

Université Mohamed Boudiaf - M'sila

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT MECANIQUE



Numéro de série :

Numéro d'inscription : D.TF/3C/04/17.

Thèse

Présentée pour l'obtention du diplôme de

DOCTORAT L.M.D

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Technique de fabrication

THEME

Valorisation des fibres végétales comme élément de renforcement des matériaux composite : approches expérimentales et numériques

Présenté par

LAIFA FAKHERDDINE

Soutenue le : 12 /11/2025

Devant le jury composé de :

<u>Nom & Prénom</u>	<u>Grade</u>	<u>Etablissement</u>	<u>Qualité</u>
MENASRI Nouredine	Professeur	Univ. De M'sila	Président
ZAOUI Moussa	Professeur	Univ. De M'sila	Encadreur
ROKBI Mansour	Professeur	Univ. De M'sila	Co-Encadreur
AMROUNE Salah	Professeur	Univ. De M'sila	Examineur
DJENDEL Mokhtar	M.C.A	Univ. De BBA	Examineur
BOUBAAYA Rabeh	M.C.A	Univ. De BBA	Examineur
BENANIBA Samir	M.C.B	Univ. De BBA	Invité

Année universitaire : 2024 /2025

Dédicace

Je dédie ce travail marquant de ma vie à la mémoire de ma mère et de mon père qui sont disparus trop tôt. Comme preuve de reconnaissance de la part d'un fils qui a toujours prié pour le salut de leurs âmes Que Dieu, dans sa miséricorde les fasse entrer dans le paradis.

A ma femme qui m'a encouragé et m'a aidé dans ce parcours.

Remerciement

« Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à l'ensemble des membres du jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'évaluer ce travail de thèse et pour le temps précieux qu'ils ont consacré à son examen.

J'adresse mes remerciements tout particuliers à **Monsieur MENASRI Noureddine**, Professeur à l'Université de M'sila, pour avoir accepté de présider ce jury et pour l'intérêt accordé à ce travail.

Mes sincères remerciements vont à **Monsieur ZAOUI Moussa**, Professeur à l'Université de M'sila et directeur de cette thèse, pour son encadrement, sa disponibilité constante et son accompagnement tout au long de ce travail.

J'exprime également ma vive reconnaissance à **Monsieur ROKBI Mansour**, Professeur à l'Université de M'sila et co-encadreur de cette thèse, pour ses orientations pertinentes, ses remarques constructives, son accompagnement scientifique et ses précieux conseils.

Je remercie vivement **Monsieur AMROUNE Salah**, Professeur à l'Université de M'sila, pour son soutien constant, pour avoir accepté d'examiner ce travail et pour ses observations enrichissantes.

Mes remerciements s'adressent également à **Monsieur DJENDEL Mokhtar**, Maître Assistant A à l'Université de Bordj Bou Arréridj, ainsi qu'à **Monsieur BOUBAAYA Rabeih**, Maître Assistant A à l'Université de Bordj Bou Arréridj, pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'être examinateurs et pour la pertinence de leurs remarques.

Enfin, je remercie **Monsieur BENANIBA Samir**, Maître Assistant A à l'Université de Bordj Bou Arréridj, pour sa présence en tant qu'invité et pour l'intérêt porté à ce travail.

Au cours de mes travaux de thèse, j'ai eu l'opportunité de visiter et de collaborer avec plusieurs laboratoires. Je tiens à exprimer mes sincères remerciements au responsable des laboratoires de Biologie de l'Université de M'sila, **Monsieur SEGHIRI Kamel**, pour sa collaboration, sa disponibilité et le soutien apporté durant ma période de recherche.

Je remercie également le **Laboratoire de Physique de l'Université de M'sila**, et j'adresse tout particulièrement ma reconnaissance au Professeur **SAHNOUN Foudil**, au Professeur **HERAIZ Menad**, au Docteur **LAMARA Smail**, ainsi qu'à **Madame Aicha Mohadi**, cheffe de laboratoire, pour leur grande disponibilité et leur aide précieuse.

Mes remerciements vont aussi à l'ensemble du personnel du **Laboratoire des Matériaux Non Organiques (ST)** de l'Université de M'sila, et tout particulièrement à son responsable **Monsieur Brahim Salamani**, pour leur disponibilité et leur soutien.

Je remercie également le **Centre de Recherche Scientifique et Technique sur les Régions Arides (CRSTRA)** de l'Université de Biskra, l'**Unité de recherche "Matériaux, Procédés & Environnement"** de l'Université de Boumerdès, en particulier **Monsieur Ami Said**, ainsi que le **Laboratoire des Essais Mécaniques de l'Université de Sétif**, pour l'accueil chaleureux qui m'a été réservé et pour l'aide apportée dans la réalisation de ce travail.

Un merci particulier à mes **camarades de promotion et amis** pour leurs encouragements, leurs échanges scientifiques enrichissants et les moments de partage qui ont jalonné ce parcours.

Je ne saurais enfin oublier ma **famille**, en particulier ma chère épouse et mes enfants, pour leur soutien indéfectible, leur patience et leur confiance. Leur présence et leurs encouragements ont été une source constante de motivation tout au long de mon parcours académique.

Enfin, je remercie toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de cette thèse. Ce travail est le fruit d'un effort à la fois personnel et collectif, et je leur en suis profondément reconnaissant.

»

Sommaire

1. Introduction	1
2. Matériaux composites à base de fibre végétales	3
2.1. Définition :	3
2.2. Présentation des composites.....	3
2.2.1. Renforts	4
2.2.2. Matrice polymère	4
2.2.3. Thermoplastiques	5
2.2.4. Structure en couches et disposition des fibres.....	7
2.3. Fibres végétales	8
2.3.1. Structure des fibres végétales	9
2.3.2. Composition chimique des fibres	12
2.3.3. Propriétés physiques des fibres végétales	16
2.3.4. Extraction des fibres végétales	21
2.3.5. Extraction-chimique	25
2.3.6. Par action microbienne.....	27
2.3.7. Techniques d'analyses.....	28
2.3.8. Traitement de surface.	35
2.4. L'adhésion fibre /matrice.....	36
2.4.1. Applications des fibres végétales	38
3. Méthodes expérimentales	41
3.1. Introduction	41
3.1.1. Matériels et méthodes.....	42
3.1.2. Extraction de fibres	43
3.1.3. Traitement des fibres SM	44
3.1.4. Anatomie végétale.....	44
3.1.5. Analyse aux rayons X (DRX).	45
3.1.6. Analyse spectrale infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	46
3.1.7. Thermo -gravimétrie (ATG).....	46
3.1.8. Analyse SEM.....	47
3.1.9. Densité de fibre	48
3.1.10. Essai de traction	49
4. Résultats et discussions	52
4.1.1. Anatomie	52
4.1.2. Analyse de la densité SMF	52

4.1.3.	Analyses FTIR de SMF	53
4.1.4.	Analyse par diffraction des rayons X de la structure S.M.F.....	55
4.1.5.	Analyse thermogravimétrique SMF	60
4.1.6.	Propriétés de traction.....	64
4.1.7.	Analyse statistique.....	65
4.1.8.	Etude SEM du SMF	68
4.1.9.	Conclusion.....	69
5.	Partie numérique.....	71
5.1.1.	Quelques concepts de base.....	71
5.1.2.	Pourquoi l'analyse par éléments finis ?	71
5.1.3.	Applications des éléments finis en ingénierie	72
5.1.4.	Introduction MEF	72
5.1.5.	Modélisation géométrique.....	74
5.1.6.	Maillage automatique et manuel	74
5.1.7.	Définition des propriétés physiques et des conditions aux limites.....	76
5.1.8.	Modélisation d'un essai de traction sur un échantillon de fibre de SM N.T. sur ANSYS WorkBench.....	77
5.1.9.	Interprétation du résultat de déformation totale	82
6.	Conclusion et perspectives.....	85
7.	Références bibliographiques	87

ملخص

في ظل التحول نحو اقتصاد بيئي أكثر استدامة، أصبحت الألياف النباتية خيارًا واعدًا لتقوية المواد المركبة البوليمرية، لما تتميز به من خصائص ميكانيكية جيدة، كثافة منخفضة، وتوفر واسع وتكلفة منخفضة. ومع ذلك، فإن استخدامها الصناعي يواجه بعض التحديات المتعلقة بالتفاوت الطبيعي في خصائصها، وقدرتها العالية على امتصاص الرطوبة، وضعف التوافق مع المصفوفات البوليمرية.

يهدف هذا العمل إلى دراسة الليف النباتي من نوع SM N.F. ، من خلال منهجية تجريبية دقيقة تشمل التحليل الكيميائي والمورفولوجية والميكانيكية، إلى جانب نمذجة رقمية لاختبار الشد باستخدام برنامج ANSYS Workbench. تسمح هذه الدراسة بفهم السلوك الميكانيكي للليف، وتقييم قابليته للاستخدام كمادة تقوية طبيعية في المواد المركبة الحيوية.

يمثل هذا البحث خطوة نحو تهمين الموارد الطبيعية وتطوير مواد مركبة مستدامة وعالية الأداء.

Abstract

In the context of increasing environmental awareness and the search for sustainable materials, natural fibers have emerged as attractive alternatives to synthetic reinforcements in polymer composites. Their low density, good specific mechanical properties, biodegradability, and renewable origin make them promising candidates for eco-friendly composite materials.

However, their industrial use still faces limitations due to their hydrophilic nature, structural variability, and incompatibility with hydrophobic polymer matrices. Overcoming these challenges requires a thorough investigation of their structural, physical, and mechanical behavior.

This research focuses on the experimental and numerical study of a specific plant fiber type: SM N. Fiber. This fiber is extracted using a controlled method, and characterized using a variety of techniques including FTIR, XRD, TGA, SEM, density and diameter measurement, and tensile testing. These analyses provide an in-depth understanding of its composition and mechanical performance.

To complement the experimental work, a finite element model of the tensile test is developed in ANSYS Workbench. This simulation aims to validate the experimental results, investigate the stress distribution during loading, and identify critical parameters influencing fiber failure.

The main objective of this thesis is to promote the use of SM N.F fiber as a bio-based reinforcement for composite materials by combining rigorous experimental approaches with advanced numerical modeling. This work contributes to the development of sustainable and high-performance materials in a rapidly evolving scientific and industrial landscape.

Résumé

Compte tenu de l'intérêt croissant pour les matériaux durables et la protection de l'environnement, les fibres naturelles offrent une alternative prometteuse aux renforts synthétiques dans les composites. Elles sont appréciées pour leur faible densité, leurs bonnes propriétés mécaniques, leur biodégradabilité et leur caractère renouvelable. Cependant, leur usage industriel est freiné par leur nature hydrophile, leur variabilité structurelle et leur incompatibilité avec les matrices polymères hydrophobes. Pour dépasser ces obstacles, une étude approfondie de leur comportement structurel, physique et mécanique est indispensable.

Cette recherche se concentre sur l'étude de la fibre végétale SM N.F. Nous l'avons caractérisée en profondeur grâce à diverses techniques comme la spectroscopie FTIR, la diffraction des rayons X (XRD), l'analyse thermogravimétrique (TGA), la microscopie électronique à balayage (SEM), ainsi que des mesures de densité, de diamètre et des essais de traction. Ces analyses nous ont permis de comprendre sa composition et ses performances.

En complément de ces expériences, nous avons développé un modèle par éléments finis pour simuler l'essai de traction de la fibre SM N.T à l'aide du logiciel ANSYS Workbench. Cette simulation permet de valider nos résultats expérimentaux, d'analyser la répartition des contraintes lors de la mise en charge et d'identifier les facteurs clés qui mènent à la rupture de la fibre.

L'objectif principal de cette thèse est de promouvoir l'utilisation de la fibre SM N.T comme renfort biosourcé pour les matériaux composites. En combinant des méthodes expérimentales rigoureuses et une modélisation numérique avancée, ce travail contribue au développement de matériaux durables et performants dans un contexte scientifique et industriel en constante évolution.

Liste des figures

Figure 2.1. Schéma général des matériaux composites.....	3
Figure 2.2 : Classifications des fibres végétales selon les organes d'une plante.	10
Figure 2.3 : Morphologie d'une microfibrille cellulosique.....	11
Figure 2.4 : (a) Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale (b) Schéma de la structure hiérarchique d'une paroi cellulaire du bois.....	11
Figure 2.5: Structure schématique d'une fibre végétale	12
Figure 2.6 : Structure chimique de la cellulose.....	13
Figure 2.7: Principaux constituants d'hémicellulose	14
Figure 2.8 : Structure chimique des alcools précurseur des lignines	15
Figure 2.9 : Structure typique de la molécule de pectine	16
Figure 2.10 : Rouissage de lin et du chanvre par terre à l'air libre.	22
Figure 2.11 : Rouissage à l'eau au sein(a) d'une rivière (b) d'un réservoir	23
Figure 2.12 : Ecang pour teillage manuel	24
Figure 2.13 : Cylindre cannelée pour teillage	24
Figure 2.14 : Schéma général d'une installation de Steam explosion.....	25
Figure 2.15 : Spectre des spécimens de fibres de jute brutes, blanchies et CNC.....	30
Figure 2.16 : FTIR de fibres de rachis de banane traitées et non traitées	31
Figure 2.17 : TGA et DTG, pour les fibres de <i>Juncus effusus</i> avec des pics plus possibles.....	33
Figure 2.18 : (a) Photo microscope optique de microgouttelette	35
Figure 2.19. Produit chimique NaOH	36
Figure 2.20 : Ancrage mécanique d'un adhésif sur un substrat	36
Figure 2.21 : Mouillabilité et angle de contact solide-liquide.....	37
Figure 2.22 : Mécanisme d'adhérence entre fibre et matrice à l'interface	37
Figure 2.23 : Mécanisme d'adhérence entre fibre et matrice à l'interface.....	38
Figure 2.24 : Des pièces renforcées par des fibres végétales (Flax/polypropylène) Mercedes Benz A-Class	39
Figure 3.1 : Plante de <i>Silybum Marianum</i>	43
Figure 3.2 : Etapes d'extraction de la fibre SM.N.F	44
Figure 3.3. DRX spectromètre X'Pert-PROPANalytical.....	45
Figure 3.4 : Spectromètre à transformé de fourrier FTIR-ATR.....	46
Figure 3.5 : Analyseur ATG 51 60WS (Shimadzu Corp. ; Kyoto, Japon)	47
Figure 3.7 : Microscope électroniques à balayage (MEB).....	48
Figure 3.8 : Mesure de densité des fibres	49
Figure 3.9 : Machine universelle ZWICK ROELLE Z010 & des échantillons	49
Figure 4.1 : Sections transversales de la tige de la plante <i>Silybum Marianum</i>	52
Figure 4.2 : Spectres infrarouges à transformée de Fourier pour SMF NT,T0101 & T0303	54
Figure 4.3 : Courbe DRX pour (a) fibre brute SM NT, (b) fibre traitée (T0101H) et (c) fibre traitée(T0303H).....	59
Figure 4.4 : Courbes TGA/DTG pour SMF NT ,T0101 & T0303	62
Figure 4.5 : Graphique comparatif des températures de stabilité (Ts), de décomposition (Td) et du poids résiduel (Rw) pour différentes fibres végétales.	63
Figure 4.6 : Courbe contrainte-déformation typique d'une fibre S.M. élémentaire	64
Figure 4.7 : Distribution de Weibull des propriétés mécaniques d'une fibre SM élémentaire	67
Figure 4.8 : Micrographies MEB de la fibre MS prises en vue longitudinale	69

Figure 5.1 : Evolutions du système numérique	72
Figure 5.2 : Géométrie de l'échantillon sur ANSYS 2021 R1	78
Figure 5.3 : Schémas représente le maillage de l'échantillon.	79
Figure 5.4 : Schéma représente la force appliquée sur l'échantillon.	79
Figure 5.5 : Schéma annoté vectoriel	81
Figure 5.6 : Application de force et fixation d'échantillon.	81
Figure 5.7 . Illustre la déformation totale obtenue lors de la simulation numérique.....	82
Figure 5.8 . Essai de traction des trois types des fibres.....	83

Liste des tableaux

Tableau 2.1. Caractéristiques des thermodurcissables les plus courants [11]	5
Tableau 2.2 : Caractéristiques des thermoplastiques.....	7
Tableau 2.3: Composition chimique de quelques fibres végétales [44-49]	13
Tableau 2.4 : Propriétés de finesse de quelques fibres végétales [24]	17
Tableau 2.5 : propriétés mécaniques de quelques fibres végétales [62].....	19
Tableau 4.1 : Valeurs de densité de différentes fibres cellulosiques.	53
Tableau 4.2 : Région IR et vibration des spectres FTIR du SMF NT, T0101 & T0303	55
Tableau 4.3 : Résumé des Analyses DRX : SM NT, T0101 et T0303	56
Tableau 4.4 : Paramètres cristallins calculés et expérimentaux à partir des diffractogrammes DRX des fibres SM	59
Tableau 4.5 . Tableau de comparaison des propriétés thermiques du SMF avec d'autres matériaux fibres naturels.	63
Tableau 4.6. Valeurs de comparaison des propriétés mécaniques et physiques de ce travail et données disponibles dans la littérature ouverte.....	65
Tableau 4.7 : Valeurs de comparaison des propriétés mécaniques et des paramètres de Weibull 2 obtenus dans ce travail et données disponibles dans la littérature ouverte	68
Tableau 5.1 : Paramètres de simulation de l'essai de traction de la fibre S.M.N.T. dans ANSYS Workbench.....	81

Introduction

1. Introduction

Dans un contexte de transition vers une économie plus durable, l'intérêt pour les matériaux éco-composites s'est considérablement accru ces dernières années. L'exploitation de ressources renouvelables, telles que les fibres végétales, s'inscrit dans une volonté de réduire la dépendance aux matériaux synthétiques et de limiter l'impact environnemental des produits industriels. Utilisées depuis l'Antiquité dans diverses applications artisanales, les fibres naturelles suscitent aujourd'hui un renouveau scientifique et technologique en tant que renforts potentiels dans les matériaux composites à matrice polymère.

Les fibres végétales offrent plusieurs avantages majeurs : faible densité, bonnes propriétés mécaniques spécifiques, biodégradabilité, disponibilité abondante, et faible coût. Toutefois, leur intégration dans les matériaux composites soulève de nombreux défis, liés à leur variabilité naturelle, leur sensibilité à l'humidité, et leur faible compatibilité avec les matrices polymères hydrophobes. Ces limites imposent une compréhension approfondie de leur structure, de leur comportement mécanique, ainsi qu'une optimisation des procédés d'extraction, de traitement de surface et de modélisation.

Le présent travail de recherche s'inscrit dans cette problématique, en se concentrant sur l'étude expérimentale et numérique d'une fibre végétale peu exploitée à ce jour : la **fibre SM N.F.** Cette fibre, extraite selon un protocole spécifique, est soumise à une caractérisation multi-échelle incluant des analyses chimiques (FTIR, DRX, ATG), morphologiques (MEB), physiques (densité, diamètre), et mécaniques (essai de traction). Ces investigations permettent d'établir un profil détaillé de ses propriétés intrinsèques.

En complément de l'approche expérimentale, une modélisation numérique de l'essai de traction est développée sous **ANSYS Workbench**, à l'aide de la méthode des éléments finis. Cette simulation vise à mieux comprendre le comportement mécanique de la fibre SM N.T en traction, à évaluer la fiabilité des mesures expérimentales, et à explorer les conditions aux limites influençant la rupture. Une attention particulière est portée à la géométrie réelle de la fibre, à la qualité du maillage, ainsi qu'aux paramètres mécaniques issus des essais.

L'objectif principal de cette thèse est de valoriser la fibre SM N.F. en tant qu'élément de renforcement pour des matériaux composites biosourcés, en combinant des approches

expérimentales rigoureuses et une modélisation numérique avancée. Ce travail ambitionne ainsi de contribuer à l'essor des matériaux composites durables, performants et compétitifs, dans un cadre scientifique et industriel en pleine évolution.

**Matériaux composites
à base de fibres
végétales**

2. Matériaux composites à base de fibre végétales

2.1. Définition :

Les matériaux composites sont des matériaux solides, hétérogènes et anisotropes, formés par l'association d'au moins deux matériaux de natures différentes non miscibles aux propriétés complémentaires [1]. On les désigne généralement comme des structures composées de renforts (ou charges) intégrés dans une résine (matrice). Cette matrice assure l'orientation des charges, maintient la cohésion de l'ensemble et permet de transmettre aux renforts les forces appliquées au composite {Seyni, 2008 #148; Bhuse, 2017 #217}. En les combinant, on crée un matériau aux performances supérieures, car il bénéficie des propriétés de chacun des matériaux qui le constituent.

2.2. Présentation des composites

En général, ils se composent d'une phase continue appelée matrice (organique, métallique ou céramique) et de renforts dispersés. Le schéma général d'un matériau composite est donné sur la **Figure 2.1**. Leur développement a permis la création de nombreux matériaux innovants adaptés à diverses applications. Ces matériaux, souvent faciles à produire et économiques, se distinguent par leur légèreté, leur résistance à la fatigue et leur excellente tenue face aux produits chimiques, surpassant ainsi les matériaux traditionnels [3]. On distingue généralement deux grandes catégories de composites : ceux à grande diffusion et ceux à hautes performances.

Les composites à grande diffusion sont les plus courants, conçus pour des usages soumis à des contraintes mécaniques modérées. Ils se caractérisent par un coût de production faible et des procédés de fabrication simples. En revanche, les composites hautes performances répondent à des exigences spécifiques, notamment dans des secteurs comme l'aéronautique ou l'aérospatial [4]. Des additifs peuvent être incorporés pour conférer au matériau certaines propriétés spécifiques [5].

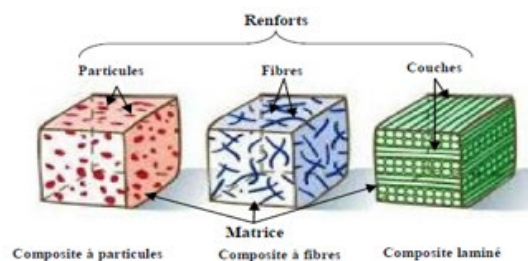


Figure 2.1. Schéma général des matériaux composites.

2.2.1. Renforts

Dans un matériau composite, les renforts, généralement rigides et fragiles, forment l'ossature du matériau et lui confèrent l'essentiel de ses propriétés mécaniques. Ces éléments se présentent principalement sous forme de fibres, longues ou courtes, ou de particules. Les fibres peuvent être intégrées individuellement dans le matériau ou trissées pour former des structures textiles.

Parmi les renforts les plus courants, les fibres de verre dominent le marché avec environ 95 % de part de marché [6]. Peu coûteuses et dotées d'une composition variable, elles sont largement utilisées dans les composites à grande diffusion. En revanche, les fibres de carbone et d'aramide, bien que plus onéreuses, offrent des performances mécaniques exceptionnelles, ce qui les rend adaptées à des applications spécifiques telles que l'aéronautique ou les gilets pare-balles.

Récemment, de nombreuses recherches explorent l'usage de renforts végétaux, comme les fibres de lin ou de chanvre, pour augmenter la part de matériaux renouvelables dans les composites [7]. Cependant, leur adoption industrielle reste limitée en raison de leur faible résistance mécanique, de leur grande variabilité et de leur dégradation rapide, comparativement aux fibres traditionnelles comme le verre ou le carbone [6].

Par ailleurs, des particules additives peuvent être incorporées dans les composites pour renforcer le matériau ou lui conférer des propriétés spécifiques, telles que la résistance aux UV, aux oxydants ou la capacité barrière. Parmi ces additifs, le noir de carbone et la silice sont particulièrement utilisés à grande échelle.

2.2.2. Matrice polymère

La matrice agit comme un liant entre les renforts, assurant la cohésion globale du matériau. Elle joue un rôle clé en transmettant les contraintes extérieures aux renforts tout en les protégeant des agressions chimiques. Ainsi, les propriétés complémentaires des deux constituants permettent de compenser leurs faiblesses respectives. La majorité des polymères utilisés de nos jours sont synthétiques, avec 80 % des matrices organiques issues de la pétrochimie [8]. Ils sont largement utilisés dans divers secteurs industriels.

Dans les composites à matrices organiques (polymériques), les résines polymères, qu'elles soient thermodurcissables ou thermoplastiques, comptent parmi les matériaux les plus couramment employés.

2.2.2.1. Résines thermodurcissables

Les résines thermodurcissables (thermo durs) se présentent initialement sous forme liquide, avec une viscosité variable. Leur polymérisation débute lorsqu'un durcisseur est ajouté, entraînant une gélification suivie de la solidification du matériau. Sur le plan structural, les thermos durs se distinguent par la formation d'un réseau tridimensionnel rigide, résultant de nombreux points de réticulation (liaisons covalentes) entre les chaînes de polymères.

Ces matrices sont largement utilisées dans des domaines où les thermoplastiques ne sont pas adaptés. Par exemple, les matrices phénoliques, réputées pour leur résistance au feu, ou les polyesters insaturés renforcés de fibres de verre sont couramment employés dans des applications structurales [9]. Cependant, leur principal inconvénient réside dans leur non-recyclabilité, due à leur taux élevé de réticulation, ce qui limite leur réutilisation à la fin de leur cycle de vie [10]. Les matrices les plus habituellement employées sont le polyester insaturé, Vinylester et l'époxyde. On leur reconnaît une très bonne résistance aux produits chimiques (matériaux non réactifs), électrique, ainsi que mécanique, et à la chaleur. Le [Tableau 2.1](#) représente quelques propriétés de certains thermodurcissables.

Tableau 2.1. Caractéristiques des thermodurcissables les plus courants [11]

Résine	Densité	E (GPa)	σ_r (MPa)	Tmax (°C)
Uréthane	1.1	0.7-7	30	100
Vinylester	1.2-1.34	3.5-5	70-85	100-150
Polyester insaturé	1.2	4	80	70-120
Epoxyde	1.2	4.5	130	50-250
Urée formaldéhyde	1.2-1.5	6-10	40-80	140
Polymide	1.2	4-19	70	280-320

E : module d'Young ; σ_r : contrainte à la rupture ; Tmax : température maximale d'utilisation.

2.2.3. Thermoplastiques

Les thermoplastiques se présentent initialement sous forme de granules et sont généralement transformés à l'aide de procédés basés sur le chauffage et le refroidissement. Sur le plan structural, ils sont composés de longues chaînes moléculaires, linéaires ou ramifiées, maintenues ensemble par des interactions faibles, ce qui assure la structure et la forme du polymère [12].

Ces matériaux sont généralement mal adaptés aux applications à haute température. Lorsqu'ils atteignent leur température de transition vitreuse (T_g), propre à chaque type de thermoplastique, ils passent d'un état rigide à un comportement caoutchoutier, avant de se ramollir complètement. À ce stade, ils perdent leur tenue mécanique, mais ce comportement leur confère l'avantage d'être recyclables, ce qui en fait des matériaux plus écoresponsables que les thermodurcissables [13].

Cependant, de nombreux thermoplastiques issus de ressources pétrolières, bien qu'utilisés massivement au quotidien, ne sont ni biodégradables ni largement recyclés, principalement en raison de contraintes économiques. Parmi les exemples courants, on trouve les polyéthylènes (PE), le polychlorure de vinyle (PVC), le polystyrène (PS) et le polypropylène (PP) [14].

Ces dernières années, la sensibilisation accrue aux enjeux environnementaux a orienté plusieurs projets de recherche vers la production de nouvelles matrices à partir de matériaux renouvelables et biodégradables [15]. Parmi ces matériaux, le poly(acide lactique) (PLA) a attiré une attention particulière en raison de sa disponibilité sur le marché et de son coût réduit [16].

De manière générale, les thermoplastiques se distinguent par leur bonne résistance aux impacts [17]. Ils peuvent être classés en deux catégories principales : semi-cristallins et amorphes [18]. Les thermoplastiques amorphes se caractérisent par une structure moléculaire désordonnée, sans organisation définie. Ils possèdent une seule transition thermique majeure, la transition vitreuse (T_g), correspondant à la dissolution des liaisons faibles entre les chaînes moléculaires, entraînant le ramollissement du matériau [19].

En revanche, les thermoplastiques semi-cristallins présentent une structure mixte, alternant entre une phase amorphe désordonnée et une phase cristalline où les molécules sont organisées de manière régulière. Cette double nature leur confère deux transitions thermiques distinctes : la transition vitreuse (T_g), associée à la phase amorphe, et la température de fusion (T_f), qui marque la disparition de la phase cristalline.[20]

La compréhension de ces températures de transition est essentielle, car elles influencent directement le comportement du matériau à une température donnée. Elles déterminent également les conditions de chauffage nécessaires pour ramollir ou fondre le polymère avant sa mise en forme.

Le **Tableau 2.2**. Présente les principales propriétés physico-mécaniques des thermoplastiques les plus couramment utilisés.

Tableau 2.2 : Caractéristiques des thermoplastiques.

Résine	Densité ρ (g/cm ³)	T _g (°C)	T _f (°C)	E (Gpa)	σ_r (MPa)
Polypropylène PP	0,92	5	165	1,2	30
Polyéthylène haute de densité PEHD	0,95-0,96	-115	130	1,06-1,09	22-31
Poly (chlorure de vinyle) PVC	1,39	75-105	160-220	2,9	58
polystyrène PS	1,05	90-100	-	3,2	55
polyamide	1,02-1,18	37-90	176-295	2	70
Poly (éthylène-téréphtalate) PET	1,25	70	255-265	3-4	40-60
Poly (acide lactique) PLA	1,1-1,3	50-60	150	3-4	35-60
Poly (phénylène-sulfide)	1,9-2	88-93	285	4	65
Poly (éther-éther-cétone)	1,27-1,32	143-157	334	4	90
Poly (éther-imide)	1,27-1,3	215	-	3,5	105

(E : module d'élasticité à la traction ; σ_r : contrainte de rupture à la traction) [17].

PP : polypropylène à l'état semi cristallin, PLA : acide poly lactique HDPE : polyéthylène à haute densité, PVC : polychlorure de vinyle amorphe, PS : polystyrène à l'état amorphe PET : polyéthylène téréphtalate semi cristallin, ABS : acrylonitrile butadiène styrène à l'état amorphe T_g : température de transition vitreuse, T_f : température de fusion.

2.2.4. Structure en couches et disposition des fibres

Dans certains composites, notamment ceux à base de fibres, les fibres peuvent être disposées en couches (ou plis) selon différentes orientations. Cela permet d'optimiser la résistance dans plusieurs directions. La disposition des fibres peut être :

- **Unidirectionnelle** : Les fibres sont alignées dans une seule direction, ce qui confère une grande résistance dans cette direction spécifique.
- **Bidirectionnelle** : Les fibres sont orientées dans deux directions, souvent perpendiculaires, pour offrir une résistance multidirectionnelle.
- **Multidirectionnelle** : Les fibres sont disposées dans plusieurs directions pour une résistance répartie dans tout le matériau.

Les matériaux composites sont très utilisés dans l'aérospatiale, l'automobile, le génie civil, et les équipements sportifs pour leurs propriétés de légèreté, de résistance mécanique, et de durabilité.

2.3. Fibres végétales

Depuis l'Antiquité, l'homme a conçu des matériaux composites en combinant des matières de différentes natures pour obtenir des matériaux dotés de propriétés spécifiques, exemple des anciens Égyptiens qui ont utilisé les fibres végétales comme la paille de riz séchée et l'argile pour façonner des briques d'adobe [21]; les fibres naturelles servent aussi à la fabrication des textiles. Les matériaux naturels ont souvent servi de modèles, comme l'os, rigide mais léger, composé de fibres de collagène intégrées dans une matrice minérale d'apatite, ou le bois, souple mais résistant, constitué d'un réseau de microfibrilles de cellulose cimentée dans une matrice d'hémicellulose et de lignine [22].

Les composites renforcés par des fibres, apparus dans les années 1940, n'ont cessé de se développer grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques, souvent associées à une faible densité. Leur bon rapport coût/performance leur a permis de s'imposer dans de nombreux secteurs, comme l'aérospatiale, l'automobile, la construction maritime, le ferroviaire, le bâtiment, l'ameublement et la décoration [23].

Cependant, bien que prometteurs, ces matériaux composites présentent certaines contraintes, notamment en matière d'environnement, de sécurité et d'hygiène. La valorisation des composites classiques, constitués de fibres de verre, d'aramide ou de carbone, pose un défi majeur en fin de vie. Pour pallier ces problèmes, l'utilisation de fibres naturelles a été envisagée.

Issues de ressources renouvelables, les fibres naturelles sont biodégradables et moins irritantes pour la peau et les voies respiratoires des utilisateurs. Elles ont également une densité plus faible que les fibres minérales [24, 25]. Le faible coût et les bonnes propriétés mécaniques des fibres végétales, telles que leur résistance et leur rigidité, sont des atouts majeurs. En revanche, leur forte capacité d'absorption de l'eau et leur faible résistance aux hautes températures constituent des limites à surmonter [26].

En répondant aux nouvelles exigences en matière de protection de l'environnement, les chercheurs concentrent leurs efforts sur le renforcement des matériaux composites à l'aide de fibres végétales. L'objectif idéal serait de créer un matériau biodégradable ou recyclable après son utilisation.

Le faible coût et les excellentes propriétés mécaniques spécifiques (résistance et rigidité) des fibres végétales représentent des atouts majeurs pour leur utilisation dans les matériaux composites. Cependant, leur forte capacité à absorber l'eau ainsi que leur faible résistance aux hautes

températures constituent des limitations importantes qui doivent être surmontées pour étendre leur champ d'application [27].

Dans ce chapitre, nous présentons les fibres naturelles végétales. Nous aborderons la structure et la morphologie des fibres lignocellulosiques, ainsi que la composition chimique des fibres végétales en général.

2.3.1. Structure des fibres végétales

Définition :

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibreuses constituées principalement de cellulose, d'hémicellulose, pectine et de lignine, avec une proportion relativement faible de substances non azotées extractibles, de protéines, de lipides et de matières minérales. La composition de ces éléments varie fortement selon l'espèce de plante, son âge, et les parties de la plante concernées [24].

Classification :

Les fibres végétales sont classées selon plusieurs critères : l'organe de la plante d'où elles proviennent, la teneur en composants principaux comme la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, ainsi que la longueur des fibres.

Selon l'organe de la plante

Les fibres proviennent de différentes parties de la plante, comme illustré dans la [Figure 2.2](#).

- Fibres libériennes : issues de la partie supérieure de la tige (lin, chanvre, jute, kénaf, ramie, etc.)
- Fibres des feuilles : fibres de sisal, de bananier, palme de palmier, etc.
- Fibres des poils séminaux des graines : coton, kapok
- Fibres de l'enveloppe des fruits : fibres de coco
- Fibres des tiges ou des troncs : paille de blé, de riz, d'orge.

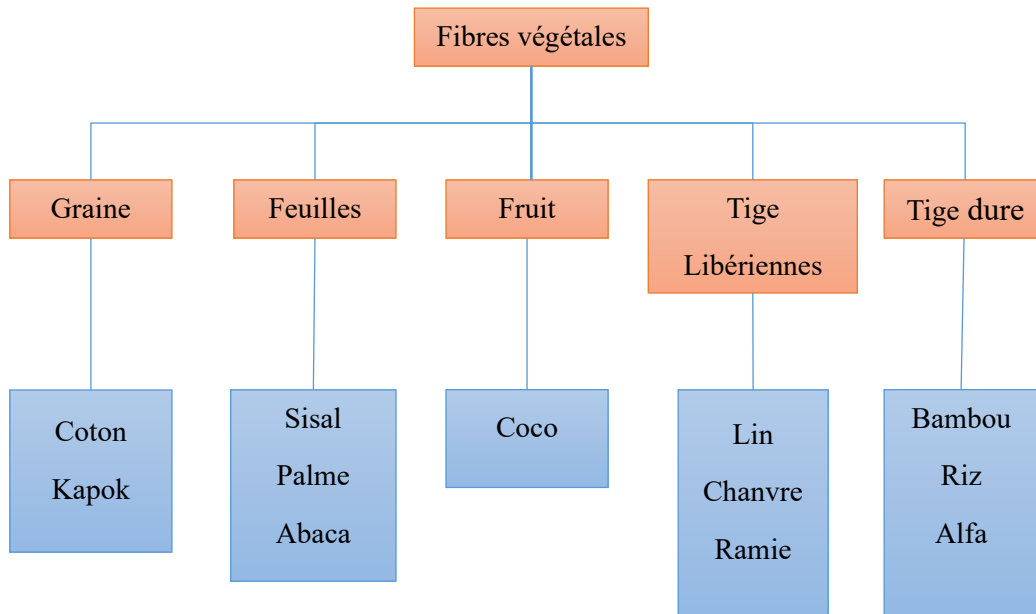


Figure 2.2 : Classifications des fibres végétales selon les organes d'une plante.

Suivant la longueur des fibres

Les fibres végétales se distinguent également par leur longueur et peuvent être divisées en deux grandes catégories. Les fibres longues, appelées fibres libériennes, proviennent des tiges et de l'écorce de plantes annuelles. Ces fibres sont souples, mais deviennent plus dures et rigides lorsqu'elles sont issues des feuilles ou des troncs d'arbres en raison de leur forte teneur en lignine. Il existe aussi des fibres courtes, dites étoupes.

Suivant la structure et morphologie des fibres.

Les fibres végétales sont formées de cellules de base, ou cellules individuelles. La majorité des fibres naturelles sont multicellulaires, composées en réalité de faisceaux de fibres individuelles. En revanche, le coton et le kapok sont constitués chacun d'une seule cellule de base suffisamment longue pour être considérée comme une fibre unicellulaire[28].

Ces cellules sont composées des microfibrilles cristallines de cellulose bien ordonnées, reliées par des couches désordonnées, dites amorphes de lignine et d'hémicellulose [Figure 2.3](#). Cet assemblage de couches forme les parois cellulaires multicouches. La structure de la majorité des plantes cellulosiques possède 80% de régions cristallines.

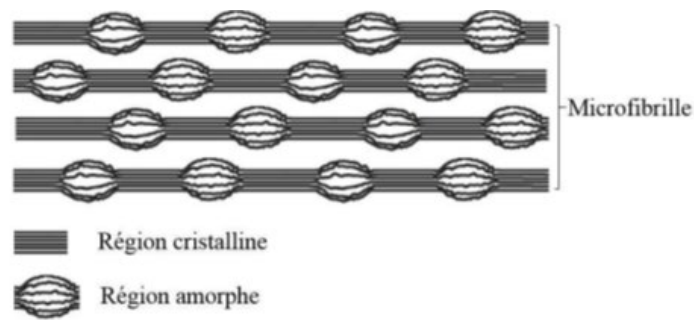


Figure 2.3 : Morphologie d'une microfibrille cellulosique [29]

Au niveau cellulaire, les fibres lignocellulosiques sont entourées par la lamelle moyenne, qui assure la cohésion entre les cellules et confère la rigidité aux fibres. Ensuite, on distingue la paroi primaire, très fine, et la paroi secondaire, beaucoup plus dense et résistante.

La paroi cellulaire secondaire est composée de trois sous-couches (S1, S2, et S3), qui contiennent une proportion importante de cellulose[30]. La couche médiane S2 est la plus épaisse et joue un rôle clé dans les propriétés mécaniques des fibres, notamment la résistance à la traction, car elle est constituée de microfibrilles de cellulose alignée en hélice selon un angle appelé angle microfibrillaire (MFA) Figure 2.4 (a). Cet angle, ainsi que le taux de cellulose, sont des facteurs cruciaux pour déterminer les propriétés mécaniques des fibres [31]. Enfin, le lumen est une cavité centrale qui permet la circulation de la sève. La Figure 2.4 (b) illustre la structure des fibres végétales.

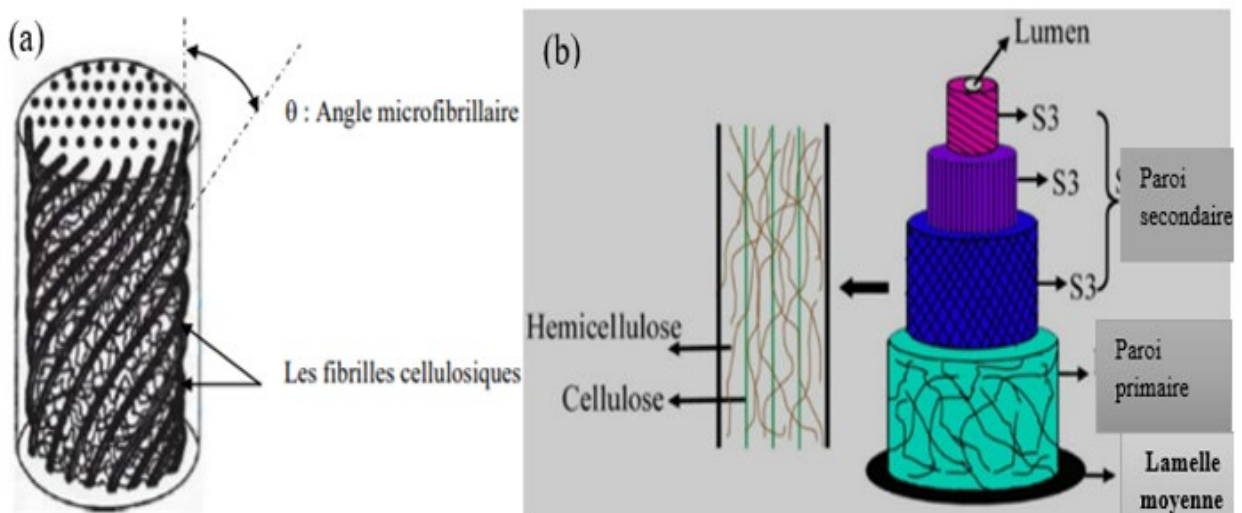


Figure 2.4 : (a) Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale [32] (b) Schéma de la structure hiérarchique d'une paroi cellulaire du bois.[33]

2.3.2. Composition chimique des fibres

Les propriétés physiques, mécaniques et thermiques des fibres végétales dépendent principalement de leur composition chimique, structure, taille et du pourcentage de cellulose qu'elles contiennent et de l'angle formé par les microfibrilles.

La cellulose constitue le principal composant des fibres naturelles, qui contiennent également de l'hémicellulose, de la lignine, de la pectine, des protéines et d'autres substances inorganiques. [34].

Figure 2.5. Ces composants jouent un rôle essentiel dans la structure et les propriétés des fibres. Cette composition chimique varie en fonction de l'origine de la fibre, des conditions de croissance et climatiques, de l'âge de la plante, de la provenance de la fibre dans la plante, ainsi que de la méthode d'extraction utilisée [35].

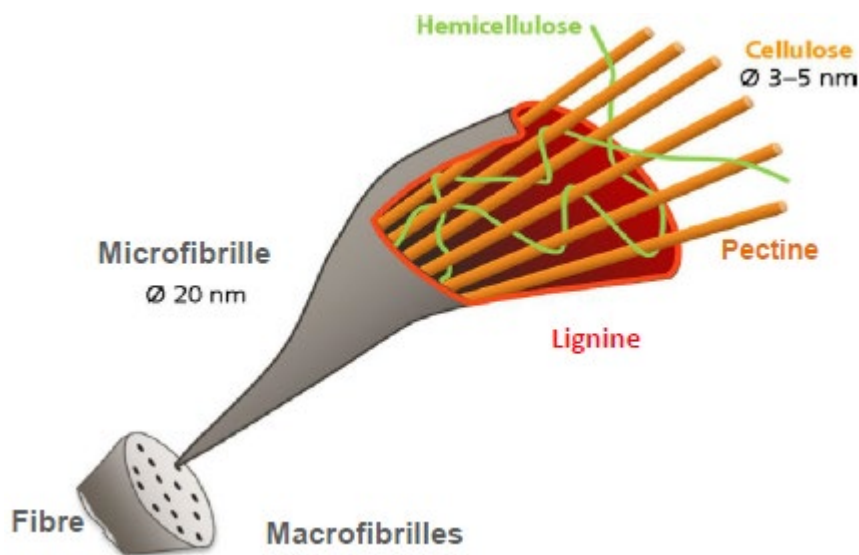


Figure 2.5: Structure schématique d'une fibre végétale [36]

2.3.2.1. Cellulose

La cellulose est un polymère linéaire du glucose [37]. Dans sa forme la plus simple, la cellulose est un polymère linéaire de glucides composé d'unités de glucose liées par β -1,4 [38]. Cependant, l'unité de répétition de base de la cellulose est le cellobiose dimère, qui comprend deux unités de glucose liées par le lien β -1,4 ainsi que des liaisons hydrogène intermoléculaires. Une structure typique de la cellulose est représentée par Figure 6. La cellulose peut prendre de nombreuses formes, phénomène qui est à la base de nombreux examens approfondis de cet important polymère naturel [39, 40]. La cellulose, composée de milliers d'unités de glucose, forme des structures cristallines stabilisées par des liaisons hydrogène intramoléculaires, créant un polymère hydrophobe et doté d'une grande résistance à la traction. La cellulose se présente dans les parois

cellulaires des plantes sous forme de microfibrilles (p. ex., diamètre 2 à 20 nm et longueur 100 à 40 000 nm) qui fournissent un cadre linéaire et structurellement solide[41]. Plusieurs modèles ont été proposés pour l'enrobage des microfibrilles dans la fibre cellulosique[42]. En plus des zones de cellulose plus ordonnées ou cristallines, il existe d'autres zones moins ordonnées ou non cristallines (zones amorphes)[43]. Les zones cristallines confèrent à la cellulose sa grande résistance mécanique, tandis que les zones amorphes permettent son gonflement lorsqu'elle est exposée à des solvants. Ces différences peuvent avoir une influence énorme sur les caractéristiques et les fonctionnalités.

La structure cristalline de la cellulose joue un rôle crucial dans les propriétés mécaniques des fibres. Le [Tableau 2.3](#). présente la composition chimique de quelques fibres végétale.

Tableau 2.3: Composition chimique de quelques fibres végétales [44-49]

Fibres	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicellulose (%)	Pectine (%)	Cendre (%)
Bambou	46-58	20-22	16-20	08-10	-
Kénaf	37-49	15-21	18-24	--	02-04
Jute	41-48	21-24	18-22		0,8
Lin	71	2,2	18,6-20,6	2,3	-
Kénaf	31-57	15-19	21,5-23	-	02-05
Jute	45-71,5	12-26	13,6-21	0,2	02-05
Chanvre	57-77	3,7-13	14-22,4	0,9	0,8
Ramie	68,6-91	0,6-0,7	5-16,7	1,9	-
Coco	36-43	41-45	0,15-0,25	0,15-0,25	2,7-10,2
Banane	60-65	05-10	06-08	-	4,7
Alfa	45	24	24	5	2

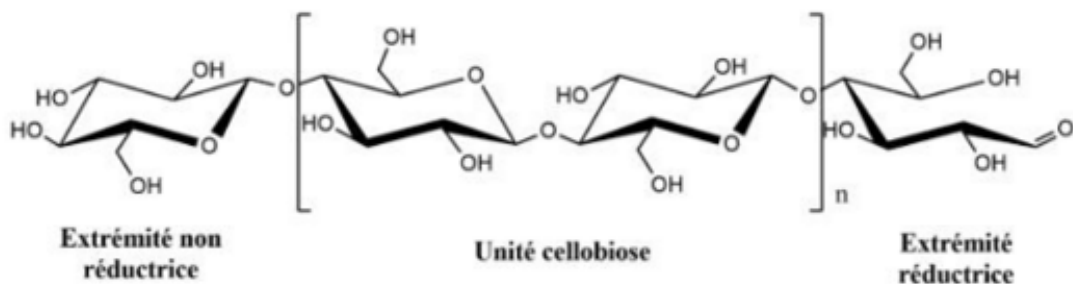


Figure 2.6 : Structure chimique de la cellulose.

2.3.2.2. Hémicellulose

L'hémicellulose est un ensemble de polymères polysaccharidiques composés de pentoses et d'hexoses, ayant un degré de polymérisation plus faible que celui de la cellulose [50], interagit avec la cellulose et la lignine par des liaisons hydrogène, contribuant ainsi à renforcer la paroi cellulaire tout en assurant la flexibilité et la souplesse de la plante.

Les cinq sucres principaux présents dans l'hémicellulose du bois sont le glucose, le mannose, la xylose, le galactose et l'arabinose. La composition chimique d'hémicellulose varie non seulement entre les différentes parties de la plante, comme des racines aux branches, mais aussi entre les arbres eux-mêmes. Ces polymères ont une structure tridimensionnelle, amorphe, et offrent une faible résistance mécanique. Solubles dans l'eau, l'hémicellulose peuvent être extraites de la paroi cellulaire à l'aide de solutions alcalines. Leur degré de polymérisation se situe entre 200 et 300 (DP), et leur structure varie selon l'espèce végétale. L'hémicellulose joue un rôle clé dans le renforcement de la paroi cellulaire par leurs interactions avec la cellulose et la lignine. **Figure 7** illustre les composants d'hémicellulose.

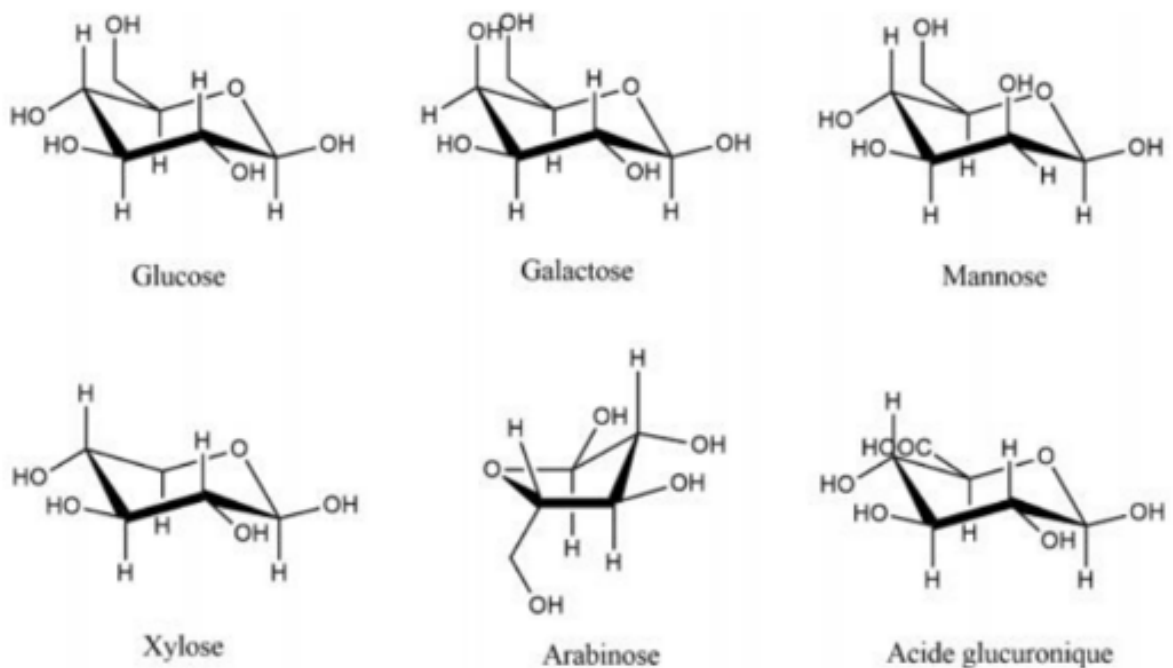


Figure 2.7: Principaux constituants d'hémicellulose

2.3.2.3. Lignine

La lignine est un polymère hydrocarboné complexe, caractérisé par une structure tridimensionnelle aléatoire. Elle accorde aux fibres végétales rigidité et résistance mécanique[51]. Elle se forme pendant la constitution de la paroi secondaire des cellules et se dépose autour des composants polysaccharidiques et protéiques de la paroi, agissant comme une gaine protectrice[52]. Grâce à cette gaine, les fibres deviennent plus hydrophiles et résistent mieux aux pathogènes et aux attaques parasitaires, formant ainsi une barrière de protection biologique [52]. Sa structure est complexe et reste encore partiellement inconnue.

La lignine est un polymère biosynthétisé avec une structure aromatique, formé par la polymérisation de trois monomères principaux : l'alcool p-coumarique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique. Les composants de base de la lignine sont illustrés par la Figure 2.8. Ces monolignols s'assemblent par différents types de liaisons chimiques pour créer un composé amorphe et hydrophobe. Sa composition chimique varie selon les espèces végétales.

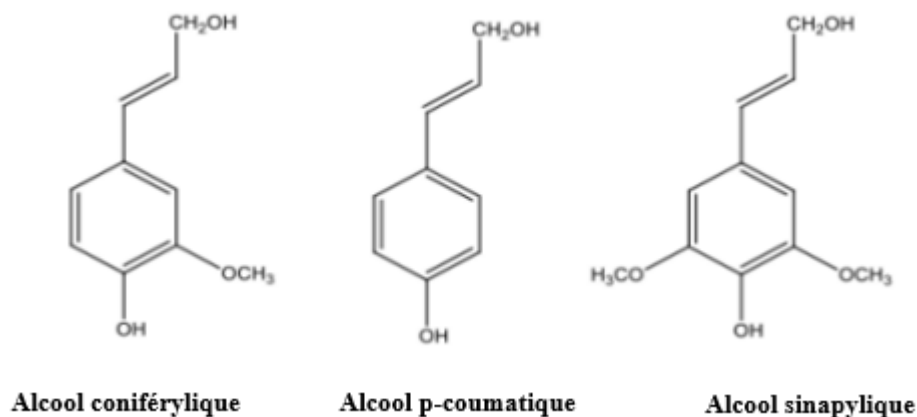


Figure 2.8 : Structure chimique des alcools précurseur des lignines [24]

Par rapport à la cellulose, la lignine présente des propriétés mécaniques faibles [53]. Ainsi, pour obtenir des fibres végétales avec de meilleures performances mécaniques, il est souvent nécessaire d'éliminer la lignine. Cette extraction permet de maximiser la proportion de cellulose, qui est le principal contributeur aux propriétés mécaniques telles que la rigidité et la résistance des fibres. La lignine aide les plantes à résister naturellement à certaines infestations de parasites et n'est pas particulièrement vulnérable à la détérioration biologique [54].

2.3.2.4. Pectine

Les pectines sont des hétéropolysaccharides que l'on trouve principalement dans les parois cellulaires primaires des fibres végétales, à l'exception du bois. Leur structure dépend de l'espèce végétale, et les proportions des différents types de pectines varient en fonction de leur emplacement au sein des parois cellulaires. Les pectines sont les composés les plus hydrophiles des fibres végétales, en grande partie en raison de la présence de groupes acides carboxyliques, qui leur confèrent cette forte affinité pour l'eau. **Figure 9** illustre un exemple typique de la structure d'une pectine. Ces polysaccharides jouent un rôle important dans la cohésion des cellules et contribuent à la flexibilité et à l'hydratation des parois cellulaires, ce qui influence directement les propriétés des fibres végétales.

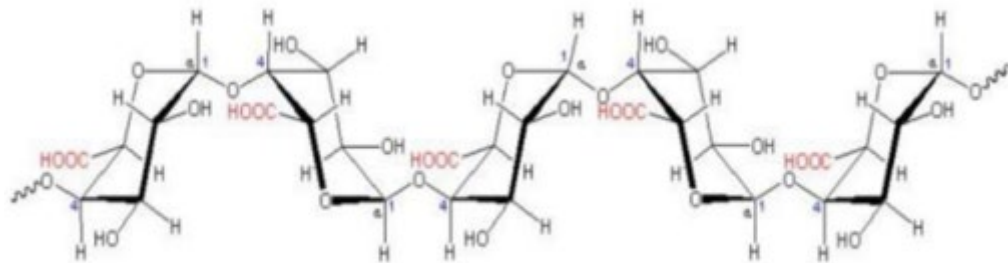


Figure 2.9 : Structure typique de la molécule de pectine

La teneur en pectines varie considérablement en fonction des éléments lignocellulosiques. Chez les végétaux supérieurs et dans les tissus lignifiés, les pectines sont présentes en faible proportion, généralement autour de 1 %. En revanche, dans la biomasse des légumes, des fruits et de certaines algues, les substances pectiques peuvent représenter plus de 30 % de la composition [55]

Les pectines jouent également un rôle clé dans la régulation de la porosité, de l'hydratation et de la charge ionique des parois cellulaires. Elles participent à plusieurs processus cellulaires essentiels, notamment l'expansion, la morphogenèse, l'adhésion cellulaire et les mécanismes de défense des cellules [50].

2.3.3. Propriétés physiques des fibres végétales

Les fibres végétales se distinguent par des propriétés physiques spécifiques. Elle se caractérise principalement par son diamètre, sa densité, sa teneur en eau, et son pourcentage d'absorption d'eau. Au point de vue mécanique, elle est évaluée en fonction de sa résistance à la traction

(contrainte maximale), son élongation à la rupture (déformation), et son module d'élasticité ou module de Young [56].

2.3.3.1. Dimension des fibres (diamètre et longueur)

La finesse des fibres végétales est un paramètre crucial dans leur caractérisation. Elle est généralement exprimée par un facteur de forme (L/d), qui correspond au rapport entre la longueur des fibres (mm) et leur diamètre (μm). Ce facteur permet de comparer différentes fibres végétales et de déterminer leurs domaines d'application.

Un facteur de forme faible (L/d) suggère une résistance accrue, ce qui rend ces fibres adaptées au renforcement de matériaux composites. En revanche, un rapport L/d (le Tex) élevé oriente plutôt leur utilisation dans des applications textiles, où des fibres longues et fines sont privilégiées. Le **Tableau 2.4.** présente les longueurs et diamètres de diverses fibres végétales, illustrant ces différences et leurs implications pour leurs utilisations.

Tableau 2.4 : Propriétés de finesse de quelques fibres végétales [24]

Fibres naturelles	Longueur (mm)	Longueur (mm)	Diamètre (μm)	Diamètre (μm)	Ratio L/d ($\times 10^3$)
	Moyenne	Intervalle	Moyenne	Intervalle	
Sisal	3	1-8	20	8-41	$\approx 0,15$
Jute	2	2-5	20	10-25	$\approx 0,1$
Kénaf	5	2-6	21	14-33	$\approx 0,24$
Ramie	120	60-250	50	11-80	$\approx 2,4$
Chanvre	25	5-55	25	10-51	≈ 1
Lin	33	9-70	19	5-38	$\approx 1,74$
Alfa	1,2	0,2-3,3	13	6-32	$\approx 0,09$
Abaca	6	2-12	24	16-32	$\approx 0,25$
Coton	35	-	19	-	$\approx 1,84$

En effet, comme le montre le **Tableau 2.4.** la longueur et le diamètre des fibres végétales varient considérablement selon l'espèce, influençant ainsi leurs applications potentielles dans différents domaines. Les fibres présentant une longueur importante avec un diamètre réduit, et donc un

facteur de forme élevé, sont souvent utilisées dans l'industrie textile, car elles permettent de produire des fils fins et résistants.

À l'inverse, les fibres plus courtes et plus épaisses, avec un facteur de forme plus faible, sont mieux adaptées pour le renforcement de matériaux composites. Dans ce domaine, les fibres occupent une place essentielle pour améliorer les propriétés mécaniques des matériaux, notamment la résistance à la traction et la rigidité, car elles peuvent supporter de lourdes charges tout en restant légères. [57]. Ainsi, la variabilité des dimensions des fibres végétales, d'une espèce à une autre, est un facteur déterminant dans le choix des fibres pour des applications spécifiques, qu'il s'agisse de textiles ou de matériaux composites [58].

2.3.3.2. Densité des fibres végétales

La densité des fibres végétales est une caractéristique essentielle, car elle influence directement le poids des produits fabriqués à partir de ces fibres. Par exemple, les fibres de verre, avec une densité de 2,56, produisent des articles plus lourds, tandis que ceux fabriqués à partir de fibres de polyéthylène, dont la densité est de 0,92, seront beaucoup plus légers. Cette propriété revêt une importance particulière dans les applications techniques, comme les composites et les géotextiles.

La densité des fibres peut être déterminée par diverses techniques, telles que la méthode de la colonne à gradient de densité ou l'utilisation du pycnomètre [59]. La première technique repose sur l'observation de la hauteur d'immersion d'une éprouvette, généralement sous forme de nœud, dans une colonne de liquide présentant un gradient de densité linéaire. Ce gradient est créé à partir de deux liquides miscibles ayant des densités distinctes. Ces liquides utilisés sont le tétrachlorure de carbone (densité de 1,595) et le xylène (densité de 0,650). Pour mesurer la densité de la cellulose, on utilise couramment le méthanol (densité de 0,792). Ces liquides n'altèrent pas la fibre et n'entraînent aucun gonflement de celle-ci.

2.3.3.3. Propriétés mécaniques des fibres végétales

De nombreuses recherches ont révélé une forte variabilité des propriétés mécaniques des fibres issues d'une même espèce [60, 61]. Ce phénomène peut s'expliquer par des variations naturelles et par des facteurs techniques, tels que le procédé d'extraction ou la méthode de mesure. Cette variabilité représente un enjeu majeur pour les industries qui utilisent des fibres végétales.

Les propriétés mécaniques des fibres végétales déterminent leur utilisation. Dans le cadre de leur rôle de renfort dans les matériaux composites, les paramètres les plus critiques à considérer sont, déformation, la résistance à la rupture et le module de Young, car les fibres sont généralement sollicitées en traction dans la majorité des applications. [Tableau 2.5](#). Cependant, l'analyse des propriétés de flexion et de résistance à la fatigue est également nécessaire dans certains cas.

Tableau 2.5 : propriétés mécaniques de quelques fibres végétales [\[62\]](#)

Fibres	Allongement à la rupture (%)	Contrainte de rupture (MPa)	Module de Young (GPa)
Coton	7-8	287-597	5,5-12,6
Jute	1,5-1,8	393-773	26,5
Ramie	3,6-3,8	400-938	61,4-128
Chanvre	1,6	690	30-60
Sisal	2-2,5	511-625	9-22
Alfa	1.6	75 - 154	12.7
Lin	2,7-3,2	345-1035	27,6

En plus de la forte dispersion des propriétés mécaniques en traction, d'autres caractéristiques des fibres végétales posent des inconvénients majeurs pour leur utilisation en tant que renforts de polymères [\[63\]](#):

✓ Leur nature hydrophile, qui les rend incompatibles avec les matrices polymères hydrophobes et les prédispose à absorber l'humidité, ce qui provoque des variations de volume et une réduction des performances mécaniques des composites ;

✓ Leur faible résistance aux micro-organismes et leur susceptibilité à la pourriture, créant ainsi des difficultés lors du transport, du stockage et de la mise en œuvre des composites.

2.3.3.4. Stabilité thermique des fibres cellulosiques.

L'étude du comportement thermique des fibres lignocellulosiques est une étape essentielle dans leur caractérisation, car elle fournit des informations sur la composition du matériau. En effet, la pyrolyse des différentes substances composant ces fibres s'opère à des températures variées.

Sur le plan thermique, des fibres végétales perdent leur rigidité à partir de 160° à 200 °C, et la lignine commence à se dégrader aux alentours de 300 °C. Plusieurs auteurs ont rapporté des effets irréversibles, tels que l'accélération de la dégradation sous l'effet de l'oxydation et les variations de viscosité. De plus, la destruction de la structure cristalline des fibres ne se produit qu'au-delà de 320 °C, en raison de l'agitation thermique des molécules [64].

2.3.3.5. Paramètres influençant les propriétés des fibres végétales

Les propriétés des fibres végétales dépendent de deux catégories de facteurs : les **facteurs intrinsèques** et les **facteurs extrinsèques**.

▪ Facteurs intrinsèques

Ces facteurs incluent l'influence des conditions suivantes :

- ✓ Conditions culturales de la plante au cours de sa croissance, comme la variété de semence, la nature du sol, les traitements phytosanitaires, les engrais utilisés, et le degré de maturité de la plante.
- ✓ Conditions climatiques, telles que la saison, la température et les précipitations.
- ✓ Étapes d'extraction des fibres, notamment le séchage, le rouissage, le teillage, la filature et les traitements appliqués.

De plus, la géométrie des fibres testées joue un rôle sur leurs propriétés. Il a été observé que le module de Young tend à diminuer avec l'augmentation du diamètre moyen et de la longueur des fibres [65]

▪ Facteurs extrinsèques

Les facteurs extrinsèques comprennent :

- ✓ Les techniques d'extraction des fibres, ainsi que les traitements chimiques, mécaniques ou biologiques qu'elles subissent.
- ✓ Les réglages des paramètres de procédé, comme les conditions de test (humidité, température, vitesse de sollicitation) ou encore les méthodes d'analyse utilisées (type de déformation, section testée).

Ces éléments peuvent avoir un impact significatif sur les résultats des propriétés des fibres [66].

2.3.4. Extraction des fibres végétales

L'extraction des fibres végétales à partir des plantes est une étape clé dans la valorisation de ces ressources naturelles. Elle est une méthode essentielle pour préparer les fibres à un état filable. Les techniques d'extraction diffèrent selon le type de matière première, en raison de la diversité des fibres végétales. Les techniques utilisées pour extraire les fibres diffèrent en fonction de leur nature, de leur origine (graines, tiges, feuilles, fruits) et des propriétés souhaitées. Ces procédés visent principalement à séparer les fibres des autres constituants de la plante, comme la lignine, les pectines, et les cires, afin d'obtenir des fibres pures et adaptées aux exigences du filage ou de leur utilisation dans les matériaux composites. Les principales techniques d'extraction sont décrites ci-dessous.

2.3.4.1. Extraction biologique

L'extraction biologique est un procédé utilisé pour séparer les fibres végétales en utilisant des agents biologiques, principalement des enzymes ou des micro-organismes. Ce processus repose sur la capacité de certains organismes à dégrader les composants non cellulosiques, comme la lignine, les hémicelluloses et les pectines, qui entourent les fibres de cellulose. L'extraction biologique présente l'avantage d'être plus respectueuse de l'environnement que les méthodes chimiques, car elle utilise des conditions plus douces (températures modérées et absence de produits chimiques agressifs) et génère moins de résidus toxiques. Les enzymes couramment utilisées pour ce type de traitement incluent les pectinases, les ligninases et les cellulases, qui facilitent la libération des fibres sans endommager leur structure.

2.3.4.1.1 Rouissage à terre

Le rouissage est un procédé naturel utilisé pour faciliter l'extraction des fibres végétales, comme celles du lin, en profitant des conditions environnementales pour décomposer les composants non cellulosiques entourant les fibres. Après la récolte, les tiges sont étalées sur le champ et exposées au soleil, à la pluie et aux micro-organismes présents dans l'environnement. Voir [figure 2.10](#). Ces derniers dégradent les liaisons entre la lignine, les hémicelluloses et les pectines, permettant ainsi de libérer les fibres de cellulose.

Ce processus dure généralement entre 6 et 8 semaines, en fonction des conditions climatiques. Cependant, cette méthode présente certains inconvénients, notamment sa dépendance totale aux variations météorologiques. Par exemple, un excès ou un manque d'humidité peut affecter la qualité des fibres. Si le rouissage est trop avancé, les fibres risquent de se dégrader, tandis qu'un

rouissage insuffisant rend la récolte inutilisable et invendable. Le vent joue également un rôle complexe : s'il est trop fort, il disperse les tiges, mais un vent léger peut aider au séchage.

Le rouissage à l'air est donc une méthode efficace pour l'extraction des fibres, mais il reste un procédé lent et imprévisible, dépendant des aléas climatiques, ce qui peut compromettre la qualité du produit final.[67].



Figure 2.10 : Rouissage de lin et du chanvre par terre à l'air libre.

2.3.4.1.2 Rouissage à l'eau.

Le rouissage à l'eau repose sur le même principe biologique que le rouissage à l'air, mais il s'effectue en immergeant les tiges (comme celles du chanvre) dans l'eau pendant plusieurs jours. Ce processus met en œuvre des bactéries anaérobies qui dégradent les liaisons entre les composants non cellulosiques et les fibres. Les tiges sont immergées en bottes de 5 à 7 kg, et lorsque les fibres se détachent sur toute leur longueur, elles sont retirées de l'eau pour être séchées.

Cette méthode offre des résultats plus réguliers et prévisibles que le rouissage à l'air, mais elle présente un inconvénient majeur : la pollution de l'eau. Traditionnellement pratiqué en rivière, notamment en Europe du Nord (France, Belgique, Pays-Bas), ce procédé a été interdit au début du 20e siècle en raison des nuisances environnementales. La décomposition bactérienne des tiges provoquait une coloration rousse de l'eau et dégageait de fortes odeurs, affectant les zones riveraines, comme ce fut le cas avec la Lys, une rivière renommée pour cette pratique.

Aujourd'hui, ce rouissage se réalise en cuves avec de l'eau tempérée (environ 37 °C) pour un contrôle plus précis jusqu'à ce que les fibres soient complètement délignifiées et séparées.

Cependant, cette méthode est de moins en moins utilisée, au profit du rouissage à terre, qui est jugé plus respectueux de l'environnement et plus pratique.



Figure 2.11 : Rouissage à l'eau au sein (a) d'une rivière (b) d'un réservoir [68, 69]

2.3.4.2. Extraction mécanique

Depuis l'Antiquité, le procédé d'extraction mécanique des fibres a évolué à travers plusieurs étapes soigneusement élaborées, principalement pour le chanvre et le lin. Bien que ce processus soit aujourd'hui entièrement automatisé, les étapes essentielles restent inchangées

2.3.4.2.1 Le teillage

Cette méthode consiste à séparer le bois des tiges par un processus mécanique, impliquant des étapes de broyage et de battage. Principalement utilisée pour extraire les fibres de lin ou de chanvre, elle commence par saisir les tiges par leurs extrémités pour les insérer dans un outil manuel tel que le tilleul ou l'écang, dans le cas d'un traitement manuel **Figure 2.12**. Les tiges sont battues pour détacher le bois, et cette opération est répétée jusqu'à obtenir des fibres souples. Les fragments de bois ainsi récupérés sont appelés « anas ».

À l'origine réalisée entièrement à la main, cette technique a évolué avec l'introduction de machines automatisées. Aujourd'hui, des systèmes sophistiqués prennent en charge les tiges, les maintiennent, les manipulent et les dégagent sans intervention humaine. Ces systèmes utilisent d'abord des roues cannelées à dents grossières, puis à dents fines, pour un broyage progressif et efficace. Les tiges passent ensuite sous les rouleaux cannelés à un angle proche de 90°, afin d'améliorer l'efficacité du broyage **Figure 2.13**. Cette opération est réalisée successivement du

côté pied et du côté tête des tiges. Les fibres courtes, également appelées étoupes, moins résistantes, ainsi que les anas, sont collectées par aspiration et triées.[70]

Pour améliorer les résultats, les tiges dures et sèches subissent au préalable un traitement thermique, par chauffage au four ou fumage. Enfin, afin d'améliorer l'aspect des fibres, les faisceaux sont divisés, alignés et triés en fonction de leur longueur grâce à une opération de peignage.



Figure 2.12 : Ecang pour teillage manuel

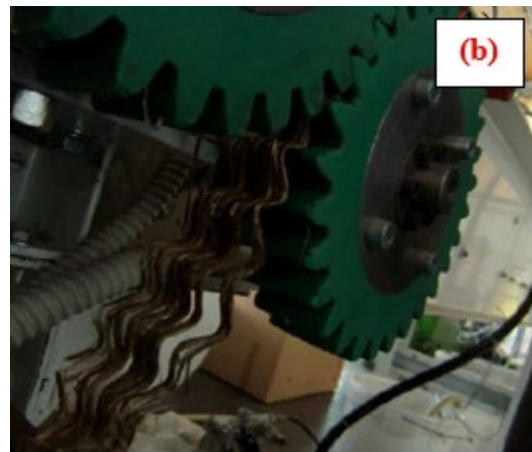
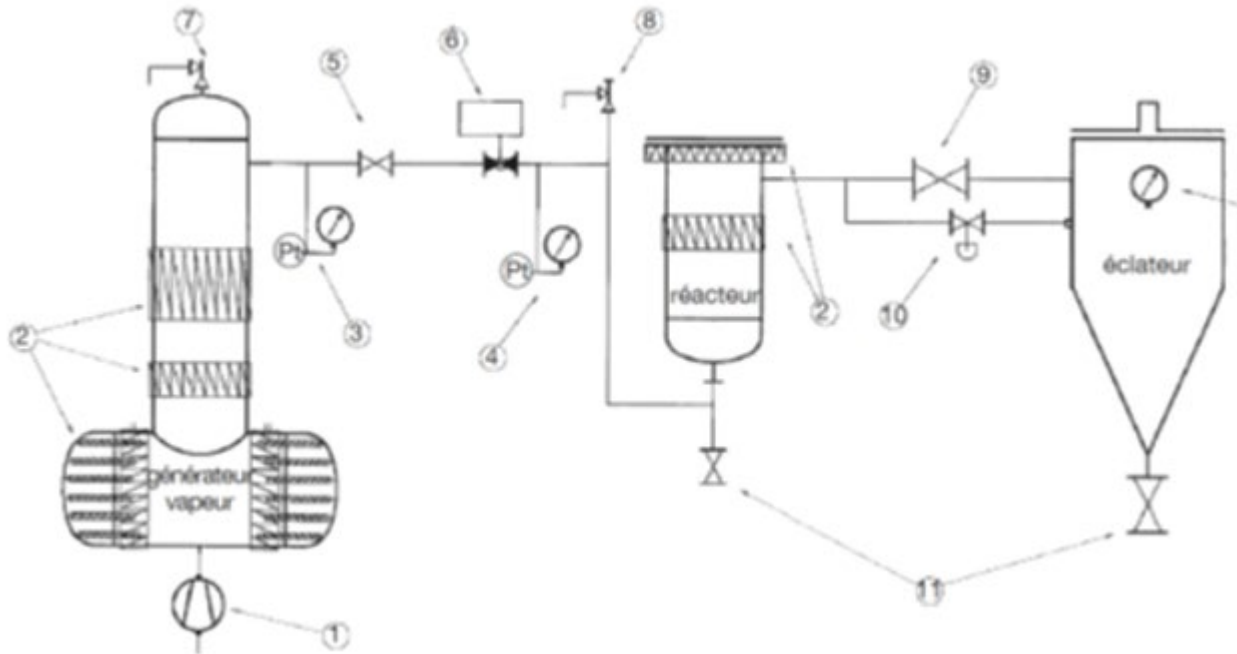


Figure 2.13 : Cylindre cannelée pour teillage

2.3.4.2.2 Par explosion de vapeur

L'explosion à la vapeur, connue sous le terme anglais « Steam explosion » Figure 2.14. Depuis son apparition en 1924, est une méthode thermo-mécanochimique utilisée pour déstructurer la matière lignocellulosique. Ce procédé repose sur l'effet conjugué de la chaleur générée par la vapeur, des hydrolyses déclenchées par la production d'acides organiques, et du cisaillement provoqué par une chute rapide de pression[71, 72].

Le procédé est composé de deux phases distinctes : le vapocraquage et la décompression explosive dont les actions combinées vont, selon les conditions, modifier les propriétés physiques du matériau (surface spécifique, rétention d'eau, coloration, taux de cristallinité de la fraction cellulosique, ...), améliorer l'hydrolyse des fractions hémicellulosiques (formation de mono-et oligosaccharides) et induire des modifications dans la structure des lignines, ce qui facilite leur extraction. Tous ces phénomènes permettent l'ouverture de la structure du matériau et améliorent significativement les propriétés d'hydrolyse de la fraction cellulosique en vue de l'obtention de sucres fermentescibles, valorisables dans les unités de production de biocarburants de deuxième génération ou de molécules à haute valeur ajoutée [73].



- | | |
|--|---------------------------------------|
| 1 : pompe haute pression | 7 : soupape de sécurité du générateur |
| 2 : colliers chauffants | 8 : soupape de sécurité du réacteur |
| 3 : mesure de pression et de température du générateur | 9 : vanne d'éclatement |
| 4 : mesure de pression et de température du réacteur | 10 : vanne de purge lente |
| 5 : vanne d'isolement | 11 : vannes de récupération produite |
| 6 : vanne de mise en charge | 12 : manomètre éclateur |

Figure 2.14 : Schéma général d'une installation de Steam explosion [73]

Tous les procédés d'extraction mécanique présentent deux limitations principales. La première concerne le risque élevé de dégradation des propriétés mécaniques des fibres en raison des contraintes mécaniques souvent agressives, pouvant altérer leurs caractéristiques intrinsèques, quel que soit le mode de séparation utilisé. La seconde limite est liée au coût élevé des équipements d'extraction et à leur encombrement, rendant ces systèmes peu rentables pour de petites productions [74, 75].

2.3.5. Extraction chimique

Plusieurs méthodes reposent sur la séparation chimique de la cellulose des autres composants non cellulosiques. Ces techniques offrent l'avantage d'éliminer les limitations liées à l'extraction mécanique, tout en permettant un gain significatif en termes de temps et d'énergie. Cette section présente les principales techniques d'extraction chimique des fibres végétales [76].

2.3.5.1. Procédé acide

Les composants non cellulosiques, comme la lignine, peuvent être éliminés par des traitements chimiques utilisant des acides forts. L'acide sulfurique est souvent privilégié, car il transforme la lignine en acide lignosulfonique soluble. De même, l'acide chlorhydrique, grâce à ses ions chlorates, permet la formation de chlorolignines qui sont solubles dans l'hydroxyde de sodium. Ces processus facilitent la séparation de la cellulose de la lignine et d'autres composants non cellulosiques, améliorant ainsi la pureté de la cellulose obtenue pour des applications industrielles telles que la fabrication de papier et de matériaux composites.

2.3.5.2. Procédé Soude-Anthraquinone

Le procédé Soude-Anthraquinone (ou Kraft-Anthraquinone) utilise des catalyseurs à base de composés quinoniques, dont l'anthraquinone, pour améliorer l'efficacité de la dégradation de la lignine pendant la cuisson. Grâce à l'ajout de ce catalyseur, le temps de cuisson peut être réduit, ce qui permet d'augmenter le rendement en pâte cellulosique. De plus, les propriétés de la pâte obtenue sont similaires à celles des pâtes produites par le procédé Kraft traditionnel, avec un indice kappa (qui mesure la quantité de lignine restante dans la pâte) comparable à celui des pâtes Kraft. L'effet de l'anthraquinone est particulièrement marqué dans le procédé à la soude, qui utilise uniquement l'hydroxyde de sodium comme agent de délignification. Ce procédé est donc plus efficace et permet une meilleure qualité de pâte avec moins de temps de traitement.[\[77\]](#)

2.3.5.3. Procédé à la soude

Ce procédé utilise uniquement de la soude (NaOH) pour dissoudre les substances non cellulosiques telles que la lignine, la pectine, l'hémicellulose, ainsi que les autres composants de la paroi extérieure et de la réserve de la tige de la plante. Les paramètres du traitement (température, pression, concentration et durée) sont ajustés en fonction du lot, de l'âge et du type de plante afin d'éviter de dégrader les fibres cellulosiques. Il est essentiel de surveiller et d'ajuster le pH de la solution pour le maintenir autour de 7. De plus, des réducteurs peuvent être ajoutés pour prévenir l'oxydation de la cellulose, garantissant ainsi la qualité des fibres traitées.

2.3.5.4. Rouissage chimique et enzymatique

L'interdiction du rouissage à l'eau a poussé les producteurs de fibres à innover en développant des techniques alternatives comme le rouissage enzymatique et chimique.

2.3.5.5. Rouissage enzymatique

Ce procédé implique l'utilisation de solutions contenant des enzymes spécifiques telles que les hémicellulases, l'endopolygalacturonase ou les pectinases. Ces enzymes ciblent et dégradent les pectines qui servent de "ciment" entre les fibres, facilitant ainsi leur séparation [78]. Ce traitement permet de "nettoyer" la surface des fibres en éliminant les matériaux non cellulosiques et de produire des fibres homogènes, constituées majoritairement de cellulose. Ce procédé optimise également l'interface entre les fibres et la matrice polymère dans les composites, augmentant leur adhérence et leurs propriétés mécaniques.[78, 79]

2.3.5.6. Avantages et limitations

Ces deux procédés produisent des fibres de haute qualité, avec des propriétés améliorées comme une grande finesse, une résistance accrue à la traction et une meilleure adhérence aux matrices composites[80]. Toutefois, ces méthodes restent coûteuses et n'ont pas encore été industrialisées à grande échelle, en raison des dépenses liées aux enzymes et aux produits chimiques nécessaires à leur mise en œuvre.

En conclusion, bien que ces procédés soient prometteurs pour obtenir des fibres de qualité supérieure, leur coût représente un frein majeur à leur adoption industrielle.

2.3.6. Par action microbienne

Trois groupes d'agents microbiens ont la capacité de dégrader les composants non cellulosiques des plantes : **bactéries, protozoaires, et champignons.**

2.3.6.1. Bactéries

Elles se classent en trois types selon leurs activités enzymatiques :[76]

- Premier type : Ces bactéries combinent une activité dépolymérase (qui dégrade les polymères) et glycosidasique (qui coupe les chaînes latérales). Elles hydrolysent la chaîne principale et utilisent les produits d'hydrolyse (oligosaccharides et oses).
- Deuxième type : Elles possèdent uniquement une activité dépolymérase, ce qui permet la dégradation des hémicelluloses. Cependant, elles ne consomment pas les produits issus de l'hydrolyse.

- Troisième type : Ces bactéries ont des activités glycosidasiques mais n'ont pas de capacité dépolymérase.

2.3.6.2. Champignons

Les champignons montrent une grande capacité à :

- Dépolymériser les hémicelluloses et consommer les produits libérés (oligosaccharides et oses).
- Solubiliser partiellement la lignine, favorisant la séparation des fibres végétales. Toutefois, ils sont incapables de dégrader les pectines, limitant leur application dans certains procédés de rouissage biologique.

2.3.6.3. Applications

Ces agents microbiens sont couramment utilisés dans des processus de rouissage enzymatique pour extraire les fibres végétales, en remplaçant ou en complétant les méthodes mécaniques ou chimiques. Ils permettent une dégradation sélective des composants non cellulotiques, minimisant les dommages aux fibres cellulotiques.

2.3.7. Techniques d'analyses

L'analyse des fibres végétales nécessite une gamme de techniques adaptées pour caractériser leur structure, composition chimique, propriétés physiques et mécaniques. Voici les principales techniques utilisées pour analyser les fibres végétales :

2.3.7.1. Mesure de la densité

Pour mesurer la densité des fibres naturelles étudiées, il est d'abord nécessaire de sécher complètement les fibres dans un étuve à une température de 60 à 68 °C pendant une période de 6 heures. Les fibres sont ensuite découpées en longueurs de 5 à 10 mm environ et placées dans un pycnomètre destiné à déterminer la densité des fibres [81-84]. La densité des fibres végétales (ρ) peut être calculée efficacement à l'aide de la formule mathématique suivante :

$$\rho_{FV} = \frac{(m_2 - m_1)}{[(m_3 - m_1) - (m_4 - m_2)]} \rho_t \quad (01)$$

Ici, m_1 , m_2 , m_3 et m_4 représentent respectivement le poids du pycnomètre vide (en kg), du pycnomètre chargé de fibres hachées (en kg), du pycnomètre rempli de toluène (en kg) et du pycnomètre contenant à la fois les fibres hachées et la solution de toluène (en kg)[85-88]

2.3.7.2. Mesure du diamètre

En pratique, le diamètre des fibres naturelles étudiées est généralement mesuré à l'aide d'un micromètre numérique ou d'un microscope (comprenant le microscope optique (OM) et le microscope électronique à balayage (SEM)). L'utilisation du micromètre numérique permet de mesurer le diamètre de chaque fibre individuelle avec une précision d'environ 0,001 mm. Alternativement, des mesures par coin d'air ($\pm 0,001$ mm) peuvent être utilisées comme technique alternative [83, 89].

2.3.7.2.1 Microscope optique (OM)

Les fibres présentent généralement une forme irrégulière en raison de l'épaisseur non uniforme de chaque fibre individuelle. C'est pourquoi il est reconnu que mesurer le diamètre de chaque fibre avec un niveau standard de précision est une tâche particulièrement difficile. Les faisceaux de fibres naturelles ou les fibres elles-mêmes peuvent être composés de nombreux éléments tels que la cellulose, l'hémicellulose, la lignine, les pigments, etc., la cellulose étant considérée comme la composante principale, généralement entourée de lignine et d'hémicelluloses. Par conséquent, la section transversale des fibres n'est pas circulaire. Cependant, pour plus de cohérence, au moins 5 à 10 échantillons devraient être évalués, en choisissant aléatoirement 3 à 4 emplacements pour mesurer le diamètre, dont les valeurs moyennes sont généralement considérées comme le résultat final [90, 91].

2.3.7.2.2 Test de finesse des fibres

Conformément aux recommandations de la norme ASTM D1577, il est tout à fait possible de déterminer les caractéristiques globales de qualité des fibres naturelles [92]. Pour réaliser ces expériences, il est généralement nécessaire d'évaluer 10 à 20 spécimens de fibres (d'une longueur de 200 à 300 mm) pour garantir une meilleure fiabilité.

2.3.7.3. Analyse par diffraction des rayons X (XRD)

Il est bien établi que la diffraction des rayons X (XRD) est une technique analytique non destructive et rapide, largement utilisée pour observer la nature cristalline/structure cristalline, la composition chimique, ainsi que la structure chimique de la cellulose (c'est-à-dire cellulose-(I) et cellulose-(II)), la taille des particules, l'espacement du réseau cristallin, le plan cristallin, etc., des fibres végétales modifiées et non modifiées [93-97]. La technique XRD permet de scanner les fibres végétales traitées dans une plage de 2θ , variant de 5° à 80° [98].

Le spectre obtenu, correspondant à des spécimens de fibres de jute brutes, blanchies et CNC (cellulose nanocrystal) (illustré dans la Figure.2.15.), montre les points de diffraction des zones

crystallines et amorphes respectivement, tandis que le plan cristallin est représenté par les indices de Miller, en particulier 110, 200, 004, où les valeurs de 2θ étaient approximativement de 16° , 22° , et 34° respectivement [99].

De plus, il est notable qu'avec la modification chimique, les valeurs de l'indice de cristallinité (CrI) des fibres de jute ont montré une tendance à l'augmentation, tandis que le CNC possède les valeurs maximales de CrI, autour de 88 %, qui peuvent être calculées à l'aide de l'équation suivante [100] :

$$CrI = \frac{I_{CA}}{I_{CA} + I_{AM}} \times 100 \quad (02)$$

Ici, I_{CA} représente la zone cristalline et I_{AM} la zone amorphe des diffractogrammes [101, 102]. Il convient de noter que ces zones respectives peuvent être mesurées à l'aide du logiciel Origin Lab.

Par ailleurs, la taille des cristallites (CS) peut être calculée avec précision en utilisant l'équation de Bragg :

$$CS_{000} = \frac{0.89\lambda}{(\beta_{000} \cos \theta)} \quad (03)$$

Où θ représente l'angle de Bragg et β la largeur à mi-hauteur du pic [103].

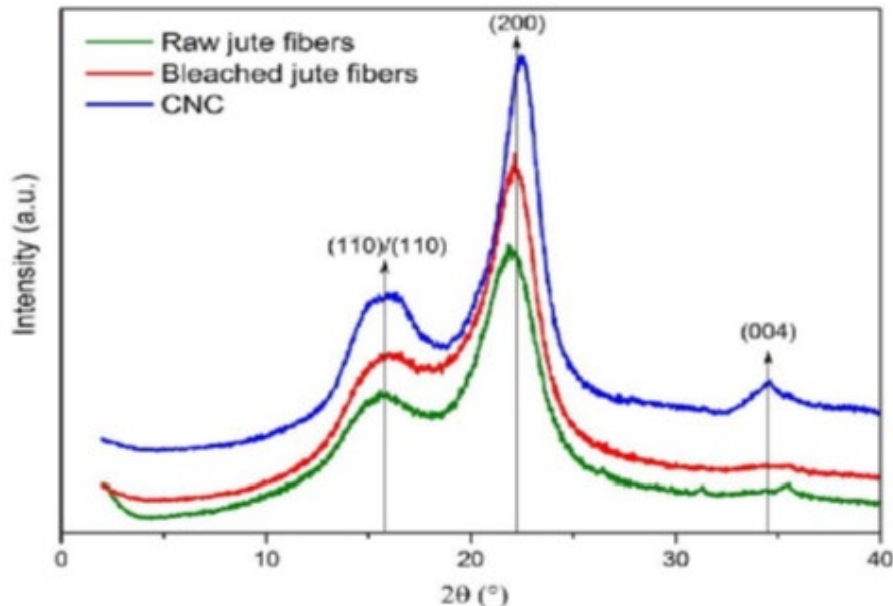


Figure 2.15 : Spectre des spécimens de fibres de jute brutes, blanchies et CNC (nanocristal de cellulose)[99]

2.3.7.4. Analyse FTIR

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) (en anglais : Fourier Transform Infra-Red spectroscopy) est reconnue comme une méthode d'exploration non destructive permettant d'obtenir à la fois des informations quantitatives et qualitatives sur les spécimens étudiés. Un spectre d'absorption infrarouge est généralement obtenu, fournissant des informations sur la présence de sites actifs ou de groupes fonctionnels, les compositions chimiques, la structure chimique, la pureté du composé, la quantité de molécules ciblées, ainsi que le comportement moléculaire global, caractéristiques des fibres naturelles ou des composites polymères [104, 105] **Figure 2.16.** Elle aide également à détecter la pureté et la concentration d'un composé, ainsi qu'à identifier des substances inconnues, grâce aux vibrations intramoléculaires (incluant les étirements et les déformations angulaires). Ces vibrations spécifiques sont responsables des changements substantiels dans les angles et les distances interatomiques[105]

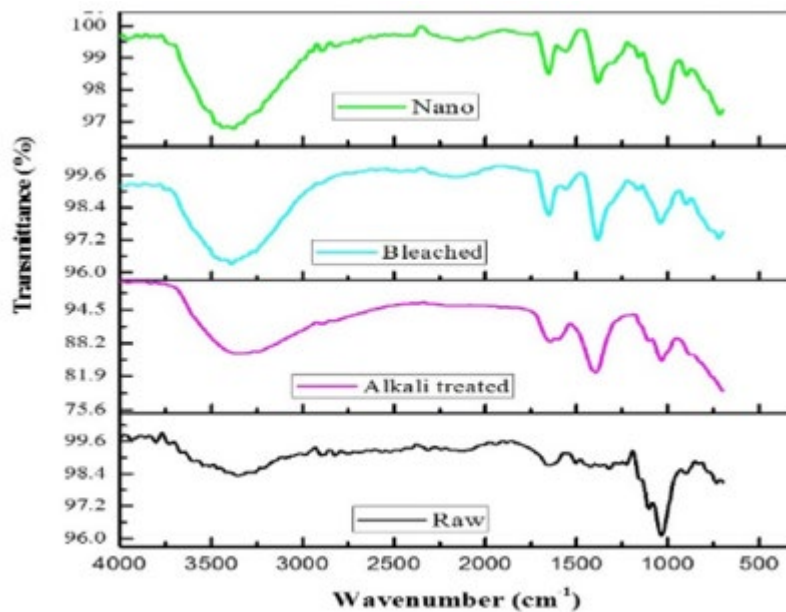


Figure 2.16 : FTIR de fibres de rachis de banane traitées et non traitées [106]

Inversement, certains sites actifs ou groupes fonctionnels, observés occasionnellement dans les spectres FTIR de fibres naturelles modifiées, tels que S–H, S–S, NO₂, ne sont pas directement liés aux fibres lignocellulosiques. Cependant, ces vibrations notables peuvent apparaître en raison des modifications chimiques dans une région spécifique de longueur d'onde [104].

2.3.7.5. Analyse thermogravimétrique

La technique d'analyse thermogravimétrique (TGA) a été largement utilisée pour étudier le profil thermique ou les performances des fibres naturelles étudiées, en mesurant la perte de masse liée à la décomposition thermique en fonction de la chaleur [107, 108]. Par ailleurs, les propriétés physiques et chimiques, ainsi que la composition d'un composite polymère, la température de fusion, la température de relaxation du polymère, la température de début de dégradation, la température de dégradation maximale, le changement de phase, la nature de la réaction chimique durant l'expérience, la masse résiduelle, etc., peuvent être déterminés en fonction d'une augmentation de la chaleur, tout en maintenant une vitesse de chauffe constante jusqu'à 1000 °C [108, 109].

Dans cette expérience, les fibres naturelles ont été exposées à de l'azote (N₂) utilisé comme gaz de balayage avec un débit d'environ 50 mL/min, tandis que la vitesse de chauffe a été maintenue dans une plage comprise entre 10 et 20 °C/min. Les échantillons de fibres naturelles ont été directement placés dans une coupelle ou un creuset en aluminium, céramique ou platine pour permettre l'étude de la température mesurée par un thermocouple, généralement évaluée à l'aide d'un analyseur thermique. La quantité d'échantillons utilisée est d'environ 25 mg. Il est à noter que la TGA est reconnue comme une méthode destructrice [109, 110].

Un exemple de courbes TGA et DTG concernant les fibres naturelles (modifiées et non modifiées) est illustré dans la [Figure :2.17](#). Il est clairement observé que la perte de masse initiale est due à l'évaporation de l'eau interne à partir de la surface des fibres naturelles. Il est à noter que la perte de masse commence par un rythme plus lent mais s'accélère rapidement vers la fin. Par ailleurs, le point de dégradation maximale indiqué sur la courbe DTG pour différents échantillons de fibres naturelles peut être attribué à la déshydratation, à la dépolymérisation et à la décomposition des groupes hydroxyles (-OH), ainsi qu'à la formation de charbon, appartenant à la structure du polymère des fibres naturelles [104].

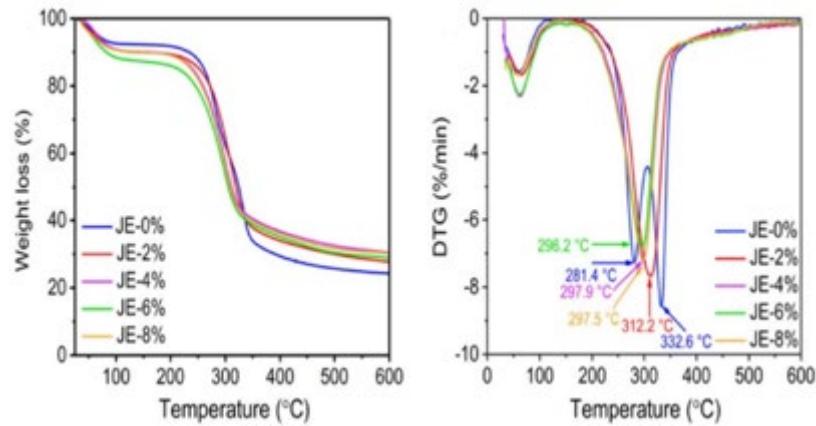


Figure 2.17 : TGA et DTG, pour les fibres de *Juncus effusus* avec des pics plus possibles [106].

2.3.7.6. Analyse MEB

Pour évaluer la structure morphologique d'un spécimen biopolymère, comme les fibres naturelles, le microscope électronique à balayage (MEB) est fréquemment utilisé. À partir des micrographies MEB, il est possible d'observer facilement la microstructure, la porosité, la taille des particules, la rugosité de surface, la structure des vides, le profil d'absorption, la taille des pores, le retrait ou les plis, la structure hélicoïdale, etc., des fibres naturelles exposées (modifiées ou non). Ainsi, l'aptitude de la fibre étudiée en tant que bon renfort pour la fabrication de bio-composites ou de bionanomembranes est clairement reconnue [104].

Avant l'investigation MEB, les spécimens polymères sont généralement fixés à l'aide d'un ruban carbone sur des supports en aluminium, puis recouverts d'un revêtement d'or ou de platine d'une épaisseur de 5 nm pour les rendre conducteurs, ce qui permet d'obtenir une image de très bonne qualité [111, 112]. Un exemple d'image MEB, utilisé comme référence pour les fibres naturelles étudiées, peut être obtenu à partir de types spécifiques de microscopes électroniques à balayage focal à haute résolution, tels que le CamScan 4 ou le Zeiss Gemini 1540 XB (Thornwood, NY 10594). Ces appareils fournissent des détails sur la morphologie de surface, la microstructure de surface, la porosité, la surface spécifique, la rugosité de surface, etc., pour différentes fibres végétales telles que le chanvre, le jute, le sisal, l'ananas, le piassava, et la ramie.

Il est à noter qu'à partir des images MEB, il est possible de calculer la taille des particules ainsi que leur courbe de distribution en utilisant des logiciels comme Image J et Origin Lab. Dans cette expérience, le balayage est généralement effectué par un faisceau d'électrons, fixé transversalement à la surface des spécimens étudiés, permettant ainsi de détecter les signaux électroniques secondaires ou rétrodiffusés [85, 113, 114].

2.3.7.7. Test de résistance à la traction des fibres individuelles

La résistance à la traction ou la résistance mécanique des fibres naturelles est généralement influencée par trois principaux aspects : les conditions ou paramètres de test, la nature de la fibre et les dimensions des fibres (telles que largeur, épaisseur, longueur, etc.) en fonction de leur surface transversale [115]. Les fibres peuvent être testées sous charge de traction conformément aux normes ASTM C1557-03 ou ASTM D 3822-07, en utilisant une machine de test universelle avec une vitesse opérationnelle maintenue à 0,5 mm/min.

Pour une plus grande précision, il est recommandé de réaliser l'expérience à l'aide d'une machine de traction servo-électrique avec une cellule de charge d'environ 5 kN ou moins. Avant les tests, les spécimens nécessitent une préparation spécifique : chaque extrémité de la fibre doit être fixée avec de la résine époxy, puis collée sur un cadre en papier rigide classique. Il est important que les spécimens soient correctement fixés sur une pince mécanique attachée à l'appareil de test ou à la machine universelle de test (UTM). Une fois les spécimens positionnés sur les pinces mécaniques, les bords du cadre en papier peuvent être soigneusement découpés en deux parties [116-118].

Cependant, un nombre très limité de chercheurs a également appliqué d'autres méthodes de caractérisation moins courantes pour explorer les caractéristiques de surface des fibres végétales, telles que la chromatographie en phase gazeuse inverse (IGC) [119] et la spectroscopie photoélectronique à rayons X (XPS) [103, 120].

2.3.7.8. Test microgouttelettes

Dans ce test, de petites gouttes de résine époxy sont appliquées autour des fibres végétales pour créer des microgouttelettes. Cette méthode consiste à utiliser une fine tige métallique pour déposer des gouttes de résine époxy sur des fibres individuelles, qui sont ensuite fixées dans un cadre en papier et laissées à durcir. La géométrie des gouttelettes est examinée à l'aide d'un microscope optique (MOTIC), comme illustré dans la Figure 2.18 (a). Les échantillons présentant des défauts, que ce soit au niveau des fibres ou des gouttelettes, sont systématiquement écartés.

Avant le test, le cadre en papier est découpé, et les échantillons sont fixés sur une machine de traction universelle Instron ZWICK Z005 pour effectuer le test sur les fibres végétales. La figure 2.18 (b) montre la méthode utilisée pour placer les fibres sur l'appareil, en utilisant deux lames positionnées sur la mâchoire inférieure du système de test. Les fibres sont ensuite tirées à travers la mâchoire supérieure à une vitesse de 0,5 mm/min. Un minimum de 10 échantillons est utilisé pour calculer la résistance au cisaillement interfacial (IFSS) (interfacial shear strength), et la valeur moyenne est rapportée.

La résistance au cisaillement interfacial (IFSS) permet d'évaluer l'adhérence dans un système fibre-matrice donné, selon l'équation suivante :

$$\tau = \text{IFSS} = \frac{F_{\max}}{(\pi dL)} \quad (04)$$

Où τ est la résistance au cisaillement interfacial (MPa), F_{\max} est la force maximale de décollement, d est le diamètre de la fibre, et L est la longueur de la zone intégrée. **(b)**

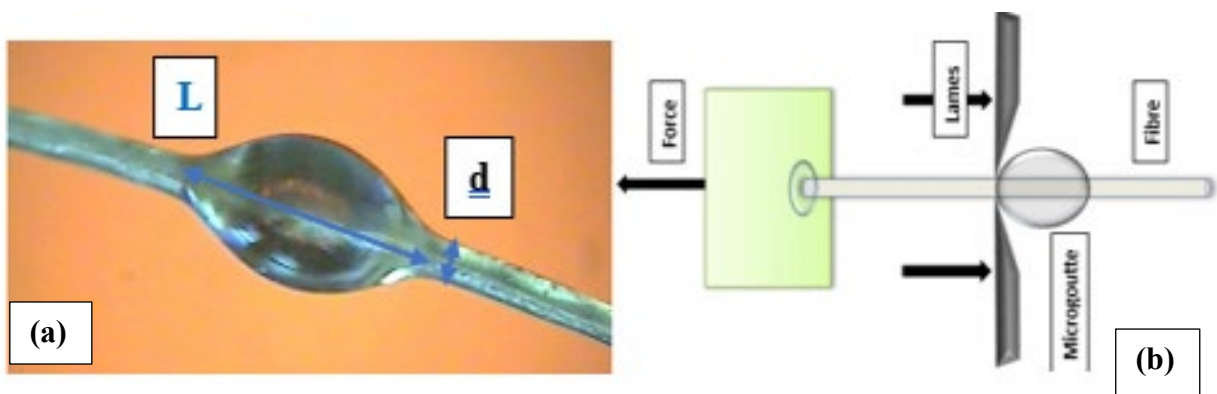


Figure 2.18 : (a) Photo microscope optique de microgouttelette
(b) Montage d'essai de traction (test IFSS)

2.3.8. Traitement de surface.

Le traitement de surface des fibres végétales joue un rôle fondamental dans l'amélioration des propriétés des composites, en facilitant l'adhésion entre les fibres hydrophiles et les matrices polymères hydrophobes. Ces traitements permettent de modifier la structure chimique et physique des fibres pour réduire leur caractère hydrophile, augmenter leur compatibilité avec les polymères et améliorer le transfert de contraintes au sein des matériaux composites. En conséquence, les composites obtenus présentent une meilleure dispersion des fibres, une interface renforcée, ainsi que des propriétés mécaniques accrues ce qui se traduit par des propriétés mécaniques supérieures et une meilleure performance globale des matériaux. Parmi les traitements des surfaces des fibres utilisée par plusieurs chercheurs le procédé de traitement chimique par application de solutions alcalines (souvent NaOH) qui améliore la rugosité de la surface des fibres, élimine les composants non celluloseux comme la lignine, et augmente la cristallinité. Cela améliore l'adhésion fibre-polymère. Il y a un effet d'augmentation de la résistance mécanique et de la mouillabilité des fibres.



Figure 2.19. *Produit chimique NaOH*

2.4. L'adhésion fibre /matrice

L'adhésion entre les fibres végétales et la matrice est un paramètre clé influençant les performances des matériaux composites. Elle dépend de l'interface qui se forme entre ces deux composants et résulte de divers phénomènes chimiques et physiques. Plusieurs mécanismes ont été proposés pour expliquer cette adhésion [13, 121].

L'un des modèles les plus reconnus est l'hypothèse mécanique de Mc Bain et Hopkins, qui suggère que l'adhérence est due à l'ancrage mécanique du polymère dans les microcavités et les irrégularités de surface des fibres avant sa solidification [122] Figure 2.19. Cette interaction favorise un bon transfert des contraintes et améliore la cohésion du composite.

D'autres approches incluent des mécanismes basés sur les interactions chimiques, telles que la formation de liaisons covalentes entre la fibre et la matrice, ainsi que l'adhésion par forces de Van der Waals et liaisons hydrogène. L'énergie de surface et la compatibilité chimique des matériaux jouent également un rôle déterminant dans la qualité de cette adhésion.

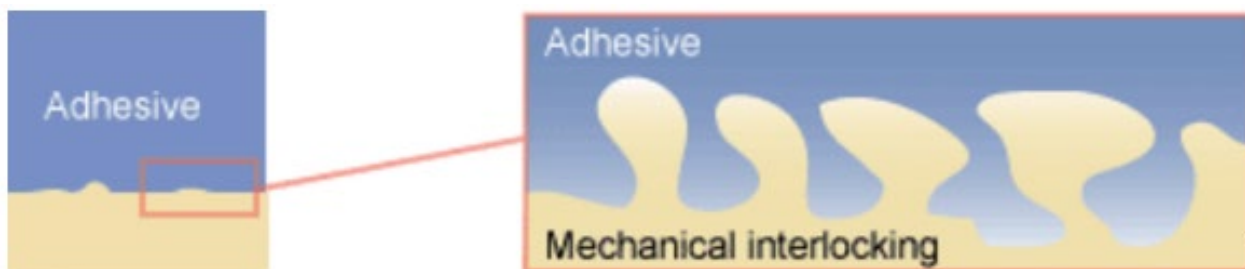


Figure 2.20 : Ancrage mécanique d'un adhésif sur un substrat [123]

L'optimisation de l'interface fibre/matrice fait ainsi l'objet de nombreuses recherches, visant à améliorer la performance globale des composites par des traitements chimiques ou physiques adaptés aux caractéristiques des fibres végétales et des polymères utilisés.

La théorie du mouillage, développée par Schonhorn et Sharpe [124], postule que l'adhésion est favorisée par les interactions intermoléculaires telles que les forces de Van der Waals, les interactions acide-base et polaires. Lorsque l'angle de contact entre la matrice et la fibre est faible, la mouillabilité est améliorée, ce qui facilite la pénétration du polymère dans les irrégularités de la fibre et augmente l'adhésion **Figure 2.21**.

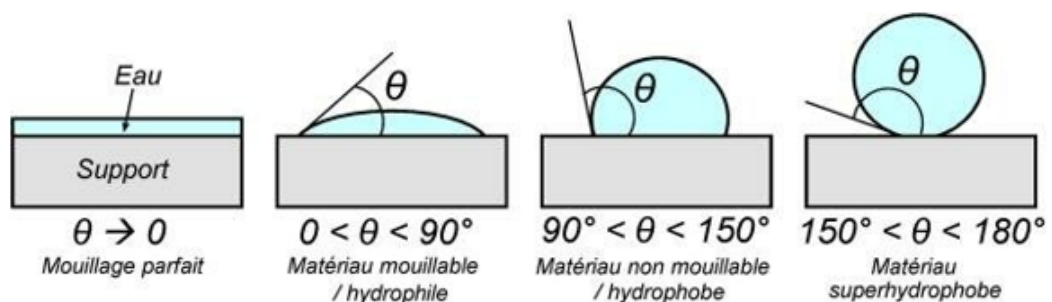


Figure 2.21 : Mouillabilité et angle de contact solide-liquide [124]

L'hypothèse de la diffusion, initialement formulée pour expliquer la fusion de polymères de même nature, joue également un rôle clé dans l'adhésion fibre/matrice lorsqu'un agent de couplage est utilisé [125]. Ce processus repose sur l'enchevêtrement et l'interpénétration des chaînes polymères des deux composants à l'interface, créant ainsi une liaison plus résistante **Figure 2.21**.



Figure 2.22 : Mécanisme d'adhérence entre fibre et matrice à l'interface : par enchevêtrement moléculaire [126]

Ces mécanismes montrent que l'optimisation de l'adhésion dans les composites à fibres naturelles ne dépend pas uniquement des propriétés chimiques des matériaux, mais aussi des traitements appliqués aux fibres et aux matrices pour améliorer leur compatibilité et leur performance mécanique.

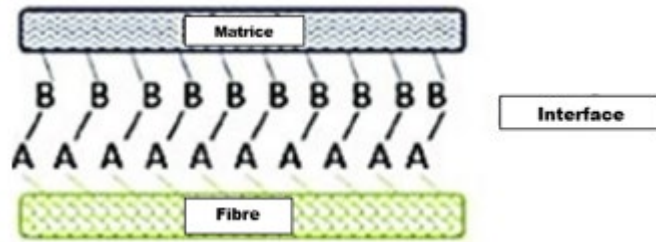


Figure 2.23 : Mécanisme d'adhérence entre fibre et matrice à l'interface : par réaction chimique. [126]

La théorie de l'adhésion chimique explique que des liaisons covalentes ou ioniques se forment entre les groupes fonctionnels présents sur la surface de la fibre végétale et ceux de la matrice polymère [127] **Figure 2.22**. Ces interactions chimiques influencent directement la résistance de l'interface fibre/matrice, contribuant à la performance mécanique du composite.

2.4.1. Applications des fibres végétales

À l'origine, les fibres végétales servaient principalement à la confection de cordages et de tissus rudimentaires. Avec le temps, les avancées technologiques ont permis de transformer ces fibres en une matière première essentielle pour l'industrie textile et papetière. Le lin, le chanvre et le coton, par exemple, ont été largement utilisés pour fabriquer des vêtements, des draps et du papier. Aujourd'hui, dans un contexte de recherche de matériaux plus durables, les fibres végétales connaissent un regain d'intérêt, offrant une alternative écologique aux fibres synthétiques.

Les fibres naturelles utilisées comme renfort dans les composites trouvent leur utilisation dans divers domaines, grâce à leurs propriétés écologiques, leur légèreté et leur performance mécanique satisfaisante. Comme par exemple les fibres tels que le lin, le jute et le sisal sont largement utilisés dans le domaine de l'industrie d'automobile pour des applications intérieures et extérieures dans les voitures. Exemple Mercedes-Benz à intégrer des composites de lin et de sisal pour les garnitures intérieures, les dossiers de sièges, les supports de moquette et l'habillage du coffre[66]. Ces matériaux sont également utilisés dans les pare-chocs, les panneaux de portes, et les tableaux de bord pour leur faible densité, leur coût réduit et leur performance acoustique. Dans le domaine de construction et bâtiment les composites à base de fibres végétales comme le chanvre, le lin et le coton sont utilisés pour leur isolation thermique et acoustique ; ils sont de plus en plus populaires pour des projets écologiques. Exemple utilisation de la chènevotte (tirée de la tige de chanvre) pour fabriquer des blocs préfabriqués et des bétons isolants. Ces composites sont utilisés dans les murs, les toitures et les rénovations pour leur capacité à réduire l'empreinte environnementale tout en offrant des performances énergétiques élevées. Les composites renforcés par des fibres

naturelles, comme le Celoron (tissu de coton imprégné de résine phénolique), sont utilisés dans des applications maritimes pour la fabrication de paliers d'arbres d'hélice, d'accastillage et d'autres pièces pour voiliers. Ils se distinguent par leur résistance à la corrosion et leur durabilité dans des environnements humides. Comme on peut dire dans les innovations récentes que les composites à fibres naturelles commencent à être utilisés dans la fabrication de pièces extérieures des voitures et d'autres équipements où les contraintes mécaniques sont élevées [128]. Parmi leur avantages et perspectives qu'ils permettent de réduire l'impact environnemental des matériaux synthétiques. Toutefois, leur adoption industrielle est encore limitée par des défis tels que la standardisation des performances mécaniques, les coûts de production, et leur durabilité dans des environnements extrêmes. Leur popularité croissante reflète un effort vers des solutions plus durables et respectueuses de l'environnement.

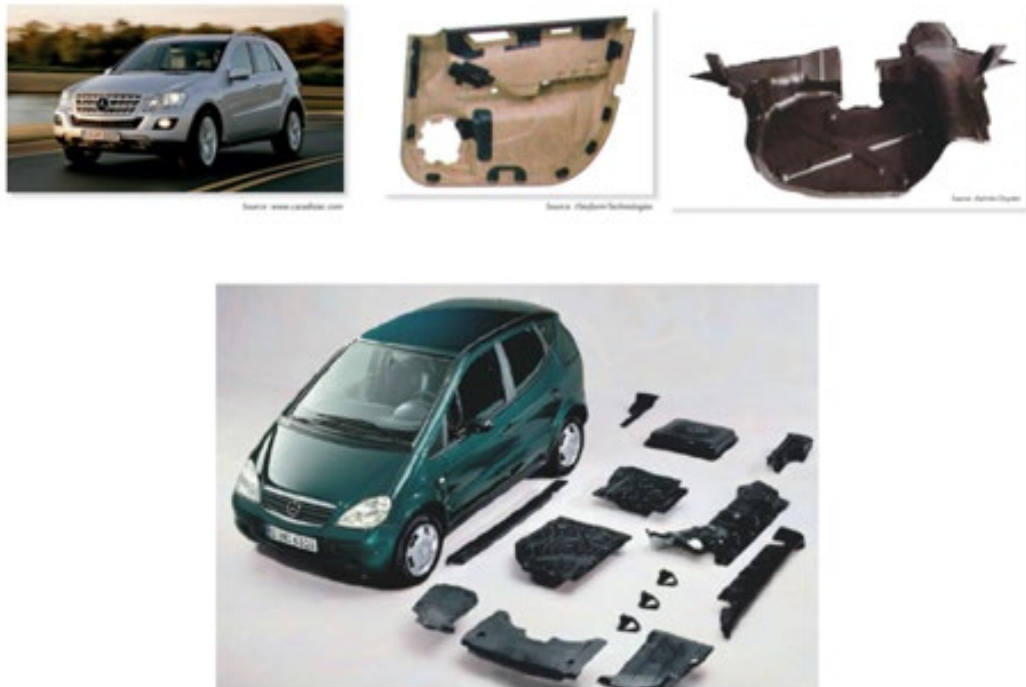


Figure 2.24 : Des pièces renforcées par des fibres végétales (Flax/polypropylène) Mercedes Benz A-Class

Méthodes expérimentales

3. Méthodes expérimentales

3.1. Introduction

Au cours des dernières années, des efforts importants ont été consacrés au développement de fibres lignocellulosiques comme renfort pour matrices polymères. Tous ces efforts sont imposés par de graves préoccupations environnementales résultant de l'utilisation de fibres synthétiques telles que le verre, le carbone, le nylon et le Kevlar, etc. Comme on le sait, la manipulation de fibres synthétiques ou classiques peut provoquer une irritation cutanée, concomitante à des problèmes respiratoires. Cependant, l'utilisation de fibres naturelles peut réduire les impacts environnementaux ; diminuer l'émission de fumées toxiques, tout en restituant de l'oxygène à l'environnement. Les fibres naturelles présentent de nombreux avantages significatifs tels que le respect de l'environnement, la biodégradabilité, un coût minimisé et un poids réduit, une usure réduite pendant l'usinage et des propriétés mécaniques similaires à celles des fibres synthétiques.

Les fibres ligno-cellulosiques peuvent être extraites de différentes parties de plantes telles que l'écorce comme *Carica papaya* [129] et *Acacia leucophloea* [130]; à partir de feuilles, comme Alfa [131], doom [132] et Sisal [133]; à partir de graines comme le coton [134] et le kapok [135]; et à partir de tiges comme le jute [136], le lin [137], la ramie, le kénaf et le chanvre [138]. Et il existe différentes techniques d'extraction (rouissage à l'eau, extraction mécanique et méthodes chimiques) [139]. Les fibres naturelles sont principalement constituées de cellulose, d'hémicelluloses et de composants non celluloses (lignine, pectine et cire). Les proportions de ces constituants dépendent grandement de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante. Les fibres naturelles ont de grandes propriétés structurelles telles qu'elles sont plus longues, plus petites en diamètre et un faible angle de spirale de la disposition de la cellulose [140].

De plus en plus, l'utilisation des fibres se développe de manière remarquable, poussant les chercheurs à exploiter davantage de plantes pour répondre à leurs besoins en fibres lignocellulosiques. Les matériaux composites renforcés de fibres naturelles sont utilisés dans une variété d'applications statiques et dynamiques telles que les industries mécaniques, l'automobile, la fabrication d'équipements de construction aéronautique et l'emballage [141-143]. D'autres études se sont concentrées sur l'isolation et le renforcement mécanique de certains polymères en utilisant des fibres naturelles [144-146]. Diverses études ont été menées sur la caractérisation de nouvelles fibres celluloses, qui visent à les incorporer dans des biocomposites. Notamment, Gurukarthik Babu et al [147] fibre naturelle issue de diverses

parties de plantes *Phaseolus vulgaris*. La fibre racinaire de *Ficus religiosa* (FRRF) avait une valeur plus élevée d'indice de cristallinité de 42,92 à 48,64 %, ce qui indiquait que la fibre avait une teneur en cellulose riche, à son tour une nature cristalline élevée [148]. Belouadah et al. [133] analysent la Fibre de *Lygeum Spartum L* (LSF) obtenue à partir de la tige de la plante. Il a été noté à partir des résultats de l'ATG que la LSF a une stabilité thermique jusqu'à 220 °C ; à son tour, la fibre est préférable pour les applications à haute température. Binoj et al [149] ont testé la résistance à la traction par différentes GL (longueur de jauge) qui varient entre 10 et 40 mm, pour chaque test en utilisant 20 échantillons ; ils ont conclu que la structure physique de toute fibre naturelle varie également et que la même chose se reflétait avec une grande variation de la résistance à la traction. D'autres auteurs ont fait leurs expériences avec GL = 40 mm tels que (*Juncus effuses*) [150], (*Areca Catechu L*) [149], (*Lygeum Spartum L*) [133] et autres avec GL=10mm (tiges d'Alfa) [131] (palmier dattier brut) [151], avec un nombre de fibres aléatoires qui varie entre 20 et 40, afin d'avoir une bonne estimation des propriétés mécaniques.

A la lumière de la littérature connexe, nous nous sommes attachés à examiner les propriétés anatomiques, morphologiques, physicochimiques, thermiques et mécaniques des fibres SM extraites de l'écorce de leur tige par une caractérisation complète, par diffraction des rayons X (DRX), analyse thermo-gravimétrique (ATG), infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), morphologique. La première nouveauté réside dans la fibre choisie pour cette étude, selon les auteurs ; il s'agit d'une nouvelle fibre qui est caractérisée pour la première fois. La deuxième nouveauté est la facilité d'extraction qui nécessite des moyens simples et disponibles.

3.1.1. Matériels et méthodes

3.1.1.1. Matériaux

Silybum Marianum, également appelée chardon-Marie, est largement répandue en Afrique du Nord, en Europe, en Amérique, en Australie, dans le Caucase, en Asie centrale, qui pousse généralement par temps sec et ensoleillé. Elle pousse également très bien en bordure des sentiers et des pâturages. Depuis des temps immémoriaux, cette plante a été utilisée comme plante médicinale [152]. La plante *Silybum Marianum* peut atteindre une hauteur de 1,5 m et un diamètre d'environ 5 mm à 25 mm dans des conditions favorables comme le montre la figure 3.24.



Figure 3.1 : Plante de *Silybum Marianum*[153]

3.1.2. Extraction de fibres

Silybum Marianum a été récoltée à maturité dans la région de Maadar, M'sila - Algérie en Avril 2020. Les SMF ont été extraits à l'aide d'un procédé de rouissage à l'eau conventionnel. Avant l'extraction, les tiges de *Silybum Marianum* ont été séparées des feuilles et des épines **Figure 3.2 (a)**, puis elles ont été complètement immergées dans un bassin en plastique rempli d'eau du robinet et recouvert pour permettre la dégradation microbienne pendant 3 semaines, afin de faciliter la séparation des écorces de la tige **Figure 3.2 (b)**. Ensuite, les fibres ont été séparées de l'écorce manuellement et en utilisant la pression d'un jet d'eau domestique. **La figure 3.2 (c)** présente les fibres obtenues.

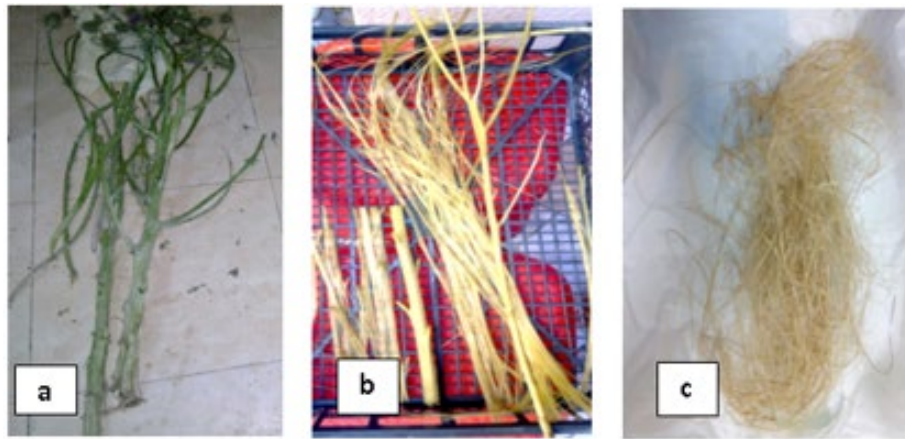


Figure 3.2 : Etapes d'extraction de la fibre SM.N.F

3.1.3. Traitement des fibres SM

Tout d'abord, les fibres SM ont été trempées dans une solution de NaOH à 1 % et 3 % à une température ambiante de 28 °C. Ils ont été immergés dans la solution alcaline pendant 1 h et 3 h successivement, puis les fibres traitées ont été lavées plusieurs fois avec de l'eau distillée. Après cela, de l'acide sulfurique H₂SO₄ a été utilisé à raison de 1 % pendant 3 min afin de neutraliser les traces d'hydroxyde de sodium restant à la surface des fibres. Ensuite, les fibres ont été lavées à nouveau avec de l'eau distillée jusqu'à un pH = 7. Enfin, les fibres ont été séchées à 68 °C pendant 6 h comme indiqué par Rokbi et al. [154] Ce traitement élimine une certaine quantité de lignine, de cire et d'huiles recouvrant la surface externe de la paroi cellulaire des fibres, dépolymérise la cellulose et expose les cristallites de courte longueur. Les traitements chimiques sont envisagés pour optimiser l'interface des fibres [155]

3.1.4. Anatomie végétale

Les études anatomiques ont été soumises à l'analyse micro structurale à l'aide de fibres de tiges saines. La préparation des échantillons a été faite par sélection de tiges de diamètre de 6 à 10 mm, placées à l'intérieur de la tige creuse du microtome cylindrique à main, instrument mécanique qui simplifie la reconstitution des coupes histologiques, pour la préparation des échantillons. Le dispositif de prélèvement-microtome a été fabriqué par nos soins, pour préparer manuellement des échantillons microstructuraux. Les échantillons ont été obtenus avec une épaisseur de 15 à 25 μm, à l'aide d'un microtome et coupés avec un couteau bien aiguisé. La technique adaptée à l'anatomie de la plante SM a été la coloration d'échantillons microstructuraux. Ces échantillons ont été colorés afin de permettre une meilleure

identification des structures. Cette coloration consiste, en général, en une coloration de la cellulose et de la lignine par le "vert carmin d'iode" : la cellulose est alors colorée en rouge et la lignine en vert.

L'étude histologique au microscope à lumière polarisée a été réalisée à l'aide d'un microscope à lumière polarisée (Nikon, Japon). Les tissus cellulosiques apparaissent en rouge, les tissus lignifiés et subérisés en vert.

3.1.5. Analyse aux rayons X (DRX).

Les spectres de diffraction des rayons X des SMF ont été enregistrés sur un spectromètre X'Pert-PROPANalytical. Le générateur a fonctionné à 40 kV et 30 mA, avec un rayonnement Cu K α monochromatique de 0,154 nm, dans la gamme de 10° à 80°, avec un pas de 0,050 (2 θ) et à une température de 25°C. voir [Figure 3.3](#).



Figure 3.3. DRX spectromètre X'Pert-PROPANalytical

3.1.6. Analyse spectrale infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Les analyses FT-IR ont été réalisées à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier FTIR Perkin Elmer, gamme 4000-600 cm^{-1} avec une résolution spectrale de 4 cm^{-1} en utilisant la technique de réflexion totale atténuée (ATR), les enregistrements ont été réalisés en transmission à température ambiante. Il s'agit d'une technique particulièrement adaptée à l'analyse d'échantillons solides, de films ou de liquides très absorbants. Dans notre cas, l'échantillon est plaqué contre la surface d'un prisme constitué d'un matériau à haut indice de manière à favoriser les réflexions internes généralement la profondeur analysée et l'ordre du microphone. Le mode ATR utilisé, est équipé d'un module constitué d'un cristal de diamant. voir [Figure 3.4](#).



Figure 3.4 : Spectromètre à transformé de fourrier FTIR-ATR

3.1.7. Thermo -gravimétrique (ATG)

La technique d'analyse thermique (ATG) a été appliquée pour mesurer les changements de perte de poids (masse) d'un échantillon, qui est exposé à une augmentation constante de la température afin de quantifier les réactions impliquant des émissions gazeuses. L'ATG consiste à chauffer un matériau jusqu'à et au-delà de sa température de dégradation thermique à une vitesse contrôlée et à surveiller la perte de masse pendant le processus de chauffage. L'ATG peut quantifier les principaux constituants d'un matériau, étudier la décomposition et la stabilité thermique. Près de 90 % de la perte de masse et des effets thermiques des fibres végétales se

produisent entre 50 °C et 500 °C, c'est pourquoi l'analyse thermique du SMF a été réalisée entre la température ambiante de 30 °C et 650 °C avec une vitesse de température de 20 °C/min. Les principaux thermogrammes de SMF ont été enregistrés à l'aide d'un appareil Shimadzu Corp ; ATG 51 STA449F3, avec une atmosphère d'Ar à une vitesse de chauffage de 20°C/min sur une plage de température allant de la température ambiante à 600 °C. voir [figure 3.5](#).



Figure 3.5 : Analyseur ATG 51 60WS (Shimadzu Corp. ; Kyoto, Japon)

3.1.8. Analyse SEM

Les sections longitudinales et transversales de la microstructure des fibres ont été analysées par microscopie électronique à balayage à l'aide d'un instrument VEGA3 TESCAN avec un potentiel d'accélération du faisceau d'électrons de 20 kV pour caractériser les morphologies de surface. Avant le balayage, la surface de la fibre a été recouverte d'Au-Pd par pulvérisation cathodique pour éviter les effets de charge du faisceau d'électrons. Voir [Figure 3.6](#).



Figure 3.7 : Microscope électroniques à balayage (MEB)

3.1.9. Densité de fibre

Cette mesure a été réalisée à l'aide d'un pycnomètre pour solides avec du méthanol comme liquide d'immersion conformément à la méthode d'essai standard ASTM D 2320 – 98 (2003) pour la densité (densité relative) du brai solide (méthode du pycnomètre). La densité de la fibre SM a été calculée à l'aide de la relation (5) :

$$\rho_{SMF} = \frac{(m_3 - m_1)}{[(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)]} \rho_{ME} \quad (5)$$

Où ρ_{ME} est la densité du méthanol ($0,792 \text{ g/cm}^3$ à 25°C),

m_1 est la masse du pycnomètre vide,

m_2 est la masse du pycnomètre rempli de méthanol à 25°C ,

m_3 est la masse du pycnomètre rempli de fibres hachées et

m_4 est la masse du pycnomètre rempli de fibres hachées et de méthanol à 25°C .

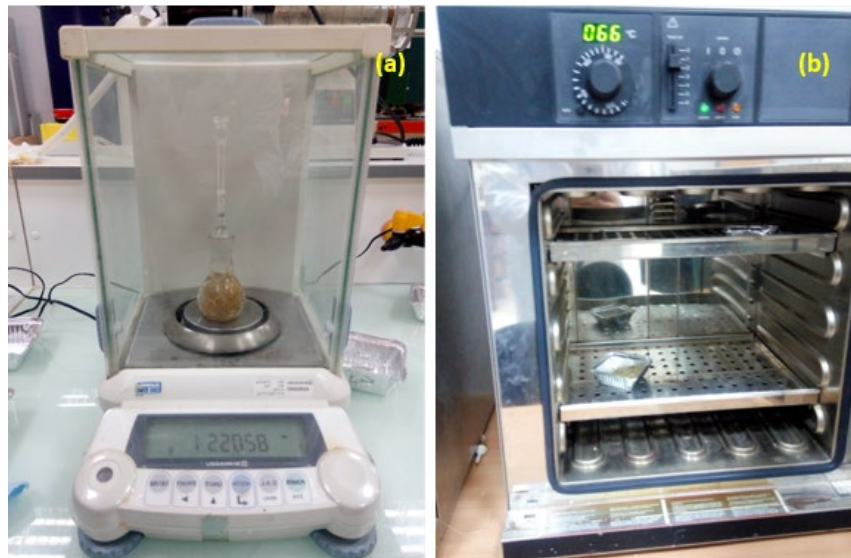


Figure 3.8 : Mesure de densité des fibres (a) bascule de précision et Pycnomètre (b) Etuve régler à 66 °C

3.1.10. Essai de traction

Les essais de traction ont été effectués sur la fibre à l'aide d'une machine universelle Zwick/Roell Z100 avec une cellule de charge de 5 kN selon ASTM D3822-07 Voir **figure 3.8**. Les extrémités des fibres ont été fixées directement entre deux mâchoires. Les pinces à commande manuelle utilisées pendant les essais étaient auto-aliénables (concentriques) à l'aide de ressorts mécaniques. Les essais de traction statiques ont été effectués à une vitesse constante de $1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. En raison de la variabilité des fibres SM, entre 21 et 35 échantillons soumis à des essais quasi-statiques ont été chargés jusqu'à la rupture. Tous les essais ont été réalisés à une température ambiante de 25 °C et une humidité relative de 28 %.



Figure 3.9 : Machine universelle ZWICK ROELLE Z010 & des échantillons

Résultats et discussions

4. Résultats et discussions

4.1.1. Anatomie

La section transversale montre la caractérisation anatomique de la plante S.M. de la **figure 4.1**. Il apparaît que la tige de la plante S.M. est côtelée. Les fibres sont produites dans la région externe de la tige (écorce), elles existent en faisceaux de fibres élémentaires dans un anneau encerclant les tissus centraux, qui sont appelés fibres techniques. Il y a de 36 à 46 faisceaux de fibres [le xylème] dans la section transversale de la tige, où il y a environ une à dix fibres élémentaires ou plus par section transversale de faisceau unique. Les cellules trouvées dans la forme circulaire en coupe transversale et interconnectée par des feuillettes du sclérenchyme moyen, composé d'hémicellulose, de pectine et de lignine. La lignine est une substance chimique qui résiste le plus longtemps à la dégradation. L'écorce et le xylème se séparent au cours des étapes de rouissage. Cette partie de l'anatomie est similaire à d'autres études anatomiques réalisées par certains chercheurs en biologie sur la même plante [156, 157] et d'autres chercheurs sur des plantes différentes [158, 159].

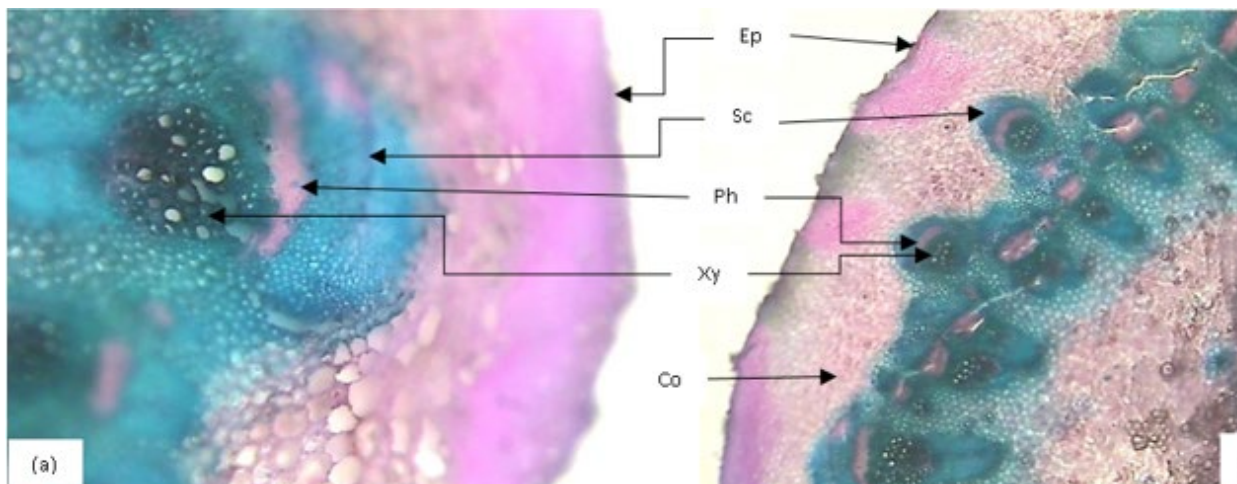


Figure 4.1 : Sections transversales de la tige de la plante *Silybum Marianum* . (a) partie agrandie de (b) Détails : Ep, épiderme ; Sc, sclérenchyme ; Ph, phloème ; Xy, xylème ; Co, cortex

4.1.2. Analyse de la densité SMF

Les mesures de densité massique des fibres S.M. ont montré la valeur suivante : $1,098 \text{ g/cm}^3$. La mesure de la densité donne de l'importance à l'étude des propriétés mécaniques. La densité des fibres étudiées dans cet article est plus proche de la densité d'autres fibres naturelles obtenues dans des études similaires. Par rapport à la densité d'autres fibres, il a été noté qu'elle a une densité proche, inférieure et supérieure à la densité d'autres fibres comme mentionné dans le **Tableau 4.1**.

La variation de la valeur de la densité peut se produire pour certaines raisons, notamment le lieu de croissance de la plante et les conditions environnementales.

Tableau 4.1 : Valeurs de densité de différentes fibres cellulosiques.

Nom de la fibre cellulosique	Densité de fibre (g/cm ³)	Référence
<i>Hiéochloé Odarata</i>	1.16	[160]
<i>Chrysanthème morifolium</i>	1.30	[161]
<i>Juncus effusus L.</i>	1.13	[150]
<i>Jute</i>	1.30	[136]
<i>Bambou</i>	1.40	[162]
<i>Chanvre</i>	1.48	[163]
<i>Lin</i>	1,50	[137]
<i>Strelitzia reginae</i>	1.11	[164]
<i>Fibre de datte de palmier</i>	1.22	[165]
<i>Salago fibre</i>	1.02	[166]
<i>Tiges d'Alfa</i>	0,89	[131]
<i>Silybum Marianum</i>	1.098	Étude en cours

4.1.3. Analyses FTIR de SMF

Pour illustrer le composant principal de la fibre naturelle (lignine, cellulose et hémicellulose) et leurs groupes fonctionnels (ester, cétone et alcool), une spectroscopie FT-IR a été réalisée pour la caractérisation. Les groupes fonctionnels de SMF sont présentés dans la **Figure 4.2.** avec une plage de 4000 à 650 cm⁻¹.

L'ensemble des pics sur tous les types de fibre SM NT .SM T0101 et SM T0303 avec une large absorption en particulier ceux à **3320 cm⁻¹ (O-H)** [133] associés à la vibration d'étirement OH dans la cellulose. Le pic entre 2940 et 2850 cm⁻¹ situé à **2880 cm⁻¹** est désigné des vibrations d'étirement asymétriques C–H de CH et CH₂ dans la cellulose et l'hémicellulose [133, 167]. Le pic entre 2150-2010 cm⁻¹ apparu à **2164 cm⁻¹** et **2008 cm⁻¹** est consécutif à la vibration d'étirement de C=C et à la déformation du plan aromatique des composants de la lignine des SMF [168]. Le pic entre 1735-1750 cm⁻¹ trouvé à **1730 cm⁻¹** est consécutif aux vibrations d'étirement C=O liées à une vibration d'étirement du groupe carbonyle (–C = O) de l'acide alpha-céto carboxylique dans la lignine et du groupe ester (-COOR) dans l'hémicellulose [140]. Le pic entre 1580-1665 cm⁻¹ apparu à **1591 cm⁻¹** en raison de la vibration d'étirement C=C peut indiquer la

présence de **lignine** [168], un autre composant majeur des parois cellulaires des plantes, car la lignine possède des groupes **carbonyle** et des structures aromatiques qui absorbent dans cette région.. Le pic entre 1350-1410 cm^{-1} est apparu à **1420,11 cm^{-1}** et a été attribué à une vibration de déformation dans le plan indiquant une courbure CH de la cellulose. Le pic entre 1315-1350 cm^{-1} localisé à **1315,75 cm^{-1}** en raison de la vibration de déformation OH de l' α -cellulose [168]. Le pic entre 1225-1265 cm^{-1} situé à **1240 cm^{-1}** en raison de la vibration d'étirement indique =CO du groupe acétyle de l'hémicellulose [133]. Le pic intense entre 1000-1040 cm^{-1} à presque **1020 cm^{-1}** est lié aux vibrations d'étirement C–O et O–H de la lignine dans la fibre [160]. La bande à **890 cm^{-1}** est liée au β -glycosidique apporté par la cellulose et l'hémicellulose [169, 170]. Ces résultats peuvent indiquer l'existence des principaux composants des fibres naturelles (lignine, cellulose et hémicellulose) similaires aux autres fibres naturelles telles que *Chrysanthemum morifolium* [161], le jute [171] et le chanvre [172]. On revanche les pics à **1730 cm^{-1}** et **1240 cm^{-1}** , associés aux groupes **carbonyle** et **ester**, sont fortement indicatifs de la présence d'**hémicellulose**, qui contient des **acides acétyles** et d'autres substituants. On remarque que ces pics n'apparaissent pas pour les deux types de fibre SM T0101 et SM T0303 ce qui signifie la cause de l'effet du traitement alcaline sur la structure cristalographique.

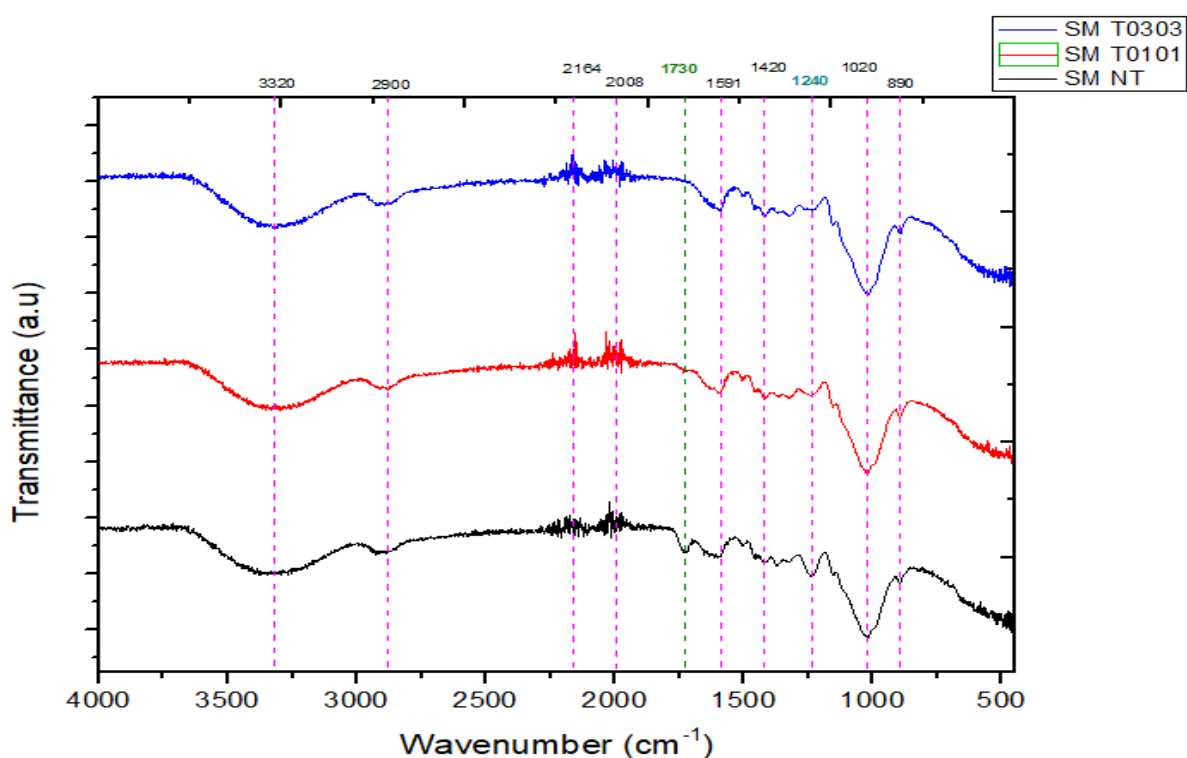


Figure 4.2 : Spectres infrarouges à transformée de Fourier pour SMF NT, T0101 & T0303

Tableau 4.2 : Région IR et vibration des spectres FTIR du SMF NT, T0101 & T0303

Région IR	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Groupe fonctionnel	Références
880-900	890	mw ; CH vibration de déformation	[161, 169, 170]
1000-1040	1020	Vibration d'étirement du CO	[160, 161]
1225-1265	1240	s ; = CO vibration d'étirement	[133]
1315-1350	1315,76	w ; CH déformation vibration	[168]
1400-1420	1420	C- H dans – vibration de déformation plane CH courbure de la cellulose	[165]
1580-1660	1591	Vibration d'étirement C=C (lignine)	[168]
1735-1750	1730	Vibrations d'étirement C=O m ; C=O vibration d'étirement	[140]
2010-2170	2164-2008	Vibration d'étirement CC	[168]
2850-2910	2880	sm ; CH vibration d'étirement- asym (Hémicellulose)	[133, 167]
3125-3575	3320	m ; OH vibration d'étirement, cellulose large	[173]

4.1.4. Analyse par diffraction des rayons X de la structure S.M.F.

4.1.4.1. Indice de Cristallinité

Pour étudier les changements dans la structure physique des fibres en fonction de l'indice de cristallinité (CI), représenté par [équation 6](#) est une valeur relative (souvent en pourcentage) qui représente la fraction massique ou volumique de la phase cristalline dans un matériau biphasique (cristalline + amorphe). Dans le domaine de la DRX, la méthode la plus courante pour estimer cet indice (notamment pour les polymères et les matériaux à large halo amorphe) est basée sur la séparation des aires sous les pics

$$IC \% = \frac{A_{cristallin}}{A_{cristallin} + A_{amorphe}} \times 100 \quad (6)$$

Où :

- A cristallin est l'aire totale sous les pics de diffraction nets (la contribution cristalline).
- A amorphe est l'aire sous le halo large et diffus (la contribution amorphe).

En l'absence de ce calcul, l'analyse qualitative indique clairement que l'indice de cristallinité augmente fortement de l'échantillon SM NT vers l'échantillon T0303.

Tableau 4.3 : Résumé des Analyses DRX : SM NT, T0101 et T0303

Caractéristique	Phase Majoritaire (halo)	Phase minoritaire (Pics Aigus)	Indice de cristallinité Globale (IC)
Observation	Halo large et diffus à approx 21°	Pics très fins et intenses à approx 38° approx 73°	Déterminé par l'aire totale des contributions.
Interprétation	Matrice Amorphe ou Nanocristalline (ordre à courte portée).	Phase Cristalline très bien ordonnée (Grands domaines ou porte échantillon /impureté).	Qualitativement croissante.

4.1.4.2. La taille de cristallites CS L'Équation de Scherrer.

L'équation de Scherrer établit une relation inverse entre la taille d'une cristallite (CS) et l'élargissement (β) du pic de diffraction correspondant :

$$CS = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (7)$$

CS La taille des cristallites est donné en (nm)

k est la constante de Scherrer (0.92),

λ Est la longueur d'onde (Å) Cu-K α ($\lambda = 1.54184 \text{Å}$) ($10 \text{ Å} = 1 \text{ nm}$).

β Est la largeur totale à mi-hauteur des pics (en rad)

θ Est l'angle de diffraction en degré. Radians= degrés. $\pi/180$ (les angles sont couramment convertis en **radians** pour les calculs de largeur).

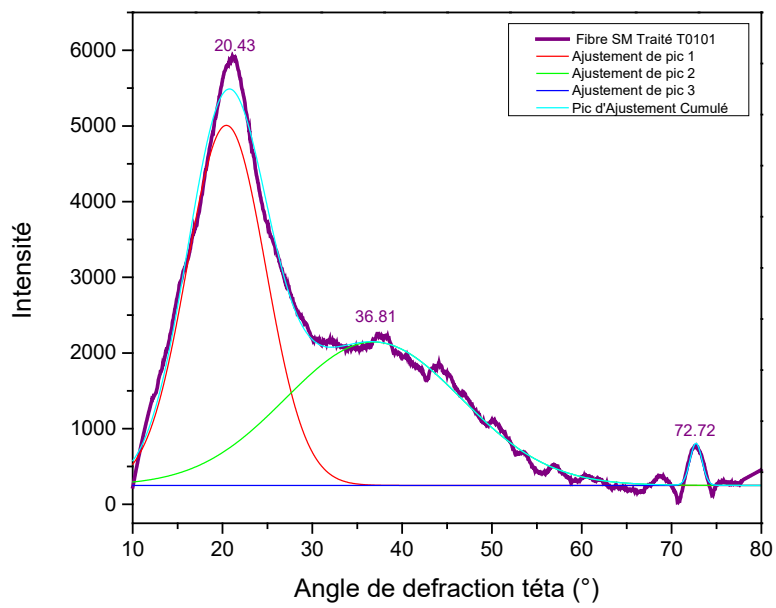
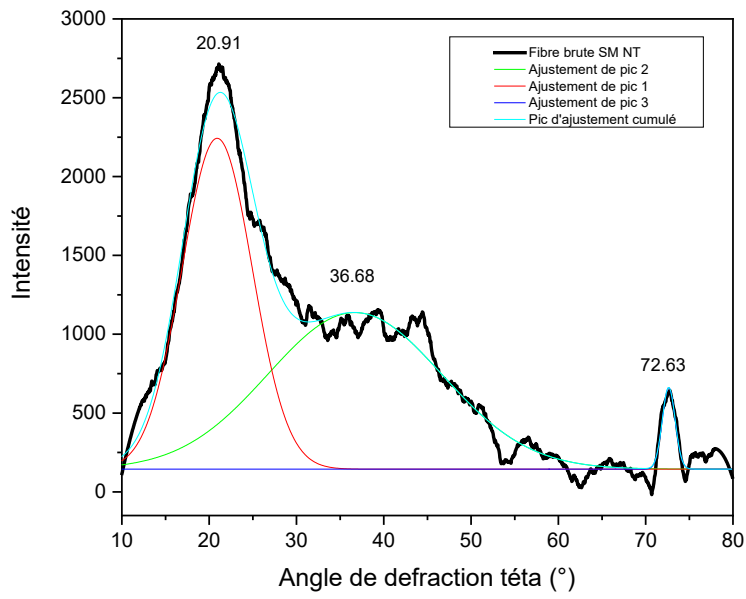
4.1.4.3. Discussion des Analyses par diffraction des rayons X.

Dans la [figure 4.3](#), les diagrammes de diffraction obtenus pour les fibres SM non traitées et traitées aux alcalin entre $2\theta=10$ et 80° sont présentés. Trois principaux pics distinctifs sont observés pour chaque type de fibre. Le pic aigu le plus large et intense initial est détecté à $2\theta= 20.92^\circ$ pour la fibre SM NT brute, $2\theta= 20.44^\circ$ pour la fibre (SM T0101H) et $2\theta= 20.96^\circ$ pour la (SM T0303H) ce qui indique la présence de constituants amorphes de cellulose, d'hémicellulose, de pectine et de lignine [01, 100]. Les principaux pics cristallins large pour chaque fibre peuvent être notés comme

ayant été formés à environ $2\theta = 36.69^\circ$, $2\theta = 36.81^\circ$ et $2\theta = 38.24^\circ$ pour les fibres SM NT, (SMT0101H) et (SM T0303H), respectivement qui marque l'existence d' α -cellulose ou de cellulose [101, 102]. Le pic aigu et peut intense est situé à $2\theta = 72.64^\circ$, $2\theta = 72.72^\circ$ et $2\theta = 72.70^\circ$ pour les fibres SM brutes, (SM T0101H) et (SM T0303H), respectivement, ceci est dû aux parties amorphes de la cellulose [103]. D'après les valeurs de l'indice de cristallinité (CI) présentées sur le **Tableau 4.4**, on peut voir clairement que le CI est plus élevé après un traitement alcalin de 1% pendant 1 heure et presque la même chose pour le traitement alcalin de 3% pendant 3 heures, les raisons de ceci étant dues à la réduction des chaînes de cellulose suite à l'élimination des constituants amorphes tels que l'hémicellulose, la pectine et la lignine et des impuretés de la fibre et aussi par la diminution de l'hydrophobie suite au traitement [104, 105]. En outre, les valeurs de la taille des cristallites (CS) trouvées par l'équation de Scherrer étaient respectivement de 3.17 nm, 2.61 nm et 2.68 nm pour la fibre SM NT, (T0101H) et (T0303H). La taille des cristaux obtenue est similaire à celle des fibres cellulosiques citées dans le **Tableau 4.4**.

L'application d'un traitement alcalin conduit à une rupture aléatoire des unités cristallines, entraînant une déstructuration locale du réseau fibreux, où les fragments non intégrés à la matrice cristalline sont considérés comme des phases amorphes.

. Un tel désordre est démontré par une augmentation de la taille des cristallites pour les deux cas de (SM T0101H) traité de 1% pendant 1 heure et pour le cas de (SM T0303H) après un traitement de 3% de NaOH pendant 3 heures, le NaOH pénètre dans la fibre de cellulose et provoque un gonflement de la structure, ce qui entraîne une augmentation de la taille des cristallites [106]. L'amélioration de la taille des cristaux est un changement avantageux car la capacité d'absorption d'eau de la bio-fibre dépend de la taille de ses cristaux et l'augmentation de la taille des cristaux favorise la résistance à l'absorption d'humidité et la réactivité chimique de la fibre. [96].



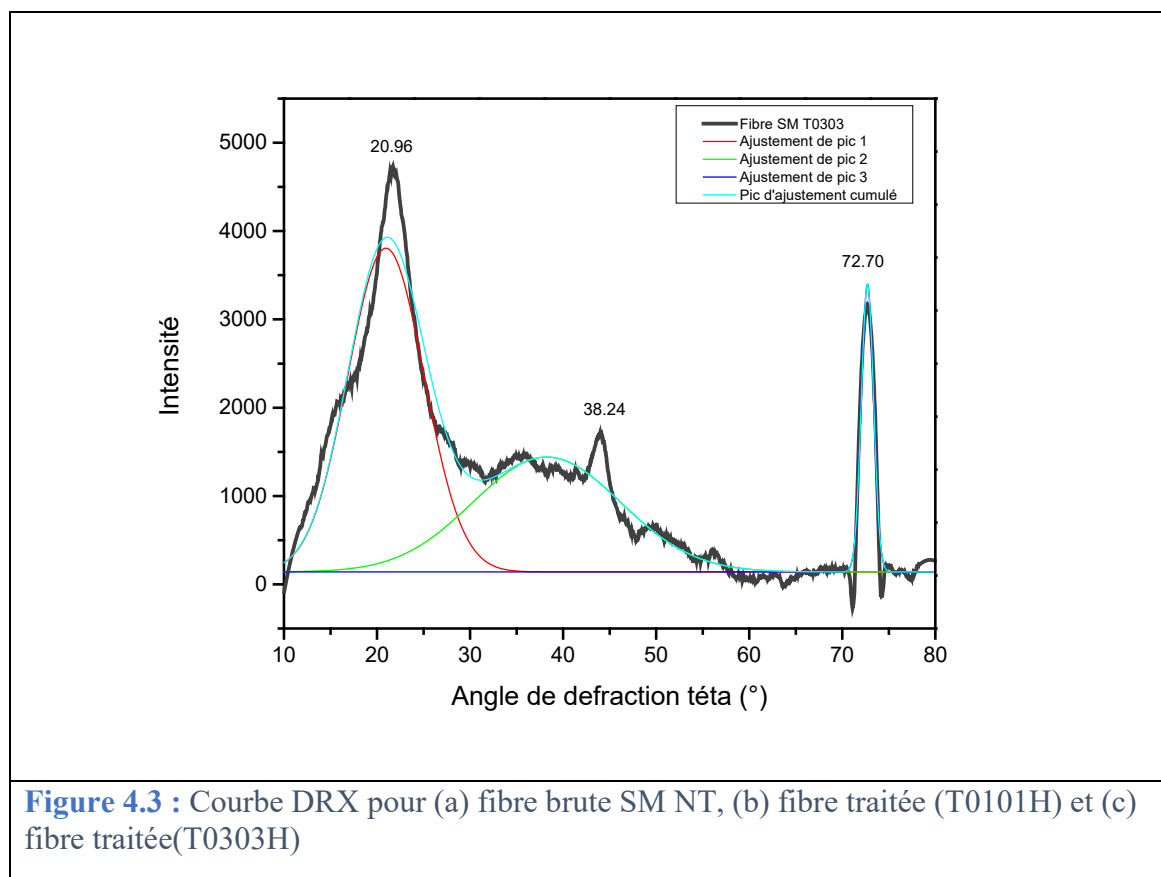


Tableau 4.4 : Paramètres cristallins calculés et expérimentaux à partir des diffractogrammes DRX des fibres SM

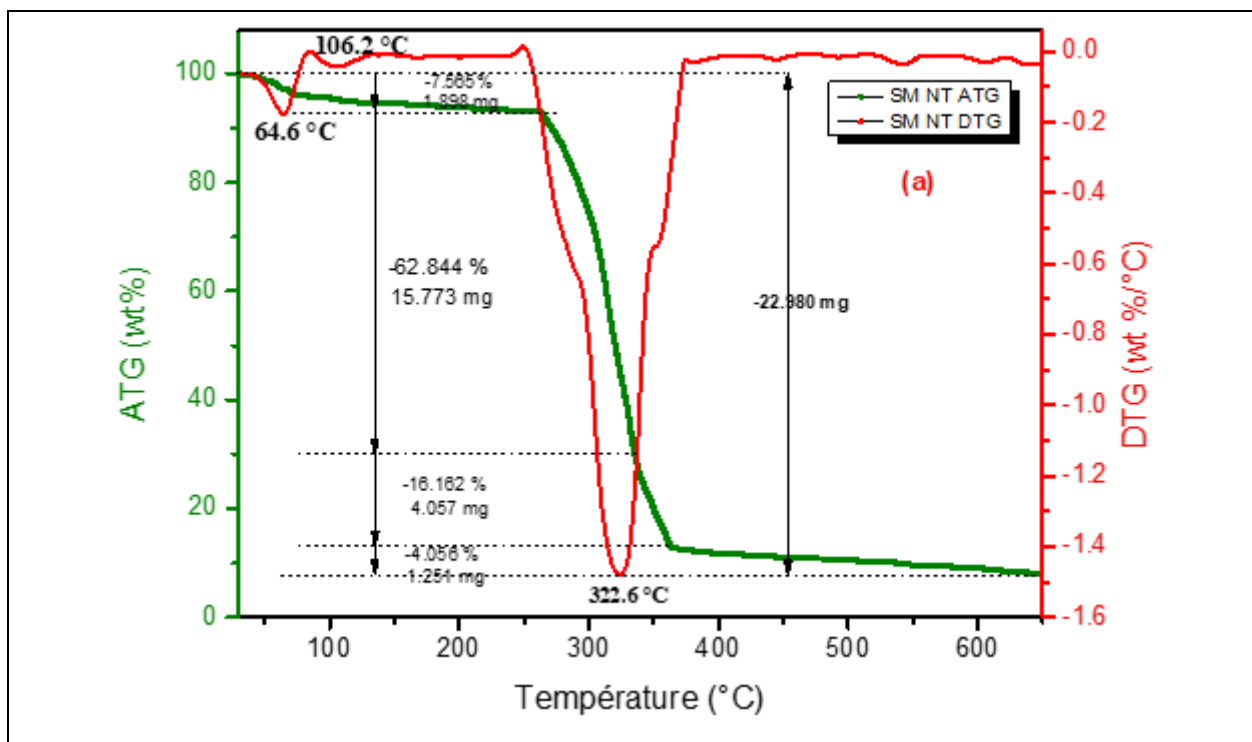
Type de fibre	Position de pic (°)	FWHM	Area (%)	Indice de cristallinité (%)	Taille des cristallites (nm)	Référence
<i>SM NT (Fibre brute)</i>	20.92	9.49	24785.55	64.09	3.17	Présent travail
	36.69	23.44	21198.15			
	72.64	1.72	949.54			
<i>SM T0101 (Traitée)</i>	20.44	10.32	52261.29	68.83	2.61	Présent travail
	36.81	23.05	46484.32			
	72.72	1.56	916.31			
<i>SM T0303 (Traitée)</i>	20.96	9.65	37656.16	68.76	2.68	Présent travail
	38.24	18.70	25885.64			
	72.70	1.54	5326.82			

<i>Fibre Strelitzia reginae</i>	14.92 21.89 33.9	5.48 3.98 5.68	39429.29 62560.98 11529.03	70	14.8	[164]
<i>Faisceaux vasculaires du palmier dattier</i>	15.79 22.28	1.74 1.40	2789.23 7487.62	47.82	5.78	[108]
<i>Fibres de palmier-dattier</i>	15.81 22.24	1.79 1.44	3006.61 7980.62	56.68	5.63	[108]
<i>Centaurea Melitensis</i>	16.86 22	5,52 4,11	316,48 909,26	47,69	16.92	[179]
<i>Kigelia africana</i>	16.86			57.38	1.73	[8]
<i>Sisal</i>	16.81 22.31	4.89 3.37	/	71.2	3.37	[107]
<i>Thespesi a populne a bark</i>				48.17	3.576	[9]
<i>Lin</i>	/	/	/	70	5.40	[107]
<i>Herbe de Mendong</i>	16.31 22.35 34.7	/	/	58.6	14.30	[107]
<i>Prosopis juliflora</i>	18.12 22.67	/	/	46	15.00	[100]

4.1.5. Analyse thermogravimétrique SMF

Il est nécessaire de déterminer la température de traitement appropriée pour la fabrication de composites et la préservation des propriétés des fibres constituent ces composites [42]. L'analyse thermogravimétrique fournit les courbes de dégradation thermique standard pour les propriétés de l'hémicellulose, de la cellulose et de la lignine [35]. On observe qu'il existe quatre phases de dégradation pour les trois types de fibre (SM NT (Brute), SM T0303 et SMT0101). Le phase initial se produit entre 30 et 103°C avec une perte de masse de 7.565%, 33 et 100°C avec une perte de masse de 13.026%, 30 et 153°C avec une perte de masse de 7.541%, respectivement pour la fibre non traitée (SM NT), traitée (SM T03101) et (SM T0303) ce qui indique l'élimination de l'humidité existant causée par le caractère hydrophile des matériaux lignocellulosique [108] et l'élimination de certain cires de la surface des fibres SM[120]. Lors de la deuxième phase la perte de masse est plus élevé pour la fibre brute, elle estimée à 62.844% à une température de 250 jusqu'à 347°C, tandis qu'elle estimée à 6.167% et à 42.078% pour les deux fibres (SM T0101) et (SM T0303) respectivement. Cette perte correspond à la décomposition de l'hémicellulose et d'une

petite quantité de la cellulose [121]. La phase qui suit la dégradation est déterminée entre 250 et 347 °C pour les fibres NT et les fibres traitées en NaOH (SM T0101) et entre 352 et 497 °C pour (SM T0303). Cette phase est caractérisée par une perte de masse majeure d'environ 62.844% des (T0303) qui est attribuée à l'élimination de la cellulose [99]. Enfin la dernière phase de la courbe de dégradation thermique atteint presque la température 524 et 544°C pour les fibres traitées (SM NT) et les fibres non traitées (T0101) respectivement et atteint 592 °C pour la fibre traitée (SM T0303). La composition en lignine et les autres constituants chimiques non cellulosiques de la fibre sont détériorés avec une perte de masse mineure de - 4.986% pour fibres NT et -7.631% pour les fibres traitées (T0101) et (T0303). Selon la **Figure 29 (a) et (b)** on peut constater que la fibre NT et (T0101) ne présente pas de chute notable jusqu'à la valeur de 262 °C, ce qui indique une stabilité thermique proche de cette valeur. Ce résultat est similaire à celui d'autres études conduites précédemment et faisant l'objet d'une analyse thermique de fibres naturelles [1] ; mais selon la **Figure 29(b)** pour la fibre traitée (T0303), la stabilité thermique diminue légèrement atteignant 245.96°C. Au final, nous avons un poids résiduel 8.75%, 10.8% et 14.35% à 600°C respectivement pour la fibre non traitée (SM NT), traitée (SM T03101) et (SM T0303). De plus, d'après la courbe DTG, le point de dégradation thermique de la cellulose a été trouvé à 322.6°C pour la fibre non traitée, 342°C et 356°C pour la fibre traitée de (T0101) et à une température de 300 et 403.06°C pour la fibre traitée de (T0303). Les propriétés thermiques du SMF sont comparées à celles d'autres fibres naturelles et représentées dans le **tableau 11**. Voir par la suite un graphique représentant les propriétés thermiques des fibres sélectionnées **Figure 36**.



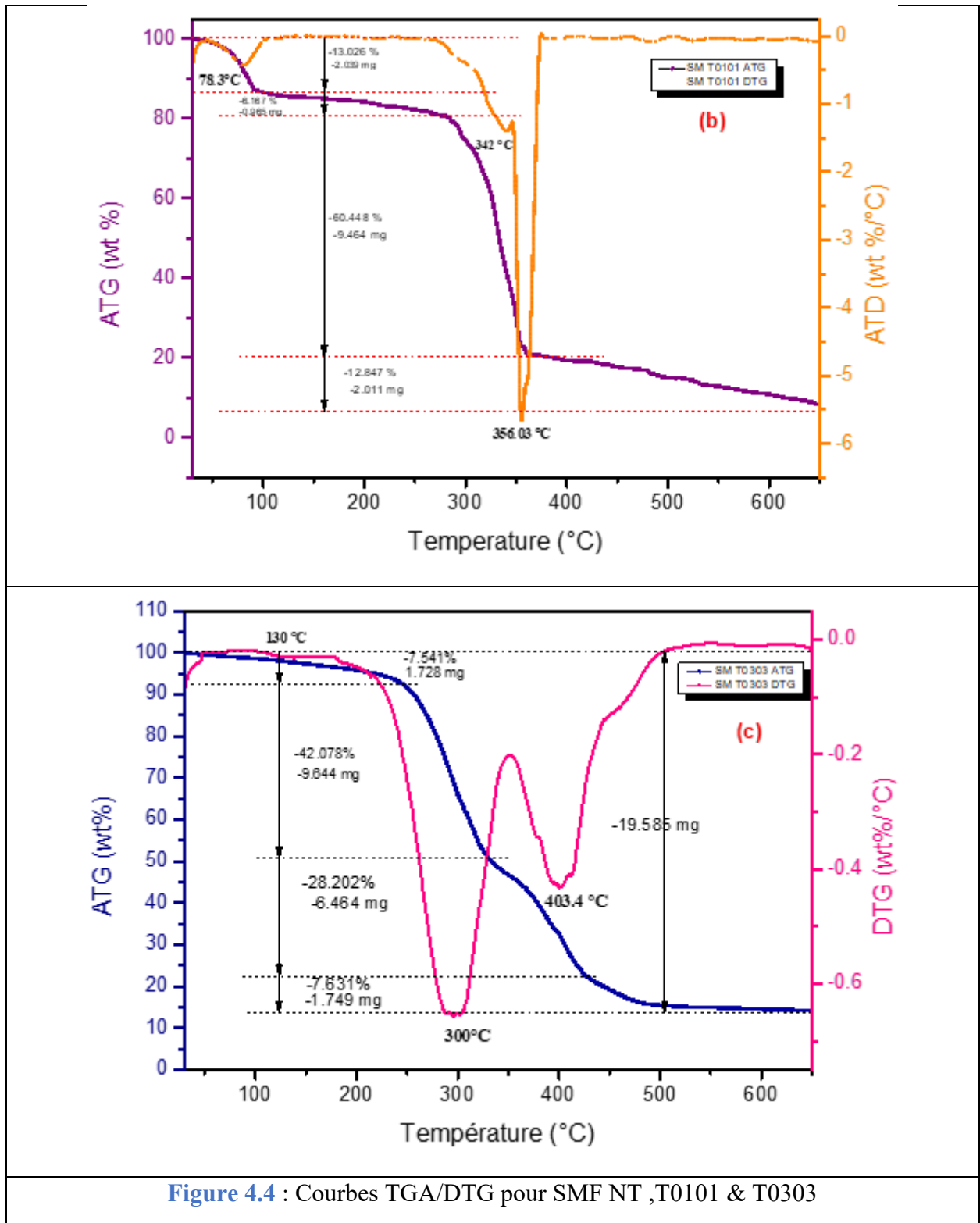


Figure 4.4 : Courbes TGA/DTG pour SMF NT ,T0101 & T0303

Tableau 4.5 . Tableau de comparaison des propriétés thermiques du SMF avec d'autres matériaux fibres naturels.

Fibres	Stabilité max T_s (°C)	Décomposition T_d (°C) max.	Rw (%) Poids résiduel	Références
<i>Lygeum spartum</i>	220	338.7	23.51 (600°C)	[133]
<i>Juncus s'épanche</i>	200	300	-	[149]
<i>Racine de Cissus quadrangularis</i>	230	328.9	26.52 (999.7 °C)	[174]
<i>Écorce d'Acacia leucophloea</i>	240	325.8	28.4 (549.5°C)	[130]
<i>Ficus Religiosa</i>	325	400	-	[175]
<i>Centaurea Melitensis</i>	210	317.86	27.22	[179]
<i>Strelitzia reginae brute</i>	233	327.8	24	[164]
<i>Strelitzia reginae T0201H</i>	254	353.4	21	[164]
<i>Strelitzia reginae T0204H</i>	254	352.7	19	[164]
<i>Silybum Marianum NT</i>	264.67	322.6	8.75 (600°C)	Travail en cours
<i>Silybum Marianum T0101H</i>	262	345 & 403.06	10.8 (600°C)	Travail en cours
<i>Silybum Marianum T0303H</i>	245.96	300 & 403.06	14.35% (600°C)	Travail en cours

T_s : Température de stabilité T_d : Température de décomposition R_w : Poids résiduel.

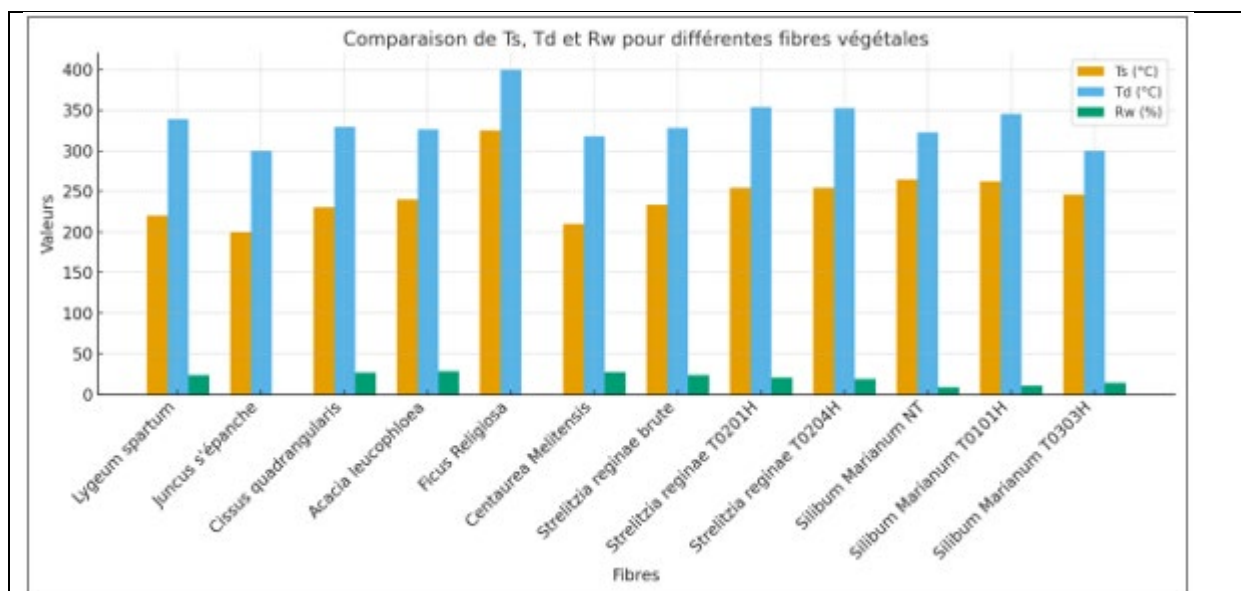


Figure 4.5 : Graphique comparatif des températures de stabilité (T_s), de décomposition (T_d) et du poids résiduel (R_w) pour différentes fibres végétales.

Sur le graphique les barres indiquent la **stabilité thermique maximale** (en bleu) et la **température maximale de décomposition** (en orange), tandis que les barres vertes représentent le **poids résiduel** (R_w %) pour les fibres où cette information est disponible.

Les fibres montrent des variations significatives dans leurs propriétés thermiques, ce qui reflète leur composition chimique et leur structure.

4.1.6. Propriétés de traction

Des essais de traction simples ont été réalisés afin de déterminer les propriétés mécaniques du SMF au moyen de la résistance à la traction, du module de Young et du pourcentage de déformation à la rupture. L'expérience était basée sur un certain nombre de 35 échantillons de SMF avec un GL de 40 mm à une vitesse de déformation de 1,0 mm /min. **La figure 4.6.** représente une courbe moyenne contrainte-déformation typique. D'après le graphique, nous pouvons comprendre que lorsque la fibre SM est soumise à une charge de traction, la contrainte augmente linéairement par rapport à la déformation avec un maximum de déformation en traction jusqu'à 1,52 %. La résistance à la traction des SMF s'est avérée être de (201,16 MPa), ce qui est inférieur à celui de la fibre de Salago (1187 MPa), des fibres de racine de *Ficuse religiosa* ($433,32 \pm 44$ MPa), des fibres de tige de feuille de palmier Areca ($364,66 \pm 21,46$ MPa) et des fibres d'*Arundo donax* (248 MPa). En outre, la valeur est supérieure à celle des effluves de *Juncus* (113 ± 36 MPa) et des fibres de *Hierochloe Odorata* ($105,73 \pm 35,42$ MPa) et presque dans la même moyenne que les fibres de tiges d'Alfa (134-220 MPa), Fibres de bambou (140-230 MPa) et fibres de palmier dattier brut (170-275 MPa). Cependant, la déformation à la rupture et le module de Young sont respectivement de 1,593 % et 15,97 GPa, ce qui est inférieur et supérieur à celui des autres types de fibres naturelles présentées dans **le tableau 4.6.** CI qui a principalement contribué à la résistance à la traction des SMF.

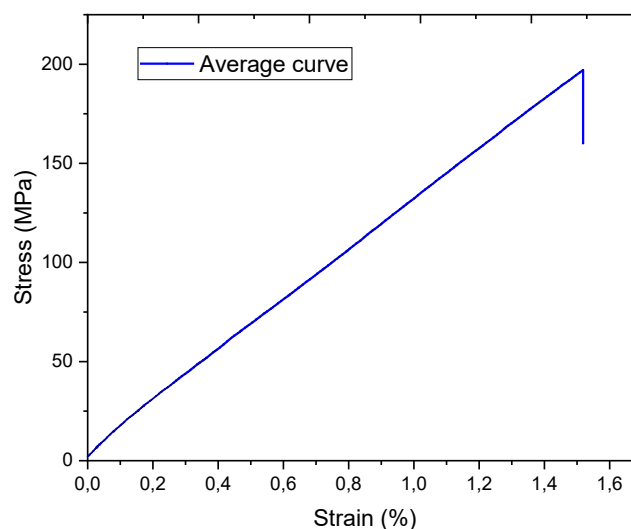


Figure 4.6 : Courbe contrainte-déformation typique d'une fibre S.M. élémentaire

Tableau 4.6. Valeurs de comparaison des propriétés mécaniques et physiques de ce travail et données disponibles dans la littérature ouverte.

Type de fibre	Propriétés physiques				Propriétés mécaniques			Réf.
	Densité (g/cm ³)	Longueur de la jauge (mm)	Section (mm ²)	Diamètre moyen (µm)	Déformation à la rupture (%)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	
<i>Fibre de Selybium Marianum</i>	1.098	40	0,0402	222	1.593	201.16	15,97	Ce travail
<i>Racine de Ficus religiosa</i>	1.246	-	-	25,62	8,74±1,8	433,32±44	5,42±2,6	[148]
<i>Juncus</i>	1.139	40	-	200--400	2,75±0,68	113±36	4,38±1,37	[150]
<i>Bambou</i>	0,6- 1,1	20	-	8-20	-	140-230	11 ---17	[176]
<i>Areca Catechu L.</i>	0,78	40		0,395±0,017	10,23±2,75	322,83±67	3,155±2,31	[149]
<i>Chrysanthème morifolium</i>	1.30	20		118	4,51 ± 0,95	65,12 ± 25,04	1,55 ± 0,76	[161]
<i>Arundo donax</i>	1,168±0,003	-	-	-	3.24	248	9.4	[177]
<i>LygeumSpartum L</i>	1,4997±0,0031	40		180-433	1,49-3,74	64.63-280.03	4.47-13.27	[133]
<i>Salago fibre</i>	1.023	-	-	0,00623	2.48	1187	-	[166]
<i>Tiges d'Alfa</i>	0,890	10		50-100		134-220	13-17.8	[131]
<i>Tige de feuille de palmier d'Areca</i>	1,09±24	-	-	285-330	3,47±1,15	364,66±21,46	9,39±1,13	[178]
<i>Palmier dattier cru</i>	0,9-1,5	10		100-1000	5-10	170-275	5-12	[151]
<i>Hiéochloé odorante</i>	1,16±0,02	50	-	136,71±4,34	2,37±0,95	105,73±35,42	2,56±0,98	[160]

4.1.7. Analyse statistique

Compte tenu du grand nombre d'essais mécaniques (35 essais), une dispersion des propriétés mécaniques a été constatée. Ceci nécessite une étude statistique. Cette technique a été utilisée par plusieurs auteurs [150, 151, 164, 165]. Les propriétés mécaniques sont analysées par le logiciel commercial Minitab 14 par l'utilisation des lois de Weibull à 2 paramètres et à 3 paramètres pour voir la distribution la plus adéquate. La figure 4.7. montre la distribution de Weibull pour la

contrainte et la déformation à la rupture et le module de Young des fibres SMF. Le module de Weibull à 2 paramètres et à 3 paramètres m est déterminé graphiquement par une équation linéarisée (méthode des moindres carrés 'least square estimation LS'), qui est la pente de la courbe. De même, les facteurs de forme et d'échelle peuvent être déterminés. Cette méthode permet de déterminer le module (m), ainsi que la comparaison entre les différentes hypothèses liées à la nature des résultats expérimentaux obtenus. Les figures 4.7.(a), 4.7.(c) et 4.7.(e) et les figures 4.7.(b), 4.7.(d) et 4.7.(f) comparent les deux types de probabilités. Par exemple, si l'on prend le module (m) et la contrainte caractéristique (σ_0) de Weibull à deux paramètres pour la fibre de S.M.F. qui sont respectivement égaux à 3,25 et 198,23 MPa. Pour le module de Weibull à trois paramètres, on trouve que : $m = 2,42$ et $\sigma_0 = 180,73$ MPa. Il est à noter que la distribution de Weibull à deux paramètres est la plus adéquate pour l'estimation de la contrainte des fibres S.M.F. et la valeur obtenue est de l'ordre de 198,23 MPa par rapport à celles obtenues expérimentalement, qui est de 201,16 MPa (Tableau 4.7.).

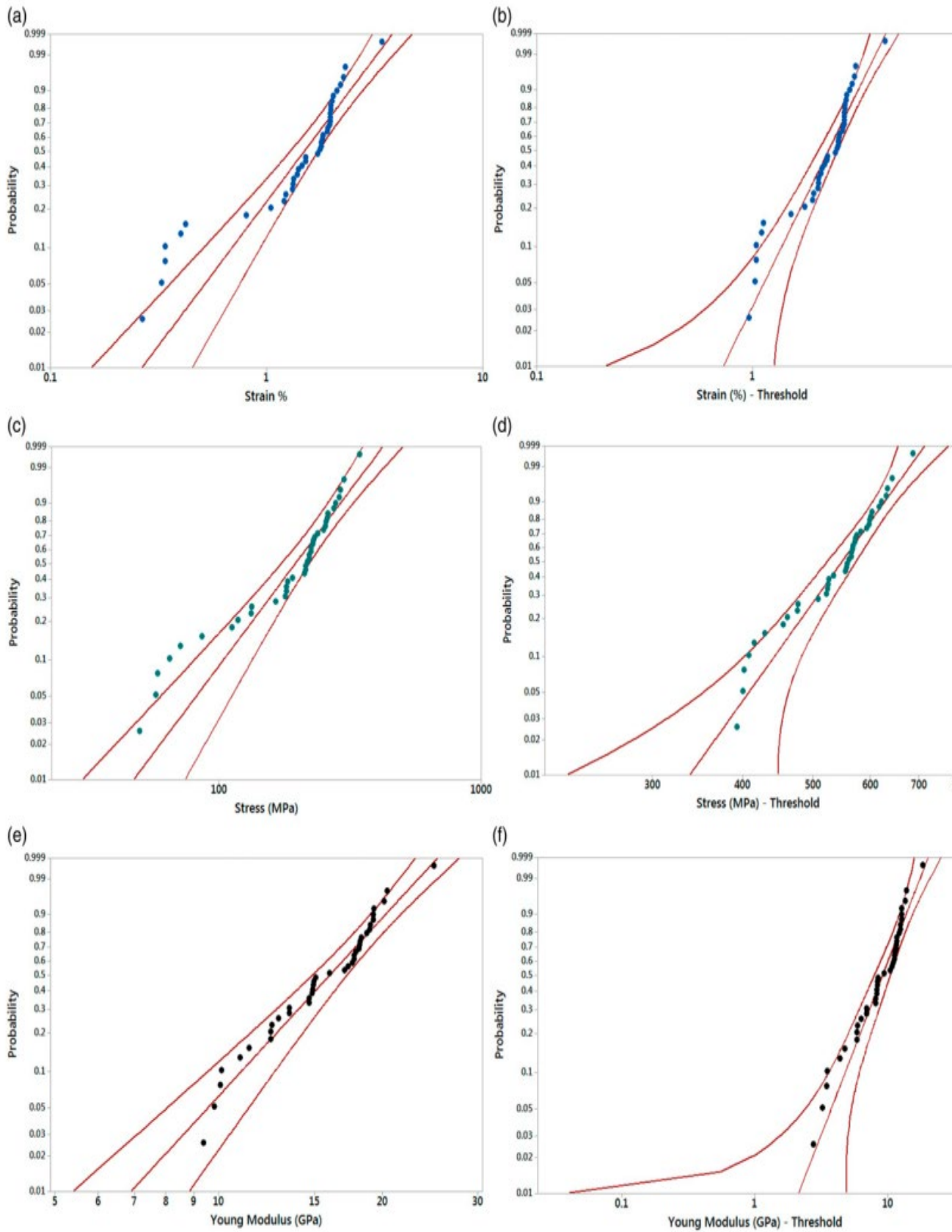


Figure 4.7 : Distribution de Weibull des propriétés mécaniques d'une fibre SM élémentaire (a, c, e) à deux paramètres et (b, d, f) à trois paramètres.

Tableau 4.7 : Valeurs de comparaison des propriétés mécaniques et des paramètres de Weibull 2 obtenus dans ce travail et données disponibles dans la littérature ouverte

Fibres	GL (mm)	Résultats expérimentaux				Distribution de Weibull 2 paramètres				Références
		D_{UVV} (μm)	σ (MPa)	ε (%)	E (MPa)	m_{σ}	σ_0 (MPa)	m_{σ}	E_0 (MPa)	
SMF	40	222	201,16	1,59	15,97	3,25	198,23	4,73	14,78	Travail actuel
Dattier	50	577	117	3,13	4,3	4,45	128,23	3,47	4,78	[151]
Agave Amr. Earth	40	265	142	5,60	2,14	2,35	133,43	2,00	3,28	[184]
Agave Amr. Water	40	239	132	3,29	1,83	1,93	128,37	2,02	2,47	[184]
Juncus effusus L.	40	280	113	2,75	4,38	2,77	114,06	2,79	4,80	[184]

4.1.8. Etude SEM du SMF

La micrographie SEM est une méthode appropriée pour vérifier la morphologie de surface des fibres brutes. Les micrographies SEM ont été prises à un grossissement de 838x et 1850x pour les vues en coupe longitudinale et transversale, respectivement. Dans la **figure 4.8.(a)**, le SEM montre la morphologie des fibres de *Silybum Marianum* extraites, à travers lesquelles le diamètre du faisceau S.M.F. a été mesuré à 271,6 μm . Dans la vue en coupe transversale du S.M.F. (**Figure 4.8.(b)**), il est possible de remarquer à la fois une couche de revêtement de composants non cellulodiques sur la surface et un diamètre de fibre individuelle d'environ 20 μm . Les fibres individuelles sont liées entre elles par de la lignine, de l'hémicellulose et ont une surface rugueuse et rainurée avec la présence de certaines impuretés (principalement de la lignine et de la cire), ce qui est représentatif des fibres non traitées. La présentation de vides et de cavités crée une surface rugueuse caractéristique du SMF. Cette situation des caractéristiques mécaniques et de la surface rugueuse de la fibre est nettement meilleure pour la liaison avec la matrice polymère. Il est donc adapté à la préparation d'échantillons composites. Les mêmes observations sont rapportées par d'autres auteurs [133, 150, 177].

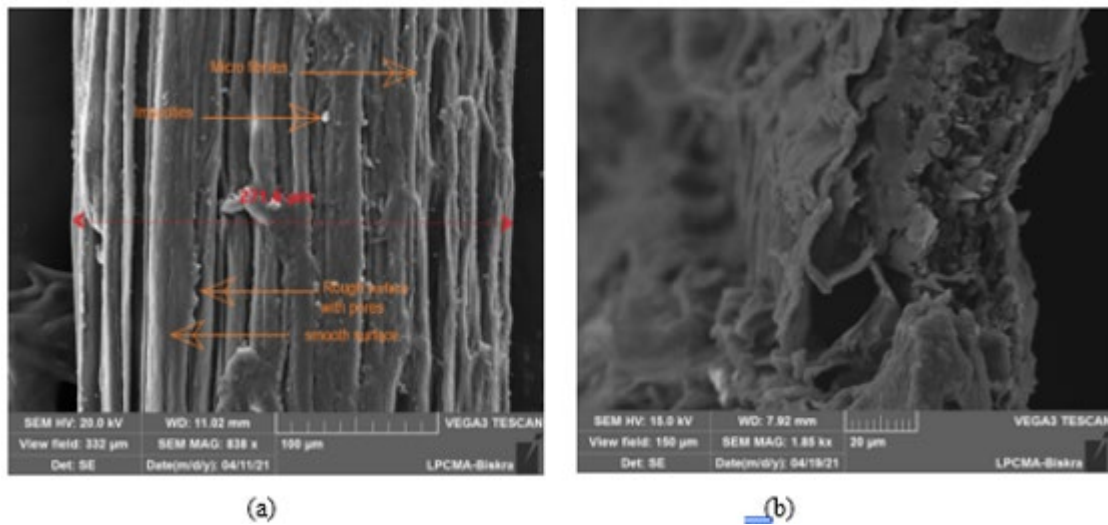


Figure 4.8 : Micrographies MEB de la fibre MS prises en vue longitudinale (838x) (a) et en coupe transversale (1850x) (b).

4.1.9. Conclusion

Dans cette étude de recherche exploratoire, les fibres SMF extraites de l'écorce de la plante *Silybum Marianum* ont été étudiées et caractérisées pour leurs propriétés thermiques, physiques et mécaniques à l'aide d'essais de traction anatomiques, FTIR, DRX, TGA et d'analyses de morphologie de surface. Sur la base de l'étude ci-dessus, les conclusions suivantes ont été tirées : les fibres SMF ont une faible densité, une résistance à la traction modérée et une stabilité thermique jusqu'à 225 °C, ce qui leur permet de résister à la température du processus de polymérisation sans détérioration, ce qui les rend adaptées aux applications de matériaux composites légers avec une morphologie de surface rugueuse qui assure une meilleure résistance et une meilleure liaison.

Partie numérique

5. Partie numérique

5.1.1. Quelques concepts de base

La méthode des éléments finis (MEF) (*FEM*), ou analyse par éléments finis (AEF) (*FEA*), est basée sur l'idée de construire un objet compliqué avec des blocs simples, ou de diviser un objet compliqué en morceaux plus petits et plus faciles à gérer. L'application de cette idée simple se retrouve partout dans la vie quotidienne, ainsi que dans l'ingénierie. Par exemple, les enfants jouent avec des jouets LEGO® en utilisant de nombreuses petites pièces, chacune d'une géométrie très simple, pour construire divers objets tels que des trains, des bateaux ou des bâtiments. Avec de plus en plus de petites pièces, ces objets deviennent de plus en plus réalistes.

En termes mathématiques, il s'agit simplement de l'utilisation du concept de limite, c'est-à-dire d'approcher ou de représenter un objet lisse avec un nombre fini de pièces simples et d'augmenter le nombre de ces pièces afin d'améliorer la précision de cette représentation.

5.1.2. Pourquoi l'analyse par éléments finis ?

Les ordinateurs ont révolutionné la pratique de l'ingénierie. La conception d'un produit, qui se faisait auparavant à l'aide de fastidieux dessins à la main, a été remplacée par la conception assistée par ordinateur (CAO) (*CAD*), qui fait appel à l'infographie. L'analyse d'une conception, qui s'effectuait auparavant par des calculs manuels et de nombreux essais, a été remplacée par des simulations informatiques utilisant des logiciels d'ingénierie assistée par ordinateur (IAO) (*CAE*). Ensemble, la CAO, l'IAO et la fabrication assistée par ordinateur (FAO) (*CAM*) ont radicalement changé le paysage de l'ingénierie (**Figure 5.1.**). Par exemple, une voiture, dont la conception prenait cinq à six ans, peut désormais être produite en un an, de la conception à la fabrication, grâce aux technologies CAO/IAO/FAO.

Parmi tous les outils de calcul pour l'IAO, les éléments finis sont la méthode la plus largement appliquée ou l'une des « calculatrices » modernes les plus puissantes disponibles pour les étudiants en ingénierie et les professionnels. L'AEF permet de tester virtuellement la conception d'un produit. Elle aide les utilisateurs à comprendre leurs conceptions et à mettre en œuvre les modifications appropriées dès le début du processus de développement du produit. L'adoption de l'analyse par éléments finis dans le cycle de conception est motivée par la pression du marché, car elle offre de nombreux avantages qui aideront les entreprises à fabriquer de meilleurs produits en réduisant les coûts de développement et les délais de mise sur le marché.

De meilleurs produits avec des coûts de développement et des délais de mise sur le marché réduits.

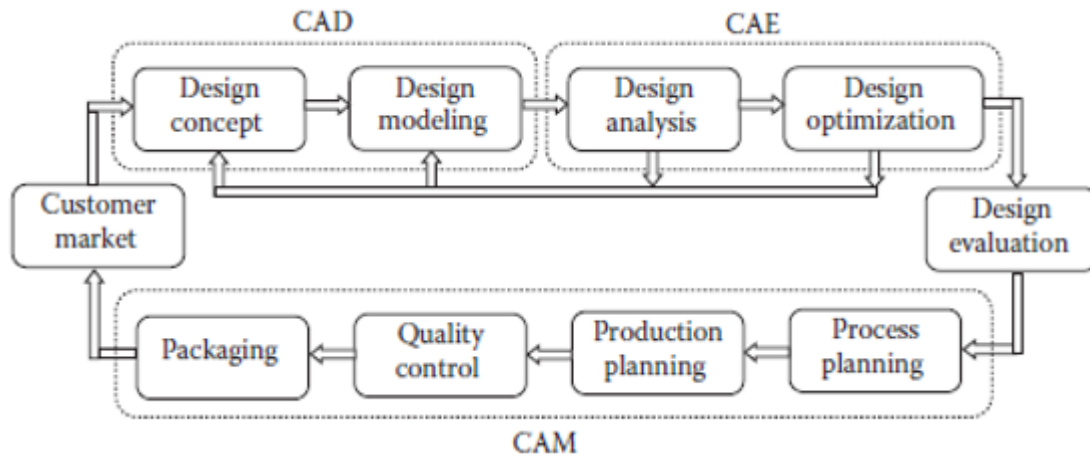


Figure 5.1 : Evolutions du système numérique

5.1.3. Applications des éléments finis en ingénierie

Les éléments finis peuvent être utilisés pour résoudre les modèles mathématiques de nombreux problèmes d'ingénierie, de l'analyse des contraintes des fermes et des structures ou des machines complexes, aux réponses dynamiques des automobiles, des trains ou des avions sous différentes charges mécaniques, thermiques ou électromagnétiques. Il existe de nombreuses applications des éléments finis dans les secteurs de l'automobile, de l'aérospatiale, de la défense, des produits de consommation, de l'équipement industriel, de l'énergie, des transports et de la construction, comme le montrent certains exemples dans le [tableau 5.1](#). Ces dernières années, les applications de l'analyse par éléments finis ont également été étendues à la science des matériaux, au génie biomédical, à la géophysique et à de nombreux autres domaines émergents.

5.1.4. Introduction MEF

La méthode des éléments finis (MEF) s'est développée selon deux axes. D'un point de vue mathématique, il s'agit d'une méthode de construction d'une fonction qui rend l'énergie potentielle minimale. Du point de vue de l'ingénierie, il s'agit d'une méthode permettant d'assembler des éléments structurels, qui peuvent être analysés séparément, en une équation d'équilibre globale pour la structure. Du point de vue mathématique, la MEF est une forme particulière de la méthode de Rayleigh-Ritz, qui a une longue histoire. On peut dire que la MEF moderne a commencé avec Courant en 1943 [180]. Son article a eu peu d'impact parce que la méthode n'était pas pratique jusqu'au développement des ordinateurs numériques dans les années 1950. Cette approche a maintenant été largement explorée par les mathématiciens et repose sur une base mathématique

solide. Des études précises de l'analyse des erreurs et des preuves de convergence sont disponibles. [181] Cependant, l'étude des fondements mathématiques, impliquant les espaces de Sobolev,

L'analyse des structures en les divisant en éléments, tels que les poutres, les longerons, les panneaux de cisaillement, etc., qui peuvent être analysés séparément, s'est développée au cours des cent dernières années pour devenir une méthode standard d'analyse technique.

L'organisation des calculs à l'aide de l'algèbre matricielle a été largement développée à partir de 1950 environ, lorsque les ordinateurs sont devenus disponibles et ont rendu ces méthodes de calcul pratiques. [182] Un article de référence sur l'application de la formulation directe de la rigidité aux problèmes de continuum a été publié par Turner, Clough, Martin et Topp en 1956. [183] La méthode a ensuite été appelée méthode des « éléments finis » par Clough, [184] par opposition à la méthode des différences finies qui était largement utilisée pour la résolution des problèmes de continuum à l'époque.

Du point de vue de l'ingénieur structurel, l'analyse d'une structure est réalisée en écrivant des équations pour l'assemblage d'éléments structurels qui décrivent

- (1) la compatibilité ou la continuité des déformations
- (2) l'équilibre des forces de contact aux articulations
- (3) les relations force-déformation pour les éléments.

Dans la méthode de la rigidité directe, à partir de laquelle la FEM a évolué, la continuité des déplacements (et des rotations) est obtenue en exprimant tous les déplacements des éléments et des articulations dans un seul système de coordonnées global, puis en mettant en équation les déplacements à l'endroit où les éléments se rejoignent. L'équilibre des forces agissant sur les articulations est alors facilement exprimé en utilisant le même système de coordonnées global pour les forces de contact des éléments structurels joints. La relation force-déformation est une relation exprimant les forces agissant sur un élément comme une fonction linéaire des déplacements des articulations. La matrice des coefficients est appelée matrice de rigidité de l'élément. L'élimination des forces de l'élément des équations d'équilibre conduit à une seule équation algébrique linéaire pour les forces externes en termes de déplacements des articulations. La matrice des coefficients est appelée matrice de rigidité globale.

Dans cet ouvrage, l'accent sera mis sur la MEF en tant que méthode systématique de construction d'une fonction qui fait de l'énergie potentielle un minimum. Toutefois, les concepts issus des formulations matricielles de l'analyse structurelle seront également utilisés.

Par exemple, l'addition directe, ou la fusion, des matrices de rigidité des éléments sera un concept important.

Je résumerai d'abord plus en détail la méthode de rigidité directe de l'analyse structurelle du point de vue de l'ingénieur structurel.

5.1.5. Modélisation géométrique

La modélisation géométrique est la première étape essentielle dans une analyse par éléments finis. Elle consiste à définir ou importer la représentation mathématique du domaine physique à analyser.

5.1.5.1. Fonctionnalités clés

- **Création directe de géométries :**

Utilisation d'outils CAO (Conception Assistée par Ordinateur) pour créer des formes simples ou complexes directement dans le logiciel MÉF.

- Exemples : ANSYS Design Modeler, Abaqus/CAE, SpaceClaim.

- **Importation de géométries :**

Importation de modèles 3D créés dans des logiciels externes tels que CATIA, SolidWorks, ou AutoCAD. Les formats courants incluent STEP, IGES, et STL.

- **Simplification géométrique :**

- Élimination des détails inutiles comme les petits trous, les congés ou les micro-caractéristiques.
- Réduction de la complexité pour limiter les besoins en ressources de calcul.

Types de géométries

- 1D : Lignes ou poutres (analytiques ou physiques).
- 2D : Surfaces planes ou courbes.
- 3D : Solides avec des volumes complexes.

5.1.6. Maillage automatique et manuel

Le maillage divise la géométrie en petits éléments finis (1D, 2D, ou 3D) connectés par des nœuds. Cela permet de convertir le domaine continu en un domaine discret sur lequel les équations différentielles peuvent être approximées.

Maillage automatique

- **Fonctionnement** : Le logiciel génère automatiquement un maillage adapté à la géométrie et aux besoins de l'analyse.
- **Avantages** :
 - Rapide et pratique pour des géométries complexes.
 - Peut-être combiné avec des algorithmes d'adaptation pour affiner le maillage dans les zones critiques.
- **Inconvénients** :
 - Moins de contrôle sur la qualité du maillage dans certaines régions.

Maillage manuel

- **Fonctionnement** : L'utilisateur contrôle la taille, la densité et la forme des éléments dans des régions spécifiques.
- **Avantages** :
 - Meilleure précision dans les zones de fortes variations (ex. : zones de concentration de contraintes).
 - Réduction du nombre d'éléments inutiles dans les zones peu critiques.
- **Inconvénients** :
 - Plus chronophage à configurer.

Types d'éléments

- **1D** : Poutres, barres, câbles (éléments linéiques).
- **2D** : Triangles, quadrilatères (pour les coques ou plaques).
- **3D** : Tétraèdres, hexaèdres (pour les volumes).

Critères de qualité du maillage

1. **Aspect ratio** : Rapport des longueurs des côtés d'un élément. Un ratio proche de 1 est idéal.
2. **Skewness** : Mesure de la distorsion d'un élément. Une faible distorsion est préférable.

3. **Taille** : Les éléments doivent être plus petits dans les zones à gradients élevés (fortes variations de contraintes ou de température).

5.1.7. Définition des propriétés physiques et des conditions aux limites

Cette étape consiste à attribuer les caractéristiques matérielles et à définir les interactions physiques pour l'analyse.

5.1.7.1. Propriétés des matériaux

1. **Isotropie** : Les propriétés du matériau sont les mêmes dans toutes les directions (ex. : métaux).
2. **Anisotropie** : Les propriétés dépendent de la direction (ex. : composites, fibres).
3. **Non-linéarités** :
 - **Non-linéarité matérielle** : Plasticité, viscoélasticité.
 - **Non-linéarité géométrique** : Grandes déformations.

Exemples de propriétés matérielles :

- Densité (ρ),
- Module de Young (EE),
- Coefficient de Poisson (ν),
- Conductivité thermique,
- Modules de cisaillement (GG).

5.1.7.2. Conditions aux limites

Les conditions aux limites décrivent comment le modèle interagit avec son environnement physique.

1. **Supports (Déplacements imposés)** :
 - **Encastrement** : Tous les degrés de liberté sont bloqués (ex. : base fixe).
 - **Appui simple** : Un ou plusieurs degrés de liberté sont bloqués (ex. : déplacement en ZZ).
2. **Charges appliquées** :
 - **Forces** : Linéiques, surfaciques, ou volumiques.
 - **Moments** : Torsion ou flexion.
 - **Pressions** : Charges normales appliquées à une surface.
 - **Températures** : Variation thermique dans le domaine.
3. **Interactions** :
 - Contacts entre plusieurs corps.

- Interactions fluides-structures (pour des analyses couplées).

5.1.8. Modélisation d'un essai de traction sur un échantillon de fibre de SM N.T. sur ANSYS WorkBench.

5.1.8.1. Géométrie :

La modélisation numérique de l'essai de traction d'un échantillon de fibre de S.M N.T. a été réalisée à l'aide du logiciel **ANSYS Workbench**. Les étapes suivantes ont été suivies pour la définition de la géométrie :

- **Détermination du diamètre de la fibre :**

La section de la fibre est considérée comme **circulaire**. Le diamètre utilisé pour la modélisation est basé sur la moyenne des mesures obtenues lors des essais expérimentaux. Ce diamètre est de **0,183 mm**.

- **Définition de la longueur entre mors :**

La longueur utile de la fibre, c'est-à-dire la distance entre les deux mors de fixation durant l'essai, est fixée à **40 mm**.

- **Propriétés Physique : Module de young $E = 18,2$ GPa, la densité : $\rho = 1,098$ g/cm³**

Ces données ont été intégrées dans le module de modélisation d'ANSYS Workbench pour la génération d'un modèle 3D représentatif de l'échantillon, en vue d'une simulation réaliste de son comportement mécanique sous traction.

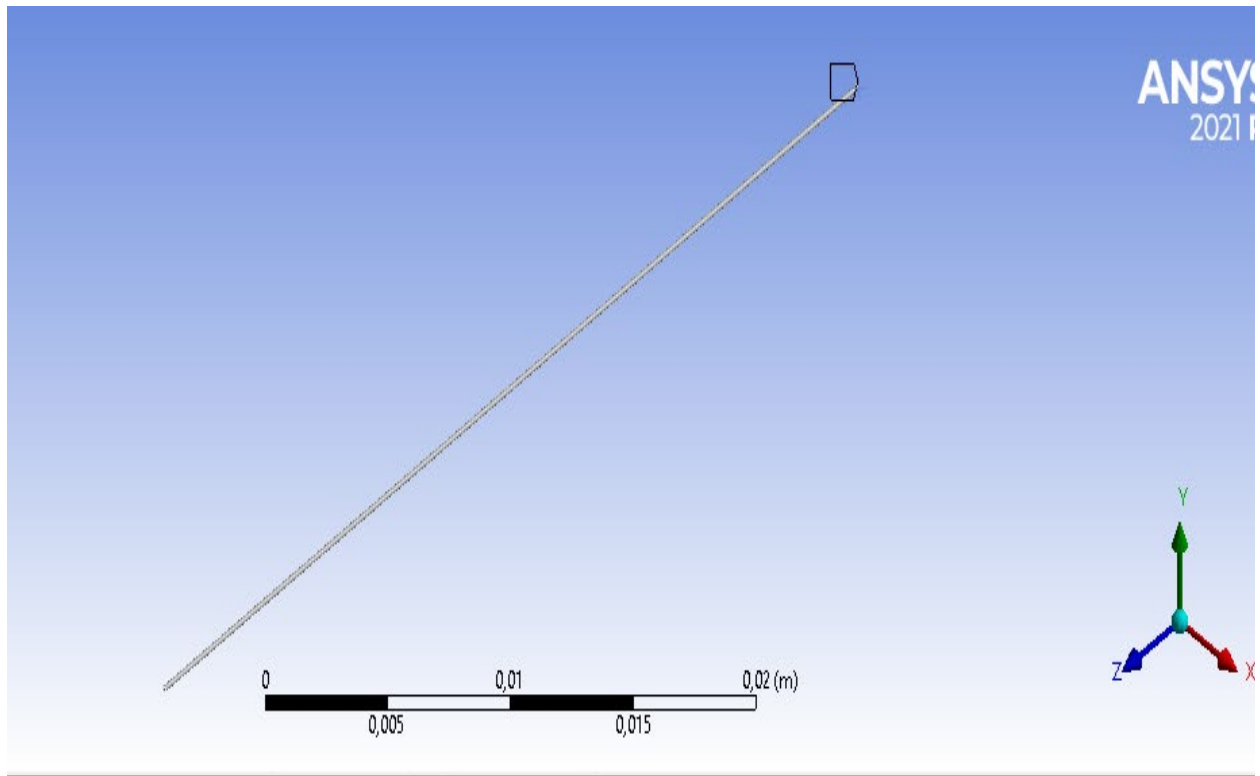


Figure 5.2 : Géométrie de l'échantillon sur ANSYS 2021 R1

5.1.8.2. Maillage.

Le maillage appliqué est un maillage structuré régulier sur toute la longueur de la fibre. Il semble assez fin, ce qui permet d'obtenir une meilleure précision dans la simulation. Voir [Figure 5.3](#).

Échelle de longueur : L'échelle en bas de l'image (0 à 0.005 m) montre l'étendue physique de la fibre simulée (≈ 5 cm), ce qui correspond bien à la longueur indiquée précédemment.

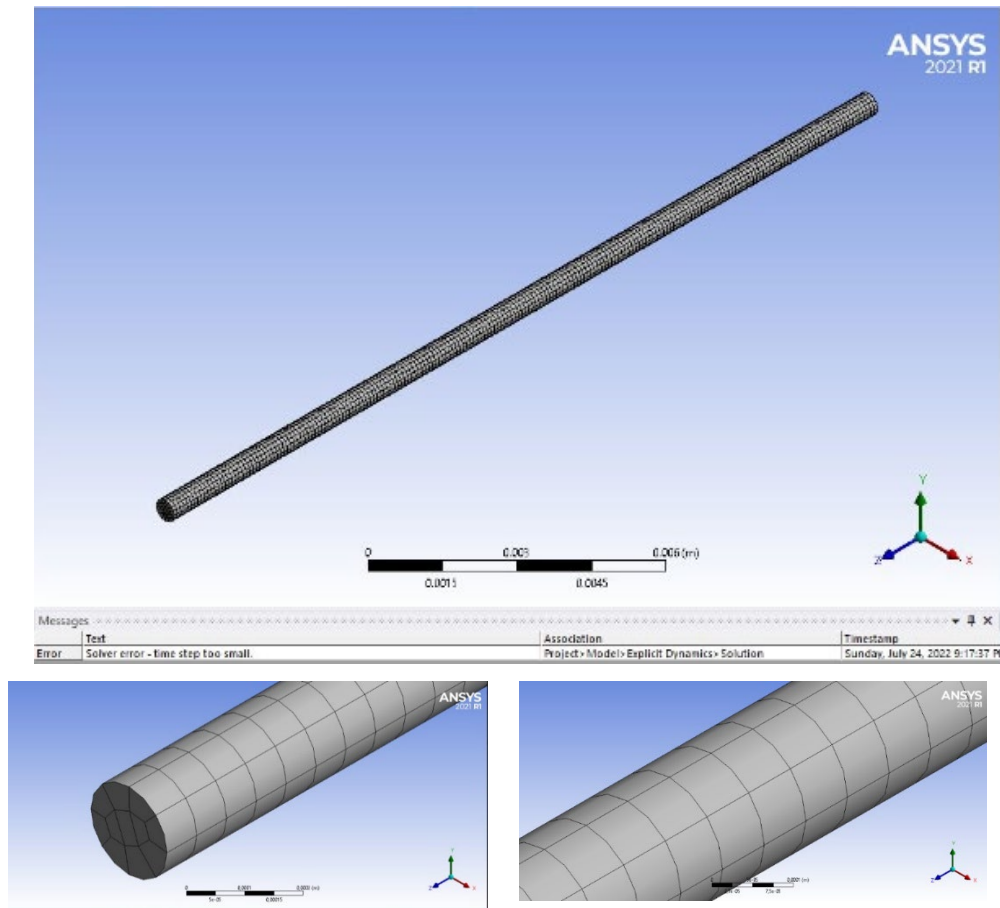


Figure 5.3 : Schémas représente le maillage de l'échantillon.

5.1.8.3. Application des conditions aux limites dans ANSYS Workbench

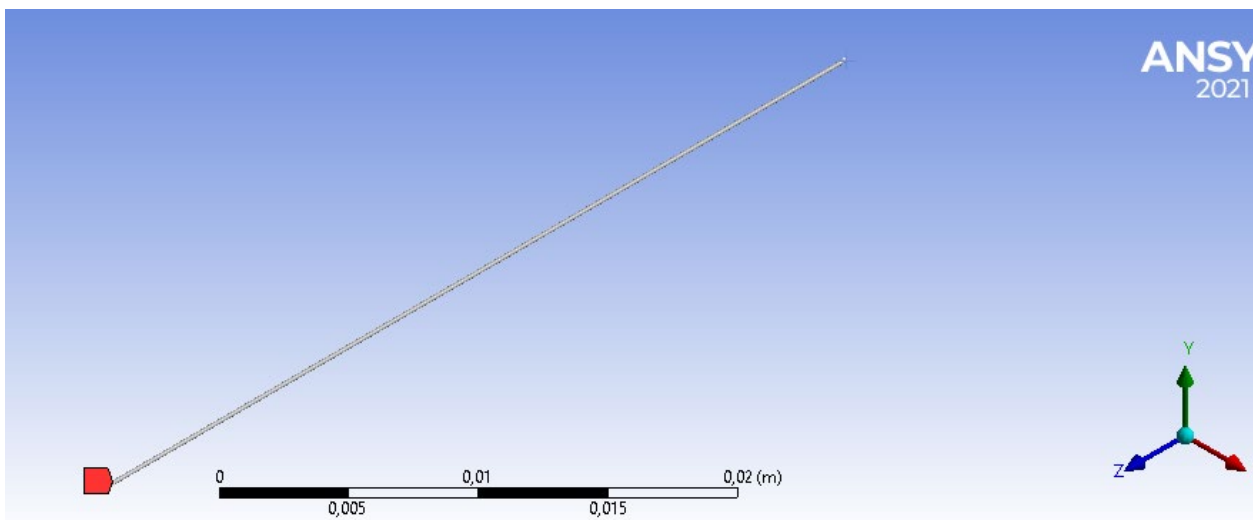


Figure 5.4 : Schéma représente la force appliquée sur l'échantillon.

Cette configuration correspond à un **essai de traction uniaxial**, où l'on **applique une force de traction à une extrémité** de la fibre pendant que l'autre est maintenue fixe. Voir **figure 5.4**.

Ce type de simulation permet de **déterminer le comportement mécanique** de la fibre sous charge, notamment :

- Le **module de Young** (rigidité),
- La **contrainte maximale** avant rupture,
- Le **comportement viscoélastique ou non linéaire**, selon les options du matériau.

Description de l'image :

- Cette vue montre **une fibre végétale de type S.M N.T.** modélisée en **3D** dans ANSYS Workbench (version 2021 R1).
- La fibre est représentée sous forme **cylindrique allongée** selon une direction diagonale, positionnée selon l'axe global de référence.
- L'échelle au bas de l'image indique une **longueur de 0,02 m** (20 mm), ce qui correspond à la **moitié** de la longueur réelle de la fibre (car l'image montre une vue partielle ou une symétrie).
- Le **carré rouge** à gauche représente la **zone de blocage** (encastrement) : cette extrémité est **immobilisée** pour simuler la prise dans les mors de fixation de la machine de traction.
- L'autre extrémité (à droite) est **libre ou soumise à un déplacement imposé**, selon le type de chargement choisi pour l'essai de traction (typiquement une **force axiale** ou un **déplacement longitudinal** appliqué dans l'axe Z). Voir **figure 5.5**.

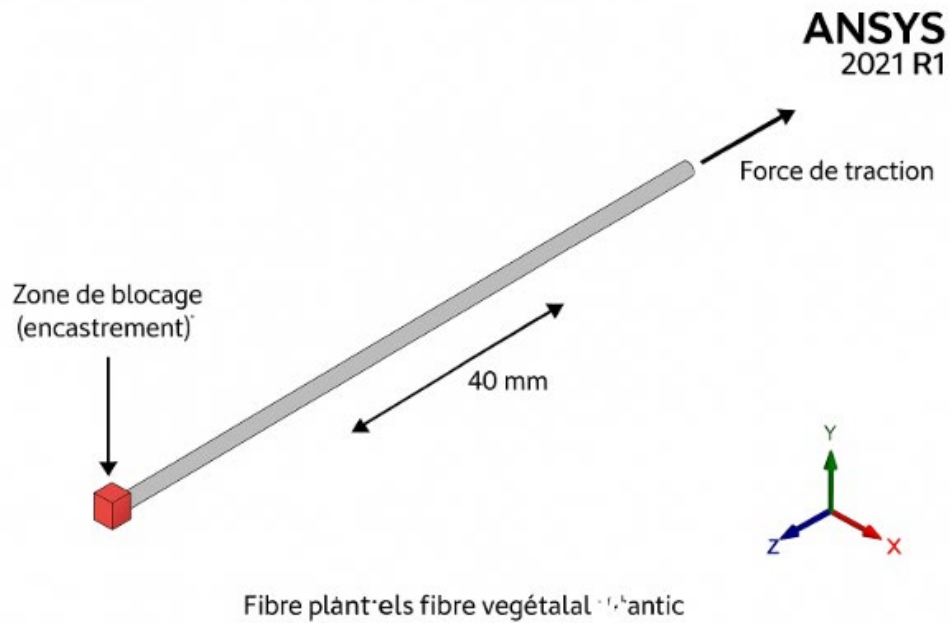


Figure 5.5 : Schéma annoté vectoriel

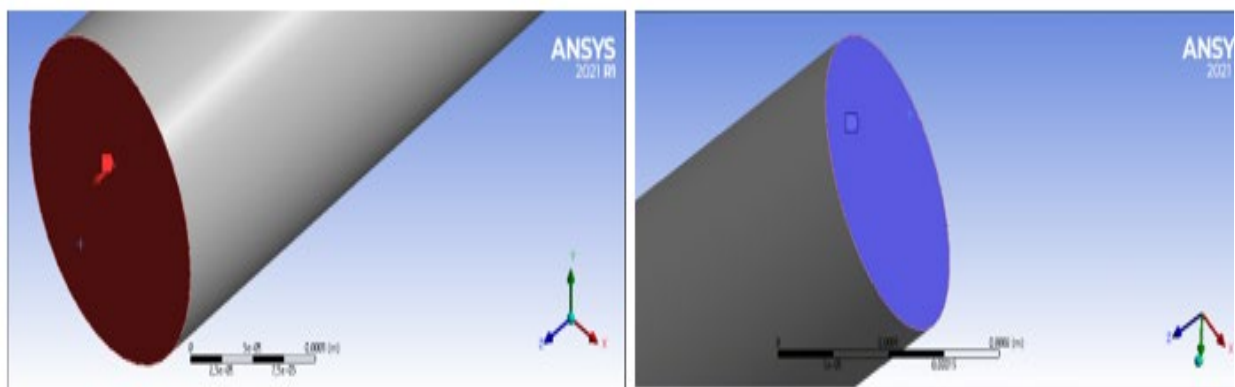


Figure 5.6 : Application de force et fixation d'échantillon.

Tableau 5.1 : Paramètres de simulation de l'essai de traction de la fibre S.M.N.T. dans ANSYS Workbench

Paramètre	Valeur	Description
Type d'analyse	Dynamique explicite	Simulation transitoire rapide (Explicit Dynamics)
Géométrie	Cylindre	Représentation simplifiée de la fibre
Longueur de la fibre	40 mm	Distance entre les deux mors de fixation
Diamètre moyen	0,183 mm	Moyenne des diamètres mesurés expérimentalement
Matériau	Fibre végétale (S.M.N.T)	Propriétés : $E = 18,2 \text{ GPa}$, $\rho = 1,098 \text{ g/cm}^3$,
Maillage	Fin (éléments hex ou tétraédriques)	Assure une bonne résolution des gradients de contraintes
Condition de chargement	Traction axiale	Application d'un déplacement ou d'une force selon l'axe longitudinal

Erreur rencontrée	<i>Solver error – time step too small</i>	Pas de temps trop faible pour la stabilité numérique
Remédiation proposée	Ajustement du maillage / chargement	Modifier la taille des éléments, la durée de simulation ou la méthode d'analyse

5.1.9. Interprétation du résultat de déformation totale

La figure ci-dessous **figure 5.7**. Illustre la déformation totale obtenue lors de la simulation numérique d'un essai de traction uniaxiale sur une fibre végétale modélisée sous **ANSYS Workbench**. La fibre, de géométrie cylindrique (longueur de 40 mm et diamètre de 0,183 mm), est soumise à une contrainte axiale avec une extrémité encastree et l'autre libre. La carte de déformation montre une variation progressive des déplacements, allant d'un minimum nul au niveau du point fixe (zone bleue) jusqu'à une valeur maximale de $8,44 \times 10^{-4}$ m à l'extrémité sollicitée (zone rouge).

Cette distribution homogène indique un comportement élastique linéaire typique des matériaux isotropes soumis à une traction pure. L'absence de zones de concentration de déformation ou de discontinuités traduit la bonne qualité du maillage et la cohérence des conditions aux limites appliquées. Ce résultat confirme que la fibre étudiée présente une **bonne élasticité** et une **réponse mécanique stable** sous l'action d'une charge axiale modérée. La simulation met ainsi en évidence la capacité du matériau à supporter des contraintes de traction tout en conservant une déformation uniforme le long de son axe longitudinal.

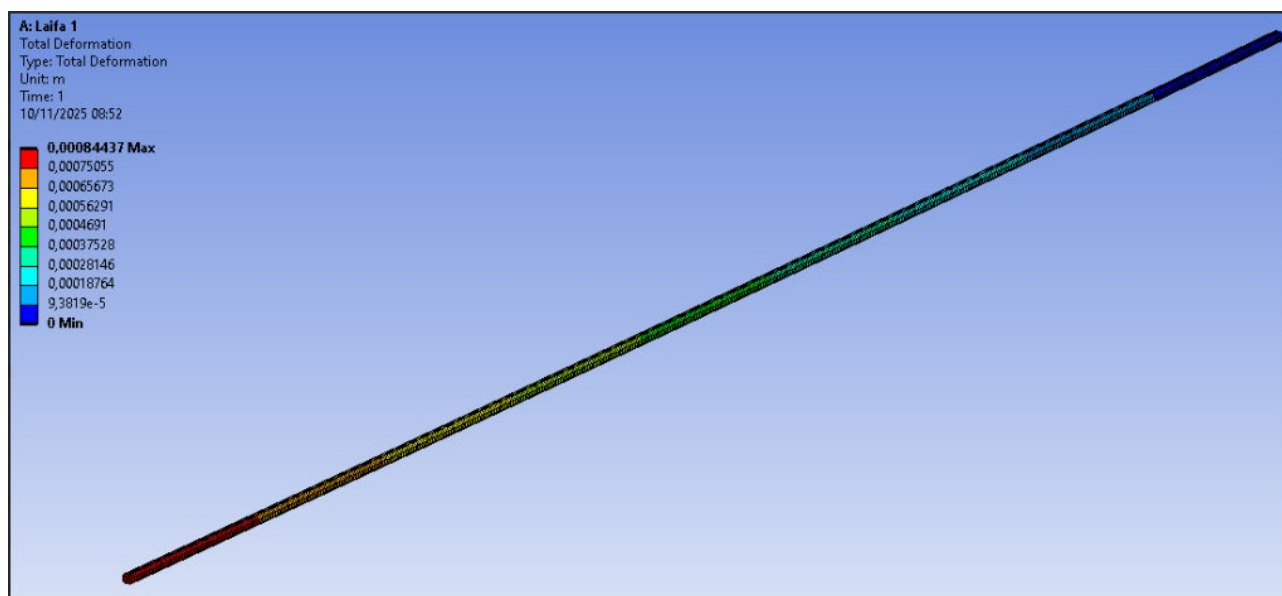


Figure 5.7. Illustre la déformation totale obtenue lors de la simulation numérique

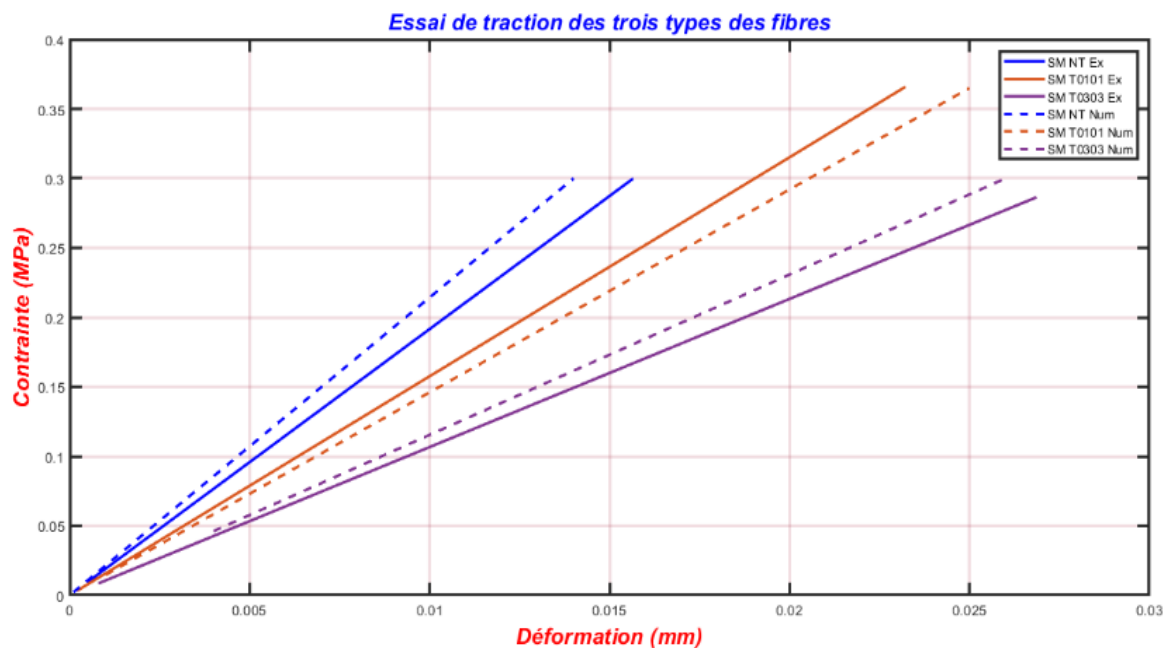


Figure 5.8. Essai de traction des trois types des fibres

Le graphique dans la **figure 5.8.** Montre une comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques de l'essai de traction pour trois types de fibres (SM NT, SM T0101, SM T0303)

L'axe des abscisses représente la Déformation (en mm), et l'axe des ordonnées montre la Contrainte (en MPa), tous deux dans le contexte de mécanique des matériaux.

Les labels sont en rouge pour bien distinguer les grandeurs physiques principales, ce qui est une bonne pratique pédagogique

Les trois fibres sont identifiées (SM NT, SM T0101, SM T0303), chaque type ayant une courbe pleine (expérimental) et une courbe pointillée (numérique)

Type d'analyse

Total Déformation (Déformation totale)

C'est un résultat typique d'une **analyse statique structurelle**. Elle montre le **déplacement global (en mm)** de chaque point du modèle après application d'une charge, ici sans tenir compte uniquement de la direction du chargement (toutes directions combinées).

Le maillage est correct et régulier.

Le matériau réagit de façon homogène.

Il n'y a pas de concentration de contraintes anormale.

5. Conclusion du résultat

Cette simulation démontre :

La **bonne élasticité** de la fibre.

Une **répartition uniforme de la déformation** sous traction.

Un **comportement linéaire**

Conclusion et perspective

6. Conclusion et perspectives

L'étude menée dans le cadre de cette thèse s'inscrit dans une démarche scientifique visant à valoriser les ressources naturelles renouvelables dans le domaine des matériaux composites. Les enjeux environnementaux et économiques actuels incitent à la substitution des fibres synthétiques par des renforts d'origine végétale. Dans cette optique, la présente recherche a porté sur la caractérisation et la modélisation du comportement mécanique de la fibre végétale SM N.T, en vue de son intégration potentielle comme renfort biosourcé dans les matériaux composites.

Dans un premier temps, un ensemble d'analyses expérimentales a été entrepris afin d'évaluer les propriétés fondamentales de cette fibre. Les résultats obtenus par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) ont permis d'identifier les principaux constituants chimiques de la fibre, notamment la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. La diffraction des rayons X (XRD) a révélé un indice de cristallinité élevé, traduisant une organisation structurale favorable à la résistance mécanique. Par ailleurs, les analyses thermogravimétriques (TGA) ont démontré une stabilité thermique satisfaisante jusqu'à des températures supérieures à 250 °C, ce qui rend la fibre compatible avec plusieurs matrices polymères utilisées dans les composites.

Les observations morphologiques réalisées par microscopie électronique à balayage (SEM) ont mis en évidence une surface relativement rugueuse, présentant des microfissures et des cavités susceptibles d'influencer l'adhérence fibre/matrice. Enfin, les essais de traction ont permis de déterminer les propriétés mécaniques globales de la fibre SM N.T, notamment son module de Young, sa résistance à la rupture et sa déformation maximale. Ces essais ont confirmé le caractère élastique fragile du matériau, la rupture survenant avant l'apparition d'une déformation plastique significative.

Dans un second temps, la modélisation numérique a été réalisée à l'aide du logiciel ANSYS Workbench, dans le but de reproduire l'essai de traction et d'analyser la répartition des contraintes et des déformations le long de la fibre. Le modèle tridimensionnel élaboré, tenant compte des conditions aux limites et des propriétés mécaniques mesurées, a permis de simuler le comportement élastique de la fibre sous charge. Les résultats obtenus ont montré une distribution homogène des contraintes axiales et des déformations localisées aux extrémités, en cohérence avec les observations expérimentales. Cette modélisation a ainsi confirmé la fiabilité des données expérimentales et a permis de mieux comprendre les mécanismes de rupture du matériau.

Sur la base de ces résultats, il apparaît que la fibre SM N.T présente un potentiel réel comme renfort naturel pour les matériaux composites, grâce à son faible poids, sa résistance spécifique

élevée et sa biodégradabilité. Toutefois, certaines limites subsistent, notamment sa nature hydrophile, sa variabilité morphologique et sa compatibilité limitée avec les matrices polymères hydrophobes.

Pour les travaux futurs, plusieurs perspectives peuvent être envisagées. Il serait pertinent d'étudier l'influence des traitements de surface (alcalin, silane, acétylation, etc.) sur les propriétés d'adhérence et la stabilité dimensionnelle de la fibre. De plus, la mise en place d'un modèle numérique multi-échelle intégrant la microstructure interne de la fibre permettrait de mieux prédire son comportement sous différents types de sollicitations. L'intégration de la fibre SM N.T dans des composites à matrice polymère pourra également faire l'objet de simulations mécaniques et thermiques afin d'évaluer leurs performances globales. Enfin, une analyse de durabilité environnementale (analyse du cycle de vie) pourrait compléter cette étude afin d'évaluer l'impact écologique global de ces nouveaux matériaux.

En conclusion, ce travail démontre que la fibre SM N.T possède des caractéristiques prometteuses pour le développement de bio-composites durables et performants, répondant aux exigences mécaniques et environnementales de l'industrie moderne. L'association de la caractérisation expérimentale et de la modélisation par éléments finis constitue un outil puissant pour la compréhension et l'optimisation du comportement des fibres végétales, ouvrant la voie à une utilisation accrue des matériaux biosourcés dans le domaine des composites avancés.

Références

7. Références bibliographiques

- [1] L. J. I. N. P. d. G. El Hadji Babacar, "Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose," 2008.
- [2] A. Seyni, "Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par co-broyage," Institut National Polytechnique (Toulouse), 2008.
- [3] M. Ashby, Y. Bréchet, and L. Salvo, *Sélection des matériaux et des procédés de mise en œuvre*. EPFL Press, 2001.
- [4] D. Gay, *Composite materials: design and applications*. CRC press, 2022.
- [5] V. Ambrogi, C. Carfagna, P. Cerruti, and V. Marturano, "Additives in polymers," in *Modification of polymer properties*: Elsevier, 2017, pp. 87-108.
- [6] L. T. Drzal, *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*. CRC press, 2005.
- [7] K. L. Pickering, M. A. Efendy, T. M. J. C. P. A. A. S. Le, and Manufacturing, "A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance," vol. 83, pp. 98-112, 2016.
- [8] S. Eichhorn, R. J. C. S. Young, and Technology, "Composite micromechanics of hemp fibres and epoxy resin microdroplets," vol. 64, no. 5, pp. 767-772, 2004.
- [9] J. P. Pascault, R. J. J. H. o. P. S. Williams, Characterization,, and Processing, "Thermosetting polymers," pp. 519-533, 2013.
- [10] S. J. J. C. P. A. a. s. Pickering and manufacturing, "Recycling technologies for thermoset composite materials—current status," vol. 37, no. 8, pp. 1206-1215, 2006.
- [11] D. J. C. Gay, Hermès-Paris, "Matériaux composites, 4 e édition revue et augmentée," 1997.
- [12] I. Elloumi, "Caractérisation des propriétés diélectriques du bois et des composites bois-polymère," Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, 2016.
- [13] C. C. Ibeh, *Thermoplastic materials: properties, manufacturing methods, and applications*. CRC Press, 2011.
- [14] M. Xanthos, *Functional fillers for plastics*. John Wiley & Sons, 2010.
- [15] A. N. Nakagaito and H. J. A. P. A. Yano, "Novel high-strength biocomposites based on microfibrillated cellulose having nano-order-unit web-like network structure," vol. 80, pp. 155-159, 2005.
- [16] A. J. J. I. Stamm and E. Chemistry, "Thermal degradation of wood and cellulose," vol. 48, no. 3, pp. 413-417, 1956.
- [17] R. Mukherjee and T. J. T. P. Radhakrishnan, "Long vegetable fibres," vol. 4, no. 4, pp. 1-75, 1972.
- [18] D.-Y. Kim, Y. Nishiyama, M. Wada, S. Kuga, and T. Okano, "Thermal decomposition of cellulose crystallites in wood," 2001.
- [19] M.-B. Heman, "Contribution à l'étude des interphases et de leur comportement au vieillissement hygrothermique dans les systèmes à matrice thermodurcissable renforcés de fibres de verre," Université du Sud Toulon Var, 2008.
- [20] F. Chinesta, *La Vie intime des matériaux composites*. Editions Publibook, 2011.
- [21] F. Aouissi, "Comportement physique et mécanique de l'adobe paillé," 2000.
- [22] E. Privas, "Matériaux ligno-cellulosiques: Élaboration et caractérisation", " Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013.
- [23] M. Patel, B. Pardhi, S. Chopara, and M. J. C. Pal, "Lightweight composite materials for automotive-a review," vol. 1, no. 2500, p. 151, 2018.
- [24] M. Dallel, "Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil," Université de Haute Alsace-Mulhouse, 2012.
- [25] R. Ben Youcef, "Isolation Thermique d'Un Mortier à Base de fibres végétales," Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 2021.
- [26] B. Laibi, "Comportement hygro-thermo-mécanique de matériaux structuraux pour la construction associant des fibres de kénaf à des terres argileuses," Normandie Université; Université d'Abomey-Calavi (Bénin), 2017.

- [27] M. J. R. d. c. e. d. m. a. Nardin, "Interfaces fibre-matrice dans les matériaux composites. application aux fibres végétales," vol. 16, no. 1, p. 49, 2006.
- [28] W. Mahjoub, "Caractérisation mécanique et modèles de comportement de fibres cellulosiques," Université de Haute Alsace, 2020.
- [29] M. Bayart, "Élaboration et caractérisation de biocomposites à base d'acide polylactique et de fibres de lin: compatibilisation interfaciale par dépôt de revêtements à base d'époxy, de dioxyde de titane, de lignine ou de tanin," Université de Sherbrooke, 2019.
- [30] J. Bidlack, "Molecular structure and component integration of secondary cell walls in plants," in *Proceedings of the Oklahoma Academy of Science*, 1992, pp. 51-56.
- [31] A. B. M. B. Mabrouk, "Elaboration de nanocomposites à base de whiskers de cellulose et de polymère acrylique par polymérisation in situ," Université de Grenoble; Université de Sfax (Tunisie), 2011.
- [32] J. J. J. o. a. p. s. Hearle, "The fine structure of fibers and crystalline polymers. III. Interpretation of the mechanical properties of fibers," vol. 7, no. 4, pp. 1207-1223, 1963.
- [33] N. Zhang *et al.*, "Cellulose-hemicellulose interaction in wood secondary cell-wall," vol. 23, no. 8, p. 085010, 2015.
- [34] S. K. Ramamoorthy, M. Skrifvars, and A. J. P. r. Persson, "A review of natural fibers used in biocomposites: Plant, animal and regenerated cellulose fibers," vol. 55, no. 1, pp. 107-162, 2015.
- [35] A. Bismarck, S. Mishra, and T. Lampke, "Plant fibers as reinforcement for green composites," in *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*: CRC Press, 2005, pp. 52-128.
- [36] C. Álvarez, F. M. Reyes-Sosa, and B. J. M. b. Díez, "Enzymatic hydrolysis of biomass from wood," vol. 9, no. 2, pp. 149-156, 2016.
- [37] J. R. Colvin, L. Chéné, L. Sowden, and M. J. C. J. o. B. Takai, "Purification and properties of a soluble polymer of glucose from cultures of *Acetobacter xylinum*," vol. 55, no. 10, pp. 1057-1063, 1977.
- [38] J.-C. Boclé, M. Champ, and J.-L. J. C. d. N. e. d. D. Berta, "Les fibres alimentaires: déterminants physico-chimiques, définition, aspects analytiques et physiologiques," vol. 40, no. 1, pp. 15-21, 2005.
- [39] Y. Nishiyama, U.-J. Kim, D.-Y. Kim, K. S. Katsumata, R. P. May, and P. J. B. Langan, "Periodic disorder along ramie cellulose microfibrils," vol. 4, no. 4, pp. 1013-1017, 2003.
- [40] J. Sugiyama, J. Persson, and H. J. M. Chanzy, "Combined infrared and electron diffraction study of the polymorphism of native celluloses," vol. 24, no. 9, pp. 2461-2466, 1991.
- [41] T. Nevell and S. Zeronian, "Cellulose chemistry fundamentals," in *Cellulose chemistry and its applications*, 1985, pp. 15-29.
- [42] S. Berlioz, "Etude de l'estérification de la cellulose par une synthèse sans solvant. Application aux matériaux nanocomposites," Université Joseph-Fourier-Grenoble I, 2007.
- [43] P. Navi and F. Heger, *Comportement thermo-hydrromécanique du bois: Applications technologiques et dans les structures*. EPFL Press, 2005.
- [44] H. D. Nguyen *et al.*, "A novel method for preparing microfibrillated cellulose from bamboo fibers," vol. 4, no. 1, p. 015016, 2013.
- [45] H. Chandekar, V. Chaudhari, and S. J. M. T. P. Waigaonkar, "A review of jute fiber reinforced polymer composites," vol. 26, pp. 2079-2082, 2020.
- [46] S. Taj, M. A. Munawar, and S. J. P.-P. A. o. S. Khan, "Natural fiber-reinforced polymer composites," vol. 44, no. 2, p. 129, 2007.
- [47] J. S. Han, "Properties of nonwood fibers," in *Proceedings of the Korean society of wood science and technology annual meeting*, 1998: The Korean Society of Science and Technology Seoul, Korea, pp. 3-12.
- [48] A. Bledzki and J. J. P. i. p. s. Gassan, "Composites reinforced with cellulose based fibres," vol. 24, no. 2, pp. 221-274, 1999.
- [49] M. Paiva, I. Ammar, A. Campos, R. B. Cheikh, A. J. C. S. Cunha, and Technology, "Alfa fibres: Mechanical, morphological and interfacial characterization," vol. 67, no. 6, pp. 1132-1138, 2007.
- [50] P.-A. Faugeras, "Valorisation des fibres lignocellulosiques de la pâte à papier," Université du Québec à Trois-Rivières, 2013.

- [51] P. H. F. Pereira *et al.*, "Vegetal fibers in polymeric composites: a review," vol. 25, no. 1, pp. 9-22, 2015.
- [52] B. C. Curtis, S. Rajaram, and H. Gómez Macpherson, *Bread wheat: improvement and production*. 2002.
- [53] A. Lepetit, "Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène," Université du Québec à Trois-Rivières, 2017.
- [54] M. XX, "Valorisation des fibres de kénaf dans des applications textiles et paratextiles," Université de Monastir.
- [55] D. J. C. o. i. p. b. Mohnen, "Pectin structure and biosynthesis," vol. 11, no. 3, pp. 266-277, 2008.
- [56] C. Badji, L. Soccalingame, H. Garay, A. Bergeret, J.-C. J. P. D. Bénézet, and Stability, "Influence of weathering on visual and surface aspect of wood plastic composites: Correlation approach with mechanical properties and microstructure," vol. 137, pp. 162-172, 2017.
- [57] J. P. Mercier, G. Zambelli, and W. Kurz, *Introduction à la science des matériaux*. EPFL Press, 1999.
- [58] K. Charlet, "Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin: relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques," Université de Caen/Basse-Normandie, 2008.
- [59] C. Badji, "Vieillessement de matériaux composites renforcés de fibres naturelles: étude de l'impact sur les propriétés d'aspect et sur les émissions dans l'air intérieur," Université de Pau et des pays de l'Adour, 2017.
- [60] W. Meijer, N. Vertregt, B. Rutgers, M. J. I. C. Van de Waart, and Products, "The pectin content as a measure of the retting and rettability of flax," vol. 4, no. 4, pp. 273-284, 1995.
- [61] B. Mazian, A. Bergeret, J.-C. Benezet, L. J. I. c. Malhautier, and products, "Influence of field retting duration on the biochemical, microstructural, thermal and mechanical properties of hemp fibres harvested at the beginning of flowering," vol. 116, pp. 170-181, 2018.
- [62] A. Bledzki, P. Franciszczak, Z. Osman, M. J. I. C. Elbadawi, and Products, "Polypropylene biocomposites reinforced with softwood, abaca, jute, and kenaf fibers," vol. 70, pp. 91-99, 2015.
- [63] M. J. John and R. D. J. P. c. Anandjiwala, "Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites," vol. 29, no. 2, pp. 187-207, 2008.
- [64] T. M. GOUDJIL, "Comportement d'un composite PP/Fibres de palmier dattier à l'essai de traction."
- [65] C. Borchani *et al.*, "Structural characterization, technological functionality, and physiological aspects of fungal β -D-glucans: a review," vol. 56, no. 10, pp. 1746-1752, 2016.
- [66] C. Baley, *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*. Ed. Techniques Ingénieur, 2005.
- [67] C. Meirhaeghe and H. J. É. F. s. p. I. A. Bewa, "Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France," vol. 16, p. 65, 2011.
- [68] B. Mazian, "Approche intégrée du procédé de rouissage des fibres de chanvre: Vers une amélioration de la qualité des intrants pour la fabrication des matériaux biocomposites," IMT-MINES ALES-IMT-Mines Alès Ecole Mines-Télécom, 2018.
- [69] L. Sisti, G. Totaro, M. Vannini, and A. J. L. c. m. Celli, "Retting process as a pretreatment of natural fibers for the development of polymer composites," pp. 97-135, 2018.
- [70] R. G. Allaby, G. W. Peterson, D. A. Merriwether, Y.-B. J. T. Fu, and A. Genetics, "Evidence of the domestication history of flax (*Linum usitatissimum* L.) from genetic diversity of the sad2 locus," vol. 112, pp. 58-65, 2005.
- [71] B. K. Avellar, W. G. J. B. Glasser, and Bioenergy, "Steam-assisted biomass fractionation. I. Process considerations and economic evaluation," vol. 14, no. 3, pp. 205-218, 1998.
- [72] N. Jacquet, C. Vanderghem, C. Blecker, and M. J. B. Paquot, "La steam explosion: application en tant que prétraitement de la matière lignocellulosique," 2010.
- [73] E. Chornet, R. P. J. S. e. t. f. Overend, i. a. A. Gordon, and B. S. Publishers, "Phenomenological kinetics and reaction engineering aspects of steam/aqueous treatments," pp. 21-58, 1991.
- [74] L. G. Thygesen, M. Eder, and I. J. J. o. m. s. Burgert, "Dislocations in single hemp fibres— investigations into the relationship of structural distortions and tensile properties at the cell wall level," vol. 42, pp. 558-564, 2007.

- [75] K. Amel and B. Maria, "Effet des techniques d'extraction des fibres végétales sur leurs caractéristiques physiques, chimiques et mécaniques," Ph. D. Dissertation, Université Mohamed Boudiaf-Msila, 2019.
- [76] S. Msahli, "Etude du potentiel textile des fibre d'agave americana L," Mulhouse, 2002.
- [77] M. E. H. Bourahli, "Caractérisation d'un composite verre époxy," 2018.
- [78] D. E. J. I. S. R. N. Akin, "Linen most useful: perspectives on structure, chemistry, and enzymes for retting flax," vol. 2013, no. 1, p. 186534, 2013.
- [79] G. Henriksson *et al.*, "Identification and retting efficiencies of fungi isolated from dew-retted flax in the United States and Europe," vol. 63, no. 10, pp. 3950-3956, 1997.
- [80] M. Liu *et al.*, "Effect of pectin and hemicellulose removal from hemp fibres on the mechanical properties of unidirectional hemp/epoxy composites," vol. 90, pp. 724-735, 2016.
- [81] T. Sathishkumar, P. Navaneethakrishnan, S. Shankar, R. Rajasekar, N. J. J. o. R. P. Rajini, and Composites, "Characterization of natural fiber and composites—A review," vol. 32, no. 19, pp. 1457-1476, 2013.
- [82] E. Takács *et al.*, "Effect of γ -irradiation on cotton-cellulose," vol. 55, no. 5-6, pp. 663-666, 1999.
- [83] A. Beakou, R. Ntenga, J. Lepetit, J. Ateba, L. J. C. P. A. A. S. Ayina, and Manufacturing, "Physico-chemical and microstructural characterization of "Rhectophyllum camerunense" plant fiber," vol. 39, no. 1, pp. 67-74, 2008.
- [84] I. Varma, S. A. Krishnan, and S. J. T. R. J. Krishnamoorthy, "Effect of chemical treatment on density and crystallinity of jute fibers," vol. 59, no. 6, pp. 368-370, 1989.
- [85] P. Manimaran, P. Senthamaraiannan, K. Murugananthan, and M. J. J. o. N. F. Sanjay, "Physicochemical properties of new cellulosic fibers from Azadirachta indica plant," vol. 15, no. 1, pp. 29-38, 2018.
- [86] M. Truong, W. Zhong, S. Boyko, and M. J. T. j. o. t. I. Alcock, "A comparative study on natural fibre density measurement," vol. 100, no. 6, pp. 525-529, 2009.
- [87] K. M. M. Rao and K. M. J. C. s. Rao, "Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo," vol. 77, no. 3, pp. 288-295, 2007.
- [88] P. McNulty and S. J. I. J. o. A. R. Kennedy, "Density measurements of grass by toluene displacement and air comparison pycnometry," pp. 75-83, 1982.
- [89] A. Balaji and K. J. C. P. Nagarajan, "Characterization of alkali treated and untreated new cellulosic fiber from Saharan aloe vera cactus leaves," vol. 174, pp. 200-208, 2017.
- [90] M. Asim, M. Jawaid, K. Abdan, and M. R. J. J. o. B. E. Ishak, "Effect of alkali and silane treatments on mechanical and fibre-matrix bond strength of kenaf and pineapple leaf fibres," vol. 13, no. 3, pp. 426-435, 2016.
- [91] M. Kabir, H. Wang, K. Lau, and F. J. C. P. B. E. Cardona, "Tensile properties of chemically treated hemp fibres as reinforcement for composites," vol. 53, pp. 362-368, 2013.
- [92] S. Rwawiire and B. J. J. o. N. F. Tomkova, "Morphological, thermal, and mechanical characterization of Sansevieria trifasciata fibers," vol. 12, no. 3, pp. 201-210, 2015.
- [93] Z. Belouadah, A. Ati, and M. J. C. p. Rokbi, "Characterization of new natural cellulosic fiber from Lygeum spartum L," vol. 134, pp. 429-437, 2015.
- [94] W. Yao, Y. Weng, and J. M. J. C. Catchmark, "Improved cellulose X-ray diffraction analysis using Fourier series modeling," vol. 27, pp. 5563-5579, 2020.
- [95] Y. Liu, H. J. F. Hu, and Polymers, "X-ray diffraction study of bamboo fibers treated with NaOH," vol. 9, pp. 735-739, 2008.
- [96] K. M. J. P. Mannan, "X-ray diffraction study of jute fibres treated with NaOH and liquid anhydrous ammonia," vol. 34, no. 12, pp. 2485-2487, 1993.
- [97] N. Terinte, R. Ibbett, and K. C. J. L. B. Schuster, "Overview on native cellulose and microcrystalline cellulose I structure studied by X-ray diffraction (WAXD): Comparison between measurement techniques," vol. 89, no. 1, pp. 118-131, 2011.
- [98] M. M. Rahman *et al.*, "Simultaneous abatement of Ni²⁺ and Cu²⁺ effectually from industrial wastewater by a low cost natural clay-chitosan nanocomposite filter: synthesis, characterization and fixed bed column adsorption study," vol. 20, p. 100797, 2023.

- [99] C. A. Correia and T. S. J. M. R. Valera, "Cellulose nanocrystals and jute fiber-reinforced natural rubber composites: cure characteristics and mechanical properties," vol. 22, no. suppl. 1, p. e20190192, 2019.
- [100] M. Rahman and M. J. J. B. B. Maniruzzaman, "Extraction of nanocellulose from banana rachis (Agro-waste) and preparation of nanocellulose-clay nanofilter for the industrial wastewater purification," vol. 12, pp. 1-7, 2021.
- [101] L. Segal, J. J. Creely, A. Martin Jr, and C. J. T. r. j. Conrad, "An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer," vol. 29, no. 10, pp. 786-794, 1959.
- [102] Ö. Y. Öğretmen, B. Karsli, and E. J. J. o. A. S. Çağlak, "Extraction and physicochemical characterization of chitosan from pink shrimp (*Parapenaeus longirostris*) shell wastes," pp. 27-27, 2022.
- [103] Y. Seki, M. Sarikanat, K. Sever, and C. J. C. P. B. E. Durmuşkahya, "Extraction and properties of *Ferula communis* (chakshir) fibers as novel reinforcement for composites materials," vol. 44, no. 1, pp. 517-523, 2013.
- [104] M. S. Sheikh, M. M. Rahman, M. S. Rahman, K. Yildirim, M. J. J. o. I. Maniruzzaman, and E. Chemistry, "Fabrication of nano composite membrane filter from graphene oxide (GO) and banana rachis cellulose nano crystal (CNC) for industrial effluent treatment," vol. 128, pp. 196-208, 2023.
- [105] M. M. Rahman, M. M. Islam, M. J. C. P. T. Maniruzzaman, and Applications, "Preparation and characterization of biocomposite from modified α -cellulose of *Agave cantala* leaf fiber by graft copolymerization with 2-hydroxy ethyl methacrylate," vol. 6, p. 100354, 2023.
- [106] L. Xia, C. Zhang, A. Wang, Y. Wang, and W. J. C. Xu, "Morphologies and properties of *Juncus effusus* fiber after alkali treatment," vol. 27, pp. 1909-1920, 2020.
- [107] A. Coats and J. J. A. Redfern, "Thermogravimetric analysis. A review," vol. 88, no. 1053, pp. 906-924, 1963.
- [108] X. Liu and W. J. J. o. a. p. s. Yu, "Evaluating the thermal stability of high performance fibers by TGA," vol. 99, no. 3, pp. 937-944, 2006.
- [109] B. Dalton, P. Bhagabati, J. De Micco, R. B. Padamati, and K. J. C. O'Connor, "A review on biological synthesis of the biodegradable polymers polyhydroxyalkanoates and the development of multiple applications," vol. 12, no. 3, p. 319, 2022.
- [110] S. Saravanakumar, A. Kumaravel, T. Nagarajan, P. Sudhakar, and R. J. C. p. Baskaran, "Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Prosopis juliflora* bark," vol. 92, no. 2, pp. 1928-1933, 2013.
- [111] O. Rahman, M. M. Rahman, and M. J. I. J. o. E. A. C. Maniruzzaman, "Removal of dye and heavy metals from industrial wastewater by activated charcoal-banana rachis cellulose nanocrystal composites filter," vol. 104, no. 7, pp. 1478-1496, 2024.
- [112] H. J. P. E. Williams, "SEM for conductive and non-conductive specimens," vol. 56, no. 5, p. 055034, 2021.
- [113] P. Madhu, M. Sanjay, P. Sentharamaikannan, S. Pradeep, S. Saravanakumar, and B. J. J. o. N. F. Yogesha, "A review on synthesis and characterization of commercially available natural fibers: Part-I," 2019.
- [114] P. Manimaran, P. Sentharamaikannan, M. Sanjay, M. Marichelvam, and M. J. C. p. Jawaid, "Study on characterization of *Furcraea foetida* new natural fiber as composite reinforcement for lightweight applications," vol. 181, pp. 650-658, 2018.
- [115] A. Bezazi, A. Belaadi, M. Bourchak, F. Scarpa, and K. J. C. P. B. E. Boba, "Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of *Agave americana* L. natural fibres," vol. 66, pp. 194-203, 2014.
- [116] V. Fiore, A. Valenza, G. J. C. S. Di Bella, and Technology, "Artichoke (*Cynara cardunculus* L.) fibres as potential reinforcement of composite structures," vol. 71, no. 8, pp. 1138-1144, 2011.
- [117] M. J. J. o. n. f. Bourahli, "Uni-and bimodal Weibull distribution for analyzing the tensile strength of Diss fibers," vol. 15, no. 6, pp. 843-852, 2018.

- [118] M. Maache, A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, and A. J. C. p. Dufresne, "Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus* L," vol. 171, pp. 163-172, 2017.
- [119] J. Y. Heng, D. F. Pearse, F. Thielmann, T. Lampke, and A. J. C. I. Bismarck, "Methods to determine surface energies of natural fibres: a review," vol. 14, no. 7-9, pp. 581-604, 2007.
- [120] M. Sarikanat, Y. Seki, K. Sever, and C. J. C. P. B. E. Durmuşkahya, "Determination of properties of *Althaea officinalis* L.(Marshmallow) fibres as a potential plant fibre in polymeric composite materials," vol. 57, pp. 180-186, 2014.
- [121] D. B. Dittenber, H. V. J. C. P. A. a. s. GangaRao, and manufacturing, "Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure," vol. 43, no. 8, pp. 1419-1429, 2012.
- [122] J.-C. J. E.-L. d. H. e. M. P. Charmet, "Mécanique du solide et des matériaux Elasticité-Plasticité-Rupture," pp. 113-144, 2005.
- [123] P. Bhuse, *Stress Analysis and Strength Evaluation of Scarf Adhesive Joints*. Lap Lambert Academic Publishing, 2017.
- [124] L. H. Sharpe and H. Schonhorn, "Surface energetics, adhesion, and adhesive joints," ACS Publications, 1964.
- [125] W. Martienssen and H. Warlimont, *Springer handbook of condensed matter and materials data*. Springer Science & Business Media, 2006.
- [126] M. T. Tran, "Caractérisation expérimentale et modélisation numérique du comportement thermomécanique à haute température des matériaux composites renforcés par des fibres," Université de Lyon, 2019.
- [127] J. McBain and D. J. T. J. o. P. C. Hopkins, "On adhesives and adhesive action," vol. 29, no. 2, pp. 188-204, 2002.
- [128] A. J. E. d. S. Elouaer, technologies, santé, Reims, "Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales," 2011.
- [129] A. Saravana Kumaar, A. Senthilkumar, T. Sornakumar, S. Saravanakumar, and V. Arthanariesewaran, "Physicochemical properties of new cellulosic fiber extracted from *Carica papaya* bark," *Journal of natural fibers*, vol. 16, no. 2, pp. 175-184, 2019.
- [130] V. Arthanarieswaran, A. Kumaravel, and S. Saravanakumar, "Characterization of new natural cellulosic fiber from *Acacia leucophloea* bark," *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, vol. 20, no. 4, pp. 367-376, 2015.
- [131] A. Bessadok, S. Roudesli, S. Marais, N. Follain, and L. Lebrun, "Alfa fibres for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, no. 2, pp. 184-195, 2009.
- [132] F. Arrakhiz *et al.*, "Mechanical and thermal properties of natural fibers reinforced polymer composites: Doum/low density polyethylene," *Materials & Design*, vol. 43, pp. 200-205, 2013.
- [133] Z. Belouadah, A. Ati, and M. Rokbi, "Characterization of new natural cellulosic fiber from *Lygeum spartum* L," *Carbohydrate polymers*, vol. 134, pp. 429-437, 2015.
- [134] M. Ioelovich and A. Leykin, "Structural investigations of various cotton fibers and cotton celluloses," *BioResources*, vol. 3, no. 1, pp. 170-177, 2008.
- [135] H.-f. Xiang, D. Wang, H.-c. Liua, N. Zhao, and J. Xu, "Investigation on sound absorption properties of kapok fibers," *Chinese Journal of Polymer Science*, vol. 31, no. 3, pp. 521-529, 2013.
- [136] S. Ovalı and E. Sancak, "Investigation of Mechanical Properties of Jute Fiber Reinforced Low Density Polyethylene Composites," *Journal of Natural Fibers*, pp. 1-18, 2020, doi: 10.1080/15440478.2020.1838999.
- [137] M. Le Gall, P. Davies, N. Martin, and C. Baley, "Recommended flax fibre density values for composite property predictions," *Industrial Crops and Products*, vol. 114, pp. 52-58, 2018/04/01/2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.01.065>.
- [138] M. Ramesh, "Hemp, jute, banana, kenaf, ramie, sisal fibers," in *Handbook of Properties of Textile and Technical Fibres*: Elsevier, 2018, pp. 301-325.

- [139] L. Bacci, S. Di Lonardo, L. Albanese, G. Mastromei, and B. Perito, "Effect of different extraction methods on fiber quality of nettle (*Urtica dioica* L.)," *Textile research journal*, vol. 81, no. 8, pp. 827-837, 2011.
- [140] P. Manimaran, S. Saravanan, M. Sanjay, S. Siengchin, M. Jawaid, and A. Khan, "Characterization of new cellulosic fiber: *Dracaena reflexa* as a reinforcement for polymer composite structures," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 8, no. 2, pp. 1952-1963, 2019.
- [141] W. Ouarhim, N. Zari, and R. Bouhfid, "Mechanical performance of natural fibers-based thermosetting composites," in *Mechanical and physical testing of biocomposites, fibre-reinforced composites and hybrid composites*: Elsevier, 2019, pp. 43-60.
- [142] D. B. Dittenber and H. V. GangaRao, "Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, no. 8, pp. 1419-1429, 2012.
- [143] K. Majeed *et al.*, "Potential materials for food packaging from nanoclay/natural fibres filled hybrid composites," *Materials & Design*, vol. 46, pp. 391-410, 2013.
- [144] M. Khaleel, U. Soykan, and S. Çetin, "Influences of turkey feather fiber loading on significant characteristics of rigid polyurethane foam: Thermal degradation, heat insulation, acoustic performance, air permeability and cellular structure," *Construction and Building Materials*, vol. 308, p. 125014, 2021.
- [145] U. Soykan, "Development of turkey feather fiber-filled thermoplastic polyurethane composites: Thermal, mechanical, water-uptake, and morphological characterizations," *Journal of Composite Materials*, vol. 56, no. 2, pp. 339-355, 2022.
- [146] I. Aranberri, S. Montes, E. Wesolowska, A. Rekondo, K. Wrześniewska-Tosik, and H.-J. Grande, "Improved Thermal Insulating Properties of Renewable Polyol Based Polyurethane Foams Reinforced with Chicken Feathers," *Polymers*, vol. 11, no. 12, p. 2002, 2019.
- [147] B. Gurukarthik Babu, D. Prince Winston, P. SenthamaraiKannan, S. Saravanakumar, and M. Sanjay, "Study on characterization and physicochemical properties of new natural fiber from *Phaseolus vulgaris*," *Journal of natural fibers*, vol. 16, no. 7, pp. 1035-1042, 2019.
- [148] A. A. M. Moshi, D. Ravindran, S. S. Bharathi, S. Indran, S. Saravanakumar, and Y. Liu, "Characterization of a new cellulosic natural fiber extracted from the root of *Ficus religiosa* tree," *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 142, pp. 212-221, 2020.
- [149] J. Binoj, R. E. Raj, V. Sreenivasan, and G. R. Thusnavis, "Morphological, physical, mechanical, chemical and thermal characterization of sustainable Indian areca fruit husk fibers (*Areca catechu* L.) as potential alternate for hazardous synthetic fibers," *Journal of Bionic Engineering*, vol. 13, no. 1, pp. 156-165, 2016.
- [150] M. Maache, A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, and A. Dufresne, "Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus* L.," *Carbohydrate polymers*, vol. 171, pp. 163-172, 2017.
- [151] S. Amroune *et al.*, "Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (*Phoenix dactylifera* L.)," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 71, pp. 95-106, 2015.
- [152] S. Fanoudi, M. S. Alavi, G. Karimi, and H. Hosseinzadeh, "Milk thistle (*Silybum Marianum*) as an antidote or a protective agent against natural or chemical toxicities: a review," *Drug and chemical toxicology*, vol. 43, no. 3, pp. 240-254, 2020.
- [153] F. Laifa, M. Rokbi, S. Amroune, M. Zaoui, and Y. J. J. o. C. M. Seki, "Investigation of mechanical, physicochemical, and thermal properties of new fiber from *Silybum marianum* bark fiber," vol. 56, no. 14, pp. 2227-2238, 2022.
- [154] M. Rokbi, H. Osmani, A. Imad, and N. J. p. E. Benseddiq, "Effect of chemical treatment on flexure properties of natural fiber-reinforced polyester composite," vol. 10, pp. 2092-2097, 2011.
- [155] X. Li, L. G. Tabil, S. J. J. o. P. Panigrahi, and t. Environment, "Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: a review," vol. 15, pp. 25-33, 2007.
- [156] B. Nigmatullaev, G. Duschanova, B. Abdurahmonov, and G. Sotimov, "Anatomical Structure of Vegetative and Generative Organs of *Silybum marianum* (L.) Gaertn.(Fam. Asteraceae)," *American Journal of Plant Sciences*, vol. 10, no. 1, pp. 38-43, 2019.

- [157] S. N. Azoz, H. M. Farag, and A. M. Salama, "Comparative botanical studies two varieties of *Silybum marianum* (L.) Gaertn.(Asteraceae) in Egypt," *Int J Adv Res Biol Sci*, vol. 6, no. 6, pp. 154-168, 2019.
- [158] K. Charlet, J. Jernot, S. Eve, M. Gomina, and J. Bréard, "Multi-scale morphological characterisation of flax: From the stem to the fibrils," *Carbohydrate polymers*, vol. 82, no. 1, pp. 54-61, 2010.
- [159] P. Ponnu Krishnan and J. Selwin Rajadurai, "Microscopical, physico-chemical, mineralogical, and mechanical characterization of *Sansevieria zeylanica* fibers as potential reinforcement of composite structures," *Journal of Composite Materials*, vol. 51, no. 6, pp. 811-829, 2017.
- [160] R. Dalmis, S. Köktaş, Y. Seki, and A. Ç. Kılınç, "Characterization of a new natural cellulose based fiber from *Hierochloe Odarata*," *Cellulose*, vol. 27, no. 1, pp. 127-139, 2020.
- [161] R. Dalmis, G. B. Kilic, Y. Seki, S. Koktas, and O. Y. Keskin, "Characterization of a novel natural cellulosic fiber extracted from the stem of *Chrysanthemum morifolium*," *Cellulose*, vol. 27, no. 15, pp. 8621-8634, 2020.
- [162] N. Defoirdt *et al.*, "Assessment of the tensile properties of coir, bamboo and jute fibre," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 41, no. 5, pp. 588-595, 2010/05/01/ 2010, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.01.005>.
- [163] A. Pappu, K. L. Pickering, and V. K. Thakur, "Manufacturing and characterization of sustainable hybrid composites using sisal and hemp fibres as reinforcement of poly (lactic acid) via injection moulding," *Industrial Crops and Products*, vol. 137, pp. 260-269, 2019/10/01/ 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.05.040>.
- [164] N. Lemita, S. Deghboudj, M. Rokbi, F. M. L. Rekbi, and R. Halimi, "Characterization and analysis of novel natural cellulosic fiber extracted from *Strelitzia reginae* plant," *Journal of Composite Materials*, vol. 56, no. 1, pp. 99-114, 2022/01/01 2021, doi: 10.1177/00219983211049285.
- [165] S. Amroune, A. Bezazi, A. Dufresne, F. Scarpa, and A. Imad, "Investigation of the date palm fiber for green composites reinforcement: thermo-physical and mechanical properties of the fiber," *Journal of natural fibers*, vol. 18, no. 5, pp. 717-734, 2021.
- [166] M. Pouriman, A. R. Caparanga, M. Ebrahimi, and A. Dahresobh, "Characterization of untreated and alkaline-treated salago fibers (genus *wikstroemia* spp.)," *Journal of natural fibers*, vol. 15, no. 2, pp. 296-307, 2018.
- [167] J. Ahmed, M. Balaji, S. Saravanakumar, and P. SenthamaraiKannan, "A comprehensive physical, chemical and morphological characterization of novel cellulosic fiber extracted from the stem of *Elettaria cardamomum* plant," *Journal of natural fibers*, vol. 18, no. 10, pp. 1460-1471, 2021.
- [168] N. Saravanan, P. Sampath, T. Sukantha, and T. Natarajan, "Extraction and characterization of new cellulose fiber from the Agrowaste of *Lagenaria Siceraria* (Bottle Guard) plant," *Journal of Advances in Chemistry*, vol. 12, no. 9, pp. 4382-88, 2016.
- [169] R. Mansour, A. Abdelaziz, and A. F. Zohra, "Characterization of long lignocellulosic fibers extracted from *Hyphaene thebaica* L. leaves," *Research Journal of Textile and Apparel*, 2018.
- [170] Z. Belouadah, N. Belhaneche-Bensemra, and A. Ati, "Characterization of ligno-cellulosic fiber extracted from *Atriplex halimus* L. plant," *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 168, pp. 806-815, 2021.
- [171] P. Saha, "Suvendu manna, Sougata Roy Chowdhury, Ramkrishna Sen, Debasis Roy and Basudam Adhikari," "Enhancement of Tensile Strength of Lignocelluloses Jute Fibres by Alkali-Steam Treatment", *Bioresource Technology*, vol. 101, pp. 3182-3187, 2010.
- [172] M. A. Sawpan, 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*, vol. 42, no. 8, pp. 888-895, 2011.
- [173] T. Ganapathy, R. Sathiskumar, P. SenthamaraiKannan, S. Saravanakumar, and A. Khan, "Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fibres extracted from the aerial roots of banyan tree," *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 138, pp. 573-581, 2019.
- [174] S. Indran, R. E. Raj, and V. Sreenivasan, "Characterization of new natural cellulosic fiber from *Cissus quadrangularis* root," *Carbohydrate polymers*, vol. 110, pp. 423-429, 2014.

-
- [175] R. Vijay *et al.*, "Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fibers from *Tridax procumbens*," *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 125, pp. 99-108, 2019.
- [176] W. Ren, D. Zhang, G. Wang, and H. Cheng, "Mechanical and thermal properties of bamboo pulp fiber reinforced polyethylene composites," *BioResources*, vol. 9, no. 3, pp. 4117-4127, 2014.
- [177] V. Fiore, T. Scalici, and A. Valenza, "Characterization of a new natural fiber from *Arundo donax* L. as potential reinforcement of polymer composites," *Carbohydrate polymers*, vol. 106, pp. 77-83, 2014.
- [178] R. Thirumurugan, M. Jayaraj, D. Shanmugam, and T. Ramkumar, "Characterization of new natural cellulosic fiber from coconut tree primary flower leaf stalk fiber (CPFLSF)," *Journal of natural (fibers)*, vol. 18, no. 11, pp. 1844-1856, 2021.
- [179] Raouf KHALDOUNE, A., & Rokbi, M. (2023). Extraction and characterization of novel natural fiber from *Centaurea melitensis* plant. *Journal of Composite Materials*, 57(5), 913-928.
- [180] Courant, R. (1994). Variational methods for the solution of problems of equilibrium and vibrations. *Lecture notes in pure and applied mathematics*, 1-1.
- [181] Strang, G., and G. J. Fix, *An Analysis of the Finite Element Method*, Prentice-Hall, Inc., Englewood Cliffs, NJ, 1973.
- [182] Argyris, J., and S. Kelsey, *Energy Theorems and Structural Analysis*, Butterworth Scientific Publications, London, 1960.
- [183] Turner, M. J., R. Clough, H. Martin, and L. Topp, *Stiffness and Deflection Analysis of Complex Structures*, *J. Aero. Sci.*, 23, no. 9, Sept., 1956, pp. 805–823.
- [184] Clough, R., The finite element in plane stress, *Proc. 2nd ASCE Conf. on Electronic Computation*, Pittsburgh, PA, Sept. 1960.

