



Université Mohamed Boudiaf - M'sila

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE



Numéro de série :

Numéro d'inscription :

Thèse

Présentée pour l'obtention du diplôme de

DOCTORAT ES SCIENCES

Spécialité : Génie mécanique

Option : Construction mécanique

THEME

**Exploitation des fibres végétales sur les sites de Boussaâda
comme élément de renforcement des matériaux composites**

Présenté par
MEDDAH Mostefa

Soutenu le : **27/02/2025**

Devant le jury composé de :

MAKRI Hocine

Président Professeur Université M'sila

ZAOUI Moussa

Rapporteur Professeur Université M'sila

ROKBI Mansour

Co- Rapporteur Professeur Université M'sila

MOUSSAOUI Mustafa

Examineur Professeur Université Djelfa

CHEBBAH Mohamed Said

Examineur Professeur Université Biskra

BEGAR Abdelhakim

Examineur Maître de conférences Université Biskra

ELHADI Abdelmalek

Invité Maître de conférences Université M'sila

Année universitaire : 2024 / 2025

Dédicace

Je dédie cette thèse de doctorat à :

Mes frères et mes sœurs, que dieu les protège,
Ainsi qu'à ma petite famille, ma femme et mes enfants

Remerciements

Avant tout, je rends grâce à Dieu, le Tout-Puissant, qui m'a accordé la force, la persévérance et la volonté nécessaires pour mener à bien cette thèse.

J'adresse mes plus sincères remerciements à mon directeur de thèse, **Professeur ZAOUI Moussa**, pour son encadrement précieux, sa patience et son soutien indéfectible tout au long de cette recherche. Son expertise et ses conseils avisés ont été d'une aide inestimable dans l'aboutissement de ce travail.

Je tiens également à exprimer toute ma reconnaissance à mon co-encadrant, **Professeur ROKBI Mansour**, pour son accompagnement, sa disponibilité et ses orientations précieuses. Son soutien constant et son implication ont été une véritable source de motivation et d'inspiration. Grâce à sa confiance et à ses encouragements, j'ai pu relever les défis rencontrés au cours de cette recherche.

Je souhaite exprimer ma gratitude aux membres du jury pour l'honneur qu'ils me font en évaluant ce travail :

Professeur MAKRI Hocine (Université de M'sila), président du jury, pour son intérêt et sa bienveillance. Je vous remercie chaleureusement pour votre soutien et votre expertise.

Professeur MOUSSAOUI Mustafa (Université de Djelfa), pour l'honneur qu'il me fait en acceptant d'évaluer cette thèse. Vous avez toute ma respectueuse gratitude.

Professeur CHEBBAH Mohamed Said (Université de Biskra), pour son regard critique et ses précieuses remarques qui ont enrichi ce travail. Je lui suis profondément reconnaissant.

Maître de conférences BEGAR Abdelhakim (Université de Biskra), pour l'intérêt qu'il porte à cette recherche et sa contribution précieuse à son évaluation.

Maître de conférences ELHADI Abdelmalek (Université de M'sila), pour sa disponibilité et son engagement dans l'analyse de ce travail.

Je remercie également **tous les membres du jury** pour leurs remarques constructives et leur participation à l'amélioration de cette recherche.

J'exprime ma gratitude envers mes collègues et amis, qui ont partagé avec moi les joies et les difficultés de ce parcours, m'apportant un soutien moral précieux et des moments de répit bienvenus.

Enfin, je tiens à remercier toutes les personnes et institutions qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de cette thèse.

Sommaire

Table des matières

Dédicace	i
Remerciements	ii
Sommaire	iii
ملخص.....	vii
Abstract	viii
Résumé	ix
Liste des abréviations	x
Liste des figures	xii
Liste des tableaux	xv

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.1. Introduction	4
I.2. Matériaux Composites	4
I.3. Fibres végétales	5
I.3.1. Composition chimique des fibres	7
I.3.2. Caractéristiques structurelles et morphologiques des fibres végétales.....	7
I.3.3. Cellulose	8
I.3.4. Hémicellulose	8
I.3.5. Lignine.....	9
I.3.6. Pectines.....	9
I.3.7. Extractibles	9
I.4. Techniques d'extraction des fibres.....	10
I.4.1. Extraction mécanique	11
I.4.2. Explosion a la vapeur	11
I.4.3. Extraction biologique	11
I.4.4. Extraction chimique.....	14

I.5.	Propriétés physico-chimique et mécaniques des fibres végétales	14
I.6.	Variabilité des caractéristiques mécaniques	16
I.6.1.	Domaine applications des fibres naturelles	16
I.7.	Matrices	17
I.8.	Procédés de fabrication des composites à fibres naturelles.....	19
I.8.1.	Moulage au contact.....	19
I.8.2.	Extrusion et moulage par injection.....	19
I.8.3.	Moulage par pulvérisation.....	20
I.8.4.	Moulage sous vide.....	21
I.8.5.	Enroulement filamentaire.....	22
I.9.	L'interface fibre/matrice.....	22
I.9.1.	Théories d'adhésion matricielle.....	23
I.9.2.	L'adhésion mécanique.....	23
I.9.3.	L'adhésion électrique.....	24
I.10.	Domaines d'application des matériaux composites à fibres végétales	24
I.11.	Synthèse des travaux menés sur l'exploitation des fibres végétales dans la région de Boussaâda.....	25
I.12.	Conclusion	31

Chapitre II Matériels et méthodes

II.1.	Introduction	32
II.2.	Présentation de région de Boussaâda.....	33
II.3.	Présentation des plantes.....	33
II.3.1.	Malva sylvestris L.	33
II.3.2.	Typha angustifolia	34
II.4.	Extraction des fibres	35
II.5.	Anatomie de plantes	37

II.6.	Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (ATR-FTIR)	38
II.7.	Spectroscopie de diffraction des rayons X (DRX)	39
II.8.	Analyse thermogravimétrique (ATG)	40
II.9.	Mesure de la densité	41
II.10.	Traction de fibre.....	43
II.11.	Microscope Electronique à Balayage (MEB)	45
II.12.	Analyses statistiques de Weibull	45
II.13.	Mise en œuvre des plaques composites	47
II.13.1.	Résine utilisée	47
II.14.	Mesure de la réactivité	48
II.15.	Élaboration des composites.....	48
II.16.	Préparation des échantillons	50
II.16.1.	Préparation des échantillons composites	50
II.16.2.	Préparation des échantillons de résine vierge	52
II.16.3.	Préparation des échantillons micro-gouttelette.....	53
II.17.	Paramètres d'essais et normes appliquées	54
II.17.1.	Essai de traction sur les résine vierge et matériaux composites	54
II.17.2.	Essais de flexion à trois points.....	55
II.17.3.	Test de micro-gouttelette	56
II.18.	Conclusion	57

Chapitre III : Caractérisation physico-chimique et mécaniques des Fibres

III.1.	Introduction.....	59
III.2.	Analyse anatomique des plantes	60
III.3.	Caractérisation physique des fibres	62
III.3.1.	Mesure de la densité.....	62
III.3.2.	Diffractomètre RX	62

III.4.	Analyse thermochimique	64
III.4.1.	Analyse ATR-FTIR	64
III.1.	Analyse ATG	66
III.2.	Caractérisation morphologique	70
III.3.	Caractéristiques mécaniques	73
III.3.1.	Essai de traction sur une fibre	73
III.4.	Analyse statistique des résultats du test de traction	76
III.5.	Conclusion	80
Chapitre IV: Caractérisation des composites unidirectionnels		
IV.1.	Introduction	81
IV.2.	Tests de réactivité de la résine polyester	81
IV.3.	Test micro-gouttelette	82
IV.4.	Caractérisation des composites	85
IV.5.	Etude du comportement de résine polyester	85
IV.5.1.	Analyse mécanique en traction de la résine polyester	86
IV.5.2.	Caractérisation mécanique en flexion trois point de la résine polyester	87
IV.6.	ATR-FTIR des matériaux composites	88
IV.7.	Etude du comportement mécanique des composites	90
IV.7.1.	Essai de traction sur composites	90
IV.7.2.	Essai de flexion à trois points sur composites	93
IV.8.	Analyse de la morphologie du composite après un essai de traction	96
IV.9.	Conclusion	98
Conclusions générales		99
Annexes		115

ملخص

تستعرض هذه الرسالة استخدام الألياف النباتية كعوامل تقوية للمواد المركبة، وهي مقارنة مدفوعة بالبحث عن حلول مستدامة وصديقة للبيئة. تتمتع الألياف النباتية بالعديد من المزايا الهامة، مثل تكلفتها المنخفضة، وخفتها الملحوظة، ومعاملها النوعي المرتفع، مما يجعلها جذابة بشكل خاص للعديد من التطبيقات الصناعية.

يتركز عملنا بشكل خاص على توصيف نوعين من الألياف، هما *Malva sylvestris L.* و *Typha angustifolia*، المتوفرين في منطقة بوسعادة (الجزائر)، كعوامل تقوية محتملة للمواد المركبة المشتقة من البوليمرات. تشمل المنهجية المتبعة تحليلاً دقيقاً للخصائص الفيزيائية والكيميائية والميكانيكية لهذه الألياف. من المهم أن نلاحظ أن هذه هي المرة الأولى التي يتم فيها توصيف ألياف *Malva sylvestris L.* كألياف لجنوسيليلوزية لتعزيز المواد المركبة أو لاستخدامات النسيج.

تم استخدام النوعين من الألياف *Malva sylvestris L.* و *Typha angustifolia* كعناصر تقوية للمواد المركبة القائمة على راتنج البوليستر. تم الحصول على هذه المواد المركبة من خلال الصب تحت الفراغ، وتم تحليلها باستخدام التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء باستخدام تحويل فورييه (ATR-FTIR)، ثم تم توصيفها من خلال اختبارات ميكانيكية (الشد والانحناء ثلاثي النقاط). تم مقارنة أدائها الميكانيكي مع أداء الراتنج العذري. وأظهرت هذه المقارنة تأثير إضافة الألياف النباتية على تحسين السلوك الميكانيكي للمواد المركبة.

يساهم هذا العمل في تطوير مواد مركبة ذات تأثير بيئي منخفض، وقادرة على تلبية متطلبات الأداء والموثوقية في العديد من القطاعات الصناعية.

الكلمات المفتاحية: الألياف النباتية للجنوسيليلوزية، استخراج الألياف، التوصيف الميكانيكي، التحليل الفيزيو-كيميائي (الكثافة، الأشعة السينية (XRD)، المجهر الإلكتروني الماسح (MEB)، التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء بالتحويل فورييه في الانعكاس الكلي (ATR-FTIR)، التحليل الحراري الوزني (TGA)، القطيرات الدقيقة، مركب بوليستر مدعم بالألياف النباتية، الخبز، تيفا

Malva sylvestris L., Typha angustifolia.

Abstract

This thesis explores the use of plant fibers as reinforcements for composite materials, an approach driven by the search for sustainable and environmentally friendly solutions. Plant fibers offer several significant advantages, such as low cost, considerable lightness, and a high specific modulus, making them particularly attractive for various industrial applications.

Our work specifically focuses on the characterization of two fibers, *Malva sylvestris L.* and *Typha angustifolia*, available in the Boussaâda region (Algeria), as potential reinforcements for polymer-based composites. The adopted methodology includes a thorough analysis of the physical, chemical, and mechanical properties of these fibers. It is important to highlight that this is the first time that *Malva sylvestris L.* fiber has been characterized as a lignocellulosic fiber for reinforcing composite materials or for textile applications.

Both types of fibers (*Malva sylvestris L.* and *Typha angustifolia*) are used as reinforcement elements for polyester resin-based composites. These composites, obtained by vacuum molding, are analyzed using ATR-FTIR spectroscopy and then characterized by mechanical tests (tensile and three-point bending tests). Their mechanical performance is compared to that of the virgin resin. This comparison highlighted the effect of adding plant fibers on the mechanical behavior of the composites.

This work contributes to the development of low environmental impact composite materials, tailored to meet the performance and durability requirements in various industrial sectors.

Keywords: Lignocellulosic plant fibers, fiber extraction, mechanical characterization, physicochemical analysis (density, XRD, SEM, ATR-FTIR, TGA), microdroplet, polyester-based composite reinforced with plant fibers, *Malva sylvestris L.*, *Typha angustifolia*.

Résumé

Cette thèse explore l'utilisation des fibres végétales comme renforts pour les matériaux composites, une approche motivée par la recherche de solutions durables et respectueuses de l'environnement. Les fibres végétales présentent plusieurs avantages importants, tels que leur faible coût, leur légèreté appréciable et un module spécifique élevé, ce qui les rend particulièrement attractives pour diverses applications industrielles.

Notre travail se concentre spécifiquement sur la caractérisation de deux fibres, *Malva sylvestris L.* et *Typha angustifolia*, disponibles dans la région de Boussaâda (Algérie), en tant que renforts potentiels pour des composites polymériques. La méthodologie adoptée inclut une analyse approfondie des propriétés physiques, chimiques et mécaniques de ces fibres. Il est important de souligner que c'est la première fois que la fibre de *Malva sylvestris L.* est caractérisée en tant que fibre ligno-cellulosique pour le renforcement de matériaux composites ou pour des applications textiles.

Les deux types de fibres (*Malva sylvestris L.* et *Typha angustifolia*) sont utilisées comme éléments de renforcement pour des composites à base de résine polyester. Ces composites, obtenus par moulage sous vide, sont analysés par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (ATR-FTIR), puis caractérisés par des tests mécaniques (traction et flexion trois points). Les performances mécaniques des composites sont comparées à celles de la résine vierge. Cette comparaison a permis de mettre en évidence l'effet de l'ajout des fibres végétales sur l'amélioration du comportement mécanique des composites.

Ce travail contribue à l'émergence de matériaux composites à faible impact environnemental, adaptés aux exigences de performance et de durabilité dans de nombreux secteurs industriels.

Mots clés : Fibres végétales lignocellulosiques, extraction des fibres, caractérisation mécanique, analyse physico-chimique (densité, XRD, MEB, ATR-FTIR, TGA), microgouttelette, composite polyester renforcé de fibres végétales, *Malva sylvestris L.*, *Typha angustifolia*.

Liste des abréviations

Fibres et composites :

MS : *Malva sylvestris* L.

TA : *Typha angustifolia*

Polyester/MS : Composite renforcé par des fibres de *Malva sylvestris* L.

Polyester/TA : Composite renforcé par des fibres de *Typha angustifolia*

Polymères :

PP : Polypropylène

PS : Polystyrène

PE : Polyéthylène

Analyses et techniques de caractérisation :

IFSS : *Interfacial Shear Strength* (Résistance au cisaillement interfacial)

ATG : Analyse thermogravimétrique

DTG : Dérivée de la variation de masse thermogravimétrique

MEB : Microscopie électronique à balayage

ATR-FTIR: Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier avec réflexions total atténuée

DRX : Diffraction des rayons X

Densité et cristallinité :

ρ_{MS} : Densité des fibres MS (g/cm³)

ρ_{TA} : Densité des fibres TA (g/cm³)

I_c (%) : Pourcentage de cristallinité

I₀₀₂ : Intensité maximale (en unités arbitraires) de la phase cristalline

I_{am} : Intensité de la phase amorphe

Normes :

ASTM : *American Society for Testing and Materials* (Société américaine pour les tests des matériaux)

ISO : *International Organization for Standardization* (Organisation internationale de normalisation)

Paramètres mécaniques :

$P(\sigma_r)$: Probabilité de rupture à une contrainte de seuil

L_1 : Longueur entre appuis (mm)

b : Largeur de l'éprouvette (mm)

h : Épaisseur de l'éprouvette (mm)

σ_f : Contrainte à la rupture (MPa)

ϵ_f : Déformation en flexion (%)

E_f : Module de Young en flexion (GPa)

ϵ : Déformation à la rupture en traction (%)

σ : Contrainte à la rupture en traction (MPa)

E : Module de Young en traction (MPa ou GPa)

F : Force maximale (N)

V : Vitesse (mm/min)

L : Longueur totale de l'éprouvette (mm)

S : Section de l'éprouvette (mm²)

E_0 : Module de Young caractéristique basé sur la moyenne statistique

τ : Résistance au cisaillement interfacial (MPa)

F_{\max} : Force de traction maximale (N)

d : Diamètre de la fibre (mm)

L_g : Longueur enchâssée (mm)

Liste des figures

Figure I.1. Classification des différents types de composites [12].....	5
Figure I.2 Classification des fibres végétales [17-20].....	6
Figure I.3 Composition Structurale d'une Fibre Libérienne [25].....	7
Figure I.4 Molécule de la cellulose [26].....	8
Figure I.5 Structure de l'Hémicellulose [26].....	9
Figure I.6 Processus de Rouissage des Fibres Libériennes : (a) Méthode en rivière, [50].....	12
Figure I.7 Rouissage à la rosée [50].....	13
Figure I.8 Différents types de matrices utilisées dans les composites [68].....	17
Figure I.9 Méthode de pose manuelle pour la fabrication de matériaux composites [70].....	19
Figure I.10 Schéma du processus d'injection moulée[71].....	20
Figure I.11 Moulage par pulvérisation [72].....	21
Figure I.12 Le procédé de moulage sous vide [73]......	21
Figure I.13 Schéma simplifié du processus d'enroulement filamentaire [74].....	22
Figure I.14 Liaisons d'interface formées par emboîtement mécanique.....	24
Figure I.15 Deux couches électriques opposées à l'interface selon la théorie électrique.....	24
Figure II.1 Carte de localisation de Boussaâda [91].....	33
Figure II.2 Plante <i>Malva sylvestris L.</i>	34
Figure II.3 Plante <i>Typha angustifolia.</i>	35
Figure II.4. Processus d'extraction des fibres MS et TA	36
Figure II.5. Microscope optique.....	37
Figure II.6. Équipement ATR-FTIR.....	38
Figure II.7 Diffractomètre DRX (Diffraction des Rayons X)......	39
Figure II.8 ATG : Analyse Thermogravimétrique.....	41
Figure II.9 Mesure de densité.....	41
Figure II.10 Essai de traction d'une fibre isolé.....	44

Figure II.11 Microscope électronique a balayage (MEB).....	45
Figure II.12 Résine polyester et durcisseur utilisés.....	47
Figure II.13 Test de réactivité de la résine polyester.....	48
Figure II.14 plis unidirectionnels de :(a) Fibres de MS , b) Fibres de AT	49
Figure II.15 Dispositif du moulage a sous vide.....	50
Figure II.16 Plaques des composites élaborés dans une étuve.	50
Figure II.17 Découpage des échantillons destinés à la caractérisation.	51
Figure II.18 : a), Schéma de l'éprouvette de traction b) Types des éprouvettes avec étalons collés obtenus: traction composite Polyester/ MS et Polyester/TA	52
Figure II.19 : a), Schéma Moule de forme d'haltères, b) Types d'éprouvettes obtenues par traction sous forme d'haltère et de flexion 3 points de résine polyester dans l'étuve.	53
Figure II.20 Préparation de microgouttelettes de polyester/ MS sur et polyester / TA	53
Figure II.21 Microgouttelettes: a) Polyester / MS et b) Polyester/ TA	54
Figure II.22 Machine de traction TEST	55
Figure II.23 a) Schéma de l'essai de flexion à trois points b) Types des éprouvettes obtenu de flexion 3-points résine polyester, composite Polyester /MS et Polyester /TA	56
Figure II.24 Test de micro-gouttelette.....	57
Figure III.1 Coupe transversale de la tige de la plante Malva sylvestris L..	61
Figure III.2 Coupe transversale de la feuille de la plante Typha angustifolia.....	61
Figure III.3 Diffraction des rayons X des fibres : a) MS et b) TA	63
Figure III.4 FTIR de fibres MS et TA	65
Figure III.5 Courbes thermogravimétrique : a) fibres MS , b) Fibres TA	68
Figure III.6 Diagramme de Broido : a) fibre MS , b) fibre TA	69
Figure III.7 Micrographies MEB de la fibre MS :	71
Figure III.8 Micrographies MEB de la fibre TA [142] :	72
Figure III.9 Courbes typiques d'essai de traction pour : a) Fibre MS et b) Fibre TA	74
Figure III.10 Contrainte à la rupture et module de Young en fonction du diamètre de la fibre :..	75

Figure III.11 Diagramme de Weibull de la défaillance mécanique de la fibre MS :.....	78
Figure III.12 Diagramme de Weibull de la défaillance mécanique de la fibre TA :.....	79
Figure IV.1 Courbe de réactivité de la résine polyester.	82
Figure IV.2 Diagramme de charge-déplacement typique d'un essai de microgoutte pour : <i>a) Polyester/MS</i> et <i>b) Polyester/TA</i>	83
Figure IV.3 Contrainte d'adhésion fibre-matrice en fonction de longueur enchâssée pour Polyester/MS et Polyester/TA	84
Figure IV.4 Courbes types ($\bar{\sigma}$, ϵ) en traction de résine polyester.	86
Figure IV.5 Courbes types en flexion trois points de résine polyester vierge.	87
Figure IV.6 L'analyse ATR-FTIR de la résine vierge, et des composites Polyester/MS et Polyester/TA	89
Figure IV.7 Courbes types ($\bar{\sigma}$, ϵ) en traction : <i>a) Résine vierge</i> et de Polyester/MS , <i>b) Résine vierge</i> et de Polyester/TA	91
Figure IV.8 Courbes types ($\bar{\sigma}$, ϵ) en flexion 3-points: <i>a) Résine vierge</i> et de Polyester/MS	94
Figure IV.9 Micrographies électroniques à balayage des surfaces fracturées par traction des composites : <i>a) et b) de Polyester/MS</i> ; <i>c) et d) de Polyester/TA</i>	97

Liste des tableaux

Tableau I-1 Composition chimique des fibres végétales les plus courantes [40].....	10
Tableau I-2 Propriété physique et mécanique de différentes fibres [62].....	15
Tableau I-3 . Propriétés de certains thermoplastiques [44].	19
Tableau I-4 Caractéristiques mécaniques des fibres provenant de la région du Hodna.....	30
Tableau III-1 Bandes ATR-FTIR observées pour les fibres MS et TA	65
Tableau III-2 Paramètres d'analyse thermique de la fibre MS et TA en comparaison avec d'autres fibres naturelles.....	70
Tableau III-3 Comparaison de la densité et des propriétés de traction des fibres MS et TA avec certaines fibres végétales.	76
Tableau III-4 Caractéristiques mécaniques des fibres MS et TA obtenues par distribution de Weibull.	77
Tableau IV-1 Comparaison des résultats de contrainte de cisaillement IFSS des fibres MS et TA avec d'autres fibres.	85
Tableau IV-2 Comparaison des propriétés mécaniques en traction des composites avec celles des composites renforcés par des fibres.....	93
Tableau IV-3 Comparaison des caractéristiques mécaniques en flexion trois point des composites Polyester/MS et Polyester/TA avec celles des composites renforcés par des fibres unidirectionnelles citées dans la littérature.....	96

Introduction générale

L'exploitation des fibres végétales a émergé comme une stratégie clé dans le domaine des matériaux composites, en réponse aux préoccupations environnementales croissantes et aux risques potentiels pour la santé liés à l'utilisation des matériaux synthétiques. Cette tendance a poussé les chercheurs à concevoir des matériaux écologiques et durables, tout en optimisant l'utilisation des ressources renouvelables[1]. L'intégration des fibres végétales dans les composites, en tant que renfort, est perçue comme une solution prometteuse pour réduire l'impact environnemental des matériaux dérivés de ressources non renouvelables[2].

Les dernières années, le recyclage limité des matériaux composites à base de fibres synthétiques entraîne une accumulation de déchets, en raison de l'incapacité des technologies disponibles à récupérer efficacement ces matériaux non biodégradables. Ces déchets, posent un risque majeur pour les écosystèmes. Face à ces défis, la recherche se concentre sur le développement des composites biodégradables et sur la création de nouvelles techniques de recyclage pour réduire l'impact des déchets des composites sur l'environnement.

Au cours des deux dernières décennies, des composites à base de fibres naturelles ont été adoptés comme alternatives aux matériaux synthétiques [3, 4]. Les fibres végétales, étant naturelles, biodégradables et renouvelables, présentent de nombreux atouts, notamment leur légèreté, coût modéré et bonnes propriétés mécaniques spécifiques. Cependant, ces fibres présentent certaines limites, telles que des performances variables, une faible stabilité thermique et une adhésion insuffisante à la matrice polymère [5]. Malgré ces défis, d'importants efforts de recherche visent à améliorer les composites écologiques et économiques.

Les fibres ligno-cellulosiques, en tant que ressources végétales prometteuses pour renforcer les matériaux composites, se démarquent par leur biodégradabilité, leur faible impact environnemental, leur résistance spécifique élevée et leurs propriétés mécaniques avantageuses. Leur grande disponibilité et leur coût de traitement réduit en font des matériaux privilégiés dans les domaines des composites et de l'industrie textile [6].

Étant donné que la région de Boussaâda est riche en diverses espèces végétales [7], offrant ainsi une ressource précieuse pour l'exploitation de fibres végétales dans le renforcement des matrices polymères. Cependant, l'exploitation des fibres végétales n'a pas encore atteint tout son potentiel, notamment en Algérie. La région de Boussaâda, avec son climat favorable et sa végétation variée, qui pourraient être valorisées à des fins industrielles. L'étude approfondie de ces fibres, en particulier leur intégration dans des matériaux composites, pourrait offrir des solutions

innovantes et écologiques pour de nombreuses applications industrielles. En exploitant ces ressources locales, il serait possible de développer des produits durables qui répondent aux exigences environnementales tout en stimulant l'économie régionale.

Cette étude a pour objectif d'exploiter les fibres végétales locales issues de la région de Boussaâda peuvent être utilisées comme un renfort efficace dans les matériaux composites, en comparaison avec les fibres synthétiques. Pour ce faire, il sera essentiel d'analyser les propriétés physico-chimique et mécaniques des fibres extraites, telles que leur résistance à la traction, leur module d'élasticité, leur capacité d'adhésion aux matrices polymériques, et leur comportement sous contraintes thermiques et mécaniques. Une comparaison avec des fibres traditionnelles sera également réalisée afin d'évaluer la performance et les avantages spécifiques des fibres végétales locales.

Durant cette étude, une nouvelle fibre ligno-cellulosique végétale extraite de la plante *Malva sylvestris L.* est caractérisée du côté physico-chimique et mécanique. À notre connaissance, aucune étude n'a encore été réalisée sur les propriétés physiques, chimiques et mécaniques des fibres de *Malva sylvestris L.*, ni même sur leurs composites et ses caractéristiques. Trois raisons justifient l'intérêt porté à cette plante: son abondance, la facilité d'extraction des fibres et la structure de celles-ci. Par autres mots, *Malva sylvestris L.* est largement répandue en Afrique du Nord, notamment en Algérie, où elle peut être récoltée aisément. Ensuite, l'extraction des fibres de *Malva sylvestris L.* peut être réalisée durant une courte période en utilisant une méthode respectueuse à l'environnement. Grâce à ce processus d'extraction des fibres longues sont obtenues. Selon la littérature, ces fibres longues présentent un potentiel exceptionnel pour le développement de nouvelles classes de composites légers avancés, pouvant rivaliser avec la fibre de verre dans la fabrication de matériaux composites [8].

Notre travail est structuré en quatre chapitres:

- Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique sur les fibres végétales, leur structure morphologique et chimique, ainsi que les différentes techniques d'extraction des fibres à partir de la plante. Ce chapitre aborde également les matériaux composites renforcés par des fibres végétales. Il présente un aperçu concis de ses matériaux, suivi des méthodes de mise en œuvre des composites, ainsi que des notions d'adhésion matricielle fibre/matrice. Enfin, nous concluons par une synthèse des travaux réalisés sur l'exploitation des fibres végétales dans la région de Boussaâda.

Le second chapitre, intitulé Matériel et Méthodes, est consacré à la présentation des matériaux constituant nos composites unidirectionnels de fibre *Malva sylvestris L.* et de fibre *Typha angustifolia*, résine polyester insaturée). Il commence par une description du lieu de récolte des plantes dans la région de Boussaâda. Ce chapitre détaille également les protocoles d'extraction des fibres à partir des plantes de *Malva sylvestris L.* et de *Typha angustifolia*, ainsi que les méthodes de caractérisation physique, chimique et mécanique de ses fibres. Il aborde ensuite les différentes techniques d'élaboration des composites, en mettant l'accent sur les étapes de fabrication des éprouvettes, telles que la technique d'élaboration de nos composites, le choix de résine et la préparation des plis composites. Enfin, une présentation des différentes méthodes d'analyse, telles que le test de microgouttelette, et les tests de la traction et de flexion trois points, afin de fournir une vue d'ensemble des outils et des techniques utilisés dans cette étude.

Le troisième chapitre est dédié à la présentation détaillée et à l'analyse approfondie des résultats physico-chimiques et mécaniques des fibres de *Malva sylvestris L.* et de *Typha angustifolia*.

Le quatrième chapitre est consacré à l'analyse des résultats des tests de microgouttelette, visant à évaluer l'adhésion matricielle, ainsi qu'aux essais expérimentaux réalisés sur la résine vierge et les deux composites **Polyester/Malva sylvestris L.** et **Polyester/Typha angustifolia**, en traction et en flexion à trois points, afin de déterminer les caractéristiques mécaniques des composites renforcés par ces fibres végétales.

Nous terminons ce travail par une exposition des conclusions et des perspectives d'avenir.

Chapitre I :
Synthèse bibliographique

I.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons une revue de la littérature concernant la compréhension du comportement des différents matériaux.

La première section est dédiée à une présentation générale des fibres végétales, en analysant leur structure morphologique, leur composition chimique et les procédés d'extraction. Cela aide à mieux comprendre les particularités de chaque type de fibre ainsi que les méthodes d'extraction.

La seconde partie se concentre sur les matériaux composites renforcés par des fibres végétales. Elle aborde les différents composants utilisés pour la fabrication de ces matériaux, les techniques de mise en forme des matériaux composites, et domaines d'application. De plus, une synthèse des travaux réalisés sur l'exploitation des fibres végétales dans la région de Boussaâda est détaillée.

Cette partie permet de mieux comprendre les enjeux et les avantages des fibres végétales dans le développement de matériaux composites plus écologiques et performants, bien exploiter les propriétés de l'interface fibre/matrice à travers le test de microgouttelette, ainsi, de mieux maîtriser le comportement en statique des matériaux composites.

I.2. Matériaux Composites

Les matériaux composites, également appelés « matériaux de composition », sont des substances constituées de deux ou plusieurs composants aux caractéristiques physiques et chimiques distinctes. Leur combinaison crée un matériau présentant des propriétés supérieures à celles des composants individuels. Il est important de souligner que, dans la structure finale du composite, les composants restent séparés, permettant ainsi de les différencier des mélanges homogènes et des solutions solides [Figure I.1](#).

Les composites présentent de nombreux avantages par rapport aux matériaux traditionnels, tels que la résistance accrue, la densité réduite, et souvent un coût plus bas. Ils sont constitués de deux éléments principaux: la matrice (ou liant) et le renfort. La matrice a pour rôle d'entourer, de protéger et de maintenir les renforts en place, tandis que ces derniers améliorent les propriétés mécaniques du composite, comme la résistance à la traction ou à la flexion. Cette synergie entre la matrice et le renfort permet de créer des matériaux sur mesure, adaptés à des besoins spécifiques, grâce à une large gamme de combinaisons de ces deux éléments [9].

Les propriétés mécaniques et l'intégrité structurelle des composites sont influencées non seulement par les caractéristiques de la matrice et du renfort, mais aussi par la quantité de fibres présentes, et de manière essentielle, par l'efficacité de l'adhésion entre la fibre et la matrice. Cette adhérence interfaciale est déterminante pour le transfert de charge entre les composants, la durabilité du composite, ainsi que sa résistance face aux contraintes environnementales [10]. Une bonne maîtrise et optimisation de cette liaison permettent ainsi d'améliorer les performances globales et la longévité des composites dans diverses applications industrielles et technologiques [11].

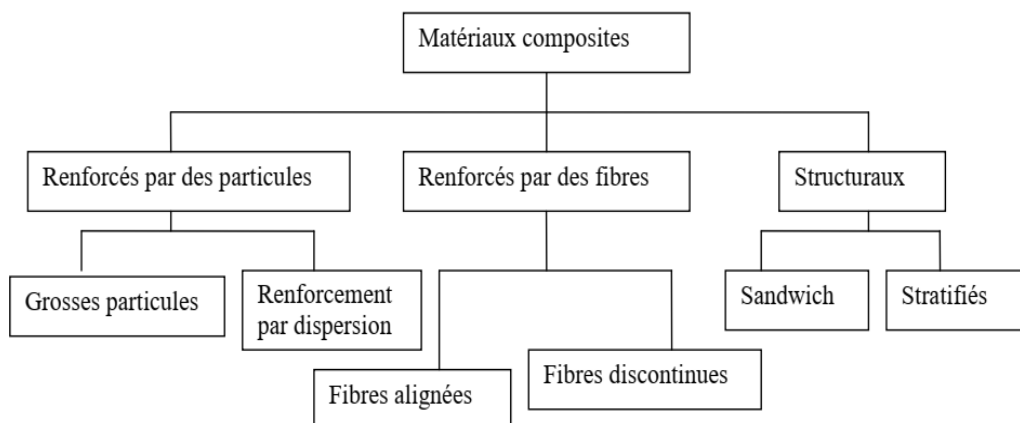


Figure I.1. Classification des différents types de composites [12]

I.3. Fibres végétales

Les fibres végétales sont directement issues de la nature et sont extraites des plantes. Elles se composent de parois cellulaires ayant une structure fibrillaire, majoritairement constituée de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. En plus de ces composants principaux, elles contiennent également de petites quantités de cires, de lipides, de minéraux et de substances solubles dans l'eau.[13]. La proportion de ces divers composants peut fluctuer significativement en fonction de l'origine botanique, de l'âge de la plante, des conditions climatiques et des techniques d'extraction des fibres [14]. Cependant, la plupart des propriétés physiques des fibres végétales sont principalement régies par leurs trois principaux composants polymériques cités précédemment. En raison de la présence de ces trois constituants organiques, les fibres végétales sont communément appelées fibres ligno-cellulosiques. La teneur en cellulose et en lignine varie d'une fibre à une autre. Un des défis majeurs dans l'utilisation industrielle de ces matériaux ligno-cellulosiques réside dans la compréhension de leur composition très variable, tant entre les différentes espèces qu'entre les individus d'une même espèce, et même au sein

d'une seule plante. Ces variations influencent fortement leurs propriétés et leurs comportements [15]. La classification la plus courante des fibres végétales se fait en fonction de leur type botanique. Ce système distingue six types principaux de fibres végétales. Il existe une grande diversité de fibres végétales pouvant être utilisées pour renforcer des matériaux composites (Figure I.2) [16].

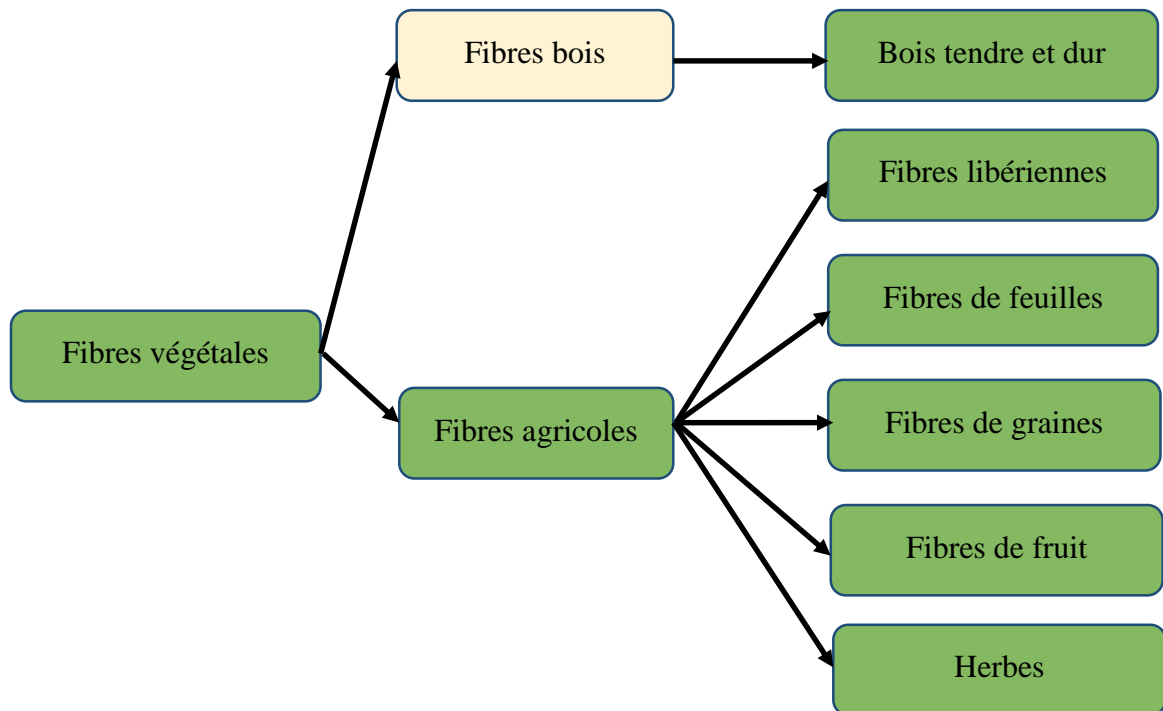


Figure I.2 Classification des fibres végétales [17-20]

- ✓ Fibres libériennes : obtenues à partir de la partie supérieure de la tige (Lin, Chanvre, Jute, Kénaf, Ramie, etc.)
- ✓ Fibres extraites des feuilles : fibre de sisal, de bananier, de palmier...
- ✓ Fibres issues des poils des graines : Coton, Kapok.
- ✓ Fibres de fruit telles que le coir, fibre de palmier à huile
- ✓ Herbes et les roseaux tels que Blé, Maïs et Riz.
- ✓ Fibres de bois, qui comprennent à la fois le bois tendre et le bois dur.

Cette classification facilite la compréhension des caractéristiques et des applications des différentes fibres végétales.

I.3.1. Composition chimique des fibres

La composition chimique d'une fibre végétale influence principalement ses propriétés physiques, mécaniques et thermiques, ainsi que la structure et la taille des cellules, le pourcentage de cellulose et l'angle des micro-fibrilles. Bien que la cellulose soit le composant principal des fibres végétales, elles contiennent également de la lignine, de l'hémicellulose, de la pectine, des protéines et divers éléments inorganiques [21], les facteurs externes tels que le climat, l'âge ou la maturité, la qualité du sol, les conditions météorologiques, la méthode d'extraction et les conditions d'essai peuvent influencer la diffusion d'une fibre à une autre [22].

I.3.2. Caractéristiques structurelles et morphologiques des fibres végétales

La Figure I.3 illustre l'architecture d'une plante, en prenant comme exemple la structure d'une fibre libérienne, allant de sa configuration naturelle à la cellule fibreuse. Cette illustration met en évidence que la fibre végétale est souvent considérée comme un matériau composite, où les fibrilles de cellulose servent de renfort, tandis que la matrice amorphe, principalement composée d'hémicellulose et de lignine, les entoure. L'ensemble est recouvert de cires et d'impuretés [23]. Les fibrilles de cellulose sont constituées de deux couches fondamentales : une couche primaire fine et une couche secondaire plus épaisse. La paroi cellulaire externe, ou couche primaire, est à la fois mince et élastique, ce qui lui permet de s'adapter à la croissance de la cellule, ne contenant que 8 % de cellulose. En revanche, la paroi cellulaire secondaire se divise en trois sous-couches distinctes (S1, S2 et S3), où se concentre la majorité de la cellulose. La couche S2, la plus épaisse, joue un rôle essentiel dans les propriétés mécaniques des fibres, car elle est formée de micro-fibrilles orientées parallèlement selon un angle spécifique, désigné comme l'angle des micro-fibrilles. Cet angle, en relation avec la teneur en cellulose, influence directement les performances mécaniques de la fibre [24].

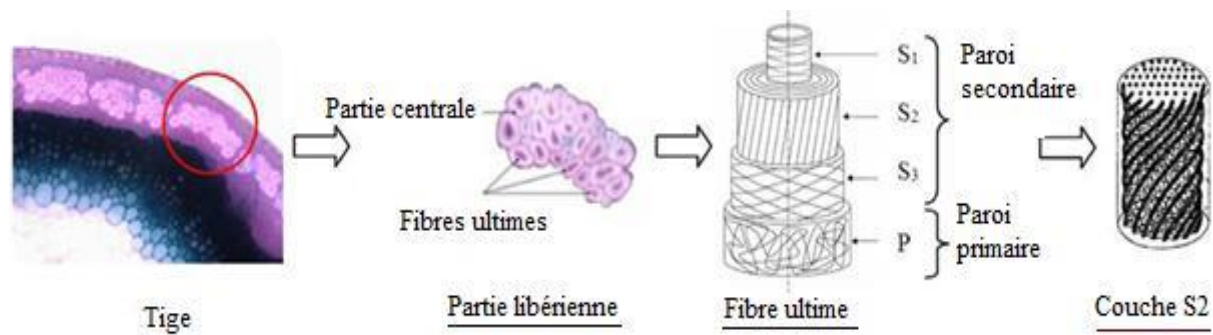
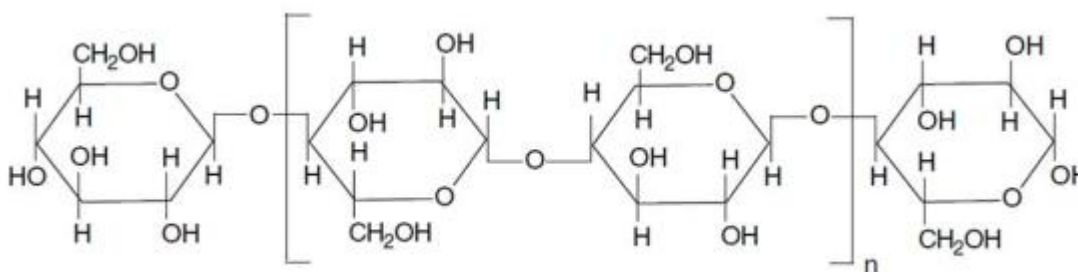


Figure I.3 Composition Structurale d'une Fibre Libérienne [25]

I.3.3. Cellulose

La cellulose constitue le principal composant des fibres végétales et représente la molécule biologique renouvelable la plus abondante sur la planète. D'un point de vue chimique, elle est formée d'une macromolécule qui se compose d'une longue chaîne stéréo-régulière d'unités de glucose ($C_6H_{12}O_6$) (voir [Figure I.4](#)). Sa structure fibrillaire est semi-cristalline, composée de micro-fibrilles. Ces dernières comprennent à la fois des zones cristallines bien ordonnées et des zones amorphes désordonnées [26]. Les zones cristallines donnent la rigidité et la résistance, tandis que les zones amorphes offrent une certaine flexibilité. Le degré de polymérisation et la cristallinité de la cellulose jouent un rôle important dans l'influence des propriétés mécaniques des fibres. Il peut différer d'une plante à l'autre [27, 28].



[Figure I.4](#) Molécule de la cellulose [26]

I.3.4. Hémicellulose

L'hémicellulose est un polysaccharide complexe aux chaînes plus courtes que celles de la cellulose. On la retrouve dans la paroi cellulaire des plantes, souvent en association avec la cellulose, où elle joue un rôle crucial dans la composition des matières végétales. Elle présente une structure amorphe, ce qui contribue à ses propriétés. De plus, l'hémicellulose est soluble dans l'eau et peut être extraite des parois cellulaires, notamment lors d'un traitement alcalin. [29, 30]. L'hémicellulose est un polymère constitué de différents types de sucres et comprend un ensemble de polysaccharides comportant des cycles de 5 à 6 glucides. Elle se distingue de la cellulose sur plusieurs points. Par exemple, l'hémicellulose contient plusieurs types de sucres, tandis que la cellulose est exclusivement formée d'unités de 1,4- β -D-glucopyranose ([Figure I.5](#)) [31].

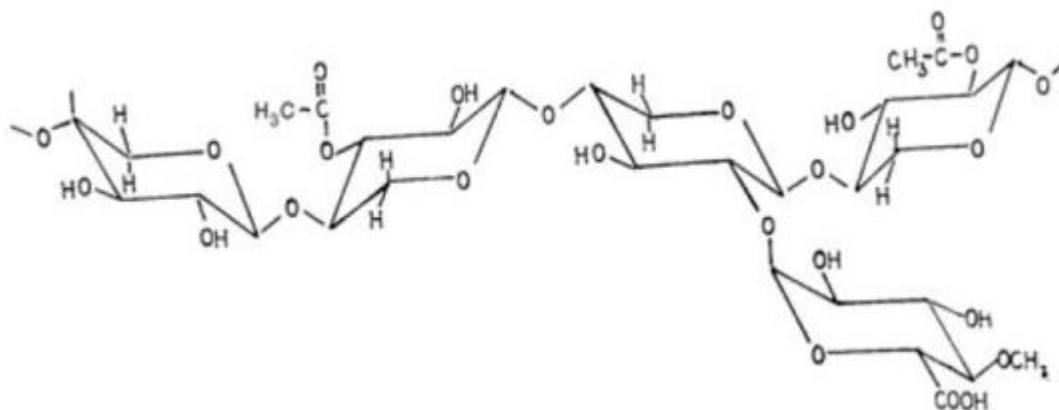


Figure I.5 Structure de l'Hémicellulose [26]

I.3.5. Lignine

Outre la cellulose et l'hémicellulose, la lignine est également présente. Ce polymère amorphe et tridimensionnel est aussi crucial pour la structure et la solidité des parois cellulaires des plantes. À l'intérieur de ces parois, la lignine comble les espaces entre les cellules, apportant rigidité et résistance aux tissus végétaux [27, 32]. La composition et la proportion de lignine varient selon l'espèce botanique. Dans le bois tendre, la lignine constitue environ 30 % de la masse totale, tandis que dans le bois dur, ce chiffre se situe entre 20 et 25 %. Les plantes herbacées, quant à elles, affichent des valeurs généralement faibles et très variables [33].

I.3.6. Pectines

La pectine est l'un des polysaccharides constituant les parois cellulaires des plantes. Sa structure est beaucoup plus complexe que celle d'autres polysaccharides comme la cellulose et l'hémicelluloses [34]. La pectine est une famille de polysaccharides complexes principalement localisés dans les couches lamellaires intermédiaires et les parois cellulaires primaires des plantes. Elle est essentielle pour la croissance et le développement des végétaux, jouant un rôle clé dans leur résistance mécanique en collaboration avec la cellulose et l'hémicellulose. De plus, la pectine contribue à la conservation de l'eau extracellulaire par absorption et offre une protection contre les agressions extérieures [35]. La pectine est insoluble dans les solvants organiques, mais se dissout dans l'eau [36].

I.3.7. Extractibles

Les composants extractifs désignent des éléments non structuraux présents dans les espaces cellulaires, les vides ou les canaux, avec une masse moléculaire faible. [37]. Ils

appartiennent à une grande variété de familles chimiques, telles que les composés polyphénoliques, les alcaloïdes, les terpènes et les composés terpénoïques, ou les acides gras. Ils sont facilement extraits à l'aide de solvants organiques habituels ou d'eau, d'où leur nom [38]. Ces composants constituent environ 2 à 5 % de la masse sèche et sont principalement solubles dans l'eau ou dans des solvants organiques. La composition des substances extractibles varie selon l'essence du bois, ce qui influence la couleur, l'odeur et la valeur commerciale du matériau[39].

Le tableau ci-dessous présente les proportions des différents composants présents dans certaines fibres naturelles, selon les sources littéraires.

Tableau I-1 Composition chimique des fibres végétales les plus courantes [40].

Fibre / Compos	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Pectine (%)	Cires (%)	Autres (%)
Cotton	90	6,3	-	-	0,7	1,10
Chanvre	70	16	6	1	0,7	1,5
Lin	70	17	2,5	2	1,5	1,5
Jute	65	15	10	1,5	0,5	0,4
Ramie	72	14	0,7	2	0,3	0,3
Kenaf	44	21	18	2	-	-
Noix de coco	40	0,2	43	3	-	0,3
Sisal	66	12	10	2	1	-
Abaca	60	21	10	0,8	1,4	-

I.4. Techniques d'extraction des fibres

La méthode d'extraction des fibres consiste à séparer les fibres des différentes parties de la plante, telles que les semences, les fruits, les feuilles, les troncs et les racines [41]. En général, les méthodes d'extraction des fibres les plus couramment utilisées sont l'extraction mécanique, l'extraction chimique et le rouissage. Chacune de ces méthodes influence la qualité et les caractéristiques des fibres, qui sont essentielles pour leur utilisation dans les composites. Après l'extraction des fibres par l'une de ces méthodes, toutes les fibres extraites sont lavées avant le séchage. Ce dernier est important car la teneur en humidité des fibres affecte la qualité des fibres. Il est à noter que le séchage artificiel permet d'obtenir des fibres de qualité supérieure par rapport au séchage à l'air libre au soleil [42].

I.4.1. Extraction mécanique

Les méthodes d'extraction mécanique des fibres végétales sont en effet cruciales pour isoler les faisceaux de fibres. Les méthodes d'extraction mécanique les plus récentes utilisent le processus de décorticage, où les tiges de la plante sont écrasées entre deux rouleaux à tambour pour obtenir les fibres. Le recours aux décortiqueuses permet d'augmenter la production de fibres de 20 à 25 fois par rapport à la méthode traditionnelle, et est particulièrement adapté pour des plantes comme le lin ou le jute [43].

✓ Méthode par laminage

Dans cette méthode, des tiges sont d'abord découpées, puis comprimées en continu entre deux cylindres contrarotatifs. Ce processus est répété plusieurs fois sur les fibres afin d'assurer une séparation adéquate. Cela justifie le coût élevé des lignes d'extraction ainsi que leur encombrement. ce qui peut rendre leur utilisation peu rentable pour des productions de petite échelle [44].

Dans l'ensemble, l'extraction mécanique est incapable d'éliminer le matériau de liaison naturel (pectine) des interstices des fibres au sein du faisceau de fibres. Toutefois, le risque de dégradation des propriétés mécaniques des fibres, causé par des contraintes mécaniques potentiellement agressives, représente un défi majeur pour toutes les techniques d'extraction mécanique [44].

I.4.2. Explosion a la vapeur

L'explosion à la vapeur constitue une méthode efficace et écologique pour le traitement de la biomasse, adaptée à une utilisation à grande échelle. Ce processus consiste à forcer la vapeur dans les tissus fibreux et les cellules de la biomasse sous pression, suivie d'une libération rapide de cette pression, créant une décompression explosive [45].

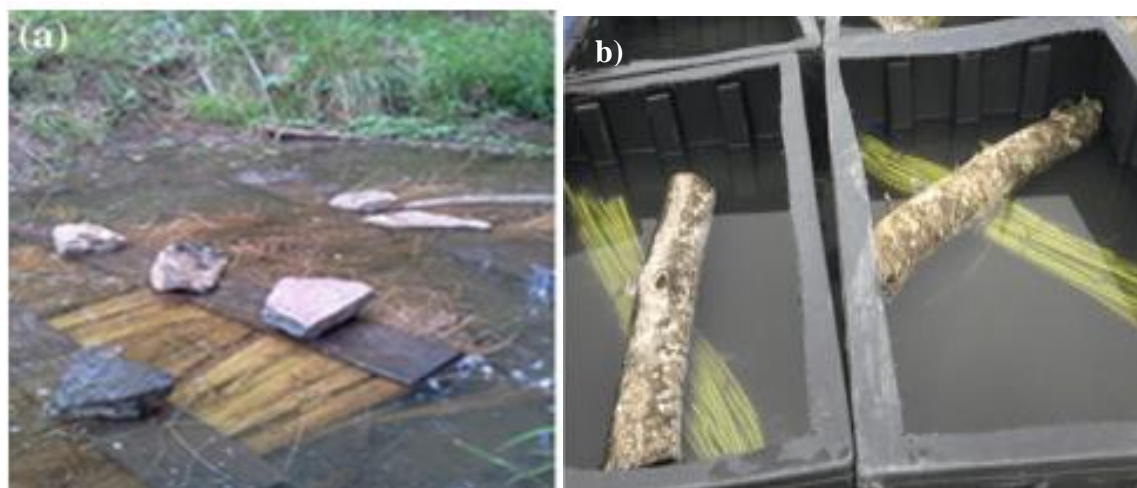
I.4.3. Extraction biologique

L'extraction biologique des fibres végétales implique des processus naturels pour obtenir des fibres à partir de plantes, souvent de manière plus écologique que les méthodes chimiques. Il est possible d'utiliser des agents microbiens ou de développer des micro-organismes capables de séparer les composants non cellulotiques de la partie fibreuse de la plante en rompant les liaisons qui les relient [43, 46].

Les différentes techniques d'extraction biologique sont :

✓ Processus de rouissage par eau

La Méthode de rouissage la plus ancienne de l'histoire est le rouissage à l'eau. Autrefois, cette méthode était largement utilisée pour produire des fibres libériennes de bonne qualité [47]. Dans ce processus, les tiges sont immergées dans l'eau, où la présence de bactéries et d'humidité dans les plantes leur permet de dissoudre de grandes parties des tissus cellulaires et des substances adhésives qui enveloppent les fibres [Figure I.6](#), permettant la séparation des fibres individuelles de la plante [48]. Ce processus, qui se déroule dans des rivières ou des étangs, prend habituellement entre 2 et 4 semaines [46]. Ce procédé présente certains inconvénients, notamment une consommation d'eau importante, un coût élevé du séchage artificiel après rouissage, une pollution de l'environnement due aux eaux usées organiques et une mauvaise odeur des gaz de fermentation [49].



[Figure I.6](#) Processus de Rouissage des Fibres Libériennes : (a) Méthode en rivière, [50]

(b) en cuve[51]

✓ Rouissage à la rosée

Le rouissage à la rosée, pratiqué dans les zones où l'accès à l'eau est restreint, est particulièrement efficace dans les climats où les rosées nocturnes sont abondantes et les températures diurnes sont chaudes. Dans cette procédure, les tiges des plantes sont récoltées et disposées à plat dans les champs, où elles sont soumises à des activités microbiennes. La croissance des communautés microbiennes, en particulier des communautés pectinolytiques, dépend en grande partie du micro-biote local, de la teneur en humidité des tiges, de l'humidité ambiante, de la température et des conditions météorologiques locales, ainsi que de la durée du rouissage [Figure I.7](#). Par conséquent, le rouissage à la rosée varie géographiquement et dépend des conditions climatiques propices à la prolifération microbienne. Ce processus prend

généralement plusieurs semaines [52]. En plus d'être un procédé respectueux de l'environnement, le rouissage à la rosée est également moins coûteux que le rouissage à l'eau ou les techniques modernes. Cependant, il produit généralement des fibres de qualité inférieure à celles obtenues par rouissage à l'eau, dépend du climat (température et humidité) pendant le processus, et présente donc des restrictions géographiques quant à sa mise en œuvre. De plus, ce procédé peut être très variable en termes de qualité des fibres, nécessite plus de temps que le rouissage à l'eau et occupe l'espace du champ pendant la période de rouissage [53].



Figure I.7 Rouissage à la rosée [50]

✓ Extraction enzymatique

L'extraction enzymatique des fibres végétales est un processus qui utilise des enzymes spécifiques : pectinases, hémicellulases (principalement xylanases), laccases et cellulases. Ces enzymes dépolymérisent les polysaccharides de la paroi cellulaire, libérant ainsi les fibres tout en préservant leur intégrité structurale[54]. Cette technique s'est avérée être une alternative prometteuse aux méthodes de rouissage traditionnelles, offrant des avantages en termes d'économie de temps, de respect de l'environnement et de praticité. La durée du rouissage enzymatique se situe entre 8 et 24 heures [18]. Ce processus génère des fibres de haute qualité, présentant des caractéristiques optimales en matière de finesse, de résistance à la traction et d'adhérence à la matrice composite [53], Cependant, la consommation énergétique élevée et l'absence de réutilisation des enzymes posent des problèmes significatifs qui influent sur la rentabilité du processus. Les pectinases sont les enzymes principales utilisées, car elles permettent de libérer les fibres [18].

I.4.4. Extraction chimique

La méthode d'extraction chimique la plus couramment employée est l'extraction alcaline à l'aide d'hydroxyde de sodium (NaOH). Contrairement à l'extraction mécanique et biologique, l'extraction chimique permet une extraction rapide des fibres, ce qui engendre une économie d'énergie significative. Plus précisément, le procédé NaOH permet la dissolution simultanée de composants non cellulosiques tels que l'hémicellulose, la pectine et la lignine, ainsi que d'autres substances présentes dans l'épiderme de la matière première (écorce ou feuilles). La dissolution de la lignine est encore plus efficace lorsque la solution de NaOH est chauffée à une température supérieure à 75 °C [55]

L'extraction chimique est capable d'éliminer la pectine au sein du faisceau de fibres mais provoque une pollution environnementale importante, tandis que la méthode d'extraction biologique offre un rendement en fibres accru, avec un minimum d'effets néfastes sur l'environnement.

I.5. Propriétés physico-chimique et mécaniques des fibres végétales

Les fibres naturelles ont des propriétés différentes même si elles sont obtenues à partir de la même plante, en raison de différences de composition chimique, d'angle micro-fibrillaire, de structure, de caractéristiques physiques, de diamètre de cellulose cristalline, de défauts et de processus d'isolement. Les caractéristiques et propriétés mécaniques peuvent également différer considérablement. Des caractéristiques mécaniques importantes telles que la résistance à la traction et le module de Young augmentent souvent avec l'augmentation de la concentration en cellulose [56].

Les fibres végétales cellulosiques ont une capacité d'absorption d'humidité élevée et une faible stabilité dimensionnelle en raison de leur tendance à gonfler au contact de l'eau [57].

Leur stabilité thermique est limitée, car elles commencent à se dégrader et à rétrécir à des températures supérieures à 200°C. Cette stabilité thermique plus faible entraîne une réduction des performances par rapport aux autres matériaux. L'atténuation de ce problème nécessite un contrôle strict du temps de traitement et de la plage de température, ce qui limite leur utilisation dans des applications à haute température [58]. Il est important de noter que les fibres naturelles sont biodégradables, offrant une alternative écologique aux matériaux synthétiques [59].

En termes de propriétés mécaniques, les fibres naturelles comme le chanvre et le lin présentent une résistance élevée une fois sollicitées à la traction, ce qui les rend adaptées aux

applications structurelles [60].

Les fibres naturelles sont connues pour leur flexibilité, ce qui améliore le confort dans les applications textiles ; cependant, elles présentent généralement un allongement à la rupture inférieur à celui des fibres synthétiques, ce qui limite leur application dans les environnements à forte contrainte.

La faible densité des fibres naturelles offre plus de flexibilité dans la conception des structures composites. Étant donné que la densité joue un rôle important dans la réduction du poids des bio-composites, les propriétés mécaniques spécifiques des composites en fibres de cellulose sont particulièrement compétitives par rapport aux composites en fibres de verre [61]. Le chanvre et le lin, affichent une résistance à la traction élevée, ce qui les rend adaptées aux applications structurelles [62]. La taille des fibres ainsi que leur facteur de forme sont essentiels pour leurs propriétés mécaniques. De plus, l'amélioration des propriétés mécaniques est influencée par un faible angle fibrillaire, un diamètre de fibre réduit et un facteur de forme élevé. De manière générale, une teneur élevée en cellulose améliore la résistance à la traction et le module de Young des fibres végétales, tandis que l'orientation des micro-fibrilles de cellulose joue également un rôle important [63].

Le [Tableau I.2](#) présente certaines caractéristiques physiques et mécaniques de différentes fibres végétales.

Tableau I-2 Propriété physique et mécanique de différentes fibres [63].

Fibre	Densité (g/cm ³)	Longueur (mm)	Diamètre (mm)	Elongation à la rupture (%)	Contrainte à la rupture (MPa)	Module de Young (GPa)
Agave	1,3-1,5	0,8-8	100-300	2-2,9	507-855	9-28
Typha angustifolia	1,25	80	66,7	1,7	450	27
Pennisetum	0,82	0,7	70-400	2,5	185	7-4
Alfa	1,4	0,2-3,3	6-22	1,5-2,4	134-247	13-21,5
Diss	0,89	-	-	1,7	149	9,3
Lin	1,38	10-65	5-38	1,2-3	243-1035	27-80
Cotton	1,21	15-56	12-35	2-10	287-597	5,5-12,6
Jute	1,23	0,8-6	5-25	1,5-3,1	187-597	5,5-12,6
Chanvre	1,35	5-55	10-51	1,6-4,5	580-1110	3-90
Kenaf	1,2	1,4-11	12-36	2,7-6,9	295-930	22-53
Bagasse	1,2	0,8-2,8	10-34	0,9	20-290	2,7-17
Ramie	1,44	40-250	18-80	2-4	400-938	44-128
Bois (épinette)	0,46-1,5	2,7-4,6	32-43	-	112-1000	11-40
Bois –(bouleau)	0,67-1,5	0,7-3	20-40	-	300-1500	30-80

I.6. Variabilité des caractéristiques mécaniques

La variabilité des caractéristiques mécaniques des fibres végétales représente un défi pour leur utilisation dans les matériaux composites, où la fiabilité et la stabilité sont essentielles. Cette variabilité peut provenir des fibres elles-mêmes ou des méthodes adoptées, notamment dans la détermination des sections transversales. Les études montrent que la forme et le diamètre des fibres influencent leur module élastique, avec une forte dispersion due aux approximations dans les méthodes de mesure.

L'emplacement des fibres dans la tige affecte également leurs propriétés mécaniques, avec des fibres centrales généralement plus robustes. De plus, le moment de la récolte a un impact significatif : des fibres produites en fin de floraison ont de meilleures propriétés mécaniques en raison d'une composition chimique plus favorable.

La composition chimique des fibres, en particulier le taux de cellulose et de lignine, influence également les performances mécaniques. Une corrélation positive entre le taux de cellulose et les propriétés mécaniques est bien établie, tandis qu'une augmentation de la lignine tend à diminuer ces propriétés [64, 65].

Enfin, des facteurs comme l'angle micro-fibrillaire et la présence de défauts dans les fibres contribuent à la variabilité concernée. Il est donc crucial de standardiser les méthodes d'évaluation et de récolte pour garantir la qualité des fibres utilisées dans les applications industrielles [66].

I.6.1. Domaine applications des fibres naturelles

Les fibres naturelles peuvent être utilisées sous forme brute. Par exemple, on les utilise parfois pour garantir l'étanchéité des tuyaux avec du chanvre brut, ou comme matériau de remplissage dans les sièges d'ameublement en utilisant des fibres de coco. Cependant, elles sont souvent traitées, que ce soit par des méthodes naturelles ou chimiques, ce qui modifie leurs propriétés mécaniques et physiques. Le choix du traitement dépend des applications envisagées.

On peut identifier trois grandes catégories d'applications pour les fibres naturelles :

- Textiles à base de fibres naturelles.
- Matériaux isolants dérivés de fibres naturelles.
- Composites renforcés par des fibres naturelles

Par exemple, les fibres de kapok traitées sont employées dans la fabrication de textiles techniques, tels que les gilets de sauvetage, les emballages pour le transport, les géotextiles, les

matériaux de construction et les renforts pour le ciment. En revanche, les fibres d'Alfa traitées sont utilisées pour la production de pâte à papier [28].

I.7. Matrices

La matrice dans les matériaux composites joue un rôle essentiel en tant que phase continue qui soutient et lie le matériau de renforcement, facilitant ainsi le transfert de contrainte lors de la déformation. Elle peut être constituée de métaux, de polymères, de céramiques ou d'autres matériaux, chacun conférant des propriétés distinctes au composite. La matrice maintient non seulement le renforcement en place, mais le protège également contre des facteurs environnementaux tels que l'humidité et la corrosion. Le choix de la matrice influence considérablement les caractéristiques mécaniques, thermiques et de transformation du composite.

L'interface, ou zone de contact entre la matrice et le renforcement, est cruciale pour assurer un transfert de charge efficace, et dans certains cas, une interphase peut se former, améliorant ainsi l'adhérence entre les deux phases. Les propriétés de la phase de renforcement, telles que son orientation, influencent directement les performances globales du composite. Cela rend le processus de conception et de fabrication crucial pour obtenir les caractéristiques spécifiques nécessaires à l'application. [67].

Il existe deux types principaux de matrices dans les composites polymères : les thermoplastiques et les thermodurcissables. Ces deux catégories se distinguent par leurs structures chimiques et réagissent différemment avec les molécules de surface des fibres dans les composites. L'une des classifications des composites est selon le type de matrice employée (Figure I.8).

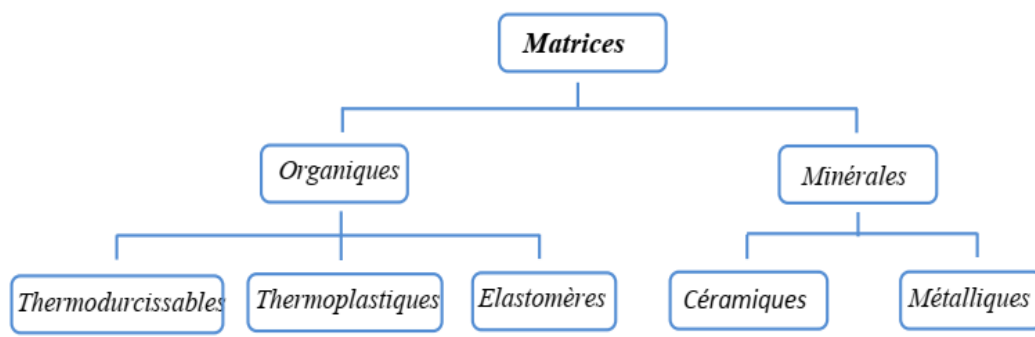


Figure I.8 Différents types de matrices utilisées dans les composites [68].

✓ Résines thermodurcissables

Les résines thermodurcissables sont des polymères qui, sous l'effet de la chaleur, subissent une transformation irréversible, passant d'un état fluide à un matériau rigide doté d'une structure réticulée. Une fois que le matériau est durci, le remodelage et le recyclage sont empêchés.

Ces polymères se distinguent des élastomères thermodurcissables par les liaisons covalentes tridimensionnelles étendues formées durant la réaction de durcissement. Dans le cas des élastomères thermodurcissables, des structures en réseau sont formées par un nombre limité de liaisons covalentes, ce qui restreint la mobilité des chaînes polymères, bien qu'une certaine mobilité locale des chaînes moléculaires soit encore observée. D'autre part, les résines thermodurcissables sont réticulées par un grand nombre de liaisons covalentes, ce qui empêche tout mouvement des chaînes moléculaires, résultant en des matériaux polymères infusibles et insolubles. Les résines thermodurcissables commerciales courantes incluent les résines phénoliques, les résines aminées, les résines époxy, les résines polyester et les résines silicone [49].

✓ Résines thermoplastiques

Les thermoplastiques sont des polymères qui requièrent de la chaleur pour leur mise en forme. Après avoir été refroidis, ces matériaux conservent leur configuration. Ils peuvent également être réchauffés et remodelés, souvent sans modification notable de leurs caractéristiques. Les thermoplastiques employés comme matrice pour les composites renforcés de fibres naturelles incluent : le polyéthylène haute densité (PEHD), le polyéthylène basse densité (PEBD), le polyéthylène chloré (CPE), le polypropylène (PP), le polystyrène standard (PS), le polychlorure de vinyle (PVC), des mélanges de polymères et des thermoplastiques recyclés (voir [Tableau I.3](#)). Seuls les thermoplastiques dont la température de transformation (température à laquelle la fibre est incorporée dans la matrice polymère) ne dépasse pas 230 °C peuvent être utilisés pour les composites renforcés de fibres naturelles. Cela concerne principalement les polyoléfinés telles que le polyéthylène et le polypropylène. Les thermoplastiques techniques, comme les polyamides, les polyesters et les polycarbonates, requièrent des températures de transformation supérieures à 250 °C et ne peuvent donc pas être utilisés pour ce type de traitement sans dégradation des fibres [69].

Tableau I-3 . Propriétés de certains thermoplastiques [44].

Polymère	Tg (°C)	T _i (°C)	Densité (g /cm ³)	σ (MPa)	E (GPa)
PP	5	165	0,92	30	1,2
PLA	60-60	150	-	40-60	3-4
PVC	75-105	160-220	1,39	58	2,9
PS	90-100	-	1,05	55	3,2

I.8. Procédés de fabrication des composites à fibres naturelles

Le processus de fabrication des composites renforcés par des fibres naturelles est similaire à celui des composites traditionnels. Plusieurs méthodes de fabrication existent pour créer des composites renforcés par des fibres naturelles, chacune présentant ses propres avantages et inconvénients. Le choix d'une méthode particulière dépend de l'application visée et des exigences de production [70].

I.8.1. Moulage au contact

Cette technique (Figure. I.9) est la méthode la plus couramment utilisée en fabrication. Elle consiste à insérer manuellement des fibres dans un moule. Des couches de renfort (mats, tissus, etc.) sont ensuite placées dans le moule et imprégnées d'une résine qui se durcit à température ambiante à l'aide d'un rouleau. Les couches suivantes sont appliquées dès que la première couche est prise, jusqu'à atteindre l'épaisseur souhaitée [44, 70].

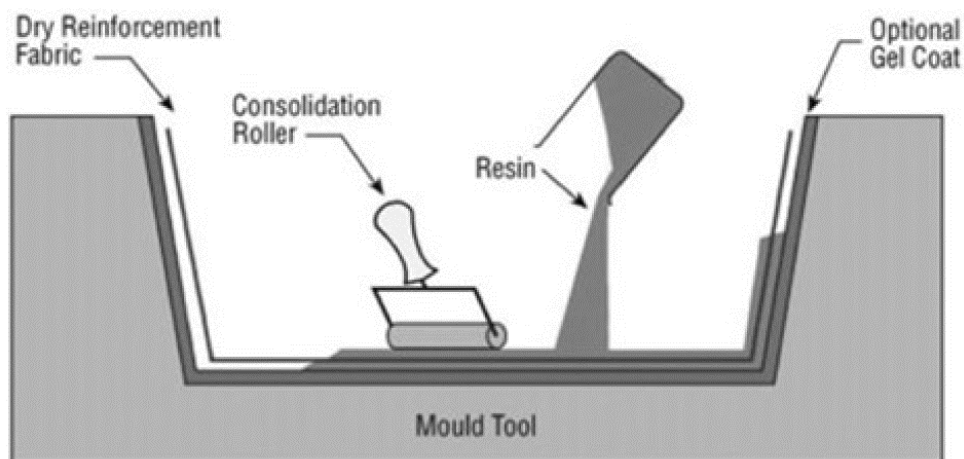


Figure I.9 Méthode de pose manuelle pour la fabrication de matériaux composites [70]

I.8.2. Extrusion et moulage par injection

L'extrusion et le moulage par injection (Figure I.10) sont les principales techniques utilisées dans le domaine de la plasturgie. L'extrusion est un processus qui transforme une

matière thermoplastique, que ce soit sous forme de poudre ou de granulés, en un produit continu avec un profil spécifique. Cela se fait par forçage à travers une filière après avoir ramolli le matériau à l'aide de chaleur. Les différents composants sont introduits à une extrémité de l'extrudeuse, où ils sont mélangés et entraînés par une ou plusieurs vis en rotation, puis acheminés à travers une filière chauffée de manière progressive. À l'autre extrémité, un extrudât chaud et malléable est obtenu, qui doit être maintenu et refroidi pour finaliser sa mise en forme.

La fabrication de composites renforcés par des fibres de cellulose par le biais de l'extrusion permet d'optimiser l'incorporation du renfort dans la matrice, tout en orientant principalement les fibres dans le sens de la longueur. En ce qui concerne le moulage par injection, cette méthode permet de produire directement le matériau dans la forme souhaitée. Il est possible de connecter un système à la sortie de l'extrudeuse pour injecter l'extrudât chaud directement dans un moule chauffé, sans nécessité de refroidissement préalable [71].

- 1- Vis sans fin,
- 2- Trémie,
- 3- Buse d'injection,
- 4- Moule, partie fixe,
- 5- Empreinte de la pièce,
- 6- Moule, partie mobile

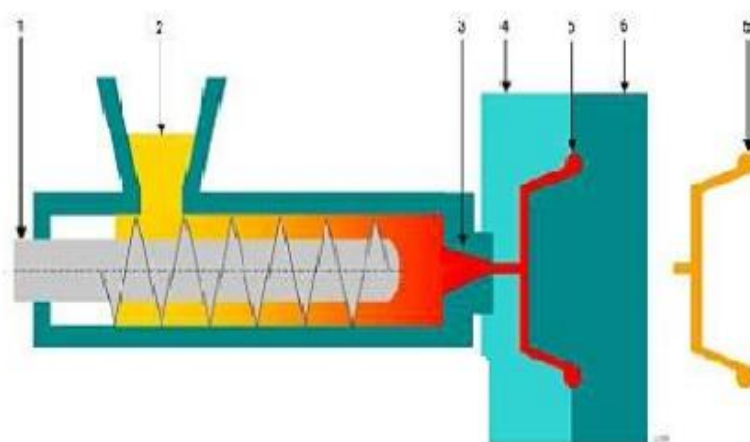


Figure I.10 Schéma du processus d'injection moulée[71]

I.8.3. Moulage par pulvérisation

Dans cette technique, des fibres coupées ainsi que de la résine (généralement du polyester et de l'époxy) sont déposées sur un moule à l'aide d'un équipement de pulvérisation approprié (Figure I.11). Un traitement de durcissement supplémentaire est effectué à température ambiante et une structure composite est réalisée [72].

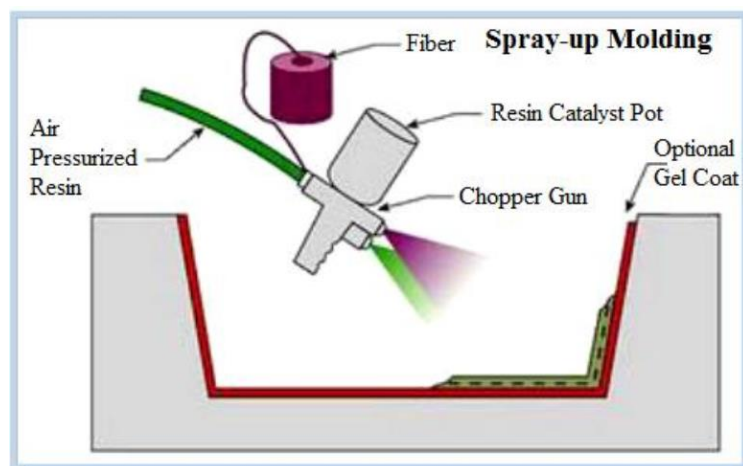


Figure I.11 Moulage par pulvérisation [72]

I.8.4. Moulage sous vide

La méthode de mise sous vide pour la fabrication de composite repose sur plusieurs étapes clés. Tout d'abord, les renforts fibreux, (mat, tissu), sont soigneusement placés sur un film démoulant qui épouse les formes du moule (Figure I.12). Une membrane souple agit comme un contre-moule, assurant l'étanchéité nécessaire pour créer un vide. Ce vide permet à la résine de se diffuser efficacement à travers les renforts et les cavités, garantissant une saturation uniforme.

Pour optimiser le processus, un système de chauffage peut être intégré, facilitant la polymérisation de la résine. Sous pression atmosphérique normale, le vide généré permet à la résine de circuler, assurant ainsi la fabrication de pièces légères et résistantes, idéales pour diverses applications industrielles. Cette méthode est appréciée pour sa capacité à produire des composites de haute qualité avec un excellent rapport résistance/poids [73].

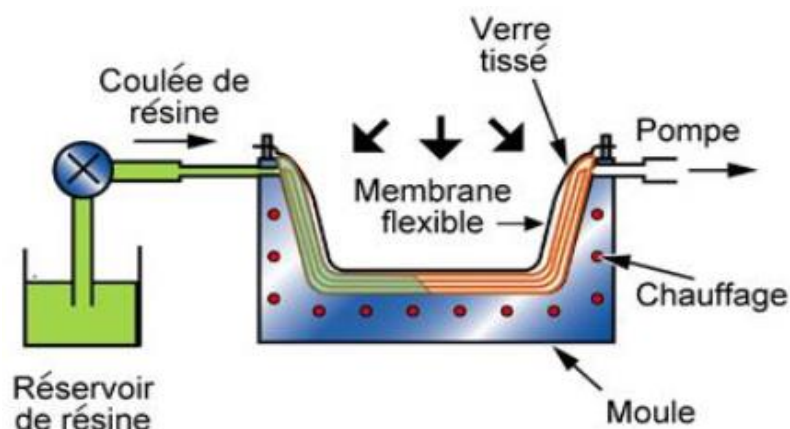


Figure I.12 Le procédé de moulage sous vide [73].

I.8.5. Enroulement filamentaire

Le renfort (comme des fils continus ou des rubans) imprégné de résine catalysée est enroulé sous légère tension sur un mandrin cylindrique rotatif. Cette technique de moulage est particulièrement adaptée aux surfaces cylindriques et sphériques, permettant ainsi des conceptions de pièces avancées. Les stratifiés obtenus peuvent atteindre de fortes proportions de renfort (jusqu'à 80 % en volume), ce qui conduit à des caractéristiques mécaniques exceptionnelles. Cependant, l'investissement dans l'équipement peut être considérable. En fonction des mouvements relatifs du mandrin et du système d'alimentation en renfort, différents types d'enroulements et par conséquent différentes techniques de stratification peuvent être réalisés. Les principaux types d'enroulements comprennent l'enroulement circonférentiel, l'enroulement hélicoïdal et l'enroulement polaire (Figure I.13) [74].

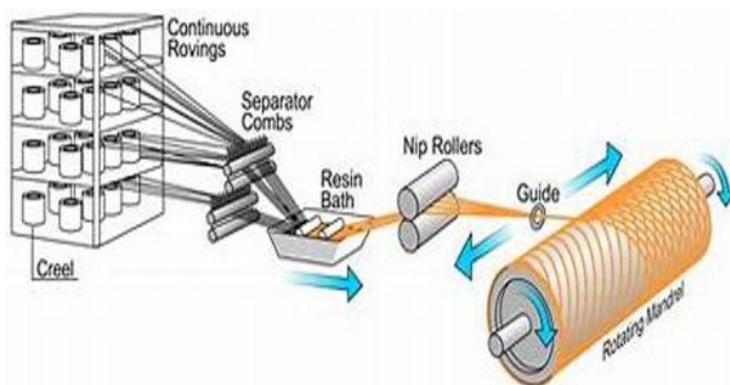


Figure I.13 Schéma simplifié du processus d'enroulement filamentaire [74].

I.9. L'interface fibre/matrice

L'interface entre la fibre et la matrice est très importante pour un bon comportement mécanique des composites, car elle permet la transmission des efforts lors des sollicitations. La résistance au cisaillement de cette interface a un impact direct sur les propriétés finales du composite, notamment en ce qui concerne les modes de défaillance, comme la rupture à l'interface.

La solidité de l'interface dépend des caractéristiques des matériaux ainsi que des conditions de sa formation. Bien que cette étude soit essentielle, les méthodes de caractérisation présentent certaines limitations, tant au niveau méthodologique que dans les procédures expérimentales.

Les interactions moléculaires à l'interface, telles que les forces de Van der Waals, les liaisons accepteur-donneur d'électrons et les liaisons covalentes, jouent un rôle clé dans l'adhésion fibre/matrice. De plus, les interactions structurales, bien que moins significatives, contribuent également à ce phénomène [75].

I.9.1. Théories d'adhésion matricielle

L'étude des interfaces dans les composites est un domaine complexe et essentiel, car elle permet de comprendre les interactions fibres-matrice, déterminantes pour l'optimisation des performances des matériaux. Les facteurs influençant l'adhésion incluent l'agencement atomique et la composition chimique, qui déterminent la compatibilité des matériaux, ainsi que les propriétés morphologiques, comme la rugosité des surfaces, qui peuvent améliorer le contact entre les composants.

Les mécanismes d'adhésion, tels que l'adsorption, l'attraction électrostatique, et les liaisons chimiques, jouent tous un rôle significatif, souvent en combinaison, rendant l'analyse de leur impact collective sur la résistance d'interface particulièrement complexe. De plus, la caractérisation des interfaces nécessite des techniques avancées comme la microscopie électronique et la spectroscopie, afin de révéler des détails souvent invisibles à l'œil nu. En approfondissant ces recherches, notamment sur les différents types de composites, nous pouvons développer des matériaux plus performants adaptés à des applications variées [76].

I.9.2. L'adhésion mécanique

Selon la théorie de l'adhésion mécanique, l'interaction entre les fibres et la matrice polymère est favorisée par la présence de cavités, de porosité et de rugosité de surface sur les fibres de renforcement. Ces aspérités peuvent servir de points d'ancrage mécaniques entre la fibre et la matrice. Pour les fibres naturelles, la rugosité de surface est particulièrement cruciale pour l'adhésion interfaciale. En ce qui concerne les fibres végétales, leur surface présente souvent des défauts et des irrégularités. Lors de la fabrication du matériau composite, la matrice polymère, sous forme de liquide visqueux, peut s'infiltrer dans les cavités situées à la surface des fibres (figure I.14) [77].



Figure I.14 Liaisons d'interface formées par emboîtement mécanique.

I.9.3. L'adhésion électrique

La théorie électrique suggère que l'adhésion est principalement due aux forces électrostatiques entre deux couches chargées à l'interface. Ces couches se développent sur la base d'un mécanisme d'échange d'électrons entre les deux surfaces (Figure I.15). [75]

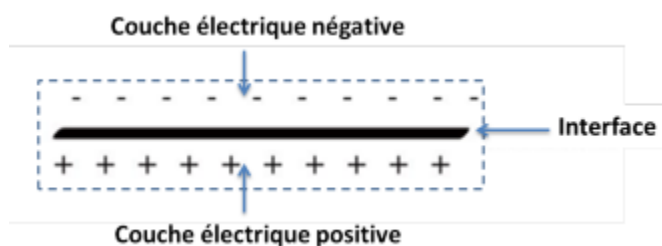


Figure I.15 Deux couches électriques opposées à l'interface selon la théorie électrique

I.10. Domaines d'application des matériaux composites à fibres végétales

Les matériaux composites sont largement employés dans diverses industries grâce à leurs caractéristiques remarquables, telles que leur rigidité, leur légèreté et leur résistance aux contraintes mécaniques et thermiques. Voici quelques secteurs où ces matériaux sont particulièrement utilisés.

- **Automobile** : Les fibres végétales sont utilisées pour remplacer les matériaux traditionnels dans la fabrication de pièces automobiles, telles que les panneaux de carrosserie, les tableaux de bord et les structures internes, afin de réduire le poids global du véhicule et améliorer son efficacité énergétique[26].
- **Aéronautique et transport** : Bien que dans une moindre mesure que dans l'automobile, les composites à fibres végétales commencent à être explorés pour des applications

dans l'aéronautique, notamment pour réduire le poids des structures et améliorer la performance énergétique des avions[78].

- **Textile et mode** : Les fibres végétales comme le lin, le jute ou le chanvre sont utilisées pour la création de tissus, offrant ainsi une alternative plus durable et écologique aux fibres synthétiques[79].

D'autres applications dans *l'industrie du bâtiment* ont démontré que les éléments à paroi mince, tels que ceux renforcés de fibres de sisal, présentent d'excellentes propriétés, notamment une grande résistance à la traction et à la compression. Ces composites offrent ainsi une vaste gamme d'applications, comme dans la fabrication de composants structurels de bâtiments, de coffrages permanents, de réservoirs, de façades, d'éléments de toiture à grande portée, ainsi que de tuyaux destinés au renforcement de structures existantes [80].

I.11. Synthèse des travaux menés sur l'exploitation des fibres végétales dans la région de Boussaâda.

L'exploitation des fibres végétales dans et autour de la région de Boussaâda en tant que ressource de renforcement pour les matériaux composites suscite un intérêt croissant dans le secteur de la recherche scientifique, notamment sous la direction de Rokbi M. Ces recherches ont permis de découvrir de nouvelles fibres aux propriétés prometteuses pour une utilisation dans les composites polymères. Ce potentiel est en grande partie attribué à la diversité et à l'abondance de la végétation de la région, dont les propriétés mécaniques, physiques et physico-chimiques ont été soigneusement analysées.

Des recherches récentes révèlent un grand potentiel pour leur utilisation comme renforts dans les matériaux composites. Par exemple, Belouadah, et al. [81]. Ont extrait des fibres cellulosiques innovantes à partir de la plante *Lygeum spartum L.* en utilisant une méthode respectueuse de l'environnement. Ils ont rapporté, pour la première fois, des données sur les propriétés morphologiques, physico-chimiques, thermiques et mécaniques de ces fibres. Les analyses morphologiques, y compris les micrographies SEM, ont révélé une forte présence de cellules fibreuses. Les analyses ATR-FTIR et aux rayons X ont confirmé une richesse en cellulose avec un indice de cristallinité de 46,19 %. Sur le plan thermique, les fibres ont montré une stabilité jusqu'à 220 °C et une énergie d'activation apparente de 68,77 kJ/mol. Enfin, les propriétés mécaniques mesurées, telles que le module d'élasticité de 13,2 GPa, la résistance à la traction de 280 MPa et une déformation à la rupture de 3,7 %, soulignent le potentiel des

fibres de *Lygeum spartum L.* comme renfort naturel dans les composites polymères, ce qui pourrait élargir leur utilisation dans de nouvelles applications [81].

Moussaoui, et al. [82] ont axé leurs travaux sur la caractérisation et l'analyse de nouvelles fibres cellulosiques extraites de l'écorce d'*Inula viscosa*. Les fibres obtenues ont été soumises à des traitements alcalins et au permanganate, et leurs propriétés mécaniques, physiques, chimiques et thermiques ont été examinées à l'aide de diverses techniques, notamment la diffraction des rayons X, l'analyse thermogravimétrique, la microscopie électronique à balayage, la microscopie optique, ainsi que des tests de traction et de goutte.

Les résultats montrent que le traitement au permanganate a entraîné une augmentation de la densité des fibres, atteignant $1,154 \pm 0,032 \text{ g/cm}^3$, comparativement à $1,040 \pm 0,010 \text{ g/cm}^3$ pour les fibres non traitées. De plus, les meilleures propriétés mécaniques ont été observées avec ce traitement, avec des valeurs de résistance à la traction de $196,99 \pm 28,89 \text{ MPa}$ et un module de Young de $12,98 \pm 2,36 \text{ GPa}$. Ces résultats suggèrent que les traitements appliqués pourraient permettre la production de composites polymères renforcés par des fibres d'*Inula viscosa* de haute qualité, ouvrant des perspectives d'application dans l'industrie [82].

Laifa, et al. [83] ont étudié les propriétés physico-chimiques de nouvelles fibres cellulosiques extraites de l'écorce de *Silybum marianum*, afin d'évaluer leur potentiel en tant que renfort pour des composites polymères. Les auteurs ont caractérisé ces fibres à l'aide de diverses techniques, telles que la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la microscopie électronique à balayage (SEM), l'analyse thermogravimétrique (TGA), la microscopie optique, la diffraction des rayons X (XRD) et des tests de traction sur fibres uniques. Les résultats montrent que le module de Young moyen des fibres est de $15,97 \text{ GPa}$ et la contrainte à la rupture est de $201,16 \text{ MPa}$. L'analyse XRD révèle une cristallinité de 45 %, tandis que la TGA indique une stabilité thermique jusqu'à 225 °C et une température de dégradation maximale de $357,72 \text{ °C}$. Une analyse des propriétés mécaniques, effectuée sur 35 échantillons, a utilisé la distribution de Weibull, en utilisant à la fois deux et trois paramètres, suggérant que les fibres de *Silybum marianum* possèdent des caractéristiques prometteuses pour leur utilisation dans des composites polymères [83].

Raouf Khaldoune and Rokbi [84].ont extrait une nouvelle fibre cellulose de la plante *Centaurea melitensis* en vue de son utilisation en tant que renfort dans des composites. Ils ont examiné les caractéristiques morphologiques, physiques chimiques, et mécaniques des fibres. Les analyses morphologiques, réalisées par des techniques anatomiques et par microscopie

électronique à balayage, ont révélé une forte proportion de fibroblastes, favorisant l'adhésion avec la matrice lors de la fabrication de composites.

Les propriétés physiques ont montré que la densité des fibres est de $1,269 \pm 0,018 \text{ g/cm}^3$ et leur diamètre est de $187,11 \pm 60,41 \text{ }\mu\text{m}$. Les analyses chimiques, effectuées par diffraction des rayons X (XRD), ont indiqué une taille cristalline de 16,92 nm et un indice de cristallinité de 47,69 %. Les résultats de l'analyse ATR-FTIR ont confirmé la présence de divers composants majeurs tels que la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. L'analyse thermogravimétrique (TGA) a établi une stabilité thermique jusqu'à 210 °C et une température de dégradation maximale de 317,86 °C.

Sur le plan mécanique, les fibres présentent une résistance à la traction de $336,87 \pm 59,94 \text{ MPa}$, un module de Young de $23,87 \pm 5,21 \text{ GPa}$, et une déformation à la rupture de $1,27 \pm 0,36 \text{ }\%$. La résistance au cisaillement interfacial est de $9,82 \pm 2,35 \text{ MPa}$. Les auteurs ont utilisé la distribution de Weibull, en utilisant à la fois deux et trois paramètres, pour analyser la dispersion des données expérimentales. L'ensemble des résultats indique que les fibres de *Centaurea Melitensis* représentent des candidates prometteuses pour servir de renfort dans des composites à faible densité [84].

De même, Makri, et al. [85] ont évalué l'utilisation de nouvelles fibres ligno-cellulosiques d'origine végétale provenant de *Centaurea hyalolepis* comme renfort potentiel pour des applications de composites légers. Les auteurs ont examiné la structure anatomique et la morphologie de surface des fibres, ainsi que leurs caractéristiques physico-chimiques, thermiques, cristallines et mécaniques. Les analyses ont été effectuées en utilisant la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier avec réflexions total atténuées (ATR-FTIR), l'analyse thermogravimétrique (TGA), la diffraction des rayons X (XRD) ainsi que des tests de traction.

Les résultats de l'analyse ATR-FTIR ont confirmé la présence des principaux composants des fibres ligno-cellulosiques, notamment la lignine, la cellulose et les hémicelluloses. L'analyse XRD a révélé un indice de cristallinité de 57,93 % pour la cellulose. La densité des fibres de *Centaurea hyalolepis* a été déterminée à $1,13 \text{ g/cm}^3$ par densimétrie. Les fibres ont montré une stabilité thermique jusqu'à 271 °C, avec une valeur d'énergie d'activation cinétique de 115,943 kJ/mol. Les essais de traction ont révélé que les fibres présentaient une résistance à la traction moyenne d'environ 372,5 MPa, tandis que leur module de Young était d'environ 9,036 GPa., respectivement. En raison de la variabilité des résultats expérimentaux, une analyse

statistique de Weibull à deux paramètres a été effectuée. Ces résultats suggèrent que les fibres de *Centaurea hyalolepis* pourraient constituer des candidates appropriées pour le renforcement de composites polymères légers [85].

Zernadji S et al. ont caractérisé et analysé de nouvelles fibres cellulosiques extraites de la tige de la plante *Echinops spinosissimus*, en vue de leur intégration dans diverses industries, notamment les composites et les textiles. L'objectif est d'ajouter cette nouvelle fibre naturelle à la liste des matériaux destinés à la production de composites bio-sourcés, répondant ainsi à la demande croissante du marché pour des matériaux durables et biodégradables.

Les résultats de l'étude montrent une forte présence de cellules fibreuses dans l'anatomie de la tige, et les micrographies SEM révèlent que la surface des fibres devient rugueuse, ce qui améliore l'adhésion avec les résines. La densité des fibres a été mesurée à $0,97 \pm 0,01$ g/cm³ avec un diamètre de 280,76 µm. Les analyses FTIR et XRD ont confirmé que ces fibres sont cellulosiques. Sur le plan thermique, les fibres présentent une stabilité jusqu'à 208 °C. Les propriétés mécaniques mesurées indiquent une résistance à la traction de $217,54 \pm 54,16$ MPa, un module de Young de $19,23 \pm 0,76$ GPa, et une déformation à la rupture de $3,78 \pm 0,36$ %. Les analyses SEM montrent également que le traitement chimique augmente la rugosité de la surface des fibres, favorisant ainsi leur adhésion dans les applications composites. En conclusion, cette étude confirme que les fibres d'*Echinops spinosissimus* sont des matériaux appropriés pour des applications dans les textiles et les bio-composites [86].

Kouidri, et al. [87] ont extrait des fibres de cellulose à partir de la plante *Bassia Indica* pour les utiliser comme matériau de renforcement dans des composites. Ils ont étudié les caractéristiques morphologiques des fibres en utilisant la technique de microscopie électronique à balayage (SEM).

Ils ont étudié la chimie de surface, ainsi que la cristallinité et les groupes fonctionnels des fibres via plusieurs techniques, notamment la diffraction des rayons X (XRD), la spectroscopie EDX et une technique de spectroscopie infrarouge utilisant la transformée de Fourier a été appliquée. L'analyse thermogravimétrique (TGA) a été réalisée pour évaluer le comportement thermique des fibres.

Des techniques anatomiques ont révélé une forte présence de fibroblastes, tandis que l'ATR-FTIR a confirmé la composition ligno-cellulosique (lignine, cellulose et hémicellulose) des fibres. Les propriétés physiques ont montré une densité de fibre de 1,065 g/cm³ et un

diamètre de 145,58 μm . Les fibres avaient une taille cristalline de 2,23 nm et un indice de cristallinité de 40,12 %, avec une énergie d'activation de 93,78 kJ/mol.

Les résultats TGA ont indiqué une stabilité thermique jusqu'à 260,24 °C, avec une dégradation maximale à 321,23 °C.

Les propriétés mécaniques des fibres ont révélé une contrainte de traction d'environ 417,50 MPa et un coefficient de Young de 17,46 GPa." et une résistance à l'échec de 1,17 %. Une analyse statistique de Weibull a été effectuée pour évaluer la dispersion des résultats expérimentaux. Les auteurs concluent que les fibres de *Bassia Indica* représentent un choix prometteur pour le renforcement de bio-composites légers [87]

Djalal, et al. [88] ont investigué les propriétés physiques, structurelles et chimiques des fibres d'*Aster Squamatus* présentes en Algérie, au Brésil, en France et aux Antilles, afin d'évaluer leur potentiel en tant que renfort dans des composites polymères légers. Ils ont extrait et modifié ces fibres, caractérisant à la fois celles qui n'avaient pas subi de traitement et celles traitées avec de l'alcali.

Leur étude a porté sur la cristallinité, la composition chimique, les propriétés thermiques et mécaniques des fibres, en appliquant des méthodes standardisées. Les résultats ont montré que le traitement chimique avait réussi à éliminer des composants amorphes tels que l'hémicellulose, la lignine et la cire, ce qui a considérablement amélioré les propriétés thermiques, physiques et mécaniques.

La stabilité thermique des fibres a été estimée à environ 250 °C, tandis que la température maximale de dégradation a augmenté de 372,50 °C à 375,35 °C. De plus, la résistance maximale a progressé de $183,24 \pm 25,27$ MPa à $302,00 \pm 24,91$ MPa, et le module d'Young est passé de $11,08 \pm 1,1$ à $18,53 \pm 1,45$ GPa, avec un indice de cristallinité passant de 43 % à 45 %. L'analyse statistique de Weibull a mis en lumière un lien solide entre les résultats expérimentaux et les caractéristiques mécaniques des échantillons. Les chercheurs ont conclu que les fibres d'*Aster Squamatus* pourraient servir de matériau de renfort efficace pour divers composites polymères[88].

Les caractéristiques mécaniques, physiques et chimiques des fibres de la région du Hodna sont prometteuses, surtout en comparaison avec celles décrites dans d'autres recherches. [Tableau I.4](#) et [tableau I.5](#).

Tableau I-4 Caractéristiques mécaniques des fibres provenant de la région du Hodna.

Type de plante	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Réf.
<i>Lygeum spartum L</i>	280	13,2	3,7	[81]
<i>Inula viscosa</i>	196,99 ± 28,89	12,98 ± 2,36	1,172	[82]
<i>Silybum marianum</i>	201,16	15,97	1,593	[83]
<i>Centaurea melitensis</i>	336,87 ± 59,94	23,87 ± 5,21	1,27 ± 0,36	[84]
<i>Centaurea hyalolepis</i>	372,5	9,036	2,36	[85]
<i>Echinops spinosissimus</i>	217,54 ± 54,16	19,23 ± 0,76	3,78 ± 0,36	[86]
<i>Bassia Indica</i>	417,50	17,46	1,17	[87]
<i>Aster Squamatus</i>	302,00 ± 24,91	11,08 ± 1,1 à 18,53 ± 1,45	1,54	[88]

Tableau I.5. Caractéristiques physiques et chimiques des fibres provenant de la région du Hodna.

Type de plante	Densité (g /cm ²)	Diamètre (mm)	Taux de cristallinité (%)	Stabilité thermique (C°)	Réf
<i>Lygeum spartum L</i>	1,499±0,003	0,181-0,495	46,19	220	[81]
<i>Inula viscosa</i>	1,154 ± 0,032	0,93.50 ± 0,02.75	51.63	200	[82]
<i>Silybum marianum</i>	1,098	0,222	45	225	[83]
<i>Centaurea melitensis</i>	1,269 ± 0,018	1,8711 ± 0,6041	47,69	210	[84]
<i>Centaurea hyalolepis</i>	1,13	0,180 à 0,420	57,93	271	[85]
<i>Echinops spinosissimus</i>	0,97 ± 0,01	0,28076	54.64	208	[86]
<i>Bassia Indica</i>	1,065	0,14558	40,12	260,24	[87]
<i>Aster Squamatus</i>	1,43	-	43	240	[88]

Le but fondamental de ces études [81-88] est d'explorer les caractéristiques mécaniques des nouvelles fibres végétales obtenues à partir des plantes présentes dans la région du Hodna, en vue de leur utilisation comme renfort dans des matériaux composites. Chaque travail met en évidence l'importance de ces fibres pour le développement de composites durables et biodégradables, en soulignant leur capacité à remplacer les fibres synthétiques.

Les recherches portent sur des propriétés telles que la résistance à la traction, le module de Young et l'allongement à la rupture, afin d'évaluer leur pertinence pour diverses applications industrielles. De ce fait, ces travaux contribuent à encourager l'adoption de matériaux naturels dans des domaines où la durabilité et l'efficacité sont cruciales.

I.12. Conclusion

Ce chapitre a abordé les concepts fondamentaux des matériaux composites, en offrant une analyse détaillée des fibres naturelles, notamment en ce qui concerne leur structure, leur composition chimique, ainsi que leurs propriétés physiques et mécaniques.

Une attention particulière a été accordée aux méthodes d'extraction des fibres. Les différentes techniques de fabrication ont également été explorées, ainsi que les principaux domaines d'application des matériaux composites.

Enfin, une synthèse des travaux réalisés sur l'exploitation des fibres végétales dans la région de Boussaâda a été présentée.

Chapitre II :
Partie expérimentale :
Matériels et méthodes

II.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les différents matériaux étudiés ainsi que les techniques expérimentales et d'analyse, en les divisant en deux parties :

- La première section décrit les matériaux sélectionnés, notamment la résine de polyester et les fibres. Nous exploitons deux types de fibres provenant de la région de Boussaâda, *Malva sylvestris*, qui n'a pas encore été exploitée jusqu'à présent, et la fibre de *Typha angustifolia*. Nous commençons par décrire la région où ces deux plantes ont été récoltées, suivie d'une présentation des fibres issues de celles-ci et de la méthode d'extraction correspondante.
- La seconde partie aborde les diverses méthodes et approches expérimentales appliquées à l'analyse de nos matériaux d'étude. Nous y présentons les équipements utilisés pour caractériser les fibres extraites, tels que la microscopie optique, la spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier, et l'analyse thermogravimétrique. diffraction des rayons X et la machine universelle de marque « **TEST** » pour l'évaluation des propriétés mécaniques, ainsi que la microscopie électronique à balayage. De plus, divers instruments ont été utilisés, tels que le pycnomètre pour les mesures de densité, balance haute précision, broyeur, et pompe à vide, etc."

Nous détaillons également les procédures d'obtention des plaques de composites et nous décrivons les conditions des essais mécaniques en statique incluant les essais de traction statique sur des fibres individuelles pour les deux types examinés. Ainsi que la caractérisation en traction flexion trois points de la résine et des composites unidirectionnels. Pour l'étude de l'adhésion matricielle, le test de Micro-gouttelette est adopté dans cette étude.

Les techniques de calcul des différents paramètres, tels que la densité, les contraintes à la rupture, le module de Young, déformation, la résistance à l'adhésion fibre/matrice, sont également exposées et détaillées.

De plus, des notions sur l'analyse statistique sont également présentées. Cette analyse a pour but d'évaluer la fiabilité des résultats expérimentaux et de comparer les paramètres calculés avec ceux obtenus expérimentalement. En vertu de ce chapitre, une présentation approfondie sur le choix matériels et des procédures expérimentales qui sous-tendent cette recherche est établie.

II.2. Présentation de région de Boussaâda

Boussaâda est située dans l'Atlas Tellien, au sud du Chott el Hodna. Considérée comme la porte du désert, elle se trouve à $4^{\circ}11'18''$ de longitude Est et $35^{\circ}13'24''$ de latitude. La région présente un climat semi-aride à aride et est caractérisée par une richesse en ressources botaniques végétales, ce qui en fait un point d'entrée vers le désert [89, 90]. Entourée de plateaux et de montagnes, le climat de Boussaâda la rend une région riche en biodiversité végétale, pouvant être exploitée dans divers secteurs [figure \(II.1\)](#).

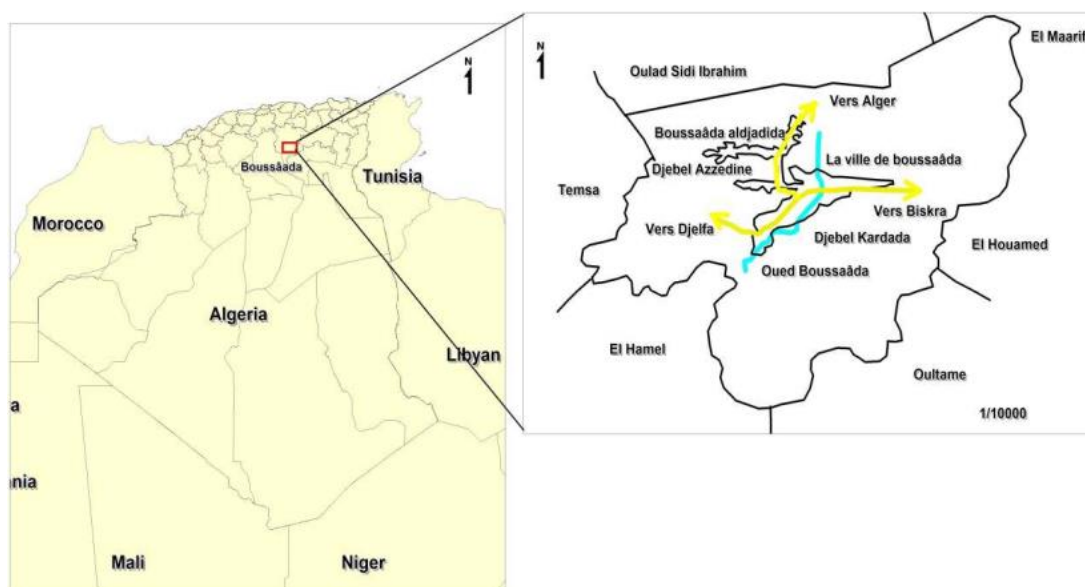


Figure II.1 Carte de localisation de Boussaâda [91].

II.3. Présentation des plantes

II.3.1. *Malva sylvestris* L.

Malva sylvestris L. (mauve commune) est une plante originaire de régions d'Europe, d'Afrique du Nord et d'Asie du Sud-Ouest [92]. Communément appelée « Mauve bleue » ou « Mauve commune », c'est une plante herbacée vivace à croissance prolifique. Appartenant à la famille des Malvacées, elle produit des fleurs mauves-violettes voyantes avec des veines sombres au printemps et au début de l'été. Ses jeunes feuilles vertes luxuriantes sont comestibles et utilisées dans les salades et les préparations culinaires. Cette plante possède une racine vivace et une tige juteuse mesurant entre 60 et 90 cm de haut. Ses feuilles, grandes et molles, sont généralement à sept lobes et ont une forme largement en cœur [93]. Elle est utilisée depuis

longtemps comme plante médicinale, aliment et fourrage pour animaux. Cette plante prospère dans les zones perturbées, les prairies et le long des routes, préférant le plein soleil à l'ombre partielle [94]. Elle est relativement facile à cultiver, tolérant un sol pauvre et la sécheresse une fois établie.



Figure II.2 Plante *Malva sylvestris* L..

II.3.2. *Typha angustifolia*

La plante *Typha angustifolia* est un genre cosmopolite d'environ onze espèces de plantes monocotylédones de la famille des *Typhaceae*. On trouve ces plantes dans les marécages, les marais et les eaux douces ou saumâtres peu profondes [95]. *Typha* prospère dans les régions tempérées chaudes et tropicales. Cette espèce est fréquemment utilisée dans les zones humides construites pour améliorer la qualité de l'eau en raison de son taux de croissance rapide et de sa capacité significative à accumuler des nutriments dans ses tissus. C'est une plante pérenne rhizomateuse qui forme des populations denses, presque monospécifiques, grâce à une croissance végétative vigoureuse, caractérisée par un front avancé de ramets étroitement compactés qui excluent d'autres plantes. Bien que parfois considérée comme une mauvaise herbe envahissante, la plante *Typha angustifolia* attire de plus en plus l'attention en raison de ses avantages écologiques, notamment la purification de l'eau polluée, la protection des berges contre les vagues des bateaux, ainsi que la restauration de la diversité des zones humides et des stratégies d'atténuation [96].

Les feuilles *Typha angustifolia* produisent des fibres exploitables pour la confection de textiles ou de papier [97]. Ces feuilles étaient utilisées pour créer des mats, des chaises, des

paillassons et des toits pour les habitations traditionnelles. Le gros épi noir et duveteux servait de brosse pour les horlogers [98].



Figure II.3 Plante *Typha angustifolia*.

II.4. Extraction des fibres

L'extraction des fibres végétales constitue une étape essentielle pour la caractérisation physico-chimique et mécanique de ces matériaux [99]. Dans ce contexte, la plante *Malva sylvestris L.* a été collectée en mars à Maader (Boussaâda, Algérie), à des moments appropriés de sa croissance, afin de garantir la qualité des fibres. Après la récolte, les tiges de Malva ont été séparées de leurs feuilles et leurs racines, puis soigneusement lavées pour éliminer les impuretés et les résidus de terre.

Parallèlement, des feuilles de *Typha angustifolia* provenant de la région de Bou-Saada (El Hamel) ont été récoltées. Après le tri et le lavage des feuilles, celles-ci ont été immergées dans l'eau pour faciliter la séparation des fibres.

Les processus d'extraction couramment utilisés sont biologiques (rouissage ou dégradation microbienne), mécaniques et chimiques. Parmi ces méthodes, la technique biologique se révèle la plus efficace et la plus simple, produisant des fibres de haute qualité [100]. Les tiges de *Malva sylvestris L.* (MS) ont été placées dans un récipient rempli d'eau du robinet, tandis que feuille de *Typha angustifolia* (TA) a été placée dans un autre récipient, couvert, et laissées pendant 21 jours à température ambiante pour permettre une dégradation

microbienne [8, 101]. Comme on le sait, le rouissage à l'eau provoque une dégradation sélective qui utilise une part des composants non cellulosiques, principalement des cires, de la pectine et de l'hémicellulose [102]. Une fois le rouissage terminé, les fibres **MS** et celles de fibres **TA** ont été extraites par séparation manuelle. Enfin, les fibres obtenues ont été lavées à plusieurs reprises avec de l'eau distillée, puis mises au four à 70 °C pour un séchage d'une durée de 6 heures, au laboratoire de génie civil de l'université Mohamed Boudiaf de Msila, pour prévenir la dégradation et la multiplication de micro-organismes. Le processus d'extraction des fibres de tige *Malva sylvestris L.* et des feuilles de *Typha angustifolia* est illustré à la Figure II.4. Cette procédure rigoureuse d'extraction est fondamentale pour produire des fibres de haute qualité, prêtes à subir des analyses détaillées physico-chimiques et mécaniques



Figure II.4. Processus d'extraction des fibres **MS** et **TA**.

II.5. Anatomie de plantes

L'anatomie végétale est une option pratique pour étudier la morphologie, la physiologie et les relations phylogénétiques des structures végétales. Dans ce cas, nous avons une véritable enquête anatomique sur la tige de *Malva sylvestris L.*, ainsi sur les feuilles de *Typha angustifolia*. Ses travaux sont réalisés au niveau du département de Biologie de l'Université de M'Sila.

Les coupes transversales de la tige de *Malva sylvestris L.* sont préparées au microtome. Parallèlement, les coupes transversales des feuilles de *Typha angustifolia* ont également été préparées de la même manière pour analyser leurs caractéristiques anatomiques. Les sections des échantillons sont caractérisées par une technique de double coloration, bénéfique pour la visibilité des différentes structures cellulaires. Les coupes de la tige de *Malva sylvestris L.*, d'une épaisseur de 350 μm , et celles de *Typha angustifolia* sont examinées séparément en les plaçant successivement sur la platine du microscope pour une observation détaillée. [103, 104]. Cette épaisseur a été choisie pour permettre une observation détaillée des différentes couches tissulaires

L'analyse est réalisée à l'aide d'un microscope binoculaire (BMM), d'un appareil photo numérique et d'un capteur d'image numérique 2000, permettant une acquisition précise des images et facilitant l'identification des structures anatomiques de la tige de *Malva sylvestris L.* et des feuilles de *Typha angustifolia* (Figure II.5).

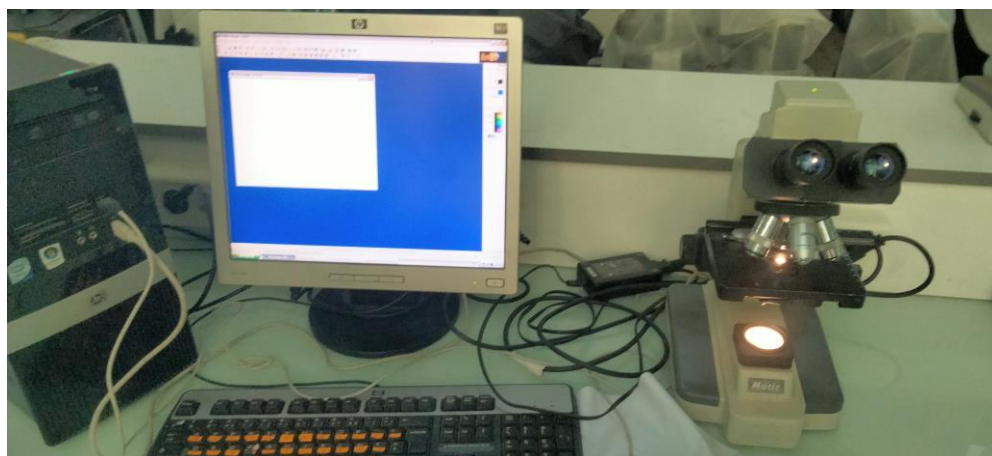


Figure II.5. Microscope optique.

II.6. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (ATR-FTIR)

La méthode la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier avec réflexions total atténuées (ATR-FTIR) est utilisée pour analyser les liaisons chimiques et les groupes fonctionnels dans divers matériaux. En évaluant l'absorption de la lumière infrarouge par un échantillon, cette technique permet d'obtenir un spectre qui révèle des informations sur la composition chimique du produit.

Les analyses ATR-FTIR consistent à exposer un échantillon à une lumière infrarouge, qui est ensuite analysée pour détecter les bandes d'absorption spécifiques. Chaque bande correspond à une vibration moléculaire particulière, ce qui permet de déduire la structure chimique du composé. La technique est largement utilisée dans divers domaines, notamment la chimie, la biologie, ainsi dans le domaine des matériaux, en raison de sa rapidité et de sa précision.

Les analyses ATR-FTIR peuvent être réalisées sur différents types d'échantillons, qu'ils soient solides, liquides ou gazeux (Figure II.6). Les résultats sont souvent présentés sous forme de spectres, où les pics d'absorption sont représentés en fonction de leur nombre d'onde, permettant une identification facile des différentes liaisons chimiques présentes. Les données ont été recueillies en utilisant un appareil Perkin-Elmer, offrant une résolution spectrale de 4 cm^{-1} et couvrant une plage de longueurs d'onde de 4000 à 400 cm^{-1} .



Figure II.6. Équipement ATR-FTIR.

II.7. Spectroscopie de diffraction des rayons X (DRX)

L'analyse par rayons X est une méthode efficace utilisée pour étudier la structure cristalline des matériaux y compris l'indice cristallin (IC). Elle consiste à diriger des rayons X sur un échantillon et à mesurer les angles et les intensités des rayons X diffractés par le réseau cristallin. Un (IC) plus élevé indique un degré de cristallinité plus important, ce qui peut influencer les caractéristiques mécaniques et thermiques des fibres végétales.

Deux échantillons en poudre fine de fibres de *Malva sylvestris L.* et de fibres de *Typha angustifolia* ont été analysés à l'aide d'un diffractomètre X'Pert-Pro SW en diffraction des rayons X, utilisant un rayonnement Cu K α avec une longueur d'onde de $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$, sous une tension de 40 kV et un courant de 30 mA (diffraction des rayons X en poudre). L'intensité de la radiation réfléchie a été enregistrée sur une plage angulaire de 10° à 70° à température ambiante (Figure II.7)

L'indice cristallin (I_c) des fibres **MS** et **TA** a été calculé à l'aide de l'équation suivante développée par Segal [105] :

$$I_c \% = \left(\frac{I_{002} - I_{Am}}{I_{002}} \right) \times 100 \quad (\text{II.1})$$

I_{002} correspond à l'intensité maximale de la phase cristalline, tandis que I_{am} représente l'intensité de la phase amorphe..



Figure II.7 Diffractomètre DRX (Diffraction des Rayons X).

II.8. Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique est une méthode qui permet d'explorer les caractéristiques thermiques des matériaux. Elle implique la mesure des variations de masse d'un échantillon en fonction de la température ou du temps, le tout sous des conditions atmosphériques contrôlées. Cette méthode est essentielle pour évaluer la stabilité thermique des fibres naturelles en tant que renfort dans les matériaux composites.

L'analyse TGA est couramment utilisée dans divers domaines, notamment les polymères, les matériaux composites, les céramiques et les biomatériaux, pour évaluer leur comportement thermique et leur stabilité.

Pour évaluer la stabilité thermique des fibres de *Malva sylvestris L.* (**MS**) et de *Typha angustifolia* (**TA**), une analyse thermogravimétrique (TGA) a été effectuée à l'aide de l'instrument FANYUAN DW5470H-3 STA. Des échantillons sous forme de poudre de **MS** et de **TA**, pesant précisément 12,5 mg chacun, ont été analysés. Les spectres ont été enregistrés sur une plage de températures de 27 °C à 600 °C, avec un taux de chauffage de 10 °C/min (Figure II.8).

Dans le cadre de cette recherche, l'énergie d'activation a été calculée en appliquant la méthode de Broido:

$$\ln \left[\ln \frac{1}{y} \right] = -\frac{E_a}{R} \left[\left(\frac{1}{T} \right) + K \right] \quad (\text{II.2})$$

Où y est Le poids normalisé (w_t/w_0) est défini comme le rapport entre w_t , le poids des échantillons à un instant t , et w_0 , le poids initial. E_a correspond à l'énergie d'activation, R désigne la constante des gaz parfaits, qui vaut 8,314 J/(mol·K). T représente la température en Kelvin, et K est une constante.



Figure II.8 ATG : Analyse Thermogravimétrique.

Pour préparer les échantillons destinés à l'ATG, l'XRD et l'ATR-FTIR, les fibres ont été découpés en petits morceaux, séchés à 70 °C pendant une heure, puis réduits en fines particules à l'aide d'un mélangeur-broyeur Spex.

II.9. Mesure de la densité

Comprendre la densité des fibres végétales est important pour évaluer leurs propriétés ainsi que celles des composites. La densité des fibres de *Malva sylvestris L.* et de *Typha angustifolia* a été mesurée à l'aide d'un pycnomètre pour solide d'une capacité de 50 ml, conformément à la norme ASTM D2320-9. Le test de densité a été réalisé dans des conditions de laboratoire (27 °C et 50-60 % d'humidité relative). La moyenne arithmétique de cinq valeurs a été calculée (Figure II.9). Du méthanol, avec une densité de 0,791 g/cm³, a été utilisé comme liquide d'immersion.



Figure II.9 Mesure de densité.

Avant la mesure, les fibres de **MS** et de **TA** ont été coupées à une longueur de 12 à 15 mm, puis séchées à 60 °C jusqu'à atteindre un taux d'humidité inférieur à 5 % [106]. La densité apparente de fibre ρ_F est déterminée selon l'équation suivante :

$$\rho_F = \frac{m_3 - m_1}{(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)} \rho_M \quad (\text{II.3})$$

où :

ρ_F représente la densité de la fibre (g/cm³),

ρ_M est la densité du méthanol (g/cm³),

m_1 : poids du pycnomètre sans échantillon (g),

m_2 : poids du pycnomètre contenant de méthanol (g),

m_3 : poids du pycnomètre contenant de fibres hachées (g),

m_4 : poids du pycnomètre contenant de fibres hachées et de méthanol (g).

La section transversale a été calculée selon la relation [107] :

$$S_F = \frac{M}{\rho_{MS} \cdot L} \quad (\text{II.4})$$

où :

S_F est la section transversale de la fibre (cm²),

M est le poids de la fibre (g),

L est la longueur de la fibre (cm).

Le diamètre de la fibre a été calculé à partir de cette équation en supposant une forme cylindrique, selon la formule suivante [108]:

$$D_f = 2 \cdot \sqrt{M / (\rho_{MS} \pi L)} \quad (\text{II.5})$$

où :

D_F correspond au diamètre de la fibre (cm),

ρ_{MS} correspond à la densité de la fibre (g/cm³),

M correspond à la masse de la fibre (g),

L correspond à la longueur de la fibre (cm).

II.10. Traction de fibre

La traction des fibres concerne l'analyse des propriétés mécaniques de cette fibre végétale, notamment sa résistance à la traction, son module d'élasticité, et son allongement jusqu'à la rupture. Ces tests sont essentiels pour évaluer le comportement d'une fibre lorsqu'elle est soumise à une force d'étirement et pour déterminer sa capacité à supporter des charges.

Les caractéristiques mécaniques des fibres ont été déterminées à partir d'un essai de traction, conformément à la méthode d'évaluation standard des caractéristiques de traction des fibres textiles individuelles (ASTM D3822-01), comme illustré dans la [Figure II.10](#). Les fibres **MS** et **TA** ont été testées en utilisant une machine de traction de type **TEST** ayant une capacité maximale de 10 kN. Les essais ont été réalisés sur des échantillons d'une longueur de 40 mm, avec un contrôle de déplacement à une vitesse de 1 mm/min. Plus de 30 fibres de chaque type de fibres ont été testées pour établir les caractéristiques moyennes des fibres **MS** et **TA**.

Les caractéristiques mécaniques extraites des courbes contrainte en déformation comprennent le coefficient d'élasticité E , la contrainte maximale σ_r et l'étirement à la rupture ϵ_r .

✓ Module d'élasticité :

E : Module d'élasticité (N/mm²) ; σ : Contrainte (N/mm²) ; ϵ : extension (%).

✓ Module d'élasticité longitudinale

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad (\text{II.6})$$

où :

E : Module d'élasticité (N/mm²)

σ : Contrainte (N/mm²)

ϵ : extension.

✓ Contrainte à rupture :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad (\text{II.7})$$

où :

F : force de traction appliquée à l'éprouvette (N)

S_0 : section transversale initiale de l'éprouvette (mm²)

Sous l'hypothèse de cylindricité des fibres, la section initiale est donnée par :

$$S_0 = \frac{\pi d^2}{4} \quad (\text{II.8})$$

où

d : le diamètre de la fibre.

Déformation à la rupture : Elle est exprimée en pourcentage selon la formule suivante :

$$\varepsilon_r(\%) = \frac{\Delta l}{l_0} \times 100 \quad (\text{II.9})$$

où :

ε_r est la déformation à la rupture en pourcentage,

$\Delta l = l_f - l_0$: est l'allongement total de l'échantillon,

l est le déplacement mesuré pendant l'essai,

l_0 est la longueur initiale de l'échantillon,

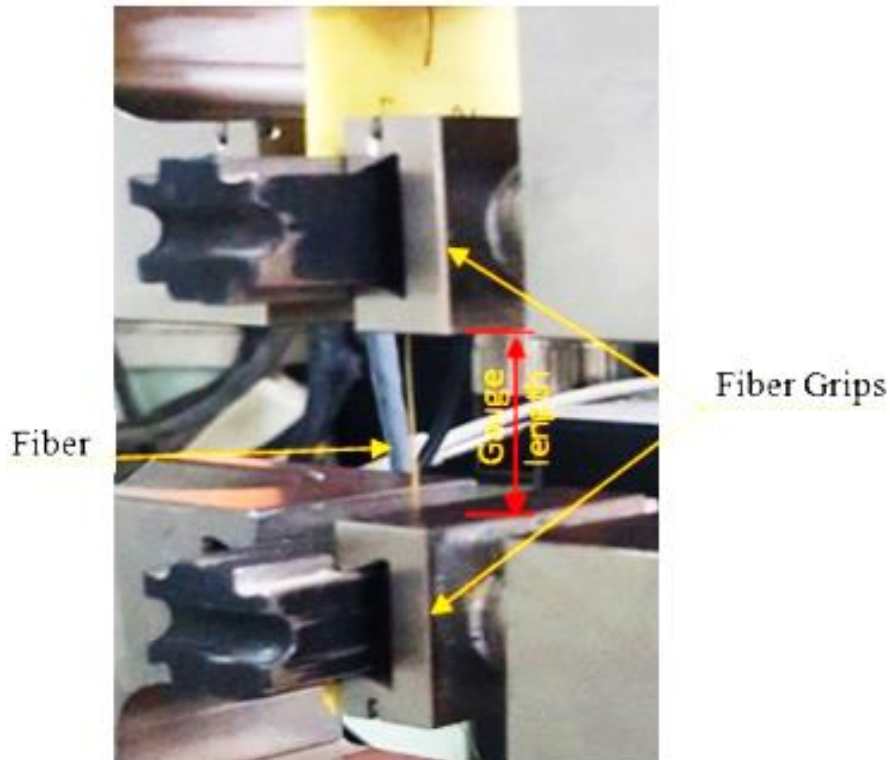


Figure II.10 Essai de traction d'une fibre isolé.

II.11. Microscope Electronique à Balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage (MEB) est un instrument essentiel en sciences des matériaux et en biologie, permettant d'obtenir des images à haute résolution de la surface des échantillons. Pour étudier les morphologies de surface des fibres de **MS** et de **TA**, une microscopie électronique à balayage VEGA3 TESCAN a été utilisée, avec des tensions d'accélération de 15 et 20 kV. Avant l'analyse, les fibres ont été enrobées d'un mince film d'or à l'aide d'un métalliseur sous vide afin de rendre leurs surfaces conductrices (Figure II.11).

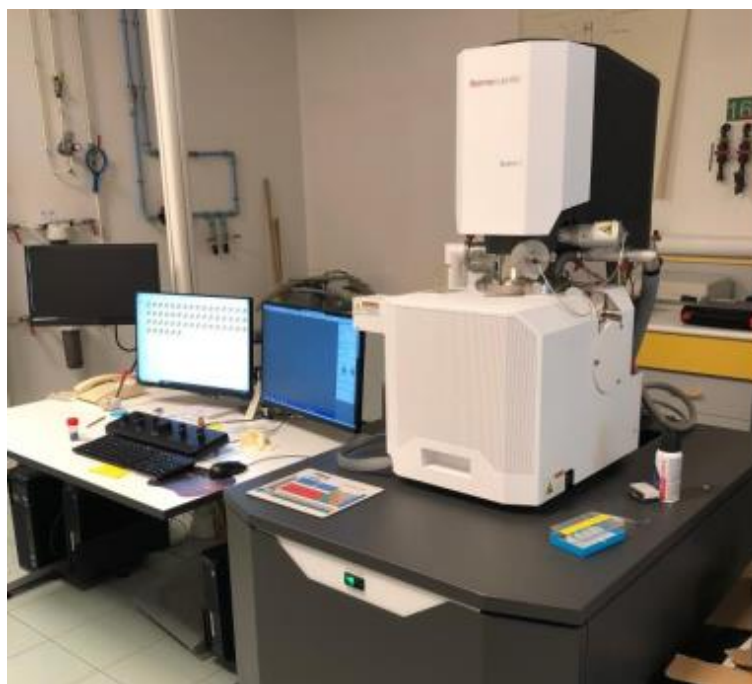


Figure II.11 Microscope électronique a balayage (MEB).

II.12. Analyses statistiques de Weibull

Durant l'analysant les résultats des tests de traction des fibres de **MS** et de **TA**, une dispersion significative, même lorsque les tests étaient réalisés sous les mêmes conditions. Cette dispersion est attendue suite à plusieurs facteurs qui se résume par : la nature du sol, La maturation de la plante, le climat, ainsi les conditions d'extraction et des tests.

Ces facteurs ont été pris en compte dans cette analyse. Cette approche permet de mieux comprendre les caractéristiques mécaniques de ces fibres et d'interpréter la diversité des résultats obtenus. [109, 110].

Le module de Weibull « m » est un paramètre clé de la variabilité : plus la valeur est faible, plus la variabilité est élevée. Pour des modules de Weibull inférieurs à 20 ($m < 20$), la

répartition des défauts présente d'importantes fluctuations d'un échantillon à l'autre, entraînant ainsi une grande variabilité des contraintes de rupture. [111].

La statistique de Weibull à deux paramètres utilisée dans cette étude est définie par:

$$F(\sigma) = 1 - \exp\left(-\frac{L}{L_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad (\text{II.10})$$

En prenant le logarithme népérien des deux côtés, nous obtenons :

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-F(\sigma)}\right)\right) - \ln\left(\frac{L}{L_0}\right) = m(\ln \sigma - \ln \sigma_0) \quad (\text{II.11})$$

où :

$F(\sigma)$ représente la probabilité de rupture de la fibre.

L est la longueur de référence,

L_0 est la longueur initiale,

σ est la contrainte appliquée,

σ_0 est la contrainte caractéristique,

m est le module de Weibull.

Les paramètres de la distribution de Weibull ont été calculés à l'aide d'une analyse de régression linéaire en utilisant l'estimateur de la valeur médiane, défini comme suit :

$$F(\sigma) = \frac{i-0.3}{N+0.4} \quad (\text{II.12})$$

où N est le nombre total d'échantillons et i correspond à la position du i -ème point de données.

Nous pouvons établir un graphique de $\ln(\ln(1/(1-F)))$ exprimé en fonction de $\ln(\sigma)$ à partir de l'Equation (III.11).

Si la distribution de Weibull est applicable, ce graphique devrait apparaître sous la forme d'une droite pour les données expérimentales. Cette représentation nous permettra de déterminer les deux paramètres m et σ_0 .

II.13. Mise en œuvre des plaques composites

II.13.1. Résine utilisée

✓ Résine Polyester

La résine polyester est un polymère thermodurcissable couramment utilisé dans la fabrication de matériaux composites. Elle est obtenue par la polymérisation de monomères de polyester insaturé, souvent avec du styrène, et durcit lorsqu'elle est mélangée avec un catalyseur, comme le peroxyde de méthyle éthyl cétone (MEKP).

La résine polyester offre de bonnes propriétés mécaniques et une résistance chimique appréciable, ce qui en fait un choix populaire pour le renforcement avec des fibres telles que la fibre de verre ou les fibres végétales [112].

Avant d'employer la résine polyester pour la fabrication d'un matériau composite, une préparation est essentielle. Le polyester insaturé se présente sous forme liquide, l'ajout d'un durcisseur, tel qu'un peroxyde organique (Figure II.12), initie une réaction chimique qui transforme cette résine en un état solide. Il est important de noter que cette réaction est irréversible. La quantité de durcisseur requise varie selon la durée de polymérisation souhaitée, généralement entre 1 % et 2 %.

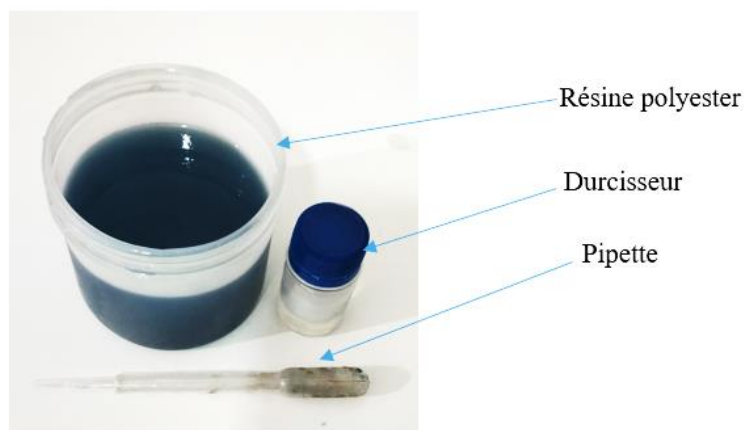


Figure II.12 Résine polyester et durcisseur utilisés.

Cette concentration garantit un durcissement contrôlé, ce qui permet d'éviter des déformations indésirables dans le composite. Pour maintenir la résine à l'état liquide, du styrène, un solvant à forte odeur, est utilisé. La résine polyester doit être stockée dans des conteneurs métalliques, à l'abri de la lumière et dans un environnement frais.

Dans cette étude, nous employons la résine polyester insaturée, choisie pour son coût abordable et ses excellentes performances. Cette résine se distingue par sa résistance mécanique et chimique, ainsi que par sa capacité à se lier efficacement avec des fibres naturelles. De plus, sa propriété de durcissement très acceptable à température ambiante facilite les opérations de fabrication, en faisant une option idéale pour les composites à large consommation.

II.14. Mesure de la réactivité

La mesure de la réactivité (polymérisation) de la résine est cruciale pour déterminer le temps de début de gélification de la résine, ceci permet de contrôler le processus de moulage. Les essais ont été réalisés selon la norme ISO 2535. La procédure de mesure de la réactivité consiste à immerger un thermomètre dans un contenant de 50 g de résine catalysée à température ambiante. Le chronomètre est démarré immédiatement après l'ajout du durcisseur. Cette méthode permet de réaliser des graphiques de réactivité, illustrant ainsi évolution de la température au fil du temps (Figure II.13). Les principaux paramètres visés à travers cette pratique sont la température maximale atteinte (pic exothermique), le temps de gélification de la résine. Ces éléments permettent d'optimiser le processus de moulage et d'assurer une bonne qualité des matériaux composites.

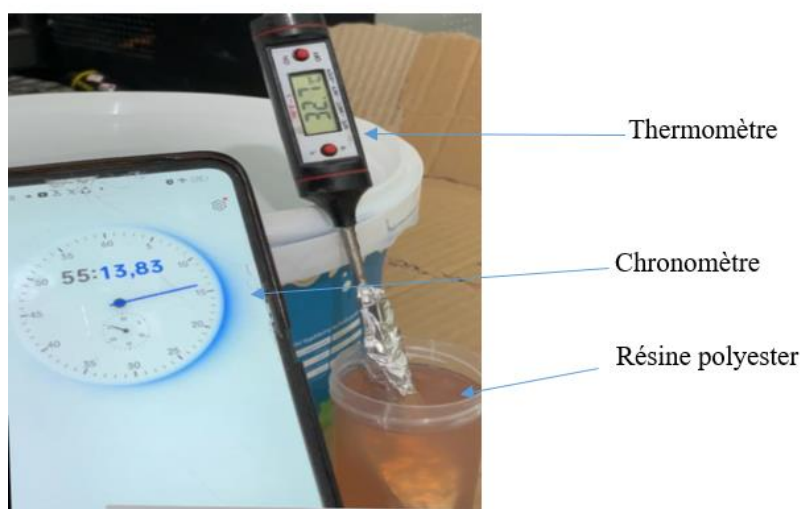


Figure II.13 Test de réactivité de la résine polyester.

II.15. Élaboration des composites

Les matériaux composites unidirectionnels fabriqués à partir de fibres de *Malva sylvestris* L. et de *Typha angustifolia* sont conçus pour tirer pleinement parti des propriétés mécaniques de ses composites. Ces caractéristiques sont étroitement liées aux techniques de production

employées. Les performances des matériaux composites dépendent de plusieurs facteurs, notamment le taux de renfort, l'imprégnation des renforts, ainsi que l'homogénéité du moulage.

Avant l'élaboration des composites, il est essentiel de préparer les renforts sous forme de plis, constitués de fibres longues de *Malva sylvestris L.* et de *Typha angustifolia*. Six plis unidirectionnels ont été préparés pour chaque type de fibre. Les fibres, d'une longueur de 250 mm, ont été pesées à l'aide d'une balance électronique de précision afin de calculer le taux de fibre. À cette étape, il est crucial de disposer les fibres en nappes unidirectionnelles.

Cette opération est réalisée manuellement, où les fibres sont soigneusement alignées de manière parallèle et homogène pour garantir une distribution uniforme. Les fibres sont ensuite fixées sur des cadres rectangulaires (250 x 150 mm²), maintenues en place par du ruban adhésif sur les deux côtés, formant ainsi un pli solide (Figure II.14).

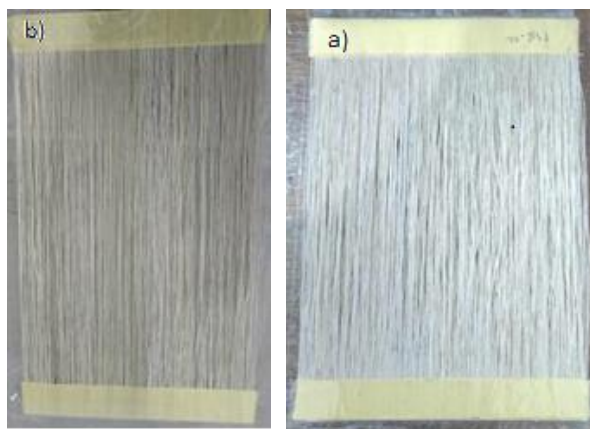


Figure II.14 plis unidirectionnels de :(a) Fibres de **MS**, b) Fibres de **AT**.

L'élaboration des plaques composites stratifiées s'effectue par moulage sous vide. La technique du moulage sous vide (VARTM - Vacuum Assisted Resin Transfer Molding) est utilisée pour garantir une imprégnation complète des fibres et réduire les défauts internes (bulles d'air). Le processus débute par la préparation du moule, où six couches de fibres de chaque type sont disposées soigneusement les unes sur les autres. Cette superposition des couches est réalisée selon une orientation de la fibre afin d'optimiser les propriétés mécaniques du composite, et renforçant ainsi sa résistance et la répartition des charges.

Une fois les couches de fibres placées dans le moule, celui-ci est scellé avec un film polymère pour créer une barrière hermétique. Ensuite, une pompe à vide est utilisée pour évacuer l'air du moule, générant une dépression à l'intérieur. Cette pression réduite permet

l'injection de la résine polyester, qui est aspirée à travers une ouverture dédiée et pénètre progressivement dans le moule. La résine s'infiltre uniformément entre les différentes couches de fibres, assurant une imprégnation totale et éliminant les bulles d'air susceptibles d'altérer la qualité du composite (Figure II.15).

Après l'injection complète de la résine, le moule est maintenu sous vide pour permettre à la résine de se polymériser et de se durcir. Ce processus garantit une solidification uniforme du matériau composite. Une fois durci, le produit est démoulé et soumis à un traitement thermique dans une étuve à 70 °C durant 5 heures pour garantir une polymérisation complète des plaques composites, ce qui améliore les performances du produit (Figure II.16).



Figure II.15 Dispositif du moulage a sous vide.



Figure II.16 Plaques des composites élaborés dans une étuve.

II.16. Préparation des échantillons

II.16.1. Préparation des échantillons composites

Lors de la préparation des échantillons, les matériaux composites sont d'abord découpés en échantillons selon des dimensions voulues, conformément aux normes des essais à réaliser.

Pour les essais de traction, nous nous référons à la norme ASTM D3039, et pour les essais de flexion à trois points, à la norme ASTM D790-10.

Les échantillons sont préparés par découpe des plaques composites en utilisant une scie à disque diamanté, opérant à une vitesse de 2500 tr/min, avec lubrification pour optimiser le processus de découpe (Figure II.17).

Après le découpage, les échantillons subissent un processus de polissage pour éliminer tout défaut de surface susceptible d'influencer les résultats des tests. Une fois la finition réalisée, les dimensions précises des échantillons sont relevées à l'aide d'un pied à coulisse. Chaque échantillon est ensuite marqué par un numéro pour faciliter son identification et assurer un suivi rigoureux lors des essais. Ces étapes sont essentielles pour garantir que les échantillons sont prêts pour les essais. Les échantillons de composites sont préparés avec des dimensions normalisées (200 x 20 x 2 mm³).



Figure II.17 Découpage des échantillons destinés à la caractérisation.

Des étalons en composite Jute ($\pm 45^\circ$) /Polyester, épaisseur $e = 2$ mm, ont été fixés de chaque côté des éprouvettes pour éviter la rupture des extrémités et garantir une transmission efficace des efforts vers la zone active de l'éprouvette (Figure II. 18 a) et b).

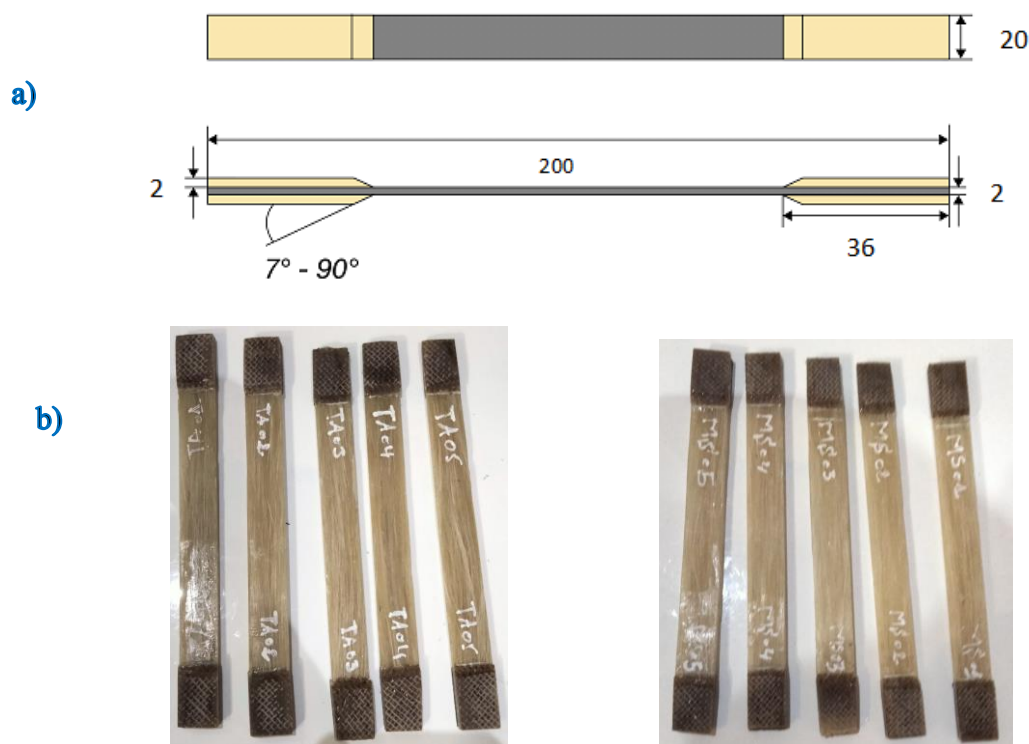


Figure II.18 : a), Schéma de l'éprouvette de traction b) Types des éprouvettes avec étalons collés obtenus: traction composite Polyester/MS et Polyester/TA.

II.16.2. Préparation des échantillons de résine vierge

Les éprouvettes ont été moulées dans un moule en bronze, après l'application de vaseline comme agent de démoulage pour faciliter leur extraction. Une fois la polymérisation est assurée, les éprouvettes ont été étuvées à une température de 60°C pendant 6 heures (Figure II.19 : a)).

Les éprouvettes en résine polyester vierge ont été réalisées sous forme d'haltères), conformément à la norme ISO 527, type B (Figure II.19 : b)). Les dimensions des éprouvettes sont les suivantes :

Longueur totale (L_3) = 150 mm

Longueur parallèle (L_1) = 60 mm ;

Longueur de référence (L_0) = 50 mm ;

Largeur de la section parallèle (b_1) = 10 mm ;

Épaisseur (h) = 4 mm

Largeur de la section de préhension (b_2) = 20 mm

Longueur de la face de la poignée (L) = 115 mm

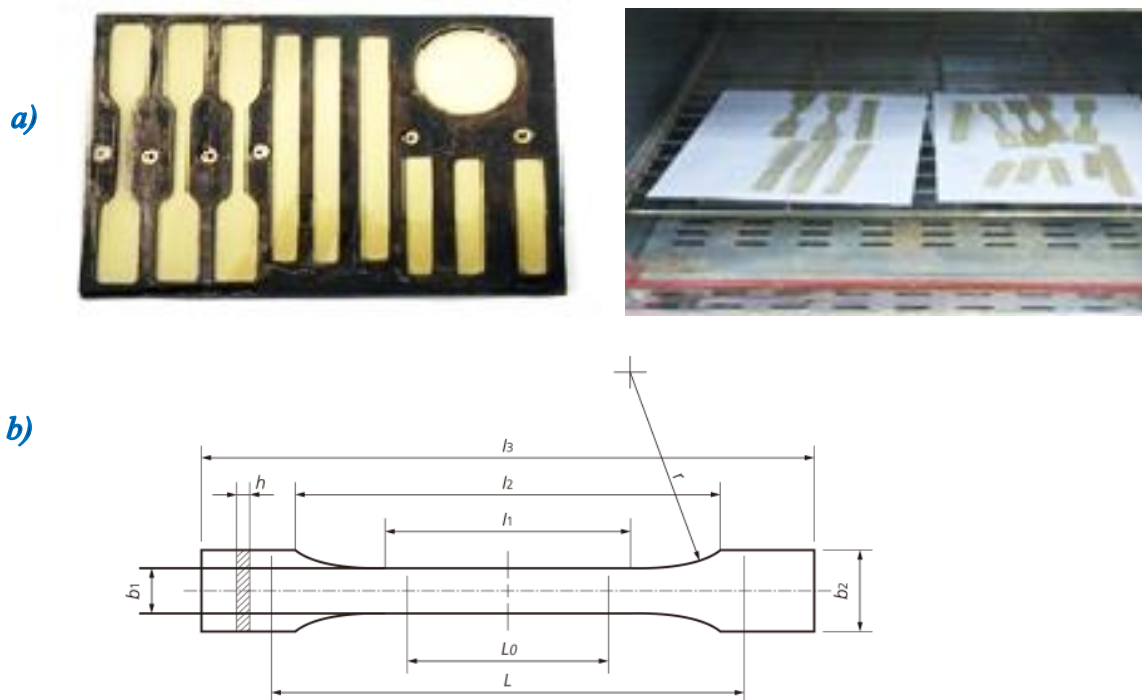


Figure II.19 : a), Schéma Moule de forme d'haltères, b) Types d'éprouvettes obtenues par traction sous forme d'haltère et de flexion 3 points de résine polyester dans l'étuve.

II.16.3. Préparation des échantillons micro-goulette

La méthode de micro-goulette a été utilisée pour analyser l'interaction interfaciale entre la fibre et la résine polyester. Cette technique consiste à placer une micro-goulette de résine sur une fibre individuelle. Pour cela, des petites gouttes de résine polyester ont été déposées autour des fibres **MS** et **TA**, qui sont placées dans un cadre en bois. Après application, la résine est laissée durcir (Figure II.120).

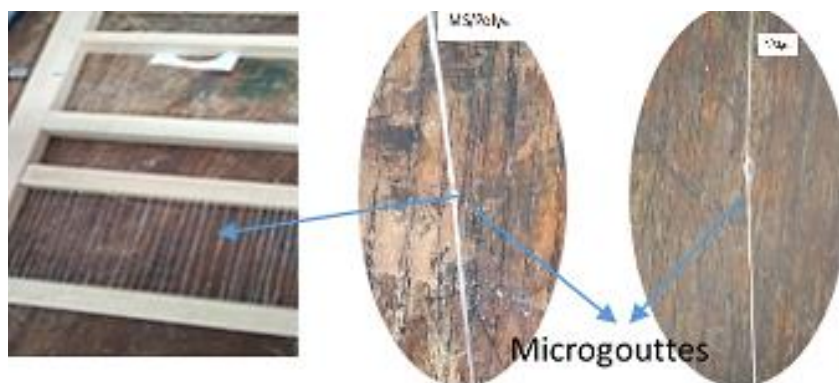


Figure II.20 Préparation de microgouttelettes de polyester/MS sur et polyester /TA.

La longueur d'enfouissement des microgouttes a été mesurée à l'aide d'un microscope optique (MOTIC) associé à un analyseur d'images numérique (Motic Images Plus 2.0) (Figure II.21).

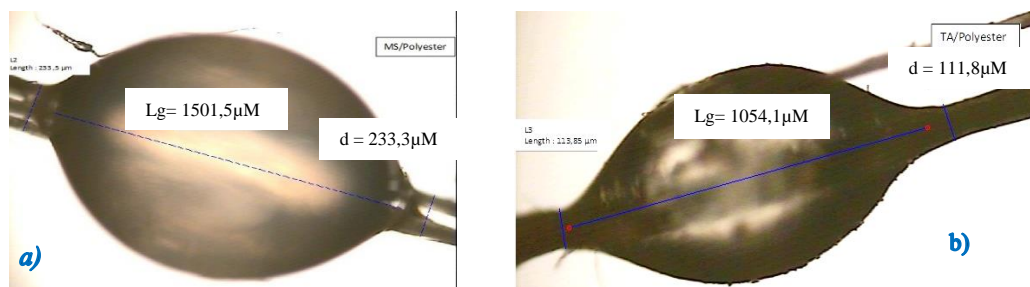


Figure II.21 Microgouttelettes: a) Polyester /MS et b) Polyester/TA.

II.17. Paramètres d'essais et normes appliquées

II.17.1. Essai de traction sur les résine vierge et matériaux composites

Les tests de traction sur résine vierge et matériaux composites est une étape cruciale pour évaluer leurs propriétés mécaniques et leur performance dans diverses applications industrielles. L'objectif principal est de déterminer les propriétés intrinsèques du matériau, telles que la résistance à la traction, le module d'élasticité et la déformation. Les essais sont réalisés conformément aux normes ASTM D3039/D et ISO 527, pour les éprouvettes en matériaux composites et pour les éprouvettes en résine vierge, respectivement. Qui fournissent des directives précises pour la préparation des échantillons et la conduite des tests.

Les essais de traction sont réalisés à température ambiante, dans le laboratoire de génie mécanique de l'Université de M'sila, à l'aide d'une machine TEST équipée d'un capteur de force de 10 kN et d'un extensomètre (Figure II.22).

Pour les éprouvettes en matériaux composites, les échantillons sont fixés dans une machine de traction, avec une distance de 140 mm entre les mors, et sont testés à une vitesse de 0,5 mm/min. Pour les éprouvettes en résine vierge, la distance entre les deux mors est de 60mm, avec une vitesse de de 0,5 mm/min. Les résultats concernant la force et la déformation sont enregistrées en temps réel.



Figure II.22 Machine de traction **TEST**.

L'analyse des résultats permettra de calculer les contraintes en utilisant la formule $\sigma = F/A$, où F représente la force appliquée et A la section transversale de l'échantillon.

II.17.2. Essais de flexion à trois points

L'essai de flexion trois points est une méthode standard pour évaluer les caractéristiques mécaniques des matériaux sollicités en flexion trois points, en particulier pour les composites et les plastiques. Cet essai consiste à appliquer une charge centrale sur une poutre supportée à ses deux extrémités, permettant ainsi de mesurer la résistance à la flexion et la déformation du matériau. La norme ASTM D790-07 définit la géométrie et les dimensions des éprouvettes destinées à ce test. Les éprouvettes ont une forme parallélépipédique, les dimensions de l'éprouvette sont basées sur son épaisseur h, en respectant le rapport géométrique standard $L_1/h = 16$ (Figure II.23). La contrainte de rupture en flexion trois points est calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$\sigma_f = \frac{3FL_1}{2bh^2} \quad (\text{II.13})$$

$$E_f = \frac{L_1^3 F}{4wbh^3} \quad (\text{II.14})$$

$$\varepsilon_f = \frac{6wh}{L_1^2} \quad (\text{II.15})$$

Où :

F: Force (N),

W : La fleche,

L_1 : Longueur entre appuis (mm),

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

σ_f : contrainte à la rupture (MPa),

ϵ_f : déformation (%),

E_f : module de Young (GPa)

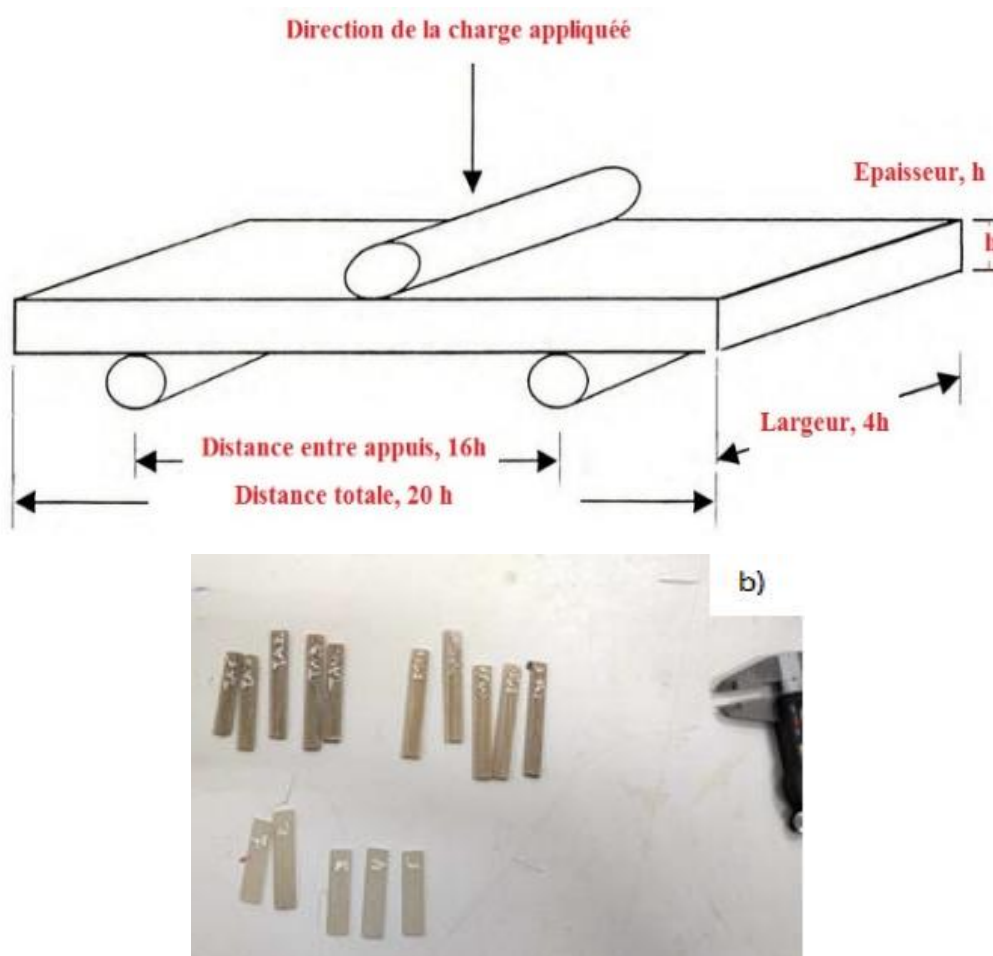


Figure II.23 a) Schéma de l'essai de flexion à trois points b) Types des éprouvettes obtenu de flexion 3-points résine polyester, composite **Polyester /MS** et **Polyester /TA**.

II.17.3. Test de micro-gouttelette

Dans ce test, les fibres ont été soumises à des essais sur la machine d'essai universelle **TEST**. De bons échantillons sont sélectionnés, tant pour les gouttelettes que pour les fibres. La [Figure II.24](#) montre le spécimen de microgoutte ainsi que le dispositif d'essai. La force

nécessaire pour détacher la goutte de résine solide de la fibre, tout en la maintenant à l'aide de la lame de chargement, a été enregistrée.

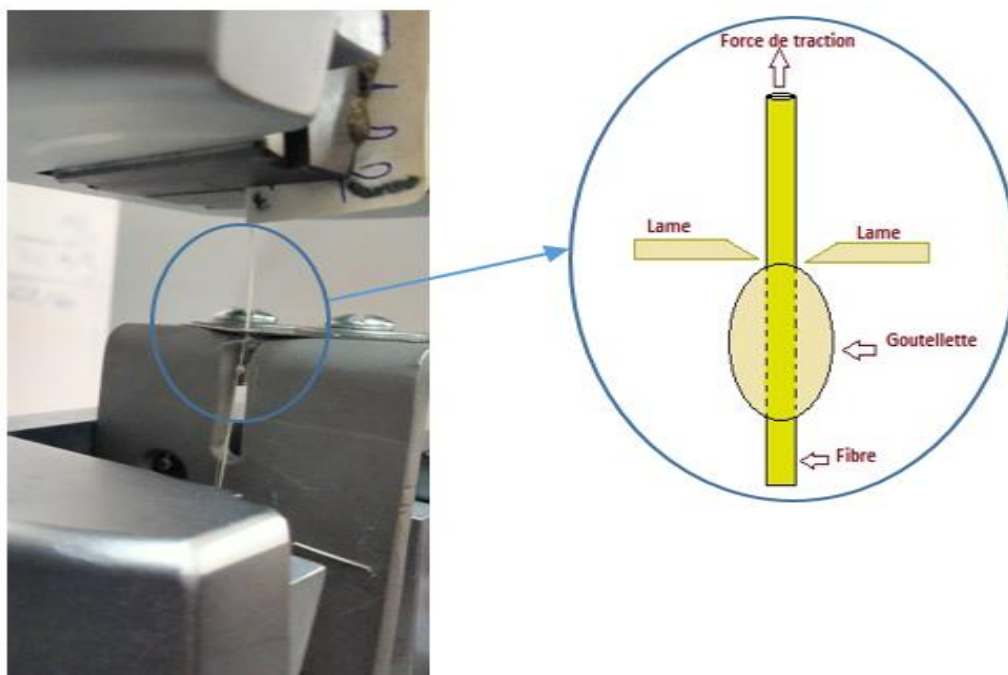


Figure II.24 Test de micro-gouttelette.

Au moins 35 échantillons ont été utilisés pour estimer la résistance au cisaillement interfacial. Au moins 35 échantillons ont été utilisés pour estimer la résistance interfaciale au cisaillement (IFSS). Les lames étaient fixées à la mâchoire inférieure du système d'essai Instron, tandis que les fibres étaient tirées à travers la mâchoire supérieure à une vitesse de 0,5 mm par minute. L'IFSS, qui détermine le degré d'adhésion dans un système matriciel fibreux donné, est évalué selon l'équation suivante :

$$\tau = IFSS = F_{max}/(\pi dL) \quad (\text{II.16})$$

Où

τ est la résistance au cisaillement interfacial (MPa), F_{max} est la force de traction maximale, d représente le diamètre de la fibre et L_g désigne la longueur enchâssée.

II.18. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons détaillé les équipements utilisés ainsi que les diverses méthodes expérimentales adoptées pour la caractérisation et l'analyse des fibres végétales et des composites. L'étude s'est concentrée sur l'application de fibres naturelles, telles que celles de

Malva sylvestris L. et *de typha angustifolia*, comme renforts dans les matériaux composites, ainsi que sur les résines polyester. L'analyse physico-chimique et mécanique des fibres a permis de mieux comprendre leurs propriétés et leur potentiel dans les applications composites.

Les techniques de préparation des échantillons, telles que le moulage sous vide, ont été rigoureusement appliquées pour garantir la reproductibilité des essais mécaniques. Des essais de traction et de flexion ont été réalisés conformément aux normes ASTM, permettant ainsi d'évaluer les caractéristiques mécaniques des composites et des fibres. Les résultats issus de ces essais serviront de base pour l'analyse des performances des matériaux dans les chapitres suivants. Cette approche expérimentale rigoureuse constitue une base solide pour interpréter les résultats et tirer des conclusions sur la pertinence des fibres naturelles comme alternative durable aux renforts conventionnels. Les méthodes décrites sont essentielles pour l'évaluation des propriétés des composites et fourniront des outils précieux pour les analyses à venir.

Chapitre III :
Résultats et discussions
Partie I

Caractérisations des fibres

- *Malva sylvestris* L.
- *Typha angustifolia*

III.1. Introduction

Ce chapitre est dédié à l'analyse des résultats obtenus lors de la caractérisation de la nouvelle fibre végétale *Malva sylvestris* L. (MS), et la fibre de *Typha angustifolia* (TA). Ces deux plantes sont disponibles en abondance en Algérie. Les plantes *Malva sylvestris* L. et *Typha angustifolia* ont été récoltées dans la région de Boussaâda, où elles sont largement répandues en raison de leur adaptation aux conditions climatiques locales, ce qui en fait une ressource renouvelable, facilement accessible, et un choix prometteur pour l'utilisation des fibres issues de ses deux plantes pour le renforcement des matériaux composites.

La caractérisation des fibres végétales issues de la plante MS et celles extraites de la plante TA, a été réalisée à l'aide de plusieurs techniques physico-chimiques et mécaniques afin de déterminer leur adéquation en tant que renforts pour les matériaux composites.

Les propriétés des fibres végétales ont un impact crucial sur la performance globale des composites, Les techniques suivantes ont été utilisées pour évaluer ces propriétés :

- **Analyse anatomique:** pour mieux comprendre la structure interne des plantes et la localisation des fibres cellulosiques.
- **Analyse physico-chimique :** les fibres ont d'abord été soumises à des tests physico-chimiques pour connaître leur composition chimique, leur structure moléculaire et leur comportement.
 - ❖ **FTIR** (Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier)
 - ❖ **TGA** (Analyse thermogravimétrique)
- **Analyse morphologique et structurale :**
 - ❖ **MEB** (Microscopie électronique à balayage) pour observer la microstructure et la surface des fibres
- **Analyse de la structure cristalline :** la diffraction des rayons X (XRD) a été utilisée pour analyser la cristallinité des fibres.
- **Caractérisations mécaniques :** des tests de traction ont été réalisés conformément aux normes ASTM pertinentes pour déterminer la résistance mécanique des fibres.

Des résultats obtenus pour chacune de types des fibres sont analysés en détail, en mettant en parallèle leurs similitudes et leurs différences par rapport à d'autres fibres existantes dans la

littérature. En autres mots, il s'agit d'identifier les avantages et les limites de chaque fibre afin d'orienter les futures applications industrielles.

III.2. Analyse anatomique des plantes

Les objectifs principaux de l'analyse anatomique est de s'assurer de la présence d'une quantité de fibres ligno-cellulosiques dans la plante, puis de localiser ces fibres dans la structure de la plante, en particulier dans la tige de *Malva sylvestris L.*, ainsi dans les feuilles de *Typha angustifolia*. L'étude histologique est adoptée pour examiner de près la structure anatomique de *Malva sylvestris L.* et de *Typha angustifolia*.

✓ Analyse de la tige de *Malva sylvestris L.*

La [Figure III.1](#) montre la coupe transversale de la tige **MS** à différentes échelles. Comme indiqué, la tige de la plante Malva est organisée en couches et elle est composée de l'extérieur vers l'intérieur respectivement de l'épiderme, du phloème, du xylème et de la moelle. L'épiderme est la couche externe et est recouvert d'une fine cuticule. Les cires et la cuticule de l'épiderme recouvrent la tige Malva et protègent la plante. Le phloème, ou liber, transporte la sève élaborée, une solution de substances organiques riche en glucides des feuilles, vers les autres organes.

Le phloème est constitué principalement de fibres celluloses, de tubes criblés et de parenchyme cellulosique. Les fibres se trouvent dans de nombreux groupes et ressemblent à celles du péricycle. Le cambium est composé d'une ou plusieurs rangées de cellules méristématiques.

Le xylème est beaucoup plus large [101, 113, 114]. Le xylème transporte la sève brute, un liquide composé d'eau et de sels minéraux absorbés par les racines au niveau de la zone pilifère, vers les feuilles où se déroule la photosynthèse. La moelle -parenchyme médullaire- de cellules arrondies situées au centre de la tige, accompagnées de méats.

Les fibres de Malva se trouvent principalement dans le cortex, juste sous l'épiderme, entourant les faisceaux vasculaires.

✓ Analyse de feuille de *Typha angustifolia*

L'étude histologique de *Typha angustifolia*, communément appelée massette, révèle des adaptations structurales fascinantes, notamment dans ses feuilles. Les faisceaux vasculaires, comprenant le phloème et le xylème, sont dispersés dans le mésophylle au lieu d'être superposés comme dans la tige [Figure III.2](#). Cette disposition favorise une distribution efficace des nutriments et de l'eau. L'épiderme, quant à lui, est très mince et présente une cuticule réduite, permettant l'absorption directe des gaz et des nutriments de l'eau environnante [115].

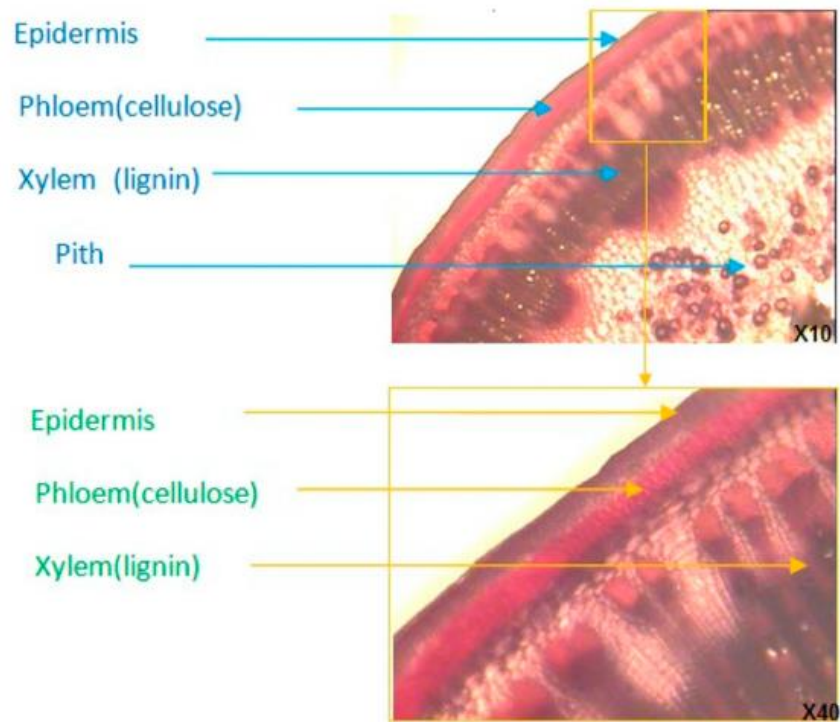


Figure III.1 Coupe transversale de la tige de la plante *Malva sylvestris* L..

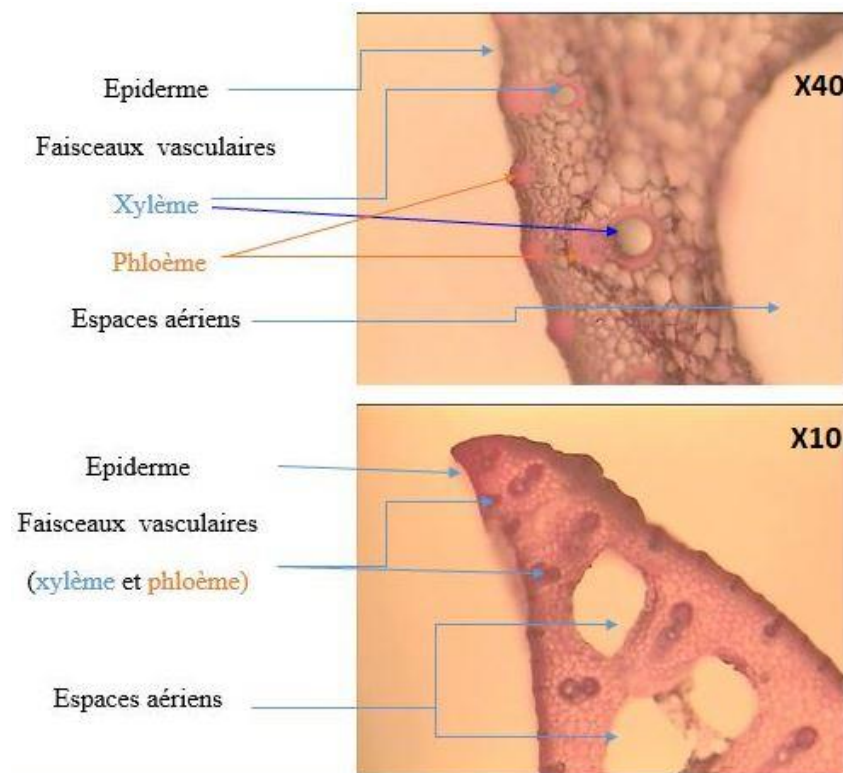


Figure III.2 Coupe transversale de la feuille de la plante *Typha angustifolia*.

Le xylème, bien que réduit, forme des lacunes qui ressemblent à des chambres d'air, contribuant à la flottabilité et à la respiration de la plante. Le phloème est relativement bien développé, facilitant le transport des sucres [116]. De plus, des chambres aériennes importantes se trouvent dans les feuilles et les tiges, permettant un échange gazeux optimal et le stockage du dioxyde de carbone pour la photosynthèse.

III.3. Caractérisation physique des fibres

III.3.1. Mesure de la densité

Le facteur majeur qui distingue les fibres naturelles des fibres conventionnelles est leur faible densité. Cette dernière est plus appropriée pour des applications légères. Dans cette étude, la fibre **MS** a montré une densité de $1,12 \pm 0,05 \text{ g/cm}^3$. En revanche, la densité de la fibre **TA** est de $1,32 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$.

Les densités des fibres **MS** et **TA** sont relativement proches de celles de plusieurs autres fibres naturelles, telles que *Hyphaene thebaica* L [8], *Dichrostachys cinerea* [117], *Arundo donax* L. [118], *Acacia arabica*, [119], *Cissus quadrangularis* [120], *Cyperus pangorei* [121], *Hierochloe odorata* [122], *Juncus effusus* L. [123]. et *Silybum marianum* [83].

III.3.2. Diffractomètre RX

L'indice de cristallinité (**IC**) des fibres cellulosiques est un paramètre crucial, car il influence considérablement les propriétés mécaniques. Sur la base de la méthode d'intensité (méthode empirique de Segal, (Equation (II.1)), un protocole d'ajustement gaussien a été utilisé pour déterminer les positions et intensités des pics, comme illustré dans la Figure III.3. L'indice de cristallinité de la fibre **MS** ($2\Theta = 21,89^\circ$, correspondant au plan cristallographique I_{002} de la cellulose I, et $2\Theta = 16,45^\circ$, correspondant à la fraction amorphe), est de 55,12 %. Tandis que l'indice de cristallinité de la fibre **TA**, qui présente également les mêmes valeurs de diffraction, était de 49 %.

En comparant ces résultats avec ceux d'autres fibres cellulosiques, ces résultats sont assez proches de celle de *Acacia arabica* (51,72 %) étudiée par Manimaran, et al. [119]. Et sont supérieures à celle rapportée pour *Juncus effusus* (33,4 %) présentée par Maache, et al. [123], ainsi à *Eleusine indica* (45 %) exploitée par Khan, et al. [124], ainsi à *Ficus religiosa* (42,92 %) étudiée par Moshi, et al. [125], aussi supérieure à *Prosopis juliflora* (46 %) présentée par Saravanakumar, et al. [126], ainsi à *Ipomoea staphylina* (43,96 %) exploitée par Santhanam, et al. [127], et enfin supérieure aussi à *Lygeum spartum* (46,19 %) rapportée par Belouadah, et al. [81].

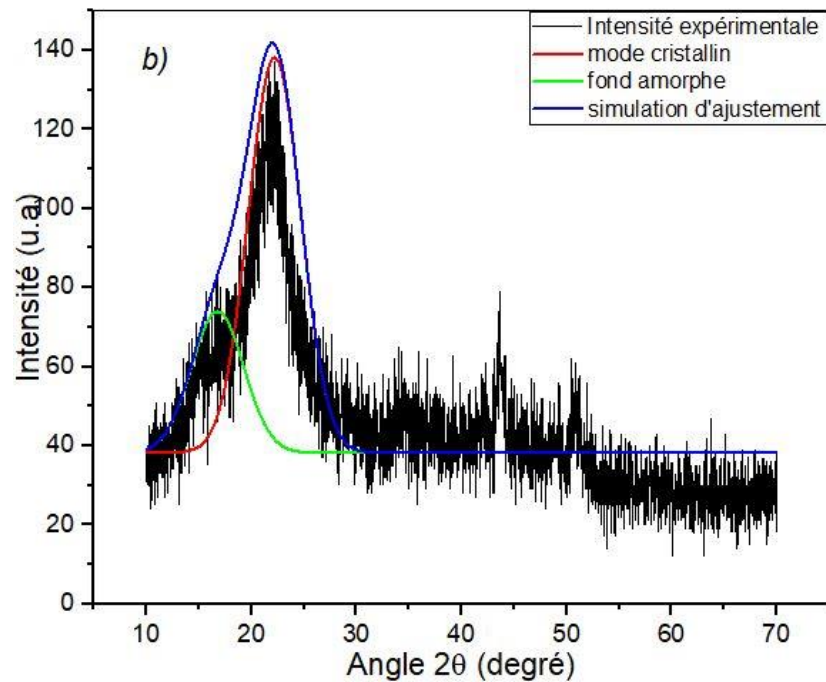
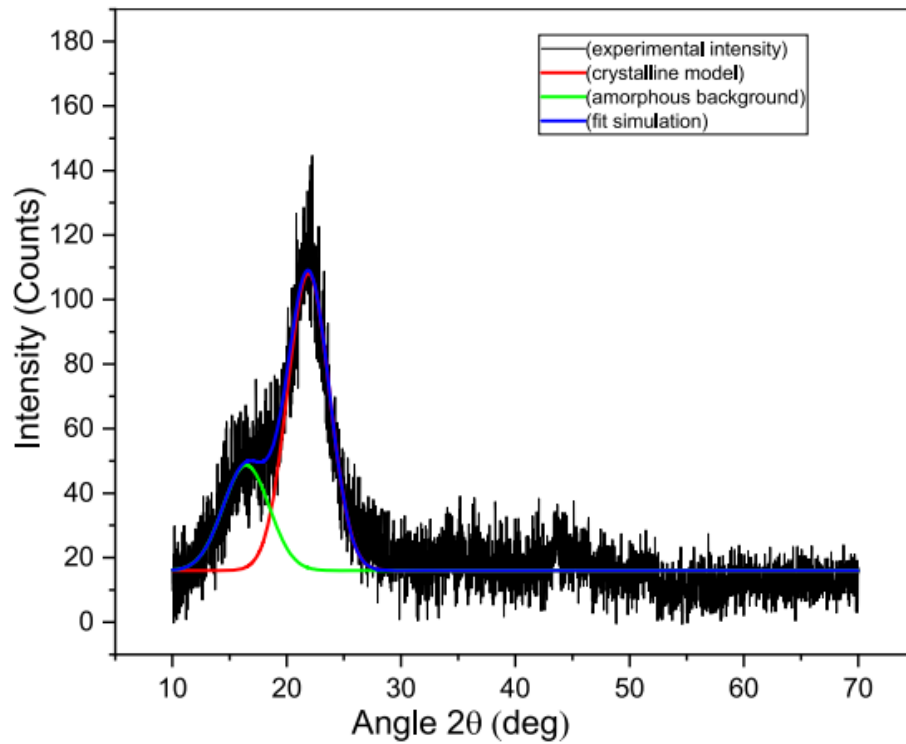


Figure III.3 Diffraction des rayons X des fibres : a) MS et b) TA.

III.4. Analyse thermochimique

III.4.1. Analyse ATR-FTIR

Les informations de configuration des groupes fonctionnels de la fibre **MS** et celles de la fibre **TA** obtenues par analyse ATR-FTIR sont présentées par la [Figure III.4](#). Par conséquent, ces analyses montrent que les bandes spectrales infrarouges partagent une bande de transmittance commune avec la majorité des fibres ligno-cellulosiques étudiées. La région de $3600-3000\text{ cm}^{-1}$ est associée à l'étirement O-H (groupe hydroxyle) lié à l'hydrogène dans la structure de la cellulose, présente dans les deux fibres [8, 128]. Les pics à 2912 cm^{-1} et 2873 cm^{-1} représentent l'étirement C-H des groupes CH et CH₂, principalement dans la fibre **MS**, tandis que le pic à 2909 cm^{-1} et 2847 cm^{-1} pourrait correspondre à des groupes fonctionnels spécifiques dans la fibre **TA** [82]. Les pics à 1733 cm^{-1} et 1725 cm^{-1} indiquent l'étirement des groupes carbonyles (C=O) présents dans l'hémicellulose et la lignine, avec la première valeur pour **MS** et la seconde pour **TA** [81, 126, 129]. Les pics à 1625 cm^{-1} et 1605 cm^{-1} sont attribués à l'étirement C=C des groupes alcènes, présents dans les deux types de fibres [124, 130]. Le pic à 1507 cm^{-1} et 1507 est lié à l'étirement (C=C) du cycle aromatique de la lignine, apparaissant dans les deux fibres [126, 131, 132]. Les pics à 1421 cm^{-1} et 1415 cm^{-1} concernent la flexion des groupes CH₃ et CH₂, montrant de légères différences entre les deux [81, 123]. Les pics à 1237 cm^{-1} et 1226 cm^{-1} correspondent à l'étirement C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose, avec la première valeur pour la fibre **MS** et la seconde pour la fibre **TA** [133]. Enfin, les pics à 1021 cm^{-1} et 1022 cm^{-1} sont associés à l'étirement (C-O-C) des alcools primaires dans la cellulose et l'hémicellulose [81]., tandis que les pics à 896 cm^{-1} et 894 cm^{-1} indiquent les liaisons β-glycosidiques issues de la cellulose et de l'hémicellulose, avec la première valeur pour la fibre **MS** et la seconde pour la fibre **TA** [8, 134].

En conclusion, l'analyse des spectres infrarouges révèle que les fibres **MS** et **TA** contiennent des composants principaux tels que l'hémicellulose, la cellulose et la lignine, reflétant ainsi la diversité chimique de ces fibres. Le [Tableau III.1](#) résume les zones clés détectées dans les spectres ATR-FTIR des fibres **MS** et **TA** les groupes fonctionnels qui leur sont attribués..

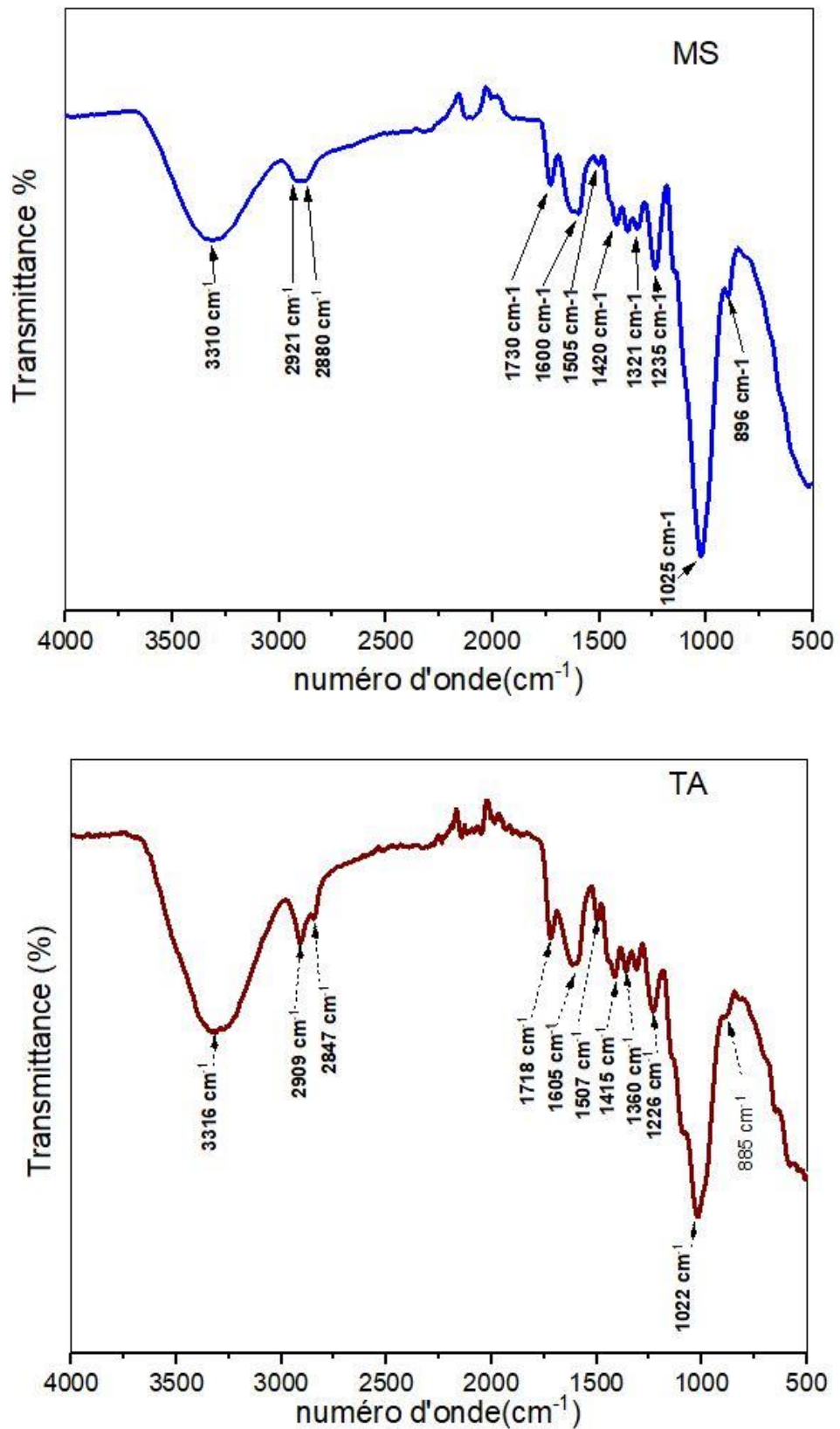


Figure III.4 ATR-FTIR de fibres MS et TA

Tableau III-1 Bandes ATR-FTIR observées pour les fibres MS et TA.

Position des bandes Cm^{-1}		Origine	Réf.
Fibre MS	Fibre TA		
3311	3316	(Hydroxyl group) stretching vibration from the cellulose structure	[8, 128]
2912-2873	2909-2847	C-H stretching vibration from CH and CH ₂ group respectively from cellulose and hemicellulose	[119]
1733	1718	the stretching vibration of the (C = O) carbonyl groups of hemicellulose, lignin and extractives	[81, 117]
1625	1605	C = C stretching of the α Alkenes groups of lignin	[130]
1507	1507	(C=C) stretching of aromatic ring of the lignin compound	[131, 132]
1421	1415	CH ₃ and CH ₂ group symmetric bending from cellulose	[81, 123]
1321	1360	C-H and C-O of the aromatic ring groups in the polysaccharides	[118]
1237	1226	C-O-C stretching vibration for cellulose and hemicellulose	[133]
1021	1022	(C-O-C stretching of primary alcohol in cellulose and hemicelluloses)	[81]
896	885	(C-O) groups which are related to the β -glycosidic linkages	[109, 134]

III.5. Analyse ATG

L'analyse thermique est illustrée par la [Figure III.5](#), qui présente les courbes thermogravimétriques ainsi que leur première dérivée (DTG) pour les deux fibres **MS** et **TA**. D'après ces courbes, la décomposition thermique se compose de trois étapes de perte de poids. La première étape correspond à la perte d'humidité absorbée par les fibres **MS** et **TA**, observable entre 27 °C et 110 °C pour la fibre **MS** et entre 27 °C et 120 °C pour la fibre **TA** [8]. La perte de poids à ces températures s'élève à 6,33 % pour la fibre **MS** et à 4,8 % pour la fibre **TA**.

Ces résultats sont en accord avec ceux reportés dans d'autres études, telles que celles de [Laifa, et al. \[83\]](#) et [Makri, et al. \[85\]](#)

La deuxième étape de perte de poids s'étend de 225 °C à 355 °C pour la fibre **MS** et de 235 °C à 335 °C pour la fibre **TA**. Cette étape est liée à la décomposition thermique des substances cellulose, en particulier à la dépolymérisation de l'hémicellulose et de la cellulose. Reddy, et al. [135] ont indiqué qu'une dégradation thermique d'une petite fraction de lignine se produit également à ce stade. Ce phénomène de dépolymérisation est observée par [Moussaoui, et al. \[82\]](#) [Maache, et al. \[123\]](#) et [Fiore, et al. \[118\]](#).

Le changement de forme de la courbe DTG aux points de température de 298 °C pour la fibre **MS** et de 302 °C pour la fibre **TA**. Cela semble être attribué à la décomposition de (i) des

composants principaux de l'hémicellulose et (ii) les liaisons glycosidiques présentes dans la cellulose. La perte de poids à ces températures a été d'environ 33 % pour la fibre **MS** et d'environ 28,5 % pour la fibre **TA**. Il est à noter que ces résultats sont similaires à ceux observés dans l'étude de [Moussaoui, et al. \[82\]](#) qui caractérise la fibre *Inula viscosa*.

Il est important de noter la présence de pics significatifs à 311 °C pour la fibre **MS** et à 317 °C pour la fibre **TA**, correspondant au taux de dégradation maximal de la cellulose, avec une perte de poids d'environ 64 % pour la fibre **MS** et 46,5 % pour la fibre **TA**.

Une dépolymérisation possible de la lignine peut également se produire à ce stade [136]. Enfin, la décomposition thermique entre 355 °C–485 °C pour la fibre **MS** et entre 375 °C–475 °C pour la fibre **TA** caractérise la dégradation des matériaux non cellulosiques tels que la lignine et la pectine (troisième étape) [8, 137]. À ce stade, deux petits pics sont observés à 383 °C et 402 °C pour la fibre **MS**, et à 399 °C et 411 °C pour la fibre **TA**. Ces pics peuvent être liés à la dégradation thermique de la lignine et à la dégradation oxydative du résidu carbonisé [118, 126].

La perte de poids à 485 °C a été estimée à 83 % pour la fibre **MS** et la perte de poids à 475 °C a été estimée à 83 % pour la fibre **MS**. Au-delà de ce point, l'échantillon a été complètement calciné, et il n'y a plus de caractéristiques significatives à signaler. Plusieurs auteurs ont rapporté un comportement de dégradation thermique similaire à celui décrit ci-dessus lors de l'étude d'autres fibres naturelles [81].

En d'autres termes, l'étude du comportement de décomposition thermique peut donner une meilleure compréhension de la stabilité thermique des fibres naturelles pour leur utilisation ultérieure comme élément de renforcement, en particulier dans les composites à matrice thermoplastique [137].

Le tracé linéaire de $\ln[-\ln(1/y)]$ exprimé en fonction de $(1/T)$ est présenté par la [Figure III.6](#). La valeur de l'énergie d'activation a été obtenue à partir de la pente $(-E_a/R)$. Celle-ci a donné des énergies d'activation de 111,29 kJ/mol pour la fibre **MS** et 156,5 kJ/mol pour la fibre **TA**. Ce résultat est en accord avec ceux obtenus dans les études réalisées par [Belouadah, et al. \[81\]](#) et [Kouidri, et al. \[87\]](#).

En général, la plage d'énergie d'activation permettant de comprendre la décomposition des fibres pour les composites polymères par rapport aux valeurs précédemment rapportées est de 60 à 170 kJ.mol⁻¹ [138].

Le [Tableau III.2](#) résume les principales caractéristiques de dégradation thermique de la fibre **MS** et **TA**, qui sont comparées à d'autres fibres cellulosiques. L'étude de la décomposition

thermique des fibres **MS** et **AT** montrent qu'elle peut être utilisée comme armature dans les composites à matrice thermoplastique.

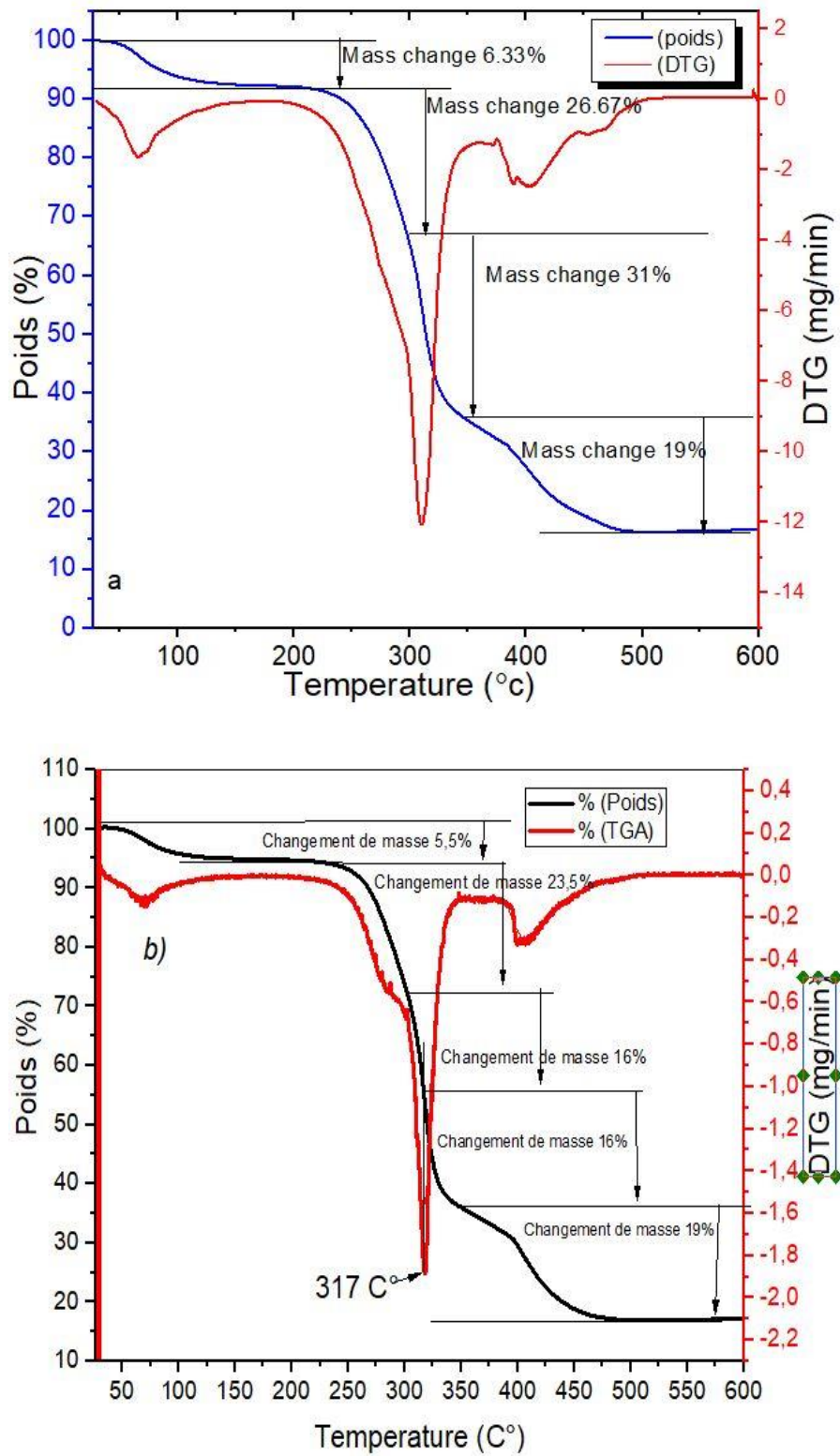


Figure III.5 Courbes thermogravimétrique : a) fibres **MS**, b) Fibres **TA**.

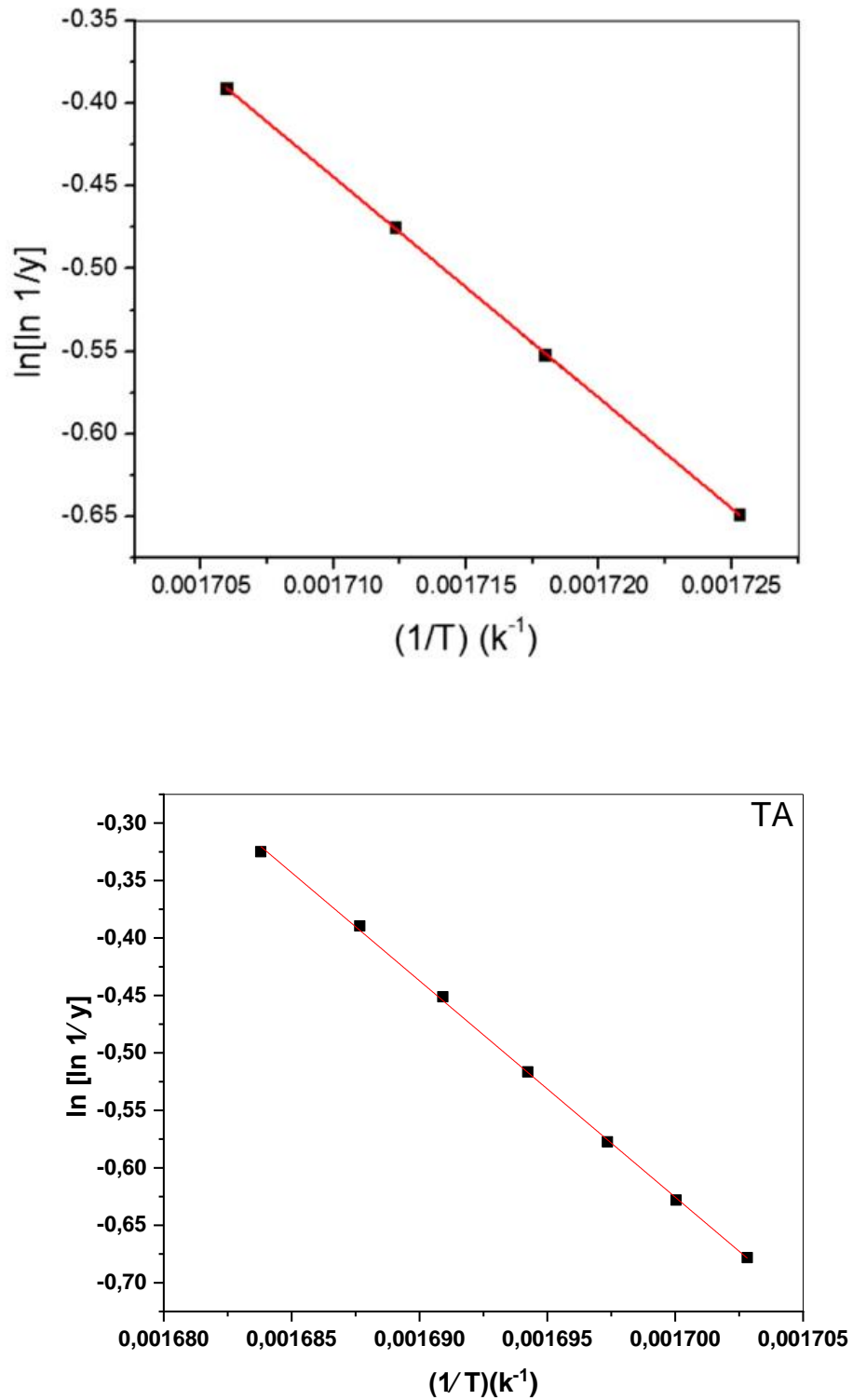


Figure III.6 Diagramme de Broido : a) fibre MS, b) fibre TA.

Tableau III-2 Paramètres d'analyse thermique de la fibre **MS** et **TA** en comparaison avec d'autres fibres naturelles.

Fibres	Stabilité thermique T_s (°C)	Maximum décomposition température T_d (°C)	E_a (kJ/mol)	Réf.
<i>Malva sylvestris L.</i>	225	311	111,29	Travail actuel
<i>Typha angustifolia</i>	235	317	156,5	
<i>Lygeum Spartum</i>	220	338,7	68,77	[81]
<i>Arundo Donax L</i>	275	320	-	[118]
<i>Calotropis gigantea</i>	282	316	69,85	[139]
<i>Cyperus pangorei</i>	221	324	-	[121]
<i>Prosopis juliflora bark</i>	217	331	76.7	[126]
<i>Juncus effuses L.</i>	220	360	-	[123]
<i>Coccinia grandis.L</i>	213.4	351.6	67.02	[129]
<i>dichrostachys cinerea</i>	226	359,3	99.82	[117]
<i>Kigelia africana</i>	212	340		[134]
<i>Hyphaene thebaica L.</i>	219	320	62,87	[8]

III.6. Caractérisation morphologique

La [Figure III.6](#) montre les morphologies de la fibre **MS**. Les sections transversales et longitudinales de la fibre étudiée ont été examinées. Comme on peut le voir sur la [Figure III.6 \(a\)](#), la fibre **MS** est principalement constituée de cellules de fibre (fibres élémentaires ou fibrilles) qui sont liées entre elles par de la pectine et d'autres composés non cellulosiques (lamelle médiane) pour former une structure de soutien mécanique [118]. Ces cellules de fibre sont clairement visibles lors de l'examen de la section transversale de la fibre **MS** ([Figure III.6 \(b\)](#)). Un espace vide, appelé lumen, est observé au centre de chaque fibre élémentaire. Ce lumen a une forme elliptique ou légèrement ovale ($b = 15 \mu\text{m}$ et $c = 4 \mu\text{m}$) et est responsable du transport de l'eau et des nutriments le long de la fibre [2]. L'épaisseur de la paroi cellulaire est d'environ $6 \mu\text{m}$.

La [Figure III.6](#) représente la morphologie de la fibre **TA** prise au microscope électronique à balayage (MEB). Selon la vue longitudinale ([Figure III.6 a](#)), les fibres présentent une surface lisse avec quelques impuretés, telles que des cires et des substances gommeuses. Cette structure contient

également des graisses, de la lignine, de la pectine et d'autres matériaux non celluloses [140]. Ces composants jouent un rôle clé dans la stabilité et la structure globale de la fibre tous en assurant la cohésion entre les fibrilles [141]. La surface présente également des crêtes longitudinales, caractéristiques de nombreuses fibres d'origine végétale, telles que la fibre de *Lygeum spartum* Belouadah, et al. [81] et d'*Agave americana L.* Bezazi, et al. [22].

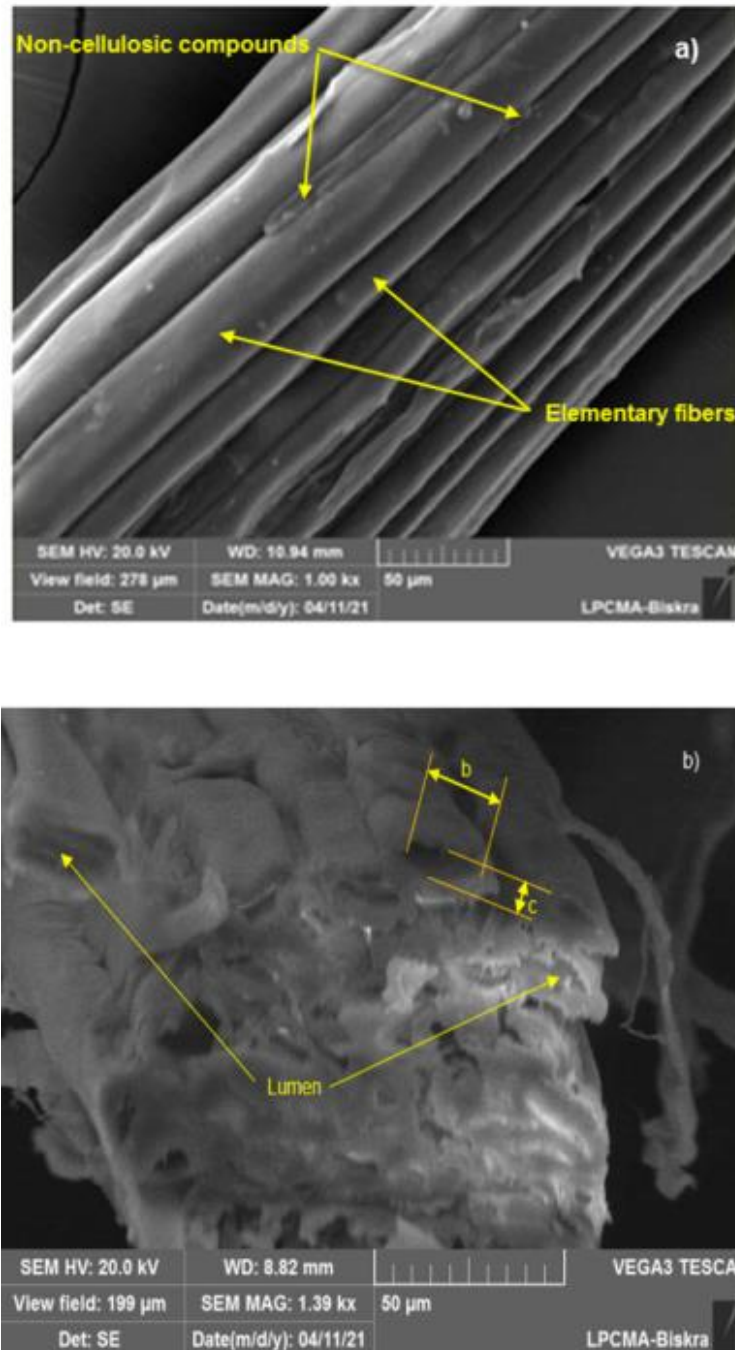


Figure III.7 Micrographies MEB de la fibre MS :

a) vue longitudinale, b) vue transversale.

La Figure III.6 b) illustre la section transversale de la fibre TA. En se basant sur cette figure, la fibre TA se compose de deux couches distinctes. La première, c'est la couche externe (épiderme), qui a un diamètre moyen de 38,5 μm et joue un rôle protecteur en formant une barrière contre les conditions environnementales, assurant ainsi la résistance de la fibre [142]. La deuxième couche, c'est la couche interne (probablement fibreuse), présente un diamètre moyen de 20,1 μm . Cette couche constitue l'élément central de la fibre élémentaire. Elle est utilisée dans diverses applications industrielles. Le rapport fibre/surface totale est estimé à 52 %, ce qui témoigne d'une proportion significative de fibres exploitables par rapport aux autres composants structurels[143]. Les cellules individuelles ont une forme elliptique, avec une distance intercellulaire moyenne de 0,70 μm , suggérant une répartition régulière.

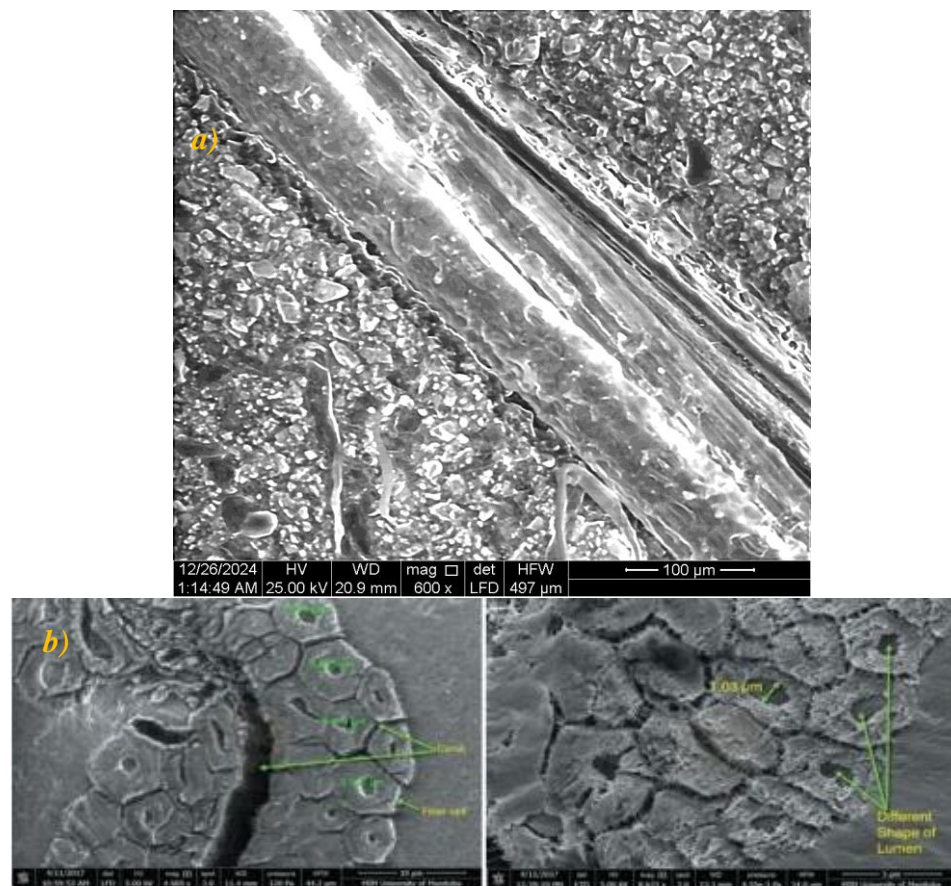


Figure III.8 Micrographies MEB de la fibre TA [142] :

a) vue longitudinale, b) vue transversale.

III.7. Caractéristiques mécaniques

III.7.1. Essai de traction sur une fibre

La réponse contrainte en déformation des deux fibres **MS** et **TA** sous chargement en traction statique est illustrée par la [Figure III.8](#). Cette figure met en évidence le comportement typique de ces deux fibres naturelles lorsqu'elles sont soumises à des forces de traction.

Pour la fibre **MS**, le lien entre la contrainte et la déformation est presque quasi-linéaire jusqu'au point de rupture, révélant ainsi un comportement à la fois élastique et fragile. De même, la fibre **TA** présente une relation linéaire jusqu'à sa rupture, ce qui indique le même comportement que celui de la fibre **MS**. En somme, ces deux fibres exhibent des caractéristiques similaires, marquées par une réponse élastique avant leur rupture.

Une évolution comparable du comportement contrainte-déformation a été observée dans d'autres études de la littérature, portant sur *Coccinia grandis L.*, *Juncus effusus L.* et *Arundo donax L.*, ce qui est en accord avec les résultats obtenus dans les travaux de [SenthamaraiKannan and Kathiresan \[129\]](#), [Maache, et al. \[123\]](#), ainsi que [Fiore, et al. \[118\]](#) respectivement.

Les tests de traction réalisés sur les fibres **MS** et **TA** ont permis d'obtenir des paramètres mécaniques clés, notamment la résistance à la traction, le module de Young et la déformation à la rupture. Les résultats moyens et les écarts-types sont les suivants : pour la fibre **MS**, la résistance à la traction est de $236,64 \pm 93,33$ MPa, le module de Young est de $26,07 \pm 5,14$ GPa et la déformation à la rupture est de $1,3 \pm 0,62$ %. Pour la fibre **TA**, les valeurs correspondantes sont de $306,61 \pm 100,6$ MPa pour la résistance à la traction, $19,76 \pm 3,55$ GPa pour le module de Young et $1,81 \pm 0,61$ % pour la déformation à la rupture.

Les écarts-types notables mettent en évidence une certaine variabilité de la qualité des fibres, influencée par des facteurs tels que l'emplacement, la période de récolte et les conditions des tests [144]. Ces propriétés mécaniques ont été comparées à celles d'autres fibres végétales rapportées dans la littérature, comme le résume le [Tableau III.3](#). Ce tableau montre que les deux fibres **MS** et **TA** présentent des caractéristiques appropriées pour des applications à faible coût.

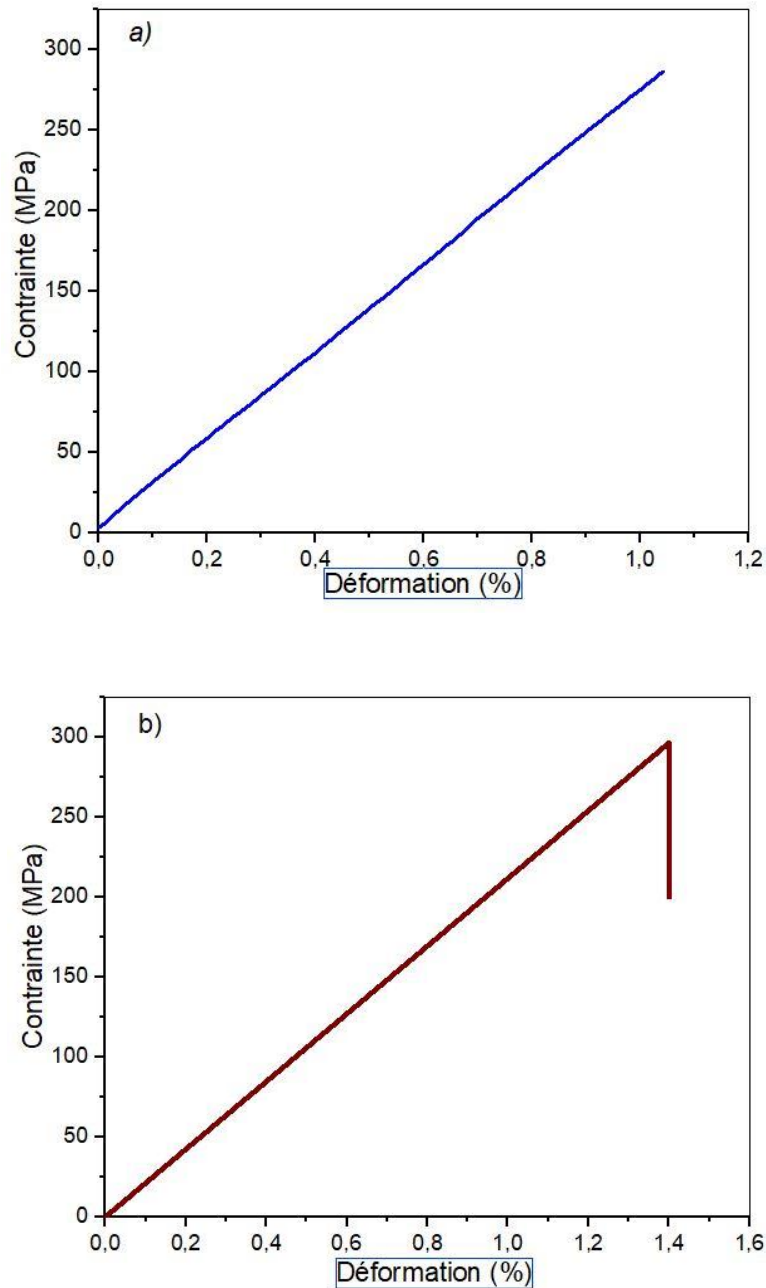


Figure III.9 Courbes typiques d'essai de traction pour : a) Fibre **MS** et b) Fibre **TA**.

La Figure III.9 illustre la relation entre la résistance à la traction et le module de Young en fonction du diamètre. Comme le montre ces figures, une augmentation du diamètre de la fibre s'accompagne d'une diminution tant de la résistance à la traction que du module de Young. Cette tendance a été documentée par plusieurs auteurs [8, 81, 145].

La diminution observée peut s'expliquer en partie par le fait que le calcul du diamètre de la fibre ne prend pas en compte la taille du lumen, dont la proportion augmente avec le diamètre [145].

De plus, la présence de composants polysaccharidiques non cellulosiques ou un nombre réduit de micro-fibrilles, souvent endommagées, peuvent également influencer cette relation [8, 81].

En outre, divers facteurs externes tels que le climat, l'âge ou la maturité des plantes, la qualité du sol et les conditions météorologiques ainsi que les procédures d'extraction et les paramètres de test peuvent introduire une variabilité significative entre les fibres [22, 127]. Par conséquent, il est essentiel d'adopter des approches statistiques rigoureuses pour évaluer avec précision les propriétés mécaniques moyennes.

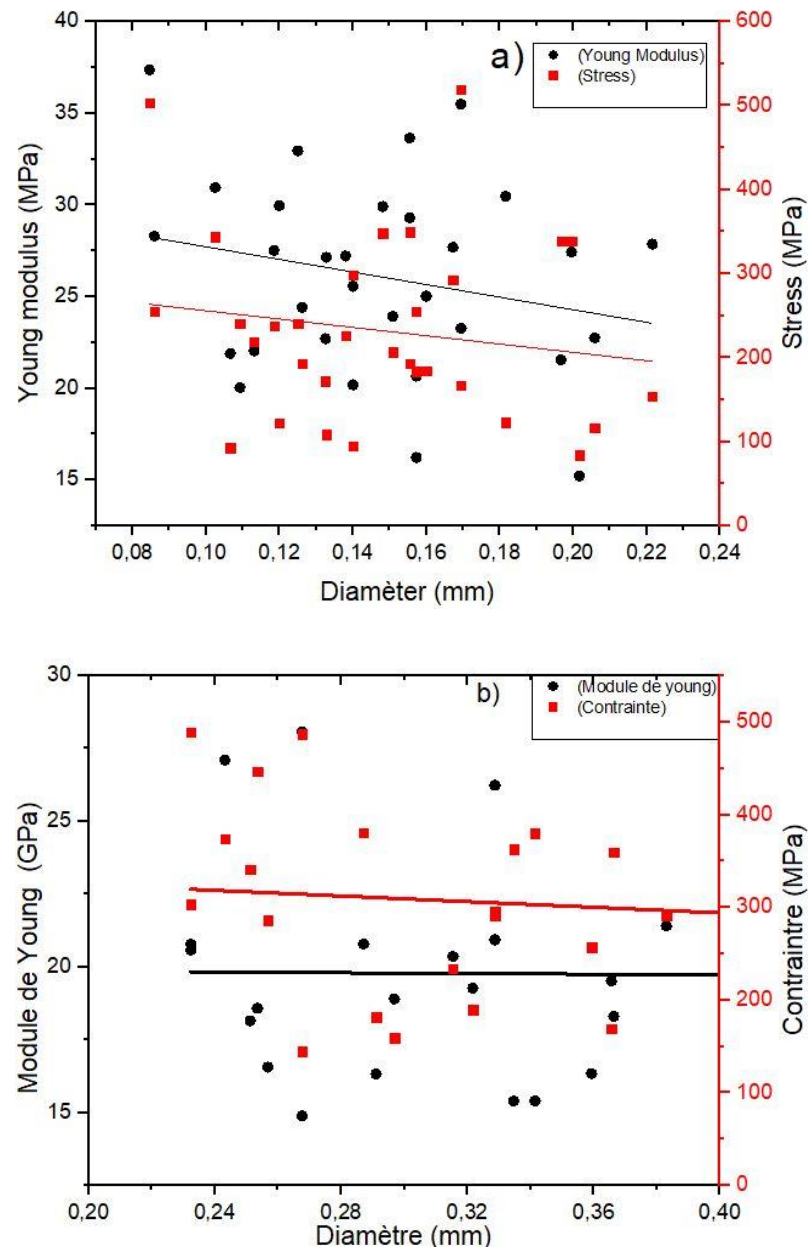


Figure III.10 Contrainte à la rupture et module de Young en fonction du diamètre de la fibre :

a) Fibre MS et b) Fibre TA.

Tableau III-3 Comparaison de la densité et des propriétés de traction des fibres **MS** et **TA** avec certaines fibres végétales.

Fibres	Densité (g/cm ³)	Diamètre moyen (µm)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Réf.
<i>Malva sylvestris L.</i>	1,12±0,05	149,03±73,11	236,64 ±113	26,07 ±8,6	1,3 ±0,6	Notre travail
<i>Typha angustifolia</i>	1,25±0,07	139,05±77,16	270,55 ±120	24,22 ±7,8	1,7 ±0,8	
<i>Juncus effusus L.</i>	1,139	280±56	113±36	4,38±1,37	2,75±0,6	[123]
<i>Lygeum spartum L.</i>	1,4997±0,003	180-433	64,63-280,03	4,47-13,27	1,49-3,74	[81]
<i>Arundo donax L</i>	1;168		248	9,4	3,24	[118]
<i>Cissus Quadrangularis</i>	1,22	—	4203 ± 1276	131 ± 37	4,78 ± 1, 24	[146]
<i>Ficus Religiosa</i>	1,246	25,63	433,32±44	5,42±2,6	8,74±1,8	[125]
<i>Hyphaene Thebaica L.</i>	1,19 ± 0,05	137,02-220,42	124,84-448,10	8,06-19,59	0,81 – 2,86	[8]
<i>Cyperus Pangorei</i>	1,102	133,1 ± 17	196 ± 56	11,6 ±2,61	1,69	[121]
<i>Coccinia grandis L.</i>	1,243±0,0226	27,33±0,3789	273±27,74	10,17±1,261	2,703±0,2736	[129]
<i>Hierochloe Odarata</i>	1,16±0,02	136,71±4,34	105,73±35,42	2,56±0,98	2,37±0,95	[122]
<i>Silybum Marianum</i>	1,098	222	201,16	15,97	1,593	[83]

III.8. Analyse statistique des résultats du test de traction

Il est largement reconnu que l'analyse des résultats des essais de traction sur des fibres lignocellulosiques individuelles peut être difficile en raison d'une variabilité significative. Par conséquent, il est essentiel d'adopter une approche statistique pour évaluer avec précision leurs propriétés mécaniques. Les données expérimentales obtenues lors de la caractérisation mécanique ont été évaluées statistiquement à l'aide d'une distribution de Weibull à deux paramètres, une méthode bien établie pour examiner les propriétés mécaniques et physiques des fibres lignocellulosiques [118].

Les [Figures III.10 et III.11](#) montrent les courbes logarithmiques de Weibull, dérivées des essais de traction de la fibre **MS** et de celui de la fibre **TA** successives. Pour déterminer le module de Weibull « *m* », on utilise une équation linéaire (estimation par les moindres carrés), où « *m* », représente la pente de la courbe des distributions. Comme indiqué, un bon degré de linéarité est observé (R^2 entre 0,9444 et 0,999). Dans le cas des fibres végétales, les valeurs typiques du module

de Weibull devraient se situer entre 1 et 6 [147]. On peut constater que les données des modules de Weibull, présentées dans le [Tableau III.4](#), se trouvent dans cette plage suggérée. Ce même tableau présente les paramètres de Weibull déterminés, notamment le module de Weibull m et la contrainte caractéristique σ_0 , qui sont comparés aux paramètres expérimentaux. Il est évident que les propriétés de traction prédites s'accordent bien avec les résultats expérimentaux. Par conséquent, la fonction de Weibull est capable de décrire efficacement la défaillance mécanique statistique des fibres ligno-cellulosiques, en particulier celles de notre étude. Les résultats de cette étude corroborent ceux des travaux antérieurs effectués par [Maache, et al.](#) [123] et [Bezazi, et al.](#) [22]

Tableau III-4 Caractéristiques mécaniques des fibres **MS** et **TA** obtenues par distribution de Weibull.

Fibres	Résistance à la traction (MPa)			Module de Young (GPa)			Déformation à la rupture (μm)		
	Weibull		Exp	Weibull		Exp	Weibull		Exp
	m	σ_0	σ	m	E_0	E	m	ε_0	ε
<i>Malva sylvestris</i>	3,02	267,57	236,64	5,94	28,12	26,07	2,4	1,41	1,3
<i>Typha angustifolia</i>	2,46	345,35	306,61	5,7	21,02	19,96	2,6	2,02	1,81

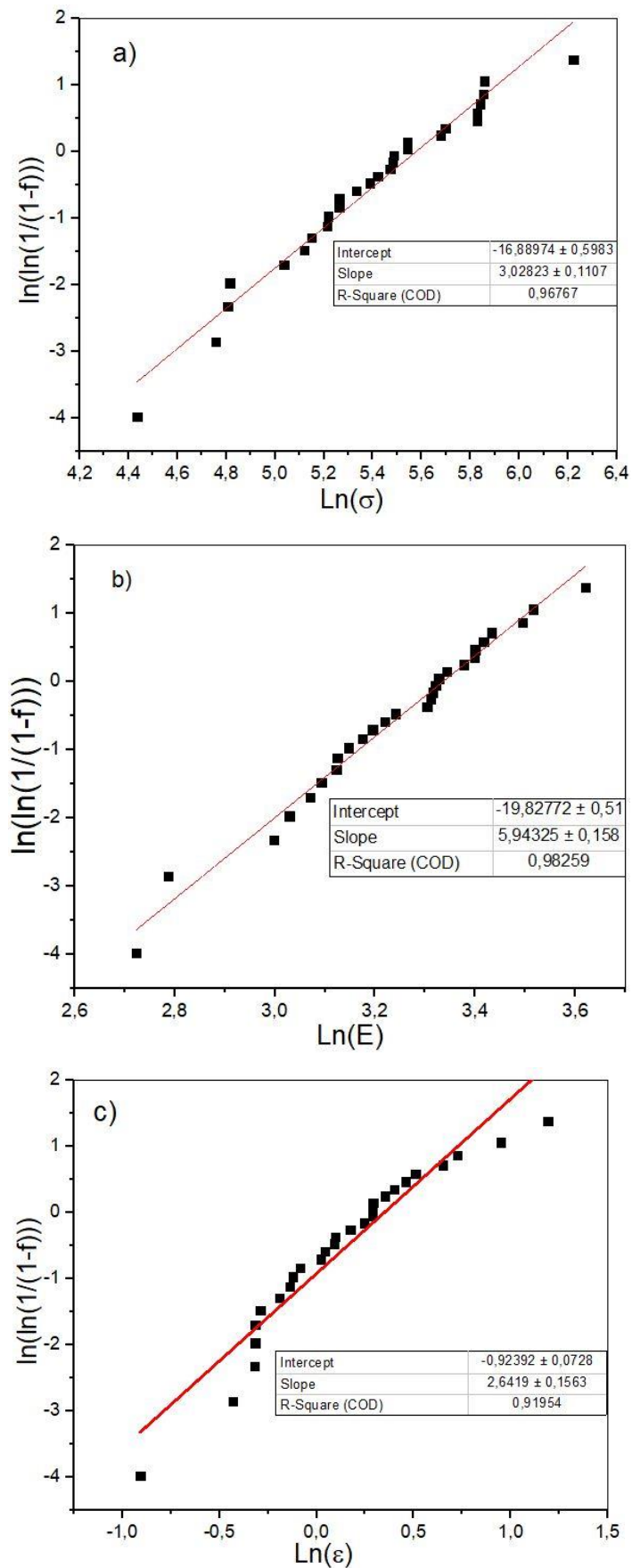


Figure III.11 Diagramme de Weibull de la défaillance mécanique de la fibre MS :
a) la résistance à la traction, *b)* le module de Young, et *c)* la déformation à la rupture.

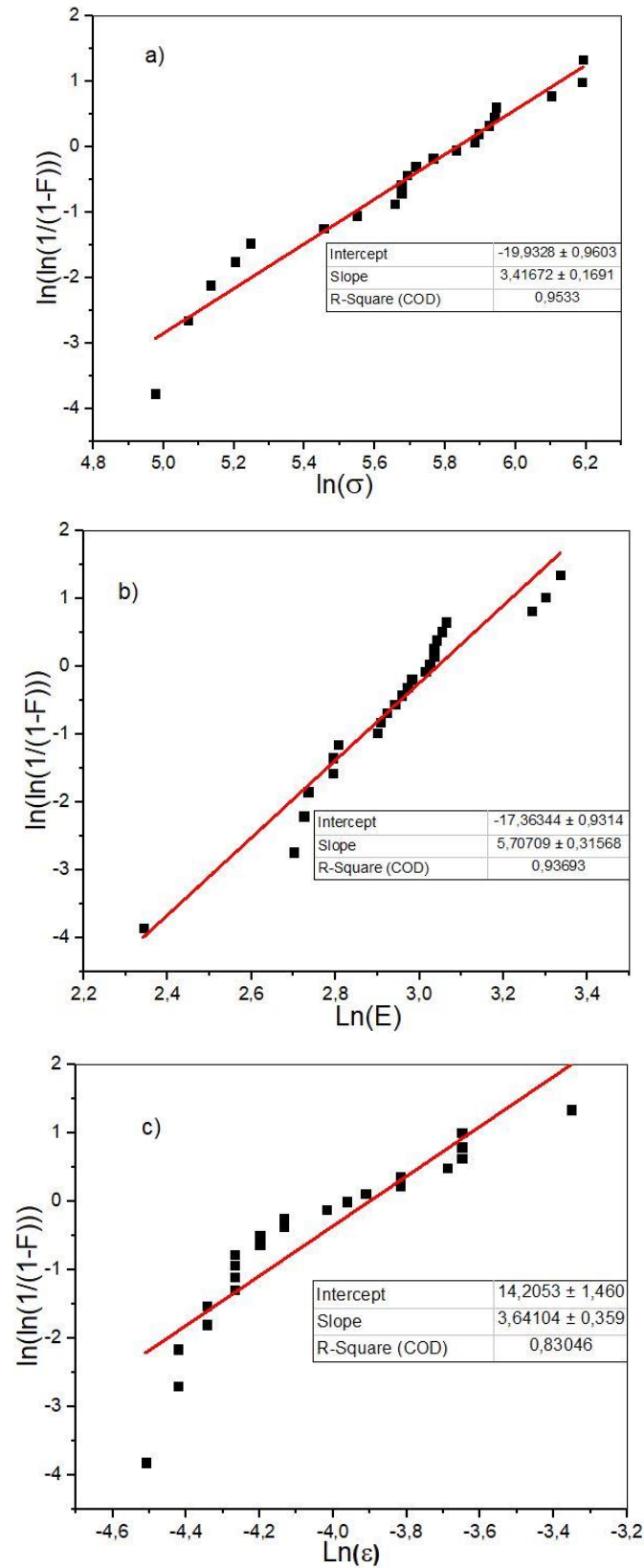


Figure III.12 Diagramme de Weibull de la défaillance mécanique de la fibre TA :
a) la résistance à la traction, *b)* le module de Young, et *c)* la déformation à la rupture.

III.9. Conclusion

Ce chapitre commence par l'analyse de l'anatomie des nouvelles fibres extraites de la plante *Malva sylvestris L.* Ces fibres ont ensuite été caractérisées pour évaluer leurs propriétés thermiques et physico-mécaniques à l'aide de diverses techniques, telles que : TGA, ATR-FTIR, DRX, MEB, tests de traction, ainsi que et l'étude statistique de Weibull. Un processus similaire a été appliqué à la fibre *Typha angustifolia*.

Les résultats expérimentaux ont confirmé l'efficacité de la fibre **MS** et de la fibre **TA** en tant que renfort pour matériaux composites. Dans ce cadre, ces deux types de fibres sont utilisés comme agents de renforcement de la résine polyester. Ce travail constitue l'objet principal du chapitre suivant.

Chapitre IV :

Résultats et discussions

Partie II

Caractérisations

- ❖ **Adhésion matricielle**
 - Polyester/*Malva sylvestris* L.
 - Polyester / *Typha angustifolia*

- ❖ **Composites**
 - Polyester/*Malva sylvestris* L.
 - Polyester / *Typha angustifolia*

Introduction

Ce chapitre est consacré principalement à la présentation des différents résultats obtenus pour le nouveau composite *Polyester/MS*, le composite *Polyester/TA*. Afin de mettre en évidence l'effet de l'ajout des fibres à la résine polyester, nous avons présenté également les résultats de la caractérisation de la résine polyester vierge.

Les résultats relatifs à la réactivité de la résine polyester sont d'abord présentés, suivis de ceux concernant l'évaluation de la qualité de l'interface fibre/polyester (IFSS : Interfacial Shear Strength). Ensuite, sont exposés les résultats des éprouvettes en résine vierge, avant d'aborder ceux des composites élaborés, incluant l'analyse ATR-FTIR, les essais de traction et de flexion trois points, ainsi que les observations en MEB.

Dans chaque cas étudié, les résultats expérimentaux sont comparés avec ceux présents dans la littérature.

IV.1. Tests de réactivité de la résine polyester

L'ajout d'un pourcentage réduit de *peroxyde de méthyle éthyl cétone* (MEKP) à la résine polyester déclenche une réaction exothermique, faisant passer la résine d'un état liquide visqueux à un état solide infusible, avec un stade intermédiaire de gélification. Selon la [Figure IV.1](#), la courbe de réactivité se divise en trois zones distinctes. La **Zone I** représente la phase d'induction, où il est essentiel de déterminer la fin de cette phase pour établir le temps de mise en œuvre et de moulage du matériau [112]. Pour cette résine, le point d'inflexion, ou point de gel, se situe à 50 minutes à température ambiante. Dans le cadre du moulage sous vide, cette phase est particulièrement importante, car elle permet d'éliminer les bulles d'air et d'assurer une répartition uniforme de la résine. La **Zone II** illustre la transition de la résine de l'état liquide à l'état vitreux. Cependant, il est essentiel d'éviter toute manipulation excessive de la résine durant cette phase, car cela pourrait perturber le durcissement et fragiliser le matériau. Enfin, la **Zone III** commence après avoir atteint la température maximale du *Pic-exothermique*, à 133,7 °C, signalant la fin de la réaction, après laquelle le démoulage peut être effectué. Il est important de noter que le test peut se poursuivre jusqu'à ce que la température revienne à l'ambiante.

Il est important de signaler que la température du *Pic exothermique* (133,7 °C) est largement inférieure à celle de la stabilité thermique de la fibre *Malva sylvestris L.* (235 °C) et de la fibre *Typha angustifolia* (225 °C). Cela favorise, de manière certaine, l'élaboration de nos composites **Polyester/MS** et **Polyester/TA**, sans aucun risque de détérioration ou de dégradation des fibres **MS** et **AT**.

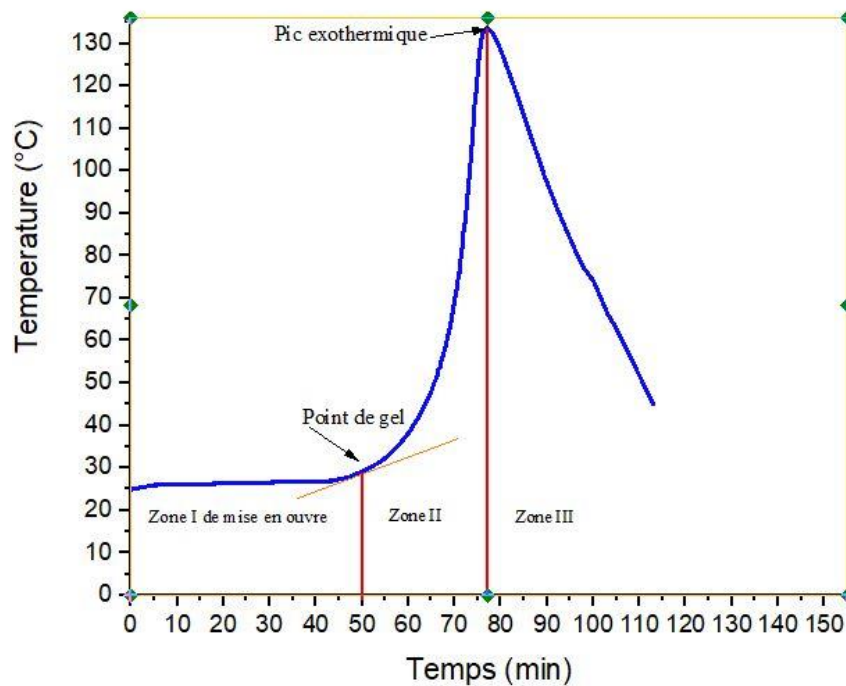


Figure 0.1 Courbe de réactivité de la résine polyester.

IV.2. Test micro-gouttelette

Ce travail a pour but l'évaluation de la force d'adhésion entre la résine polyester et la fibre MS, ainsi qu'entre la résine polyester et la fibre AT, en utilisant un test micro-gouttelette.

Les résultats des tests sur micro-gouttelette ont permis d'enregistrer les courbes force-déplacement pour chaque gouttelette testée. La Figure IV.2 représente une courbe force-déplacement typique. Il ressort clairement de cette figure que les deux types de fibres présentent un comportement similaire. On observe sur cette courbe que la force augmente de manière linéaire jusqu'à atteindre une valeur maximale, puis diminue en dessous d'un certain seuil, correspondant à la charge de frottement ou à la force d'adhésion initiale. Ce comportement a également été rapporté dans d'autres études, notamment par Makri, et al. [85], Kouidri, et al. [87] et Raouf KHALDOUNE and Rokbi [84]

La force maximale appliquée à la zone imprégnée de la fibre est suffisante pour estimer la force d'adhésion entre la fibre et la matrice, où la rupture interfaciale se produit entre la fibre et la gouttelette. Une certaine charge de frottement est maintenue (glissement) entre la matrice et la fibre pendant l'essai, ce qui entraîne le décollement le long de la fibre.

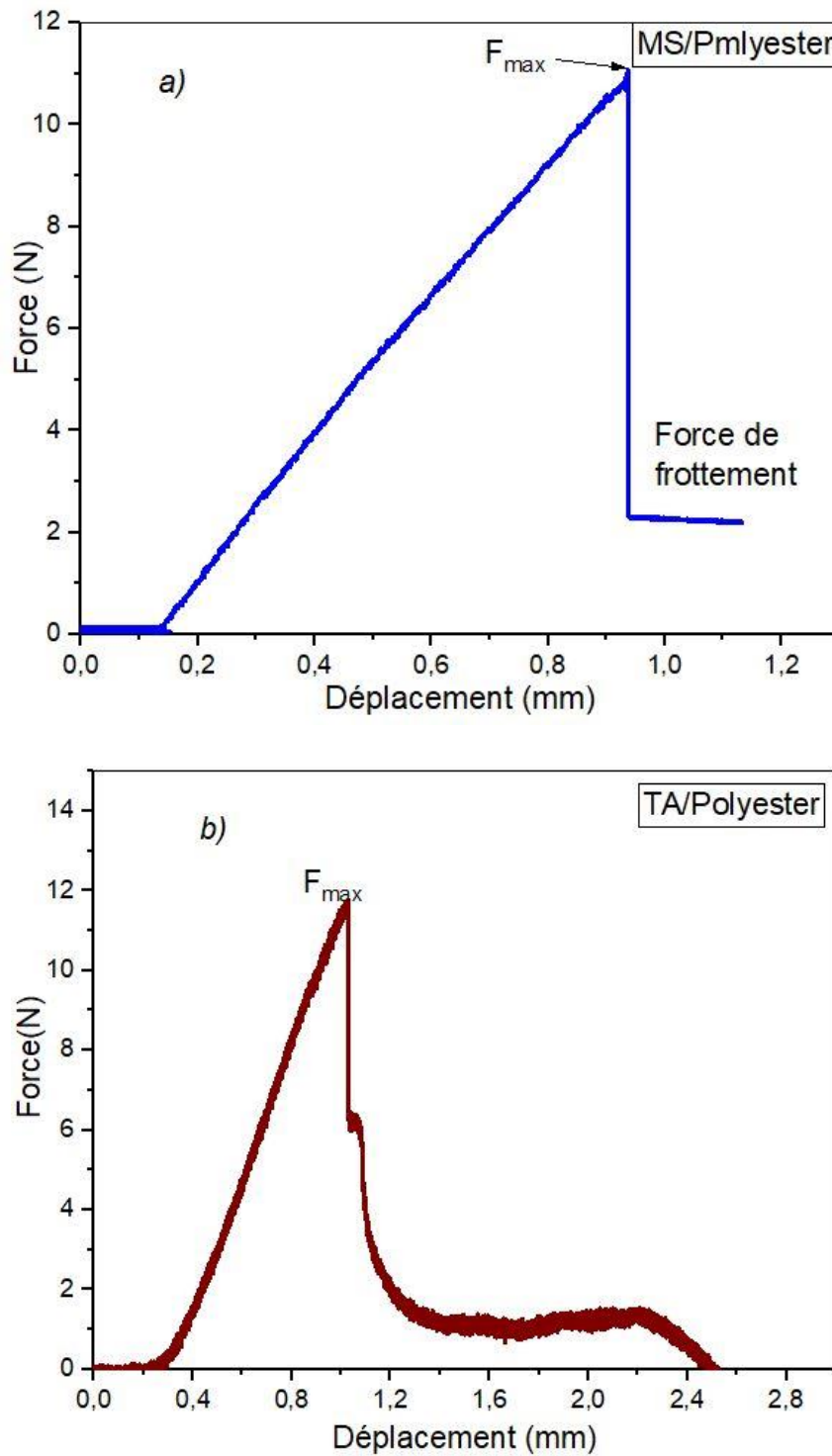


Figure 0.2 Diagramme de charge-déplacement typique d'un essai de microgoutte pour :

a) Polyester/MS et b) Polyester/TA.

La contrainte de cisaillement apparente (IFSS) a été déterminée à partir des résultats de ces tests, c'est-à-dire la valeur maximale de l'évolution de la courbe force-déplacement de chaque test (F_{max}), qui est intégrée dans l'Équation II.16.

Makri, et al. [85] ont montré que la contrainte d'adhésion entre la fibre et la matrice polyester est influencée par plusieurs facteurs :

- Taille des gouttelettes,
- Qualité de la surface de la fibre (rugosité, traitement)
- Surface de contact résine /fibre (dimensions),
- Propriétés de la résine.

Ces éléments déterminent la longueur de la résine immergée pour différents diamètres de fibres, ce qui affecte également la contrainte radiale.

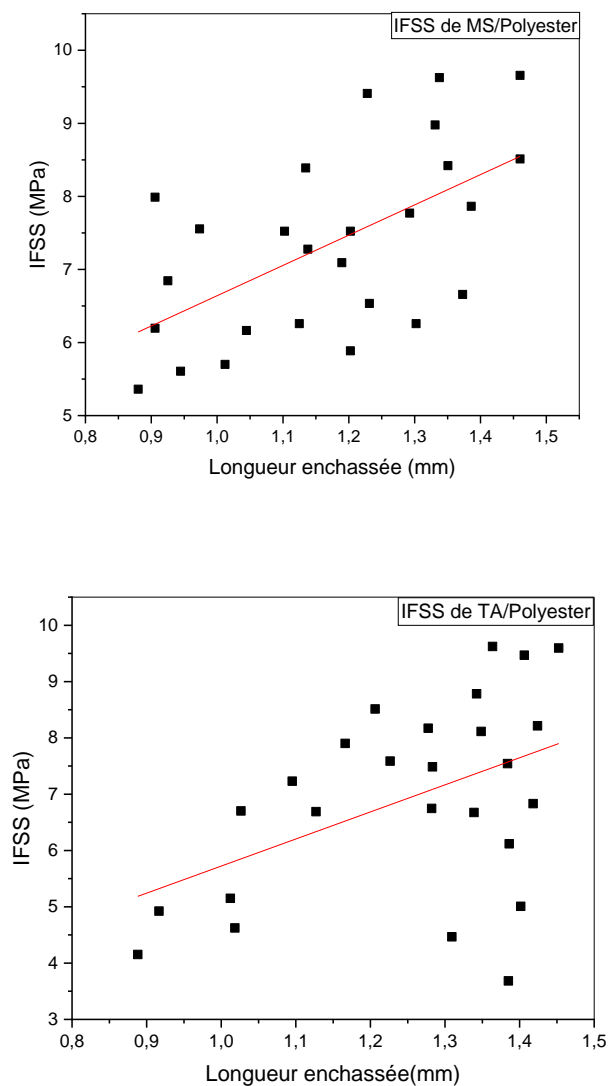


Figure 0.3 Contrainte d'adhésion fibre-matrice en fonction de longueur enchâssée pour **Polyester/MS** et **Polyester/TA**.

Il est essentiel de souligner que la contrainte interfaciale présente une variabilité significative. Cette variabilité est influencée par des facteurs tels que l'augmentation de la rugosité et de la surface des fibres, la longueur de la résine immergée (Figure IV.3), et les différents diamètres des fibres [87]. Ces éléments engendrent un effet de réticulation mécanique entre les fibres et la matrice polyester. La contrainte IFSS moyen pour la combinaison fibre-matrice polyester est de $7,56 \pm 2,39$ MPa pour **polyester/MS**, et elle est de $6,33 \pm 2,85$ MPa est de pour **polyester/TA**.

Le Tableau IV.1 illustre la comparaison des résultats de contrainte de cisaillement (IFSS) pour les fibres **MS** et **TA** par rapport à d'autres types de fibres.

Tableau 0-1 Comparaison des résultats de contrainte de cisaillement IFSS des fibres MS et TA avec d'autres fibres.

Résine/ Fibre	IFSS (MPa)	Réf.
Polyester/MS	$7,56 \pm 2,39$	Travail actuel
Polyester/TA	$6,33 \pm 2,85$	
<i>Abaca fiber/epoxy</i>	31.9	[148]
<i>King pineapple / polyester</i>	2.49	[149]
<i>Centaurea melitensis /epoxy</i>	$9,82 \pm 2,35$	[84]
<i>Inula viscosa / epoxy</i>	$2,87 \pm 0,69$	[82]
<i>Fibre Lin/polyester</i>	14.2 (± 0.4)	[150]
<i>Centaurea hyalolepis/epoxy</i>	14.24 ± 0.9712	[85]
<i>Flax/polyester</i>	18 ± 3	[151]
<i>Hemp fiber/ polypropylene</i>	15.4	[152]

IV.3. Caractérisation des composites

Effectivement, le comportement mécanique d'un composite est fortement influencé par divers facteurs essentiels : la nature de la matrice et des fibres, le contenu en fibres, ainsi que la qualité de l'adhésion entre les fibres et la matrice [153].

IV.4. Etude du comportement de résine polyester

L'étude du comportement de la résine vierge est essentielle, car elle constitue un élément de comparaison précieux avec la résine renforcée. Acosta, et al. [154] Amroune [26], Djebbloun [80] et Hallonet, et al. [155] ont mené des recherches approfondies sur ce sujet, mettant en lumière les différences significatives de propriétés mécaniques entre la résine vierge et les composites renforcés. Leurs travaux ont permis de démontrer que l'ajout de renforts améliore considérablement la rigidité, la résistance à la traction des matériaux, tout en soulignant

l'importance de bien comprendre le comportement de la résine vierge pour optimiser la conception des composites

IV.4.1. Analyse mécanique en traction de la résine polyester

Dans cette étude, des essais de traction ont été réalisés sur cinq éprouvettes de résine polyester sous forme d'haltères à une vitesse de 0,5 mm/min, conformément à la norme ISO 527, type B, afin de déterminer ses caractéristiques mécaniques fondamentales. La Figure IV.2 illustre la courbe de la contrainte en fonction de la déformation pour la résine polyester vierge soumise à un essai de traction. Cette courbe présente une phase initiale de déformation élastique parfaitement linéaire, suivie d'une rupture brutale, ce qui témoigne d'un comportement entièrement fragile du matériau. La transition entre la déformation élastique et la rupture est nette et sans signe de plasticité, ce qui signifie que la résine polyester ne présente qu'une déformation minimale avant la rupture. Un comportement similaire a été observé dans la littérature, notamment par Monteiro, et al. [156] Nouigues [157], et Belaadi [158].

Les résultats expérimentaux indiquent que La résine vierge présente une contrainte à la rupture de $26,35 \pm 2,45$ MPa, un module de Young de $2,39 \pm 0,43$ GPa, et une déformation à la rupture de $1,1 \pm 0,02$ %. Ces caractéristiques mécaniques confirment le caractère fragile du matériau, qui, bien qu'il affiche une résistance relativement élevée sous contrainte, montre une capacité d'allongement extrêmement limitée avant de se rompre de manière brutale.

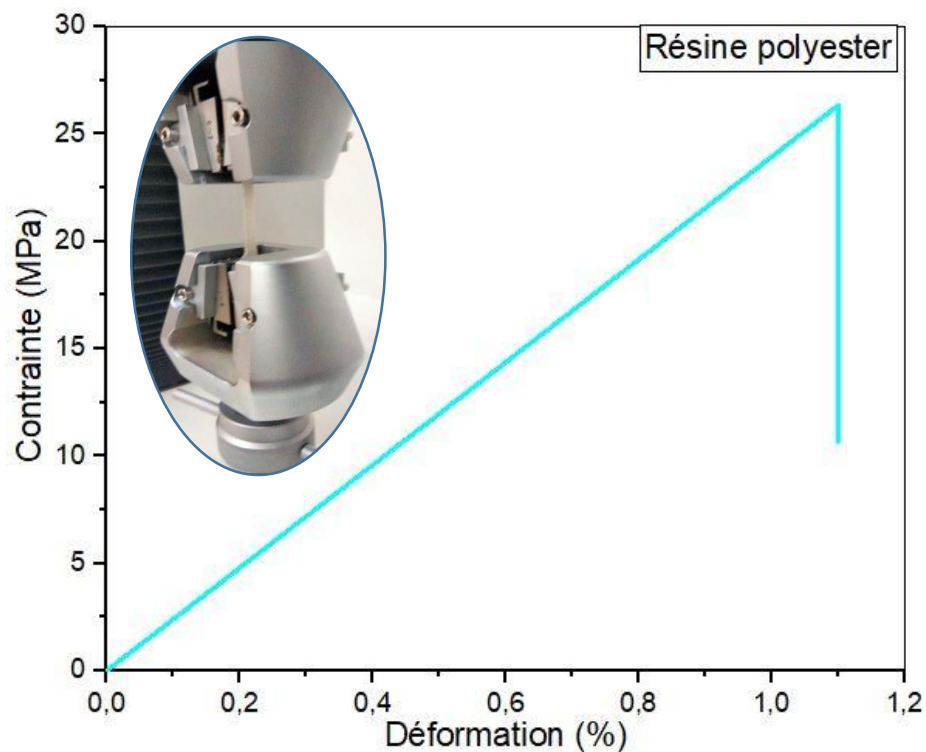


Figure 0.4 Courbes types (σ , ϵ) en traction de résine polyester.

IV.4.2. Caractérisation mécanique en flexion trois point de la résine polyester

La caractérisation mécanique en flexion trois points de la résine vierge est essentielle pour évaluer ses performances dans diverses applications. Des essais de flexion trois points ont été réalisés sur cinq éprouvettes de résine polyester à une vitesse de 0.5 mm/min, conformément à la norme ASTM D790, afin de déterminer ses propriétés mécaniques. Le module de flexion a été calculé dans la zone linéaire, conformément à la même norme.

La courbe présentée par la [Figure IV.5](#) montre l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors de l'essai de flexion trois points sur la résine polyester. A travers cette figure, l'évolution de résine polyester en flexion se caractérise par une phase élastique linéaire suivie d'une rupture brutale. Dans la phase élastique, la contrainte augmente de manière linéaire avec la déformation, ce qui indique que le matériau présente un comportement rigide et fragile. Dès que la contrainte dépasse un certain seuil, la résine subit une rupture soudaine, confirmant ainsi son caractère fragile, comme l'ont montré [Acosta, et al. \[154\]](#), [Amroune \[26\]](#) et [Belaadi \[158\]](#)

Les essais de flexion trois points ont permis de déterminer les principaux paramètres mécaniques : la contrainte à la flexion, le module d'élasticité à la flexion et la déformation à la rupture, qui s'élèvent respectivement à $65,28 \pm 4,3$ MPa, $3,89 \pm 0,52$ GPa et $1,49 \pm 0,31$ %.

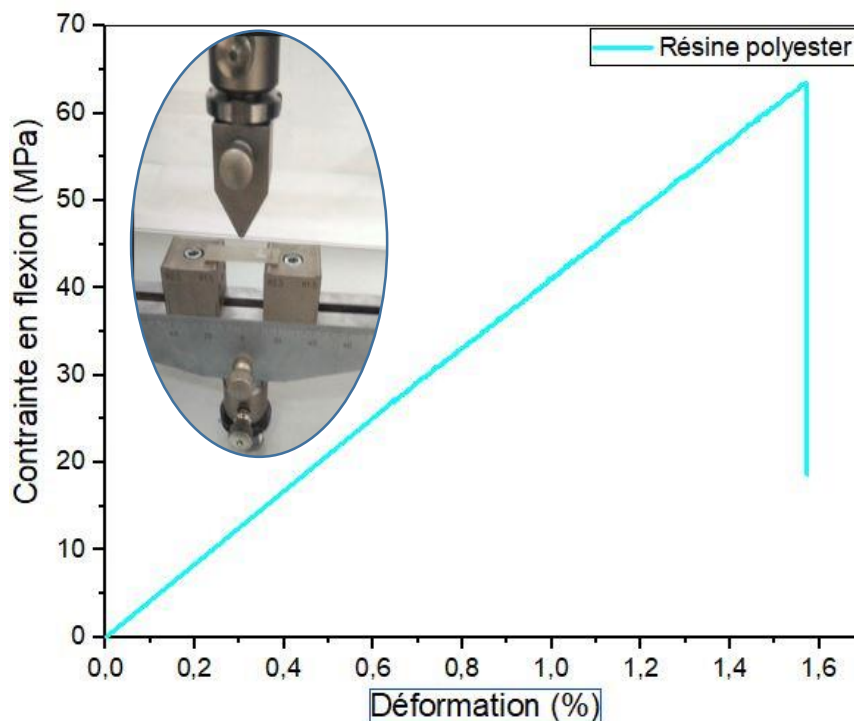


Figure 0.5 Courbes types en flexion trois points de résine polyester vierge.

Bien que la résine polyester présente une rigidité modérée, elle se caractérise par une faible ténacité et est sensible aux ruptures fragiles sous flexion. Ce comportement met en évidence la nécessité d'ajouter un renfort à cette résine afin de produire un nouveau matériau ayant des performances mécaniques améliorées.

IV.5. ATR-FTIR des matériaux composites

La Figure IV.6 présente les résultats obtenus à partir de l'analyse ATR-FTIR de la résine polyester vierge et des composites (**Polyester/MS** et **Polyester/TA**). Cette courbe révèle plusieurs pics caractéristiques indiquant les interactions chimiques entre les composants. Les principaux pics observés sont les suivants :

Pic à 3400 cm^{-1} : Ce pic est plus prononcé dans les spectres de la résine polyester vierge que dans ceux des composites. Il est associé aux vibrations d'étirement des groupes hydroxyles ($-\text{OH}$). L'augmentation de l'intensité et de la largeur de ce pic dans le spectre de ce pic dans les composites reflète la présence accrue de groupes hydroxyles, résultant des interactions entre les fibres végétales et la matrice de polyester. Les fibres végétales, contenant des groupes hydroxyles ($-\text{OH}$) en raison de la présence de cellulose et d'hémicellulose, renforcent cette signalisation dans les composites par rapport au polyester vierge. Des constatations similaires ont été rapportées par [Chin, et al.](#) [159] lors de l'étude du polyester renforcé par des fibres de bambou.

Pic à 2922 cm^{-1} et 2852 cm^{-1} : Ces pics correspondent aux vibrations d'étirement des groupes C-H des chaînes aliphatiques. L'intensité de ces pics est plus élevée dans les composites que dans la résine polyester vierge. Cette augmentation de l'intensité peut être due à un plus grand nombre de liaisons C-H dans le système composite, ainsi qu'à la formation d'un plus grand nombre de liaisons ester résultant de la réaction entre les groupes $-\text{OH}$ des fibres de (**MS** et **TA**) et les groupes $-\text{COOH}$ de la résine polyester. Des résultats similaires ont été observés par [Hossain](#) [160] dans son étude sur le polyester renforcé par des fibres de jute.

Pic à 1731 cm^{-1} : Ce pic est lié aux vibrations d'étirement du groupe carbonyle ($\text{C}=\text{O}$) dans le polyester. On observe une augmentation de l'intensité de ce pic dans les composites. L'intensification de ce pic est attribuée aux interactions chimiques entre les groupes $\text{C}=\text{O}$ du polyester et les groupes hydroxyles ($-\text{OH}$) des fibres **MS** et **TA** [161].

Pic à 1265 cm^{-1} et 1120 cm^{-1} : Ces pics correspondent aux vibrations d'étirement des liaisons C-O dans le polyester. Leur intensité plus marquée dans les composites suggère que les fibres végétales favorisent une interaction renforcée avec la résine, notamment au niveau des liaisons C-O. Ce phénomène peut améliorer l'adhésion entre les composants du composite [160].

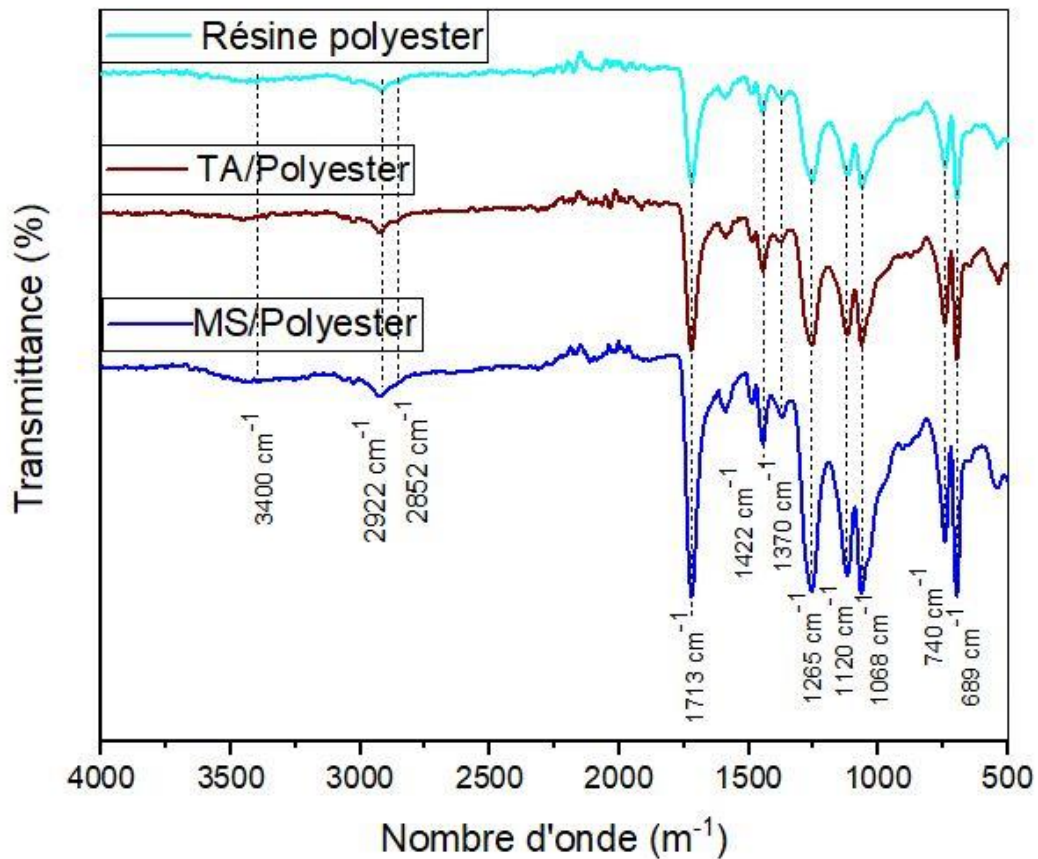


Figure 0.6 L'analyse ATR-FTIR de la résine vierge, et des composites **Polyester/MS** et **Polyester/TA**.

Interactions chimiques entre fibre/matrice : Les fibres végétales possèdent des groupes chimiques actifs comme les $-OH$ et $-COOH$, qui réagissent avec les groupes $C=O$ et $C-H$ du polyester. Cela entraîne une augmentation de l'intensité de certains pics dans les composites par rapport au polyester vierge.

Effet physique des fibres : Les fibres végétales influencent la distribution de la matrice polyester, ce qui peut conduire à un meilleur alignement des chaînes polymériques ou à une modification de la structure du réseau, augmentant ainsi l'intensité de certains pics. Amélioration de la cohésion fibre-matrice : L'interaction entre les fibres et la matrice peut favoriser une meilleure cohésion dans le composite, ce qui conduit à une intensification de certains pics FTIR associés à des groupes chimiques spécifiques, comme les groupes $C-O$ et $C-H$.

Présence des fibres végétales : L'ajout de fibres végétales dans le composite modifie la composition chimique de la matrice, ce qui entraîne des changements dans le spectre ATR-FTIR. Cela se traduit par une intensification des pics liés à des groupes chimiques présents dans les fibres végétales et leurs interactions avec le polyester.

IV.6. Etude du comportement mécanique des composites

IV.6.1. Essai de traction sur composites

Les matériaux composites **Polyester/MS** et **Polyester/TA** réalisées présentent des taux de fibre de 15% et de 16% respectivement. Pour chaque type de composite, au moins cinq éprouvettes ont été testées en traction statique. Le principe de test consiste à appliquer un chargement monotone en traction jusqu'à la rupture des éprouvettes.

L'objectif de cette étude est d'évaluer les contraintes à la rupture ainsi que le module d'élasticité des deux composites à base de résine polyester et des fibres **MS**, et par des fibres **TA** respectivement.

Les courbes contrainte-déformation (σ , ϵ) des composites **Polyester/MS** et **polyester/TA**, ainsi celle du polyester vierge, sont présentées dans les [Figures IV.7a et b. ces courbes](#) montrent que le renforcement de la résine polyester par des fibres végétales améliore de manière significative les propriétés mécaniques des matériaux composites. Ce résultat met en évidence l'importance du choix des fibres pour optimiser les performances du composite. Une observation similaire a été rapportée par [Bourahli](#) [68], [Djebbloun](#) [80] dans le cadre de leurs études respectives.

Les courbes (σ , ϵ) des deux composites **Polyester/MS** et **Polyester/TA** présentent une allure similaire, avec une augmentation progressive de la contrainte en fonction de la déformation. Cependant, leurs performances mécaniques diffèrent de manière notable, ce qui peut être attribué à la nature des fibres utilisées (**MS** et **TA**). Deux parties linéaire distinctes [162]. Cette particularité est bien décrite par [Baley, et al.](#) [163]. Comme déjà signalé (§ IV.4), les propriétés mécaniques des composites sont régies par les caractéristiques de ses constituants (fibre, matrice et interface). Dans les deux composites, la rigidité augmente avec la déformation, en raison de la réorientation des fibrilles de cellulose [162]. Différents auteurs ont observé le réaligement des micro-fibrilles et la réduction de l'angle des micro-fibrilles lors des essais de traction, comme [Keckes, et al.](#) [164] qui ont étudié du bois en utilisant un synchrotron, ou encore [Baley](#) [165] et [Wild, et al.](#) [166] qui ont observé ces phénomènes par chargement sur des fibres de lin et de bois, respectivement.

Lors de la première phase de la courbe, la rigidité reste élevée pour les deux composites. Dans un premier temps, la résine polyester est sollicitée en traction et supporte ainsi la majeure partie de la charge appliquée, avant que les fibres n'interviennent secondairement pour assurer le renforcement [68]. La deuxième phase se caractérise par une diminution de la pente de la courbe, ce qui indique un transfert de charge vers les fibres via l'interface fibres-matrice.

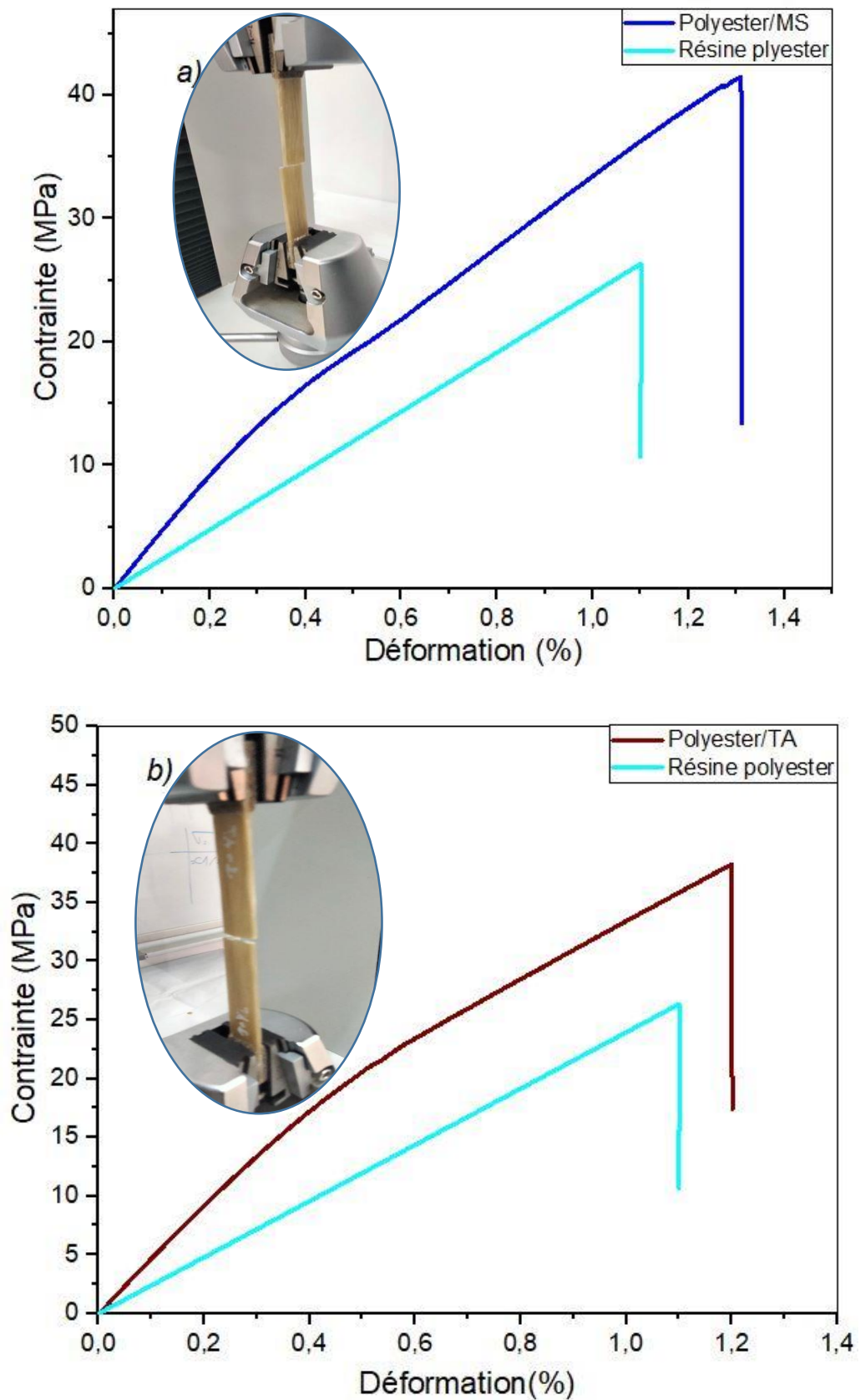


Figure 0.7 Courbes types (σ , ϵ) en traction :

a) Résine vierge et de **Polyester/MS**, b) Résine vierge et de **Polyester/TA**.

Cette transition souligne le rôle des fibres dans le retardement de la rupture et l'amélioration de la résistance globale du matériau.

Bien que les deux composites suivent une tendance similaire, le composite **Polyester/MS** présente une performance supérieure en raison de l'efficacité plus grande du transfert de charge entre les fibres et la résine polyester.

Il est important de signaler que la première déformation linéaire est presque jusqu'à 0,33 % de déformation pour la fibre **MS**, et est de 0,45 % de déformation pour la fibre **TA**, le module de Young a été déterminé à partir de cette région (pente de la courbe) [81].

La différence de performance peut être expliquée par deux facteurs principaux. Premièrement, les propriétés mécaniques des fibres de Malva (**MS**) sont supérieures à celles des fibres de Typha (**TA**), offrant ainsi une meilleure résistance et rigidité, ce qui permet un renforcement plus efficace du composite. Deuxièmement, une analyse de l'adhésion interfaciale entre les fibres et la matrice, mesurée par l'IFSS (Interfacial Shear Strength), révèle que l'IFSS de **Polyester/MS** est $(7,56 \pm 2,39 \text{ MPa})$, supérieur à celui de **Polyester/TA** $(6,33 \pm 2,85 \text{ MPa})$. Cette différence indique que l'adhésion entre la résine polyester et la fibre **MS** est la plus forte, ce qui favorise un meilleur transfert de charge aux fibres et, par conséquent, améliore les performances mécaniques globales du composite.

En revanche, pour le composite **Polyester/TA**, l'adhésion interfaciale est moins efficace, ce qui entraîne un transfert de charge moins optimal et, par conséquent, des performances mécaniques globales inférieures. Cela se traduit par une moindre résistance à la rupture et une performance mécanique moins élevée comparée à celle du composite **Polyester/MS**.

En résumé, bien que les courbes contrainte-déformation des deux composites présentent une forme similaire, le composite **Polyester/MS** surpasse **Polyester/TA** grâce aux propriétés mécaniques supérieures des fibres de **MS** et à une adhésion interfaciale plus forte, permettant un meilleur transfert de charge et des performances mécaniques plus élevées.

L'analyse en traction des composites renforcés par des fibres **MS** a permis d'obtenir les paramètres mécaniques suivants : une contrainte à la traction de $42,38 \pm 5,76 \text{ MPa}$, un module de Young de $5,02 \pm 0,75 \text{ GPa}$ et une déformation à la rupture de $1,34 \pm 0,25 \%$. Alors que pour les composites contenant des fibres **TA**, les résultats montrent une contrainte à la traction de $38,26 \pm 3,4 \text{ MPa}$, un module de Young de $4,24 \pm 0,24 \text{ GPa}$ et une déformation à la rupture de $1,28 \pm 0,22 \%$.

Tableau 0-2 Comparaison des propriétés mécaniques en traction des composites avec celles des composites renforcés par des fibres.

Composites	Taux de fibre(%)	Contrainte (MPa)	Module de Young (Gpa)	Déformation à la rupture (%)	Réf.
Polyester vierge	0	26,08 ± 6,2	3,28 ± 0,75	1,26 ± 0,42	Travail actuel
Polyester/ MS	15,20	42,38 ± 5,76	5,02 ± 0,75	1,34 ± 0,25	
Polyester/TA	16	38,26 ± 3,4	4,24 ± 0,24	1,28 ± 0,22	
Polyester/Stipa	40	108	1,60	-	[107]
Polyester/ Jowar	40	124	2,75	-	[167]
Polyester/ Sisal	40	65,5	1,90	-	[167]
Polyester/ Bambou	40,2	126,2	2,48	-	[167]
polyester/Hemp	25	58,93±3,18	1,905±0,12	-	[168]
polyester/Vakka	37,2	66	1,79	-	[169]
polyester/Sisal	37	50	1,60	-	[169]
polyester/Banana	37,4	60,9	1,08	-	[169]
polyester/Bambou	37,1	121,5	2,23	-	[169]
polyester/Grewia Serrulata	20	52,07	2,266	-	[170]
Jute/Polyester	25	80 ± 13,39	3,68 ± 0,48	4,5 ± 0,55	[171]
polyester/Sisal	19	50 ± 0,23	1,750	5	[172]
polyester/Elephant grass	31,30	118,14	2,17	-	[173]

IV.6.2. Essai de flexion à trois points sur composites

L'essai de flexion à trois points est une méthode courante pour évaluer la résistance à la flexion d'un composite, permettant de déduire son comportement sous différentes contraintes. Dans cet essai, la couche médiane subit un cisaillement, la couche supérieure une compression, et la couche inférieure une tension. À partir de cet essai, plusieurs propriétés importantes peuvent être déterminées, telles que la contrainte de flexion (σ), le module d'élasticité en flexion (E), et la déformation (ϵ). Ces données aident à comprendre le comportement global du matériau sous chargement en flexion trois points et à déterminer la résistance en flexion du composite, sa rigidité, et sa déformation.

Dans cette expérimentation, des éprouvettes **Polyester/MS** et **Polyester/TA** ont été testées. Pour chaque type de composite, au moins cinq éprouvettes ont été soumises à un chargement monotone en flexion jusqu'à leur rupture. Cette démarche permet de comparer les performances des deux matériaux et d'analyser leur comportement en flexion.

Les courbes contrainte-déformation (σ , ϵ) obtenues lors des essais de flexion à trois points des composites **Polyester/MS** et **Polyester/TA**, et polyester vierge montrent une évolution presque similaire [Figure IV.9](#) et [Figure IV.10](#). Dans chaque courbe une région linéaire correspondant à la phase élastique est observée, suivie d'une rupture brutale, caractérisant ainsi un comportement fragile. Cependant, des différences notables apparaissent en termes de contrainte

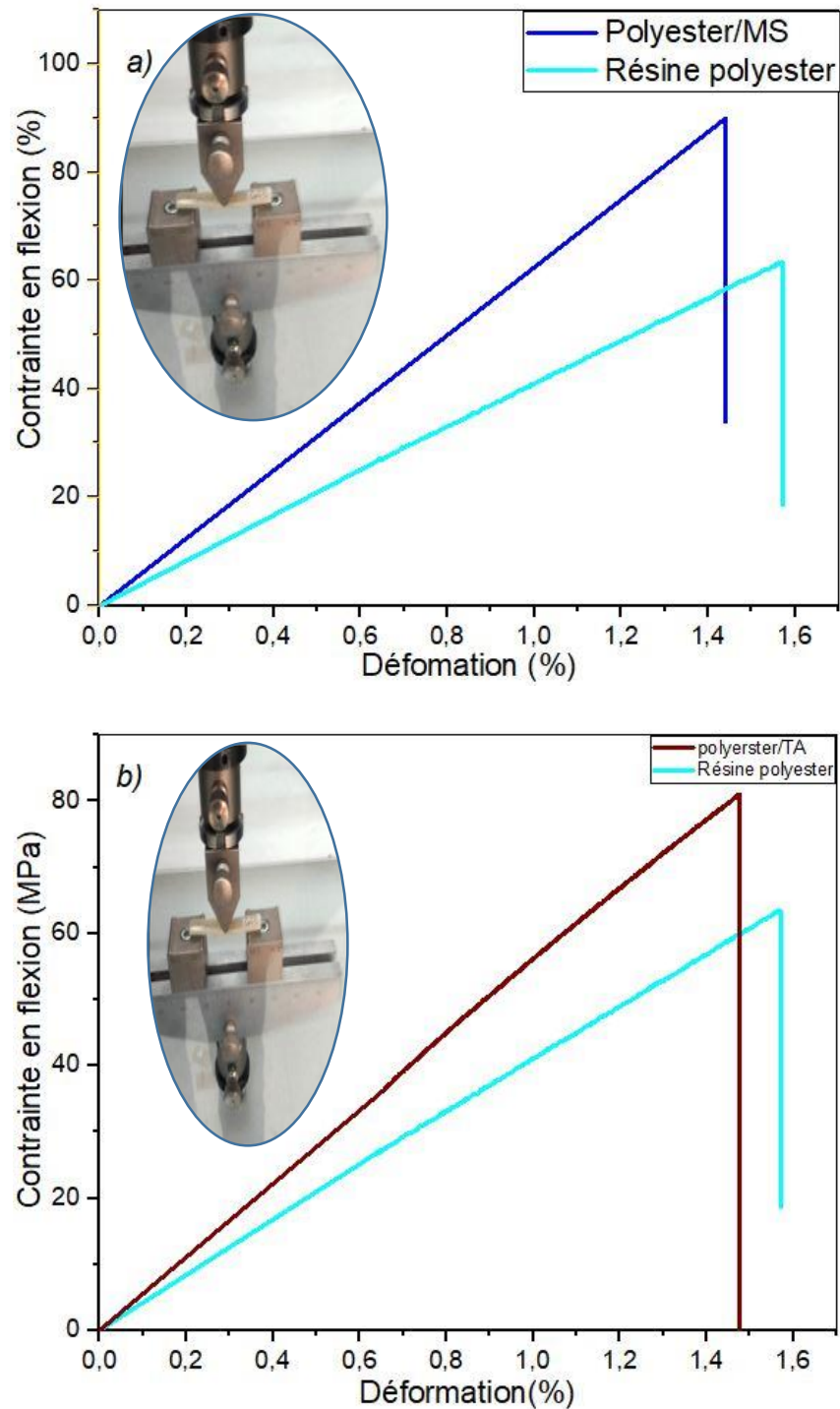


Figure 0.8 Courbes types (σ , ϵ) en flexion 3-points: a) Résine vierge et de **Polyester/MS**

Résine vierge et de **Polyester/TA**.

Maximale, rigidité, et de déformation à la rupture, ce qui met en évidence l'impact des types de fibres végétales utilisées comme renforts.

Pour le composite polyester vierge, les valeurs suivantes sont enregistrées : la contrainte maximale (σ) de $65.28 \pm 4,3$ MPa, le module de Young (E) est de $3,89 \pm 0,52$ GPa, et la déformation à la rupture (DEF) est de $1,49 \pm 0.31\%$. Ces valeurs reflètent les propriétés de la résine polyester.

Pour les composites **Polyester/MS** et **Polyester/TA**, les contraintes maximales en flexion (σ) sont de $94.8 \pm 9,44$ MPa de $77.81 \pm 9,45$ MPa, respectivement. Les module de Young en flexion (E) atteint $6,52 \pm 1,86$ GPa et $5,58 \pm 0,58$ GPa respectivement pour **Polyester/MS** et **Polyester/TA**. Du coté déformation à la rupture, les valeurs suivantes $1,68 \pm 0.32\%$ et $1,48 \pm 0.22\%$ sont enregistrées respectivement pour **Polyester/MS** et **Polyester/TA**. Ces résultats montrent une amélioration significative de la rigidité et de la résistance des matériaux composites par rapport au polyester vierge. Cette observation est en accord avec les travaux de Rao, et al. [169] et Das and Bhowmick [171].

Le composite **Polyester/MS** se distingue par une rigidité plus élevée, avec une pente plus raide dans la région élastique et une contrainte maximale plus élevée. Ces caractéristiques remarquables peuvent être attribuées aux propriétés mécaniques des fibres **MS**, notamment son module d'élasticité élevé. De plus, sa résistance au cisaillement à l'interface (IFSS) est également supérieure à celle du composite **Polyester/TA**.

De plus, l'interaction chimique entre fibre/résine relative au composite **Polyester/MS** semble plus importante que celle du composite **Polyester/TA**. Cela est distingué lors de la comparaison des intensités pics des deux composites **Polyester/MS** et **Polyester/TA** (Figure 0IV.6). Hossain [160] a rapporté des observations similaires lors de l'analyse des composites jute/polyester.

Les résultats des *essais en traction et en flexion à trois points* montrent que les fibres de *Malva sylvestris* (MS) et de *Typha angustifolia* (TA) peuvent être intégrées avec succès comme renforts dans des composites à base de polyester, sans nécessiter l'utilisation d'agents de modification. Un constat similaire a été observé pour le polyester renforcé par la fibre de ramie, tel qu'élaboré par Simonassi, et al. [174], ainsi que pour le polyester renforcé par la fibre diss, selon Bourahli [68], et pour le polyester renforcé par l'Agave americana, selon BELAADI [158].

Tableau 0-3 Comparaison des caractéristiques mécaniques en flexion trois point des composites **Polyester/MS** et **Polyester/TA** avec celles des composites renforcés par des fibres unidirectionnelles citées dans la littérature

Composites	Taux de fibre (%)	Contrainte (MPa)	Module de flexion (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Réf.
Polyester	0	65,32± 12,3	3,98± 0,32	1,55± 0,3	
Polyester/ MS	15	94,89±20,32	6,52±1,86	1,68± 0,32	Travail actuel
Polyester/TA	16	77,81±12,88	5,58±0,32	1,28±0,22	
Polyester/Bambou traité	48	26	2,88	1,2	[168]
polyester/Hemp	24	65,99±4,99	8,84±0,62	-	[167]
Polyester/ Jowar	40,07	99,5	7,87	-	[167]
Polyester/ Sisal	40	128,5	2,49	-	[167]
Polyester/ Vakka	39,7	93,79	3,32	-	[169]
Polyester/ Sisal	39	98,1	2,46	-	[169]
Polyester/ Banana	39,2	91,40	2,04	-	[169]
Polyester/ Bambou	39,1	127,1	3,65	-	[169]
polyester/Grewia Serrulata	20	47,67	3,09	-	[170]
Polyester/Jute	25	102 ± 16,23	9,42 ± 1,31	2,27 ± 0,15	[171]

IV.7. Analyse de la morphologie du composite après un essai de traction

L'analyse morphologique des deux matériaux composites **polyester/MS** et **polyester/TA** après l'essai de traction, observée au microscope électronique à balayage (MEB), révèle plusieurs caractéristiques significatives qui permettent d'appréhender la performance du composite sous contrainte. Plusieurs mécanismes d'endommagement peuvent être signalés. Ces mécanismes se résument en rupture et Pull-out des fibres, décohésion fibre /matrice et micro-fissurations matricielles. La rupture des fibres est le mécanisme le plus prédominant (**Figure IV.9** a, b, c et d) [[175]. Elle apparaît nette et bien définie (**Figures IV.9** a et b), indiquant la limite spécifique de résistance de ces fibres. Alors que sur la **Figure IV.9** c et d) on assiste à une rupture multiple des fibres (cas du composite **Polyester/TA**). De plus, l'arrachement de certaines fibres de la résine est également présent lors de l'examen des images **MEB** (**Figure IV.9** a et c). Ces cavités semblent indiquer la qualité d'adhésion fibre/résine et peuvent être réduites si un traitement de surface est approprié aux fibres [176-178]. Des études antérieures sur des matériaux composites similaires renforcés par des fibres végétales ont révélé des phénomènes comparables d'arrachage et de formation de cavités [179-182].

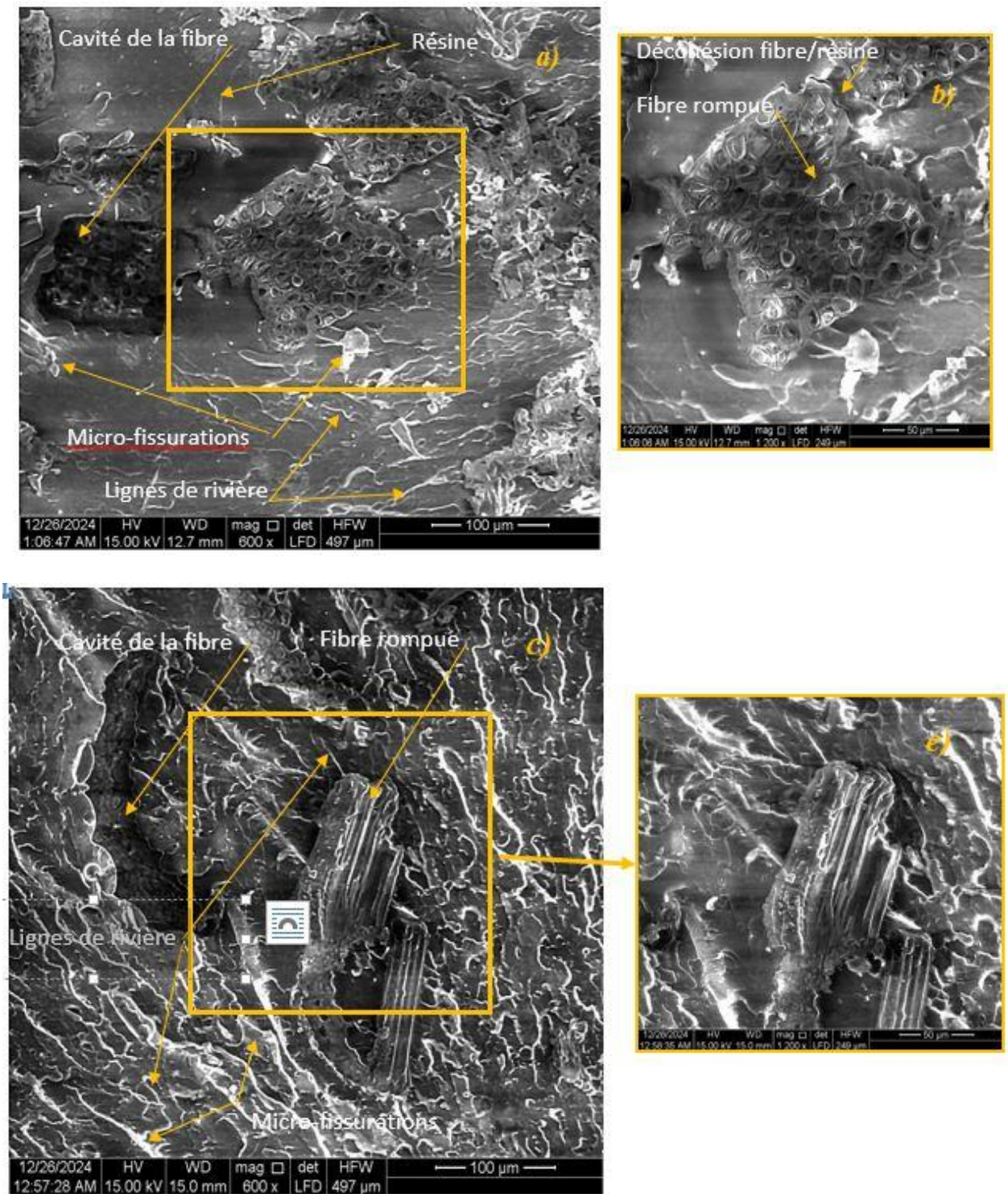


Figure 0.9 Micrographies électroniques à balayage des surfaces fracturées par traction des composites : a) et b) de Polyester/MS ; c) et d) de Polyester/TA.

Par exemple, des travaux sur des composites à base de fibres de lin ou de jute ont montré que des faibles niveaux d'adhésion entre les fibres et la matrice entraînaient une réduction significative de la résistance et de la rigidité du matériau, particulièrement dans des conditions de traction. Des

micro-fissurations matricielles sont aussi observées sur les images **MEB** mais en quantité réduite. Par ailleurs, des lignes de rivières (*line river*) et des escarpements sont observés dans la région riche en résine. Marques, et al. [183] ont observé que les lignes de rivières se forment lorsque les fissures se propagent sur des plans légèrement différents qui convergent ensuite vers un seul plan. Ses marques se développent lors de la formation d'un escarpement (marche de clivage) et elles constituent une indication claire de la direction de propagation des fissures.

IV.8. Conclusion

Ce chapitre a permis d'approfondir la compréhension de l'adhésion fibre/résine polyester à travers des tests micro-gouttelette des composants fibre *Malva sylvestris L.*/résine polyester et fibre *Typha angustifolia*/résine polyester, et du comportement mécanique de résine polyester vierge. De même, du comportement en traction et en flexion trois points des deux composites à base de la résine polyester renforcée par fibre *Malva sylvestris L.* et la fibre *Typha angustifolia*, respectivement.

Concernant la résistance de l'adhésion fibre-matrice, les tests de micro-gouttelette ont révélé des valeurs significatives de la contrainte de cisaillement apparente (IFSS) pour les fibres Polyester/MS et Polyester/TA, Bien que ces résultats présentent une certaine variabilité, ils suggèrent que les fibres **MS** offrent une meilleure adhésion à la matrice polyester que les fibres **TA**.

Les observations générales présentées dans ce chapitre montrent qu'en dépit des bonnes propriétés mécaniques intrinsèques de la résine polyester, l'incorporation de fibres végétales peut améliorer la performance des composites, notamment en offrant une meilleure résistance à l'adhésion.

Conclusions générales

Conclusions générales

L'objectif de ce travail est d'explorer le potentiel des fibres végétales locales de la région de Boussaâda, en particulier la fibre *Malva sylvestris L.* et la fibre *Typha angustifolia*, comme renfort dans des matériaux composites. En outre, cette étude apporte une contribution significative en termes d'extraction et de caractérisation d'une nouvelle fibre *Malva sylvestris L.*, ainsi que sa première utilisation dans des matériaux composites.

Dans un premier temps, les fibres de **MS** et de **TA** ont été choisies en raison de leur abondance sur le site de Boussaâda. Leur extraction a été réalisée par la technique de rouissage à l'eau. C'est une simple méthode écologique, économique et peut conduire à des fibres longues avec de bonnes performances mécaniques.

Dans cette étude expérimentale, des fibres ligno-cellulosiques extraites de *Malva sylvestris L.* et *Typha angustifolia* ont été caractérisées. Les caractéristiques morphologiques, physico-chimiques, thermiques et mécaniques de la fibre **MS** et de la fibre **TA** ont été déterminées. Les principales conclusions qui peuvent être tirées sont les suivantes : ·

- L'analyse microstructurale de la fibre **MS** montre que son écorce contient une grande quantité de fibres, ces dernières sont connectées par des composants non cellulosiques. D'autres parts, dans le cas des feuilles de (**TA**), les fibres sont dispersées dans le tissu foliaire plutôt que d'être regroupées.

- Les fibres **MS** et **TA** sont caractérisées par un faible poids unitaire qui permet ainsi leur utilisation comme élément de renforcement pour les composites afin de produire des matériaux légers.

- L'indice de cristallinité des fibres **MS** et **TA** est respectivement d'environ 55,12 % et 49 %, ce qui indique une teneur élevée en cellulose.

- Les fibres **MS** et **TA** sont thermiquement stables jusqu'à 225 °C et 235 °C, respectivement. De plus, ses fibres se caractérisent par une énergie d'activation d'environ 111 kJ/mol pour **MS** et 156,5 kJ/mol pour **TA**.

- Les résultats de l'analyse ATR-FTIR révèlent clairement que les fibres de **MS** et de **TA** sont particulièrement riches en cellulose.

- L'essai de traction sur fibres **MS** et **TA** a permis l'enregistrement d'un comportement fragile. En vertu de ces tests, la résistance à la traction obtenue est de l'ordre de $236,64 \pm 93,33$

MPa pour la fibre **MS**. Alors que son module de Young est de l'ordre de $26,07 \pm 5,14$ GPa. Pour la fibre **TA**, les valeurs sont de $306,61 \pm 100,6$ MPa pour la résistance à la traction et de $19,22 \pm 3,55$ GPa pour le module de Young. L'analyse statistique a révélé une bonne concordance entre les paramètres de la distribution de Weibull et les résultats expérimentaux.

Pour caractériser expérimentalement l'interface fibre/matrice, nous avons opté pour l'essai de déchaussement de la goutte comme méthode de caractérisation. Les fibres **MS** et **TA** présentent des résistances interfaciale (IFSS) de $7,56 \pm 2,39$ MPa et $6,33 \pm 0,22$ MPa, respectivement. Ces résultats sont éventuellement comparables à ceux d'autres études dans la littérature.

Le procédé de mise en œuvre employé pour la fabrication des matériaux composites **Polyester/MS**, **Polyester/TA** présente un taux de renfort de 15 % et 16%, respectivement. Pour ce faire, nous avons élaboré des plaques par moulage sous vide. Ces matériaux ont ensuite été caractérisés à l'aide d'essais de traction et de flexion en trois points. Les résultats obtenus à partir de l'étude expérimentale sont les suivants :

- la résine polyester vierge, ainsi que sur les deux composites **Polyester/MS** et **Polyester/TA** sont caractérisés en traction et en flexion trois points. Un comportement de nature fragile est enregistré pour les trois cas étudiés. Les principaux paramètres mécaniques obtenus sont les suivants :

- Pour la résine polyester vierge, la contrainte à la traction est de $26,35 \pm 2,4$ MPa, le module d'Young est de $2,39 \pm 0,43$ GPa et la déformation à la rupture est de $1,1 \pm 0,02$ %.
- Pour les composites **Polyester/MS** et **Polyester/TA**, les contraintes maximales (σ) sont de $42,38 \pm 5,76$ MPa et $38,26 \pm 3,4$ MPa, respectivement. Les module de Young (E) atteint $5,02 \pm 0,75$ GPa et $4,24 \pm 0,25$ GPa respectivement pour **Polyester/MS** et **Polyester/TA**. Du côté déformation à la rupture, les valeurs suivantes $1,34 \pm 0,25$ % et $1,28 \pm 0,22$ % sont enregistrées respectivement pour **Polyester/MS** et **Polyester/TA**.

Concernant la flexion, les caractéristiques sont les suivantes :

- Pour la résine polyester non renforcée, la contrainte de flexion est de $65,38 \pm 4,3$ MPa, le module d'Young est de $3,89 \pm 0,52$ GPa et la déformation à la rupture est de $1,1 \pm 0,02$ %.
- Pour les composites **Polyester/MS** et **Polyester/TA**, les contraintes maximales (σ) sont de $94,8 \pm 9,44$ MPa et $77,81 \pm 9,45$ MPa, respectivement. Les module de Young (E) atteint $6,52 \pm 1,86$ GPa et $5,58 \pm 0,58$ GPa respectivement pour **Polyester/MS** et **Polyester/TA**.

Du côté déformation à la rupture, les valeurs suivantes $1,68 \pm 0.32$ % et $1,48 \pm 0.22$ sont enregistrées respectivement pour **Polyester/MS** et **Polyester/TA**.

Les résultats des essais de traction et de flexion trois points montrent que l'ajout de fibres de (**MS**) et de fibres de (**TA**) dans une matrice en polyester améliore significativement les caractéristiques mécaniques des composites renforcés.

L'analyse ATR-FTIR, qui révèle l'intensification des pics liés aux groupes chimiques présents dans les fibres végétales ainsi qu'à leurs interactions avec la matrice de polyester, permet d'évaluer la force d'adhésion entre la matrice et les fibres. Cette technique offre une compréhension approfondie des mécanismes d'interface fibre-matrice, essentiels pour optimiser les propriétés mécaniques des composites.

L'analyse morphologique des composites après l'essai de traction révèle des mécanismes de rupture tels que l'arrachement des fibres et la décohésion fibre-matrice. Ces observations soulignent l'importance de l'interface fibre-matrice et la nécessité d'optimiser l'adhésion pour améliorer les performances mécaniques.

Les résultats de cette recherche ouvrent la voie à de nombreuses pistes d'investigations futures, notamment :

- Optimisation des traitements de surface pour les fibres de *Malva sylvestris* L. et de *Typha angustifolia* : Pour exploiter au maximum les propriétés de ces fibres naturelles, il serait pertinent d'approfondir les traitements de surface afin de renforcer l'interaction fibre-matrice. L'amélioration de cette adhésion pourrait significativement augmenter la performance mécanique des composites, en particulier sous des charges extrêmes ou prolongées.
- Diversification des fibres végétales locales : Cette étude met en lumière le potentiel des fibres de *Malva sylvestris* L. et de *Typha angustifolia*, mais d'autres fibres végétales locales du territoire algérien pourraient également offrir des caractéristiques uniques. Cela contribuerait à valoriser la biodiversité locale.
- Étude numérique et modélisation : L'intégration de l'outil numérique pourrait certainement permettre de simuler le comportement mécanique des fibres végétales (*Malva* et de *Typha*) ainsi que de leur composites. Cela aiderait à prédire leur performance sous différentes conditions de charge et à optimiser la conception des matériaux avant la fabrication. Une

telle approche faciliterait également l'identification des points critiques et des zones de faiblesse dans la structure des composites.

- Analyse de fatigue : Il serait essentiel de mener une analyse de fatigue sur les composites renforcés par des fibres de Malva et de Typha. Cette analyse permettra de déterminer la résistance des matériaux aux cycles de charge répétés, un facteur crucial pour de nombreuses applications industrielles. Évaluer la durée de vie et les mécanismes de défaillance potentiels aiderait à optimiser les formulations et les procédés de fabrication pour améliorer la durabilité des composites.

Références

Bibliographiques

Références

- [1] G. Ramkumar *et al.*, "An unconventional approach for analyzing the mechanical properties of natural fiber composite using convolutional neural network," *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2021, no. 1, p. 5450935, 2021.
- [2] M. Sanjay, P. Madhu, M. Jawaid, P. Senthamaraiannan, S. Senthil, and S. Pradeep, "Characterization and properties of natural fiber polymer composites: A comprehensive review," *Journal of Cleaner production*, vol. 172, pp. 566-581, 2018.
- [3] P. Ponnu Krishnan and J. Selwin Rajadurai, "Microscopical, physico-chemical, mineralogical, and mechanical characterization of Sansevieria zeylanica fibers as potential reinforcement of composite structures," *Journal of Composite Materials*, vol. 51, no. 6, pp. 811-829, 2017.
- [4] M. Noureddine, "Study of composite-based natural fibers and renewable polymers, using bacteria to ameliorate the fiber/matrix interface," *Journal of Composite Materials*, vol. 53, no. 4, pp. 455-461, 2019.
- [5] M. Huda, L. Drzal, D. Ray, A. Mohanty, and M. Mishra, "Natural-fiber composites in the automotive sector," in *Properties and performance of natural-fibre composites*: Elsevier, 2008, pp. 221-268.
- [6] N. Sikame Tagne *et al.*, "Physico-chemical and mechanical characterization of bambusa vulgaris fibers from Cameroon," *Journal of Composite Materials*, vol. 55, no. 18, pp. 2489-2502, 2021.
- [7] D. G. AMARA, "The medicinal plants of Bousaada (M'sila, Algeria)," *Algerian journal of Biosciences*, vol. 2, no. 2, pp. 088–092-088–092, 2021.
- [8] R. Mansour, A. Abdelaziz, and A. Fatima Zohra, "Characterization of long lignocellulosic fibers extracted from Hyphaene thebaica L. leaves," *Research Journal of Textile and Apparel*, vol. 22, no. 3, pp. 195-211, 2018.
- [9] M. M. Dawoud and H. M. Saleh, "Introductory chapter: background on composite materials," *Characterizations of Some Composite Materials*, 2018.
- [10] C. Qin, Q. Jin, J. Zhao, Y. Wang, and C. Jiang, "Study on the mechanical characteristics, heat resistance, and corrosion resistance of unsaturated polyester resin composite," *Buildings*, vol. 13, no. 7, p. 1700, 2023.
- [11] H. Sharma *et al.*, "Critical review on advancements on the fiber-reinforced composites: Role of fiber/matrix modification on the performance of the fibrous composites," *Journal of Materials Research and Technology*, 2023.
- [12] W. D. Callister, *Science et génie des matériaux*. Modulo, 2001.
- [13] D. E. Akin, "Chemistry of plant fibres," *Industrial applications of natural fibres: structure, properties and technical applications*, vol. 10, p. 13, 2010.
- [14] K. N. Bharath and S. Basavarajappa, "Applications of biocomposite materials based on natural fibers from renewable resources: a review," *Science and Engineering of Composite Materials*, vol. 23, no. 2, pp. 123-133, 2016.
- [15] D. D. Stokke, Q. Wu, and G. Han, *Introduction to wood and natural fiber composites*. John Wiley & Sons, 2013.
- [16] F. Khan *et al.*, "Advances of Natural Fibers Composites in Diverse Engineering Applications—A Review," *Applications in Engineering Science*, p. 100184, 2024.

- [17] V. V. D. T. Do Thi, "Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non," Université de Grenoble; Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh Ville, 2011.
- [18] S. Kalia, *Lignocellulosic composite materials*. Springer, 2017.
- [19] K. G. Satyanarayana, T. H. Flores-Sahagun, and P. Bowman, "Lignocellulosic Materials of Brazil—Their Characterization and Applications in Polymer Composites and Art Works," *Lignocellulosic composite materials*, pp. 1-96, 2018.
- [20] S. Mahmud, K. F. Hasan, M. A. Jahid, K. Mohiuddin, R. Zhang, and J. Zhu, "Comprehensive review on plant fiber-reinforced polymeric biocomposites," *Journal of Materials Science*, vol. 56, pp. 7231-7264, 2021.
- [21] R. M. Rowell, R. Jacobson, and J. L. O'Dell, "Use of Natural Fibers in Resin Transfer Molding," *Carbon*, vol. 1, no. 1.71, pp. 12,500, 1996.
- [22] A. Bezazi, A. Belaadi, M. Bouchak, F. Scarpa, and K. Boba, "Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of *Agave americana* L. natural fibres," *Composites Part B: Engineering*, vol. 66, pp. 194-203, 2014.
- [23] J. Page, "Formulation et caractérisation d'un composite cimentaire biofibré pour des procédés de construction préfabriquée," Normandie Université, 2017.
- [24] S. P. Ribera, "Valorisation des fibres végétales dans des matériaux cimentaires: application dans les formulations de chapes fluides," Université Gustave Eiffel, 2022.
- [25] B. Yosr, "Valorisation des fibres de kénaf dans des applications textiles et paratextiles," *Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir. Tunisie*, 2018.
- [26] S. Amroune, "Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier," 2016.
- [27] Z. Belouadah, "Contribution a l'étude d'endommagement et du comportement mécanique des matériaux composites renforcés par fibres végétales existantes dans la région du hodna," Université Mouloud Mammeri, 2017.
- [28] A. Boukhoulda, "Etude numérique et expérimentale du procédé d'usinage des matériaux composites à base de fibres végétales-Application à la fibre d'alfa (*Stipa Tenacissima*)," Université de Sidi Bel Abbès-Djillali Liabes, 2017.
- [29] C.-S. Gong, L. F. Chen, M. C. Flickinger, and G. T. Tsao, "Conversion of hemicellulose carbohydrates," in *Bioenergy*, 1981: Springer, pp. 93-118.
- [30] V. Nozahic, "Vers une nouvelle démarche de conception des bétons de végétaux lignocellulosiques basée sur la compréhension et l'amélioration de l'interface liant/végétal: application à des granulats de chenevotte et de tige de tournesol associés à un liant ponce/chaux," Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II, 2012.
- [31] M. J. John and S. Thomas, "Biofibres and biocomposites," *Carbohydrate polymers*, vol. 71, no. 3, pp. 343-364, 2008.
- [32] J. Zakzeski, P. C. Bruijninx, A. L. Jongerius, and B. M. Weckhuysen, "The catalytic valorization of lignin for the production of renewable chemicals," *Chemical reviews*, vol. 110, no. 6, pp. 3552-3599, 2010.
- [33] F. G. Calvo-Flores and J. A. Dobado, "Lignin as renewable raw material," *ChemSusChem*, vol. 3, no. 11, pp. 1227-1235, 2010.

- [34] A. Roman-Benn *et al.*, "Pectin: An overview of sources, extraction and applications in food products, biomedical, pharmaceutical and environmental issues," *Food Chemistry Advances*, vol. 2, p. 100192, 2023.
- [35] W. Wang *et al.*, "Applications of power ultrasound in oriented modification and degradation of pectin: A review," *Journal of Food Engineering*, vol. 234, pp. 98-107, 2018.
- [36] J. Mahé, "La Pectine: applications d'un polymère biodégradable dans le domaine de la santé," 2019.
- [37] J. R. Barnett and G. Jeronimidis, *Wood quality and its biological basis*. CRC Press, 2003.
- [38] E. Houël, N. Amusant, J. Passelande, J. Bossu, R. Lehnebach, and E. Wozniak, "Sustainable wood products development in a bio-refinery perspective: case studies in French Guiana," in *IRG53 Scientific Conference on Wood Protection*, 2022, pp. IRG/WP 22-50370.
- [39] P. Boustingorry, "Elaboration d'un matériau composite à matrice gypse et renfort bois fragmenté. Amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqués en gypse," Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2002.
- [40] R. Kueny, "Biocomposites: composites de hautes technologies en renfort de fibres naturelles et matrice de résines naturelles," Université de Lorraine, 2013.
- [41] I. Lokantara, N. Suardana, I. Surata, and I. Winaya, "A review on natural fibers: extraction process and properties of grass fibers," *International Journal of Mechanical Engineering and Technology (IJMET)*, vol. 1, no. 11, pp. 84-91, 2020.
- [42] A. Hulle, P. Kadole, and P. Katkar, "Agave Americana leaf fibers," *Fibers*, vol. 3, no. 1, pp. 64-75, 2015.
- [43] R. Ntenga, S. Saidjo, A. Wakata, P. Djoda, M. Tango, and E. Mfoumou, "Extraction, applications and characterization of plant fibers," in *Natural Fiber*: IntechOpen, 2022.
- [44] N. Lemita, "Élaboration et Caractérisation de Structure Composite à Base de Matrice Organique Renforcée par de Nouvelles Fibres Cellulosiques Naturelles Extraites de la Plante *Strelitzia Reginae*," Université Echahid Cheikh Larbi-Tebessi-Tébessa, 2023.
- [45] Z. Dong, X. Hou, F. Sun, L. Zhang, and Y. Yang, "Textile grade long natural cellulose fibers from bark of cotton stalks using steam explosion as a pretreatment," *Cellulose*, vol. 21, pp. 3851-3860, 2014.
- [46] M. Sfiligoj, S. Hribernik, K. Stana, and T. Kree, "Plant fibres for textile and technical applications. Adv Agrophys Res," ed: InTech, 2013.
- [47] C. H. Lee, A. Khalina, S. Lee, and M. Liu, "A Comprehensive Review on Bast Fibre Retting Process for Optimal Performance in Fibre-Reinforced Polymer Composites," *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2020, no. 1, p. 6074063, 2020.
- [48] K. Feleke, G. Thothadri, H. Beri Tufa, A. A. Rajhi, and G. M. S. Ahmed, "Extraction and characterization of fiber and cellulose from Ethiopian linseed straw: Determination of retting period and optimization of multi-step alkaline peroxide process," *Polymers*, vol. 15, no. 2, p. 469, 2023.
- [49] S. K. Ramamoorthy, M. Skrifvars, and A. Persson, "A review of natural fibers used in biocomposites: Plant, animal and regenerated cellulose fibers," *Polymer reviews*, vol. 55, no. 1, pp. 107-162, 2015.

- [50] H. Abdellaoui, R. Bouhfid, and A. E. K. Qaiss, "Lignocellulosic fibres reinforced thermoset composites: preparation, characterization, mechanical and rheological properties," *Lignocellulosic composite materials*, pp. 215-270, 2018.
- [51] E. Omenna, O. Adeniyani, E. Ejigbo, O. Oduwaye, and E. Ezaka, "Comparative effect of chemical and stream retting on the kenaf fibre quality," *Agr. Biol. J. North America*, vol. 7, pp. 275-283, 2016.
- [52] M. Liu, A. Thygesen, J. Summerscales, and A. S. Meyer, "Targeted pre-treatment of hemp bast fibres for optimal performance in biocomposite materials: A review," *Industrial crops and products*, vol. 108, pp. 660-683, 2017.
- [53] J.-C. Habeck, "Effect of dew retting and maceration on fibre properties of hemp and flax in manitoba," 2017.
- [54] J. De Prez, A. W. Van Vuure, J. Ivens, G. Aerts, and I. Van de Voorde, "Enzymatic treatment of flax for use in composites," *Biotechnology Reports*, vol. 20, p. e00294, 2018.
- [55] A. G. Soppie *et al.*, "Chemical extraction and its effect on the properties of cordleaf burbark (*Triumfetta cordifolia* A. rich) fibres for the manufacture of textile yarns," *Heliyon*, vol. 9, no. 6, 2023.
- [56] K. R. Hakeem, M. Jawaid, and U. Rashid, "Biomass and bioenergy," *Suiza: Springer*, 2014.
- [57] M. Mohammed *et al.*, "Challenges and advancement in water absorption of natural fiber-reinforced polymer composites," *Polymer Testing*, vol. 124, p. 108083, 2023.
- [58] V. S. Hiremath, D. M. Reddy, R. R. Mutra, A. Sajeev, T. Dhilipkumar, and J. Naveen, "Thermal degradation and fire retardant behaviour of natural fibre reinforced polymeric composites-A comprehensive review," *Journal of Materials Research and Technology*, 2024.
- [59] S. S. Hiremath, "Natural fiber reinforced composites in the context of biodegradability: a review," 2020.
- [60] A. Ashori, "Wood-plastic composites as promising green-composites for automotive industries!," *Bioresource technology*, vol. 99, no. 11, pp. 4661-4667, 2008.
- [61] S. D. Petroudy, "Physical and mechanical properties of natural fibers," in *Advanced high strength natural fibre composites in construction*: Elsevier, 2017, pp. 59-83.
- [62] A. K. Mohanty, M. Misra, L. T. Drzal, S. E. Selke, B. R. Harte, and G. Hinrichsen, "Natural fibers, biopolymers, and biocomposites: an introduction," in *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*: CRC press, 2005, pp. 17-51.
- [63] H. El Omari, "Matériaux Lignocellulosiques Fonctionnels à partir de plantes vivaces marocaines et de pâtes commerciales," Université du Québec à Trois-Rivières, 2016.
- [64] A. Hasan, M. Rabbi, and M. M. Billah, "Making the lignocellulosic fibers chemically compatible for composite: A comprehensive review," *Cleaner Materials*, vol. 4, p. 100078, 2022.
- [65] A. Lefeuvre, A. Bourmaud, C. Morvan, and C. Baley, "Elementary flax fibre tensile properties: Correlation between stress-strain behaviour and fibre composition," *Industrial Crops and Products*, vol. 52, pp. 762-769, 2014.
- [66] M. Grégoire, "Extraction des fibres de chanvre pour des composites structuraux-Optimisation du potentiel mécanique des fibres pour des applications concernant des

- matériaux composites 100% bio-sourcés," Institut National Polytechnique de Toulouse-INPT, 2021.
- [67] M. Sayuti, S. Sulaiman, B. Baharudin, and M. Arifin, "Metal matrix composite products by vibration casting method," Elsevier Inc, 2016.
- [68] M. E. H. Bourahli, "Caractérisation d'un composite verre époxy," These de doctorat, Université de ferhat abbas de sétif 2018.
- [69] S. Taj, M. A. Munawar, and S. Khan, "Natural fiber-reinforced polymer composites," *Proceedings-Pakistan Academy of Sciences*, vol. 44, no. 2, p. 129, 2007.
- [70] A. D. Castro-Franco, M. Siqueiros-Hernández, V. García-Angel, I. Mendoza-Muñoz, L. E. Vargas-Osuna, and H. D. Magaña-Almaguer, "A Review of Natural Fiber-Reinforced Composites for Lower-Limb Prosthetic Designs," *Polymers*, vol. 16, no. 9, p. 1293, 2024.
- [71] A. Lepetit, "Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène," Université du Québec à Trois-Rivières, 2017.
- [72] S. Sharma, P. Sudhakara, and S. Kumar, "Overview on vacuum assisted resin infusion molding technique: a novel approach for advanced composites fabrication for aircraft and automotive applications," *Int. J. Adv. Res. Sci. Eng.*, vol. 7, no. 3, pp. 393-402, 2018.
- [73] A. V. Nguyen, "Matériaux composites à renfort végétal pour l'amélioration des performances de systèmes robotiques," Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II, 2015.
- [74] Z. Yasmine, "Study and characterization of a cementitious eco-composite incorporating Agave Americana plant fibers," 2022.
- [75] D. C. Ngyen, "Caractérisation de l'interface fibre/matrice," *Application aux composites polypropylène/chanvre Spécialité*, 2016.
- [76] F. Teklal, A. Djebbar, S. Allaoui, G. Hivet, Y. Joliff, and B. Kacimi, "A review of analytical models to describe pull-out behavior–Fiber/matrix adhesion," *Composite Structures*, vol. 201, pp. 791-815, 2018.
- [77] M. C. Seghini, "Mechanical analysis and fibre/matrix interface optimization for next generation of basalt-plant fibre hybrid composites," ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique ..., 2020.
- [78] M. Boutin, "Etude des interactions entre fibres de lin et matrices époxy appliquée à la réalisation de panneaux sandwichs aéronautiques," Institut National Polytechnique de Toulouse-INPT, 2021.
- [79] J. Parigot and G. Carton, "Repenser des modèles d'affaires durables autour de ressources naturelles oubliées: leçons de la filière chanvre textile," *Entreprendre Innover*, vol. 54, no. 1, pp. 46-57, 2023.
- [80] Y. Djebloun, "Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales," Université Mohamed KHIDER Biskra, 2018.
- [81] Z. Belouadah, A. Ati, and M. Rokbi, "Characterization of new natural cellulosic fiber from *Lygeum spartum L.*," *Carbohydrate polymers*, vol. 134, pp. 429-437, 2015.
- [82] N. Moussaoui *et al.*, "Extraction and characterization of fiber treatment *Inula viscosa* fibers as potential polymer composite reinforcement," *Journal of Polymers and the Environment*, vol. 29, no. 11, pp. 3779-3793, 2021.

- [83] F. Laifa, M. Rokbi, S. Amroune, M. Zaoui, and Y. Seki, "Investigation of mechanical, physicochemical, and thermal properties of new fiber from *Silybum marianum* bark fiber," *Journal of Composite Materials*, vol. 56, no. 14, pp. 2227-2238, 2022.
- [84] A. Raouf KHALDOUNE and M. Rokbi, "Extraction and characterization of novel natural fiber from *Centaurea melitensis* plant," *Journal of Composite Materials*, vol. 57, no. 5, pp. 913-928, 2023.
- [85] H. Makri, M. Rokbi, M. Meddah, N. Belayachi, and A. Khaldoune, "Extraction and characterization of novel lignocellulosic fibers from *Centaurea hyalolepis* plant as a potential reinforcement for composite materials," *Journal of Composite Materials*, vol. 57, no. 21, pp. 3317-3330, 2023.
- [86] S. A. Zernadji, M. Rokbi, M. Benhamida, and A. Kellai, "Extraction and characterization of novel natural cellulosic fiber from *Echinops spinosissimus* plant stem," *Journal of Composite Materials*, vol. 57, no. 29, pp. 4503-4519, 2023.
- [87] D. Kouidri *et al.*, "Investigation of mechanical and physico-chemical properties of new natural fiber extracted from *Bassia indica* plant for reinforcement of lightweight bio-composites," *Heliyon*, vol. 10, no. 15, 2024.
- [88] M. Djalal, M. Nafissa, R. Mansour, M. Jawaid, M. Hocine, and B. Lamia, "Effect of alkali treatment on new lignocellulosic fibres from the stem of the *Aster squamatus* plant," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 32, pp. 2882-2890, 2024.
- [89] K. Cherif, "Etude eco-épidémiologique de la leishmaniose cutanée dans le bassin du hodna M'sila," These de doctorat université ferhat abbas de sétif, 2018.
- [90] R. Dobre and M. VIŞAN, "Les aléas naturels en zones urbaines semi-arides—Étude de cas de Boussaâda (Algérie)," *Revista de geomorfologie vol*, vol. 14, pp. 113-123, 2012.
- [91] R. Bounar, K. Rebbas, M. Ghadbane, and M. Dahia, "Study of the Floristic Diversity of urban Ecosystems under the urban influence, the case of Boussaada City, Algeria," *Archives of Applied Science Research*, vol. 8, no. 5, pp. 103-112, 2016.
- [92] S. Shabih, A. Hajdari, B. Mustafa, and C. L. Quave, "Medicinal plants in the Balkans with antimicrobial properties," *Medicinal Plants as Anti-Infectives*, pp. 103-138, 2022.
- [93] G. Kumar, G. Kadam, T. Saha, K. Girish, A. Tiwari, and R. Kumar, "Studies on floral biology of *Malva sylvestris* L.," *Indian Journal of Horticulture*, vol. 71, no. 02, pp. 295-297, 2014.
- [94] S. M. Mousavi *et al.*, "A review on health benefits of *Malva sylvestris* L. nutritional compounds for metabolites, antioxidants, and anti-inflammatory, anticancer, and antimicrobial applications," *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, vol. 2021, no. 1, p. 5548404, 2021.
- [95] E. K. Akkol, I. Süntar, H. Keles, and E. Yesilada, "The potential role of female flowers inflorescence of *Typha domingensis* Pers. in wound management," *Journal of ethnopharmacology*, vol. 133, no. 3, pp. 1027-1032, 2011.
- [96] E. M. Eid *et al.*, "Biomonitoring potential of the native aquatic plant *Typha domingensis* by predicting trace metals accumulation in the Egyptian Lake Burullus," *Science of the Total Environment*, vol. 714, p. 136603, 2020.
- [97] J.-B. Gèze, "Utilisation des *Typha* en France," *Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliquée*, vol. 2, no. 14, pp. 551-557, 1922.

- [98] A. Dupuis, *Flore médicale usuelle et industrielle du XIXe siècle*. A. Le Vasseur et Cie Éditeurs, 1870.
- [99] M. Nouri, I. Griballah, M. Tahlalti, F. Grondin, and J. Beaugrand, "Plant extraction and physicochemical characterizations of untreated and pretreated Diss fibers (*Ampelodesmos mauritanicus*)," *Journal of Natural Fibers*, vol. 18, no. 8, pp. 1083-1093, 2021.
- [100] L. Zhang, R. Zhu, J. Chen, J. Chen, and X. Feng, "Seawater-retting treatment of hemp and characterization of bacterial strains involved in the retting process," *Process Biochemistry*, vol. 43, no. 11, pp. 1195-1201, 2008.
- [101] A. Ç. Kılınç, S. Köktaş, M. Atagür, and M. Ö. Seydibeyoglu, "Effect of extraction methods on the properties of althea officinalis L. fibers," *Journal of Natural Fibers*, vol. 15, no. 3, pp. 325-336, 2018.
- [102] S. Banik *et al.*, "Ribbon retting of jute—a prospective and eco-friendly method for improvement of fibre quality," *Industrial Crops and Products*, vol. 17, no. 3, pp. 183-190, 2003.
- [103] C. J. d. Silva *et al.*, "An inexpensive and environmentally friendly staining method for semi-permanent slides from plant material probed using anatomical and computational chemistry analyses," *Rodriguésia*, vol. 71, p. e01662018, 2020.
- [104] W. A. Paixão, L. S. Martins, N. C. Zanini, and D. R. Mulinari, "Modification and characterization of cellulose fibers from palm coated by $ZrO_2 \cdot nH_2O$ particles for sorption of dichromate ions," *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, vol. 30, no. 7, pp. 2591-2597, 2020.
- [105] L. Segal, J. J. Creely, A. Martin Jr, and C. Conrad, "An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer," *Textile research journal*, vol. 29, no. 10, pp. 786-794, 1959.
- [106] B. A. Amel, M. T. Paridah, R. Sudin, U. Anwar, and A. S. Hussein, "Effect of fiber extraction methods on some properties of kenaf bast fiber," *Industrial crops and products*, vol. 46, pp. 117-123, 2013.
- [107] S. B. Brahim and R. B. Cheikh, "Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite," *Composites science and technology*, vol. 67, no. 1, pp. 140-147, 2007.
- [108] S. Msahli, J. Ydrean, and F. Sakli, "Evaluating the fineness of agave Americana L. fibers," *Textile Research Journal*, vol. 75, no. 7, pp. 540-543, 2005.
- [109] N. Lemita, S. Deghboudj, M. Rokbi, F. M. L. Rekbi, and R. Halimi, "Characterization and analysis of novel natural cellulosic fiber extracted from *Strelitzia reginae* plant," *Journal of Composite Materials*, vol. 56, no. 1, pp. 99-114, 2022.
- [110] H.-Y. Cheung, K.-T. Lau, M.-P. Ho, and A. Mosallam, "Study on the mechanical properties of different silkworm silk fibers," *Journal of Composite Materials*, vol. 43, no. 22, pp. 2521-2531, 2009.
- [111] J.-C. Charmet, "Mécanique du solide et des matériaux," *Laboratoire d'Hydrodynamique et Mécanique Physique*, 1997.
- [112] Y. Perrot, "Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites verre/polyester utilisés en construction navale de plaisance-Cas des résines polyester limitant les émissions de styrène," Université de Bretagne Sud, 2006.

- [113] K. Shaltout, "Dimension analysis of *Thymelaea hirsuta* (L.) Endl. fibers," *Feddes Repertorium*, vol. 103, no. 1-2, pp. 99-106, 1992.
- [114] K. P. Kabeya, P. J. Robbertse, D. Marais, and J. M. Steyn, "Plant anatomy as a tool for evaluating the effect of different levels of nitrogen, plant population density, row spacing and irrigation on kenaf (*Hibiscus cannabinus*) fibre development," *South African Journal of Plant and Soil*, vol. 34, no. 5, pp. 351-360, 2017.
- [115] F. Corrêa *et al.*, "Anatomical traits related to stress in high density populations of *Typha angustifolia* L.(Typhaceae)," *Brazilian Journal of Biology*, vol. 77, pp. 52-59, 2016.
- [116] M. K. Priya, *Proceedings of national seminar on multidisciplinary research and practice volume 1*. jec publication.
- [117] P. Baskaran, M. Kathiresan, P. Senthamarai kanna n, and S. Saravanakumar, "Characterization of new natural cellulosic fiber from the bark of *dichrostachys cinerea*," *Journal of Natural Fibers*, vol. 15, no. 1, pp. 62-68, 2018.
- [118] V. Fiore, T. Scalici, and A. Valenza, "Characterization of a new natural fiber from *Arundo donax* L. as potential reinforcement of polymer composites," *Carbohydr Polym*, vol. 106, pp. 77-83, Jun 15 2014, doi: 10.1016/j.carbpol.2014.02.016.
- [119] P. Manimaran, S. Saravanakumar, N. Mithun, and P. Senthamarai kanna n, "Physicochemical properties of new cellulosic fibers from the bark of *Acacia arabica*," *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, vol. 21, no. 6, pp. 548-553, 2016.
- [120] S. Indran and R. E. Raj, "Characterization of new natural cellulosic fiber from *Cissus quadrangularis* stem," *Carbohydrate polymers*, vol. 117, pp. 392-399, 2015.
- [121] K. Mayandi, N. Rajini, P. Pitchipoo, J. W. Jappes, and A. V. Rajulu, "Extraction and characterization of new natural lignocellulosic fiber *Cyperus pangorei*," *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, vol. 21, no. 2, pp. 175-183, 2016.
- [122] R. Dalmis, S. Köktaş, Y. Seki, and A. Ç. Kılınc, "Characterization of a new natural cellulose based fiber from *Hierochloe Odarata*," *Cellulose*, vol. 27, pp. 127-139, 2020.
- [123] M. Maache, A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, and A. Dufresne, "Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus* L," *Carbohydrate polymers*, vol. 171, pp. 163-172, 2017.
- [124] A. Khan *et al.*, "Extraction and characterization of natural fiber from *Eleusine indica* grass as reinforcement of sustainable fiber reinforced polymer composites," *Journal of Natural Fibers*, vol. 18, no. 11, pp. 1742-1750, 2021.
- [125] A. A. M. Moshi, D. Ravindran, S. S. Bharathi, S. Indran, S. Saravanakumar, and Y. Liu, "Characterization of a new cellulosic natural fiber extracted from the root of *Ficus religiosa* tree," *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 142, pp. 212-221, 2020.
- [126] S. Saravanakumar, A. Kumaravel, T. Nagarajan, P. Sudhakar, and R. Baskaran, "Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Prosopis juliflora* bark," *Carbohydrate polymers*, vol. 92, no. 2, pp. 1928-1933, 2013.
- [127] K. Santhanam, A. Kumaravel, S. Saravanakumar, and V. Arthanarieswaran, "Characterization of new natural cellulosic fiber from the *Ipomoea staphylina* plant," *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, vol. 21, no. 3, pp. 267-274, 2016.

- [128] M. D. L. Chikouche, A. Merrouche, A. Azizi, M. Rokbi, and S. Walter, "Influence of alkali treatment on the mechanical properties of new cane fibre/polyester composites," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 34, no. 16, pp. 1329-1339, 2015.
- [129] P. Senthamaraiannan and M. Kathiresan, "Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fiber from *Coccinia grandis* L.," *Carbohydrate Polymers*, vol. 186, pp. 332-343, 2018.
- [130] J. Ahmed, M. Balaji, S. Saravanakumar, and P. Senthamaraiannan, "A comprehensive physical, chemical and morphological characterization of novel cellulosic fiber extracted from the stem of *Elettaria cardamomum* plant," *Journal of Natural Fibers*, vol. 18, no. 10, pp. 1460-1471, 2021.
- [131] J. Jayaramudu, B. Guduri, and A. V. Rajulu, "Characterization of new natural cellulosic fabric *Grewia tilifolia*," *Carbohydrate polymers*, vol. 79, no. 4, pp. 847-851, 2010.
- [132] M. Sarikanat, Y. Seki, K. Sever, and C. Durmuşkahya, "Determination of properties of *Althaea officinalis* L.(Marshmallow) fibres as a potential plant fibre in polymeric composite materials," *Composites Part B: Engineering*, vol. 57, pp. 180-186, 2014.
- [133] A. Jabbar, J. Militký, J. Wiener, M. U. Javaid, and S. Rwawiire, "Tensile, surface and thermal characterization of jute fibres after novel treatments," *Indian Journal of Fibre & Textile Research (IJFTR)*, vol. 41, no. 3, pp. 249-254, 2016.
- [134] R. Siva, T. Valarmathi, K. Palanikumar, and A. V. Samrot, "Study on a Novel natural cellulosic fiber from *Kigelia africana* fruit: characterization and analysis," *Carbohydrate polymers*, vol. 244, p. 116494, 2020.
- [135] K. O. Reddy *et al.*, "Extraction and characterization of cellulose single fibers from native african napier grass," *Carbohydrate polymers*, vol. 188, pp. 85-91, 2018.
- [136] K. O. Reddy, B. Ashok, K. R. N. Reddy, Y. Feng, J. Zhang, and A. V. Rajulu, "Extraction and characterization of novel lignocellulosic fibers from *Thespesia lampas* plant," *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, vol. 19, no. 1, pp. 48-61, 2014.
- [137] M. K. Hossain, M. W. Dewan, M. Hosur, and S. Jeelani, "Effect of surface treatment and nanoclay on thermal and mechanical performances of jute fabric/biopol 'green' composites," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 30, no. 22, pp. 1841-1856, 2011.
- [138] F. Yao, Q. Wu, Y. Lei, W. Guo, and Y. Xu, "Thermal decomposition kinetics of natural fibers: activation energy with dynamic thermogravimetric analysis," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 93, no. 1, pp. 90-98, 2008.
- [139] P. Narayanasamy *et al.*, "Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Calotropis gigantea* fruit bunch for ecofriendly polymer composites," *Int J Biol Macromol*, vol. 150, pp. 793-801, May 1 2020, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.02.134.
- [140] M. Kamali Moghaddam, "Typha leaves fiber and its composites: A review," *Journal of Natural Fibers*, vol. 19, no. 13, pp. 4993-5007, 2022.
- [141] S. Rezig, F. Khoffi, M. Jaouadi, A. Eloudiani, and S. Msahli, "Optimization and Characterization of Combined Degumming Process of *Typha angustata* L. Stem Fibers," *Journal of Renewable Materials*, vol. 12, no. 6, 2024.

- [142] K. Chakma, N. Cicek, and M. Rahman, "Fiber extraction efficiency, quality and characterization of cattail fibres for textile applications," in *Proceedings of the Canadian Society for Bioengineering Conference (CSBE)*, Winnipeg, Canada, 2017.
- [143] S. Rezig, M. Jaouadi, F. Khoffi, S. Msahli, and B. Durand, "Optimization of extraction process of Typha leaf fibres," 2016.
- [144] O. Faruk, A. K. Bledzki, H. P. Fink, and M. Sain, "Progress report on natural fiber reinforced composites," *Macromolecular Materials and Engineering*, vol. 299, no. 1, pp. 9-26, 2014.
- [145] I. Pillin, A. Kervoelen, A. Bourmaud, J. Goimard, N. Montrelay, and C. Baley, "Could oleaginous flax fibers be used as reinforcement for polymers?," *Industrial Crops and Products*, vol. 34, no. 3, pp. 1556-1563, 2011.
- [146] S. Indran, R. E. Raj, and V. Sreenivasan, "Characterization of new natural cellulosic fiber from *Cissus quadrangularis* root," *Carbohydrate polymers*, vol. 110, pp. 423-429, 2014.
- [147] I. Ibrahim, S. Sarip, N. Bani, M. Ibrahim, and M. Hassan, "The Weibull probabilities analysis on the single kenaf fiber," in *AIP Conference Proceedings*, 2018, vol. 1958, no. 1: AIP Publishing.
- [148] M. Cai and Z. Zou, "Effect of aerobic exercise on blood lipid and glucose in obese or overweight adults: a meta-analysis of randomised controlled trials," *Obesity research & clinical practice*, vol. 10, no. 5, pp. 589-602, 2016.
- [149] Sakuri Sakuri et al. "the effect of alkali and fumigation treatments on king pineapple fiber properties and interfacial bonding of king pineapple fiber/unsaturated polyester on microcrystalline cellulose reinforced composite," *Journal de l'Université Jiaotong du Sud-Ouest*, vol. 56, no. 3, 2021.
- [150] C. Baley, F. Busnel, Y. Grohens, and O. Sire, "Influence of chemical treatments on surface properties and adhesion of flax fibre–polyester resin," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, no. 10, pp. 1626-1637, 2006.
- [151] R. Joffe, J. Andersons, and L. Wallström, "Strength and adhesion characteristics of elementary flax fibres with different surface treatments," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 34, no. 7, pp. 603-612, 2003.
- [152] G. Beckermann and K. Pickering, "Engineering and evaluation of hemp fibre reinforced polypropylene composites: Micro-mechanics and strength prediction modelling," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, no. 2, pp. 210-217, 2009.
- [153] Z. Belouadah, M. Rokbi, and A. Ati, "Manufacturing and characterization of new composite based on epoxy resin and *Lygeum Spartum* L. plant," *Journal of Natural Fibers*, vol. 19, no. 11, pp. 4236-4248, 2022.
- [154] R. Acosta, G. C. Trujillo, and J. L. M. Arévalo, "Synthesis and mechanical behavior of composite material reinforced with guadua fiber and with a polyurethane or polyester matrix," *BioResources*, vol. 16, no. 4, pp. 8049-8059, 2021.
- [155] A. Hallonet, L. Michel, and E. Ferrier, "Comportement mécanique d'un polymère époxy renforcé par fibres de lin longues stratifié au contact pour le renforcement externe de structures en béton armé," in *Rencontres Universitaires de Génie Civil*, 2015.
- [156] S. N. Monteiro, F. M. Margem, G. R. Altoé, R. L. Loiola, and M. P. Oliveira, "Tensile strength of polyester composites reinforced with thinner buriti fibers," in *Materials Science Forum*, 2014, vol. 775: Trans Tech Publ, pp. 183-188.

- [157] A. Nouigues, "Recyclage des pièces en composite polyester en fibres de verre de grandes dimensions par laminage," Université de Nantes (UN), 2021.
- [158] a. belaadi, "elaboration et caracterisation des materiaux biocomposites," These de doctorat universiyé de guelma 2015.
- [159] S. C. Chin, K. F. Tee, F. S. Tong, H. R. Ong, and J. Gimbun, "Thermal and mechanical properties of bamboo fiber reinforced composites," *Materials Today Communications*, vol. 23, p. 100876, 2020.
- [160] R. Hossain, "Development of natural fiber reinforced polymer composite," Université d'ingénierie et de technologie du Bangladesh, 2005.
- [161] M. R. Hossain and Q. Ahsan, "investigation of mechanical properties of polyester resin matrix composites reinforced with locally available jute mat.," ICME05-AM-30, 2005.
- [162] G. Coroller *et al.*, "Effect of flax fibres individualisation on tensile failure of flax/epoxy unidirectional composite," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 51, pp. 62-70, 2013.
- [163] C. Baley, A. Le Duigou, A. Bourmaud, and P. Davies, "Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, no. 8, pp. 1226-1233, 2012.
- [164] J. Keckes *et al.*, "Cell-wall recovery after irreversible deformation of wood," *Nature materials*, vol. 2, no. 12, pp. 810-813, 2003.
- [165] C. Baley, "Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 33, no. 7, pp. 939-948, 2002.
- [166] P. M. Wild, J. W. Provan, R. Guin, and S. Pop, "The effects of cyclic axial loading of single wood pulp fibers at elevated temperature and humidity," 1999.
- [167] A. R. Prasad and K. M. Rao, "Mechanical properties of natural fibre reinforced polyester composites: Jowar, sisal and bamboo," *Materials & Design*, vol. 32, no. 8-9, pp. 4658-4663, 2011.
- [168] M. K. Gupta and R. Gond, "Influence of concentrations of alkali treatment on mechanical and dynamic mechanical properties of hemp/polyester composite," *American J Polym Sci Eng*, vol. 5, pp. 24-33, 2017.
- [169] K. M. M. Rao, K. M. Rao, and A. R. Prasad, "Fabrication and testing of natural fibre composites: Vakka, sisal, bamboo and banana," *Materials & Design*, vol. 31, no. 1, pp. 508-513, 2010.
- [170] G. Mahesha, S. Satish, K. Vijaya, and K. S. Bhat, "Preparation of unidirectional grewia serrulata fiber-reinforced polyester composites and evaluation of tensile and flexural properties," *Journal of natural fibers*, vol. 13, no. 5, pp. 547-554, 2016.
- [171] S. Das and M. Bhowmick, "Mechanical properties of unidirectional jute-polyester composite," *Journal of Textile Science & Engineering*, vol. 5, no. 4, p. 1, 2015.
- [172] P. Sreekumar, K. Joseph, G. Unnikrishnan, and S. Thomas, "A comparative study on mechanical properties of sisal-leaf fibre-reinforced polyester composites prepared by resin transfer and compression moulding techniques," *Composites science and technology*, vol. 67, no. 3-4, pp. 453-461, 2007.

- [173] K. M. M. Rao, A. R. Prasad, M. R. Babu, K. M. Rao, and A. Gupta, "Tensile properties of elephant grass fiber reinforced polyester composites," *Journal of Materials Science*, vol. 42, pp. 3266-3272, 2007.
- [174] N. T. Simonassi *et al.*, "Reinforcement of polyester with renewable ramie fibers," *Materials Research*, vol. 20, no. Suppl 2, pp. 51-59, 2017.
- [175] M. Rokbi, "Etude du comportement mécanique du stratifié polyester-fibre de verre," Université Ferhat Abbas de sétif, 2012.
- [176] N. F. Ismail, N. A. Mohd Radzuan, A. B. Sulong, N. Muhamad, and C. H. Che Haron, "The effect of alkali treatment on physical, mechanical and thermal properties of kenaf fiber and polymer epoxy composites," *Polymers*, vol. 13, no. 12, p. 2005, 2021.
- [177] M. Y. Khalid *et al.*, "Developments in chemical treatments, manufacturing techniques and potential applications of natural-fibers-based biodegradable composites," *Coatings*, vol. 11, no. 3, p. 293, 2021.
- [178] S. Sathish, K. Kumaresan, L. Prabhu, and N. Vigneshkumar, "Experimental investigation on volume fraction of mechanical and physical properties of flax and bamboo fibers reinforced hybrid epoxy composites," *Polymers and Polymer Composites*, vol. 25, no. 3, pp. 229-236, 2017.
- [179] S. Rizal, Ikramullah, D. A. Gopakumar, S. Thalib, S. Huzni, and H. Abdul Khalil, "Interfacial compatibility evaluation on the fiber treatment in the Typha fiber reinforced epoxy composites and their effect on the chemical and mechanical properties," *Polymers*, vol. 10, no. 12, p. 1316, 2018.
- [180] M. Z. M. Yusoff, M. S. Salit, N. Ismail, and R. Wirawan, "Mechanical properties of short random oil palm fibre reinforced epoxy composites," *Sains Malaysiana*, vol. 39, no. 1, pp. 87-92, 2010.
- [181] K. Mustapha, S. T. Azeko, E. Annan, M. G. Zebaze Kana, L. Daniel, and W. O. Soboyejo, "Pull-out behavior of natural fiber from earth-based matrix," *Journal of Composite Materials*, vol. 50, no. 25, pp. 3539-3550, 2016.
- [182] K. Wong, S. Zahi, K. Low, and C. Lim, "Fracture characterisation of short bamboo fibre reinforced polyester composites," *Materials & Design*, vol. 31, no. 9, pp. 4147-4154, 2010.
- [183] T. P. Z. Marques, S. Mayer, G. M. Candido, and M. C. Rezende, "Fractographic analysis of scarf repaired carbon/epoxy laminates submitted to tensile strength," *Engineering Failure Analysis*, vol. 124, p. 105374, 2021.

Protocole d'Anatomie : Méthode du Double Colorant

L'analyse anatomique des fibres végétales a été réalisée selon la méthode du double colorant, permettant une distinction précise des différents tissus cellulaires. Cette méthode repose sur l'utilisation de deux colorants différents qui réagissent sélectivement avec les composants des cellules végétales. Cette approche s'inspire des travaux de Furelaud, G., J. P. Rubinstein, et R. Prat dans *Colorations de cellulose et lignine* (Paris: Vie, 2011).

Les échantillons de tissus végétaux (*Malva sylvestris* L. et *Typha angustifolia*) sont prélevés et préparés en coupes fines à l'aide d'un microtome ou d'un rasoir. Pour assurer une meilleure pénétration des colorants, les coupes sont d'abord traitées avec une solution d'hypochlorite de sodium (eau de Javel à 5-10° chlorométriques) pendant une durée de 10 à 20 minutes afin de clarifier les tissus. Ensuite, elles sont soigneusement rincées à l'eau distillée et soumises à un lavage rapide dans une solution d'acide acétique dilué (1:1 avec de l'eau) pour neutraliser les résidus.

La coloration se déroule en deux étapes. D'abord, les coupes sont immergées dans une solution de carmine alunée pendant 5 minutes, ce qui permet de colorer spécifiquement les parois celluliques en rouge. Après un rinçage rapide, elles sont plongées dans une solution de vert d'iode pendant 2 minutes afin de marquer les structures lignifiées et subérifiées en vert. Un dernier lavage à l'eau distillée est réalisé pour éliminer l'excès de colorant.

Une fois colorées, les coupes subissent un processus de déshydratation en étant successivement plongées dans des bains d'alcool à 70% et 95%. Elles sont ensuite montées sous lame avec du baume du Canada ou un milieu de montage adapté, permettant une conservation optimale et une meilleure observation au microscope optique.

À l'observation, les tissus celluliques apparaissent en rouge, tandis que les tissus lignifiés et subérifiés se distinguent en vert, facilitant ainsi l'analyse des structures internes du végétal. Pour garantir une coloration homogène et précise, il est conseillé de tester différentes durées d'immersion et d'adapter la concentration des colorants selon la nature des échantillons étudiés.

Normes Utilisées dans la Thèse

Dans cette thèse, plusieurs normes ont été appliquées pour garantir la fiabilité et la comparabilité des résultats obtenus. Ces normes couvrent les essais mécaniques des fibres et des composites, ainsi que l'évaluation des interfaces fibre-matrice.

Normes de Caractérisation des Fibres

ASTM D2320 (Dernière mise à jour : 2017) : Détermination de la densité (densité relative) des matériaux solides par la méthode du pycnomètre. Cette norme est utilisée pour caractériser la densité des matériaux polymères et composites.

ASTM D3822 : Dernière mise à jour : 21 février 2020. Détermination des propriétés mécaniques des fibres individuelles en traction. Ce test mesure la résistance à la traction, l'allongement à la rupture et le module de Young des fibres naturelles et synthétiques. Il est couramment utilisé pour les fibres de renforcement des composites et permet une comparaison fiable des performances mécaniques des différentes fibres.

Normes de Caractérisation des Composites

ASTM D3039: Essai de traction des composites polymères renforcés par des fibres. Dernière mise à jour : 4 juin 2014. Cette méthode est utilisée pour mesurer la résistance à la traction, la déformation ultime et le module d'élasticité des composites polymères renforcés par des fibres de haute performance. Elle est appliquée aux composites à fibres continues ou discontinues lorsque le stratifié est équilibré et symétrique par rapport à la direction du test.

ASTM D790 : Dernière mise à jour : 24 juillet 2017. Cette méthode d'essai permet de déterminer les propriétés de flexion des plastiques non renforcés et renforcés, y compris les composites à fibres de haute performance et les matériaux isolants électriques. L'essai de flexion trois points est utilisé pour évaluer la résistance à la flexion et le module de flexion des composites. Les propriétés mécaniques obtenues comprennent la contrainte de flexion ultime, la contrainte à la rupture en flexion, le module d'élasticité en flexion et la déformation correspondante. L'essai est réalisé sur des éprouvettes en forme de poutre simplement appuyée et soumise à un chargement en trois points. La précision des résultats est influencée par plusieurs paramètres, notamment la vitesse d'essai, la température ambiante et la préparation des éprouvettes. Résines couramment utilisées : époxy, polyester, vinylester.

ISO 527 : Dernière mise à jour : 2019. Essais de traction sur les plastiques et composites polymères. Il détermine les propriétés mécaniques en traction des matériaux polymériques. Résines couramment utilisées : époxy, polypropylène, polycarbonate.

ISO 2535 : Dernière confirmation en 2021. Mesurage du temps de gel à température ambiante des résines de polyesters non saturés. Cette norme spécifie les méthodes de mesure du temps de gel dans un intervalle de 18 °C à 30 °C, avec une température de référence de 25 °C. Résine concernée : polyester non saturé.