

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

École Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

En collaboration avec le

Centre de Recherche en Technologies Industrielles (Chéraga)



Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des  
Matériaux

Élaboration et caractérisation des composites à fibres naturelles

Réalisé par : KEBAILI Chabha

Sous la direction de Mr. REZZOUG Amine MRA(CRTI)

Et Mr. LARIBI Merzak Professeur(ENP)

**Composition du jury :**

Président	Mr. K. ABADLI	MAA	ENP
Promoteurs	Mr. A. REZZOUG	MRA	CRTI
	Mr. M. LARIBI	Professeur	ENP
Examineur	Mr. Z. BELOUADAH	MCA	ENP



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

École Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

En collaboration avec le

Centre de Recherche en Technologies Industrielles (Chéraga)



Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des  
Matériaux

Élaboration et caractérisation des composites à fibres naturelles

Réalisé par : KEBAILI Chabha

Sous la direction de Mr. REZZOUG Amine MRA(CRTI)

Et Mr. LARIBI Merzak Professeur(ENP)

**Composition du jury :**

Président	Mr. K.ABADLI	MAA	ENP
Promoteurs	Mr. A. REZZOUG Mr. M. LARIBI	MRA Professeur	CRTI ENP
Examineur	Mr .Z. BELOUADAH	MCA	ENP

## **Remerciements**

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude envers Dieu, qui m'a donné le courage et la volonté nécessaires pour mener à bien ce modeste travail.

Je souhaite exprimer mes sincères remerciements à mes promoteurs, monsieur Amine. REZZOUG et monsieur Merzak. LARIBI, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail, ainsi que pour leurs encouragements, leur disponibilité et leur compréhension précieuse.

Au sein du centre de recherche CRTI, je tiens à remercier chaleureusement Mr. Rafik HALIMI, Idir. HADJI, Said. CHEURFA et Nabil. KHERROUBA pour leurs conseils bienveillants, qui ont grandement facilité mon travail au sein du centre.

Je suis également reconnaissant envers Dr. Zouheyr. BELOUADAH, qui m'a accordé la possibilité d'effectuer le traitement chimique des fibres au laboratoire de génie d'environnement de l'Ecole Polytechnique, ainsi que d'avoir accepté de faire partie du jury.

Je tiens à exprimer ma gratitude envers monsieur Kamel. ABADLI, qui a honoré mon mémoire en acceptant de présider le jury.

Enfin, je souhaite remercier du fond du cœur ma grande sœur et mes chers parents pour leur soutien constant et leurs encouragements infailibles tout au long de ce parcours.

## **Dédicace**

À ma chère grande sœur Lilia qui est mon modèle et ma source d'inspiration tout au long de ma vie. Ta bienveillance et ton soutien inconditionnel ont été des piliers essentiels dans ma poursuite de mes rêves. Merci pour ton amour et tes encouragements constants.

À mes chers parents mes guides et mes soutiens les plus solides. Merci pour votre soutien indéfectible et votre confiance en moi.

À mes tantes bien-aimées Rosa, Tassadit, Ouiza et Nadia qui ont toujours été présentes pour moi avec leur affection et leur soutien précieux, je vous adresse mes remerciements sincères.

À mes chères sœurs, Farida et Dehbia, qui ont partagé avec moi des moments de joie, de complicité et de soutien mutuel. Votre amour, votre amitié et votre soutien ont été essentiels pour surmonter les défis de ce parcours.

À mes frères, Younes et Ghiles, qui ont toujours été là pour moi avec leur soutien et leur camaraderie, je vous adresse mes plus sincères remerciements. Votre présence et vos encouragements ont été une source de motivation constante.

Enfin, à mes oncles Mohamed et Saïd, merci pour vos encouragements et votre présence bienveillante dans ma vie.

## مُلخَص

لأسباب اقتصادية وبيئية، يثير استخدام ألياف النباتات كتعزيز للمركبات اهتمامًا متزايدًا، خاصة في البلدان النامية. في الجزائر، على وجه الخصوص، توجد إمكانات هامة للألياف الطبيعية مثل الألفا والدوم والديس. يمكن لهذه المركبات أن تحل محل المركبات التي تستخدم أليافًا اصطناعية. ومع ذلك، يعد العيب الرئيسي للألياف الطبيعية المستخدمة كتعزيز هو طبيعتها المائية التي تضعف المركبات مع مرور الوقت.

في هذا السياق، يركز هذا المشروع البحثي على تقييم الخصائص الميكانيكية للمواد المركبة ذات الألياف الطبيعية باستخدام تقنيات تدميرية (مثل اختبار الشد والانحناء) وتقنيات غير تدميرية (مثل اختبار الموجات فوق الصوتية). ولتحقيق ذلك، ستتم إعداد لوحات مركبة تحتوي على أنواع مختلفة من التعزيزات الطبيعية (الحلفاء والديس والدوم). بالإضافة إلى ذلك، سيتم إجراء اختبار امتصاص الماء لتحديد تأثير تفاعلها في الماء على هذه الخصائص. أظهرت النتائج أن المركب الذي تم تحضيره باستخدام ألياف الدوم يعرض أفضل الخصائص الميكانيكية ومقاومة جيدة لامتصاص الماء. أظهرت قياسات الموجات فوق الصوتية القدرة على اكتشاف انخفاض الخصائص الميكانيكية من خلال الاختبار غير التدميري، مما يسهل كثيرًا التحكم السريع والفعال.

**الكلمات الرئيسية:** ألياف نباتية قصيرة، مركبات، توصيف تدميري، توصيف غير تدميري، ألياف حلفاء، ألياف دوم، ألياف دييس.

## Abstract

For economic and environmental reasons, the use of plant fibers as reinforcement in composites is gaining increasing interest, especially in developing countries. Algeria, in particular, has a significant potential for natural fibers such as Alfa, Doum, and Diss. These composites have the potential to replace synthetic fiber-based composites. However, the main drawback of using natural fibers as reinforcements is their hydrophilic nature, which weakens the composites over time.

In this context, this research project focuses on the evaluation of the mechanical properties of natural fiber composites using both destructive techniques (such as tensile and flexural tests) and non-destructive techniques (such as ultrasonic testing). To achieve this, composite plates with different types of natural reinforcements (Alfa, Diss, and Doum) will be fabricated. Additionally, water absorption testing will be conducted to determine the effect of aging on these properties. The results have demonstrated that the composite fabricated with Doum fibers exhibits the best mechanical characteristics and good resistance to water absorption. Ultrasonic measurements have shown the ability to detect the decrease in mechanical properties through non-destructive testing, which greatly facilitates quick and efficient quality control.

**Keywords :** Short vegetable fibers, Composites, Destructive, characterization, Non-destructives, Alfa fibers, Doum fibers, Diss fibers.

## **Résumé**

Pour des raisons économiques et environnementales, l'utilisation des fibres végétales comme renfort aux composites suscite un intérêt croissant surtout dans les pays en voie de développement. En effet, L'Algérie possède un potentiel important de fibres naturelles tel que : l'Alfa, le Doum et le Diss. Ces composites pourraient potentiellement remplacer les composites à base de fibres synthétiques. Cependant, le principal inconvénient des fibres naturelles utilisées comme renforcements est leur nature hydrophile qui afaibli le composites par vieillissement.

Dans ce contexte, ce projet de mémoire porte sur l'évaluation des propriétés mécaniques des matériaux composites à fibres naturelles par le biais de techniques destructives (test de traction et flexion) et non destructives (test par onde ultrasonore). Pour y parvenir, des plaques en composites avec différents types de renforts naturels seront élaborées (Alfa Diss et Doum). En second lieu, le test d'absorbation d'eau permettra de déterminer l'effet du vieillissement sur ces propriétés. Les résultats ont démontré que le composite élaboré avec des fibres Doum présente les meilleures caractéristiques mécaniques et une bonne résistance à l'absorption d'eau. Les mesures par ultrason ont montré que on peut détecter la diminution des propriétés mécanique par des teste non destructive, ce qui facilite considérablement le contrôle rapide.

**Mots Clés :** Fibres végétales courtes, Composites, Caractérisation, destructives, non destructives, Fibre Alfa, Fibres Doum, Fibres Diss.

# Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale ..... 14

## **1. Chapitre 1 : Généralités sur les matériaux composites ..... 16**

1.1 Introduction ..... 17

1.2 Définition ..... 17

1.3. Constitution des matériaux composites..... 19

1.4 Classification des matériaux composites ..... 21

1.5. Procédés de mise en œuvre des matériaux composites..... 24

1.5.1 Moulage sans pression ..... 24

1.5.2 Moulage sous vide ..... 25

1.5.3 Moulage par compression ..... 25

1.5.4 Moulage en continue ..... 25

1.5.5 Moulage par pultrusion ..... 25

1.5.6 Moulage par centrifugation ..... 26

1.5.7 Moulage par enroulement filamentaire ..... 26

1.6 Application des matériaux composites ..... 27

## **2. Chapitre 2 : Généralités sur les matériaux composites à fibre naturelles**

..... **28**

2.1 Introduction ..... 29

2.2 Classification des fibres naturelles ..... 29

2.3 Morphologie des fibres naturelles ..... 30

2.4 Structure de la fibre naturelle ..... 30

2.5 Composition des fibres naturelles ..... 31

2.6 Caractéristiques et propriétés des fibres naturelles ..... 32

2.7 Extraction des fibres naturelles..... 33

2.8 Traitement des fibres ..... 34

2.8.1 Traitements chimiques ..... 34



2.8.2 Traitements physiques .....	35
2.9- Fibres végétales en Algérie .....	35
2.10. Etat de l'art .....	37
2.10.1 Incorporation des fibres Alfa dans les matériaux composites .....	37
2.10.2 Incorporation des fibres Diss dans les matériaux composites .....	40
2.10.3 Incorporation des fibres de Doum dans les matériaux composites .....	41
2.11. Vieillessement des composites biosourcés .....	45
2.11.1 Introduction .....	45
2.11.2 Processus d'absorption d'eau par les composites .....	47
2.11.3 Effet du vieillissement sur les propriétés des composites .....	47
2.12 Application des composites à fibres naturelles .....	49
<b>3. Chapitre 3 : Partie expérimentale .....</b>	<b>51</b>
3.1 Introduction .....	52
3.2 Matériaux utilisés .....	52
3.2.1 La matrice .....	52
3.2.2 Les fibres .....	52
3.3 Préparation des fibres et traitements chimiques .....	53
3.4 Elaboration des composites à fibres naturelles .....	55
3.5 Méthodes de caractérisation de composites élaboré.....	56
3.5.1. Caractérisation par méthode destructif :.....	56
3.5.1.1 Essai de traction .....	56
3.5.1.2 Essai de flexion .....	56
3.5.1.3 Essai de la dureté .....	59
3.5.2. Caractérisation non destructif.....	59
3.5.2.1 Caractérisation microstructural .....	59
3.5.2.1.1 Microscopie Optique (MO) .....	59
3.5.2.1.2 Le microscope électronique à balayage (MEB) .....	60
3.5.2.2 Caractérisation mécanique par ultrasons .....	61
3.5.2.3 Caractérisation avec ATR.....	62

<b>4. Chapitre 4 : Résultats et discussions .....</b>	<b>63</b>
4.1 Introduction .....	64
4.2 Caractérisation des fibres .....	64
4.2.1 Analyse des fibres par ATR .....	64
4.2.2 Caractérisation mécanique des fibres en traction .....	66
4.3 Caractérisation des biocomposites élaboré .....	69
4.3.1. Mesure de densité.....	69
4.3.2. Analyses microstructurale et calcule de porosité.....	70
4.3.3. Essai de traction .....	72
4.3.4. Observation des faciès de rupture en traction avec MEB .....	75
4.3.5. Essai de flexion .....	75
4.3.6. Observation des faciès de rupture en flexion.....	77
4.3.7. Caractérisation par ultrasons .....	77
4.3.8. Essai de dureté .....	79
4.4 Etude de vieillissement .....	81
4.4.1. Introduction .....	81
4.4.2 Analyse macrostructurale .....	82
4.4. 3 Teste de Traction .....	82
4.4.4 Teste de flexion.....	84
4.4.5 Analyse par les ultrasons .....	86
Conclusion générale .....	87
Références bibliographiques.....	89

## Listes des tableaux

<b>Tableau 2.1</b> : Composition chimique de quelques plantes à fibres naturelles .....	32
<b>Tableau 2.2</b> : Caractéristiques mécaniques des fibres naturelles.....	33
<b>Tableau 2.3</b> : Propriétés mécanique de fibre Alfa comparée aux autres fibres.....	39
<b>Tableau 3.1</b> : Pourcentage de produits utilisés .....	55
<b>Tableau 4.1</b> : Densité des différents composites .....	69
<b>Tableau 4.2</b> : caractéristiques mécaniques des composites avec les ultrasons .....	78

## Liste des figures

Figure 1.1:Composition d'un matériaux composite.....	18
Figure 1.2:Classifications des matrices. ....	18
Figure 1.3:Classification des renforts. ....	19
Figure 1.4: Fibres utilisé comme renfort pour matrice polymère; a) fibre de verre fibres b) fibre du carbone c) fibre d'aramide d) fibre de céramique e) fibre naturelle. ....	20
Figure 1.5: Classification des composites.....	22
Figure 1.6: Structure de composite monocouche. ....	22
Figure 1.7 : Structure de composite stratifié. ....	22
Figure 1.8 : Structure de composite Sandwich.....	23
Figure 1.9: Microstructure et exemple d'application des composites à matrice polymère (a), métallique (b), et céramique (c) . ....	23
Figure 1.10 : Les procédés de mise en œuvre (a)Moulage au contacte (b)Moulage par projection (c)Moulage sous vide (d)Moulage par injection par in injection f) Moulage en continue g) Moulage par centrifugation h) Moulage par enroulement.....	26
Figure 1.11:Exemple d'application des matériaux composites a) dans architecture des bâtiments b)dans l'automobile c)dans la santé d)en aéronautique .....	27
Figure 2.1:Classification des fibres naturelles en fonction de leur origine .....	29
Figure 2.2:Structure tridimensionnelle de la paroi d'une cellule de fibre. ....	30
Figure 2.3:Processus d'extraction des fibres végétales. ....	34
Figure 2.4:Carte de la distribution des plantes ,source de fibre en Algérie .....	36
Figure 2.5:Plante Alfa.....	36
Figure 2.6:Plante Diss (Ampélodesmos mauritanicus). ....	37
Figure 2.7:Arbuste de Doum (Hyphaene thebaica). ....	37
Figure 2.8:Micrographie MED de fibres Doum.....	42
Figure 2.9:Variation de l'enthalpie en fonction de la teneur en fibre Doum dans la matrice LDPE. ....	43
Figure 2.10:Résultats expérimentaux de la résistance à la traction et l'allongement à la rupture du PEBD renforcé au Doum. ....	43
Figure 2.11:Energie stockée pour LDPE pur et ses composites. ....	44
Figure 2.12:Effet de l'eau sur l'interface fibre-matrice. ....	46
Figure 2.13:Prise de masse (%).....	46
Figure 2.14:Observation MEB de fibres de lin après immersion dans l'eau à 20°C.....	48
Figure 2.15:Evolution (tonnes métriques) du marché des applications de composites de fibres naturelles entre 2008-2016.....	50
Figure 3.1:Résine et durcisseur. ....	52
Figure 3.2: Photo des fibres utilisées a) tiges Diss b) tiges Alfa c) tiges Doum.....	53
Figure 3.3:Machine de broyage et les fibres après le broyage.....	53
Figure 3.4:Etape de traitement chimique des fibres a) broyage ;b)Immersion des fibres courtes dans NaOH; c) Immersion des fibres longs dans NaOH ; d) Rinçage des fibres ; e) Séchage des fibres dans l'étuve ; f) Les fibres sèches après traitement. ....	54
Figure 3.5:Macrographie des fibres après le traitement. ....	54
Figure 3.6:Elaboration des composites.....	56

Figure 3.7:Machine de traction MTS E45. ....	57
Figure 3.8:Eprouvette de traction. ....	57
Figure 3.9:a)Machine de flexion b)éprouvette de flexion. ....	58
Figure 3.10:Micro-duromètre utilisé. ....	59
Figure 3.11:Microscope optique Nikon ECLIPSE LV 100ND(a) et microscope stéréoscopique Nikon SMZ745(b). ....	60
Figure 3.12:(a) Microscope MEB et (b) interaction électron matière. ....	61
Figure 3.13:Mesure des propriétés mécaniques par ultrasons par contact. ....	62
Figure 3.14:ATR Spectromètre CARY 630.....	62
Figure 4.1 : Spectre infrarouges de la fibre Doum.....	64
Figure 4.2 : Spectre infrarouges de la fibre Alfa. ....	65
Figure 4.3.: Spectre infrarouges de la fibre DISS .....	65
Figure 4.4: Préparation de l'échantillon. ....	66
Figure 4.5: Essais de traction sur les tiges des fibres naturelles. ....	67
Figure 4.6 : Courbes de traction des tiges d'Alfa, Diss et Doum.....	67
Figure 4.7 : Contrainte maximale (a) et module de Young (b) des tiges étudiées. ....	68
Figure 4.8: Photos et images optiques des trois composites obtenus. ....	70
Figure 4.9 : Calcul de la porosité par le logiciel CorelDraw .....	71
Figure 4.10 : Pourcentage de porosité dans les trois composites. ....	71
Figure 4.11: Éprouvettes de traction .....	72
Figure 4.12: Dispositif de traction.....	72
Figure 4.13: Courbe de traction .....	73
Figure 4.14 : a) Résistance maximale en traction b) Module de Young.....	73
Figure 4.15: Observations au MEB des faciès de rupture en traction. ....	75
Figure 4.16: Courbe de Flexion. ....	76
Figure 4.17: a) Résistance maximale en Flexion b) Module de Flexion.....	76
Figure 4.18: Faciès de rupture en flexion : a) Composite EPOXY-Alfa b) Composite EPOXY-Diss c) Composite EPOXY-Doum. ....	77
Figure 4.19: Courbes des mesures des ondes longitudinales et transversales .....	78
Figure 4.20 : Module de Young mesuré par ultrasons.....	79
Figure 4.21: Mesure de dureté. ....	80
Figure 4.22: Vieillessement par absorption d'eau : photos macroscopique des trois échantillons après l'immersion dans l'eau.....	81
Figure 4.23: Comparaison des courbes de traction 0J et 30J a) courbe de traction de composite Epoxy-Alfa a) courbe de traction de composite Epoxy-Diss a) courbe de traction de composite Epoxy-Doum.....	82
Figure 4.24: a)Comparaison de la résistance maximale en traction entre 0J et 30J b) Comparaison de module de young entre 0J et 30J.....	83
Figure 4.25: Comparaison des courbes de flexion 0J et 30J a) courbe de flexion de composite Époxy-Alfa a) courbe de flexion de composite Epoxy-Diss a) courbe de flexion de composite Époxy-Doum. ....	84
Figure 4.26 : a) Comparaison de la résistance maximale en flexion entre 0J et 30J b) Comparaison de module de flexion entre 0J et 30J.....	85
Figure 4.27: Comparaison du module de Young mesuré par les ultrasons.....	86

## Liste des abréviations

<b>Acronyme</b>	<b>Signification</b>
<b>DSC</b>	Calorimétrie différentielle à balayage.
<b>PAN</b>	Polyacrylonitrile.
<b>NTFD</b>	Fibres Diss traités par NaOH
<b>STFD</b>	Fibres Diss traités par Silane
<b>LDPE</b>	Polyéthylène à basse densité.
<b>PLA</b>	L'acide polylactique.
<b>PP</b>	Polypropylène.
<b>MEB</b>	Microscope électronique à balayage.

# **Introduction générale**

## Introduction générale

L'intégration de fibres végétales dans les matériaux composites en remplacement des fibres synthétiques suscite un intérêt considérable dans la recherche et les applications, principalement en raison de leur contribution neutre aux émissions de CO<sub>2</sub>. Cette tendance s'explique par la volonté de réduire la consommation d'énergie, un enjeu majeur pour faire face à la pénurie des ressources énergétiques fossiles et au problème du changement climatique dans le monde. En effet, lors de la combustion ou de la biodégradation de ces plantes, la quantité de CO<sub>2</sub> libérée dans l'atmosphère est équivalente à celle qu'elles ont absorbée pendant leur croissance. L'utilisation de ces matériaux bio-composites offre donc un avantage environnemental significatif en réduisant les émissions de gaz à effet de serre. De plus, ces matériaux renouvelables présentent également des avantages économiques, tels que des coûts de production réduits par rapport aux matériaux synthétiques et à une disponibilité accrue des ressources. Ainsi, l'utilisation des bio-composites favorise une approche plus durable, contribuant à la préservation de l'environnement et offrant des opportunités économiques intéressantes [1].

En plus des avantages mentionnés précédemment, les fibres végétales offrent d'autres atouts importants tels que leur biodégradabilité et leur caractère renouvelable. De plus, ces fibres naturelles ont une densité réduite par rapport aux fibres synthétiques, tout en présentant des propriétés spécifiques comparables à celles des fibres de verre, par exemple. Cependant, leur nature hydrophile et la diversité de leurs propriétés mécaniques peuvent limiter leur utilisation en tant que renfort dans les matériaux composites, en particulier lorsqu'ils sont associés à une matrice hydrophobe. Cette situation soulève la question de la compatibilité entre le renfort et la matrice, et nécessite une approche adaptée pour assurer une liaison efficace entre les deux composants. Malgré ces défis, l'utilisation des fibres végétales dans les bio-composites présente de nombreux avantages environnementaux et économiques, justifiant ainsi la poursuite des recherches et des développements dans ce domaine [2].

L'Algérie dispose d'un potentiel important de fibres naturelles telles que l'Alfa, le Doum et le Diss, qui permettent de réduire les coûts de fabrication des matériaux composites et de proposer des produits locaux compétitifs pour diverses applications. Ces fibres naturelles offrent un compromis optimal entre les propriétés mécaniques et les propriétés de durabilité environnementale.



À la lumière de ce qui précède, ce projet de mémoire vise à évaluer les propriétés mécaniques des matériaux composites à fibres naturelles en utilisant des techniques destructives telles que les tests de traction et de flexion, ainsi que des techniques non destructives telles que les tests par onde ultrasonore. Pour ce faire, des plaques de composites avec différents types de renforts naturels (Alfa, Diss et Doum) seront fabriquées. Dans un second temps, le test d'absorption d'eau sera effectué pour déterminer l'effet du vieillissement sur ces propriétés. Enfin, une étude comparative des techniques de caractérisation et des types de renforts sera réalisée.

Le mémoire est structuré en quatre parties distinctes :

1. Une étude bibliographique approfondie sur les matériaux composites en général, portant sur leur composition (matrices et renforts), leur classification, les procédés de fabrication et leurs applications.
2. Une partie dédiée aux composites à fibres naturelles, mettant l'accent sur l'état de l'art de ces matériaux en termes de composition des fibres, de traitements et de caractéristiques mécaniques.
3. Une section détaillant le travail expérimental, comprenant la préparation des échantillons et l'utilisation du matériel nécessaire pour les différentes caractérisations à effectuer.
4. Une analyse et une discussion des résultats obtenus lors des travaux expérimentaux. Ces résultats seront également comparés aux résultats d'études antérieures, permettant ainsi de conclure le travail et de fournir des perspectives pour de futures recherches.

En conclusion, ce mémoire se concentre sur l'évaluation des propriétés mécaniques des matériaux composites à fibres naturelles, en utilisant une combinaison de techniques destructives et non destructives. Les différentes parties du mémoire permettront de consolider les connaissances sur les composites à fibres naturelles, d'analyser les résultats expérimentaux obtenus et de proposer des orientations pour les études futures dans ce domaine.

# **Chapitre 1 : Généralités sur les matériaux composites**

## 1.1. Introduction

Présents dans presque tous les domaines industriels, les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans la production de composants structuraux de différentes tailles dans de nombreux domaines industriels tels que l'aéronautique, la construction automobile, le génie biomédical, et bien d'autres.

Depuis leur création dans les années 1930, les matériaux composites ont contribué au développement de notre technologie. Grâce à eux, la consommation des véhicules de transport a été considérablement réduite. Le nautisme s'est démocratisé, les voitures de course sont devenues plus rapides et l'Airbus A380 a pu décoller.

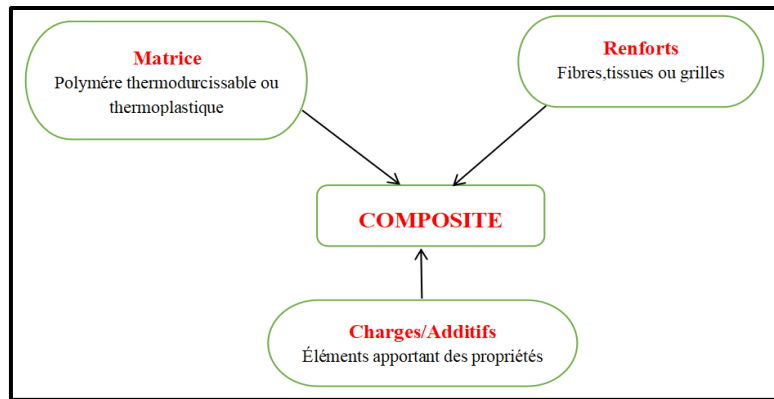
Les matériaux composites sont connus pour leur légèreté et leur facilité de mise en œuvre. Leur résistance mécanique, physique et chimique qui offrent un large éventail de possibilités en termes d'utilisation, de conception, de géométrie et d'intégration fonctionnelle. Parfaitement adaptés à tous les environnements, même les plus rudes, ils s'intègrent parfaitement dans notre vie quotidienne.

L'industrie automobile reste un domaine de recherche majeur pour les composites. À ce jour, plus de 30 000 tonnes de plastiques et de composites sont utilisées pour la fabrication des pièces de carrosserie, notamment les pare-chocs, les ailes, les portes latérales, les ouvrants arrières, les éléments sous le capot, etc [3, 4].

## 1.2. Définition

Les matériaux composites sont constitués de deux matériaux ou plus, qui possèdent des caractéristiques individuelles, et la performance combinée de ces matériaux dépasse celle des composants individuels. Généralement, ils se composent d'un matériau de renforcement, tel qu'une fibre, qui constitue la phase discontinue, étant plus rigide et résistante, et qui est incorporée dans ce qu'on appelle une matrice, constituant la phase continue tel que défini dans la figure 1.1. Le rôle de cette dernière est de supporter la charge externe et de transférer les contraintes entre les fibres, tout en les protégeant contre les dommages causés par de grands changements.

Les matériaux composites sont utilisés dans divers secteurs, et chaque secteur a ses propres exigences. Des phases supplémentaires peuvent être ajoutées en utilisant des produits chimiques, afin d'améliorer les propriétés des matériaux composites, comme leur résistance au vieillissement ou au feu, ou encore pour agir comme un additif favorisant la liaison entre les phases principales [5].



**Figure 1.1:**Composition d'un matériaux composite [4].

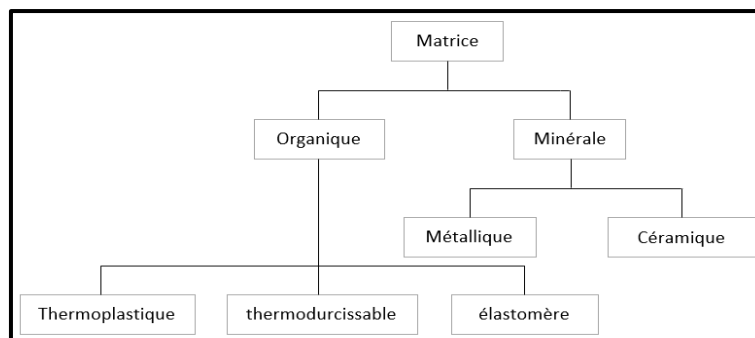
## 1.3. Constituants des composites

**1.3.1. Matrice :** joue un rôle important dans la construction de pièces composites.

- Ils maintiennent la disposition géométrique des fibres.
- Ils apportent des propriétés chimiques et thermiques aux matériaux composites.
- Ils transmettent des contraintes mécaniques.

Nous pouvons diviser les différents types de matrices (figure 1.2) dans les catégories suivantes :

- Matrice thermodurcissable : les matrices polyesters, les matrices époxydes, les matrices vinylesters, les matrices polyuréthanes.
- Matrice thermoplastique.
- Matrice métallique
- Matrice biodégradable.



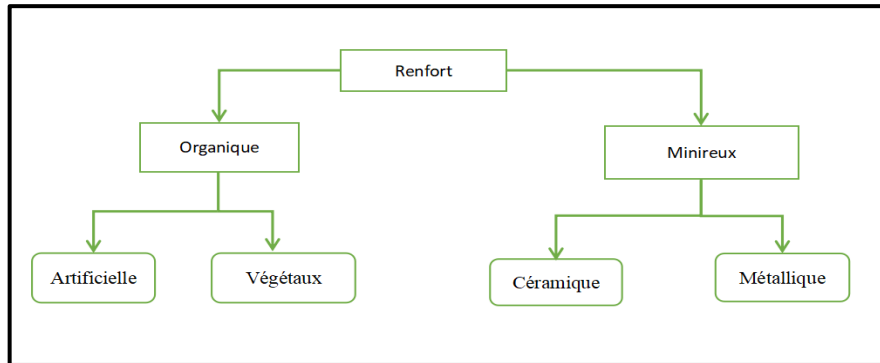
**Figure 1.2:**Classifications des matrices.

## 1.3.2. Additifs

Les charges et additifs sont des matériaux sous forme d'origine minérale, végétale, synthétique ou organique poudre ou fibreuse, chimiquement pure et inerte vis-à-vis des résines. Mélangés à des résines, ils apportent nouvelles propriétés et propriétés modifiées du produit fini.

### 1.3.3. Renforts

Le renfort assure les propriétés mécaniques du composite, c'est le squelette ou l'armateur du matériau composite, il contribue à améliorer la résistance mécanique à la traction, la rigidité des matériaux et se présente sous forme filamentaire. Il y a deux types de renforts organique et minéraux (figure 1.3)[4].



**Figure 1.3:** Classification des renforts.

a-renforts particulaires : la matrice est renforcée par une phase dispersée de particules, ce sont généralement des inclusions granuleuses, lamellaires ou aciculaires. Les composites renforcés de particules sont utilisés dans des applications spécifiques ou dans des produits de consommation.

b-renforts à fibre discontinue : la matrice est renforcée par une phase dispersée de fibres courtes dont la longueur est inférieure à 100 fois leur diamètre. Ils sont assemblés en nappes appelées mâts, représentant environ 30 % du volume de fibres entrantes.

c- renforts à fibre continue : la matrice est renforcée par une phase dispersée de fibres longues. Dans ce type de renfort, la matrice n'est présente que pour assurer la cohésion du composant et assurer la résistance aux efforts qui diffèrent de la direction des fibres.

### 1.3.4. Fibres

Les fibres sont produites sous forme de filaments par un processus de filage/étirage continu, ils sont ensuite enduits d'un produit chimique de liaison approprié pour protéger la surface du filament lors de tout traitement et manipulation ultérieure, et pour assurer un bon lien d'interface avec la matrice. Les filaments sont regroupés en mèches (pour la fibre de verre) ou en câble (pour fibre de carbone), il existe différents types de fibres figure 1.4 :

a) Les fibres de verre ont un excellent rapport performance/prix, ce qui en fait un leader parmi

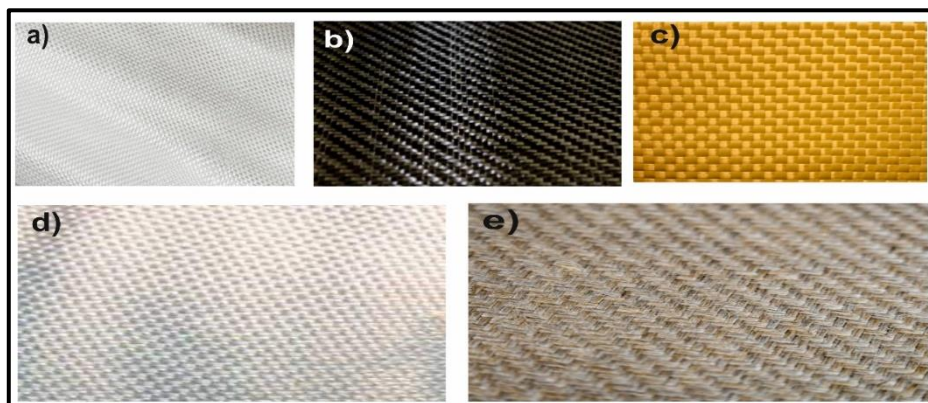
les matériaux de renforcement actuellement utilisés dans la construction de structures composites.

b) Les fibres de carbone ont des propriétés mécaniques très solides et sont fabriquées à partir d'un polymère de base appelé précurseur. Actuellement, les fibres utilisées comme précurseurs sont fabriquées à partir de Polyacrylonitrile (PAN). La qualité de la fibre de carbone finale dépend en grande partie de la qualité du précurseur. En principe, le PAN subit un traitement thermique sans fusion des fibres conduisant à la graphitisation. Par ailleurs, les résidus de raffinerie de pétrole ou de charbon peuvent également être utilisés pour produire de la fibre de carbone.

c) Les fibres d'aramide possèdent des propriétés mécaniques de haute résistance similaires à celles du carbone, mais elles ont une faible résistance en compression. Une faible résistance mécanique en compression est souvent attribuée à une mauvaise adhérence entre la fibre et la matrice dans les composites. Pour résoudre ce problème, différentes tailles de fibres peuvent être utilisées. La faiblesse des composites à fibres aramides peut également être compensée par l'utilisation de composites à fibres hybrides.

d) Les fibres céramiques sont généralement constituées d'un renfort et d'une matrice en céramique. Les fibres sont produites par dépôt chimique en phase vapeur sur des fils de support. Ces fibres sont utilisées dans des applications nécessitant une très haute température, entre 500 °C et 2 000 °C. Ces matériaux sont particulièrement utilisés pour les composants moteurs à haute température. Quelques exemples de fibres céramiques sont les fibres de carbure de silicium et les fibres de bore.

e) Les fibres naturelles sont d'origine animale (soie, laine), végétale (coton, kéraf, chanvre, lin) ou minérale (amiante, laine de verre, basalte). Ces matériaux sont utilisés dans l'industrie automobile ou dans le génie civil pour des applications présentant un fort aspect écologique [6].



**Figure 1.3:** Fibres utilisé comme renfort pour matrice polymère; a) fibre de verre fibres b) fibre du carbone c) fibre d'aramide d) fibre de céramique e) fibre naturelle[7].

## 1.4. Classification des matériaux composites

### 1.4.1. Classé selon l'utilité

Les matériaux composites sont classés en fonction de leur utilité, ils ont été divisés en deux grandes catégories : les composites à grande diffusion et les composites haute performance.

- **Matériaux composites à grande diffusion**

Les matériaux composites grande diffusion détiennent 95% des parts de marché des matériaux composites utilisés. Ce sont généralement des plastiques renforcés ou des plastiques armés, avec un taux de renforcement de 30%. Dans 90% des cas, l'anisotropie n'est pas maîtrisée car le renforcement est constitué de fibres courtes [8].

- **Matériaux composites hautes performances**

Ces composites sont généralement constitués de fibres de haute résistance, telles que les fibres de carbone ou d'aramide, associées à une matrice de résine spéciale, telle que l'époxy ou le polyamide. Ils offrent une résistance mécanique élevée, une rigidité supérieure, une faible densité et une excellente résistance aux températures élevées. En raison de leurs performances supérieures, ces matériaux sont utilisés dans des domaines tels que l'aérospatiale, les sports de haute performance, l'industrie militaire et d'autres applications nécessitant des performances exceptionnelles [6].

### 1.4.2. Classé selon la forme du renfort

- **Composites renforcés par des fibres**

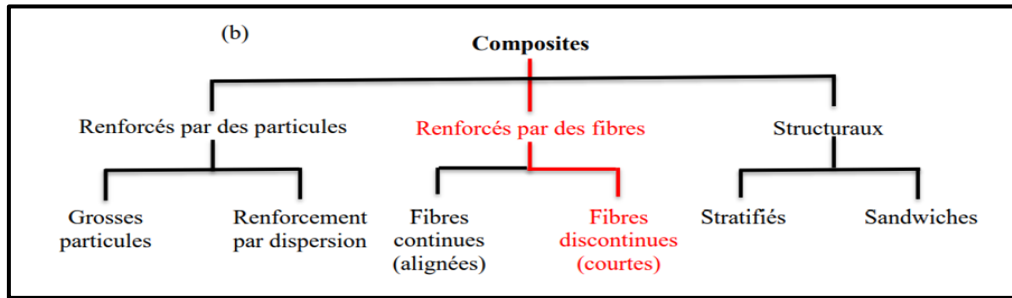
Les renforts sont plus durs que les matrices, ils améliorent la résistance à la traction et rigidité des matériaux composites ils se trouvent sous la forme filamenteuse.

Les fibres utilisées sont soit sous forme continue, ou sous forme discontinue (coupée, raccourcie, etc.), leurs dispositions et directions conduit à des propriétés mécaniques précises des matériaux composites, pour obtenir des matériaux allant des matériaux fortement anisotropes aux matériaux isotropes dans un plan. La fibre la plus connue est la fibre de verre, qui a un bon rapport qualité/prix et une utilisation généralisée, alors que la fibre de carbone est généralement conçue pour les composites haute performance [9].

- **Composites renforcés par particules**

Un composite est considéré comme étant à base de particules lorsque le renfort est présent sous forme de particules, contrairement aux fibres qui ont une dimension privilégiée. Les composites à base de particules sont couramment utilisés pour améliorer certaines

propriétés mécaniques des matériaux ou de la matrice, telles que la rigidité, la résistance à la température et l'abrasion [8].

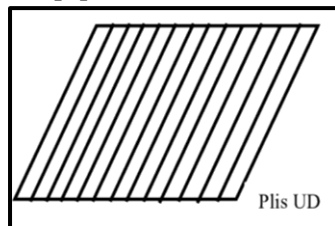


**Figure 1.4:** Classification des composites [10].

### 1.4.3. Classé selon la structure

- **Monocouches**

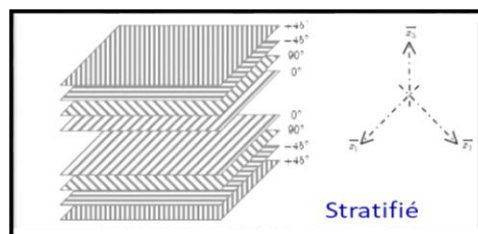
Les monocouches représentent l'élément de base de la structure composite (figure 1.6). Les différents types de monocouches sont caractérisés par la forme du renfort : à fibres continue, à fibres courtes, fibres tissés et mat [7].



**Figure 1.5:** Structure de composite monocouche [11].

- **Stratifiés**

Un stratifié est constitué d'un empilement de monocouches ayant chacune une orientation propre par rapport à un référentiel commun aux couches et désigné comme le référentiel du stratifié telle que montré sur la figure 1.7. Le choix de l'empilement et plus particulièrement des orientations permettra d'avoir des propriétés mécaniques spécifiques [12].



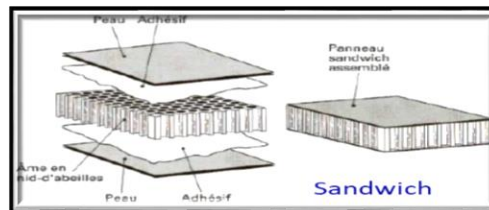
**Figure 1.6 :** Structure de composite stratifié [13].

- **Sandwichs**

Ce sont des matériaux composés de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur enveloppant une âme (ou cœur) de forte épaisseur et faible résistance (figure



1.8). L'ensemble forme une structure d'une grande légèreté. Le matériau sandwich possède une grande rigidité en flexion et c'est un excellent isolant thermique.



**Figure 1.7 :** Structure de composite Sandwich [14].

### 1.4.4. Classé selon la nature de constituants

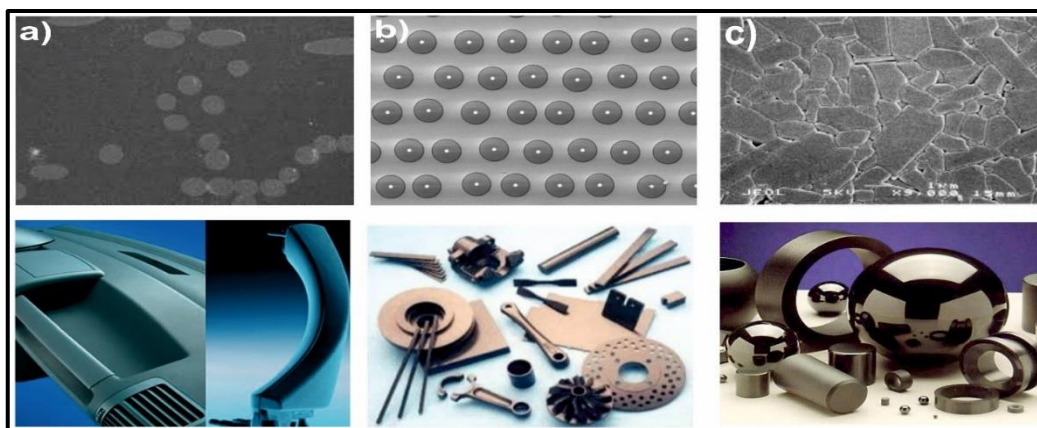
Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés suivant des composites à :

- **Composite à matrice organique**

Les matrices organiques sont largement utilisées dans l'industrie en raison de leur facilité de manipulation et de leur coût de production abordable. Bien qu'elles aient un module et une résistance à la traction relativement faible, elles sont adaptées à l'imprégnation des renforts. Les composites à matrice polymère offrent un potentiel élevé pour la fabrication de pièces mécaniquement performantes et aux formes complexes [15].

- **Composite à matrices métalliques et céramiques**

Les composites à matrice céramique (figure 1.9-C) et à matrice carbone sont en plein essor, avec des applications respectives pour les températures élevées (<500°C) et très élevées (<1000°C). Ces matrices sont généralement associées à des fibres de carbure de silicium (SiC) ou de carbone. Leurs propriétés attrayantes en termes de module d'élasticité, de résistance mécanique et de résistance à la température en font des matériaux idéaux pour la fabrication de pièces nécessitant des performances élevées dans ces domaines [16].



**Figure 1.8:** Microstructure et exemple d'application des composites à matrice polymère (a), métallique (b), et céramique (c) [17, 18].

## 1.5. Méthodes de mises en œuvre

On peut dire que l'élaboration est la transformation des matériaux d'un état à un autre. Il y a par la suite plusieurs types de techniques d'élaboration des matériaux composites disponibles (figure 1.10), elles consistent à élaborer les pièces en matériaux composites par couches successives comportant matrice et renfort. Cette technique appelée stratification, conduisant à l'élaboration de stratifiés.

### 1.5.1. Moulage sans pression

Les méthodes de moulage à froid et sans intervention d'une presse sont les méthodes les plus simples à mettre en œuvre. Ces méthodes permettent la réalisation de pièces en petites et moyennes séries, sans restriction de formes et dimensions.

#### 1.5.1.1. Moulage au contact

Ce procédé entièrement manuel permet la réalisation de pièces de différentes tailles aux formes simples ou complexes. Idéal pour la réalisation et la réparation de moules, prototypes, il nécessite peu de moyens et permet la production de petites à moyennes séries. Les pièces sont fabriquées à partir de moules ouverts définis à température ambiante sans pression.

#### 1.5.1.2. Moulage par projection simultanée

Rapide et facile à mettre en œuvre, il nécessite l'utilisation d'une machine de projection assurant la découpe du fil, l'imprégnation et sa projection sur le moule. La projection simultanée est réalisée dans un moule ouvert préalablement enduit d'un agent de démoulage et d'un gelcoat en couche de surface. La couche projetée épousant parfaitement les formes du support, elle est alors compactée à l'aide d'un d'égoutteur.

### 1.5.2. Moulage sous vide

Le moulage sous vide consiste à utiliser simultanément le vide et la pression atmosphérique. Après enduction de Gelcoat, on dispose le renfort sur un moule rigide, puis on coule la matrice. Une pompe à vide crée une dépression à travers le moule et le contre-moule poreux, qui étale et débulle la résine. Il permet d'obtenir de bonnes qualités mécaniques, grâce à une proportion de résine uniforme et à une diminution des inclusions d'air.

### 1.5.3. Moulage par compression

#### 1.5.3.1. Moulage par injection de résine

Le moulage consiste, par injection de résine sous pression, à imprégner un renfort placé à l'intérieur d'un ensemble moule et contre-moule très rigide et fermé. L'alimentation

automatique des résines élimine leur manipulation. La proportion de renfort peut être élevée, d'où l'obtention de pièces à caractéristiques mécaniques élevées.

### **1.5.3.2. Moulage par compression à froid**

Le moulage est effectué à basse pression sans chauffage du moule, en utilisant l'exotherme de polymérisation de la résine. L'énergie calorifique accumulée par le moulage des pièces est alors suffisante pour maintenir le moule à des températures de 50 à 70 °C, en fonctionnement permanent. Ce procédé de moulage est adapté à la fabrication de pièces de moyennes séries. Les pièces possèdent un bel aspect de surface sur chaque face. La productivité est inférieure au moulage à la presse à chaud.

### **1.5.3.3. Moulage par compression à chaud**

Cette technique permet d'obtenir des pièces en grandes séries au moyen de presses hydrauliques et de moules métalliques chauffants. Le temps de pressage est lié au temps de polymérisation de la résine, fonction de la réactivité de la résine et de l'épaisseur de la pièce. Ce procédé de moulage permet d'obtenir des proportions importantes de renfort, et par conséquent des pièces de bonnes caractéristiques mécaniques. Les dimensions des pièces sont fonction de l'importance de la presse. Les cadences de fabrication peuvent atteindre 15 à 30 pièces par heure.

### **1.5.3.4. Moulage par injection**

La méthode de moulage par injection est la méthode la plus répandue des méthodes de mise en œuvre des thermoplastiques armés les autres méthodes étant l'extrusion, l'extrusion soufflage, le thermoformage, etc. Des granulés comportant la résine et le renfort ou des mats pré imprégnés sont extrudés par une vis d'Archimède. Le type de matériaux obtenus est plus généralement appelé « plastiques renforcés » que matériaux composites.

### **1.5.4. Moulage en continu**

Le moulage en continu permet la fabrication de plaques planes, panneaux, sandwiches, de panneaux ondulés pour toitures (figure 1.10.f), plaques nervurées, etc. Ce procédé de moulage en continu peut être entièrement automatisé, et permet alors d'élaborer des plaques ou panneaux en continu.

### **1.5.5. Moulage par pultrusion**

Le procédé de moulage par pultrusion sert pour la fabrication de profilés, rectilignes ou courbes, à section constante, hautement renforcés dans la direction principale. Ce procédé est applicable aux résines thermoplastiques et thermodurcissables. Le procédé est adapté aux

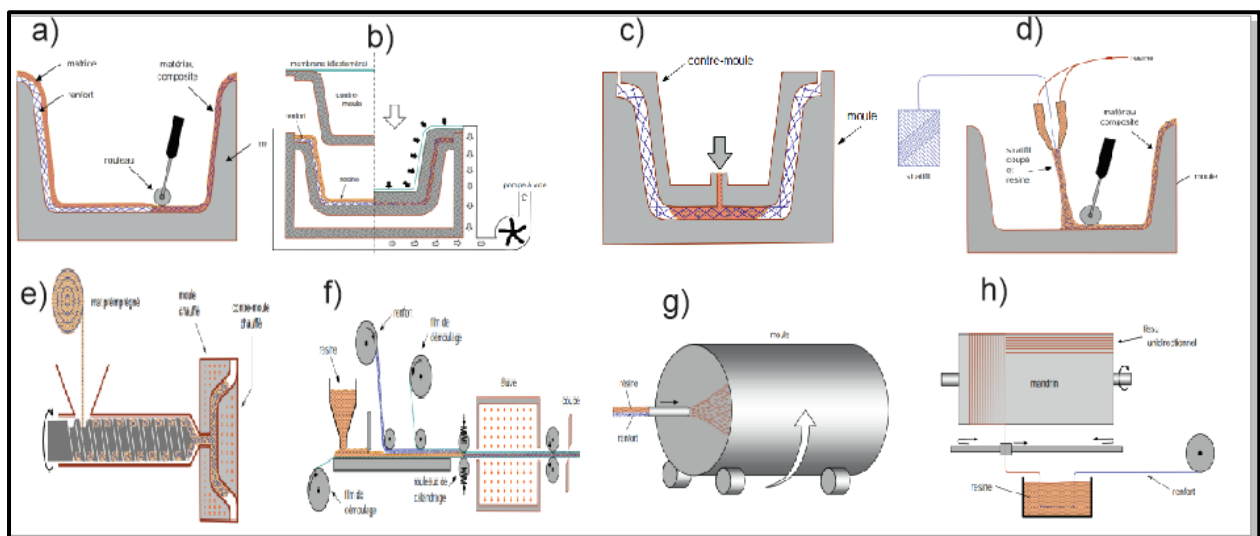
productions d'assez grandes séries.

### 1.5.6. Moulage par centrifugation

Cette technique est réservée au moulage de pièces de révolution, en particulier tubes, tuyaux, cuves, etc. Elle est une extrapolation de la technique de fabrication des tuyaux en fonte ou en béton centrifugé. L'imprégnation du renfort par la résine est réalisée sous l'effet de la centrifugation. La stratification s'effectue par passages successifs de la buse d'alimentation en résine et renfort.

### 1.5.7. Moulage par enroulement filamentaire.

Le renfort (fil continu, ruban, etc.) imprégné de résine catalysée est enroulé avec une légère tension, sur un mandrin cylindrique ou de révolution en rotation. Ce type de moulage est bien adapté aux surfaces cylindriques et sphériques, et permet une conception avancée des pièces permettant donc d'obtenir de hautes caractéristiques mécaniques. L'investissement en matériel est très important [9].



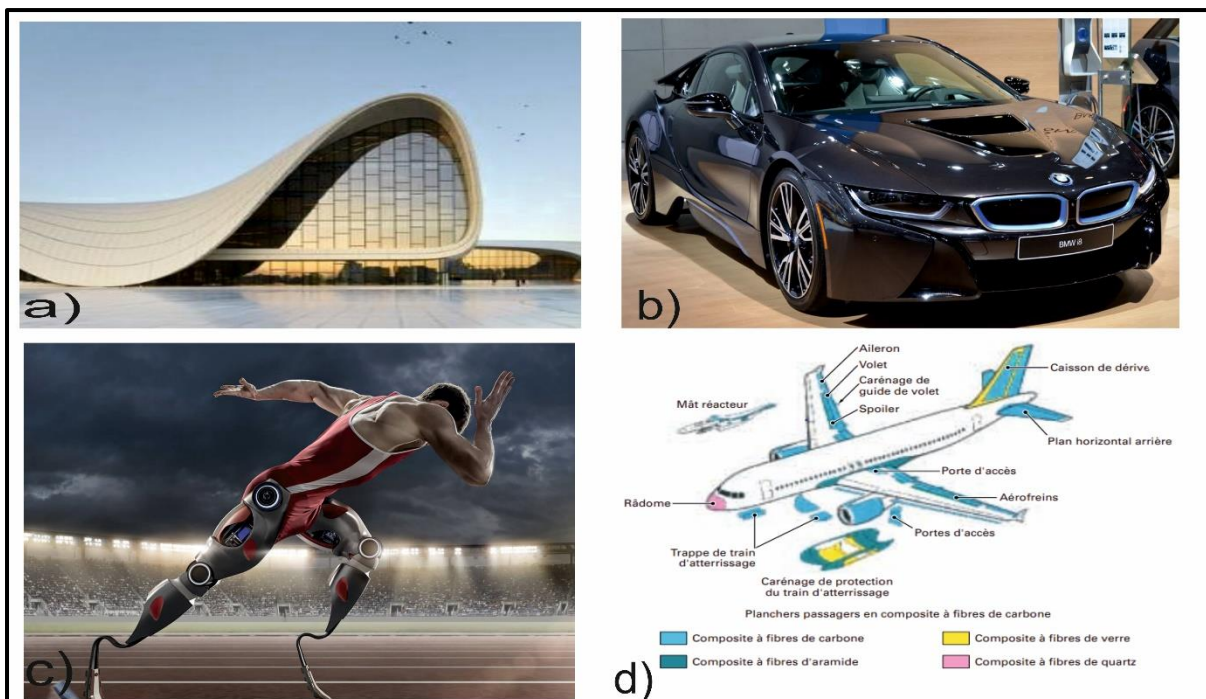
**Figure 1.9 :** Les procédés de mise en œuvre (a)Moulage au contact (b)Moulage par projection (c)Moulage sous vide (d)Moulage par injection f) Moulage en continue g) Moulage par centrifugation h) Moulage par enroulement [9].

## 1.6. Application des matériaux composites

En outre, l'intérêt de ces matériaux réside dans leur anisotropie aisément contrôlable par le concepteur qui peut ainsi ajuster la rigidité et la résistance en fonction des sollicitations extérieures. Ainsi l'immense avantage des matériaux composites est de pouvoir être optimisé pour chaque application : on peut placer le renfort exactement où il est nécessaire. Cette

optimisation résulte en une grande performance de ces matériaux, qui sont souvent de loin les plus légers pour une résistance mécanique spécifiée. Ainsi, on note que les matériaux composites sont surtout utilisés pour des applications où une haute performance est recherchée et où le prix n'est pas le facteur primordial.

- Électricité et électronique.
- Bâtiment et travaux publics.
- Transports routiers, ferroviaires.
- Maritimes.
- Aériens et spatiaux (notamment militaire).
- Santé (instrumentation médicale).
- Sports et loisirs (skis, raquette de tennis, planche à voile,)
- Construction naval [18].



**Figure 1.10:**Exemple d'application des matériaux composites a) dans architecture des bâtiments b)dans l'automobile c)dans la santé d)en aéronautique [19, 20]

## **Chapitre 2 : Généralités sur les matériaux composites à fibres naturelles**

## 2.1. Introduction

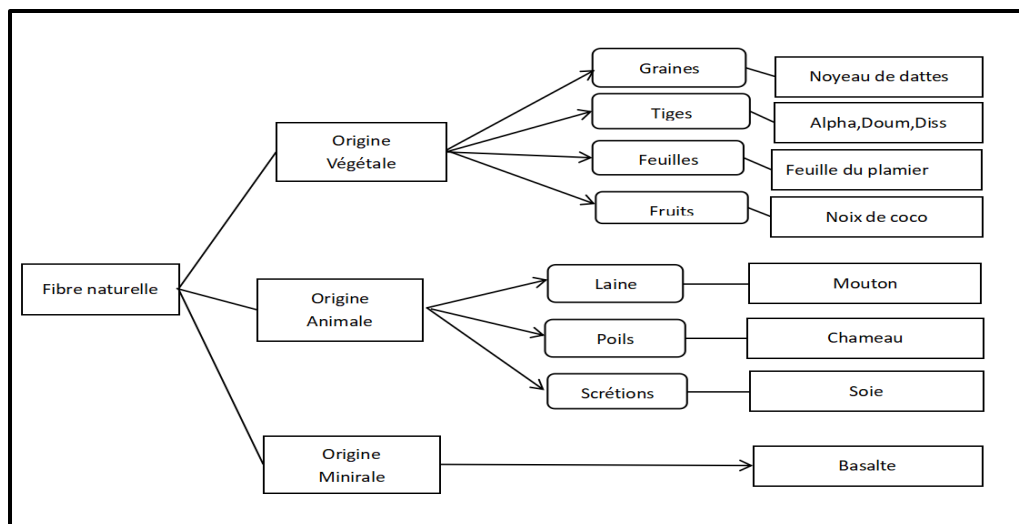
Les réglementations environnementales et la prise de conscience croissante de la nécessité de préserver l'environnement ont incité les chercheurs et les industriels à développer des composites à partir de ressources renouvelables. Cette tendance s'est traduite par l'utilisation de fibres naturelles telles que le bois, le chanvre et le lin comme renforts pour les plastiques, remplaçant ainsi les fibres synthétiques. Le développement des composites renforcés de fibres naturelles a été une réalisation significative dans le domaine des matériaux au cours du siècle dernier. Ces matériaux ont connu des améliorations constantes en termes de performances et offrent des opportunités prometteuses pour l'avenir, notamment en réduisant la dépendance aux produits pétroliers et en répondant à la demande croissante de produits respectueux de l'environnement [21].

L'idée principale derrière l'introduction des fibres naturelles dans les plastiques était de réduire le coût des matières premières et les problèmes environnementaux, tout en produisant des matériaux avec des propriétés acceptables [22].

## 2.2. Classification des fibres naturelles

Comme leur nom l'indique, les renforts d'origine naturelle sont des matériaux renouvelables, neutres en CO<sub>2</sub>, pouvant fournir des propriétés de renfort dans les composites et/ou agir comme charges pour réduire la consommation de matière pétrochimique en matières plastiques de base [23].

En général, les fibres naturelles sont classées en trois grands groupes selon leur origine (figure 2.1) :



**Figure 2.1** : Classification des fibres naturelles en fonction de leur origine [23, 24].



### 2.3. Morphologie de la fibre végétale

Sur le plan morphologique, la fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de son origine. En effet, les dimensions des fibres végétales dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale, la morphologie des fibres végétales peut constituer une donnée importante pour bien appréhender les transferts de contrainte aux interfaces fibre-matrice.

### 2.4. Structure de la fibre végétale

La fibre végétale elle-même est une sorte de matériau composite, le renforcement comprend une couche de micro fibrilles de cellulose partiellement cristallines. Ce dernier est revêtu une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) associée à se lie à la lignine via des liaisons hydrogène et covalentes.

Les fibres végétales sont constituées de plusieurs parois parallèles à l'axe des fibres et empilés radialement. Ces différentes couches forment une lame médiane, une paroi primaire et une paroi secondaire sont formées telle que montrer sur la figure 2.2 : les micro fibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle micro fibrillaire (MAF) dont la valeur varie d'une espèce à l'autre. L'orientation des micro fibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres, plus que l'angle des micro fibrilles augmente, le module de Young (une mesure de la rigidité) décroît, tandis que l'extensibilité des parois augment.

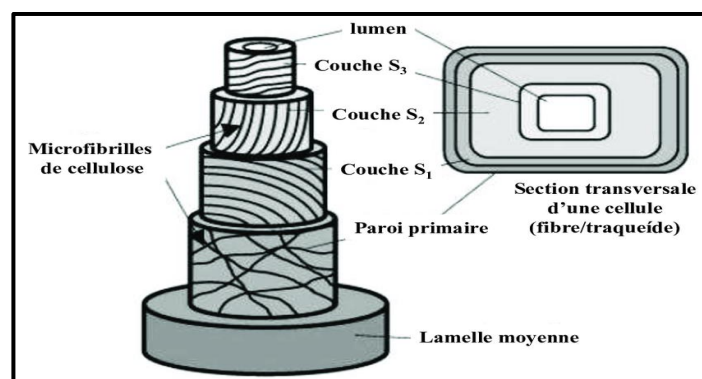


Figure 2.2: Structure tridimensionnelle de la paroi d'une cellule de fibre [25].

### 2.5. Composition chimiques des fibres végétales

La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale, elles sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine. Dans une proportion beaucoup plus



faible, elles peuvent contenir également de la pectine et des substances cireuses constituées de différents types d'alcools et de plusieurs acides (acide palmitique, acide stéarique, acide oléagineux).

### 2.5.1. Cellulose

La cellulose est la molécule organique la plus abondante ( $C_6H_{10}O_5$ ) que l'on trouve dans la nature, la proportion en cellulose dans les fibres détermine en grande partie les propriétés, le coût de leurs productions, et les choix d'application de ces dernières. La cellulose est aussi utilisée pour fabriquer des dérivés cellulosiques sous forme d'éthers ou d'esters qui nécessitent de la dissoudre préalablement avant d'effectuer des réactions chimiques. La teneur en cellulose varie selon l'espèce végétale par exemple : le coton contient 82,7% de cellulose contre 65,8% pour les fibres de sisal et 64,4% pour le jute. La cristallinité de la cellulose conférée par la stabilité spatiale des unités de cellobiose et la cohésion de la structure par des liaisons hydrogène inter caténares assurent une certaine rigidité aux fibres végétales. La partie amorphe apporte à la paroi son caractère élastique. La cellulose existe sous diverses formes appelées allomorphes, ces formes diffèrent par leurs propriétés physiques et chimiques [26].

### 2.5.2. Hémicelluloses

Les hémicelluloses  $C_{31}H_{34}O_{11}$  représentent après la cellulose, le polysaccharide le plus abondant dans la nature. Les hémicelluloses regroupent tous les polysaccharides qui ne sont ni cellulosiques, ni pectiques présents dans la paroi cellulaire végétale. Les hémicelluloses sont formées d'un enchaînement de monosaccharides pouvant être constitué d'un seul type de monomères ou de plusieurs types de monomères à l'origine de sa grande diversité structurale [27].

### 2.5.3. Lignines

Après la cellulose, les lignines constituent la structure macromoléculaire amorphe la plus abondante chez les végétaux : elles représentent 20% à 32% de la matière sèche du bois. Les lignines assurent ainsi la cohésion des éléments botaniques des parois cellulaires formant le ciment du tissu pariétal fibreux. De nature hydrophobe, les lignines imperméabilisent les plantes aidant ainsi à la conservation de l'humidité chez ces dernières en limitant la transpiration de la plante [28].

### 2.5.4. Pectines

Les pectines désignent un groupe d'hétéropolysaccharides, constituants essentiels de la paroi primaire et de la lamelle mitoyenne des végétaux supérieurs. Elles sont pratiquement

absentes des parois secondaires, leurs fonctions sont très diverses au cours du développement et de la croissance des végétaux. Les pectines régulent également la porosité, l'hydratation, la charge ionique des parois et participent à l'expansion, la morphogenèse, l'adhésion et aux mécanismes de défense des cellules. Une grande variabilité de la teneur en pectines est observée suivant l'élément lignocellulosique.

### 2.5.5. Extractibles

C'est des molécules de faible masse molaire représentent 2 à 5% de la masse sèche des bois et sont principalement solubles dans l'eau ou des solvants organiques. La composition en extractibles varie en fonction de l'essence considérée et influe sur la couleur, l'odeur et la valeur d'un bois. Les composés extractibles incluent des tannins, des pectines, des sucres et d'autres composés, et une extraction à l'eau à température ambiante permet de mettre en solution principalement des hémicelluloses, des pectines, des sucres libres et des tannins hydrolysables[29].

Le tableau suivant donne la composition de quelques fibres naturelles

**Tableau 2.1:** Composition chimique de quelques plantes à fibres naturelles.

Types de fibre	cellulose	hémicellulose	Lignine
Cotton	82.7	5.7	-
Jute	64.4	12.0	11.8
Zoster	57	28	5
Ramie	68.6	13.1	0.6
Sisal	65.8	12.0	9.9
Chanvre	57-77	14-17	9-13
Kénafe (écorce)	44-60.8	20.3-23	10-19
Kénafe (bois)	37-49	18-24	15-21
Résineux	48.0	15.0	25.3

### 2.6. Caractéristique des fibres naturelles

Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre sa densité, son teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau. Par ailleurs, elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, son élongation à la rupture et son module d'élasticité (tableau 2.2).

Comparativement aux fibres de verre, les fibres végétales sont de bons candidats comme renforts pour des polymères en raison de leur faible densité, faible cout, faible impact sur enivrement el leur grand variété. D'autre part, ils ont des bon propriétés acoustiques (résistance au vibration) et offrent une excellente isolation thermique et acoustique [30].

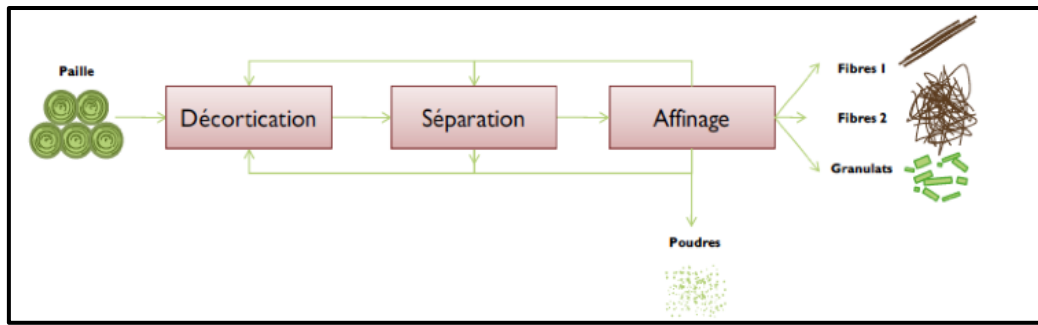
**Tableau 2.2** : Caractéristiques mécaniques des fibres naturelles.

Fibres	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Allongement(%)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)
Abaca	1,5	3,4	12	41
Alfa	0,89	5,8	350	22
Bambou	1,5		575	27
Chanvre	1,45	3	530	45
Coco	1,25	27,5	140,5	6
Coton	1,5-1,6	07-08	287-597	5,5-12,6
Diss	1,3	12,45-18,41	122-316,8	3,5
Doum		2,54-2,98	249,7	6,34 -7,78
Jute	1,4	2,5	325	37,5
Kénaf	1,31		743	60
Lin	1,45	2,3	700	61,4-128
Ramie	1,55	3,7	915	23

## 2.7. Extraction des fibres végétales

Avant l'incorporation des fibres dans la matrice, les fibres végétales doivent être généralement extraites des plantes les renfermant. Le procédé dépend de la localisation des fibres dans la plante et de l'objectif visé. A titre d'exemple, les fibres techniques de lin et de chanvre se trouvent entre l'écorce et le bois de la tige soit, dans la partie corticale. Lors de cette seconde étape, après battage des fibres rouies, des granulats, des fibres courtes, des fibres longues sont obtenues, ces dernières démêlées lors du peignage. Le processus de séparation des fibres du reste de la plante est composé de trois étapes comme montré sur la figure 2.3 :

- la décortication, consiste à désolidariser la biomasse des tiges, en général par une opération mécanique.
- la séparation, vise à séparer les différentes fractions végétales obtenues.
- l'affinage, permet la réduction du nombre de fibres unitaires par faisceau jusqu'à l'obtention de fibres élémentaires.



**Figure 2.3:** Processus d'extraction des fibres végétale [31] .

Suivant l'architecture des fibres recherchée, ces dernières, une fois extraites peuvent subir de nouveaux processus de mise en forme comme par exemple le tissage, le tressage, le tricotage, la fabrication de non-tissé [32].

## 2.8. Le traitement des fibres naturelles

### 2.8.1. Le traitement chimique

Les composites à base de fibres naturelles ont un problème majeur en raison de la nature hydrophile de la fibre et la nature hydrophobe de la matrice, ce qui entraîne une incompatibilité entre les deux phases et une faible adhérence à l'interface. Les traitements chimiques sur les fibres de renforcement peuvent réduire leur tendance hydrophile et améliorer ainsi la compatibilité avec la matrice. Les traitements chimiques couramment utilisés incluent l'alcalisation, la mercerisation, l'acétylation, la benzylation, la peroxyde, les agents de couplage [33, 34].

#### a. Traitement alcalin

Parmi les différentes méthodes/techniques, le traitement alcalin est considéré comme la stratégie la plus efficace et la plus simple pour l'élimination des hémicelluloses et de la lignine, et ainsi, modifier la surface des fibres. Le traitement alcalin est une méthode classique pour nettoyer et ajuster la surface des fibres afin de réduire la tension superficielle et d'améliorer l'attachement interfaciale entre les fibres naturelles et les matrices polymères [35].

#### b. Traitement au silane

Les silanes ont également le potentiel d'agir comme promoteurs d'adhésion pour les fibres naturelles. La morphologie surfacique des fibres après traitement par silane est modifiée pour développer des connexions qui permettent une meilleure adhérence entre fibre et matrice. C'est pourquoi ils sont maintenant largement utilisés dans de nombreuses études [36].

### c. Traitement de l'acétylation

Le traitement d'acétylation réduit l'hydrophilie des fibres végétales et améliore la liaison interfaciale des fibres et de la matrice. Il agit sur les groupes d'acétyle ( $\text{CH}_3\text{CO}$ ), qui suppriment les groupements hydrophiles hydroxyles ( $\text{OH}$ ) de la fibre. En conséquence, la nature hydrophile de la fibre diminue et améliore la stabilité dimensionnelle des composites [37, 38].

### d. Traitement par benzoylation

Le chlorure de benzoyle est régulièrement utilisé dans le traitement du bois. Le chlorure de benzoyle incorpore du benzoyle ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{C}=\text{O}$ ), ce qui explique la diminution de la nature hydrophile du bois traité et l'amélioration de l'adhésion à la résine époxyde [39].

## 2.8.2. Traitement physique

Les différents traitements physiques tels que la décharge couronne, le traitement au plasma, le traitement aux ultraviolets (UV), le battage des fibres et le traitement thermique sont effectués sur des fibres naturelles avant les traitements biochimiques pour améliorer leurs propriétés et leur comportement interfacial [40].

Le traitement au plasma permet de modifier la surface de la fibre ou de déposer un polymère sur celle-ci, tandis que le traitement UV renforce la polarité à la surface des fibres, favorisant une meilleure mouillabilité des fibres et conduisant à une plus grande résistance des NFRPC. Les facteurs de pression, la concentration et le type de gaz doivent être contrôlés avec précision pour un traitement efficace [41].

## 2.9. Fibres végétales en Algérie

L'Algérie est un pays très riche en plantes végétales, elles sont dispersées sur tout le territoire national (figure 2.4), on les trouve dans les régions côtières beaucoup plus que les régions intérieures du pays. Les fibres naturelles sont présentes en masse dans les régions à climat tempéré ou semi arides. Nous retrouvons ce climat propice à cette végétation en Algérie dans les hauts plateaux ainsi que le nord avec un climat méditerranéen. Ces fibres généralement sauvages ne nécessitent pas de grandes attentions et résistent de par leurs natures aux conditions extrêmes, ce qui implique une récolte conséquente sans grands moyens investis dessus.

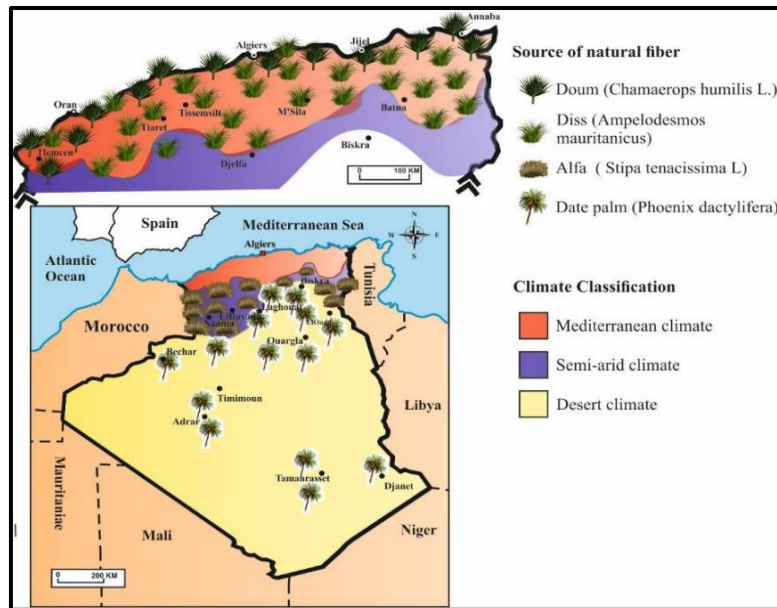


Figure 2.4 : Carte de la distribution des plantes de fibres naturelles en Algérie [29].

### 2.9.1. Fibres Alfa

L'alfa est une plante herbacée vivace de la famille des poacées, principalement cultivée pour ses fibres utilisées dans la production de papier de haute qualité, de cigarettes, de tapis, de cordes et d'applications diélectriques. Les tiges d'alfa sont cylindriques et peuvent atteindre une hauteur maximale d'environ 1 mètre (figure 2.5). Les fibres sont courtes et larges à la base de la feuille et s'allongent et s'affinent au-dessus de la feuille. La qualité de la cellulose contenue dans cette plante est très élevée et est requise pour la fabrication du papier.



Figure 2.5 : Plante Alfa [42].

### 2.9.2. Fibres Diss

Le Diss (Ampélodesmos Mauritanica, famille des poacées) figure 2.6 est une plante herbacée largement répandue en Afrique du Nord et dans les régions sèches de la Grèce à l'Espagne. Dans la nature, le Diss contient un pourcentage élevé de silice à l'état amorphe, ce qui lui confère une résistance élevée à la traction ce qui lui confère une grande résistance à la traction. Cependant, peu de travaux ont été réalisés sur l'utilisation de ces fibres dans les matériaux de construction, malgré le fait qu'elles soient présentes dans de nombreuses régions

du monde, leur abondance et leur nature fibreuse qui leur permettent de fournir des matériaux aux performances mécaniques intéressantes[43].



**Figure 2.6:** plante de Diss (*Ampelodesmos mauritanicus*) [44].

### 2.9.3. Fibres Doum

Le *Hyphaene thebaica* (figure 2.7), également connu sous le nom de palmier doum ou palmier à pain d'épices, est un palmier du désert originaire d'Égypte, d'Afrique subsaharienne et de l'Inde occidentale. Il est considéré comme l'une des plantes utiles du monde et est utilisé pour la construction, la fabrication d'ustensiles domestiques, la fabrication de nattes, la liaison de paquets et l'écriture [45].



**Figure 2.7:** Arbuste de Doum (*Hyphaene thebaica*) [45].

## 2.10. État de l'art

### 2.10.1. Fibres Alfa pour des composites (CMP)

#### 2.10.1.1. Morphologie

La plante alfa possède diverses adaptations morpho-physiologiques qui lui permettent de survivre dans des environnements extrêmes, en particulier dans le rude écosystème méditerranéen. Les feuilles, les racines et le système de production de la plante se sont adaptés pour survivre dans une zone où les précipitations sont faibles et irrégulières (200-400 mm par an), où les températures sont élevées (environ 40°C) et où l'exposition au soleil est importante [46]. Cette herbe se propage par voie végétative et forme des touffes d'une densité d'environ 3 000 à 5 000 par hectare, le centre de la touffe, qui meurt, se divise en nouvelles touffes à la



périphérie. Le rhizome, qui est la partie souterraine étendue de la plante, constitue plus de 60 % de la biomasse totale, la profondeur maximale d'enracinement est d'environ 50 cm [47].

### **2.10.1.2. Composition chimique**

Les propriétés physiques et chimiques des fibres végétales sont généralement fortement influencées par leurs constituants. D'autre part, la teneur en lignine influence leurs propriétés structurales et leur morphologie [48]. La composition de l'alfa a été largement étudiée et les chercheurs ont constaté qu'elle se compose principalement de cellulose, suivie d'hémicelluloses et de lignine. La teneur en lignine des fibres d'alfa est plus élevée que celle d'autres plantes annuelles comme le jute ou le kenaf. Le pourcentage d'hémicelluloses est plus élevé dans les feuilles récoltées au printemps, tandis que la cellulose est plus présente dans celles récoltées en été [46]. L'étude de Belkhir et al a analysé l'impact de la saison de récolte, du lieu et du niveau des feuilles sur la morphologie des fibres d'alfa. Les données ont montré que les fibres d'alfa ont une longueur réduite par rapport aux fibres comme le lin, le chanvre et la ramie, en raison du mécanisme de croissance intrusif. La longueur des fibres d'alfa dépend également de leur âge [49].

### **2.10.1.3. Propriété**

#### **a. Propriétés mécaniques du faisceau d'Alfa**

Les propriétés mécaniques du faisceau d'alfa ont été largement étudiées dans plusieurs ouvrages. La plupart de ces contributions soulignent que ces propriétés peuvent être affectées par plusieurs facteurs tels que les conditions de croissance et de récolte, l'âge de la plante, l'emplacement des fibres dans la feuille et l'hétérogénéité des fibres, Ces travaux montrent que les fibres alfa présentent un module d'Young, une contrainte à la rupture, une déformation à la rupture entre (18-58 GPa), (187-1327 MPa) et (1,4-5%), respectivement. Le tableau 2.3 montre également que les fibres alfa ont des propriétés mécaniques comparables à celles des fibres de jute et de sisal [50, 51].



**Tableau 2.3:** Propriétés mécanique de fibre Alfa comparée aux autres fibres [51].

	Length(mm)	Diamètre(µm)	Density(g/cm3)
<b>Stipa tenacissima (Alfa)</b>	<b>0,2-3</b>	<b>6-22</b>	
	<b>02-5</b>	<b>05-10</b>	<b>1,4</b>
	<b>0,4</b>	<b>8,65</b>	<b>1,3</b>
	<b>1,5</b>	<b>12</b>	
	<b>1,5-1,9</b>	<b>9-15</b>	
<b>Musa textile (Abaca)</b>	<b>02-12</b>	<b>6-53</b>	<b>1,5</b>
<b>Bambusoideae (Bamboo)</b>	<b>0,5-5</b>	<b>5-40</b>	<b>1,1-1,3</b>
<b>Linum usitatissimi L.(Flax)</b>	<b>6-80</b>	<b>12,4-23,9</b>	<b>1,5-1,5</b>
<b>Cannabis sativa (Hemp)</b>	<b>5-55</b>	<b>10,9-42</b>	<b>1,4-1,6</b>
<b>Corchorus capsularis (Jute)</b>	<b>1-6</b>	<b>15-35</b>	<b>1,3-1,4</b>
<b>Boehmeria nivea (Ramie)</b>	<b>120-150</b>	<b>10-50</b>	<b>1,5</b>
<b>Agave sisalana (Sisal)</b>	<b>0,5-8</b>	<b>oct-20</b>	<b>1,4</b>

### b. Propriétés physiques

La majorité des fibres naturelles ont une faible température de dégradation. Par conséquent, il n'est pas possible d'utiliser des températures de traitement élevées, car ces fibres commenceraient à se dégrader. Ce problème de traitement limite leur utilisation en tant que renfort pour les composites polymères. Borchani et al ont étudié les effets de deux concentrations de traitement alcalin (1 et 5 %) sur leur morphologie, leur indice de cristallinité et leur stabilité thermique. Ils ont observé que ces traitements avaient réduit la teneur en matériaux amorphes tels que la lignine et l'hémicellulose, ce qui a entraîné une augmentation de leur rugosité de surface, de leur cristallinité et de leur stabilité thermique. En fait, les fibres d'alfa non traitées ont commencé à se décomposer à environ 210 °C, tandis que les fibres d'alfa traitées à 1 et 5 % ont commencé à se décomposer à environ 245 et 250 °C [52].

Dans une autre étude, Ajouguim et al ont identifié trois pertes de poids des fibres d'alfa grâce à l'analyse thermogravimétrique et aux courbes de la technique de diagnostic global. La troisième perte était la plus importante et a été attribuée à la décomposition de la cellulose et de la lignine. Un comportement thermique similaire a également été observé pour les fibres de sisal, comme l'ont rapporté Wei et Meyer [53].

#### 2.10.1.4. Interface matrice fibres

L'application de fibres végétales comme renfort pour les matrices polymères nécessite une forte adhésion entre la fibre et la matrice polymère. Le traitement alcalin est l'une des techniques de modification de surface les plus simples et les plus efficaces pour améliorer l'interface fibre/matrice, ce qui conduit à de meilleures propriétés mécaniques et thermiques des composites à base de fibres végétales [54].

L'étude de Rokbi et Osmani a analysé l'effet de différentes durées et concentrations de traitement alcalin sur la fibre alpha. Ils ont montré que la résistance à l'eau la plus élevée était obtenue après 6 heures de traitement alcalin et que l'utilisation du traitement alcalin améliorerait la stabilité thermique des composites en Mater-Bi renforcés par des fibres alpha [55, 56].

Dans ses travaux antérieurs, l'auteur a constaté, grâce à la technique d'émission acoustique, que le traitement alcalin augmentait le nombre de signaux de décollement de la matrice et de rupture des fibres, ce qui prouve que ce traitement améliore l'interface matrice-fibres. Étudié l'effet de trois traitements sur la surface des fibres alfa et son impact sur les propriétés mécaniques et thermiques des composites. Ils ont constaté que le traitement alcalin conférerait à la fibre alfa les meilleures propriétés mécaniques [57].

### 2.10.2. Fibres de Diss pour des composites (CMP)

#### 2.10.2.1. Morphologie des fibres Diss

Les fibres de Diss contiennent 30 % de cellulose et 11 % d'hémicellulose [58], la méthode d'extraction des fibres végétales peut avoir un impact sur leurs propriétés mécaniques et, par conséquent, sur celles des bio-composites. Diverses études ont trouvé des valeurs différentes pour la résistance à la traction et le module d'Young en fonction de la méthode d'extraction utilisée, comme la décortication, l'extraction chimique et enzymatique, ou l'extraction mécanique basée sur la morphologie de la plante. L'effet des traitements (acide acétique, silane, NaOH, thermique) sur les propriétés des fibres a également été étudié, et l'on a constaté que le module de Young pouvait augmenter de manière significative après ces traitements [59].

#### 2.10.2.2. Propriétés mécaniques des bio-composites à fibre Diss

Les résultats montrent que les composites renforcés par des fibres traitées ont montré une réduction plus ou moins similaire. Ce texte traite des propriétés et des performances des bio-composites fabriqués à partir de fibres végétales et de polypropylène (PP). Il souligne que les propriétés des fibres ont un impact significatif sur les performances des bio-composites, les fibres NTFD et STFD présentant les meilleures valeurs de module de traction. L'étude indique

également que l'adhésion chimique dans les bio-composites à base de STFD ne présente pas l'amélioration attendue. Enfin, elle mentionne les propriétés de flexion, qui diffèrent significativement de celles obtenues lors des essais de traction [60].

### **2.10.2.3. Interface matrice et fibre**

Selon Sarasini et al., l'ajout de fibres de Diss dans une matrice de polypropylène (PP) n'a pas amélioré les propriétés mécaniques de traction du composite. Cependant, en utilisant un agent de couplage, une amélioration significative de ces propriétés peut être obtenue avec un ratio maximum de 25% pour les composites contenant 15% de fibres en masse [61].

Touati et al ont découvert que l'ajout de 5% de fibres de Diss avec un comptabilisant à une matrice de polyéthylène/PP (recyclée / non recyclée) a conduit à une diminution des propriétés mécaniques globales de traction du composite par rapport à la matrice seule [62].

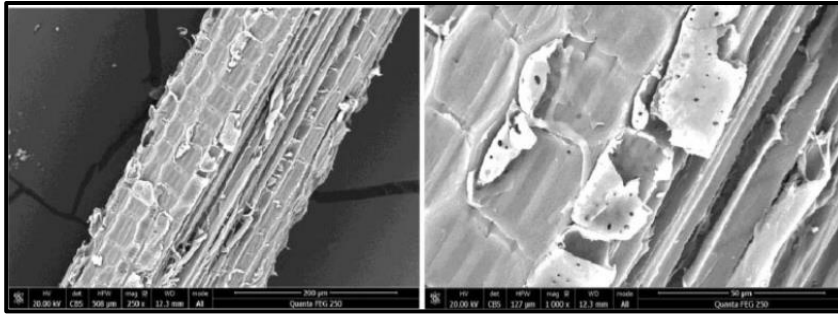
De plus, les fibres de Diss ont une morphologie unique avec des épines présentes sur une grande partie des fibres extraites manuellement, constatées par Nouri et al. (2019).

L'étude montre que les épines des fibres de renforcement Diss peuvent améliorer l'adhésion fibre-matrice, en particulier lors de l'utilisation de matrices hydrophobes comme le PP. Les épines sont recouvertes d'une substance cireuse et présentent des stries visibles couvertes de fines aiguilles imbriquées, la surface intérieure de la fibre Diss est recouverte d'épines de 20  $\mu\text{m}$  régulièrement espacées. L'article traite de l'intégration des fibres de Diss dans les composites polymères avec une recherche limitée dans le domaine. La méthode d'extraction développée par Nouri et al a été utilisée pour obtenir des fibres ayant de bonnes propriétés mécaniques, et les effets des traitements et de la charge en fibres ont été étudiés. L'effet morphologique particulier des fibres Diss sur l'interface fibre/PP a été identifié par microscopie électronique à balayage [58].

### **2.10.3. Fibres Doum pour des composites (CMP)**

#### **2.10.3.1. Morphologie des fibres Doum**

La connaissance de la morphologie des fibres est importante car elle fournit des informations sur l'adhérence interfaciale entre les fibres et la matrice. La figure 2.8 représente les vues longitudinales des fibres Doum, elles montrent qu'elles ont des formes irrégulières recouvertes d'une couche de substances gommeuses et cireuses leur structure est similaire à celle des composites naturels. Les fibrilles de cellulose sont maintenues ensemble par la lignine et l'hémicellulose pour former des fibres. Dans le cas des plantes, les fibres sont lignine qui a une grande solubilité dans l'environnement alcalin de la matrice.



**Figure 2.8 :** Micrographie MED de fibres Doum [63].

Une coupe transversale d'une fibre de pétiole montre la présence d'un grand nombre de fibres simples creuses liées par une couche. Par ailleurs, la forme et la structure de la fibre du pétiole du palmier Doum sont similaires à la plupart des fibres naturelles et en particulier à la fibre de coco. Chaque fibre est de forme cylindrique et formée de fibres multicellulaires contenant chacune un vide central (lumen). D'après les études morphologiques réalisées sur la fibre de palme, Agoudjil et al prévoient que la couche externe peut être constituée de lignine et de fibres de verre que le retrait de cette couche conduit à une liaison stable entre les fibres et la matrice. 41-43 sur la base de la structure, le nettoyage de la surface des fibres d'un grand nombre d'impuretés semble être la meilleure solution [64].

### 2.10.3.2. Propriétés des composites Doum

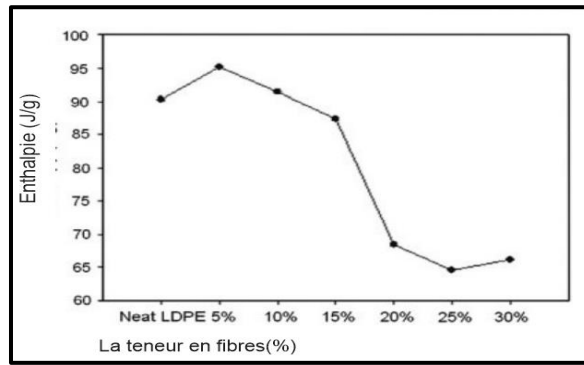
#### a. Thermique

A partir des mesures DSC, l'enthalpie de fusion a été calculée et a montré une augmentation modeste seulement à 5 % en poids de la teneur en fibres, suivie d'une diminution significative jusqu'à 30 % en poids de la teneur en fibres par rapport à la mesure de l'enthalpie du LDPE pur.

En général, les chaînes moléculaires du LDPE peuvent se cristalliser d'elles-mêmes par un effet d'auto-nucléation ou par l'introduction d'un agent nucléant (effet de nucléation hétérogène). En se référant à la figure 2.9, le pic de fusion devient large lorsque le LDPE est rempli de 5 % en poids des fibres Doum, ce qui indique que, par rapport au LDPE, il y a plus de cristallites formées dans le LDPE[65].

Dans les composites LDPE 5% de fibres pondérales, les cristallites se forment en raison du rôle des fibres naturelles en tant qu'agents nucléants, initiant la germination et la croissance des sphérulites. Au-delà de ce pourcentage, les fibres entravent la croissance des sphérulites avec une teneur en fibres de 10 à 30 %, la croissance des cristallites est retardée en raison de l'augmentation de l'humidité et de la restriction de l'alignement du réseau moléculaire du LDPE causée par les fibres naturelles, ce qui entraîne une faible mobilité des segments de polymère

dans les régions de la surface lamellaire pendant le processus de fusion des polymères[66].

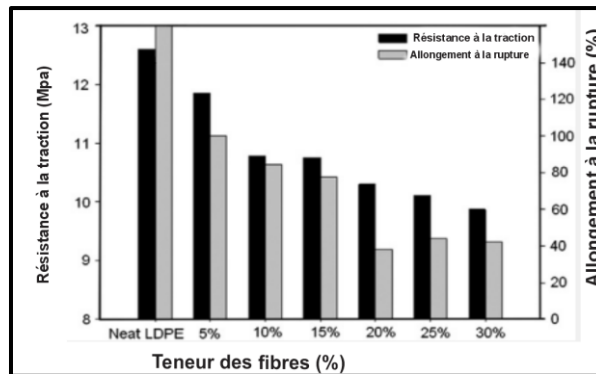


**Figure 2.9** : Variation de l'enthalpie en fonction de la teneur en fibres Doum dans la matrice LDPE [65].

### b. Propriétés Mécanique

- **En traction**

L'ajout de fibres de Doum à la matrice LDPE a entraîné des modifications des propriétés mécaniques. L'augmentation de la teneur en fibres de 0 à 30 % en poids a entraîné une multiplication par deux du module de Young, qui est passé de 197 MPa pour le LDPE pur à 482 MPa lorsque 30 % en poids de fibres sont ajoutés. Une légère augmentation du module peut être observée lorsque la charge en fibres passe de 0 à 10 % en poids. Au-delà de 10 % en poids de fibres, le composite présente une forte augmentation du module avec une charge allant jusqu'à 30 % en poids. L'augmentation significative du module de traction a été obtenue avec l'augmentation de la fibre [67-69]. Les fibres traitées peuvent présenter des interactions plus importantes avec la matrice polymère, ce qui entraîne une bonne dispersion des fibres dans le composite, cela permet d'améliorer la rigidité, transmise par les fibres aux composites. Un autre résultat observé est la diminution progressive de la résistance à la traction avec l'augmentation de la charge en fibres telle que montrer dans la figure 2.10 :



**Figure 2.10** : Résultats expérimentaux de la résistance à la traction et l'allongement à la rupture du PEBD renforcé au Doum [69].

Cela pourrait s'expliquer par la longueur des fibres Doum et la décohésion entre la matrice et les fibres sous contrainte, cette décohésion génère une concentration de contraintes qui accélère la rupture de l'échantillon. Il est normal que l'ajout de fibres à caractère fragile diminue l'allongement à la rupture. En outre, la diminution observée de l'élongation à la rupture peut être attribuée à l'ajout de fibres à caractère fragile, l'allongement à la rupture peut être attribuée à une réduction de la déformabilité de l'interface rigide entre les fibres et la matrice [68]. D'autres travaux ont trouvé un changement significatif dans les propriétés mécaniques des composites en présence de fibres naturelles (gain de 43% du module de jeunesse à 30 wt% pour le Polypropylène renforcé par des fibres de Pinecone), ils considèrent que les fibres jouent principalement un rôle intéressant pour améliorer la rigidité du matériau préparé en supportant la charge appliquée. L'utilisation de traitements chimiques tels que traitement alcalin pour nettoyer la surface des fibres diminue la tension interfaciale effective entre les fibres et les chaînes de polymères ce qui permet d'améliorer l'interaction et les propriétés[67].

Pour évaluer la ductilité de chaque composite, l'énergie stockée a été évaluée par intégration sous les courbes de contrainte. La figure 2.11 illustre l'énergie stockée lorsque l'on fait varier la teneur en fibres dans le composite. Comme le montre cette figure, l'énergie stockée diminue progressivement entre le LDPE pur et 30 % de Doum/LDPE. Ceci est probablement dû au comportement fragile des fibres qui limite la plasticité des composites par rapport à celle du Doum/LDPE des composites par rapport à la matrice polymère pure.

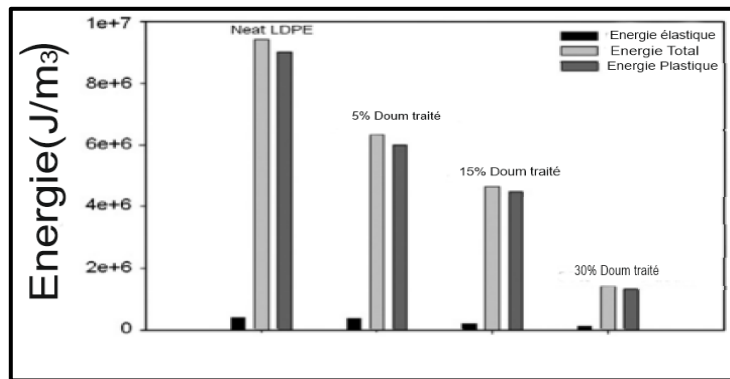


Figure 2.11: Énergie stockée pour le LDPE pur et ses composites, déterminée par les diagrammes contrainte-déformation [69].

- **En flexion**

Le module augmente régulièrement de 0 % en poids à 20 % en poids de la masse de fibres. Mais à partir d'une teneur en fibres de 25 % en poids, ils diminuent légèrement ou restent pratiquement constants. Cette augmentation peut s'expliquer par une meilleure interaction fibres-matrice sous les contraintes de compression en flexion, développées dans la section transversale des éprouvettes de flexion, quel que soit l'état de surface des fibres. Le module de

flexion du composite LDPE renforcé par des fibres de Doum présente une teneur en fibres optimale. En général, la teneur optimale en fibres varie en fonction d'aspect des fibres, de l'adhérence interfaciale entre les fibres et la matrice, de l'agglomération des fibres, des techniques de traitement, etc [70]. D'autres études ont montré que la teneur optimale en fibres varie entre 17 % en poids et 25 % en poids pour le coir /LDPE. Et égale à 25 % en poids dans les composites coco/polyester. Dans ce travail, 20 % en poids de la matrice LDPE renforcée par des fibres de Doum était le pourcentage optimal pour obtenir la meilleure flexion [71, 72].

## **2.11. Vieillissement des composites biosourcés**

### **2.11.1. Introduction**

Le vieillissement des matériaux composites implique des changements irréversibles dans leur structure ou leur composition en raison de facteurs tels que l'instabilité, l'interaction avec l'environnement, les contraintes mécaniques ou une combinaison de ces causes. Il existe deux types d'études sur le vieillissement : le vieillissement artificiel et le vieillissement naturel. La durabilité est un concept important pour les composites, la durée de vie d'un matériau étant définie comme le temps pendant lequel il conserve sa fonctionnalité dans des conditions spécifiques.

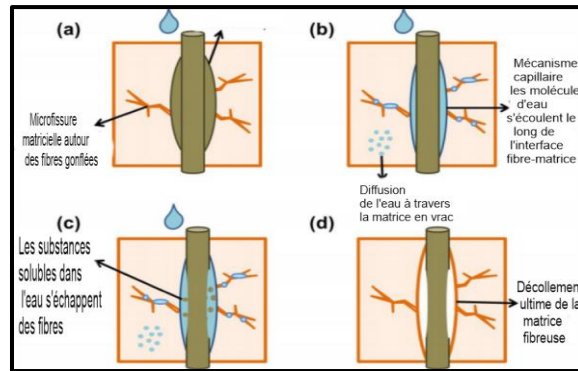
Le vieillissement peut affecter chaque composant individuellement ou en combinaison, ainsi que l'interface entre la fibre et la matrice, pour évaluer le comportement à long terme des composites biosourcés, il faut également tenir compte de la colonisation microbienne. La colonisation peut entraîner des changements dans les propriétés chimiques, physiques ou mécaniques du matériau, regroupés sous les termes de « biodégradation » et « Biodétérioration » [73]. En effet, Hueck (1965 ; 1968) donna la première définition de la biodétérioration comme étant « tout changement indésirable dans les propriétés d'un matériau causé par l'activité vitale d'organismes ». La biodégradation est généralement associée à « l'exploitation, par l'homme, des capacités de décomposition d'organismes pour rendre un déchet plus utile ou plus acceptable » [74].

Selon l'environnement, le vieillissement agit sur la fibre et/ou la matrice, dans l'interface. Ainsi, pour mieux comprendre le mécanisme de vieillissement des composites biosourcés, il est nécessaire de pouvoir identifier non seulement les facteurs physico-chimiques qui influencent les différentes étapes individuellement ou en combinaison, mais également les paramètres cinétiques.



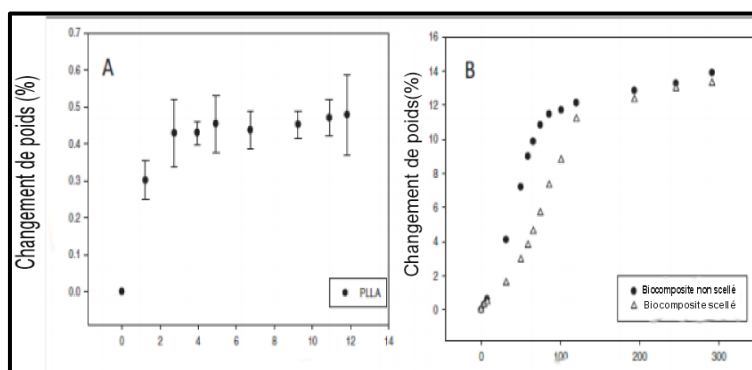
**2.11.2. Processus d'absorption d'eau par les composites**

Le contact entre un matériau hydrophile et les molécules d'eau entraîne l'absorption de l'eau par les surfaces puis dans le volume du matériau selon les lois de diffusion. D'après différents auteurs, la diffusion de l'eau dans les composites biosourcés à matrice organique est gouvernée par des mécanismes différents et successifs schématisés par la figure 2.12 :



**Figure 2.12** : Effet de l'eau sur l'interface fibre-matrice [25].

Tout d'abord, les molécules d'eau pénètrent par capillarité entre les chaînes polymères la cause la plus fréquente à l'interface fibre et fibre/matrice est une mauvaise adhérence lors de la phase de mise en œuvre du composite. Les molécules d'eau forment alors des liaisons hydrogène avec les groupements hydroxyles de la cellulose et de l'hémicellulose et se diffusent alors à l'interface et dans la matrice. A ce niveau, certains composants de la fibre peuvent également être hydrolysés, conduisant à une dépolymérisation à l'interface fibre/matrice, qui peut être responsable de la réduction des propriétés fonctionnelles. Le Duigou et al., (2015) ont évalué l'effet de l'immersion dans de l'eau distillée à 23°C changement de gain de poids sur deux mois des composites PLA renforcés à 50% de fibres de lin.



**Figure 2.13** : Prise de masse (%) en fonction du temps d'immersion pour le PLA seul (A) et le composite PLA renforcé par 50% en masse de fibres de lin (B) [75].



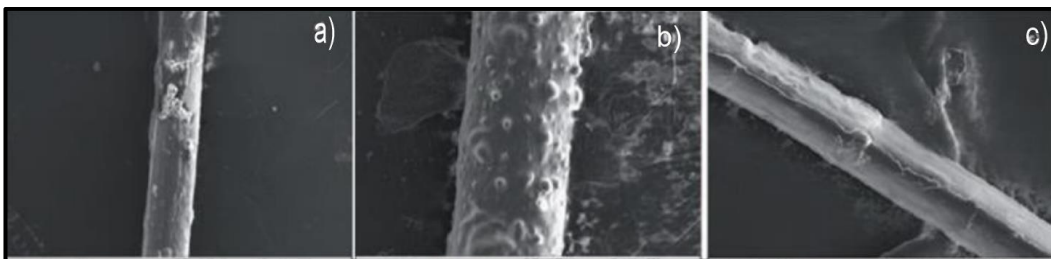
Le poids du matériau composite augmente de 14 % après 8 semaines due à la forte hydrophilie et la structure des fibres de lin. L'absorption d'eau est influencée par plusieurs facteurs tels que l'estérification de la pectine, la taille des chaînes macromoléculaires d'hémicellulose et la cristallinité de cellulose. Les fibres sont sensibles à l'humidité en raison des groupes hydroxyles dans les molécules qui les composent, et l'effet de la micro-capillarité joue un rôle dans la diffusion de l'eau [76]. En ce qui concerne les composés tels que les hémicelluloses, la lignine et les pectines, le comportement hygroscopique varie selon les composants. Les hémicelluloses sont très hydrophiles en raison de leurs nombreux groupements hydroxyles et de leurs longues chaînes ramifiées, facilitant la diffusion de l'eau. Selon Okubayashi et al. (2004), la lignine est moins hydrophile, lui permettant ainsi d'agir comme une barrière à l'eau. Céline et al estiment que la diffusion de l'eau est influencée par la structure des fibres à différentes échelles [77].

À l'échelle de la fibre unitaire, la structure est multicouche ; le comportement hygroscopique de la fibre est principalement déterminé par la couche la plus épaisse, à savoir la couche S2, qui représente 80% du diamètre final de la fibre. La couche est un matériau composite avec une matrice amorphe renforcée par des microfibrilles de cellulose. La diffusion des molécules d'eau à cette échelle se produit principalement dans la phase amorphe, composée essentiellement d'hémicellulose et de lignine. À l'échelle des grappes de fibres, la diffusion a lieu à travers les interfaces entre les fibres individuelles (lamelle mitoyenne). La composition chimique de ces lamelles adjacentes favorise cette diffusion ; elles sont majoritairement constituées de pectine, qui présente un grand nombre de fonctions. Le groupe carboxyle hautement polaire est une position préférentielle pour la liaison hydrogène avec les molécules d'eau, augmentant ainsi l'absorption d'eau. De plus, l'eau est emprisonnée dans les pores des fibres [78, 79].

### **2.11.3. Effet du vieillissement hygrothermique sur les propriétés des composites**

Des expériences ont été menées pour explorer l'impact des traitements d'humidité et du séchage sur les fibres, les résultats ont montré que l'immersion des fibres de lin dans l'eau entraînait une légère diminution de la résistance à la rupture et de l'allongement à la rupture des fibres, tandis que le séchage à 105°C entraînait une réduction notable de leurs propriétés mécaniques. Ces changements peuvent être liés à la réorganisation de la microstructure des fibres et aux modifications des interactions entre la matrice pectique et les microfibrilles de cellulose. Les fibres ne semblent pas reprendre leurs valeurs initiales, ce qui a été expliqué par les auteurs par un endommagement irréversible et une modification des propriétés du

matériau. L'étude de Joseph et al a analysé les propriétés mécaniques de composites en PP renforcés par différents rapports de masse de fibres de sisal après immersion dans l'eau à 28°C, les résultats montrent une diminution de la résistance des composites au cours du temps due à la plastification des composites, et cet effet est plus important dans les composites modifiés chimiquement. Cependant, les auteurs ne fournissent pas d'explication à la dégradation de l'interface. L'étude d'Arbelaiz et al a montré que le module des composites en PP renforcés par différents rapports de masse de fibres de lin diminuait d'environ 50 % après 7 mois d'immersion dans l'eau à température ambiante. La diminution du module est d'autant plus importante que le ratio de fibres est élevé, ce qui est attribué à l'effet plastifiant des molécules d'eau, aucune variation de la résistance à la traction n'a été observée [80]. Thuault et al ont étudié les propriétés mécaniques de fibres de lin Hermès (15-30mm de long) dans différentes conditions d'humidité et d'immersion dans de l'eau distillée. Après deux mois, ils ont observé une diminution de 55% du module d'Young et de 60% de la résistance à la traction, avec des valeurs légèrement plus élevées en immersion par rapport à l'humidité relative. Huault et al ont effectué une analyse morphologique de la surface des fibres et ont constaté qu'après un jour d'immersion à 20°C, il y avait une légère dégradation limitée à la paroi primaire. Après 7 jours, des cloques se sont formées à la surface des fibres en raison de la pression osmotique de l'eau. Après 4 semaines, ces cloques ont éclaté et la paroi primaire a commencé à se fissurer [81].



**Figure 2.14** : Observation MEB de fibres de lin après immersion dans l'eau à 20 °C pendant : (a)1 jour,(b) 1 semaine et (c)4 semaines [81].

## 2.12. Application des composites à fibres naturelles

Les composites à base de fibres naturelles sont écologiquement acceptables, réduisent la teneur en polymères polluants, ils sont plus légers et offrent une meilleure qualité et un meilleur rendement énergétique, et sont biodégradables, ce qui permet de réduire les émissions de carbone. Les lignocellulosiques sont utilisés pour diverses applications, en fonction de leur composition et de leurs propriétés physiques :

-**Industrie du papier et textile** : par exemple pour la fabrication du papier on trouve les pailles du blé, riz et les tiges de maïs. Le coco, la pomme de pin et les feuilles de bananier ont été utilisés comme source naturelle de fibres de cellulose pour les textiles.

- **Transport** : les matériaux composites à base des fibres naturelles sont utilisés pour la préparation des composants internes des véhicules et des avions grâce à la légèreté et à la rigidité des matériaux composites à base des fibres naturelles. La demande d'intégration de pièces automobiles légères, pour réduire la consommation de carburant et donc les émissions de gaz à effet de serre, continueront à stimuler la recherche sur la faisabilité des composites à base de fibres naturelles dans les véhicules automobiles. Par exemple, l'utilisation de la fibre naturelle dans l'industrie d'automobile en Allemagne et en l'Autriche est de 14 000 t en 1999 et de 17 000 t en 2000 [82, 83]. Les fibres végétales sont utilisées comme garnitures dans les panneaux de portes ou les garnitures de cabine. Les fibres de cire collées au latex naturel sont utilisées comme coussins d'assise. Ces matériaux peuvent également améliorer l'efficacité énergétique en réduisant le poids total du véhicule sans compromettre la résistance.

-**L'isolation thermo-acoustique** : ces matériaux isolants sont principalement basés sur des textiles recyclés et ont une teneur élevée en fibres dépassant 80% en poids. À l'heure actuelle, il existe très peu de pièces extérieures fabriquées à partir de composites de fibres végétales [84].

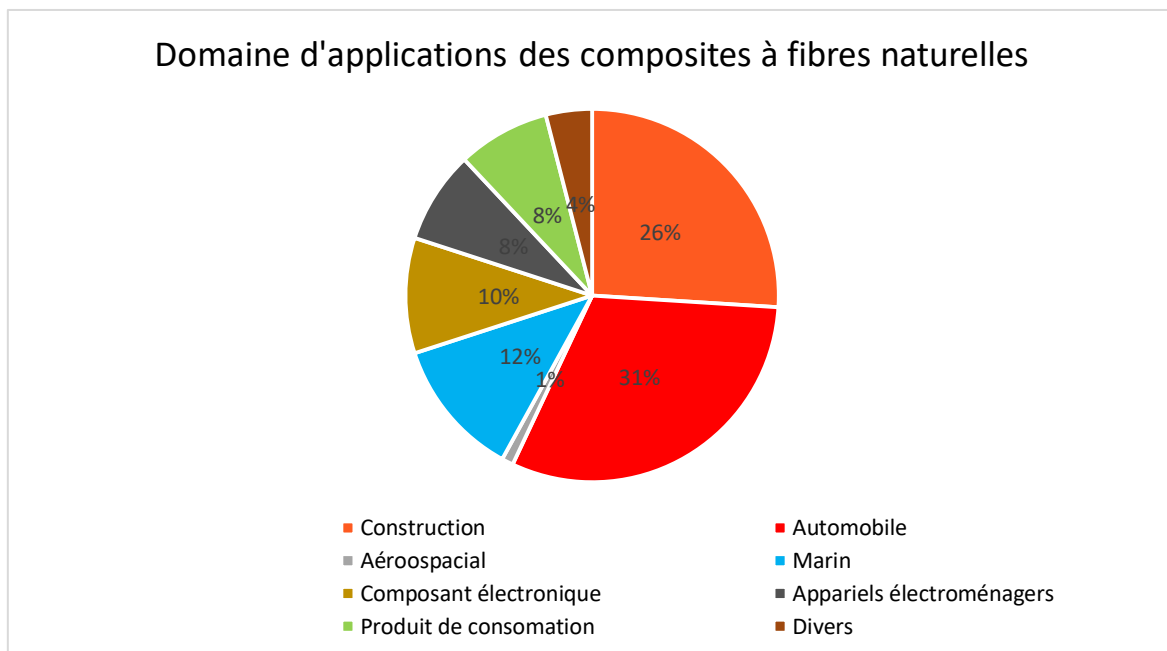
-**L'industrie du bâtiment** : les composites à fibre naturelles sont également utilisés dans la construction de bâtiments, en particulier pour les revêtements extérieurs, les toitures et les cloisons (panneaux pour cloisons et faux plafonds, cloisons, murs, planchers, cadres de fenêtres et de portes, tuiles, bâtiments mobiles ou préfabriqués pouvant être utilisés en cas de calamités naturelles telles que les inondations, les cyclones, les tremblements de terre, etc.) (Chandramohan and Marimuthu 2011). Ces matériaux sont résistants aux intempéries, aux UV et aux moisissures, ce qui en fait un choix idéal pour les environnements difficiles. De plus, les composites à fibre naturelles sont légers et faciles à installer, ce qui permet de réduire les coûts de main-d'œuvre et de transport sur les chantiers de construction [85].

- **Emballage** : les composites à fibre naturelles sont utilisés dans la fabrication d'emballages alimentaires, tels que les barquettes et les plateaux. Ces matériaux sont non toxiques, biodégradables et composables, ce qui les rend respectueux de l'environnement. Cependant, leur utilisation est limitée en raison de leur faible résistance à l'eau et à l'humidité, ce qui peut compromettre leur intégrité et leur sécurité alimentaire.

**-Sports et Loisirs :** les biomatériaux sont utilisés dans la fabrication d'équipements sportifs tels que les raquettes, les planches de surf et les skis. Ces matériaux offrent une grande résistance à l'usure, une légèreté et une durabilité supérieures à celles des matériaux traditionnels. De plus, leur flexibilité et leur résistance aux chocs en font un choix idéal pour les sports et les loisirs extrêmes. Cependant, leur coût de production est souvent plus élevé que celui des matériaux traditionnels, ce qui peut limiter leur utilisation dans certains secteurs de l'industrie des sports et des loisirs.

**-pharmaceutique :** Production de divers produits chimiques, enzymes et protéines en convertissant la biomasse en carbone, hydrogène et oxygène. Aussi l'utilisation de la lignocellulose pour produire de l'éthanol et d'autres sucres par fermentation.

**-Mobilier :** Les composites à fibre naturelles sont utilisés dans la fabrication de meubles, en particulier pour les chaises, les tables et les armoires [86].



**Figure 2.15 :** Domaines d'applications des composites à fibres naturelles.

## **Chapitre 3 : Matériels et méthodes**

### 3.1. Introduction

L'objectif de cette étude était de caractériser mécaniquement, optiquement et par ultrasons des composites à base d'époxy renforcés avec des fibres courtes Alfa, Diss et Doum. Ces bio composites présentaient une proportion massique de 20 % de renfort.

La spécification détaillée des matériaux composites a été réalisée au Centre de Recherche en Technologie Industrielle.

Dans un premier temps, nous décrirons les matériaux utilisés dans notre étude, tels que la matrice, le durcisseur et les fibres, ainsi que les protocoles de prétraitement et de traitement mis en œuvre. Ensuite, nous détaillerons les procédés d'élaboration des matériaux composites et les méthodes de caractérisation utilisées.

### 3.2. Description des matériaux utilisés

#### 3.2.1. Matrice

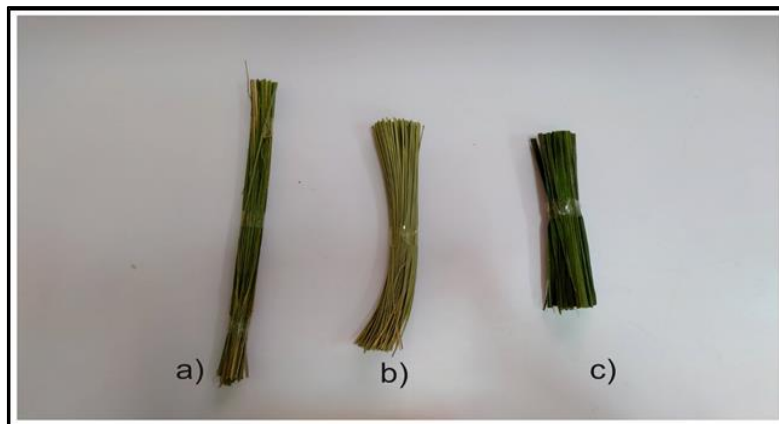
La matrice utilisée lors de cette étude est une résine thermodurcissable d'époxyde fabriquée par la compagnie (EECOMEDIA). Cette résine est destinée à la stratification due à sa bonne mouillabilité des renforts. Les principales caractéristiques de la résine sont regroupées.



Figure 3.1 : Résine et durcisseur.

#### 3.2.2. Les fibres

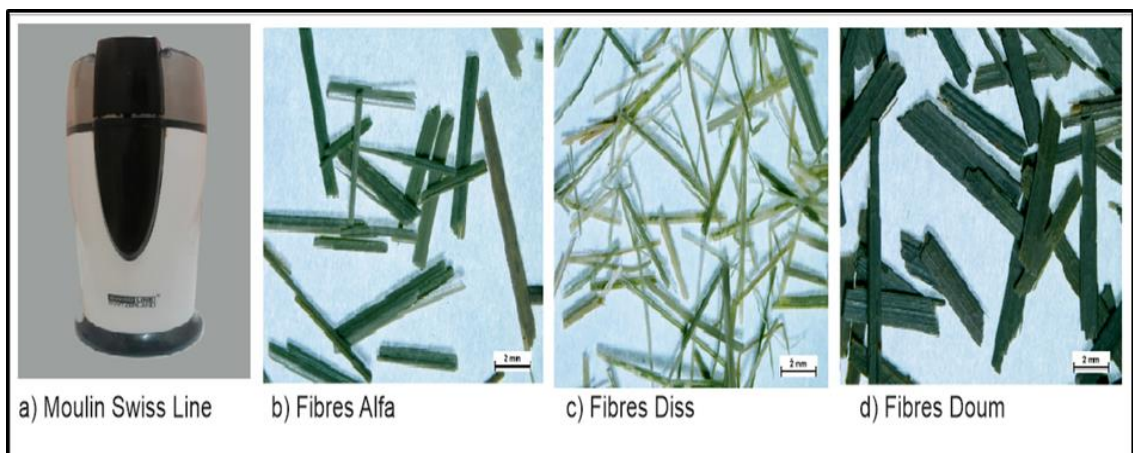
Le renfort utilisé dans notre recherche pour la fabrication du matériau composite est constitué de fibres courtes d'Alfa, Diss et Doum, tel qu'illustré dans la figure 3.2. Ces fibres sont largement répandues dans la région méditerranéenne et sont cultivées sur des milliers d'hectares en Algérie. Dans notre étude, les fibres d'Alfa ont été récoltées dans la wilaya de Djelfa, tandis que celles de Diss et Doum ont été récoltées dans la wilaya de Boumerdès.



**Figure 3.2 :** Photo des fibres utilisées a) tiges Diss b) tiges Alfa  
c) tiges Doum.

### 3.3. Préparation des fibres et traitement chimiques

Après la récolte, les tiges d'Alfa, Diss et Doum sont coupées et laissées sécher dans une étuve pendant deux heures pour réduire leur taux d'humidité. Ensuite, elles sont découpées en petits morceaux et broyées à l'aide d'un moulin SWISS LINE (figure 3.3). Les fibres broyées sont ensuite tamisées manuellement pour obtenir des fibres de taille uniforme.

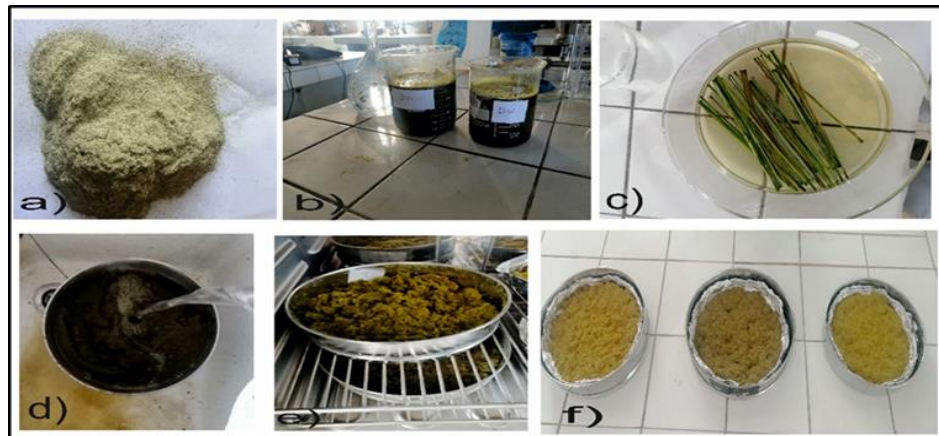


**Figure 3.3 :** Machine de broyage et les fibres après le broyage.

Dans cette recherche, nous avons choisi une approche simplifiée pour le traitement des fibres, car une méthode complexe augmenterait le coût de la fibre et réduirait sa compétitivité sur le marché. De plus, l'objectif de cette étude est de découvrir un matériau écologique possédant d'excellentes propriétés mécaniques. Toutefois, l'emploi de procédés chimiques complexes engendre des déchets toxiques difficiles à recycler.

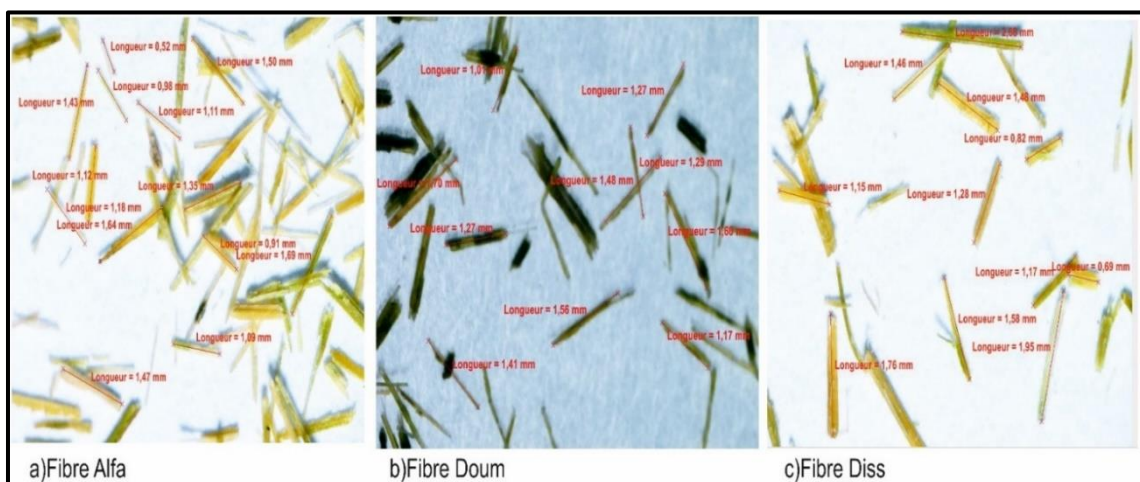


Ainsi, le traitement sélectionné pour ces fibres (figure 3.4) est un traitement alcalin à base de NaOH. Dans un premier temps, les fibres sont immergées dans une solution de NaOH à 3 % de concentration pendant deux heures à température ambiante. La seconde étape consiste à rincer les fibres à l'eau distillée à plusieurs reprises. Enfin, les fibres sont séchées dans une étuve pendant 12 heures à une température de 80 °C.



**Figure 3.4** : Étapes de traitement chimique des fibres : a) Broyage ; b) Immersion des fibres courtes dans NaOH ; c) Immersion des fibres longues dans NaOH ; d) Rincage des fibres ; e) Séchage des fibres dans l'étuve ; f) Les fibres sèches après traitement.

La Figure 3.5 présente les fibres obtenues après le traitement, où l'on observe une longueur moyenne de 1,2825 mm pour l'alfa, 1,094 mm pour le Doum et 1,596 mm pour le Diss après le broyage. Bien que les conditions de traitement aient été quasiment identiques, la taille des fibres obtenues diffère. Cette différence peut être attribuée aux caractéristiques propres de ces différentes fibres en ce qui concerne leur comportement vis-à-vis du traitement.



**Figure 3.5:** Macrographie des fibres après le traitement.



### 3.4. Élaboration des composites

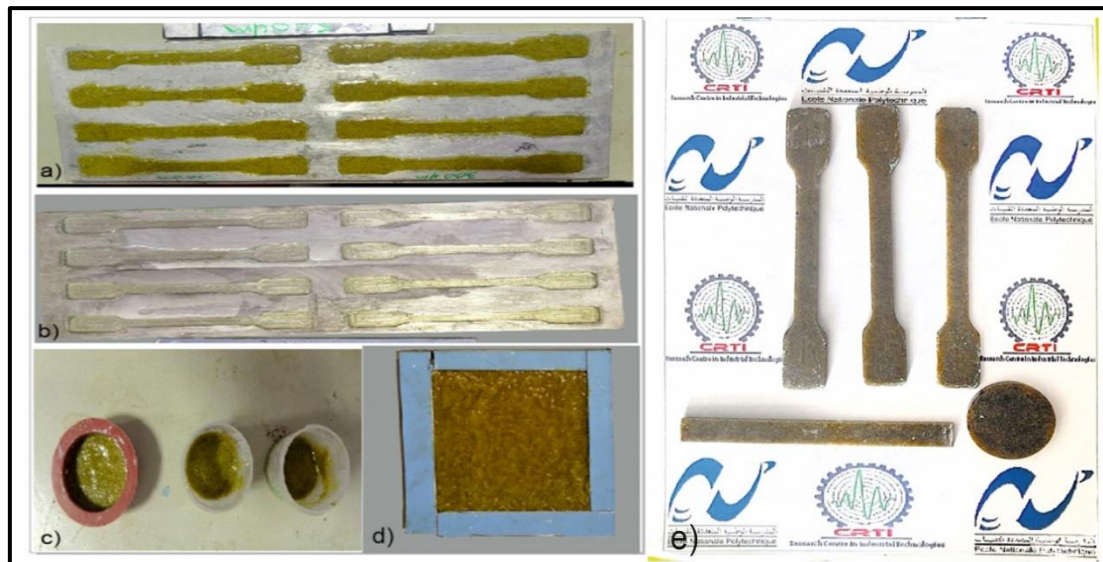
Ce tableau ci-dessous (tableau 3.1) présente les quantités des produits utilisés afin de réaliser le mélange.

**Tableau 3.1** : Pourcentage de produits utilisés.

Les produits	Pourcentage massique
Époxy	70 %
Durcisseur	30 %
Fibre (Alfa, Diss, Doum)	20 %

Après la sélection des fibres naturelles et de la préparation des fibres broyées et traitement, les trois composites sont réalisés par un procédé de moulage manuel (figure 3.6) dont le déroulement est :

1. Fabrication de la résine époxy : la résine époxy est mélangée avec un durcisseur pour former une substance molle à la consistance souhaitée.
2. Mélange des fibres et de la résine : les fibres sont ajoutées à la résine époxy et bien mélangées pour s'assurer que la résine a imprégné toutes les fibres. La fraction massique des fibres dans la résine est de l'ordre 20 % (40 g de fibre avec 160 g de résine).
3. La formation du matériau composite implique de placer le mélange de fibres et de résine dans un moule pour lui donner sa forme. Avant cela, une fine couche d'agent de démoulage est appliquée sur la surface intérieure du moule.
4. Durcissement : le matériau composite est séché à température ambiante pendant 24H.
5. Démoulage consiste à mettre les moules dans une étuve pendant une heure à 80 °C. Permet de retirer le matériau du moule sans l'endommager.
6. Finition : le matériau composite est égalisé et poli pour obtenir la surface désirée et adaptée aux essais prévus.



**Figure 3.6 :** Élaboration des composites : a) Moulage des échantillons de traction composite Alfa-époxy b) Moulage des échantillons de traction composite résine époxy c) les échantillons cylindriques pour la mesure des ultrason d) les échantillons de flexion e) Échantillons finals après démoulage et rectification.

### 3.5. Méthodes de caractérisation de composites élaboré

#### 3.5.1. Caractérisation par méthode destructif

##### 3.5.1.1. Essai de traction

C'est une méthode courante pour caractériser les propriétés mécaniques des composites. Les résultats de l'essai de traction permettent de déterminer la résistance à la traction, le module d'élasticité, la limite d'élasticité, la déformation à la rupture. Cependant, l'essai de traction est une méthode destructive qui nécessite la préparation d'échantillons spécifiques pour chaque type de matériau.

La machine de traction est un outil d'essai utilisé pour réaliser des essais de traction, de compression, de flexion, de pelage, de déchirement, de cisaillement, etc. Elle est constituée d'un bâti portant une traverse mobile, sur lequel est fixé un capteur de force interchangeable et un capteur de déplacement. L'éprouvette de traction est vissée ou enserrée entre des morts, selon sa géométrie, et amarrée à sa partie inférieure à la base de la machine et à sa partie supérieure à la traverse mobile. Le déplacement de la traverse vers le haut réalise la traction.

La caractérisation des composites obtenus a été réalisée à l'aide de la machine de traction MTS E45, équipée d'une cellule de charge d'une capacité de 10 KN (Figure 3.7). Pendant l'essai de traction, l'allongement des trois échantillons a été mesuré à l'aide d'un extensomètre à couteaux. Les données ont été acquises grâce au logiciel MTS Test Suite TW.



Figure 3.7 : Machine de Traction MTS E45.

Les dimensions et la géométrie des éprouvettes découpées ont été choisi selon la norme ISO 3167. Les dimensions caractéristiques sont données dans la figure 3.8 :

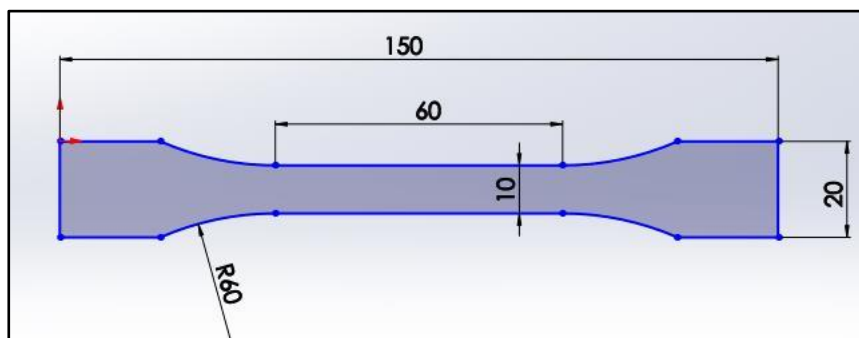


Figure 3.8 : Éprouvette de traction.

Les propriétés mécaniques que l'on peut tirer de cet essai sont déterminés par les lois suivantes :

$$\sigma = E * \varepsilon \quad \sigma = F/S \quad \varepsilon = \Delta L/L$$

Avec :  $\varepsilon$  : déformation

$\Delta L$  : l'allongement (mm)

L : longueur initiale de l'éprouvette (mm)

F et S sont respectivement la charge et la section de l'éprouvette.

### 3.5.1.2. Essai de flexion

Pour l'essai de flexion trois points, la même machine hydraulique universelle MTS CRETERION Model 45 est utilisée (figure 3.9). En effet, il suffisait juste de changer les mores de la machine. La distance entre les deux appuis est prise conformément à la loi suivante :  $L = 16 \times b$ .

Les éprouvettes sont placées sur un disque telle que montrer dans la figure 3.9, les dimensions des éprouvettes sont indiquées dans la figure suivante :

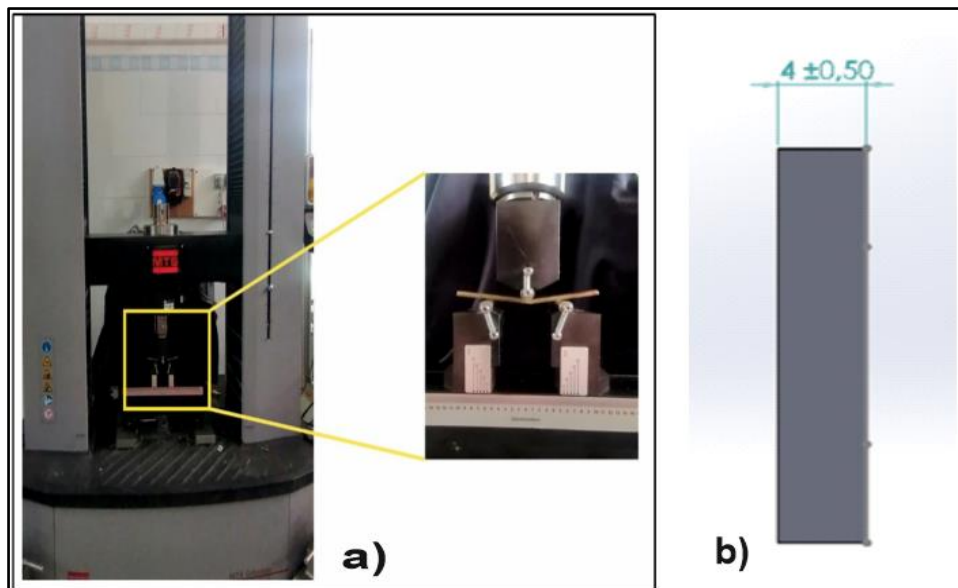


Figure 3.9 : a) Machine de Flexion b) éprouvette de flexion.

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

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2}$$

$$E_f = \frac{L^3 \Delta F}{4bh^3 \Delta Y}$$

Où :

F : la force (N),

L : la longueur entre appuis (mm).

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

$\sigma_f$ : la contrainte à la rupture (MPa).

$E_f$ : le module de flexion (GPa).

### 3.5.1.3. Essai de dureté

C'est une méthode couramment utilisée pour mesurer la résistance d'un matériau à la pénétration. Il est relativement facile à exécuter, généralement peu destructif et la majorité de l'instrumentation est peu onéreuse par rapport à d'autres types d'équipement de vérification des matériaux. Il existe plusieurs méthodes d'essai de dureté, telles que Vickers-Knoop, Rockwell et Brinell, qui sont utilisées pour répondre aux applications de contrôle de production, de R&D en ateliers ou laboratoires.

Les méthodes d'essai de dureté reposent sur trois critères : la relation définissant la valeur de la dureté en tenant compte de la contrainte et la réaction du matériau, la forme et le matériau du pénétrateur, et le cycle force-temps de la méthode d'essai de dureté. Les résultats de l'essai de dureté peuvent être utilisés pour évaluer la qualité et les propriétés des matériaux, tels que la résistance à l'usure, la résistance à la déformation, la résistance à la rupture.

La dureté peut être définie comme une mesure de la résistance à la déformation. La machine de mesure de la dureté est de type Vickers de marque INNOVATEST(NEMESIS) dont le poids varie entre 10 et 150 kg.

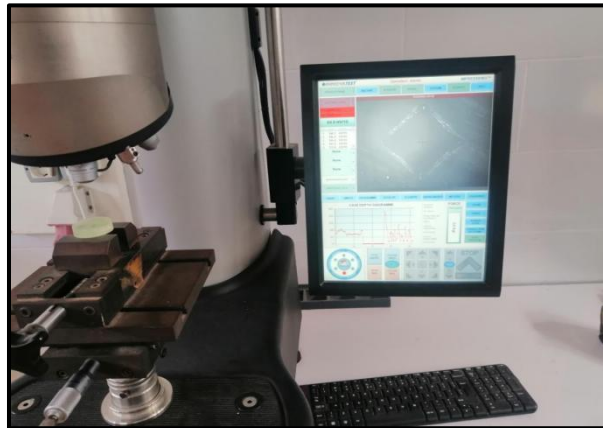


Figure 3.10 : Micro-duromètre utilisé.

## 3.5.2. Caractérisation non destructif

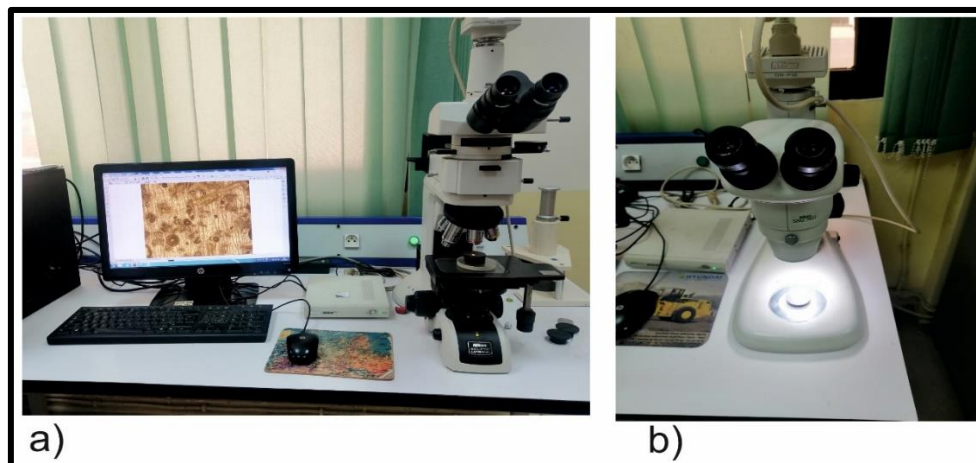
### 3.5.2.1. Caractérisation optique

- **Microscope optique**

Le microscope optique (Figure 3.11. (a)) est un instrument d'optique équipé de deux lentilles, l'objectif et l'oculaire, qui permettent de grossir l'image d'un objet de petites dimensions et d'en séparer les détails. L'objectif sert à grossir l'image et fonctionne comme une lentille convergente, tandis que l'oculaire sert à former une image qui ne nécessite pas d'effort pour l'œil humain. Des instruments supplémentaires permettent de régler la quantité de lumière

(le diaphragme) ou la mise au point (molettes liées à un système de crémaillère) pour affiner l'observation de l'échantillon placé sur la platine porte-échantillon. Le microscope optique est un système optique complexe qui peut être équipé de différents accessoires pour améliorer la qualité de l'image, tels que des filtres, des polariseurs, des caméras, etc. Il existe aujourd'hui de nombreuses variantes de microscope optique, telles que le contraste de phase, le fond noir, la lumière polarisée, la fluorescence, le confocal, etc.

Dans notre étude, l'analyse microstructurale est déterminée à partir des clichés obtenus par deux microscopes optiques : Nikon ECLIPSE LV100ND qui permet l'observation des échantillons, avec un grossissement qui varie de  $\times 50$  à  $\times 1500$ , et un microscope stéréoscopique (figure 3.11-b) Nikon modèle SMZ745 qui permet un grossissement de  $\times 6.7$  à  $\times 50$ . L'acquisition des images est réalisée grâce à une caméra numérique qui permet d'acquérir des photos via le logiciel Axio vision. Ces deux microscopes sont accompagnés d'un appareil photo et d'un ordinateur permettant l'acquisition et le traitement des images obtenues.



**Figure 3.11** : Microscope optique Nikon ECLIPSE LV100ND (a) et microscope stéréoscopique Nikon SMZ745 (b).

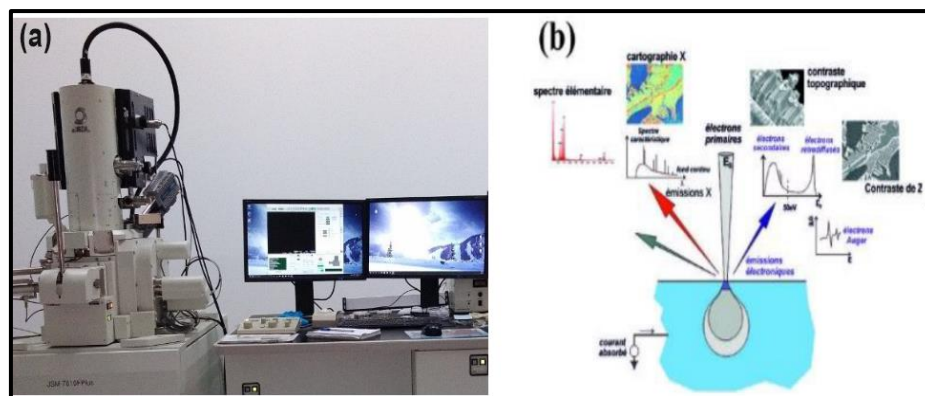
- **Microscope électronique à balayage (MEB)**

Les observations réalisées avec un microscope optique ont été complétées par des analyses effectuées à l'aide d'un microscope électronique à balayage haute résolution (MEB). L'appareil utilisé est un modèle JSM-7610F plus (voir Figure 3.12). Ces observations MEB ont été effectuées au Centre de Recherche Technologique des Semi-Conducteurs (CRTSE). La microscopie électronique à balayage est principalement employée pour obtenir des images topographiques de la surface des échantillons. Ces images sont créées point par point en balayant la surface métallique avec un faisceau d'électrons et sont principalement formées à partir d'émissions électroniques de surface (électrons secondaires et rétrodiffusés).



Le microscope électronique à balayage (MEB) balaye la surface d'un objet avec un faisceau d'électrons, émettant des particules qui sont analysées par des détecteurs pour reconstruire une image virtuelle de l'objet en trois dimensions. Deux types d'électrons émis sont analysés : les électrons rétrodiffusés, qui sont sensibles à la composition chimique et ont une énergie cinétique élevée, et les électrons secondaires, qui fournissent des informations topographiques et ont une faible énergie cinétique.

Le MEB se compose d'un canon à électrons, d'une colonne d'électrons, d'un plateau d'échantillonnage et de détecteurs.



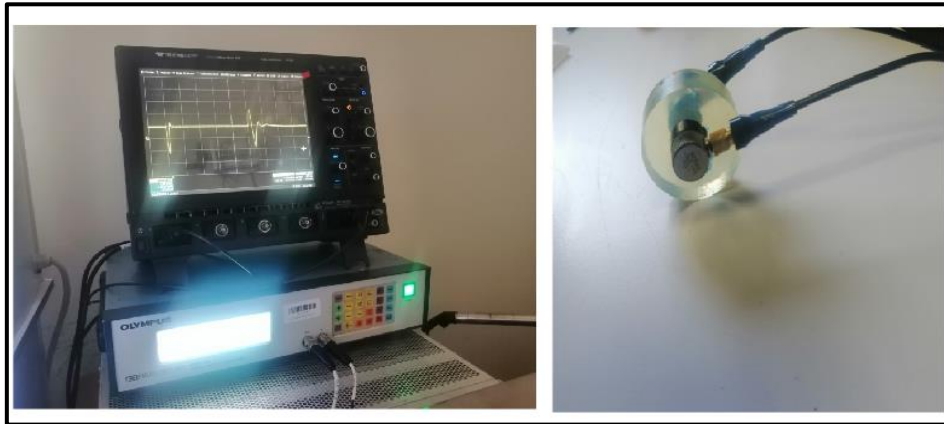
**Figure 3.12** : (a) Microscope MEB et (b) interaction électron matière.

### 3.5.2.2. Caractérisation par ultrasonores

La caractérisation par ultrasons (figure 3.13) est une méthode couramment utilisée pour évaluer les propriétés des matériaux. Les ultrasons sont des ondes sonores à haute fréquence qui peuvent être utilisées pour détecter les défauts, mesurer l'épaisseur des matériaux, caractériser la microstructure, etc. La caractérisation par ultrasons est une méthode non-destructive qui peut être utilisée pour évaluer les propriétés des matériaux sans endommager l'échantillon. Les ultrasons sont souvent utilisés en métallurgie, en électronique, en science des matériaux, etc. Pour évaluer les propriétés des matériaux, telles que la densité, la vitesse du son, la conductivité thermique, la résistance à la corrosion, etc. Il existe également des techniques d'imagerie par ultrasons, telles que l'échographie, qui peut être utilisée pour visualiser les structures internes des matériaux.

Le contrôle non-destructif par ultrasons, également appelé CND par ultrasons ou UT, est une méthode de caractérisation de l'épaisseur ou de la structure interne d'un matériau à l'aide d'ondes sonores à haute fréquence. Les fréquences utilisées pour les tests par ultrasons sont plusieurs fois supérieures, à la limite, de l'audition humaine, généralement dans la plage de

500 KHz à 20 MHz. Cette méthode de contrôle non destructif permet la détection de défauts à l'intérieur d'un matériau sans nuire à son intégrité [87].



**Figure 3.13:** Mesure des propriétés mécaniques par ultrasons par contact.

### 3.5.2.3. Caractérisation avec IRTF

L'analyse par IRTF (Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier) (figure 3.14) est une méthode de spectroscopie infrarouge qui permet de déterminer les liaisons chimiques d'un échantillon. Cette méthode est basée sur le principe de la réflexion interne totale, dans laquelle le trajet optique de mesure dépend de la profondeur de pénétration de l'onde évanescente dans l'échantillon. La micro spectroscopie ATR-FTIR est une application courante de la caractérisation par ATR, qui permet d'obtenir des informations sur la composition chimique et la structure des matériaux à l'échelle microscopique. Cette méthode est souvent utilisée pour caractériser les matériaux organiques, tels que les polymères, les tissus biologiques, les fibres, etc. Les spectres (FTIR-ATR) ont été obtenus à l'aide d'un spectromètre FTIR CARY 630 (Agilent Technologies, Inc., CA, USA). Les mesures ont été effectuées dans la plage de nombre d'ondes de  $650$  à  $4\ 000\text{ cm}^{-1}$  afin de surveiller les changements dans la structure chimique des échantillons.



**Figure 3.14:** ATR spectromètre CARY 630.



## **Chapitre 4 : Résultats et discussions**

## 4.1. Introduction

Dans cette section, nous procéderons à l'analyse des échantillons préparés aussi les fibres par méthodes de caractérisation destructives et non-destructives. Ensuite, nous interpréterons les caractéristiques mécaniques obtenues à partir de ces essais, notamment la traction, la flexion et les ultrasons. Nous examinerons également les caractéristiques morphologiques des échantillons à l'aide de microscopes optiques et électroniques à balayage. Ces analyses approfondies nous permettront de mieux comprendre le comportement et les propriétés des composites à fibres naturelles étudiés.

## 4.2. Caractérisation des fibres

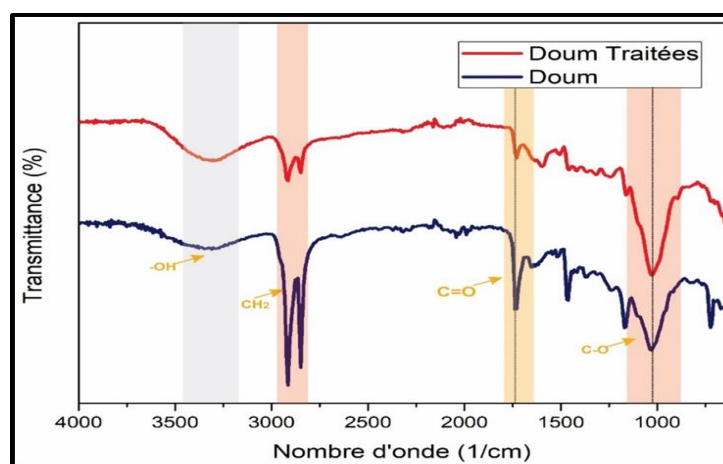
### 4.2.1. Analyse des fibres par IRTF

#### a) Fibre Doum

La figure 4.1 montre les spectres infrarouges de la fibre Doum traité au NaOH et non traité, elle montre un pic disparu à  $1630\text{ cm}^{-1}$ , ce pic caractérise l'hémicellulose, la pectine et les cires présentes dans les fibres avant traitement. En outre et les pics  $3391\text{ cm}^{-1}$ ,  $2920\text{ cm}^{-1}$ ,  $1238\text{ cm}^{-1}$  ont subi des modifications par-rapport à leur intensité.

Le pic important observé à  $1032\text{ cm}^{-1}$  pour les fibres de Doum (qui correspond aux groupements (C-O) de la cellulose, et des alcools de la lignine) [88, 89].

Aussi, une large bande d'absorption à  $3274\text{--}3500\text{ cm}^{-1}$  est présente. Bande d'absorption à  $3274\text{--}3500\text{ cm}^{-1}$  est principalement due aux groupes OH dans la structure existante des fibres. Ces résultats peuvent être dus à la dissolution partielle de lignine, des cires et des pectines [90].



**Figure 4.1** : Spectre infrarouge de la fibre Doum.

#### b) Fibre Alfa

Dans le spectre FT-IR de la fibre d'Alfa (figure 4.2), on observe les pics  $3391\text{ cm}^{-1}$ ,  $2920\text{ cm}^{-1}$ ,  $1630\text{ cm}^{-1}$ ,  $1238\text{ cm}^{-1}$  ont subi des modifications par-rapport à leur intensité.

Une large bande d'absorption à 3274-3500  $\text{cm}^{-1}$  est présent qui est principalement dû aux groupes OH dans la structure existante des fibres. Nous notons également la présence d'une bande à 1030  $\text{cm}^{-1}$  et d'une seconde à 1628  $\text{cm}^{-1}$  ce qui indique l'existence de liaisons C-O et de doubles liaisons C=O [90].

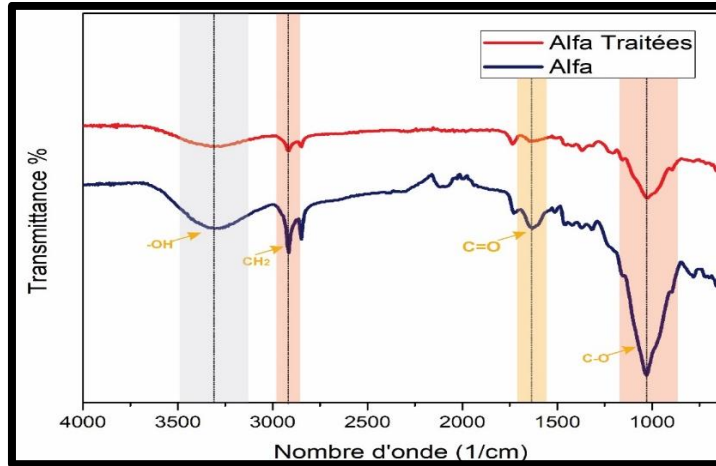


Figure 4.2 : Spectre infrarouges de la fibre Alfa.

### c)Fibre Diss

Les pics 3391 $\text{cm}^{-1}$ , 2920  $\text{cm}^{-1}$ , 1238  $\text{cm}^{-1}$  ont subi des modifications par-rapport à leur intensité. La bande 3600 – 3100  $\text{cm}^{-1}$  représente les liaisons hydrogènes du réseau inter et intramoléculaire de la cellulose, ainsi que les groupements hydroxyyles libres de l'hémicellulose. Le spectre de Diss traité au NaOH montre un pic disparu à 1629  $\text{cm}^{-1}$ , ce pic caractérise l'hémicellulose, la pectine et les cires présentes dans les fibres avant traitement [78].

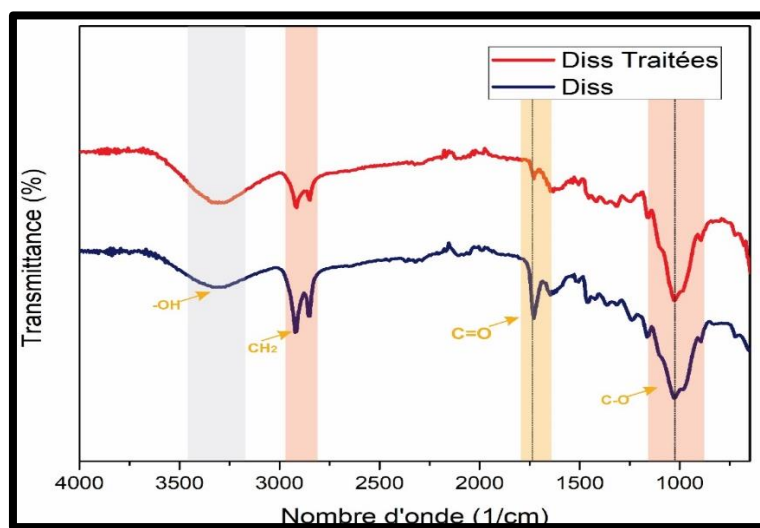


Figure 4.3 : Spectre infrarouges de la fibre Diss.

Le traitement alcalin permet d'extraire les impuretés et d'éliminer des constituants pariétaux telle que les lignines, pectines et les substances cireuses qui recouvrent la surface externe de la paroi cellulaire de la fibre. On remarque la disparition des pic de ces constituants pariétaux dans les fibres Diss et Doum mais pas dans Alfa, ce qui indique que les fibres Diss et Doum sont bien traité par rapport à Alfa.

#### 4.2.2. Propriétés mécaniques des fibres en traction

Pour la caractérisation mécanique des tiges tendues, des cadres en carton (papier épais) ont été découpés pour placer les échantillons sur la machine comme montrer dans la figure 4.5. Cette méthode est largement utilisée pour caractériser les fibres naturelles selon la norme de traction des fibres unitaires ASTM 3379-75. Coller les tiges sur le carton à l'aide d'un adhésif adapté. La longueur utile du test est de 40 mm.

Avant les essais de traction, le diamètre des fibres a été mesuré visuellement avant leur introduction dans la machine à étirer.

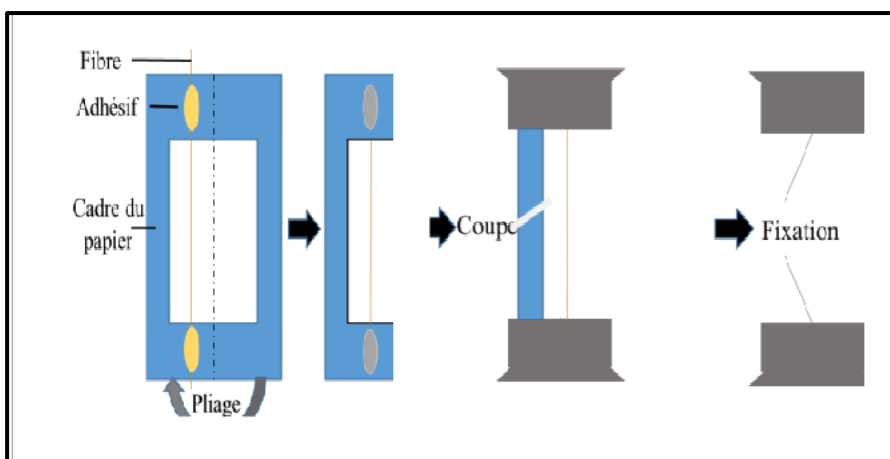


Figure 4.4 : Préparation de l'échantillon.

La vitesse de l'essai ou bien la vitesse de déplacement des mors de la machine est fixée à 1mm/min selon la norme de traction ASTM D3379-75. La fréquence d'acquisition des données est programmée pour chaque 60 ms [92].

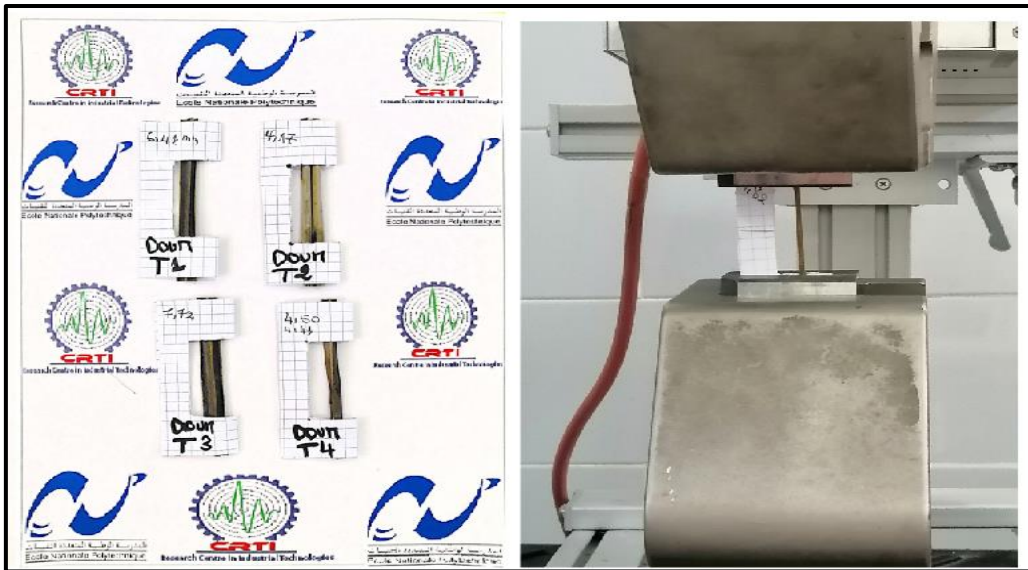


Figure 4.5: Essais de traction sur les tiges des fibres naturelles.

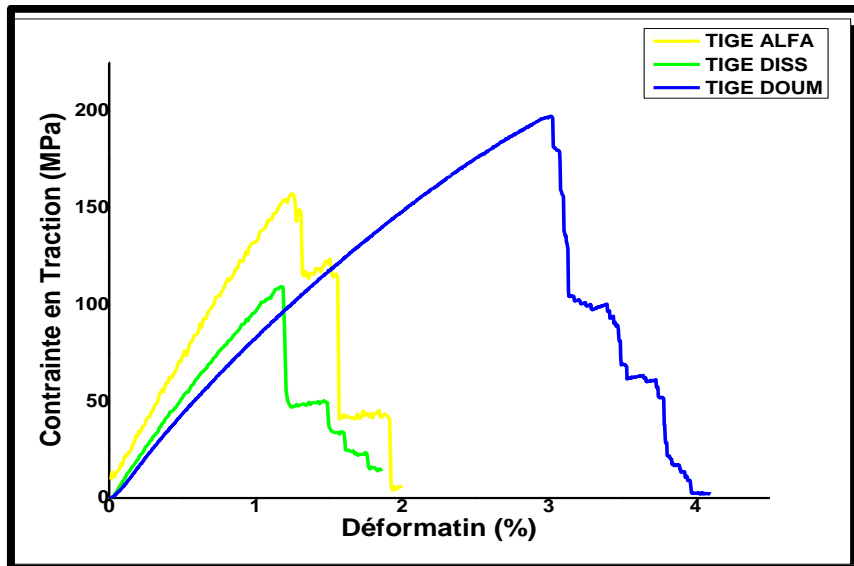


Figure 4.6 : Courbes de traction des tiges d'Alfa, Diss et Doum.

Les courbes contraintes-déformations enregistrées lors des essais apparaissent sur la figure 4.7 ci-dessus

Le comportement des tiges est de type élastique fragile et la rupture se fait par palier traduisant une rupture progressive des fibres.

Les valeurs de la contrainte à la rupture varient entre 102 MPa et 200 MPa et les valeurs des allongements à la rupture varient entre 1,3 mm et 3,3 mm, cette variabilité est due à plusieurs facteurs :

- Les microfibrilles présentes dans les faisceaux présentent des orientations différentes. Au début du test, ces micro fibrilles commencent à se réorienter de manière progressive afin de s'aligner avec l'axe de la traction.
- Étant donné que la plupart des fibres sont constituées de deux ou trois faisceaux qui sont collés ensemble, l'application d'une charge sollicitera un seul faisceau à la fois en raison de leurs longueurs différentes. Le transfert de charge se produira de manière progressive d'un faisceau à un autre. Cela explique en partie la dispersion des résultats observée [93].

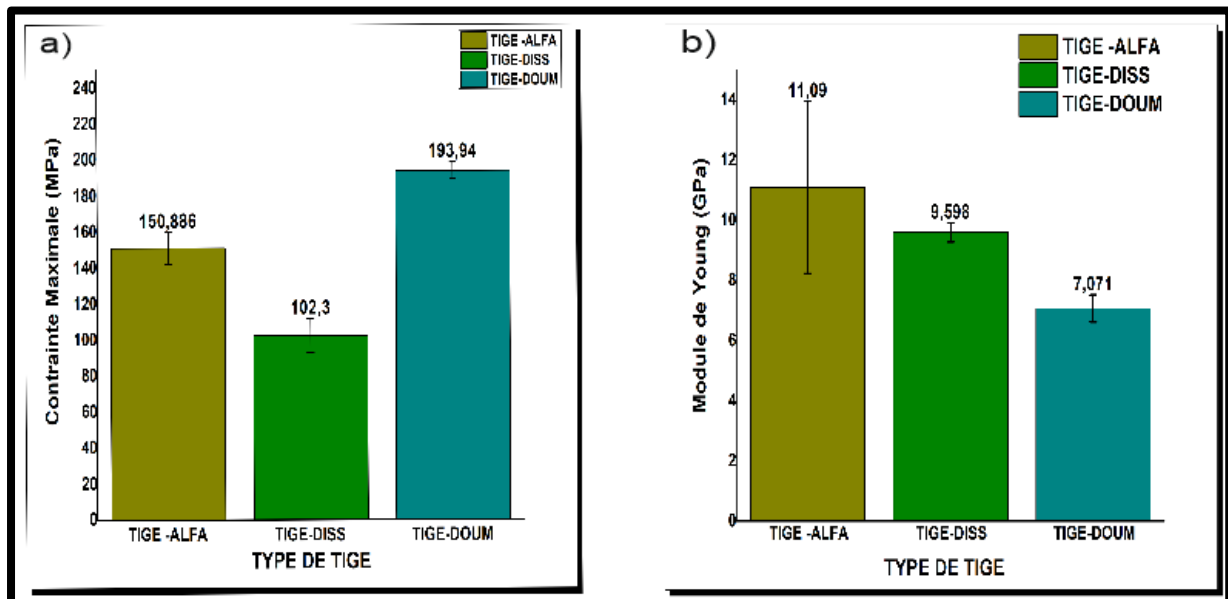


Figure 4.7 : Contrainte maximale (a) et module de Young (b) des tiges étudiées.

La figure 4.7-(a) représenté deux histogrammes comparant les caractéristiques mécaniques des trois tiges, à savoir la résistance maximale et le module de Young :

Dans le premier histogramme, nous observons la moyenne de la résistance maximale des fibres. Cette mesure indique la charge maximale que les fibres peuvent supporter avant de se rompre. Les valeurs sont regroupées autour d'une certaine moyenne, ce qui permet d'évaluer la résistance générale des fibres.

D'après les données présentées dans l'historgramme de la résistance maximale (figure 4.7. (a)) On observe que la tige Doum présente la plus grande valeur moyenne de résistance maximale ( 193,94 MPa) parmi les fibres étudiées. Ensuite, la tige Alfa affiche une résistance maximale moyenne (150,86 MPa). Enfin, la tige Diss présente la plus faible valeur moyenne de résistance maximale parmi les fibres examinées.

Le deuxième histogramme (figure 4. 7-(b)) présente la moyenne du module de Young des fibres. Le module de Young mesure la rigidité ou la raideur d'un matériau. Il indique la capacité des fibres à résister à la déformation sous l'effet d'une contrainte. Les valeurs regroupées dans Cet

histogramme nous renseigne sur la capacité des fibres à conserver leur forme et à maintenir leur structure sous des contraintes appliquées.

D'après les données présentées dans l'histogramme du module de Young, on constate que la tige Alfa présente la plus grande valeur moyenne de module de Young parmi les fibres étudiées, avec une valeur de 11,09 GPa. Ensuite, la fibre Diss affiche une valeur moyenne, légèrement inférieure de 9,89 GPa. Enfin, la fibre Doum présente la plus faible valeur moyenne de module de Young parmi les fibres examinées, avec une valeur de 7,071 GPa. Ces résultats indiquent que la tige Alfa est la plus rigide, suivie par la fibre Diss, tandis que la fibre Doum est la moins rigide.

### 4.3. Caractérisation des bio-composites élaborés

#### 4.3.1. Mesure de densité

La mesure de densité est une mesure essentielle et fondamentale pour caractériser les matériaux. Elle permet de déterminer si un matériau est dense ou non. La densité est définie comme le rapport entre la masse d'un matériau, exprimée en grammes, et son volume, exprimé en centimètres cubes. Cependant, la mesure précise du volume des composites est difficile en raison de leur faible épaisseur et de leur légèreté. Par conséquent, la méthode couramment utilisée pour mesurer la densité des composites est la méthode dite "méthode de double pesée". Cette méthode implique de mesurer le poids de l'échantillon à l'air à l'aide d'une balance, puis de le mesurer dans l'eau. La densité est ensuite calculée conformément à la norme NF T 51-561 en utilisant la formule suivante :

$$\rho_i = \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{eau}} \times \rho_{eau}$$

Avec :  $\rho_i$  et  $\rho_{eau}$  sont les densités du matériau  $i$  et de l'eau distillée respectivement (g/cm<sup>3</sup>),  $m_{air}$  et  $m_{eau}$  sont les masses mesurées en (g) du matériau  $i$  à l'air et dans l'eau respectivement.

**Tableau 4.1** : Densité des différents composites.

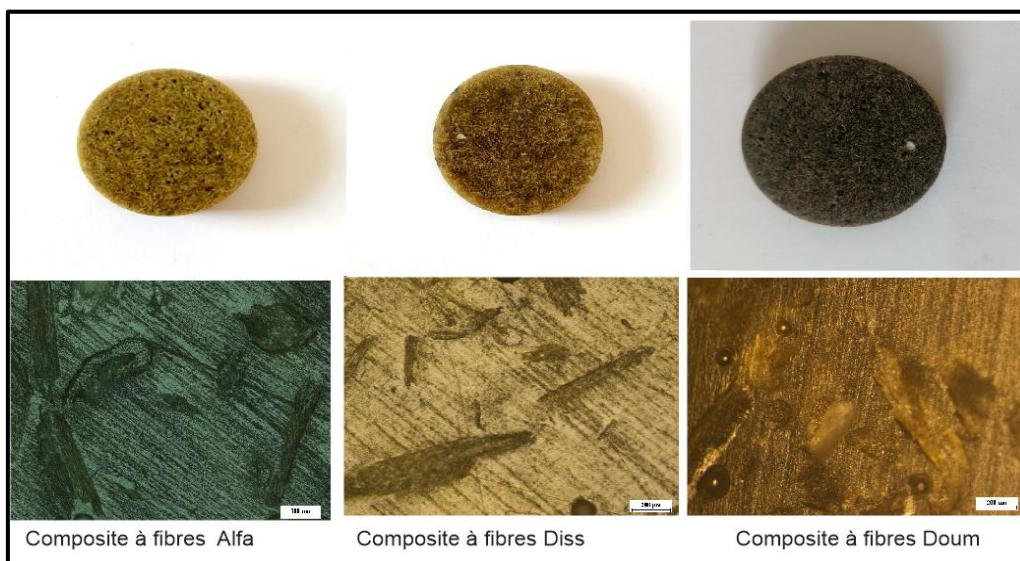
Echantillon	M(air)	M(eau)	$\rho_{eau}$	Densité
Epoxy	10.8	1.26	0.9983	1.13
Epoxy-ALFA	13.34	0.46	0.9983	1.03
Epoxy-DISS	9.95	0.89	0.9983	1.09
Epoxy-DOUM	11.37	0.66	0.9983	1.059

L'analyse des résultats de calcul de densité montre que l'ajout de fibres naturelles à l'époxy entraîne une diminution de la masse volumique. En conséquence, les bio-composites obtenus sont plus légers que l'époxy pur. Cette réduction de la densité est principalement due à la légèreté des fibres naturelles utilisées dans le matériau composite.

Ce qui présente un avantage significatif en termes de réduction de poids, et rend ces composites hautement attrayants pour une multitude d'applications.

#### 4.3.2. Analyses microstructurale

Après l'élaboration des composites, des échantillons sont préparés pour l'observation au microscope optique (Figure 4.9). Nous constatons la présence de porosités, qui peut être due à la technique de mise en forme utilisée, qui ne peut pas éliminer les bulles d'air emprisonnées dans la résine lors de l'imprégnation des fibres. Néanmoins, nous remarquons l'absence des défauts macroscopiques tels que le manque de matière, les fibres non imprégnées ou la macroporosité. De plus, les images optiques montrent une bonne distribution des fibres (Homogène) et une bonne interface fibre-matrice (absence de vide à l'interface). Cela peut être attribué à la taille des fibres, qui sont plus faciles à imprégner par rapport aux fibres longues.



**Figure 4.8 :** Photos et images optiques des trois composites obtenus.

- **Calcul du taux de porosité**

Nous avons utilisé le logiciel Corel Draw pour traiter les images optiques afin de faciliter le calcul du taux de porosité avec le logiciel Image J. La figure 4.10 présente le procédé de calcul du taux de fibre et de porosité du composite en transformant une image optique en une



image binaire à deux couleurs. Cette transformation permet au logiciel de calculer la surface de porosité (en bleu).

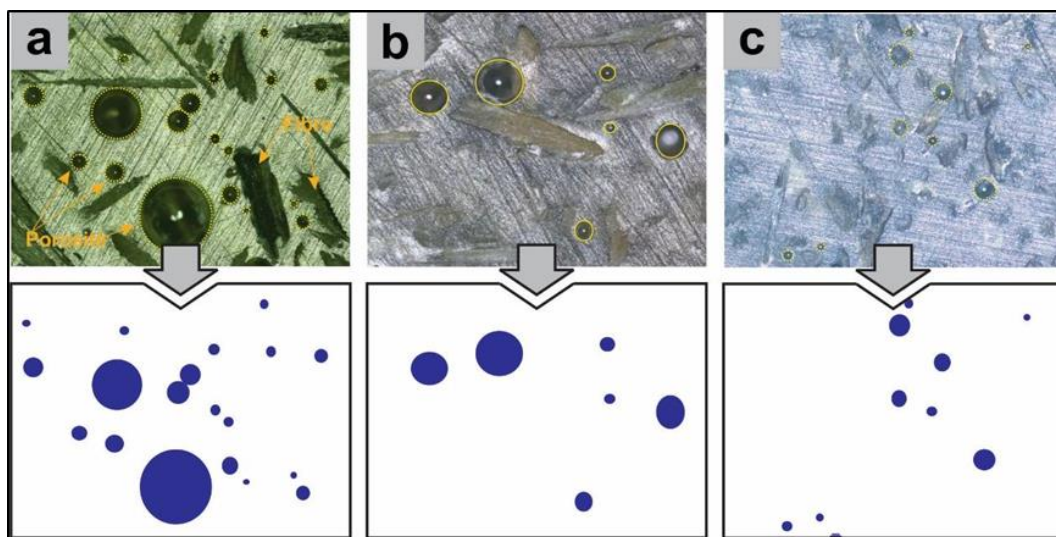


Figure 4.9 : Calcul de la porosité par le logiciel CorelDraw. (a) Alfa, (b) DISS, (c) DOUM.

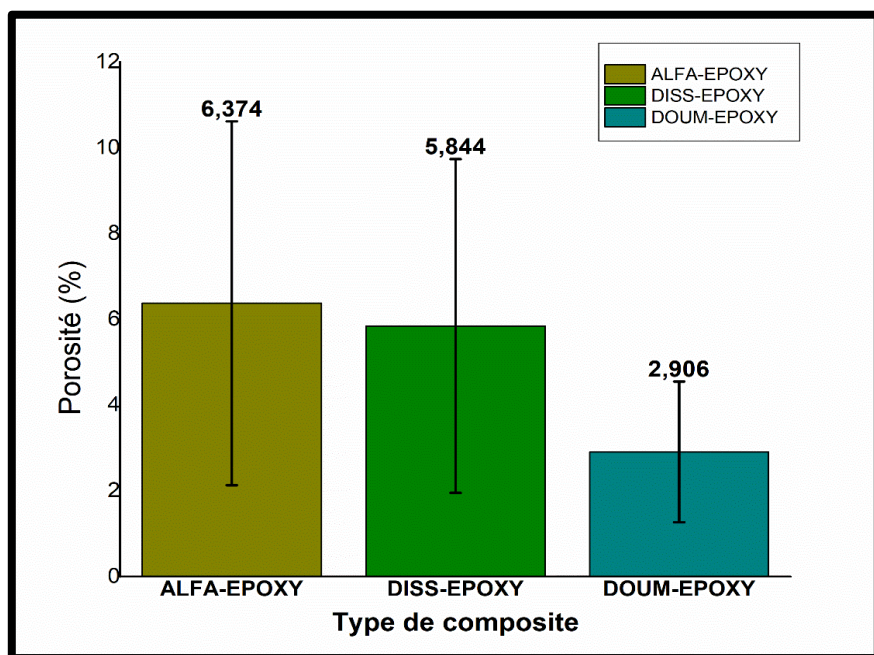


Figure 4.10: Pourcentage de porosité dans les trois composites.

La porosité fait référence à la présence de vides ou d'espaces vides dans le matériau composite. Une porosité élevée peut résulter de différentes causes telles que des défauts de fabrication, des bulles d'air piégées ou une mauvaise adhérence entre les fibres et la matrice. Les résultats présentés dans la figure 4.11 indique que le composite Alfa présente une porosité très élevée, avec un pourcentage de 6,37 % et un écart type important. Ensuite, le composite

Diss présente une porosité de 5,8 %, tandis que le composite Doum affiche une porosité de 2,9 %. Le niveau de porosité observé est considéré comme normal compte tenu de la méthode d'élaboration utilisée. Cependant, il est important de souligner que la présence de pores de grande taille (1,2 mm) aura un impact significatif sur les propriétés mécaniques du composite. Heureusement, il est possible d'éliminer ces pores en ajustant les paramètres d'élaboration.

### 4.3.3. Essai de traction

Pour l'essai de traction, les éprouvettes sont placées sur les mâchoires de la machine et alignées avec l'axe de traction à l'aide de guides. La vitesse de déplacement des mors est fixée à 1 mm/min. Pendant l'essai, les allongements sont enregistrés à l'aide d'une caméra haute performance. Quatre éprouvettes de chaque composite ont été utilisées (Figure 4.12). Ceci est conforme à la norme ASTM D638-10, qui est utilisée pour caractériser les matériaux composites d'une faible épaisseur ne dépassant pas 4 mm [94].

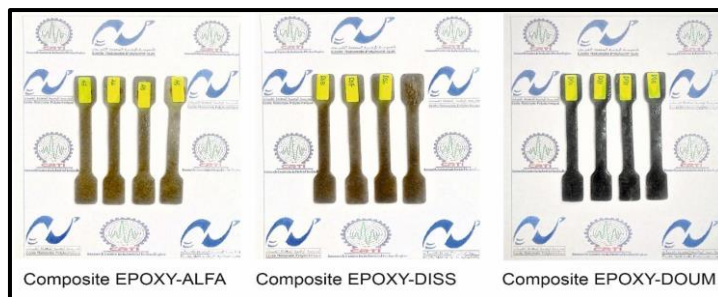


Figure 4.11 : Éprouvettes de traction.

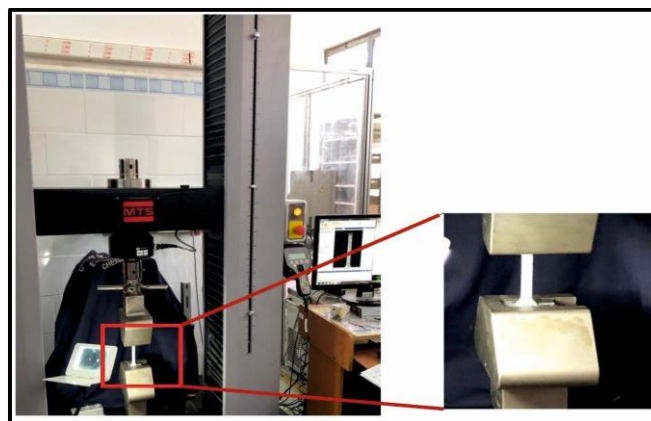


Figure 4.12: Dispositif de traction.

Le logiciel de la machine de traction calcule en temps réel la charge appliquée (N) en fonction du déplacement, ce qui permet de tracer la courbe contrainte-déformation pour les éprouvettes testées (Figure 4.13). Nous avons sélectionné la courbe la plus représentative de

chaque composite afin de tracer un graphique permettant de comparer les trois composites en termes de contrainte maximale, déformation et module de Young (pente).

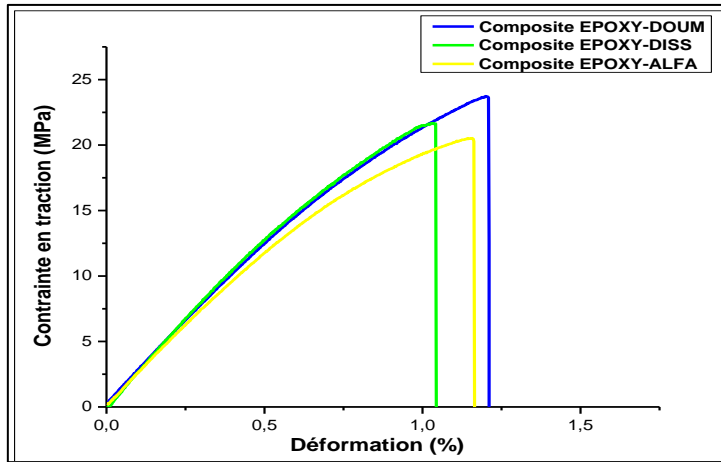


Figure 4.13 : Courbe de traction.

D'après l'analyse de la figure 4.14, nous remarquons que les courbes des trois éprouvettes présentent une forme similaire, mais avec des valeurs différentes. De plus, dans la partie élastique de la courbe de traction, nous observons une variation de la pente. Lorsque nous nous approchons de la zone de contrainte maximale, nous constatons une chute abrupte de la courbe, ce qui indique la rupture des éprouvettes de traction.

La figure 4.15 montre les histogrammes de l'évolution de la résistance à la rupture et du module d'Young en fonction des bio-composites.

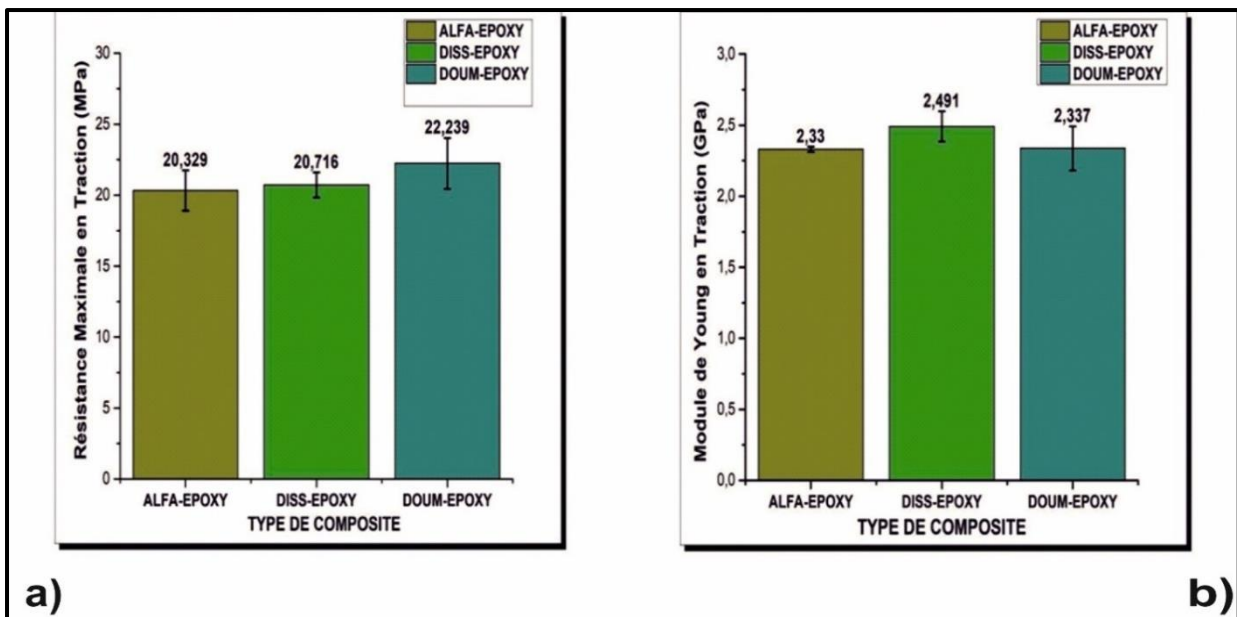


Figure 4.14 : a) Résistance maximale en traction b) Module de Young.

D'après les histogrammes, nous avons remarqué que les trois composites présentent des propriétés de traction presque similaires. Cependant, les composites renforcés par les fibres de Doum et Diss affichent des propriétés légèrement supérieures à celles du composite renforcé par l'Alfa. Il est important de souligner que la majorité des travaux scientifiques portant sur les fibres naturelles en Algérie se concentrent sur le composite à base d'Alfa. Par conséquent, cette observation indique que les fibres de Diss et Doum ont également le potentiel d'être étudiées comme renfort pour les polymères, tout comme les fibres d'Alfa actuellement.

D'autre part, les résultats obtenus montrent que les deux propriétés mécaniques en traction (allongement et résistance maximale) des composites obtenus ont tendance à diminuer comparativement au résine époxy vierge par contre on remarque une augmentation du module du Young dans les composites à fibres naturelles.

Effectivement, la résine vierge a une contrainte à la rupture de 31,03 MPa alors que toutes les autres formulations Alfa, Diss et Doum ont des contraintes inférieures avec les valeurs suivantes : 20,32 MPa ; 20,716 MPa et 22,23 MPa.

Pour l'allongement à la rupture, la résine époxy admet une valeur 2,94 %, alors que toutes les autres formulations des composites ont des allongements inférieurs.

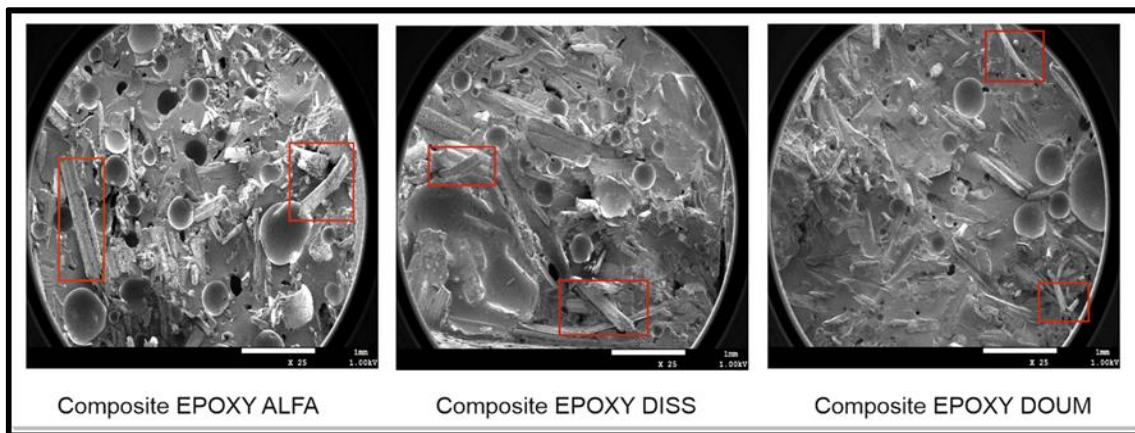
Cette diminution est peut-être due au :

- 1- Mauvaise adhérence entre les fibres et la matrice époxy : une adhérence insuffisante entre les fibres et la matrice peut entraîner un arrachement des fibres plutôt qu'une rupture. Cela peut réduire les performances mécaniques du matériau composite.
- 2- Mauvais traitement chimique des fibres : si les fibres n'ont pas été correctement traitées chimiquement, cela peut les endommager et affaiblir leurs propriétés. Un traitement chimique inadéquat peut entraîner une diminution de l'adhérence entre les fibres et la matrice.
- 3- Présence de porosité : une observation a révélé la présence d'un grand nombre de pores dans le matériau composite. La porosité peut affaiblir le matériau en créant des zones de faible résistance et en compromettant l'intégrité structurelle.
- 4- Présence de vides dans les fibres : les fibres naturelles, comme les fibres Alfa, peuvent contenir des vides résultant du lumen (espace vide) présent dans leur structure. Ces vides peuvent créer des défauts dans la structure du composite et réduire les performances mécaniques.

Ces explications fournissent des raisons potentielles pour la diminution de la résistance en traction observée dans notre étude. Il est important de noter que ces facteurs peuvent être influencés par plusieurs paramètres, tels que les méthodes de fabrication, les traitements de surface, les conditions de préparation des échantillons, etc.

Nous avons remarqué que tous les modules des différents composites Diss (2,49 GPa), Alfa (2,33 GPa) et Doum (2,34 GPa) sont supérieurs au module du Résine Époxy vierge avec 176,32%, résultat conforme à la littérature. Par ailleurs, dans ce cas les fibres naturelles apportent plus de rigidité à la résine.

#### 4.3.4. Observation des faciès de rupture en Traction avec MEB



**Figure 4.15:** Observations au MEB des faciès de rupture en traction.

La figure 4.15 présente les micrographies de la surface de rupture prise par le MEB et issue des trois échantillons ayant été soumis à un essai de Traction. Cette figure montre certaines fibres propres sans aucune trace de la matrice sur leur surface, cela montre que l'adhésion entre les fibres et la matrice n'est pas parfaite. On observe aussi la présence de cavités et de pores dans le matériau composite. Une défibrillation des fibres est aussi observée (dans le rectangle en rouge), celle-ci peut être due au problème d'arrachement des fibres à cause de la mauvaise adhésion entre la matrice et les renforts.

#### 4.3.5. Essai de Flexion

Un essai de flexion à trois points a été réalisé pour caractériser le comportement mécanique des composites à matrice époxy renforcé par des fibres courtes Alfa, Diss et Doum. L'essai consiste à appliquer une force de flexion sur une éprouvette placée sur deux supports, mesurer les déformations et enregistrer les données

. Les résultats de l'essai (figure 4.17 et figure 4.18) permettent de déterminer des propriétés mécaniques telles que la résistance en flexion et module de flexion, fournissant des informations sur le comportement structural du composite. Les essais de flexion sont réalisés sur des éprouvettes normalisées de dimensions de 100 x 15 x 3 mm selon la norme ASTM-D790 [95].



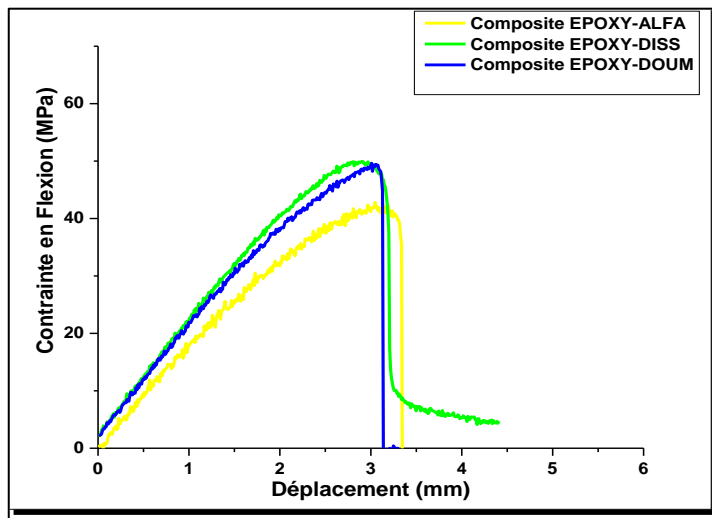


Figure 4.16 : Courbe de Flexion.

Les tests effectués sur les éprouvettes ont montré un comportement mécanique similaire. Les courbes de traction et de flexion ont montré un comportement presque linéaire et élastique jusqu'à la rupture. Cependant, une légère variation du module de flexion a été observée, ce qui peut être attribué à une certaine hétérogénéité dans l'orientation des fibres dans le composite. Des signes de défaillance ont été observés pendant la montée en charge, mais ils peuvent être liés à la machine utilisée pour les tests.

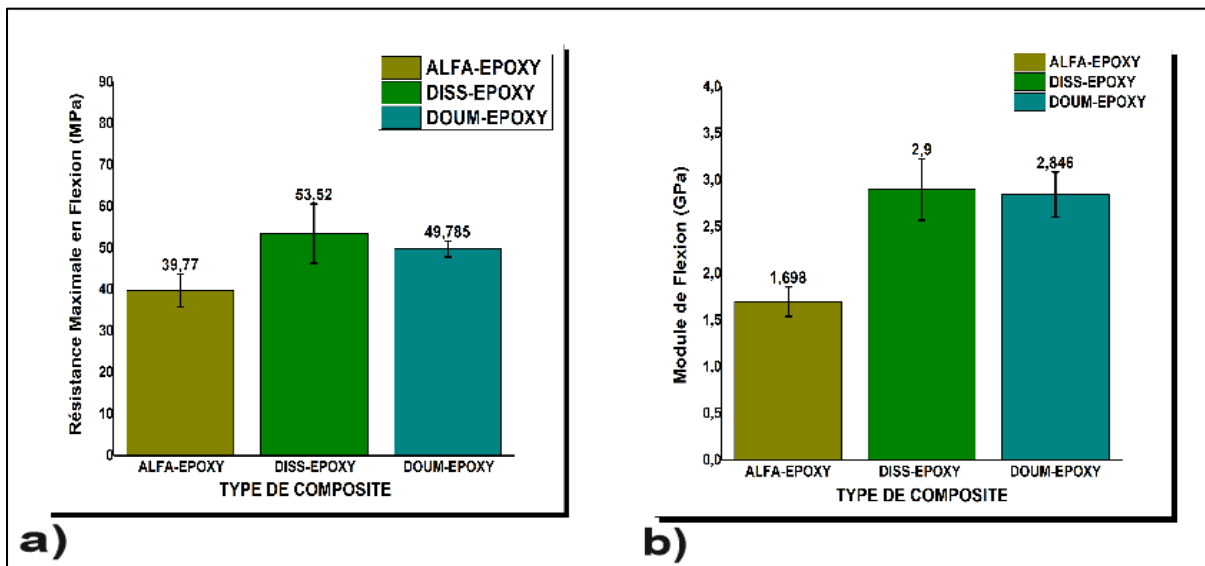
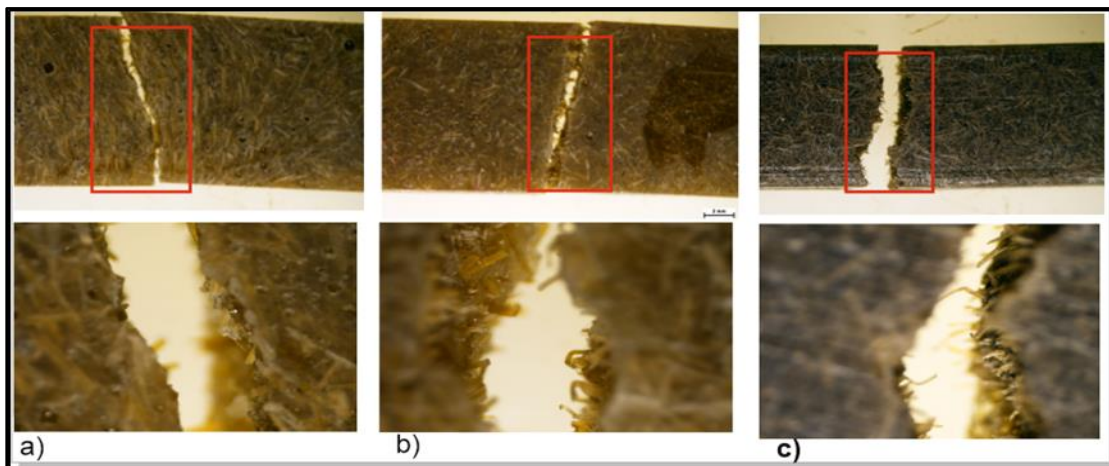


Figure 4.17: a) Résistance maximale en Flexion b) Module de Flexion.

D'après les résultats de l'essai de flexion sur les éprouvettes avec différents types de renforts (fibres Alfa, Diss et Doum) montrent une différence dans le comportement des matériaux composites lorsqu'ils sont sollicités.

Les histogrammes indiquent que les composites Diss et Doum présentent des propriétés de flexion presque similaires, ce qui implique une réponse mécanique similaire lorsqu'ils sont soumis à une charge. En revanche, le composite Alfa montre la valeur la plus basse en termes de résistance maximale (39,77 MPa) et de module de Young (1,698 GPa). Ces résultats indiquent que les composites à base de fibres Diss et Doum sont plus robustes et ont une plus grande rigidité que le composite à base de fibres Alfa.

#### 4.3.6. Observation des faciès de rupture en flexion



**Figure 4.18:** Faciès de rupture en flexion : a) Composite EPOXY-Alfa  
b) Composite EPOXY-Diss c) Composite EPOXY-Doum.

La figure 4.18 illustre une éprouvette de composite qui a subi une rupture en flexion. Lors de cette défaillance, nous remarquons que les fibres ont été complètement arrachées, des porosités apparaissent sur la surface de rupture, et cette dernière présente une fracture nette, ce qui indique une fragilité.

#### 4.3.7. Caractérisation par les ultrasons

La méthode des ultrasons repose sur l'émission d'ondes ultrasonores à travers le matériau et la détection des ondes réfléchies ou transmises. En mesurant le temps de propagation des ondes ultrasonores et en analysant les variations de leur amplitude, il est possible de déterminer des paramètres tels que la vitesse des ondes ultrasonores et l'épaisseur effective du matériau. Les mesures des ultrasons réalisées sur les échantillons ont donné les courbes présentées dans la figure 4.19 ci-dessus.

Pour le calcul des propriétés mécaniques des composites nous utilisons les relations suivantes :

$$\nu = \frac{\left(\left(\frac{C_L}{C_T}\right)^2 * \frac{1}{2} - 1\right)}{\left(\frac{C_L}{C_T}\right)^2 - 1}$$

$$E = 2C_T^2 \rho (1 + \nu)$$

C<sub>L</sub> : vitesse longitudinale

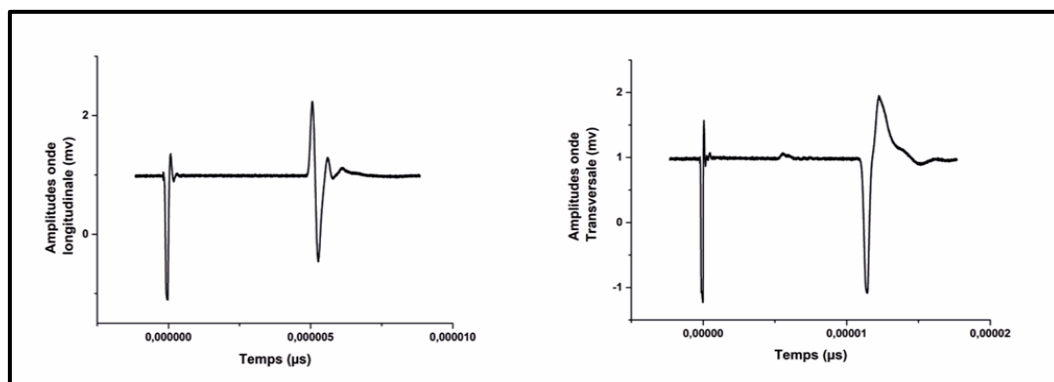
ν : coefficient de poisson

C<sub>T</sub> : vitesse transversale

ρ : la masse volumique

**Tableau 4.2** : Calcul des caractéristiques mécaniques des composites avec les ultrasons.

composite	ΔT <sub>L</sub> (μs)	e(mm)	V <sub>L</sub> (m/s)	ΔT <sub>T</sub> (μs)	V <sub>T</sub> (m/s)	V <sub>L</sub> <sup>2</sup>	V <sub>T</sub> <sup>2</sup>	V <sub>L</sub> <sup>2</sup> / V <sub>T</sub> <sup>2</sup>	ν	ρ(Kg/m3)	E(Mpa)
EPOXY	5,24E-06	12,8	2443,21435	1,13E-05	1131,3417	5969296,38	1279934,04	4,66375311	0,36352792	1130,159	3,94E+09
EPOXY	5,26E-06	12,7	2415,36706	1,13E-05	1121,51183	5833998,03	1257788,79	4,63829704	0,36257307	1130,159	3,87E+09
EPOXY	5,27E-06	12,73	2413,72772	1,14E-05	1113,34616	5826081,51	1239539,67	4,70019769	0,36487208	1130,159	3,82E+09
EPOXY-ALFA	4,76E-06	10,12	2126,49716	8,82E-06	1147,13217	4521990,19	1315912,21	3,43639198	0,29477851	1033,9536	3,52E+09
EPOXY-ALFA	4,82E-06	10,11	2097,51037	8,97E-06	1127,34166	4399549,77	1270899,22	3,46176133	0,29689339	1033,953	3,41E+09
EPOXY-ALFA	4,73E-06	10,1	2133,50232	8,95E-06	1128,74385	4551832,16	1274062,69	3,5726909	0,30565096	1033,953	3,44E+09
EPOXY-DISS	4,38E-06	10	2285,71429	8,47E-06	1181,19537	5224489,8	1395222,5	3,74455672	0,31782122	1096,367	4,03E+09
EPOXY-DISS	4,33E-06	10	2307,33733	8,57E-06	1166,58889	5323805,57	1360929,65	3,91188889	0,32829015	1096,367	3,96E+09
EPOXY-DISS	4,38E-06	10	2284,66987	8,59E-06	1164,14435	5219716,39	1355232,08	3,85152955	0,32465551	1096,367	3,94E+09
EPOXY-DOUM	3,39E-06	7,57	2231,7217	6,74E-06	1122,81222	4980581,74	1260707,29	3,95062501	0,33054438	1059,8199	3,56E+09
EPOXY-DOUM	3,47E-06	7,71	2224,46624	6,96E-06	1108,39563	4948250,07	1228540,87	4,02774558	0,33486063	1059,8199	3,48E+09
EPOXY-DOUM	3,51E-06	7,85	2238,38038	6,97E-06	1126,9021	5010346,73	1269908,33	3,94543968	0,33024606	1059,8199	3,58E+09



**Figure 4.19**: Courbes des mesures des ondes longitudinales et transversales.



Les résultats des calculs des propriétés mécaniques par ultrasons sont présentés sur les figure 4.21.

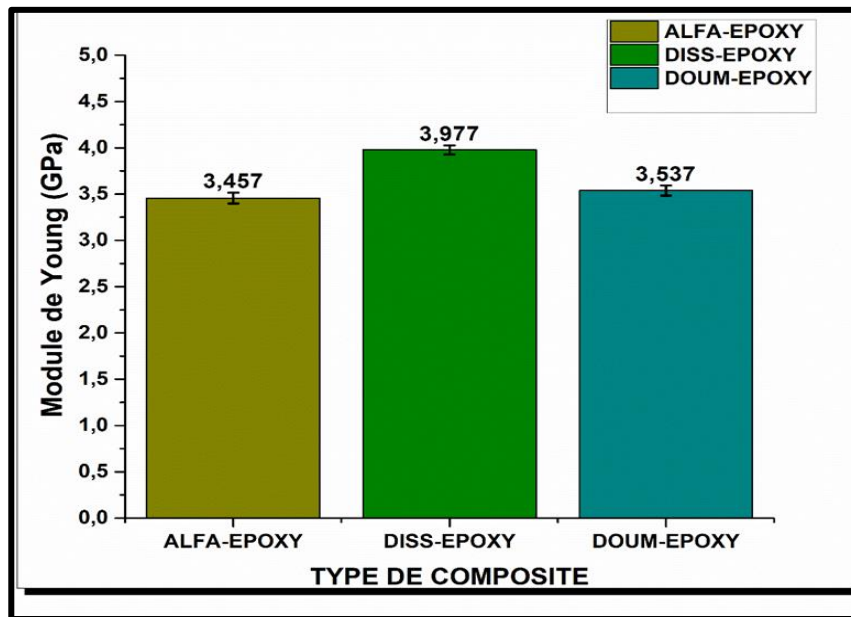


Figure 4.20 : Module de Young mesuré par ultrasons.

La caractérisation par ultrasons des différents composites confirme que le composite à base de fibres Diss présente le module de Young le plus élevé, ce qui est cohérent avec les résultats obtenus lors de la caractérisation mécanique.

Effectivement, la différence observée entre l'essai de traction et la caractérisation par ultrasons peut être attribuée à la différence de mode d'opération de chaque test. En effet, l'essai de traction est influencé par des défauts tels que les porosités, qui peuvent affaiblir le matériau et réduire sa rigidité. Ces défauts ont un impact direct sur les caractéristiques mécaniques mesurées lors de l'essai de traction. En revanche, dans le cas de la mesure par ultrasons, ces défauts n'ont pas une influence significative sur la propagation des ondes ultrasonores.

De plus, il convient de noter que la caractérisation par ultrasons peut être influencée par les défauts de grand taille en raison de la zone couverte par le palpeur (5 mm de diamètre). Si un défaut est présent, nous pouvons ne pas obtenir de signal, ce qui nous amène à choisir des zones plus rigides de l'échantillon, où les défauts sont minimisés. Cela peut conduire à des valeurs de rigidité (module de Young) plus élevées par rapport à celles obtenues par l'essai de traction.

#### 4.3.8. Essai de dureté :

La mesure de dureté avec la méthode Vickers a été réalisée sur les composites à fibre naturelle en appliquant une charge de 10 HV. Cette méthode de mesure de dureté implique l'utilisation d'un indenteur en forme de losange avec une pointe en diamant. L'indenteur est enfoncé dans la surface de l'échantillon et une mesure de la diagonale de l'empreinte formée est effectuée.

Cette mesure permet d'obtenir des informations sur la résistance du matériau à la déformation plastique et à l'indentation.

Les résultats sont représentés dans la figure 4. 22 suivante :

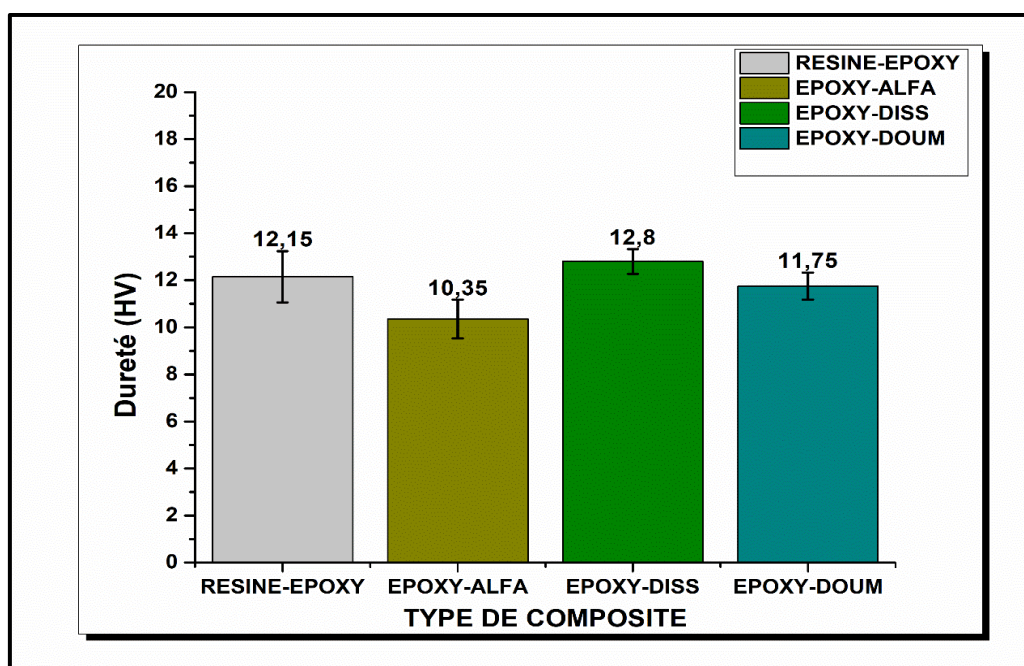


Figure 4.21: Mesure de dureté.

Les résultats de mesure de dureté avec la méthode Vickers montrent que le composite à fibre Diss présente une augmentation de dureté à 12,8 HV par rapport à la résine époxy vierge qui affiche une dureté de 12,15 HV.

En revanche, les composites à fibre doum ont montré une diminution de dureté à 11,75 HV, tandis que le composite Alfa a affiché une dureté de 10,35 HV.

Cela suggère que l'ajout de fibres Diss dans la matrice époxy a conduit à une légère augmentation de la résistance à l'indentation du matériau composite.

Aussi l'incorporation de fibres Doum et Alfa dans la matrice époxy a conduit à une légère diminution de la résistance à l'indentation par rapport à la résine époxy vierge.

## 4.5. Étude de vieillissement

### 4.5.1. Introduction

L'étude de vieillissement des composites à fibres naturelles Alfa, Diss et Doum implique une évaluation de leur absorption d'eau et de ses effets sur les propriétés des matériaux.

Pour cela, les échantillons des composites ont été immergés dans l'eau pendant une période de 30 Jours (30J).

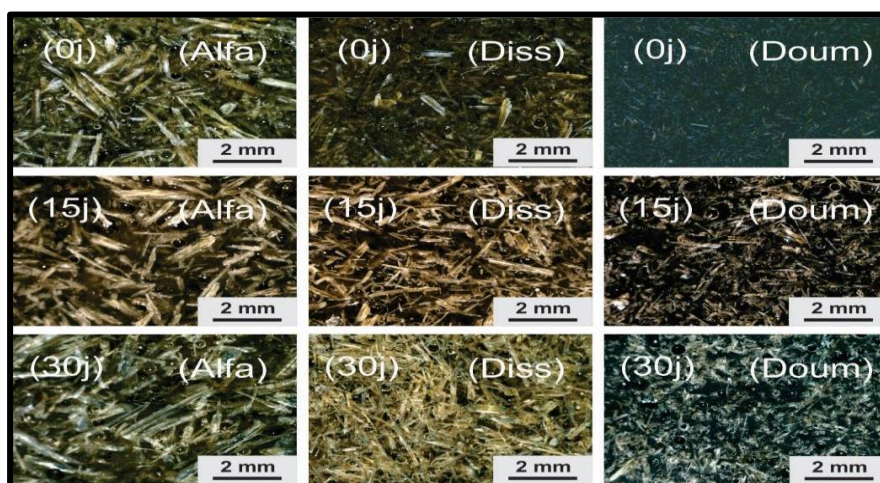
Au cours de cette étude, des mesures précises ont été prises pour quantifier l'absorption d'eau par les composites. Cela implique la mesure du gain de poids des échantillons avant et après l'immersion, ainsi que le suivi des changements dimensionnels.

En parallèle, une caractérisation approfondie des propriétés des composites a été réalisée avant et après le vieillissement dans l'eau. Cela comprend des essais mécaniques tels que des essais de traction, de flexion pour évaluer les changements de résistance, de rigidité et de ténacité des matériaux.

De plus, des analyses microstructurales ont été effectuées pour étudier les changements dans la structure des composites, tels que l'observation des microfissures.

Ces informations sont essentielles pour évaluer la performance et la durabilité des composites à fibres naturelles dans des applications réelles, notamment dans des environnements humides, et pour orienter le développement de matériaux plus résistants à l'absorption d'eau.

### 4.5.2. Analyse macrostructure



**Figure 4.22** : photos macroscopique des trois échantillons après l'immersion dans l'eau.

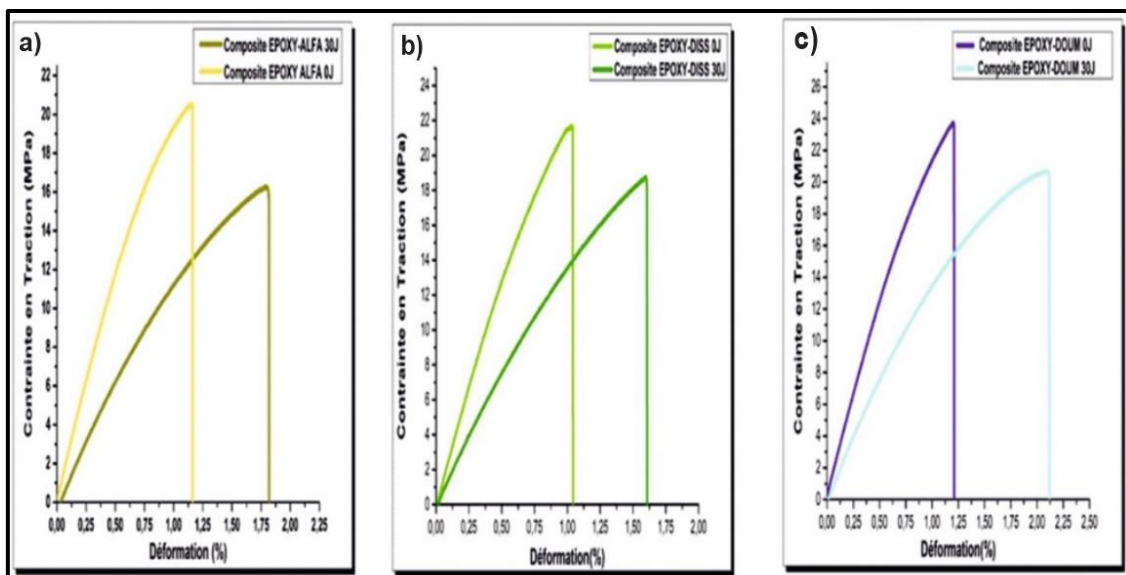
L'analyse de la figure 4.23 révèle des variations de teinte des composites à fibres naturelles Alfa, Diss et Doum après leur exposition à un vieillissement hydrique. Ces

changements de couleur observés fournissent une indication visuelle des altérations structurelles causées par l'interaction avec l'eau pendant la période de vieillissement.

Le changement de couleur peut être attribué à l'absorption d'eau qui peut modifier l'indice de réfraction des matériaux, affectant ainsi la façon dont la lumière est réfléchi et alimentée par le composite. Des études antérieures ont montré que l'absorption d'eau par les composites à base de fibres naturelles peut provoquer une augmentation de la transparence ou une diminution de l'opacité du matériau [96].

#### 4.5.3. Teste de Traction

Les résultats de test de traction des composites avant et après l'immersion dans l'eau sont présentés dans la Figure 4.24. L'effet vieillissement peut être mis en évidence par la comparaison entre les courbes de tractions.



**Figure 4.23 :** Comparaison des courbes de traction 0J et 30J (a) courbe de traction de composite Epoxy-Alfa (b) courbe de traction de composite Epoxy-Diss (c) courbe de traction de composite Epoxy-Doum.

Les résultats sont présentés dans la figure 4.24, montre les courbes de traction des échantillons de composites à fibres naturelles Alfa, Diss et Doum avant et après le vieillissement.

Tout d'abord, on remarque une diminution des caractéristiques mécaniques telles que le module de Young et la résistance maximale du matériau après le vieillissement.

La diminution du module de Young indique une réduction de la rigidité du composite. Cela peut être attribué à divers facteurs liés au vieillissement, tels que l'absorption d'eau, la dégradation

des fibres ou de la matrice, ou des changements structurels dans le matériau. Ces facteurs peuvent entraîner une perte de cohésion et de résistance des composants du composite, ce qui se traduit par une diminution du module de Young.

De même, la diminution de la résistance maximale du matériau après le vieillissement indique une perte de capacité à résister à des contraintes élevées. Cela peut être dû à des dommages induits par le vieillissement, tels que la dégradation des fibres, la rupture des liaisons inter faciales ou la détérioration de la matrice. Ces facteurs contribuent à une diminution de la résistance globale du composite.

Parallèlement à ces diminutions, on observe une augmentation d'allongement de déformation après le vieillissement. Cela peut être expliqué par une augmentation de la déformation élastique du matériau sous l'effet des contraintes appliquées. Les changements structurels induits par le vieillissement peuvent entraîner une plus grande capacité du matériau à se déformer avant d'atteindre sa limite élastique.

Ces résultats soulignent les effets négatifs du vieillissement sur les propriétés mécaniques du composite et mettent en évidence l'importance d'évaluer la durabilité et la performance des composites dans des conditions réelles d'utilisation.

Les résultats de l'analyse des données sont résumés dans la figure 4.25 révèlent une diminution significative de la résistance maximale des composites à fibre naturelle après le processus de vieillissement.

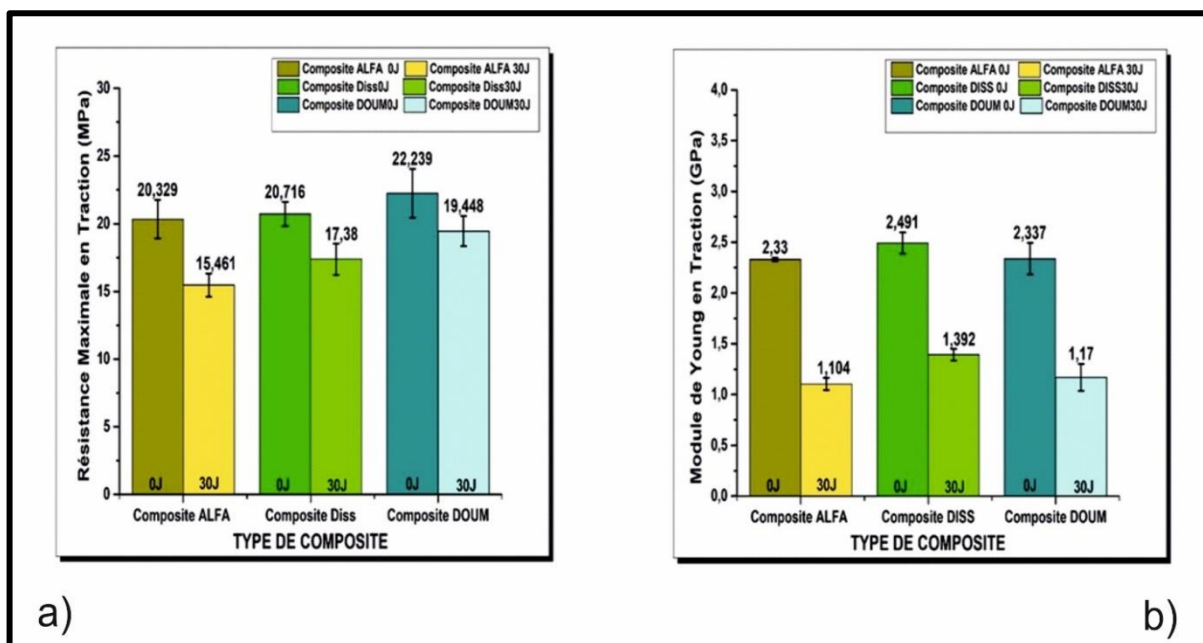


Figure 4.24 : a) Comparaison de la résistance maximale en traction entre 0J et 30J b) Comparaison de module de young entre 0J et 30J.

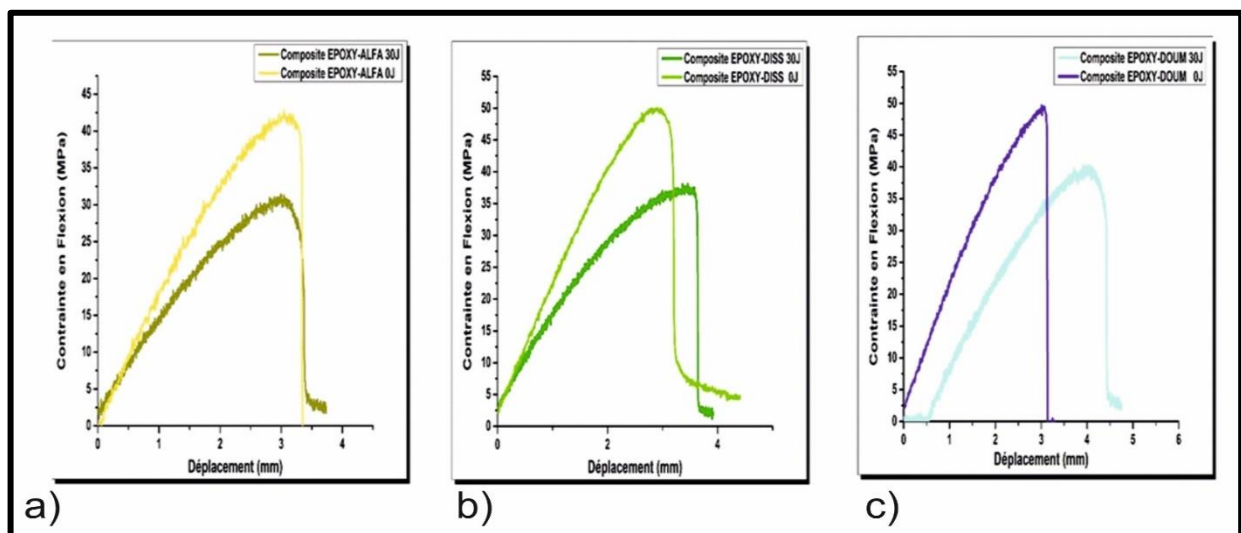


Plus précisément, le composite Doum a enregistré une diminution de 12 % de mesure de résistance, le composite Diss a subi une diminution de 16 %, tandis que le composite Alfa a connu une diminution de 24 %.

Les résultats de l'analyse indiquent également une diminution du module de Young des composites à fibre naturelle suite au vieillissement. Plus précisément, le composite Alfa a enregistré une diminution de 53 % de mesure du module de Young, le composite Doum a subi une diminution de 50 %, tandis que le composite Diss a connu une diminution de 44 %.

#### 4.5.4. Teste de flexion :

Les essais de flexion des trois composites (Alfa, Diss, Doum) après immersion dans l'eau pendant un mois (figure 4.26) confirment les résultats précédents, révélant une diminution de toutes les caractéristiques mécaniques.



**Figure 4.25 :** Comparaison des courbes de flexion 0J et 30J a) courbe de flexion de composite Epoxy-Alfa a) courbe de flexion de composite Epoxy-Diss a) courbe de flexion de composite Epoxy-Doum.

La diminution des caractéristiques mécaniques observée peut être attribuée à l'effet du vieillissement hydrique sur les composites à fibre naturelle. Lorsque les composites sont immergés dans l'eau, celle-ci peut pénétrer dans la structure du matériau, provoquant une dégradation et une détérioration des fibres naturelles et de la matrice époxyde.

Cette dégradation entraîne une perte de résistance et de rigidité des composites, ce qui se traduit par une diminution de la résistance à la flexion, du module de flexion et d'autres caractéristiques mécaniques. Les interactions chimiques entre l'eau et les constituants du composite peuvent également affaiblir les liaisons interfaciales, entraînant une diminution de la résistance globale.

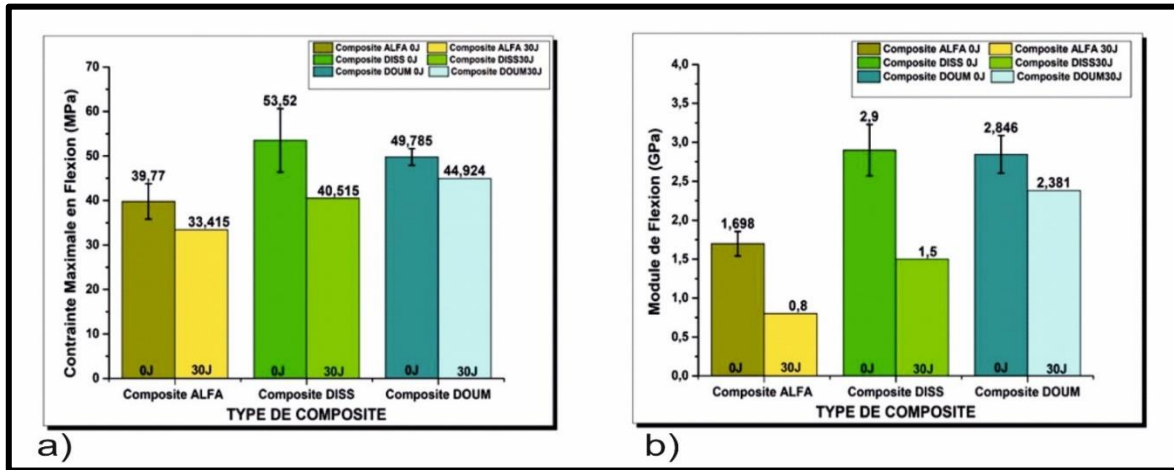


Figure 4.26: a) Comparaison de la résistance maximale en flexion entre 0J et 30J  
 b) Comparaison de module de flexion entre 0J et 30J.

L'observation des trois composites après immersion dans l'eau pendant un mois révèle une diminution de la contrainte maximale en flexion pour chacun d'eux. Pour le composite Alfa, la contrainte maximale diminue de 16 %, pour le composite Diss 24%, et pour le composite Doum 10%.

Comparativement entre les trois composites (figure 4.26. (a)), on peut observer que le composite Diss présente la plus grande diminution de la contrainte maximale, passant de 53,5 MPa à 40,5 MPa. Cela suggère que ce composite est plus sensible à l'effet néfaste de l'immersion dans l'eau, ce qui peut être dû à des facteurs tels que la composition spécifique du matériau ou la sensibilité de ses fibres naturelles au contact avec l'eau. En revanche, les composites Alfa et Doum montrent des diminutions moins prononcées de la contrainte maximale.

La figure 4.26. (b) montre une diminution du module de flexion pour chacun d'eux. Pour le composite Alfa, le module de flexion diminue de 52 %, pour le composite Diss la diminution est de 48 %, et pour le composite Doum la diminution est de 16 %.

Cette diminution du module de flexion indique une détérioration de la rigidité et de la capacité du matériau à résister à la déformation sous une contrainte de flexion.

Il est important de noter que la diminution des caractéristiques mécaniques peut varier selon le type de fibre naturelle utilisée dans chaque composite, ainsi que d'autres facteurs tels

que le traitement des fibres et les conditions d'immersion. Dans notre cas, nous avons observé que les composites à base de fibres de Doum sont les moins sensibles au vieillissement lors des tests de flexion. Cette observation peut être attribuée à la structure des fibres de Doum, qui présente une plus grande résistance à l'humidité. Par conséquent, les composites à base de fibres de Doum ont une durée de vie plus longue dans les applications où l'humidité est présente.

#### 4.5.5. Analyse par ultrasons

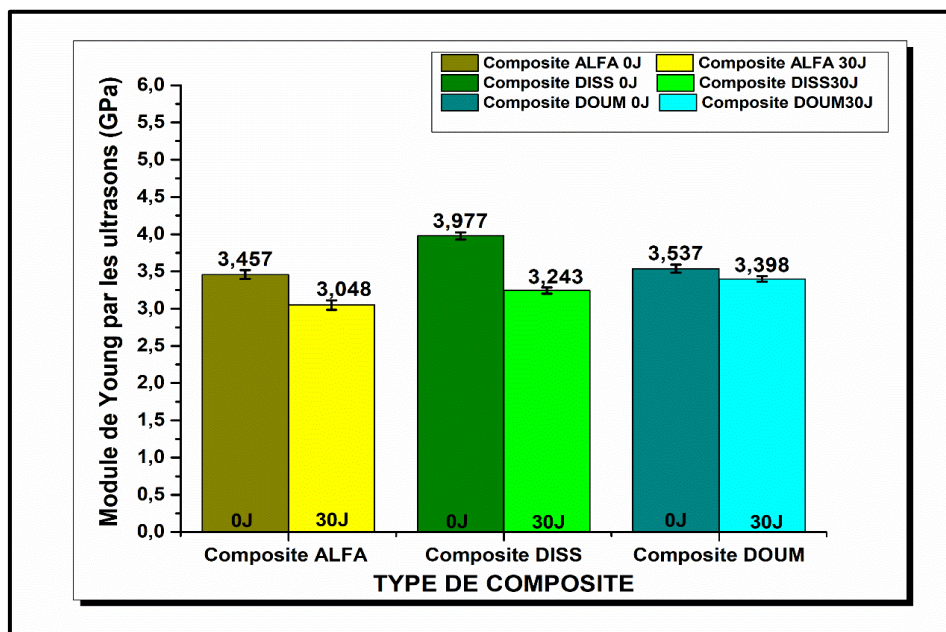


Figure 4.27: Comparaison du module de Young mesuré par les ultrasons.

La caractérisation par ultrasons a également confirmé la diminution des caractéristiques mécaniques des composites à base de fibres naturelles suite au vieillissement dans l'eau. Cependant, la diminution du module de Young n'est pas aussi importante que dans le cas des tests de traction. De plus, nous pouvons constater que les composites à base de fibres de Doum sont les plus résistants au vieillissement, ce qui confirme la tendance observée lors des tests destructifs. Ces résultats indiquent que le vieillissement des matériaux composites à base de fibres naturelles peut être détecté à travers les ultrasons. Si une corrélation peut être établie entre les mesures par ultrasons et le vieillissement, cela ouvre la voie au contrôle préventif des structures de ce type, permettant ainsi d'éviter les ruptures en service. Cela souligne l'importance de connaître la relation entre les résultats obtenus par les tests destructifs et non destructif



## Conclusion

Ce travail avait pour but d'étudier l'effet de l'ajout de trois types de fibres naturelles courtes (fibres Alfa, fibres Diss et fibres Doum) sur les propriétés des matériaux composites à matrice résine époxy, pour cela, notre travail a été réparti en trois parties : (i) Préparation des fibres par traitement chimique et broyage suivie par l'élaboration des composites. (ii) Caractérisations des fibres et composites élaborés (propriétés mécaniques, morphologiques, structurale, et physique). (iii) Etude du vieillissement par le biais de tests destructive et non destructive.

Les résultats obtenus ont mis en évidence l'effet du traitement alcalin sur les propriétés structurales, physiques, thermiques et morphologiques des fibres naturelles. Ce traitement a permis d'éliminer certains constituants pariétaux et d'améliorer la compacité des fibres grâce au rapprochement des microfibrilles de cellulose.

En ce qui concerne les composites élaborés, il a été observé que l'ajout des fibres naturelles entraînait une diminution de la contrainte et de la déformation à la rupture, mais augmentait le module d'élasticité. Les composites renforcés par les fibres de Doum et Diss ont présenté des performances légèrement supérieures à celles du composite renforcé par l'Alfa. Les analyses au microscope électronique à balayage ont révélé la présence de cavités, de pores et une défibrillation des fibres, témoignant d'une adhésion insuffisante entre la matrice et les renforts.

L'étude du vieillissement hydrique a montré une détérioration des propriétés mécaniques, telles que le module de Young et la résistance maximale, dans les composites. Cette dégradation peut être attribuée à des phénomènes tels que l'absorption d'eau, la dégradation des fibres et de la matrice, ainsi que des modifications structurales. Les composites à base de fibres de Doum ont démontré une meilleure résistance au vieillissement, malgré leur caractère hydrophile et leur mauvaise adhésion avec la matrice.

La comparaison entre les mesures par ultrasons et les tests de traction révèle une divergence significative dans les résultats. Cependant, les deux tests suivent la même tendance,

ce qui suggère que les mesures par ultrasons permettent de détecter la diminution des propriétés mécaniques des composites à base de fibres naturelles. Cela peut constituer un atout important pour le contrôle non destructif de ce type de matériaux.

En termes de perspectives, des recherches supplémentaires peuvent être entreprises pour améliorer l'adhésion fibre-matrice, explorer de nouveaux traitements de surface des fibres naturelles et nouvelles méthodes d'élaborations afin d'éliminer les porosités. De plus, l'étude de fibres naturelles alternatives et de techniques de renfort plus avancées pourrait être envisagée. L'utilisation des ultrason en tant que méthode de caractérisation rapide et non destructive des échantillons, permettra le développement de nouveaux composites. Ceci facilite l'optimisation des composites en offrant des performances mécaniques améliorées, une meilleure résistance au vieillissement et une compatibilité accrue avec les applications spécialisées dans le domaine des composites.

## Références bibliographiques

1. Baley, C., Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, Tech. L'ingénieur, 2013.
2. « Plastiques et composites ». janv. 10, 2013: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/42142210-materiaux-composites-presentation-et-renforts/download/am5130/fibres-naturelles-derenfort-pour-materiauxcomposites.html>
3. Gornet, L., Généralités sur les matériaux composites. 2008.
4. ANFA, <dossier\_peda\_materiaux\_composites\_1.pdf>. 2014.
5. Selmi, S., Étude du comportement mécanique des composites sandwichs en fibres naturelles. 2019, Université du Québec à Trois-Rivières.
6. Mathieu, S., Modélisation du comportement mécanique lors du procédé de mise en forme et pyrolyse des interlocks CMC. 2014, INSA de Lyon.
7. textileaddict.me. Available from: <https://textileaddict.me/fiche-technique-le-verre-textile-fibre-de-verre/>.
8. Mallick, P., Fiber-Reinforced Composites: Materials, Manufacturing, And Design. Vol. 2. 2007.
9. BERTHELOT, J.-M., . Matériaux composites : Comportement mécanique et analyse des structures, ed. e.é.P.T. Doc. 2012.
10. Jr., W.D.C., ' Science et Génie des matériaux ', Edition Dunod and 2001., Mont-Royal, Québec.
11. Masri, T., Contribution à la modélisation des phénomènes de rupture des matériaux composites. 2006, Université Mohamed Khider–Biskra.
12. Gay, D., Composite Materials: Design and Applications. 2014: CRC Press.
13. Galassi, S., Analisi numerica di sistemi voltati in muratura rinforzati con materiali compositi (FRP). 2008, Tesi di Dottorato, tutor Prof. Michele Paradiso, Coordinatore Prof. Mario De ....
14. Djama, K., Comportement mécanique d'un panneau sandwich à peaux hybrides et à âme renforcée par des connecteurs en GFRP: étude expérimentale et numérique. 2019, Université de Lyon.
15. Bourban, P.-E., Matériaux composites à matrice organique: constituants, procédés, propriétés. Vol. 15. 2004: PPUR presses polytechniques.
16. Asma, S., Elaboration des composites cimentaires à base de fibres végétales locales (le diss): caractérisation, durabilité et application au cas de la maçonnerie. 2015, Université Badji Mokhtar.
17. GENDRE, L., Les grandes familles de matériaux composites. 2011.
18. Available from: <https://www.techno-science.net/glossaire-definition/Ceramique-technique.html>.
19. TORAY."TORAY"carbon fibers europe Available from: <https://toray-cfe.com/solutions/qualite-vie/>.
20. Mihaluta, M., Etude de la mise en oeuvre industrielle d'un nouveau procédé de mise en forme de produits composites. 2011, Arts et Métiers ParisTech.
21. Faruk, O., et al., Progress report on natural fiber reinforced composites. Macromolecular Materials and Engineering, 2014. **299**(1): p. 9-26.
22. Farsi, M., Thermoplastic matrix reinforced with natural fibers: a study on interfacial behavior. Some critical issues for injection molding, 2012: p. 225-250.

23. Toupe, J.L., Optimisation des propriétés mécaniques de composites à base de fibres naturelles: application à un composite de fibre de lin avec un mélange de polyéthylène/polypropylène d'origine post-consommation. 2015, Université Laval.
24. Baley, C., Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. 2005: Ed. Techniques Ingénieur.
25. Azwa, Z., et al., A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Materials & Design*, 2013. **47**: p. 424-442.
26. Pandey, J.K., et al., Recent advances in the application of natural fiber based composites. *Macromolecular Materials and Engineering*, 2010. **295**(11): p. 975-989.
27. John, M.J. and R.D. Anandjiwala, Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites. *Polymer composites*, 2008. **29**(2): p. 187-207.
28. Sjostrom, E., *Wood chemistry: fundamentals and applications*. 2013: Elsevier.
29. Boustingorry, P., Elaboration d'un matériau composite à matrice gypse et renfort bois fragmenté. Amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqués en gypse. 2002, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
30. Laraba, S.R., et al., Development of sandwich using low-cost natural fibers: Alfa-Epoxy composite core and jute/metallic mesh-Epoxy hybrid skin composite. *Industrial Crops and Products*, 2022. **184**: p. 115093.
31. Meirhaeghe, C. and H. Bewa, Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France. Étude FRD subventionnée par l'ADEME, 2011. **16**: p. 65.
32. Dittenber, D.B. and H.V. GangaRao, Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. *Composites Part A: applied science and manufacturing*, 2012. **43**(8): p. 1419-1429.
33. Stana-Kleinschek, K., et al., Correlation of regenerated cellulose fibres morphology and surface free energy components. *Lenzinger Berichte*, 2003. **82**(1): p. 83-95.
34. Kabir, M., et al., Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview. *Composites Part B: Engineering*, 2012. **43**(7): p. 2883-2892.
35. Gallego, R., et al., Green approach for the activation and functionalization of jute fibers through ball milling. *Cellulose*, 2020. **27**: p. 643-656.
36. Vijay, R., et al., Characterization of silane-treated and untreated natural fibers from stem of leucas aspera. *Journal of Natural Fibers*, 2021. **18**(12): p. 1957-1973.
37. Tavares, T.D., et al., Biofunctionalization of natural fiber-reinforced biocomposites for biomedical applications. *Biomolecules*, 2020. **10**(1): p. 148.
38. Senthilraja, R., R. Sarala, and A.G. Antony, Effect of acetylation technique on mechanical behavior and durability of palm fibre vinyl-ester composites. *Materials Today: Proceedings*, 2020. **21**: p. 634-637.
39. Li, X., L.G. Tabil, and S. Panigrahi, Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: a review. *Journal of Polymers and the Environment*, 2007. **15**: p. 25-33.
40. Sonawane, G.H., S.P. Patil, and S.H. Sonawane, Nanocomposites and its applications, in *Applications of nanomaterials*. 2018, Elsevier. p. 1-22.
41. Faruk, O., et al., Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Progress in polymer science*, 2012. **37**(11): p. 1552-1596.
42. El-Abbassi, F.E., et al., A review on alfa fibre (*Stipa tenacissima* L.): From the plant architecture to the reinforcement of polymer composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2020. **128**: p. 105677.

43. Belkhir, Z. and M. Merzoud, Improvement of the mechanical behavior of composite materials with different binders based on local plant Fibers Alfa and Diss. Civil and Environmental Engineering Reports, 2021. **31**(4): p. 130-147.
44. Merzoud, M. and M.F. Habita, Elaboration de composite cimentaire à base de diss «Ampelodesma Mauritanica». Afrique science: Revue internationale des sciences et technologie, 2008. **4**(2).
45. Hsu, B., I.M. Coupar, and K. Ng, Antioxidant activity of hot water extract from the fruit of the Doum palm, *Hyphaene thebaica*. Food chemistry, 2006. **98**(2): p. 317-328.
46. Mabrouk, A.B., et al., Cellulosic nanoparticles from alfa fibers (*Stipa tenacissima*): extraction procedures and reinforcement potential in polymer nanocomposites. Cellulose, 2012. **19**: p. 843-853.
47. Duval-Jouve, M., Histotaxie des feuilles de Graminées. Bulletin de la Société Botanique de France, 1875. **22**(3): p. 115-117.
48. Beaugrand, J., et al., Multi-scale analysis of the structure and mechanical performance of woody hemp core and the dependence on the sampling location. Industrial Crops and Products, 2014. **60**: p. 193-204.
49. Ory, J., G. Janin, and F. Thiercelin, Mesure automatique de la longueur des fibres a l'aide de l'appareil: " Histofibre". 1989.
50. Mounir, J., W.B.M. Slah, and B. Mohamed, Characterization of mechanical extracted alfa fibres. International Journal of Fiber and Textile Research, 2014. **4**(1): p. 1-4.
51. Bessadok, A., et al., Alfa fibres for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2009. **40**(2): p. 184-195.
52. Borchani, K.E., C. Carrot, and M. Jaziri, Untreated and alkali treated fibers from Alfa stem: effect of alkali treatment on structural, morphological and thermal features. Cellulose, 2015. **22**: p. 1577-1589.
53. Ajouguim, S., et al., Modifications of Alfa fibers by alkali and hydrothermal treatment. Cellulose, 2019. **26**: p. 1503-1516.
54. Kabir, M., et al. Effects of natural fibre surface on composite properties: A review. in Proceedings of the 1st International Postgraduate Conference on Engineering, Designing and Developing the Built Environment for Sustainable Wellbeing (eddBE 2011). 2011. University of Southern Queensland.
55. Rokbi, M., et al., Effect of chemical treatment on flexure properties of natural fiber-reinforced polyester composite. procedia Engineering, 2011. **10**: p. 2092-2097.
56. Ku, H.S., et al. Processing of polymer matrix composites using variable frequency microwave (VFM). in 13th International Conference on Composite Materials (ICCM-13): Proceedings. 2001.
57. Hanana, S., et al., An efficient enzymatic-based process for the extraction of high-mechanical properties alfa fibres. Industrial Crops and Products, 2015. **70**: p. 190-200.
58. Nouri, M., et al., Plant extraction and physicochemical characterizations of untreated and pretreated diss fibers (*Ampelodesmos mauritanicus*). Journal of Natural Fibers, 2021. **18**(8): p. 1083-1093.
59. Nouri, M., Développement d'éléments en biocomposite à base de fibre végétale pour la réhabilitation énergétique des bâtiments. 2020, École centrale de Nantes.
60. Nouri, M., M. Tahlaïti, and F. Grondin, Effect of Chemical and Physical Treatments on Mechanical Properties of Diss Fibers-Based Biocomposites Materials. 2022.
61. Sarasini, F., et al., Thermal and mechanical behavior of thermoplastic composites reinforced with fibers enzymatically extracted from *Ampelodesmos mauritanicus*. Polymer Engineering & Science, 2019. **59**(12): p. 2418-2428.

62. Touati, Z., et al., Influence of different diss fiber treatments over the properties of poly propylene/recycled and regenerated low density polyethylene based biocomposites. *Journal of Polymers and the Environment*, 2021. **29**: p. 291-303.
63. Naiiri, F., et al., Performance of lightweight mortar reinforced with doum palm fiber. *Journal of Composite Materials*, 2021. **55**(12): p. 1591-1607.
64. Arrakhiz, F., et al., Mechanical and thermal properties of natural fibers reinforced polymer composites: Doum/low density polyethylene. *Materials & Design*, 2013. **43**: p. 200-205.
65. Arnal, M., et al., Applications of successive self-nucleation and annealing (SSA) to polymer characterization. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, 2000. **59**: p. 451-470.
66. Sui, G., et al., A plant fiber reinforced polymer composite prepared by a twin-screw extruder. *Bioresource technology*, 2009. **100**(3): p. 1246-1251.
67. Ku, H., et al., A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites. *Composites Part B: Engineering*, 2011. **42**(4): p. 856-873.
68. Mohanty, A.K., M. Misra, and L.T. Drzal, *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*. 2005: CRC press.
69. Arrakhiz, F., et al., Evaluation of mechanical and thermal properties of Pine cone fibers reinforced compatibilized polypropylene. *Materials & Design*, 2012. **40**: p. 528-535.
70. Nam, T.H., et al., Effect of alkali treatment on interfacial and mechanical properties of coir fiber reinforced poly (butylene succinate) biodegradable composites. *Composites Part B: Engineering*, 2011. **42**(6): p. 1648-1656.
71. Brahmakumar, M., C. Pavithran, and R. 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*, 2005. **65**(3-4): p. 563-569.
72. Prasad, S., C. Pavithran, and P. Rohatgi, Alkali treatment of coir fibres for coir-polyester composites. *Journal of materials science*, 1983. **18**: p. 1443-1454.
73. Guillitte, O., *Bioreceptivity: a new concept for building ecology studies*. *Science of the total environment*, 1995. **167**(1-3): p. 215-220.
74. Allsopp, D., K.J. Seal, and C.C. Gaylarde, *Introduction to biodeterioration*. 2004: Cambridge University Press.
75. Le Duigou, A., A. Bourmaud, and C. Baley, In-situ evaluation of flax fibre degradation during water ageing. *Industrial Crops and Products*, 2015. **70**: p. 204-210.
76. Okubayashi, S., U.J. Griesser, and T. Bechtold, A kinetic study of moisture sorption and desorption on lyocell fibers. *Carbohydrate Polymers*, 2004. **58**(3): p. 293-299.
77. Céline, A., et al., Qualitative and quantitative assessment of water sorption in natural fibres using ATR-FTIR spectroscopy. *Carbohydrate polymers*, 2014. **101**: p. 163-170.
78. Rabii, H., *Étude du vieillissement de composites renforcés par des fibres naturelles: application bâtiment*. 2016, Paris Est.
79. Park, J.-M., et al., Interfacial evaluation of modified Jute and Hemp fibers/polypropylene (PP)-maleic anhydride polypropylene copolymers (PP-MAPP) composites using micromechanical technique and nondestructive acoustic emission. *Composites Science and Technology*, 2006. **66**(15): p. 2686-2699.
80. Arbelaiz, A., et al., Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling. *Composites science and technology*, 2005. **65**(10): p. 1582-1592.
81. Thuault, A., et al., Effects of the hygrothermal environment on the mechanical properties of flax fibres. *Journal of composite materials*, 2014. **48**(14): p. 1699-1707.

82. Summerscales, J., et al., A review of bast fibres and their composites. Part 2–Composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2010. **41**(10): p. 1336-1344.
83. Öztürk, B., F. Arslan, and S. Öztürk, Hot wear properties of ceramic and basalt fiber reinforced hybrid friction materials. *Tribology International*, 2007. **40**(1): p. 37-48.
84. Bismarck, A., S. Mishra, and T. Lampke, Plant fibers as reinforcement for green composites, in *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*. 2005, CRC Press. p. 52-128.
85. Chandramohan, D. and K. Marimuthu, A review on natural fibers. *International Journal of Research and Reviews in Applied Sciences*, 2011. **8**(2): p. 194-206.
86. Zimniewska, M., M. Wladyka-Przybylak, and J. Mankowski. Improvement of quality bast fibre for diversified utilisation. in *Proceedings of International Seminar on Strengthening of Collaboration for Jute, Kenaf, and Allied Fibres*. Research and Development, Dhaka. 2011.
87. Blétry, M., *Méthodes de caractérisation mécanique des matériaux*. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006.
88. Sawpan, M.A., K.L. Pickering, and A. Fernyhough, Effect of various chemical treatments on the fibre structure and tensile properties of industrial hemp fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2011. **42**(8): p. 888-895.
89. Olsson, A.-M. and L. Salmén, The association of water to cellulose and hemicellulose in paper examined by FTIR spectroscopy. *Carbohydrate research*, 2004. **339**(4): p. 813-818.
90. Sreekumar, P., et al., Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2009. **40**(11): p. 1777-1784.
91. May, C. and A. Moussa, Chemical and structural analysis of lignocellulosic biomass of *Ampelodesmos mauritanicus* (DISS) and *Stipa tenacissima*. *Wood Res*, 2018. **63**: p. 699-712.
92. Standard, A., D3379. Standard test method for tensile strength and Young's modulus for high modulus single-filament materials. *Annual book of ASTM standard*, 2002. **8**(03).
93. Gogoli, K., *Contribution à l'étude des faisceaux de fibres de lin: analyse des relations morphologie-comportement mécanique-ultrastructure*. 2022, Normandie.
94. ASTM D638-10, 2010, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics.
95. Yousif, B., et al., Flexural properties of treated and untreated kenaf/epoxy composites. *Materials & Design*, 2012. **40**: p. 378-385.
96. Perrier, A., *Influence du vieillissement hydrique sur le comportement mécanique de l'interface fil/matrice dans les composites chanvre/époxy*. 2016, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers.