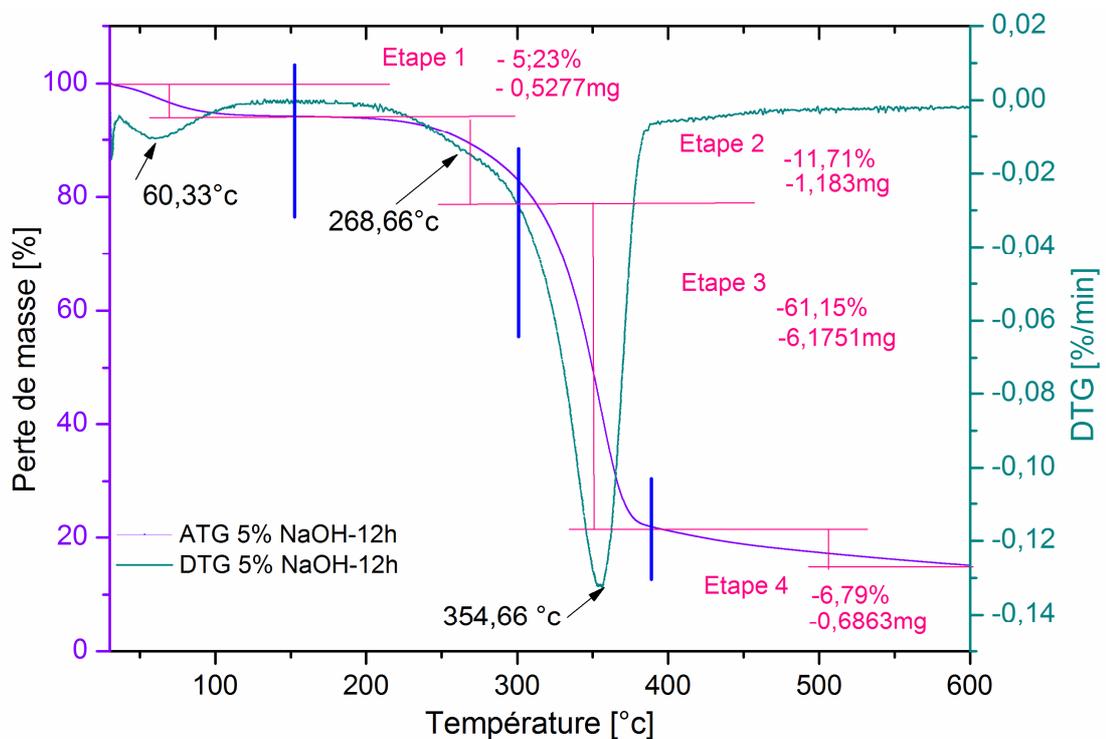


Figure III.8: Spectres ATG et DTG de la fibre de jute traitée à 5% de NaOH pendant 12h.

Tableau III.4. Valeurs cinétiques de la dégradation thermique des fibres de jute traitées avec NaOH comparées avec celles de la littérature.

Fibre	Traitement NaOH	Température de dégradation (°C)	Résidus (%)	Références
Jute	0,5-12h	600	14,78	Présent travail
	2-12h	600	15,4	
	5-12h	600	15,12	
Jute	0,5-24h	600	3,3	[ROY 12]
	0,5-48h	600	6,6	
	1-24h	600	6,7	
	1-48h	600	8,2	

La figure III.9 représente les spectres ATG et DTG des fibres traitées comparées à celles non traitées. Une légère diminution de la température de décomposition (T_d) est observée, suivie par une diminution de l'épaule de dégradation de l'hémicellulose et la dégradation de la lignine pour les fibres traitées par rapport à celles non traitées (Tableau III.5). Ceci peut être expliqué par le fait que le traitement qui est une modification chimique de la surface des fibres, diminue les groupements (C = O) présents dans la couche superficielle de la fibre, ce qui diminue l'intensité de l'interaction charge-charge. Il est à noter aussi, que les températures de décomposition maximales (T_{dmax}) qui correspondent à la température à laquelle une vitesse de perte maximale est enregistrée, ont subi un petit changement. En effet, T_{dmax} augmente de 361,33 °C pour la fibre non traitée à 377,31°C et à 384,62 °C respectivement pour celles traitées avec 0,5 % et 2% pour une même durée d'immersion (12h). De même, les grands pics correspondant à la dégradation de la cellulose sont aussi influencés par le traitement par le NaOH et révèlent des augmentations dans les températures de leur apparition, qui sont de l'ordre de 330 °C pour la fibre non traitée et d'environ 341,67 °C et 351,8 °C respectivement pour celles traitées avec 0,5 % et 2% pour une même durée d'immersion (12h). En revanche, les fibres de jute traitées présentent un pourcentage de résidus élevé par rapport à celles non traitées ce qui traduit une meilleure stabilité thermique (tableau III.5).

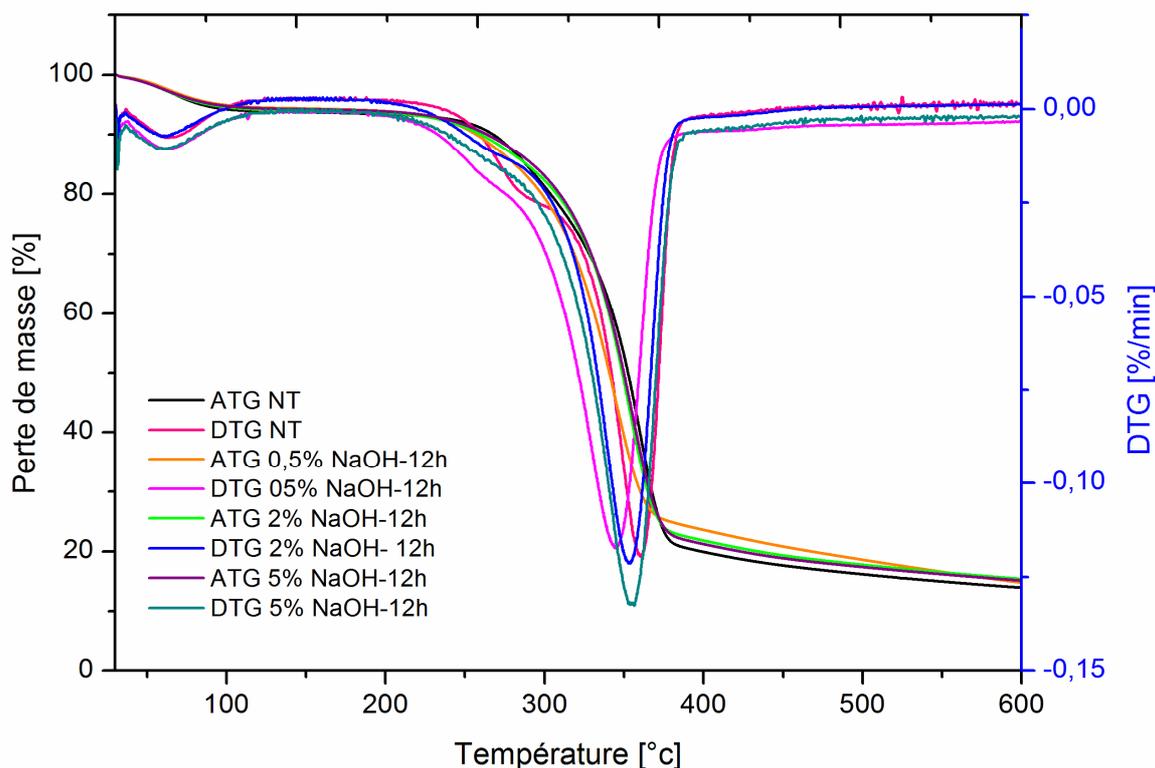


Figure III.9 : Comparaison des spectres ATG et DTG des fibres de jute traitées à celle non traitée.

Tableau III.5. Les valeurs cinétiques de la dégradation thermique des fibres de jute non traitées et traitées.

Echantillons	Pic à T (°C)	T _d (°C)	T _{d max} (°C)	T _f (°C)	Résidus (%)
NT	360,66	211,16	390	600	13,93
0,5% NaOH-12h	345,33	212,66	390	600	14,78
2% NaOH-12h	353,66	214,83	390	600	15,4
5% NaOH-12h	354,66	205	388	600	15,12

T_d : température de début de dégradation, T_{dmax}: température de dégradation maximale, T_f: température de fin de dégradation.

III.2.2.2 Influence du temps de traitement, avec le NaOH, sur les faisceaux de jutes

Les courbes ATG et DTG des fibres traitées avec 0,5% de NaOH pendant différents temps d'immersion (2, 12, 24, 48, 72 et 96h) et celle non traitée sont représentés sur les figures III.10 et III.11. Il est à noter que l'allure des courbes est la même pour tous les temps d'immersion avec les mêmes étapes de dégradation des fibres dans la plage de température de 30°C à 600°C.

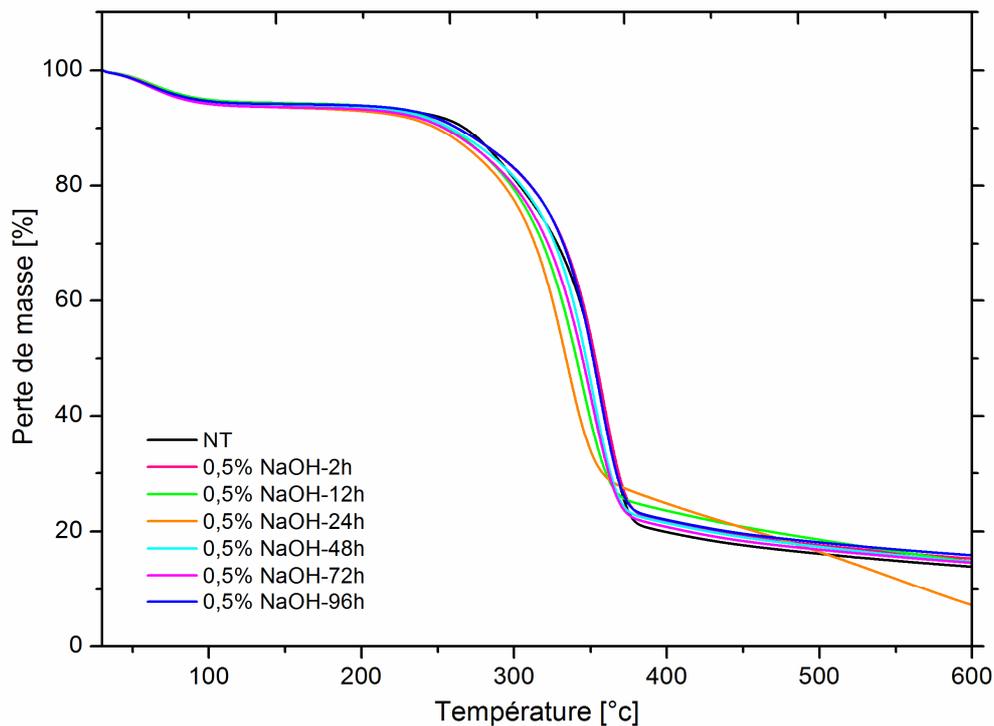


Figure III.10 : Spectres ATG des fibres de jute non traitées et traitées avec 0,5% de NaOH à différents temps d'immersion.

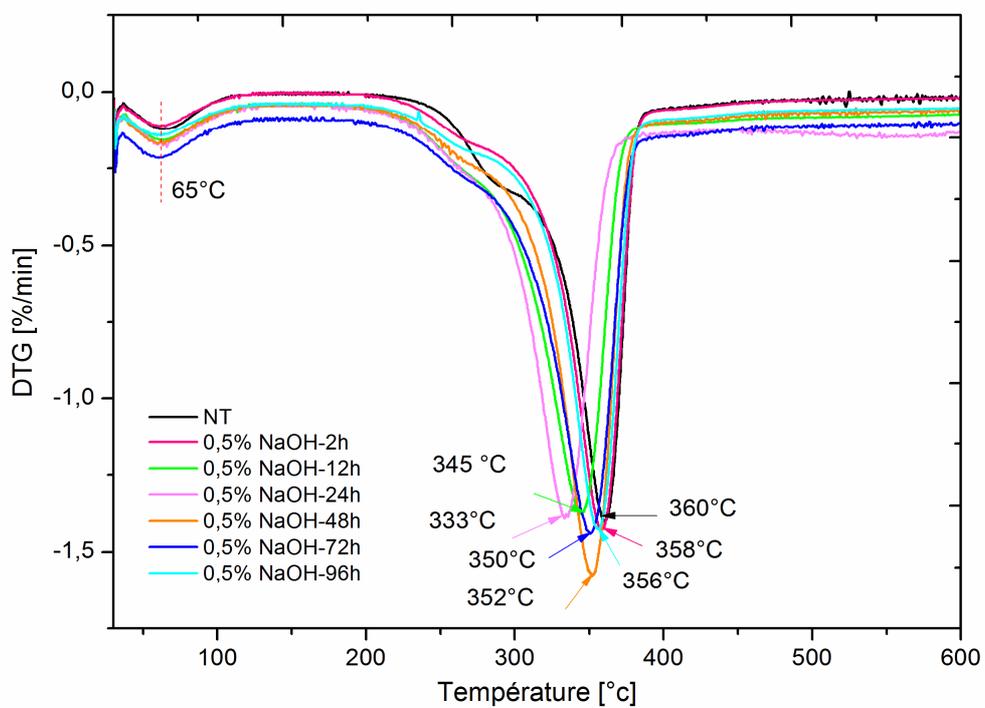


Figure III.11 : Spectres DTG des fibres de jute non traitées et traitées avec 0,5% de NaOH à différents temps d'immersion.

Chapitre III : Caractérisation physico-chimique des fibres de jute.

L'effet du temps de traitement sur la dégradation thermique des fibres est récapitulé dans le tableau III.6. La dégradation s'effectue en quatre étapes, les changements enregistrés dans chaque étape sont comme suit :

- Etape 1.

Le traitement des fibres de jute pour la concentration de 0,5% de NaOH pendant les différents temps d'immersion n'a pas d'influence sur l'intervalle du début et de la fin de dégradation (37°C à 110°C), ainsi que sur l'apparition du 1^{er} pic à 65°C, ce dernier est lié à l'évaporation de l'humidité contenue dans la fibre. Néanmoins, des pertes de masses plus faibles sont enregistrées pour les fibres traitées. Le cas de 96h permet une perte de 17,8 % plus faible que celle enregistrée pour des fibres non traitées.

- Etape 2.

Les intervalles liés à la dégradation de l'hémicellulose et de la lignine n'ont pas subi beaucoup d'influence suite aux différents temps d'immersion, ce pendant un retard a été enregistré au niveau de la température du début de dégradation des fibres traitées à pendant 2h (232°C-310°C). Des diminutions variables aux niveaux des températures d'apparition des pics de dégradation ont été aussi enregistrées. Des variations dans les pertes de masses, de l'ordre de trois fois plus importantes que l'étape 1, sont enregistrées pour les fibres traitées par rapport celles non traitées.

- Etape 3.

C'est l'étape liée à la dégradation la plus importante correspondant à la dégradation de la cellulose où des variations dans les intervalles de températures de début et de fin de ont été notées pour les différents temps d'immersion, ainsi que dans les températures des pics correspondants à ces dégradations. La faible température de fin de dégradation et le pic correspondant sont été enregistrées pour la fibre traitée pendant 24h et les températures respectives sont 368 °C et 333,66 °C.

- Etape 4.

Le stade final de dégradation est compris entre les températures de 390 °C et 600 °C correspondants à la décomposition de la lignine et les cires existantes dans la fibre, avec des taux de dégradations qui varient entre 7,3 % et 20,51%.

En fin, les taux des résidus de dégradations thermiques varient de 7,19% à 15,91% pour les fibres traitées par rapport à celle non traitée qui est de l'ordre de 13,93%, où le taux le plus bas de l'ordre de 7,19 % a été noté pour le temps d'immersion de 24h.

Chapitre III : Caractérisation physico-chimique des fibres de jute.

Tableau III.6. Les valeurs cinétiques de la dégradation thermique des fibres de jute non traitées et traitées avec 0,5% de NaOH à différents temps d'immersion.

		Etape 1		Etape 2		Etape 3		Etape 4	Résidus (%)
Echantillon			Perte (%)		Perte (%)		Perte (%)	Perte (%)	600 °C
NT	Intervalle	37 °C-110°C	5,96	207°C-310°C	16,24	310°C-390°C	57,32	390 °C- 600 °C	13,93
	Pic	65		276,66		360,66		6,54	
2h	Intervalle	37 °C-110°C	5,53	232°C-310°C	19,96	310°C-385°C	46,64	385 °C- 600 °	15,32
	Pic	65		267,33		358,66		6,95	
12h	Intervalle	37 °C-110°C	5,39	206°C-310°C	10,26	310°C-390°C	60,16	390 °C- 600 °	14,78
	Pic	65		270		345,33		9,39	
24h	Intervalle	37 °C-110°C	5,45	207°C-310°C	19,97	310°C-368°C	44,39	368 °C- 600 °	7,19
	Pic	65		265,33		333,66		18,51	
48h	Intervalle	37 °C-110°C	5,29	213°C-310°C	15	310°C-380°C	55,49	380 °C- 600 °	14,71
	Pic	65		268,66		352,33		7,31	
72h	Intervalle	37 °C-110°C	5,51	209°C-310°C	16,75	310°C-381°C	54,03	381 °C- 600 °	14,61
	Pic	65		267,66		350,66		6,77	
96h	Intervalle	37 °C-110°C	5,06	207°C-310°C	12,98	310°C-382°C	57,1	382 °C- 600 °	15,91
	Pic	65		263		356,66		6,74	

III.2.3 Cristallinité

La diffraction des rayons X permet d'étudier la structure cristalline des fibres, dans le domaine des végétaux, des études ont été menées principalement sur la sciure (farine de bois), le chanvre, le lin ou encore le sisal, [FAN 80] [MWA 99] [ZAF 02]. Comme il a été noté dans le chapitre I, la cellulose existe sous plusieurs états polymorphiques, celui de la cellulose native est la cellulose I [VAN 06]. Les différents diffractogrammes des fibres non traitées et traitées avec 0,5, 2 et 5% de concentration de NaOH pendant 12h sont présentés sur la figure III.11.

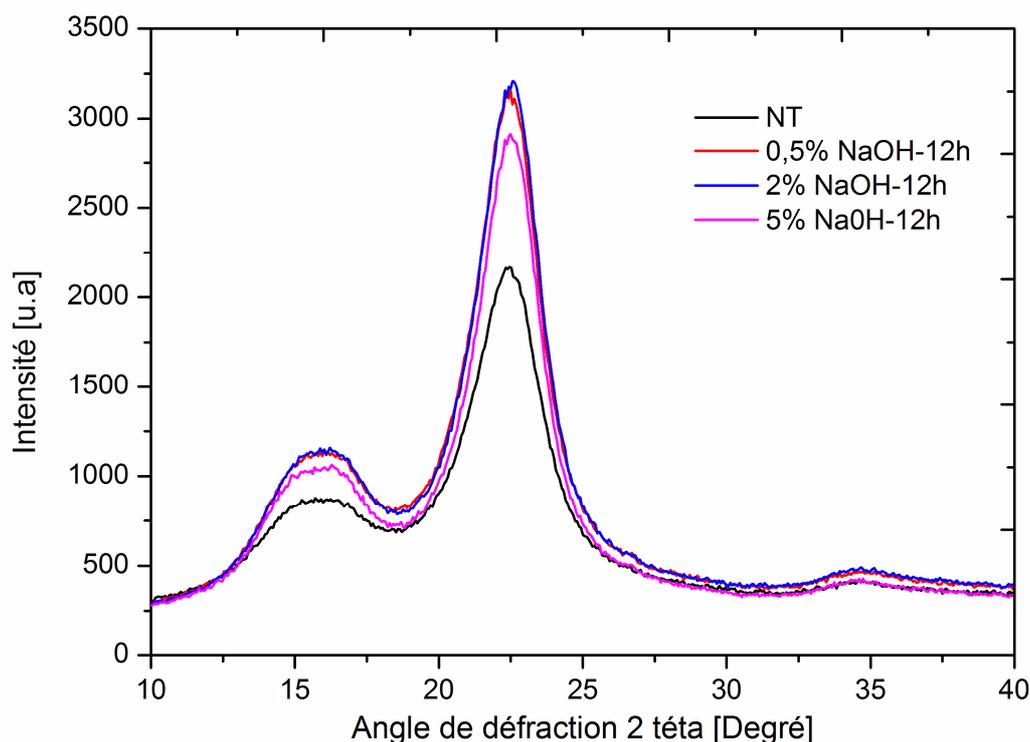


Figure III.12: Spectres DRX de la fibre de jute non traitée et traitée avec 0.5, 2 et 5% NaOH-12h.

Le diffractogramme obtenu des fibres de jute non traitées présente l'allure typique de la cellulose I. Les pics à $18,9^\circ$ et à $22,7^\circ$ sont ceux des plans équatoriaux principaux indexés **(110)** et **(002)** dans la maille monoclinique à deux chaînes [SUG 91]. Pour un pourcentage élevé en cellulose I (forte cristallinité), ces deux pics sont assez marqués et distincts l'un de l'autre. A l'inverse, lorsque les fibres contiennent un pourcentage élevé de matériaux amorphes (lignines, pectines, hémicelluloses et cellulose amorphe), ils n'en forment plus qu'un seul comme dans le cas des travaux cités dans la littérature [TSE 05]. Les éléments présents dans les fibres non traitées et traitées par NaOH sont quasiment de même nature, où l'allure des courbes est pratiquement la même, mais avec un léger décalage au niveau des pics de diffraction sur les diffractogrammes des fibres traitées et des variations dans l'intensité

relative du signal selon le pourcentage de NaOH. En outre, l'intensité relative du signal des fibres de jute traitées est plus élevée par rapport à celle de la fibre non traitée, probablement à cause du liant à base de lignine (principalement hydrocarbure), qui est partiellement éliminé par le traitement alcalin.

Pour le calcul de l'indice de cristallinité (CrI), Segal *et al.* [SEG 59] ont développé une méthode empirique pour estimer le degré de cristallinité qui peut être déterminé par :

$$CrI\% = \frac{I_{002} - I_m}{I_{002}} \quad (1)$$

où: I_{002} est l'intensité du pic de la cellulose au pic aux alentours de $2\theta = 22,7^\circ$;

I_m est l'intensité attribuée à la cellulose amorphe à $2\theta = 18,9^\circ$.

La taille des cristallites a été calculée en utilisant la formule de Scherrer [SIN 09, ROY 12]:

$$Taille\ de\ cristallite = \frac{0,9}{\beta \cos \theta} \quad (2)$$

Où: λ est la longueur d'onde du faisceau à rayons X (1,54 Å); β est la largeur d'un pic par sa largeur à mi-hauteur H (full width at half maximum FWHM), c.-à-d : la largeur du pic à mi-chemin entre la ligne de fond continue et le sommet du pic, θ est l'angle de diffraction. Les résultats obtenus de la DRX ont été analysés à l'aide du logiciel Origin Lab V8.6. et sont regroupés dans le tableau III.6.

Tableau III.6 : Taille moyenne apparente des cristallites (TAC) aux plans (002) et (110) en fonction de la concentration en NaOH.

Traitement	2θ	FWHM	Air %	I	Cr Size	CrI %
NT	15,82	4,43	42,25	233,24	2,08	50,6
	23,56	3,09	58,14	469,73	2,98	
0,5% NaOH	15,84	3,83	39,9	492,5	2,39	53,9
	22,93	2,75	60,5	1063,96	3,36	
2% NaOH	15,89	3,82	39,73	388,48	2,37	53,8
	22,31	2,79	60,66	828,09	3,31	
5% NaOH	15,87	4,62	35,54	438,83	2,53	59,5
	22,55	2,54	64,85	1172,67	3,63	

III.2. 4 Analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Les analyses par DSC permettent d'obtenir des informations sur la température de fusion (T_f) et sur le degré de cristallinité d'un matériau. Le principe est de mesurer la différence de flux de chaleur qui s'établit entre un échantillon et une référence lors d'un chauffage ou d'un refroidissement en maintenant leurs températures égales. Le flux de chaleur est directement proportionnel à la capacité calorifique du matériau. La variation du flux se traduit par un pic endothermique ou exothermique.

Dans cette étude, un échantillon d'environ 8 mg a été pesé pour chaque type de fibre (non traitée ou traitée), puis placé dans une capsule percée en aluminium introduite dans l'appareil DSC (*Mettler Toledo DSC3⁺*). Les mesures ont été effectuées sous un flux d'Azote de 150 ml/min, avec une seule montée en température de 30°C à +580°C à une vitesse de 10°C/min. Le flux de chaleur est détecté par une mesure différentielle par rapport à une référence.

Les résultats de la DSC des fibres non traitées et traitées par NaOH sont présentés sur la figure III.12. Tous les spectres montrent un large pic endothermique entre la température ambiante et 150 °C, il apparaît à 93 °C pour les fibres non traitées et respectivement à 95 °C, 100 et 92 °C pour celles traitées avec 0,5%, 2% et 5% pour la même durée d'immersion de 12h (Tableau III.7). Ce pic correspond à l'évaporation de l'humidité absorbée par la fibre, la quantité d'eau adsorbée par les fibres traitées est moins importante comparée aux fibres non traitées. Il est également constaté un déplacement du premier pic endothermique pour les fibres traitées par rapport à celle non traitée qui ont des amplitudes différentes. Ce déplacement est dû au fait que les fibres traitées ayant moins de teneur en humidité par rapport à la fibre non traitée ceci en bonne concordance avec [PRA 06] et [Ray 02].

La région entre 160-260°C ne montre pratiquement aucun changement exothermique ou endothermique, ce qui reflète que les fibres sont thermiquement stables entre ces températures. D'après la littérature, il est signalé que la lignine commence à se dégrader à une température d'environ 200 °C, cependant, l'hémicellulose et la cellulose se dégradent à des températures plus élevées [SIN 09].

Le pic exothermique noté à environ 280 °C pour la fibre non traitée, est dû à la décomposition de l'hémicellulose et des liaisons glycosidiques de la cellulose. Les pics exothermiques de décomposition de l'hémicellulose sont très faibles pour les fibres traitées par rapport à celle non traitée. Cela peut être en raison de l'élimination de l'hémicellulose de la fibre après le traitement alcalin.

Dans la région de 300 à 400 °C apparaît un grand pic endothermique et représente la dégradation de la cellulose. Selon ce pic endothermique, on peut déduire que le pic de dégradation de la cellulose s'est déplacé à une température plus basse, de 367 °C pour la fibre non traitée à 362 et 361 °C pour les fibres traitées. Cette diminution de la température de décomposition conduit à la réduction de la stabilité thermique des fibres traitées aux alcalis [RAY 02].

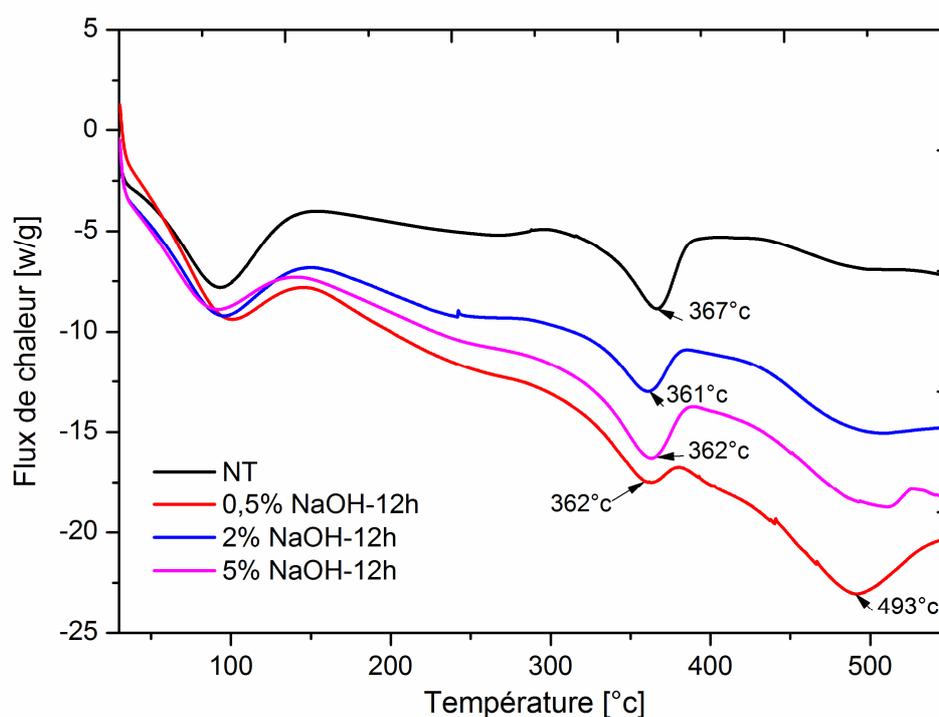


Figure III.13 : Spectres DSC des fibres de jute non traitées et traitées avec 0,5, 2 et 5% NaOH-12h.

Tableau III.6. Analyse DSC des fibres de jute non traitées et traitées avec différentes concentrations de NaOH.

Fibre	Phase 1 (Evaporation de. d'humidité)	Phase 2 (Hemicellulose - Lignine)	Phase 3 (Décomposition de la cellulose)
	Plage de température 30–146°C	Plage de température 280–320°C	Plage de température 340–400°C
NT	93	300	367
0,5% NaOH-12h	95	292	362
2% NaOH-12h	100	285	361
5% NaOH-12h	92	282	362

III.2.5 Analyse par microscopie à balayage électronique (MEB)

La morphologie des surfaces longitudinale et transversale des faisceaux de fibres non traités et traités avec NaOH a été également examinée, en utilisant deux microscopes à balayage électronique (MEB), le premier de type *ESEM XL30* de l'Université de Tizi Ouzou, Algérie et le deuxième de type environnemental *ESEM QUANTA 200* du laboratoire LGP2 de l'Université de Grenoble- France.

Les micrographies (figure III.10) montrent que les fibres de jute sont de formes elliptiques creuses (voir pseudo-cylindrique). A cause de la découpe délicate des fibres et au vu qu'elles sont creuses, elle se déforme et se ferme. Néanmoins, la fibre est composée essentiellement par des microfibrilles liées entre elles par une matière (hémicellulose et lignine) dans la région inter-fibrillaire.

Comme le montre les figures III.11a et III.11b la surface de la fibre de jute non traitée est recouverte d'une couche de substances, qui peut inclure la pectine, la lignine et d'autres impuretés [CAO 06, ROK 11]. Le traitement alcalin conduit à des différences significatives dans la morphologie de la surface des fibres [YOU 12]. Après le traitement avec NaOH, les fibres prennent une coloration marron et s'agglomèrent. L'observation de la microstructure par microscope électronique à balayage met en évidence la surface des fibres et révèle que les surfaces sont relativement rugueuses pour les fibres traitées par rapport à ceux non traitées (figure III.10c et III.10d). L'augmentation de la concentration de la solution de soude à 5% modifie l'aspect de surface des fibres : leur état de surface devient plus rugueux et les fibres perdent leur rigidité.

L'effet du traitement à la soude varie donc avec sa concentration. La soude permet d'extraire une partie de la lignine, des hémicelluloses, et des composés de faible masse moléculaire mais elle permet aussi de modifier l'organisation de la fibre, notamment par une réorganisation de la structure cristalline de la cellulose. Classiquement, une solution de soude à 10% entraîne un changement de cristallinité de la cellulose qui passe d'une forme cellulose I à une forme cellulose II [HOS 11, YOU 12].

L'élimination des impuretés de surface, les substances non cellulosiques, les matières inorganiques et les cires entraîne la propreté et la rugosité des surfaces des fibres après le traitement. Ces surfaces rugueuses facilitent à la fois la stabilité thermique et la réaction de liaison des groupes hydroxyles due à l'exposition avec la matrice, en augmentant ainsi l'adhérence fibre-matrice [YAN 99, HOS 11].

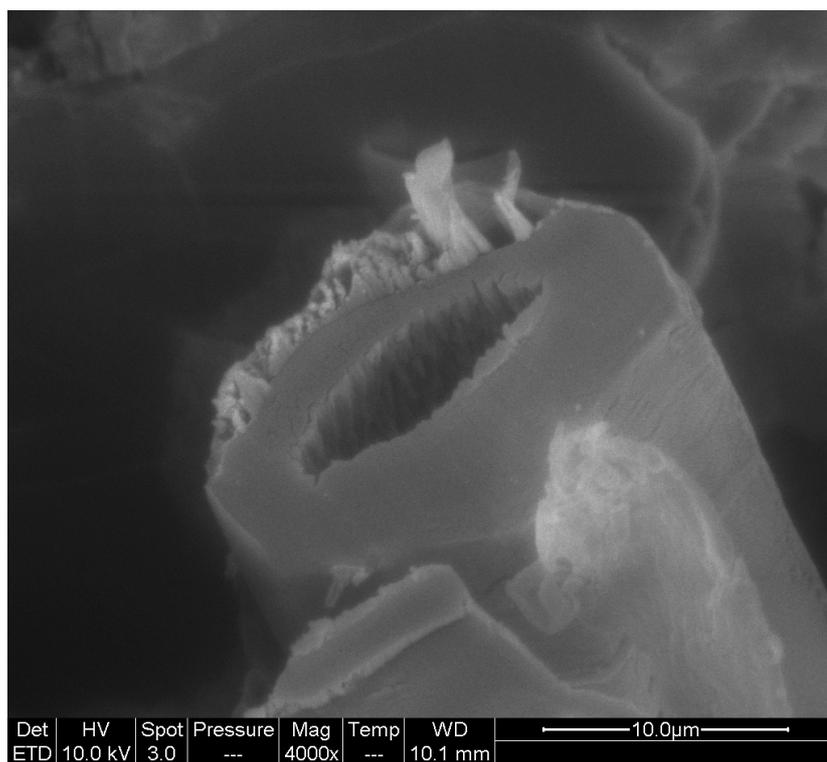
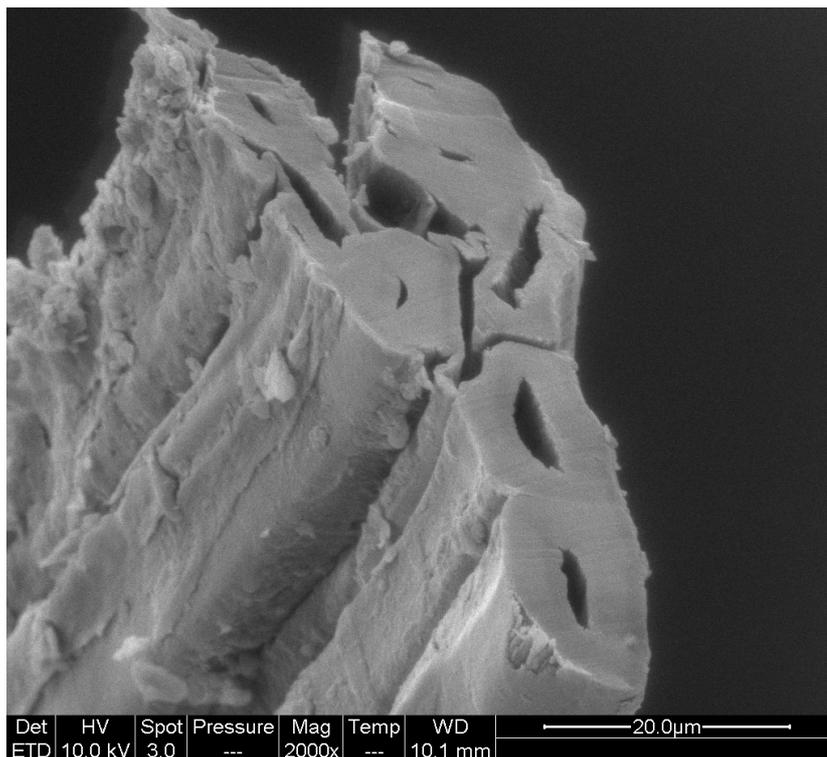


Figure III.14: Micrographies de la fibre de jute non traité.

Chapitre III : Caractérisation physico-chimique des fibres de jute.

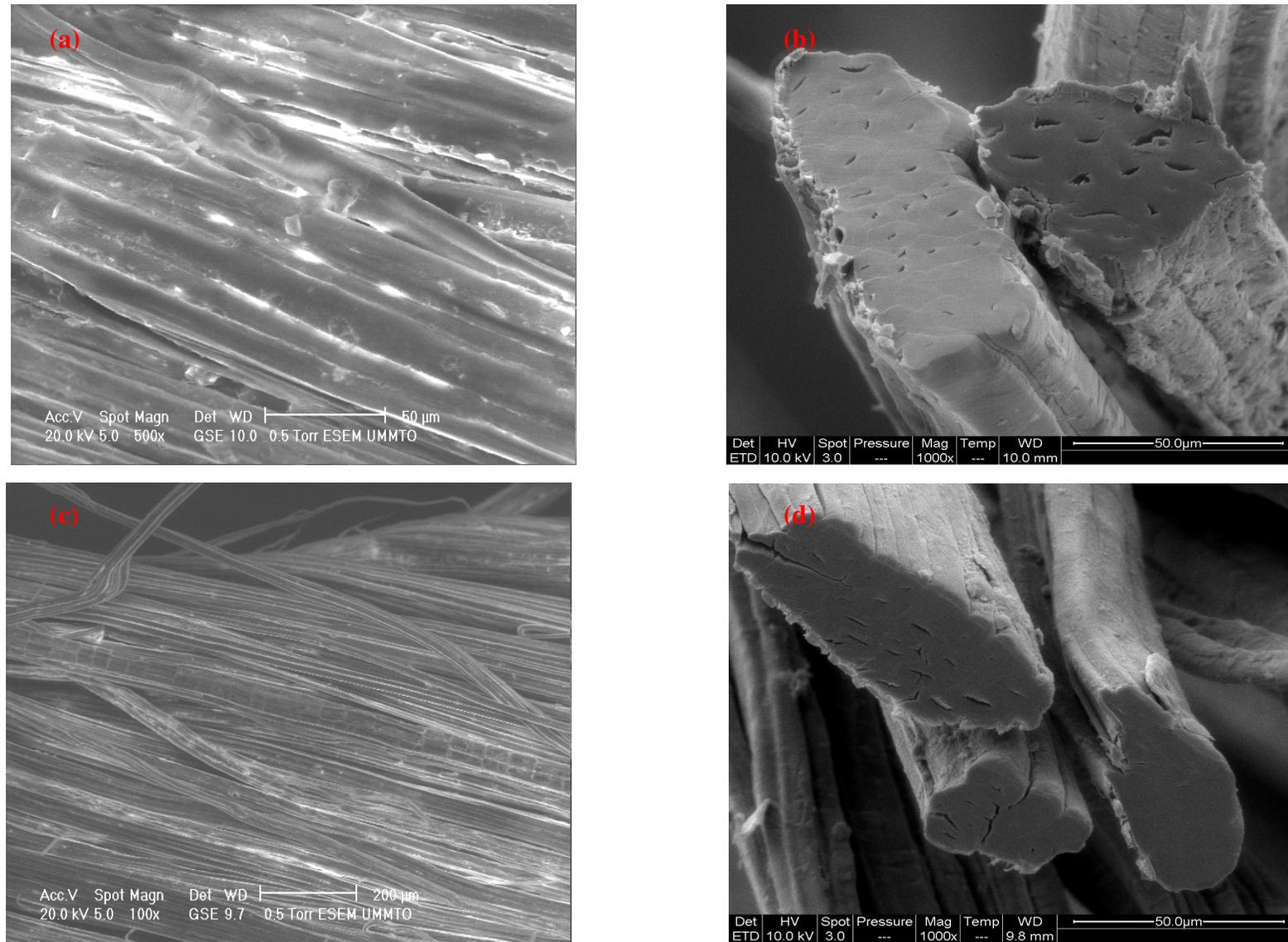


Figure III.15: Observation du faisceau de jute non traité (a, b) et traité (c, d) au microscope électronique à balayage

III.2.6 Calcul de la densité

La densité (**d**) est l'une des propriétés les plus intéressantes pour l'élaboration des composites. Les fibres végétales se caractérisent par leur faible densité par rapport aux fibres de verre qui y est de l'ordre de $2,54 \text{ g/cm}^3$ [DAV 06].

En utilisant la méthode du pycnomètre (§II 4.9), le résultat obtenu de la densité apparente des fibres de jute est de l'ordre de $1,01 \text{ g/cm}^3$. Elle est inférieure à celles des autres fibres végétales. A titre indicatif, la densité des fibres de lin est $d = 1,53 \text{ g/cm}^3$, pour le sisal, elle est de l'ordre de $1,33 \text{ g/cm}^3$ [BAL 06], et elle est d'environ $1,13 \text{ g/cm}^3$ pour les fibres de *Juncus effusus L.* [MAA 17].

III.3 Conclusion

Suite, à l'étude physico chimique des fibres de jute, et compte tenu des résultats obtenus, on peut conclure que :

- Les images prises par le microscope à balayage électronique MEB ont montré une rugosité des surfaces des faisceaux de fibres de jute traités par rapport à ceux non traités, ce qui permet une bonne perméabilité lors de l'élaboration des biocomposites ;

- Les résultats en infrarouge ont montré que la structure de la fibre de jute a changé après le processus de traitement. Cette modification a été montrée par la disparition des pics à 1739 cm^{-1} et à 1250 cm^{-1} après le traitement alcalin ;

- L'analyse thermogravimétrique montre une meilleure stabilité thermique des fibres traitées comparée avec celles non traitées ;

- L'analyse par calorimétrie différentielle montre que la température d'évaporation de l'humidité pour la fibre non traitée est plus élevée que celles des fibres traitées ;

- L'analyse par DRX montre que l'intensité relative du signal des fibres de jute traitées est plus élevée par rapport à celle de la fibre non traitée (50,6%).

- La densité déterminée des fibres de jute $1,01 \text{ g/cm}^3$ est l'une des densités les plus faibles par rapport au autre fibre végétale.

Chapitre IV :

Caractérisation mécanique des bio-composite et de ces constituants

.

IV.1. Introduction

Les propriétés mécaniques d'un composite peuvent être déterminé à partir d'une étude mécanique et d'une connaissance des caractéristiques de ces deux constituants de base : renforts en tissu de fibre de jute et matrice polyester. Dans ce chapitre, les résultats obtenus des différents tests mécaniques effectués dans le cadre de cette étude sont présentés et discutés. L'évolution des propriétés mécaniques des faisceaux de fibres de jutes non traitées et ceux traitées par différentes concentrations de NaOH et temps d'immersions a été caractérisée en traction. Les propriétés en traction de la résine polyester et des tissus de faisceaux de jute non traités ont été également identifiées dans le sens de la trame et celui de la chaîne. En plus, une détermination des propriétés mécaniques a été effectuée par l'essai de flexion 3-points sur des composites stratifiés jute/polyester afin de montrer l'influence de la vitesse de sollicitation.

IV.2. Caractérisation en traction

IV.2.1 Caractérisation des faisceaux de fibres (yarns) de jute

Les propriétés mécaniques (contrainte et déformation à la rupture et module de Young) des faisceaux de fibres de jute sont déterminées selon la norme ASTM D 578 en utilisant une longueur de mesure (GL) de 50 mm. Les yarns de jute testés en traction statique dans les mêmes conditions sont regroupés en 66 séries de trente échantillons chacune formant un total de 1980 files ont été utilisés dans ce travail, parmi les quels 1650 fils ont subit différents traitements alcalins et le reste sans traitement.

Les tests ont été conduits sur une machine de traction universelle de type ZWICK Z005, d'une capacité de 5 kN. Les essais de traction ont été effectués avec une vitesse de 2 mm/min. Tous les tests ont été réalisés à une température ambiante de 23°C et une hygrométrie d'environ 55%.

En raison des dispersions importantes notées dans les résultats, les faisceaux de fibres de jute, sont regroupés en plusieurs séries de 30 échantillons chacune. La figure IV.1a. représente les courbes contrainte/déformation des trente tests effectués en traction sur les faisceaux de fibre de jute non traitées, où on constate une variation de la contrainte en fonction de la déformation.

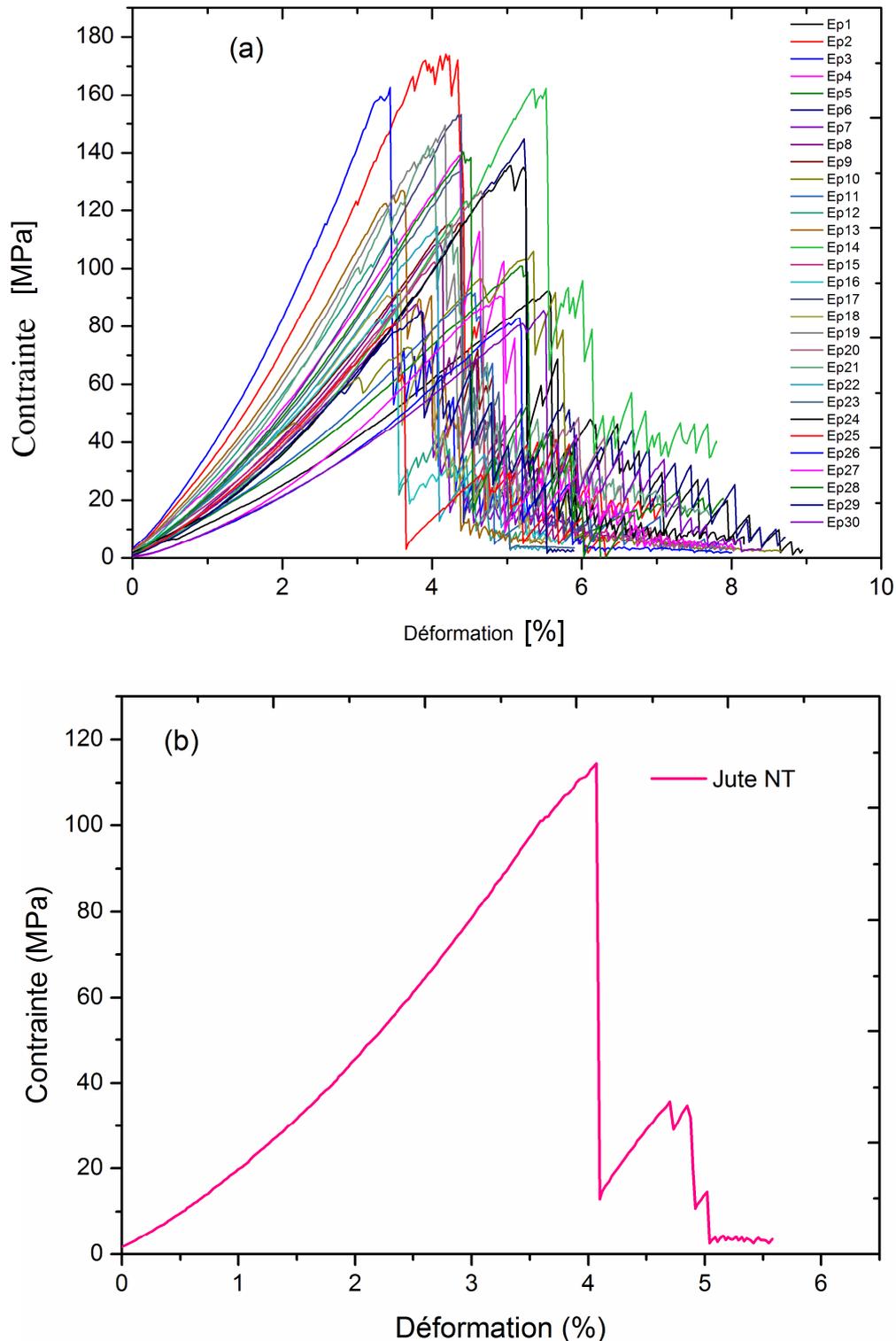


Figure IV.1 : (a) Contrainte/déformation des trente essais effectués sur les faisceaux de fibres, (b) Courbe type contrainte/déformation d'un faisceau de fibres de jute.

La courbe type contrainte-déformation (Figure IV.1b) obtenue à partir des essais en traction statique des faisceaux de fibres étudiées, montre que la contrainte varie linéairement, puis quasi linéairement avec l'augmentation de la déformation jusqu'à ce qu'elle atteigne sa valeur maximale suivie d'une diminution brusque de la contrainte. Ceci est due à la rupture partielle du faisceau de fibre correspondant à la rupture de dizaines de fibres les plus faibles, puis plusieurs chutes sont enregistrées, jusqu'à la rupture finale, formant ainsi un comportement en escalier.

Avant les tests de traction, chaque faisceau de fibres a été observé au microscope optique afin d'en mesurer le diamètre (Figure IV.2). La mesure est effectuée le long du faisceau, dans 9 endroits différents par échantillon. Les faisceaux (yarns) de fibres de jute ont un diamètre qui varie entre 600 et 1200 μm .

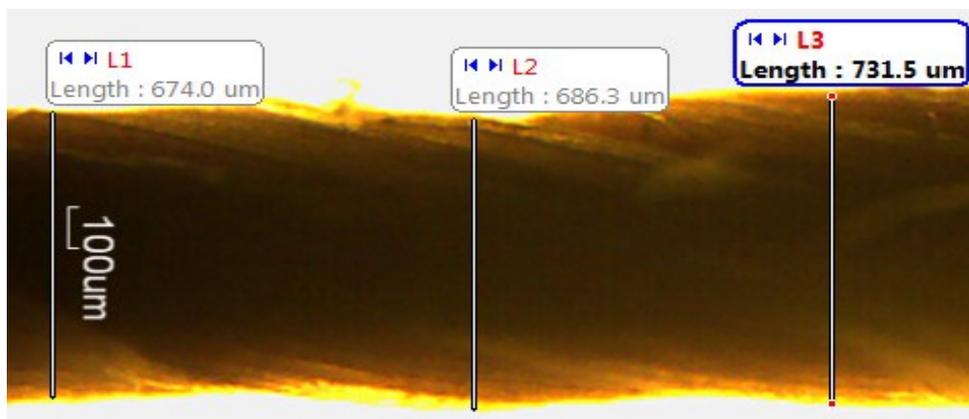


Figure IV.2 : Mesure du diamètre d'un faisceau de fibres.

Les résultats des propriétés mécaniques en fonction du diamètre des faisceaux de fibres de jute étudiées dans ce travail, se caractérisent par des dispersions qui sont dues aux méthodes de fabrication de ces faisceaux. En d'autres termes, les fibres ne possèdent pas les mêmes dimensions tout au long de la longueur étudiée.

L'analyse des résultats obtenus (figure IV.3) montrent que la contrainte à la rupture et le module d'Young diminuent avec l'augmentation du diamètre des faisceaux de fibres, alors que la déformation à la rupture augmente. L'augmentation du diamètre de la fibre entraîne une diminution de la rigidité de la fibre.

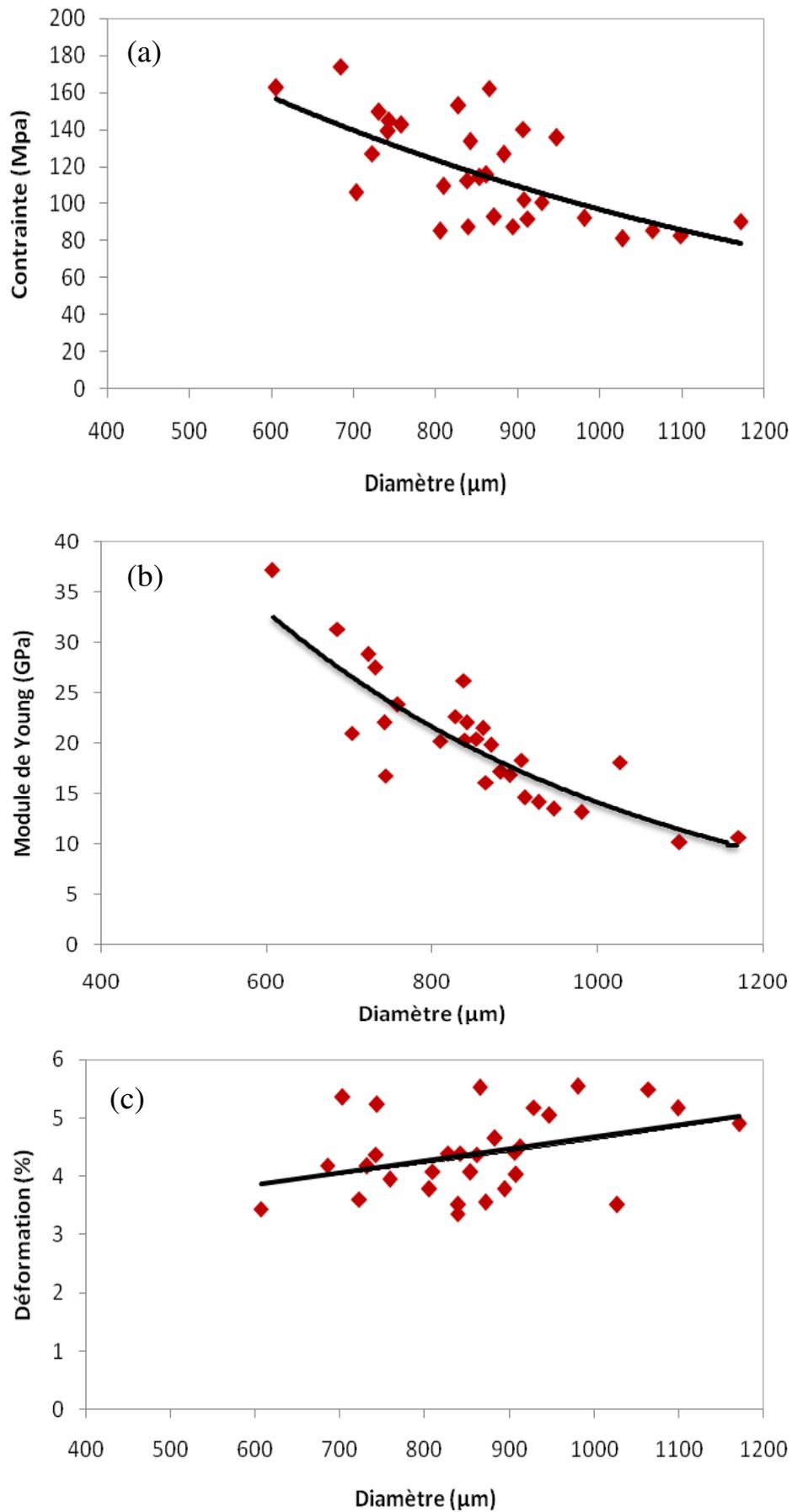


Figure IV.3: Propriétés mécaniques en fonction du diamètre de la fibre de jute.

IV.2.1.1 Influence du nombre d'essais

Pour optimiser les propriétés mécaniques des faisceaux de fibres de jute, 320 tests ont été effectués sur des fibres non traitées, ces derniers sont regroupés en 16 séries de 20 échantillons chacune.

La Figure IV.4 illustre la variation des valeurs moyennes des propriétés mécaniques (contraintes, déformations et modules de Young) en fonction de l'augmentation du nombre des échantillons testés. L'analyse des résultats obtenus, récapitulés dans le tableau IV.1, a permis de noter que la contrainte moyenne est égale à 121,94 MPa avec un module de Young d'environ 21,29 GPa pour un nombre de 20 échantillons testés. Pour un nombre de 40 échantillons testés, la contrainte moyenne et le module d'Young ont diminué, elles sont respectivement de l'ordre de 113,35 MPa et de 19,48 GPa. En augmentant le nombre d'échantillons testés, par série de 40, de 80 à 320 essais, les propriétés mécaniques (contrainte et module de Young) augmentent très légèrement et se stabilisent à partir de 200 tests. Alors que, la variation de la déformation à la rupture n'est pas significative.

Tableau IV.1: Variation des valeurs moyennes des propriétés mécaniques des faisceaux de fibres avec l'augmentation du nombre des échantillons testés.

Résultats expérimentaux			
Nombre	Contrainte σ (MPa)	Déformation ε (%)	Module E (GPa)
20	121,9 \pm 28,1	4,34 \pm 0,71	21,29 \pm 6,22
40	113,4 \pm 27,5	4,42 \pm 0,89	19,48 \pm 7,13
80	119,3 \pm 32,9	4,34 \pm 0,77	21,76 \pm 10,05
120	123,5 \pm 32,7	4,31 \pm 0,79	23,38 \pm 10,25
160	124,0 \pm 31	4,23 \pm 0,78	24,65 \pm 10,34
200	123,4 \pm 30,9	4,21 \pm 0,75	24,84 \pm 10,22
240	125,7 \pm 33	4,19 \pm 0,73	25,40 \pm 10,53
280	126,6 \pm 32,5	4,18 \pm 0,71	25,16 \pm 10,05
320	126,5 \pm 32,1	4,18 \pm 0,70	25,02 \pm 9,81

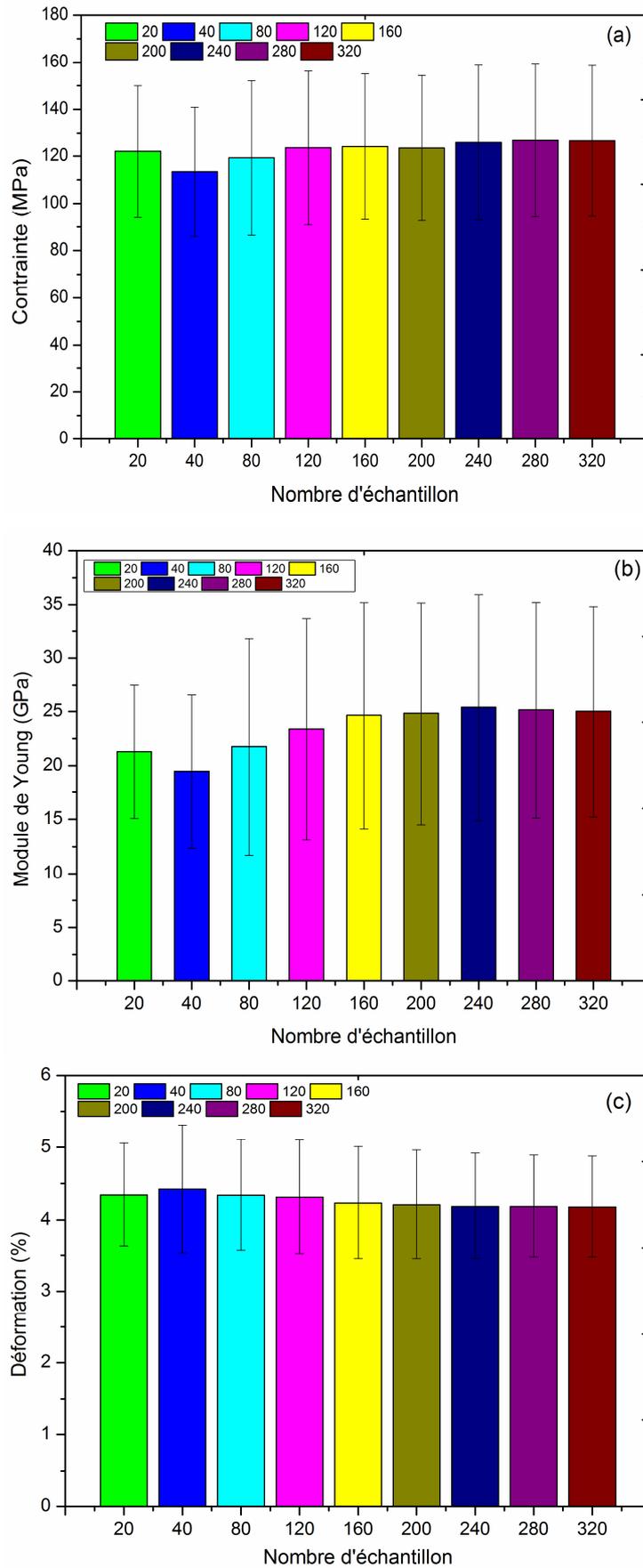


Figure IV.4: Variation des propriétés mécaniques des faisceaux de fibres en fonction du nombre d'échantillons.

IV.2.1 2 Influence du traitement chimique sur les propriétés mécaniques

Les faisceaux de fibres de jute sont regroupés en 13 séries de trente échantillons chacune, puis ils sont immergés dans une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) avec différentes concentrations (0,5%, 2% et 5%) pour les durées de 30 min, 2h, 8h 12 heures à la température ambiante (figure IV.5). Les courbes représentatives des treize séries montrent que le comportement est le même mais avec une variation dans les propriétés (contrainte et déformation à la rupture et le module de Young) des faisceaux de fibres selon la concentration en NaOH et le temps de traitement.

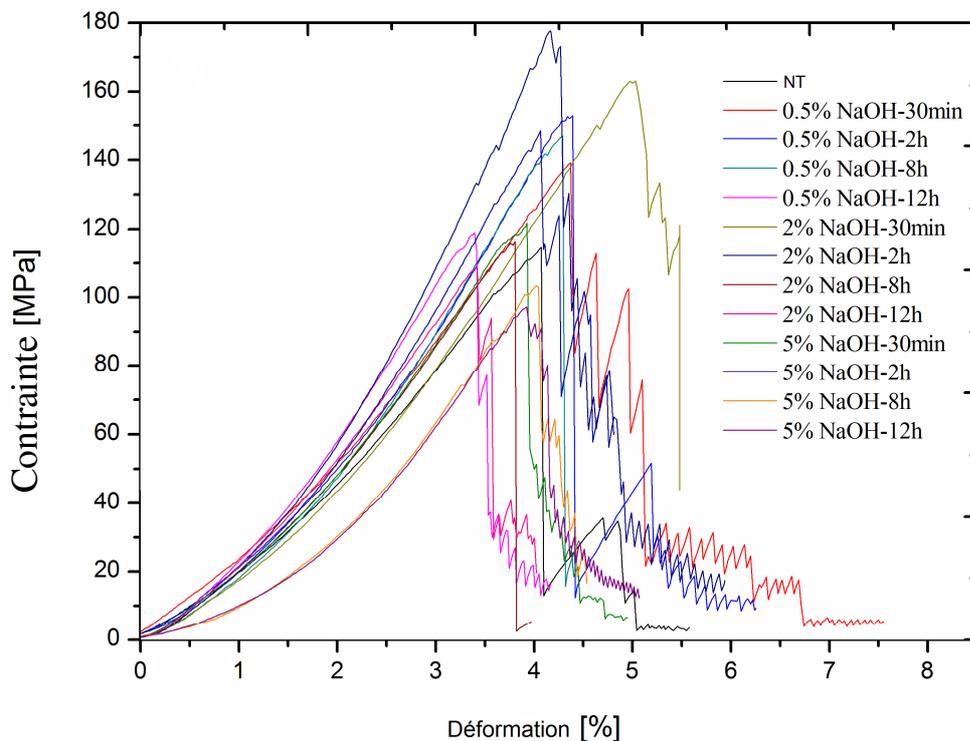


Figure IV.5 : Comparaison des courbes type contrainte/déformation des treize séries des faisceaux de fibres traités et non traités.

L'analyse de la figure VI.5 est difficile du fait qu'elle est tributaire de l'appréciation et du choix de la meilleure courbe représentative pour chaque cas. A cet effet, une analyse plus correcte pourrait être effectuée par la variation des valeurs moyennes des propriétés mécaniques illustrée sur la figure IV.6. L'analyse des résultats obtenus montre une augmentation d'environ 20% à 34% pour la contrainte à la rupture et 15% à 25% pour le module de Young des faisceaux traités par rapport à ceux non traités. Par contre, la déformation diminue avec l'augmentation du taux de NaOH.

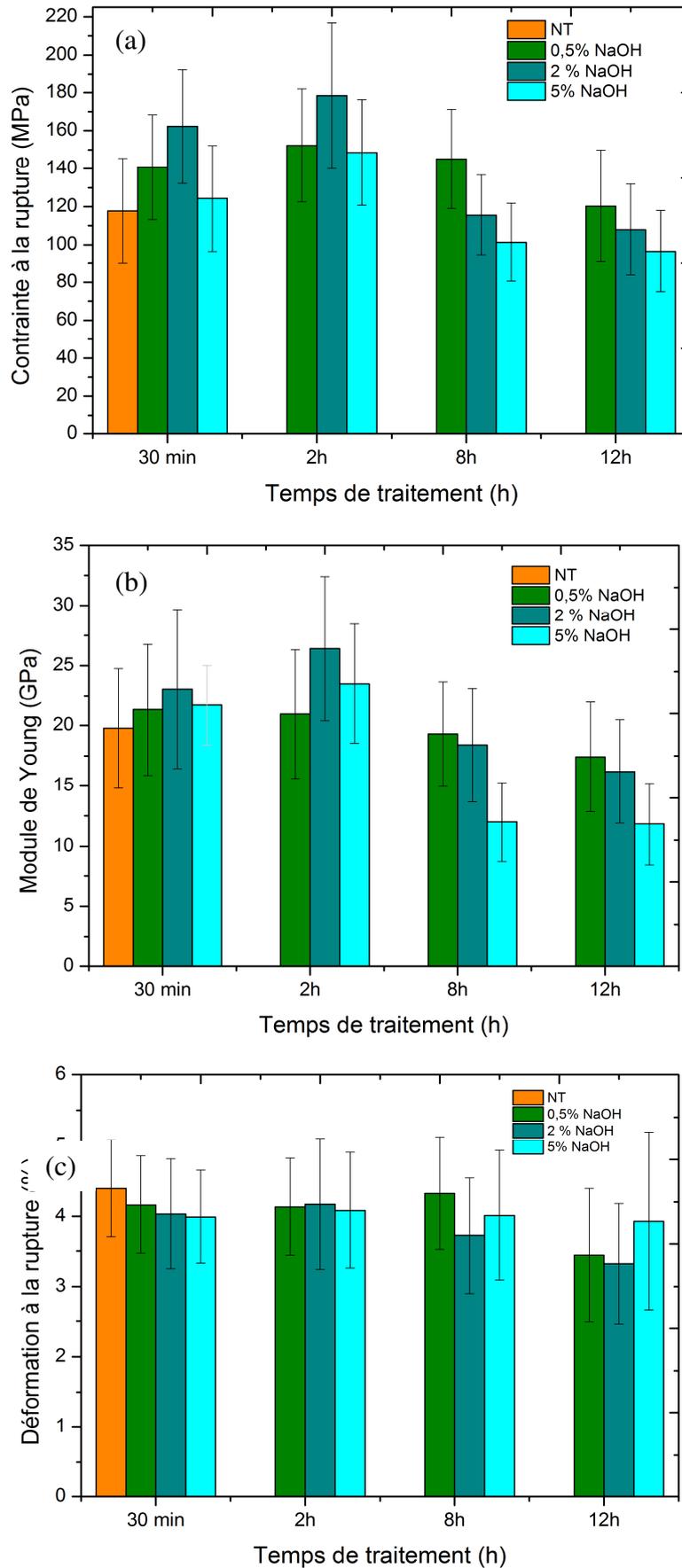


Figure IV.6: Propriétés mécaniques des faisceaux de fibres de jute non traités et traités par NaOH à différentes concentrations pour différents temps d'immersion.

Le traitement par le NaOH peut améliorer les propriétés mécaniques des fibres, cependant il peut aussi avoir des conséquences négatives sur ces derniers. La figure IV.7 présente les courbes types contrainte/déformation des faisceaux de fibres du meilleur et du mauvais cas comparées à celle non traitée. Le meilleur cas est obtenu pour les faisceaux traités une concentration 2% de NaOH pendant une durée de 2h d'immersion, tandis que le mauvais cas est enregistré pour celui traité avec 5% de NaOH pendant 12h.

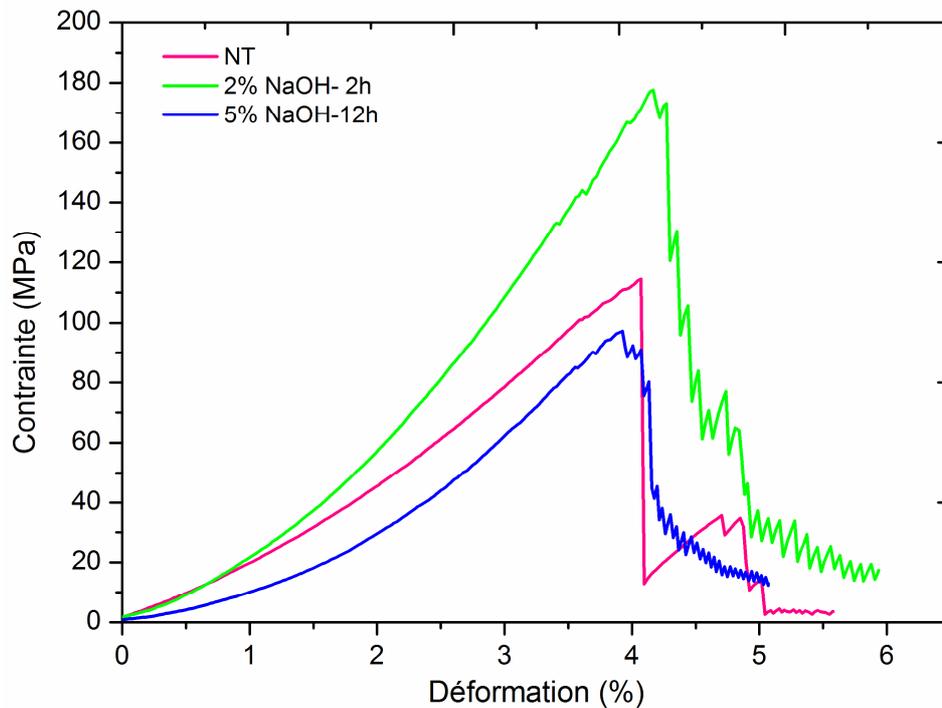


Figure IV.7 : Comparaison des courbes types contrainte/déformation des faisceaux de fibres traités avec ceux non traités.

Pour une durée d'immersion de 2h, les propriétés mécaniques des faisceaux de fibres de jute pour les différentes concentrations de NaOH sont présentées sur la figure IV.8. Le meilleur cas est obtenu pour la concentration de 2% de NaOH, où les valeurs de la contrainte et du module de Young sont respectivement égales à 178,4 MPa et 26,4 GPa, soient des augmentations respectives de 34% et 25% par rapport à celle non traitée (117,7 MPa et 19,8 GPa). Par contre, la déformation à la rupture obtenue est de l'ordre de 4,17 % donc une diminution de 5%, comparée avec celle des faisceaux de fibres non traités qui est égale à 4,39 %.

Les variations des valeurs moyennes des propriétés mécaniques en fonction des différentes concentrations de NaOH pour les différents temps d'immersion sont récapitulées dans le tableau IV.2. Ces valeurs sont ensuite analysées en utilisant le coefficient de variance (CV %), qui est le rapport entre l'écart type et la valeur moyenne [VIR 10]. Une faible valeur de CV indique une petite variation dans les résultats.

Les résultats du CV obtenus sont comparés avec ceux de la littérature (tableau IV.2).

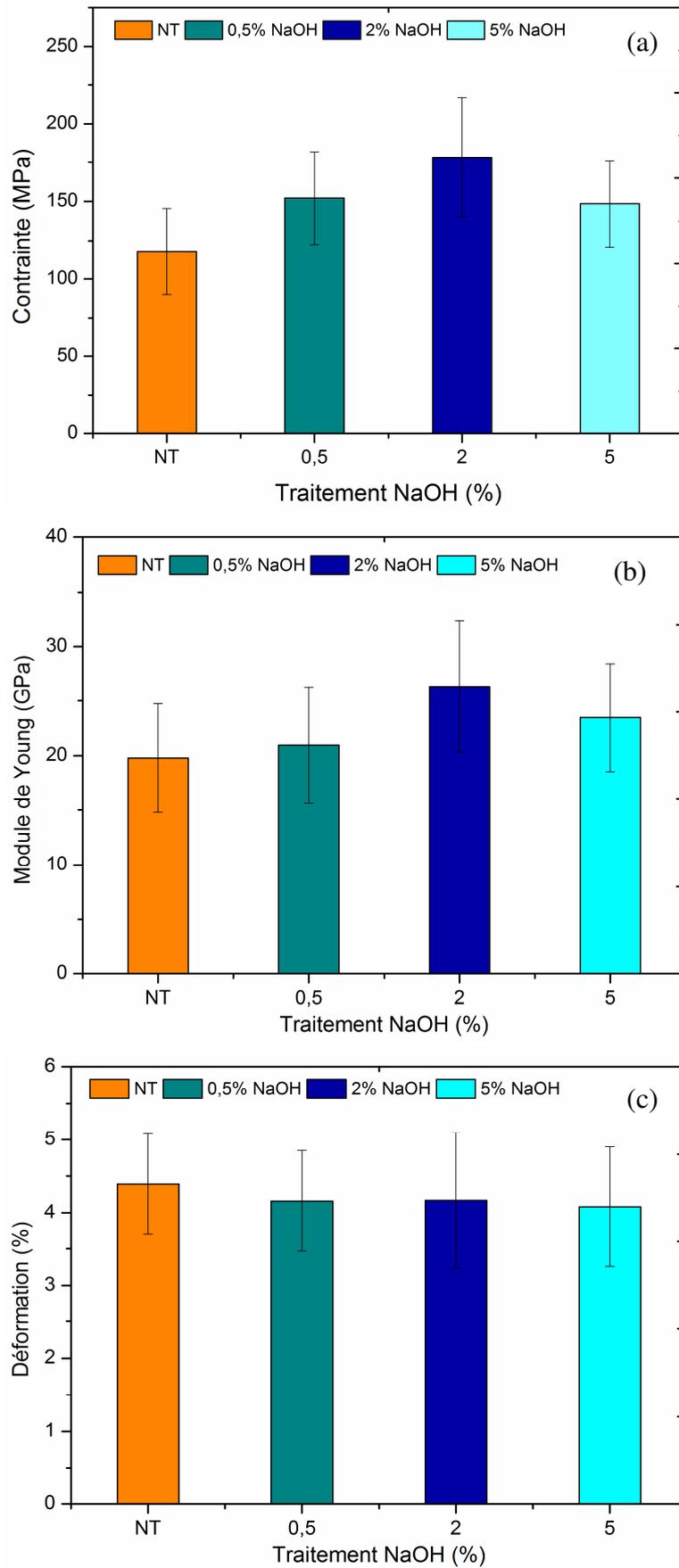


Figure IV.8: Propriétés mécaniques des faisceaux de fibres de jute non traités et traités par NaOH ayant différentes concentrations pour une durée d'immersion de 2h.

Chapitre IV : Caractérisation mécanique des bio-composites et de ces constituants

Tableau IV.2 : Variation des valeurs moyennes des propriétés mécaniques des faisceaux de fibres de jute non traités et traités par NaOH ayant différentes concentrations pour différents temps d'immersion.

<i>Résultats expérimentaux</i>												
<i>Fibre</i>	<i>GL mm</i>	<i>Concentration [NaOH]</i>	<i>Contrainte σ [MPa]</i>	<i>SD</i>	<i>C.V %</i>	<i>Module de Young E [GPa]</i>	<i>SD</i>	<i>C.V %</i>	<i>Déformation ε [%]</i>	<i>SD</i>	<i>C.V %</i>	<i>Ref.</i>
<i>Faisceau de fibres de jute</i>	50	<i>NT</i>	<i>117,7</i>	<i>27,8</i>	<i>23,59</i>	<i>19,78</i>	<i>4,98</i>	<i>25,18</i>	<i>4,39</i>	<i>0,69</i>	<i>15,72</i>	<i>Present travail</i>
		<i>0,5%-30min</i>	<i>140,7</i>	<i>27,5</i>	<i>19,54</i>	<i>21,32</i>	<i>5,44</i>	<i>25,51</i>	<i>4,16</i>	<i>0,69</i>	<i>15,00</i>	
		<i>2%-30min</i>	<i>162,3</i>	<i>30,1</i>	<i>18,54</i>	<i>23,05</i>	<i>6,61</i>	<i>28,68</i>	<i>4,03</i>	<i>0,78</i>	<i>15,35</i>	
		<i>5%-30min</i>	<i>124,31</i>	<i>27,7</i>	<i>22,31</i>	<i>21,7</i>	<i>3,32</i>	<i>15,30</i>	<i>3,99</i>	<i>0,66</i>	<i>16,54</i>	
		<i>0,5%-2h</i>	<i>152,2</i>	<i>29,7</i>	<i>19,54</i>	<i>20,96</i>	<i>5,35</i>	<i>25,52</i>	<i>4,13</i>	<i>0,69</i>	<i>16,70</i>	
		<i>2%-2h</i>	<i>178,4</i>	<i>38,4</i>	<i>21,54</i>	<i>26,4</i>	<i>6,01</i>	<i>22,76</i>	<i>4,17</i>	<i>0,93</i>	<i>22,45</i>	
		<i>5%-2h</i>	<i>148,5</i>	<i>27,7</i>	<i>18,66</i>	<i>23,5</i>	<i>4,95</i>	<i>21,06</i>	<i>4,08</i>	<i>0,82</i>	<i>20,09</i>	
		<i>0,5%-8h</i>	<i>145,1</i>	<i>26,1</i>	<i>17,98</i>	<i>19,3</i>	<i>4,35</i>	<i>22,54</i>	<i>4,32</i>	<i>0,80</i>	<i>18,52</i>	
		<i>2%-8h</i>	<i>115,4</i>	<i>21,3</i>	<i>18,41</i>	<i>18,39</i>	<i>4,73</i>	<i>25,72</i>	<i>3,72</i>	<i>0,82</i>	<i>22,04</i>	
		<i>5%-8h</i>	<i>101,24</i>	<i>20,6</i>	<i>20,36</i>	<i>12,02</i>	<i>3,26</i>	<i>27,12</i>	<i>4,01</i>	<i>0,92</i>	<i>22,94</i>	
		<i>0,5%-12h</i>	<i>120,32</i>	<i>29,54</i>	<i>24,55</i>	<i>17,4</i>	<i>4,55</i>	<i>26,15</i>	<i>3,44</i>	<i>0,95</i>	<i>27,62</i>	
		<i>2%-12h</i>	<i>107,88</i>	<i>24,00</i>	<i>22,25</i>	<i>16,2</i>	<i>4,29</i>	<i>26,48</i>	<i>3,32</i>	<i>0,86</i>	<i>25,90</i>	
<i>5%-12h</i>	<i>96,56</i>	<i>21,46</i>	<i>22,22</i>	<i>11,85</i>	<i>3,38</i>	<i>28,52</i>	<i>3,93</i>	<i>1,26</i>	<i>32,06</i>			
<i>Jute</i>	50	<i>Raw</i>	<i>81,42</i>	<i>10</i>	-	<i>1,92</i>	<i>0,45</i>	-	<i>3,83</i>	<i>0,62</i>	-	[HOS 11]
		<i>5%-2h</i>	<i>92,54</i>	<i>11</i>	-	<i>2,25</i>	<i>0,34</i>	-	<i>3,21</i>	<i>0,68</i>	-	
<i>FPD</i>	50	<i>Raw</i>	<i>125,97</i>	<i>33</i>	<i>26</i>	<i>4,52</i>	<i>1,58</i>	<i>0,35</i>	<i>3,44</i>	<i>0,8</i>	<i>0,23</i>	[BEZ 15]
		<i>2%-48h</i>	<i>291,9</i>	<i>11</i>	<i>28</i>	<i>8,96</i>	<i>3,14</i>	<i>0,35</i>	<i>4,10</i>	<i>0,6</i>	<i>0,15</i>	
<i>Yarn Jute</i>	-	<i>Raw</i>	<i>74,8</i>	-	<i>20</i>	<i>27,69</i>	-	<i>24</i>	<i>0,03</i>	-	<i>15</i>	[COD 15]
<i>Flax</i>	-	<i>Raw</i>	<i>198,1</i>	-	<i>14</i>	<i>59,13</i>	-	<i>18</i>	<i>3,22</i>	-	<i>7</i>	[COD 15]
<i>Hemp</i>	-	<i>Raw</i>	<i>124,1</i>	-	<i>19</i>	<i>42,37</i>	-	<i>16</i>	<i>2,94</i>	-	<i>12</i>	[COD 15]
<i>Sisal</i>	20	<i>Raw</i>	<i>424</i>	<i>125</i>	-	<i>9,69</i>	<i>3,02</i>	-	<i>6,03</i>	<i>2,16</i>	-	[BEL 14]

FPD : Fibre de palmier dattier, SD:Standard Deviation et CV: Covariance

IV.2.2 Caractérisation mécanique en traction du tissu de jute

Le tissu de jute présente une forme architecturale bi-axiale. Cette forme assure une perméabilité qui joue un rôle important pour faciliter l'écoulement de la résine à travers le renfort pendant l'élaboration des composites.

Pour identifier les propriétés mécaniques (module de Young et contrainte à la rupture dans le sens de la chaîne et de la trame) des tissus de jute, des essais de traction ont été réalisés selon la norme AFNOR 57-101 sur des éprouvettes de dimensions 250x25x1 mm³, découpées à partir des plis de tissu de 340 x 340 mm. Les essais de traction ont été effectués à une température ambiante de 23 °C avec une vitesse de 3 mm/min et une distance entre les mors (GL) de 160 mm (figure IV.9).

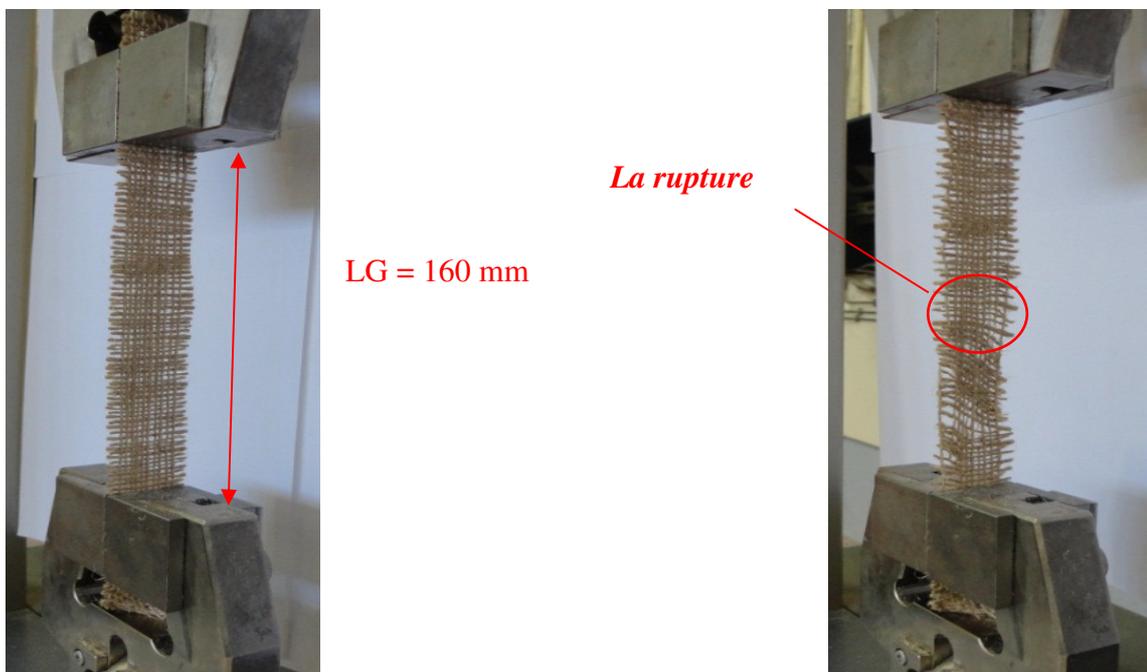


Figure IV.9 : Essai de traction sur le tissu de jute.

L'analyse des résultats des essais de traction du tissu de jute, à travers le comportement contrainte/déformation, révèle que les dispersions enregistrées pour les contraintes à la rupture et le module de Young sont plus importantes dans le sens de la chaîne (figure IV.10a) par rapport à celles obtenues dans le sens de la trame (figure IV.10b). En revanche, en ce qui concerne les échantillons découpés dans le sens de la trame se caractérisent par des dispersions au niveau de la déformation à la rupture par rapport à ceux découpés dans le sens de la chaîne du tissu.

L'allure des courbes montre que la contrainte varie linéairement puis quasi-linéairement avec l'augmentation de la déformation jusqu'à ce qu'elle atteigne sa valeur maximale suivie d'une diminution brusque de la contrainte (environ 45%). Ceci est dû à la rupture partielle du faisceau de fibres correspondant à la rupture de dizaines de fibres les plus faibles. Plusieurs chutes sont ensuite enregistrées jusqu'à la rupture finale formant ainsi un comportement en escalier.

Les courbes obtenues des essais effectués dans le sens de la chaîne montrent une variation de la contrainte à la rupture allant de 15,64 à 19,02 MPa, celle de la déformation à la rupture de 6,07 à 7,07 % et celle du module de Young de 38,22 à 56,76 MPa. Par contre, pour les essais effectués dans le sens de la trame, les variations de la contrainte à la rupture allant de 12,70 à 15,11 MPa, du module de Young de 23,80 à 39,58 MPa, et de la déformation à la rupture de 7,14 % à 10,25 % ont été enregistré. Les résultats sont récapitulés dans le tableau IV.3.

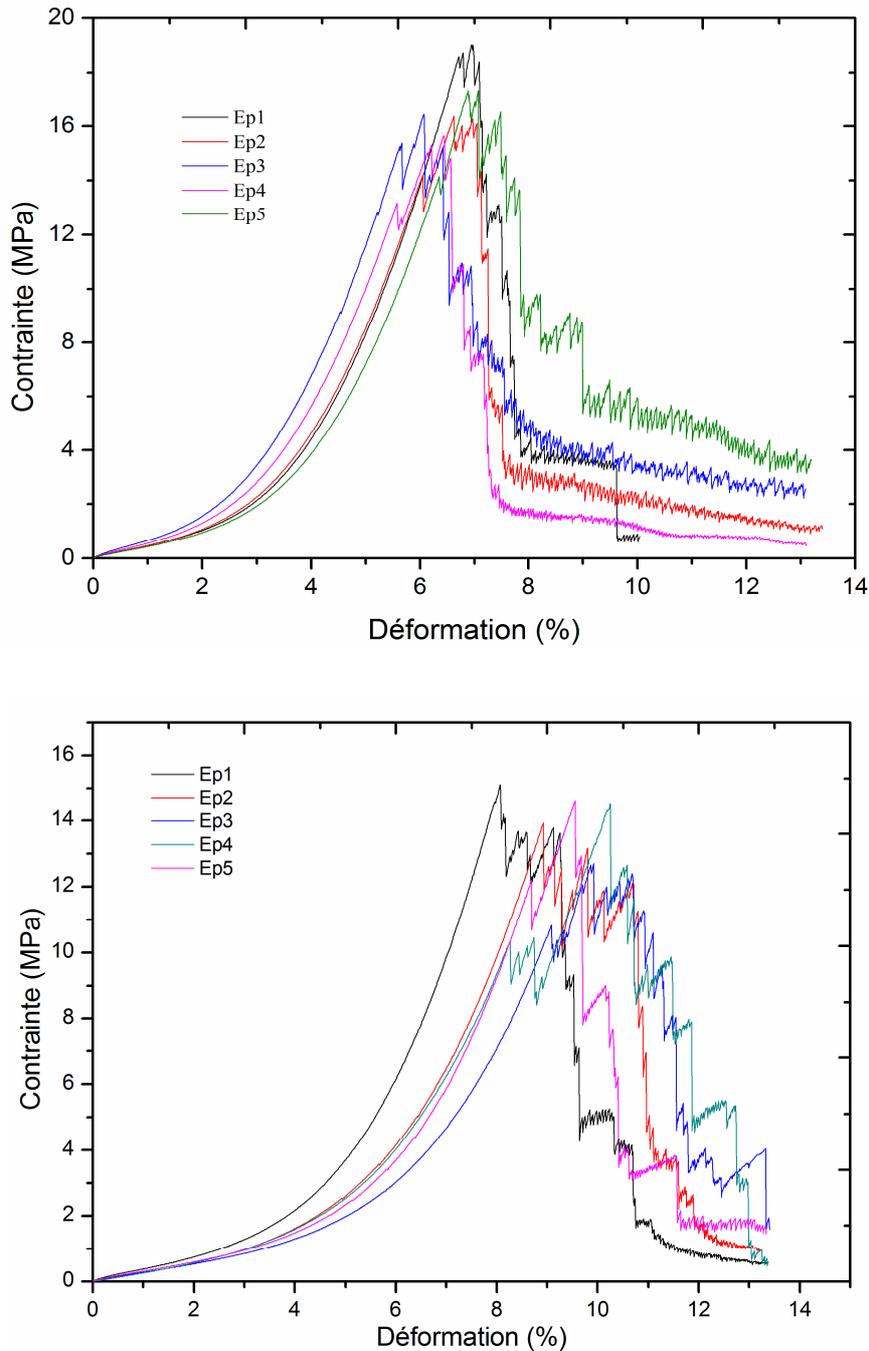


Figure IV.10: Contrainte/déformation du tissu de jute sollicité en traction dans le sens : (a) de la chaîne et (b) de la trame.

Les tests de traction montrent l'influence du sens de découpe (chaîne ou trame) du tissu sur le comportement mécanique. Le meilleur comportement est obtenu pour le tissu dans le sens de la chaîne (Figure IV.11), les valeurs moyennes de la contrainte à la rupture et du module de Young (16,96 MPa et 45,27 MPa respectivement) sont plus élevées par rapport à celles des éprouvettes coupées dans le sens de la trame. Par contre, la valeur moyenne la plus élevée de la déformation obtenue est égale à 9,34 % est plus importante pour les éprouvettes coupées dans le sens de la trame (Tableau IV.3).

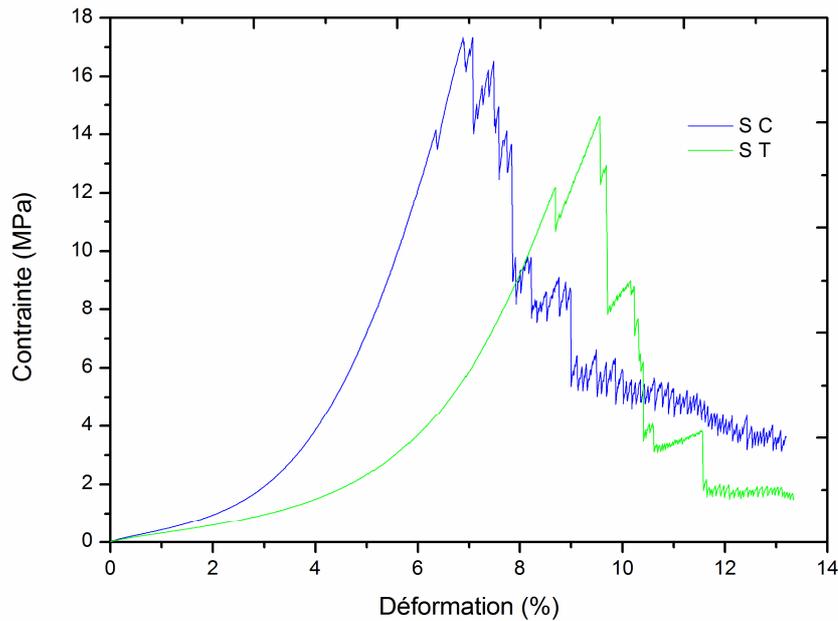


Figure IV.11 : Courbes types des tissus de jute.

Tableau IV.3 : Propriétés mécaniques des tissus de jute sollicités en traction dans le sens chaîne et trame.

Echantillon	Contrainte σ [MPa]	Déformation ε [%]	Module de Young E [MPa]
Sens Chaîne	$16,96 \pm 1,30$	$6,63 \pm 0,4$	$45,27 \pm 7,61$
Sens Trame	$14,18 \pm 0,92$	$9,34 \pm 0,86$	$27,71 \pm 4,61$

IV.2.3 Caractérisation en traction du matériau composite

Les essais de traction ont été effectués sur deux types d'échantillons, des éprouvettes en résine polyester seule et d'autres en bio-composites (jute/polyester). Pour ce faire, des éprouvettes parallélépipédiques de 250 mm de longueur, 25 mm de largeur ont été découpées dans le sens chaîne du tissu, selon la norme ASTM 5083, puis soumises à des tests de traction uniaxiale à une vitesse de déplacement de 2 mm/min jusqu'à la rupture.

Les courbes de réponse contrainte/déformation (Figure IV.12), des cinq éprouvettes en résine sollicitées en traction, se caractérisent par un comportement quasi-linéaire jusqu'à l'atteinte de la contrainte maximale où une rupture brutale des l'éprouvettes se produit. Ces courbes se caractérisent par des dispersions aussi bien pour les contraintes que pour les déformations. Les différentes valeurs obtenues sont illustrées dans le tableau IV.4.

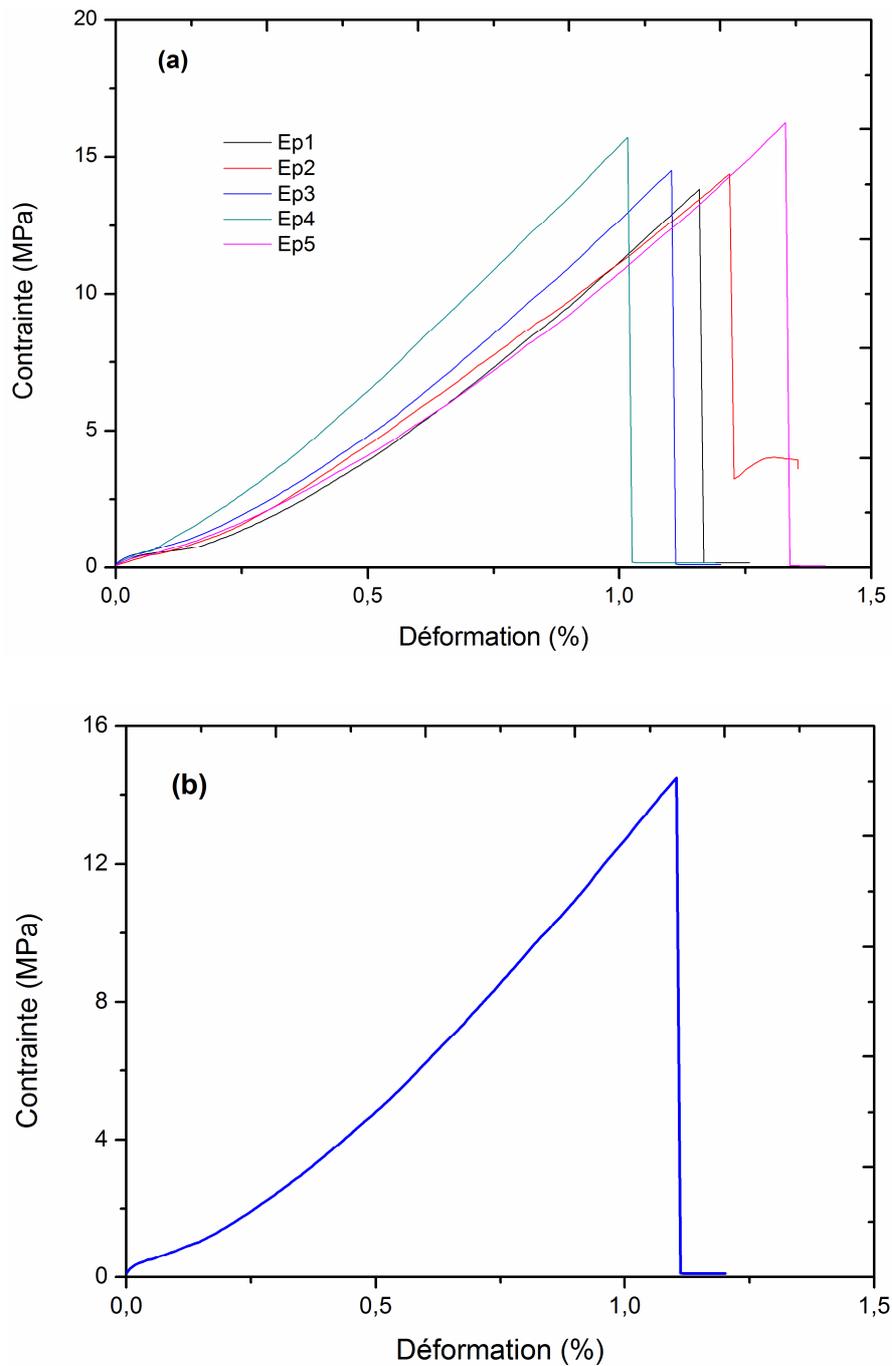


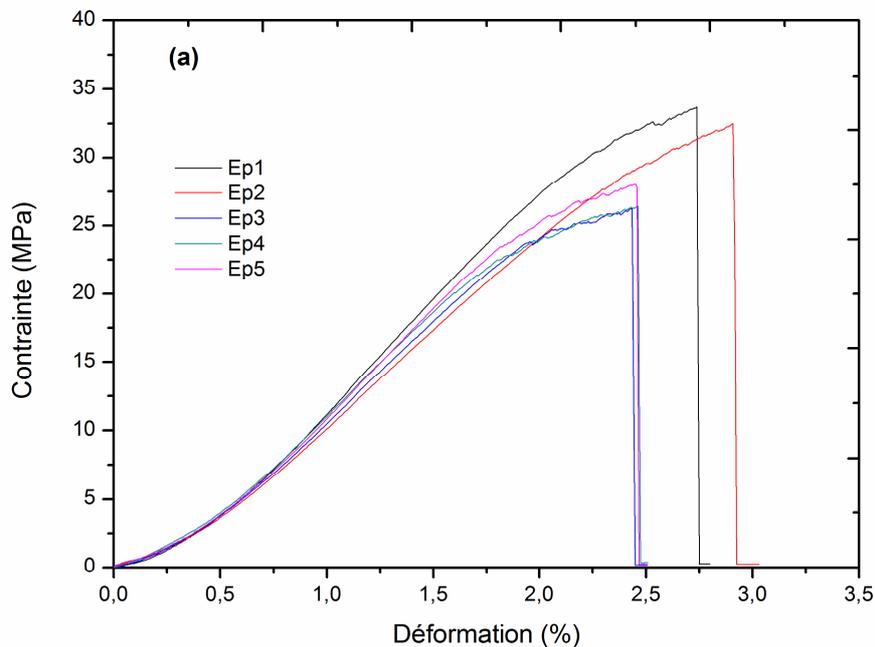
Figure IV.12: (a) Contrainte/déformation de cinq éprouvettes en résine sollicitées en traction, (b) Courbe représentative.

Tableau IV.4: Propriétés mécaniques en traction des éprouvettes en résine seule.

Eprouvette	Contrainte σ (MPa)	Déformation ε (%)	Module E (MPa)
Ep1	13,84	1,15	1457,38
Ep2	14,38	1,21	1329,31
Ep3	14,50	1,10	1589,43
Ep4	15,70	1,01	1791,34
Ep5	16,22	1,32	1337,54
Moyenne	14,93	1,16	1501,01
SD	0,99	0,11	193,78

SD : Ecart type

La figure IV.13 représente les courbes contrainte/déformation des composites jute/polyester. L'allure générale des courbes montre une croissance linéaire correspondant au domaine de déformation élastique suivie par une phase quasi linéaire jusqu'à la rupture brutale des éprouvettes (zone de déformation plastique). On observe cependant une contrainte à la rupture légèrement différente d'une éprouvette à l'autre (Tableau IV.5).



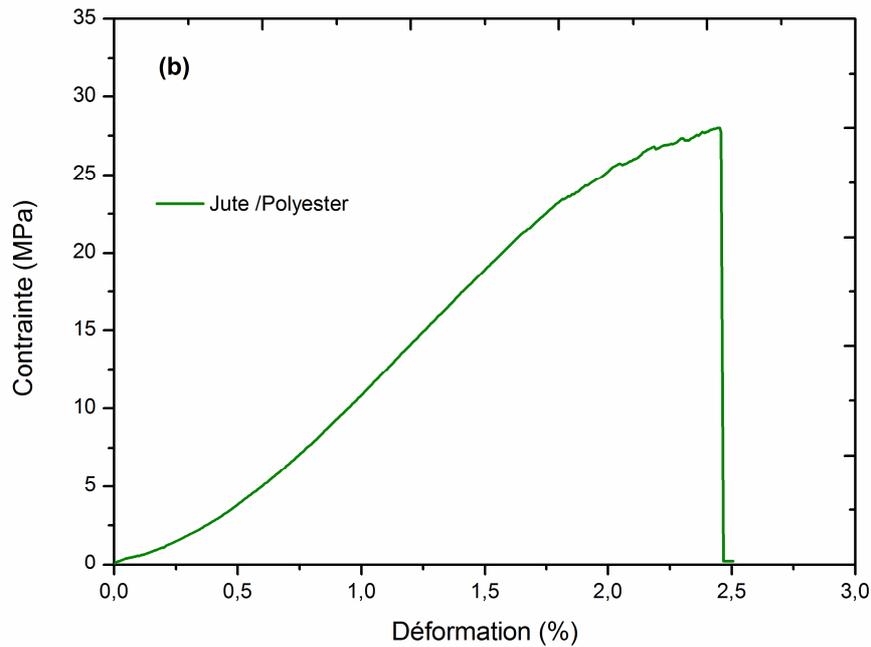


Figure IV.13: (a) Contrainte/déformation de cinq éprouvettes en composite (jute/polyester) sollicitées en traction, (b) courbe représentative.

Tableau IV.5: Propriétés mécaniques en traction des éprouvettes en composite jute/polyester.

Eprouvette	Contrainte σ (MPa)	Déformation ε (%)	Module E (MPa)
Ep1	33,70	2,73	1483,89
Ep2	32,48	2,90	1303,35
Ep3	26,24	2,43	1346,79
Ep4	26,41	2,46	1418,78
Ep5	28,01	2,45	1409,13
Moyenne	29,37	2,59	1392,39
SD	3,49	0,21	69,86

SD : Ecart type

La comparaison des courbes types de la résine polyester avec le composite (jute/polyester) est représentée sur la figure IV.14. Il a été constaté que l'ajout de 27 % de fibres de jute comme renfort dans la résine polyester conduit à l'amélioration de la résistance en traction entraînant ainsi des augmentations importantes de la contrainte et de la déformation à la rupture respectivement de l'ordre de 100 % et 123 %. En revanche, la rigidité du composite (jute/polyester), caractérisée par le module de Young, a diminué d'environ 7 % par rapport à la résine seule. Le tableau IV.6 illustre les valeurs moyennes des propriétés mécaniques des différentes éprouvettes, leurs écarts type ainsi que leurs coefficients de variance.

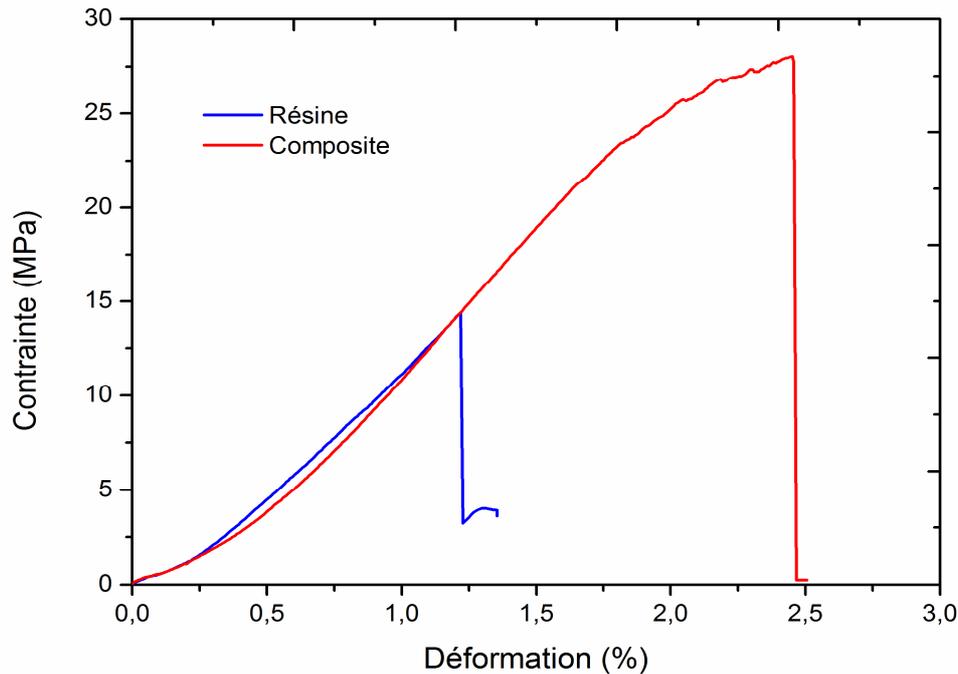


Figure IV.14: Contrainte/déformation de la résine et du composite sollicités en traction.

Tableau IV.6: Propriétés mécaniques moyennes des essais de traction de la résine et du composites.

Type	Contrainte σ (MPa)			Déformation ε (%)			Module E (MPa)		
	Moy	SD	CV	Moy	SD	CV	Moy	SD	CV
Résine	14,93	0,99	6,63	1,16	0,11	9,48	1501,01	193,78	12,9
2 Plis	29,37	3,49	11,88	2,59	0,21	8,1	1392,39	69,86	5,01

SD : Ecart type et CV : Covariance.

IV.3 Caractérisation en flexion 3-points

Dans le cas des essais de flexion 3-points (Figure IV.15) les éprouvettes en composite (jute/polyester) ont été découpées selon la norme ASTM D790 à l'aide d'une tronçonneuse à disque diamanté, à partir de plaques de $340 \times 340 \text{ mm}^2$ élaborées avec 3 plis de tissu de jute. La découpe des plaques est effectuée dans le sens de la chaîne du tissu de jute. Les éprouvettes ont été testées avec trois vitesses de sollicitations de 2, 5 et 8 mm/min et à deux longueurs entre appuis ($l = 70$ et 92 mm). Afin de limiter l'effet de dispersions des résultats, plusieurs éprouvettes ont été testées pour chaque vitesse de chargement.

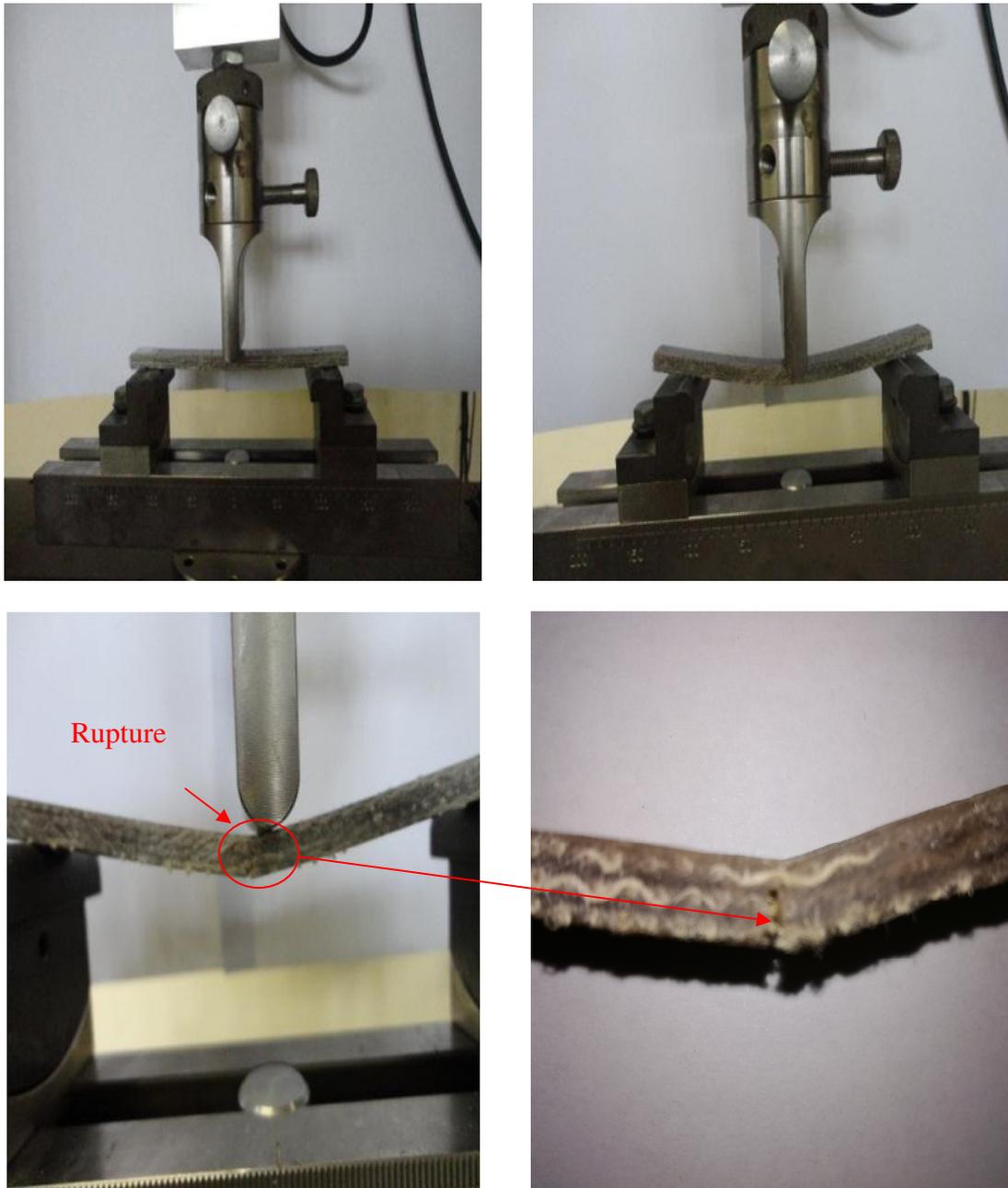


Figure IV.15 : Etapes de chargement d'une éprouvette en composite jute/polyester sollicitée en flexion 3-points.

La figure IV.16 montre les courbes de réponse type (charge-déplacement et contrainte-déformation) du stratifié composite jute/polyester à trois plis, sollicité en flexion 3-points. Le module de flexion a été calculé selon la norme ASTM D790 dans la zone linéaire. Le comportement du composite stratifié se caractérise par une allure quasi linéaire (figure IV.16a) jusqu'à une flèche moyenne de l'ordre de 2,24 mm sous une charge d'environ 142 N, correspondant à l'initiation des fissures au niveau de la matrice dans zone tendue. L'augmentation de la charge provoque le développement de ces fissures jusqu'à la rupture du premier pli de tissu (dans la zone tendu) ce qui conduit par la suite à la rupture brutale de l'éprouvette pour une charge maximale de l'ordre de 170 N, soit une contrainte d'environ 55,37 MPa (figure IV.16b).

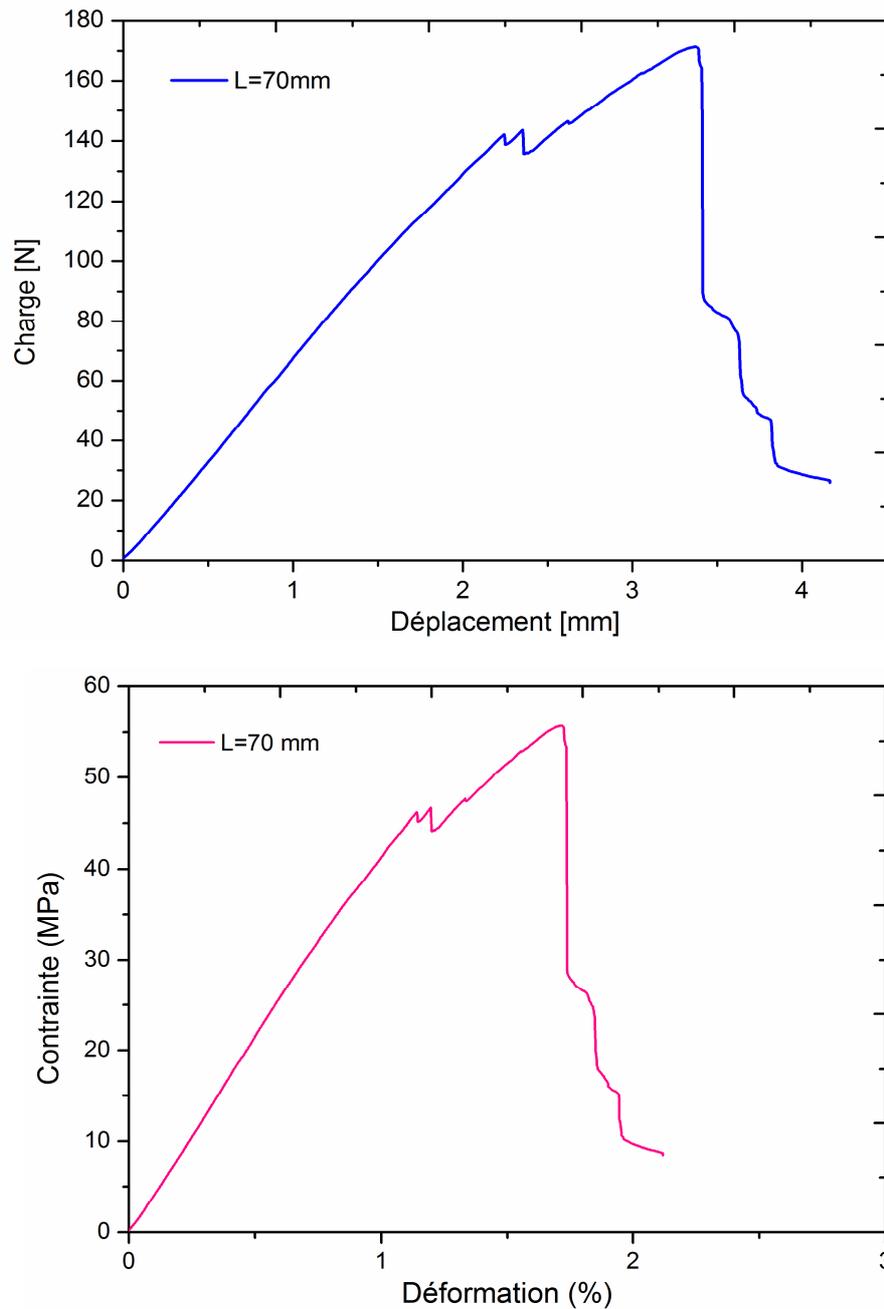


Figure IV.16: Courbes représentatives des essais de flexion.

IV.3.1 Influence de la longueur entre appuis

Les éprouvettes en composite jute/polyester ont été testées en flexion 3-points, avec deux longueurs entre appuis ($l = 70$ et 92 mm), à une vitesse de chargement de 2 mm/min. Un nombre de six éprouvettes ont été testées pour chaque longueur. L'analyse des résultats obtenus (figure IV.17) montre que pour une longueur de 70 mm, la contrainte moyenne est égale à $55,37$ MPa qui correspond à une déformation de $1,71$ % et un module de flexion de $3564,59$ MPa. Par contre, pour une longueur de 92 mm, la contrainte moyenne est de l'ordre de $48,8$ MPa avec une déformation correspondante de $1,75$ % et un module de flexion de $3371,5$ MPa. Les résultats des propriétés mécaniques obtenues sont illustrés dans le tableau IV.7.

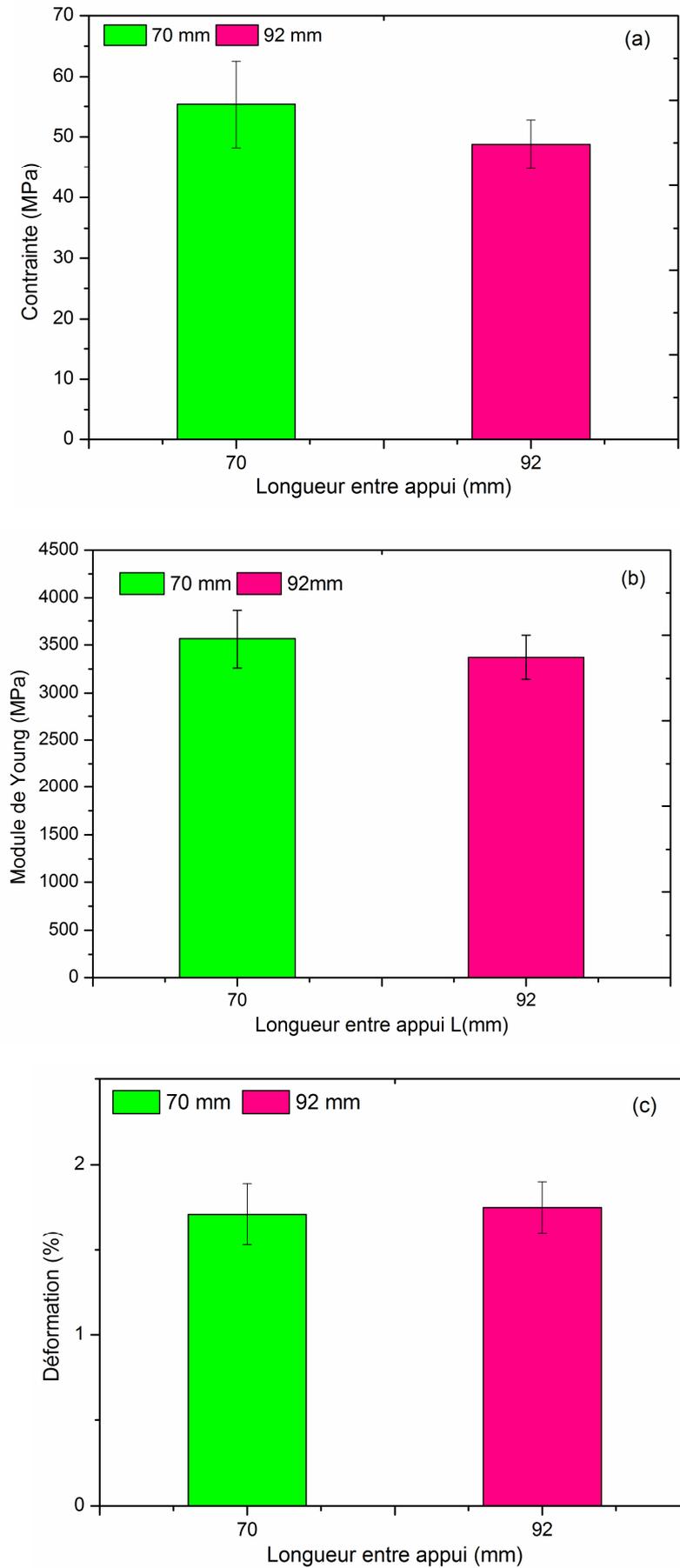


Figure IV.17: Propriétés mécaniques du composite en fonction de la longueur entre appui.

Tableau IV.7 : Propriétés mécaniques des composites sollicités en flexion pour deux longueurs entre appui.

l (mm)	Contrainte σ_f (MPa)	Déformation ε_f (%)	Module de flexion E_f (MPa)
70	55,7 ± 7,2	1,71 ± 0,2	3564,59 ± 304
92	48,8 ± 4,0	1,75 ± 0,1	3371,5 ± 228

IV.3.2 Influence de la vitesse de sollicitation

La figure IV.18 représente les courbes contrainte/déformation des essais de flexion 3-points du composite jute/polyester testé avec trois différentes vitesses de chargement (2, 5 et 8 mm/min). Il est à noter que l'allure des courbes est presque la même que celle déjà discutés pour la figure IV.16.

Le tableau IV.8, montre les variations des valeurs moyennes des propriétés mécaniques (Contrainte, déformation et module de flexion) en fonction de l'augmentation de la vitesse de chargement. En variant la vitesse de chargement de 2 mm/min à 5 mm/min des augmentations de 11,48%, 7,4% et 11,33% sont enregistrées respectivement pour la contrainte, la déformation et le module de flexion. En augmentant la vitesse de chargement de 5 mm/min à 8 mm/min des diminutions sont respectivement de l'ordre de 9%, 1,08% et 7,4% par rapport à celles obtenues par la vitesse de 5 mm/min. Ce pendant, des augmentations de 2,3%, 6,28% et 3,6% sont enregistrées respectivement pour la contrainte, la déformation et le module de flexion par rapport à celles obtenues par la vitesse de 2mm/min.

Les caractéristiques mécaniques les plus élevées sont obtenues dans le cas de la vitesse de chargement de 5 mm/min où la contrainte moyenne est de l'ordre de 54,36 MPa avec une déformation correspondante de 1,88% et un module de flexion d'environ 3753 MPa.

Tableau IV.8 : Propriétés mécaniques du composite jute/polyester sollicités en flexion 3-points avec différentes vitesses de chargement.

Vitesse mm/min	Contrainte σ_f (MPa)	Déformation ε_f (%)	Module de flexion E_f (MPa)
2	48,76 ± 4,02	1,75 ± 0,14	3371 ± 228
5	54,36 ± 4,22	1,88 ± 0,14	3753 ± 264
8	49,89 ± 3,4	1,86 ± 0,14	3494 ± 370

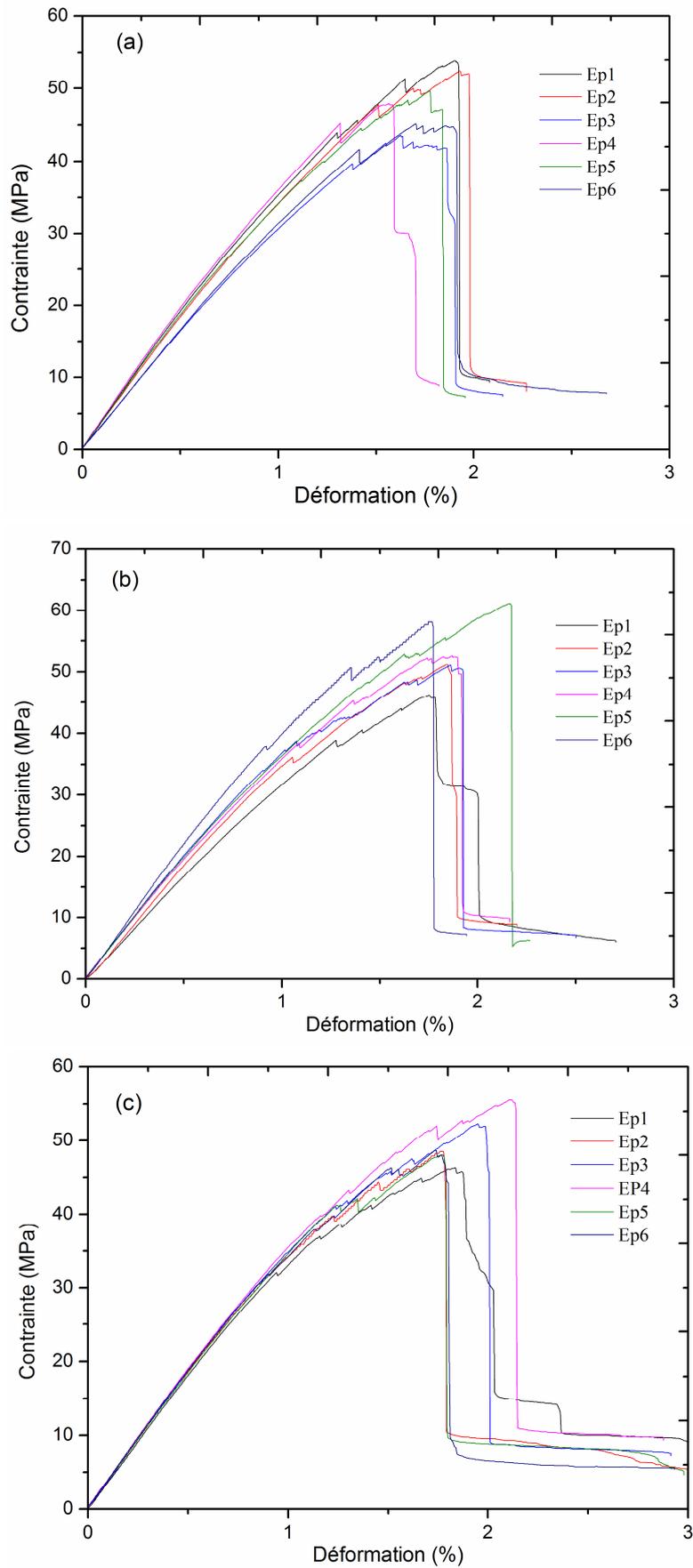


Figure IV.18: Contrainte/déformation des composites jute/polyester à différentes vitesses de sollicitation (2, 5 et 8 mm/min).

IV.3 Conclusion

Suite, à l'étude expérimentale sous chargement statique des faisceaux de fibres de jute et des bio-composites jute/polyester élaborés, et compte tenu des résultats obtenus, on peut conclure que :

- Les faisceaux de jute étudiés montrent une grande dispersion au niveau des propriétés mécaniques qui augmentent en fonction de l'augmentation du nombre d'échantillons où elles se stabilisent à partir de 200 échantillons testés ;
- Les résultats des essais de traction montrent clairement que le traitement chimique par NaOH adopté dans ce travail a permis une augmentation significative des propriétés mécaniques à savoir la contrainte à la rupture et le module de Young avec une faible influence sur les déformations ;
- Les meilleures propriétés mécaniques sont obtenues suite à un traitement par le NaOH pour une concentration de 2% de NaOH pendant 2h, qui permet une augmentation de 34 % de la contrainte à la rupture et de 25 % de la valeur du module de Young par rapport aux fibres non traitées ;
- Les propriétés mécaniques (contraintes et déformation à la rupture et le module d'élasticité) du matériau bio-composites jute/ polyester varient en fonction de la vitesse de chargement ;
- Le meilleur résultat des propriétés mécaniques a été observé où la vitesse de chargement est égale à 5 mm/min.

CHAPITRE V :

Etude statistique du comportement en statique des faisceaux de fibres de jute

V.1 Introduction

Ce chapitre concerne l'étude statistique des essais expérimentaux, qui ont montré une grande dispersion dans les résultats des faisceaux de jute traités et non traités ainsi que ceux du composite jute/polyester en utilisant le logiciel MINITAB version 16. Il est structuré en deux parties, dans la première partie, sont présentés, la théorie de la distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres ainsi que les résultats obtenus par cette analyse. Le but de cette analyse est d'estimer les propriétés mécaniques à savoir la contrainte, la déformation à la rupture et le module de Young des faisceaux de jute sollicités en traction ainsi que ceux du composite sollicité en flexion 3-points. Quand à la deuxième partie, elle est consacrée à l'analyse des résultats par la variance à un facteur (ANOVA). L'utilisation de l'ANOVA permet de mettre en évidence l'influence des facteurs explicatifs (variable indépendante c'est à dire les concentrations de NaOH et le temps d'immersion) et leurs impacts sur les variables dépendantes (contrainte et déformation à la rupture et le module de Young).

V.2 Analyse de Weibull à deux et à trois paramètres

V.2.1 Aspect statistique

Les essais de traction effectués sur les faisceaux de fibres de jute, se caractérisent par des dispersions, ceci est dû principalement à la durée de vie des plantes, milieu de leur croissance, conditions climatiques, mode d'extraction, variabilité dans les dimensions des faisceaux ... etc. Ces dispersions imposent la réalisation de nombreux essais afin de pouvoir déduire une caractéristique moyenne représentative ou une loi statistique de distribution des probabilités de rupture en fonction de la contrainte appliquée. Plusieurs approches statistiques sont appliquées pour estimer les caractéristiques mécaniques moyennes des fibres, parmi lesquelles l'application de la méthode statistique de Weibull, qui est largement utilisée, afin de quantifier le degré de variabilité de la résistance pour différents types de fibres naturelles [BEV 10, THO 13, ZAF 07, ZHA 00, BEL 14, BEZ 14].

V.2.2 Analyse statistique

Lors d'une sollicitation en traction, les fibres reprennent presque la totalité de l'effort axial et par conséquent, contrôlent la rupture du composite. Étant donné que ces dernières sont constituées de matériaux fragiles, la rupture s'initie habituellement à la racine d'une fissure ou d'un défaut. La fibre peut être considérée comme une juxtaposition de N éléments parfaitement indépendants du point de vue de la rupture et c'est l'élément le plus faible qui entraîne la rupture de la fibre. Il y aura rupture lorsque la contrainte axiale atteint la valeur de la contrainte ultime du lien le plus faible. Ce concept est souvent désigné par la théorie du lien faible [LEV 00].

Lorsque l'hypothèse du maillon le plus faible est réalisée, on attribue à chaque élément une probabilité de rupture sous une contrainte donnée (ou une déformation donnée). Cette probabilité cumulée est $P(\sigma_i)$ est la fonction de densité de probabilité définie par [CHA 05]:

$$P(\sigma_i) = \int_0^{\sigma_i} f(\sigma) d\sigma \quad (\text{V.1})$$

Si σ_R est la résistance théorique à la rupture du matériau l'équation V.1 peut s'écrire:

$$P(\sigma_R) = \int_0^{\sigma_R} f(\sigma) d\sigma = 1 \quad (\text{V.2})$$

Ainsi la probabilité de survie d'un élément est égale à $1 - P(\sigma_i)$. Celle des N éléments est donc égale selon l'hypothèse d'indépendance à $1 - P(\sigma_i)^N$. La probabilité P_R de survie de toute la fibre est donnée par :

$$P_R = \prod_{i=1}^N (1 - f(\sigma_i)) \quad (\text{V.3})$$

Si l'on suppose que la contrainte dans la fibre est uniforme et égale à σ , la probabilité de rupture de l'ensemble des éléments peut s'écrire :

$$P_R(\sigma) = 1 - P = 1 - (1 - P(\sigma))^N \quad (\text{V.4})$$

En utilisant l'approximation de poisson, $\lim_{N \rightarrow \infty} \left(1 + \frac{x}{N}\right)^N = \exp(-x)$ l'équation (V.4) peut s'écrire :

$$P_R(\sigma) = 1 - \exp(-NP(\sigma)) \quad (\text{V.5})$$

Ou encore sous la forme :

$$P_R(\sigma) = 1 - \exp\left[-N \ln\left(\frac{1}{1-P(\sigma)}\right)\right] \quad (\text{V.6})$$

La fonction $P(\sigma)$ est inconnue, diverses hypothèses peuvent être introduites pour en donner une représentation mathématique simple. Si le nombre de maillons est supposé proportionnel à la longueur L de la fibre on aura alors $N=L$. En posant $f(\sigma) = \left(\frac{1}{1-P(\sigma)}\right)$, on obtient :

$$P_R(\sigma) = 1 - \exp[-L * \ln f(\sigma)] \quad (\text{V.7})$$

V.2.3 Distribution statistique de Weibull

Weibull a proposé pour la fonction $f(\sigma)$ la forme empirique suivante :

$$f(\sigma) = \frac{(\sigma - \sigma_u)^m}{\sigma_0}, \sigma > \sigma_u \quad (\text{V.8})$$

$$f(\sigma) = 0, \quad \sigma \leq \sigma_u$$

où :

σ_u : Contrainte seuil (contrainte ultime) en dessous de laquelle il n'y a pas de rupture possible ;

σ_0 : Facteur d'échelle ;

σ : Contrainte appliquée ;

m : Paramètre tenant compte de la largeur de la distribution.

$$P_r(\sigma) = 1 - \exp\left[-L \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0}\right)^m\right] \quad (\text{V.9})$$

Le paramètre m caractérise la dispersion de la taille des défauts. Une valeur élevée de m indique que les défauts de la fibre ont une taille relativement similaire. Par contre, une faible valeur de m révèle que les défauts présents dans la fibre ont des dimensions diverses c'est ce qui entraîne la rupture pour des valeurs de contraintes très différentes [ZIN 99].

Dans la plupart des cas, le seuil de rupture est très faible et on peut le considérer nul ($\sigma_r \approx 0$). La probabilité de rupture d'une fibre subissant une contrainte σ est alors donnée par [CHA 05] :

$$P_r(\sigma) = 1 - \exp\left[-L\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right] \quad (\text{V.10})$$

Plusieurs méthodes sont utilisées pour déterminer les paramètres de Weibull m et σ_0 à partir des données expérimentales. Elles peuvent être classées en deux catégories :

- ✓ Linéarisation des équations (V.9 et V.10) (*méthode linéaire*).
- ✓ Approximation des données expérimentales avec les équations (V.9 et V.10) (*méthode non linéaire*) [DAV 11].

Les paramètres m et σ_0 sont obtenus par la méthode graphique (régression linéaire) à partir d'un traçage d'une ligne droite de Weibull. Les modèles linéaires obtenus à partir des équations V.9 et V.10 après des transformations en fonction de $\ln(\sigma)$ sont donnés par:

$$\ln[-\ln(1 - P)] = m \ln(\sigma - \sigma_\mu) - m \ln \sigma_0 \quad (\text{V.11})$$

$$\ln[-\ln(1 - P)] = m \ln \sigma - m \ln \sigma_0 \quad (\text{V.12})$$

Le principal problème de la méthode réside dans l'estimation des valeurs de l'estimateur p de telle manière que les valeurs de m et σ_0 calculées soient les estimateurs impartiaux des valeurs réelles. Généralement la valeur de p est estimée par une fonction connue sous le nom d'indice de probabilité (ou estimateur). Différents indices ont été prédits dans la littérature par de nombreux auteurs.

$$P(\sigma)_i = \frac{i-0.5}{n} \quad (\text{V.13})$$

$$P(\sigma)_i = \frac{i}{n+1} \quad (\text{V.14})$$

$$P(\sigma)_i = \frac{i-0.3}{n+0.4} \quad (\text{V.15})$$

$$P(\sigma)_i = \frac{i-0.375}{n+0.25} \quad (\text{V.16})$$

où : i est le rang du $i^{\text{ème}}$ point de donnée et n le nombre de points.

Dans notre cas, la valeur $P(\sigma)$ est évaluée par un estimateur métrique (V.15) [PEP 08].

Pour tracer le diagramme de Weibull correspondant à une fibre, on effectue des essais de traction sur un lot d'éprouvettes (en pratique, une vingtaine d'échantillons sont testés) ayant tous la même longueur L entre les mors. Une fois les essais effectués, on classe par ordre croissant les contraintes de rupture obtenues. $\sigma_1 \leq \sigma_2 \leq \dots \leq \sigma_i \leq \sigma_{i+1} \leq \dots \leq \sigma_n$ (n : étant le nombre total d'échantillons testés), ensuite, les valeurs de p sont calculées. Le module de Weibull et la contrainte caractéristique sont alors estimés par une régression linéaire avec un niveau de confiance de 95%.

V.2.4 Résultats et discussions

Les propriétés mécaniques sont analysées par le logiciel *Minitab 16* par l'utilisation des lois de Weibull à 2 et à 3 paramètres afin de déterminer la distribution la mieux adéquate. Les modules m de Weibull à 2 et à 3 paramètres sont déterminés graphiquement par une équation linéaire (la méthode des moindres carrés LS), qui représente la pente de la courbe, de même, on peut déterminer les facteurs de forme et d'échelle. Cette méthode permet de déterminer les modules (m), ainsi que la comparaison entre les différentes hypothèses liées à la nature des résultats expérimentaux obtenus.

V.2.4.1 Influence du nombre d'échantillons testés

V.2.4.1.1 Modélisation par la fonction de distribution de Weibull à 2 paramètres (m, σ_0)

La figure V.1 présente la droite d'ajustement par la méthode des moindres carrés pour les éprouvettes des faisceaux de fibres de jute en fonction du nombre d'échantillons testés pour la distribution de Weibull à 2 paramètres. Il a été constaté qu'il y a un certain écartement entre la droite et les points de la courbe des résultats expérimentaux.

L'ajustement des valeurs expérimentales est réalisé par la méthode des moindres carrés et les valeurs de différents paramètres obtenus sont présentées dans le tableau V.1.

Tableau V.1 : Variation des valeurs moyennes de Weibull à 2 et à 3 paramètres des faisceaux de fibres de jute en fonction du nombre d'échantillons.

Nombre d'échantillons	Weibull à 2 paramètres						Weibull à 3 paramètres					
	m	σ_0	m	E_0	m	ε_0	m	σ_0	m	E_0	m	ε_0
20	5,89	130,89	4,77	23,08	8,12	4,59	1,07	38,20	1,48	9,91	1,30	1,17
	-	121,9*	-	21,2*	-	4,34*	-	121,9*	-	21,2*	-	4,34*
40	5,62	121,95	3,55	21,47	6,42	4,74	1,61	48,30	2,21	15,64	5,97	4,47
	-	113,4*	-	19,4*	-	4,42*	-	113,4*	-	19,4*	-	4,42*
80	5,29	128,53	3,18	23,82	7,73	4,60	1,91	60,90	1,80	16,53	3,90	2,62
	-	119,3*	-	21,7*	-	4,34*	-	119,3*	-	21,7*	-	4,34*
120	5,10	133,65	3,15	25,68	7,26	4,59	2,06	70,37	1,87	18,39	3,79	2,73
	-	123,5*	-	23,3*	-	4,31*	-	123,5*	-	23,3*	-	4,31*
160	5,32	134,09	3,21	27,11	7,15	4,51	2,20	71,62	1,99	19,97	3,44	2,54
	-	124,0*	-	24,6*	-	4,23*	-	124,0*	-	24,6*	-	4,23*
200	5,44	133,18	3,25	27,34	7,37	4,47	2,21	69,86	2,00	20,16	3,40	2,43
	-	123,4*	-	24,8*	-	4,21*	-	123,4*	-	24,8*	-	4,21*
240	5,19	135,93	3,19	28,02	7,58	4,44	2,10	72,00	2,01	21,13	3,39	2,35
	-	125,7*	-	25,4*	-	4,19*	-	125,7*	-	25,4*	-	4,19*
280	5,27	136,84	3,33	27,72	7,81	4,44	2,17	73,18	2,13	20,93	3,51	2,35
	-	126,6*	-	25,1*	-	4,18*	-	126,6*	-	25,1*	-	4,18*
320	5,31	136,61	3,39	27,56	7,76	4,43	4,17	72,50	2,15	20,73	3,95	2,58
	-	126,5*	-	25,0*	-	4,18*	-	126,5*	-	25,0*	-	4,18*

* : valeurs expérimentales.

V.2.4.1 2 Modélisation des résultats par la fonction de distribution de Weibull à 3 paramètres (m , σ_0 , σ_u)

Dans le cas où on considère l'existence d'une seule population de défauts avec une contrainte ultime non nulle ($\sigma_u \neq 0$). L'ajustement des valeurs expérimentales est réalisé par la méthode de moindres carrés. Il est constaté que le module de Weibull prend des valeurs nettement inférieures par rapport au cas précédent, le paramètre d'échelle σ_0 varie avec l'augmentation du nombre d'échantillons et se stabilise à partir de 200 échantillons testés. La figure V.2 illustre la distribution de Weibull à 3 paramètres.

Chapitre V : Etude statistique du comportement en statique des faisceaux de fibres de jute

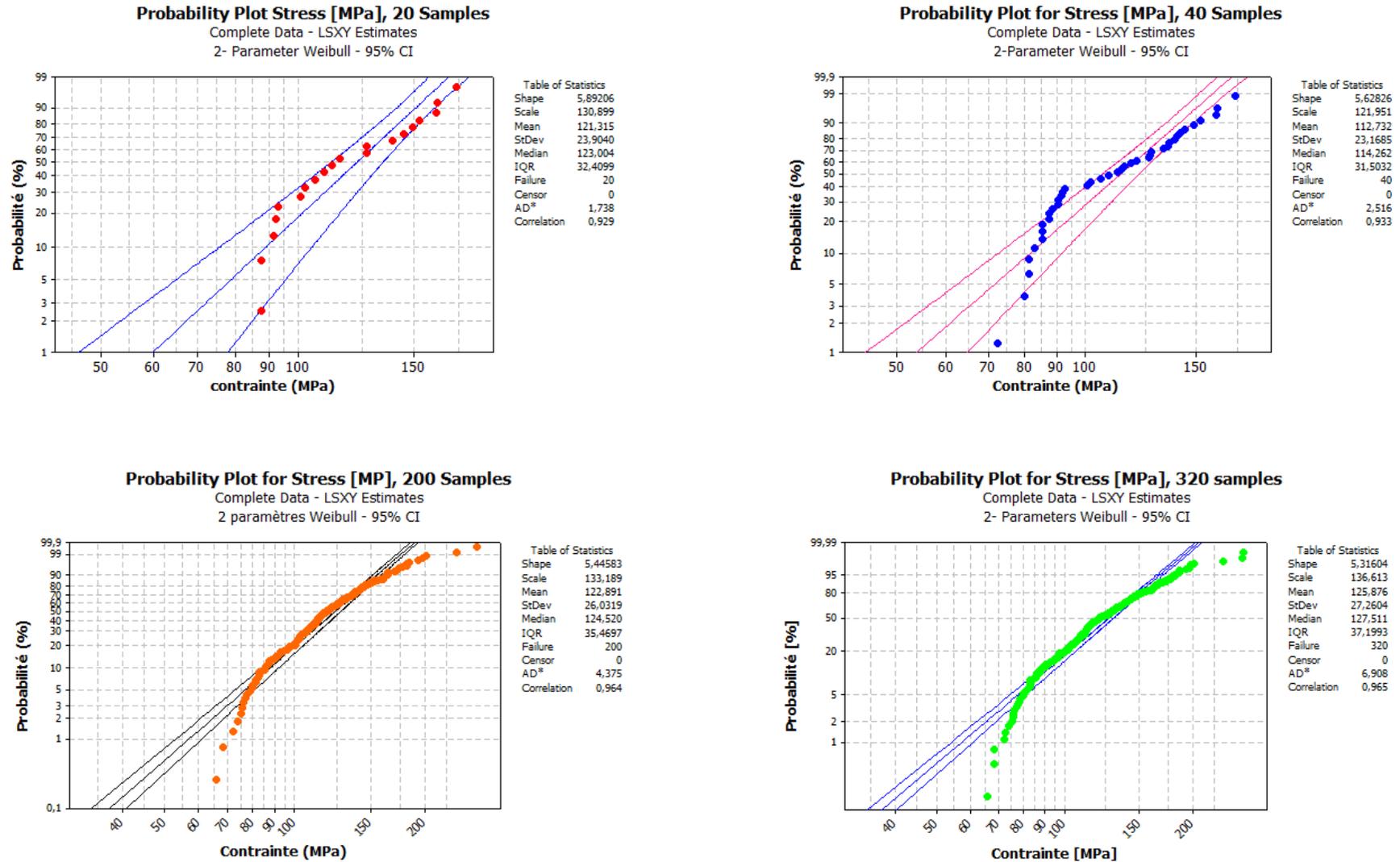


Figure V.1 : Distribution de Weibull à deux paramètres pour les contraintes à la rupture des faisceaux de fibres de jute en fonction du nombre d'échantillons.

Chapitre V : Etude statistique du comportement en statique des faisceaux de fibres de jute.

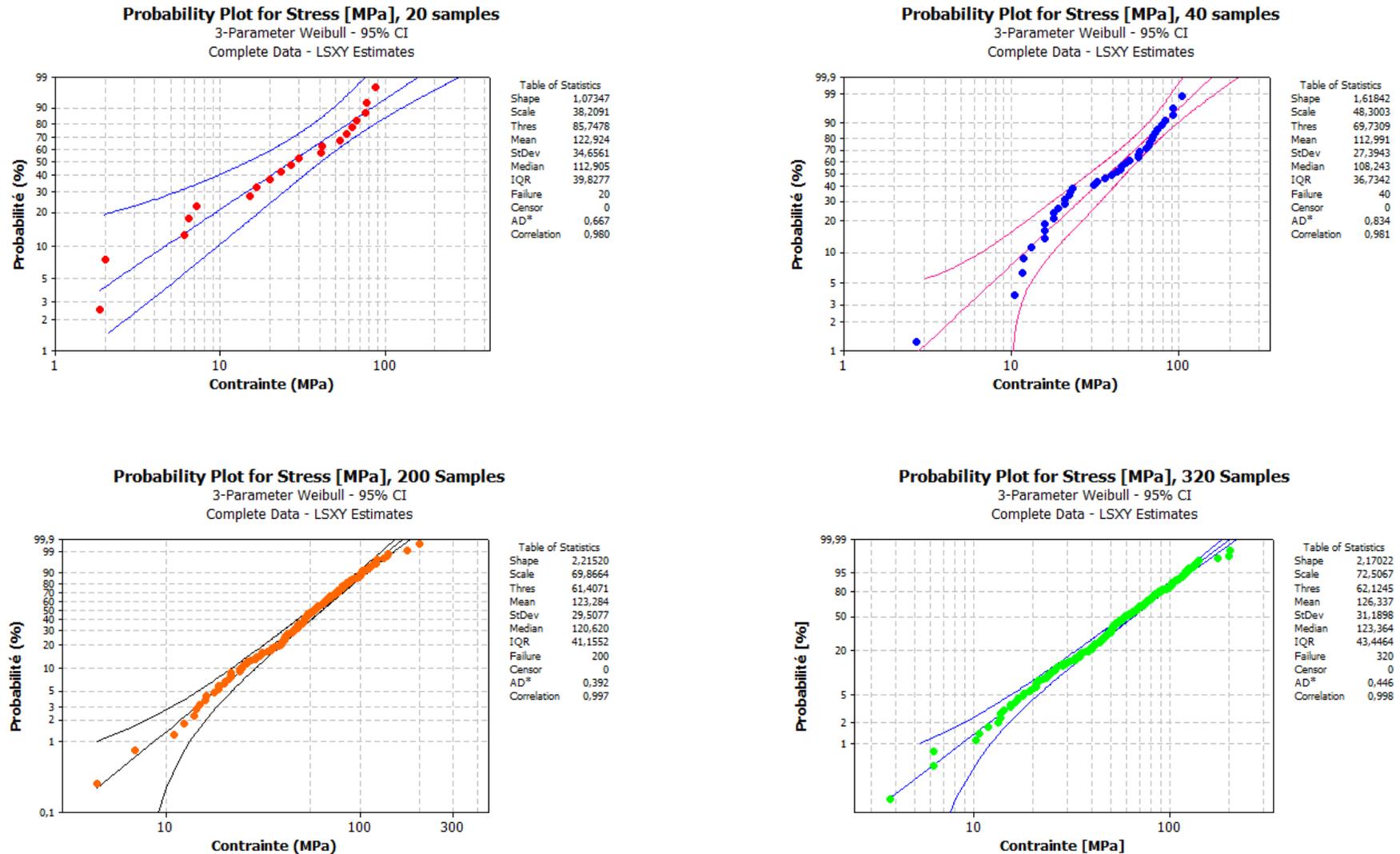


Figure V.2. Distribution de Weibull à trois paramètres pour les contraintes à la rupture des faisceaux de fibres de jute en fonction du nombre d'échantillons.

V.2.4.1 3 Comparaison des résultats

La figure V.3 illustre la comparaison des distributions de Weibull à 2 et à 3 paramètres des propriétés mécaniques issues des résultats expérimentaux. Les valeurs obtenues des différents paramètres, par les deux distributions sont représentées dans le tableau V.1. La distribution de Weibull à deux paramètres, pour un nombre de 20 échantillons de faisceaux de fibres de jute testés, a permis d'estimer la contrainte et le module de Young et les valeurs trouvées sont : $\sigma_0 = 130,89$ MPa et $E_0 = 23,08$ GPa et leur modules de Weibull correspondant sont respectivement $m_\sigma = 5,89$ et $m_E = 4,77$. Les résultats obtenus sont proches des résultats expérimentaux trouvés soient : $\sigma = 121,94$ MPa et $E = 21,29$ GPa. Par contre, pour celles de Weibull à 3 paramètres les valeurs obtenues sont loin des résultats expérimentaux, qui sont de l'ordre de $\sigma_0 = 38,2$ MPa et $E_0 = 9,91$ GPa, avec des modules de Weibull $m_\sigma = 1,07$ et $m_E = 1,48$. L'analyse des résultats montre que les valeurs des propriétés mécaniques obtenues par la méthode de Weibull à deux paramètres sont plus proches de ceux expérimentaux avec une légère surestimation. Alors que la méthode de Weibull à trois paramètres sous-estime les valeurs obtenues expérimentalement. Il est important de noter que l'augmentation du nombre de tests influe sur les résultats des propriétés mécaniques, notamment le module de Young, trouvées expérimentalement ou estimées par la méthode de Weibull. En variant le nombre d'échantillons testés de 20 à 320, la distribution de Weibull à 2 paramètres permet de démontrer que la contrainte et le module de Young varient respectivement de 3,77% et 19,5%. Ceci permet de conclure que 20 tests sont suffisants pour estimer correctement la contrainte, alors qu'il faut 200 tests pour avoir une stabilisation dans le module de Young. Par contre, la distribution de Weibull à 3 paramètres sous-estime respectivement la contrainte et le module de Young de 47,31% et 52,19%.

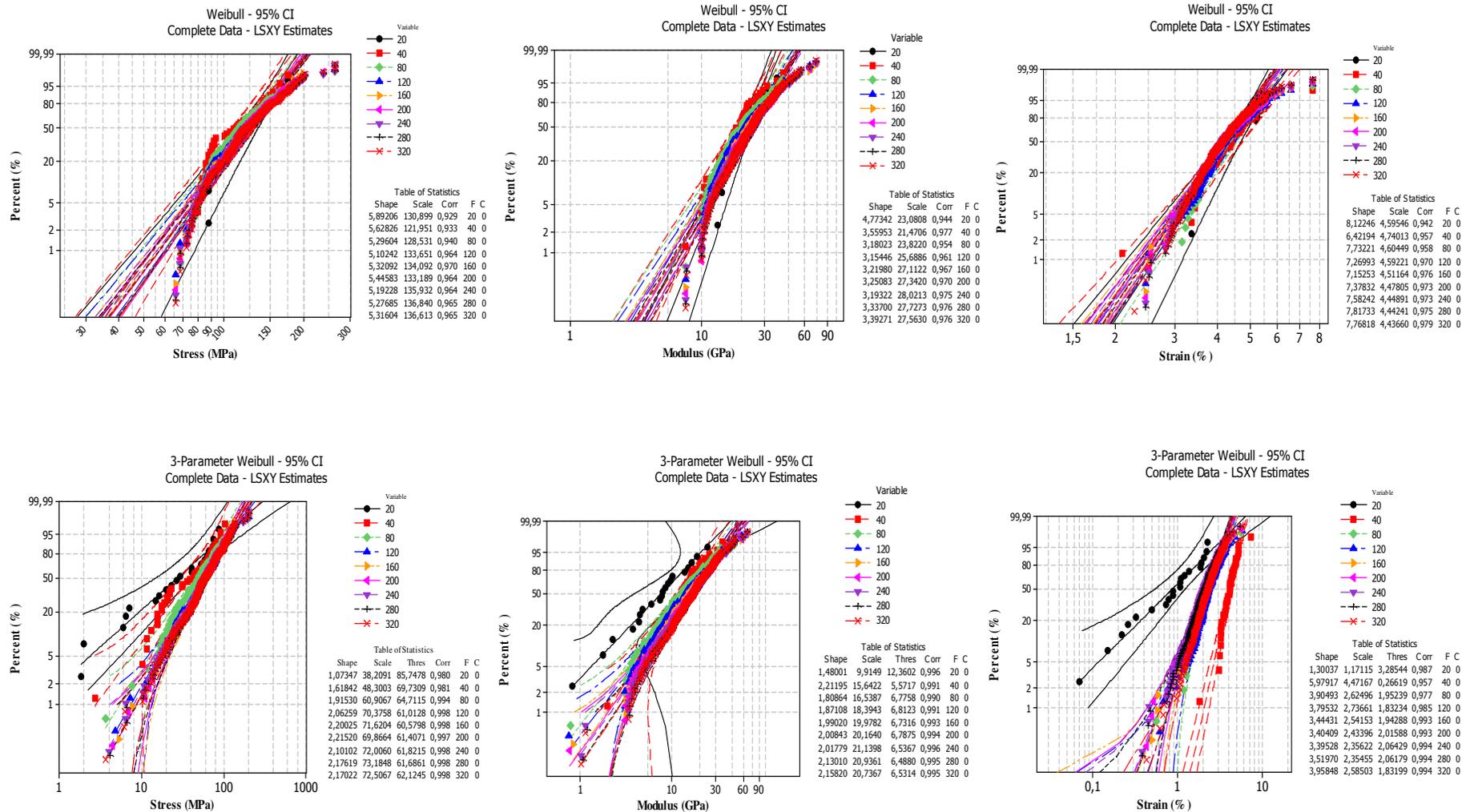


Figure V.3 : Distribution de Weibull à deux et à trois paramètres des propriétés mécaniques des faisceaux de fibres de jute en fonction du nombre d'échantillons.

V.2.4.2 Influence du traitement en NaOH

V.2.4.2.1 Modélisation par la fonction de distribution de Weibull à 2 paramètres (m , σ_0) et à 3 Paramètres (m , σ_0 , σ_u)

Les figures V.4 à V.6 représentent respectivement les résultats de distribution de Weibull pour les contraintes et les déformations à la rupture et le module de Young des faisceaux de fibres de jute non traités et ceux traités avec 2 % de NaOH pour une durée de 2h représentant la meilleure augmentation des propriétés mécaniques.

La figure V.4 permet de comparer les deux types de probabilité (à deux est à trois paramètres) pour les contraintes à la rupture. A titre d'exemple, si on prend le module (m) et la contrainte caractéristique (σ_0) de Weibull à deux paramètres pour les faisceaux de jute non traités qui sont égaux respectivement à 5,74 et 126,51 MPa, alors ceux obtenus par Weibull à trois paramètres sont de l'ordre de: $m = 1,09$ et $\sigma_0 = 39,95$ MPa. De la même manière, le m et σ_0 déterminés par Weibull à deux paramètres pour les faisceaux de fibres traités avec 2% NaOH pendant 2h, sont égaux respectivement à 3,89 et 193,27 MPa et ceux obtenus par Weibull à trois paramètres, sont de l'ordre de: $m = 2,56$ et $\sigma_0 = 144,97$ MPa. L'analyse des résultats obtenus, montre que la distribution de Weibull à deux paramètres est la plus adéquate car les estimations des contraintes obtenues sont respectivement 126,51 MPa et 193,27 MPa qui restent proches des valeurs obtenues expérimentalement à savoir $117,7 \pm 27,8$ MPa et $178,4 \pm 38,4$ MPa.

Les distributions de Weibull à deux et à trois paramètres pour le module de Young sont représentées sur la figure V.5. Les modules de Young (E_0) obtenus par Weibull à deux paramètres pour les faisceaux de fibres de jute non traités et traités avec 2% NaOH pendant 2h sont respectivement égaux à 21,67 GPa et 14,03 GPa et leurs m correspondants sont respectivement égaux à 4,08 et 2,22. Les valeurs de E_0 trouvées en utilisant Weibull à trois paramètres, des faisceaux de fibres de jute non traités et ceux traités avec 2% NaOH pendant 2h, sont respectivement de l'ordre de: $E_0 = 27,73$ GPa et $E_0 = 19,14$ GPa et leur m correspondant sont respectivement égaux à 2,62 et 1,44. Il est à conclure que la distribution de Weibull à deux paramètres est la plus adéquate car les modules de Young obtenus sont 21,67 GPa et 27,73 GPa sont plus proches de ceux obtenus expérimentalement qui sont respectivement $19,78 \pm 4,98$ GPa et $26,4 \pm 6,01$ GPa.

Pour le cas des déformations à la rupture (figure IV.6), la probabilité de Weibull à deux paramètres pour les faisceaux de fibres de jute non traités a permis de donner un module

Chapitre V : Etude statistique du comportement en statique des faisceaux de fibres de jute.

(m) et une déformation caractéristique (\mathcal{E}_0) respectivement égales à 8,48 et 4,63 % et celles de Weibull à trois paramètres a permis de donner : $m = 1,23$ et $\mathcal{E}_0 = 1,45$ %. Les valeurs de m et de \mathcal{E}_0 obtenus par Weibull à deux paramètres pour les faisceaux de fibres de jute traités avec 2% NaOH pendant 2h sont égales respectivement à 6,98 et 5,51 % et celles obtenues par Weibull à trois paramètres sont égales à: $m = 3,55$ et $\mathcal{E}_0 = 2,87$ %. Encore une fois, les résultats obtenus par la distribution de Weibull à deux paramètres sont les plus proches de ceux obtenus expérimentalement qui sont respectivement égaux à $4,39 \pm 0,69$ % et $4,17 \pm 0,93$ %.

Chapitre V : Etude statistique du comportement en statique des faisceaux de fibres de jute

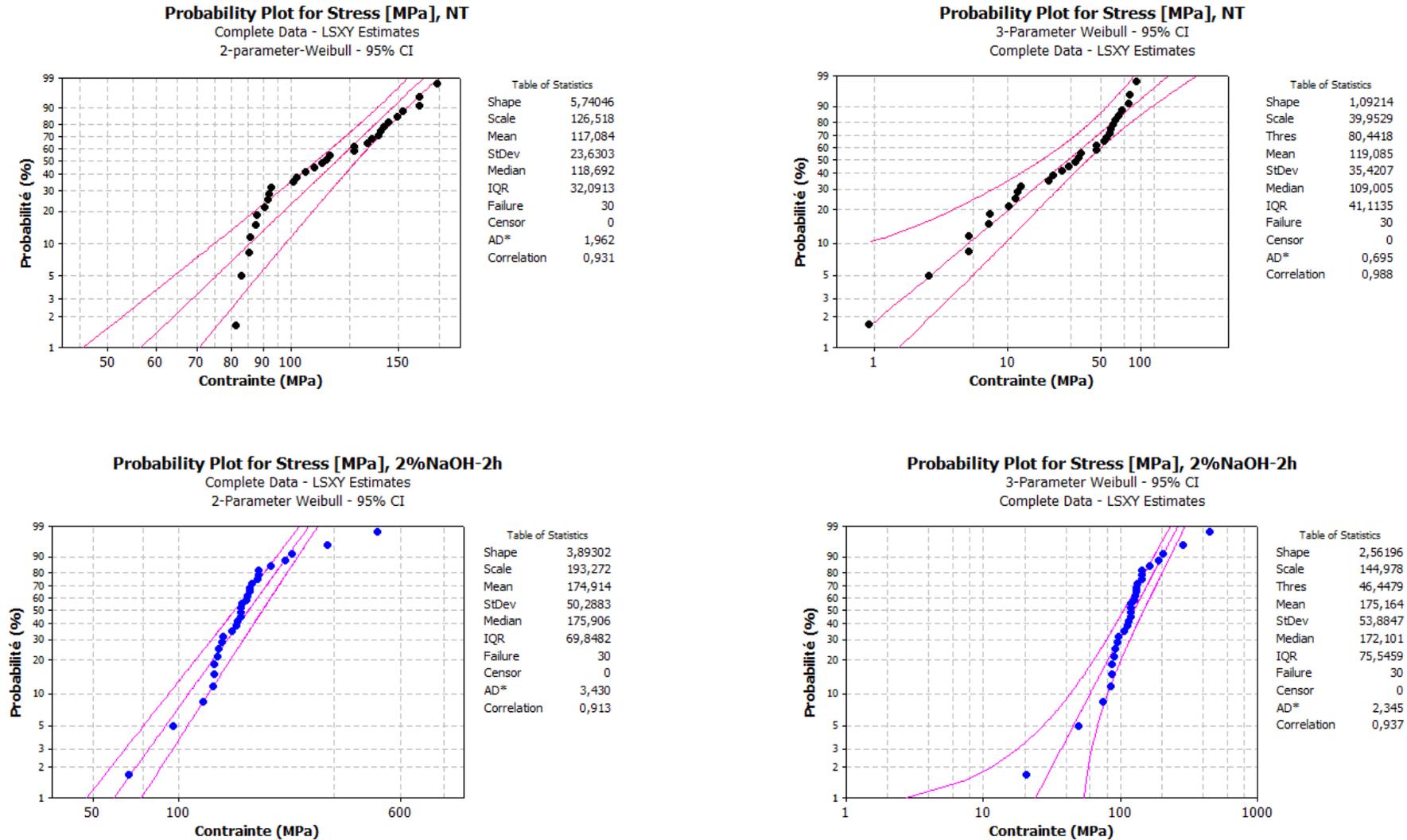


Figure V.4 : Distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres pour les contraintes à la rupture des faisceaux de fibres de jute, non traités et traités avec 2% NaOH pendant 2h.

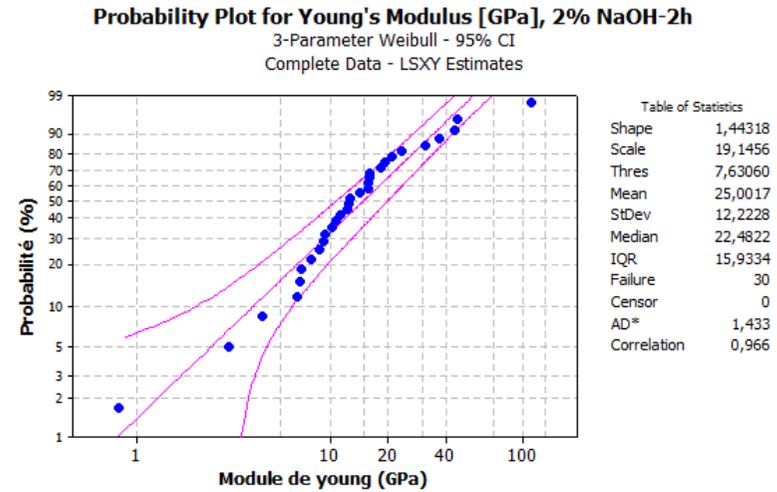
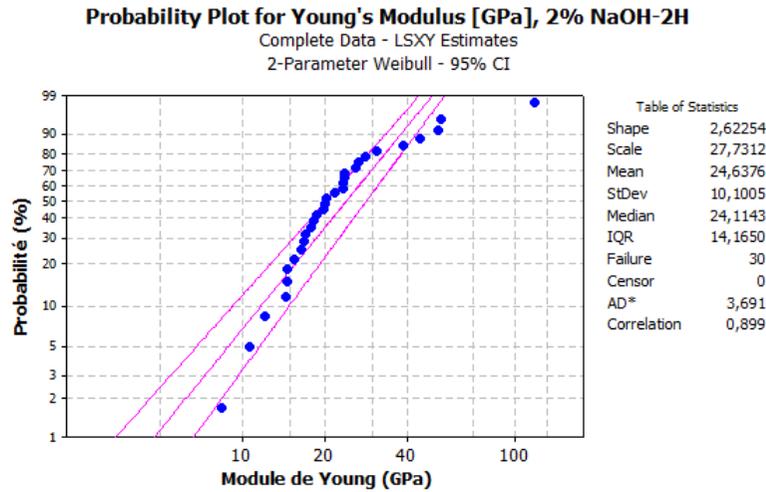
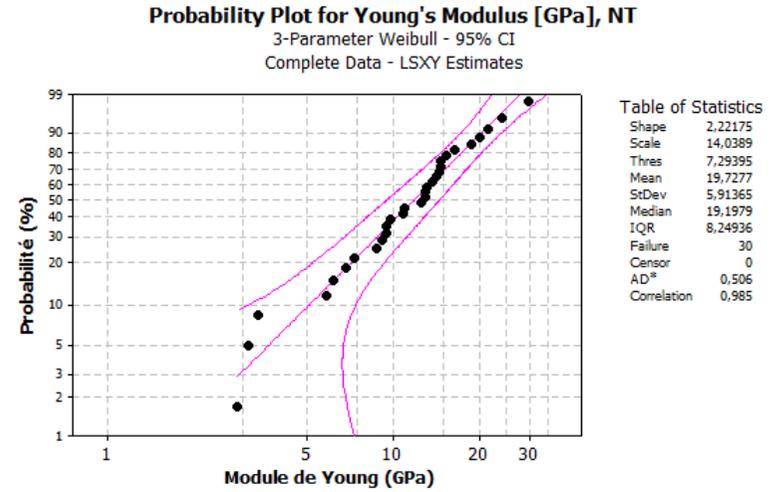
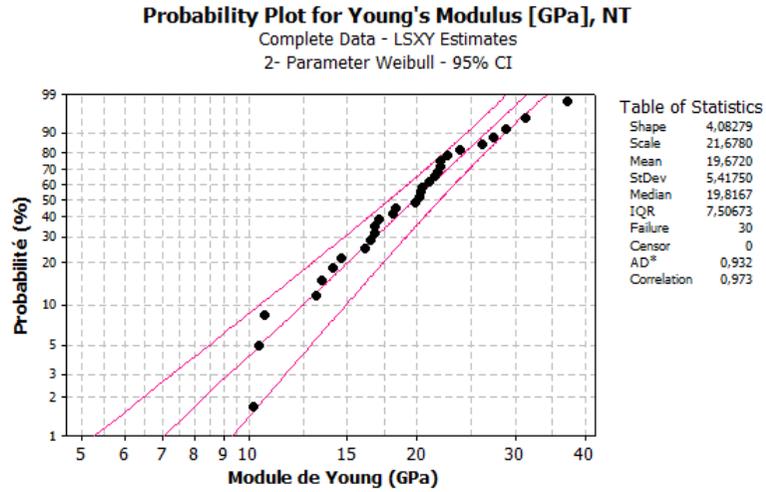


Figure V.5 : Distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres pour les modules de Young des faisceaux de fibres de jute, non traités et traités avec 2% NaOH pendant 2h.

Chapitre V : Etude statistique du comportement en statique des faisceaux de fibres de jute

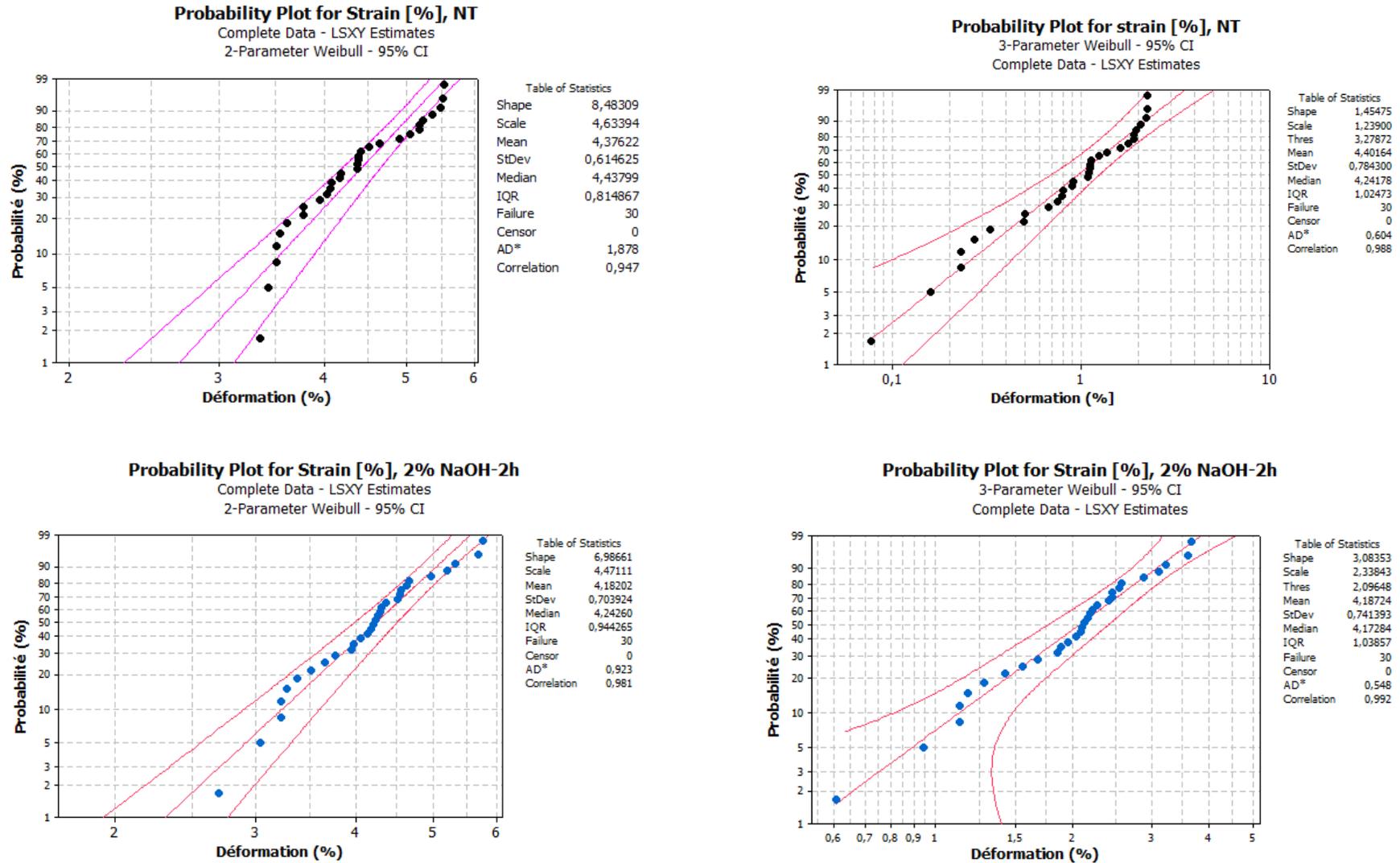


Figure V.6 : Distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres pour les déformations à la rupture des faisceaux de fibres de jute, non traités et traités avec 2% NaOH pendant. 2h.

V.2.4.2.2 Comparaison des résultats

La figure V.7 illustre la distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres des propriétés mécaniques (contraintes, module de Young et déformation à la rupture) obtenues à partir des résultats expérimentaux des faisceaux de fibres non traités et ceux traités avec 0,5%, 2% et 5% de NaOH pour une durée de 2h. Il a été montré que les points des résultats expérimentaux sont proches de la droite de Weibull, où le coefficient de corrélation R^2 varie de 0,95 à 0,99 ce qui traduit une bonne linéarité entre la régression linéaire des propriétés mécaniques des faisceaux de fibres et les valeurs expérimentales.

L'analyse des résultats montre, en général, que la méthode de Weibull à 2 paramètres surestime légèrement les propriétés mécaniques obtenues expérimentalement, notamment la contrainte à la rupture et le module d'Young, alors que celle à 3 paramètres sousestime ces valeurs avec un écart important d'une manière générale.

Le tableau V.2 regroupe les résultats obtenus expérimentalement et ceux estimés par la méthode de Weibull à deux et à trois paramètres pour les faisceaux de fibres de jute non traitées et traitées avec différentes concentrations et temps d'immersion.

Chapitre V : Etude statistique du comportement en statique des faisceaux de fibres de jute.

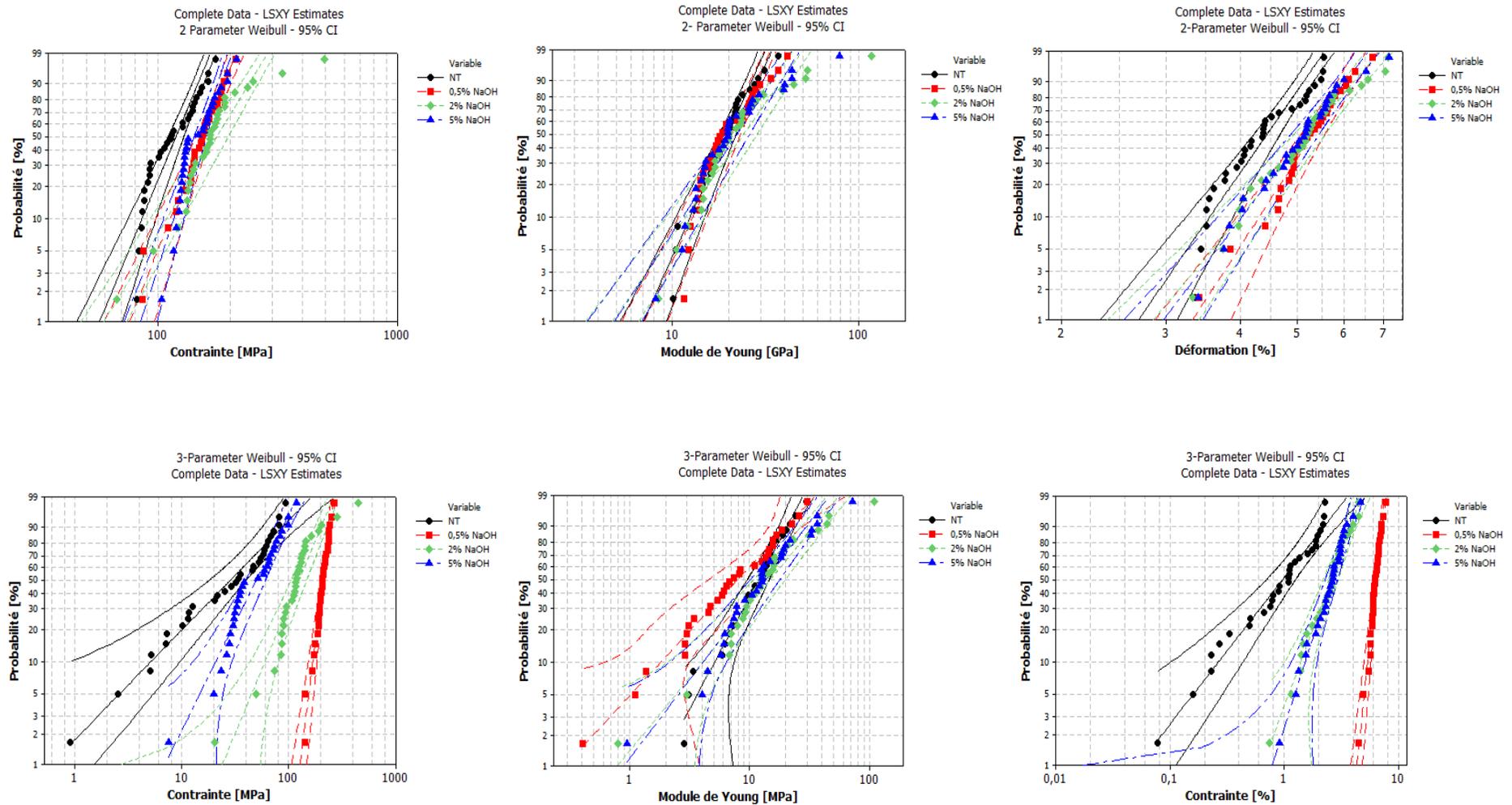


Figure V.7: Probabilité de Weibull à 2 et à 3 paramètres des faisceaux de fibres de jute non traités et traités par NaOH avec différentes concentrations pour une durée d'immersion de 2h.

Chapitre V : Etude statistique du comportement en statique des faisceaux de fibres de jute.

Tableau V.2 : Variation des valeurs de Weibull à 2 et à 3 paramètres des faisceaux de fibres de jute non traités et traités par NaOH avec différentes concentrations pour les durées d'immersions de 30 min, 2h, 8h et 12h.

Concentration NaOH	Weibull à 2 paramètres						Weibull à 3 paramètres					
	<i>m</i>	σ_0	<i>m</i>	E_0	<i>m</i>	ε_0	<i>m</i>	σ_0	<i>m</i>	E_0	<i>m</i>	ε_0
NT	5,74	126,51	4,08	21,67	8,48	4,63	1,09	39,95	2,22	14,03	1,23	1,45
	-	117,70±27,8*	-	19,78±4,98*	-	4,39±0,69*	-	117,70±27,8*	-	19,78±4,98*	-	4,39±0,69*
0,5%-30min	5,95	151,65	3,94	23,21	10,13	5,42	8,46	204,3	1,27	10,73	11,04	6,56
	-	140,70±27,5*	-	21,32±5,44*	-	4,16±0,69*	-	140,70±27,5*	-	21,32±5,44*	-	4,16±0,69*
2%-30min	6,71	173,59	3,03	25,55	8,34	5,32	2,56	82,83	1,40	16,32	2,33	1,94
	-	162,30±30,1*	-	23,05±6,61*	-	4,03±0,78*	-	162,30±30,1*	-	23,05±6,61*	-	4,03±0,78*
5%-30min	5,67	134,09	3,8	23,82	9,40	5,25	2,64	74,74	1,64	13,71	4,22	2,68
	-	124,31±27,7*	-	21,70±3,32*	-	3,99±0,66*	-	124,31±27,7*	-	21,70±3,32*	-	3,99±0,66*
0,5%-2h	5,95	164,03	3,94	22,82	10,24	5,39	8,46	220,97	1,27	10,55	11,04	6,56
	-	152,20±29,7*	-	20,96±5,35*	-	4,13±0,69*	-	152,20±29,7*	-	20,96±5,35*	-	4,13±0,69*
2%-2h	3,89	193,27	2,62	27,73	6,98	5,51	2,56	144,97	1,44	19,14	3,08	2,88
	-	178,40±38,4*	-	26,40±6,01*	-	4,17±0,93*	-	178,40±38,4*	-	26,40±6,01*	-	4,17±0,93*
5%-2h	7,34	157,88	2,81	25,32	7,72	5,39	2,14	59,17	1,55	17,26	3,55	2,87
	-	148,50±27,7*	-	23,50±4,95*	-	4,08±0,82*	-	148,50±27,7*	-	23,50±4,95*	-	4,08±0,82*
0,5%-8h	3,65	159,76	4,34	21,13	6,39	4,63	2,11	110,36	3,04	16,31	12,54	8,32
	-	145,10±26,1*	-	19,30±4,35*	-	4,32±0,80*	-	145,10±26,1*	-	19,30±4,35*	-	4,32±0,80*
2%-8h	3,55	128,27	2,98	20,49	5,39	4,03	4,66	156,12	2,05	16,12	4,33	3,39
	-	115,40±21,3*	-	18,39±4,73*	-	3,72±0,82*	-	115,40±21,3*	-	18,39±4,73*	-	3,72±0,82*
5%-8h	3,85	110,93	3,51	13,30	5,40	4,34	1,83	66,18	2,07	9,39	3,07	2,82
	-	101,24±20,6*	-	12,02±3,26*	-	4,01±0,92*	-	101,24±20,6*	-	12,02±3,26*	-	4,01±0,92*
0,5%-12h	2,11	135,96	2,98	19,45	4,11	3,78	1,99	131,91	2,48	17,27	5,14	4,47
	-	120,32±29,5*	-	17,40±4,55*	-	3,44±0,95*	-	120,32±29,5*	-	17,40±4,55*	-	3,44±0,95*
2%-12h	2,77	119,91	3,98	17,85	4,34	3,63	1,65	88,19	2,76	13,81	6,11	4,73
	-	107,88±24*	-	16,20±4,29*	-	3,32±0,86*	-	107,88±24*	-	16,20±4,29*	-	3,32±0,86*
5%-12h	2,15	109,77	2,90	13,07	3,27	4,39	3,35	143,54	1,84	9,84	5,30	6,22
	-	96,56±21,46*	-	11,85±3,38*	-	3,93±1,26*	-	96,56±21,46*	-	11,85±3,38*	-	3,93±1,26*

* : valeurs expérimentales.

V.2.4.3 Influence de la vitesse de sollicitation

La caractérisation expérimentale du composite jute/polyester sous chargement statique en flexion 3-points montre des dispersions au niveau des propriétés mécaniques à savoir la contrainte et la déformation à la rupture et le module de flexion qui peut se traduire par une mauvaise évaluation de ces propriétés. Ces dispersions nécessitent donc une analyse statistique, d'où l'application de la théorie de Weibull à 2-paramètres traitée par le logiciel Minitab version 16.

La figure V.8 illustre la distribution de Weibull à 2 paramètres des propriétés mécaniques issues des résultats expérimentaux. On remarque que les points des résultats expérimentaux se trouvent en général très proches de part et d'autre de la droite de Weibull. Le module (m) et la contrainte caractéristique (σ_0) de Weibull à deux paramètres pour la vitesse de chargement 2, 5 et 8 mm/min sont trouvés respectivement égaux à 10,52 et 57,3 MPa, 13,39 et 62,12 MPa et 15,59 et 58,15 MPa, ces valeurs sont proches aux valeurs moyennes obtenues expérimentalement. Les valeurs de différents paramètres obtenus sont présentées dans le tableau V.3.

Tableau V.3 : Valeurs moyennes de Weibull des propriétés mécaniques à différentes vitesses de chargement.

Vitesse	Weibull à 2 paramètres (Contrainte, module de flexion et déformation)					
	m	σ_0	m	E_0	m	ε_0
2mm/min	14,76	50,41	18,08	3465,65	14,73	1,80
	-	48,76*	-	3371*	-	1,75*
5mm/min	18,87	55,79	22,87	3834,62	20,45	1,93
	-	54,36*	-	3753*	-	1,88*
8mm/min	19,96	51,15	120,83	3508,65	18,04	1,91
	-	49,89*	-	3494*	-	1,86*

* : valeurs expérimentales.

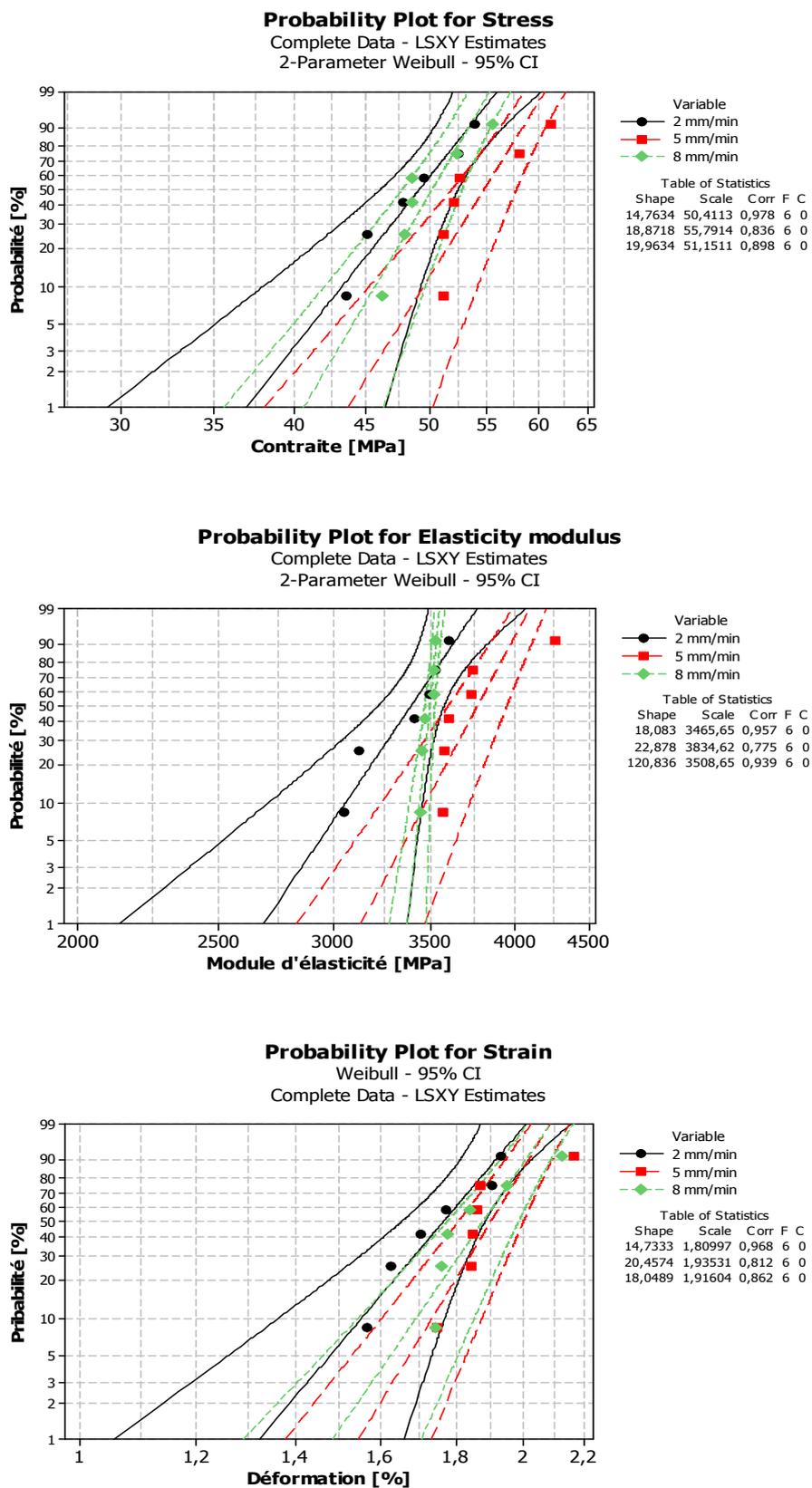


Figure V.8: Distribution de Weibull à deux paramètres du composite jute/polyester à différentes vitesses de sollicitations:

a): contrainte, b): module d'élasticité et c): déformation).

V.3 ANALYSES DE VARIANCE (ANOVA)

V.3.1 Définition

L'analyse de variance à un facteur, est un test statistique basé sur des approches mathématique permettant de comparer les moyennes de plusieurs échantillons et de se prononcer sur une différence ou une similarité entre ces moyennes. Il s'agit de savoir si une variable quantitative a des valeurs significativement différentes selon les modalités d'une variable qualitative. Autrement dit, il s'agit d'apprécier l'effet de variables qualitatives sur une variable numérique et revient dans le cas de l'ANOVA à un facteur, à comparer plusieurs moyennes gaussiennes des échantillons [SAP 06].

V.3.2 Approches mathématique

Soit $X (x_1, x_2, \dots, x_p)$ une variable statistique sur une population de taille $n (n_1, n_2, \dots, n_p)$.
où : n_i est l'effectif de x_i .

Par définition, la variance est un paramètre de dispersion d'une série. Elle mesure la façon dont les valeurs de X se dispersent autour de la moyenne.

V.3.2 .1 Ecart type

L'écart-type d'une série statistique discrète est généralement noté σ et est défini par :

$$\sigma = \sqrt{V} \quad (V.17)$$

L'écart-type est la racine carrée de la variance V .

L'écart-type représente l'écart moyen des valeurs de la série par rapport à sa moyenne. Une série statistique très dispersée (dont les valeurs sont très éloignées de la moyenne) aura un écart-type important. A l'inverse, une série dont les valeurs sont très proches de la moyenne aura un écart-type faible.

V.3.2.2 Moyenne d'une série statistique

La moyenne d'une série statistique discrète, généralement notée \bar{X} , est définie par :

$$\bar{X} = \frac{n_1x_1+n_2x_2+\dots+n_px_p}{N} \quad (V.18)$$

Soit sous forme plus condensée :

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^p n_i x_i \quad (\text{V.19})$$

Où:

n_i : est l'effectif total, est aussi appelé taille de la série ;

x_i : est une valeur numérique.

p : représente le nombre de valeurs différentes.

V.3.2.3 Variance d'une série statistique

La variance d'une série statistique discrète est généralement notée V et est définie par :

$$V = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^p n_i (x_i - x)^2 \quad (\text{V.20})$$

V.3.3 Analyse de variance à un facteur ANOVA

L'une des méthodes les plus courantes dans les décisions statistiques est le test d'hypothèse. De nombreuses options de test d'hypothèse sont appliquées, notamment l'analyse de variance. En règle générale, un test d'hypothèse suppose qu'une affirmation initiale soit vraie et teste ensuite cette affirmation à l'aide de données échantillons.

Les tests d'hypothèse comprennent deux hypothèses : l'hypothèse nulle (notée par H_0) et l'hypothèse alternative (notée par H_1). L'hypothèse nulle est l'affirmation initiale et est souvent spécifiée à l'aide de la recherche précédente ou de connaissances communes. L'hypothèse alternative est celle que vous pensez être vraie.

V.4 Application de l'ANOVA sur les résultats expérimentaux des faisceaux de fibres de jute sollicités en traction

Les résultats expérimentaux obtenus dans le chapitre IV des 13 séries de 30 faisceaux de fibres chacune, soit un total de 390 échantillons sont analysés statiquement par l'analyse de variance Anova à l'aide du logiciel *Minitab16*. Après le traitement les résultats obtenus sont donnés sous forme de graphiques et de tableaux.

Les figures V.9, V.10 et V.11 représentant les diagrammes des valeurs individuelles en fonction du type de traitement chimique indiquent que les propriétés mécaniques (contraintes

et déformation à la rupture et module de Young) des faisceaux de fibres de jute varient en fonction de la concentration de NaOH (0,5%, 2% et 5%) et de la durée d'immersion (30min, 2h, 8h et 12h).

Les diagrammes des valeurs individuelles des contraintes à la rupture (Figure V.9) montrent que pour les petites durées d'immersion (30 min et 2 heures), la contrainte augmente à des degrés différents pour les trois concentrations étudiées et les meilleures propriétés sont enregistrées pour la concentration de 2% de NaOH. Par contre, pour les durées de 8 et 12h les contraintes enregistrées montrent des diminutions pour les concentrations de 2% et 5% de NaOH, une différence négligeable pour 12h avec 0,5% de NaOH et le meilleur cas est obtenu pour un traitement de 8h avec 0,5% de NaOH.

La figure V.10 montre une légère augmentation des valeurs individuelles du module de Young pour les différentes concentrations en NaOH pendant les durées d'immersions de 30 min et 2h. Par contre, des faibles diminutions pour les durées de 8h et 12h notamment pour les concentrations 0,5% et 2% et les valeurs les plus faibles des modules ont été enregistrées pour la concentration 5% de NaOH.

Pour le cas de la déformation à la rupture présentée dans la figure V.11, tous les traitements des faisceaux de fibres par le NaOH permettent des diminutions des valeurs individuelles à des taux différents, en dépendance avec la concentration et la durée du traitement. Par ailleurs, pour les durées de traitement de 30min et 2h, les déformations les plus faibles sont enregistrées pour les traitements avec une concentration de 5% de NaOH, alors que pour les durées de 8h et 12h, elle est enregistrée pour la concentration de 2% de NaOH.

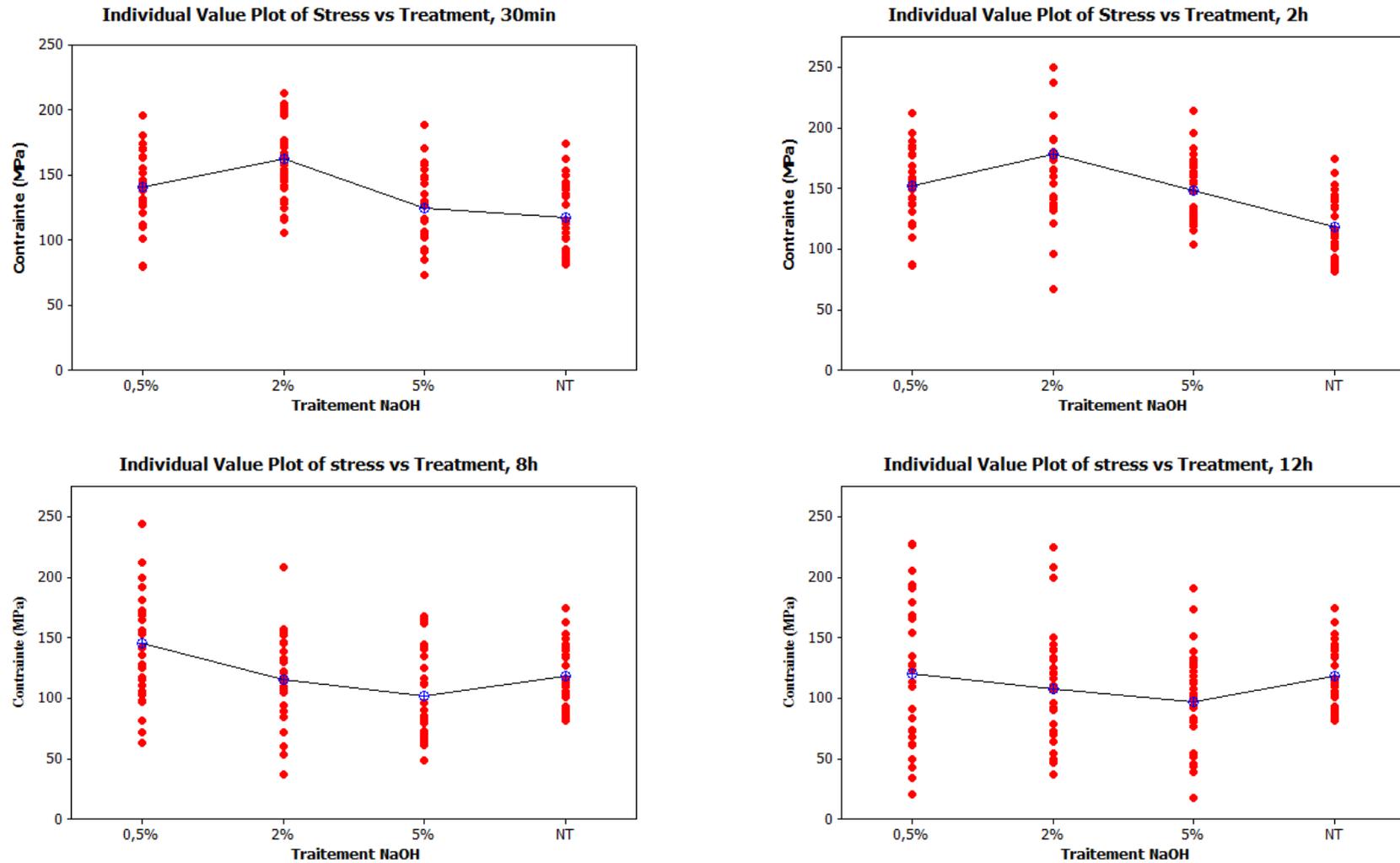


Figure IV.9 : Diagrammes de valeurs individuelles de la contrainte à la rupture des faisceaux de fibres de jute non traités et traités avec différentes concentrations de NaOH et temps d'immersions.

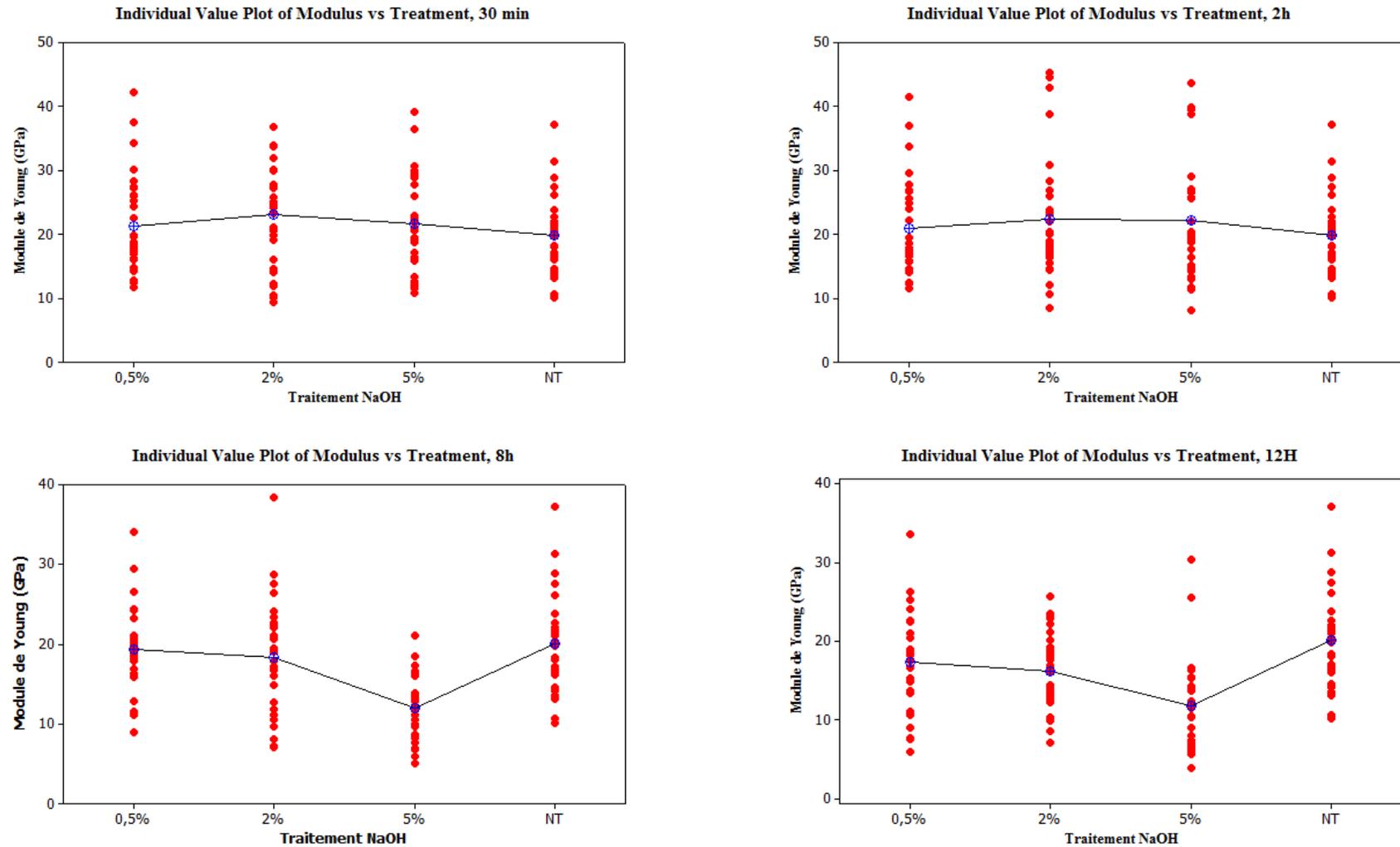


Figure IV.10 : Diagrammes de valeurs individuelles du module de Young des faisceaux de fibres de jute non traités et traités avec différentes concentrations de NaOH et temps d'immersions.

Chapitre V : Etude statistique du comportement en statique des faisceaux de fibres de jute.

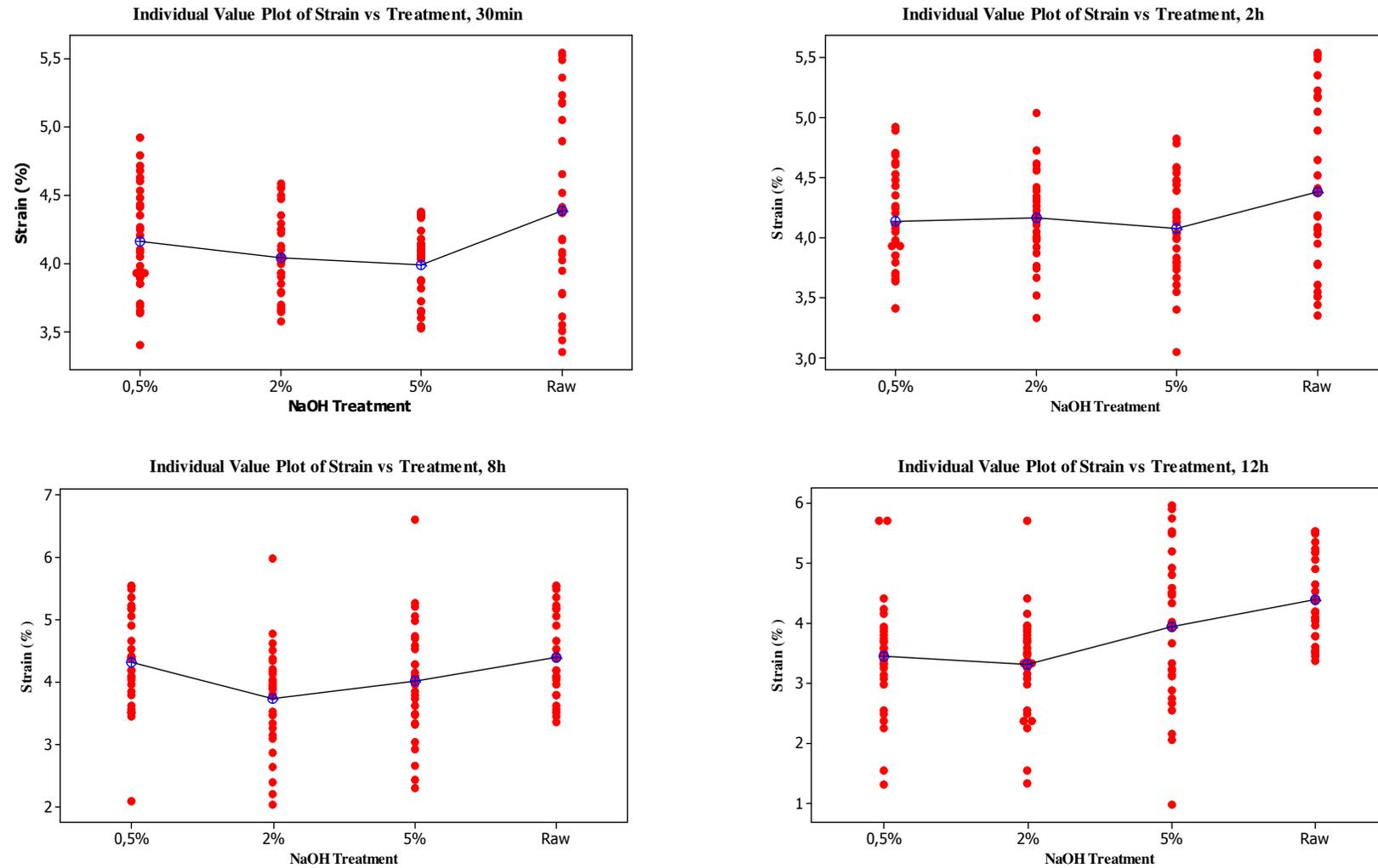


Figure V.11 : Diagrammes de valeurs individuelles de la déformation à la rupture des faisceaux de fibres de jute non traités et traités avec différentes concentrations de NaOH et temps d'immersions.

Les figures V.12 à V.14 représentent respectivement les diagrammes des valeurs résiduelles des contraintes et déformations à la rupture et des modules de Young en fonction de la concentration de NaOH pendant un temps d'immersion de 2 heures, qui sont destinés pour vérifier les hypothèses statistiques. Les diagrammes des droites de Henry sont destinés à repérer la non-normalité, où une ligne à peu près droite a été remarquée ce qui signifie que les valeurs résiduelles sont réparties normalement de part et d'autre de la droite d'Henry. Les diagrammes des valeurs résiduelles en fonction des valeurs ajustées permettent de repérer la variance non constante, les termes d'ordre supérieur manquants et les valeurs aberrantes, ces valeurs sont réparties de manière aléatoire autour de zéro. Les histogrammes des valeurs résiduelles sont destinés à repérer les pics multiples, les valeurs aberrantes et la non-normalité. Il est remarqué que ces histogrammes sont pratiquement symétriques. Les diagrammes des valeurs résiduelles en fonction de l'ordre d'observation permettent de repérer la dépendance chronologique des valeurs résiduelles, ces derniers ne présentent pas de structure bien définie.

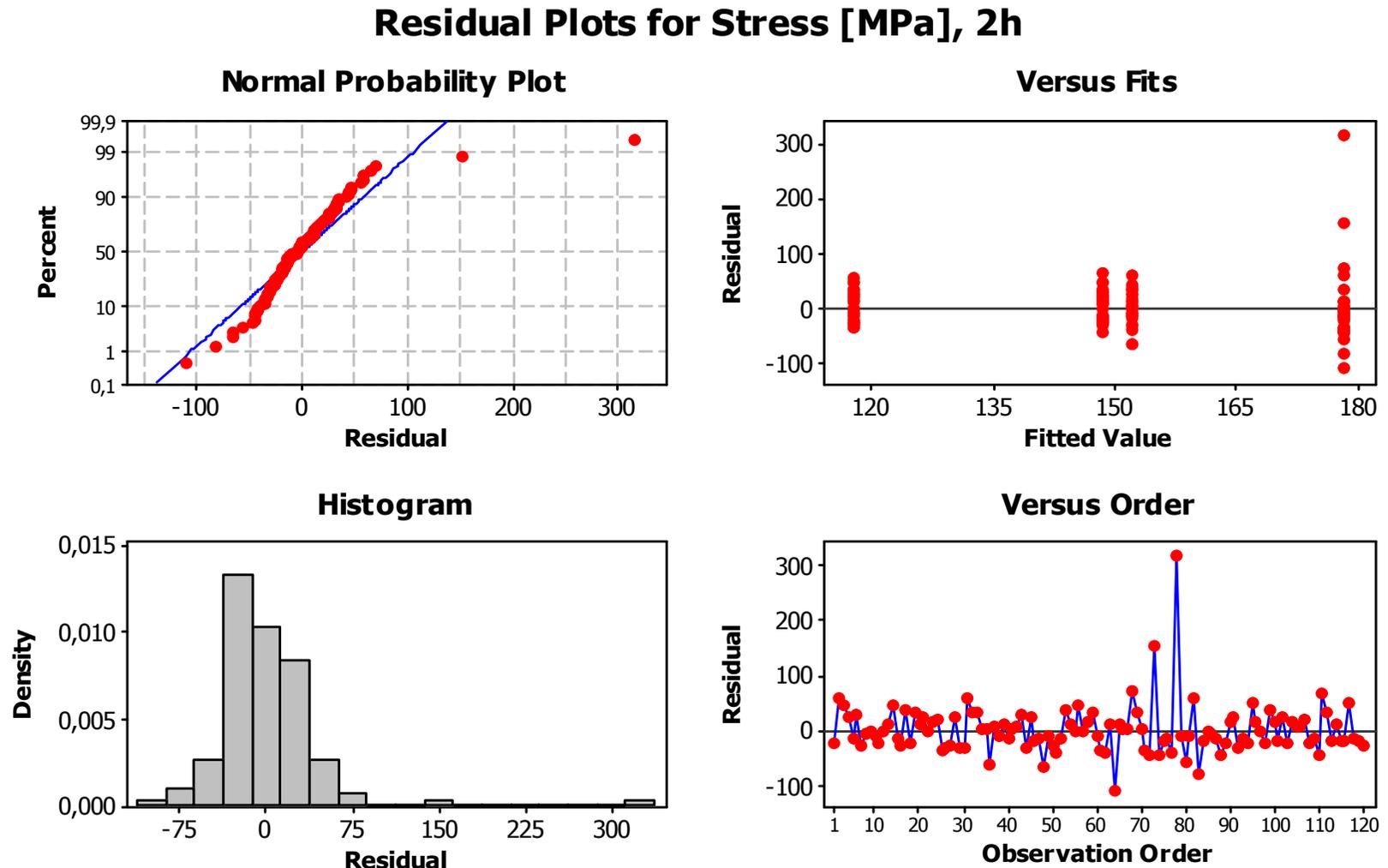


Figure V.12 : Diagrammes de valeurs résiduelles des contraintes à la rupture en fonction du traitement en NaOH pendant un temps d'immersion de 2h.

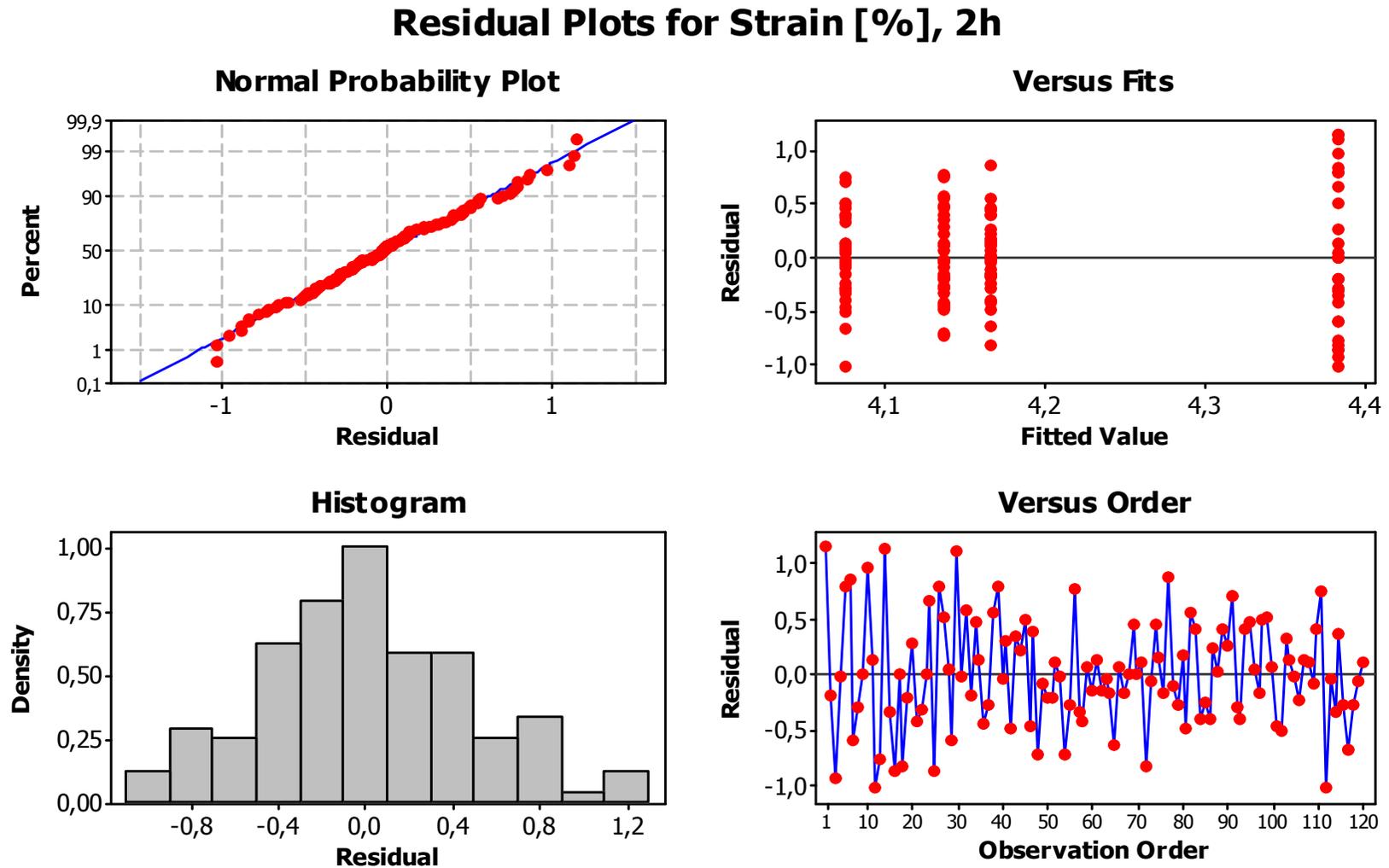


Figure V.13 : Diagrammes de valeurs résiduelles des déformations à la rupture en fonction du traitement en NaOH pendant un temps d'immersion de 2h.

Residual Plots for Modulus [GPa], 2h

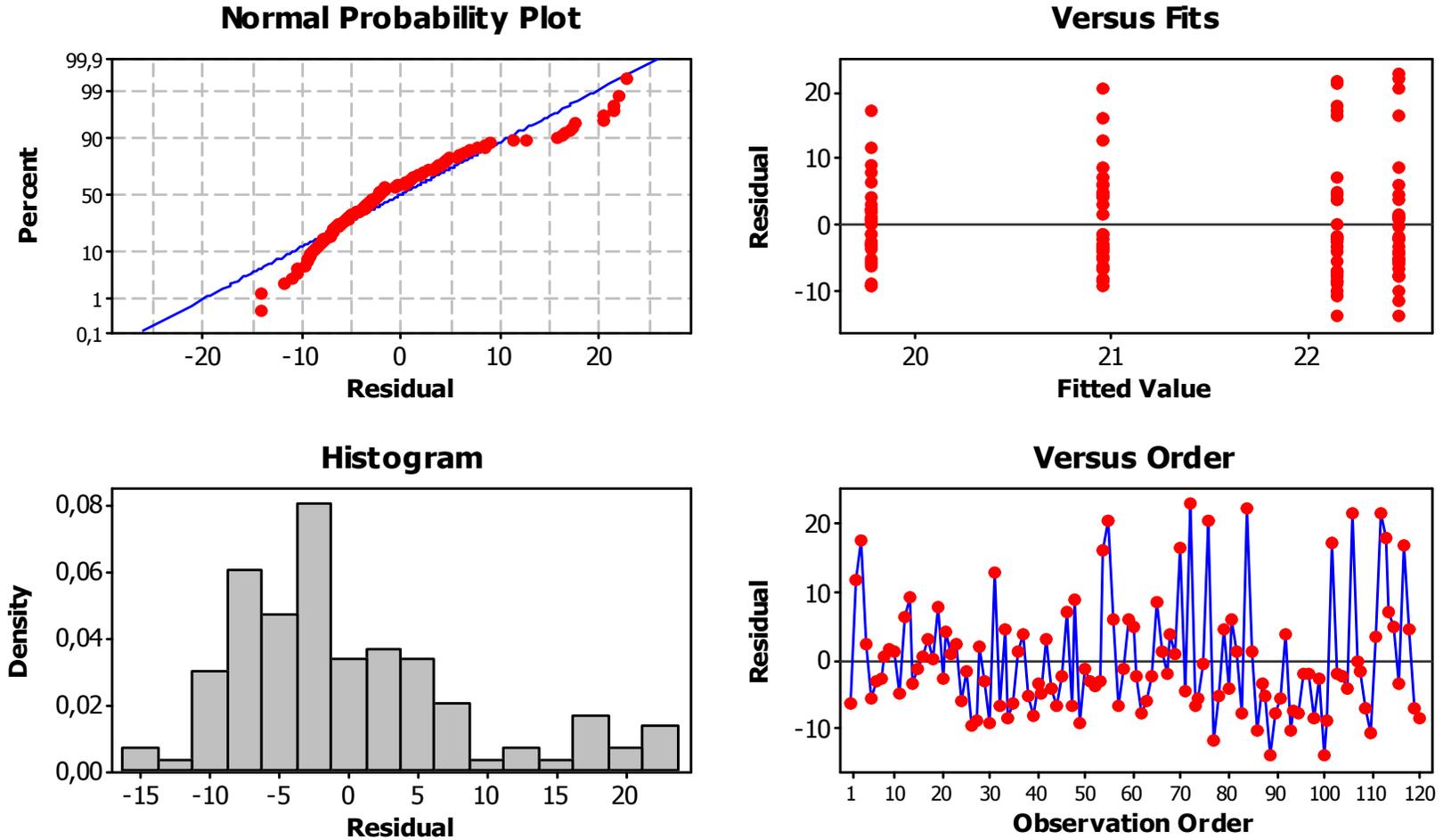


Figure V.14 : Diagrammes de valeurs résiduelles des modules de Young en fonction du traitement en NaOH pendant un temps d'immersion de 2h.

Le tableau V.4 regroupe les résultats de l'analyse de la variance à un facteur ANOVA dont l'utilisation a été réalisée avec un niveau de signification $\alpha \leq 0,05$ correspondant à un niveau de confiance d'au moins 95% pour connaître les différences entre les groupes.

L'analyse du tableau V.4 montre que les coefficients F (Fisher) des contraintes à la rupture et des déformations à la rupture observés sont égaux respectivement à 8,90 et à 4,23. Cependant, F critique (F_{cr}) est égal à 2,60, dans ce cas l'hypothèse nulle est rejetée, ceci peut conduire à conclure que les moyennes des différents groupes ne sont pas égales. Autrement dit l'influence des facteurs explicatifs (variable indépendante c'est à dire les concentrations) sur les variables dépendantes (contrainte et déformation à la rupture) a un impact significatif sur les propriétés mécaniques.

Le module de Young a permis d'enregistrer un coefficient F = 0,62 inférieur à F critique ce qui signifie qu'il n'y a pas de différence entre les traitements pour les modules de Young.

Tableau V.4 : Analyse de variance à un facteur (ANOVA) pour la contrainte (MPa), le module de Young (GPa) et la Déformation (%) en fonction du taux de concentration en NaOH à un niveau de signification de 95%.

Source	S.C	D.L	M.C	F	P	F_{cr}
Tests ANOVA pour les contraintes (120 échantillons)						
Entre groupes	55613	3	18538	8.90	0.000	2.60
A l'intérieur des groupes	241556	116	2082			
Total	297168	119				
Tests ANOVA pour les modules de Young (120 échantillons)						
Entre groupes	135.2	3	45.1	0.62	0.604	2.60
A l'intérieur les groupes	8451.9	116	72.9			
Total	8587.2	119				
Tests ANOVA pour les déformations à la rupture (120 échantillons)						
Entre groupes	8.353	3	2.784	4.23	0.000	2.60
A l'intérieur les groupes	76.373	116	0.658			
Total	84.725	119				

S.C : Somme des carrés – D.L : Degré de liberté – M.C : Moyenne des carrés

F : F-test d'Anova à un facteur

P : Probabilité – F_{crit} : Valeur critique pour F

Nombre d'observations = 120, Nombre de groupe = 4

V.5 Application de l'ANOVA sur les résultats expérimentaux des composites de jute/polyester sollicités en flexion.

L'analyse de variance ANOVA à un facteur pour les modules d'élasticité issus des tests mécaniques à différentes vitesses de chargement a donné une valeur de p égale à 0,016 qui est largement inférieure au niveau de signification (0,05) et aussi le module de Fisher $F = 5,56$ est supérieur à $F_{cr} = 3,68$, donc l'hypothèse nulle est rejetée. Dans le tableau V.5 de l'ANOVA, la valeur de P fournit suffisamment de preuves indiquant que la variation des vitesses de chargement influe énormément sur les propriétés mécaniques.

Tableau V.5: Analyse de variance du module d'élasticité (MPa) en fonction de la Vitesse (mm/min)

Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Probabilité P
Entre groupes	456962	2	228481	5,56	0,016
A l'intérieur des groupes	616504	15	41100		
Total	1073466	17			

Les diagrammes des valeurs individuelles (figure V.15) indiquent que les valeurs moyennes des contraintes, des déformations et des modules d'élasticité sont différentes pour les différentes vitesses de chargement. En passant de la vitesse de chargement de 2mm/min à 5 mm/min et 8mm/min, des augmentations ont été enregistrées dans les propriétés mécaniques. Par comparaison des trois vitesses de chargement, la vitesse 5 mm/min a donné les caractéristiques mécaniques (contrainte, la déformation et le module d'élasticité) les plus élevées (54,36 MPa, 1,88 % et 3753 MPa).

Comme il a été mentionné au paragraphe (§ V.4) les diagrammes de valeurs résiduelles (Figure V.16) sont destinés à vérifier les hypothèses statistiques. Le diagramme de la non-normalité montre une ligne à peu près droite (droite de Henry) ce qui signifie que les valeurs résiduelles sont réparties normalement. Les valeurs résiduelles en fonction des valeurs ajustées ont montré des répartitions de manière aléatoire autour de zéro. L'histogramme des valeurs résiduelles a permis de repérer les pics multiples ainsi que les valeurs aberrantes et la non-normalité. Les valeurs résiduelles en fonction de l'ordre d'observation permettant de repérer la dépendance chronologique des valeurs résiduelles, ont présenté une structure aléatoire. Les graphiques des valeurs résiduelles n'indiquent aucune contradiction des hypothèses statistiques. Le modèle ANOVA à un facteur contrôlé s'ajuste aux données.

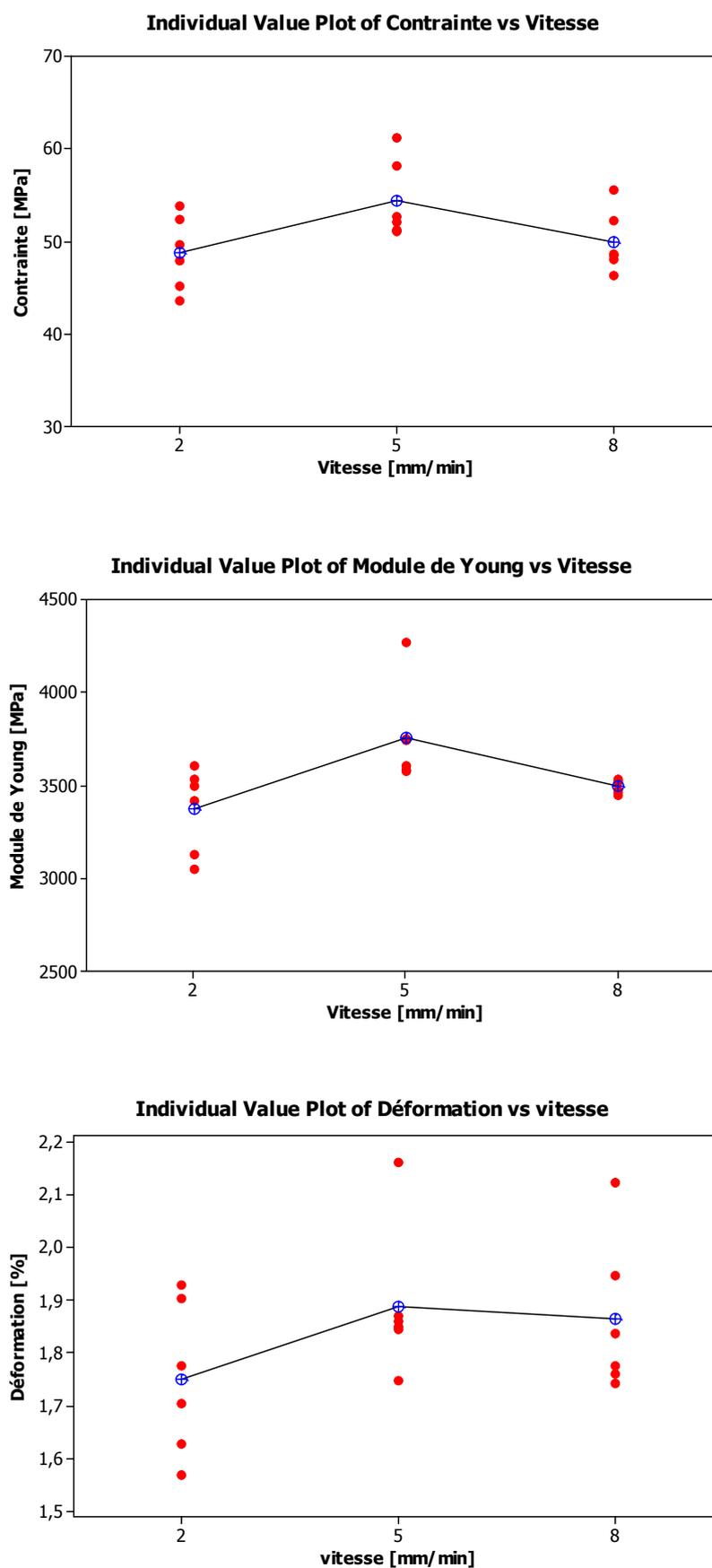


Figure V.15: Diagrammes de valeurs individuelles des propriétés mécaniques du composite jute/polyester à différentes vitesses de chargement.

Residual Plots for Module d'élasticité

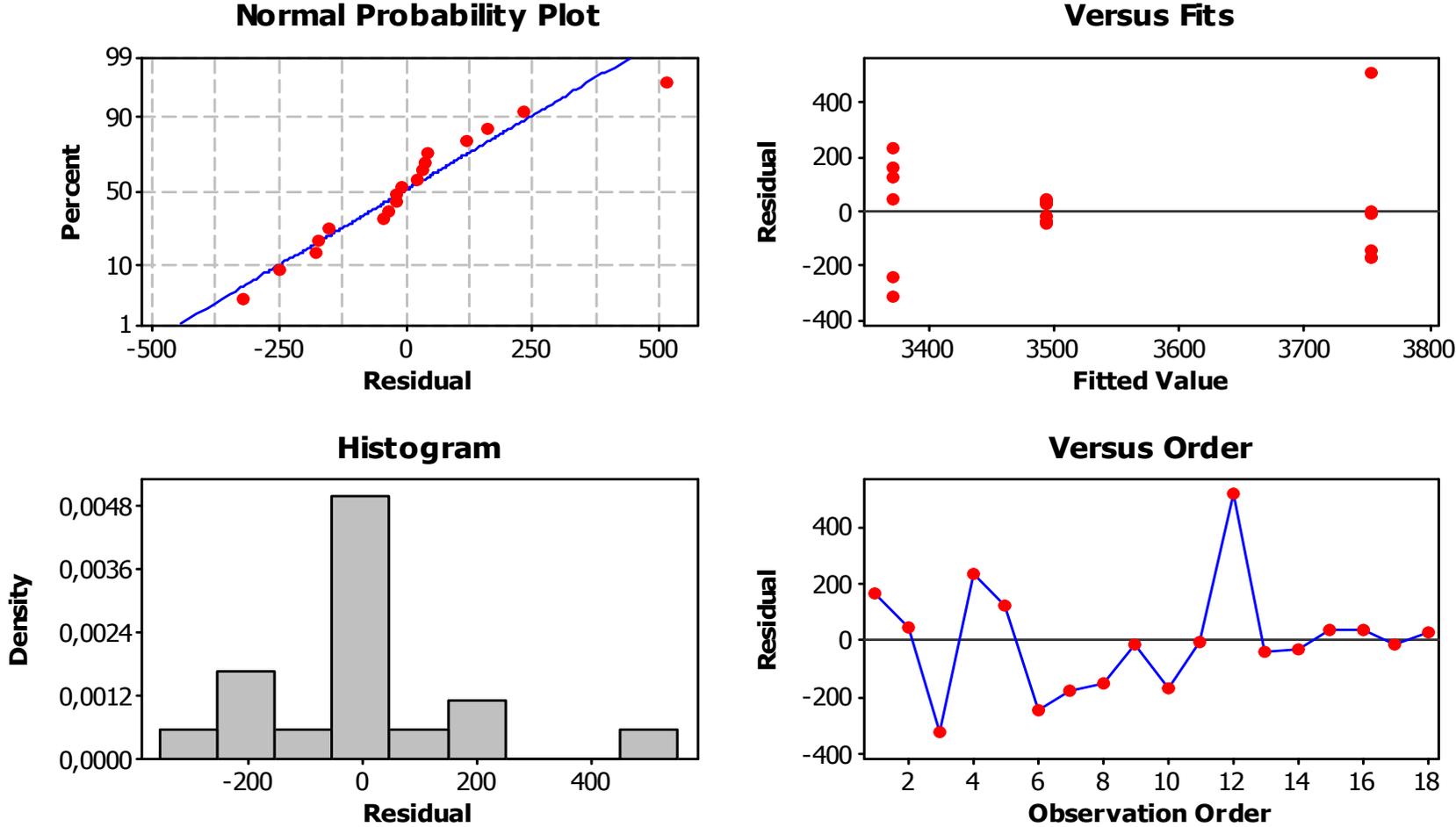


Figure V.16 : Courbes des valeurs résiduelles du module d'élasticité.

V.5 Conclusion

L'étude expérimentale sous chargement statique menée en *chapitre IV* présente une grande dispersion des résultats pour le module de Young, la contrainte et la déformation à la rupture en traction. Pour ce faire, on a eu recours aux méthodes statistiques pour apporter une estimation probable du comportement fragile des fibres végétales, à savoir la distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres et l'analyse statistique ANOVA. Les principales conclusions sont comme suit :

- La distribution de Weibull à deux paramètres a permis de donner des valeurs de la contrainte et de la déformation à la rupture et du module de Young, proches à ceux obtenues expérimentalement ;
- Les meilleures propriétés mécaniques sont obtenues suite à un traitement par le NaOH pour une concentration de 2% de NaOH pendant 2h, qui permet une augmentation de 34 % de la contrainte à la rupture et de 25 % de la valeur du module de Young par rapport aux fibres non traitées ;
- L'analyse de variance ANOVA a montré en général que la valeur P du test F est inférieure à 0,05, donc il existe une différence statistiquement significative pour chaque caractéristique mécanique ;
- Le meilleur comportement mécanique a été obtenu pour une vitesse de chargement de 5 mm/min pour le composite jute /polyester sollicité en flexion 3-points.

Conclusion générale et perspectives

L'étude réalisée dans ce travail avait pour objectif l'élaboration et la caractérisation des bio composites à base de fibres de jute. Nous nous sommes intéressés particulièrement au problème d'adhésion de l'interface fibres/matrice. Pour ce faire, des traitements alcalins par l'hydroxyde de sodium (NaOH) avec différentes concentrations et temps d'immersion ont été effectués pour les faisceaux de fibres de jute. La mise en évidence de la modification a été examinée par différentes techniques d'analyses à savoir : l'analyse thermogravimétrie (ATG), la calorimétrie à balayage différentiel (DSC), l'analyse par transformée de fourrier (FTIR), le diffractomètre à rayons X (DRX) et l'observation des surfaces droites et latérales par différents microscopes optiques et à balayage électronique (MEB). De plus, l'influence des traitements sur les propriétés mécaniques et thermiques des faisceaux de fibres a été aussi étudiée et les principales conclusions sont comme suit :

- L'analyse thermogravimétrique montre une meilleure stabilité thermique des fibres traitées par rapport à celles non traitées ;
- L'analyse par calorimétrie différentielle montre que la température d'évaporation de l'humidité pour la fibre non traitée est plus élevée que celles des fibres traitées ;
- Les résultats en infrarouge ont montré que la structure de la fibre de jute a changé les intensités et les bandes des spectres FTIR après le processus de traitement. Cette modification a été montrée par la disparition des pics à 1739 cm^{-1} et à 1250 cm^{-1} après le traitement alcalin correspondant respectivement aux liaisons C = O des groupes acétyle de l'hémicellulose et CH des vibrations de l'anneau aromatique du squelette de la lignine.
- L'analyse par DRX montre que l'intensité relative du signal des fibres de jute traitées est plus élevée par rapport à celle de la fibre non traitée ;
- Les images prises par le MEB ont montré une rugosité des surfaces des faisceaux de fibres de jute traités, par rapport à ceux non traités, ce qui leur permet d'augmenter la qualité de l'interface fibre/matrice et lui conférer une bonne adhésion ;
- Les résultats des essais de traction des faisceaux de jutes montrent que le traitement chimique par NaOH, adopté dans ce travail, permet une augmentation des propriétés mécaniques à savoir la contrainte à la rupture et le module de Young avec une faible influence sur les déformations. Les meilleures propriétés mécaniques sont obtenues suite à un traitement par 2% de NaOH pendant 2h, permettant une augmentation de 34% de la contrainte à la rupture et de 25% du module de Young par rapport aux fibres non traitées.

Ensuite, nous avons adopté la technique dite moulage du sac pour l'élaboration des

plaques bio-composites jute/polyester (Laboratoire LMANM) ; ainsi les éprouvettes découpées ont été testées en traction statique et en flexion 3-points. A partir de l'analyse des résultats, les conclusions suivantes sont déduites :

- D'après les essais de traction l'ajout de 27 % de tissu en fibres de jute dans la matrice polyester a permis une augmentation d'e 97 % de la contrainte à la traction et légère diminution de l'ordre de 7 % pour le module de Young du composite ;
- Les essais de flexion montrent que la contrainte, la déformation à la rupture et le module d'élasticité du composite jute/polyester varient en fonction de la vitesse de chargement, le meilleur résultat a été enregistré pour une vitesse de chargement de 5 mm/min ;

Au vu des dispersions observées des résultats expérimentaux obtenus, une étude statistique basée sur la théorie de Weibull à deux et à trois paramètres et l'analyse de variance ANOVA a été menée pour apporter une estimation probable du comportement des faisceaux de fibres jute et des composites jute/polyester.

- La distribution de Weibull à deux paramètres a permis une approximation raisonnable des données expérimentales par rapport à celle de Weibull à 3 paramètres.
- L'analyse de variance ANOVA a montré en général que la valeur P du test F est inférieure à 0,05, donc il existe une différence statistiquement significative pour chaque caractéristique mécanique. Autrement dit l'influence des facteurs explicatifs (variable indépendante c'est à dire les concentrations) sur les variables dépendantes (contrainte et déformation à la rupture) a un impact significatif sur les propriétés mécaniques.

Perspectives

Enfin pour améliorer les propriétés mécaniques dans ces composites, nous proposons comme suite à ce travail de thèse d'autres voies complémentaires comme :

- ✓ Le traitement chimique des faisceaux de jute par : acétylation, hydroxyde de potassium, eaux oxygénés etc ;
- ✓ La réalisation des bio-composites avec une résine bio pour assurer la biodégradabilité totale ;
- ✓ Étude du comportement des plaques composites avec des fibres traitées et non traitées avec la mise en évidence de l'effet du traitement sur les bio-composites ;
- ✓ L'élaboration des plaques en bio-composites hybrides, c'est-à-dire de faire des plis avec des fibres végétales différentes ;
- ✓ L'étude de l'effet du vieillissement sur les faisceaux de fibres et sur les bio-composites ;
- ✓ L'étude du comportement des bio-composites à l'impact (choc).

Références bibliographiques

- [ART 15] V.P. Arthanarieswaran, A. Kumaravel, S.S. Saravanakumar, Characterization of New Natural Cellulosic Fiber from *Acacia leucophloea* Bark, *International Journal of Polymer Analy. and Charact.*, 20 (2015) 367–376.
- [BAL 13] C. Baley, Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, Textiles traditionnels et textiles techniques, Bois, verre, céramique et textile, *Matériaux, Technique de l'ingénierie*, le 10/04/2013, compte 7200092269 - cerist // 193.194.76.5.
- [BER 12] A.K. Behera, S. Avancha, R.K. Basak, R. Sen, B. Adhikari. Fabrication and characterizations of biodegradable jute reinforced soy based green composites, *Carbohydrate polymers*. 88 (2012) 329-335.
- [BRO 07] H. Brodowsky, E. Mäder, Jute fibre/polypropylene composites II, Thermal, hydrothermal and dynamic mechanical behaviour, *Composites Science and Technology*, 67 (2007) 2707-2714.
- [BIS 91] E.T.N. Bisanda, M.P. Ansell, The Effect of Silane Treatment on the Mechanical And Physical Properties of Sisal-Epoxy Composites, *Composites Science and Technology*, 41 (1991) 165-178.
- [BLE 09] A.K. Bledzki, A. Jaszkievicz, D. Scherzer, Mechanical properties of pla composites with man-made cellulose and abaca fibres, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(2009) 404-412.
- [BRA 05] M. Brahmakumar, C. Pavithran, R.M. Pillai, Coconut fibre reinforced polyethylene composites: effect of natural waxy surface layer of the fibre on fibre/matrix interfacial bonding and strength of composites, *Composites Science and Technology*, 65 (2005) 563-569.
- [BRA04] P.L. Bragd, H. Van Bekkum, A.C. Besemer, TEMPO-mediated oxidation of polysaccharides : survey of methods and applications, *Topics in Catalysis*, 27(2004), 49-66.
- [BOI 05] P. Boisse, B. Zouari, A. Gasser, A mesoscopic approach for the simulation of woven fibre composite forming, *Composites science and technology*, 65 (2005) 429-436.
- [BRO 72] L.J. Broutman, S. Sahu, A new theory to predict cumulative fatigue damage in fiber glass reinforced plastics. In *Composite materials: Testing and design (second conference)*. *ASTM International*, ISO 690, (1972).

Références bibliographiques

- [BOU 07] A. Bourmaud, C. Baley. Investigations on the recycling of hemp and sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Polymer Degradation and Stability*, 92 (2007) 1034-1045.
- [BLE 99] A.K. Bledzki, J. Gassan, Composite reinforced with cellulose based fibers, *Progress in Polymer Science*, 24 (1999).221-274.
- [BAL 06] C. Baley, E. Bodreos, Biocomposite à matrice PLLA renforcée par des mats de lin. *composite à fibres végétales*, 16 (2006) 129-139
- [BEL 14] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bouchak, F. Scarpa, C. Zhu, Thermo-chemical and statistical mechanical properties of natural sisal fibers, *Composites. Part B: Eng.* 67 (2014) 481-489.
- [BEZ 15] A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, Statistical analysis and effect of chemical treatment on the physico-mechanical behavior of fibres from date-palm fruit branches, *Rev. Sci. Technol., Syn.* 31(2015)108 -120.
- [CHA 05] J. C. Charmet, Mécanique du solide et des matériaux Elasticité - Plasticité-Rupture. *ESPCI - Laboratoire d'Hydrodynamique et Mécanique Physique*, (2005)113-144.
- [COD 15] R. Codispoti, D.V. Oliveira, R.S. Olivito, P.B. Lourenço, R. Fangueiro, Mechanical performance of natural fiber-reinforced composites for the strengthening of masonry. *Comp. Part B: Eng.* 77 (2015) 74-83.
- [CHO 99] S. Chou, L. S. Lin, J. T.Yeh, Effect of surface treatment of glass fibres on adhesion to phenolic resin, *Polymers and polymer composites*, 7 (1999) 21-31.
- [COR 07] F. Corrales, F. Vilaseca, M. Llop, J. Girones, J.A. Mendez, P. Mutje, Chemical modification of jute fibers for the production of green-composites, *Journal of Hazardous Materials*, 144(2007) 730-735.
- [COU 07] C Couhert. Pyrolyse flash à haute température de la biomasse lignocellulosique et de ses composés - production de gaz de synthèse, *Thèse de doctorat de l'Ecole des Mines de Paris Energétique*. 2007.
- [DUI 08] A.L. Duigou, I. Pillin, A. Bourmaud, P. Davies, C. Baley. Effect of recycling on mechanical behaviour of biocompostable flax/poly (l-lactide) composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39 (2008) 1471-1478.
- [DHA 14] H. N. Dhakal, V. Arumugam, A. Aswinraj, C. Santulli, Z.Y. Zhang, A. Lopez-Arraiza, Influence of temperature and impact velocity on the impact response of jute/UP composites, *Polymer Testing*, 35 (2014) 10-19.

Références bibliographiques

- [DAV 06] P. Davies, C. Morvan, O. Sire, C. Baley, propriétés de fibres extraites de phanérogames marines (*ZOSTERA marina*). *Revue des composites et des matériaux avancée*. 16, (2006), 41-48.
- [FUN 09] J. C.M. Fung, A New Composite Material Consisting of Flax Fibers, Recycled Tire Rubber and Thermoplastic, *Thesis*. October 2009.
- [FAU 06] J.M. Faulstich, de Paiva, E. Frollini, Unmodified and Modified Surface Sisal Fibers as Reinforcement of Phenolic and Lignophenolic Matrices Composites: Thermal Analyses of Fibers and Composites Macromol, *Material and Engineering*, 291 (2006) 405-417
- [FAN 80] L.T. Fan, Y.H. Lee, D.H. Beardmore, Mechanism of enzymatic hydrolysis of cellulose: effect of major structural features of cellulose on enzymatic hydrolysis. *Biotechnology and Bioengineering*, 22 (1980) 177-199.
- [HOS 11] M.K. Hossain, M.W. Dewan, M. Hosur, S. Jeelani, Mechanical performances of surface modified jute fiber reinforced biopolnanophased green composites, *Comp. Part B: Eng.* 42 (2011) 1701-1707.
- [HEA 63] J.W.S. Hearle, The fine structure of fibers and crystalline polymers. III. Interpretation of the mechanical properties of fibers, *Journal of applied polymer science*, 7 (1963) 1207-1223.
- [HEI 82] S. O. Heikal, S. F. El-Kalyoubi, Graftability of Beaten Pulps and Acetylated Pulps, *J. Applied Polymer Science*, 27 (1982) 3027-3702.
- [MEN 07] N. Menad, Recycling of auto shredder residue. *Journal of Hazardous Materials*, 139 (2007) 481-490.
- [MUK 86] P.S. Mukherjee, K.G. Satyanarayana, Structure and properties of some vegetable fibres II. Pineapple fibre, *Journal of Materials Science*, 21 (1986) 51-56.
- [MUT 07] P. Mutje, A. Lopez, M.E. Vallejos, J.P. Lopez, F. Vilaseca. Full exploitation of *Cannabis sativa* as reinforcement/filler of thermoplastic composite materials, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38 (2007) 369-377.
- [MIR 08] R. R. Mir, S. Rustgi, S. Sharma, R. Singh, A. Goyal, J. Kumar, H.S, Balyan, A preliminary genetic analysis of fibre traits and the use of new genomic SSRs for genetic diversity in jute, *Euphytica*, 161 (2008) 413-427.
- [MER 12] J. Meredith, R. Ebsworth, S.R. Coles, B.M. Wood, K. Kirwan, Natural fibre composite energy absorption structures, *Composite Science and Technology*, 72 (2012) 211-217.

Références bibliographiques

- [MBA 16] N. I. Mbada¹, O. Aponbiede, T. Ause, A. Alabi, Effects of Mercerization Treatment on Kenaf Fibre (*Hibiscus cannabinus* L.), *International Journal Material and Engineering*, 6 (2016) 8-14.
- [MWA 99] L.Y. Mwaikambo, M.P. Ansell, The effect of chemical treatment on the properties of hemp, sisal, jute and kapok for composite reinforcement. *Die Angewandte Makromolekulare Chemie*, 1999, p.108-116.
- [MAA 17] M. Maache, A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, A. Dufresne, Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus* L. *Carbohydrate Polymers* 171 (2017) 163–172
- [MOH 00] A.K. Mohanty, M.A. Khan, G. Hinrichsen, Surface modification of jute and its influence on performance of biodegradable jute-fabric/Biopol composites, *Composites Science and Technology*. 60 (2000) 1115-1124.
- [ONG 10] H. Onggo, S. Pujiastuti, Effect of Weathering on Functional Group and Mechanical Properties of Polypropylene-Kenaf Composites, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 11 (2010) 1-6.
- [OFO 11] A.E. Ofomaja, E.B. Naidoo, Biosorption of copper from aqueous solution by chemically activated Pinecone: A kinetic study, *Chem Eng J*, 175 (2011) 260– 270.
- [GAY 91] D. Gay. *Matériaux composites*, 3^{ème} édition Hermès. Paris 1991 p569
- [GOD 06] K. Goda, M.S. Sreekala, A. Gomes, T. Kaji, J. Ohgi, Improvement of plant based natural fibers for toughening green composites_effect of load application during mercerization of ramie fibers, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37 (2006) 2213-2220.
- [PER 00] K. Persson, Micromechanical modelling of wood and fibre properties. *PhD thesis*, Department of Mechanics and Materials - Lund University, 2000.
- [PRA 83] S.V. Prasad, C. Pavithran, P.K. Rohatgi, Alkali treatment of coir fibres for coir-polyester composites, *Journal of Materials Science*, 18 (1983):1443-1454.
- [PRA 06] M. Pracella, D. Chionna, I. Anguillesi, Z. Kulinski, E. Piorowska, Functionalization, compatibilization and properties of polypropylene composites with hemp fibres, *Composite Science and Technology*, 66 (2006), 2218–2230.
- [PEP 08] 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* 29 (2008) 313–20.

Références bibliographiques

- [ROU 12] A. Roudier, Analyse multi-échelle du comportement hygro-mécanique des fibres de lin, these de doctorat, Université BLAISE PASCAL - Clermont II, 2012.
- [ROW 00] R.M. Rowell, J.S. Han, J.S. Rowell, Characterization and factors effecting fiber properties in natural polymers and agro fibers based composites, *Natural polymers and biobased composites* (2000), 115–135.
- [RAY 02] D.Ray, B.K.Sarkar, R.K. Basak, A.K.Rana, Study of thermal behaviour of alkali treated jute fibres, *Applied polymer science* 45 (2002), 2594.
- [GAS 99] J. Gassan, I. Mildner, A.K. Bledzki, Influence of fiber structure modification on the mechanical properties of flax fiber-epoxy composites, *Mechanics of composite materials*, 35 (1999) 435-440.
- [GOW 99] T. M. Gowda, A.C.B. Naidu, R. Chhaya, Some mechanical properties of untreated jute fabric-reinforced polyester composites, *Composites Part A: applied science and manufacturing*, 30 (1999) 277-284.
- [KOH 02] L. Köhler, H.C. Spatz, Micromechanics of plant tissues beyond the linear-elastic range, *Planta*, 215 (2002) 33-40.
- [KHA 96] F. Khan, S. R. Ahmad, Chemical modification and spectroscopic analysis of jute fibre, *Polymer, Degradation and. Stability.* 52 (1996) 335-340.
- [KAA 05] K. Al-Kaabi, A. Al-Khanbashi, A. Hammami, Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: DPF/Polyester Composite properties, *Polymer Composites.* (2005) 604-613
- [TSE 05] V. Tserki, N.E. Zafeiropoulos, F. Simon, C. Panayiotou, A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres. *Composites Part A*, 36 (2005) 1110-1118.
- [SIL 08] F.de Andrade Silva, N. Chawla, R. D. de Toledo Filho, Tensile behavior of high performance natural (sisal) fibers, *Comp. Sci. Tech.* 68 (2008) 3438-3443.
- [SAB 08] A.K. Sabeel, S.Vijayarangan, WITHDRAWN: Tensile, flexural and interlaminar shear properties of woven jute and jute-glass fabric reinforced polyester composites, *Journal of Materials Processing Technology*, (2007)
- [SAX 11] S. Saxena, J. Chen, R. Dibble, Maximizing Power Output in an Automotive Scale Multi-Cylinder Homogeneous Charge Compression Ignition (HCCI) Engine, *SAE Technical Paper* 2011-01-0907, 2011, doi:10.4271/2011-01-0907.
- [SED 07] D. Sedan, Etude des Interactions Physico-Chimiques aux Interfaces Fibres de Chanvre/Ciment. Influence sur les Propriétés Mécaniques du Composite, *Thèse de*

Références bibliographiques

- Doctorat*, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges, France, 2007.
- [SAD 78] F. Sadov, M. Korchagin, A. Matetsky Chemical technology of fibrous materials 1978.
- [SHA 06] B.R. Sharma, L. Naresh, N.C. Dhuldhoya, S.U. Merchant , U.C. Merchant Lucid, Colloids Limited Jodhpur, Rajasthan, India,2006.
- [SHA 11] S. K. Shaha, S. Dyuti, Q. Ahsan, M. Hasan, Effect of Alkali Treatment on Surface Morphology and Properties of Jute Yarns, *Adv. Mat. Res. Vols 264-265* (2011) 1922-1927.
- [SUG 91] J. Sugiyama, R. Vuong, H. Chanzy, Electron diffraction study on the two crystalline phases occurring in native cellulose from an algal cell wall, *Macromolecules*, 24 (1991) 4168-4175.
- [SEG 59] L. Segal, J.J. Creely, A.E. Martin, C.M. Conrad, An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-radiometer, *Textile Research Journal*. 29 (1959) 786-794.
- [VAR 88] I.K. Varma, S.R. Anantha Krishnan, S. Krishnamoorthy, Effect of Chemical Treatment on Thermal Behavior of Jute Fibers, *Textile Research Journal*
- [VAR 94] S. Varghese, B. Kuriakose, S. Thomas, Stress Relaxation in Short Sisal-Fiber-Reinforced Natural Rubber Composites, *J. Applied Polymer Science 35* (1994) 1051-1060.
- [VIL 10] F. Vilaseca, A. Valadez-Gonzalez, P.J. Herrera-Franco, M. À. Pèlach, J. P. López, P. Mutjé, Biocomposites from abaca strands and polypropylene. Part i: Evaluation of the tensile properties, *Bioresource Technology*, 101 (2010) 387-395.
- [VAL 99] J. Vallade, Structure et développement de la plante. Morphogénèse et biologie de la reproduction des angiospermes. Dunod, Paris, 1999.
- [VAN 06] I. Van De Weyenberg, T. Chi Truong, B. Vangrimde, I. Verpoest, Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment., *Composites Part A*, 37 (2006) 1368-1376.
- [VIR 10] A.S. Virk, W. Hall, J. Summerscales, Failure strain as the key design criterion for fracture of natural fibre composites, *Comp. Sci. Tech.* 70 (2010) 995-999.
- [WAM 03] P. Wambua, J. Ivens, I. Verpoest. Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics, *composites science and technology*. 63 (2003) 1259-1264.
- [WIK JU] [http://fr.wikipedia.org/wiki/Jute_\(plante\)](http://fr.wikipedia.org/wiki/Jute_(plante)).

Références bibliographiques

- [XU 16] Z. Xu, T. Yang, M. Nakamura, Y. Yang, H. Hamada, Effect of Carbon Powder Surface Treatment on Carbon Fiber Reinforced PA Composites, *Energy Procedia*, 89 (2016) 15-23.
- [YAN 10] X. Yanjun, W. Qinglin, L.Y. Yong, Creep behavior of Bagasse fiber reinforced polymer composites, *Biore source Technol*, 101 (2010) 3280–3286.
- [YIM 03] J.H. Yim, S.Y Cho, Y.J Seo B.Z Jang, A study on material damping of 0° laminated composite sandwich cantilever beams with a viscoelastic layer, *Composites structures*, 60 (2003) 367-374.
- [ZAF 02] N.E. Zafeiropoulos, D. R. Williams, C.A Baillie, F.L Matthews. Engineering and characterisation of the interface in flax fibre/polypropylene composite materials, Part I. Development and investigation of surface treatments, *Composites part A: applied science and manufacturing*, 33(2002) 1083-1093.
- [ZAF 02] N.E. Zafeiropoulos, D.R. Williams, C.A. Baillie, F.L. Matthews, Engineering and characterisation of the interface in flax fibre/polypropylene, composite material, Part.I. Development and investigation of surface treatments, *Composites part A*, (2002) 1083-1093.

Travaux scientifiques

Publications nationales et internationales

1. **A. SAAIDIA**, A. BEZAZI, A. BELBAH, S. AMROUNE, F. SCARPA, Evaluation of the mechanical properties of jute yarns by two -and three- parameters Weibull method, *STRUCTURAL INTEGRITY AND LIFE*, Vol. 15, No 3 (2015), pp. 39–46.
2. **A. SAAIDIA**, A. BEZAZI, A. BELBAH, H. BOUCHELAGHEM, F. SCARPA, S. AMIROUCHE. Mechano-physical properties and statistical design of Jute Yarns, *Measurement*, 111 (2017) 284–294

Communications nationales et internationales

1. **A. SAAIDIA**, A. BEZAZI, A. BELBEH, F. SCARPA Evaluation des Propriétés Mécaniques des Faisceaux de Fibres de Jute Traités et non Traités par l'Utilisation de la Méthode Statistique de Weibull à 2 et à 3 Paramètres, *3^{EME} Conférence Internationale sur les Matériaux et les Structures en Composite - ORAN – ALGERIE* 02-03 Décembre 2014.
2. **A. SAAIDIA**, A. BEZAZI, A. BELBEH, H. BOUCHELAGHEM, N. ZANACHE, F. SCARPA, Caractérisation des bio-composites Jute/polyester : Utilisant la méthode Statistique de Weibull à 2 Paramètres et l'analyse de variance ANOVA, *22^{ème} Congrès Français de Mécanique*, Lyon, 24 au 28 Aout 2015.
3. **A. BEZAZI**, A. SAAIDIA, A. BELBAH, F. SCARPA Evaluation des propriétés mécanique et physico-chimique des faisceaux de fibres de jute traités avec un alcalin (NaOH), *7^{èmes} Journées de Chimie (JCh7) EMP*, ALGERIE, 28-29 Mars, 2017.
4. **A. SAAIDIA**, A. BEZAZI, A. BELBEH, H. BOUMEDIRI, F. SCARPA, Mechanical characterization of jute yarn and fabric fibres and bio-composites Jute/polyester, *3rd International Conference on Mechanics of Composites*, Bologna- Italy, 4-7 July, 2017.
5. **A. SAAIDIA** , A. BEZAZI, A. BELBAH, S. AMROUNE, F. SCARPA, Mechanical, physical and chemical characterization of jute yarns and bio-composites, *ICCE-25*, Rome, Italy, 16-22 July, 2017.