Université Mohamed Boudiaf - M'sila

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

Numéro de série……

Numéro d'inscription **D.MME/3C/02/19**

Thèse

Présentée pour l'obtention du diplôme de

DOCTORAT LMD

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Génie des matériaux

THEME

Développement et caractérisation des structures tissus bidirectionnelles à partir des fibres naturelles locales

Présentée Par

KHALDOUNE Abd raouf

Soutenue le : 16/09/2023

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Grade	Etablissement	Qualité
DJERAD Abdelkader	**MCA**	Univ. de **M'sila**	Président
ROKBI Mansour	**Professeur**	Univ. de **M'sila**	Encadreur
BEN HAMIDA Mohamed	**Professeur**	Univ. de **M'sila**	Co-Encadreur
RAOUACHE Elhadj	**MCA**	Univ. de **BBA**	Examinateur
KHALDI Abdelghani	**MCA**	Univ. de **BBA**	Examinateur
MAKRI Hocine	**MCA**	Univ. de **M'sila**	Examinateur
AMROUNE Salah	**Professeur**	Univ. de **M'sila**	Invité

Année Universitaire : 2022/2023

Publications et Conférences

- Abd Raouf KHALDOUNE, Mansour Rokbi, "**Extraction and characterization of novel natural fiber from Centaurea melitensis plant**", **Journal of Composite Materials**, 2023. **57**(5): p. 913-928, https://doi.org/10.1177/00219983221147381 **(Journal catégorie A).**

- Abd Raouf Khaldoune, Mansour Rokbi, Salah Amroune, Said Zergane, Abdelmadjid Benadda, Noureddine Nouari, "**Determination of the rupture parameters of a plant fiber by using two diameter measurement techniques**", **Polymer & Mediterranean Fiber International Conference** (**PMFIC 2021**, organisé le 29th,30th september 2021, à l'université de Bejaia-ALGERIA.

Dédicace

*Je dédie ce travail à mes très chers parents : « **Djamel** » et « **boudiaf Nadjet** »*

A celle qui a toujours été la première à me soutenir

*« **ma chère femme** » et « **Mon cher fils Qossay** ».*

Je leurs remercie pour leurs sacrifices, leurs patiences, leurs soutien, l'aide et les encouragements qui m'ont apporté durant toutes ces années d'étude sans eux , je ne serais pas ce que je suis aujourd'hui.

Je dédie ce travail également :

A mes frères et sœurs

A toute ma famille.

A mes amis.

A tous ceux qui ont contribué de loin ou de prés à ce travail.

KHALDOUNE Abd raouf.

Remerciements

Avant tout, je remercie Dieu de m'avoir accordé la réussite dans mon parcours académique

Je remercie vivement Monsieur et mon père ''KhaldouneDjamel'';

Ce travail a été réalisé au département de Génie Mécanique de l'université de M'sila.

Je tiens à remercier mon encadreur ***Pr. Rokbi Mansour*** *pour avoir proposé et dirigé mes travaux de recherche. Ses compétences et ses bonnes directives m'ont aidé à achever ce thèse de doctorat. Merci aussi pour son attention et ses exigences pendent la période de rédaction du mémoire.*

Je remercie ***Mr. Djerad abdelkader*** *d'avoir accepté de présider le Jury de la soutenance, qu'il soit assuré de ma profonde reconnaissance.*

Je tiens également à remercier ***Mr. RAOUACHE Elhadj*** *et* ***khaldi abdelghani*** *de l'université Mohamed El Bachir El Ibrahimi de Bordj Bou Arreridj et* ***Mr. MAKRI Hocine*** *de l'université de M'Sila , qui ont bien accepté la lourde tâche d'examiner ce travail doctoral.*

Je remercie infiniment le Professeur ***Chouder Aissa*** *pour les conseils qui m'ont été donnés et l'aide morale et scientifique de cette plateforme. Je vous remercie infiniment.*

Je remercie également le professeur ***Salah Amroune*** *pour toute l'aide qu'il m'a apportée.*

Je remercie vivement les laboratoires de ***faculté de technologie*** *et laboratoire de* ***faculté des science,*** *Je suis très reconnaissant au staff du Centre de Recherche en Technologie Industrielle (-* ***CRTI****- cheraga) de m'avoir aidé dans mon travail de la thèse, Sans oublier mes sincères remerciements au Centre de Recherche de l'Université de Sétif.*

Je suis très reconnaissant à ***Mekideche Salih*** *pour son soutien et ses encouragements dans mon parcours de recherche.*

Je tiens également à remercier tous ceux qui ont participé de près ou de loin, que ce soit par des conseils ou pour remonter le moral. Je tiens à vous dire que je vous offre tous mes remerciements, mon respect et ma reconnaissance.

Table des matières

Les figures..... ii
Les tableaux..... vi
Introduction générale……..... 02

Chapitre I
Généralité sur les fibres végétales et Matériaux composites

I.1.Développement et application des fibres végétales
I.1.1.Introduction……..... 05
I.1.2.Présentation des fibres végétales……..... 05
I.1.3.L'histoire des fibres végétales……..... 06
I.1.4.Classification des fibres végétales……..... 07
I.1.5.Type de fibres végétale……..... 07
I.1.5.1. Les fibres végétales ……..... 08
I.1.5.2. Les fibres animales ……..... 10
I.1.5.3. Les fibres minérales ……..... 11
I.1.6.Composition chimique des fibres végétales……..... 12
I.1.6.1. Cellulose ……..... 12
I.1.6.2. Hémicelluloses..... 15
I.1.6.3. Pectines..... 16
I.1.6.4. Lignine..... 17
I.1.6.5. Extractibles..... 18
I.1.7.Structure d'une fibre végétale..... 18
I.1.8.Méthodes d'extraction des fibres..... 22
I.1.8.1.Extraction mécanique..... 22
I.1.8.2. Extraction chimique..... 26
I.1.8.3. Extraction biologique..... 29
I.1.9.Propriétés physiques des fibres végétales..... 32
I.1.9.1. Dimension des fibres : diamètre et longueur..... 32
I.1.9.2. Taux de reprise des fibres végétales..... 33
I.1.9.3. Densité..... 34
I.1.9.4.Morphologie des fibres végétales..... 35
I.1.9.5. Microstructure des fibres..... 35
I.1.9.6. Comportement thermique..... 37
I.1.10.Propriétés mécaniques des fibres végétales..... 37
I .2.Fibres végétales et composites
I .2.1.Introduction..... 38
I .2. 2.Généralités sur les résines..... 38
I.2.2.1.Les thermoplastiques 39
I .2.2.2.Les thermodurcissables 41

I. 2. 3.Adhésion fibre/matrice..... 42
I .2.5.Domaines d'applications des fibres naturelles..... 44
I .2.5.1. Artisanal..... 44
I .2.5.2. Transport..... 45
I .2.5.3. Sports et Loisirs..... 46
I. 2.5.4. Produits de consommation courante..... 47
I .2.6.Avantages et inconvénients..... 47
I .Conclusions..... 49

Chapitre II

Renfort tissés et composites

II.1.Introduction..... 51
II.2.Structure des tissus..... 51
II.2.1. les unidirectionnelles..... 51
II .2.2. Les bidimensionnels 52
II .2.2.1.Les tissés 52
II .2. 2.2. Les tricotés 53
II .2. 2.3.Les tressés..... 54
II .2.3.Les tridimensionnels..... 54
II .2.3.1. Les cousus..... 55
II .2.3.2.Les tissés..... 55
II .2.3.3. Les tricotés et les tressés..... 56
II.3. Structures tissées bidirectionnelles..... 57
II.4. Approche multi-échelle des structures fibreuses tissées..... 57
II.4.1. Approche microscopique (Echelle fibre)..... 58
II.4.2. Approche mésoscopique (Echelle fil)..... 59
II.4.3. Approche macroscopique (Echelle tissu)..... 59
II.5. Influence du procède de fabrication sur la performance des fils..... 60
II.6.Modes et mécanismes de déformation des renforts tissés..... 60
II .6. 1.Non glissement entre chaîne et trame..... 60
II .6. 2.Elongation dans la direction des mèches..... 61
II .6. 3.Déformation de cisaillement dans le plan..... 62
II .6. 4.Compaction transverse..... 63
II .6. 5.Flexion..... 63
II .6. 6.Importance des phénomènes mésoscopiques..... 64
II.7.Conclusions..... 65

Chapitre III

Matériaux et méthodes expérimentales

III .1. Introduction..... 67
III .2. Nouvelle fibre
III .2.1. Matériel végétal..... 67

III .2.2. Extraction des fibres……..... 67
III .2.3. Méthodes de caractérisation……..... 68
III .2.3.1. Etude de anatomique……..... 68
III .2.3.2. Mesure de densité……..... 69
III .2.3.3. Analyse ATR-FTIR..... 69
III .2.3.4. ATG..... 70
III .2.3.5. DRX..... 70
III .2.3.6. Essai de traction..... 71
III .2.3.7. Test d'adhésion microgouttelettes..... 71
III .2.3.8. SEM..... 72
III .3. Méthode de tissage
III .3.1. Définition du processus de tissage..... 72
III .3.2. dispositif de tissage..... 73
III .3.3. méthode d'obtention du tissus..... 78
III .4. Elaboration des matériaux composites
III .4.1. Les matériau utilisé..... 80
III .4.1.1. le renfort..... 80
III .4.1.2. la matrice (résine époxy)..... 80
III .4.2. Elaboration des bio-composites..... 81
III .4.2.1. Procédé de tissage des structures tissées bidirectionnelles 2D..... 81
III .4.2.2.Procédé d'élaboration(moule contre moule)..... 82
III .4.2.3. Préparation des échantillons..... 83
III .4.3. Machine d'essai mécanique..... 85
III .4.3.1. Essai de traction statique sur les bio-composites..... 86
III .4.3.2. Essai de flexion trois points sur les bio-composites..... 88
III .5. Conclusion..... 90

CHAPITRE IV

Résultats et discussions

IV.1. Caractérisation de nouvelle fibre
IV.1.1. Etude de anatomique……..... 92
IV.1.2. Mesure de densité……..... 93
IV.1.3. Analyse ATR–FTIR……..... 94
IV.1.4. ATG……..... 96
IV.1.5. DRX……..... 98
IV.1.6. Essai de traction……..... 100
IV.1.7. Statistiques WEIBULL……..... 102
IV.1.8. Test d'adhésion microgouttelettes ……..... 104
IV.1.9. SEM……..... 105
IV.2. Caractérisation mécanique de bio composites
IV.2.1. Caractérisation mécanique en traction de la résine époxy……..... 108
IV.2.2. Caractérisation mécanique en traction des bio-composites……..... 104
IV.2.3. Essai de flexion 3-points de la résine époxy..... 114

IV.2.4. Essai de flexion 3-points des bio-composites..... 115
IV.3. Conclusions..... 121
Conclusions générale..... 123
Bibliographie..... 125
Résumé..... 133

Liste des figures

Chapitre I

Figure. I.1. Représentation schématique de la paroi cellulaire..... 06
Figure. I.2. Types de fibres disponibles..... 08
Figure. I.3. Exemples de fibres végétales..... 09
Figure. I.4. Classification des fibres végétales selon l'origine..... 10
Figure. I.5. Illustrations de quelques fibres animales..... 11
Figure. I.6. Fibres minérales artificielle (Amiante)..... 11
Figure. I.7. Représentation schématique d'une fibre de bois..... 12
Figure. I.8. Représentation de la chaîne de cellulose..... 13
Figure. I.9. Liaisons hydrogène O - H-3' intramoléculaires..... 13
Figure. I.10. Liaison hydrogène inter et intramoléculaires au sein de la fibre de cellulose.... 14
Figure. I.11. Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre cellulosique..... 14
Figure. I.12. Représentation schématique de l'alternance des zones cristallines et désorganisées le long d'une micro-fibrille..... 15
Figure. I.13. Principaux glucides constituant les hémicelluloses..... 16
Figure. I.14. . structure de la pectine..... 17
Figure. I.15. Motifs élémentaires de la lignine..... 17
Figure. I.16. Représentation multi-échelle des coupes transversales des fibres de lin..... 19
Figure. I.17. Organisation en réseau des composés botaniques formant la paroi cellulaire.... 20
Figure. I.18. Angle micro-fibrillaire θ formé entre l'axe longitudinal de la fibre et les micro-fibrilles de cellulose..... 21
Figure. I.19. Ecang pour teillage manuel / cylindres cannelées pour teillage mécanique..... 23
Figure. I.20. Ligne automatique d'extraction de fibres végétales et son système de grattage développée par la société ATB..... 24
Figure. I.21. Machine de laminage manuel..... 24
Figure. I.22. Schéma général d'une installation de Steam explosion..... 25
Figure. I.23. Procédé Kraft actuel..... 27
Figure. I.24. Extraction par procédé à la soude..... 28
Figure. I.25. Extraction par Procédé au sulfate neutre de sodium..... 29
Figure. I.26. Rouissage du lin..... 30
Figure. I.27. Rouissage à l'eau de tiges de jute..... 31
Figure. I.28. Extraction enzymatiques..... 32

Figure. I.29. Ancrage mécanique d'un adhésif sur un substrat..... 43
Figure. I.30. Mouillabilité et angle de contact solide-liquide..... 43
Figure. I.31. Enchevêtrement moléculaire..... 43
Figure. I.32. Réaction chimique entre les groupes A sur une surface et les groupes B sur l'autre surface..... 44
Figure. I.33. Quelque utilisation artisanale..... 44
Figure. I.34. Matériaux chaux-chanvre dans le bâtiment..... 45
Figure. I.35. Intérieur de portière Mercedes à base de fibres de chanvre..... 46
Figure. I.36. Intérieur de l'Airbus A380..... 46
Figure. I.37. produits de sports à base des fibres naturelles..... 47
Figure. I.38. produits quotidiens en fibres naturelles..... 47

Chapitre II

Figure. II.1. Structure Fibreuse Unidirectionnelle..... 52
Figure. II.2. Les grandes familles de tissés 2D..... 53
Figure. II.3. Quelques types de tricotés 2D..... 53
Figure. II.4. Les grandes catégories de tressés 2D..... 54
Figure. II.5. Multicouche unidirectionnel cousu..... 55
Figure. II.6. Différents types de « tissage angle Interlock »..... 56
Figure. II.7. Un exemple de motif du « tissage orthogonal »..... 56
Figure. II.8. Tricoté 3D (a) et Tressé 3D (b)..... 56
Figure. II.9. Armures fondamentales des structures tissées 2D..... 57
Figure. II.10. Les trois échelles caractéristiques de l'étude des renforts tissés..... 58
Figure. II.11. Non glissement entre réseaux de chaîne et trame, illustration par un réseau de courbes initialement droites et continues..... 61
Figure. II.12. Mécanique et comportement en traction bi-axiale..... 62
Figure. II.13. Mécanismes et comportement en cisaillement..... 63

Chapitre III

Figure. III.1. *Centaurea Melitensis* :(a)plantes, (b)tige, (c):fibres extraites..... 68
Figure. III.2. Micro goutte d'époxy sur fibre CM individuelle..... 72
Figure. III.3. Dispositif de tissage..... 73

Figure. III.4. Cadre de base..... 74
Figure. III.5. Cadre de support pour le mécanisme de tissage..... 74
Figure. III.6. Peigne..... 75
Figure. III.7. Fibre stabilisatrice..... 75
Figure. III.8. Faire pivoter l'axe..... 76
Figure. III.9. Outil de rotation..... 76
Figure. III.10. Elément de rouleau..... 77
Figure. III.11. Composants de transmission..... 77
Figure. III.12. Cadre de tissage..... 78
Figure. III.13. Les étapes de la formation des tissus..... 79
Figure. III.14. Tissus de fibre..... 82
Figure. III.15. Les étapes d'obtention d'une plaque composite..... 83
Figure. III.16. Tronçonneuse à disque en diamant utilisée pour la découpe des plaques stratifiées..... 84
Figure. III.17. Types des éprouvettes obtenus..... 85
Figure. III.18. Machine universelle de type ***ZWICK ROELLE 2.5***..... 86
Figure. III.19. Éprouvette de traction ASTM D638..... 86
Figure. III.20. Essai de traction sur les bio composites..... 87
Figure. III.21. Éprouvette de flexion ASTM D790..... 88
Figure. III.22. Essai de flexion 3-points sur les bio composites..... 88

Chapitre IV

Figure. IV.1. Vue microscopique de la plante CM..... 93
Figure. IV.2. Spectre FTIR des fibres CM..... 95
Figure. IV.3. Courbes ATG/DTG des fibres CM..... 98
Figure. IV.4. Spectres de rayons X des fibres CM 99
Figure. IV.5. Courbe typique de contrainte de traction-déformation pour les fibres CM..... 101
Figure. IV.6. Module de Young et résistance à la traction en fonction du diamètre de la fibre..... 101
Figure. IV.7. Distribution de Weibull pour la résistance à la traction, le module de Young et la déformation à la rupture des fibres CM 103
Figure. IV.8. Courbe force-déplacement pour le décollement des gouttelettes..... 104
Figure. IV.9. Micrographies SEM de fibres CM..... 106

Figure. IV.10. Courbe contrainte-déformation de la résine époxy, sollicitée en traction..... 107
Figure. IV.11. Courbe contrainte/déformation des composites Alfa No Traité..... 108
Figure. IV.12. Courbe contrainte/déformation des composites Alfa Traité NAOH..... 109
Figure. IV.13. Courbe contrainte/déformation des composites Alfa Traité P+NAOH..... 109
Figure. IV.14. Courbe contrainte/déformation des composites Jute..... 110
Figure. IV.15. Comparaison des courbes types contrainte-déformation des différents composites avec la résine seule..... 111
Figure. IV.16. Evolution des contraintes à la rupture en traction des bio-composites..... 112
Figure. IV.17. Evolution du module d'Young de traction des bio-composites..... 113
Figure. IV.18. Courbes contrainte-déformation de la résine en flexion 3-points..... 114
Figure. IV.19. Courbes contrainte-déformation des composites Alfa No Traité en flexion 3-points..... 115
Figure. IV.20. Courbes contrainte-déformation des composites Alfa Traité NAOH en flexion 3-points..... 116
Figure. IV.21. Courbes contrainte-déformation des composites Alfa Traité P+NAOH en flexion 3-points..... 116
Figure. IV.22. Courbes contrainte-déformation des composites Jute en flexion 3-points..... 117
Figure. IV.23. Comparaison des courbes types contrainte-déformation en flexion 3-points des différents composites avec la résine seule..... 118
Figure. IV.24. Evolution des contraintes à la rupture en flexion des bio-composites..... 119
Figure. IV.25. Evolution du module de flexion des bio-composites..... 120

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau. I.1. Teneur moyenne des trois principaux constituants de fibres végétales..... 09
Tableau. I.2. Composition chimique de quelques plantes à fibres..... 18
Tableau. I.3. propriétés de finesse de quelques fibres naturelles ultimes..... 32
Tableau. I.4. Taux de reprise de différentes fibres végétales..... 33
Tableau. I.5. Densité des fibres végétales..... 35
Tableau. I.6. Cristallinité de quelques fibres naturelles..... 36
Tableau. I.7. propriétés mécaniques de quelques fibres végétales..... 37
Tableau. I.8. Principaux secteurs d'application des polymères..... 39
Tableau. I.9. Caractéristiques des thermoplastiques les plus communs..... 41
Tableau. I.10. Caractéristiques des thermodurcissables les plus courants..... 42
Tableau. I.11. Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales..... 48

Chapitre III

Tableau. III.1. Contextures des tissus..... 82

Chapitre IV

Tableau. IV.1. Comparaison de certaines propriétés physiques des fibres CM à d'autres fibres naturelles..... 94
Tableau. IV.2. Identification des pics des spectres ATR-FTIR des fibres CM..... 96
Tableau. IV.3. La température de dégradation et stabilité thermique de la fibre CM par rapport aux autres types de fibres naturelles..... 97
Tableau. IV.4. Comparaison des paramètres cristallins de XRD de fibres CM..... 99
Tableau. IV.5. Propriétés mécaniques de la fibre CM par rapport aux autres fibres naturelles à base de cellulose..... 102
Tableau. IV.6. Comparaison des résultats de contrainte de cisaillement IFSS pour les fibres CM avec d'autres fibres..... 105
Tableau. IV.7. Propriétés mécaniques des essais de traction des bio composites..... 110
Tableau. IV.8. Propriétés mécaniques des essais de flexion 3-points des bio composites... 117

Introduction Générale

Les matériaux composites naturels, tels que l'os ou le bois, sont utilisés dans les bâtiments composites depuis des milliers d'années, mais l'industrialisation des matériaux composites synthétiques n'a commencé qu'au XXe siècle [1]. En particulier dans les secteurs de l'automobile et de l'aérospatiale, les matériaux composites ont le potentiel de remplacer les matériaux métalliques en ajoutant 60 à 80 % de poids en plus pour un niveau donné de performances mécaniques et thermiques [2], [3].

Les caractéristiques mécaniques du renfort ont un impact important sur les performances mécaniques des matériaux composites. Il existe plusieurs sortes de renforts (tissés, tricotés, non tissés, etc.). Les secteurs de l'aérospatiale et de l'automobile utilisent plus fréquemment des renforts tissés plutôt que tout autre type d'architecture. la taille du renfort tissé est choisie en fonction des performances recherchées [1]. Les préformes des tissu tissé bidirectionnel sont conçues pour répartir les charges dans les deux sens du plan. En revanche, l'industrie aéronautique utilise des préformes tissées tri-directionnelles (avec des renforts dans l'épaisseur) pour apporter une résistance au délaminage [4]. une approche multi-échelle est nécessaire pour appréhender le comportement des renforts tissés de la fibre en passant par le fil jusqu'à la structure finie [5].

Traditionnellement, les combustibles fossiles sont utilisés dans la création des matériaux composites renforcés par tissage. Les effets négatifs de ces matériaux conventionnels sur l'environnement ont encouragé l'exploitation des ressources naturelles pour la création de matériaux composites respectueux de l'environnement. En conséquence, l'utilisation des techniques du développement durable dans l'activité des matériaux composites a été encouragée par les nouvelles lois industrielles [6]. L'une des meilleures options matérielles pour remplacer les fibres synthétiques utilisées comme renfort fibreux dans les matériaux composites semble être les fibres issues de ressources naturelles.

Les fibres naturelles se présentent dans une grande diversité et sont largement disponibles, permettant une utilisation décente de ces ressources. En Afrique du Nord, les ressources naturelles sont fréquemment utilisées dans la médecine traditionnelle et l'artisanat plutôt que dans le secteur des matériaux composites. Le problème du développement durable domine actuellement les politiques sectorielles du plan de croissance, ce qui a accru la pression pour investir dans des technologies à faible coût, à faible consommation de matières premières et peu polluantes. Cela est devenu l'un des principaux obstacles au soutien de nouveaux processus de croissance économique et à l'adaptation de la structure socio-économique aux changements en cours. Pour que l'économie s'intègre dans l'économie mondiale, qui est de

plus en plus axée sur une économie de la connaissance en tant que capital intellectuel, de nouveaux biens et techniques de production industrielle doivent être développés [7].

Le manuscrit est divisé en quatre chapitres. Le premier chapitre porte sur les derniers développements dans la conception et la fabrication des matériaux composites à base de fibres naturelles, en décrivant les différentes étapes de la récolte à l'exploitation. Ensuite, le processus de conversion de les plantes naturelle en fibres par extraction. Puis, les différentes formes de renforts tissés à base de fibres sont introduits avec un accent sur les renforts tissés 2D. Après cette présentation des renforts l'analyse du comportement des renforts a été abordée. Ensuite, l'effet du procédé de fabrication sur les performances des fibres au sein des renforts tissés est décrit à travers leurs propriétés mécaniques. Enfin, les procédés de fabrication des matériaux composites sont présentés, ainsi que les méthodes de caractérisation et les domaines d'application.

Le deuxième chapitre s'attache à étudier les avantages des composites tissés de plusieurs manières différentes, ainsi que par mécanismes spécifiques de comportement et de déformation des renforts tissés, et vise à élucider les apports et les limites d'une telle approche qui consiste à lier un modèle de comportement non linéaire à un critère de rupture fragile pour évaluer la structure composite tissée.

Le troisième chapitre est consacré à la mise en œuvre et à la caractérisation de structures tissées bidirectionnelles à base de fibres naturelles. Des structures conçues pour des structures tissées bidirectionnelles sont présentées, ainsi que les différentes étapes du processus de tissage. Ensuite, les différentes propriétés histologiques et mécaniques des plis tissés bidirectionnels 2D sont déterminées de l'étape de conception à la fabrication jusqu'à la caractérisation des structures tissées. La même approche utilisée dans l'analyse des structures de fibres tissées bidirectionnelles 2D a été appliquée.

Le quatrième chapitre traite de la mise en œuvre de matériaux composites renforcés à structures tissées bidimensionnelles à base de fibres naturelles. La mise en œuvre de matériaux composites à base de structures tissées bidimensionnelles bidirectionnelles est présentée en décrivant le procédé de fabrication. Ensuite, les propriétés mécaniques des matériaux composites produits sont analysées et les résultats obtenus par des expériences sont analysés, qui sont la résistance à la traction et la rupture par flexion.

Chapitre I

Généralité sur les fibres végétales et les matériaux composites

I.1.Développement et application des fibres végétales

I.1.1. Introduction

Depuis l'Antiquité, l'homme a créé des matériaux composites en combinant des matériaux de compositions différentes pour produire des matériaux aux qualités spécifiques.

De nombreux matériaux naturels lui ont fourni des modèles, tels que les osselets durs mais légers constitués de fibres de collagène noyées dans une matrice minérale d'apatite solide et cassante, ou le bois tendre mais durable constitué de fibres de cellulose noyées dans de l'hémicellulose et de la lignine [1, 2].

En raison des caractéristiques mécaniques souvent liées à la faible densité et à la famille des matériaux composites fibreux, apparus dans les années 1940, ils n'ont cessé de progresser. Leur excellent rapport prix/performance leur a donné accès à un très large éventail d'applications dans une variété de domaines, y compris les industries de l'aérospatiale, de l'automobile, de la marine, des chemins de fer, du bâtiment, du meuble et de la décoration[3].

Même si l'avancement des composites est salué comme prometteur, certains obstacles doivent encore être résolus, tels que ceux liés à l'environnement, à la santé et à la sécurité.

À la fin de leur vie utile, la récupération des matériaux composites typiques avec leur renfort en fibre de verre, en aramide ou en carbone présente un défi important. L'utilisation de fibres naturelles aide à surmonter parce que sont biodégradables et fabriqués à partir de ressources renouvelables. La peau et les voies respiratoires de ceux qui les manipulent sont moins irritées. Les fibres naturelles sont également moins denses que les fibres constituées de minéraux[4, 5].

Le faible coût et les hautes qualités mécaniques spécifiques (résistance et rigidité) des fibres végétales sont des avantages cruciaux. Au lieu de cela, leur capacité à absorber beaucoup d'eau et leur tolérance aux basses températures ont tendance à être utiles [6].

I.1.2. Présentation des fibres végétales

Qu'il s'agisse de feuillus ou de résineux, les fibres lignocellulosiques en sont majoritairement issues et employées dans l'industrie. De plus, ils peuvent provenir de nombreuses plantes, telles que le lin ou le chanvre. L'origine de la composition botanique des fibres comme le milieu de culture, le climat, l'âge détermine leurs propriétés. Ainsi, une espèce peut être préférée à une autre en fonction des qualités requises [7].

La lamelle intermédiaire, qui garantit la cohésion cellulaire et confère à la fibre sa rigidité, entoure les fibres lignocellulosiques d'un point de vue cellulaire (figure I.1). La paroi

secondaire, beaucoup plus dense et plus durable, se distingue alors de la paroi principale relativement fine. Le mur secondaire comporte trois couches, SI, S2 et S3, qui y sont divisées. Des micro-fibrilles de cellulose disposées parallèlement et dispersées en hélices constituent l'essentiel de sa structure. La paroi de chaque cellule est principalement constituée de pectines, de lignine, de cellulose et d'hémicelluloses. La pectine et les hémicelluloses constituent le lien interstitiel entre les fibres individuelles. Selon l'étendue du développement de la fibre, les molécules de cellulose se regroupent pour former des faisceaux de micro-fibrilles, où les molécules forment des ponts d'hydrogène entre elles et produisent une structure ordonnée ou dissipative [8]. La résistance de la fibre à la traction et à l'écrasement sera assurée par les couches S1, S2 et S3. La lumière, également connue sous le nom de cavité centrale de la fibre, est l'endroit où la sève peut circuler.

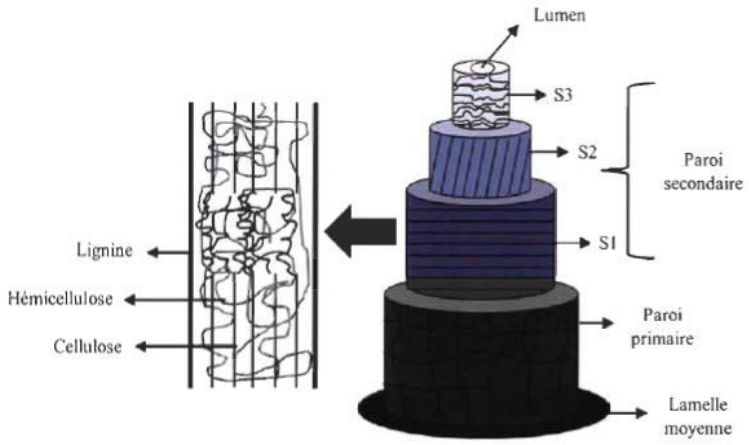

Figure. I.1. Représentation schématique de la paroi cellulaire[9].

I.1.3. L'histoire des fibres végétales

Les fibres synthétiques et végétales coexistent depuis longtemps, chacune pour ses bienfaits uniques. Le développement des fibres synthétiques a commencé au 20ème siècle ; les Allemands ont introduit le chlorure de polyvinyle en 1934 et les Américains ont introduit le nylon un an plus tard. Les fibres végétales ont commencé à remplacer progressivement les fibres synthétiques du fait de la hausse du prix de "l'or noir", notamment à la lumière des considérations récentes portées sur d'autres préoccupations, notamment la préservation de l'environnement et les restrictions de recyclage. Aujourd'hui, les fibres végétales sont largement utilisées dans une variété d'industries, y compris la construction, le textile et l'automobile [10].

I.1.4. Classification des fibres végétales

Les facteurs suivants peuvent être utilisés pour différencier les fibres :

- Les fibres végétales peuvent être divisées en fibres de tige (Kénaf, jute, lin et ramie) et en fibres de feuille en fonction de la partie de la plante dont elles proviennent (Sisal, abace, paille d'herbe) [1].
- On peut identifier les fibres ligneuses (dures et rigides issues de matières ligneuses comme le bois, les déchets de l'industrie du bois et les fibres non ligneuses) en fonction de leur teneur en holo-cellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine (molle, souple, issue de végétaux non ligneux souvent annuelle relativement moins riche en lignine comme le kénaf, le chanvre, le sisal, le jute et le lin) [11].
- Les fibres végétales peuvent être divisées en deux types en fonction de leur longueur : les fibres longues, appelées fibres libériennes, provenant des tiges des plantes annuelles, et l'écorce de la tige. Elles sont molles, mais les fibres longues des feuilles ou des troncs d'arbres, riches en lignine, sont plus dures et plus rigides. ainsi que des petites fibres ou câbles reliés aux fibres longues [1].

I.1.5. Type de fibres végétale

Les fibres naturelles sont souvent divisées en trois groupes en fonction de leurs sources : animale, végétale et minérale. Les fibres végétales, majoritairement constituées de cellulose, offrent de meilleures qualités mécaniques que les fibres issues d'animaux. Ces dernières, comme la soie et la laine, sont fréquemment utilisées dans l'industrie textile. Les fibres d'origine végétale peuvent être divisées en sous-familles en fonction de leur mode d'obtention : à partir de graines, de fruits, d'écorce, de feuilles, de bois, de tiges ou de canne [12]**.** La figure. I.2 présente les nombreuses variétés de fibres naturelles.

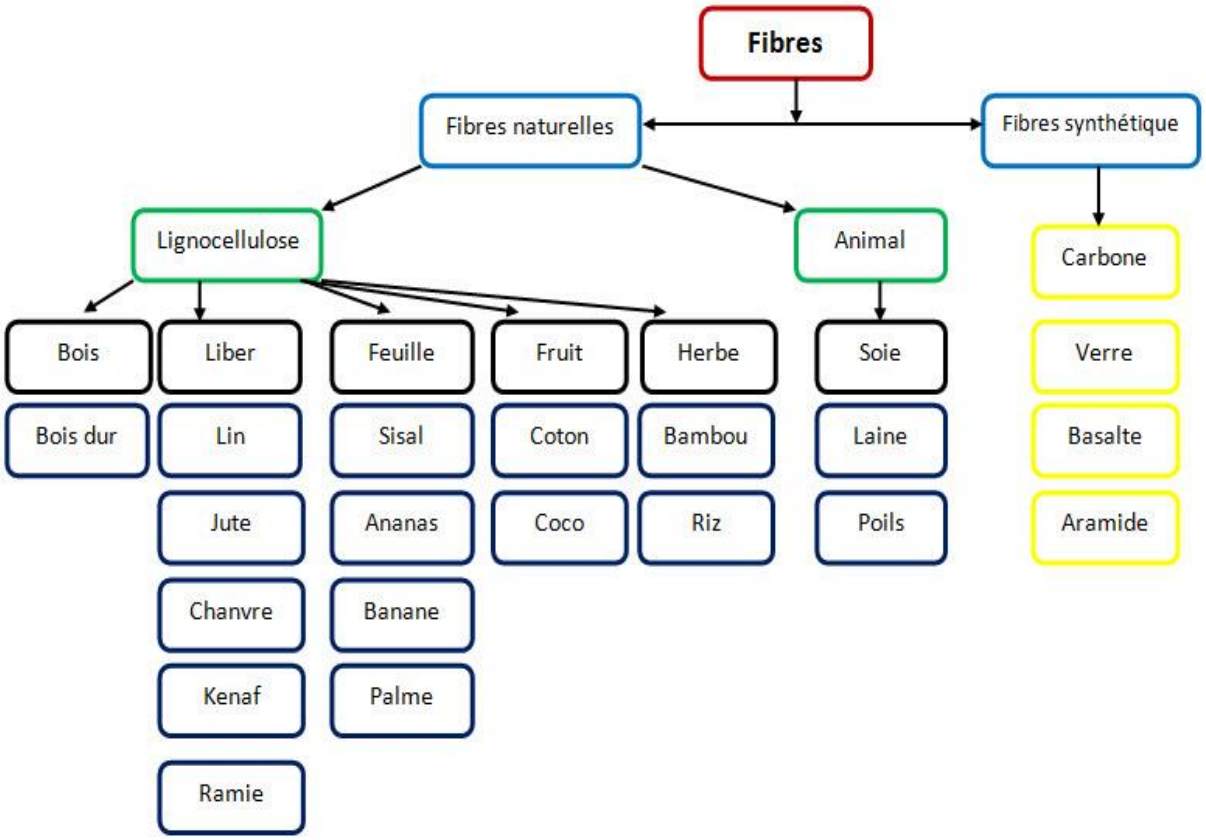

Figure. I.2. Types de fibres disponibles [12].

I.1.5.1. Les fibres végétales

La section suivante (Fibres végétales) se concentrera sur ce groupe de fibres et l'étudiera en profondeur.

Les fibres végétales sont dérivées de la biomasse et peuvent être extraites du fruit, de la tige ou de la feuille d'une plante. Ils sont principalement constitués de pectines, de lignines, de cellulose et d'hémicelluloses. Ils sont principalement utilisés pour leurs avantages inégalés, notamment leur faible densité, leur pouvoir isolant thermique, leurs qualités mécaniques, leur biodégradabilité et leurs avantages écologiques [13].

Le retour des industries aux fibres végétales en Europe au début du XXIe siècle est notable. La tendance se déplace vers ces types de fibres écologiques et utiles en raison de la sensibilisation croissante à l'environnement et du soutien gouvernemental et institutionnel aux investissements durables. Compte tenu de la rareté et du coût élevé des ressources pétrolières, ce rendement est d'autant plus crucial.

Figure. I.3. Exemples de fibres végétales : (a) Coton, (b) Lin, (c) Chanvre [14]**.**

Tableau. I.1. Teneur moyenne des trois principaux constituants de fibres végétales [15].

Fibres	%Cellulose	%Hémicelluloses	Lignine
Coton	92	6	-
Chanvre	76	11.5	3.2
Lin	71.2	18.6	2.2
Bois	50	24	26

Le composant principal des fibres végétales est la cellulose polymère semi-cristalline. La lignine est absente du coton, des quantités sont présentes dans le chanvre et le lin de 2 à 3 % et le bois de 26 %. La lignine est un polymère tridimensionnel amorphe. Le coton, le chanvre, le lin et le bois ont tous une concentration en hémicellulose plus élevée que les autres matériaux. Une catégorie importante de polysaccharides connus sous le nom d'hémicelluloses se trouve en association avec la cellulose dans les parois cellulaires végétales [15]**.**

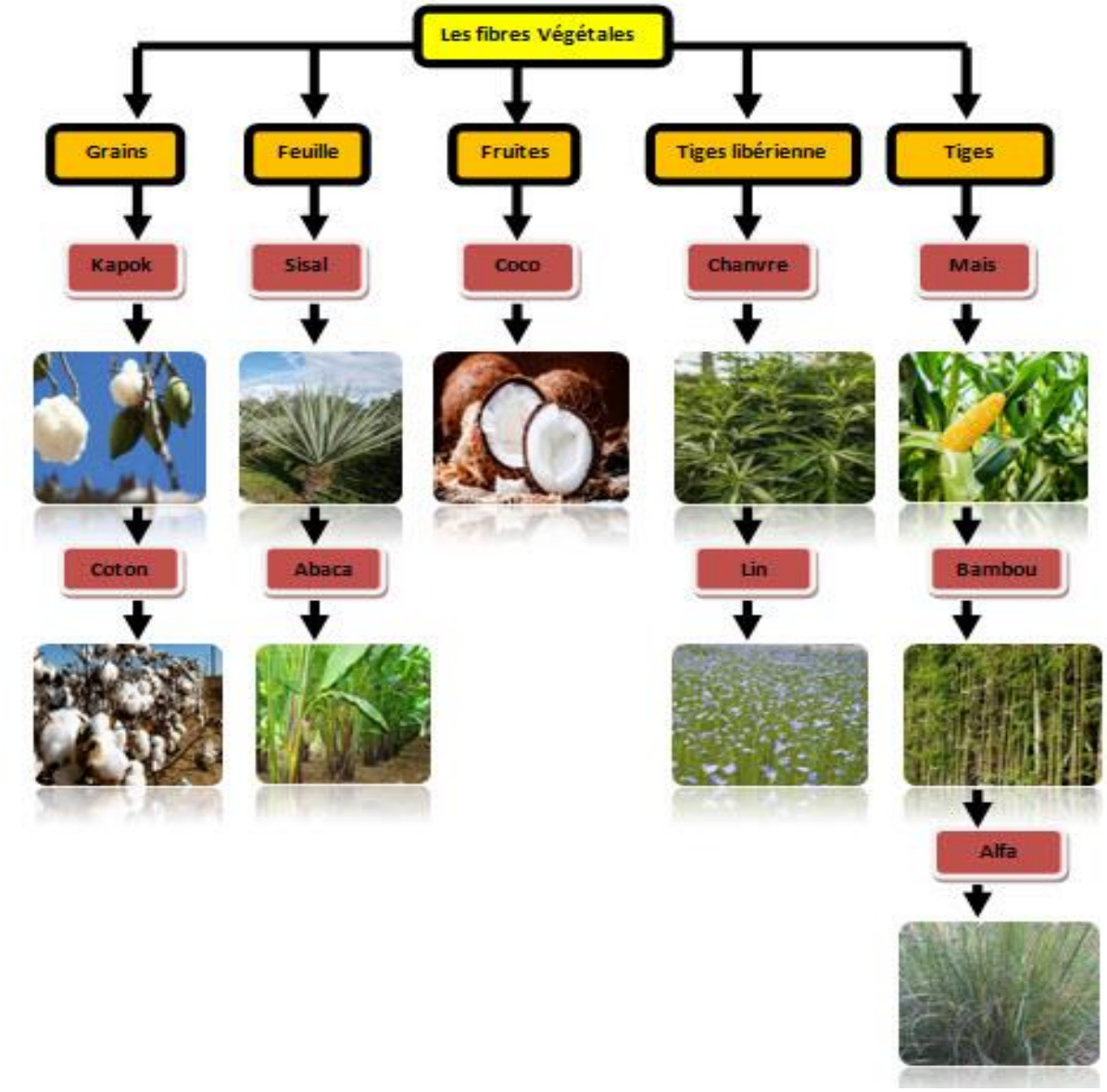

Figure. I.4. Classification des fibres végétales selon l'origine [16].

I.1.5.2. Les fibres animales

Du point de vue du tonnage, ces fibres ne représentent qu'un infime 2 % du marché mondial des fibres textiles, ce qui ne reflète pas avec précision leur importance économique plus large [17]. La fibre la plus importante et la plus largement utilisée est la laine, qui a une élasticité élevée (45%), un pouvoir absorbant élevé (16-18%) et de fortes propriétés d'isolation thermique [18]. Les fibres animales sont divisées en plusieurs catégories en fonction de leur provenance :

Poils: L'alpaga, l'angora, le chameau, le cachemire et la laine (obtenus en tondant les moutons) en sont des exemples.

Sécrétions: Soie sauvage, toiles d'araignées et soie (Bombyx Mori) Ces fibres sont fabriquées en nombre limité et sont plutôt chères.

Figure. I.5. Illustrations de quelques fibres animales, de gauche à droite: cocon de soie, fibres d'Angora [19].

I.1.5.3. Les fibres minérales

La seule fibre minérale naturelle est l'amiante. Les industriels l'ont remarqué en raison de sa capacité d'absorption et de sa résistance à la chaleur, au feu, aux agressions électriques et chimiques. Avant qu'il ne soit finalement restreint en raison des risques cancérigènes qu'il pose, il était utilisé pour les plaquettes de frein, comme garniture pour les chaudières ou les fours électriques, ou dans d'autres systèmes électriques (comme les plaques chauffantes) [17].

Figure. I.6. Fibres minérales artificielle (Amiante) [17].

I.1.6. Composition chimique des fibres végétales

Plusieurs macromolécules intimement liées les unes aux autres au sein de la paroi végétale constituent la biomasse des plantes.

Les substances les plus répandues sont la cellulose, l'hémicellulose, les pectines et les lignines, comme nous l'avons déjà observé. Ces nombreux composants sont organisés de manière très complexe.

la cellulose est contenue dans la fibre du bois (Figure. I.7). La lignine et l'hémicellulose constituent la majorité des parois extérieures de la fibre, tandis que les lamelles de jonction inter fibres sont pratiquement entièrement constituées de lignine. La complexité de la matrice est augmentée par un réseau supplémentaire de pectines (polymères de polysaccharides acides). Un autre mécanisme de renforcement du réseau polysaccharidique est un réseau secondaire de protéines HRGP (Hydroxyproline Rich Glyco Proteins) [20].

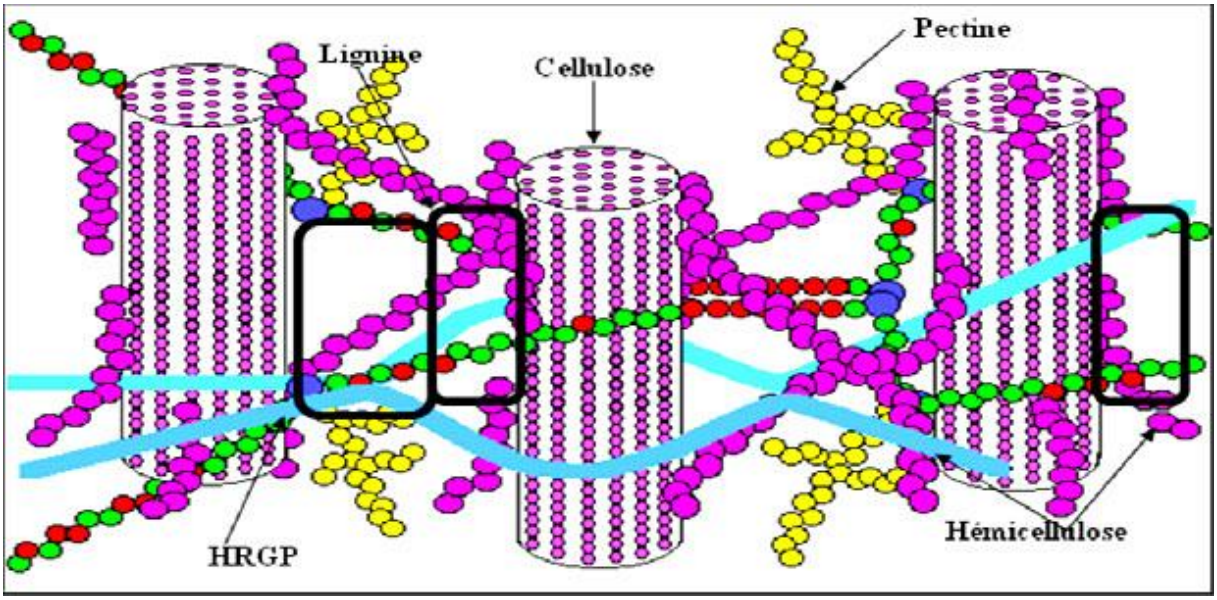

Figure. I.7. Représentation schématique d'une fibre de bois [21].

I.1.6.1. Cellulose

Le principal composant de la masse végétale est la cellulose. La fibre de coton contient ce polymère de glucose linéaire à l'état très pur (>90%). C'est aussi l'un des composants fondamentaux du bois, avec la lignine (50%) [22]**.** Comme indiqué par Willtatter et Zechmeister (1913), la formule moléculaire précise de cette macromolécule est (C6H10O5).

Les unités D-anhydrocopyranos sont reliées par des liaisons β 1-4 pour former la substance. Le cellobiose est l'unité répétitive (deux glucoses réunis). Les micro-fibrilles sont créées lorsque ces composants constitutifs s'unissent en faisceaux [23].

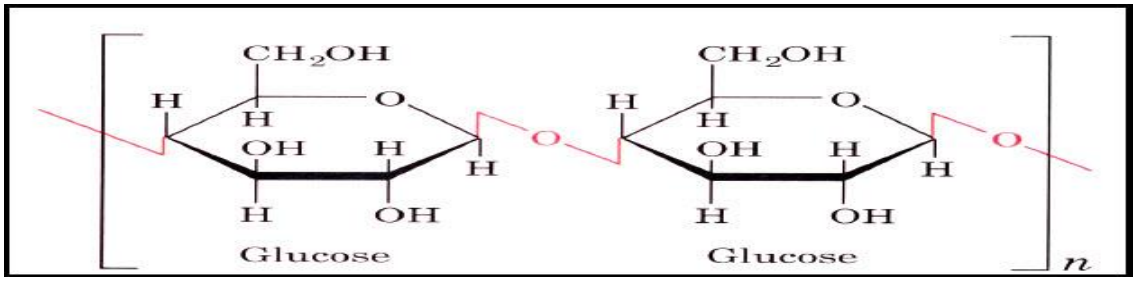

Figure. I.8. Représentation de la chaîne de cellulose [24].
n : degré de polymérisation.

Dans la cellulose naturelle, la quantité de liaisons D-glucopyranose (n), également appelée degré de polymérisation (DP), est inconnue. De plus, il est généralement rapporté comme une moyenne en raison de la grande dispersion de masse moléculaire trouvée dans la majorité des échantillons. Selon l'origine de la cellulose, cela varie considérablement; par exemple, l'algue valonia en a environ 26 500, le chanvre et le lin en ont environ 9 000 et l'épinette en a environ 8 000 [23, 25].

Deux motifs β-D-glucopyranosyle voisins ne sont pas sur le même plan moyen, d'après la diffraction des rayons X par des monocristaux de cellulose. En effet, l'oxygène hétérocyclique et l'hydrogène du groupe hydroxyle connecté au carbone 3 'ont des liaisons hydrogène intramoléculaires (Figure I.9) Par conséquent, la dimension de l'unité cellobiose est toujours de 10,3Å [20].

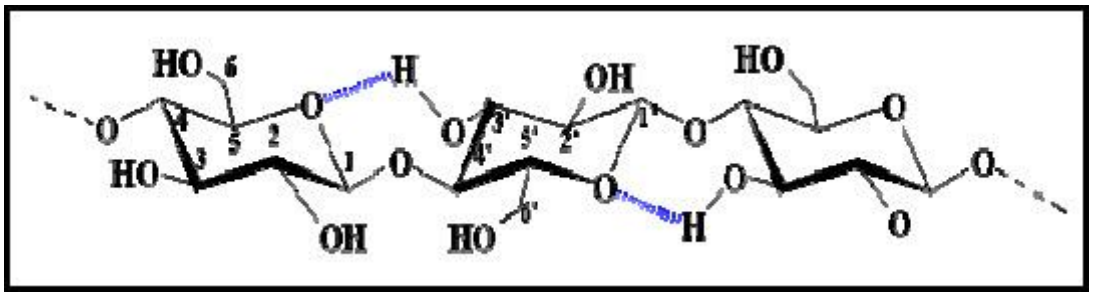

Figure. I.9. Liaisons hydrogène O - H-3' intramoléculaires [20].

Il existe plusieurs possibilités de liaisons hydrogène intermoléculaires car la chaîne comporte de nombreux groupes hydroxyle. D'autres liaisons hydrogène qui incluent des molécules d'eau et sont donc étroitement liées à la cellulose existent également. Avec toutes

ces restrictions, la cellulose se transforme en une molécule fibrillaire, partiellement cristalline [25].

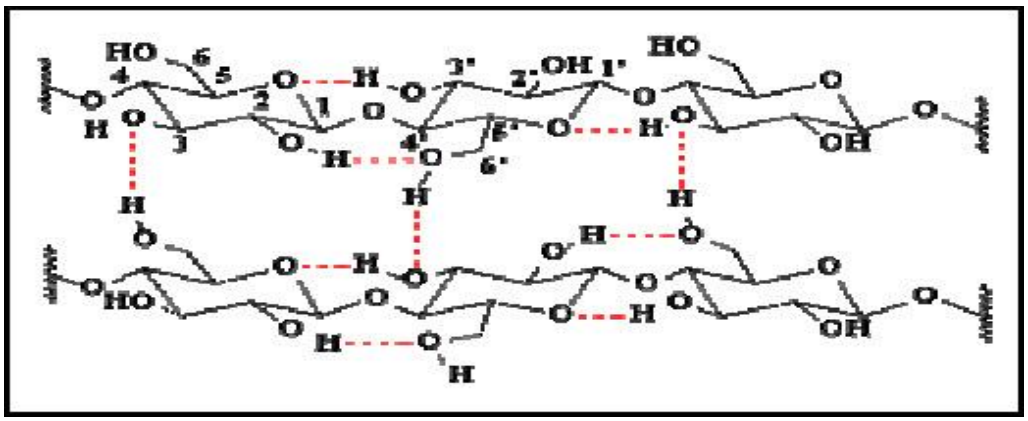

Figure. I.10. Liaison hydrogène inter et intramoléculaires au sein de la fibre de cellulose [25].

Les chaînes cellulosiques disposées de manière ordonnée parallèlement les unes aux autres forment des micro-fibrilles, un type de structure cristalline. Schématisation de l'ordre supramoléculaire et de la hiérarchie structurelle de la cellulose dans la Figure I.11 [23].

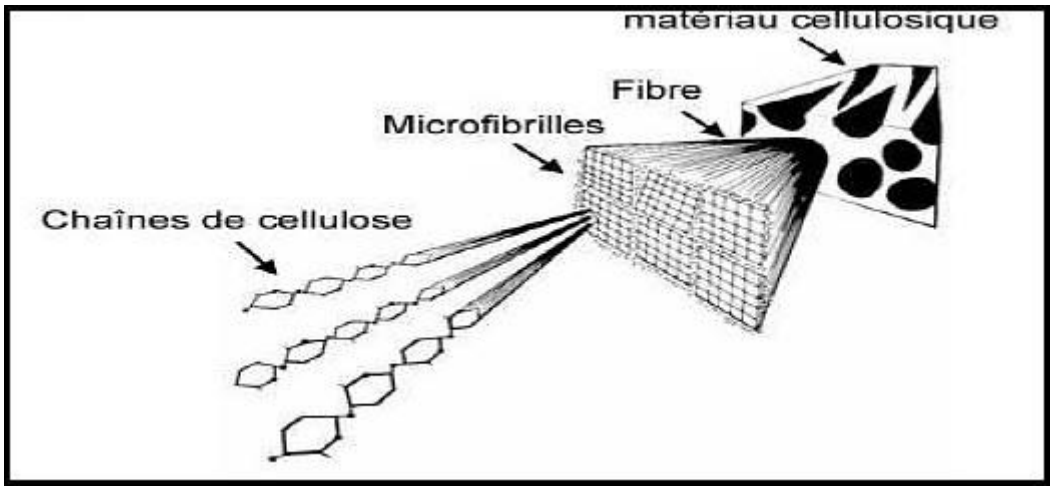

Figure. I.11. Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre cellulosique [23].

Puisqu'il n'y a que quelques défauts pour mille unités dans la cellulose pure, la structure moléculaire est pratiquement parfaitement régulière. Ces micro-fibrilles ont des centres très cristallins, mais les chaînes de surface, qui constituent les zones para-cristallines, ont une structure plus désordonnée. La phase amorphe de la cellulose est constituée de ces zones et des défauts de cristallinité qui se développent lors de la fabrication de la cellulose. De ce fait,

les micro-fibrilles de cellulose sont constituées de zones amorphes complètement chaotiques et de zones cristallines parfaitement organisées. (Figure I.12) [22, 24].

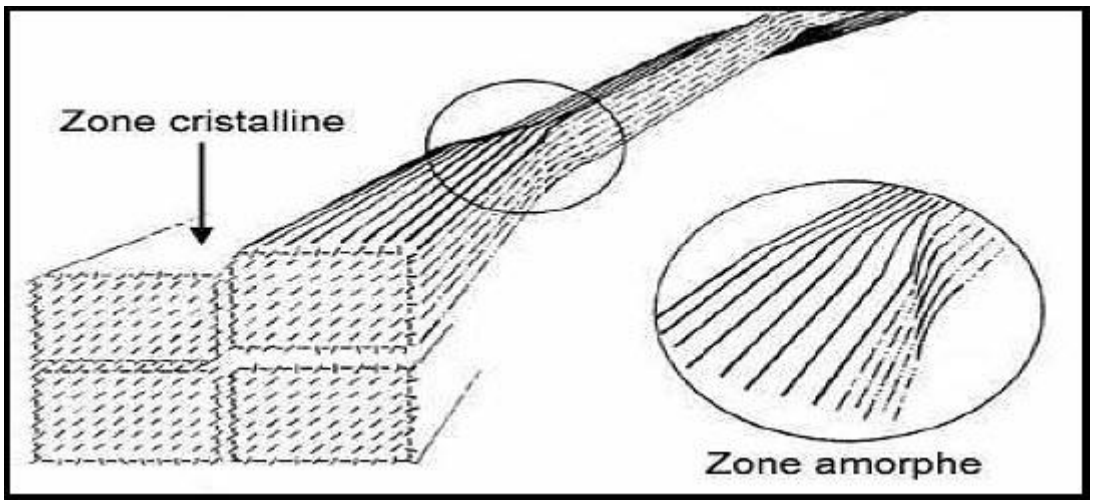

Figure. I.12. Représentation schématique de l'alternance des zones cristallines et désorganisées le long d'une micro-fibrille [23].

I.1.6.2. Hémicelluloses

Tout polysaccharide soluble dans l'eau et pouvant être éliminé des parois cellulaires des plantes à l'aide de solutions acides est appelé hémicellulose.

Une classe extrêmement diversifiée de polymères est celle des hémicelluloses (de nombreux monomères et de nombreuses branches différentes). En conséquence, ils sont assez vagues. Leur structure dans leurs états naturels est basée sur le type de plante. Entre 200 et 300 est leur degré de polymérisation. Les unités mono-saccharidiques les plus typiques des divers groupes d'hémicellulose sont présentées à la figure I.13. Ce sont des polysaccharides avec une chaîne principale linéaire composée respectivement de xylose, de mannose et de galactose [21, 26].

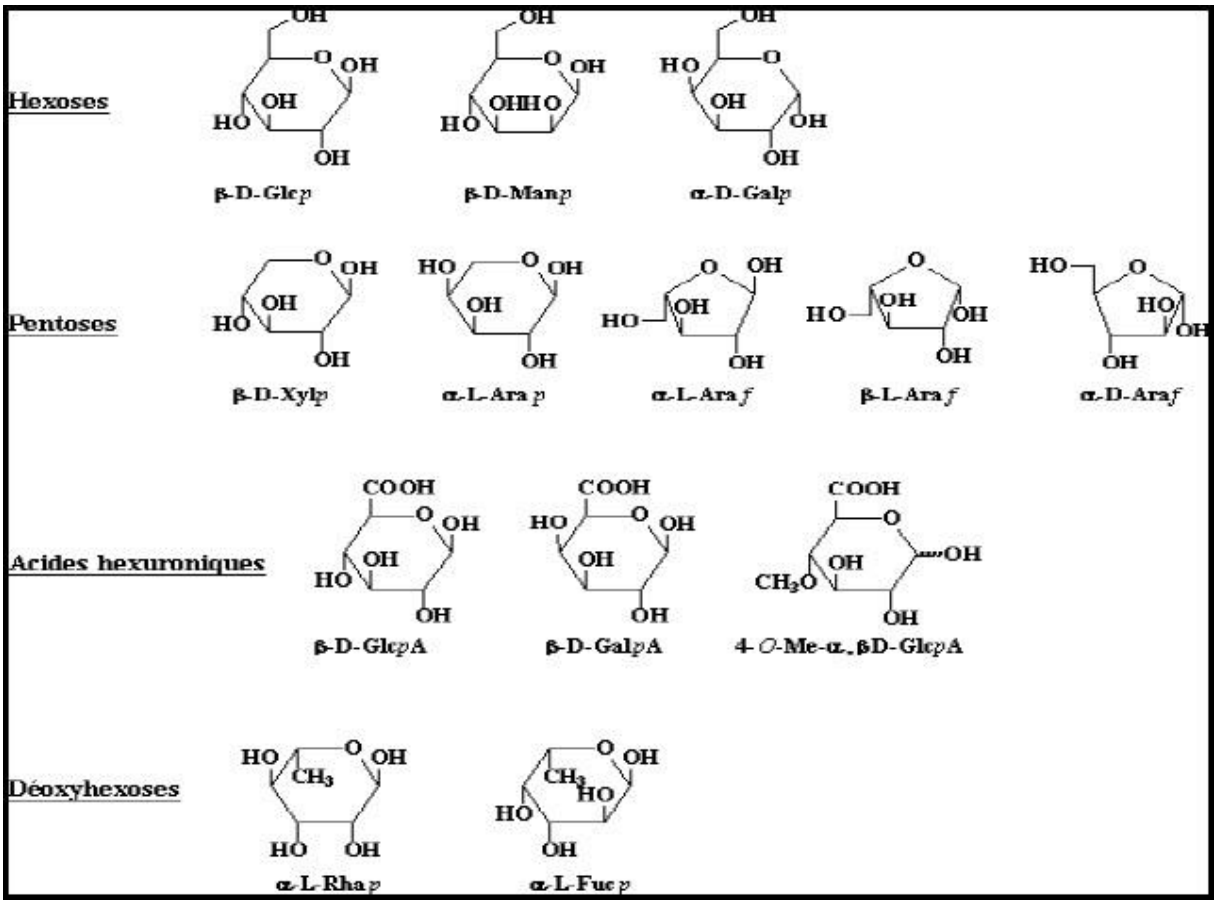

Figure. I.13. Principaux glucides constituant les hémicelluloses [26]**.**

I.1.6.3. Pectines

Les pectines sont indispensables à la conception du mur végétal. La plupart des plantes contiennent ces composés pectiques en quantités diverses ; le bois en contient environ 1 %. Leur fonction de ciment intercellulaire aide à maintenir ensemble les tissus végétaux [27]**.**

Les pectines sont une sorte de polysaccharides structurellement compliqués qui consistent en une série d'unités d'acide α-D-galacturonique reliées par des liaisons α (1-4) et séparées par des unités -Lrhamnopyranose.

De plus, des substances non sucrées telles que le méthanol, l'acide acétique, l'acide phénolique et parfois des groupes amide sont transportées par les pectines. Les caractéristiques physicochimiques des pectines, notamment la formation de gel, sont significativement influencées par l'estérification des résidus d'acide galacturonique avec de l'acide acétique ou du méthanol [28].

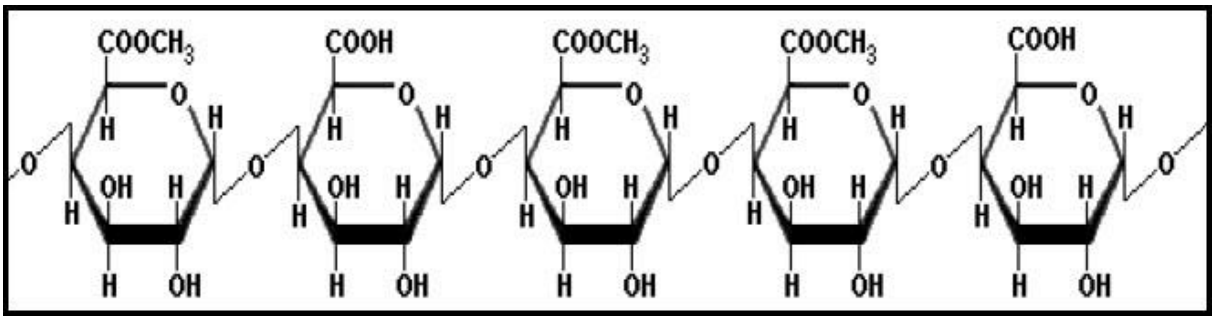

Figure. I.14. structure de la pectine [28].

I.1.6.4. Lignine

La matière organique la plus abondante et la plus renouvelable à la surface du monde est la lignine, suivie de la cellulose. La partie non saccharique la plus importante des fibres végétales est la lignine initiale, ou « protolignine ». C'est la substance "encroûtante" de la cellulose. Les polymères phénoliques tridimensionnels amorphes appelés alcools p-coumarylique, conifé rylique et sinapylique constituent la lignine. Ces polymères sont composés de trois unités distinctes de type penylopropane [29]**.**

Son poids moléculaire est encore inconnu car la lignine native ne peut être isolée du bois sans provoquer de dégradation. Pour les feuillus (feuillus), on peut découvrir des approximations de masses moléculaires avec des valeurs moyennes allant de 5000 à 10000 g/mol, et de 20000 g/mol pour les résineux. Les composants de base de la lignine sont illustrés à la figure I.15.

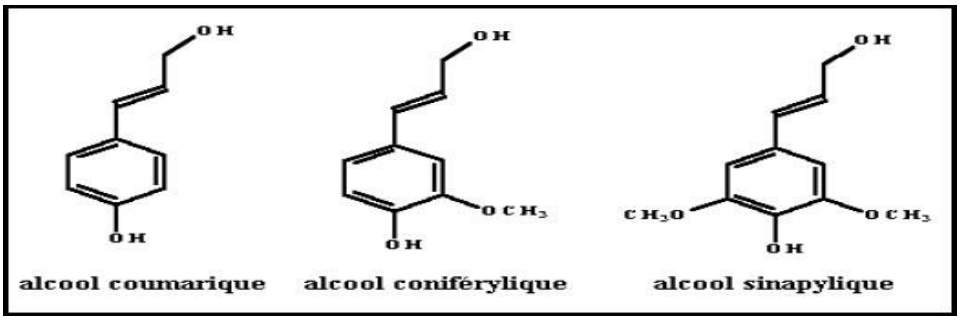

Figure. I.15. Motifs élémentaires de la lignine [21]**.**

La lignine aide les plantes à résister naturellement à certaines infestations de parasites et n'est pas particulièrement vulnérable à la détérioration biologique [21]**.**

I.1.6.5. Extractibles

La lumière cellulaire est remplie de molécules de faible masse molaire. Leur part dans la masse sèche varie de 2 à 5 %. La majorité de ces extractibles sont, comme leur nom l'indique, solubles dans l'eau ou les solvants organiques. La couleur et le parfum des extractibles sont influencés par la composition, qui varie selon les espèces considérées. Ceux-ci comprennent le sucre, les pectines, les tanins et d'autres substances [30].

Le tableau I.2 présente la composition chimique de quelques plantes à fibres.

Tableau. I.2. Composition chimique de quelques plantes à fibres [1, 31].

Type de fibre	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
Cotton	82.7	5.7	-
Jute	64.4	12	11.8
Zoster	57	28	5
Ramie	68.6	13.1	0.6
Sisal	65.8	12	9.9
Chanvre	57-77	14-17	9-13
Kénaf (écorce)	44-60.8	20.3-23	10-19
Kénaf (bois)	37-49	18-24	15-21
Résineux	48	15	25.3

I.1.7. Structure d'une fibre végétale

Les "fibres végétales" ou "fibres techniques" couramment utilisées sont des faisceaux de fibres constitués de multiples fibres primaires dites "fibres ultimes", et sont utilisées dans le textile, la papeterie, la construction de composites, etc...[32].

La figure I.16 illustre la structure et la morphologie de la fibre de lin, l'un des renforts végétaux les plus populaires à l'époque, de l'échelle macroscopique à l'échelle nanoscopique.

La fibre de lin a une structure unique au niveau macroscopique. Toutes les fibres végétales partagent la même structure structurelle à différentes échelles.

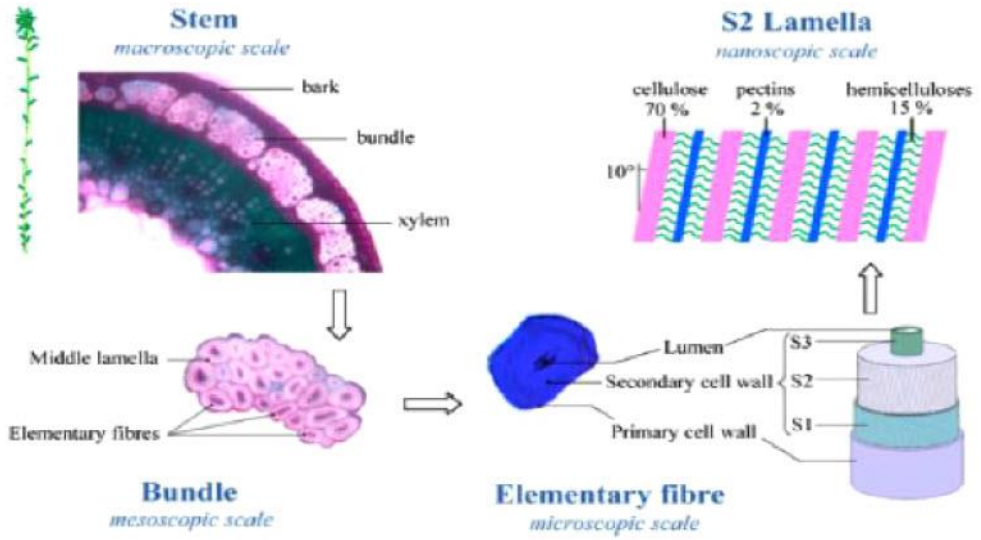

Figure. I.16. Représentation multi-échelle des coupes transversales des fibres de lin **[33].**

Au niveau mésoscopique, ces faisceaux sont constitués d'une à trente fibres individuelles reliées par une lamelle centrale [34]. Dans les tissus immatures, ce lien interstitiel entre les fibres est principalement constitué de matériaux pectiques, mais il se lignifie dans les tissus plus anciens. La forme allongée était relative au diamètre qui distingue les fibres techniques et basiques [32, 34].

Les fibres végétales "ultimes" sont composées au niveau microscopique dans la lumière, au centre d'un creux entouré d'une paroi principale et d'une paroi secondaire, plus intérieure, qui est composée des trois sous-couches S1, S2 et S3. La paroi secondaire est formée plus tard que la paroi primaire et est plus dense et plus rigide ; la paroi extérieure a une épaisseur d'environ un demi-micromètre par rapport à l'épaisseur de dix micromètres de la paroi intérieure [35, 36]. Chaque fibre est un composite à couches complexes composé de fibres de cellulose agissant comme renfort et d'une matrice amorphe principalement composée de lignines, d'hémicelluloses et de pectines [37, 38]. 40 à 50 % de la biomasse en moyenne est constituée de cellulose, 20 à 40 % d'hémicellulose et 20 à 30 % de lignine [39]. Les composants non structuraux, tels que les cires, les lipides, les sucres libres, les tanins et les substances inorganiques comme les minéraux, sont ajoutés en moindre quantité [40] (Figure I.17). Les interactions de Van der Waals et d'hydrogène, ainsi que les liaisons ioniques et covalentes, contribuent toutes à la cohésion des macromolécules pariétales.

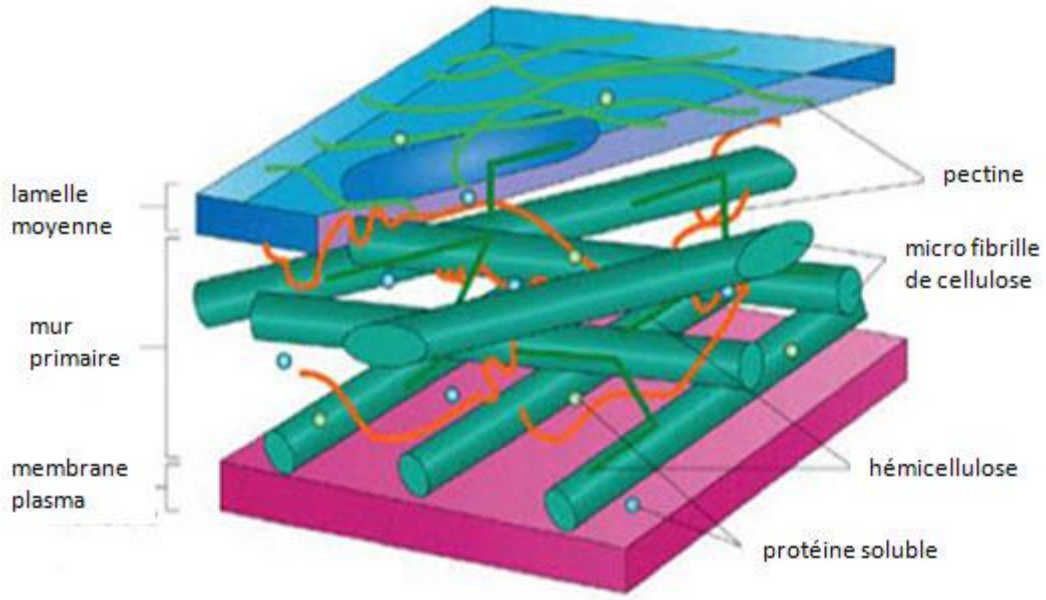

Figure. I.17. Organisation en réseau des composés botaniques formant la paroi cellulaire[41].

Selon le type de fibre, les conditions de croissance de la plante, l'âge et le moment de la récolte, les procédures utilisées pour extraire les fibres, etc., la structure des couches, la répartition et le pourcentage des ingrédients botaniques changent [42]. La composition chimique des fibres végétales présente des variations interspécifique et qu'interspécifiques [43]. La complexité de l'étude des propriétés des fibres végétales découle de ces variations structurelles et chimiques des parois cellulaires.

La structure dure de la paroi pecto-cellulosique permet le maintien de l'organisme, tandis que l'enveloppe souple et extensible assure l'expansion cellulaire. Ces caractéristiques biomécaniques de rigidité et d'élasticité sont conférées à la cellule par la paroi pecto-cellulosique [43].

L'angle micro-fibrillaire produit entre les micro-fibrilles de cellulose cristalline et l'axe des fibres, ainsi que la proportion de cellulose qui constitue la majorité des parois, influencent les caractéristiques mécaniques et physiques des fibres (Figure I.18).

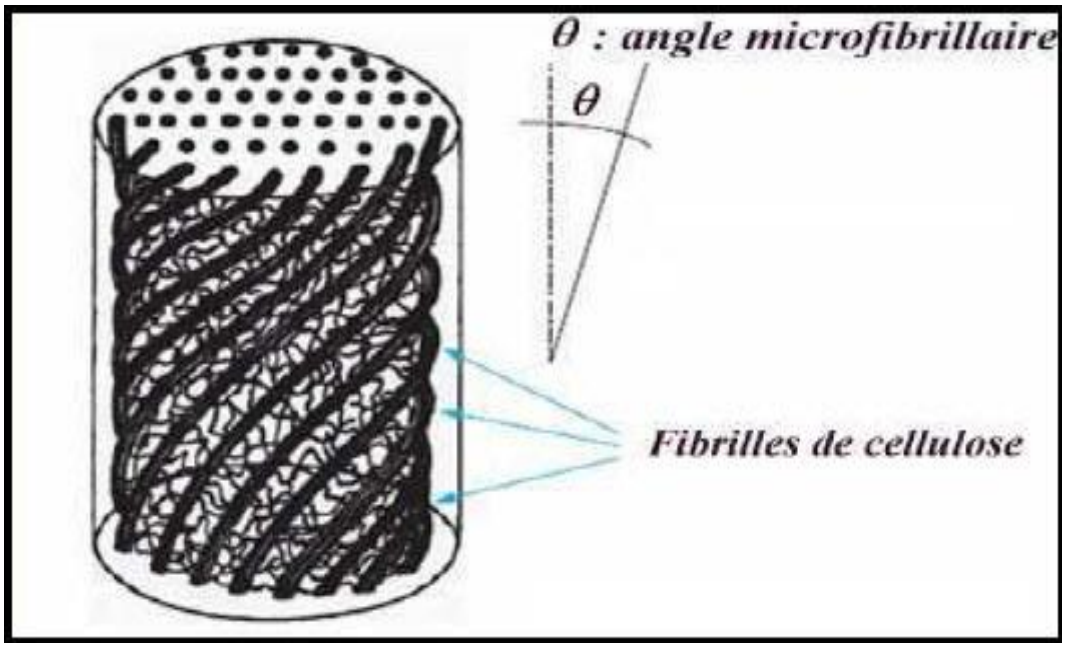

Figure. I.18. Angle micro-fibrillaire θ formé entre l'axe longitudinal de la fibre et les micro-fibrilles de cellulose [44].

Quelques micro-fibrilles de cellulose de taille nanométrique sont créées lorsqu'une trentaine de chaînes de cellulose sont assemblées [45]. Les micro-fibrilles sont organisées en lamelles concentriques en spirale à l'intérieur de la paroi cellulaire. Le comportement mécanique des fibres, notamment leurs caractéristiques de traction axiale, est influencé par l'angle créé entre les micro-fibrilles de cellulose et l'axe des fibres dans la sous-couche la plus dense S2, qui représente 80 % de la paroi cellulaire. En empêchant l'expansion latérale des cellules dans la strate S1, l'orientation de la cellulose contrôle la stabilité à la compression des fibres, tandis que la strate S3 contrôle la pression hydrostatique à l'intérieur de la cellule végétale. La structure en couches concentriques des parois des fibres contrôle la propagation des fissures transe-pariétales et intra-pariétales [46].

Les trois régions de la paroi secondaire, désignées S1, S2 et S3, sont séparées par l'orientation des micro-fibrilles de cellulose, qui varie d'une strate à l'autre. Dans la couche S2, l'orientation des micro-fibrilles de cellulose en forme d'hélice est vers la droite, tandis que dans S1 et S3, les chaînes de cellulose tournent en sens inverse, vers la gauche [40].

Selon Page et al., affirment que l'angle micro-fibrillaire de S2 et les caractéristiques mécaniques des fibres végétales sont corrélées. Plus l'angle micro-fibrillaire de S2 est faible, plus la fibre est rigide et résistante. L'allongement à la rupture des fibres augmente avec l'augmentation de l'angle micro-fibrillaire [47]. A cet égard, les fibres de chanvre sont préférables aux fibres trachéides du bois d'épicéa, dont l'angle micro-fibrillaire varie de 10° à

30°, lorsqu'elles sont utilisées comme renfort pour les composites [40], par rapport au chanvre moins de 10° [48].

I.1.8. Méthodes d'extraction des fibres

L'extraction des fibres végétales est un procédé traditionnel. L'extraction et la purification de la matière première dans un état filable sont des processus nécessaires pour filer les fibres. La procédure d'extraction varie d'un type de matière première à l'autre en raison de leur variété. Les fibres de coton sont plus ou moins à l'état filable. Certaines thérapies sont nécessaires (élimination des graines etc...). D'autres variétés, en revanche, sont cueillies en tiges. Les fibres ultimes (filables) doivent donc être extraites. Les liants tels que les pectines et la lignine sont éliminés lors du processus d'extraction. Les fibres produites sont appelées fibres ultimes. Il existe une variété de traitements mécaniques, chimiques et biologiques suggérés en fonction de la composition des fibres et du domaine d'utilisation prévu [49].

I.1.8.1. Extraction mécanique

Le procédé d'extraction mécanique des fibres comporte un certain nombre d'étapes raffinées depuis l'Antiquité, principalement pour récupérer les fibres de chanvre et de lin. Bien que ce traitement soit désormais entièrement automatisé, les étapes restent les mêmes [17].

a) Le teillage

Grâce à l'ouverture des faisceaux de fibres pour créer des faisceaux plus petits, cette action déloge l'adhérence et sépare les fibres du corps de la tige.

Le noyau de la tige est continuellement fracturé tout en conservant les caractéristiques des fibres au cours de ce processus. Les deux moyens de base techniques; les broyeurs à marteaux et les rouleaux rotatifs [12, 50]. Les tiges sont saisies par leurs extrémités et placées dans le tilleul, ou l'ecang (dispositif à levier manuel) si la procédure est manuelle, pour retirer les fibres de lin ou de chanvre. Le bois est retiré des tiges en les battant, et ce processus se poursuit jusqu'à ce que les fibres soient aussi flexibles que possible. Le bois récupéré est appelé « anas ». Avant que les machines ne prennent le relais, cette ancienne procédure était toujours effectuée manuellement. Maintenant, grâce à des systèmes de roues cannelées avec d'énormes dents initiales suivies de dents plus petites, nous pouvons découvrir des systèmes entièrement automatisés qui engagent, maintiennent et libèrent automatiquement les tiges sans aucune interaction humaine (Figure I.19). Afin d'augmenter l'efficacité du concassage, ils

passent alors sous la gorge des rouleaux à un angle proche de 90°. Le côté tête et le côté pied de la procédure sont exécutés successivement. Les fibres courtes, également appelées câbles, fibres moins résistantes et anas, sont récupérées et séparées par aspiration. Cette méthode fonctionne mieux si les tiges sont à l'origine sèches et rigides, d'où la nécessité d'une étape préalable consistant à chauffer les tiges au four ou par fumage. Les faisceaux de fibres sont ensuite triés selon la longueur et divisés et parallélisés par une opération de peignage pour améliorer l'aspect des fibres qui ont été produites [51].

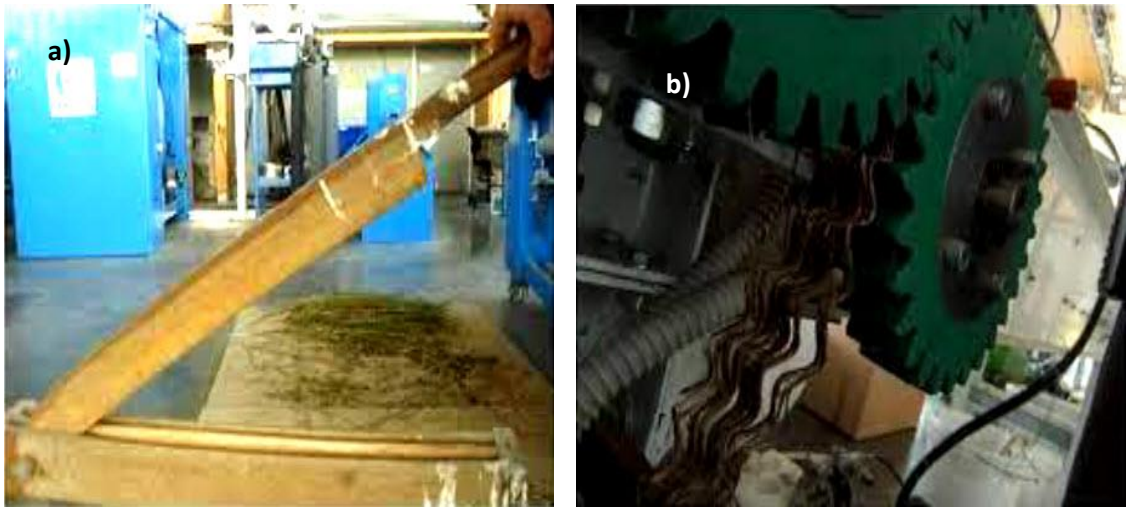

Figure. I.19. a) Ecang pour teillage manuel b) cylindres cannelées pour teillage mécanique [19].

b) Par déflexion

Les raspadors, qui se traduisent par "grattoir" en espagnol, sont les machines qui déchiquettent les feuilles de la plante et libèrent les fibres dans le cadre du processus combiné de grattage et de battage utilisé pour éliminer les fibres. Ces dispositifs sont principalement constitués d'un axe rotatif motorisé avec des hérissons en acier montés sur des supports. Les tiges introduites en amont sont prises entre ces hérissons et une table à ciseaux, râpées et envoyées de l'autre côté [52]. Les écrans permettent le passage du bois et de la poudre. Selon le lot, la distance entre les lames peut être modifiée (Figure I.20) [53].

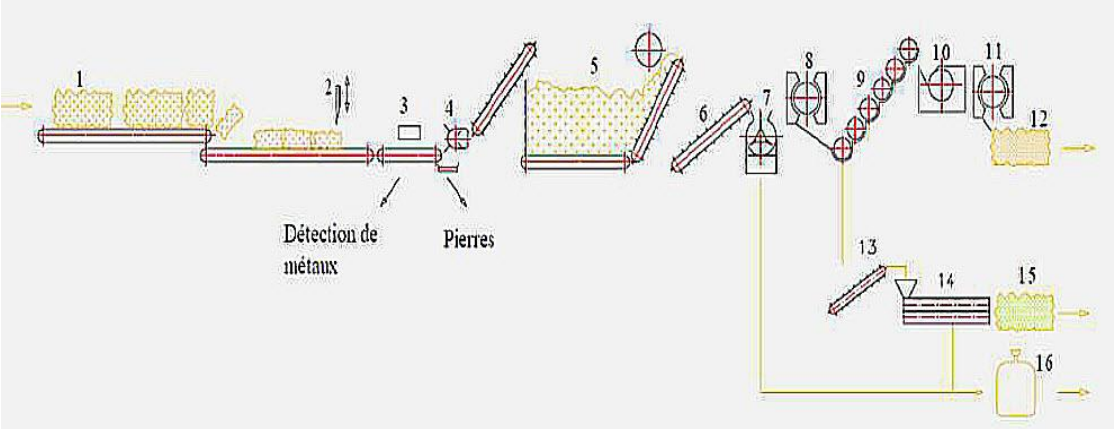

Figure. I.20. Ligne automatique d'extraction de fibres végétales et son système de grattage développée par la société ATB [53].

1. Balles de paille
2. Découpage
3. Détecteur de métaux
4. Séparateur de pierre
5. Système de dosage
6. Transporteur
7. Machine d'extraction
8. Condensateur
9. Nettoyeur
10. Ouverture horizontale
11. Condensateur
12. Balles de fibres
13. Transporteur
14. Fraction axiale
15. Fibres courtes
16. Chènevotte

c) Par laminage

Les tiges sont divisées en morceaux plus petits, puis broyées à l'aide d'une presse, d'un laminage ou peut-être d'une combinaison des deux processus. Les fibres sont séparées autant que possible en faisant cela plusieurs fois [54].

Figure. I.21. Machine de laminage manuel.

d) Par explosion à la vapeur

L'explosion à la vapeur, également appelée "Steam explosion" en anglais (Figure I.22), a été décrite pour la première fois en 1924 et est un procédé thermo-mécanique-chimique qui permet la destruction de la matière ligno-cellulosique par l'action combinée de la chaleur de la vapeur , les hydrolyses provoquées par la formation d'acides organiques et le cisaillement dû à la chute brutale de pression. Ces méthodes d'extraction mécanique sont toutes en proie à deux problèmes principaux. Tout d'abord, quel que soit le mécanisme de séparation utilisé, il existe un risque important de dégradation des propriétés mécaniques des fibres sous l'effet de contraintes mécaniques qui peuvent être agressives et modifier les qualités intrinsèques de la fibre. La seconde est qu'une petite production n'est pas toujours viable en raison du coût élevé des lignes d'extraction et de leur taille [55].

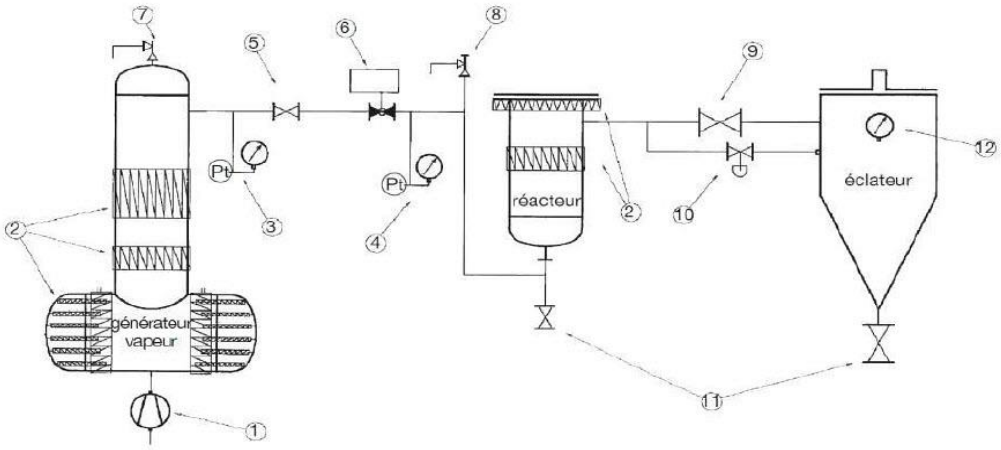

Figure. I.22. Schéma général d'une installation de Steam explosion [19].

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

I.1.8.2. Extraction chimique

un certain nombre de techniques basées sur la séparation chimique de la cellulose des constituants non cellulosiques. Ils économisent beaucoup de temps et d'énergie tout en évitant les inconvénients de l'extraction mécanique.

a) Procédé Kraft

Sous l'influence d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) et de sulfure de sodium (Na2S), ce dernier est un réducteur, il protège la cellulose et empêche son oxydation, et c'est le but de cette procédure alcaline d'éliminer la lignine, les pectines et hémicelluloses. Pendant une durée de 2 à 4 heures, la température de cuisson est comprise entre 170° et 175°C. Le sulfure de sodium est hydrolysé en soude, NaHS et H2S pendant la cuisson. Différentes molécules de soufre dans l'environnement réagissent avec la lignine pour produire des thiolignines plus solubles. Avec le sulfure et ses composés, la soude contribue également à la délignification. La liqueur blanche est le nom de la liqueur utilisée pour traiter la substance. La liqueur noire est le liquide recueilli du réacteur qui contient les produits chimiques retirés de la paroi [56].

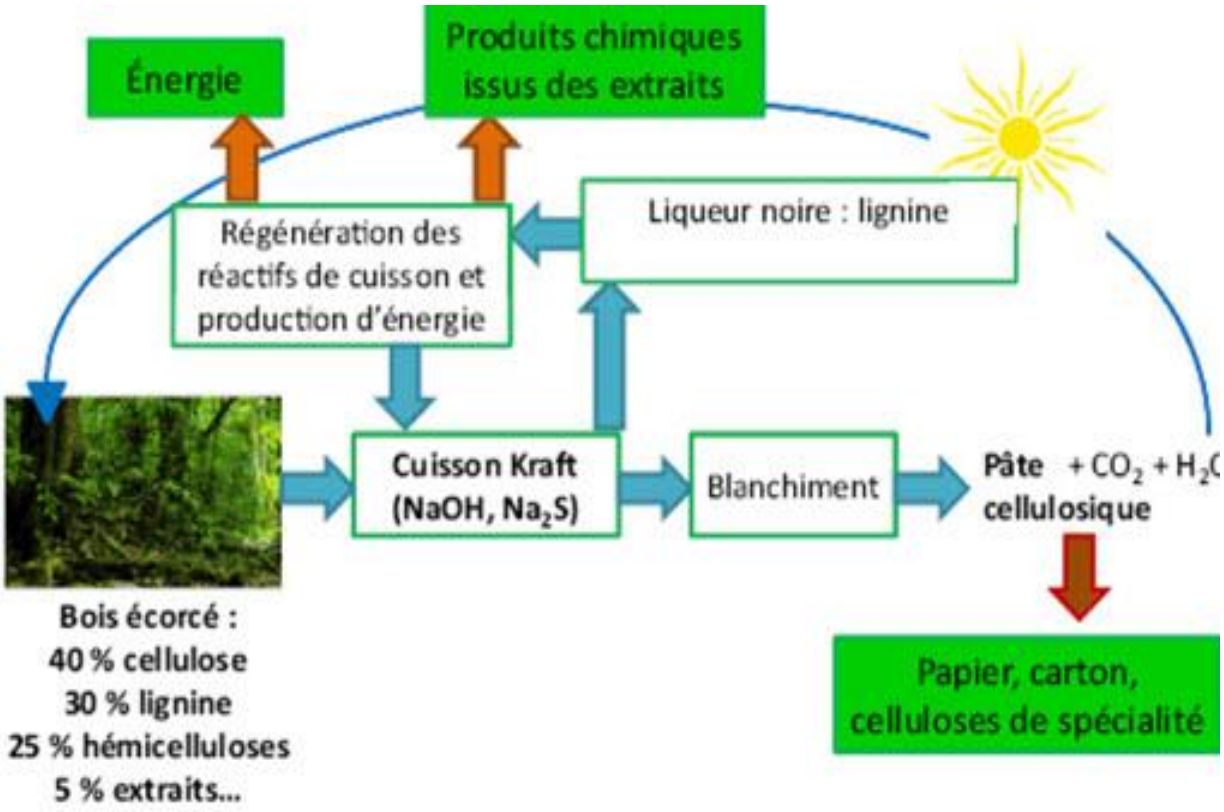

Figure. I.23. Procédé Kraft.

b) Procédé au bisulfate

Utilisant différents sels d'acide sulfurique, la méthode au sulfite élimine la lignine des fibres de cellulose. Des sulfites (SO32-) ou des sels de bisulfite (HSO3-) sont utilisés dans le processus de réduction en fonction du pH . Il est basé sur l'interaction de l'hydrogénosulfite contenant du dioxyde de soufre libre avec du calcium, du sodium, de l'ammonium ou du magnésium sur la lignine. Le soufre est brûlé dans de l'air supplémentaire pour produire du dioxyde de soufre. Le dioxyde de soufre réagit immédiatement pour produire du bisulfite. Le pH varie de 1,5 à 5 (sulfites ou bisulfites), le temps varie de 4 à 14 heures et la température varie de 130° à 160°C, tout dépend de la base utilisée [56].

c) Procédé acide

Un acide idéalement fort, tel que l'acide sulfurique, qui transforme la lignine en acide lignosulfonique soluble, ou l'acide chlorhydrique, qui, grâce à ses ions chlorate, génère des chlorolignines solubles dans l'hydroxyde de sodium, est utilisé pour dissoudre les composants non cellulosiques.

d) Procédé Soude-Anthraquinone

Un catalyseur comme les composés de quinone, dont l'anthraquinone fait partie, est utilisé dans le procédé Soda-Anthraquinone ou Kraft-Anthraquinone. Le temps de cuisson peut ainsi

être raccourci et la production de pâte peut être améliorée. Les caractéristiques de ces pâtes sont similaires à celles des pâtes kraft. L'indice kappa est similaire à l'indice de la pâte kraft. L'anthraquinone a un impact plus notable sur le procédé de fabrication de la soude (procédé utilisant uniquement la soude comme agent de délignification) [56].

e) Procédé à la soude

Pour dissoudre les matières non cellulosiques dont la lignine, la pectine et l'hémicellulose ainsi que les nombreux éléments constituant la réserve et la paroi externe de la tige de la plante, cette technique utilise simplement la soude NaOH. Selon le lot, l'âge et le type de plante, la température, la pression, la concentration et la durée du traitement doivent être choisies de manière à ne pas détruire les fibres cellulosiques. Il est recommandé de réguler le pH de la solution et de le régler à environ 7. Des réducteurs peuvent être appliqués pour empêcher la cellulose de s'oxyder.

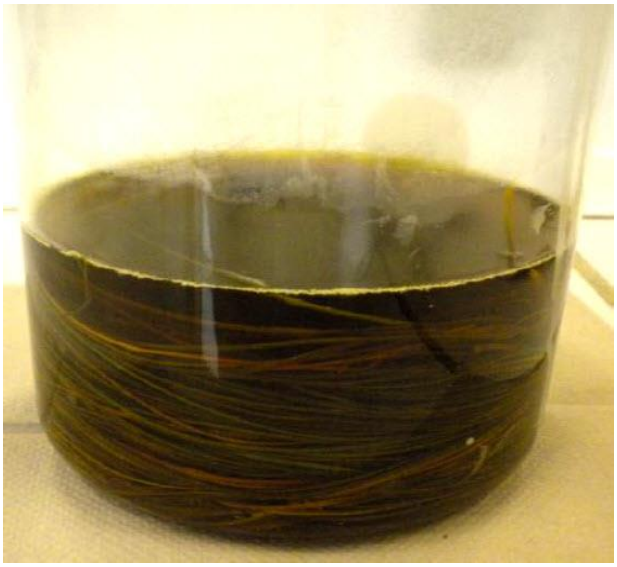

Figure. I.24. Extraction par procédé à la soude.

f) Procédé au sulfate neutre de sodium

Les fibres sont extraites à l'aide d'une solution de sulfate de sodium et de carbonate de sodium sous pression à une température de 170 à 180°C (en autoclave). Ainsi, les hémicelluloses sont solubilisées, les composés ligneux sont délignifiés, sulfonés et dépolymérisés, puis les fibres cellulosiques sont libérées.

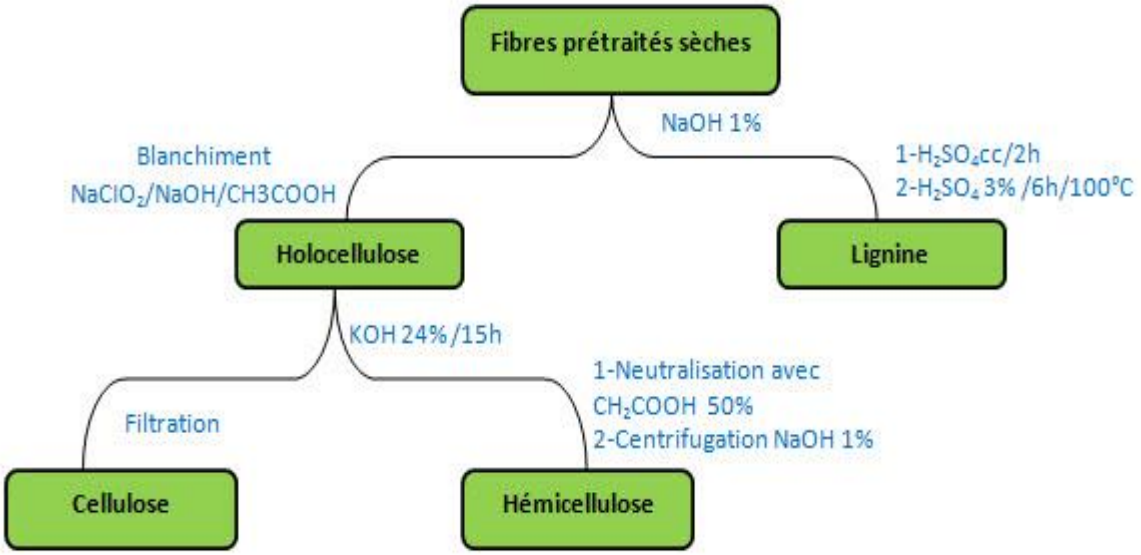

Figure. I.25. Extraction par Procédé au sulfate neutre de sodium.

I.1.8.3. Extraction biologique

a) Le rouissage à terre

Le rouissage est un procédé naturel destiné à favoriser l'extraction des fibres ; il s'agit d'étaler les tiges dans un champ après la récolte afin de profiter de l'action conjuguée du soleil et de la pluie qui favorisera la croissance des micro-organismes. capable de rompre les liaisons qui relient la partie fibreuse des composants non cellulosiques de la plante à celle-ci. Selon la météo, cette procédure peut prendre de 6 à 8 semaines. Bien que ce processus soit un succès, il présente un certain nombre d'inconvénients liés à sa dépendance totale aux conditions météorologiques. Même le plus petit problème, comme un excès d'humidité ou un manque, peut avoir un impact négatif sur la qualité des fibres produites. En effet, si les tiges sont trop rouies, elles doivent être détruites car elles se décomposent lentement et difficilement, provoquant la propagation des maladies à la culture suivante. Les cultures insuffisamment rouies ne peuvent pas être transformées et sont par conséquent invendables. Le vent, qui peut être à la fois un allié et un adversaire pendant le rouissage, est un autre aspect difficile à gérer et qui nécessite une dose appropriée. C'est l'alternance de périodes sèches et humides avec une brise légère qui favorise un rouissage efficace car lorsqu'il souffle trop fort, les tiges sont transportées vers le bout du champ. Cependant, cela est nécessaire pour le séchage. La longue durée du processus est un autre défi.

En conséquence, le rouissage à l'air est un processus aléatoire même lorsque le temps est favorable. Cependant, c'est une procédure efficace quand il fait beau [57].

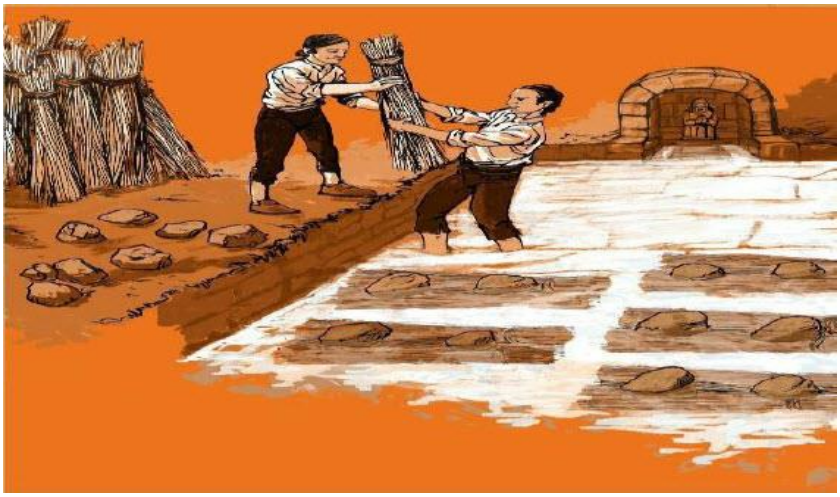

Figure. I.26. Rouissage du lin [58].

b) Le rouissage à l'eau

La différence entre cette méthode de rouissage et le rouissage à terre est que dans cette méthode, les tiges sont immergées dans l'eau pendant plusieurs jours. Les bactéries anaérobies sont capables de s'attaquer aux bottes pesant de 5 à 7 kg. La plante est retirée de l'eau et séchée une fois que toutes les fibres sont tombées sur sa longueur.

Cette méthode a un inconvénient important, la contamination de l'eau, mais elle produit moins de résultats aléatoires que la première. En effet, le rouissage du chanvre et du lin, assez courant dans le nord de l'Europe (France, Belgique, Pays-Bas), se faisait autrefois dans les rivières avant d'être interdit au début du XXe siècle pour des raisons environnementales dues à la bactérie. décomposition des bottes mouillées au fond des rivières. Les riverains étaient gênés par des nuisances olfactives, comme la Lys, bien connue, et l'eau prenait une teinte pourpre. Les fibres sont ensuite soumises à un rouissage à l'eau dans des cuves avec de l'eau tempérée (37°C) jusqu'à ce qu'elles deviennent délignifiées et non adhérentes. L'utilisation de cette méthode diminue progressivement au profit du rouissage à terre [56].

Figure. I.27. Rouissage à l'eau de tiges de jute [58].

c) Par action microbienne

Les composants non cellulosiques trouvés dans les tiges ou les feuilles des plantes peuvent être décomposés par trois types de micro-organismes différents : les bactéries, les protozoaires et les champignons. Il existe trois types de bactéries dans le premier groupe, dont l'une est une dépolymérase et l'autre est une glycosidase qui peut hydrolyser la chaîne principale et couper les chaînes latérales en utilisant les oligosaccharides et les oses produits. Le second ne peut pas utiliser les sous-produits d'hydrolyse des hémicelluloses et ne présente qu'une activité dépolymérase. Le troisième est le dernier, qui n'a pas d'activité dépolymérase mais possède une activité glycosidasique. De nombreuses espèces de protozoaires peuvent dépolymériser les hémicelluloses et les matériaux pectiques, mais leur capacité à utiliser les produits de l'hydrolyse comme source d'énergie est sévèrement limitée. Les champignons ont la capacité de solubiliser en partie la lignine et de dépolymériser les hémicelluloses afin de valoriser les oligosaccharides et les oses produits. Les pectines, cependant, ne peuvent pas être dépolymérisées par eux [53].

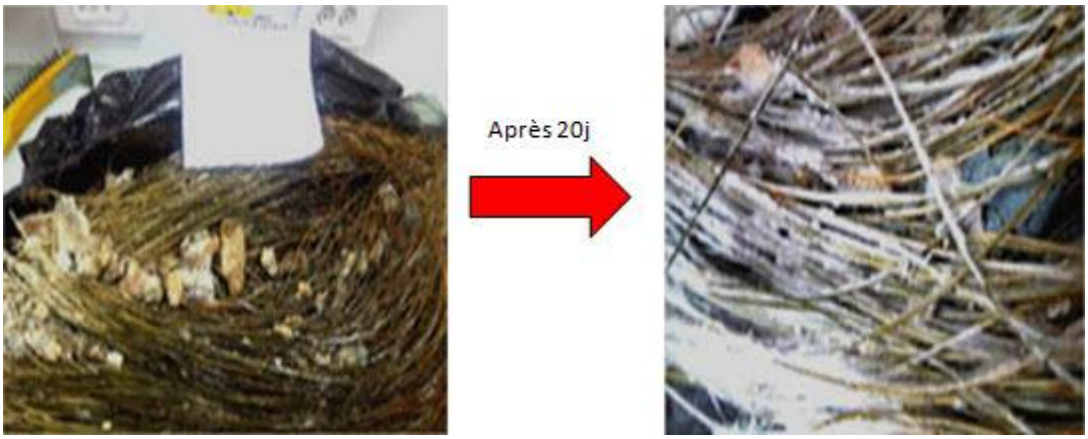

Figure. I.28. Extraction enzymatiques (Etat des tiges après 20 jours) [58].

I.1.9.Propriétés physiques des fibres végétales

I.1.9.1. Dimension des fibres : diamètre et longueur

Un facteur crucial dans la caractérisation des fibres textiles est la finesse. Le facteur de forme (L/D), qui s'exprime par le rapport entre les longueurs (en mm) et les diamètres (en µm) des fibres, sert de définition standard pour cette métrique. En comparant les différentes fibres végétales, il est possible de déterminer leurs domaines d'utilisation. L'emploi de ces fibres dans le renforcement de matériaux composites, par exemple, est dicté par le fait qu'un faible facteur de forme suggère une résistance raisonnablement forte. Un rapport (L/D) relativement élevé, d'autre part, influence l'utilisation des fibres pour les non-tissés, par exemple.

Les fibres végétales sont importantes pour le renforcement des matériaux composites car, comme le montre le tableau I.3, leur facteur de forme est assez élevé.

Tableau. I.3. propriétés de finesse de quelques fibres naturelles ultimes [19, 59].

Fibre naturelle	Longueur (mm)		Diamètre (µm)		L/d (*10^3)
	Moyenne	Intervalle	Moyenne	intervalle	
Sisal	3	1-8	20	8-41	≈0.15
Jute	2	2-5	20	10-25	≈0.1
Kénaf	5	2-6	21	14-33	≈0.24
Ramie	120	60-250	50	11-80	≈2.4
Chanvre	25	5-55	25	10-51	≈1
Lin	33	9-70	19	5-38	≈1.74
Alfa	1.2	0.2-3.3	13	6-22	≈0.09
Abaca	6	2-12	24	16-32	≈0.25
coton	35	-	19	-	≈1.84

I.1.9.2.Taux de reprise des fibres végétales

Les caractéristiques physiques, mécaniques et chimiques des fibres végétales sont influencées par l'humidité atmosphérique, qui est corrélée à la température. La teneur en humidité et le taux d'absorption de la fibre sont deux caractéristiques qui révèlent la quantité d'eau qu'elle peut retenir ou absorber dans des conditions climatiques spécifiques.

Par conséquent, étant donné des circonstances climatiques bien spécifiées, le taux de récupération peut être défini comme la quantité d'eau absorbée par 100 grammes de matière sèche. La quantité d'humidité trouvée dans 100 grammes d'une substance humide dans les mêmes conditions climatiques est connue sous le nom de teneur en humidité. Le tableau I.4 présente une illustration du taux de récupération de plusieurs fibres végétales.

Tableau. I.4. Taux de reprise de différentes fibres végétales [60].

Fibre	Taux de reprise (%)
Leafiran	9.5-10.5
Alfa	8.84
Coton mercerisé	8-12
Chanvre	8
Jute	12

Selon la norme NF G 08-001, la mesure de ces deux qualités repose sur les principes fondamentaux de la méthode gravimétrique.

Soit :

M_h : masse humide en gramme dans des conditions d'humidité et de température données.

M_s : masse sèche en gramme dans des conditions d'humidité et de température données.

Le taux de reprise (R(%)) et la teneur en humidité (Q(%)) sont donnés par les équations suivantes :

$$R(\%) = 100 \times \frac{M_h - M_s}{M_s}$$

$$Q(\%) = 100 \times \frac{M_h - M_s}{M_h}$$

I.1.9.3. Densité

Etant donné qu'elle impacte le poids des produits réalisés à partir de ces fibres, la densité des fibres textiles est une qualité cruciale. Par exemple, les articles fabriqués à partir de fibres de polyéthylène, qui ont une densité de 0,92 par rapport à la densité des fibres de verre de 2,56, seront nettement plus légers. Les applications techniques telles que les composites ou les géotextiles accordent une grande importance à cette fonctionnalité.

Il existe différentes méthodes pour déterminer la densité d'une fibre, y compris l'approche de la colonne de gradient de densité et la pycnométrie [61]. La première méthode est basée sur la mesure de la profondeur d'immersion d'un échantillon dans une colonne de liquide avec un gradient de densité linéaire alors qu'il est représenté par un nœud. Deux liquides de référence miscibles avec des densités variables ont généré ce gradient. Le tétrachlorure de carbone (1,595) et le xylène (0,650) sont généralement utilisés pour calculer la densité de la cellulose. La fibre n'est pas affectée par ces deux liquides et n'est en aucun cas amenée à gonfler.

Nous avons appliqué la deuxième méthode, basée sur la norme française NF T 20-053 et utilisant un pycnomètre Gay-Lussac, pour connaître la densité des fibres de Typha. L'idée de base de la méthode est de peser d'abord le pycnomètre à vide, suivi du pycnomètre contenant du tétrachlorure de carbone. Après cela, ajoutez des fibres de masse connue au pycnomètre rempli de liquide et secouez-le doucement pour libérer l'air emprisonné entre les fibres. Une quantité spécifique de liquide doit s'écouler du petit trou du bouchon d'étanchéité lorsque vous ajoutez suffisamment de liquide pour remplir le pycnomètre. Le pycnomètre rempli avec l'échantillon à l'intérieur sera ensuite pesé.

Soit :

M_v : masse du pycnomètre vide.

M_l : masse du pycnomètre rempli de tétrachlorure de carbone.

M_f : masse des fibres.

M_t : masse du pycnomètre contenant les fibres et rempli de tétrachlorure de carbone.

La masse volumique des fibres de Typha est donnée par l'équation suivante :

$$\rho_f = \frac{M_f}{V_f} = \rho ccl4 \frac{M_f}{(M_l - M_t + M_f)}$$

Des exemples de densité de diverses fibres végétales sont présentés dans le tableau I.5.

Ces fibres sont plus légères que la fibre de verre (2,56), ce qui explique que les applications techniques s'y intéressent lorsqu'on compare leurs densités.

Tableau. I.5. Densité des fibres végétales [19]

Fibre	Densité
Coton	1.5-1.6
Lin	1.53
Jute	1.44
Ramie	1.56
Sisal	1.45
Alfa	1.51

I.1.9.4. Morphologie des fibres végétales

Compte tenu des variations entre chaque fibre qui peuvent être détectées, les industriels du textile s'intéressent particulièrement à la qualité de surface des fibres naturelles. Les fibres végétales ont vraiment une variété de caractéristiques morphologiques qui varient selon le type de plante dont elles sont issues ou même la partie spécifique de la plante dont elles sont extraites. Ces motifs morphologiques peuvent être vus dans les vues longitudinale et transversale des images prises par un microscope électronique à balayage (MEB). Ce trait a fait l'objet de plusieurs études de recherche [61-63].

De plus, la microscopie à force atomique a été utilisée par un certain nombre de chercheurs pour mener une étude plus approfondie de la morphologie des fibres végétales afin de voir plus clairement la structure nanométrique des fibres dans certaines régions. Afin d'étudier des images plates et tridimensionnelles, des approches statiques et dynamiques sont employées.

I.1.9.5. Microstructure des fibres

Pour mieux définir la microstructure des fibres végétales, il est crucial d'analyser la structure supramoléculaire des fibres ainsi que l'orientation des chaînes macromoléculaires. De ce fait, il apparaît que l'évaluation du taux de cristallinité est le facteur le plus crucial. Selon une étude aux rayons X, les fibres végétales d'espèces à faible teneur en lignine,

notamment la ramie, le jute, le chanvre et le lin, présentent des structures cristallines avec un taux de cristallinité d'environ 70 % [60]**.**

Il est à noter que les traitements chimiques que subit la fibre ont un impact important sur la structure cristalline. Il a été établi que l'humidité réduit le taux de cristallinité de la fibre de ramie de 74% à 54% [64]**.** Cependant, un traitement alcalin le rend plus cristallin. La perte de lignine et d'hémicellulose, qui étaient présentes dans la fibre sous forme de structure amorphe, est la première cause de cette élévation, suivie par l'expansion de la structure cellulosique. D'autre part, parce que le traitement acide endommage la cellulose, il réduit la cristallinité de la fibre. Le tableau I.6 compare le degré de cristallinité de diverses fibres végétales non traitées et celles traitées avec de la soude à 17 % dans une solution alcaline à 95°C pendant une à deux heures.

De plus, lors de la production, les molécules de cellulose sont organisées en groupes de fibrilles primaires. En réalité, ce sont des cristallites basiques qui s'agrègent de manière plus ou moins arbitraire. Un réseau fibrillaire est créé par les segments de fibrilles isolés. Des types distincts de fibres ont des orientations microfibrillaires différentes. Il s'agit d'un élément crucial puisqu'il affecte les caractéristiques mécaniques des fibres. L'angle microfibrillaire du bambou est de 2°–10°, celui du lin est de 10°, celui du jute est de 8°, celui de la ramie est de 7,5°, celui du sisal est de 20° et celui du coton est de 2°–30°. L'orientation microfibrillaire, la concentration en cellulose, la cristallinité et le degré de polymérisation influencent davantage la résistance et la rigidité des fibres. De plus, le stade de développement de la plante et la zone de la plante à partir de laquelle les fibres sont produites sont cruciaux [65].

Tableau. I.6. Cristallinité de quelques fibres naturelles [60].

Fibre	Cristallinité (%)	
	Fibre écrue	Fibre traité à la soude
Abaca (bananier textile)	52	62
Banane	55	62
Kénaf	47	62
Ramie	61	66

I.1.9.6. Comportement thermique

Parce qu'elle révèle des informations sur la composition d'un matériau, l'étude du comportement thermique des fibres lignocellulosiques est une étape cruciale du processus de caractérisation. En réalité, différents composés sont pyrolysés à différentes températures. D'un point de vue thermique, la majeure partie des fibres végétales commence à devenir moins rigide à environ 160°C, tandis que la lignine commence à se décomposer à 200°C. Stamm a noté des résultats inévitables, notamment une détérioration accélérée avec oxydation et un changement de viscosité [66]. De plus, l'agitation thermique des molécules n'entraîne la perte de l'arrangement cristallin qu'à 320°C [67].

I.1.10. Propriétés mécaniques des fibres végétales

Les caractéristiques mécaniques des fibres textiles sont cruciales. En effet, elles précisent le comportement des fibres lors des nombreuses étapes de transformation ainsi que les caractéristiques des produits finis créés à partir de ces fibres.

Ainsi, il est possible de préciser le domaine d'utilisation des fibres textiles en fonction de leurs caractéristiques mécaniques. Étant donné que la majorité des applications imposent des contraintes de tension sur les fibres, l'allongement et la résistance à la rupture sont les variables les plus cruciales à examiner dans ce contexte en raison de leur organisation au sein de la structure textile (tableau I.7). Cependant, dans certaines circonstances, la recherche sur les caractéristiques de flexion et de fatigue est également importante.

Tableau. I.7. propriétés mécaniques de quelques fibres végétales [67].

Fibre végétale	Allongement de 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
Lin	2.7-3.2	345-1035	27.6
Chanvre	1.6	690	30-60
Ramie	3.6-3.8	400-938	61.4-128
Sisal	2-2.5	511-635	9-22

I .2. Fibres végétales et composites

I .2.1. Introduction

Une substance hétérogène avec au moins deux éléments non miscibles est appelée matériau composite. Les caractéristiques ultimes de la substance nouvellement créée diffèrent de celles des composants considérés séparément.

Dans un matériau composite, on distingue [68]:

- le renfort, qui contribue de manière significative à la résistance mécanique ultime du composite et prend la forme de fibres ou de particules. De plus, selon les circonstances, il est également possible d'améliorer d'autres caractéristiques uniquement matricielles telles que la résistance à l'usure, les caractéristiques thermiques, la densité, etc.

- la matrice qui maintient les renforts en place, la cohésion du composite final, la transmission des efforts, ainsi que les propriétés thermiques, physiques et morphologiques cruciales : défense contre les différentes agressions (thermiques, chimiques, chocs), esthétique et forme de le produit fini. Il existe généralement trois grandes familles de matrices : les métaux, les céramiques et les matières organiques. Le bio assure la production de la majorité des composites du marché, dont certains matériaux performants et des matériaux de grande série. Les céramiques sont utilisées dans des applications de haute technologie pour des extrêmes comme les hautes températures, les environnements oxydants, les fortes contraintes mécaniques (concilier les qualités des métaux : ductilité, bonne résistance au vieillissement, au feu, etc.).

L'intérêt croissant pour l'utilisation des matériaux composites dans un large éventail de secteurs industriels (automobile, aéronautique, naval, ferroviaire, spatial, construction, sports et loisirs) peut être attribué principalement à leur faible densité, ainsi qu'à leurs propriétés mécaniques et caractéristiques physico-thermiques.

I .2. 2. Généralités sur les résines

En réponse au besoin de nouveaux matériaux plus efficaces et confortables pour un usage quotidien, les matériaux polymères ont été découverts tout au long de la première partie du XXe siècle [69].

La majorité des polymères utilisés aujourd'hui sont synthétiques : la pétrochimie représente 80 % des matrices organiques [43]. Ces derniers trouvent leur application dans de nombreux secteurs industriels présentés dans le Tableau I.8.

Tableau. I.8. Principaux secteurs d'application des polymères [69].

Secteurs d'application	%
Emballage	25
Bâtiment	21
Industrie électrique	15
Industrie automobile	7
Ameublement	5
Agriculture	4
Articles ménagers	3
Divers	20

Les matrices organiques se subdivisent généralement en deux grandes catégories de polymères :

- les matrices thermoplastiques,
- les matrices thermodurcissables.

I .2.2.1. Les thermoplastiques

La structure moléculaire des thermoplastiques est soit linéaire, soit ramifiée, avec des liaisons de type Van der Waals à basse énergie. En conséquence, ils peuvent être pliés à plusieurs reprises par chauffage et refroidissement répétés tout en se ramollissant à la chaleur sans se décomposer. En raison de cette caractéristique, les thermoplastiques peuvent être recyclables [70].

En raison de leur viscosité et de leur température élevées, les thermoplastiques sont difficiles à appliquer, ce qui limite leur application dans les matériaux composites [71]. Les thermoplastiques étaient généralement renforcés avec des fibres courtes par injection ou extrusion jusqu'au début du siècle. Cependant, les procédés de formation de plaques ont permis la mise en forme de thermoplastiques avec des renforts en fibres longues [72].

Les principales résines thermoplastiques utilisées pour les composites de grande diffusion sont le poly(chlorure de vinyle) (PVC), le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), le polystyrène (PS) et le polyamide (PA). Les thermoplastiques de haute performance comme le poly(éther-éther-cétone) (PEEK), le poly(phényl-ène-sulfide) (PPS) ou le poly(éther-imide) (PEI) ont été développés pour améliorer la tenue en température des composites.

Plusieurs projets de recherche vont vers la production de nouvelles matrices à partir de matériaux renouvelables et biodégradables ces dernières années en raison d'une prise de conscience environnementale efficace [42]. Parmi ces thermoplastiques, le poly(acide lactique) (PLA) est celui qui a fait l'objet de diverses investigations en raison de sa disponibilité sur le marché et de son faible coût [73].

En général, les thermoplastiques ont une bonne résistance à l'impact [71]. Ils peuvent être semi-cristallins ou amorphes [74]. La structure moléculaire qui compose les thermoplastiques amorphes n'a pas d'ordre défini. Ainsi, ils ne présentent qu'une seule transition thermique distinctive, la transition vitreuse T_g, qui correspond à la dissolution des frêles maillons inter-chaînes qui provoquent le ramollissement du matériau. [75]. Les thermoplastiques semi-cristallins peuvent alterner entre une phase amorphe, dans laquelle les molécules sont disposées de façon aléatoire, et une phase cristalline, dans laquelle elles s'organisent et se dispersent régulièrement. De ce fait, elles présentent deux transitions thermiques distinctes : la transition vitreuse (T_g), propre à la zone amorphe, et la transition de fusion (T_f) (correspondant à la disparition de la phase cristalline).

La compréhension de ces températures de transition est cruciale car elles affectent le comportement du matériau à une température donnée en fonction de l'état du matériau souhaité ainsi que de la température à laquelle le polymère thermoplastique doit être chauffé pour le ramollir suffisamment ou le fondre avant de pouvoir être en forme de.

Le Tableau I.9 regroupe certaines des propriétés physico-mécaniques des thermoplastiques les plus utilisés.

Tableau. I.9. Caractéristiques des thermoplastiques les plus communs (E : module d'élasticité à la traction ; σ_r : contrainte de rupture à la traction) [71].

Résine	Densité ρ	Température de transition vitreuse T_g (°C)	Température de fusion T_f (°C)	E (Gpa)	σ_r (MPa)
Polypropylène	0.92	5	165	1.2	30
Polyéthylène basse densité	0.92-0.94	-100	105-125	0.2-0.6	8-26
Polyéthylène haute de densité	0.95-0.96	-115	130	1.06-1.09	22-31
Poly (chlorure de vinyle)	1.39	75-105	160-220	2.9	58
polystyrène	1.05	90-100	-	3.2	55
polyamide	1.02-1.18	37-90	176-295	2	70
Poly (éthyl-ène-téréphtalate)	1.25	70	255-265	3-4	40-60
Poly (acide lactique)	1.1-1.3	50-60	150	3-4	35-60
Poly (phényl-éne-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

I .2. 2.2. Les thermodurcissables

Plus de 75 % du marché européen est composé de matrices thermodurcissables. Ils sont surtout appréciés pour leur faible viscosité à l'origine d'une excellente imprégnation des renforts et pour leur faible température de mise en œuvre [71].

Les matrices thermodurcissables, contrairement aux matrices thermoplastiques, ne peuvent être façonnées qu'une seule fois [76]. En effet, ces résines produisent un réseau fortement réticulé par polymérisation avec apport de chaleur et présence d'un catalyseur. Par rapport aux matrices thermoplastiques, sa structure tridimensionnelle présente souvent des caractéristiques thermomécaniques (rigidité, résistance) et chimiques supérieures (tableau I.10).

On les trouve toujours sous forme de polymères amorphes. De ce fait, ils n'ont pas de température de fusion et ne se distinguent que par leur température de transition vitreuse [77] (Tableau I.10). Les résines de polyester insaturé, qui sont accessibles et fréquemment utilisées dans les applications "de masse", sont l'une des plus populaires. Les époxydes et les esters vinyliques sont également fréquemment utilisés dans les applications « grand public ». une

performance supérieure. De plus, il existe du formaldéhyde, des polyimides, des polyuréthanes, des polyimides et des phénoplastes. Le moulage, qui peut être réalisé par coulée ou compression, est essentiellement le processus de mise en forme des polymères thermodurcissables [78].

Tableau. I.10. Caractéristiques des thermodurcissables les plus courants
(E : module d'élasticité à la traction ; σ_r : contrainte de rupture à la traction) [79].

Résine	Densité ρ	Température de transition vitreuse T_g (°C)	E (Gpa)	σ_r (Mpa)
Polyster insaturé	1.2	70-120	4	80
Epoxyde	1.2	50-250	4.5	130
Polymide	1.2	280-320	4-19	70
Vinylester	1.12-1.34	100-150	3.3	75
uréthane	1.1	-	0.7-7	30
Urée formaldéhyde	1.2-1.5	-	6-10	40-80
Phénol formaldéhyde	1.1-1.3	-	3-4	35-60

I. 2. 3. Adhésion fibre/matrice

Un facteur important dans les caractéristiques des matériaux composites est le phénomène d'adhésion entre les fibres et la matrice définissant l'interface des pièces constitutives. La nature des surfaces impliquées dans la notion d'adhésion ne permet pas de la dissocier de l'opération concurrente de plusieurs processus chimiques et/ou physiques au contact. Pour expliquer les méthodes par lesquelles deux matériaux sont maintenus ensemble par un contact interfacial étroit, plusieurs idées complémentaires ont été avancées [80, 81]. Seules celles participant à la liaison fibre végétale/matrice sont présentées ci-après :

- Selon l'hypothèse mécanique de McBain et Hopkins, l'adhérence est rendue possible par un ancrage mécanique du polymère qui pénètre dans les microcavités et les imperfections de surface des fibres avant qu'il ne se solidifie [82] (Figure I.29).

Figure. I.29. Ancrage mécanique d'un adhésif sur un substrat [83].

- la théorie du mouillage ou thermodynamique initiée par Schonhorn et Sharpe [84] soutient que les interactions polaires, acide-base et dispersives de Van der Waals sont responsables de l'adhérence. (non dispersif). Du fait du faible angle de contact entre la matrice et le renfort, la mouillabilité est améliorée (Figure I.30).

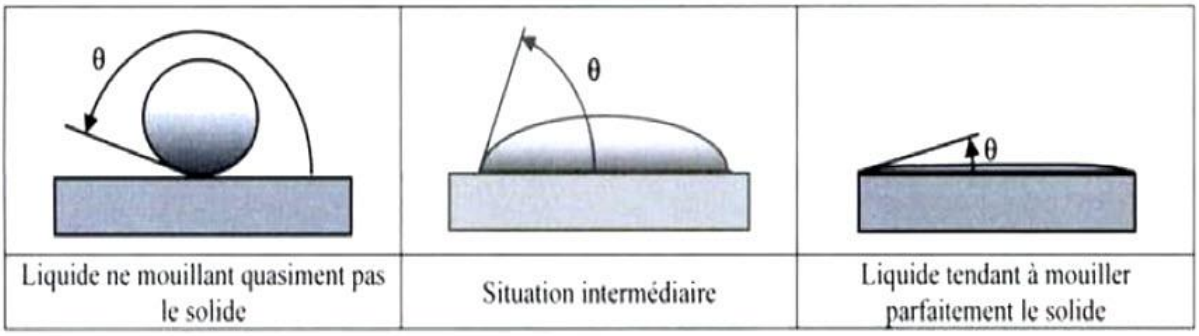

Figure. I.30. Mouillabilité et angle de contact solide-liquide [85].

- Lorsque l'hypothèse de la diffusion a été avancée pour la première fois, elle a été utilisée pour expliquer comment deux polymères du même type pouvaient s'assembler [86]. Or, lorsqu'un agent de couplage est utilisé, ce processus joue également un rôle dans l'adhésion fibre/matrice [87]. Il se distingue par l'intrication moléculaire et l'interpénétration de l'interface des chaînes des deux composants (Figure I.31).

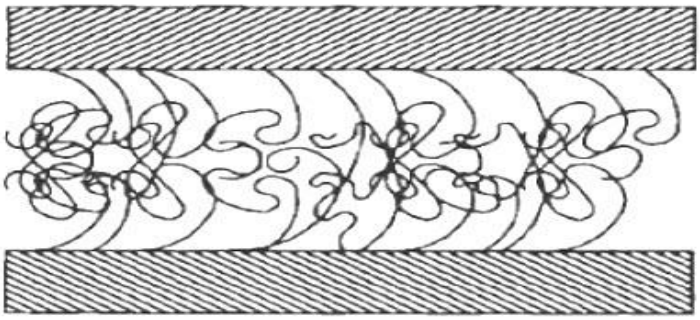

Figure. I.31. Enchevêtrement moléculaire [88].

- Selon la théorie de l'adhésion chimique, des liaisons chimiques covalentes ou ioniques existent entre la surface du substrat et la surface du polymère [89] (Figure I.32). Le type de liaison et le nombre de liaisons par unité de surface ont un impact significatif sur la résistance de la liaison.

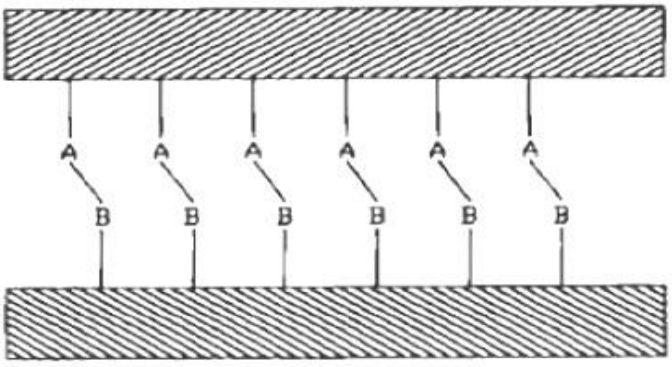

Figure. I.32. Réaction chimique entre les groupes A sur une surface et les groupes B sur l'autre surface [88].

I .2.4. Domaines d'applications des fibres naturelles

I .2.4.1. Artisanal

En plus de remplir diverses fonctions pratiques dans les civilisations dites traditionnelles, la vannerie et les tapis visent également à procurer à ceux qui les créent et à ceux qui les utilisent un plaisir esthétique. Cependant, il est évident que, contrairement à de nombreux autres métiers africains comme le tissage et la poterie, la vannerie a rarement fait l'objet de recherches par des anthropologues de l'art ou des ethnologues [90].

Figure. I.33. Quelque utilisation artisanale [91].

Le chanvre est utilisé à l'origine dans la construction de bâtiments pour ses capacités isolantes, sa capacité à contrôler l'environnement et l'hygrométrie de l'espace occupé, qui augmentent le confort d'hiver et d'été en particulier. Il peut être utilisé principalement sous

forme de laine, qui est produite à partir de fibres de chanvre et vendue en plaques ou en rouleaux. Ainsi, il peut se substituer à d'autres isolants thermiques plus répandus (laine de verre, laine de roche, etc.). Il peut également être transformé en béton ou en mortier de chanvre en associant de la paille de chanvre (chènevotte) à un liant aérien à base de chaux. Il peut alors prendre la forme de l'extérieur d'un bâtiment. Il existe de nombreuses méthodes de mise en œuvre différentes, allant du revêtement en blocs préfabriqués au remplissage manuel ou mécanique et/ou en projection sur une structure porteuse, typiquement en bois, voire en enduisant les surfaces de maçonnerie d'un matériau isolant. Enfin et surtout, il est principalement utilisé pour remplir des cellules dans les charpentes de toit ou de plancher [92].

Figure. I.34. Matériaux chaux-chanvre dans le bâtiment [93].

I .2.4.2. Transport

L'industrie automobile évolue. Les constructeurs fixent des critères très stricts à leurs équipementiers en réponse à une demande réglementaire accrue à visée environnementale. Ce marché exige des matériaux plus légers avec une meilleure recyclabilité en fin de vie pour réduire les émissions de CO2 et les effets sur l'environnement. Pour les composants intérieurs cachés, dont certains sont structuraux, le composite lin et chanvre répond à ces exigences. Le passage de roue, les garnitures latérales de coffre, la coque de dossier de siège avant, la plage arrière, la planche de bord, le médaillon de porte, la plaque de rétroviseur, le cache de

dégazage du réservoir de liquide de refroidissement, les glissières et les coupe-froid font partie des pièces fabriquées ou sont actuellement en cours d'élaboration [17].

Figure. I.35. Intérieur de portière Mercedes à base de fibres de chanvre [17].

4% du marché des composites est constitué par l'industrie aéronautique. Les experts anticipent une croissance très rapide en 2014. L'aéronautique, domaine exigeant des matériaux d'une grande fiabilité, est déjà impactée par les composites de lin désormais utilisés dans ses actions de recherche et développement.

Figure. I.36. Intérieur de l'Airbus A380 [17].

I .2.4.3. Sports et Loisirs

Cette industrie associe les composites de lin à des biens hautement technologiques. La légèreté et l'absorption des vibrations de l'équipement sont des atouts majeurs qui offrent des performances supérieures tant pour le confort du novice que pour les exigences de l'initié. Les produits utilisant des composites de lin sont vendus au grand public et comprennent des articles tels que des raquettes de tennis, des raquettes de tennis à pédales, des cannes à pêche,

des planches de surf et des planches, des skis, des vélos de course et des casques de vélo de montagne [92].

Figure. I.37. produits de sports à base des fibres naturelles [17].

I. 2.4.4. Produits de consommation courante

L'industrie de l'emballage est soumise à une pression réglementaire croissante pour fournir davantage de recyclage et de matières premières d'origine renouvelable, même si cela reste encore marginal pour les applications d'agro-matériaux. Dans cette optique, les matériaux composites à base de lin ou de chanvre inaugurent une nouvelle ère de matériaux légers qui conservent une résistance mécanique élevée même à faible épaisseur.

Les fabricants sont parfois attirés par la qualité esthétique des composites à base de lin, en particulier dans l'industrie du sport. Il va sans dire que cette qualité inhérente conduit à des développements innovants dans le domaine de l'équipement de la personne [92].

Figure. I.38. produits quotidiens en fibres naturelles [17].

I .2.5. Avantages et inconvénients

Lorsqu'elles sont utilisées comme renfort pour les matériaux composites, les fibres offrent divers avantages. D'un autre côté, plusieurs inconvénients peuvent entraver le rythme du développement industriel.

Les principaux avantages et inconvénients sont rassemblés dans le tableau I.11 :

Tableau. I.11. Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales [94].

Avantages	inconvénients
Faible densité et faible cout	Absorption d'eau
Facile à recycler et biodégradables	Faible stabilité dimensionnelle
Neutre pour l'émission de CO_2	Mauvaise tenue en vieillissement
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres	Faible résistance au feu (200 à 230 ˚C max)
Absence de résidus après incinération	Fibres anisotropes
Ressource renouvelable, non abrasives pour les outillages	Variation de qualité en fonction de lieu de croissance de la météo...
Demande peu d'énergie pour être produite	Pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock
Bonnes propriétés d'isolation thermique et acoustique	Renfort discontinu
Propriétés mécanique spécifiques importantes (résistance et rigidité)	

I . Conclusions

Les caractéristiques mécaniques et physiques des fibres naturelles varient considérablement, tout comme celles de tous les autres matériaux naturels. Ces caractéristiques sont déterminées par la composition chimique et structurelle de la fibre et sont influencées par son type et son environnement.

d'expansion. Toutes les fibres végétales contiennent de la cellulose, cependant, la quantité varie selon le type de fibre.

Les fibres naturelles sont remarquablement sensibles à l'humidité et sont rapidement impactées par leur environnement. En général, les caractéristiques mécaniques sont diminuées par l'augmentation de la teneur en humidité.

L'adhérence entre la matrice et les fibres a un impact important sur les caractéristiques mécaniques des matériaux composites. Pourtant, les caractéristiques des matériaux composites qui les incorporent restent inférieures, malgré plusieurs études démontrant que les fibres végétales ont des qualités mécaniques équivalentes à celles des fibres de verre classiquement employées. De ce fait, plusieurs recherches se sont concentrées sur l'amélioration de ces caractéristiques, notamment par le traitement physique ou chimique des fibres.

La variété des matériaux composites n'était auparavant disponible que pour les pièces non structurelles. Néanmoins, l'utilisation de ces matériaux dans des applications structurelles performantes a été rendue possible par l'émergence des composites textiles. Deux types de renforts sont disponibles sous forme textile : bidimensionnel et tridimensionnel. Il existe plusieurs méthodes pour tisser les fils ensemble pour chacune des catégories.

Ainsi, afin de mieux caractériser et appréhender notre renfort en fibres naturelle, la structure, la morphologie, la teneur chimique, les caractéristiques mécaniques et physiques, et la mise en forme textile des fibres végétales ont été soigneusement abordées dans prochain chapitre.

Chapitre II

Renfort tissés et composites

II.1. Introduction

En raison de leur intégrité, de leur conformabilité et de leurs performances mécaniques supérieures, les renforts textiles deviennent de plus en plus courants pour les applications structurelles [1]. Ils offrent la possibilité de construire un modèle adapté aux performances requises grâce à leur conception [2]. En raison de tous ces facteurs, les textiles sont actuellement l'un des matériaux de pointe faisant l'objet de recherches approfondies pour être utilisés comme renfort.

Les fibres végétales sont naturellement limitées en longueur, ce qui impose une restriction inhérente à la manière dont elles peuvent être disposées sous forme textile. Créer des mèches ou des fils à partir des fibres est l'un des choix. Ces derniers sont constitués de milliers voire dizaine de milliers de fibres simplement juxtaposées ou torsadées dans le sens « Z » (sens des aiguilles d'une montre) ou « S » (sens inverse des aiguilles d'une montre) [3]. A l'échelle mésoscopique, les stratifils unidimensionnels sont mélangés pour créer un textile au niveau macroscopique. Deux catégories de renforts "textiles" existent [1] :

- les unidirectionnelles (UD) dont le transfert de charge est réalisé principalement dans un directions du plan.
- les bidimensionnels (2D) dont le transfert de charge est réalisé principalement dans les deux directions du plan.
- les tridimensionnels (3D) dont le transfert de charge se fait selon les trois directions de l'espace.

II.2. Structure des tissus

II.2.1. les unidirectionnelles (UD)

Les mèches parallèles sont placées dans une direction spécifique dans les constructions textiles unidirectionnelles (Figure II.1). Les fils UD ou rovings sont plats (pas de rosée) et très peu tordus. Cette construction offre plusieurs avantages, notamment un processus de fabrication automatisable et la possibilité de disposer les fibres dans l'orientation souhaitée. Les composites avec des renforts UD offrent une meilleure rigidité dans le sens des fibres que les composites avec des topologies de fibres standard. Cependant, la raideur dans le sens transversal est négligeable[4].

Figure. II.1. Structure Fibreuse Unidirectionnelle[4].

II .2.2. Les bidimensionnels

Les stratifiés des textiles bidimensionnels ont une épaisseur extrêmement fine car ils sont continus, entrelacés, orientés dans deux directions et étirés dans le plan. La majeure partie des textiles 2D sont tissés, tricotés et tressés, avec différentes techniques de tissage pour chaque type.

II .2.2.1. Les tissés

Deux réseaux de mèches perpendiculaires sont entrelacés dans deux sens chaîne et trame pour créer des textiles 2D. Un seul pli de tissu est composé d'une chaîne pour la longueur du tissu et d'une trame pour le fil transversal [5]. Selon la façon dont les fils se croisent, les textiles tissés 2D peuvent être divisés en trois grandes familles [6] (Figure II.2):

- le taffetas dans lequel chaque brin de chaîne est alternativement passé par le fil de trame dessus et dessous (Figure II.2-a). Du fait des nombreux entrelacs successifs des stratifies, le produit final est plat, raisonnablement rigide et peu déformable.
- le sergé n×m dont le fil de trame passe au-dessus de m fils de chaîne, chacun passant à son tour sur n fils de trame (Figure II.2-b). Les points de liage successifs forment une diagonale. Cette armure[13] est à la fois souple et dense.
- le satin de n dont chaque fil de trame flotte au-dessus de (n-1) fils de chaîne (Figure II.2-c). Les points de liage ne sont pas consécutifs. Ces tissus sont très souples, plats et déformables. Ils présentent une bonne mouillabilité.

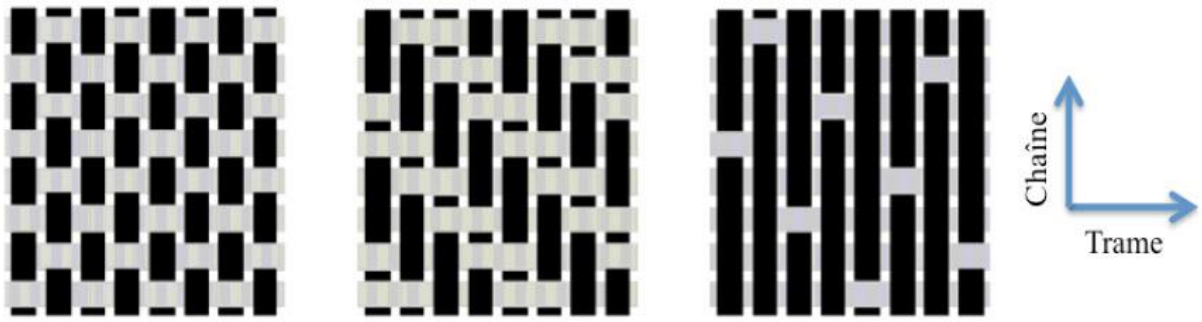

Figure. II.2. Les grandes familles de tissés 2D [7].

Les textiles de la figure II.2 sont équilibrés, ce qui signifie que chaque tissu a un nombre égal de fils de trame et de chaîne. Dans le cas contraire, ils sont considérés comme déséquilibrés [7].

II .2. 2.2. Les tricotés

Contrairement aux tissus tissés, où les fils sont droits et parallèles, les tissus tricotés comprennent des fils qui serpentent et forment des boucles symétriques appelées points. Le tricot a une élasticité beaucoup plus grande que le tissé en raison de la facilité avec laquelle ces points sinueux peuvent être étirés dans différentes directions [8]. Outre une grande formabilité, une ténacité extrêmement forte et une perméabilité très élevée, la très forte déformabilité des mailles facilite de ce fait l'injection de la résine [9].

Pour créer un tricot simple (figures II.3-a et II.3-b) ou double, un fil simple est tricoté par entrelacement de la manière souhaitée dans le sens chaîne ou trame (figure II.3-c).

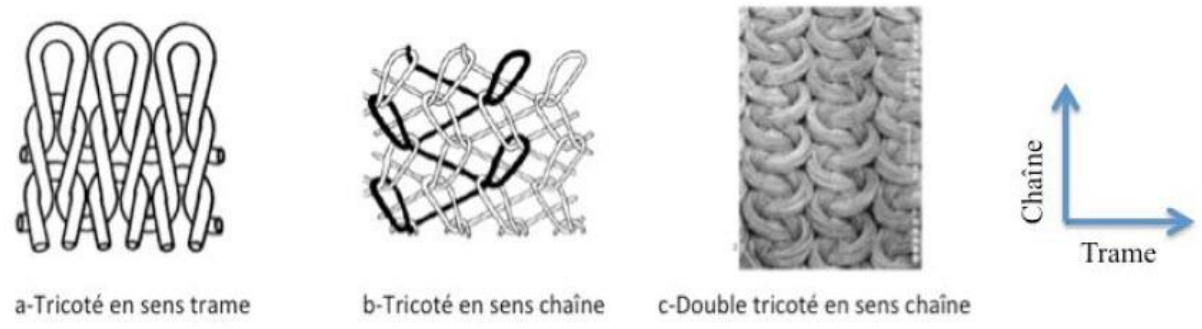

Figure. II.3. Quelques types de tricotés 2D [10].

II .2. 2.3. Les tressés

Les tressés sont construites à l'aide d'au moins deux types de mèches différentes, dont aucune ne doit suivre un chemin rectiligne mais dont l'orientation est privilégiée pour le renforcement [11].

Il existe deux grandes familles de tressés (Figure II.4):

- le bi-axial dont le tressage permet typiquement à l'un de recueillir l'autre au travers de mèches tressées perpendiculairement au unidirectionnel [12] (Figure II.4-a).

- Le triaxial est constitué de trois directions de mèche dont deux s'enchevêtrent sur l'unidirectionnelle selon deux directions symétriques inclinées par rapport aux grandes directions du plan, dont l'une est uni-directionnellement dirigée en sens chaîne ou en sens trame. Les trois mèches sont disposées selon un motif hexagonal (Figure II.4-b). Le triaxial est unique en ce que les charges de traction et de cisaillement sont réparties uniformément et qu'elles sont sensiblement isotropes [13].

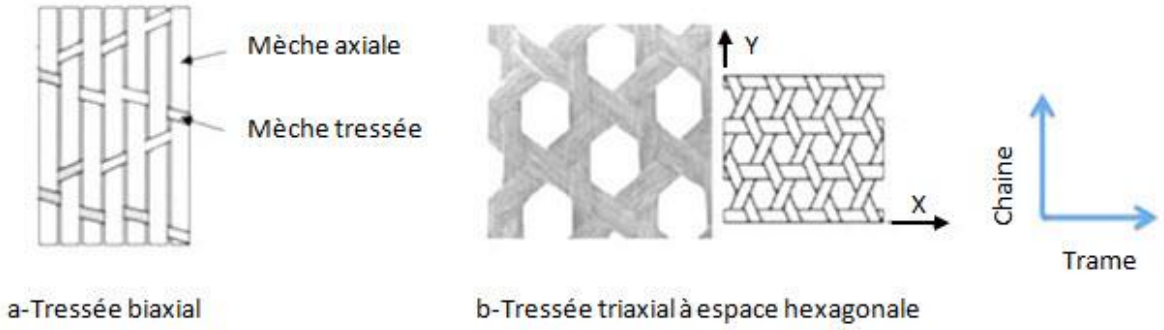

Figure. II.4. Les grandes catégories de tressés 2D [12].

II .2.3. Les tridimensionnels

Les mèches dans les plans vertical et horizontal, ainsi que les autres mèches dans le plan horizontal, produisent une résistance dans les trois directions cartésiennes de x, y et z dans les textiles tridimensionnels. Du fait que les renforts 3D sont construits à partir de nappes superposées et reliées par des fils désaxés, leurs nappes sont plus épaisses.

La majorité des textiles 3D sont les cousus, les tissés, les tricotés et les tressés.

II .2.3.1. Les cousus

Les coutures sont constituées d'un empilement de couches qui peuvent être unidirectionnelles, bidirectionnelles (tissé, tricoté, ou tressé), ou une combinaison des deux, épaissies par une mèche "couture" qui peut être horizontale ou coudée et avoir des entrelacs ou non [14].

Un exemple de textile cousu est représenté à la Figure II.5.

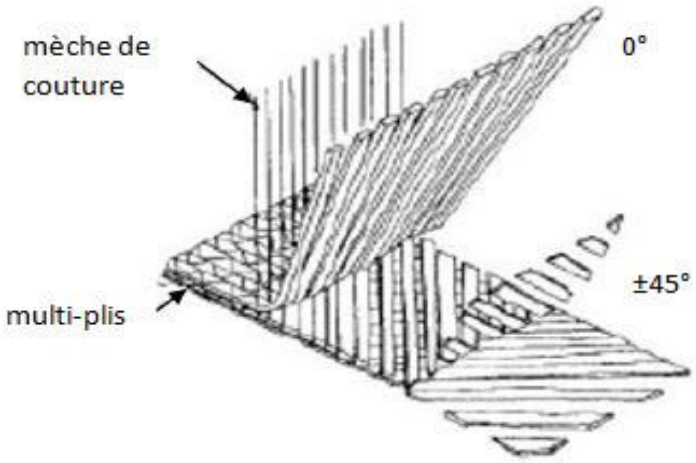

Figure. II.5. Multicouche unidirectionnel cousu **[14]**

II .2.3.2. Les tissés

Plusieurs plans constitués de mèches droites dans les sens chaîne et trame pouvant être reliés par des mèches ondulées constituent des tissus tridimensionnels :

- de surface à surface, sur toute l'épaisseur et la traverse (Figure II.6-a) [15].
- à travers moins de couches que le nombre total de couches grâce à l'empilement de mèches dans le sens de la trame (Figure II.6-b)) [11].
- entre deux nappes de mèches sens trame qui se succèdent (Figure II.6-c) [16].

Ce type de tissage est appelé « tissage angle Interlock ».

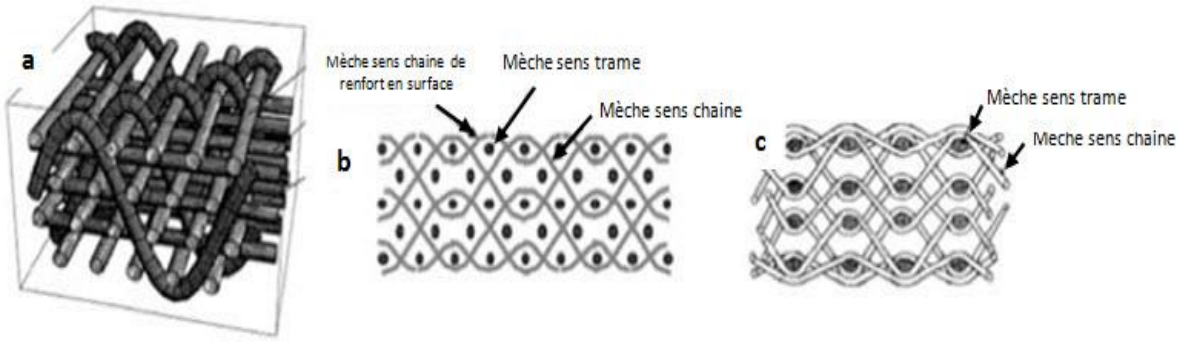

Figure. II.6. Différents types de « tissage angle Interlock » [11].

L'orientation verticale du roving assure le renforcement de la direction de l'épaisseur, écartant le « tissage orthogonal » de la figure II.7 du « tissage à angle d'interlock » [11].

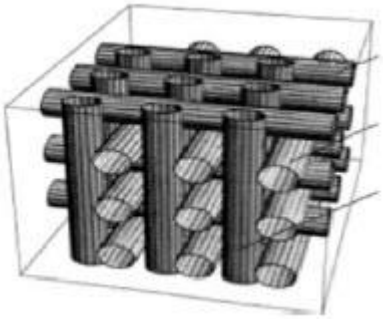

Figure. II.7. Un exemple de motif du « tissage orthogonal » [15]

II .2.3.3. Les tricotés et les tressés

Les mèches des mailles et tresses 3D, dont certaines sont corrélées à l'orientation "hors plan" du textile en 2D, sont orientées dans les trois directions de l'espace, permettant de créer des motifs géométriques architecturaux plus élaborés que dans les mailles 2D et tresses.
Un tricoté 3D et un tressé 3D peuvent être observés sur la Figure II.8-a et la Figure II.8-b respectivement.

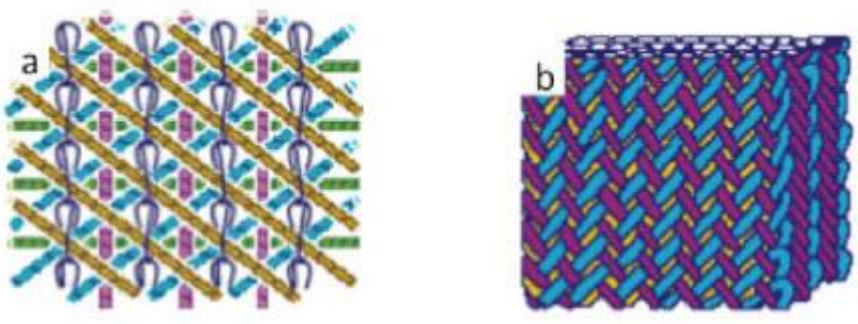

Figure. II.8. Tricoté 3D (a) et Tressé 3D (b) **[17].**

II.3. Structures tissées bidirectionnelles

La jonction de deux brins de chaîne (à 0°) et de trame (à 90°) orthogonaux définit des structures tissées bidirectionnelles [18]. Une machine à tisser est utilisée pour créer ces structures. L'utilisation de machines à tisser pour réaliser des renforts en fibres tissées offre une grande productivité et abaisse le coût de production des composites. Cette technologie de fabrication permet la création de structures 2D bi-axiales. Le maintien de la tension des fils de chaîne et l'entrelacement des fils de chaîne et de trame contribuent tous deux à l'abrasion et à la rupture des fibres. En conséquence, la résistance et la ténacité des fils sont abaissées contrairement aux qualités de fil des structures unidirectionnelles, comme l'ont démontré Curtis et Bishop [19].

Le tissage du tissu décrit principalement comment les fils s'interconnectent. La figure II.9 représente les trois armures fondamentales : uni, sergé et satin. La toile est la structure la plus élémentaire à construire. En raison de l'entrelacement maximal des fils de chaîne et de trame, il est compact et ne se déforme pas facilement. Le sergé crée une apparence diagonale en passant d'un fil de chaîne à chaque fil de trame à un rythme régulier. Ce tissage est plus doux qu'un tissage uni. Comparé à d'autres tissages (lin, sergé), le satin a la structure la plus souple et la plus lisse. Cela est dû à la faible densité d'entrelacement des fils de satin.

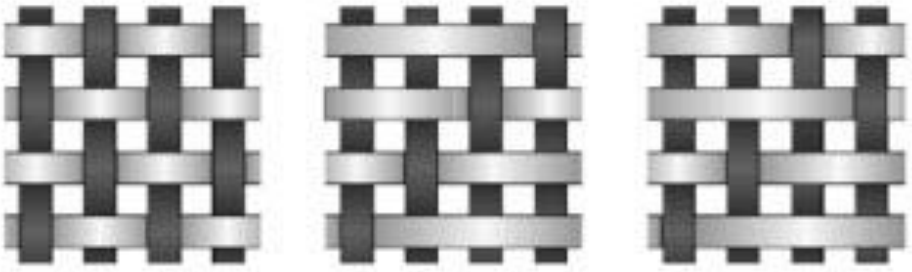

Figure. II.9. Armures fondamentales des structures tissées 2D: A. Toile, B. Serge et C. Satin

II.4. Approche multi-échelle des structures fibreuses tissées

La sélection des fibres est une étape importante dans la détermination des caractéristiques mécaniques du produit final. Les caractéristiques souhaitables de la structure déterminent l'organisation et l'orientation des fils ou mèches à l'intérieur des structures fibreuses. De ce fait, le type d'architecture choisi est un élément clé pour assurer les performances mécaniques

des tissus.

Les structures fibreuses tissées 2D sont des matériaux textiles aux architectures poreuses à base de fils entrelacés, permettant de mettre en évidence le caractère multi-échelle de ces structures. Le comportement des constructions tissées 2D est étudié à différentes échelles (Figure II.10) :

- **Echelle Microscopique :** c'est l'échelle de la fibre.
- **Echelle Mesoscopique** : c'est l'échelle du fil.
- **Echelle Macroscopique** : c'est l'échelle du tissu final.

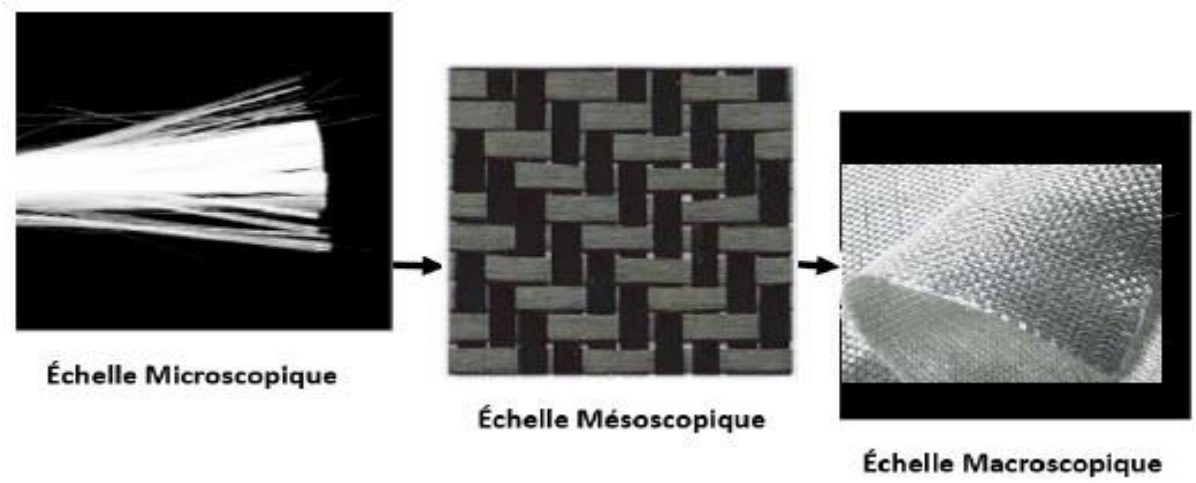

Figure. II.10. Les trois échelles caractéristiques de l'étude des renforts tissés [20].

La diversité des fibres naturelles nécessite un examen de toutes les phases de leur transformation pour la production de structures fibreuses. Corbin et al.[21] ont découvert que la rigidité de la fibre de lin affecte l'usure des stratifils ainsi que les caractéristiques de traction des renforts fabriqués à partir de cette fibre.

II.4.1. Approche microscopique (Echelle fibre)

La plus petite unité de la structure, la fibre, représente la structure fibreuse à l'échelle microscopique. Le comportement de cette échelle correspond au comportement de la fibre. L'examen des différentes qualités de la fibre permet son utilisation dans le processus de tissage. La continuité et la rigidité des fibres naturelles sont des paramètres qui peuvent être utilisés pour sélectionner le mode de transformation des fibres à l'échelle mésoscopique.

II.4.2. Approche mésoscopique (Echelle fil)

Le fil représente la structure fibreuse à l'échelle mésoscopique. Les qualités physiques (poids, torsion) et mécaniques (ténacité) du fil sont étudiées en déterminant les variables qui influencent sa portabilité. La torsion des fibres utilisées pour fabriquer le fil est un élément crucial pour la continuité et la stabilité dimensionnelle du tissu fini. Les propriétés mécaniques du fil sont des caractéristiques qui influencent les qualités mécaniques des textiles finis.

II.4.3. Approche macroscopique (Echelle tissu)

La structure fibreuse est vue dans son ensemble à l'échelle macroscopique. Les normes sont utilisées pour examiner les caractéristiques des formations fibreuses. Les caractéristiques structurelles et mécaniques des matériaux fibreux tissés sont déterminées lors de l'analyse du comportement.

- Les propriétés structurelles des structures fibreuses comprennent :

- **La masse surfacique :** est une propriété physique calculée à partir de la masse et de la surface du tissu. Il est déterminé par la densité des fils de chaîne et de trame dans la structure ainsi que par le nombre de fils. Elle affecte le taux de renforcement des matériaux composites à structure fibreuse.
- **L'épaisseur :** est une propriété physique qui varie selon le tissage et le fil utilisé. Elle a un impact sur l'utilisation des structures fibreuses tissées pour le renforcement des matériaux composites.
- **La densité des fils :** est le nombre de fils dans les sens chaîne et trame par unité de longueur.
- **L'embuvage et le retrait :** indiquent la longueur consommée des fils de chaîne et de trame (retrait) à l'intérieur de la structure fibreuse. Cette propriété définit la capacité de la structure à s'étirer sans déformation élastique.

- Les propriétés mécaniques des structures fibreuses comprennent:

- **Le comportement en traction :** La rigidité des structures fibreuses est montrée. Ce comportement peut être utilisé pour évaluer les qualités force-allongement des matériaux fibreux dans les deux sens (chaîne et trame).
- **Le comportement en flexion :** La rigidité en flexion des matériaux fibreux tissés est

représentée. Ce comportement est déterminé par le mouvement probable des fibres à l'intérieur des fils et des fils à l'intérieur des structures.

- **Le comportement en compression :** La compression des structures fibreuses se produit lors de la fabrication des matériaux composites. Cette compression a un effet sur la qualité de l'imprégnation.

II.5. Influence du procède de fabrication sur la performance des fils

Les fils sont soumis à de multiples pressions liées aux différentes étapes de tissage des structures fibreuses (préparation du faisceau, enroulement et tassement des fils, etc.). Ces contraintes peuvent entraîner des modifications du comportement mécanique des fils. F. Omrani et al.[22] ont étudié l'effet du tissage de structures fibreuses 2D à base de fils de lin sur les caractéristiques de traction. L'armure sergé 2/2 réduit la raideur des fils de lin tout en augmentant l'allongement à la rupture, en fonction du degré de torsion des fils. Une valeur de torsion élevée du fil diminue la détérioration du fil tout au long du processus de tissage.

II.6. Modes et mécanismes de déformation des renforts tissés

II .6. 1. Non glissement entre chaîne et trame

Les réseaux chaîne et trame d'un renfort tissé ne bougent pas l'un par rapport à l'autre, à titre liminaire. Avec des renforts sur lesquels étaient dessinés deux réseaux de lignes droites perpendiculaires, des tests de formage ont été effectués. Ces lignes continuent d'exister tout au long du processus de formage (voir Figure II.11), ce qui est cohérent avec la théorie anti-glissante entre les réseaux de chaîne et de trame. Parce qu'elle permet l'utilisation de modèles de milieu continu pour former des simulations, cette prémisse est cruciale (méthodes des éléments finis). Elle permet également de faire l'hypothèse de déformations de type treillis pour le tissé, ce que nous utiliserons dans les simulations à échelle mésoscopique [7].

Figure. II.11. Non glissement entre réseaux de chaîne et trame, illustration par un réseau de courbes initialement droites et continues [20].

II .6. 2. Elongation dans la direction des mèches

Le renfort ne subit que des déformations très modestes lorsqu'il est sollicité dans le sens de ses mèches (de l'ordre de quelques % au plus). Ceux-ci présentent une forte non-linéarité.

En effet, la structure tissée du renfort joue un rôle dans le processus de déformation sous contrainte bi-axiale, puisque la tension fait diminuer l'ondulation des mèches (voir Figure II.12 a). Les torons se révèlent alors fortement écrasés transversalement à leur orientation longitudinale, principalement au niveau des jonctions du réseau. La non-linéarité des courbes de tension bi-axiale des armatures tissées est causée par ce phénomène (voir Figure II.12-b). Parce qu'un écrasement plus prononcé de celles-ci n'est plus possible, seule la rigidité des rovings caractérise la seconde partie de ces courbes (compaction maximale). Du fait de la rigidité des mèches, les énergies de déformation bi-axiale sont souvent importantes [7].

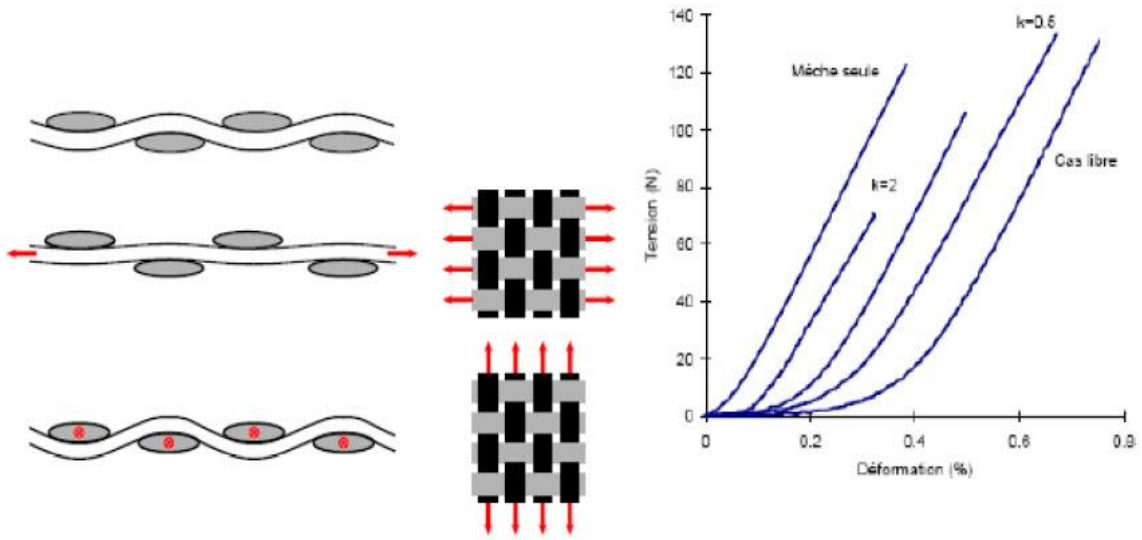

Figure. II.12. Mécanique et comportement en traction bi-axiale. a) Origine géométrique des non linéarités, b) Réseau de courbes de traction bi-axiale **[20].**

II .6. 3. Déformation de cisaillement dans le plan

De grandes rotations relatives des réseaux de chaîne et de trame sont réalisables en raison du tissage. Comme nous avons précisé que ces réseaux ne glissent pas les uns sur les autres, ce type de déformation ressemble à celle d'un treillis, dont les nœuds seraient les points de superposition des réseaux (voir figure II.13-a). Le mode de déformation idéal des armatures tissées est induit par la rotation relative extrêmement libre des réseaux (jusqu'à un angle de blocage). La rotation relative des réseaux, qui peut atteindre 40 à 50 degrés selon les armatures, est fréquemment utilisée pour mesurer les déformations car elles peuvent être importantes à de très faibles pressions (rigidité au cisaillement initialement extrêmement faible).

Cependant, le comportement en cisaillement plan de l'armature présente un comportement fortement non linéaire (voir la courbe de la Figure II.13-b). L'angle de blocage est obtenu (les interstices entre les brins sont fermés), moment auquel le processus de déformation change entièrement au fur et à mesure que les brins entrent en contact latéral. Les stratifiés du renfort subissent un écrasement transversal important, ce qui entraîne une augmentation sensible de la rigidité au cisaillement du renfort. Ces événements sont illustrés par les images produites par corrélation et représentées sur la figure II.13-b. Au-delà de cet angle de blocage, la rigidité augmente au point où l'on voit se former des plis dans le renfort. Selon le renfort, ce

phénomène peut se produire entre 35 et 50 degré [7].

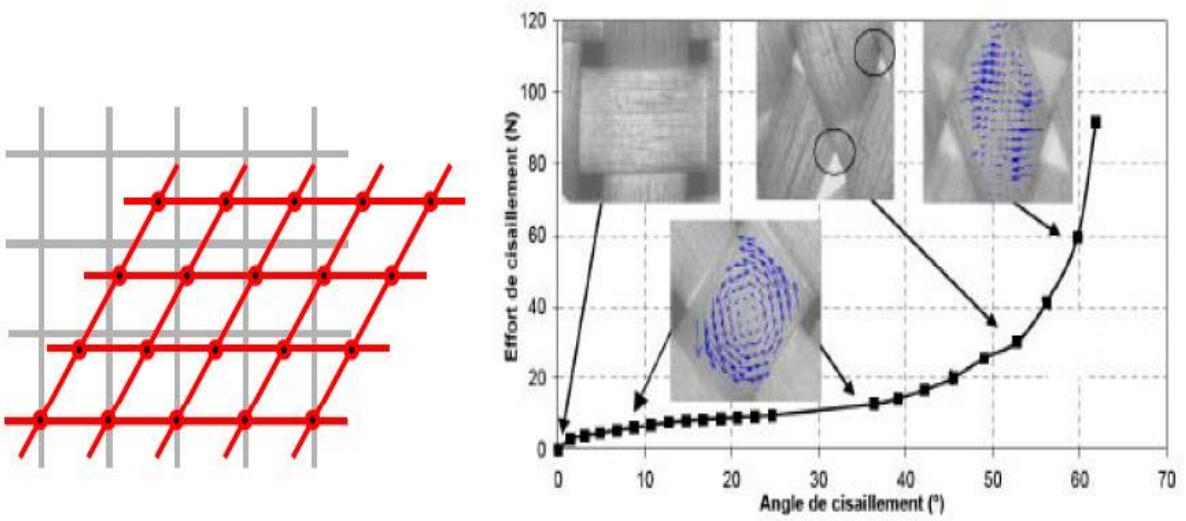

Figure. II.13. Mécanismes et comportement en cisaillement. a) Cinématique de type treillis, b) Courbe de cisaillement et phénomènes mésoscopiques [23].

II .6. 4. Compaction transverse

Un renfort tissé aura à nouveau un comportement non linéaire lorsqu'il sera comprimé transversalement à son plan (par exemple, entre deux plans parallèles), qui est lié au compactage des différents réseaux de rovings. Bien qu'initialement assez simple, cela devient rapidement contraint par la densité maximale de fibres. Comme la préforme est fréquemment compactée avant l'injection de la résine pour augmenter le taux volumique de renfort dans la pièce finie, ce mode de déformation est crucial pour le procédé RTM [7].

II .6. 5. Flexion

Les mèches et, finalement, le tissu ont souvent une faible rigidité à la flexion en raison de la rigidité à la flexion presque inexistante des fibres et du potentiel de glissement entre elles. Cette prémisse permet la modélisation de matériaux tissés à l'aide de membranes, à l'exception de certaines situations de matériaux lourds ou non flexibles où des coques sont utilisées.

Cependant, il faut noter que lors de la mise en forme, cette rigidité en flexion est cruciale dans le développement des plis [7].

II .6. 6. Importance des phénomènes mésoscopiques

Les propriétés mécaniques macroscopiques des textiles tissés sont fortement liées aux processus mésoscopiques, comme nous l'avons souligné tout au long de cette section. Les principales non-linéarités comportementales entre elles sont causées par l'écrasement transversal des rovings. En remplissant les espaces entre les fibres et par leur glissement relatif, un faisceau de fibres est compacté, conduisant à l'écrasement transversal d'un mèche.

Ces résultats nous permettent déjà d'appréhender l'intérêt d'une étude à l'échelle mésoscopique du comportement des armatures tissées. En utilisant le passage méso-macro, nous construisons un lien qui permet de connaître les comportements macroscopiques du tissu tissé [7].

II.7. Conclusions

Les chercheurs et les entrepreneurs ont été contraints par le contexte environnemental, économique et social d'utiliser des ressources renouvelables au lieu des fibres synthétiques standard lors de la création de matériaux composites innovants pour une variété d'applications (aéronautique, automobile, bâtiment, etc.). Les fibres naturelles, en particulier les fibres végétales les plus populaires, se sont révélées être des options efficaces pour le renforcement des matériaux composites en raison de diverses caractéristiques, notamment une faible densité, une résistance spécifique relativement élevée et un impact environnemental minimal. Ils sont également simples à obtenir, ce qui explique leur prix abordable.

Ils présentent une variation significative entre les espèces et entre les individus d'une même variété en raison de leurs caractéristiques naturelles, de leur maturation, de leurs procédures d'extraction, de facteurs pédoclimatiques et de leur organe de provenance, ce qui explique également en partie les informations contradictoires de la littérature.

Les fibres végétales peuvent être considérées comme des composites de fibrilles de cellulose cristalline maintenues ensemble par une matrice principalement composée de lignines, d'hémicelluloses et de pectines (principaux composés amorphes). L'angle micro-fibrillaire, qui est déterminé par la façon dont les fibrilles de cellulose sont alignées en hélice, influence certaines des caractéristiques mécaniques des fibres. La torsion est un paramètre essentiel pour garantir la tissabilité des fibres naturelles.

les structures fibreuses tissées sont parmi les structures de renfort les plus souvent utilisées dans l'industrie des matériaux composites. Le procédé de tissage permet une facilité de mise en œuvre des renforts fibreux. Les propriétés des structures fibreuses tissées bidirectionnelles dépendent du type d'armure et du type de fibre naturelle. L'intérêt porté sur les structures fibreuses multicouches pour le renforcement des matériaux composites utilisés dans les applications structurales a poussé les chercheurs à concevoir les structures fibreuses tissées bidirectionnelles. La complexité des structures fibreuses tissées conduit à adopter une approche multi échelle pour caractériser ces structures. Les propriétés au niveau de chaque échelle influencent sur le comportement de la structure finale.

Chapitre III

Matériaux et méthodes expérimentales

III .1. Introduction

Les performances des matériaux composites sont principalement déterminées par les paramètres de renforcement, mais aussi par la régulation de la phase d'imprégnation. Le renforcement sous différentes architectures permet de répondre à des besoins industriels uniques. Les structures tissées sont les plus couramment utilisées comme renfort de matériaux composites parmi les conceptions couvertes au chapitre III en raison de leurs performances mécaniques et de leur stabilité dimensionnelle.

Ce chapitre est divisé en trois sections, la première section se concentre sur l'étude des nouvelles fibres cellulosiques extraites de la plante Centaurea Melitensis pour vérifier la possibilité de les utiliser comme renfort dans le composé biologique. En effet, dans cette enquête, les propriétés morphologiques, chimiques, physiques et mécaniques ont été examinées. La deuxième section se concentre sur le processus de tissage, qui répertorie à son tour la définition du processus de tissage et une explication détaillée de la façon de fabriquer une machine à tisser que nous avons fabriquée, ainsi que la liste de la méthode de tissage utilisant des fibres naturelles. La troisième section explique le processus de formation de matériaux composites à base de fibres Alfa et de résine époxy, en exécutant le gabarit contre des gabarits de matériaux composites renforcés par des structures tissées bidimensionnelles à base de fibres Alfa, ainsi que les propriétés mécaniques de ces matériaux.

III .2. Nouvelle fibre

III .2.1. Matériel végétal

Les fibres utilisées dans cette étude ont été prélevées sur la plante Centaurea Melitensis. Ce dernier se trouve dans la région du Hodna en Algérie (35°42'7"N, 4°32'49"E et 471m d'altitude). Il pousse naturellement au bord de la route au printemps, atteignant une hauteur d'environ 85 cm et un diamètre de 5 à 10 mm.

III .2.2. Extraction des fibres

Après la récolte de la plante attendue, des étapes de base sont suivies pour extraire les fibres lignocellulosiques des tiges de Centaurea Melitensis. La figure III.1 montre la plante CM et les fibres extraites.

Au début, les tiges CM sont nettoyées et les contaminants de poussière et autres particules étrangères indésirables sont éliminés à l'aide d'eau distillée. Les tiges sont ensuite immergées pendant quatre semaines dans un réservoir rempli d'eau du robinet pour la bio-régénération,

permettant aux fibres de se séparer de la tige [1]. Les fibres ont été séparées des tiges avec une brosse métallique et lavées à l'eau distillée pour les extraire.

A la fin de la procédure, les fibres sont séchées dans une étuve à 65 °C pendant 6 h pour réduire la quantité d'humidité. La figure 1c montre les fibres obtenues en utilisant la méthodologie susmentionnée.

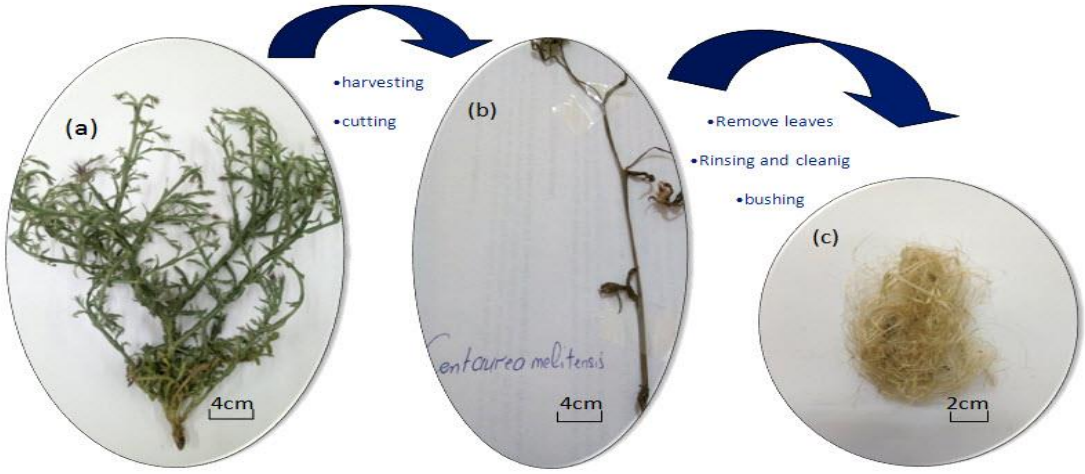

Figure. III.1. *Centaurea Melitensis* :(a) plantes, (b) tige, (c) : fibres extraites

III .2.3. Méthodes de caractérisation

III .2.3.1. Etude de anatomique

Afin d'étudier et d'étudier la structure interne de la plante CM, une étude anatomique a été réalisée. Une lame de rasoir tranchante a été utilisée pour couper les tiges en petits morceaux de 0,5 mm. Après les coupes transversales ont été trempées dans une solution d'hypochlorite de sodium (eau de Javel) puis elles ont été lavées abondamment avec de l'eau distillée. Après cela, un court lavage est effectué dans de l'acide acétique dilué, suivi d'un lavage à l'eau distillée. Les pièces finales ont ensuite été nettoyées à l'eau distillée après les avoir immergées dans de l'iode vert carmin. Avant d'être examinés au microscope (OPTIKA B-350), les échantillons sont soigneusement insérés entre la lame et le capuchon.

III .2.3.2. Mesure de densité

La densité des fibres (ρ_f) est évaluée par la technique du Pycnomètre. A cet effet, le pycnomètre est rempli d'un liquide appelé Ethanol dont la masse volumique est ρ_e=0,79 g/cm^3. Avant d'effectuer la mesure de densité, un échantillon de la fibre est subdivisé en petits morceaux de 10 mm. Ensuite, l'ensemble des pièces est séché dans une étuve à 90°C pendant 20 minutes. Enfin, environ 1g de la fibre est immergé dans l'Ethanol et les mesures ont été réalisées avec une échelle de sensibilité de 0,0001 g. La densité de fibres a été obtenue en utilisant l'expression suivante :

$$\rho_f = \frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0) - (m_3 - m_2)} \rho_e \qquad (1)$$

où:

m_0 représente la masse du pycnomètre non rempli, m_1 représente la masse du pycnomètre rempli d'éthanol, m_2 représente la masse du pycnomètre et des fibres combinés, et m_3 représente la masse du pycnomètre rempli d'éthanol et de fibres.

L'aire de la section transversale a été estimée à l'aide de la formule [2]:

$$S_f = \frac{M}{\rho_f * L} \qquad (2)$$

où:

S_f représente la section transversale de la fibre, M est la masse de la fibre, L représente la longueur de la fibre et ρ_f représente la densité de la fibre.

En supposant une forme cylindrique de la fibre et en utilisant la densité des expressions données dans les équations (1) et (2), le diamètre équivalent est calculé à l'aide de la relation suivante [3].

$$D_e(\mu m) = \sqrt{4 * D(mtex)/\pi.\rho_f\,(g/cm^3)} \qquad (3)$$

III .2.3.3. Analyse ATR-FTIR

Les éléments du groupe fonctionnel présents dans la composition des fibres CM sont déterminés par ATR-FTIR. Le processus de test utilisant FTIR est effectué à température

ambiante à l'aide d'un appareil Cary630KBr d'Agilent Technologies. Le spectre infrarouge est enregistré avec une résolution spectrale de 2 cm^{-1} dans la gamme de longueurs d'onde entre le champ de 4000 cm^{-1} à 400 cm^{-1}.

III .2.3.4. ATG

L'étude et l'analyse de la Thermique Gravimétrique (ATG) sur les fibres CM sont réalisées à l'aide de (SDT Q600 V20.9 Build device). En fait, le test est réalisé de la manière suivante : 6 mg de poudre de CM ont été placés dans de l'alumine trompette et introduits dans une étuve à atmosphère contrôlée où le débit de flux d'azote est de 20 ml/min. La plage de température peut varier de la température ambiante (c'est-à-dire la température ambiante) à un niveau de température pouvant atteindre 600°C, avec une température de chauffage moyenne de 10°C par minute.

III .2.3.5. DRX

La technique d'analyse DRX analytique permet de réaliser la cristallisation (CI) des fibres CM par un appareil de diagnostic par diffraction des rayons X "BRUKER D8" avec Cu-Kα (Kα = 1,54056), tout en maintenant la gamme de spectres entre 10˚ et 70˚ (Angle de champ 2θ). La DRX est fixée à 40 kV et 30 mA et l'indice de cristallisation (CI) est calculé par la relation empirique donnée par l'expression (4) formulée par référence [4]:

$$CI\% = \frac{(I_{002} - Iam)}{I_{002}} \times 100 \qquad (4)$$

où:

I_{002} représente la plus grande intensité du pic cristallin à (2θ = 22) et I_{am} représente l'intensité (minimale) du pic amorphe à (2θ = 16,86) respectivement. L'équation de Scherrer a également été utilisée pour estimer la taille des cristallites (CS) [5]:

$$CS = \frac{k\lambda}{\beta coc\theta} \qquad (5)$$

où:

La constante de Scherrer K = 0,89, λ représente la longueur d'onde du spectre en A˚, β est la largeur totale du pic en radians à mi-maximum et θ est l'angle de diffraction.

III .2.3.6. Essai de traction

Pour déterminer les propriétés de traction des fibres simples, la norme ASTM C1557-14 qui est une méthode pour tester les propriétés de traction des fibres simples a été utilisée pour déterminer la résistance à la traction maximale des fibres CM. Les paramètres mécaniques (résistance à la traction, module d'Young et déformation à la rupture) ont été déterminés à l'aide de l'appareil d'essai Zwick-Roell. L'expérience a été réalisée avec 30 fibres simples, chacune ayant une longueur de jauge de 40 mm, une vitesse transversale de 2,5 mm/min et une cellule de charge de 2,5 kN. Il convient de mentionner que les résultats les plus fiables sont fournis.

III .2.3.7. Test d'adhésion microgouttelettes

Dans ce test, des microgouttes sont réalisées en réalisant des nœuds avec de la résine époxy autour des fibres CM. Il s'agit d'une méthode qui utilise une fine tige métallique pour appliquer de petites gouttes de résine époxy sur des fibres individuelles, puis les placer dans un cadre en papier et les laisser durcir. La figure III.2 (a) montre l'examen de la géométrie des gouttelettes à l'aide d'un microscope optique (MOTIC). Les échantillons présentant des défauts, tant au niveau des gouttelettes que des fibres, sont automatiquement rejetés. Avant le test, le cadre en papier est découpé et testé sur la machine de tension universelle Instron ZWICK Z005 pour le test de micro-chute sur fibre CM. La figure III.2 (b) montre la méthode de placement des fibres sur le dispositif à l'aide de deux lames positionnées. Les lames sont fixées à la mâchoire inférieure du système de test Instron et les fibres sont tirées à travers la mâchoire supérieure en utilisant une vitesse de tête Phillips de 0,5 mm/min. Au moins 10 échantillons ont été utilisés pour l'estimation IFSS et leur valeur moyenne a été rapportée. La résistance au cisaillement interfacial (IFSS) détermine le degré d'adhérence dans un système de matrice fibreuse donné selon l'équation suivante (6) [6].

$$\tau = IFSS = F_{max}/\pi dL \qquad (6)$$

où τ est la résistance au cisaillement interfacial (MPa), F_{max} est la force d'arrachement maximale ; d est le diamètre de la fibre et L est la longueur intégrée.

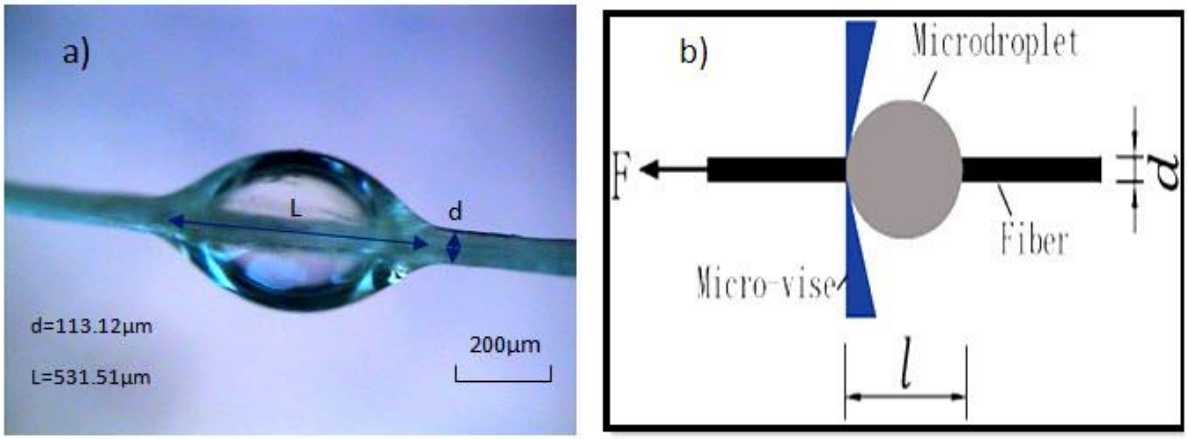

Figure. III.2. a) Micro goutte d'époxy sur fibre CM individuelle, **b)** Test de gouttelettes de fibre CM.

III .2.3.8. SEM

La surface externe des fibres CM est examinée à l'aide d'un microscope électronique à balayage Thermo Scientific Quatro dans un milieu de vide poussé et de basse pression.

III .3. Méthode de tissage

III .3.1. Définition du processus de tissage

Les méthodes et les matériaux utilisés dans l'industrie textile ont connu une expansion considérable, tandis que les fonctions des textiles sont restées inchangées.L'industrie textile est considérée comme l'une des plus anciennes industries connues de l'homme, en particulier les fibres végétales, qu'ils avaient beaucoup de mal à tisser, car elles contiennent de très petits diamètres et les longueurs des fibres ne le sont pas Il est très grand, ce qui rend le processus de tissage très difficile, car il a été tissé à la main en raison de la courte longueur des fibres, ce qui prend beaucoup de temps pour produire une petite pièce de tissu. Pour cette raison, la machine à tisser a été construite pour faciliter le processus de tissage des fibres naturelles, qui sont décrites dans les paragraphes suivants. Où cette machine contribue à l'exploitation optimale des fibres végétales et facilite le processus de leur tissage pour une utilisation dans la production de matériaux composites.

III .3.2. dispositif de tissage

La machine est une machine à tisser des fibres végétales. Il s'agit d'un modèle miniature composé d'un cadre de base, d'un peigne et d'un stabilisateur de fibres. Le cadre tient également le clou, dans laquelle sont fixés les éléments roulants qui porte l'axe de braquage, et cet axe est fixé aux éléments de transmission L'engrenage et la chaîne qui sont mis en rotation par l'outil de retournement, les chaînes, à leur tour, portent les pneus Les deux clous séparés qui coulissent selon les rainures existantes dans le cadre. le figure III.3 représenté les composants de dispositif de tissage.

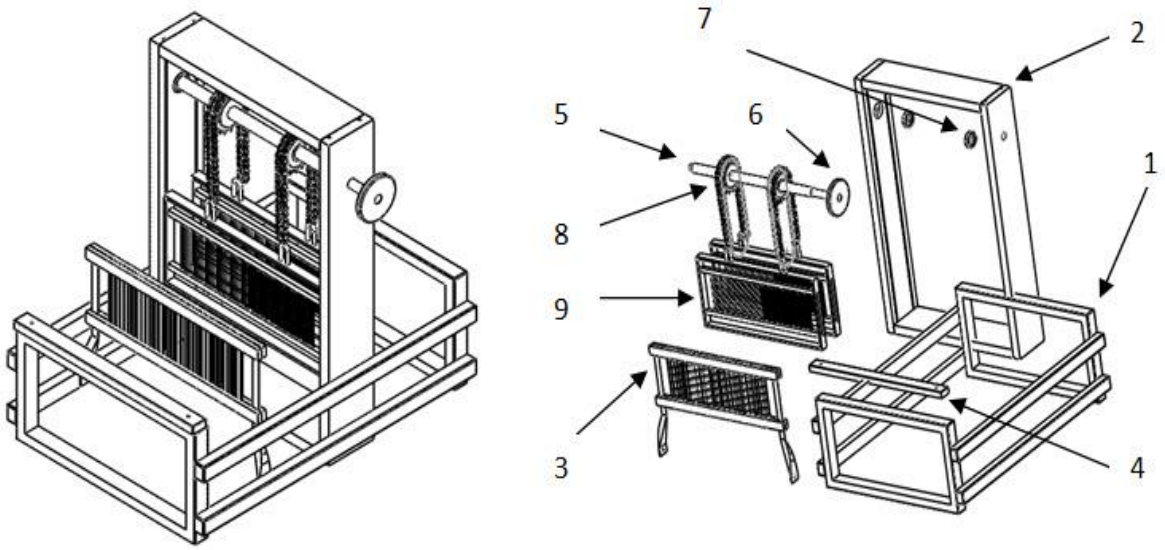

Figure. III.3. Dispositif de tissage.

1. Cadre de base
2. Cadre de support pour le mécanisme de tissage
3. Peigne
4. Fibre stabilisatrice
5. Faire pivoter l'axe
6. Outil de rotation
7. Elément de rouleau
8. Composants de transmission
9. Cadre de tissage

Toutes les pièces sont décrites en détail avec des explications comme suit :

1- Cadre de base: Il maintient à la fois le deuxième cadre et le peigne et fixe les fibres longitudinales (Figure III.4).

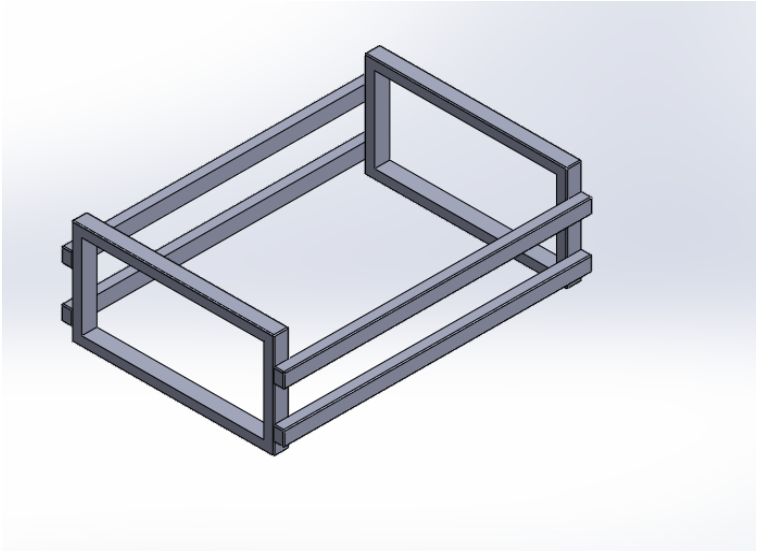

Figure. III.4. Cadre de base.

2- Cadre de support pour le mécanisme de tissage: Il contient les rouleaux, qui à leur tour portent l'essieu, et contient des rainures, selon lesquelles les pneus à clous glissent (Figure III.5).

Figure. III.5. Cadre de support pour le mécanisme de tissage.

3- Peigne: Il est utilisé pour empiler les fibres transversales dans les textiles (Figure III.6).

Figure. III.6. Peigne.

4- Fibre stabilisatrice: Il fixe les fibres au cadre de base (Figure III.7).

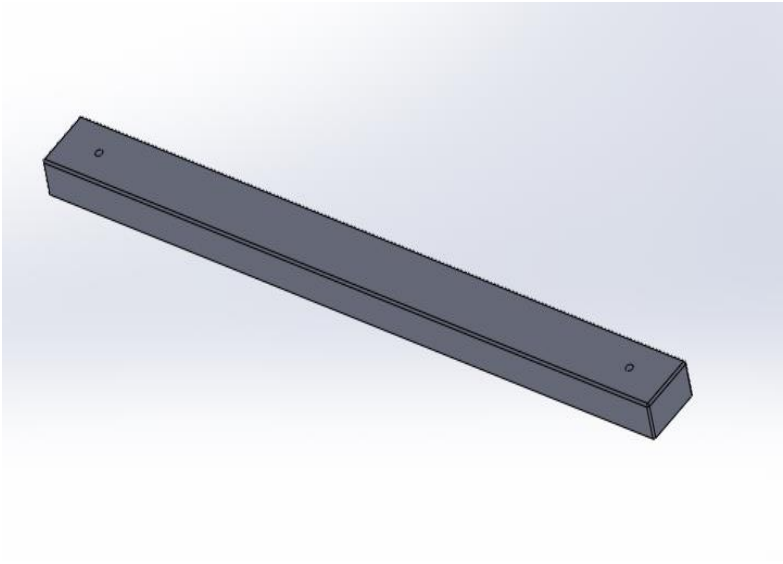

Figure. III.7. Fibre stabilisatrice.

5- Faire pivoter l'axe : Il fait tourner les deux engrenages, qui à leur tour transmettent le mouvement aux deux cadres à clous au moyen de la chaîne (Figure III.8).

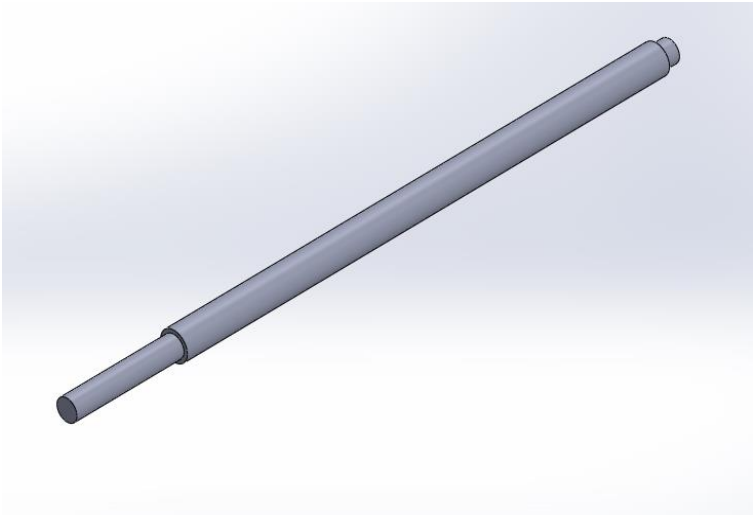

Figure. III.8. Faire pivoter l'axe**.**

6- Outil de rotation: L'axe est tourné manuellement (Figure III.9).

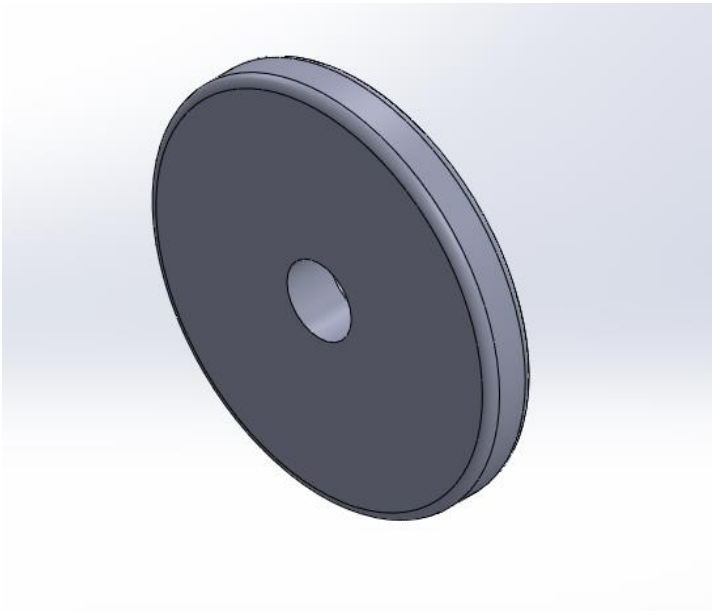

Figure. III.9. Outil de rotation.

7- Elément de rouleau: Il facilite la rotation de l'axe (Figure III.10).

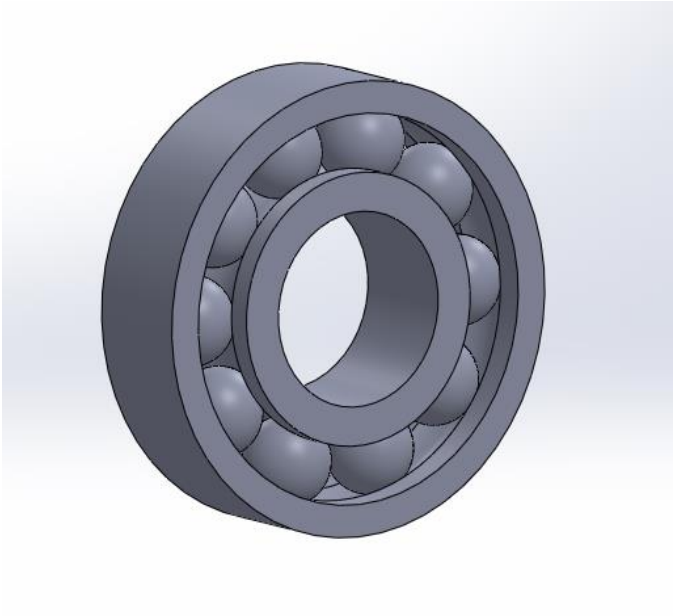

Figure. III.10. Elément de rouleau.

8- Composants de transmission: C'est un engrenage et une chaîne qui transmettent le mouvement de l'essieu aux deux cadres à clous (Figure III.11).

Figure. III.11. Composants de transmission.

9- Cadre de tissage: Ce sont deux pneus qui contiennent de fins fils métalliques sur lesquels l'autre côté des fibres est fixé, car les pneus se déplacent en sens inverse l'un par rapport à l'autre, ce qui fait que les fibres s'entrelacent comme une fibre avec une fibre (Figure III.12).

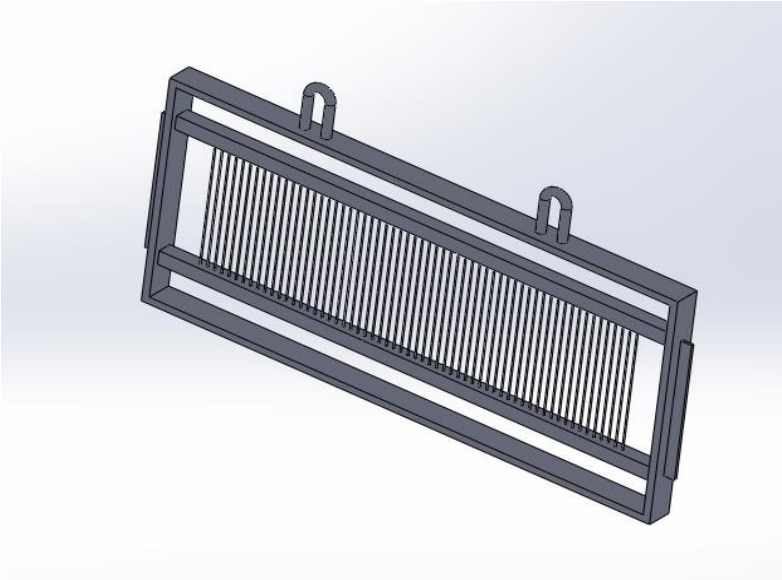

Figure. III.12. Cadre de tissage.

III .3.3. méthode d'obtention du tissus

Les fibres longitudinales sont fixées du premier côté au cadre de base, puis les fibres sont passées à travers le peigne jusqu'aux deux cadres à clous, où le deuxième côté des fibres est fixé aux fils minces fixés aux deux cadres. La fixation des fibres dans les deux cadres se fait en alternant la première fibre dans le cadre avant et la fibre suivante dans le cadre arrière, et ainsi le processus est terminé jusqu'à ce que toutes les fibres soient fixées (Figure III.13.a). Lors de la rotation de l'axe, les deux cadres à clous coulissent, l'un vers le bas et l'autre vers le haut, ce qui crée un angle entre les fibres fixées dans le cadre avant et les fibres fixées dans le cadre arrière (Figure III.13.b). puis le peigne est ramené vers le deux cadres à clous et les fibres transversales sont passées entre les fibres à l'intérieur du coin à empiler (Figure III.13.c). Cette dernière se fait avec un peigne, et nous répétons ce processus jusqu'à ce que la texture souhaitée soit formée (Figure III.13.d).

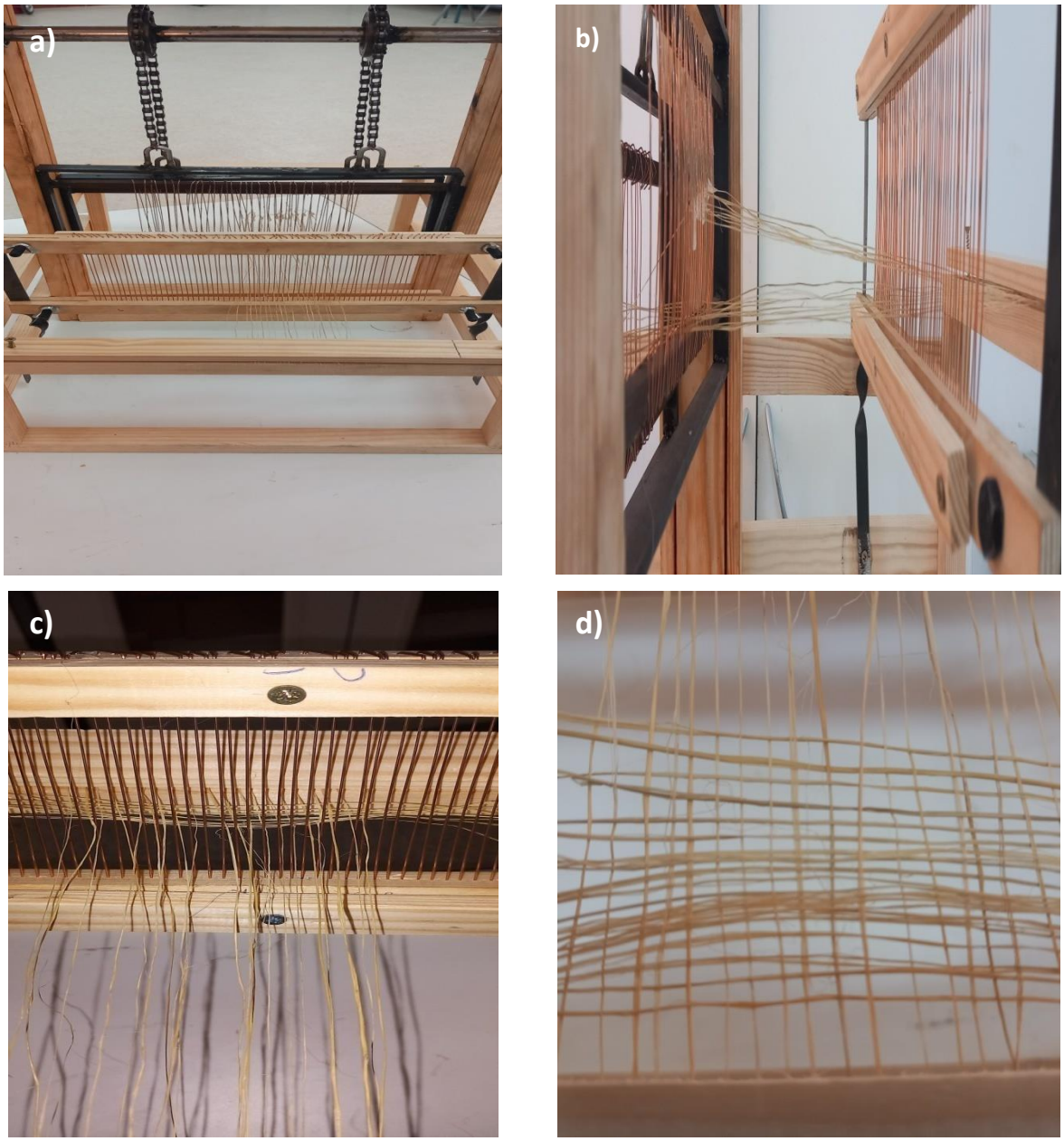

Figure. III.13. Les étapes de la production des tissus

III .4. Elaboration des matériaux composites

III .4.1. Matériaux utilisés

III .4.1.1. le renfort

Dans ce travail, nous avons utilisé la fibre alfa comme renfort. Ces fibres ont été obtenues de la région de M'sila. L'herbe alfa est l'herbe tassuk. Il est constitué de tiges de forme cylindrique et a une hauteur maximale d'environ un mètre.

Après l'identification des propriétés des fibres alfa selon les différentes normes, Les tissus bidimensionnels sont divisés en quatre catégories ,le premier groupe (groupe A) correspond aux les fibres alfa non traitées, et (groupe B) correspond aux les fibres alfa traitées avec NAOH, et (groupe C) correspond aux les fibres alfa traitées avec P+NAOH, et (groupe D) correspond aux les fibres de jute. Sachant que la densité des filaments sont tous faibles. Après la conception et la fabrication des structures tissées 2D selon le procédé de tissage , Le tissage des structures tissées 2D peut contribuer à la modification des propriétés des fibres Alfa. Divers facteurs affectent les performances du fil et sa capacité à tisser, tels que : tordre et compter. Les propriétés de filature dépendent fortement des propriétés de la fibre.

III .4.1.2. La matrice (résine époxy)

La résine époxy est un polymère thermodurcissable liquide qui durcit lorsqu'il est mélangé avec un solide approprié. Il est couramment utilisé comme matériau de matrice dans les composites renforcés de fibres, car il possède de nombreuses propriétés intéressantes pour cette application. La résine époxy est également disponible dans une variété de formulations pour répondre aux exigences spécifiques de résistance à la chaleur, de résistance chimique, de temps de durcissement, de viscosité et de autres propriétés. Il peut être mélangé avec différents types de renfort, tels que la fibre de verre, la fibre de carbone, la fibre d'aramide ou des fibres naturelles telles que la fibre alpha, pour produire des composites renforcés de fibres.

La résine époxy est un polymère thermoset qui possède de nombreuses caractéristiques intéressantes, notamment :

- **Résistance mécanique :** la résine époxy offre une excellente résistance à la traction, à la flexion et à la compression, ce qui la rend idéale pour une utilisation dans les composites renforcés de fibres.

- **Résistance chimique :** la résine époxy est résistante à de nombreux produits chimiques, notamment les acides, les bases, les solvants organiques et les produits pétroliers.
- **Adhérence :** la résine époxy présente une excellente adhérence à de nombreux substrats, y compris les métaux, les plastiques et les composites.
- **Stabilité dimensionnelle :** la résine époxy est stable dimensionnellement, ce qui signifie qu'elle ne se dilate pas ou ne se contracte pas lorsqu'elle est exposée à des températures élevées ou basses.
- **Résistance aux chocs :** la résine époxy est résistante aux chocs et aux impacts, ce qui la rend idéale pour une utilisation dans les applications nécessitant une résistance aux chocs.
- **Résistance à l'eau :** la résine époxy est résistante à l'eau et à l'humidité, ce qui la rend idéale pour une utilisation dans les environnements humides.
- **Durcissement :** la résine époxy durcit rapidement et peut être formulée pour durcir à des températures ambiantes ou à des températures plus élevées, selon les besoins de l'application.
- **Faible retrait :** la résine époxy présente un faible retrait lors du durcissement, ce qui signifie qu'elle ne se contracte pas et ne se fissure pas pendant le durcissement.

III .4.2. Elaboration des bio-composites

III .4.2.1. Procédé de tissage des structures tissées bidirectionnelles 2D

Des structures tissées bidimensionnelles à base de fibres alpha peuvent être fabriquées à l'aide de l'appareil de tissage. Le processus de tissage dépend de différentes étapes allant de la préparation de la fibre de chaîne à l'étape de tissage:

- La préparation de la fibre de chaîne consiste à déterminer au préalable le nombre de faisceaux de chaine en fonction des caractéristiques physiques (attribution d'un faisceau par trame, densité des fils de chaîne, largeur du tissu, etc.).

- Les fibres longues sont choisies pour prendre la position de la chaine, où la distance entre elles est de 5 mm

- Ensuite, les fibres courtes sont placées pour prendre une position de trame, où la distance entre elles est de 5 mm

- et le nombre de fibres dans chaque pli est d'environ 50 fibres pour permettre la réalisation de tissus fibreux avec des dimensions de 300*300 mm^2. (Figure III.14)

Figure III.14. Tissus de fibre.

les contexture des tissus sont déterminées selon le tableau III.1 suivant:

Tableau. III.1. Contextures des tissus

Nom	Composition	Compte chaine (fil/cm)	Compte trame (fil/cm)	Masse surfacique (g/m^2)	Epaisseur (mm)
Groupe A	Alfa non traité	2	2	335.83	0.5
Groupe B	Alfa traité NAOH	2	2	227.44	0.5
Groupe C	Alfa traité P+NAOH	2	2	235.02	0.5
Groupe D	Jute	2	2	308.67	1

III .4.2.2.Procédé d'élaboration(moule contre moule)

Le procédé moule contre moule est utilisé pour créer des matériaux composites basés sur des architectures de tissage 2D. Le principe essentiel de ce procédé est de mettre les couches de renfort dans un moule après le dépôt de la résine époxy. Une bâche est utilisée pour fermer le moule, après quoi la résine est injectée. L'opération de pressage est réalisée alors que le

moule supérieur est en place pour garantir une bonne imprégnation du renfort tissé bidimensionnel. La résine époxy a été durcie dans un environnement à température ambiante pendant 24 heures. Pour fournir une surface propre des deux côtés des feuilles composites générées Avant de sceller le moule, une couverture humide a été posée. Les étapes suivantes sont incluses dans le processus de production (Figure III.15) :

-Nous mettons une bâche humide sur le moule inférieur.
-Mise en place de tissus 2D à fibres sur mesure (300 x 300 mm²).
-Après cela, de la résine époxy est coulée sur le moule.
-Fermeture du moule par une bâche.
-Enfin, le moule supérieur est placé et pressé pour répartir uniformément la résine.
- Démoulage

Les matériaux composites ont été produits avec des échantillons constitués de quatre couches chacune avec une structure de texture bidimensionnelle. Des plis orientés à 0° ont été utilisés pour chaque structure tissulaire 2D.

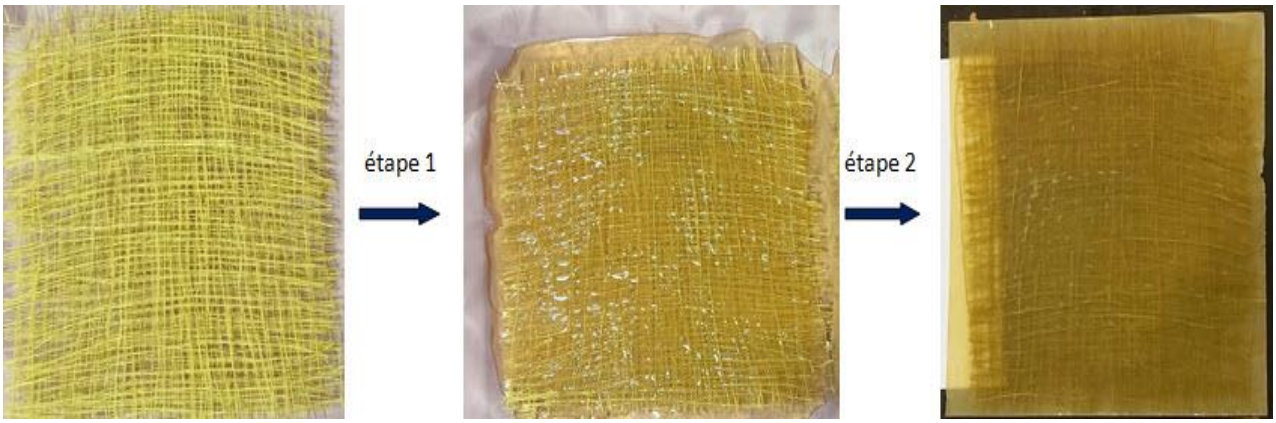

Figure. III.15. Les étapes d'obtention d'une plaque composite

III .4.2.3. Préparation des échantillons

Selon la norme AFNOR 57-101, des échantillons sont découpés dans des panneaux bio-composites à l'aide d'une scie à disque diamanté de diamètre 300 mm et d'une vitesse de coupe de 2500 tr/min avec lubrification pour faciliter le processus de coupe (Figure III.16). Après découpe, les échantillons avaient les mesures suivantes :

Pour les essais en traction :

- les plaque de quatre plis **:** ***h*** = 3 mm, ***L*** = 250 mm, ***l*** = 25 mm (Figure III.17).

Pour les essais en flexion :

- Toutes les éprouvettes destinées pour les essais de flexion possèdent quatre plis :

h =3 mm; ***L*** = 130 mm, ***l*** = 13 mm (Figure III.17).

Les plaques composites sont spécifiés sur la base de structures tissées bidimensionnelles avec du taffetas.

Figure. III.16. Tronçonneuse à disque en diamant utilisée pour la découpe des plaques stratifiées.

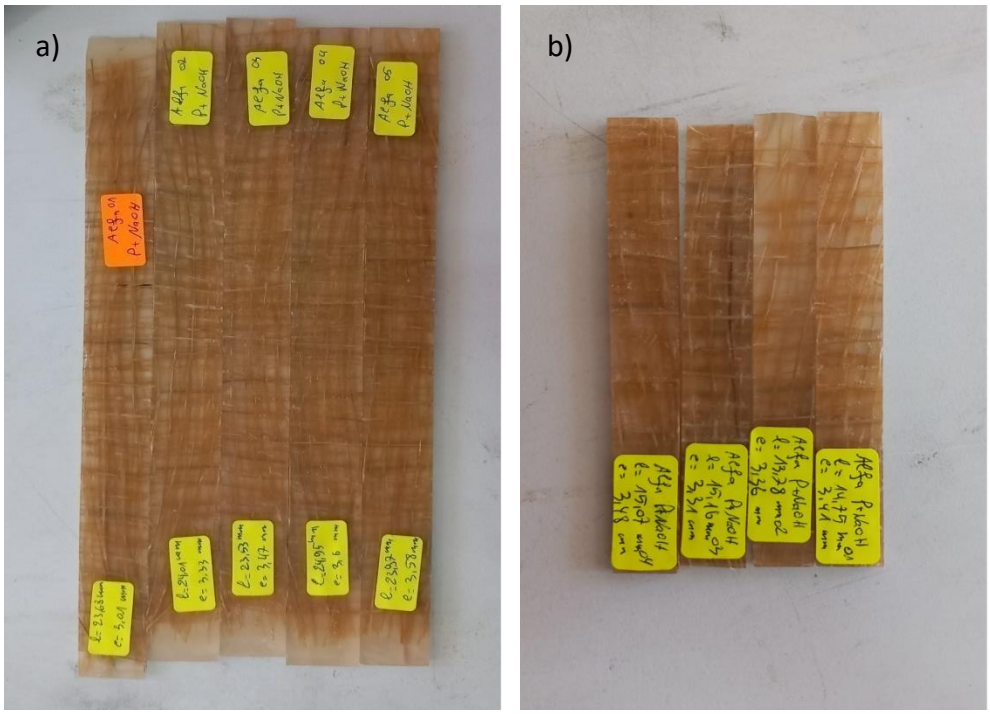

Figure. III.17. Types des éprouvettes obtenus: (a) Traction composite stratifié, (b) Flexion 3-points composite stratifié.

Les éprouvettes obtenues ont été mises dans une étuve à une température de 60° pendant 5 heures pour garantir une polymérisation complète des échantillons avant de passer aux essais mécaniques (traction et flexion 3 points).

III .4.3. Machine d'essai mécanique

Les essais mécaniques de traction et de flexion 3-points statique des échantillons en bio composites des fibres alfa sont réalisés sur une machine d'essai universel de type ZWICK/ROELL Z2.5 (Figure III.18).

Un système d'entraînement à traverse alimenté par un moteur électrique et une cellule de charge d'une capacité de 5 kN sont tous deux inclus dans ce type de machine. La machine est pilotée par le logiciel Test expert V10.11 qui permet de stocker les résultats dans un fichier texte sous forme de rapport de test. Le rapport de test peut ensuite être utilisé sur un ordinateur de bureau ou portable à l'aide d'un programme (Microsoft Excel, Origine, Matlab, etc.) capable de lire le fichier récupéré.

Figure. III.18. Machine universelle de type ***ZWICK ROELLE 2.5***

III .4.3.1. Essai de traction statique sur les bio-composites

L'essai de traction vérifie la capacité d'un matériau à se déformer lorsqu'il est exposé à une force variée. Pour prévoir le comportement du matériau dans les conditions réelles d'utilisation, ce type d'essai est nécessaire. L'essai de traction consiste soit à appliquer une force F et à mesurer l'allongement associé δl sur une éprouvette type du matériau à étudier (Figure III.20) soit inversement. L'écart entre les mâchoires est d'environ 150 mm (selon la norme ASTM D638) (voir la Figure III.19). La contrainte et la déformation sont introduites comme des variables liées au matériau afin de le décrire.

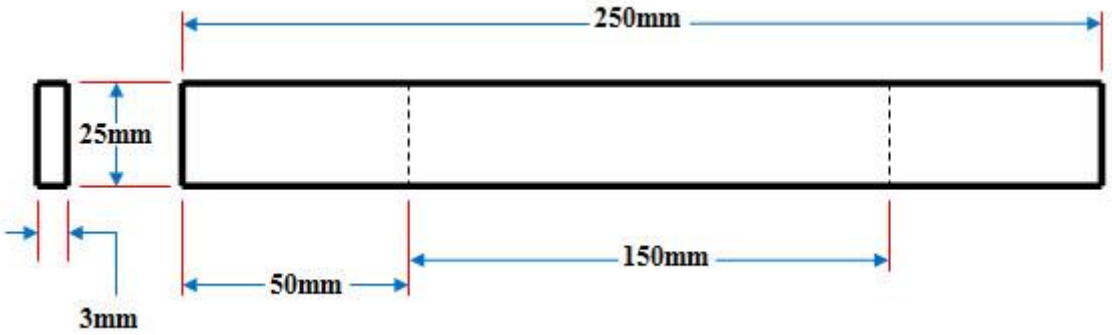

Figure. III.19. Éprouvette de traction ASTM D638.

La résistance à la traction σ est calculée en utilisant:

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{a \times b}$$

$$\varepsilon = \frac{l - l_0}{l_0}$$

Où :

F: la force (N) ;

S: la section de l'éprouvette (mm^2),

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

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

l_0: la longueur initiale (mm),

σ : la contrainte à la rupture (MPa),

$\mathcal{E}$: la déformation (%).

Figure. III.20. Essai de traction sur les bio composites.

III .4.3.2. Essai de flexion trois points sur les bio-composites

Placer l'éprouvette sur deux appuis et appliquer une force perpendiculaire à sa surface à une vitesse constante constitue le principe de flexion 3 points (Figure III.22). Environ 70 mm sépare chaque support (selon la norme ASTM D790) (voir la Figure III.21).

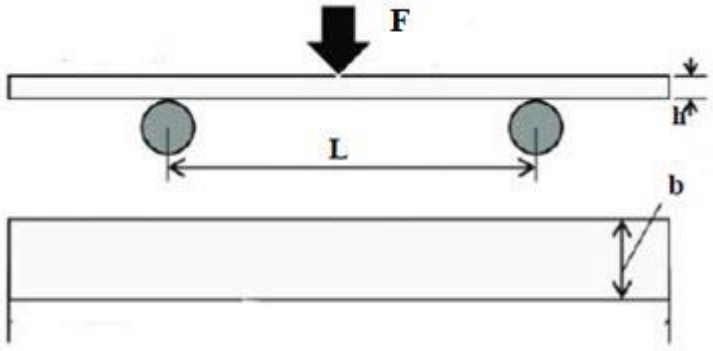

Figure. III.21. Image essais de flexion ASTM D790.

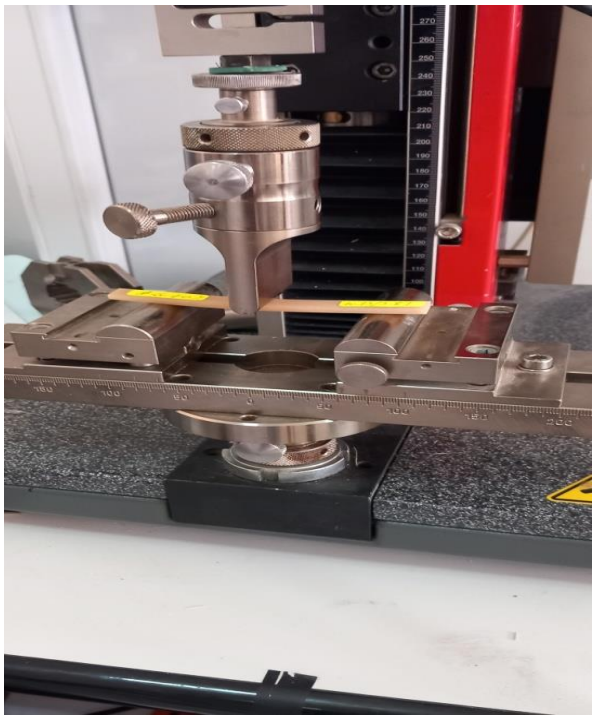

Figure. III.22. Essai de flexion 3-points sur les bio composites.

La norme ASTM D790 est suivie dans l'exécution de l'enquête. Les formules suivantes permettent de déterminer les caractéristiques mécaniques (contrainte à rupture et module d'Young en flexion) :

$$\sigma_f = \frac{3\,F\,L}{2\,b\,h^2}$$

$$E_f = \frac{L^3\,F}{4\,w\,b\,h^3}$$

$$\varepsilon_f = \frac{6\,w\,h}{L^2}$$

Où :

F: la force (N),

L: la longueur entre appuis (mm),

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

w: est le déplacement (mm).

σ_f: la contrainte à la rupture (MPa),

ε_f : la déformation,

E_f: le module de Young (GPa).

III .5. Conclusion

Dans ce chapitre, les différentes caractéristiques des structures tissées chaine bidimensionnelles sont analysées, y compris la définition de la machine à tisser et l'explication des étapes de réalisation d'une couche de tissu.

les structures tissées bidirectionnelles 2D ont été fabriquées et analysées selon les normes. Le procédé de fabrication des structures tissées 2D correspond au procédé de tissage conventionnel sur une machine de tissage.

Le procédé de tissage s'est décomposé en plusieurs étapes successives telles que : la préparation des fibre de chaine , puis le rentrage des fils de chaine sur la machine à tisser selon un plan de rentrage sauté, et enfin par le tissage avec insertion des fils de trame par navette. La densité des fils et le type d'armure influent directement sur la masse surfacique et l'épaisseur des structures tissé.

Chapitre IV

Résultats et discussions

IV.1. Caractérisation de nouvelle fibre

IV.1.1. Etude de anatomique

La figure 3 montre la vue microscopique d'une coupe anatomique de tiges CM. Il convient de souligner que la maturité de la plante joue un rôle important dans la détermination du nombre de faisceaux et de la taille des fibres [1]. Dans le cas étudié, les faisceaux fibreux apparaissent uniformément dispersés dans tout l'épiderme. L'épiderme et le sclérenchyme peuvent être vus respectivement de l'extérieur et de l'intérieur (voir Figure IV.1: (a) et (b)) avec les fibres de cellulose reliées en faisceaux par des lamelles médiales (voir Figure IV.1 (c)), le phloème tubes et xylème au milieu. Il forme un grand nombre de fibroblastes dans la composition des cellules fibreuses. La cellule fibreuse est caractérisée par la présence d'une paroi cellulaire primaire suivie d'une paroi cellulaire secondaire, avec la lumière au centre de la fibre. En ce qui concerne la structure chimique des cellules fibreuses, la cellulose et la lignine forment les parois cellulaires primaires et secondaires car la lignine est une substance chimique qui a la plus longue résistance à la désintégration, et la plaque médiane est composée de lignine et d'hémicelluloses [2]. C'est pourquoi la résistance des fibroblastes détermine la résistance du faisceau de fibres. Au centre de la tige, les faisceaux vasculaires sont clairement apparents sur la figure 3.c, où sa substance est principalement constituée de xylème et de phloème et se trouve à côté du faisceau de fibres. Cela a déjà été rapporté dans des recherches anatomiques sur des fibres naturelles par plusieurs chercheurs tels que *Lygeum spartum L [1, 3], Silybum marianum [4], Atriplex halimus L [5], Strelitzia reginae [6].*

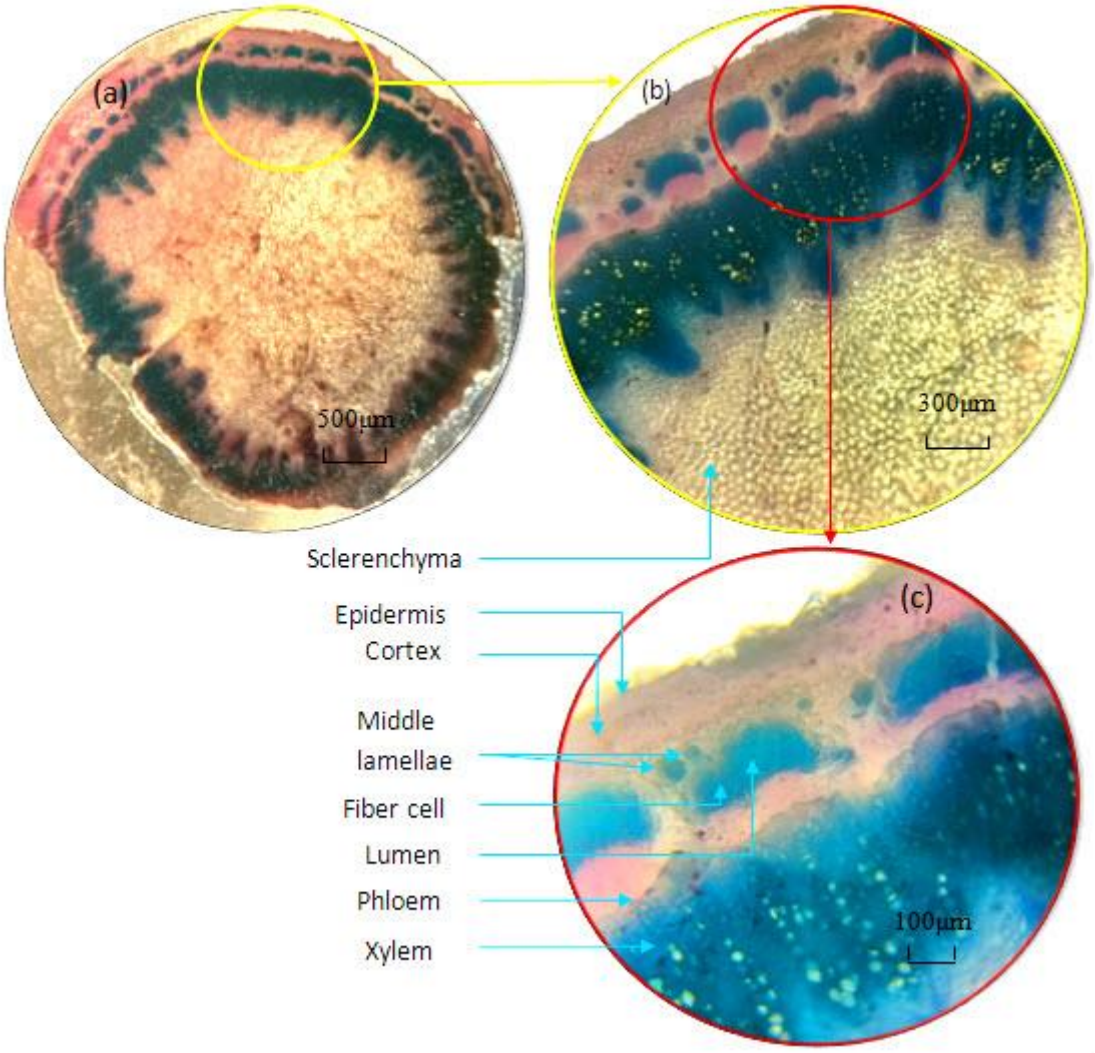

Figure. IV.1. Vue microscopique de la plante CM : (a) Coupe transversale, (b) et (c) Zoom sur la structure cellulaire de la fibre.

IV.1.2. Mesure de densité

Les matériaux composites offrent un rapport poids/résistance supérieur et sont actuellement préférés pour de nombreuses pièces structurelles légères, car la densité est très importante pour déterminer la masse des fibres naturelles. L'analyse de la densité est effectuée dans le cadre du processus de caractérisation des fibres naturelles. Dans cette étude, la valeur de densité obtenue était de 1,269 ± 0,018 g/cm^3 pour Centaurea Melitensis. Nous remarquons que la valeur de la densité s'est révélée inférieure à celle de Kigelia Africana (1,316 g/cm^3), tige de Cissus vitiginea (1,287 g/cm^3) et Momordica charantia (1,339 ± 0,0064 g/cm^3), Cereus Hildmannianus (1,364 ± 0,026 g/ cm^3), et plus proche des fibres de Vachellia farnesiana (1,270 ± 0,0048 g/cm^3). En revanche, on remarque une valeur supérieure à la densité de fibres de Cardiospermum Halicababum (1,141 g/cm^3), Silybum marianum (1,098 g/cm^3) et Areca catechu L (0,75±0,05g/cm^3). En conséquence, Centaurea Melitensis a une densité inférieure à

celle de nombreuses autres fibres naturelles, ce qui en fait un meilleur ajustement pour les applications structurelles légères actuelles, y compris les constructions en fibres composites synthétiques [7]. La différence de densité entre les fibres naturelles est causée par des facteurs tels que les processus d'extraction, la porosité des fibres et les conditions environnementales [1]. On a estimé que Centaurea Melitensis avait un diamètre moyen de 187,11 ± 60,41 μm, ce qui est comparable à celui de Kigelia africana (582 ± 204 μm) et des fibres de tige de Cissus vitiginea (355,74 ± 16,43 μm), des fibres de Momordica charantia (198 ± 3,9 μm) , fibres de Cereus Hildmannianus (30,04 ± 5,72 μm), fibres de Vachellia farnesiana (231 ± 2,68 μm), fibres de Cardiospermum Halicababum (315,4 μm), fibres de Silybum marianum (222 μm) et fibres d'Areca catechu L (395±17 μm). Le tableau IV.1 donne une comparaison entre le diamètre et la densité de Centaurea Melitensis à ceux rapportés pour d'autres fibres naturelles.

Tableau. IV.1. Comparaison de certaines propriétés physiques des fibres CM à d'autres fibres naturelles.

Type de fibres	Diamètre (μm)	Densité (g/cm^3)	Références
Centaurea Melitensis	187.11 ± 60.41	1.269±0.018	Travail présent
Kigelia africana	582 ± 204	1.316	[8]
Cissus vitiginea stem	355.74± 16.43	1.287	[9]
Momordica charantia	198 ± 3.9	1.339 ± 6.4	[10]
Cereus Hildmannianus	30.04 ± 5.72	1.364 ± 0.026	[11]
Vachellia farnesiana	231 ± 2.68	1.270 ± 4.48	[12]
Cardiospermum Halicababum	315.4	1.141	[13]
Silybum marianum	222	1.098	[4]
Areca catechu L	395±17	0.75±0.05	[14]

IV.1.3. Analyse ATR–FTIR

La figure IV.2 montre les spectres obtenus à partir de l'enquête FTIR des fibres CM. Ils présentent des motifs allant de 4000 cm^{-1} à 500 cm^{-1}. Le groupe hydroxyle et la vibration d'expansion O-H trouvés dans les polysaccharides cellulose et hémicelluloses sont représentés par la première bande d'absorption, qui est concentrée au nombre d'onde 3350 cm^{-1} [15]. Ensuite, la vibration prolongée de CH dans la cellulose et les hémicelluloses est représentée par le numéro de facette 2884 cm^{-1} [16]. La bande de flexion H-O-H a un pic à 1650 cm^{-1}, qui était lié à l'absorption d'eau [17]. Les maxima d'expansion C-C sont obtenus à 1600 cm^{-1} et

1500 cm^{-1} qui indiquent l'existence de cycles aromatiques dans la lignine, respectivement [16]. L'expansion du CH2 à partir de la cellulose est indiquée par des pics consécutifs à 1456 cm^{-1} et 1417 cm^{-1} [18]. L'expansion C-H de la lignine est représentée par les ondes 1370 cm^{-1} et 1324 cm^{-1} [15]. L'expansion C=O des groupements cholinergiques réservés à une bande intense à 1230 cm^{-1} [19]. La bande d'absorption pour l'allongement du pont cellulosique asymétrique C-O était de 1153 cm^{-1} [20]. Le pont C-O-C asymétrique expansé dans la cellulose et les hémicelluloses est responsable du fort pic à 1029 cm^{-1} [21]. Le dernier petit pic d'intensité a été observé à 897 cm^{-1}, ce qui correspond à la bande d'étirement des liaisons β-glycosidiques entre les monosaccharides [21]. Les valeurs rapportées pour le domaine FTIR diffèrent d'une recherche à l'autre. Les emplacements des bandes de fibres végétales varient d'environ 16 cm^{-1}, et une seule bande peut avoir plusieurs origines. En conséquence, les positions des bandes diffèrent entre les enquêtes [22]. Les nombres d'ondes de pointe dans le spectre FTIR et l'affectation de l'étirement de la composition chimique de CM sont résumés dans le tableau IV.2.

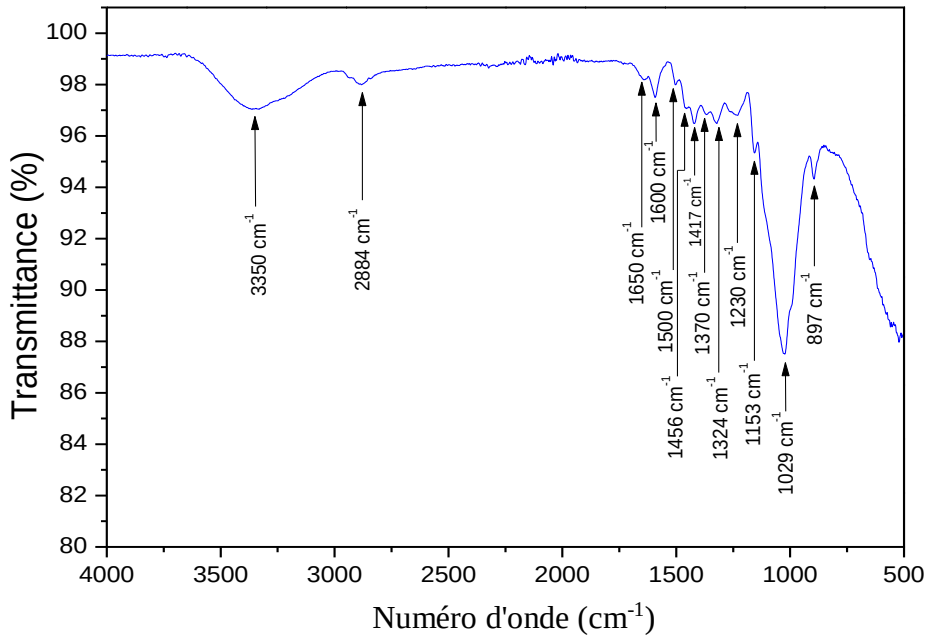

Figure. IV.2. Spectre FTIR des fibres CM.

Tableau. IV.2. Identification des pics des spectres ATR-FTIR des fibres CM.

Wave number(cm^{-1})	Vibrations mode(s)	Source(s)	Références
3350	O–H stretching	Cellulose, Hemicelluloses	[15]
2884	C–H stretching	Cellulose, Hemicelluloses	[16]
1650-1600	C=O stretching	Hemicelluloses, lignin and extractives	[17]
1500	H–O–H bending of absorbed water	Water	[16]
1456-1417	H–C–H bending of absorbed water	Cellulose	[18]
1370-1324	C–H stretching	Lignin compounds	[15]
1230	-COO stretching	Hemicelluloses	[19]
1153	C–O bridge Stretching	Cellulose	[20]
1029	C–O–C bridge Stretching	Cellulose, Hemicelluloses	[21]
897	ß-glycosidic linkage	Cellulose, hemicelluloses	[21]

IV.1.4. ATG

Pour éviter la dégradation des caractéristiques des fibres et de l'ensemble du matériau composite renforcé de fibres naturelles, il est nécessaire d'identifier la température de traitement optimale pour la fabrication des matériaux composites [23]. En fait, les courbes de dégradation thermique standard pour les caractéristiques des hémicelluloses, de la cellulose et de la lignine sont fournies par analyse thermogravimétrique [24]. La figure IV.3 illustrée ci-dessous illustre une analyse thermogravimétrique typique et ses dérivés à partir des courbes DTG pour les fibres CM.

La première étape de désintégration dans ATG se produit entre 42°C et 150°C, avec une perte de poids de 5,45 %, indiquant que l'eau dans les fibres s'est évaporée, prouvant qu'elles sont hydrophiles [25]. Dans une étude thermo gravimétrique entre 150°C - 210°C, aucune perte de poids n'a été trouvée, ce qui peut être utilisé comme critère afin de maintenir la stabilité

thermique de la fibre [14]. La deuxième étape de dégradation se produit entre 210 °C et 330 °C. Deux pics majeurs peuvent être observés dans la deuxième étape. Le premier pic se produit entre 210 °C et 280 °C, avec une perte de poids de 10,58 %, indiquant l'hydrolyse des hémicelluloses et l'hydrolyse des liaisons glycosides de cellulose [1]. Le deuxième pic se produit entre 280 °C et 330 °C avec une perte de poids de 38,86 % et un taux de dégradation maximal à 317,86 °C avec une perte de poids de 54,89 %. Ce taux de perte de poids de la plupart des volatils cellulose I et alpha-cellulose est dû à la décomposition directe par la chaleur [23]. Entre 330°C et 485°C, la troisième étape de dégradation se produit, avec un rendement résiduel de 27,22 %. Le tableau IV.3 montre les données de stabilité thermique et de dégradation pour différentes fibres naturelles par rapport aux études précédentes. Les fibres CM peuvent être utilisées en toute sécurité comme renfort pour les composites renforcés de polymères à des températures de travail inférieures à 210°C, selon l'analyse susmentionnée.

Tableau. IV.3. La température de dégradation et stabilité thermique de la fibre CM par rapport aux autres types de fibres naturelles.

Type de fibres	T (^{0}C)	W/m loss (%)	T (^{0}C)	W/m loss (%)	T (^{0}C)	W/m loss (%)	TS[a] (^{0}C)	TD[b] (^{0}C)	RW[c] (%)	Références
Centaurea Melitensis	42-150	5.45	210-280	10.58	280-330	38.86	210	317.86	27.22	Travail présent
Kigelia africana	40-150	9.23	212-365	70	365-620	79.64	212	340	1.127	[8]
Cissus vitiginea stem	83	-	257	-	500	52.5	200	304	16	[9]
Momordica charantia	102	-	140-225	15.5	255-369	36.43	250	339.1	21	[10]
Cereus Hildmannianus	127.3	1.74	285.9	12.93	285.9-356.7	46.83	285.9	356.7	26.71	[11]
Vachellia farnesiana	30-110	9.7	165-240	14.5	270-361	36	-	324	28.71	[12]
Cardiospermum Halicababum	115	8.314	163-240	5.146	267-373	39.364	-	336	32.16	[13]
Silybum marianum	130.40	7.76	225-400	55.92	400-600	9.13	225	357.72	27	[4]
Areca catechu L	80	8.47	240-350	47.66	350-549.5	15.46	240	325.8	28.41	[14]

[a)] Stabilité thermique [b)] Dégradabilité thermique [c)] Poids résiduel

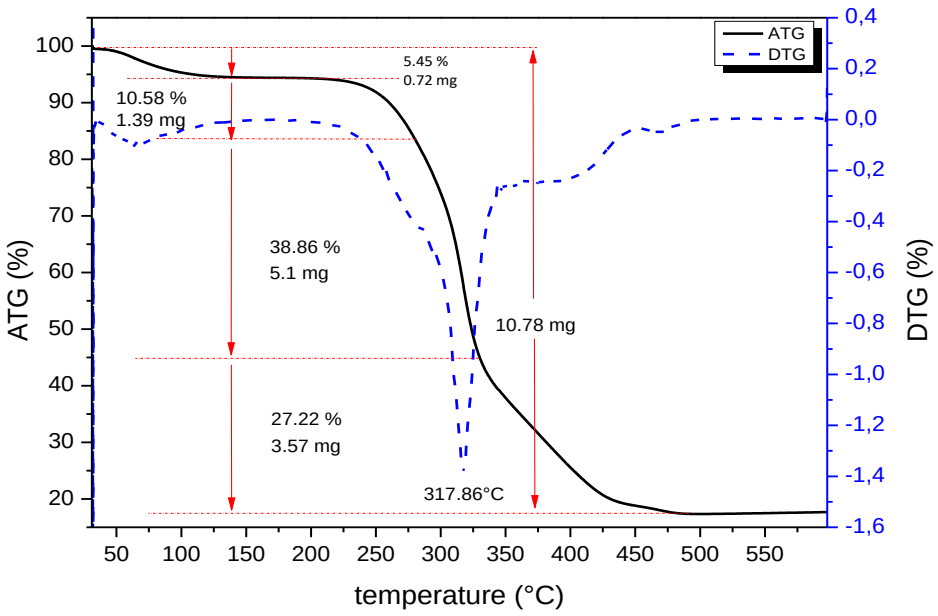

Figure. IV.3. Courbes ATG/DTG des fibres CM.

IV.1.5. DRX

Les phases cristalline et amorphe sont déterminées par DRX. Le diagramme DRX des fibres CM est illustré à la figure IV.4. Dans CM, I_{am} désigne le composant amorphe et I_{002} représente la partie cristalline des particules [1]. L'indice de cristallinité de la fibre de Centaurea Melitensis a été calculé à l'aide de la relation (2), et il s'est avéré être de 47,69 %, par rapport à la fibre de tige de Cissus vitiginea (30,5 %), Momordica charantia (21,42 %), Cereus Hildmannianus (40,19 %), Vachelia farnesiana (13%), Cardiospermum Halicababum (32,21%), et Silybum marianum (45%), moins de Kigelia africana (57,38%) et Areca catechu L (55,5%). L'indice plus élevé est dû aux améliorations de l'emballage de la chaîne cellulosique, à la rupture des liaisons hydrogène, à l'élimination des composants amorphes et des matériaux non cellulosiques, à la réorganisation des régions cristallines et à la perte d'eau [26]. La taille moyenne d'un monocristal est définie comme la taille de cristallisation (CS), qui a été estimée à 16,92 nm pour Centaurea Melitensis à l'aide de l'équation (4). Les fibres de Centaurea Melitensis ont une valeur CS comparable à celle de Kigelia africana (1,73 nm), des fibres de tige de Cissus vitiginea (12,69 nm) et d'Areca catechu L (7,9 nm), et inférieure à celle des fibres de Cereus Hildmannianus (28,27 nm), des fibres de Vachellia farnesiana (31,89 nm) et les fibres de Cardiospermum Halicababum (29,77 nm). Le tableau IV.4 donne

une évaluation comparative des caractéristiques cristallines de diverses fibres naturelles différentes.

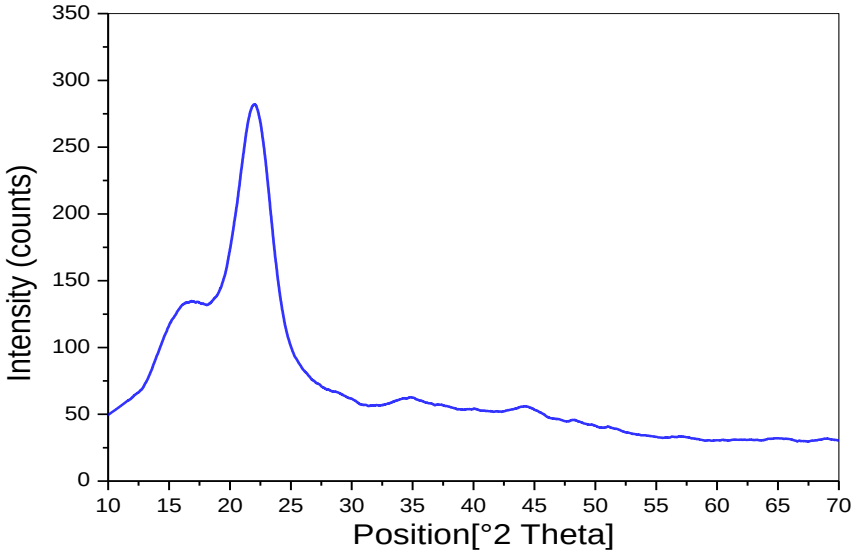

Figure. IV.4. Spectres de rayons X des fibres CM.

Tableau. IV.4. Comparaison des paramètres cristallins de XRD de fibres CM.

Type de fibres	Peak position (°)	FWHM	Area (%)	Crystalline Index (%)	Crystallite size (nm)	Références
Centaurea Melitensis	16.86 22	5,52 4,11	316,48 909,26	47,69	16.92	Travail présent
Kigelia africana	-	-	-	57.38	1.73	[8]
Cissus vitiginea stem	-	-	-	30.5	12.69	[9]
Momordica charantia	16.12 21.91	-	-	21.42	-	[10]
Cereus Hildmannianus	14.28 23.71	-	-	40.19	28.27	[11]
Vachellia farnesiana	15.24 22.59	-	-	13	31.89	[12]
Cardiospermum Halicababum	14.90 21.83	-	-	32.21	29.77	[13]
Silybum marianum	18.25 21.99	-	-	45	-	[4]
Areca catechu L	20.12	-	-	55.5	7.9	[14]

IV.1.6. Essai de traction

Les propriétés mécaniques jouent un rôle essentiel dans le choix de l'utilisation de fibres naturelles dans diverses applications structurelles. La figure IV.5 montre la courbe contrainte-déformation des fibres CM. Où la valeur de la résistance à la traction de la fibre Centaurea Melitensis est de 336,87 ± 59,94 MPa. On remarque ici que cette résistance est inférieure à Cereus Hildmannianus (2650,19 ± 42 MPa), et est approximativement égale à celle de la fibre Areca catechu L (322,829 ± 67 MPa), et est supérieure à celle de la fibre Kigelia africana (52,68 ± 11,97 MPa), tige de Cissus vitiginea (304,43 ± 35 MPa), Momordica charantia (36,5 ± 1,04 MPa), Vachellia farnesiana (33,075 ± 1,3 MPa), Cardiospermum Halicababum (20,7 ± 1,0 MPa) et Silybum marianum (201,16 MPa). La nature fragile du matériau provoque la dégradation rapide des fibres en raison des composants principaux tels que la lignine et les hémicelluloses. Les valeurs de déformation à la rupture et de module de Young pour les fibres de Centaurea Melitensis sont respectivement de 23,87 ± 5,21 GPa et 1,27 ± 0,36 %. Le tableau IV.5 représente les propriétés mécaniques des fibres CM et leur comparaison avec d'autres fibres naturelles qui ont été récemment étudiées.

La figure IV.6 représente la distribution du module d'Young et de la résistance à la traction en termes de diamètre de fibre CM. Grâce à ce contraste, les propriétés mécaniques des fibres CM peuvent être évaluées. On remarque une diminution du module d'Young et de la résistance à la traction à mesure que le diamètre des fibres augmente. Ceci est associé à la vitesse à laquelle les composants non cellulosiques augmentent avec le diamètre des fibres et le diamètre de la lumière [1]. On note également que les valeurs de module de Young et de résistance à la traction sont dispersées en raison d'une variété de variables aléatoires telles que les conditions de test, le nombre variable de parois de fibroblastes, ainsi que l'âge, la zone et la méthode d'extraction. Avec l'augmentation du diamètre, le module de Young et la résistance à la traction diminuent et cela est dû au diamètre, au nombre et à la taille de la lumière dans les fibroblastes [8]. Il a également été noté que ces résultats sont cohérents avec les fibres naturelles qui ont été étudiées par d'autres chercheurs en [1, 27, 28].

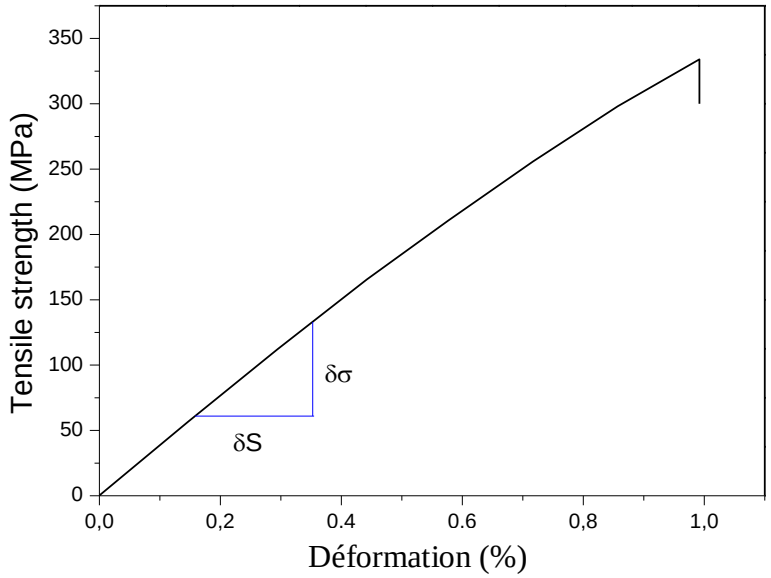

Figure. IV.5. Courbe typique de contrainte de traction-déformation pour les fibres CM.

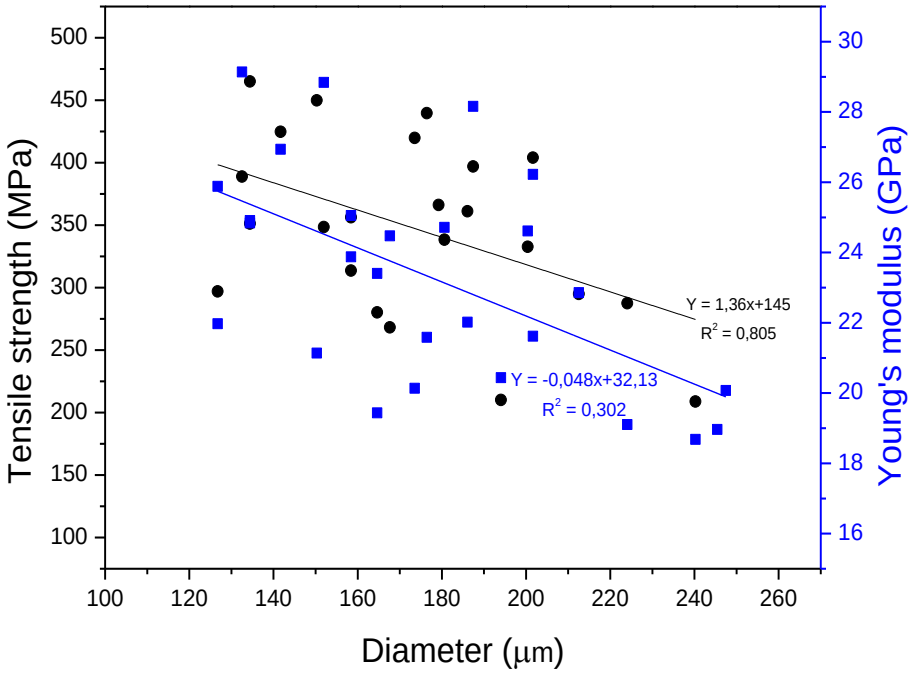

Figure. IV.6. Module de Young et résistance à la traction en fonction du diamètre de la fibre.

Tableau. IV.5. Propriétés mécaniques de la fibre CM par rapport aux autres fibres naturelles à base de cellulose.

Type de fibres	Tensile strength (MPa)	Young's modulus (GPa)	Strain at failure (%)	Références
Centaurea Melitensis	336.87 ± 59.94	23.87 ± 5.21	1.27 ± 0.36	Travail présent
Kigelia africana	52.68 ± 11.97	36.01 ± 33.68	0.22 ± 0.11	[8]
Cissus vitiginea stem	304.43 ± 35	5.85 ± 1.10	8.92 ± 1.4	[9]
Momordica charantia	36.5 ± 1.04	-	-	[10]
Cereus Hildmannianus	2650.19 ± 42	2.12 ± 0.3	1.3 ± 0.7	[11]
Vachellia farnesiana	33.075 ± 1.3	-	2.3 ± 0.1	[12]
Cardiospermum Halicababum	20.7 ± 1.0	-	2.1 ± 0.12	[13]
Silybum marianum	201.16	15.97	1.593	[4]
Areca catechu L	322.829±67	3.155± 2.31	10.23±2.75	[14]

IV.1.7. Statistiques WEIBULL

La figure IV.7 montre des distributions de Weibull à deux et trois paramètres pour la contrainte, le module de Young et la déformation à la rupture. Ces distributions décrivent les caractéristiques mécaniques issues des résultats expérimentaux des fibres CM afin de déterminer la distribution la plus adaptée. L'équation linéaire (estimation LS des moindres carrés) est utilisée pour déterminer graphiquement le coefficient (m) pour les deux et trois paramètres, qui est représenté par la pente de la courbe. Il est clair que les données expérimentales correspondent correctement à la distribution de Weibull et sont plutôt proches de la droite. Les modules (m) et (σ_0) caractéristiques de déformation de Weibull avec deux paramètres des fibres CM sont de 5,73 et (σ_0) sont estimés à 378,64 MPa, respectivement. Pour la méthode de Weibull à trois paramètres, nous trouvons que (m) est estimé à 11,62 et (σ_0) est estimé à 0,0006 MPa, respectivement. L'étude des résultats révèle qu'une distribution de Weibull à deux paramètres est l'approche la mieux adaptée dans notre cas puisque les estimations de résistance moyenne pour les fibres CM générées par cette méthode sont les plus proches de celles obtenues expérimentalement et estimées à 336,87 MPa. Cependant, la valeur du module de Young (E_0) et de la déformation à la rupture (ε_0) a été trouvée en distribuant Weibull à deux paramètres, qui est également la plus proche de celle obtenue expérimentalement, estimée à 24,89 GPa et 1,53 %, respectivement. Il est évident que la distribution de Weibull à deux paramètres permet aux valeurs des caractéristiques mécaniques d'être très proches de la moyenne des valeurs découvertes par l'expérimentation.

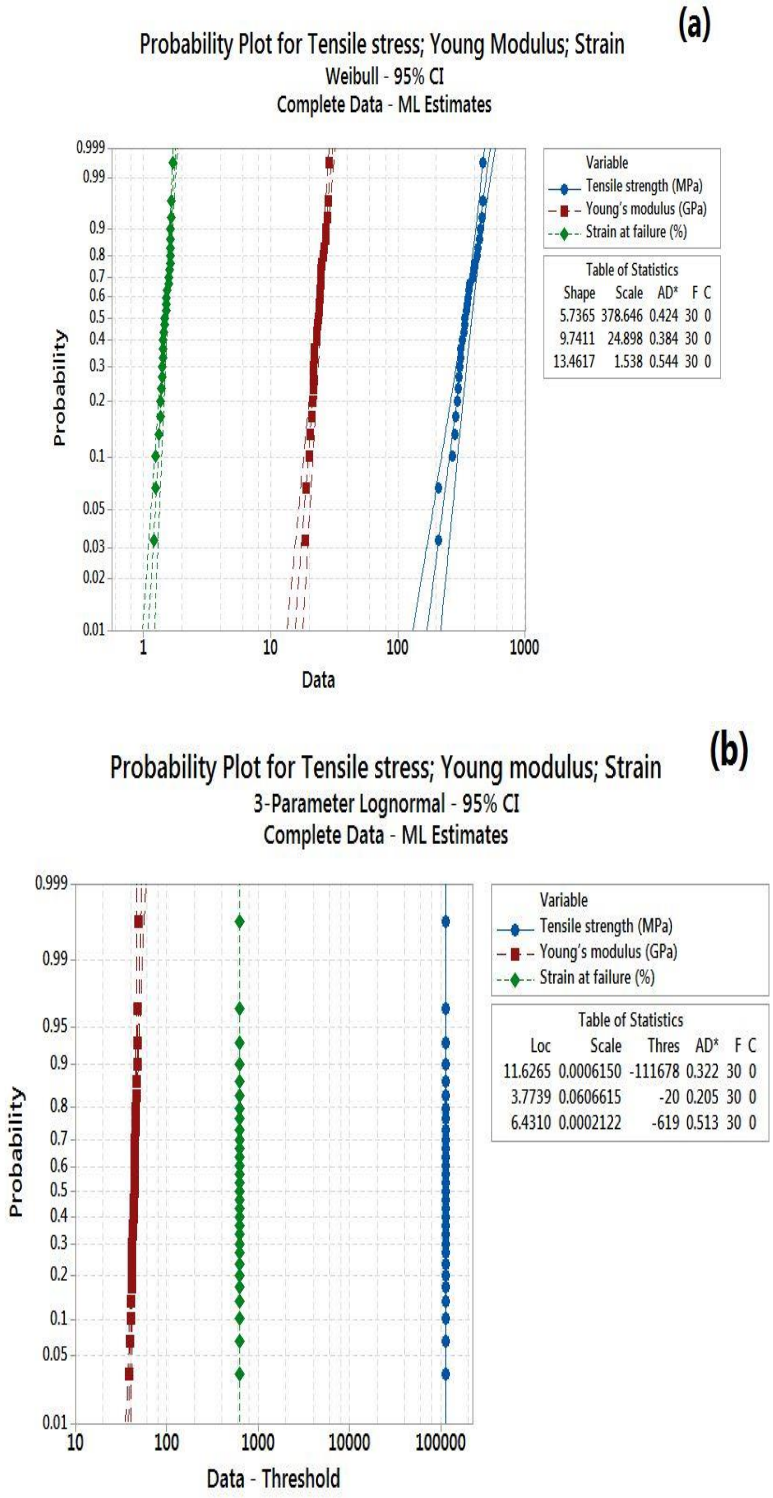

Figure. IV.7. Distribution de Weibull pour la résistance à la traction, le module de Young et la déformation à la rupture des fibres CM : (a) deux paramètres, (b) trois paramètres

IV.1.8. Test d'adhésion microgouttelettes

Cette section a calculé la résistance de l'interface entre la fibre CM et la résine époxy par le test de gouttelettes. la contrainte de cisaillement apparente IFFS a été obtenue à partir des résultats des tests. La figure IV.8 représente la courbe force/déplacement de la fibre CM. Il est remarquable que la force de liaison apparente mesurée avec des tests de microgouttes varie largement. De nombreux facteurs sont à l'origine de cet écart, parmi lesquels l'augmentation de la rugosité et de la surface des fibres, la longueur de la résine immergée et les différents diamètres des fibres, ce qui entraîne un effet de réticulation mécanique entre les fibres et la matrice composite [29]. L'IFSS moyen pour la combinaison fibre-matrice époxy est de 9,82 ± 2,35 MPa. Le tableau IV.6 montre la comparaison des résultats de contrainte de cisaillement IFFS pour les fibres CM avec d'autres fibres. On peut dire que les résultats obtenus sont proches par rapport aux résultats d'études antérieures telles que, *Inula viscosa fibers [29], Pineapple fibers [30], Glass fibers [31], Kevla fibers [32], basalt fibers [33], Glass fibers [34], Agave sisalana fibers [35].*

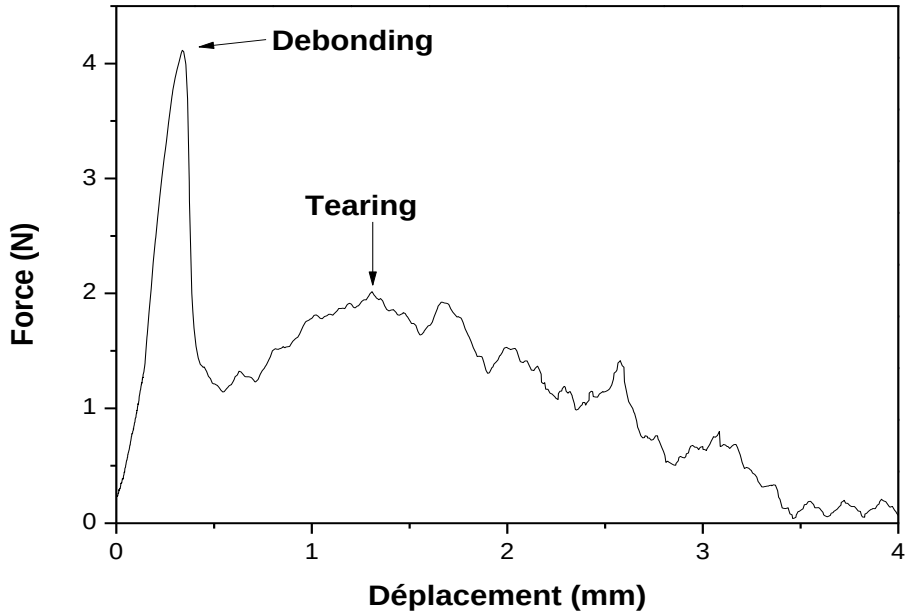

Figure. IV.8. Courbe force-déplacement pour le décollement des gouttelettes.

Tableau. IV.6. Comparaison des résultats de contrainte de cisaillement IFSS pour les fibres CM avec d'autres fibres.

Fibre/matrice	IFSS(MPa)	Références
CM/epoxy	9.82 ± 2.35	Travail présent
Inula viscosa/epoxy	3.22 ± 0.47	[29]
Pineapple/PHBV*	8.23	[30]
Glass/ epoxy	38	[31]
Kevlar/ phenol-ormaldehyde	23.5	[32]
basalt /epoxy	11.4 ± 3.1	[33]
Glass/ polyester	15.7±2.9	[34]
Agave sisalana/polyester	11.52	[35]

*poly(hydroxybutyrate-co-valerate)

IV.1.9. SEM

La figure IV.9 représente la micrographie SEM des fibres CM en coupes longitudinale et transversale, et est une méthode appropriée pour vérifier la morphologie des fibres. La figure 11 (a) montre la largeur longitudinale des fibres, qui montre des motifs ondulés dus au diamètre irrégulier des fibres individuelles. Comme le montre la figure 11 (b), la morphologie de surface des fibres montre la présence de bosses et d'inclusions le long de la surface des fibres, ce qui contribue à une meilleure liaison des fibres avec la matrice polymère [7]. D'autre part, la figure 11 (c) montre que les fibres CM sont constituées de fibrilles primaires cellulaires qui sont liées entre elles par la lignine et les hémicelluloses, ce qui contribue à la rugosité de surface des fibres, ce qui conduit à une meilleure adhésion à la matrice [36]. L'image transversale de la fibre CM est illustrée à la figure 11 (d – e). Sur la figure 11 (d), nous remarquons que les fibres CM ont une forme ovale qui est un facteur important pour les applications composites [37]. De plus, la figure 11 (e) montre les espaces entre les fibres cellulaires représentés par un orifice central appelé lumen. La différence de taille et de forme des fibres cellulaires montre également une irrégularité du diamètre des fibres, qui affecte les propriétés mécaniques des fibres CM. Où le diamètre des fibres cellulaires de CM est estimé à 6,26 ± 1,84 μm tandis que l'épaisseur de la paroi est à 3,3 ± 0,9 μm.

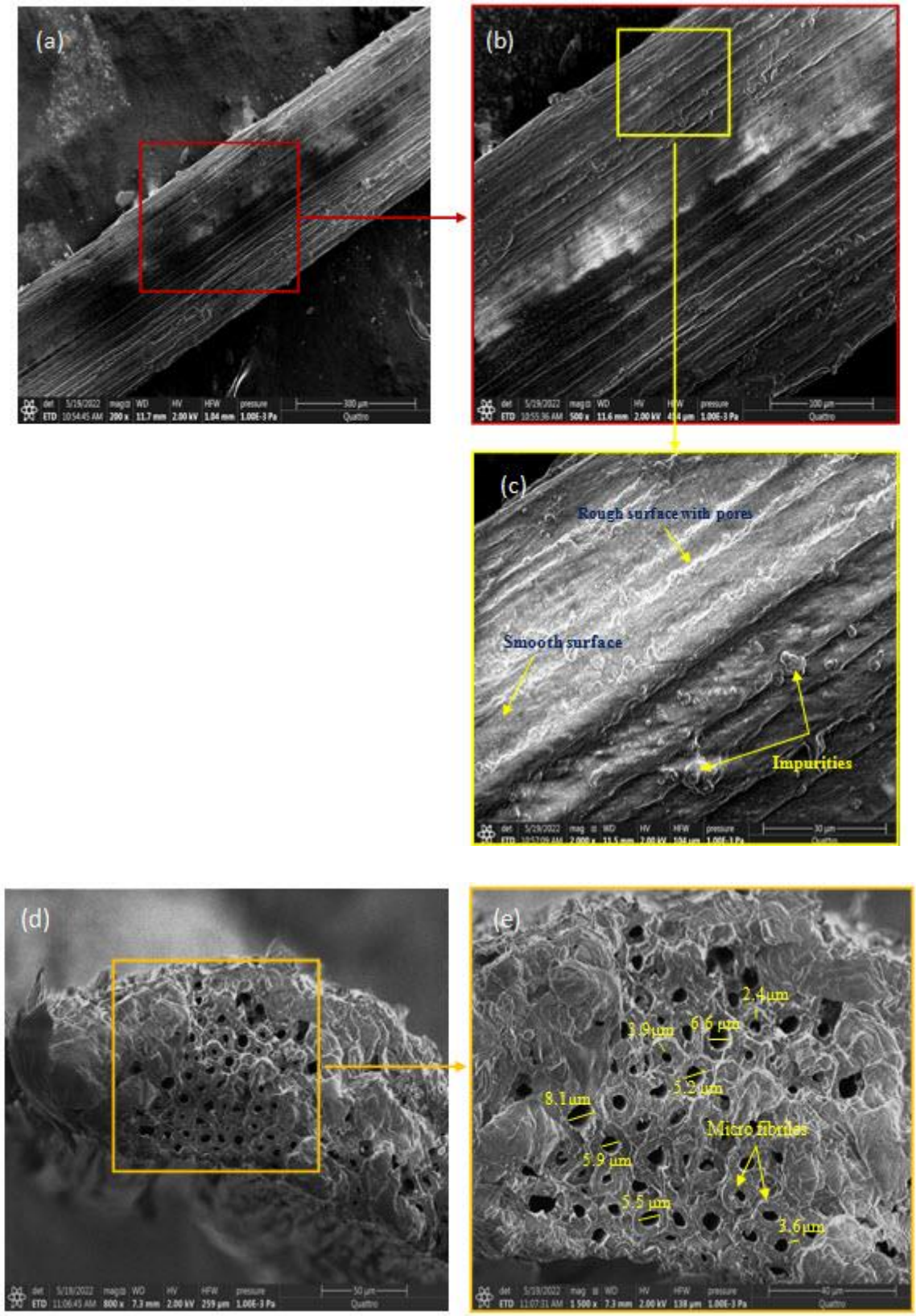

Figure. IV.9. Micrographies SEM de fibres CM.

IV.2. Caractérisation mécanique de bio-composites

IV.2.1. Caractérisation mécanique en traction de la résine époxy

Au moins quatre éprouvettes ont été testées à une cadence de 1 mm/min lors des essais de traction, qui se sont poursuivis jusqu'à la rupture des éprouvettes. Les éprouvettes sont fabriquées conformément à la norme ASTM 3039 M-08 et ont les dimensions suivantes : L = 250 mm, b = 25 mm et h = 3mm, qui correspondent à la longueur, la largeur et l'épaisseur des éprouvettes testées . Alors que la longueur standard entre les mors (GL) utilisée pour ces essais est de 150 mm.

La figure IV.10 représente les quatre courbes d'évolution des contraintes en fonction de la déformation des résines époxy testées en traction. Le développement se déroule en deux étapes : la première étape est dans une pente plus raide suivie de la deuxième étape qui conduit au passage à la rupture. Ces deux premières phases sont caractérisées par une augmentation quasi linéaire de la contrainte en fonction de la déformation atteignant une valeur moyenne de (17,08MPa). . Le module d'Young a été calculé et les principales propriétés mécaniques obtenues sont listées dans le tableau IV.7.

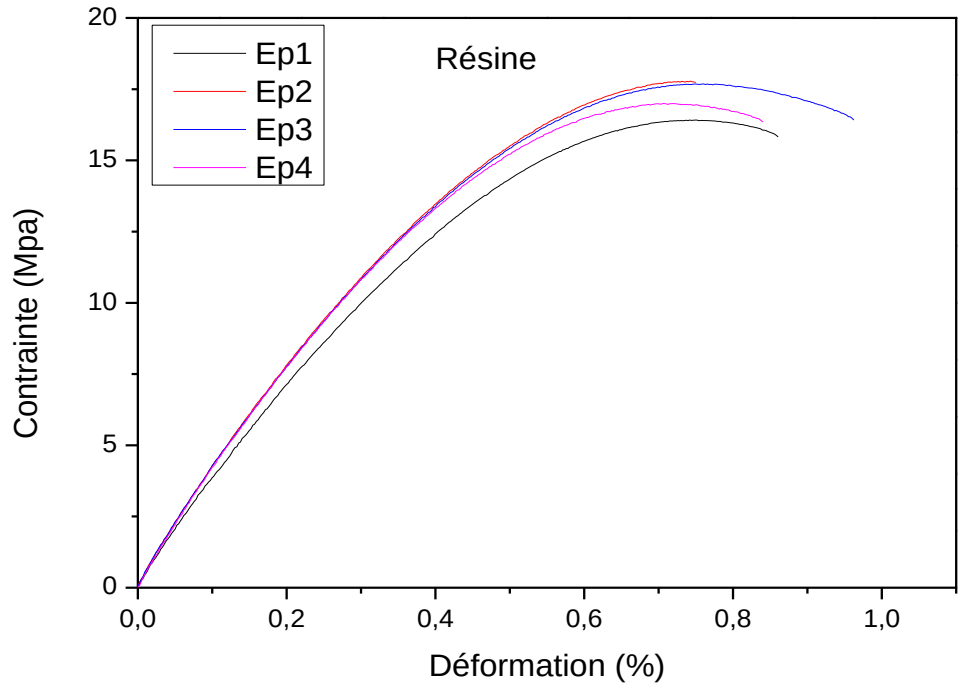

Figure. IV.10. Courbe contrainte-déformation de la résine époxy, sollicitée en traction.

IV.2.2. Caractérisation mécanique en traction des bio-composites

Au moins quatre éprouvettes sont pris en compte pour chaque type de stratifié lors de la comparaison des éprouvettes testés fabriqués à partir des bio composites créés, qui ont subi divers traitements de fibre alfa (Non traitée, traitée NAOH et traitée P + NAOH) et de jute. Les éprouvettes ont été soumises à une charge de traction monotone jusqu'à rupture au cours de cet essai.

Les figures IV.11 à IV.14 représentent les quatre courbes consécutives d'évolution des contraintes en fonction de la déformation des bio-composites (Alfa Non traité, Alfa traité NAOH, Alfa traité P+NAOH et Jute). La forme des courbes contrainte-déformation pour les quatre échantillons est presque identique. Le développement se déroule en deux étapes, on observe d'abord une courbure qui atteint une certaine valeur qui est de l'ordre de 0.2 - 0,6% de déformation, puis une linéaire caractérisée par une augmentation jusqu'à la contrainte maximale, valeurs des contraintes moyennes respectivement de l'ordre de 19,75MPa , 20.66Mpa ,21.24Mpa et 24.43Mpa. Le module d'Young a été calculé et les principales propriétés mécaniques obtenues sont listées dans le tableau IV.7.

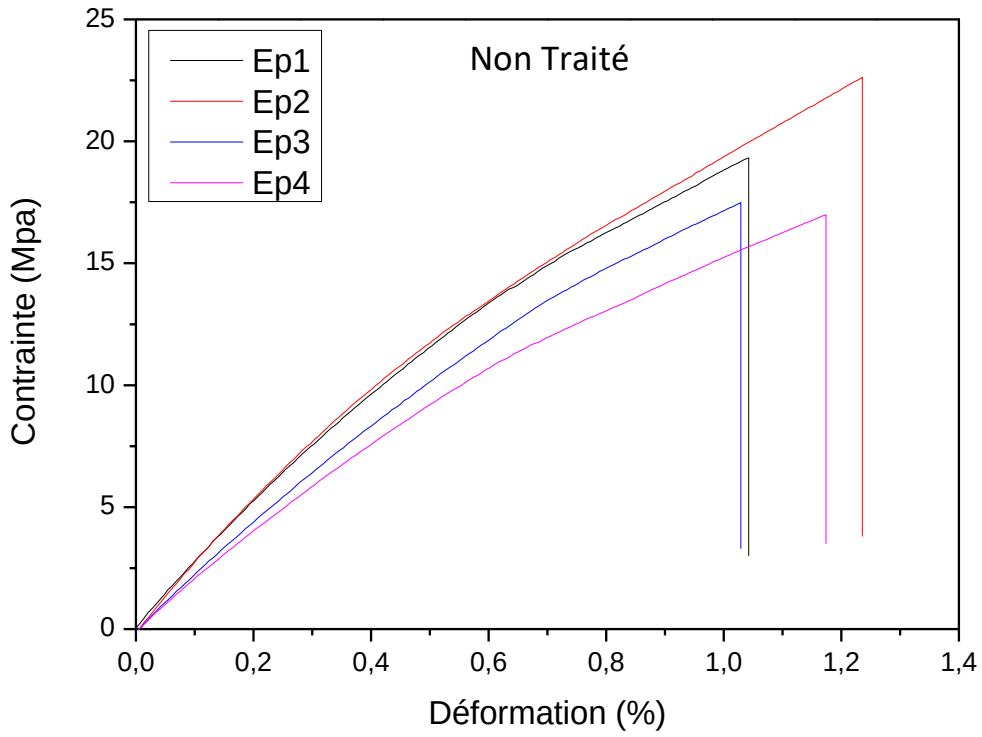

Figure. IV.11. Courbe contrainte/déformation des composites Alfa Non Traité.

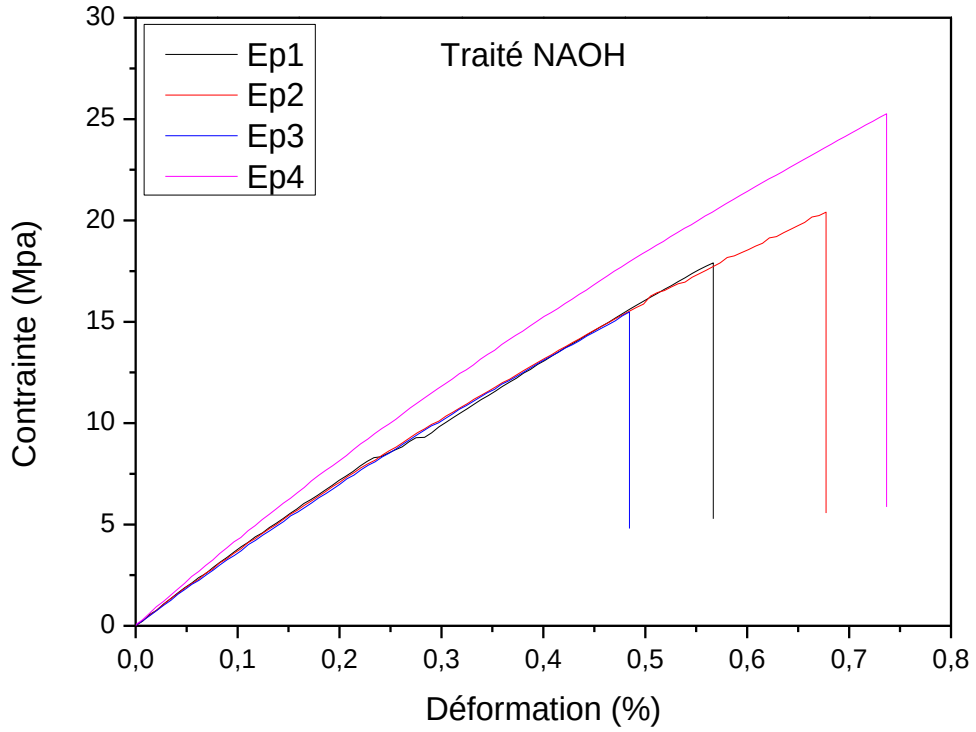

Figure. IV.12. Courbe contrainte/déformation des composites Alfa Traité NAOH.

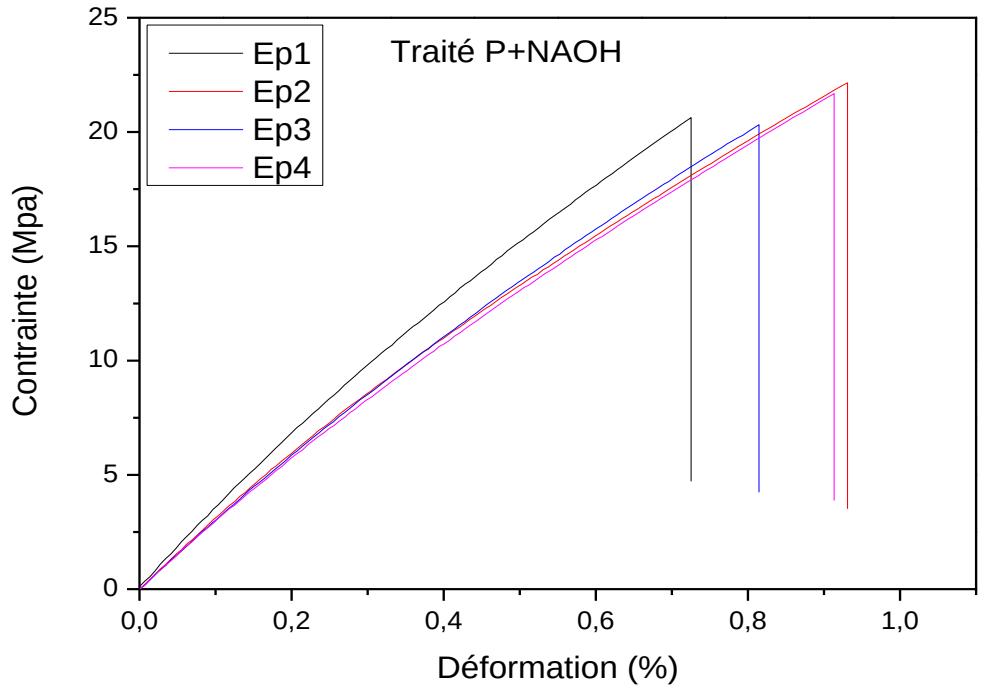

Figure. IV.13. Courbe contrainte/déformation des composites Alfa Traité P+NAOH.

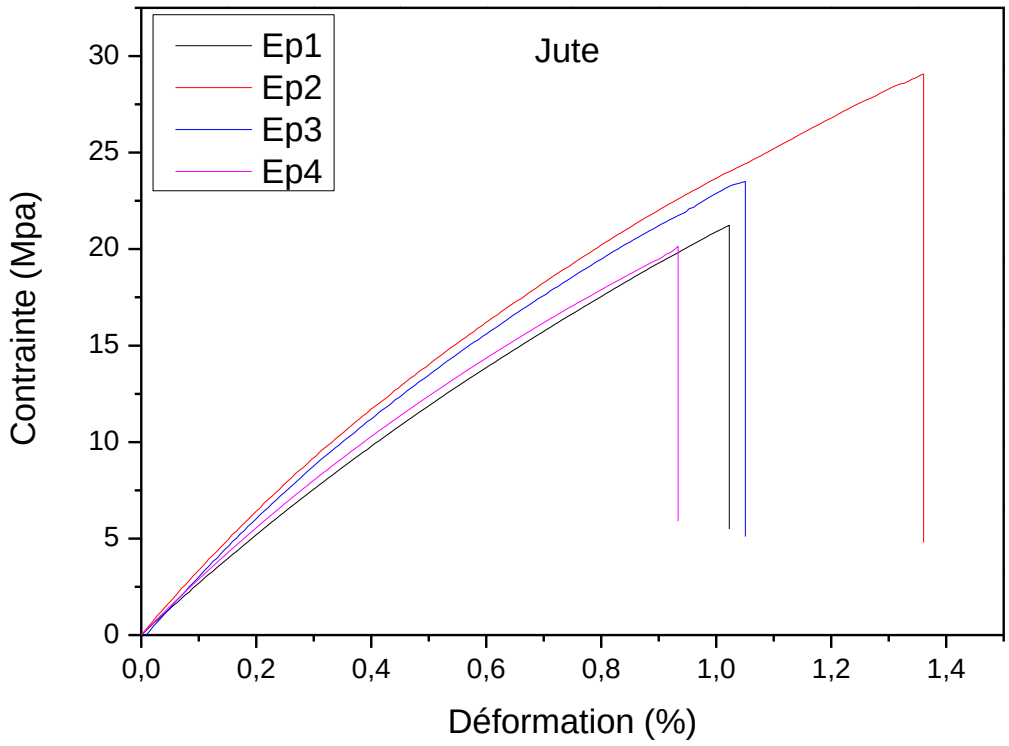

Figure. IV.14. Courbe contrainte/déformation des composites Jute.

Le tableau IV.7 indique les valeurs moyennes de déformation, de contrainte à la rupture et de module d'Young pour les échantillons testés. La lecture de ce tableau montre que, d'une part, les propriétés mécaniques des matériaux composites sont améliorées par rapport à la résine seule, et d'autre part, l'effet des plis tissés sur les propriétés mécaniques est bien visible.

Tableau. IV.7. Propriétés mécaniques des essais de traction des bio composites.

Type	Déformation à la rupture (%)	Contrainte à la rupture (Mpa)	Module de Young (Gpa)
Résine	0.85 ± 0.66	17.08 ± 0.66	3.98 ± 0.1
Alfa Non traité	1.13 ± 0.1	19.75 ± 2.85	3.27 ± 0.34
Alfa traité NAOH	0.61 ± 0.12	20.66 ± 5.19	4.23 ± 0.27
Alfa traité P+NAOH	0.82 ± 0.1	21.24 ± 0.89	4.47 ± 0.18
Jute	1.14 ± 0.21	24.43 ± 4.65	5.01 ± 0.39

La figure IV.15 montre une comparaison de courbes typiques pour les résines époxy avec différentes plages d'évolution typique des contraintes de traction en fonction de la déformation. Les cinq biomatériaux présentent un comportement contrainte-déformation de courbes modèles quelque peu variable dans un comportement semi-contrôlé. La contrainte varie presque linéairement avec l'augmentation de la contrainte jusqu'à ce qu'elle atteigne sa valeur maximale à laquelle une rupture solide est obtenue. Alfa Non traité, Alfa traité NAOH et Alfa traité P+NAOH présentent de bonnes performances mécaniques par rapport aux résines époxy. D'autre part, le Jute a une valeur plus élevée en raison des plis tissés à l'aide d'une machine industrielle. L'effet de l'ajout de plis tissés est clairement visible.

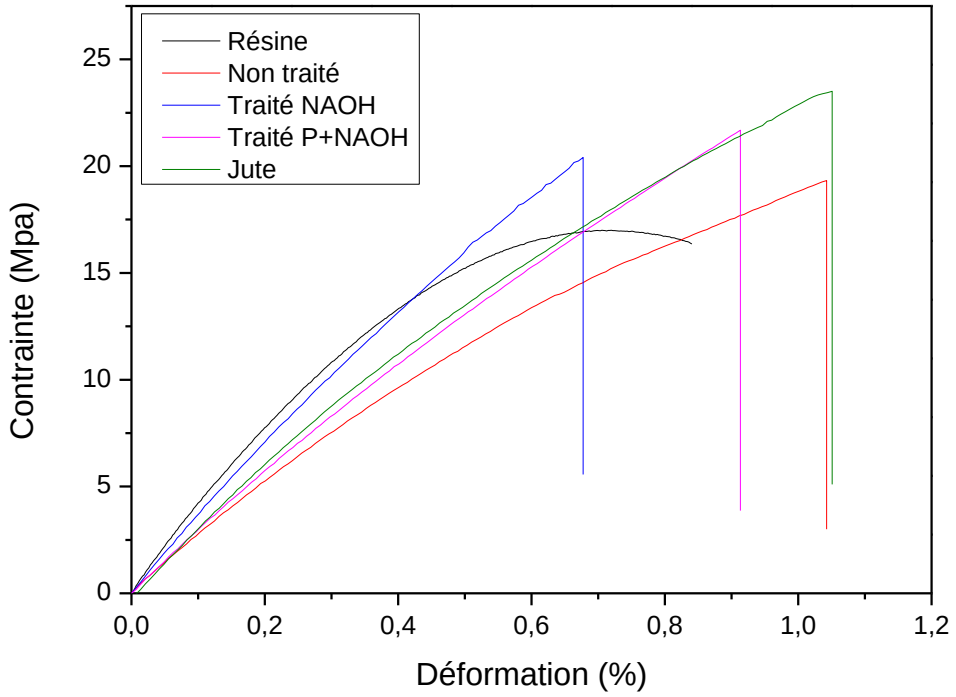

Figure. IV.15. Comparaison des courbes types contrainte-déformation des différents composites avec la résine seule.

L'histogramme de la Figure (IV.16) présente les valeurs de contrainte de rupture des différents matériaux bio-composites produits. On peut voir que le composite renforcé de jute a la résistance à la traction la plus élevée (24.43 ± 4.65MPa). Nous notons également que les composés renforcé par Alfa Non traité, Alfa traité NAOH et Alfa traité P+NAOH ont des valeurs enregistrées comme suit (19.75 ± 2.85MPa, 20.66 ± 5.19MPa et 21.24 ± 0.89MPa), respectivement. Cette différence est due à l'amélioration de l'adhérence suite au traitement des fibres. Par conséquent, il est recommandé d'utiliser des fibres traité car leur capacité à adhérer à la matrice est très grande.

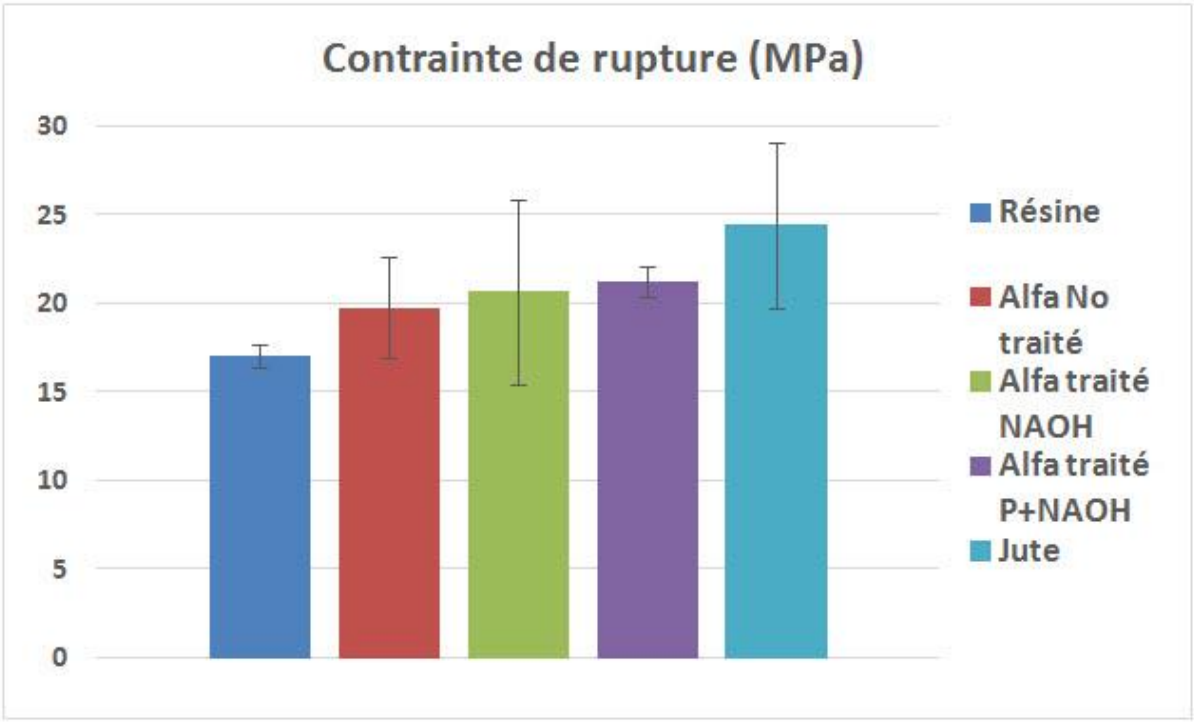

Figure. IV.16. Evolution des contraintes à la rupture en traction des bio-composites.

De même, on présente l'histogramme des valeurs du module d'Young pour les différents bio-composites (Figure. IV.17). L'influence de la structure du tissage de renfort sur les propriétés mécaniques obtenues est remarquable. Le module de traction du bio-composites renforcé par Jute et Alfa traité P+NAOH est le plus élevé (E = 5.01 ± 0.39GPa, E = 4.47 ± 0.18GPa). La fibre traitée a une meilleure ténacité par rapport aux autres fibres. Où le module de traction a été enregistré pour d'autres composés vitaux tels que Alfa Non traité et Alfa traité NAOH (E = 3.27 ± 0.34GPa, E = 4.23 ± 0.27GPa). Il est à noter que le traitement par P+NAOH améliore la surface des fibres pour donner un taux d'adhérence élevé avec la matrice, qui est à l'origine de l'augmentation du coefficient de dureté.

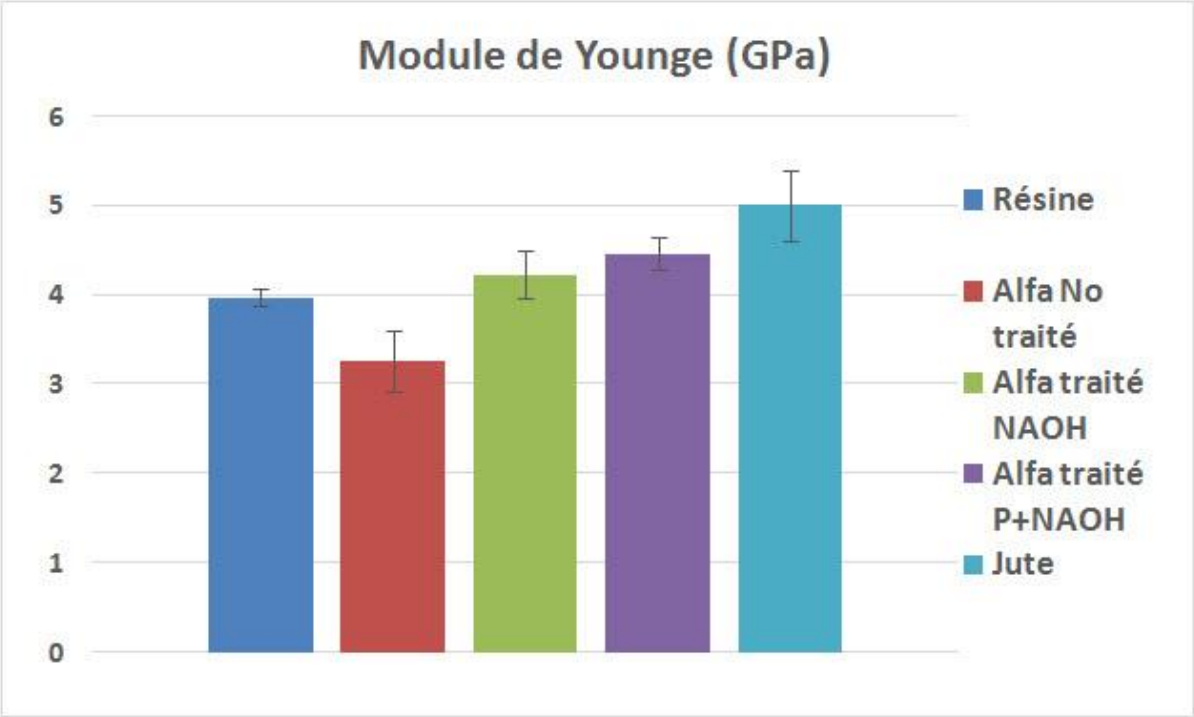

Figure. IV.17. Evolution du module d'Young de traction des bio-composites.

IV.2.3. Essai de flexion 3-points de la résine époxy

La figure IV.18 présente les quatre évolutions de contrainte en fonction de la déformation des résines époxy testées en flexion statique, et cette évolution se produit dans une phase quasi-linéaire de fin de pente, caractérisée par une augmentation linéaire de la contrainte, atteignant une valeur moyenne d'environ 39.63MPa, en fonction de la déformation puis ascendant jusqu'à la rupture brutale de l'éprouvette. Le module longitudinal a été calculé et les principales propriétés mécaniques obtenues sont répertoriées dans le tableau IV.8.

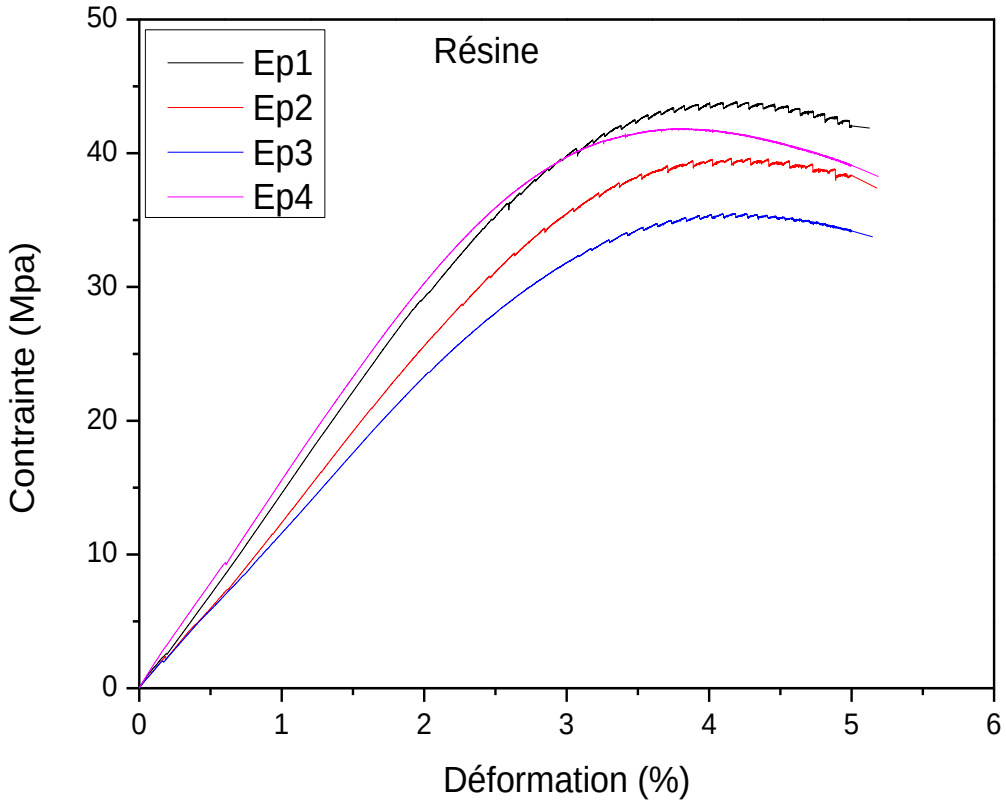

Figure. IV.18. Courbes contrainte-déformation de la résine en flexion 3-points.

IV.2.4. Essai de flexion 3-points des bio-composites

Les figures IV.19 à IV.22 représentent les quatre courbes d'évolution des contraintes en fonction de la déformation des bio-composites (Alfa Non traité, Alfa traité NAOH, Alfa traité P+NAOH, et Jute).En flexion statique, cette évolution se produit dans une quasi phase linéaire, caractérisée par une augmentation linéaire de la contrainte, jusqu'à la valeur moyenne, en fonction de la déformation jusqu'à la rupture brutale de l'échantillon. Le module longitudinal a été calculé et les principales propriétés mécaniques obtenues sont répertoriées dans le tableau IV.8.

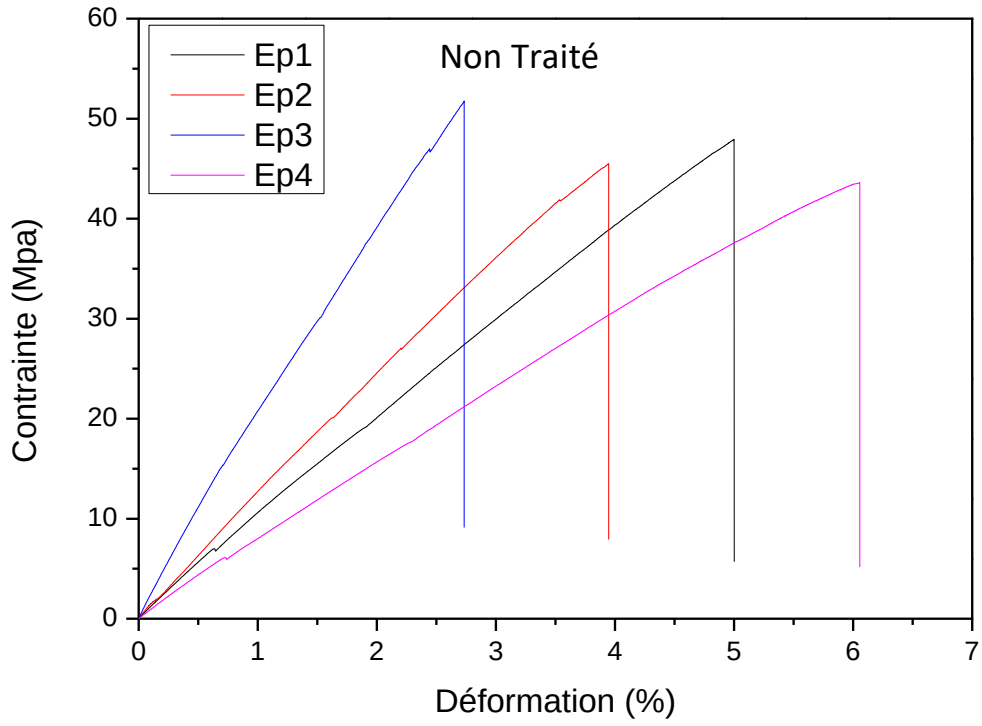

Figure. IV.19. Courbes contrainte-déformation des composites Alfa Non Traité en flexion 3-points.

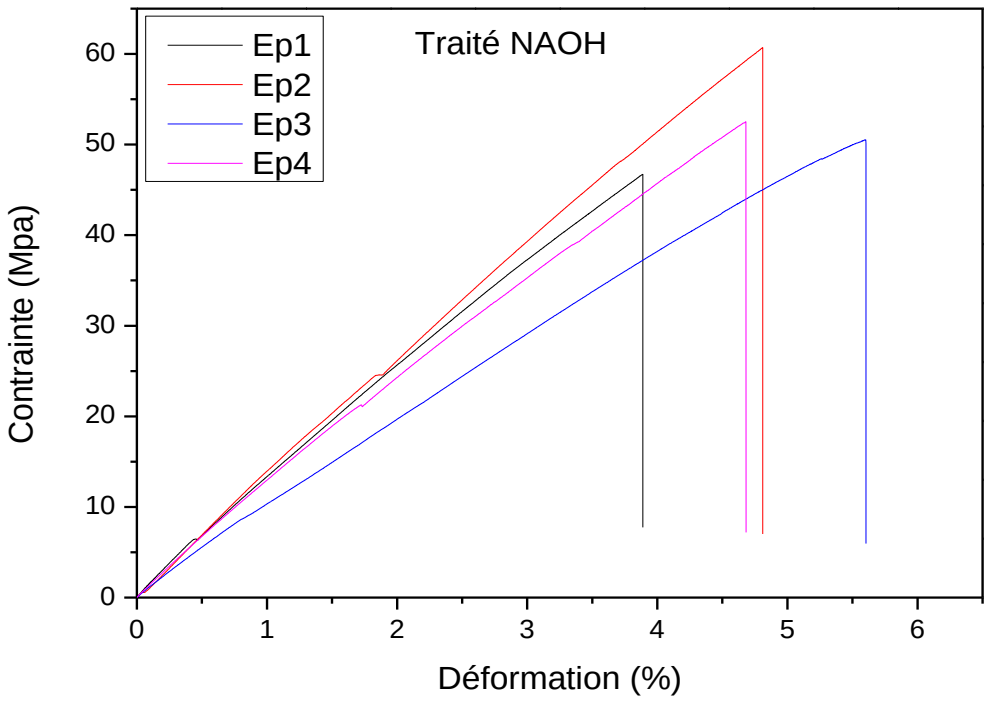

Figure. IV.20. Courbes contrainte-déformation des composites Alfa Traité NAOH en flexion 3-points.

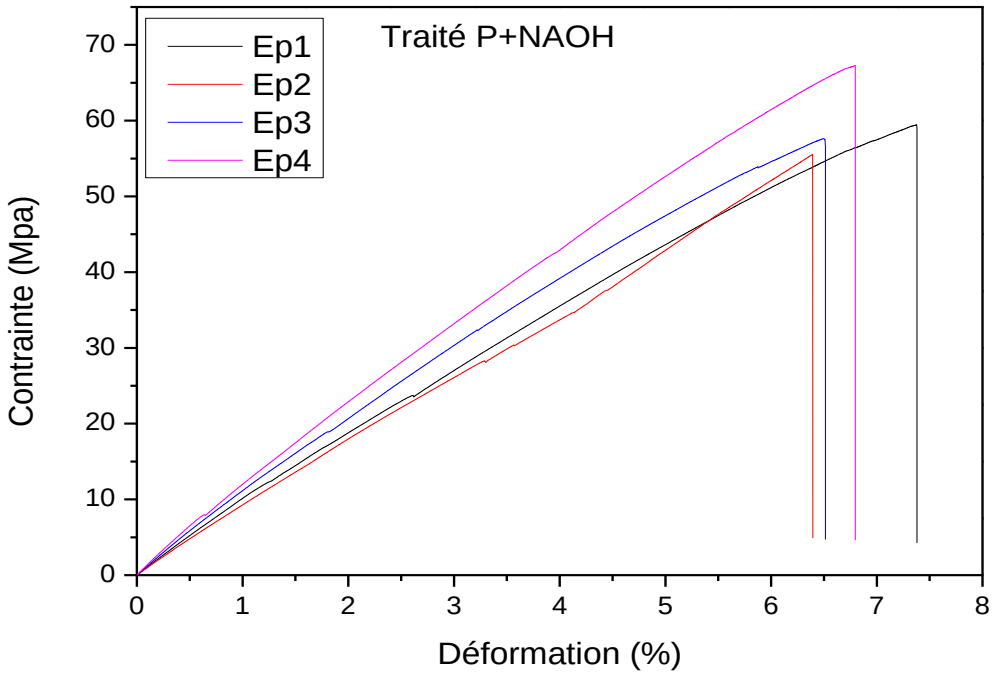

Figure. IV.21. Courbes contrainte-déformation des composites Alfa Traité P+NAOH en flexion 3-points.

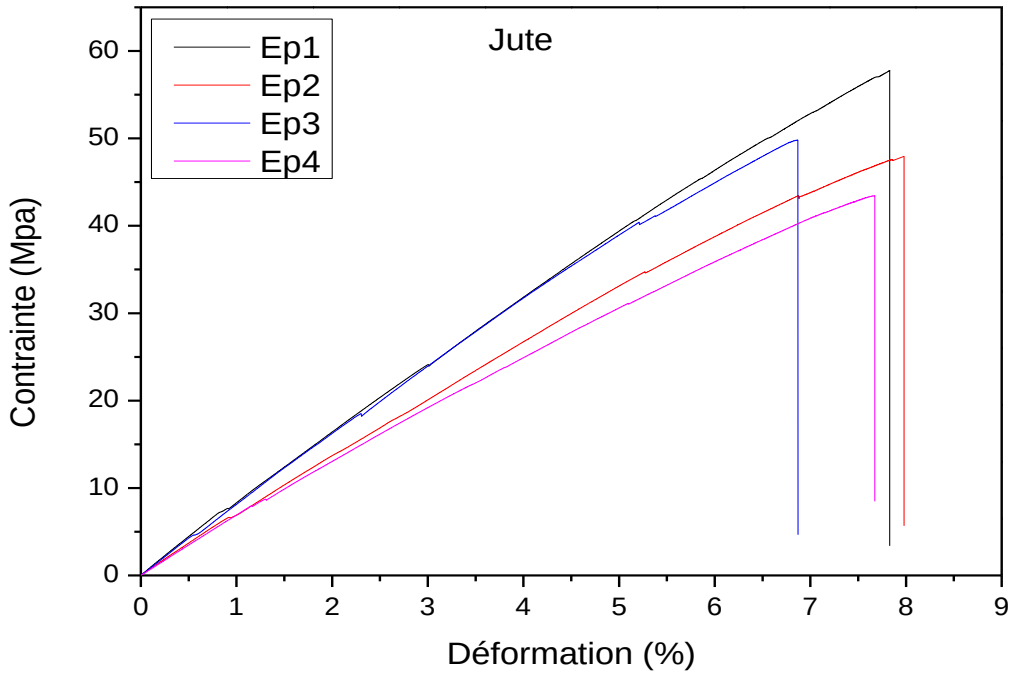

Figure. IV.22. Courbes contrainte-déformation des composites Jute en flexion 3-points.

Le tableau IV.8 indique les valeurs moyennes de déformation, de flexion à la rupture et de module d'Young pour les échantillons testés. La lecture de ce tableau montre que, d'une part, les propriétés mécaniques des matériaux composites sont améliorées par rapport à la résine seule, et d'autre part, l'effet des plis tissés sur les propriétés mécaniques est bien visible.

Tableau. IV.8. Propriétés mécaniques des essais de flexion 3-points des bio composites.

Type	La flèche à la rupture (%)	Contrainte à la rupture (Mpa)	Module de young (Gpa)
Résine	5.16 ± 0.03	39.63 ± 4.15	13.16 ± 1.82
Alfa Non traité	4.39 ± 1.66	47.58 ± 4.02	15.26 ± 1.49
Alfa traité NAOH	4.74 ± 0.85	53.67 ± 6.97	15.89 ± 1.91
Alfa traité P+NAOH	6.88 ± 0.49	61.36 ± 5.9	16.32 ± 1.63
Jute	7.42 ± 0.55	50.56 ± 7.12	14.62 ± 0.9

Cette partie de l'étude vise à déterminer les performances des bio-composites renforcés par différents tissus (Alfa Non traité, Alfa traité NAOH, Alfa traité P+NAOH, et Jute). La figure IV.23 représente une comparaison des courbes typiques pour la résine époxy avec différentes bandes. La valeur de résistance à la flexion la plus élevée (61.36 ± 5.9MPa) a été observée pour le composite textile Alfa traité P+NAOH. Elle est bien supérieure aux autres bio-composites (Alfa Non traité, Alfa traité NAOH et Jute). Ces deux derniers présentent des valeurs de contrainte de flexion à la rupture (47.58 ± 4.02MPa et 53.67 ± 6.97MPa et 50.56 ± 7.12MPa, respectivement). En général, la résistance à la flexion est beaucoup plus élevée que la résistance à la traction, ce qui est dû au comportement de rupture de la couche de matrice la plus externe. Le comportement contrainte-déformation des courbes modélisées est décalé d'environ quelques ordres de grandeur. La contrainte varie presque linéairement avec l'augmentation de la contrainte jusqu'à ce qu'elle atteigne sa valeur maximale où une rupture brutale est obtenue. L'effet de l'ajout de plis tissés est clairement visible.

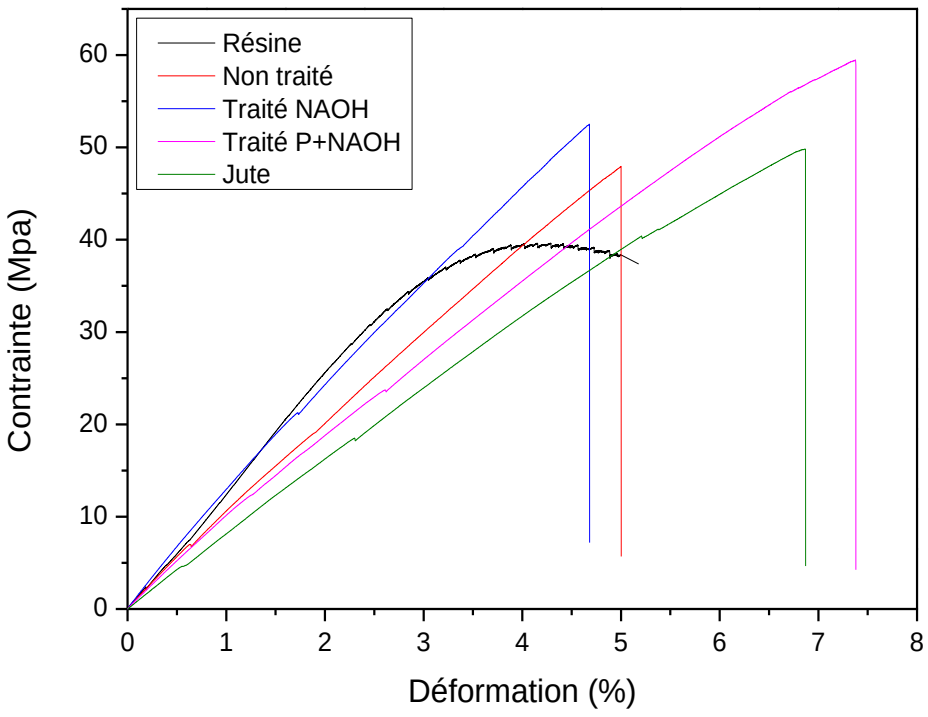

Figure. IV.23. Comparaison des courbes types contrainte-déformation en flexion 3-points des différents composites avec la résine seule.

L'histogramme de la figure (IV.24), présente l'évolution de la contrainte à la rupture en flexion des bio-composites. La contrainte à la rupture du Alfa traité P+NAOH atteint une valeur maximale de l'ordre de (61.36 ± 5.9MPa). Les trois autres (Alfa Non traité, Alfa traité NAOH, Jute), sont légèrement plus faible (47.58 ± 4.02MPa et 53.67 ± 6.97MPa et 50.56 ± 7.12MPa, respectivement).

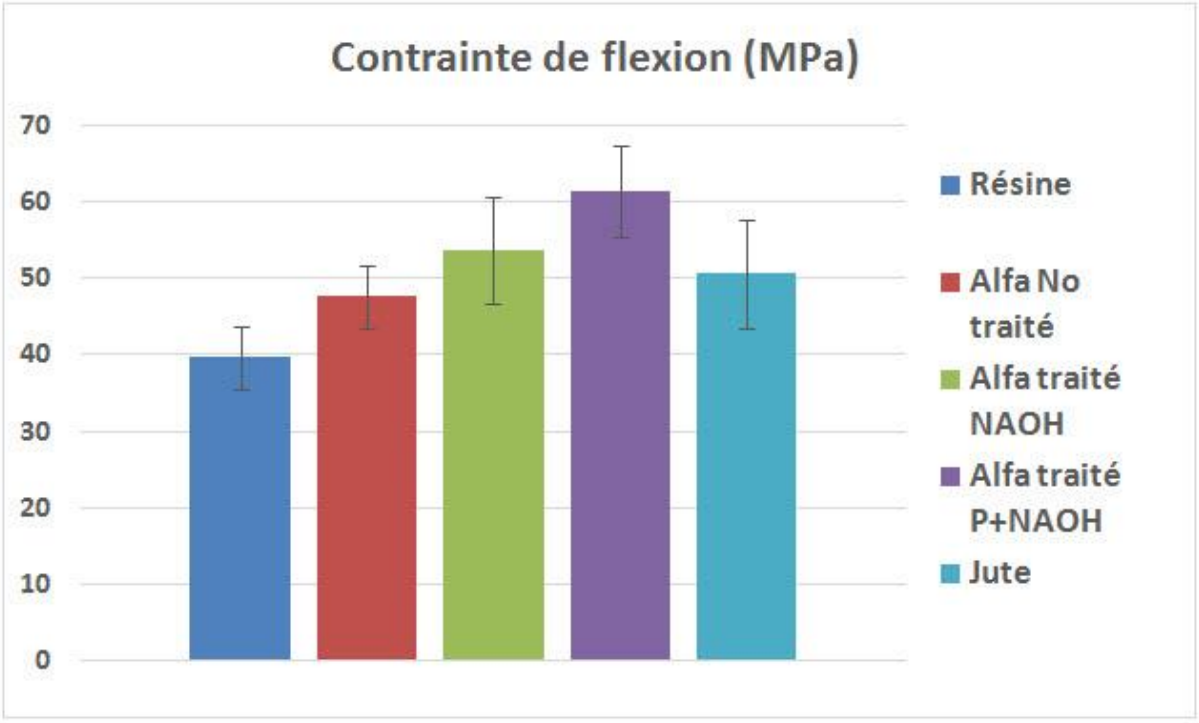

Figure. IV.24. Evolution des contraintes à la rupture en flexion des bio-composites.

Les bio-composites renforcés par des plis tissus de fibre Alfa et Jute ont des valeurs de module de flexion assez différentes (Figure IV.25). Le module de flexion du Alfa traité P+NAOH a une valeur de l'ordre de E = 16.32 ± 1.63GPa, tandis que les trois autres (Alfa Non traité et Alfa traité NAOH et Jute), ont plutôt de faible module de flexion par rapport au premier matériau, c'est-à dire E = 15.26 ± 1.49GPa et E = 15.89 ± 1.91GPa et E = 14.62 ± 0.9GPa, respectivement.

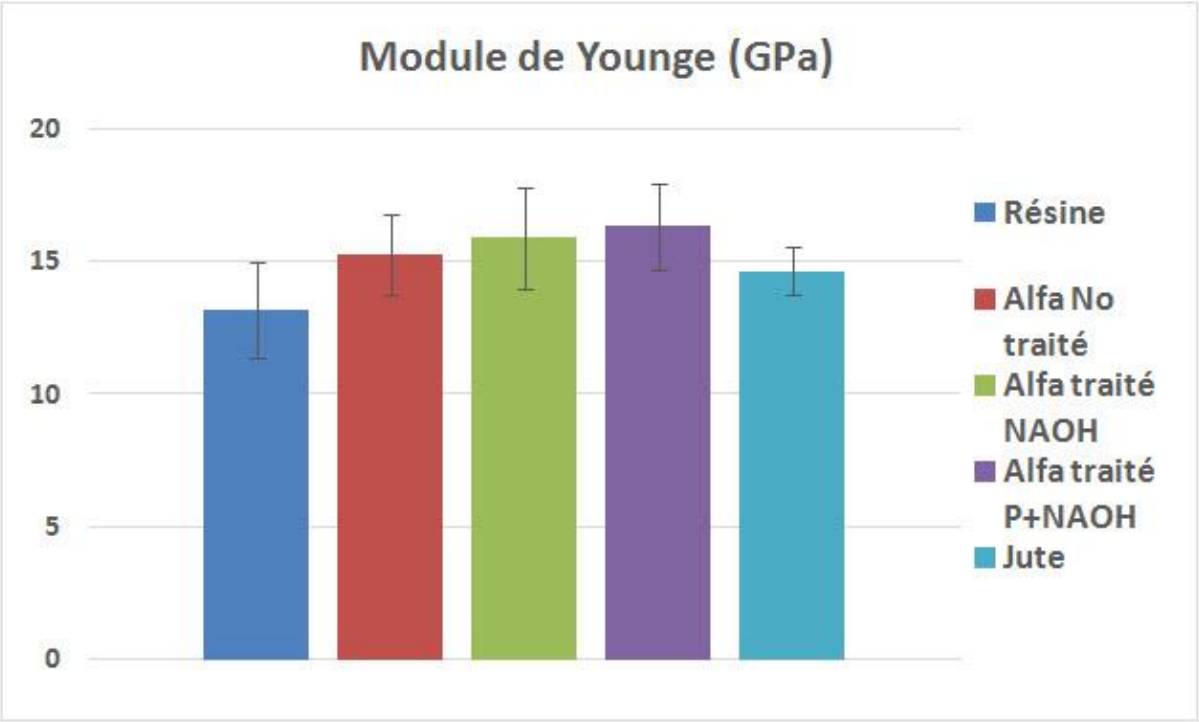

Figure. IV.25. Evolution du module de flexion des bio-composites.

IV.2.5. Conclusion

De l'analyse des différents résultats obtenus, les principales conclusions peuvent être résumées en deux parties :

- La première partie porte sur l'examen des propriétés morphologiques, chimiques, physiques et mécaniques des fibres de Centaurea Melitensis. Sur la base de l'analyse effectuée et des résultats correspondants, la densité de fibres de centaurea melitensis a été déterminée à 1,269 ± 0,018 g/cm^3, ce qui nous permet de déduire ses avantages dans les composites légers. Il a été observé à l'aide de SEM qu'il y a des saillies dans les fibres qui permettent l'adhésion à la matrice polymère, en effectuant une analyse thermogravimétrique (ATG), il a été constaté que la stabilité thermique des fibres est jusqu'à 210°C, ce qui aide grandement leur utilisation à haute température. Températures de la matrice polymère pour la fabrication de composites. L'analyse FTIR et DRX a également prouvé la présence de constituants majeurs tels que la cellulose, l'hémicellulose et la lignine avec un indice de cristallinité de 47,69 % et une taille de cristal de 16,92 nm. De plus, les propriétés mécaniques ont montré que la valeur de la résistance à la traction de la fibre, le module de Young et la déformation à la rupture sont respectivement de 336,87 ± 59,94MPa, 23,87 ± 5,21GPa et 1,27 ± 0,36 %. Des tests de microgouttelettes ont également établi que la valeur de la résistance au cisaillement interfacial entre la fibre et la matrice est de 9,82 ± 2,35MPa.

- La deuxième partie est relative à l'analyse des résultats liés à l'essai de traction et de flexion en 3 points pour des échantillons de bio-composites. Les résultats des essais de traction montrent clairement que les traitements chimiques, adoptés dans ce travail, permettent une augmentation significative des propriétés mécaniques, à savoir les contraintes et déformations à la rupture ainsi que le module d'Young. pour les résultats obtenus à partir des essais de flexion 3 points, qui ont été réalisés sur des bio-composites, ont montré que l'ajout de fibres alfa dans la matrice époxy permet d'améliorer les propriétés mécaniques du composite : module de Young, traction et résistance à la flexion.

Conclusion générale

L'utilisation de fibres naturelles pour renforcer les matériaux composites offre une alternative appropriée pour réduire l'effet environnemental des matériaux composites dans une variété d'applications. Malgré leur richesse, les ressources naturelles sont rarement utilisées pour construire des matériaux composites. L'artisanat et la médecine traditionnelle, en général, n'emploient que des fibres naturelles. L'objectif de la recherche discutée dans cet thèse est de créer des renforts tissés en fibres alfa pour une utilisation dans les matériaux composites.

Des structures de tissées 2D précédemment développées à base de fibres alpha ont été étudiées comme renforts pour matériaux composites. Au départ, les panneaux composites étaient fabriqués à partir de structures tissées 2D. La technique de fabrication matrice à matrice a été utilisée pour créer des panneaux composites. Cette procédure a été modifiée en ajoutant une texture lisse avant de fermer le moule pour fournir une surface lisse des deux côtés des panneaux composites. Il est utilisé dans l'élaboration de panneaux composites constitués de quatre couches de structures tissées bi-dimensionnellement. Suite à la fabrication des panneaux composites, les propriétés mécaniques des panneaux composites à base de tissages 2D ont été analysées conformément aux normes. La densité des panneaux composites sur tissages 2D est évidemment déterminée par le pourcentage volumique des fibres. Les propriétés mécaniques des panneaux composites ont ensuite été étudiées à l'aide de tissages 2D sous différentes contraintes mécaniques (traction, flexion). Les résultats de l'analyse des propriétés de traction montrent que la contrainte de rupture en traction des plaques composites à base de structures 2D torsadées est clairement affectée par la fraction volumique des fibres et le module de traction et de déformation à la contrainte de rupture. Les propriétés de flexion des panneaux composites ont ensuite été étudiées à l'aide du test de flexion en trois points. La contrainte de flexion ultime et le module de flexion des panneaux composites de structures torsadées 2D dépendent clairement de la densité de fil torsadé à l'intérieur des structures.

La caractérisation des bio-composites en traction et en flexion a révélé que le matériau Alfa traité P+NAOH a enregistré de bonnes performances tant en termes de résistance à la traction ($\sigma = 21.24 \pm 0.89$ MPa) qu'à la flexion ($\sigma = 61.36 \pm 5.9$ MPa). De plus, le matériau présentait une bonne rigidité en traction ($E = 4.47 \pm 0.18$ GPa) et en flexion ($E = 16.32 \pm 1.63$ GPa).

Références

1. Browaeys, C., *Les enjeux des nouveaux matériaux textiles*, 2020, EDP Sciences.
2. MARZOVA, M., *Advanced composite materials of the future in aerospace industry [J].* Incas Bulletin, 2013. **5**(3): p. 139-150.
3. Patel, M., et al., *Lightweight composite materials for automotive-a review.* Carbon, 2018. **1**(2500): p. 151.
4. Rudov-Clark, S., et al., *Fibre damage in the manufacture of advanced three-dimensional woven composites.* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2003. **34**(10): p. 963-970.
5. Couégnat, G., *Approche multiéchelle du comportement mécanique de matériaux composites à renfort tissé*, 2008, Bordeaux 1.
6. Halada, K., *Progress of ecomaterials toward a sustainable society.* Current Opinion in Solid State and Materials Science, 2003. **7**(3): p. 209-216.
7. Agénor, P.-R. and K. El Aynaoui, *Maroc: Stratégie de croissance à l'horizon 2025 dans un environnement international en mutation.* Books & Reports, 2015.
8. Nenonene, A., *Élaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage*, 2009.
9. Laurans, F.F., et al., *Physiologie de la formation des parois de fibres de bois.* Revue des composites et des matériaux avancés, 2006. **16**(1): p. 25-40.
10. Arsène, M.-A., K. Bilba, and A. Ouensanga, *Etude d'un matériau composite ciment/fibre de bagasse de canne à sucre.* Revue des composites et des matériaux avancés, 2001. **11**(1-2).
11. Gouanve, F., et al., *Composites polyester insature renforces par des fibres de lin. Effets de traitements plasma froid et autoclave sur les proprietes permeametriques.* Revue des composites et des matériaux avancés, 2006. **16**(1): p. 115.
12. BODROS, E. and C. BALEY, *''Etude des propriétés de biopolymer renforcés par des fibres de lin aléatoirement dispersées dans le plan de stratification'', propriété aux interfaces et composites.* Université de Bretagne-Sud, 2006.
13. Nardin, M., *Interfaces fibre-matrice dans les materiaux composites. Application aux fibres vegetales.* Revue des composites et des matériaux avancés, 2006. **16**(1): p. 49.
14. Lepetit, A., *Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène*, 2017, Université du Québec à Trois-Rivières.
15. Harche, M., *Differenciation et structure parietale des fibres foliaires de l'alfa (stipa tenacissima l.).* 1985.
16. Pereira, P.H.F., et al., *Vegetal fibers in polymeric composites: a review.* Polímeros, 2015. **25**: p. 9-22.
17. Aizi, D., *Extraction, caractérisation morphologique, physico-chimique et mécanique des fibres caulinaires de Retama monosperma L. Boiss*, 2017, PhD Thesis, Oran Mohamed Boudiaf University of Science and Technology, Algeria.
18. Michaud, F., *Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique: aptitude au postformage.* 2003.
19. Bouzouita, S., *Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel*, 2011, Ecole Centrale de Lyon; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir.
20. Padovani, J., *Développement d'une chaine de traitement d'images pour relier la morphologie de fibres lignocellulosiques aux propriétés de composites thermoplastiques à fibres courtes*, 2019, Reims.
21. XX, M., *Valorisation des fibres de kénaf dans des applications textiles et paratextiles*, Université de Monastir.
22. Bouloc, P., *Le chanvre industriel: production et utilisations*2006: France Agricole Editions.
23. Ilczyszyn, F., *Caractérisation expérimentale et numérique du comportement mécanique des agro-composites renforcés par des fibres de chanvre*, 2013, Université de Technologie de Troyes.

24. BERREKHEROUKH, N., *Etude de la probabilité de rupture des composites unidirectionnels a matrice polymère viscoélastique*, 2021.
25. Moulay, A., K. Benabdeli, and A. Morsli, *Contribution a l'identification des principaux facteurs de dégradation des steppes a Stipa tenacissima du sud-ouest Algerien.* 2011.
26. Dallel, M., *Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil*, 2012, Université de Haute Alsace-Mulhouse.
27. Yahiaoui, L., *Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss)*, 2018.
28. Couhert, C., *Pyrolyse flash à haute température de la biomasse ligno-cellulosique et de ses composés: production de gaz de synthèse*, 2007, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
29. Sedan, D., *Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment: influence sur les propriétés mécaniques du composite*, 2007, Limoges.
30. Berlioz, S., *Etude de l'estérification de la cellulose par une synthèse sans solvant. Application aux matériaux nanocomposites*, 2007, Université Joseph-Fourier-Grenoble I.
31. Joly, N., *Synthèse et caractérisation de nouveaux films plastiques obtenus par acylation et réticultion de la cellulose*, 2003, Limoges.
32. Satge, C., *Etude de nouvelles stratégies de valorisation de mono et polysaccharides.* Université de Limoges, 2002.
33. Hatsch, D., *Interaction hôte/pathogène: étude du modèle Humulus lupulus/Fusarium graminearum: Identification, génomique et transcriptomique du pathogène*, 2004, Strasbourg 1.
34. Monties, B., *Les polymeres végétaux: Polymeres pariétaux et alimentaires non azotés*1980: Gauthier-Villard.
35. Sharma, B., et al., *An overview on pectins.* Times Food Processing Journal, 2006. **23**(2): p. 44-51.
36. Thiebaud-Roux, S., *Valorisation chimique de composés lignocellulosiques: obtention de nouveaux matériaux*, 1995.
37. Boustingorry, P., *Elaboration d'un matériau composite à matrice gypse et renfort bois fragmenté. Amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqués en gypse*, 2002, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
38. Davies, P., et al., *Propriétés de fibres extraites de phanérogames marines (Zostéra Marina).* Revue des composites et des matériaux avancés, 2006. **16**(1): p. 41-48.
39. Morvan, C., et al., *Building flax fibres: more than one brick in the walls.* Plant physiology and biochemistry, 2003. **41**(11-12): p. 935-944.
40. Charlet, K., et al., *Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites.* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2007. **38**(8): p. 1912-1921.
41. Hughes, M., *Defects in natural fibres: their origin, characteristics and implications for natural fibre-reinforced composites.* Journal of Materials Science, 2012. **47**(2): p. 599-609.
42. Nakagaito, A.N. and H. Yano, *Novel high-strength biocomposites based on microfibrillated cellulose having nano-order-unit web-like network structure.* Applied Physics A, 2005. **80**(1): p. 155-159.
43. Eichhorn, S. and R. Young, *Composite micromechanics of hemp fibres and epoxy resin microdroplets.* Composites Science and Technology, 2004. **64**(5): p. 767-772.
44. Jayaraman, K., *Manufacturing sisal–polypropylene composites with minimum fibre degradation.* Composites Science and Technology, 2003. **63**(3-4): p. 367-374.
45. Jawaid, M., H.A. Khalil, and A.A. Bakar, *Woven hybrid composites: Tensile and flexural properties of oil palm-woven jute fibres based epoxy composites.* Materials Science and Engineering: A, 2011. **528**(15): p. 5190-5195.

46. Quiroz-Castañeda, R.E. and J.L. Folch-Mallol, *Proteínas que remodelan y degradan la pared celular vegetal: perspectivas actuales.* Biotecnología Aplicada, 2011. **28**(4): p. 205-215.
47. Dinwoodie, J.M., *Timber: its nature and behaviour*2000: CRC Press.
48. Sticklen, M.B., *Plant genetic engineering for biofuel production: towards affordable cellulosic ethanol.* Nature reviews genetics, 2008. **9**(6): p. 433-443.
49. Mohanty, A., M.a. Misra, and G. Hinrichsen, *Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview.* Macromolecular materials and Engineering, 2000. **276**(1): p. 1-24.
50. Faruk, O., et al., *Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010.* Progress in polymer science, 2012. **37**(11): p. 1552-1596.
51. Hearle, J., *The fine structure of fibers and crystalline polymers. III. Interpretation of the mechanical properties of fibers.* Journal of applied polymer science, 1963. **7**(4): p. 1207-1223.
52. Somerville, C., *Cellulose synthesis in higher plants.* Annual review of cell and developmental biology, 2006. **22**(1): p. 53-78.
53. Booker, R. and J. Sell, *The nanostructure of the cell wall of softwoods and its functions in a living tree.* Holz als Roh-und Werkstoff, 1998. **56**(1): p. 1-8.
54. Page, D., E. HOSSEINY, and L. APS, *Elastic modulus of single wood pulp fibers.* 1977.
55. Thygesen, L.G., M. Eder, and I. Burgert, *Dislocations in single hemp fibres—investigations into the relationship of structural distortions and tensile properties at the cell wall level.* Journal of Materials Science, 2007. **42**(2): p. 558-564.
56. Bourahli, M.E.H., *Caractérisation d'un composite verre époxy.* 2018.
57. Zakikhani, P., et al., *Bamboo fibre extraction and its reinforced polymer composite material.* Int. J. Chem. Biomol. Metall. Mater. Sci. Eng, 2014. **8**(4): p. 271-274.
58. Msahli, S., et al., *Mechanical behavior of Agave Americana L. fibres: correlation between fine structure and mechanical properties.* Journal of Applied Sciences, 2007. **7**(24): p. 3951-3957.
59. Das, P., et al., *Machinery for extraction and traditional spinning of plant fibres.* 2010.
60. Msahli, S., F. Sakli, and J.-Y. Drean, *Study of textile potential of fibres extracted from Tunisian Agave Americana L.* AUTEX Research Journal, 2006. **6**(1): p. 9-13.
61. Do Thi, V.V.D.T., *Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non*, 2011, Université de Grenoble; Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh Ville.
62. Jacquet, N., et al., *La steam explosion: application en tant que prétraitement de la matière lignocellulosique.* BASE, 2010.
63. Zhou, F., G. Cheng, and B. Jiang, *Effect of silane treatment on microstructure of sisal fibers.* Applied Surface Science, 2014. **292**: p. 806-812.
64. Meirhaeghe, C. and H. Bewa, *Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France.* Étude FRD subventionnée par l'ADEME, 2011. **16**: p. 65.
65. AMEL, K. and B. MARIA, *Effet des techniques d'extraction des fibres végétales sur leurs caractéristiques physiques chimiques et mécaniques*, 2019, UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF-M'SILA.
66. Bledzki, A. and J. Gassan, *Composites reinforced with cellulose based fibres.* Progress in polymer science, 1999. **24**(2): p. 221-274.
67. Batra, S.K., *Other long vegetable fibres: abaca, banana, sisal, henequen, flax, ramie, hemp, sunn, and coir.* Handbook of fiber science and technology, 1985. **4**: p. 727-807.
68. Msahli, S., *Etude du potentiel textile des fibre d'agave americana L*, 2002, Mulhouse.
69. Tomczak, F., T.H.D. Sydenstricker, and K.G. Satyanarayana, *Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part II: Morphology and properties of Brazilian coconut fibers.* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2007. **38**(7): p. 1710-1721.
70. Mukherjee, P. and K. Satyanarayana, *Structure and properties of some vegetable fibres.* Journal of Materials Science, 1986. **21**(1): p. 51-56.

71. Mukherjee, R. and T. Radhakrishnan, *Long vegetable fibres.* Textile Progress, 1972. **4**(4): p. 1-75.
72. Sfiligoj Smole, M., et al., *Plant fibres for textile and technical applications.* Advances in agrophysical research, 2013: p. 369-398.
73. Stamm, A.J., *Thermal degradation of wood and cellulose.* Industrial & Engineering Chemistry, 1956. **48**(3): p. 413-417.
74. Kim, D.-Y., et al., *Thermal decomposition of cellulose crystallites in wood.* 2001.
75. Chinesta, F., *La Vie intime des matériaux composites*2011: Editions Publibook.
76. Rutot, D. and P. Dubois, *Les (bio) polymeres biodegradables: l'enjeu de demain?* CHIMIE NOUVELLE., 2004(86): p. 66-74.
77. Zoghi, M., *The international handbook of FRP composites in civil engineering*2013: Crc Press.
78. Bourban, P.-E., *Matériaux composites à matrice organique: constituants, procédés, propriétés*. Vol. 15. 2004: PPUR presses polytechniques.
79. Reyne, M., *Technologie des composites*1998: Hermès.
80. Dittenber, D.B. and H.V. GangaRao, *Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure.* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2012. **43**(8): p. 1419-1429.
81. Ibeh, C.C., *Thermoplastic materials: properties, manufacturing methods, and applications*2011: CRC Press.
82. Charmet, J.-C., *Mécanique du solide et des matériaux Elasticité-Plasticité-Rupture.* ESPCI-Laboratoire d'Hydrodynamique et Mécanique Physique, 2005: p. 113-144.
83. Olhan, S., V. Khatkar, and B. Behera, *Textile-based natural fibre-reinforced polymeric composites in automotive lightweighting.* Journal of Materials Science, 2021: p. 1-44.
84. Combette, P. and I. Ernoult, *Physique des polymères*2005: Presses inter Polytechnique.
85. Ashby, M., Y. Bréchet, and L. Salvo, *Sélection des matériaux et des procédés de mise en œuvre*. Vol. 20. 2001: PPUR presses polytechniques.
86. Martienssen, W. and H. Warlimont, *Springer handbook of condensed matter and materials data*. Vol. 1. 2005: Springer.
87. BRIANT, J., *Phénomènes d'interface. Agents de surface: principes et modes d'action*1989: Editions Technip.
88. Roche, A., *Les théories de l'adhésion et mesure de l'adhérence.* Le vide, les couches minces, 1991. **47**(257): p. 197-230.
89. McBain, J. and D. Hopkins, *On adhesives and adhesive action.* The Journal of Physical Chemistry, 2002. **29**(2): p. 188-204.
90. Aufray, M., *Caractérisation physico-chimique des interphases époxyde-amine/oxyde ou hydroxyde métallique, et de leurs constituants*, 2005, INSA de Lyon.
91. Fourche, G., *An overview of the basic aspects of polymer adhesion. Part I: Fundamentals.* Polymer Engineering & Science, 1995. **35**(12): p. 957-967.
92. Thomas, P.-F., *Précis de Physique-chimie: cours et exercices*2006: Editions Bréal.
93. Voiutskii, S.S., *Autohesion and adhesion of high polymers.* 1963.
94. Smith, J.W., E.J. Kramer, and P.J. Mills, *Tailored adhesion at polymer/nonpolymer interfaces.* Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics, 1994. **32**(10): p. 1731-1744.
95. Kim, J.-K. and Y.-W. Mai, *Engineered interfaces in fiber reinforced composites*1998: Elsevier.
96. Buchan, S. and W. Rae, *Chemical nature of the rubber-to-brass bond.* Rubber Chemistry and Technology, 1946. **19**(4): p. 968-986.
97. Wertz, J.-L. and A. Richel, *Les biocomposites et composites polymère-chanvre en particulier.* Rapport d'unité de Chimie biologique industrielle, Valbiom, Université de Liège–Gembloux Agro-Bio Tech, Belgique, 2014.
98. Sbiai, A., et al., *Effect of the fiber size on the physicochemical and mechanical properties of composites of epoxy and date palm tree fibers.* Macromolecular materials and Engineering, 2008. **293**(8): p. 684-691.

99. Rogge, E., *Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'Alfa (Esparto grass) en vue d'applications textiles.* Mémoire de maîtrise pour l'obtention du grade académique de master, Génie des matériaux, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud-Alsace (UHA, Mulhouse, France), Année universitaire, 2010.
100. BENZIDANE, R., *Étude du comportement en fatigue des plaques sandwichs à base de bois de palmier*, Université Mohamed Boudiaf des Sciences et de la Technologie-Mohamed Boudiaf ….
101. Asma, S., *Elaboration des composites cimentaires à base de fibres végétales locales (le diss): caractérisation, durabilité et application au cas de la maçonnerie*, 2015, Université Badji Mokhtar.
102. Li, Y., M. Sreekala, and M. Jacob, *Textile composites based on natural fibers*, 2009, Old City Publishing.
103. Gendre, L., *Matériaux composites et structures composites.* Université Paris-Saclay, 2011.
104. Cristaldi, G., et al., *Composites based on natural fibre fabrics.* Woven fabric engineering, 2010. **17**: p. 317-342.
105. Orliac, J.-G., *Analyse et simulation du comportement anisotrope lors de la mise en forme de renforts tissés interlock*, 2012, INSA de Lyon.
106. Duquesne, H., *Le tissage et ses armures.* 1976.
107. Tan, P., L. Tong, and G. Steven, *Modelling for predicting the mechanical properties of textile composites—A review.* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 1997. **28**(11): p. 903-922.
108. Badel, P., *Analyse mésoscopique du comportement mécanique des renforts tissés de composites utilisant la tomographie aux rayons X.* INSA de Lyon. Thèse de doctorat, 2008.
109. Spencer, D.J., *Knitting technology: a comprehensive handbook and practical guide*. Vol. 16. 2001: CRC press.
110. Hagege, B., *Simulation du comportement mécanique des milieux fibreux en grandes transformations: application aux renforts tricotés*, 2004, Arts et Métiers ParisTech.
111. Rozant, O., et al., *A model for the consolidation of warp-knitted reinforced laminates.* polymer composites, 2001. **22**(3): p. 432-443.
112. El-Hage, C., *Modélisation du comportement élastique endommageable de matériaux composites à renfort tridimensionnel*, 2006, Université de Technologie de Compiègne.
113. Ruan, X., A. Safari, and T.-W. Chou, *Effective elastic, piezoelectric and dielectric properties of braided fabric composites.* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 1999. **30**(12): p. 1435-1444.
114. D'Amato, E., *Finite element modeling of textile composites.* Composite Structures, 2001. **54**(4): p. 467-475.
115. Drapier, S. and M. Wisnom. *Finite-element investigation of the non-crimp fabrics compressive and interlaminar behaviours*. in *ICCM-12: 12th International Conference on Composite Materials, 5-9 July 1999, Paris, Paper 389*. 1999. Woodhead Publishing Limited.
116. Adanur, S. and T. Liao, *3D modeling of textile composite preforms.* Composites Part B: Engineering, 1998. **29**(6): p. 787-793.
117. Tsai, K.-H., C.-H. Chiu, and T.-H. Wu, *Fatigue behavior of 3D multi-layer angle interlock woven composite plates.* Composites Science and Technology, 2000. **60**(2): p. 241-248.
118. Dexter, H.B. *Development of textile reinforced composites for aircraft structures*. in *Textile Composites*. 1998.
119. Behera, B.K. and P. Hari, *Woven textile structure: Theory and applications*2010: Elsevier.
120. Curtis, P. and S.M. Bishop, *An assessment of the potential of woven carbon fibre-reinforced plastics for high performance applications.* Composites, 1984. **15**(4): p. 259-265.
121. Buet-Gautier, K. and P. Boisse, *Experimental analysis and modeling of biaxial mechanical behavior of woven composite reinforcements.* Experimental mechanics, 2001. **41**: p. 260-269.

122. Corbin, A.-C., et al. *Multi-scale analysis of flax fibres woven fabrics for composite applications*. in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2018. IOP Publishing.
123. Omrani, F., et al., *Mechanical properties of flax-fibre-reinforced preforms and composites: Influence of the type of yarns on multi-scale characterisations.* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2017. **93**: p. 72-81.
124. Dumont, F., *Contribution à l'expérimentation et à la modélisation du comportement mécanique de renforts de composites tissés*, 2003, Paris 6.
125. Belouadah, Z., A. Ati, and M. Rokbi, *Characterization of new natural cellulosic fiber from Lygeum spartum L.* Carbohydrate polymers, 2015. **134**: p. 429-437.
126. Brahim, S.B. and R.B. Cheikh, *Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite.* Composites Science and Technology, 2007. **67**(1): p. 140-147.
127. Msahli, S., J. Ydrean, and F. Sakli, *Evaluating the fineness of Agave americana L. fibers.* Textile research journal, 2005. **75**(7): p. 540-543.
128. Segal, L., et al., *An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer.* Textile research journal, 1959. **29**(10): p. 786-794.
129. Chakravarthy, S., et al., *Characterization of novel natural cellulosic fiber extracted from the stem of Cissus vitiginea plant.* International Journal of Biological Macromolecules, 2020. **161**: p. 1358-1370.
130. Miller, B., P. Muri, and L. Rebenfeld, *A microbond method for determination of the shear strength of a fiber/resin interface.* Composites Science and Technology, 1987. **28**(1): p. 17-32.
131. Sreenivasan, V., et al., *Microstructural, physico-chemical and mechanical characterisation of Sansevieria cylindrica fibres–An exploratory investigation.* Materials & Design, 2011. **32**(1): p. 453-461.
132. Belouadah, Z., M. Rokbi, and A. Ati, *Manufacturing and characterization of new composite based on epoxy resin and Lygeum Spartum L. plant.* Journal of Natural Fibers, 2022. **19**(11): p. 4236-4248.
133. Laifa, F., et al., *Investigation of mechanical, physicochemical, and thermal properties of new fiber from Silybum marianum bark fiber.* Journal of Composite Materials, 2022: p. 00219983221090020.
134. Belouadah, Z., N. Belhaneche-Bensemra, and A. Ati, *Characterization of ligno-cellulosic fiber extracted from Atriplex halimus L. plant.* International Journal of Biological Macromolecules, 2021. **168**: p. 806-815.
135. Lemita, N., et al., *Characterization and analysis of novel natural cellulosic fiber extracted from Strelitzia reginae plant.* Journal of Composite Materials, 2022. **56**(1): p. 99-114.
136. Indran, S., R.E. Raj, and V. Sreenivasan, *Characterization of new natural cellulosic fiber from Cissus quadrangularis root.* Carbohydrate polymers, 2014. **110**: p. 423-429.
137. Siva, R., et al., *Study on a Novel natural cellulosic fiber from Kigelia africana fruit: Characterization and analysis.* Carbohydrate polymers, 2020. **244**: p. 116494.
138. Khan, A., et al., *Extraction and characterization of cellulose fibers from the stem of momordica charantia.* Journal of Natural Fibers, 2020: p. 1-11.
139. Subramanian, S.G., R. Rajkumar, and T. Ramkumar, *Characterization of natural cellulosic fiber from cereus hildmannianus.* Journal of Natural Fibers, 2021. **18**(3): p. 343-354.
140. Vijay, R., et al., *Characterization of natural cellulose fiber from the barks of vachellia farnesiana.* Journal of Natural Fibers, 2020: p. 1-10.
141. Vinod, A., et al., *Extraction and characterization of natural fiber from stem of cardiospermum halicababum.* Journal of Natural Fibers, 2021. **18**(6): p. 898-908.
142. Binoj, J., et al., *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, 2016. **13**(1): p. 156-165.

143. Hossain, M.K., et al., *Effect of surface treatment and nanoclay on thermal and mechanical performances of jute fabric/biopol 'green'composites.* Journal of reinforced plastics and composites, 2011. **30**(22): p. 1841-1856.
144. Kovačević, Z., S.B. Vukušić, and M. Zimniewska, *Comparison of Spanish broom (Spartium junceum L.) and flax (Linum usitatissimum) fibre.* Textile research journal, 2012. **82**(17): p. 1786-1798.
145. Jabbar, A., et al., *Tensile, surface and thermal characterization of jute fibres after novel treatments.* 2016.
146. Kumar, R., et al., *keratin gene expression differences in wool follicles and sequence diversity of high glycine-tyrosine keratin-associated proteins (kaps) in magra sheep of india.* Journal of Natural Fibers, 2020. **17**(9): p. 1257-1263.
147. Chikouche, M.D.L., et al., *Influence of alkali treatment on the mechanical properties of new cane fibre/polyester composites.* Journal of reinforced plastics and composites, 2015. **34**(16): p. 1329-1339.
148. Sudha, S. and G. Thilagavathi, *Effect of alkali treatment on mechanical properties of woven jute composites.* The Journal of The Textile Institute, 2016. **107**(6): p. 691-701.
149. Zannen, S., et al., *Effect of chemical extraction on physicochemical and mechanical properties of doum palm fibres.* Advances in Materials Physics and Chemistry, 2014. **4**(10): p. 203.
150. Subramanian, K., et al., *Characterization of ligno-cellulosic seed fibre from Wrightia Tinctoria plant for textile applications—an exploratory investigation.* European Polymer Journal, 2005. **41**(4): p. 853-861.
151. Manimaran, P., et al., *Study on characterization of Furcraea foetida new natural fiber as composite reinforcement for lightweight applications.* Carbohydrate polymers, 2018. **181**: p. 650-658.
152. Ridzuan, M., et al., *Characterisation of natural cellulosic fibre from Pennisetum purpureum stem as potential reinforcement of polymer composites.* Materials & Design, 2016. **89**: p. 839-847.
153. Maache, M., et al., *Characterization of a novel natural cellulosic fiber from Juncus effusus L.* Carbohydrate polymers, 2017. **171**: p. 163-172.
154. Reddy, K.O., et al., *Tensile and structural characterization of alkali treated Borassus fruit fine fibers.* Composites Part B: Engineering, 2013. **44**(1): p. 433-438.
155. Mansour, R., A. Abdelaziz, and A.F. Zohra, *Characterization of long lignocellulosic fibers extracted from Hyphaene thebaica L. leaves.* Research Journal of Textile and Apparel, 2018.
156. Bezazi, A., et al., *Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of Agave americana L. natural fibres.* Composites Part B: Engineering, 2014. **66**: p. 194-203.
157. Moussaoui, N., et al., *Extraction and characterization of fiber treatment Inula viscosa fibers as potential polymer composite reinforcement.* Journal of Polymers and the Environment, 2021. **29**(11): p. 3779-3793.
158. Luo, S. and A. Netravali, *Interfacial and mechanical properties of environment-friendly "green" composites made from pineapple fibers and poly (hydroxybutyrate-co-valerate) resin.* Journal of Materials Science, 1999. **34**(15): p. 3709-3719.
159. Wu, H., *A comparison of micromechanical evaluation on interfacial shear strength using microbond pull-out and micro-indentation tests.* Journal of materials science letters, 1997. **16**(24): p. 2039-2040.
160. Gopal, P., et al., *'Bundle-debond'technique for characterizing fibre/matrix interfacial adhesion.* Journal of Materials Science, 1994. **29**(5): p. 1185-1190.
161. Ciniņa, I., O. Zīle, and J. Andersons, *Predicting the tensile strength of A UD basalt/epoxy composite used for the confinement of concrete structures.* Mechanics of Composite Materials, 2013. **48**(6): p. 611-618.

162. Baley, C., et al., *Application of interlaminar tests to marine composites. Relation between glass fibre/polymer interfaces and interlaminar properties of marine composites.* Applied Composite Materials, 2004. **11**(2): p. 77-98.
163. Towo, A.N., et al., *Weibull analysis of microbond shear strength at sisal fibre–polyester resin interfaces.* Composite Interfaces, 2005. **12**(1-2): p. 77-93.
164. Kılınç, A.Ç., et al., *Extraction and investigation of lightweight and porous natural fiber from Conium maculatum as a potential reinforcement for composite materials in transportation.* Composites Part B: Engineering, 2018. **140**: p. 1-8.
165. Bezazi, A., et al., *Investigation of the date palm fiber for green composites reinforcement: Quasi-static and fatigue characterization of the fiber.* Industrial Crops and Products, 2020. **146**: p. 112135.

ملخص:

الهدف من هذا العمل هو تصميم ووصف التعزيزات المنسوجة ثنائية الاتجاه من الألياف الطبيعية لاستخدامها في المواد المركبة ، وكذلك تحديد طريقة نسج الألياف باستخدام جهاز تم تصنيعه بواسطتنا للمساعدة في عملية نسج الألياف الطبيعية. من أجل فهم وتحليل الخصائص المختلفة للتعزيزات المنسوجة ، يتم استخدام نهج مقياس لسلوكها مع ألياف ألفا. يتم تعريف عملية النسيج من خلال ضم طبقتين من الخيوط (تسمى نسج) ، واحدة طولية (التفاف) والأخرى عرضية (لحمة). تمت دراسة الخصائص الميكانيكية للتعزيزات المنسوجة ثنائية الأبعاد من أجل تسليط الضوء على العديد من ظروف التصنيع التي تؤثر على أدائها. يوضح تصنيع وتوصيف الألواح المركبة بناءً على نسج ثنائية الأبعاد إمكانات نسج ألياف ألفا مقارنةً بنسيج الألياف الطبيعية في التطبيقات السابقة.

Abstract:

The objective of this work is to design and describe natural fiber bidirectional woven reinforcements for use in composite materials, as well as to define the mode of fiber weaving using a device manufactured by us to aid in the process of weaving of natural fibers. In order to understand and analyze the various characteristics of woven reinforcements, a scale approach of their behavior with Alfa fibers is used. The weaving process is defined by the joining of two layers of threads (called weave), one longitudinal (warp) and one transverse (weft). The mechanical characteristics of 2D woven reinforcements are studied in order to highlight the many manufacturing conditions that influence their performance. The fabrication and characterization of composite panels based on two-dimensional weaves demonstrates the potential of Alfa fiber weaves compared to natural fiber weaves in previous applications.

Résumé:

L'objectif de ce travail est de concevoir et de décrire des renforts tissés bidirectionnels en fibres naturelles pour une utilisation dans les matériaux composites, ainsi que de définir le mode de tissage des fibres en utilisant un dispositif fabriqué par nos soins pour aider au processus de tissage des fibres naturelles. Afin d'appréhender et d'analyser les diverses caractéristiques des renforts tissés, une approche à l'échelle de leur comportement avec les fibres alfa est utilisée. Le processus de tissage est défini par la jonction de deux couches de fils (appelées armure), une longitudinale (chaîne) et une transversale (trame). Les caractéristiques mécaniques des renforts tissés 2D sont étudiées afin de mettre en évidence les nombreuses conditions de fabrication qui influencent leurs performances. La fabrication et la caractérisation de panneaux composites à base de tissages bidimensionnels démontrent le potentiel des tissages en fibres alfa par rapport aux tissages en fibres naturelles dans les applications précédentes.