



Université Mohamed Boudiaf - M'sila
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE



Thèse

Présentée pour l'obtention du diplôme de

DOCTORAT DES SCIENCES

Filière : Génie mécanique

Spécialité : Construction mécanique

THEME

**Etude du comportement mécanique et thermique d'une structure fibreuse à
base de résine et de fibres végétales**

Présentée Par

MEBARKIA Djalal

Soutenue le : 17/03/2026

Devant le jury composé de :

ZERGANE Said	Professeur Université M'sila	Président
ROKBI Mansour	Professeur Université M'sila	Rapporteur
BAKHTI Fatima Zohra	Professeur Université M'sila	Co- Rapporteur
KHALDI Abdelghani	Maitre de Conference(A) Université B.B.A	Examineur
KHALLADI Med Redha	Professeur Université B.B.A	Examineur
BOUDJEMAA Soufiane	Maitre de Conference(A) Université B.B.A	Examineur

Année Universitaire : 2025/2026

Remerciements

Avant toute chose, je rends grâce à Dieu Tout-Puissant, dont la bénédiction et la miséricorde m'ont accompagné tout au long de ce parcours et m'ont permis d'achever cette thèse.

*Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à mes encadrateurs, le Professeur **ROKBI Mansour** et la Professeure **BAKHTI Fatima Zohra**, pour leur encadrement rigoureux, leur disponibilité constante et leurs orientations scientifiques éclairées qui ont grandement contribué à la qualité de ce travail.*

*J'adresse mes sincères remerciements au Président du jury, le Professeur **ZORGANE Said**, ainsi qu'aux membres du jury, le Professeur **KHALDI Abdelghani**, le Professeur **KHALLADI Med Redha** et le Docteur **BOUDJEMAA Soufiane**, pour l'honneur qu'ils me font en évaluant cette thèse, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail et pour leurs remarques pertinentes et constructives.*

*Je tiens également à exprimer ma reconnaissance au Professeur **ZOGLACHE Samir**, grâce à qui j'ai eu l'opportunité d'entreprendre ce parcours doctoral. Mes remerciements vont aussi au Docteur **MOUSSAOUI Nafissa** et au Professeur **MAKRI Hocine**, pour leur aide précieuse dans la préparation et la publication de mon article scientifique, ainsi qu'au Docteur **MEDDAH Mostapha** pour son soutien et ses conseils avisés.*

*Je remercie vivement **ZOUKEL Abdelhamid**, directeur du PTAPC LAGOUAT (Plateau Technique d'Analyse Physico-Chimique), pour sa collaboration et pour m'avoir permis d'accéder aux moyens expérimentaux nécessaires à la réalisation de cette étude.*

Je souhaite exprimer ma profonde gratitude à mes parents, pour leur amour inconditionnel, leurs sacrifices et leur soutien indéfectible qui ont constitué la base de toutes mes réussites. Mes remerciements s'adressent également à mes sœurs, pour leurs encouragements constants et leur présence bienveillante.

Enfin, j'adresse un hommage particulier à ma femme, dont la patience, la compréhension et le soutien permanent ont été une source de force et de motivation tout au long de ce parcours.

À toutes celles et ceux qui ont contribué à la réalisation de cette thèse, je présente mes remerciements les plus sincères.

Sommaire

Table des matières

Introduction générale.....	19
----------------------------	----

Chapitre I Généralités sur composites à base de fibres végétales

I.1	Introduction	23
I.2	Matériaux composites	23
I.3	Composites à matrice polymère/fibres végétale	25
	I.3.1 Domaine d'utilisation des composites	25
I.4	Renforts à fibres végétales	28
	1.4.1 Structures des fibres végétales	28
	I.4.2 Composition chimique.....	30
	I.4.3 Techniques d'extraction des fibres.....	33
	I.4.4 Architecture de renforcement	38
I.5	Matrice	39
	I.5.1 Matrices thermoplastiques	39
	I.5.2 Matrices thermodurcissables.....	40
I.6	Procédés de fabrication des composites.....	41
	I.6.1 Moulage au contact (Contact Molding)	42
	I.6.2 Moulage par compression.....	42
	I.6.3 Moulage sous vide	43
	I.6.4 Moulage par injection de résine.....	44
	I.6.4 Moulage par injection de compound pré-mélangé	44
	I.6.5 Moulage par injection de mousse	45
	I.6.6 Moulage de composants de révolution	45
	I.6.7 Enroulement filamentaire	46
I.7	Facteurs influençant les composites à renfort naturel	46
	I.7.1 Nature et le taux de fibres	47
	I.7.2 Dispersion des fibres.....	47
	I.7.3 Orientation des fibres.....	47
	I.7.4 Stabilité thermique des fibres naturelles	48

I.7.5	Longueur critique des fibres	48
I.7.6	Adhésion interfaciale	48
I.8	Mécanisme d'adhésion interrassiale.....	48
I.8.1	Verrouillage mécanique.....	49
I.8.2	Liaison électrostatique	49
I.8.3	Liaison chimique.....	49
I.8.4	Liaison par inter diffusion.....	50
I.9	Traitements des fibres naturelles pour l'amélioration de l'interface fibre/matrice	50
I.9.1	Traitements physiques	50
I.9.2	Traitements chimiques.....	51
I.10	Synthèse bibliographique des travaux réalisés sur les matériaux composites renforcés par des fibres végétales.....	52

Chapitre II Matériels et méthodes

II.1	Introduction	62
II.2	Présentation de la région de Maadhar	63
II.3	Présentation de la plante <i>Aster squamatus</i>	64
II.4	Extraction des fibres.....	65
II.5	Traitement alcalin.....	66
II.6	Anatomie de plantes	66
II.7	Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)	67
II.8	Analyse thermogravimétrique (ATG).....	68
II.9	Spectroscopie de diffraction des rayons X (DRX).....	69
II.10	Mesure de la densité.....	70
II.11	Traction de fibre.....	71
II.12	Microscope Electronique à Balayage (MEB)	72
II.13	Analyses statistiques de Wei bull.....	73
II.14	Mise en œuvre des plaques composites	74
II.14.1	Matériaux utilisés	74
II.14.2	Préparation des échantillons composites	75
II.14.3	Préparation des échantillons de résine pure.....	79
II.14.4	Préparation des éprouvettes d'essai	79

II.15 Paramètres d'essais et normes appliquées.....	80
II.15.1 Essai de traction.....	80
II.15.2 Essais de flexion à trois points	81
II.16 Essais de conductivité thermique	83
II.16.1 Principe de fonctionnement de l'appareil Hot Disk TPS 1500	84
II.17 Conclusion	84

Chapitre III Résultats & discussion

III.1. Caractérisations physico-chimique et mécaniques des fibres	87
III.1.1 Introduction	87
III.1.2 Analyse anatomique des plantes.....	87
III.1.3 Caractérisations physique-chimique des fibres	88
III.1.3.1 Mesure de la densité.....	88
III.1.3.2 Analyse thermogravimétrique (ATG)	89
III.1.3.3 Diffractomètre RX	92
III.1.3.4 ATR- FTIR.....	93
III.1.4. Caractérisation mécanique.....	95
III.1.4.1 Essai de traction	95
III.1.6 Conclusion	101
III.2. Caractérisation mécanique et thermique des composites	102
III.2.1 Introduction	102
III.2.2 Comportement mécanique des composites renforcés par des fibres	102
III.2.2.1 Essai de traction	102
III.2.2.2 Essai de flexion 3-points	105
III.2.3 Spectrométrie Infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	108
III.2.4 Analyse de la morphologie du facies des composites après un essai de traction	109
III.2.6 Conclusion	114

Chapitre IV Modélisation numérique des caractéristiques thermo structurales d'un composite

IV.1 Introduction	116
-------------------------	-----

IV.2 Estimation théorique des caractéristiques thermiques des fibres	116
IV.2.1 Estimation de conductivité.....	116
IV.2.1(a) Modèle de Maxwell–Eucken.....	116
IV.2.1(b) Modèle de Rayleigh	117
IV.2.1(c) Modèle de Lewis–Nielsen	117
IV.3 Équations Mathématiques pour la Simulation.....	120
IV.3.1 Simulation Thermique	120
IV.3.2 Simulation Structurale	120
IV.4 Méthode Numérique.....	121
IV.5 Simulation thermo-structural sous ANSYS Workbench.....	121
IV.5.1 Matériel Designer :	122
IV.5.2 Analyse Thermique Stationnaire	126
IV.5.2 Analyse Structurelle Statique.....	130
IV.6 Comparaison des déplacements expérimentaux avec numériques.....	133
IV.7 Comportement thermomécanique de la résine et du composite polyester/AS.....	134
IV.8 Conclusion.....	135
Conclusion générale.....	137

ملخص

تناولت هذه الرسالة دراسة إمكانية استخدام الألياف النباتية المحلية كعوامل تدعيم للمواد المركبة، وذلك في إطار البحث عن حلول خفيفة، اقتصادية وصديقة للبيئة. تتميز الألياف النباتية بخصائص مهمة، مثل كثافتها المنخفضة، وقابليتها الحيوية، وقدرتها على تحسين الخصائص الميكانيكية والحرارية للمركبات، مما يجعلها خياراً واعداً للعديد من التطبيقات الهندسية والصناعية.

في بداية هذا العمل، تم التركيز على دراسة نبتة *Aster squamatus* لأول مرة كنبتة جديدة لم يسبق توصيفها في مجال الألياف النباتية، حيث شملت الدراسة استخراج أليافها، معالجتها، وتوصيف خصائصها الفيزيائية والكيميائية والميكانيكية. وبعد ذلك تم توسيع نطاق البحث ليشمل ثلاثة أنواع من النباتات، و *Aster squamatus*، *Malva sylvestris*، و *jute* بهدف تقييم مدى ملائمتها كعوامل تدعيم لمركبات بوليسترية.

تشمل المنهجية المتبعة تحليل ألياف *Aster squamatus* باستخدام تقنيات FTIR، DRX، TGA، MEB، إضافة إلى الاختبارات الميكانيكية للألياف الخام والمعالجة. وقد بينت النتائج أن المعالجة القلوية حسنت من أداء الألياف التي أظهرت زيادة في التبلور والكثافة ومعامل يونغ.

تم تحضير مركبات بوليستر مدعمة بالألياف الثلاثة، ثم توصيفها ميكانيكياً (شد، انحناء ثلاثي النقاط) وحرارياً عبر قياس التوصيلية الحرارية، الانتشارية والسعة الحرارية الحجمية. أظهرت النتائج أن إدراج الألياف يحسن من المقاومة الميكانيكية والصلابة، مع اختلاف الأداء تبعاً لنوع الألياف، حيث قدمت ألياف *Aster squamatus* توازناً جيداً بين الصلابة والمتانة، بينما تميزت *Malva sylvestris* بأعلى معامل للانحناء.

كما أجريت دراسة عددية باستخدام برنامج ANSYS على مركب Polyester/AS، سمحت بتحليل السلوك الحراري-الإنشائي تحت ظروف حرارية مختلفة، وأكدت التأثير الإيجابي للتدعيم اللينفي على استقرار المركب ومقاومته. يساهم هذا العمل في تطوير مواد مركبة حيوية المصدر، منخفضة التأثير البيئي، وذات أداء وموثوقية تلأم متطلبات العديد من التطبيقات الصناعية والهندسية.

الكلمات المفتاحية: ألياف نباتية، الألياف النباتية اللجنوسليلوزية، استخلاص الألياف، التوصيف الميكانيكي، التحليل الفيزيائي-الكيميائي، DRX، MEB، ATR-FTIR، TGA، التوصيف الحراري-الفيزيائي (التوصيلية الحرارية، الانتشارية الحرارية)، مركب بوليستر مدعم بالألياف النباتية، *Aster squamatus*، *Malva sylvestris*، *Jute*،

ANSYS

Abstract

This thesis evaluates the potential of local plant fibers as reinforcement agents for composite materials, aiming to develop lightweight, low-cost, and environmentally friendly alternatives to conventional synthetic reinforcements.

The study begins with the first investigation of *Aster squamatus* as a new and previously uncharacterized fiber source, including its extraction, alkaline treatment, and structural, physico-chemical, and mechanical characterization. Techniques such as FTIR, XRD, TGA, SEM, and mechanical testing on both raw and treated fibers revealed significant improvements in crystallinity, density, and mechanical performance after chemical treatment.

The study was then expanded to include three plant fibers—*Aster squamatus*, *Malva sylvestris*, and jute to assess their suitability for reinforcing polyester composites. The resulting composites were evaluated through tensile and three-point bending tests, as well as thermal measurements. The results show that fiber incorporation significantly improves the mechanical properties and reduces both thermal conductivity and thermal diffusivity compared to neat polyester resin.

A thermo-structural numerical simulation performed with ANSYS on the Polyester/AS composite further confirmed the beneficial influence of fiber reinforcement under various thermal and mechanical conditions.

Overall, this research contributes to the development of high-performance, bio-based composite materials with reduced environmental impact and properties suitable for modern industrial and engineering applications.

Keywords: lignocellulose plant fibers, fiber extraction, mechanical characterization, physicochemical analysis (density, XRD, SEM, ATR-FTIR, TGA), thermal characterization (thermal conductivity, thermal diffusivity), polyester-based composite reinforced with plant fibers, *Aster squamatus*, *Malva sylvestris*, jute, ANSYS.

Résumé

Cette thèse évalue le potentiel des fibres végétales locales comme agents de renforcement des matériaux composites, dans l'objectif de développer des solutions légères, économiques et respectueuses de l'environnement en remplacement des renforts synthétiques conventionnels.

Une attention particulière a d'abord été portée à l'étude pour la première fois de la plante *Aster squamatus* comme nouvelle source de fibres, à travers son extraction, son traitement chimique et sa caractérisation structurale et mécanique. Les fibres ont été analysées par FTIR, DRX, TGA, MEB ainsi que par des essais mécaniques sur fibres brutes et traitées, montrant une amélioration notable des propriétés après traitement alcalin.

La recherche a ensuite été élargie à trois types de fibres végétales *Aster squamatus*, *Malva sylvestris* et le jute afin d'évaluer leur aptitude au renforcement de composites à matrice polyester. Les composites élaborés ont été soumis à des essais mécaniques en traction et en flexion, Les résultats montrent que l'incorporation des fibres améliore significativement les propriétés mécaniques et réduit la conductivité ainsi que la diffusivité thermique,

Une simulation thermo-structurale réalisée avec ANSYS sur le composite Polyester/AS a confirmé l'effet positif du renfort fibreux sous différentes conditions thermiques et mécaniques.

Dans l'ensemble, ce travail contribue au développement de matériaux composites biosourcés, performants et à faible impact environnemental, adaptés aux exigences industrielles actuelles.

Mots-clés : Fibres végétales lignocellulosiques, extraction des fibres, caractérisation mécanique, analyse physico-chimique (densité, DRX, MEB, ATR-FTIR, TGA), caractérisation thermique (conductivité thermique, diffusivité thermique), composite polyester renforcé par des fibres végétales, *Aster squamatus*, *Malva sylvestris*, jute, ANSYS.

Liste des abréviations

Fibres et composites :

AS : Aster squamatus

MS : Malva sylvestris L.

Polyester/AS : Composite renforcé par des fibres de Aster squamatus

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

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 : Densité des fibres (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 :

$F(\sigma)$: la probabilité de rupture de la fibre

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)

σ_0 : Contrainte caractéristique.

m : module de Weibull

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)

τ : Résistance au cisaillement interfacial (MPa)

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

d : Diamètre de la fibre (mm)

Paramètres thermique :

k : Conductivité Thermique (W/m·K).

C_p : Capacité Thermique Spécifique (J/kg·K)

V_f : fraction volumique fibre

V_m : fraction volumique matrice

Liste des figures

Figure I-1 Schéma d'un matériau composite.....	24
Figure I-2 Schéma de classification des matériaux composites	24
Figure I-3 Composites renforcés par les fibres de chanvre pour applications automobiles.	26
Figure I-4 Coupe de tige de chanvre montrant les différentes parois cylindriques.....	29
Figure I-5 Structure ligne-cellulosique de la fibre d'agave A[18]	29
Figure I-6 Structure de la cellulose.....	30
Figure I-7 Molécule d'hémicellulose.	31
Figure I-8 Motifs élémentaires de la lignine..	32
Figure I-9 Rouissage au champ.	36
Figure I-10 Rouissage au champ.	36
Figure I-11 Principales orientations des fibres.	39
Figure I-12 Moulage au contact.....	42
Figure I-13 Moulage par compression.	42
Figure I-14 Moulage sous vide.....	43
Figure I-15 Moulage par faisceau d'électrons ou rayons X.	43
Figure I-16 Moulage par injection de résine.	44
Figure I-17 Moulage par injection de compound pré-mélangé (Résines thermodurcissables).44	
Figure I-18 Moulage par injection de compound pré-mélangé (Résines thermodurcissables) 45	
Figure I-19 Moulage par injection de mousse.	45
Figure I-20 Moulage de composants de révolution.	45
Figure I-21 Enroulement filamentaire.	46
Figure I-22 Enroulement filamentaire sur mandrin complexe.	46

Figure I-23 Verrouillage mécanique[66].....	49
Figure I-24 Liaison électrostatique[62]	49
Figure I-25 Liaison chimique[62]	49
Figure I-26 Liaison par inter diffusion[62].....	50
Figure I-27 Variation de la conductivité thermique du composite en fonction de la concentration volumique des fibres	57
Figure I-28 Distribution de la température	57
Figure I-29 a), b), c) et d) Comparaisons entre les valeurs issues des modèles et les valeurs expérimentales	58
Figure I-30 Valeurs de conductivité thermique selon différents modèles.....	59
Figure II-1 Carte topographique et hydrologique de la région de Maâdher.	63
Figure II-2 Plante Aster Squamatus.	64
Figure II-3 Processus d'extraction des fibres AS.....	65
Figure II-4 Microscope optique.....	67
Figure II-5 Équipement ATR-FTIR.	67
Figure II-6 ATG : Analyse Thermogravimétrique	68
Figure II-7 Diffractomètre DRX (Diffraction des Rayons X.	69
Figure II-8 Mesure de densité.....	71
Figure II-9 Microscope électronique à balayage (MEB).....	72
Figure II-10 Pesée des fibres.	75
Figure II-11Découpage des fibres.	76
Figure II-12 Fixation des fibres du pli par pulvérisation de résine à l'aide d'un pistolet.	77
Figure II-13 Forme des plis.	77

Figure II-14 Moulage.	78
Figure II-15 Plaques composites.	78
Figure II-16 Découpages des plaques de composite.	79
Figure II-17 Eprouvettes pour les essais de traction et flexion.	80
Figure II-18 Eprouvettes pour les essais de conductivité.	80
Figure II-19 Essais de traction sur la machine TEST	81
Figure II-20 Essais de flexion sur la machine TEST	83
Figure II-21 Appareil de mesure de conductivité thermique TPS 1500.....	84
Figure III-1 Coupe transversale de la tige de la plante Aster Squamatus.....	88
Figure III-2 Courbes thermogravimétries ATG-DTG des fibre UASF _s et TASF _s	91
Figure III-3 Diagramme de Broido des UASFs et TASFs.	91
Figure III-4 Diffraction des rayons X des UASFs et TASFs.	92
Figure III-5 ATR-FTIR des UASFs et TASFs.	94
Figure III-6 Courbes typiques d'essai de traction des UASFs et TASFs	96
Figure III-7 (a) Contrainte à la rupture et (b) module de Young en fonction du diamètre de fibre.....	97
Figure III-8 diagrammes de Weibull à deux paramètres pour le module de Young, la contrainte maximale et la déformation des fibres d'Aster squamatus butes et traites.....	98
Figure III-9 Images MEB en coupe transversale des fibres UASFs.....	100
Figure III-10 Images MEB en vue longitudinale : a) fibres UASFs, b) fibres TASFs.....	101
Figure III-11 Courbes de traction contrainte-déformation (σ , ϵ) pour différents matériaux ..	103
Figure III-12 Histogrammes des trois propriétés mécaniques en traction des composites à fibres végétales et de la résine vierge	105

Figure III-13 Courbes types (σ , ϵ) en flexion 3-points pour différents matériaux	106
Figure III-14 Histogrammes des trois propriétés mécaniques en flexion des composites à fibres végétales et de la résine polyester.	107
Figure III-15 Analyse ATR-FTIR de la résine vierge, et des composites des composites à fibres végétales et de la résine polyester	108
Figure III-16 (a) et (b) Micrographies électroniques à balayage des surfaces fracturées par traction de Composite Polyester/AS.....	110
Figure III-17 (a) ,(b) Micrographies électroniques à balayage des surfaces fracturées par traction de Composite Polyester/Jute	111
Figure III-18 (a) ,(b) Micrographies électroniques à balayage des surfaces fracturées par traction de Composite Polyester/MS.	112
Figure IV-1 Représentation du matériau composite avec le modele RVE.....	123
Figure IV-2 Maillage de composite dans Material Designer.	124
Figure IV-3 Géométrie de l'éprouvette	127
Figure IV-4 Maillage de l'éprouvette	128
Figure IV-5 Condition aux limites des températures.....	129
Figure IV-6 Distribution thermique simulée du composite polyester/AS.....	129
Figure IV-7 Conditions aux limites mécaniques pour la simulation de l'essai de traction du composite.....	131
Figure IV-8 Distribution des déplacements de l'essai simulé du composite polyester/AS....	132
Figure IV-9 Comparaison des déplacements expérimentaux et numériques.	134
Figure IV-10 Courbe des déplacements expérimentaux et numériques en fonction de température.	135

Liste des tableaux

Tableau I-1 Les composants de véhicule à base de composites à fibres végétale.....	27
Tableau I-2 valeurs de degré de polymérisation de quelques espèces végétales.....	31
Tableau I-3 Composition chimique et propriétés mécaniques usuelles de fibre naturelle.	33
Tableau I-4 Principales différences entre les thermodurcissables et les thermoplastiques[55]	40
Tableau I-5 principales propriétés physique des matrices thermodurcissables et thermoplastique	41
Tableau I-6 Propriétés des fibres végétales utilisées comme renforts.....	53
Tableau I-7 Propriétés mécaniques des composites polyesters renforcés	53
Tableau I-8 Comparaison des propriétés des fibres selon les traitements	55
Tableau III-1 Principales propriétés physiques des fibres d'Aster squamatus.....	95
Tableau.III-2 Comparaison des propriétés mécaniques UASFs et TASFs.	97
Tableau III-3 Comparison of the experimental results of TASFs and UASFs with Weibull distribution with 2 parameters.	99
Tableau III-4 Comparaison des propriétés mécaniques en traction des composites avec celles des composites renforcés par des fibres.	104
Tableau.III-5 Comparaison des propriétés mécaniques en traction des composites avec celles des composites renforcés par des fibres	107
Tableau III-6 Propriétés thermiques mesurées des composites et de la résine polyester vierge.	113
Tableau IV-1 Valeurs de la constante (A) dans l'équation (VI.3).....	117
Tableau IV-2 valeurs de la constante(ϕ_m) dans l'équation (VI.3).	118
Tableau IV-3 Conductivités thermiques théoriques des fibres AS, MS et Jute	119

Tableau IV-4 Conductivités thermiques rapportées dans la littérature[141].....	119
Tableau IV-5 Propriétés thermiques et mécaniques des fibres AS et de la résine polyester..	122
Tableau IV-6 Comparaison des propriétés expérimentaux et numériques.....	126

Introduction générale

Introduction générale

La recherche et le développement autour des composites renforcés par des fibres naturelles connaissent depuis plusieurs décennies un essor considérable. L'intérêt croissant pour ces matériaux s'explique par la nécessité de disposer de solutions plus légères, plus économiques et plus respectueuses de l'environnement. Les fibres naturelles, longtemps considérées comme des matériaux traditionnels, occupent aujourd'hui une place stratégique dans le domaine des composites grâce à leurs propriétés mécaniques spécifiques, leur faible densité, leur biodégradabilité et leur coût réduit, ce qui en fait une alternative crédible aux fibres synthétiques conventionnelles telles que le verre ou le carbone.

L'intérêt pour les fibres naturelles est également lié à la diversité de leurs propriétés physico-chimiques, qui permet leur utilisation dans plusieurs secteurs industriels tels que l'aéronautique, l'automobile, le bâtiment, les produits de consommation, ainsi que l'isolation thermique et acoustique. Leur faible masse volumique constitue un atout majeur pour l'allègement des structures, contribuant ainsi à la réduction de la consommation énergétique et des émissions polluantes, notamment dans le domaine des transports.

Parallèlement, les avancées scientifiques ont mis en évidence la nécessité de mieux comprendre la structure intrinsèque des fibres végétales, leur comportement hygroscopique ainsi que leur compatibilité avec les matrices polymères. Ces aspects représentent encore aujourd'hui des défis importants, car l'absorption d'humidité et la faible adhérence fibre/matrice peuvent affecter négativement les performances finales du composite. Une grande partie des travaux actuels vise donc à optimiser cette interface afin de concevoir des matériaux plus performants, stables et adaptés aux exigences industrielles.

Dans ce contexte, les fibres végétales issues de régions spécifiques constituent une opportunité majeure pour développer des composites innovants. La région de Boussaâda, et plus largement celle du Hodna, riche en biodiversité végétale, offre un potentiel considérable pour l'exploitation de fibres naturelles. Son climat semi-aride à aride, sa végétation variée et la disponibilité de nombreuses espèces (*Stipa tenacissima*, *Lygeum spartum*, palmier dattier, *Ediss*, *Agave*, etc.) constituent un réservoir important de fibres pouvant être valorisées dans les matériaux composites. Malgré cette richesse biologique, l'exploitation des fibres végétales en

Algérie reste limitée. Une meilleure connaissance de ces ressources et leur intégration dans des composites pourraient contribuer au développement de matériaux durables, répondant aux enjeux environnementaux tout en dynamisant l'économie régionale.

Ainsi, la présente thèse s'inscrit dans la dynamique de valorisation des fibres naturelles locales et vise à étudier le potentiel de fibres issues de plantes de la région du Hodna, notamment *Aster squamatus*, en tant que renforts dans des matériaux composites à matrice polymère. Ce travail adopte une démarche multidisciplinaire combinant caractérisations expérimentales, analyses physico-chimiques, essais mécaniques, mesures thermiques et modélisation numérique thermo-structurale.

Le premier chapitre est consacré aux généralités sur les matériaux composites renforcés par des fibres végétales. Il présente les constituants essentiels des composites, les procédés d'élaboration, ainsi que leurs propriétés mécaniques, chimiques et thermiques. Une synthèse approfondie sur les fibres naturelles y est également proposée, portant sur leur structure, leur composition chimique, leurs modes d'extraction et de traitement, ainsi que les problématiques d'adhésion fibre/matrice.

Le deuxième chapitre décrit de manière détaillée la méthodologie expérimentale adoptée. Il présente le lieu de récolte de la plante *Aster squamatus*, les étapes d'extraction et de préparation des fibres, les traitements appliqués pour améliorer leur performance, ainsi que les techniques de caractérisation utilisées (TGA, FTIR, DRX, MEB, essais de traction). Ce chapitre expose également les procédés de fabrication des plaques composites et les méthodes employées pour déterminer leurs propriétés physiques, mécaniques et thermiques.

Le troisième chapitre, structuré en deux parties, porte sur la caractérisation expérimentale :

- La première partie est dédiée à l'étude détaillée des fibres d'*Aster squamatus*, à l'état brut et après traitement alcalin. Elle comprend des analyses morphologiques, structurales, chimiques, thermiques et mécaniques, complétées par une analyse statistique de Weibull. Une comparaison avec des fibres végétales issues de la littérature permet d'évaluer leur potentiel en tant que renforts dans des composites polymères.
- La deuxième partie concerne la caractérisation mécanique, thermique, spectroscopique et morphologique des composites élaborés à partir des fibres étudiées (*Aster squamatus*, jute et *Malva sylvestris*), ainsi que de la résine vierge. Une analyse comparative est menée afin

d'examiner l'influence du type de fibre sur le comportement global du matériau. Les résultats des essais de traction, de flexion, des analyses FTIR, des observations MEB des faciès de rupture et des mesures thermophysiques (conductivité, diffusivité, capacité thermique massique) y sont présentés et discutés de manière approfondie.

Enfin, le quatrième chapitre présente une étude numérique du comportement thermostructural des composites soumis à différents régimes thermiques et mécaniques. La conductivité thermique des fibres a été estimée à partir de modèles théoriques, tandis que la chaleur spécifique est déterminée par la règle des mélanges. Ces paramètres sont intégrés dans le logiciel ANSYS afin de simuler la réponse thermique et mécanique des matériaux, permettant ainsi de mieux comprendre l'influence du renforcement fibreux sur leur comportement global et leur performance en service.

À travers cette approche combinant expérimentations et modélisation numérique, cette thèse ambitionne de démontrer le potentiel des fibres végétales locales en particulier celles d'*Aster squamatus* dans le développement de composites biosourcés performants, durables et compatibles avec les exigences environnementales et industrielles actuelles.

Chapitre I

Généralités sur composites à base de fibres végétales

I.1 Introduction

Ce chapitre présente une revue de la littérature consacrée aux matériaux composites renforcés par des fibres végétales. Il est structuré en deux parties. La première partie traite les matériaux composites à matrice polymère renforcés par ces fibres végétales. Elle décrit les différents composants utilisés, les techniques de mise en forme, les domaines d'application, ainsi que les propriétés mécaniques et thermo-physiques de ces matériaux

La seconde est dédiée à la présentation générale des fibres végétales, en abordant leur structure morphologique, leur composition chimique (notamment la cellulose, l'hémicellulose et la lignine), ainsi que les procédés d'extraction et les différentes méthodes de modification chimique visant à améliorer leur compatibilité avec la matrice.

Enfin, une synthèse des principaux travaux de recherche dans ce domaine est présentée, permettant de mieux comprendre les enjeux liés au développement de matériaux composites biosourcés, plus respectueux de l'environnement et adaptés à diverses applications industrielles.

I.2 Matériaux composites

Les matériaux composites sont des systèmes multi-phasés constitués d'au moins deux composants de natures différentes, généralement non miscibles, dont l'association permet d'obtenir un matériau aux propriétés globales améliorées par rapport à celles des constituants pris séparément. Dans leur forme classique ([Figure I.1](#)), ces matériaux sont composés d'une matrice et d'un renfort. Généralement, la matrice qui lie l'ensemble, protège les renforts et transmet les efforts, alors que les renforts confèrent au matériau sa rigidité et sa résistance mécanique[1]. La synergie entre la matrice et les renforts permet d'adapter les propriétés du composite à des besoins spécifiques.

L'interface renfort-matrice, appelée aussi interphase, joue un rôle fondamental dans le transfert des contraintes, influençant directement les performances mécaniques du composite. En outre, des additifs et charges, sous forme de poudres ou de liquides, sont parfois incorporés pour optimiser certaines propriétés[2] .

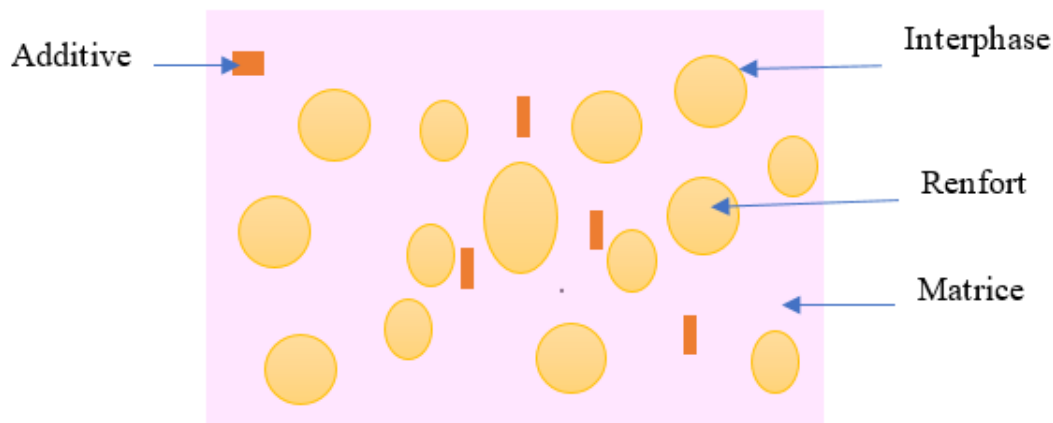


Figure I-1 Schéma d'un matériau composite

Les caractéristiques finales d'un matériau composite dépendent de plusieurs facteurs : la nature et la qualité de la matrice, le type, le taux et l'orientation des renforts, la qualité de l'interface renfort-matrice, ainsi que la méthode de mise en œuvre.

La Figure I.2 présente une classification schématique des matériaux composites. Les composites à base de fibres végétales suscitent un intérêt croissant en raison de leur légèreté, de leur faible coût, de leur caractère renouvelable et de leur faible impact environnemental.

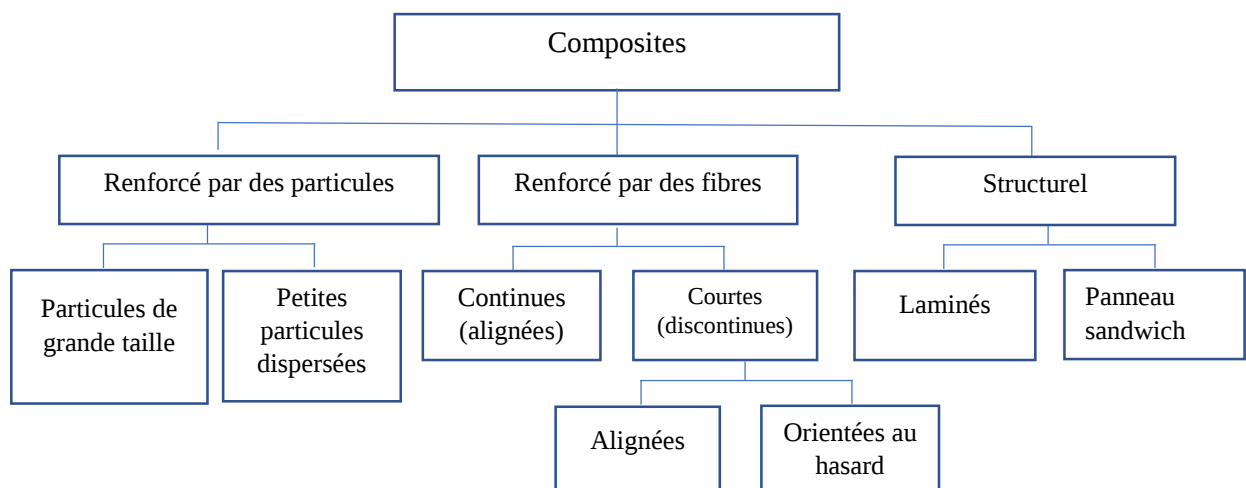


Figure I-2 Schéma de classification des matériaux composites

I.3 Composites à matrice polymère/fibres végétale

Les matériaux composites renforcés par des fibres végétales connaissent un essor considérable en raison de leurs atouts technico-économiques, environnementaux et fonctionnels [3].

Des fibres d'origine végétale telles que le lin, le chanvre, le sisal, le jute, la fibre de bananier ou de palmier, représentent une alternative crédible aux fibres synthétiques, notamment les fibres de verre. Ces fibres offrent une combinaison intéressante de propriétés mécaniques et physiques, tout en étant biodégradables, renouvelables, et disponibles localement. Elles contribuent ainsi à la réduction de l'empreinte environnementale des matériaux, ce qui justifie leur intégration dans des secteurs industriels exigeants, à l'instar de l'automobile, de la construction ou de l'emballage.

Les fibres lignocellulosiques, en particulier, se distinguent par leur comportement mécanique avantageux durant les procédés de mise en forme[4]. Contrairement aux fibres synthétiques, elles ont tendance à se plier ou à former des boucles plutôt qu'à se rompre, ce qui réduit les défaillances mécaniques au cours du traitement[5] .

De plus, la structure de la cellulose, avec sa section transversale ovale aplatie, favorise un transfert de charge plus efficace entre les fibres et la matrice, grâce à un rapport d'aspect élevé, améliorant ainsi les propriétés mécaniques du composite.

L'utilisation de fibres végétale dans les composites s'inscrit donc dans une approche d'éco-conception, visant à valoriser les ressources agricoles locales, notamment dans les pays en développement, et à développer des matériaux durables, à faible impact environnemental, intégrables dans des cycles de vie respectueux de l'environnement.

I.3.1 Domaine d'utilisation des composites

➤ Utilisation des composites dans le secteur automobile

Plusieurs secteurs comme l'automobile, la construction ou l'aéronautique sont incités à adopter des solutions plus écologiques et à réduire leur dépendance aux énergies fossiles [6]. La directive européenne "European Guideline 2000/53/EG" a fixé des objectifs de recyclabilité des véhicules à 85 % en 2005, puis 95 % en 2015 [7, 8]. Ces exigences légales favorisent l'intégration des composites à fibres naturelles, qui permettent de réduire les coûts jusqu'à 20

% et le poids des pièces automobiles jusqu'à 30%[9] ,Ces exigences légales encouragent l'utilisation des composites à fibres naturelles. Ce qui diminue la consommation de carburant et les émissions de gaz à effet de serre. Ces matériaux offrent également de bonnes possibilités de recyclage et réduisent la production de déchets. Ils sont principalement utilisés dans les pièces intérieures comme les panneaux de porte, les tableaux de bord, les coussins de siège ou les revêtements de cabine (Figure I.3). Leur usage pour les applications extérieures reste limité, bien que prometteur. En plus de leurs avantages techniques et environnementaux, les fibres naturelles soutiennent le développement rural et contribuent aux objectifs de développement durable fixés par l'ONU.



Figure I-3 Composites renforcés par les fibres de chanvre pour applications automobiles.

- En construction : Les fibres végétales sont utilisées en renfort de matériaux tels que : les matériaux d'isolation, les profilés de portes et de fenêtre et les panneaux décoratifs...etc.
- Autres applications : Les matériaux d'emballage (palettes, boîtes,...), les hélices de refroidissement, le flaconnage, l'ameublement, la décoration, les équipements de jeux publics,... etc [10].

Tableau I.1 illustre les composants à base de composites à fibres végétale répertoriés dans divers modèles de voitures de divers fabricants [11, 12]

Tableau I-1 Composants de véhicule à base de composites à fibres végétale

Constructeur	Modèles concernés	Fibre(s) naturelle(s)	Résine / Matrice	Applications
Audi	A2, A3, A4, A6, A8, Roadster, Coupé, Q7	Bois, lin, sisal	PP, PUR, Époxy	Panneaux de porte, dossiers de siège, garniture de coffre, plage arrière
BMW	Série 3, 5 et 7	Kenaf, lin, chanvre, bois	PP	Garnitures de porte, tableau de bord, panneaux isolants
Citroën	C5	Fibre de bois	Époxy	Garnitures intérieures
Fiat	Punto, Bravo, Marea, Alfa ROMEO 146, 156	Lin, sisal, chanvre, coton, noix de coco	PP	Garnitures de porte, sièges, planchers
Daimler Chrysler	Sebring	Lin, sisal, abaca	PP	Panneaux de porte, sièges
Ford	Ford Flex, Ford Focus BEV	Bois, lin, paille, fibre de coco	PP, PUR	Poubelle intérieure, mousse de siège, garnitures de coffre
General Motors	Cadillac, Chevrolet, Opel	Bois, kenaf, lin, coton	PP, Polyester	Garnitures, planchers, panneaux de porte, garnitures acoustiques
Honda	Pilot	Bois	N/A	Sols de coffre
Land Rover	Range Rover 2000 et autres	Kenaf	PP	Isolation, panneaux de coffre, dossiers de siège
Lotus	Eco Elise	Chanvre	Polyester	Carrosserie, garnitures de spoiler, tapis intérieurs
Mazda	5 Hydrogen RE Hybrid	Maïs	PLA	Console, dossier de siège
Mercedes-Benz	A, B, C, E, S Class	Abaca/banane, lin, sisal, jute, chanvre	PUR, PP, Époxy	Garnitures, sièges, capots moteurs
Mitsubishi	Concept Car	Bambou	PBS	Garnitures intérieures
Peugeot	406	Chanvre, lin	PP, PUR	Dossiers de siège, panneaux de porte
Renault	Clio, Twingo	Jute, lin	PP, PUR	Plage arrière
SAAB	9 S	Lin	PP	Roue de secours
Toyota	Lexus CT 200h, Prius, Raum	Kenaf, bambou, maïs, amidon	PET, Sorona, Époxy	Compartiments bagages, tapis, tableau de bord, ventilation, pièces intérieures
Volkswagen	Golf, Passat, Bora, Touareg	Lin	PP	Panneaux de porte, planchers, plage arrière
Volvo	C70, V70	Lin	Polyester	Dossiers de siège, mousses naturelles

I.4 Renforts à fibres végétales

Les fibres végétales suscitent un intérêt croissant en tant que renforts dans les matériaux composites, notamment en raison de leur origine naturelle, de leur faible coût et de leur caractère renouvelable. Utilisées depuis des millénaires dans des applications comme la construction ou la fabrication de papier, elles reviennent aujourd'hui au centre des recherches pour remplacer les fibres synthétiques, telles que les fibres de verre ou de carbone [13].

Ces fibres sont issues de structures biologiques complexes. Elles sont principalement constituées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. On y trouve aussi, en plus faibles proportions, des composés extractibles, des protéines et certains éléments inorganiques. La composition peut varier selon l'origine botanique, l'âge de la plante, les conditions climatiques et les méthodes d'extraction [4, 14].

La cellulose, qui est le principal composant des fibres végétales, possède une structure en grande partie cristalline, contrairement aux autres constituants qui sont amorphes. Cela lui confère un module d'élasticité élevé, d'environ 136 GPa, supérieur à celui de la fibre de verre (75 GPa) [15]. Ainsi, une fibre végétale peut être assimilée à un matériau composite naturel, où les fibrilles de cellulose renforcent une matrice constituée d'hémicellulose et de lignine.

Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice selon un angle spécifique, appelé « angle micro fibrillaire », qui influence directement la rigidité de la fibre. Parmi les nombreuses variétés disponibles (lin, chanvre, jute, sisal, coco, etc.)

1.4.1 Structures des fibres végétales

En première approche, une fibre végétale peut être assimilée à un matériau composite renforcé par des fibrilles cellulosiques. La matrice est composée principalement d'hémicelluloses de pectines et de lignine. Les fibrilles de cellulose seraient disposées en spirale selon l'axe de la fibre, formant ainsi un angle, appelé angle micro fibrillaire,

Les fibres végétales sont constituées de faisceaux de fibres élémentaires, chacun formé de plusieurs cellules fibreuses liées entre elles par une lamelle mitoyenne. Chaque cellule fibreuse présente une structure hiérarchique complexe, composée de plusieurs parois cellulaires disposées de l'extérieur vers l'intérieur. On distingue la paroi primaire, mince et élastique, jouant un rôle dans la croissance de la cellule, suivie d'une paroi secondaire subdivisée en trois

sous-couches : S1, S2 et S3 (Figure I.4). Parmi elles, la couche S2, la plus épaisse (0,5 à 8 μm), joue un rôle majeur dans la rigidité de la fibre grâce à l'orientation hélicoïdale des microfibrilles de cellulose. La couche S3 (ou paroi tertiaire), plus mince (0,04 à 0,1 μm)[16], est située juste à côté du lumen, la cavité centrale de la cellule. Les parois cellulaires présentent une composition chimique variable (cellulose, lignine, hémicellulose), influençant leur épaisseur et les propriétés mécaniques globales. La cellulose y agit comme un renfort, tandis que la lignine et l'hémicellulose forment la matrice entourant les fibrilles (Figure I.5), contribuant ainsi au comportement de matériau composite des fibres naturelles.

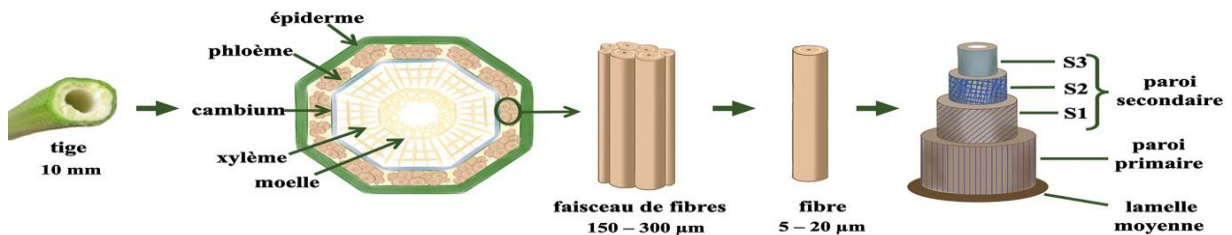


Figure I-4 Coupe de tige de chanvre montrant les différentes parois cylindriques

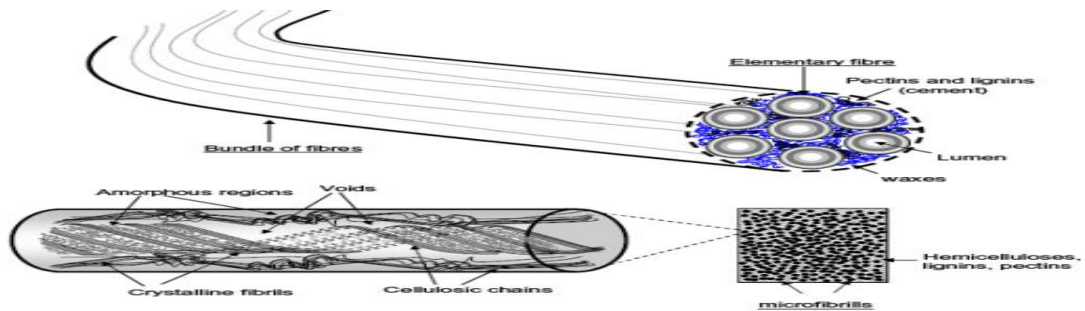


Figure I-5 Structure ligne-cellulosique de la fibre d'agave A[18]

Ce système cellulaire complexe permet aux fibres végétales d'offrir un excellent rapport résistance/poids, les rendant attractives pour les applications en matériaux composites. De plus, l'angle d'orientation des microfibrilles dans la couche S2 influence directement la rigidité et la flexibilité de la fibre.

Enfin, des substances comme les cires et impuretés peuvent recouvrir la surface des fibres, affectant leur compatibilité avec les matrices polymères dans les matériaux composites.

I.4.2 Composition chimique

A. Cellulose

La cellulose est composée d'unités répétitives de β -D-glucopyranose (Figure I.6), reliées entre elles par des liaisons glycosidiques de type β -1,4 formant ainsi des motifs de cellobiose. Les chaînes de cellulose interagissent fortement entre elles via des liaisons hydrogène intra- et intermoléculaires, ainsi que des interactions de Van der Waals[10], donnant naissance à des microfibrilles partiellement cristallines. Cette organisation supramoléculaire complexe confère à la cellulose une stabilité chimique élevée[17, 18], une insolubilité dans l'eau et la plupart des solvants organiques, ainsi que, propriétés mécaniques.

Toutefois, elle peut être hydrolysée en milieu acide ou dégradée en milieu basique. Les régions cristallines et amorphes coexistent au sein des fibres, les premières représentant les unités structurales fondamentales responsables de la rigidité et de la résistance des matériaux cellulosiques.

Un autre paramètre très important caractérisant la cellulose, est son degré de polymérisation, ce paramètre varie en fonction de l'espèce végétale fournissant la cellulose et la méthode de son extraction. Le degré de polymérisation de la cellulose native est environ 10-100 fois plus grand que celui de l'hémicellulose[19].

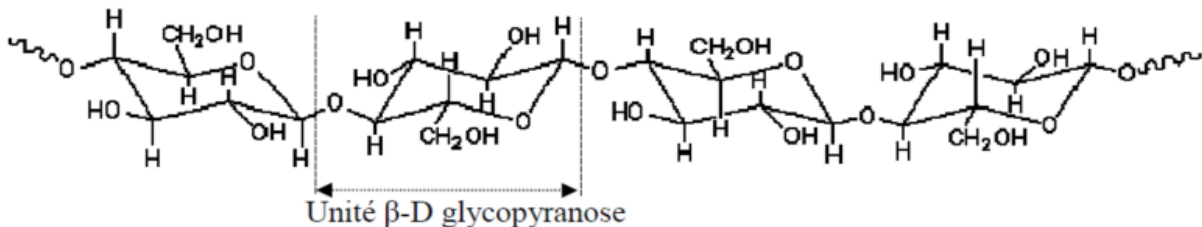


Figure I-6 Structure de la cellulose.

Le Tableau I.2 illustre les valeurs sur le degré de polymérisation de quelques espèces végétales [19, 20].

Tableau I-2 valeurs de degré de polymérisation de quelques espèces végétales

L'espèce	Degré de polymérisation (DP)
Coton	20 000
Chanvre	9 000
Lin	8 000
Ramie	9 000
Épicéa (bois)	8 000
Bouleau (bois)	10 000
Algue Valonia	26 500

B. Hémicelluloses

Les hémicelluloses sont le deuxième polymère naturel le plus abondant après la cellulose[19]. Ce sont des polysaccharides amorphes à chaînes courtes, l'hémicellulose est très hydrophile, soluble en milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides. Leur structure varie selon l'espèce végétale, le type cellulaire et l'âge des tissus. Elles sont composées de sucres variés : xylose, mannose, glucose, galactose, arabinose et acides uroniques. Leur degré de polymérisation se situe généralement entre 50 et 300, elles présentent une masse molaire plus faible et une structure moins régulière [21]. La classe d'hémicellulose la mieux étudiée correspond aux xyloglucanes (Figure I.7). Ils sont constitués d'une chaîne de glucose et de courtes chaînes latérales de xylose, galactose et fuctose [22].

Leur grande diversité rend leur structure difficile à définir précisément.

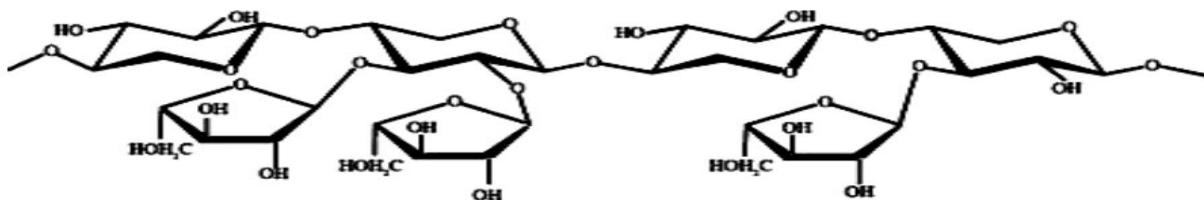


Figure I-7 Molécule d'hémicellulose.

C. Lignine

La lignine représente la principale fraction non saccharidique des fibres végétales et agit comme matrice incrustante de la cellulose[23]. C'est un polymère amorphe et tridimensionnel, issu de la polymérisation des alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique (Figure I.8). Ces monolignols forment après polymérisation les unités H (hydroxyphényles), G (guaïacyles) et S (syringyles) [24]. La lignine confère rigidité, hydrophobicité et résistance à la dégradation aux parois cellulaires, notamment dans le xylème. Elle joue un rôle de protection contre les agents pathogènes. Sa proportion dans le bois varie entre 15 et 30%. Sa masse molaire est difficile à déterminer avec précision Parce qu'il est impossible d'isoler la lignine native du bois sans la dégrader,

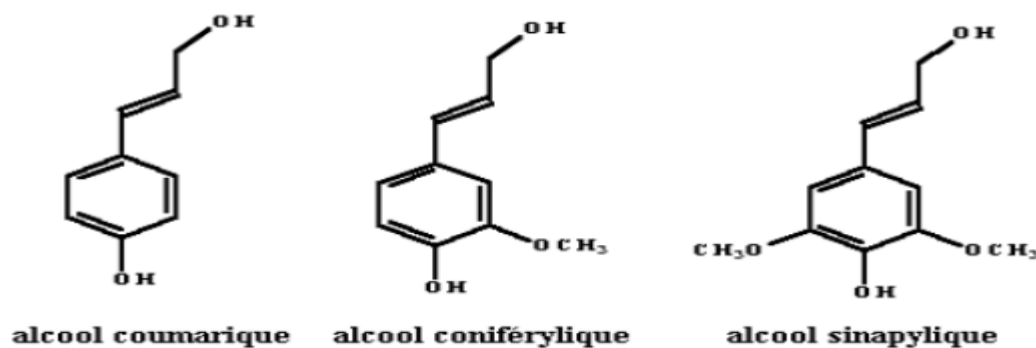


Figure I-8 Motifs élémentaires de la lignine..

On retrouve différentes applications, telles que :

- L'utilisation dans des matrices thermodurcissables : la structure similaire des lignines avec le phénol permet son utilisation dans la production d'adhésifs et de résine phénol-formaldéhyde[25].
- L'utilisation dans des matrices thermoplastiques : les lignines peuvent ainsi jouer le rôle de composé biodégradable, de plastifiant [26, 27], d'antioxydant pour les polymères [28] ou bien modifier les propriétés de surfaces des matériaux pour les rendre hydrophobes.

D. Pectines

Les pectines sont des polysaccharides complexes formés d'un squelette principal composé d'unités d'acide galacturonique, sur lequel se greffent des chaînes latérales ramifiées, principalement d'arabinose et de galactose. Leur structure repose sur une chaîne principale d'acides α -D-galacturoniques liés par des liaisons α -(1→4), interrompue par des unités de L-

rhamnose, formant une conformation en zigzag. Certaines unités galacturoniques peuvent être méthylées, ce qui influence le caractère acide de la molécule en fonction du degré de méthylation. Présentes en grande quantité dans la paroi primaire et la lamelle moyenne des cellules végétales, les pectines jouent un rôle essentiel dans la cohésion et la structuration des tissus.

Leur fonction structurale dépend fortement des conditions ioniques du milieu, notamment de la présence d'ions calcium (Ca^{2+}), qui favorisent la formation de gels par liaison entre chaînes pectiques. Cette capacité à former des réseaux gélifiés confère aux pectines un rôle clé dans la stabilité mécanique et la régulation de la porosité de la paroi cellulaire [29, 30]

Le [Tableau I.3](#) ci-dessous présente la composition chimique et propriétés mécaniques usuelles de fibre naturelle, selon les sources littéraires[29, 31] .

Tableau I-3 Composition chimique et propriétés mécaniques usuelles de fibre naturelle.

	Composition chimique				Propriétés mécanique			
	Cellulose	Hémicellulose	Pectine	lignine	Densité	Module de Young	Contrainte de Rupture	Allongement
	(%)	(%)	(%)	(%)	(kg/m^3)	(GPa)	(MPa)	(%)
chanvre	60-75	16-18	1-5	1-5	1007	35	690	1.6
Sisal	43-88	10-24	0.8-0.9	7-14	1500	9.4-22	511-635	2.0-2.6
Abaca	56-70	15-22	0.5-0.9	5-15	1400	10 – 30	400 – 980	1,5 – 4
jute	55-75	10-20	0.2-1	5-16	1300	26.5	393-773	1.5-1.8
lin	64-85	10-19	2-5	2-5	1500	27.6	343-1035	2.7-3.2

I.4.3 Techniques d'extraction des fibres

L'extraction des fibres végétales est une étape cruciale qui conditionne leur qualité finale, leur rendement ainsi que leurs caractéristiques structurales et chimiques[32]. Elle consiste à séparer les fibres des différentes parties de la plante (feuilles, tiges, racines, etc.) à l'aide de procédés mécaniques, chimiques [33] biologiques ou par rouissage.

Ces méthodes, souvent combinées, permettent notamment d'éliminer les liants naturels comme la lignine et les pectines afin d'obtenir des fibres ultimes, aptes au filage. Le choix du procédé dépend de la nature de la matière première et de l'application visée. Par exemple, les fibres d'alfa filables sont obtenues par un enchaînement de traitements mécaniques, chimiques

et enzymatiques. Enfin, le séchage idéalement artificiel joue un rôle clé dans la préservation de la qualité des fibres extraites.

A. Extraction mécaniques

L'extraction mécanique est l'une des principales méthodes utilisées pour isoler les fibres végétales, notamment à partir de tiges, feuilles ou racines. Elle repose sur l'action de machines telles que les décortiqueuses [34], capables de broyer, gratter et séparer les fibres des matières non cellulosiques. Bien que cette technique soit simple, rapide et adaptée à une production à grande échelle (permettant un rendement jusqu'à 20 à 25 fois supérieur aux méthodes traditionnelles, elle présente des limites. En effet, elle n'élimine pas totalement les liants naturels comme les pectines et peut altérer les propriétés mécaniques des fibres [35].

Les fibres obtenues sont généralement plus grossières et nécessitent un peignage après séchage. Des procédés comme le laminage, bien qu'efficaces, restent coûteux et peu adaptés aux petites unités de production. L'avantage de ce processus est de réaliser une extraction sans désintégration des constituants.

B. Extraction chimique

Plusieurs méthodes chimiques permettent d'extraire la cellulose en éliminant les composants non cellulosiques, avec un gain de temps et une meilleure qualité de fibres. Parmi elles, l'extraction alcaline au NaOH est la plus utilisée, surtout chauffée à plus de 75 °C, car elle dissout efficacement lignine, hémicellulose et pectine [36].

- Procédé Kraft combine NaOH et Na₂S à 170–175 °C pendant 2 à 4 heures. Le Na₂S agit comme réducteur, protégeant la cellulose, tandis que les composés soufrés transforment la lignine en thiolignines solubles[32].
- Procédé au bisulfite utilise des sels de l'acide sulfureux (selon le pH) pour dissoudre la lignine. Il fonctionne entre 130 et 160 °C durant 4 à 14 heures[32].
- Procédé acide repose sur l'acide sulfurique ou chlorhydrique, qui rend la lignine soluble sous forme de lignosulfonates ou chlorolignines [32].
- Procédé Soude-Anthraquinone ajoute un catalyseur (anthraquinone) au NaOH pour réduire le temps de cuisson et améliorer le rendement, avec des propriétés comparables au procédé Kraft[32].

C. Extraction biologique

Le rouissage est une opération essentielle dans le processus d'extraction des fibres végétales, notamment celles issues des plantes à fibres libériennes telles que le chanvre, le lin, le jute, le kénaf ou la ramie. Ce procédé vise à dissocier les fibres cellulosiques du liber des autres constituants de la tige, en particulier les substances pectiques, hémicellulosiques, protéiques et parfois ligneuses [37], appelées communément "ciments intercellulaires". Ces substances lient les fibres entre elles et aux autres tissus végétaux. Le rouissage permet ainsi d'obtenir des faisceaux fibreux souples, séparables, et aptes à des transformations ultérieures (textiles, composites, corderie, etc.

➤ Différentes techniques de rouissage

Il existe plusieurs techniques de rouissage, classées selon leur principe d'action : naturel (rouissage au champ ou à l'eau), chimique ou enzymatique. Chaque méthode présente des avantages et des inconvénients en termes de qualité des fibres obtenues, de coût, de durée de traitement, et d'impact environnemental [38].

- **Rouissage au champ**

Le rouissage au champ ([Figure I.9](#)), également appelé rouissage sur sol ou rouissage à l'air libre, est une méthode naturelle largement utilisée dans la culture du lin et du chanvre. Après récolte, les tiges sont étalées sur le sol en andains. L'action combinée de l'humidité, des rayons UV, de la chaleur et de la microflore naturellement présente dans le sol permet la dégradation des substances cimentantes [39].

La durée du rouissage varie de 2 à 5 semaines selon les conditions climatiques. Cette technique présente plusieurs avantages : elle est peu coûteuse, peu polluante, et relativement simple à mettre en œuvre. Cependant, elle reste fortement dépendante des conditions météorologiques (pluie, vent, température), ce qui peut affecter la régularité et la qualité des fibres. De plus, des pertes peuvent survenir en cas de retournement difficile ou d'intempéries prolongées.



Figure I-9 Rouissage au champ.

- **Rouissage à l'eau**

Le rouissage à l'eau (Figure I.10), également appelé rouissage en bassin ou en rivière, est l'une des méthodes les plus anciennes. Les tiges sont immergées dans l'eau stagnante ou courante pendant une période allant de 5 à 14 jours. Ce processus repose sur l'action de micro-organismes anaérobies qui dégradent les pectines et autres composés cimentants[40, 41]. Bien qu'efficace pour obtenir des fibres longues et souples, cette méthode présente plusieurs inconvénients :

- Forte consommation d'eau
- Risques de pollution organique des milieux aquatiques
- Odeurs désagréables liées à la fermentation
- Difficultés de contrôle du procédé

De nos jours, cette technique est de moins en moins utilisée en raison de ses impacts environnementaux et sanitaires.



Figure I-10 Rouissage au champ.

Rouissage enzymatique

Le rouissage enzymatique représente une alternative moderne, ciblée et respectueuse de l'environnement aux méthodes traditionnelles de séparation des fibres végétales. Il consiste à utiliser des enzymes spécifiques capables de dégrader sélectivement les substances pectiques et autres composants intercellulaires responsables de la cohésion entre les fibres et les tissus ligneux [41, 42].

Parmi les enzymes les plus utilisées figurent :

- Les pectinases, qui dégradent les pectines (constituants majeurs des lamelles moyennes),
- Les cellulases, qui peuvent agir sur les parois cellulaires non fibreuses,
- Les hémicellulases, qui ciblent les hémicelluloses présentes entre les fibres.

Pour chaque enzyme, des conditions spécifiques sont définies pour son utilisation dans le rouissage, car son activité peut varier de manière significative en fonction du pH, de la température et de la concentration enzymatique

La durée est entre 8 et 24 heures, selon la concentration enzymatique et le type de fibres[43].

- Agitation douce : pour favoriser la diffusion enzymatique et éviter l'agglomération des tiges

Ce procédé présente plusieurs avantages :

- Sélectivité : les enzymes n'affectent que les composants visés, préservant ainsi l'intégrité des fibres.
- Qualité des fibres : les fibres obtenues sont plus fines, plus longues et plus homogènes que celles issues des méthodes traditionnelles.
- Respect de l'environnement : contrairement au rouissage chimique, il ne génère pas d'effluents toxiques et limite la consommation d'eau.
- Reproductibilité : le contrôle des paramètres permet une standardisation du procédé, ce qui est essentiel pour les applications industrielles.

Toutefois, certains inconvénients persistent :

- Coût relativement élevé des enzymes industrielles,
- Nécessité d'une optimisation préalable pour chaque type de plante,
- Besoin d'un équipement adapté, notamment pour le contrôle de la température, du pH et de l'agitation.

Ainsi, le rouissage enzymatique constitue une voie prometteuse pour la valorisation des plantes à fibres libériennes, notamment dans le cadre de procédés écoresponsables orientés vers des

I.4.4 Architecture de renforcement

L'architecture de renforcement correspond à l'agencement des fibres dans un composite (Figure I.11). Elle joue un rôle déterminant dans la performance globale du matériau, influençant à la fois ses propriétés mécaniques, son comportement en service, et sa durabilité. Le choix de cette architecture dépend principalement des sollicitations mécaniques auxquelles le composite sera exposé, ainsi que des procédés de fabrication disponibles [44].

A. Renfort unidirectionnel

Dans ce type de renforcement, toutes les fibres sont orientées dans une seule direction. Cette configuration maximise la résistance et la rigidité dans l'axe des fibres, mais laisse le matériau plus vulnérable dans les directions perpendiculaires. Les renforts unidirectionnels peuvent être constitués de fibres continues non liées entre elles (roving) ou fixées par un fil de maintien formant une nappe. Cette architecture est idéale pour les pièces soumises à des charges longitudinales importantes [44].

B. Renfort multidirectionnel aléatoire

Les renforts multidirectionnels sont composés de fibres orientées aléatoirement, parfois dans plusieurs plans. Cette disposition permet une distribution plus homogène des propriétés mécaniques, bien que le composite conserve une certaine anisotropie. Ces structures sont généralement obtenues par l'utilisation de fibres courtes, soit broyées, soit agglomérées sous forme de mats ou de feutres. Elles conviennent bien aux applications nécessitant une bonne résistance dans plusieurs directions et une adaptabilité géométrique.

C. Renfort orienté

Les renforts orientés sont constitués de fibres entrelacées selon des directions définies, comme dans les tissus tissés, tricotés ou tressés. Le croisement des fils selon des angles spécifiques (0° , 90° , $\pm 45^\circ$) permet d'optimiser la performance mécanique dans plusieurs directions. Selon le type de tissage (toile, sergé, satin), on obtient différents compromis entre rigidité, flexibilité et formabilité. Pour les applications à fortes exigences mécaniques, des architectures tridimensionnelles sont également utilisées, permettant un renforcement efficace dans l'épaisseur et améliorant la résistance à la délamination.

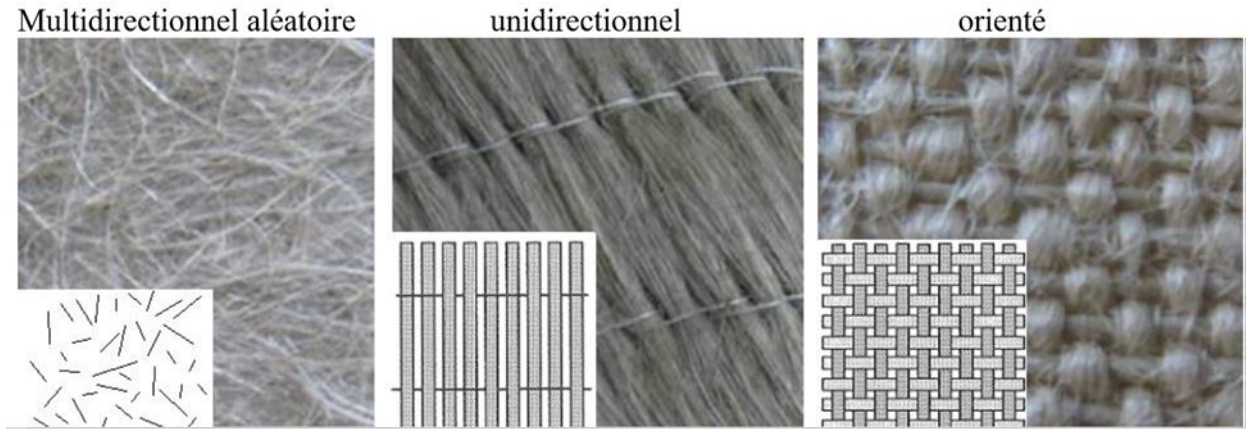


Figure I-11 Principales orientations des fibres.

I.5 Matrice

Dans les matériaux composites, la matrice représente la phase continue dans laquelle sont dispersées les fibres de renforcement. Elle joue un rôle fondamental dans le transfert des sollicitations mécaniques aux fibres, tout en assurant leur maintien en place et leur protection contre les agressions environnementales telles que l'humidité, les agents chimiques ou la corrosion. Elle permet également de conférer au matériau sa forme finale. Bien que ses propriétés mécaniques soient généralement inférieures à celles des fibres, la matrice influence fortement les performances globales du composite, notamment ses comportements thermomécaniques et sa durabilité.

Les matrices peuvent être classées selon leur nature chimique en trois grandes catégories : métalliques, céramiques ou organiques (polymères). Dans le domaine des composites renforcés par des fibres naturelles, les matrices polymères sont les plus couramment utilisées.

Ces dernières regroupent principalement deux types de résines : thermodurcissables et thermoplastiques, chacune étant choisie en fonction des exigences spécifiques de l'application visée [19, 45]

I.5.1 Matrices thermoplastiques

Les matrices thermoplastiques sont constituées de polymères linéaires ou légèrement ramifiés. Elles deviennent malléables ou fluides lorsqu'elles sont chauffées, puis se solidifient à nouveau par simple refroidissement [46]. Ce comportement réversible permet de remodeler ou recycler le matériau sans altération significative de ses propriétés mécaniques.

Elles sont particulièrement appréciées pour leur résistance aux chocs, leur tenue à l'endommagement et leur facilité de mise en œuvre. Un autre avantage réside dans la possibilité de les stocker sous forme de granulés à température ambiante sur de longues périodes. Les polyoléfines (comme le polyéthylène haut ou basse densité, et le polypropylène) dominent cette famille grâce à leur faible coût et leur température de transformation inférieure à 220 °C, ce qui les rend compatibles avec l'incorporation de fibres naturelles sans dégradation thermique[47].

I.5.2 Matrices thermodurcissables

Les matrices thermodurcissables sont des polymères qui, après un durcissement initial (par chaleur, catalyse ou rayonnement), forment une structure tridimensionnelle réticulée. Cette transformation chimique est irréversible : une fois durcie, la matrice ne peut plus être ramollie, remodelée ni recyclée par fusion. Ces matériaux se caractérisent par une excellente stabilité thermique, une bonne résistance chimique, et une forte rigidité mécanique. Ils sont couramment utilisés dans les composites haute performance [48, 49]. .

Tableau I-4 Principales différences entre les thermodurcissables et les thermoplastiques[50]

Critères	Thermodurcissables (TD)	Thermoplastiques (TP)
État de base	Liquide visqueux nécessitant une polymérisation	Solide prêt à l'emploi
Stockage	Durée de stockage limitée	Durée de stockage illimitée
Mouillabilité des renforts	Bonne imprégnation des fibres	Imprégnation plus difficile
Moulage	Chauffage continu	Chauffage suivi d'un refroidissement
Cycle de transformation	Long en raison de la polymérisation	Court
Tenue au choc	Faible	Assez bonne
Tenue thermique	Bonne	Réduite (sauf TP haute performance)
Gestion des déchets	Déchets non recyclables, parfois réutilisés	Déchets recyclables
Conditions de travail	Présence de solvants, environnement contraignant	Propreté et sécurité accrue

I.6 Procédés de fabrication des composites

Le processus de fabrication des composites à fibres naturelles s'apparente à celui des composites classiques. Le choix de la technique de mise en œuvre dépend de la nature de la matrice (thermoplastique ou thermodurcissable), de la longueur et du type de fibres, ainsi que des contraintes de production. Plusieurs méthodes sont disponibles pour concevoir ces composites

- Moulage au contact
- Moulage par compression
- Moulage sous vide
- Moulage par injection de résine
- Moulage par injection de compound pré-mélangé.

Tableau I-5 principales propriétés physique des matrices thermodurcissables et thermoplastique

Type	Résine	ρ (kg/m ³)	E (MPa)	G (MPa)	σ rupture (MPa)	A (%)	λ (W/m·°C)
Thermodurcissables	Époxy	1200	4500	1600	130 (100 °C)	2	0.2
	Phénolique	1300	3000	1100	100 (200 °C)	2	0.3
	Polyester	1400	3500	1200	55	2.5	0.2
	Polycarbonate	1200	2400	850	65	6	0.2
	Vinylester	1100	3500	1200	80	5	0.2
	Silicone	1200	100	35	5	100	0.2
	Uréthane	1200	70 à 700	25 à 300	35	100	0.2
	Polyimide	1400	4000 à 19000	1500	130	1	0.2
Thermoplastiques	Polypropylène (PP)	900	1200	400	30	200	0.25
	Polysulfure de phénylène (PPS)	1350	3500	1200	100	5	0.3
	Polyamide (PA)	1150	3200	1100	80	60	0.25
	Polyether sulfone (PES)	1350	3200	1000	90	50	0.2
	Polyether imide (PEI)	1270	3500	1000	100	50	0.22
	Polyether- ether-cétone (PEEK)	1400	4000	1500	90	50	0.3

I.6.1 Moulage au contact (Contact Molding)

Ce procédé utilise un moule ouvert dans lequel on dépose des couches de fibres imprégnées de résine. Un rouleau est utilisé pour compacter le matériau et chasser les bulles d'air. Le durcissement peut prendre quelques minutes à plusieurs heures selon les additifs (Figure I.12). Ce procédé est simple, mais lent, avec un rendement limité à quelques pièces par jour [51].

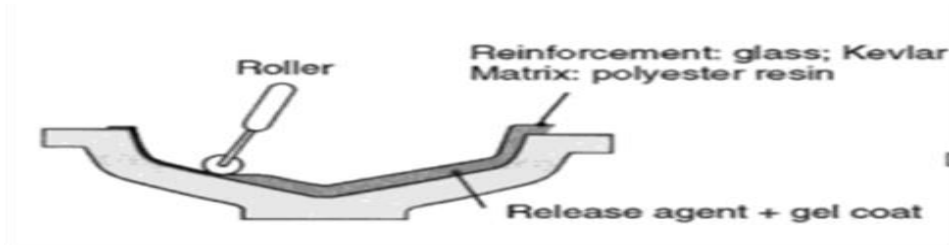


Figure I-12 Moulage au contact.

I.6.2 Moulage par compression

Ici, les renforts imprégnés sont placés dans un moule, puis comprimés par un contre-moule sous pression (1 à 2 bars) (Figure I.13). La polymérisation peut se faire à température ambiante ou plus élevée. Ce procédé est plus rapide et adapté à des productions moyennes, notamment dans les secteurs automobile et aéronautique[51].

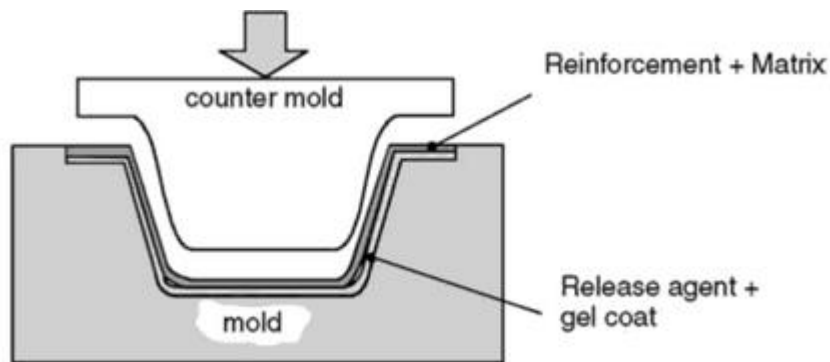


Figure I-13 Moulage par compression.

I.6.3 Moulage sous vide

Ce procédé, connu sous le nom de moulage sous vide, ou encore moulage par dépression ou moulage sous sac, constitue une amélioration du moulage au contact. Il consiste à placer des renforts imprégnés dans un moule ouvert. Pour les matériaux sandwich, une âme (noyau) est également insérée. Une membrane plastique souple est utilisée pour recouvrir hermétiquement l'ensemble, fixée par collage sur les bords du moule (Figure I.14).

Une dépression (vide) est créée sous cette membrane, ce qui permet de compacter le stratifié grâce à la pression atmosphérique tout en éliminant les bulles d'air. Les tissus absorbants retiennent l'excès de résine. La polymérisation s'effectue ensuite dans un four, un autoclave sous pression, ou à l'aide de sources d'énergie comme un faisceau d'électrons ou les rayons X (Figure I.15).

Ce procédé est particulièrement adapté à la fabrication de structures aéronautiques, avec un rendement limité à quelques pièces par jour[51].

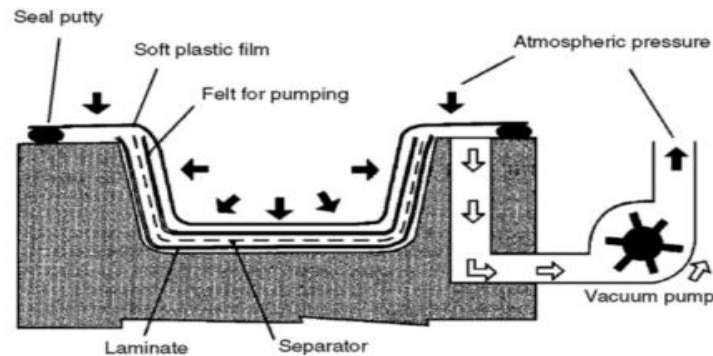


Figure I-14 Moulage sous vide.

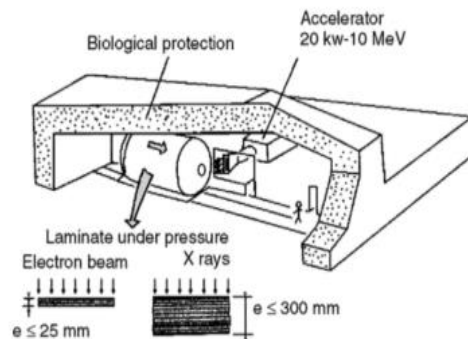


Figure I-15 Moulage par faisceau d'électrons ou rayons X.

I.6.4 Moulage par injection de résine

Dans ce procédé (Figure I.16), les renforts secs (matelas, tissus, etc.) sont positionnés entre un moule et un contre-moule rigide. Ensuite, une résine thermodurcissable (comme le polyester ou la phénolique) est injectée sous faible pression dans la cavité du moule. Ce procédé permet d'obtenir jusqu'à 30 pièces par jour. Il présente un coût d'investissement relativement modéré et trouve des applications dans la fabrication de carrosseries automobiles[51].

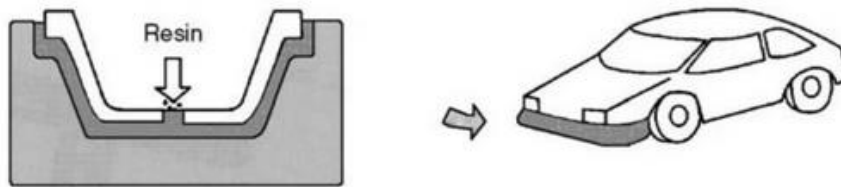


Figure I-16 Moulage par injection de résine.

I.6.4 Moulage par injection de compound pré-mélangé

Ce procédé permet une automatisation complète du cycle de production, atteignant des cadences allant jusqu'à 300 pièces par jour. Il consiste à injecter dans un moule fermé une résine pré-mélangée avec charges, fibres et additifs[51].

➤ **Résines thermodurcissables** : utilisées pour produire des éléments de carrosserie automobile, avec une bonne stabilité dimensionnelle (Figure I.17).

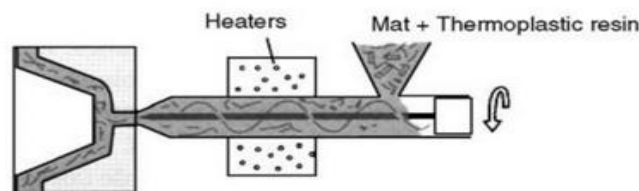


Figure I-17 Moulage par injection de compound pré-mélangé (Résines thermodurcissables).

➤ **Résines thermoplastiques** : utilisées pour fabriquer des composants mécaniques exposés à des températures élevées (Figure I.18).

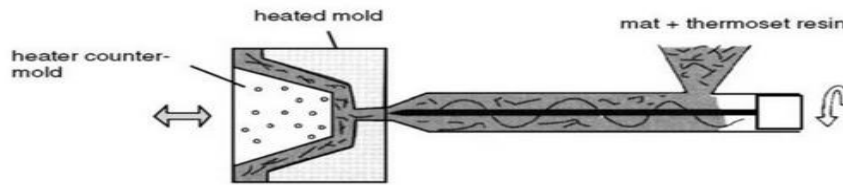


Figure I-18 Moulage par injection de compound pré-mélangé (Résines thermodurcissables)

I.6.5 Moulage par injection de mousse

Le moulage par injection de mousse (Figure I.19) permet la fabrication de pièces de grandes dimensions en mousse de polyuréthane renforcée de fibres de verre. Ces pièces présentent une bonne stabilité dans le temps, une excellente finition de surface, ainsi que des propriétés mécaniques et thermiques satisfaisantes[51].

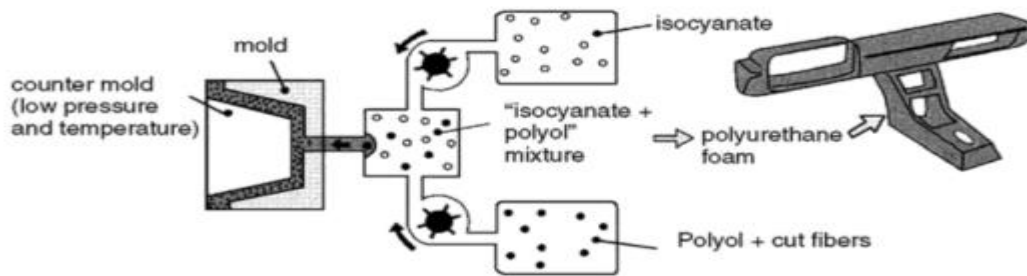


Figure I-19 Moulage par injection de mousse.

I.6.6 Moulage de composants de révolution

Le moulage centrifuge (Figure I.20) est utilisé pour fabriquer des tubes. Il permet une répartition homogène de la résine, avec un bon état de surface, y compris à l'intérieur du tube. La longueur du tube dépend de celle du moule. Le débit de production varie en fonction du diamètre et de la longueur, pouvant atteindre 500 kg de composite par jour[51].

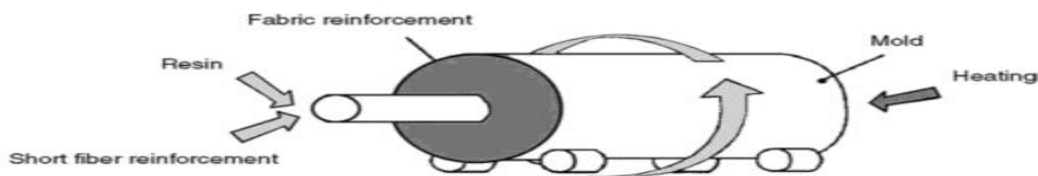


Figure I-20 Moulage de composants de révolution.

I.6.7 Enroulement filamentaire

L'enroulement filamentaire (Figure I.21) peut être intégré dans une chaîne de production continue, avec une capacité de production allant jusqu'à 500 kg de composite par jour. Ce procédé est utilisé pour réaliser des tubes de missiles, des conteneurs de torpilles ou encore des conduites pour le transport du pétrole[51].

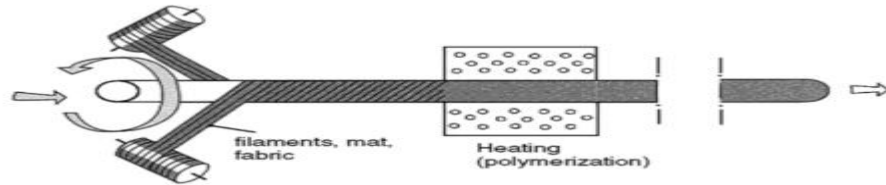


Figure I-21 Enroulement filamentaire.

Pour les pièces tournant autour de leur axe, les fibres sont enroulées autour d'un mandrin, qui est ensuite retiré après durcissement en autoclave (Figure I.22). Le taux de fibres peut atteindre 85 %, ce qui confère à la pièce une résistance élevée à la pression interne, idéale pour des réservoirs sous pression ou des buses de propulsion.

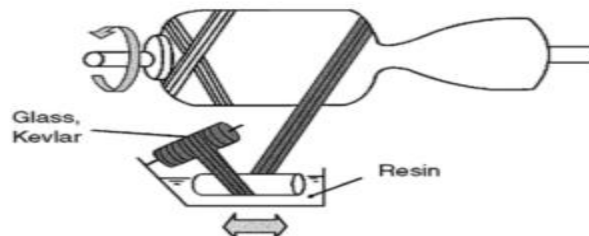


Figure I-22 Enroulement filamentaire sur mandrin complexe.

I.7 Facteurs influençant les composites à renfort naturel

La performance des composites à matrice polymère renforcés par des fibres végétales dépend fortement de plusieurs facteurs interconnectés qui influencent la microstructure du matériau et ses propriétés globales. Parmi les plus déterminants, on retrouve la nature et le taux de fibres, leur dispersion et orientation, leur stabilité thermique, leur longueur critique ainsi que la qualité de l'interface fibre/matrice.

I.7.1 Nature et le taux de fibres

La nature et le taux de fibres Influencent directement les propriétés mécaniques du composite. En général, un taux de fibres compris entre 30 % et 50 % permet d'obtenir un bon compromis entre renforcement et facilité de mise en œuvre. Un excès de fibres entraîne souvent des défauts de surface et des problèmes de dispersion. De plus, chaque type de fibre possède des caractéristiques physiques et thermiques différentes, qui influencent la rigidité, la résistance ou encore la stabilité thermique du composite.

I.7.2 Dispersion des fibres

La dispersion des fibres dans la matrice est cruciale pour éviter les agglomérations, qui créent des zones faibles. Une bonne dispersion assure un enrobage uniforme des fibres par la matrice, améliorant ainsi la transmission des contraintes. Des traitements chimiques comme l'alcalisation ou l'usage de comptabilisant permettent de favoriser cette dispersion [44, 52]

I.7.3 Orientation des fibres

L'orientation des fibres influence fortement le comportement mécanique. Une orientation préférentielle peut conférer au composite une résistance directionnelle accrue, notamment dans le cas des composites unidirectionnels, mais elle peut aussi le rendre plus fragile dans d'autres directions. Ce caractère anisotrope doit donc être maîtrisé lors de la mise en forme [53].

Concernant le degré d'influence de l'orientation des fibres sur les performances mécaniques des composites à fibres naturelles, des réductions importantes de la résistance et du module d'Young, similaires à celles observées avec les fibres synthétiques, ont été constatées avec l'augmentation de l'angle d'orientation des fibres par rapport à la direction du test. Une étude portant sur des composites renforcés par des fibres d'alfa alignées dans une matrice polyester insaturée (UP) a montré que la résistance relative par rapport à celle obtenue dans la direction des fibres (0°) était de 69 %, 29 %, 22 % et 12 % pour des angles respectifs de 10° , 30° , 45° et 90° . Les modules d'Young correspondants étaient de 93 %, 66 %, 52 % et 41 % de celui mesuré à 0° [54]. Dans une autre étude sur des composites chanvre/PLA, les fibres orientées à 45° et 90° ont présenté respectivement 48 % et 30 % de la résistance, ainsi que 53 % et 42 % du module d'Young, par rapport aux composites dont les fibres étaient orientées à 0° [55].

I.7.4 Stabilité thermique des fibres naturelles

La stabilité thermique des fibres naturelles est une contrainte majeure. Ces fibres commencent généralement à se dégrader autour de 200 °C, ce qui limite les températures de transformation. Certains traitements chimiques peuvent toutefois améliorer leur résistance thermique [56].

I.7.5 Longueur critique des fibres

La longueur critique des fibres est le seuil minimal nécessaire pour qu'une fibre puisse transmettre efficacement les charges à la matrice. Une longueur trop courte limite l'effet de renforcement, tandis qu'une longueur excessive nuit à la dispersion et à la mise en œuvre [57].

I.7.6 Adhésion interfaciale

L'adhésion interfaciale entre la fibre et la matrice constitue un facteur déterminant des propriétés mécaniques des matériaux composites. Une bonne adhésion permet un transfert efficace des contraintes de la matrice vers les fibres, optimisant ainsi le renforcement mécanique.

Toutefois, une interface excessivement forte peut également favoriser la propagation des fissures,[58] entraînant une diminution de la ténacité et de la résistance globale du matériau. Dans les composites à base de fibres végétales, l'interaction entre les composants est souvent limitée en raison de la nature hydrophile des fibres et hydrophobe des matrices polymères, ce qui se traduit par une adhésion interfaciale faible, des performances mécaniques réduites et une faible résistance à l'humidité.

Un bon mouillage de la fibre par la matrice est indispensable pour assurer un contact intime entre les deux phases et limiter la formation de défauts interfaciaux. À cette fin, des traitements physiques (comme le traitement plasma ou corona) ou chimiques (comme le greffage ou l'utilisation d'agents de couplage) sont souvent utilisés pour améliorer la mouillabilité et la compatibilité fibre/matrice [59, 60].

I.8 Mécanisme d'adhésion interracial

Le mécanisme d'adhésion interracial peut être assurée par différents mécanismes.

I.8.1 Verrouillage mécanique

Favorisé par la rugosité naturelle des fibres végétales, intervient lorsque la matrice pénètre dans les aspérités ou irrégularités de la surface fibreuse, créant ainsi des zones d'ancrage efficaces. Ce type d'interaction contribue à une résistance au cisaillement élevée à l'interface (Figure I.23) [18].

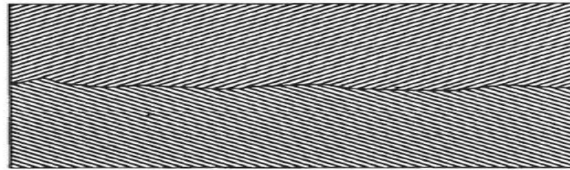


Figure I-23 Verrouillage mécanique[66]

I.8.2 Liaison électrostatique

basée sur l'attraction entre charges opposées, reste peu significative dans les composites à base de polymères et de fibres naturelles, car ces matériaux ne possèdent généralement pas de charges suffisantes pour établir ce type d'interaction (Figure I.24) [61].

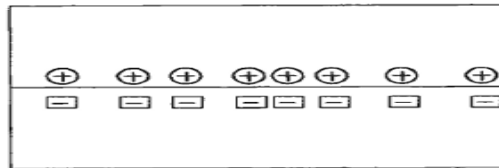


Figure I-24 Liaison électrostatique[62]

I.8.3 Liaison chimique

Quant à elle, se produit lorsque des groupes fonctionnels présents à la surface de la fibre réagissent avec ceux de la matrice. Ce mécanisme peut être renforcé par l'ajout d'agents de couplage, tels que les silanes ou les polymères greffés (par exemple, le Maleic Anhydride Grafted Polypropylene MAPP), qui assurent une meilleure compatibilité chimique (Figure I.25) [57].

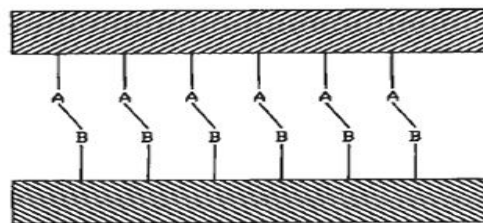


Figure I-25 Liaison chimique[62]

I.8.4 Liaison par inter diffusion

Repose sur l'enchevêtrement des chaînes polymères des deux composants au niveau de l'interface, formant une zone de transition cohésive. La longueur des chaînes, leur degré d'entrelacement, ainsi que le nombre de liaisons impliquées influencent fortement la solidité de l'adhésion. Il convient de noter que plusieurs de ces mécanismes peuvent coexister au sein d'un même composite, interagissant de manière complémentaire pour renforcer l'interface fibre/matrice (Figure I.26).

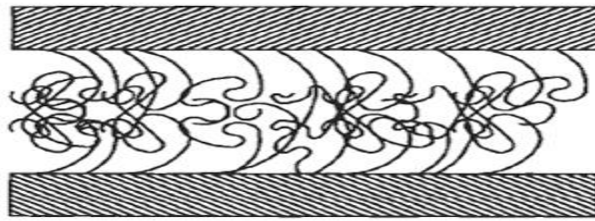


Figure I-26 Liaison par inter diffusion[62].

I.9 Traitements des fibres naturelles pour l'amélioration de l'interface fibre/matrice

I.9.1 Traitements physiques

A. Traitement plasma

Le traitement plasma est une méthode physique efficace qui modifie la surface des fibres sans utilisation de solvants ni de produits chimiques agressifs. Il engendre une augmentation de la rugosité de la surface et introduit des groupements fonctionnels oxygénés, ce qui améliore l'adhésion interfaciale entre la fibre et la matrice. Il a été démontré que le traitement plasma induit une hydrophobicité accrue à la surface des fibres et augmente l'adhésion interfaciale. Des études ont rapporté une amélioration de la résistance en flexion d'environ 47 % et de la résistance au cisaillement interlaminaire d'environ 45 %, en revanche, la résistance à la traction des composites a diminué, en raison de la dégradation partielle des fibres pendant le traitement au plasma[63]

B. Traitement corona

Le traitement corona, similaire au plasma, modifie la surface des fibres à l'aide d'une décharge électrique à haute tension. Il est principalement utilisé pour augmenter la mouillabilité et l'énergie de surface, facilitant ainsi l'ancrage de la matrice polymère[63] .

C. Traitement thermique de séchage

Le traitement thermique vise à éliminer l'humidité présente dans les fibres, à réduire les groupes hydroxyles et à stabiliser leur structure. Cela limite l'absorption d'eau future, améliore la compatibilité avec les matrices hydrophobes et stabilise les propriétés mécaniques des composites. Le traitement thermique vise à éliminer l'humidité présente dans les fibres, à réduire les groupes hydroxyles et à stabiliser leur structure. Cela limite l'absorption d'eau future, améliore la compatibilité avec les matrices hydrophobes et stabilise les propriétés mécaniques des composites. L'efficacité de ce traitement dépend fortement du temps, de la température, ainsi que de la composition des gaz présents durant le traitement. D'après Cao et al., une amélioration de plus de 60 % de la résistance à la traction des fibres de kenaf a été obtenue par traitement thermique, en raison de l'augmentation de la cristallinité des fibres[64] . De même, une amélioration de 37 % de la résistance des fibres de sisal a été observée, attribuée à la suppression d'impuretés aromatiques et à une cristallinité accrue [65].Cependant, si le traitement thermique améliore nettement les propriétés mécaniques des fibres elles-mêmes, les gains obtenus au niveau des composites restent plus modérés. Les hausses enregistrées dans certaines études sont de l'ordre de 10 % pour la résistance à la traction, 4 % pour le module de Young, 27 % pour la résistance en flexion, et 33 % pour le module de flexion, respectivement. Ces résultats suggèrent que bien que le traitement thermique améliore la fibre, son influence sur l'interface fibre/matrice reste partielle, en l'absence d'autres modifications de surface [58] .

I.9.2 Traitements chimiques

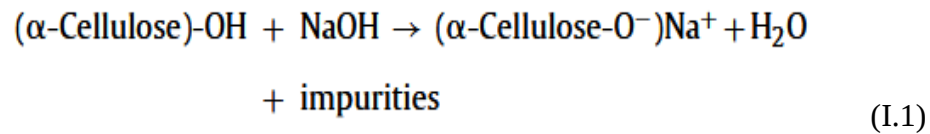
Les approches chimiques sont largement représentées dans la littérature et offrent généralement de meilleures améliorations comparées aux traitements physiques[18] . Elles incluent des traitements à base d'alcali, d'acétyle, de silane, de benzyle, d'acryle, de permanganate, de peroxyde, d'isocyanate, de titanate, de zirconate et d'acrylonitrile, ainsi que l'utilisation d'agents de couplage greffés à l'anhydride maléique Parmi celles-ci, les plus répandues sont les traitements alcalins, au silane, à l'acétyle et les agents de couplage à base d'anhydride maléique. Les traitements enzymatiques gagnent également en popularité, notamment en raison de leur caractère respectueux de l'environnement [66].

A. Traitement par alcalinisation

Le traitement alcalin (ou mercérisation), souvent réalisé avec de la soude (NaOH), est l'une des méthodes les plus utilisées. Il permet d'éliminer les composants amorphes comme la

lignine, la pectine, les cires et les hémicelluloses, exposant ainsi la cellulose cristalline. Cette action améliore l'adhésion avec la matrice, augmente la rugosité de la surface des fibres et facilite la cristallisation de certaines matrices polymères, la cellulose exposée agissant comme site de nucléation. De nombreuses études ont rapporté une amélioration de la résistance au cisaillement interfacial (IFSS), de la résistance à la traction, du module de Young, de l'allongement à la rupture, de la ténacité à la fracture, des propriétés en flexion, ainsi que de la stabilité thermique et de la résistance à l'humidité à long terme, grâce à une absorption réduite d'eau après traitement alcalin [63–69].

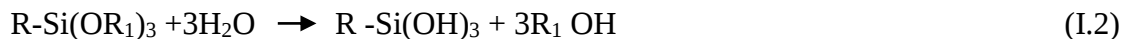
Le schéma réactionnel est présenté ci-après (réactions I.1)



B. Traitement par silanes

Les silanes (SiH_4) sont utilisés comme agents de couplage pour établir des liaisons chimiques entre la fibre et la matrice polymère [67]. Ils agissent en formant des ponts covalents entre les groupes hydroxyles de la cellulose et les groupes fonctionnels de la matrice, améliorant ainsi l'adhésion interfaciale. Ce traitement favorise une meilleure répartition des contraintes et une amélioration globale des propriétés mécaniques du composite

Le schéma réactionnel est présenté ci-après (réactions I.2 et I.3)[68]



I.10 Synthèse bibliographique des travaux réalisés sur les matériaux composites renforcés par des fibres végétales

Des recherches récentes ont mis en évidence le potentiel des fibres végétales locales en tant que renforts pour les matériaux composites polymériques. À ce titre, MEDDAH a exploré dans ses travaux de thèse [69] « *Exploitation des fibres végétales sur les sites de Boussaâda comme élément de renforcement des matériaux composites* » l'exploitation de deux nouvelles

espèces disponibles dans la région de Boussaâda (Algérie), à savoir *Malva sylvestris* L. et *Typha angustifolia*. Ces fibres ont été extraites, caractérisées et intégrées dans une matrice polyester dans le but de développer des composites performants et écologiquement responsables.

Dans une première partie, les fibres ont été soumises à une série d'analyses permettant d'en déterminer les propriétés morphologiques, physico-chimiques, thermiques et mécaniques. L'analyse morphologique par microscopie électronique à balayage (MEB) a révélé une structure fibreuse dense, favorable à une bonne adhésion à la matrice. Les spectres ATR-FTIR et les analyses aux rayons X ont confirmé une composition riche en cellulose. Les résultats obtenus sont résumés dans le [Tableau.I.6](#) suivant :

Tableau I-6 Propriétés des fibres végétales utilisées comme renforts.

Propriété	<i>Malva sylvestris</i> L.	<i>Typha angustifolia</i>
Indice de cristallinité (%)	55,12	46,19
Stabilité thermique (°C)	225	235
Énergie d'activation (kJ/mol)	111,29	156,50
Module d'élasticité (GPa)	26,07 ± 5,14	19,76 ± 3,55
Résistance à la traction (MPa)	236,64 ± 93,33	306,61 ± 100,6
Déformation à la rupture (%)	1,30 ± 0,62	1,81 ± 0,61

Dans la deuxième partie, les fibres ont été incorporées dans une matrice polyester selon un procédé de moulage sous vide afin d'élaborer des composites renforcés. Deux formulations ont été testées : l'une avec 15,20 % de fibres de *Malva sylvestris* L. (notée Polyester/MS), l'autre avec 16 % de fibres de *Typha angustifolia* (notée Polyester/TA). Les propriétés mécaniques des composites ont été évaluées par des essais de traction, de flexion et des tests d'adhésion fibre/matrice. Les résultats obtenus sont présentés dans le [Tableau.I.7](#)

Les résultats confirment que les fibres de *Malva sylvestris* L. et de *Typha angustifolia*, abondantes dans la région de Boussaâda, peuvent être considérées comme des renforts naturels prometteurs pour les composites polymériques, grâce à leurs propriétés thermomécaniques intéressantes et à leur compatibilité avec la matrice polyester

Tableau I-7 Propriétés mécaniques des composites polyesters renforcés

Composite	Traction Contrainte (MPa)	Module de Young (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Flexion Contrainte (MPa)	Module de flexion (GPa)	Déformation à la rupture (%)
Polyester vierge	26,08	3,28	1,26	65,32	3,98	1,55
Polyester / MS	42,38	5,02	1,34	94,89	6,52	1,68
Polyester / TA	38,26	4,24	1,28	77,81	5,58	1,28

Amroune, dans son travail de thèse *«Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier»*[70], s'intéresse dans un premier temps à la caractérisation physico-chimique (FTIR, DRX, DSC et MEB) ainsi qu'à la caractérisation mécanique en traction des fibres de palmier dattier (FPD), non traitées et traitées par différentes concentrations de NaOH pendant des temps d'immersion variés. Des tests de fatigue cyclique ont été réalisés pour la première fois sur ce type de fibres.

Ensuite, les biocomposites FPD/polyester élaborés sont testés sous chargement monotone en flexion trois points et en traction quasi statique. Les résultats ont montré que les meilleures propriétés mécaniques sont obtenues suite à un traitement des fibres par NaOH à une concentration de 0,5 % pendant 12 heures, permettant une augmentation de 178 % de la contrainte à la rupture et de 167 % du module de Young, par rapport aux fibres non traitées

Rokbi and Osmani [71] Dans cette étude les fibres d'alfa ont subi un traitement alcalin avec différentes concentrations de NaOH (1 %, 5 % et 10 %) pendant 0, 24 et 48 heures. Les résultats montrent que la résistance en flexion et le module de flexion du composite renforcé par des fibres traitées avec 10 % de NaOH pendant 24 heures se sont améliorés d'environ 60 % et 62 % respectivement, par rapport à ceux du composite renforcé par des fibres d'alfa non traitées.

Cependant, les propriétés mécaniques du composite diminuent après un traitement à 5 % de NaOH pendant 48 heures. Cette baisse est principalement due à la réduction de la lignine, qui lie les fibrilles de cellulose entre elles.

Moussaoui, Rokbi [72] Cette étude porte sur la fibre cellulosique issue de l'écorce de *Dittrichia viscosa* (*Inula viscosa*, IV) et évalue l'effet des traitements chimiques alcalins et au

permanganate sur ses propriétés physiques, afin d'améliorer l'adhésion interfaciale dans les composites à matrice polymère renforcés par ces fibres. Les deux traitements réduisent l'hydrophilicité et éliminent les impuretés, comme le confirment les analyses SEM, TGA, DRX et FTIR.

Les fibres traitées au permanganate présentent une résistance à la traction et une résistance interfaciale (IFSS) supérieures à celles des fibres traitées à l'alcali et non traitées. Les traitements chimiques réduisent le diamètre des fibres, éliminent lignine, hémicelluloses et cires, et améliorent la stabilité thermique jusqu'à 190 °C. Le traitement au permanganate donne les meilleurs résultats en termes de propriétés mécaniques et d'adhésion fibre/matrice, en raison de l'augmentation de la teneur en cellulose et de l'amélioration des interactions interfaciales.

En conclusion, la modification chimique des fibres d'*Inula viscosa* améliore significativement leurs propriétés mécaniques et leur compatibilité avec les matrices polymères

Le [Tableau.I.8](#) est un Tableau comparatif des propriétés des fibres d'*Inula viscosa* selon les traitements.

Tableau I-8 Comparaison des propriétés des fibres selon les traitements

Type de fibre	Densité (kg/m ³)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)	Remarques
Non traitée	1040	163,60	11,407	1,172	Propriétés de base, surface fibre peu adhérente
Traitée à 3 % NaOH	1102	173,05	11,596	1,439	Légère amélioration des propriétés mécaniques et de l'interface
Traitée à 3 % permanganate	1154	195,88	12,25	1,562	Meilleure performance globale, bonne interfacialité et cristallinité accrue

Makri e et al.[73] ont menu une investigation pour évaluer le potentiel d'utilisation, comme renfort pour des composites polymères légers, d'une nouvelle fibre lignocellulosique extraite de la plante *Centaurea hyalolepis*. Cette espèce, appartenant à la famille des Asteraceae, se développe principalement dans les climats méditerranéens et pousse sur des sols nitrifiés,

notamment dans les zones chaudes et sèches telles que les abords des routes et des champs de la région de M'Sila.

L'analyse morphologique et structurale, ainsi que la caractérisation physico-chimique, thermique, cristalline et mécanique, ont été réalisées à l'aide des techniques ATR-FTIR, TGA, DRX et des essais de traction.

Les résultats ont confirmé la présence des principaux composants lignocellulosiques (cellulose, hémicellulose, lignine). Le taux de cristallinité atteint 57,93 %, et la densité mesurée est de 1,13 g/cm³. La fibre présente une stabilité thermique jusqu'à 271 °C, avec une énergie d'activation de 115,94 kJ/mol. Les essais de traction ont révélé une résistance moyenne de 372,5 MPa et un module de Young de 9,036 GPa.

Par conséquent, en raison de leur comportement thermique acceptable, de leur faible densité et de leur résistance à la traction relativement élevée, les fibres de *Centaurea hyalolepis* peuvent être considérées comme des candidates adaptées pour être utilisées comme renforts dans des composites écologiques.

Bouhemam[74]e a consacré sa thèse « *Etude des matériaux composites à matrice polymère chargée par des fibres de Palmier Dattier* » à la valorisation des déchets agricoles issus du palmier dattier, les fibres de folioles (FFPD) ont été étudiées comme renforts dans des biocomposites à matrice GreenPoxy. Le travail s'est articulé autour de la caractérisation physicochimique des fibres (MEB, FTIR, DRX, ATG, DSC), de leur caractérisation mécanique en traction selon la méthode de Taguchi, ainsi que de l'élaboration de biocomposites testés en flexion et en viscoélasticité. Comparées aux fibres de palmier washingtonia (FFPW), les FFPD se sont distinguées par leur faible densité (0,79 g/cm³), leur bon indice de cristallinité (55,11 %) et leurs performances mécaniques accrues en configuration stratifiée (+96,96 % en contrainte maximale). Cette étude met en avant le fort potentiel de ces fibres naturelles dans des applications industrielles respectueuses de l'environnement.

Dans sa thèse intitulée « *Propriétés de transport des matériaux hétérogènes à renfort naturel : approche expérimentale et modélisation numérique* »[16], Haddadi a mis en évidence l'influence de l'incorporation de fibres naturelles sur les propriétés thermophysiques des matériaux composites.

Dans cette étude, l'effet de l'incorporation de fibres de bois de palmier dattier (FBP) sur les performances thermiques de composites à matrice polymère (CB/FBP) a été analysé à

travers une approche expérimentale et numérique. Les résultats ont montré qu'une augmentation du taux de fibres réduit significativement la conductivité thermique, passant de 0,480 à 0,276 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à 30 % de FBP (Figure I.27) en raison de la faible conductivité des fibres végétales et de la présence de porosités. Une corrélation directe entre la masse volumique et la conductivité thermique a également été observée.

Une modélisation numérique, réalisée avec le logiciel COMSOL Multiphysics, a permis d'estimer la conductivité thermique des composites (Figure I.28) en simulant le transfert de chaleur. Ces résultats confirment le potentiel des biocomposites CB/FBP pour des applications en isolation thermique dans le secteur du bâtiment.

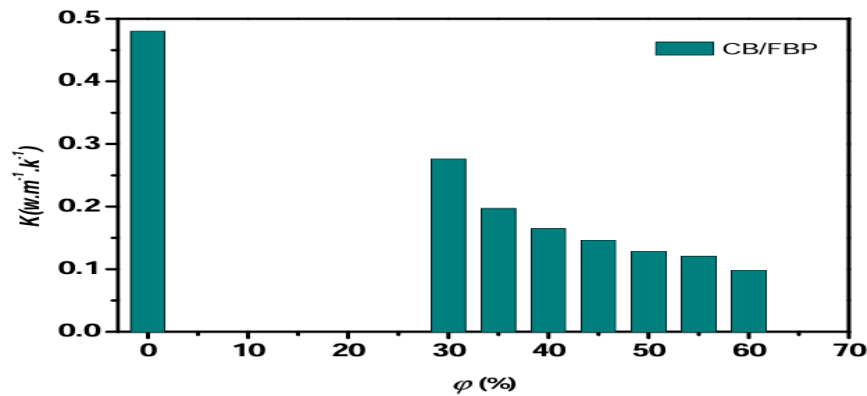


Figure I-27 Variation de la conductivité thermique du composite en fonction de la concentration volumique des fibres

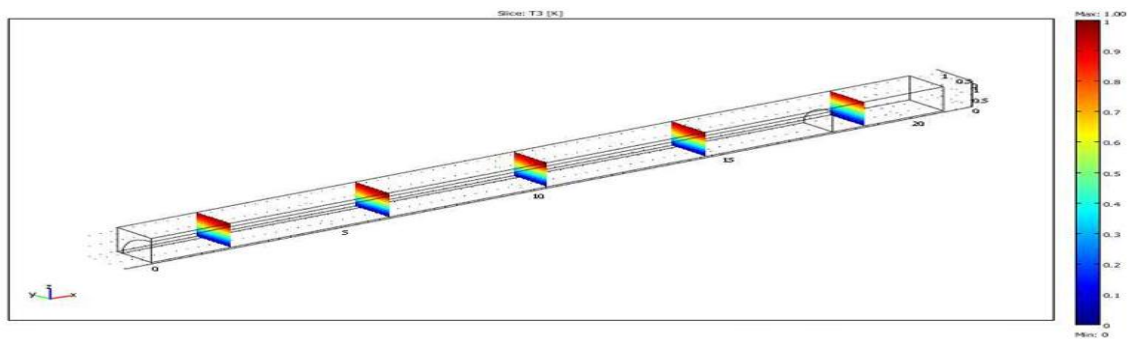


Figure I-28 Distribution de la température

LGChamath et al[75] Dans ce travail, une nouvelle méthode a été proposée pour déterminer la conductivité thermique des fibres de coco (*coir*). Elle repose sur une approche

inverse des modèles analytiques classiques, dans laquelle les valeurs nécessaires aux équations sont obtenues par voie expérimentale. Un composite biphasé, constitué de fibres de coco et de résine époxy, a été élaboré avec différentes fractions volumiques. La conductivité thermique des composites ainsi que celle de l'époxy pure a été mesurée à l'aide de la méthode du disque chaud (*Hot Disk*).

La conductivité thermique des fibres a ensuite été estimée à l'aide de plusieurs modèles analytiques, notamment la règle des mélanges, les modèles de Maxwell, Rayleigh et Lewis-Nielsen. La valeur obtenue était de $0,3058 \text{ W/m}\cdot\text{K}$.

Les modèles présentent certaines divergences par rapport à la ligne de régression des données expérimentales (Figure I.29). Ces écarts peuvent s'expliquer par les hypothèses formulées lors du développement des modèles micromécaniques, en particulier la forme et la distribution des fibres, ainsi que la qualité du contact interfacial entre la matrice et les fibres. Par ailleurs, la présence de vides dans le composite et les variations d'orientation des fibres peuvent également influencer les résultats.

Une mesure directe a été réalisée à partir d'un disque de fibres compactées sans liant, donnant une valeur de $0,2797 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, en bon accord avec les résultats obtenus par les approches analytique et numérique.

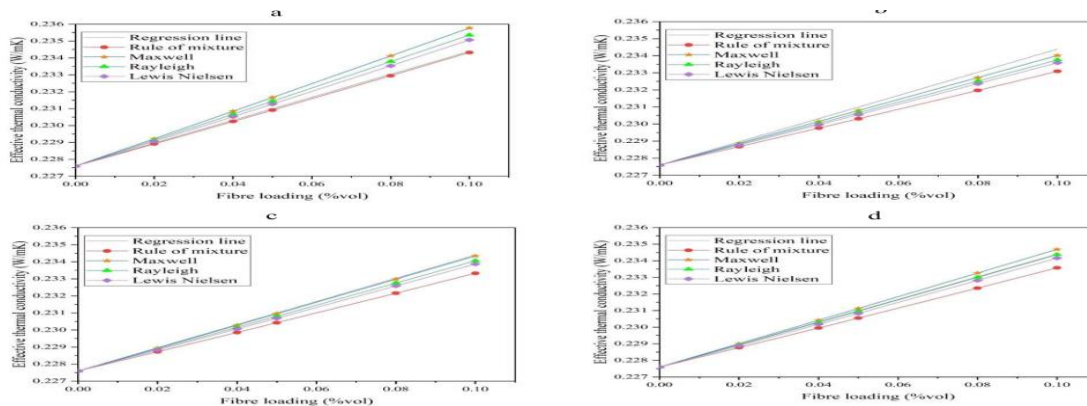


Figure I-29 a), b), c) et d) Comparaisons entre les valeurs issues des modèles et les valeurs expérimentales

Ramesh Chandra Mohapatra et al.[76] étude a porté sur des composites polyester renforcés par des fibres de palmier (PFRP), élaborés par la technique de stratification manuelle (*hand lay-up*). La conductivité thermique de ces composites a été évaluée expérimentalement, à différentes fractions volumiques de fibres, à l'aide de l'appareil de Lee. Les résultats ont

montré une augmentation de la conductivité thermique avec l'accroissement du taux de fibres, en raison de la conductivité relativement plus élevée des fibres de palmier par rapport à la matrice.

Les données expérimentales ont été confrontées à plusieurs modèles de prédiction, notamment la règle des mélanges, le modèle parallèle et le modèle de Maxwell (Figure I.30). Ces modèles se sont révélés cohérents entre eux à faibles teneurs en fibres, mais présentent des écarts significatifs par rapport aux mesures expérimentales, avec des erreurs allant de 28 % à 79 %, selon le modèle et le taux de fibres.

Cette étude souligne les limites des approches analytiques classiques pour prédire précisément le comportement thermique des biocomposites à fibres naturelles.

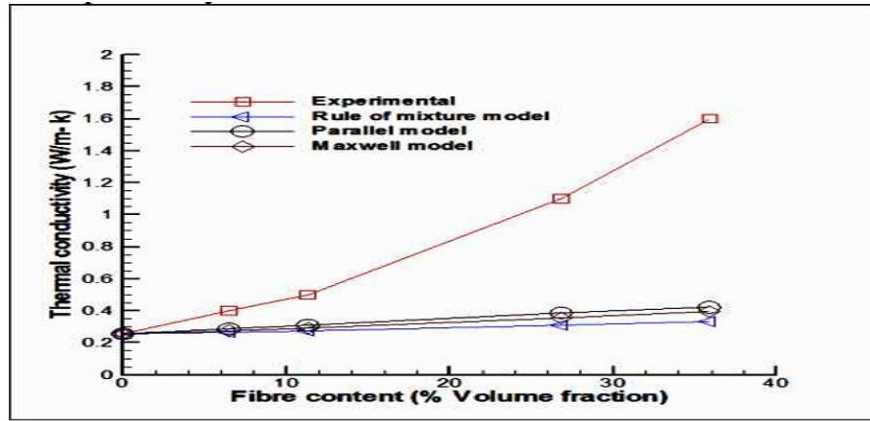


Figure I-30 Valeurs de conductivité thermique selon différents modèles

RICHA AGRAWAL[77] et al Dans cette étude, des composites à matrice phénol-formaldéhyde, renforcés par des fibres de palmier à huile à une fraction massique de 40 %, ont été élaborés à partir de fibres non traitées ainsi que de fibres ayant subi différents traitements chimiques : traitement alcalin, traitement au silane et traitement à l'acide acétique. La conductivité thermique et la diffusivité thermique ont été mesurées par la méthode de la source plane transitoire, à température ambiante et sous pression normale. Les résultats expérimentaux indiquent une augmentation des propriétés thermiques des composites après traitement, traduisant une amélioration de la capacité de conduction thermique liée à la modification de la surface fibreuse.

La conductivité thermique des fibres traitées et non traitées a également été estimée théoriquement à l'aide du modèle de Bruggeman, souvent utilisé pour prédire les propriétés

effectives des matériaux hétérogènes. Les calculs ont montré que les fibres non traitées présentent une conductivité thermique plus faible que celles ayant subi un traitement, soulignant l'influence positive des traitements chimiques sur le comportement thermique des renforts végétaux.

Chapitre II

Matériels & méthodes

II.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation de la démarche expérimentale adoptée dans le cadre de cette étude, ainsi qu'aux différentes techniques de caractérisation mises en œuvre pour l'élaboration et l'analyse thermo physique de matériaux composites à base de fibres naturelles. L'objectif principal est de décrire les méthodes utilisées pour extraire, caractériser et intégrer les fibres végétales dans une matrice polymère, afin d'évaluer leurs performances mécaniques et thermiques.

La méthodologie suivie s'articule autour des étapes suivantes :

- Présentation du village El Maadhar, situé dans la région de M'Sila, zone d'origine de la plante étudiée ;
- Présentation de la plante *Aster squamatus*, incluant ses caractéristiques botaniques et son potentiel en tant que source de fibres végétales ;
- Description de la procédure d'extraction des fibres d'*Aster squamatus*, détaillant les différentes étapes permettant l'obtention de fibres exploitables pour la fabrication de composites ;
- Traitement alcalin appliqué aux fibres afin d'améliorer l'adhérence fibre/matrice ;
- Caractérisation physico-chimique des fibres, réalisée à l'aide de diverses techniques, notamment :
 - Étude anatomique de la plante ;
 - Diffraction des rayons X (DRX) ;
 - Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) ;
 - Analyse thermogravimétrique (TGA) ;
 - Microscopie électronique à balayage (MEB) ;
 - Essais mécaniques de traction sur les fibres.

Par la suite, des plaques composites ont été élaborées en combinant une résine Polyester avec différentes fibres naturelles : jute, Malva et *Aster squamatus*. Après tronçonnage, les éprouvettes composites obtenues ont été soumises à des essais mécaniques (traction et flexion trois points), à une analyse MEB des faciès de rupture, ainsi qu'à des mesures de conductivité

thermique et de spectroscopie FTIR. La résine Polyester seule a également été caractérisée à des fins de comparaison.

Enfin, les méthodes employées pour l'évaluation des paramètres essentiels tels que la densité, la contrainte à la rupture, le module de Young, la déformation, le taux de renforcement en fibres et la conductivité thermique sont présentées en détail dans ce chapitre

II.2 Présentation de la région de Maadhhar

La région de Maâdher, située au centre de la cuvette du Hodna à environ 260 km au sud d'Alger (Figure II.1), se caractérise par un relief composé de dunes sableuses, de dépôts alluviaux récents et de collines rocheuses isolées telles que les monts Kerdada et Meharga. Elle est localisée à une altitude moyenne de 450 m, avec des coordonnées géographiques approximatives de 35°17' N et 4°16' E. Le climat y est de type aride à semi-aride, avec une pluviométrie annuelle moyenne estimée à 225 mm et une température mensuelle moyenne de 21,9 °C. L'érosion éolienne y est fréquente en raison de la pauvreté en végétation naturelle. Sur le plan hydrologique, la région est drainée par trois principaux oueds (Bou Saâda, Roumana et Maïter) qui contribuent à la recharge de la nappe phréatique[78].

Depuis les années 1970, Maâdher est devenue un périmètre agricole irrigué grâce au pompage des eaux souterraines, fortement influencé par les conditions géologiques, topographiques et climatiques.

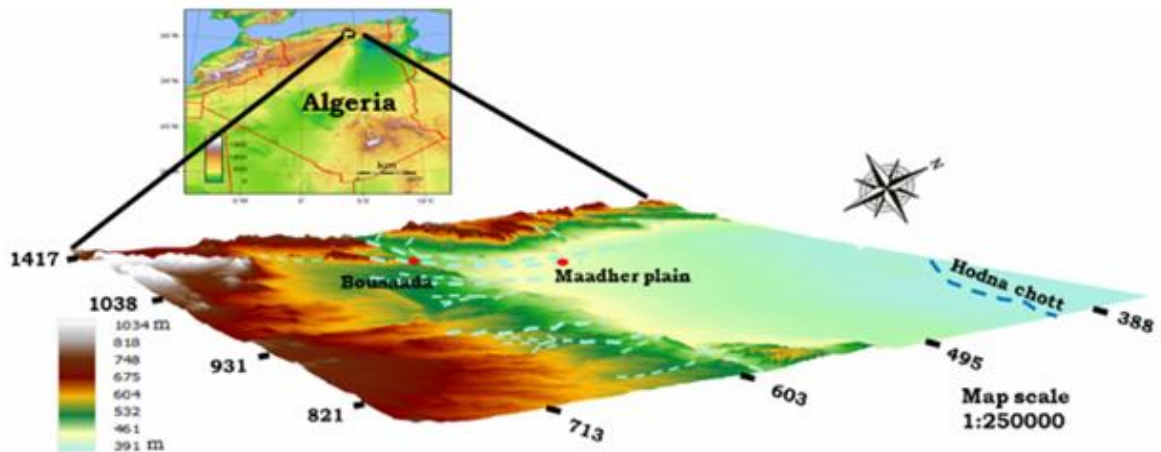


Figure II-1 Carte topographique et hydrologique de la région de Maâdher.

II.3 Présentation de la plante *Aster squamatus*

La plante *Aster squamatus* (AS) (Figure II.2) est une espèce annuelle halophile appartenant à la famille des Asteraceae, originaire du continent américain [19]. Elle est connue sous plusieurs appellations : *Aster squameux* en français, *Narrow-leaved Aster* ou *Annual Salt Marsh Aster* en anglais, et *Settembrina salvagga* en maltais. Cette espèce a été introduite dans l'ensemble des pays du bassin méditerranéen ainsi qu'en Afrique australe. De port pyramidal, elle présente de petites inflorescences. En Algérie, elle est naturalisée dans tout le pays, y compris dans les oasis sahariennes.

Aster squamatus (AS) est une plante annuelle ou herbacée considérée comme adventice voire envahissante. Sa tige peut atteindre 150 à 200 cm de hauteur, et sa floraison s'étend de septembre à novembre, produisant des fleurs blanches. Les feuilles sont alternes, entières, glabres, les inférieures étant étroites, linéaires, légèrement succulentes et lancéolées. L'inflorescence est constituée de petits capitules semblables à des marguerites, mesurant 4 à 6 x 7 à 5 mm, aux ligules pâles, lilas à blanchâtres, et au centre jaune. Les akènes, allongés et petits (2 à 3 mm), sont surmontés de soies blanches dépassant de 5 à 6 mm la longueur du fruit. Cette plante colonise fréquemment les bords de routes et les sols nitrifiés dans les zones rurales chaudes et arides.[79]



Figure II-2 Plante Aster Squamatus.

II.4 Extraction des fibres

Le principal objectif du procédé d'extraction des fibres est d'obtenir des fibres longues, rigides et dotées de bonnes propriétés mécaniques, grâce à l'élimination des composants non cellulotiques tels que la pectine, la lignine et les cires. Les différentes étapes de ce procédé sont illustrées dans la (Figure II.3). Dans un premier temps, la plante *Aster squamatus* (AS) a été récoltée à maturité dans le village de Maâdher, situé dans la région de M'Sila, en Algérie. La fibre issue de cette plante, désignée par ASF (*Aster squamatus* Fibre), a été sélectionnée en raison de sa disponibilité abondante, de sa croissance rapide, de sa biodégradabilité, de sa non-toxicité ainsi que de son accessibilité. La plante AS permet la production de fibres longues et bien individualisées à travers un procédé d'extraction peu coûteux et respectueux de l'environnement. Après récolte, les tiges ont été sectionnées à l'aide d'un couteau, débarrassées de leurs feuilles et de leurs épines, puis soigneusement lavées à l'eau distillée afin d'éliminer les impuretés superficielles[80].

La séparation des fibres a été effectuée par rouissage biologique, une méthode consistant à immerger les tiges saines dans de l'eau douce pendant une durée de trois semaines, en milieu couvert, afin de favoriser la dégradation microbienne des composants liants. À l'issue de cette période, les fibres ont été extraites manuellement des couches externes des tiges, puis rincées à l'eau courante pour éliminer les résidus organiques. Enfin, les fibres brutes obtenues ont été séchées dans une étuve ventilée à 70 °C pendant 24 heures, afin d'obtenir les fibres non traitées UASF (*Untreated Aster squamatus* Fibres)

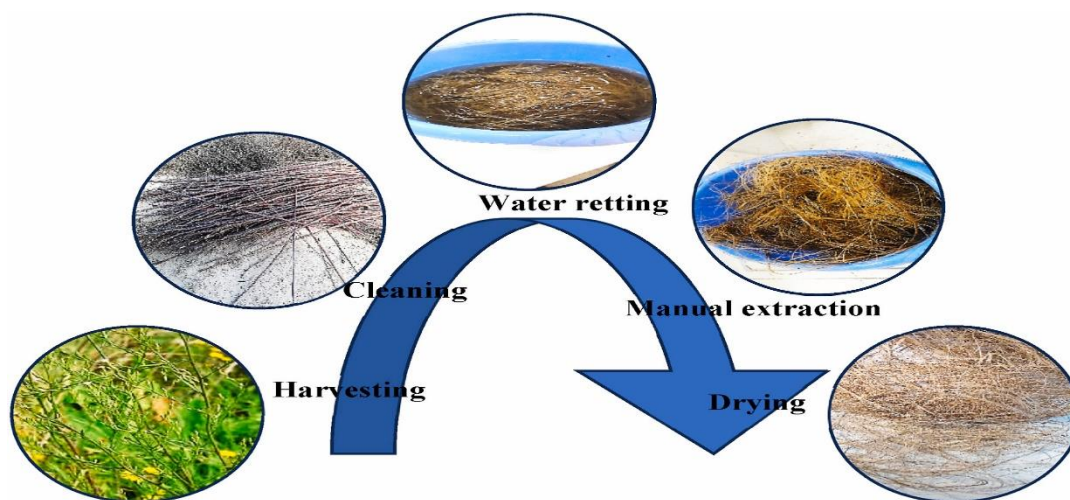


Figure II-3 Processus d'extraction des fibres AS.

II.5 Traitement alcalin

Les fibres AS ont été traitées chimiquement dans le but de faire disparaître la lignine qui entoure la fibre et obtenir des surfaces rugueuses afin d'étudier l'effet de traitement alcalin sur les propriétés mécaniques des fibres

Les fibres AS ont été immergées dans une solution aqueuse de soude (NaOH) à 1,5 % pendant une durée d'une heure à température de 20 °C. Par la suite, les fibres ont été rincées à l'eau distillée jusqu'à l'obtention d'un pH neutre. Une fois soigneusement lavées, elles ont été séchées dans une étuve à 65 °C pendant 6 heures avant de faire l'objet des caractérisations ultérieures.

II.6 Anatomie de plantes

Une étude anatomique a été réalisée dans le but d'examiner la microstructure de la tige d'*Aster squamatus*. Les observations ont été menées au sein du Département de Biologie de l'Université de M'Sila. Pour ce faire, des coupes transversales fines ont été préparées à l'aide d'un microtome manuel et d'une lame de rasoir, avec une épaisseur variante entre 20 et 30 µm. Ces sections ont ensuite été colorées pendant cinq minutes à l'aide d'une solution de carmin-vert iodé, afin de mettre en évidence les différentes structures anatomiques. Après la coloration, les échantillons ont été montés entre lame et lamelle avec une goutte d'eau distillée, puis observés au microscope optique.

L'examen microscopique a été effectué à l'aide d'un microscope binoculaire de marque Motic, équipé d'objectifs à lentille de contact. L'analyse a également été assistée par un microscope binoculaire (BMM) couplé à un appareil photo numérique et à un capteur d'image numérique 2000, permettant une acquisition d'images de haute précision et facilitant ainsi l'identification des structures internes de la tige ([Figure II.4](#)).



Figure II-4 Microscope optique.

II.7 Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La composition chimique des fibres d'Aster squamatus (ASF) a été analysée à l'aide de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier avec réflexion totale atténuée (ATR-FTIR), une technique permettant d'identifier les groupes fonctionnels présents dans les fibres. Avant l'analyse, les fibres ont été séchées pendant 3 heures à une température de 80 °C. Pour la préparation des échantillons, les faisceaux de fibres ont été coupés, puis broyés à l'aide d'un broyeur afin d'obtenir une fine poudre.

Cette poudre a ensuite été déposée sur le cristal ATR du spectromètre et introduite avec précaution dans la chambre d'analyse. Les mesures ont été effectuées à température ambiante, dans une plage spectrale comprise entre 4000 et 500 cm^{-1} , à l'aide d'un spectromètre Agilent Cary 630 (Figure II.5).

Les résultats sont généralement présentés sous forme de spectres, où les pics d'absorption sont tracés en fonction du nombre d'onde, ce qui permet d'identifier les liaisons chimiques caractéristiques des constituants de la fibre.



Figure II-5 Équipement ATR-FTIR.

II.8 Analyse thermogravimétrique (ATG)

Les fibres naturelles utilisées comme renforts dans les composites à matrice thermoplastique sont soumises, lors de la transformation, à des températures relativement élevées.

Il est donc essentiel d'évaluer leur comportement thermique afin de déterminer les conditions de mise en œuvre optimales, tout en évitant leur dégradation thermique susceptible d'altérer les propriétés mécaniques et physico-chimiques des composites.

L'analyse thermogravimétrique (TGA) constitue une méthode de référence pour caractériser la stabilité thermique des matériaux. Elle repose sur la mesure des pertes de masse d'un échantillon en fonction de la température ou du temps, sous atmosphère contrôlée. Cette technique est couramment utilisée dans divers domaines, notamment les polymères, les matériaux composites, les céramiques et les biomatériaux, pour étudier la résistance thermique et les étapes de dégradation des matériaux. En complément, l'analyse dérivée (DTG) permet d'identifier plus précisément les températures maximales de dégradation en mettant en évidence les vitesses de perte de masse.

Dans ce cadre, une étude thermique a été réalisée sur les fibres d'Aster squamatus (ASFs) à l'aide d'un analyseur thermogravimétrique de type LABSYS-EVO-SEARAM (Figure II.6). Un échantillon de 37,5 mg a été placé dans un creuset en céramique d'alumine, puis chauffé dans une plage de température allant de 30 °C à 700 °C, à une vitesse de 10 °C par minute, sous une atmosphère inerte d'argon (250 ml/min).

Il est à noter que le profil de décomposition thermique des fibres lignocellulosiques présente généralement des courbes (TGA) et (DTG) similaires.



Figure II-6 ATG : Analyse Thermogravimétrique

II.9 Spectroscopie de diffraction des rayons X (DRX)

La détermination du rapport entre les phases cristalline et amorphe a été réalisée par diffraction des rayons X (XRD). Dans le cas présent, l'analyse a été effectuée sur les fibres d'Aster squamatus (ASF) à l'aide d'un diffractomètre X'Pert-PRO de la marque PANalytical (Figure II.7). L'expérimentation a utilisé un rayonnement monochromatique $\text{CuK}\alpha$, avec une tension de 40 kV, un courant de 30 mA et une longueur d'onde de 0,154 nm. Le balayage a été réalisé sur une plage angulaire allant de 10° à 70° , à une vitesse de 2° par minute, avec une résolution de $0,050^\circ$. Les mesures ont été effectuées à une température de 20°C .

Afin de comparer les fibres (ASF) non traitées (UASF) et traitées (TASF), l'indice de cristallinité (CI) a été calculé selon la méthode empirique de Segal[81] exprimé par l'équation (II.1) :

$$\text{CI (\%)} = \left[\frac{I_{002} - I_{\text{am}}}{I_{002}} \right] \times 100 \quad (\text{II.1})$$

Dans cette équation, I_{002} représente l'intensité maximale du pic correspondant à la phase cristalline, tandis que I_{am} désigne l'intensité minimale associée à la fraction amorphe. Le pic de diffraction caractéristique du plan (002), commun aux substances cristallines et amorphes, apparaît à un angle 2θ compris entre 22° et 23° , et correspond à I_{002} . L'intensité I_{am} , quant à elle, est observée dans une zone amorphe, à un angle 2θ situé entre 16° et 18° .



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

II.10 Mesure de la densité

La méthode du pycnomètre a été utilisée pour déterminer la densité (densité relative) des fibres d'Aster squamatus (ASF), conformément à la norme ASTM D 2320-98. Le liquide d'immersion utilisé est le méthanol. Cette méthode a permis de mesurer la densité réelle des fibres. La masse a été déterminée à l'aide d'une balance analytique avec une précision de 0,00001 g.

Dans un premier temps, les fibres ont été découpées en fragments de 15 à 25 mm, puis séchées à 65 °C jusqu'à atteindre une teneur en humidité inférieure à 5 %. La densité relative des fibres a été calculée selon l'équation (II.2) suivante

$$\rho_f = \frac{m_3 - m_1}{(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)} \rho_m \quad (\text{II.2})$$

Avec :

ρ_m : Densité du méthanol à 25 °C, égale à 0,792 g/cm³.

m_1 : Masse du pycnomètre vide.

m_2 : Pycnometer mass at 25°C when filled with methanol.

m_3 : Masse du pycnomètre contenant uniquement les fibres hachées.

m_4 : Masse du pycnomètre contenant à la fois les fibres hachées et le méthanol à 25 °C.

La section transversale a été calculée selon la relation (II.3) [54]

$$S_F = \frac{M}{\rho_{MS} \cdot L} \quad (\text{II.3})$$

où :

S_F la section transversale de la fibre (cm²).

M le poids de la fibre (g),

L 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 (II.4) suivante [82].

$$D_f = 2 \cdot \sqrt{\frac{M}{\rho_{MS} \pi L}} \quad (\text{II.4})$$

où :

D_f Le diamètre de la fibre (cm).

ρ_{MS} La densité de la fibre (g/cm³).

M la masse de la fibre (g).

L la longueur de la fibre (cm).



Figure II-8 Mesure de densité

II.11 Traction de fibre

Les propriétés mécaniques en traction des fibres brutes et traitées par alcalinisation ont été caractérisées conformément à la norme ASTM D3379.

Les paramètres évalués comprenaient la résistance à la traction, l'allongement à la rupture ainsi que le module de Young. Les essais ont été réalisés à l'aide d'une machine de traction universelle Zwick/Roell Z100, équipée d'une cellule de charge de 5 N. La vitesse de déplacement du croisillon était fixée à 2 mm/min. Un minimum de 30 échantillons ont été testés afin d'assurer la reproductibilité des résultats. Les essais ont été menés à une température ambiante de 25 °C et sous une humidité relative de 28 %.

Pour la préparation des échantillons, une fibre individuelle a été soigneusement sélectionnée et découpée à une longueur utile (entre-griffes) de 40 mm. Chaque fibre a ensuite été fixée à des onglets en carton à l'aide d'une colle polyester à séchage rapide, garantissant un bon alignement et une tenue stable durant l'essai.

Au cours de l'essai, les valeurs de la force appliquée ainsi que le déplacement de la traverse mobile sont enregistrées en temps réel. Ces données permettent de déterminer, conformément aux principes de la résistance des matériaux et aux recommandations de la norme ASTM, les principales propriétés mécaniques des fibres, à savoir le module de Young E , la contrainte maximale à la rupture σ_r , ainsi que l'allongement à la rupture ϵ . Ces grandeurs sont calculées à l'aide des équations II.5, II.6 et II.7 présentées ci-après.

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{\pi \frac{d^2}{4}} \quad (\text{II.5})$$

$$\varepsilon(\%) = \frac{\delta l}{l_0} \times 100 \quad (\text{II.6})$$

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (\text{II.7})$$

F: la force en (N).

S: la section de la fibre en (mm²).

d : le diamètre de la fibre en (mm).

δl: la valeur obtenue par la machine en (mm).

L₀: la longueur initiale (mm).

σ: la contrainte à la rupture en (MPa).

ε : la déformation en (%).

E: le module de Young en (GPa).

II.12 Microscope Electronique à Balayage (MEB)

La morphologie de surface a été examinée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) fonctionnant sous une tension d'accélération de 20 kV. Des coupes longitudinales et transversales de la plante *Aster squamatus* ont été préparées et analysées. Les observations ont été réalisées à l'aide d'un microscope Thermo Fisher SCIENTIFIC (Figure II.9). Afin d'éviter les effets de charge liés au faisceau d'électrons, la surface des fibres a été métallisée par pulvérisation d'un revêtement en alliage or-palladium (Au-Pd) avant l'examen.



Figure II-9 Microscope électronique à balayage (MEB).

II.13 Analyses statistiques de Weibull.

Etant donné que les résultats obtenus lors des essais de traction présentaient une certaine variabilité, attribuable à divers facteurs tels que les paramètres et conditions d'essai, les mesures de section, les caractéristiques intrinsèques de la fibre (origine botanique, méthode d'extraction, présence de défauts éventuels), ainsi qu'à la précision des appareils, la longueur de jauge, la vitesse de déformation et le type de mors utilisé, il a été nécessaire de recourir à une approche statistique afin d'interpréter les données de manière plus rigoureuse.

Une analyse statistique basée sur la loi de Weibull à deux paramètres a donc été réalisée sur les résultats de 20 essais de traction, portant sur la contrainte à la rupture, le module de Young et la déformation maximale, avec des niveaux de confiance fixés à 95 %. Cette analyse a été effectuée à l'aide du logiciel MINITAB (version 18).

La distribution de Weibull à deux paramètres utilisés dans cette étude est définie par l'équation suivante :

$$F(\sigma) = 1 - e^{(-\frac{L}{L_0}(\frac{\sigma}{\sigma_0})^m)} \quad (II.8)$$

En prenant le logarithme népérien des deux membres de l'équation, on obtient une forme linéaire :

$$\ln \left(\ln \left(\frac{1}{1-F(\sigma)} \right) \right) - \ln \left(\frac{L}{L_0} \right) = m(\ln \sigma - \ln \sigma_0) \quad (II.9)$$

Où :

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

L : la longueur de référence.

L_0 : la longueur initiale.

σ : la contrainte appliquée.

σ_0 : la contrainte caractéristique.

m : module de Weibull.

L'estimation de la probabilité de rupture s'effectue à l'aide de l'estimateur suivant :

$$F(\sigma) = \frac{i-0.3}{N+0.4} \quad (II.10)$$

Avec :

i : le numéro d'ordre de l'éprouvette par ordre croissant les contraintes de rupture.

N : le nombre total des éprouvettes rompues.

La représentation graphique de la formule (II.9) de $\ln(\ln(1/(1-F)))$ exprimé en fonction de $\ln(\sigma)$ permet de déterminer m et σ_0 .

II.14 Mise en œuvre des plaques composites

II.14.1 Matériaux utilisés

II.14.1.1 Matrice Résine Polyester

La matrice utilisée dans ce travail lors de l'élaboration des différents types de composites est une résine polyester. Ce choix est motivé par son faible coût, sa facilité de mise en œuvre et ses propriétés mécaniques et chimiques jugées suffisantes pour des applications à usage courant. Il s'agit d'une résine polyester orthophtalique simple, non modifiée, largement utilisée dans les matériaux composites où des performances mécaniques élevées ne sont pas exigées.

La résine polyester est un polymère thermodurcissable obtenu par polymérisation de monomères d'ester insaturé, souvent associés au styrène. Elle se présente sous forme liquide et nécessite un durcisseur, comme le peroxyde de méthyléthylcétone (MEKP), ajouté en proportions de 1 à 2 %, pour initier la réaction de réticulation. Cette réaction, irréversible, conduit au durcissement de la résine.

Un accélérateur est parfois utilisé en complément pour ajuster le temps de prise. La qualité de la polymérisation influence directement les propriétés finales du matériau, d'où l'importance d'un dosage précis et de conditions de durcissement bien contrôlées[83].

II.14.1.2 Renfort (Fibre végétale)

Dans cette étude, nous avons élaboré trois types de fibres naturelles comme renforts afin de réaliser une étude comparative entre les trois composites obtenus et la résine seule. Les fibres utilisées proviennent de l'Aster squamatus, de la Malva sylvestris L. et du jute. Un échantillon de résine non renforcée a également été préparé à des fins de comparaison.

- Aster squamatus : il s'agit d'une plante récemment étudiée pour la première fois et valorisée pour ses bonnes propriétés physico-chimiques, lui conférant un potentiel intéressant en tant que renfort pour matériaux composites.
- Malva sylvestris L. a été étudiée pour la première fois par M. MEDDAH. C'est une plante herbacée vivace à croissance rapide, originaire d'Europe, d'Afrique du Nord et d'Asie du Sud-Ouest, appartenant à la famille des Malvacées. Elle a été récoltée dans la région de Boussaâda. Les résultats expérimentaux obtenus, à l'aide de techniques telles

que la TGA, l'ATR-FTIR, la DRX, la MEB et les essais de traction, ont mis en évidence les bonnes propriétés thermiques et physico-mécaniques de la fibre de *Malva sylvestris*, confirmant son efficacité en tant que renfort potentiel pour les matériaux composites.

- Le jute (*Corchorus capsularis*) est une plante largement cultivée en Asie du Sud-Est, principalement en Inde, au Bangladesh et en Chine. Cet arbuste, mesurant entre 2 et 4 mètres, possède une tige rigide et fibreuse d'environ 2 cm de diamètre, ramifiée dans sa partie supérieure, et des feuilles triangulaires longuement pétiolées. Grâce à ses bonnes propriétés mécaniques et à sa large disponibilité, la fibre de jute est utilisée dans diverses applications industrielles, telles que la fabrication de panneaux composites pour portes automobiles en Allemagne, ainsi que dans la confection de vêtements de camouflage appelés *ghillie suits*. De nombreuses recherches ont été menées sur les composites à base de fibres de jute, mettant en évidence leur stabilité thermique, leur durabilité, leur comportement à l'usure, ainsi que leur potentiel en éco-conception[84, 85].

II.14.2 Préparation des échantillons composites

II.14.2.1 Pesée des fibres

Pour l'élaboration des composites, trois types de fibres ont été utilisés. Pour chaque type, une masse de 60 g a été prélevée à l'aide d'une balance électronique d'une précision de 0,01 g. Les fibres ont ensuite été divisées en trois sous-lots de 20 g chacun, en vue d'être découpées à différentes longueurs (Figure II.10).



Figure II-10 Pesée des fibres.

II.14.2.2 Découpage des fibres

Chaque lot est divisé en trois sous-lots de 20 g chacun. Ces sous-lots sont découpés selon

les longueurs suivantes (Figure II.11) :

- Le premier sous-lot : fibres coupées à une longueur d'environ 5 cm ;
- Le deuxième sous-lot : fibres d'environ 3 cm ;
- Le troisième sous-lot : fibres d'environ 1 cm.



Figure II-11 Découpage des fibres.

II.14.2.3 Préparation des renforts sous forme de plis

Chaque composite est constitué de deux plis. Pour cela, un moule de dimensions $250 \times 250 \times 20 \text{ mm}^3$ est d'abord préparé. Les plis sont fabriqués selon la méthode suivante :

- Un pistolet pulvérisateur est rempli d'un mélange de résine polyester et de 0,5 % de durcisseur.
- Un papier de démoulage est placé au fond du moule pour faciliter l'extraction du pli après durcissement.
- La fabrication d'un pli commence par le dépôt successif de fibres dans l'ordre suivant :
 - ✓ 10 g du sous-lot de fibres de 1 cm,
 - ✓ 10 g du sous-lot de fibres de 3 cm,
 - ✓ 10 g du sous-lot de fibres de 5 cm.
- Durant chaque étape de dépôt, une petite quantité de résine est pulvérisée de manière uniforme afin d'imbiber et de fixer les fibres (Figure II.12).



Figure II-12 Fixation des fibres du pli par pulvérisation de résine à l'aide d'un pistolet.

- Ensuite, l'ordre de superposition est inversé :
 - ✓ 10 g du sous-lot de fibres de 5 cm,
 - ✓ 10 g du sous-lot de fibres de 3 cm.
 - ✓ 10g du sous-lot de fibres de 1cm,

Tout en continuant à pulvériser la résine de façon homogène.

- Une légère pression d'environ 50 kN est appliquée pour compacter les plis.
- Cette procédure est répétée pour préparer le deuxième pli.
- L'épaisseur moyenne de chaque pli après durcissement est d'environ 3-4 mm.



Figure II-13 Forme des plis.

II.14.2.4 Assemblage du composite

Le composite final est constitué de deux plis (Figure II.13). Le même moule est utilisé pour l'assemblage :

- Une fine couche de résine est d'abord versée dans le moule.
- Le premier pli est ensuite déposé, puis recouvert de résine répartie uniformément.

- Le deuxième pli est placé au-dessus du premier, et également imbibé de résine de manière homogène (Figure II.14).

-



Figure II-14 Moulage.

- Un papier de papier non adhésif est placé en surface, puis un rouleau est utilisé pour effectuer un mouvement d'aller-retour afin d'éliminer les bulles d'air présentes entre les couches.
- Le composite est laissé à durcir à température ambiante pendant environ 24 heures, après quoi il est démoulé (Figure II.15).
- Plaques composites sont démoulé et soumis à un traitement thermique dans une étuve à 70 °C durant 5 heures pour garantir une polymérisation complète des, ce qui améliore les performances de composite



Figure II-15 Plaques composites.

II.14.3 Préparation des échantillons de résine pure

Afin de comparer les résultats des essais mécaniques des composites avec ceux de la résine seule, des échantillons de résine pure ont également été préparés. Pour cela, le même moule utilisé pour les composites ($250 \times 250 \times 20 \text{ mm}^3$) a été employé. Une quantité suffisante de résine polyester, mélangée à 1,5 % de durcisseur, a été versée directement dans le moule sans ajout de fibres.

Après durcissement à température ambiante pendant 24 heures, les plaques de résine pure obtenues ont été démoulées et soumises à un traitement thermique dans une étuve à 70°C durant 5 heures dans une étuve puis découpées en éprouvettes selon les mêmes normes que celles appliquées aux composites.

II.14.4 Préparation des éprouvettes d'essai

Les échantillons sont découpés à partir des plaques composites à l'aide d'une tronçonneuse équipée d'un disque diamanté de 300 mm de diamètre, fonctionnant à une vitesse de coupe de 2500 tr/min. Une lubrification est utilisée en continu afin de faciliter la découpe et d'éviter l'échauffement du matériau (Figure II.16).



Figure II-16 Découpages des plaques de composite.

Les éprouvettes obtenues ont une forme parallélépipédique sont, conformes aux dimensions normalisées, selon les normes correspondantes aux différents types d'essais (Figure II.17-18) :

- Essais de traction : les éprouvettes sont préparées selon la norme ASTM D3039.
 $h = 9 \text{ mm}$, $L = 250 \text{ mm}$, $l = 20 \text{ mm}$.
- Essais de flexion en trois points : réalisés conformément à la norme ASTM D790-10.
 $h = 9 \text{ mm}$, $L = 200 \text{ mm}$, $l = 20 \text{ mm}$.

- Essais de conductivité thermique : les échantillons utilisés présentent les dimensions suivantes :
 $h = 10 \text{ mm}$, $L = 55 \text{ mm}$, $l = 55 \text{ mm}$.



Figure II-17 Eprouvettes pour les essais de traction et flexion.



Figure II-18 Eprouvettes pour les essais de conductivité.

II.15 Paramètres d'essais et normes appliquées

II.15.1 Essai de traction

Les essais de traction réalisés sur la résine vierge et les matériaux composites permettent d'évaluer leurs propriétés mécaniques fondamentales, notamment la résistance à la traction, le module d'élasticité et l'allongement à la rupture. Ce type d'essai est essentiel pour anticiper le comportement du matériau en conditions réelles d'utilisation.

L'essai consiste à appliquer une force F sur une éprouvette normalisée (Figure II.19) et à mesurer l'allongement correspondant Δl , ou inversement, à imposer un déplacement Δl et à enregistrer l'effort nécessaire F .

Les tests sont réalisés conformément aux normes ASTM D3039/D. Ces normes définissent les protocoles de préparation des éprouvettes ainsi que les conditions d'essai.

Les essais sont menés à température ambiante dans le laboratoire de génie mécanique de l'Université de M'Sila, à l'aide d'une machine de traction TEST, équipée d'un capteur de 10 kN et d'un extensomètre.

- Les éprouvettes sont montées avec un espacement de 140 mm entre les mors.
- Dans les deux cas, la vitesse d'essai est fixée à 0,5 mm/min, et les données de force et de déformation sont enregistrées en temps réel.

Cinq essais de traction sont réalisés pour chaque type de composite ainsi que pour la résine vierge, afin d'assurer la reproductibilité et la fiabilité des résultats obtenus.



Figure II-19 Essais de traction sur la machine TEST

II.15.2 Essais de flexion à trois points

L'essai de flexion trois points est une méthode standard utilisée pour évaluer les propriétés mécaniques des matériaux soumis à des sollicitations en flexion (Figure II.20), notamment les composites et les plastiques. Il consiste à solliciter une éprouvette posée sur deux appuis par l'application d'une charge au centre, ce qui permet de mesurer sa résistance à la flexion ainsi que sa déformation.

La norme ASTM D790-07 définit les dimensions et les conditions d'essai, en imposant notamment un rapport géométrique $L \geq 16h$ entre la portée et l'épaisseur de l'éprouvette, afin de garantir une flexion pure.

Les essais ont été réalisés à l'aide de la machine TEST, déjà utilisée pour les essais de traction, avec une vitesse de déplacement de 2 mm/min.

Les caractéristiques mécaniques en flexion à savoir la contrainte (σ_f), le module de Young (E_f), la déformation (ε_f) et ont été déterminés selon la norme ASTM D790 en utilisant respectivement les formules suivantes :

$$\sigma_f = \frac{3FL_1}{2bh^2} \quad (\text{II.11})$$

$$E_f = \frac{L_1 F}{4Wbh^2} \quad (\text{II.12})$$

$$\varepsilon_f = \frac{6Wh}{L_1^2} \quad (\text{II.13})$$

Où :

F: Force (N).

W : La fleche.

L1: 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-20 Essais de flexion sur la machine TEST

II.16 Essais de conductivité thermique

Dans cette étude, nous avons caractérisé les propriétés thermiques des composites à matrice polymère renforcée par des fibres végétales ainsi que celles de la résine vierge, afin de comparer leur comportement thermique et d'évaluer l'influence du renfort fibreux sur les propriétés du matériau final.

Les essais ont été réalisés au sein du Centre de Recherche en Analyses Physico-Chimiques (CRAPC) de Laghouat, un laboratoire disposant d'équipements avancés pour la mesure des propriétés thermophysiques des matériaux.

L'appareil utilisé est l'analyseur thermique Hot Disk TPS 1500, un instrument de haute précision conforme à la norme ISO 22007-2, largement utilisé dans les laboratoires de recherche pour la mesure rapide et non destructive de la conductivité thermique, de la diffusivité thermique et de la capacité thermique spécifique volumique.

Le Hot Disk TPS 1500 (Figure II.21) permet de couvrir une large gamme de conductivités thermiques allant de 0,01 à 400 W/m·K et peut fonctionner dans une plage de température comprise entre $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $750\text{ }^{\circ}\text{C}$. Il est adapté à des matériaux solides, mousses, poudres ou composites, et permet également l'analyse de matériaux anisotropes. Son logiciel

intégré (Hot Disk Analysis) facilite l'acquisition, le contrôle et l'exploitation automatisée des données.

II.16.1 Principe de fonctionnement de l'appareil Hot Disk TPS 1500

Le fonctionnement du système repose sur la méthode du fil chaud transitoire modifié (Modified Transient Plane Source – MTPS). Le capteur, constitué d'un fil de nickel en spirale encapsulé dans une couche isolante (kapton ou mica), joue un double rôle : source de chaleur et capteur de température. Une impulsion de courant électrique est appliquée à la sonde pendant un court laps de temps, provoquant une élévation de température localisée. La propagation de cette chaleur dans le matériau dépend directement de ses propriétés thermiques.

La variation de température enregistrée au niveau de la sonde est suivie en temps réel, et un modèle analytique intégré au logiciel de l'appareil permet d'en déduire la conductivité thermique, la diffusivité thermique et la capacité thermique volumique du matériau. Cette méthode n'implique aucune mesure de la conductivité électrique, mais repose uniquement sur l'analyse du transfert thermique.



Figure II-21 Appareil de mesure de conductivité thermique TPS 1500.

II.17 Conclusion

Ce chapitre a permis de détailler l'ensemble de la démarche expérimentale mise en œuvre pour la caractérisation thermophysique et mécanique de matériaux composites à matrice polymère renforcée par des fibres végétales. À travers une approche méthodique, chaque étape a été soigneusement présentée, depuis la sélection de la plante *Aster squamatus* dans la région de Maâdher jusqu'à la mise en œuvre des éprouvettes composites et la réalisation des essais.

L'extraction des fibres, leur traitement alcalin, ainsi que les différentes analyses physico-chimiques (anatomie, FTIR, DRX, TGA, MEB, etc.) ont permis de mieux comprendre la

structure, la composition et le comportement thermique des fibres naturelles étudiées. Ces investigations ont été complétées par des essais mécaniques en traction des fibres brutes et traitées, confirmant l'influence significative du traitement chimique sur leurs performances.

L'intégration de différentes fibres (*Aster squamatus*, jute, *Malva sylvestris*) dans une matrice polyester a conduit à la fabrication de plaques composites, dont les propriétés mécaniques (traction et flexion) et thermiques (conductivité thermique) ont été évaluées de manière comparative. Les résultats obtenus permettront, dans les chapitres suivants, d'étudier l'impact du type de fibre et de ses caractéristiques sur les performances globales des matériaux composites.

Ainsi, cette méthodologie rigoureuse constitue la base essentielle pour l'interprétation des résultats expérimentaux et la validation du potentiel des fibres naturelles en tant que renforts durables dans les matériaux composites.

Chapitre III

Résultats & discussions

III.1. Caractérisations physico-chimique et mécaniques des fibres

III.1.1 Introduction

Cette partie de ce chapitre est consacrée à une évaluation approfondie des propriétés morphologiques, physiques, chimiques, thermiques et mécaniques des fibres extraites de la tige de la plante *Aster squamatus* (AS), à la fois à l'état brut (UASFs) et après traitement alcalin (TASFs). La structure interne des fibres a été observée à l'aide d'un microscope binoculaire, tandis que les caractéristiques de surface ont été analysées par microscopie électronique à balayage (MEB).

Les propriétés thermiques, structurales et chimiques ont été respectivement examinées par analyse thermogravimétrique (TGA), diffraction des rayons X (DRX) et spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier avec réflexion totale atténuée (ATR-FTIR). Ces techniques ont permis de caractériser la stabilité thermique, le degré de cristallinité ainsi que la composition chimique des fibres.

Les propriétés mécaniques ont été déterminées par des essais de traction, complétés par une analyse statistique de Weibull afin d'évaluer la variabilité des performances. Les résultats obtenus ont été analysés pour évaluer l'effet du traitement alcalin sur les propriétés physico-chimiques et mécaniques des fibres. Ils ont également été comparés à ceux d'autres fibres naturelles rapportées dans la littérature, dans le but d'évaluer leur potentiel en tant que renforts dans les matériaux composites.

III.1.2 Analyse anatomique des plantes

Pour étudier l'organisation structurelle d'une tige végétale, on a recours à l'anatomie végétale. Dans ce type d'analyse, il est essentiel de s'assurer de la maturité de la plante [86]. La [Figure III.1](#) présente une coupe microscopique transversale de la tige d'*Aster squamatus*, illustrant la morphologie typique d'une tige mature.

La couche la plus externe est l'épiderme, unisériel et isodiamétrique. En dessous se trouve le cortex, composé de grandes cellules parenchymateuses présentant des espaces intercellulaires marqués, et abritant les tissus conducteurs distincts : le phloème et le xylème.

Plus en profondeur, on observe le cylindre central, constitué de parenchyme médullaire et de faisceaux vasculaires disposés en anneau. Chaque faisceau vasculaire est composé de

xylème (du côté interne) et de phloème (du côté externe), organisés en masses superposées de tissus conducteurs [87]. Une petite masse de tissu sclérenchymateux est localisée au-dessus de chaque faisceau vasculaire, renforçant la structure mécanique de la tige. La région centrale renferme la moelle, formée de parenchyme de réserve.

Les cellules fibreuses de la tige se caractérisent par une paroi cellulaire primaire, une paroi secondaire et une lumière centrale, les cellules étant interconnectées par la lamelle moyenne. Chimiquement, la paroi cellulaire primaire est principalement constituée de cellulose, la paroi secondaire est riche en lignine, tandis que la lamelle moyenne contient de la lignine et de l'hémicellulose[88] .

Dans notre étude, la présence de ces composants a été confirmée par des colorations histochimiques utilisant l'alun carminé et le vert d'iode. Les parois celluliques sont apparues roses, les parois lignifiées, vertes, et les parois subérifiées, allant de l'orange au brun, ce qui indique que l'intégrité structurelle des faisceaux de fibres est cruciale pour la fonction des cellules fibreuses.

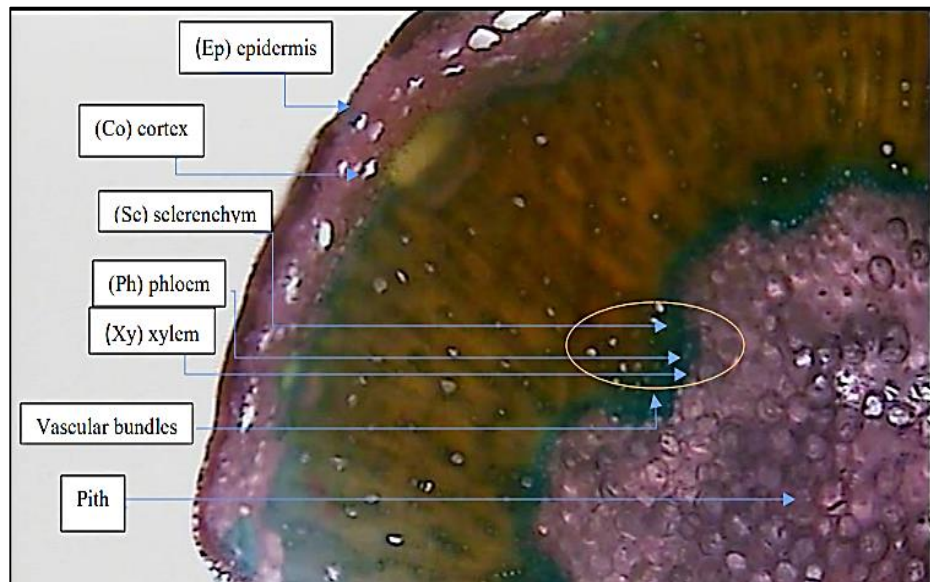


Figure III-1 Coupe transversale de la tige de la plante Aster Squamatus

III.1.3 Caractérisations physique-chimique des fibres

III.1.3.1 Mesure de la densité

Dans cette étude, la densité apparente a été mesurée à quatre reprises pour les fibres d'Aster squamatus (AS), à la fois traitées et non traitées, puis la valeur moyenne a été retenue.

La fibre non traitée (UASF) a présenté une densité de 1116 kg/m³, inférieure à celle des fibres traitées à l'alcali (1345 kg/m³). L'augmentation de la densité observée après traitement alcalin peut être principalement attribuée aux modifications morphologiques et chimiques induites par le traitement [89].

Autrement dit, le traitement alcalin permet d'éliminer les impuretés naturelles et résidus présents à la surface des fibres, tout en provoquant une dégradation partielle de la lignine, de l'hémicellulose et d'autres composants non cellulodiques.

Comparées à certaines autres fibres végétales naturelles, les densités des fibres d'*Aster squamatus* restent inférieures à celles du jute (1,450 g/cm³) [90], du sisal (1,500 g/cm³), du chanvre (1,470 g/cm³) [91], de l'*Areva javanica* (1,400 g/cm³) [92], du *Lygeum spartum* L. (1,500 g/cm³) et de la racine de *Cissus quadrangularis* (1,510 g/cm³) [88, 93].

De nombreux facteurs peuvent influencer la densité des fibres végétales, notamment le climat, l'âge de la plante, les caractéristiques anatomiques, la porosité, ainsi que la méthode d'extraction utilisée [94].

Compte tenu de leur faible densité, les fibres d'*Aster squamatus* apparaissent comme un matériau de renfort prometteur pour des applications dans les composites légers, où la réduction de masse est un critère essentiel.

III.1.3.2 Analyse thermogravimétrique (ATG)

Les courbes ATG/DTG des fibres d'*Aster squamatus* non traitées (UASFs) et traitées à l'alcali (TASFs) sont présentées dans la [Figure III.2](#). Trois pics de dégradation ont été observés sur chaque courbe.

Le premier pic, situé entre 50 °C et 250 °C, correspond à une perte de masse de 4,8 % pour les fibres non traitées et de 7,3 % pour les fibres traitées à l'alcali [95, 96]. Cette perte est attribuée à l'évaporation de l'eau libre et de l'humidité résiduelle contenues dans les fibres. La légère différence entre les deux types de fibres s'explique par des teneurs initiales différentes en humidité [97, 98].

Le deuxième pic, lié à la dépolymérisation des hémicelluloses [99], apparaît dans l'intervalle de température compris entre 240 °C et 400 °C, avec une perte de masse de 57,6 % pour les UASFs et de 58,1 % pour les TASFs. La dégradation débute à 316 °C pour les fibres

non traitées et à 328 °C pour les fibres traitées. Les pics marqués observés à 372 °C (UASFs) et à 375 °C (TASFs) sont attribués à la décomposition de la cellulose.

Dans l'intervalle de 414 °C à 600 °C, correspondant au dernier pic de dégradation, les UASFs perdent 8,1 % de leur masse, contre 9,3 % pour les TASFs. Cette perte est associée à la décomposition des structures aromatiques telles que la cire et la lignine[100]. À des températures aussi élevées que 600 °C, un résidu de masse compris entre 25 % et 29 % est observé.

La température de stabilité thermique des fibres d'*Aster squamatus*, déterminée par analyse ATG/DTG, est de 214 °C pour les UASFs et de 240 °C pour les TASFs. Comparée à celle d'autres fibres végétales couramment utilisées, telles que le jute (205 °C), le chanvre (205 °C) et le kenaf (219 °C), cette température est relativement plus élevée [101, 102]. Ces résultats suggèrent que les fibres d'*Aster squamatus* peuvent être utilisées comme renforts dans les composites polymères moulés à des températures compatibles avec leur stabilité thermique.

L'énergie d'activation (E_a) constitue un paramètre cinétique fondamental, représentant l'énergie minimale nécessaire pour initier le processus de dégradation thermique des fibres. Son évaluation est essentielle pour caractériser les propriétés thermiques des fibres végétales et anticiper leur comportement de décomposition, en vue d'évaluer leur aptitude à être utilisées comme renforts dans les matériaux composites.

Le stade principal de dégradation des fibres, correspondant à la décomposition de la cellulose, a été évalué selon la méthode de Broido [103], décrite par l'équation suivante

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

Dans cette équation, y représente le poids normalisé (wt/w_0), où wt est la masse de l'échantillon à l'instant t , et w_0 sa masse initiale. Les symboles T , E_a , R et K désignent respectivement la température absolue en kelvin, l'énergie apparente d'activation, la constante universelle des gaz (8,314 kJ/mol·K), et une constante de proportionnalité.

Le tracé linéaire de $\ln[\ln 1/y]$ exprimé en fonction de $(1/T)$ est présenté par la [Figure III.3](#).

L'énergie d'activation (E_a) des fibres traitées d'*Aster squamatus* a été déterminée à 63,40 kJ/mol, légèrement supérieure à celle des fibres non traitées, qui s'élève à 61,13 kJ/mol.

Ces valeurs s'inscrivent dans l'intervalle typique de 60 à 170 kJ/mol rapporté pour les fibres végétales [88].

Ces résultats confirment que les fibres d'*Aster squamatus* présentent une stabilité thermique suffisante pour être utilisées comme renforts dans les matériaux composites, notamment dans des procédés de transformation dont la température n'excède pas 240 °C.

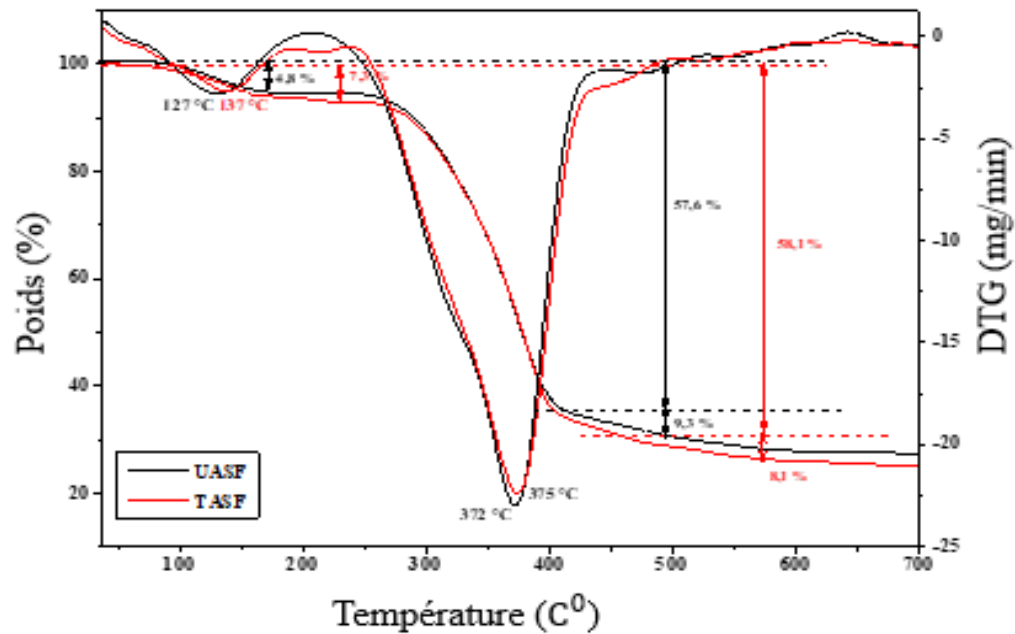


Figure III-2 Courbes thermogravimétriques ATG-DTG des fibre UASFs et TASFs

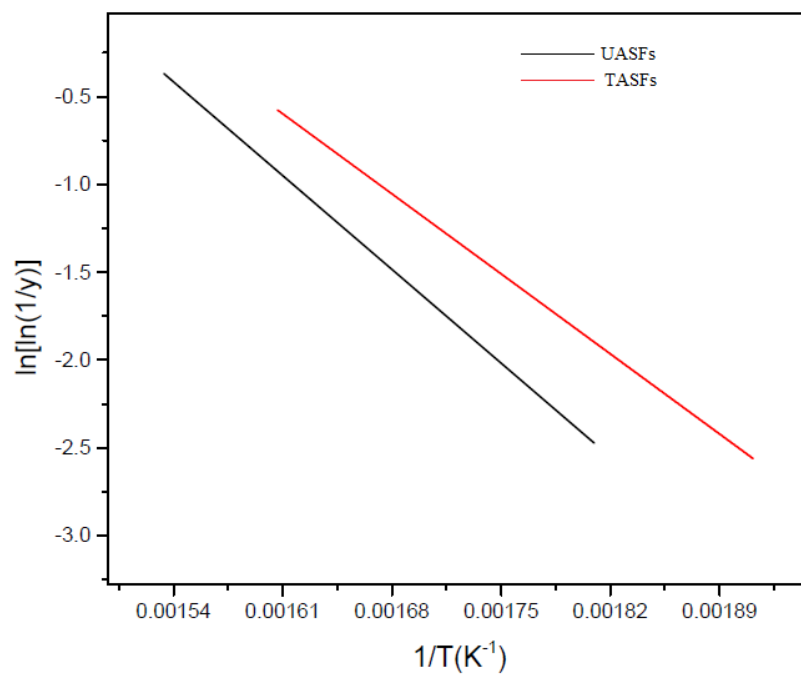


Figure III-3 Diagramme de Broido des UASFs et TASFs.

III.1.3.3 Diffractomètre RX

Les diffractogrammes des rayons X des fibres d'Aster Squamatus traitées et non traitées sont présentés dans la (Figure III.4) Trois pics significatifs y sont observés [104]. Le premier pic, situé aux environs de 17°, correspond au plan cristallographique [110] et est attribué à la présence de composés amorphes, tels que la lignine, la pectine, la cellulose amorphe, l'hémicellulose, etc. Le deuxième pic, localisé autour de 22°, est associé au plan cristallographique [002] et correspond aux composants de la cellulose de type I, tandis que le pic de faible intensité situé à 44,69°, correspondant au plan [040], est également attribué à la cellulose [105, 106].

Une analyse quantitative de ces pics, réalisée selon l'équation (II.1), permet de déterminer l'indice de cristallinité (CI) des fibres non traitées et traitées à l'alcali. La fibre non traitée présente un indice de cristallinité estimé à 42,82 %, tandis que le traitement alcalin entraîne une augmentation significative de cet indice, atteignant 45,26 %. Ainsi, l'indice de cristallinité des fibres traitées à l'alcali a été multiplié par un facteur de 1,06.

La différence entre les valeurs de CI des fibres traitées (TASFs) et non traitées (UASFs) peut être clairement mise en évidence en comparant les amplitudes des pics correspondant à la phase cristalline de la cellulose située à 22°, ce qui indique une amélioration de l'indice de cristallinité de 43 % à 45 %.

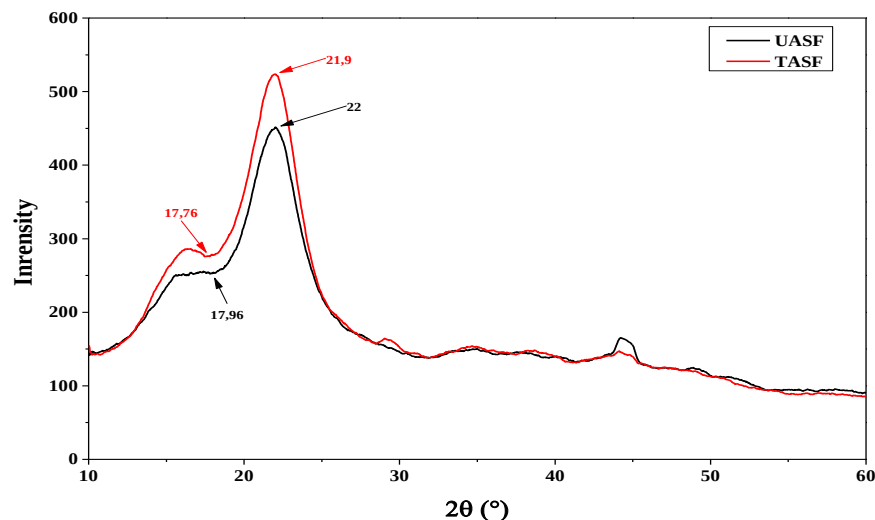


Figure III-4 Diffraction des rayons X des UASFs et TASFs.

Fondamentalement, le traitement alcalin permet d'éliminer un certain nombre de composants amorphes et non cellulosiques, tels que l'hémicellulose, la lignine et les cires.

L'élimination de ces constituants entraîne une augmentation de l'indice de cristallinité ainsi que de la teneur en cellulose des fibres [107]. Plus précisément, le traitement alcalin peut provoquer la rupture des liaisons esters entre la lignine et les polyuronides, ce qui conduit à une dissolution partielle des matériaux liants. Par conséquent, la quantité de cellulose exposée augmente, favorisant ainsi la cristallisation des fibres traitées. Cette transformation se traduit par une élévation de l'indice de cristallinité dans les fibres traitées [108, 109].

Autrement dit, le traitement alcalin augmente l'indice de cristallinité en relâchant les chaînes de cellulose et en éliminant les constituants amorphes excédentaires, tels que la lignine et les cires [97, 105]. Il convient de noter que l'indice de cristallinité des fibres d'*Aster Squamatus* est supérieur à celui de plusieurs autres fibres naturelles telles que celles de palmier dattier (38,5 %) [110], de coco (42 %)[111] et de *Perotis indica* (48,3 %) [106], ce qui renforce leur potentiel en tant que renforts dans les matériaux composites.

III.1.3.4 ATR- FTIR

La [Figure III.5](#) présente les spectres infrarouges obtenus par spectroscopie à transformée de Fourier en mode de réflexion totale atténuée (ATR-FTIR) pour les fibres d'*Aster squamatus* non traitées (UASFs) et traitées à l'alcali (TASFs). Ces spectres ont été enregistrés dans la plage de nombres d'onde allant de 4000 à 500 cm^{-1} . Les deux types de fibres présentent des bandes d'absorption similaires, à l'exception de différences d'intensité de transmittance.

L'analyse des spectres révèle que la vibration d'étirement des groupes hydroxyles O–H des molécules de cellulose se manifeste par une bande large et intense autour de 3337 cm^{-1} [48].

Deux bandes sont observées à 2916 cm^{-1} et 2850 cm^{-1} , attribuées aux vibrations d'étirement des liaisons C–H des groupes $-\text{CH}_2$ présents dans la cellulose et l'hémicellulose [112].

Les bandes situées à 1741 cm^{-1} et 1592 cm^{-1} sont respectivement associées aux vibrations d'étirement des groupes carbonyles C=O des hémicelluloses et de la lignine [113], tandis que celles à 1508 cm^{-1} et 1420 cm^{-1} correspondent aux déformations angulaires des liaisons C–H dans les groupes CH_2 et CH_3 de la cellulose [98].

La bande à 1325 cm^{-1} est également attribuée aux vibrations des liaisons C–H dans la cellulose [114]. La vibration d'étirement C–O des groupes acétyles présents dans l'hémicellulose et la lignine se manifeste par une bande à 1235 cm^{-1} , tandis que la bande à

1154 cm^{-1} est liée aux vibrations asymétriques C–O–C, caractéristiques de la cellulose et des hémicelluloses. De plus, les liaisons β -glycosidiques C–O de la cellulose sont représentées par une bande marquée à 1028 cm^{-1} .

Enfin, le signal observé autour de 895 cm^{-1} est attribué aux vibrations C–O de la cellulose.

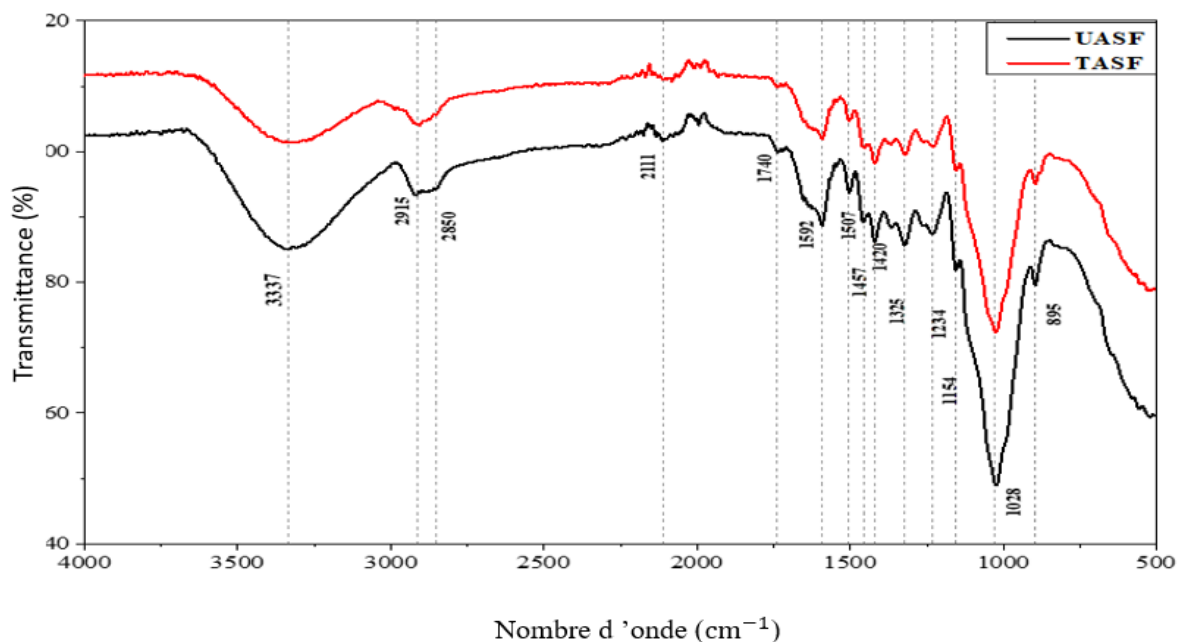


Figure III-5 ATR-FTIR des UASFs et TASFs.

En complément des résultats de densité, de diffraction des rayons X (DRX) et d'analyse thermogravimétrique (TGA), les principales propriétés physiques des fibres d'*Aster squamatus* sont synthétisées et comparées à celles d'autres fibres cellulosiques rapportées dans la littérature, comme le montre le [Tableau III.1](#).

Tableau III-1 Principales propriétés physiques des fibres d'Aster squamatus

Fibre	Densité (g/cm ³)	Cristallinité (%)	Température de stabilité (°C)	Température de dégradation (°C)	Références
Yaounde Banana	1.03	55	250	295	[112]
Malva Sylvestris L	1.16	61	301	355	[113]
Inula viscosa	1.04	52	190	365	[72]
Centaurea Solstitialis	1.37	71	273	360	[114]
Centaurea Hyalolepis	1.13	58	271	309	[115]
UASFs	1.11	45	214	316	Notre
	1.34	43	240	328	travail

III.1.4. Caractérisation mécanique

III.1.4.1 Essai de traction

Pour chaque type de fibre, une courbe contrainte-déformation représentative est présentée à la [Figure III.6](#), aussi bien pour les fibres non traitées (UASFs) que pour celles traitées à l'alcali (TASFs). L'ensemble des courbes obtenues montre un comportement mécanique globalement similaire, ce qui témoigne d'une bonne homogénéité des propriétés parmi les fibres testées.

Les courbes de traction présentent typiquement une phase linéaire initiale, caractéristique d'un comportement élastique, suivie d'une rupture brutale, sans phase plastique notable. À partir de ces courbes, les paramètres mécaniques suivants ont été déterminés : la contrainte maximale, l'allongement à la rupture, ainsi que le module de Young, calculé à partir de la portion linéaire de la courbe.

Les résultats montrent que le traitement alcalin a entraîné une amélioration significative des propriétés mécaniques des fibres. Le module de Young est passé de $11,08 \pm 1,1$ GPa pour les fibres non traitées (UASFs) à $18,53 \pm 1,45$ GPa pour les fibres traitées (TASFs). De même, la contrainte maximale a augmenté, passant de $183,24 \pm 25,27$ MPa à $302 \pm 24,91$ MPa. En revanche, l'allongement à la rupture a diminué, passant de $2,17 \pm 0,37$ % à $1,54 \pm 0,11$ %, ce qui indique une légère perte de ductilité.

Ces améliorations mécaniques sont principalement attribuées à l'augmentation de l'indice de cristallinité induite par le traitement alcalin, qui renforce la cohésion et la rigidité des chaînes de cellulose.

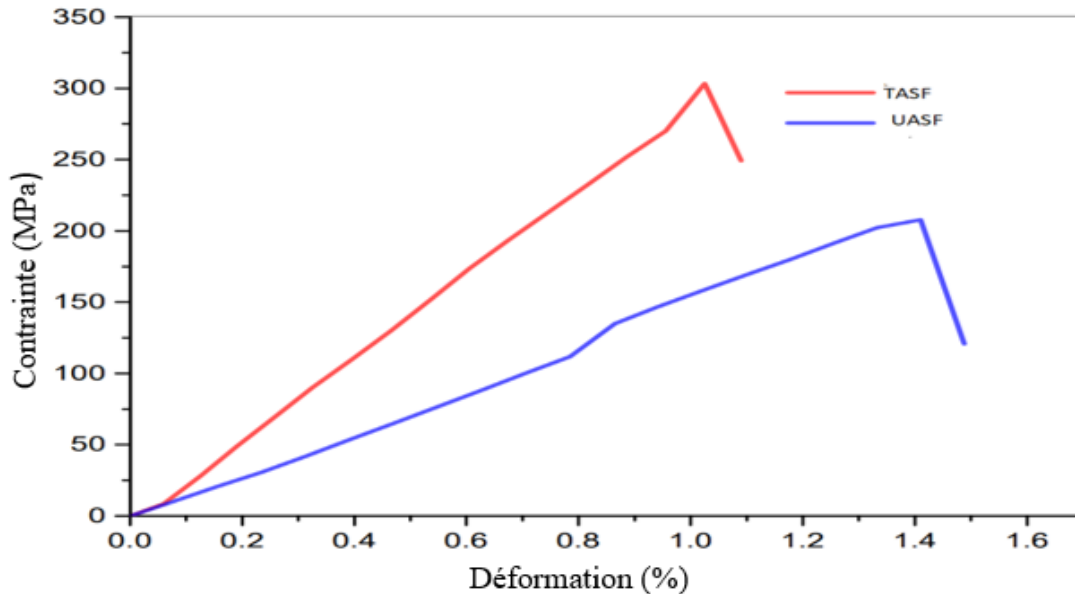


Figure III-6 Courbes typiques d'essai de traction des UASFs et TASFs

Le [Tableau III.2](#) présente une comparaison des propriétés mécaniques des fibres non traitées (UASFs) et traitées à l'alcali (TASFs) avec celles d'autres fibres naturelles issues de la même région, telles que rapportées dans la littérature. Cette comparaison permet d'évaluer le potentiel des fibres d'*Aster squamatus* en tant que renforts dans les matériaux composites, au regard des performances mécaniques d'autres fibres végétales locales.

La variation des propriétés mécaniques des fibres peut être liée à la variabilité de leurs dimensions, notamment le diamètre [3].

La [Figure III.7](#) illustre l'évolution de la résistance à la traction et du module de Young en fonction du diamètre des fibres d'*Aster squamatus*, aussi bien pour les fibres non traitées (UASFs) que traitées à l'alcali (TASFs). Il ressort de cette figure que les deux paramètres mécaniques diminuent globalement à mesure que le diamètre des fibres augmente. Cette tendance peut être attribuée à une proportion plus élevée de composants non cellulosiques (tels que la lignine, les cires et l'hémicellulose) dans les fibres de plus grand diamètre, ce qui altère la cohésion structurale et réduit la capacité de charge [94].

Tableau.III-2 Comparaison des propriétés mécaniques UASFs et TASFs.

Type de Plante	Contrainte maximale (MPa)	Module de Young (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Références
Inula viscosa	166.50	10.96	1.18	[72]
Spathe Date Palm	100.00	04.00	5.50	[116]
Centaurea Hyalolepis	372.50	09.04	2.02-2.36	[115]
Malva Sylvestris L	236.64	26.07	1.30	[117]
UASFs	183.24	11.08	$2,17 \pm 0,37$	Notre travail
TASFs	302.00	18.56	$1,54 \pm 0,11$	

Ces résultats sont cohérents avec ceux rapportés dans la littérature pour d'autres fibres naturelles, où une corrélation négative similaire entre diamètre et performance mécanique a été observée [118].

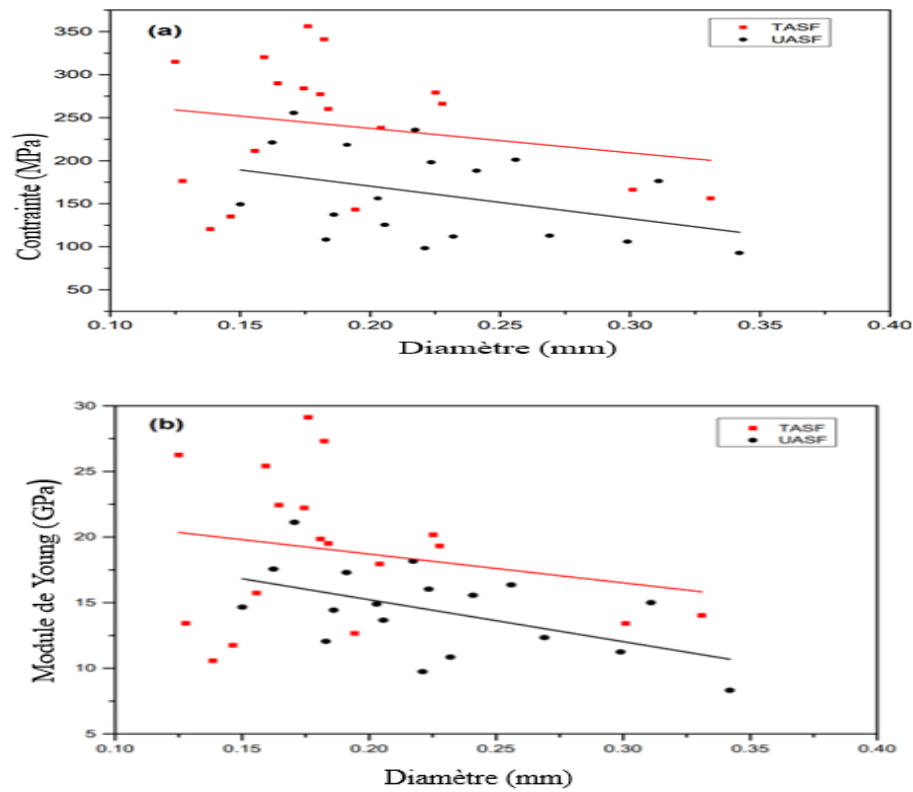


Figure III-7 (a) Contrainte à la rupture et (b) module de Young en fonction du diamètre de fibre.

La teneur en cellulose dans les différentes couches de la paroi cellulaire des fibres d'écorce constitue un facteur déterminant de leur résistance à la traction. Selon Mitchell, R. et al. [129], la paroi primaire (ou cuticule) contient environ 55 % de cellulose, tandis que la paroi secondaire en est majoritairement constituée de cellulose.

Cette concentration accrue en cellulose dans la paroi secondaire contribue significativement à la rigidité et à la résistance mécanique des fibres.

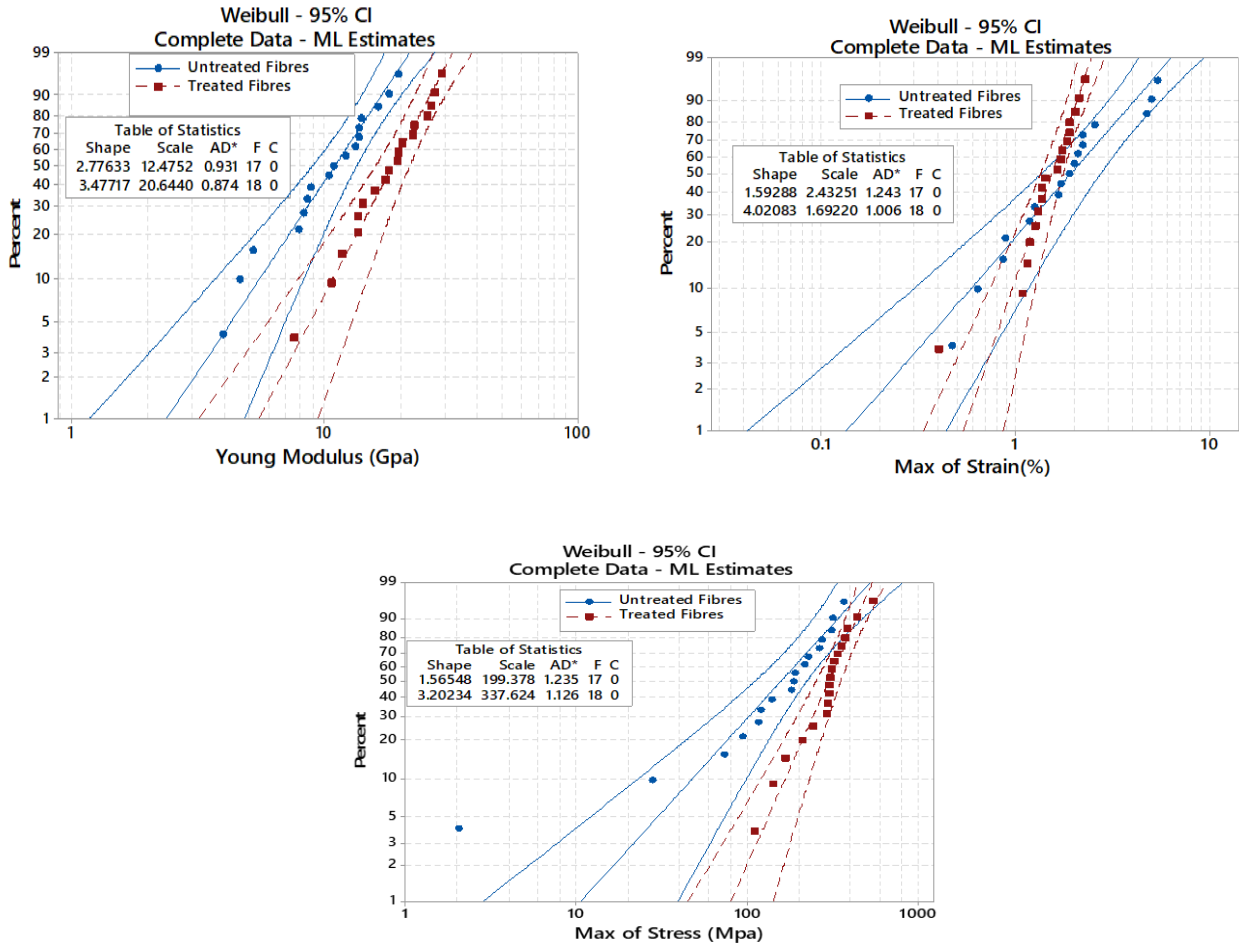


Figure III-8 diagrammes de Weibull à deux paramètres pour le module de Young, la contrainte maximale et la déformation des fibres d'Aster squamatus butes et traites

Afin d'évaluer la dispersion et la fiabilité des propriétés mécaniques des fibres d'Aster Squamatus, une analyse statistique a été réalisée à l'aide de la loi de Weibull à deux paramètres. Cette méthode permet de caractériser la distribution des données issues de 20 essais de traction, en prenant en compte les incertitudes inhérentes à la variabilité des fibres naturelles.

Le paramètre d'échelle (σ_0), également appelé valeur caractéristique, représente la grandeur mécanique (contrainte, module de Young ou allongement) à laquelle 63,2 % des échantillons échouent. Pour l'ensemble des propriétés analysées, les fibres traitées à l'alcali (TASFs) présentent des valeurs de σ_0 supérieures à celles des fibres brutes (UASFs), ce qui confirme une amélioration globale des performances mécaniques induite par le traitement.

Le paramètre de forme (m) reflète la dispersion des données : une valeur plus élevée de m indique une meilleure homogénéité des résultats. La [Figure III.8](#) montrent une régularité accrue chez les fibres traitées. Par exemple, pour la contrainte maximale, m passe de 1,56 pour les UASFs à 3,20 pour les TASFs, traduisant une réduction significative de la variabilité après traitement. De même, pour l'allongement à la rupture, m atteint 4,02 chez les fibres traitées, contre 1,59 pour les fibres brutes, ce qui suggère une meilleure cohérence structurale, probablement liée à l'élimination partielle des composants amorphes tels que la lignine ou les hémicelluloses.

Une approximation satisfaisante des données expérimentales a été obtenue par la distribution de Weibull, les valeurs ajustées s'alignant étroitement avec les résultats expérimentaux. Cela confirme la pertinence de ce modèle statistique pour décrire le comportement mécanique des fibres naturelles.

Cette analyse statistique met en évidence que le traitement alcalin ne se limite pas à une amélioration des propriétés mécaniques moyennes ; il contribue également à une réduction de l'hétérogénéité, ce qui est un critère crucial pour garantir la fiabilité des fibres en tant que renforts dans les matériaux composites.

Les résultats détaillés de cette analyse sont présentés dans le [Tableau III.3](#)

Tableau III-3 Comparaison des résultats expérimentaux des TASFs et des UASFs avec une distribution de Weibull à deux paramètres. .

	Module de Young (GPa)		Allongement a la rupture (%)		Contrainte Max (MPa)	
	TASFs	UASFs	TASFs	UASFs	TASFs	UASFs
résultats expérimentaux	18.53±1.4	11.08±1.1	1.54±0.11	2.17±0.37	302±24.91	183.24±25.27
Weibull scale	20.64	12.47	1.69	2.42	337.62	199.73
Weibull shape	3.47	2.776	4.02	1.59	3.2	1.56

III.1.5 Caractérisation morphologique

Les fibres non traitées (UASFs) et traitées à l'alcali (TASFs) ont été analysées par microscopie électronique à balayage (MEB). Les vues en coupe transversale présentées à la [Figure III.9](#) révèlent plusieurs cellules fibreuses de forme elliptique, voire presque circulaire, avec des diamètres estimés entre 5 et 10 μm . Des résultats similaires ont été rapportés dans la littérature[88, 119, 120].

Les [Figure III.10 \(a\)](#) et [\(b\)](#) montrent respectivement les vues longitudinales de ces deux types de fibres, capturées à différentes échelles de grossissement pour faciliter l'observation.

La [Figure III.10 \(a\)](#) met en évidence l'agencement des fibres de cellulose brute, constituées de nombreuses fibrilles ou cellules fibreuses élémentaires reliées entre elles par des composants non cellulosiques, tels que la pectine. On y distingue également des cellules de parenchyme broyées, des cires, de la lignine et d'autres impuretés, entourant les fibrilles[72, 121].

La surface des fibres non traitées est visiblement recouverte de substances cireuses, vraisemblablement constituées de cires, de lignine et d'autres composants amorphes. Plusieurs auteurs ont souligné que la présence de ces substances peut nuire à l'adhésion interfaciale entre la fibre et la matrice polymère [89].

En revanche, la [Figure III.10 \(b\)](#) montre que la surface des fibres traitées apparaît plus propre, probablement en raison de l'élimination partielle des composants non cellulosiques par le traitement alcalin. Ce dernier provoque une fibrillation des fibres, rendant les fibres élémentaires plus visibles, conséquence de la dégradation de l'hémicellulose et d'autres matériaux indésirables [89, 108].

Cette fibrillation permet d'augmenter la surface spécifique des fibres, ce qui favorise une meilleure imprégnation avec la matrice. Des résultats comparables ont été rapportés dans plusieurs études antérieures portant sur l'effet du traitement alcalin sur les fibres naturelles [122].

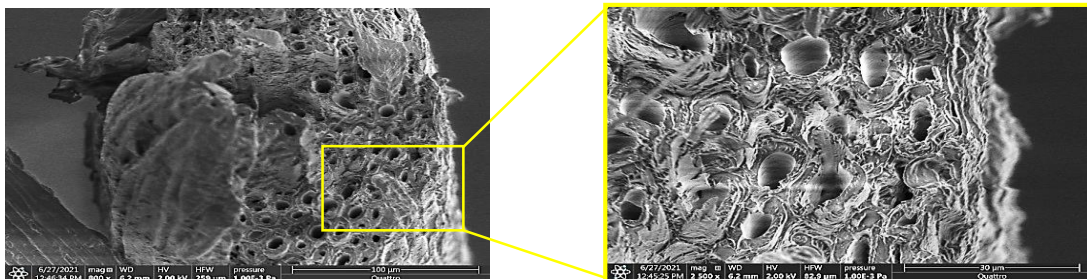


Figure III-9 Images MEB en coupe transversale des fibres UASFs.

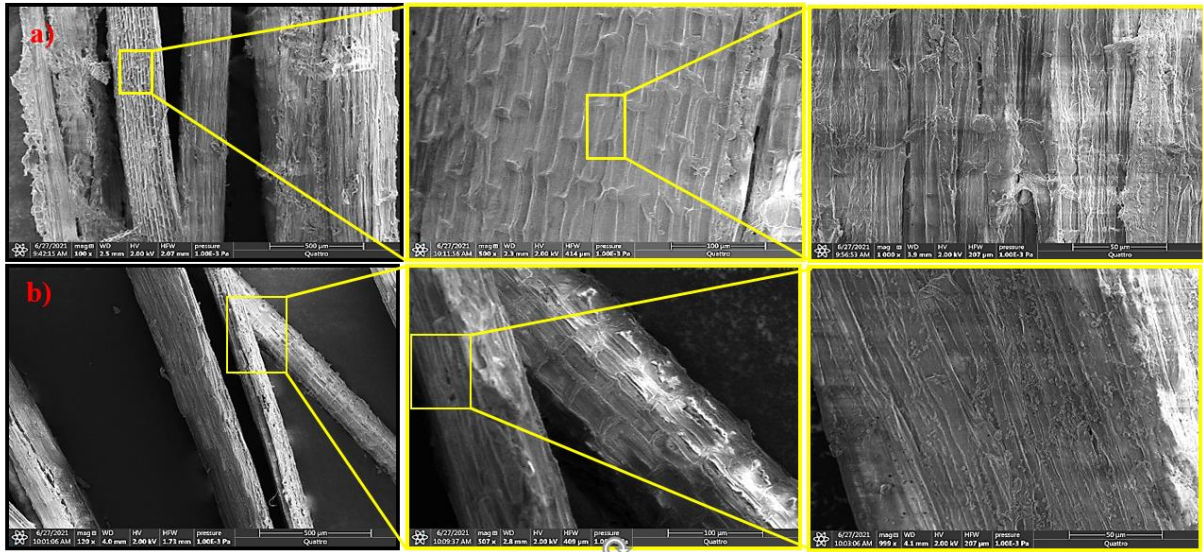


Figure III-10 Images MEB en vue longitudinale : a) fibres UASFs, b) fibres TASFs

III.1.6 Conclusion

Cette partie de ce chapitre est consacré à la caractérisation des fibres extraites de la tige d'Aster squamatus (AS), tant à l'état brut (UASFs) qu'après traitement alcalin (TASFs), a permis d'obtenir des informations détaillées sur leurs propriétés morphologiques, physiques, chimiques et mécaniques.

Les résultats ont montré que le traitement alcalin améliore significativement les propriétés des fibres d'Aster squamatus, notamment leur densité, leur cristallinité et leurs performances mécaniques. En effet, l'augmentation de l'indice de cristallinité et la modification de la morphologie des fibres, obtenue après traitement alcalin, ont conduit à une amélioration du module de Young

III.2. Caractérisation mécanique et thermique des composites

III.2.1 Introduction

La deuxième partie de ce chapitre présente et discute les résultats expérimentaux obtenus sur des composites à matrice polyester renforcés par différentes fibres végétales, ainsi que sur la résine polyester vierge. Trois types de fibres ont été étudiés : la fibre issue de la plante *Aster squamatus* (AS), la fibre de jute et la fibre de *Malva sylvestris* (MS).

Une approche comparative est adoptée pour chaque propriété caractérisée, dans le but : d'évaluer l'influence du renforcement par des fibres discontinues sur le comportement global du matériau et de déterminer la fibre végétale offrant les performances les plus élevées pour des applications spécifiques.

Dans un premier temps, les propriétés mécaniques (traction et flexion) sont étudiées, complétées par une analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier (ATR-FTIR) ainsi que par l'observation morphologique des faciès de rupture des éprouvettes soumises à la traction à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB).

Ensuite, les propriétés thermiques sont examinées, notamment la conductivité thermique, la diffusivité thermique et la capacité thermique massique, pour les composites et la résine vierge.

III.2.2 Comportement mécanique des composites renforcés par des fibres

L'objectif de ces essais est de déterminer les propriétés mécaniques de traction et flexion de la matrices résine de Polyester vierge et des trois composites Polyester /AS, Polyester /Jute, Polyester / MS.

III.2.2.1 Essai de traction

Pour faciliter la comparaison des résultats, les courbes correspondant aux différents matériaux composites testés ont été superposées ([Figure III.11](#)). Cette représentation permet d'examiner le comportement mécanique des matériaux sous contrainte et d'évaluer l'influence du type de fibres sur leurs propriétés globales.

La représentation de la contrainte en fonction de la déformation met en évidence une amélioration notable des propriétés mécaniques de la résine polyester lorsqu'elle est renforcée

par des fibres végétales. Les courbes présentent une tendance similaire : au début de l'essai, elles se confondent, définissant un domaine élastique linéaire où la contrainte augmente proportionnellement à la déformation. Toutefois, les performances mécaniques diffèrent sensiblement, ce qui peut être attribué à la nature des fibres employées. Ce comportement, déjà rapporté par[47] , se traduit par la présence de deux zones linéaires distinctes.

La première phase est marquée par une légère courbure initiale, observée jusqu'à une déformation d'environ 0,25 % pour les composites Polyester/AS et Polyester/Jute, et d'environ 0,5 % pour le composite Polyester/MS. Cette zone se caractérise par une rigidité élevée, due principalement à la contribution prédominante de la matrice polyester, qui supporte l'essentiel de la charge appliquée, tandis que l'apport des fibres demeure marginal[49, 123].

La seconde phase correspond à la montée en contrainte jusqu'à la valeur maximale. Au fur et à mesure de l'augmentation de la déformation, la contribution des fibres devient plus importante, ce qui se traduit par une diminution de la pente de la courbe. Cette évolution traduit un transfert progressif de la charge de la matrice vers les fibres, via l'interface matrice-fibres, assurant ainsi un meilleur renforcement du matériau. Ce mécanisme est déterminant pour le comportement mécanique global des composites, car il conditionne directement leur résistance et leur rigidité, en fonction du degré d'implication des fibres dans le soutien des contraintes appliquées[69].

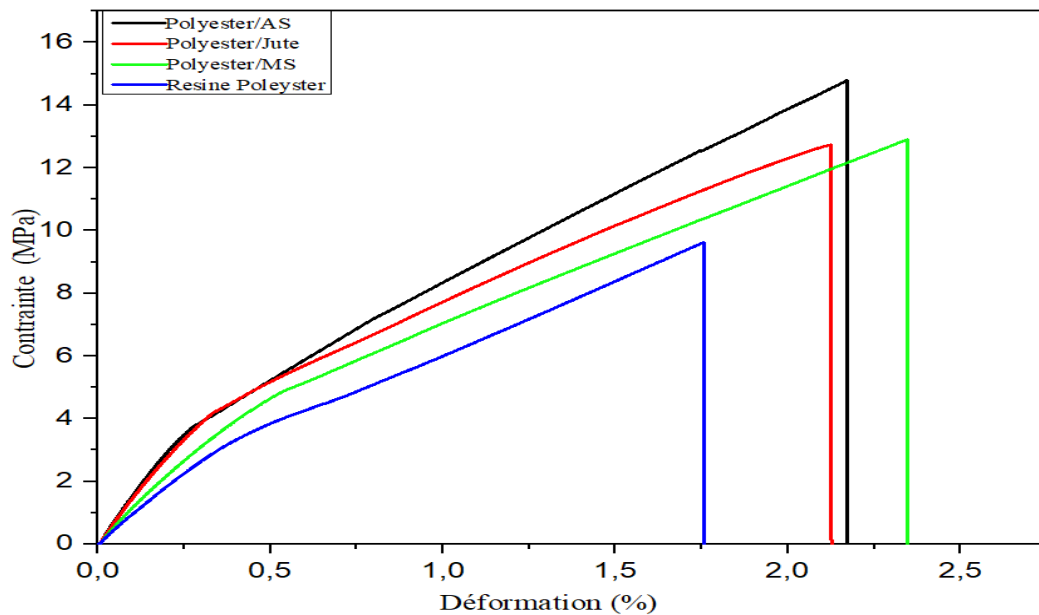


Figure III-11 Courbes de traction contrainte-déformation (σ , ϵ) pour différents matériaux

La lecture de [Tableau III-4](#) montre que les propriétés mécaniques des composites sont améliorées par rapport au résine polyester.

[Tableau III-4](#) Comparaison des propriétés mécaniques en traction la résine vierge avec celles des composites renforcés par des fibres.

Composite	Modul de Young (Gpa)	Deformation à la rupture (%)	Contrainte (Mpa)
Polyester /AS	1.5486594±0.048	1,83 ± 0,49	12.9453±0.881
Polyester /Jute	1.4198295±0.0554	1,86 ± 0,21	11.30389±0.7729
Polyester /Malva	1.18909 ±0.0311	2,29 ± 0,75	13.04247±1.1548
Resin Polyester	0.94781±0.0102	1,15 ± 0,43	6.02905±1.2116

Bien que les résultats des caractéristiques mécaniques des différents matériaux composites ne présentent pas de grandes différences, l'analyse met en évidence que le composite Polyester /AS présente les performances les plus équilibrées, avec un module de Young de 1,55 GPa, une contrainte maximale de 12,95 MPa et une déformation maximale de 1,68 %. Cela en fait le matériau le plus rigide et l'un des plus résistants, tout en offrant une bonne capacité de déformation avant rupture. Le composite à base de Polyester /MS se distingue par la contrainte maximale la plus élevée (13,04 MPa), bien qu'il soit moins rigide (1,19 GPa). Il présente également une déformation élevée (1,61 %), ce qui témoigne d'une bonne ténacité. Le composite à base de Polyester /Jute, quant à lui, affiche une rigidité appréciable (1,42 GPa), mais sa contrainte maximale est plus faible (11,30 MPa) et sa déformation maximale plus limitée (1,14 %), le rendant moins performant que les deux précédents.

Enfin, la Résine Polyester, avec un module de Young de 0,95 GPa, une contrainte maximale de seulement 6,03 MPa et une déformation maximale de 1,15 %, confirme son rôle de matrice fragile, incapable de supporter des charges importantes sans renfort. Ce comparatif met clairement en lumière l'apport significatif des fibres végétales à la performance mécanique globale des composites.

La [Figure III.12](#) présentant les histogrammes des trois propriétés mécaniques étudiées, illustre visuellement ces tendances. On y observe nettement l'avantage des composites renforcés en fibres par rapport à la résine seule, ainsi que les différences de performance entre les types de renforts.

Cet outil graphique permet de comparer rapidement la rigidité, la résistance et la déformation à la rupture, facilitant ainsi l'identification du matériau le plus adapté aux applications visées

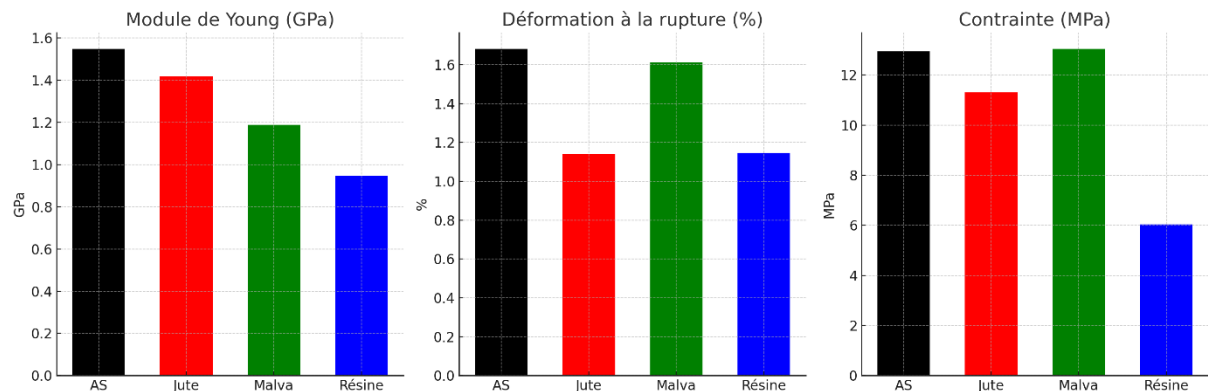


Figure III-12 Histogrammes des trois propriétés mécaniques en traction des composites à fibres végétales et de la résine vierge

III.2.2.2 Essai de flexion 3-points

La Figure III.13 présente les courbes typiques contrainte-déformation (σ - ϵ) issues des essais de flexion trois points réalisés sur la résine polyester vierge ainsi que sur trois composites renforcés par des fibres végétales (Polyester/AS, Polyester /MS, Polyester /Jute). Ces courbes illustrent le comportement mécanique en flexion statique des matériaux étudiés.

L'évolution de la contrainte en fonction de la déformation montre, pour les composites renforcés, une phase initiale linéaire correspondant au domaine élastique, suivie de l'atteinte d'une contrainte maximale, puis d'une rupture brutale caractéristique d'un comportement fragile.

Pour la résine polyester se distingue par une réponse mécanique comportant une phase élastique linéaire, prolongée par une évolution quasi-parabolique, traduisant une nature plus ductile mais globalement moins résistante. Il convient également de noter que la rupture des éprouvettes de résine polyester n'a pas été atteinte, même pour des flèches relativement importantes, de 30 à 40mm, un constat similaire a été observé pour le polyester renforcé par l'Agave americana, selon BELAADI[124].

Le Tableau. III 5 présente les valeurs expérimentales des propriétés mécaniques en flexion de la résine polyester et des composites renforcés par des fibres végétales. L'examen de

ces résultats révèle des différences significatives entre la résine vierge et les matériaux composites.

Le composite polyester/AS atteint une contrainte maximale de 38.16 ± 4.17 MPa, un module de flexion de 2.47 ± 0.35 GPa et une déformation à la rupture de 2.096 ± 0.065 %, traduisant une amélioration de la résistance et de la rigidité, mais au détriment de la déformation. Le composite polyester/Jute affiche des performances proches, avec une contrainte de 37.83 ± 4.47 MPa et un module de 2.80 ± 0.25 GPa, mais une déformation plus faible (1.327 ± 0.408 %). Le composite Polyester/MS se distingue par le module de flexion le plus élevé (3.84 ± 0.12 GPa), associé toutefois à une contrainte plus modeste (32.70 ± 1.89 MPa) et une déformation réduite (1.291 ± 0.23 %). En comparaison, la résine polyester vierge présente une contrainte maximale plus faible (28.31 ± 0.24 MPa) et un module de flexion limité (1.32 ± 0.66 GPa), mais une déformation à la rupture nettement plus importante (5.924 ± 0.162 %).

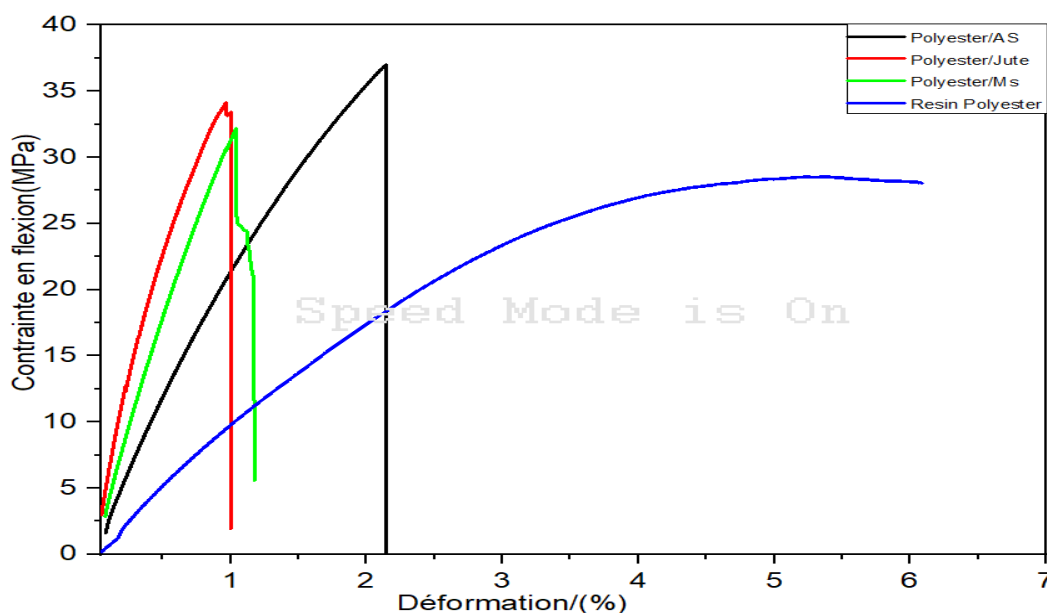


Figure III-13 Courbes types (σ , ϵ) en flexion 3-points pour différents matériaux

Ces tendances sont confirmées par la Figure III.14, qui illustre sous forme d'histogrammes comparatifs l'évolution du module de flexion, de la contrainte maximale et de la déformation à la rupture. On constate que l'incorporation de fibres végétales dans la résine conduit à une amélioration marquée de la rigidité et de la résistance, mais à une réduction significative de la

capacité de déformation, ce qui traduit un comportement plus fragile que celui de la Polyester Resine ,les mêmes résultats ont été observés par BELOUADAH [19].

Tableau.III-5 Comparaison des propriétés mécaniques en flexion de la résine vierge avec celles des composites renforcés par des fibres

Composite	Module de flexion (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Contrainte (Mpa)
Polyester/AS	2.47±0.35046	2.096±0.0646	38.1632±4.171
Polyester/Jute	2.8002±0.25	1.327±0.408	37.8338±4.47
Polyester/Malva	3.847±0.116	1.291±0.23	32.7036±1.89
PolyesterResine	1.321±0.664	5	28.314±0.2385

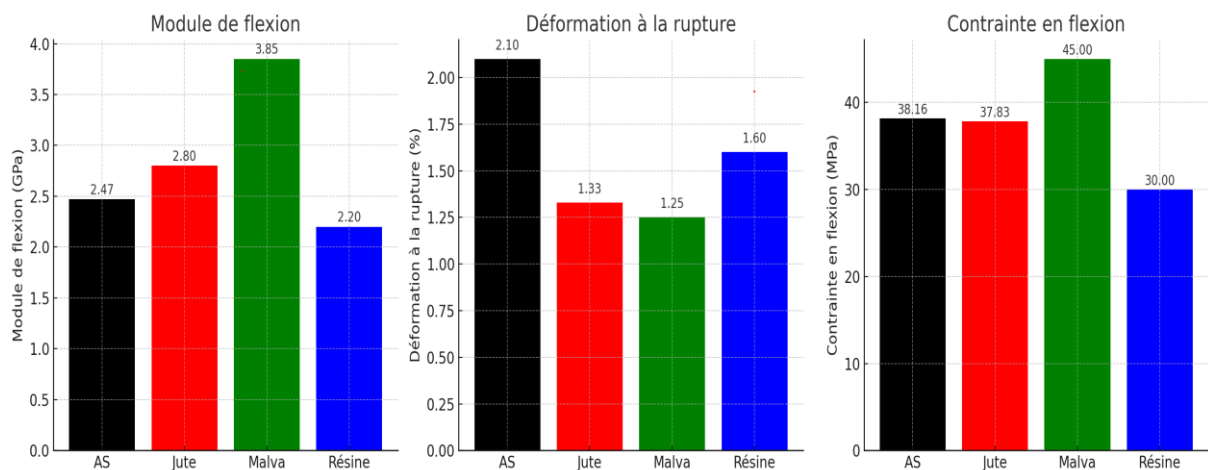


Figure III-14 Histogrammes des trois propriétés mécaniques en flexion des composites à fibres végétales et de la résine polyester.

Les différences observées entre les composites s'expliquent par plusieurs facteurs. Chaque type de fibre végétale possède des propriétés mécaniques propres, influençant directement le comportement global du composite. De plus, l'adhérence fibre-matrice joue un rôle crucial : une bonne interface permet un meilleur transfert des efforts, améliorant la résistance et la rigidité. La morphologie des fibres (longueur, diamètre, rugosité), leur orientation dans la matrice, ainsi que la qualité du procédé de fabrication (compactage, taux de vides, dispersion) contribuent également aux performances finales. Par exemple, la rigidité élevée du composite Polyester/ MS peut être expliquée par une meilleure orientation dans la direction de flexion augmentant fortement le module de flexion, tandis que les bonnes

performances du composite Polyester/ AS pourraient s'expliquer par une meilleure adhésion fibre-matrice.

Ainsi, l'ajout de fibres végétales permet d'améliorer les propriétés mécaniques de la résine, mais les performances varient selon la nature des fibres et leur interaction avec la matrice

III.2.3 Spectrométrie Infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La Figure III.15 rassemble les spectres FTIR de la matrice Epoxy et des trois composites" Polyester/AS, Polyester /MS, Polyester /Jute.

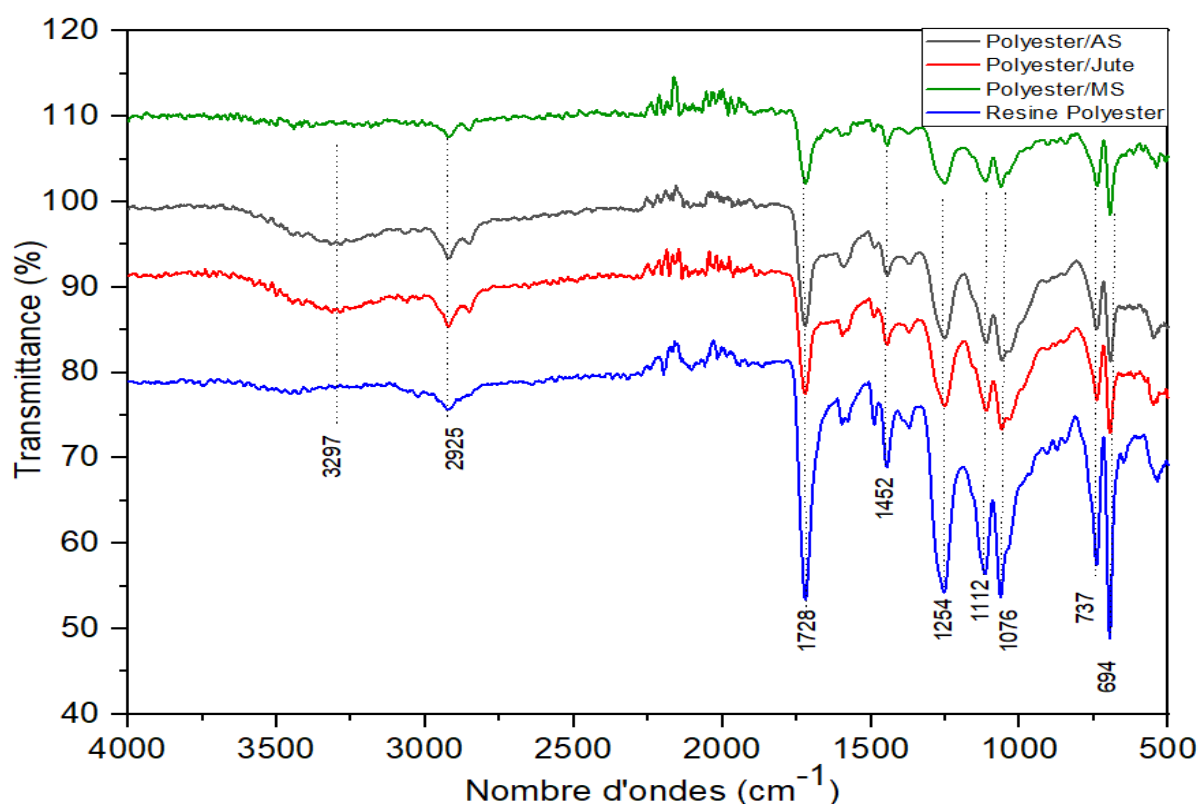


Figure III-15 Analyse ATR-FTIR de la résine vierge, et des composites des composites à fibres végétales et de la résine polyester

Le spectre FTIR obtenu permet d'identifier les principales interactions chimiques entre la résine polyester et les fibres végétales dans les composites les pics en été identifier selon [125, 126].

Les principaux pics observés sont les suivants :

Une large bande centrée à 3297 cm^{-1} , attribuée aux vibrations d'étirement des groupes hydroxyles ($-\text{OH}$), apparaît nettement plus intense dans les composites Polyester/AS et Polyester/Jute que dans la résine polyester vierge. Cette augmentation d'intensité s'explique par la forte teneur en groupements hydroxyles présents dans les fibres naturelles, provenant principalement de la cellulose et de l'hémicellulose.

Les bandes observées à 2925 cm^{-1} et 2847 cm^{-1} sont associées aux vibrations d'élongation des liaisons C-H des groupements aliphatiques ($-\text{CH}_2$ et $-\text{CH}_3$). Il convient de souligner que la bande située à 2847 cm^{-1} est absente dans le spectre de la résine polyester pure et n'apparaît que dans les composites. Cette observation confirme son origine lignocellulosique et atteste de l'incorporation effective des fibres au sein de la matrice polymère.

Le pic intense observé à 1728 cm^{-1} est caractéristique des vibrations du groupement carbonyle ($\text{C}=\text{O}$) des fonctions ester de la résine polyester, indiquant que la structure chimique de la matrice est conservée après l'élaboration des composites.

les bandes à 1452 cm^{-1} sont associées aux déformations des liaisons C-H et aux vibrations du squelette aromatique, tandis que les bandes situées entre 1254 cm^{-1} et 1076 cm^{-1} correspondent aux vibrations des liaisons C-O et C-O-C, attribuées à la fois aux fonctions ester du polyester et aux polysaccharides des fibres naturelles.

Les spectres FTIR des composites présentent des différences notables par rapport à la résine vierge, notamment une augmentation de l'intensité de certaines bandes caractéristiques des fibres, traduisant une bonne compatibilité fibre/matrice et une amélioration potentielle des propriétés mécaniques, en accord avec les résultats rapportés dans la littérature pour des composites à base de fibres végétales

III.2.4 Analyse de la morphologie du facies des composites après un essai de traction

Les micrographies des surfaces fracturées des composites sur les trois composites renforcés par des fibres végétales (Polyester/AS, Polyester /MS, Polyester /Jute) observée au microscope électronique à balayage (MEB).

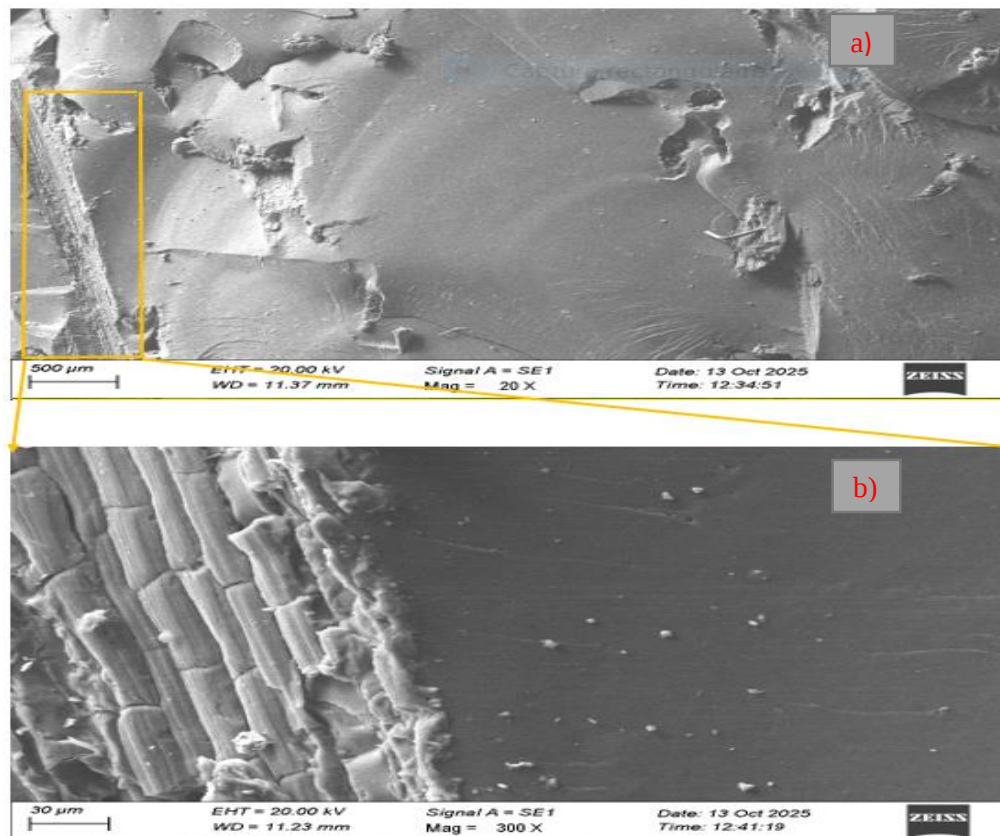


Figure III-16 (a) et (b) Micrographies électroniques à balayage des surfaces fracturées par traction de Composite Polyester/AS

La micrographie (Figure III 16 (a)) donne un aperçu global, à faible grossissement (X20), de la topographie générale de la zone de rupture. On observe une rupture de fibre en deux tranches de fibres.

À plus fort grossissement ($\times 300$), Figure III.16 (b)), l'interface fibre/matrice apparaît relativement homogène. La présence de résidus de matrice adhérant localement à la surface des fibres rompues indique une bonne adhésion interfacial.

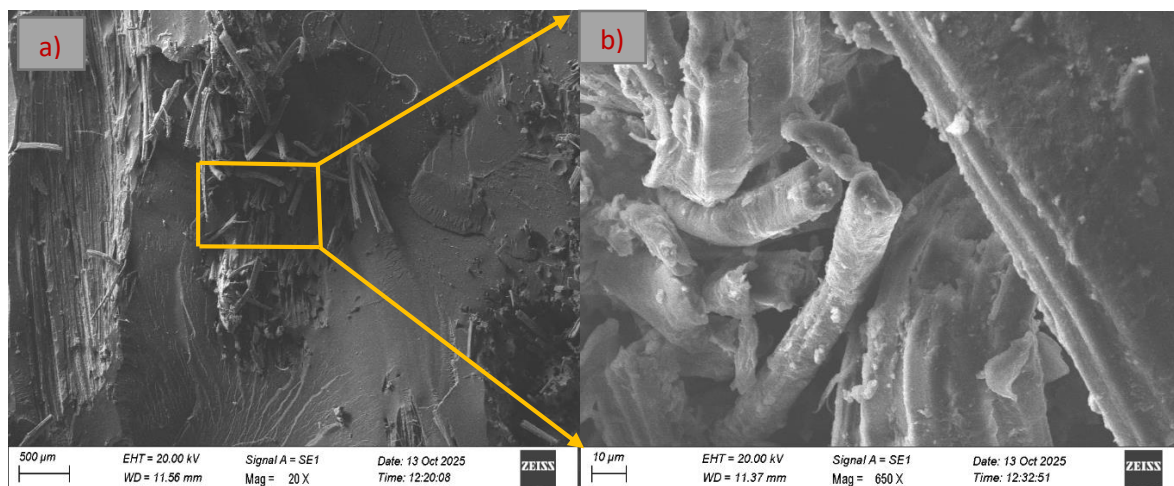


Figure III-17 (a) ,(b) Micrographies électroniques à balayage des surfaces fracturées par traction de Composite Polyester/Jute

La Figure III.17 présente les micrographies MEB des surfaces fracturées du composite à base de résine polyester renforcée par des fibres de jute, observées à différents grossissements.

À faible grossissement ($\times 20$) (Figure III.17 (a)), On observe plusieurs fibres partiellement extraites de la matrice, indiquant un phénomène d'arrachement des fibres (pull-out), traduisant une adhésion interfaciale limitée entre les fibres de jute et la matrice polyester.

À fort grossissement ($\times 650$) (Figure III.17 (b)), les détails morphologiques des fibres deviennent plus distincts. On observe une structure fibrillaire caractéristique, avec des fibrilles orientées de manière aléatoire et partiellement détachées, typiques des fibres lignocellulosiques soumises à une sollicitation en traction. Certaines fibres présentent une surface relativement lisse et dépourvue de résidus de matrice, ce qui indique un décollement interfacial. D'autres, en revanche, montrent des traces locales de résine adhérente ainsi que des microfissures à l'interface, traduisant un mécanisme de décollement interfacial progressif accompagné d'un arrachement partiel des fibres.

Dans l'ensemble, ces observations mettent en évidence la coexistence de plusieurs mécanismes de rupture, notamment le décollement interfacial, l'arrachement des fibres et la rupture fibrillaire, ce qui confirme une efficacité de transfert de charge limitée entre la fibre de jute et la matrice polyester.

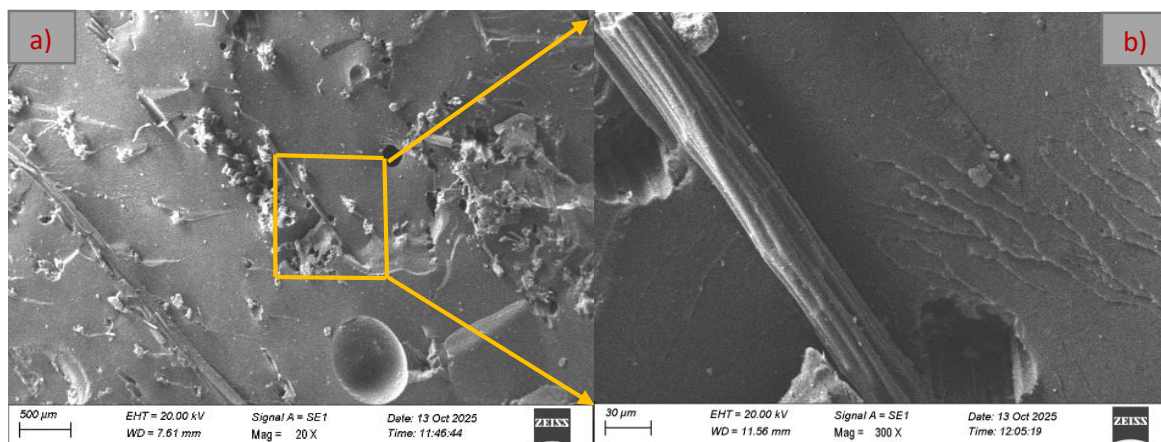


Figure III-18 (a) ,(b) Micrographies électroniques à balayage des surfaces fracturées par traction de Composite Polyester/MS.

Les micrographies obtenues (Figure III 18 (a), (b)) présentent plusieurs caractéristiques morphologiques typiques des composites à fibres naturelles. À faible grossissement ($\times 20$) (Figure III 18 (a)), la répartition des fibres dans la matrice apparaît globalement homogène, bien que quelques zones de porosité et d'agrégats fibreux soient visibles. Ce phénomène est souvent observé dans les composites renforcés par des fibres végétales, en raison de la faible compatibilité entre les fibres hydrophiles et la matrice polyester hydrophobe. Néanmoins, certaines fibres élémentaires apparaissent bien enrobées et correctement imprégnées par la résine, traduisant localement une bonne adhésion interfaciale.

On observe également quelques cavités isolées dans la matrice, non liées à l'arrachement des fibres. Ces vides peuvent provenir de bulles d'air piégées ou d'un dégazage lors de la polymérisation, mais ils peuvent aussi résulter d'un défaut de mouillage local. Ces zones constituent des points faibles susceptibles d'initier des fissures interfaciales lors du chargement en traction.

À fort grossissement ($\times 300$) (Figure III 18 (b)), la morphologie de rupture révèle des fibres partiellement extraites, des empreintes fibreuses laissées dans la matrice. Certaines fibres présentent encore des résidus de résine adhérents à leur surface, tandis que d'autres apparaissent lisses, témoignant d'une adhésion fibre/matrice hétérogène.

Ce comportement met en évidence la coexistence de deux mécanismes de rupture : le décollement interfacial et la rupture progressif des fibres. Ce dernier contribue à la dissipation d'énergie et explique l'augmentation de la déformation à la rupture observée lors des essais mécaniques.

Ce phénomène s'explique par la différence de résistance entre les constituants : les fibres d'*Aster squamatus*, de *Malva sylvestris* et de *jute*, présentent une résistance en traction supérieure à celle de l'adhésion fibre/matrice, et ne se rompent donc pas immédiatement. En raison de cette différence de résistance entre les constituants, la rupture débute ainsi préférentiellement au niveau de l'interface, où les contraintes sont concentrées.

III.2.5 Étude expérimentale des caractéristiques thermiques

Les essais thermiques de la résine polyester vierge et des trois composites à fibres naturelles — Polyester/AS, Polyester/Jute et Polyester/MS — ont été réalisés à l'aide de l'appareil Hot Disk TPS 1500, un instrument de haute précision conforme à la norme ISO 22007-2.

Cet appareil permet la mesure simultanée de la conductivité thermique, de la diffusivité thermique et de la chaleur spécifique volumique des matériaux.

Les résultats expérimentaux sont récapitulés dans le [Tableau III.6](#) 1 ci-dessous.

Tableau III-6 Propriétés thermiques mesurées des composites et de la résine polyester vierge.

	Fraction volumique (%)	Température (°C)	Conductivité thermique (W/mK)	Diffusivité (mm ² /s)	Chaleur spécifique (MJ/m ³ K)	Epaisseur (mm)
Polyester/AS	8	19	0,192	0,12	1,5860	8,5
Polyester/Jute	8	19	0,194	0,12	1,6366	8,1
Polyester/MS	8	19	0,186	0,11	1,6428	7,9
Polyester vierge	8	19	0,202	0,16	1,2836	9,4

III.2.5.1 Analyse des résultats expérimentaux

L'analyse du Tableau III-6 montre que la résine polyester vierge présente la conductivité thermique la plus élevée (0,202 W/m·K), suivie des composites à fibres de jute (0,194 W/m·K), AS (0,192 W/m·K) et enfin du composite à fibres de MS (0,186 W/m·K).

Cette diminution de la conductivité thermique après l'ajout des fibres s'explique par le caractère isolant des fibres végétales, dont la conductivité est généralement inférieure à celle de la matrice polymère.

L'incorporation de fibres introduit également des interfaces fibre/matrice et des vides microscopiques, réduisant la continuité du transfert de chaleur.

La diffusivité thermique suit une tendance similaire : elle est plus élevée pour la résine pure (0,16 mm²/s) et diminue dans les composites (0,11–0,12 mm²/s). Cela traduit une réduction de la vitesse de propagation de la chaleur à travers le matériau, conséquence directe de la baisse de la conductivité et de l'augmentation de la capacité thermique.

En revanche, la chaleur spécifique volumique augmente avec l'incorporation des fibres : elle passe de 1,2836 MJ/m³·K pour la résine à environ 1,6 MJ/m³·K pour les composites. Cette augmentation indique que les composites peuvent emmagasiner davantage d'énergie thermique avant de voir leur température augmenter, confirmant ainsi l'effet stabilisant des fibres végétales sur le comportement thermique du matériau.

III.2.6 Conclusion

Cette partie de ce chapitre a évalué l'influence de trois fibres végétales (AS, jute et MS) sur les propriétés mécaniques, thermiques et morphologiques de composites polyester. Les essais mécaniques montrent que l'ajout de fibres améliore globalement la rigidité et la résistance du polyester, avec un comportement équilibré pour le composite Polyester/AS et une efficacité notable en flexion pour le Polyester/MS. Les analyses FTIR et MEB ont révélé des interactions fibre/matrice ainsi qu'une adhésion interfaciale variable, responsable des modes de rupture observés.

Sur le plan thermique, les fibres réduisent la conductivité et la diffusivité tout en augmentant la capacité thermique, confirmant leur rôle isolant.

Globalement, les fibres AS, jute et MS constituent des renforts pertinents, chacun offrant des avantages spécifiques selon l'application envisagée, et soulignant la nécessité d'optimiser l'adhésion interfaciale pour améliorer davantage les performances des composites.

Chapitre VI

Modélisation numérique des caractéristiques thermo structurales d'un composite

IV.1 Introduction

Dans ce chapitre, une étude numérique a été réalisée afin d'analyser le comportement thermo-structural de composites à fibres naturelles soumis à différentes conditions thermiques et mécaniques. Cette analyse s'appuie sur les résultats expérimentaux obtenus lors des essais de traction et de caractérisation thermique, complétés par une modélisation numérique effectuée à l'aide du logiciel ANSYS 2021.

Pour la mise en œuvre de la simulation sous ANSYS, il a été nécessaire d'estimer les conductivités thermiques des fibres en inversant plusieurs modèles théoriques classiques, tels que ceux de Maxwell, Rayleigh et Lewis–Nielsen. La chaleur spécifique a été calculée selon la règle des mélanges.

Les valeurs ainsi obtenues ont ensuite été intégrées dans ANSYS pour définir les propriétés thermiques et mécaniques des matériaux, permettant la réalisation de simulations thermo-structurales. Ces simulations ont pour objectif de comparer le comportement thermique et mécanique de la résine et du composite, et de mieux comprendre l'influence du renforcement par fibres sur leurs propriétés globales.

IV.2 Estimation théorique des caractéristiques thermiques des fibres

IV.2.1 Estimation de conductivité

Plusieurs modèles ont été proposés dans la littérature afin de prédire la conductivité thermique effective des matériaux composites à matrice polymère renforcés par des fibres. Ces modèles relient la conductivité thermique effective du composite (K_{eff}) à celles de la matrice (K_m) et des fibres (K_f), ainsi qu'à la fraction volumique des fibres (V_f).

IV.2.1(a) Modèle de Maxwell–Eucken

L'un des modèles les plus simples et les plus couramment utilisés est celui de Maxwell–Eucken[127], développé pour des particules sphériques dispersées dans une matrice continue. Ce modèle est exprimé par l'équation (VI. 1)

$$k_{eff} = k_m \frac{2k_m + k_f - k_f(k_m - k_f)}{2k_m + k_f + k_f(k_m - k_f)} \quad (VI. 1)$$

IV.2.1(b) Modèle de Rayleigh

Ce modèle introduit des corrections supplémentaires pour tenir compte de l'interaction entre les inclusions et de la non-homogénéité de la dispersion[128]

Ce modèle est exprimé par l'équation (VI.2)

$$\frac{k_{eff}}{k_m} = 1 + \frac{2 V_f}{C_1 - V_f + C_2 (0.30584 V_f^4 + 0.013363 V_f^8 + \dots)} \quad (VI.2)$$

Avec

$$C_1 = \frac{k_f + k_m}{k_f - k_m} \quad C_2 = \frac{k_f - k_m}{k_f + k_m}$$

IV.2.1(c) Modèle de Lewis–Nielsen

Ce modèle est adapté aux composites à forte teneur en fibres ou à géométrie complexe Ce modèle est exprimé par l'équation (VI. 3) [75]

$$K_{eff} = K_m \left[\frac{1 + ABV_f}{1 - BV_f \psi} \right] \quad (VI.3)$$

Où

$$B = \frac{\frac{K_f}{K_m} - 1}{\frac{K_f}{K_m} + A} \quad \psi = 1 + \left(\frac{1 - \varphi_m}{\varphi_m^2} \right) V_f$$

Le [Tableau VI.1](#) présente la valeur de la constante (A) dans l'équation (VI.3)

[Tableau IV-1](#) Valeurs de la constante (A) dans l'équation (VI.3).

Type de phase dispersée	Direction du flux thermique	Constante A
Cubes	Toute direction	2,00
Sphères	Toute direction	1,50
Fibres (tiges) orientées aléatoirement, rapport d'aspect = 2	Toute direction	1,58
Fibres (tiges) orientées aléatoirement, rapport d'aspect = 4	Toute direction	2,08
Fibres (tiges) orientées aléatoirement, rapport d'aspect = 6	Toute direction	2,80
Fibres (tiges) orientées aléatoirement, rapport d'aspect = 10	Toute direction	4,93
Fibres (tiges) orientées aléatoirement, rapport d'aspect = 15	Toute direction	8,38
Fibres uniaxiales orientées	Parallèlement aux fibres	(2L/D)
Fibres uniaxiales orientées	Perpendiculairement aux fibres	0,50

Le [Tableau VI.2](#) présente la valeur de la constante(φ_m) dans l'équation (VI.3).

[Tableau IV-2](#) valeurs de la constante(φ_m) dans l'équation (VI.3).

Forme des particules / fibres	Type d'empilement / arrangement	φ_m
Sphères	Empilement hexagonal compact	0,7405
Sphères	Maille cubique à faces centrées	0,7405
Sphères	Maille cubique centrée (BCC)	0,6000
Sphères	Maille cubique simple	0,5240
Sphères	Empilement aléatoire compact	0,6370
Sphères	Empilement aléatoire (autre)	0,6010
Tiges / fibres (rod-like)	Uniaxial, empilement hexagonal compact	0,9070
Tiges / fibres (rod-like)	Uniaxial, maille cubique simple	0,7850
Tiges / fibres (rod-like)	Uniaxial, arrangement aléatoire	0,8200
Tiges / fibres (rod-like)	Arrangement tridimensionnel aléatoire	0,520

La chaleur spécifique a été calculer à l'aide de règle de mélange :

$V_f, V_m=1- V_f$:Fraction volumique des fibre et matrice.

ρ_m, ρ_f : densités (kg/m³) de la fibre et de la matrice.

C_{pf}, C_{pm} : chaleurs spécifiques massiques (J/kg·K) de la fibre et de la matrice,

C_{pc} : chaleur spécifique massique mesurée du composite (J/kg·K).

Calculer d'abord les fractions massiques w_f et w_m (par unité de volume) :

$$m_f = V_f \rho_f, \quad m_m = V_m \rho_m, \quad \rho_c = V_f \rho_f + V_m \rho_m$$

$$w_f = \frac{m_f}{\rho_c} = \frac{V_f \rho_f}{V_f \rho_f + V_m \rho_m}, \quad w_m = 1 - w_f$$

La règle des mélanges pour C_p (propriété massique) :

$$C_{pc} = w_f C_{pf} + w_m C_{pm}$$

On en déduit C_{pf}

$$C_{pf} = \frac{C_{pc} - w_m C_{pm}}{w_f}$$

IV.2.3 Analyse comparative des résultats théoriques et de la littérature

L'analyse des résultats théoriques [Tableau VI.3](#) montre que les valeurs de conductivité thermique des fibres, estimées à partir des modèles de Maxwell, Rayleigh et Lewis–Nielsen, se situent dans la plage typique des fibres végétales naturelles, soit entre 0,026 et 0,118 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

[Tableau IV-3](#) Conductivités thermiques théoriques des fibres AS, MS et Jute

Composite	K composite expérimentale ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	Kf (Maxwell) ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	Kf (Rayleigh) ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	Kf (Lewis– Nielsen) ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	Cp,f (kJ/kg·K)
Polyester/AS	0.1920	0.098525	0.106026	0.088463	3.722.836
Polyester/MS	0.1861	0.050633	0.066162	0.026047	3.155.000
Polyester/JUTE	0.1935	0.112180	0.117885	0.104996	3.848.716

Les conductivités thermiques rapportées dans la littérature varient généralement entre 0,02 et 0,15 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, selon la nature et la densité de la fibre.

Les écarts observés entre les résultats expérimentaux et théoriques peuvent provenir de la fraction volumique, de la répartition des fibres, ou de la qualité de l'interface fibre/matrice, qui influence directement le transfert de chaleur. Dans l'ensemble, ces résultats confirment la fiabilité des modèles utilisés et la cohérence avec les valeurs de la littérature rapportées dans le [Tableau VI.4](#)

[Tableau IV-4](#) Conductivités thermiques rapportées dans la littérature[129]

Fibre	Densité (kg/m ³)	Conductivité Thermique ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)
Banana	310-1030	0,06-0,15
Cork	110-170	0,037-0,07
Flax	5-50	0,038-0,075
Hemp	369-611	0,0899-0,1408
Knef	21,2	0,034-0,069
Jutte	461-592	0,019-0,025

IV.3 Équations Mathématiques pour la Simulation

Les équations mathématiques de base qui régissent la simulation thermique et structurale du composite sont décrites ci-dessous.

IV.3.1 Simulation Thermique

L'analyse thermique repose sur l'équation de la chaleur en régime stationnaire, qui décrit la diffusion de la température dans le matériau :

$$\nabla \cdot (k \nabla T) = 0 \quad (\text{VI.4})$$

Où :

- k est la conductivité thermique du matériau ($\text{W/m}\cdot\text{K}$),
- T est la température (K),

Les conditions aux limites thermiques incluent des températures imposées à certaines parties de la structure ou des flux thermiques appliqués aux bords :

$$T = T_{\text{bord}}$$

IV.3.2 Simulation Structurale

L'analyse structurale repose sur les équations de Navier-Cauchy, qui relient les contraintes aux déformations du matériau. La relation fondamentale est :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \epsilon_{kl} \quad (\text{VI.5})$$

σ_{ij} est le tenseur des contraintes (Pa).

C_{ijkl} est le tenseur des modules d'élasticité.

ϵ_{kl} est le tenseur des déformations.

La déformation ϵ est donnée par :

$$\epsilon = \frac{\Delta L}{L} \quad (\text{VI.6})$$

où :

ΔL est la variation de la longueur (m),

L est la longueur initiale de la structure (m).

Les contraintes σ dans le matériau sont liées aux déformations par la loi de Hooke :

$$\sigma = E \epsilon \quad (\text{V.7})$$

où E est module d'Young du matériau (Pa).

Les conditions aux limites mécaniques comprennent les forces appliquées sur les surfaces du modèle et les déplacements imposés à certaines zones. Les forces F sont données par :

$$F = \int_A \sigma dA \quad (\text{VII.8})$$

où A est la surface sur laquelle la force est appliquée.

IV.4 Méthode Numérique

La résolution de ces équations est effectuée par la méthode des éléments finis (FEM). Cette méthode divise la structure en petits éléments, chacun étant résolu localement, avant de combiner les résultats pour obtenir la solution globale. Les matrices de rigidité et de conductivité thermique sont générées pour chaque élément, puis assemblées dans des matrices globales pour résoudre le système d'équations linéaires ou non linéaires.

Les équations de l'élasticité et les équations de la chaleur sont résolues simultanément pour obtenir une solution complète du comportement thermique et mécanique du composite fibre-résine.

IV.5 Simulation thermo-structural sous ANSYS Workbench

La modélisation numérique du composite a été conduite à l'aide du logiciel ANSYS 2021. Le modèle repose sur l'intégration de trois modules principaux Matériel Designer, analyse thermique stationnaire et analyse structurelle statique configurés de manière à assurer un couplage thermomécanique cohérent. L'ensemble de l'étude numérique a été appliquée au composite polyester/AS.

IV.5.1 Définition des Propriétés des Matériaux (Engineering data)

La section Engineering Data permet de définir les propriétés physiques et mécaniques du matériau dans les simulations, influençant directement le comportement du composite fibre/résine sous charges thermiques et mécaniques. Ces propriétés sont utilisées dans l'analyse thermique stationnaire et structurelle.

1. Propriétés Thermiques :

Conductivité Thermique (k) : Mesure de la capacité du matériau à transférer la chaleur, exprimée en $\text{W/m}\cdot\text{K}$.

Capacité Thermique Spécifique (C_p) : Quantité de chaleur nécessaire pour augmenter la température d'un kilogramme de matériau d'un degré Celsius, exprimée en $J/kg \cdot K$.

Densité (ρ) : Masse par unité de volume, exprimée en kg/m^3 , influençant la capacité thermique du composite.

2. Propriétés Mécaniques :

Module de Young (E) : Mesure de la rigidité du matériau, exprimée en Pa, pouvant être anisotrope pour les composites.

Coefficient de Poisson (ν) : Mesure de la déformation latérale sous contrainte, influençant la relation entre déformation et contrainte.

Résistance à la Traction: Limites de résistance aux forces de traction, exprimées en MPa.

Module de Cisaillement (G) : Résistance aux déformations dues à un cisaillement, essentiel pour les charges en torsion.

Les propriétés thermiques et mécaniques introduites dans ce module sont présentées dans le [Tableau VI.5](#).

Tableau IV-5 Propriétés thermiques et mécaniques des fibres AS et de la résine polyester.

propriétés thermiques et mécaniques	Fibre AS	Résine Polyester
Diamètre (mm)	0.23	
Densité (g/cm ³)	1.34	1.2
Contrainte max (MPa)	302.00	6.02905
Module de Young (GPa)	18.56	0.94781
Déformation a la rupture (%)	1.54	1.1466
Module de poisson	0,25	0,35
Conductivité thermique (W/m.k)	0.088463	0.202
C_p (KJ/KG·K)	3.722.836	1.067
Fraction volumique	0,08	

IV.5.1 Matériel Designer :

1. Définition du matériau composite

Le matériau composite utilisé dans cette simulation a été défini dans ANSYS à l'aide du module Material Designer, un outil puissant qui permet de modéliser les matériaux composites

en tenant compte des différentes phases (fibres et matrice) et de leurs propriétés respectives. Ce module permet non seulement de spécifier les caractéristiques de chaque phase mais aussi de calculer les propriétés globales du composite en fonction de la fraction volumique des composants et de leur orientation.

2. Choix du type de renforcement (RVE aléatoires) avec une fraction volumique des fibres ($V_f = 0.08$)

Le type de renforcement choisi pour ce composite est basé sur un modèle d'élément représentatif du volume (RVE), utilisé pour modéliser le comportement d'un matériau composite à partir de petits volumes d'un matériau représentatif. Ce modèle permet de simuler les interactions entre les fibres et la matrice à une échelle suffisamment réduite pour capter les caractéristiques globales du composite tout en étant calculable.

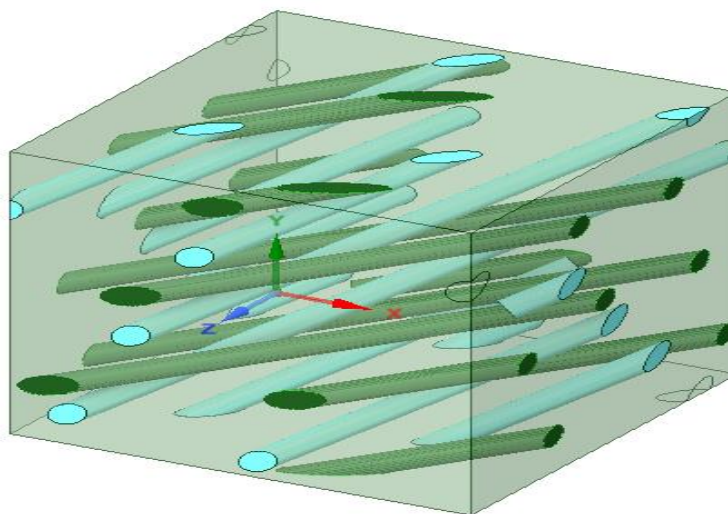


Figure IV-1 Représentation du matériau composite avec le modèle RVE

Dans cette étude, un RVE aléatoire a été choisi, ce qui signifie que les fibres sont disposées de manière aléatoire dans la matrice, simulant un composite réaliste en termes de distribution des fibres. La fraction volumique des fibres V_f a été définie à 0,08, soit 8 % du volume total du composite. Cette fraction volumique détermine la quantité de fibres dans le matériau et influence directement les propriétés mécaniques et thermiques du composite, notamment sa rigidité et sa conductivité thermique. L'orientation des fibres et la disposition

aléatoire sont également des facteurs importants qui influencent le comportement du composite sous charge (Figure VI.1).

3. Maillage

Une fois le matériau composite défini, l'étape suivante consiste à réaliser le maillage de la géométrie, c'est-à-dire à diviser le modèle en petits éléments pour que le logiciel puisse résoudre les équations physiques sur chaque élément et ainsi obtenir une solution globale.

Dans Material Designer, un maillage est généré automatiquement pour le composite, en fonction de la géométrie définie et des propriétés du matériau. Ce maillage est essentiel pour la simulation par éléments finis, car il permet d'approcher la solution numérique

La Figure VI.2 montre un maillage tridimensionnel du matériau composite, utilisé pour des simulations par éléments finis. Les éléments du maillage tétraèdres divisent la géométrie en petites unités pour que le logiciel puisse résoudre les équations physiques sur chaque élément et ainsi obtenir une solution globale.

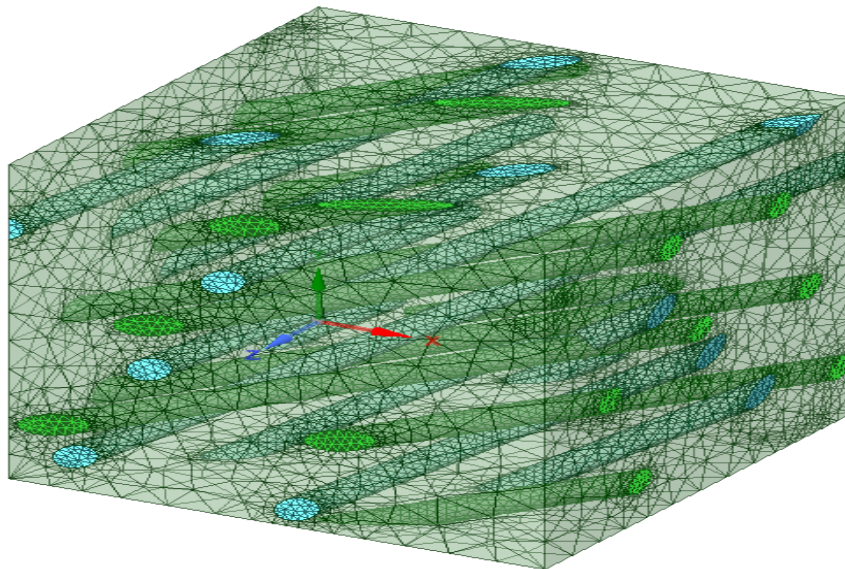


Figure IV-2 Maillage de composite dans Material Designer.

4. Génération Automatique des Propriétés Effectives du Composite

Une fois le maillage effectué, le module Material Designer génère automatiquement les propriétés effectives du composite. Ces propriétés sont obtenues en combinant les

caractéristiques thermiques et mécaniques des fibres et de la matrice en fonction de leur fraction volumique et de leur orientation.

Les propriétés calculées peuvent inclure :

- Conductivité thermique globale ($k_{\text{composite}}$),
- Module d'élasticité global ($E_{\text{composite}}$),
- Capacité thermique spécifique (C_p),
- Résistance à la traction et à la compression,
- Module de cisaillement.

Les propriétés effectives résultent de calculs basés sur des modèles de mélange, comme la règle des mélanges ou la méthode de moyenne pondérée, qui permettent de déterminer les caractéristiques globales du composite en fonction des propriétés des composants individuels. Cela permet de simuler un composite homogène à l'échelle macroscopique, même si le composite est constitué de phases distinctes (fibres et matrice) à l'échelle microscopique.

Le [Tableau VI.6](#) présente une comparaison entre les propriétés expérimentales et les valeurs obtenues numériquement.

5. Exportation du Matériau vers le Module Engineering Data

Une fois les propriétés effectives du composite générées, Material Designer permet d'exporter le matériau vers le module Engineering Data d'ANSYS. Ce module est essentiel pour l'intégration des propriétés du matériau dans les simulations thermiques et structurales.

Dans le module Engineering Data, les propriétés définies et calculées dans Material Designer sont utilisées pour :

- Configurer les matériaux dans le modèle de simulation,
- Définir les conditions aux limites thermiques et mécaniques (par exemple, température, flux thermique, forces appliquées),
- Lancer l'analyse thermique stationnaire et structurale.

Tableau IV-6 Comparaison des propriétés expérimentaux et numériques.

Propriétés	Résultats de simulation composite Polyester/AS	Résultats expérimentale composite Polyester/AS
Densité (g/cm ³)	1,2074	
coefficient de dilatation thermique orthotrope (C ⁻¹)		
direction X	6,19 E-5	
direction Y	8,044 E-5	
direction Z	7,11 E-5	
Elasticité orthotropic		
module de Young (GPa)		
direction X	1,1486	
direction Y	1,054,2	1,5
direction Z	1,064,3	
coefficient de poisson		
coefficient de poisson XY	0,34	
coefficient de poisson YZ	0,35	
coefficient de poisson XZ	0,37	
Module de cisaillement (MPa)		
Module de cisaillement XY	416,8	
Module de cisaillement YZ	413,45	
Module de cisaillement XZ	460,04	
conductivité thermique orthotropic (W/m.k)		
direction X	0,19488	
direction Y	0,19421	0,193
direction Z	0,19455	
coefficient de transfert de chaleur (KJ/KG·K)	1,22	1,067

IV.5.2 Analyse Thermique Stationnaire

L'analyse thermique stationnaire permet de simuler la distribution de la température à travers un matériau composite sous des conditions de chauffage ou de refroidissement constantes. Cette simulation est cruciale pour comprendre comment la chaleur se propage et se répartit dans le composite polyester/AS, en fonction des propriétés thermiques du matériau, de la géométrie, et des conditions aux limites appliquées.

1. Importation du Matériau Composite dans le Module Thermique

La première étape consiste à importer le matériau composite défini précédemment dans le module thermique du logiciel ANSYS. Cela permet de transférer toutes les propriétés thermiques calculées du composite, telles que la conductivité thermique, la capacité thermique spécifique et la densité, dans le module thermique pour l'analyse. Une fois importé, le matériau est prêt à être utilisé dans la simulation thermique, en tenant compte de ses caractéristiques spécifiques.

2. Création de la géométrie Représentant l'Échantillon Composite

Une fois le matériau importé, il faut créer la géométrie représentant l'échantillon composite. Dans cette simulation, un échantillon de $250 \times 18 \times 9 \text{ mm}^3$ a été défini pour représenter un échantillon typique de composite polyester/AS.

La [Figure VI.3](#) montre l'échantillon du composite polyester/AS avec les dimensions exactes pour la simulation thermique.

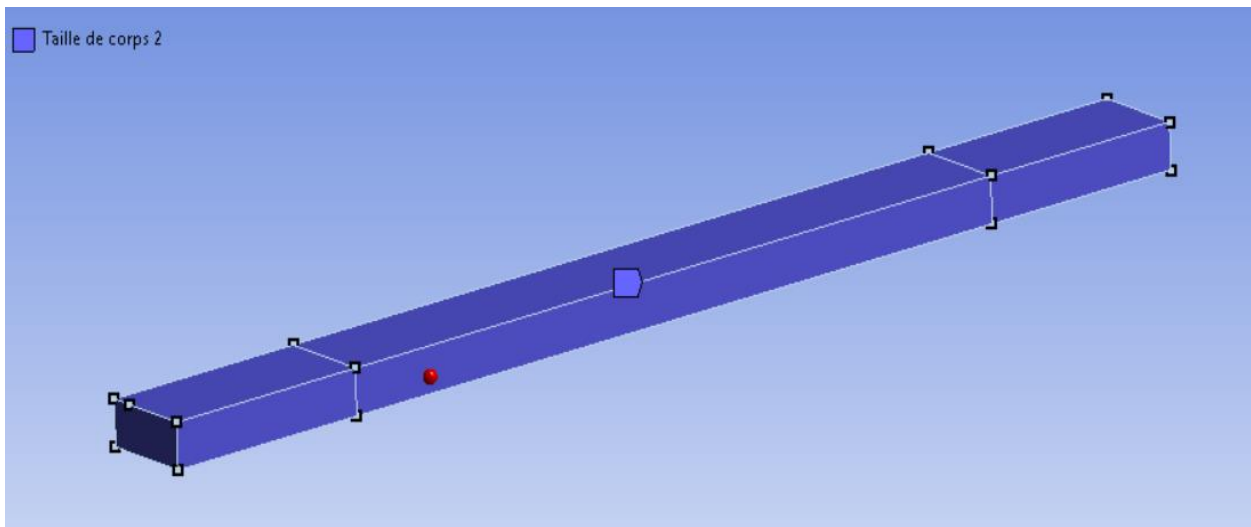


Figure IV-3 Géométrie de l'éprouvette

3. Maillage du Modèle

Une fois la géométrie définie, un maillage est appliqué à l'échantillon pour diviser la structure en petits éléments finis. Le maillage permet de résoudre l'équation de la chaleur dans chaque petit élément et de calculer les températures dans toute la structure ([Figure VI.4](#)).

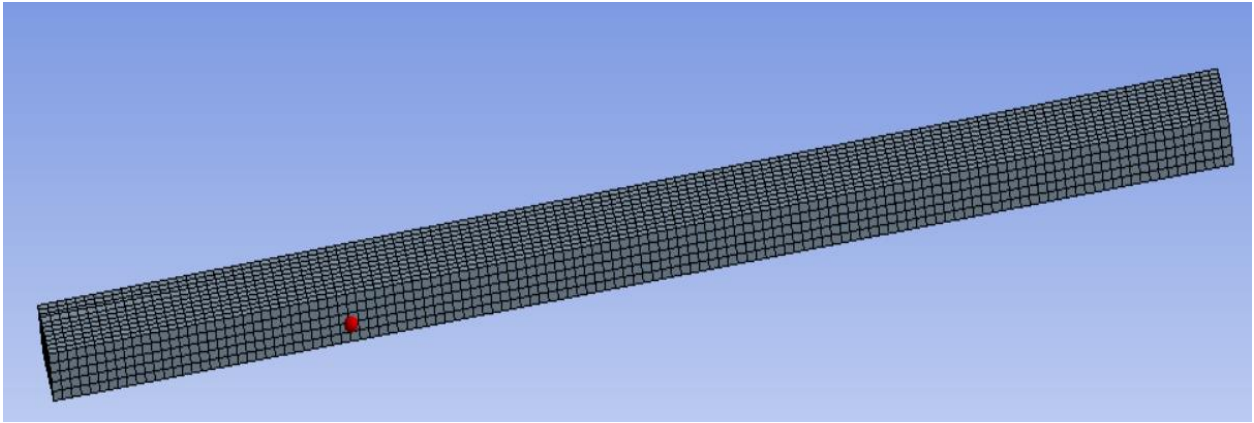


Figure IV-4 Maillage de l'éprouvette

4. Définition des Conditions aux Limites

Les conditions aux limites définissent les températures ou les flux thermiques appliqués aux surfaces du modèle, et ont un impact direct sur la répartition de la température dans le composite. Dans cette simulation, les conditions suivantes ont été appliquées :

- **Température fixe de 25°C** : Une face de l'échantillon a été fixée à une température ambiante de 25°C, représentant une condition thermique stable.
- **Température variable de 0 à 150°C** : Sur la face opposée, une température variable allant de 0°C à 150°C a été appliquée pour créer un gradient thermique unidimensionnel à travers l'épaisseur du composite. Ce gradient thermique simule un chauffage progressif de la structure, permettant d'observer la propagation de la chaleur et la variation de la température au sein du matériau.

Conditions adiabatiques pour les autres faces : Les autres faces de l'échantillon ont été considérées comme adiabatiques, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de flux thermique à travers ces surfaces. Cette condition est souvent utilisée pour simuler une situation où la chaleur ne s'échappe pas par les côtés du modèle.

La [Figure VI.5](#) illustre les différentes températures appliquées sur les faces de l'échantillon composite et les conditions adiabatiques pour les autres faces.

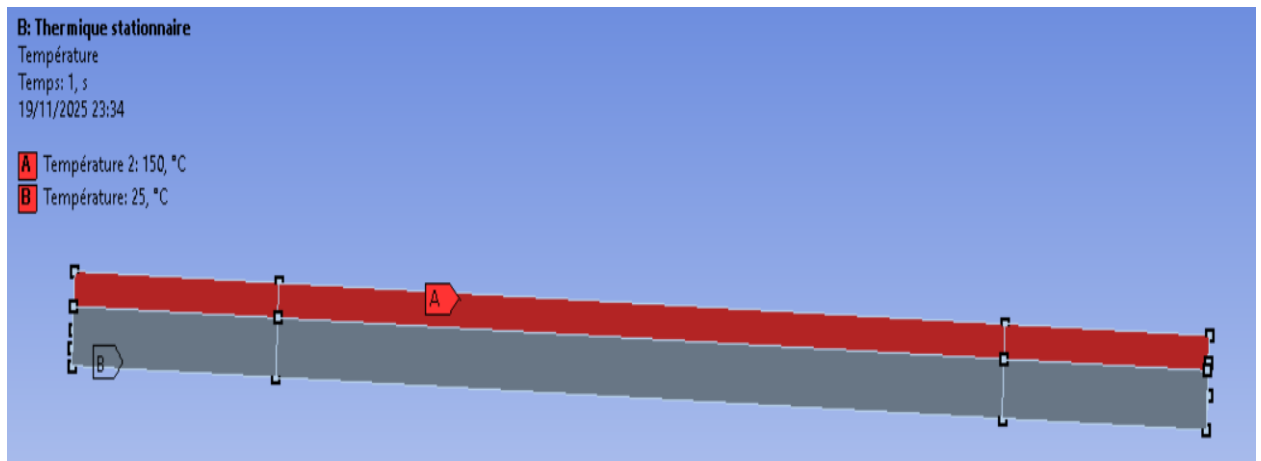


Figure IV-5 Condition aux limites des températures.

5. Résolution pour Obtenir la Distribution de Température

Une fois les conditions aux limites définies et le maillage appliqué, la simulation est résolue pour obtenir la répartition de température dans l'échantillon composite. À l'aide de la méthode des éléments finis, le logiciel résout l'équation de la chaleur dans chaque élément du modèle, en tenant compte des propriétés thermiques et des conditions imposées.

La Figure VI.6 montre la distribution de la température à travers l'échantillon composite, en particulier sous l'effet du gradient thermique appliqué. Elle montre la progression de la chaleur à travers le composite, de la face chaude à la face froide

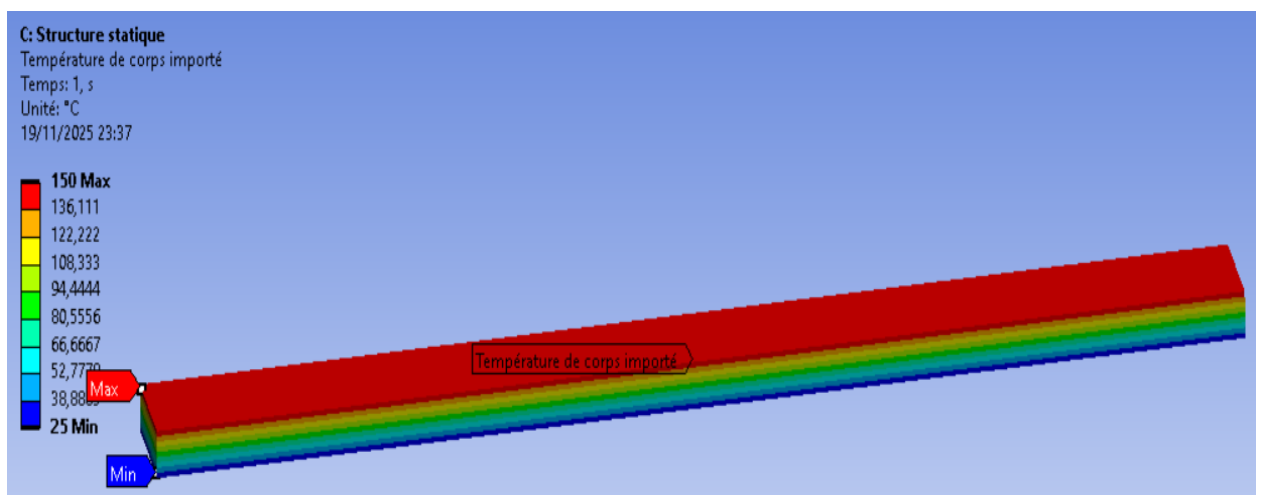


Figure IV-6 Distribution thermique simulée du composite polyester/AS.

IV.5.2 Analyse Structurelle Statique

L'analyse structurelle statique est réalisée pour déterminer le comportement mécanique du composite fibre-résine sous charges appliquées. Après avoir obtenu la distribution de température dans l'échantillon grâce à l'analyse thermique stationnaire, il est essentiel de transférer ces informations thermiques vers le modèle structurel afin de simuler le comportement du composite sous des conditions mécaniques. Cela permet d'évaluer les déplacements et les contraintes dans le matériau.

1. Transfert du Champ de Température Obtenu vers le Module Structure Statique

La première étape de l'analyse structurelle consiste à transférer le champ de température résultant de l'analyse thermique vers le module Structure Statique. Ce champ de température contient les informations sur la distribution thermique dans le composite, qui sont essentielles pour simuler le comportement mécanique du matériau sous charge.

Le transfert des températures est crucial car les déformations thermiques induites par les gradients de température affectent directement les résultats de l'analyse structurelle. La différence de température entre les différentes zones du composite engendre des contraintes thermiques qui, à leur tour, peuvent provoquer des déformations ou des ruptures du matériau si elles sont trop importantes.

Ainsi, le champ de température obtenu à partir de la simulation thermique (où des températures ont été appliquées à différentes faces du composite) est transféré pour être utilisé comme condition initiale dans l'analyse structurelle. Cela permet de simuler l'effet des variations thermiques sur la performance mécanique du composite.

2. Application des Conditions Mécaniques aux Limites

Une fois le champ thermique transféré, les conditions mécaniques aux limites sont appliquées au modèle pour simuler un essai mécanique. Dans cette étude, un essai de traction est simulé pour évaluer la réponse du composite aux charges mécaniques.

La [Figure VI.7](#) montre les conditions aux limites imposées pour l'analyse structurelle :

- **Une face encastree** : Cette condition fixe la face du modèle, empêchant tout déplacement dans toutes les directions (X, Y, et Z). Cela simule un appui fixe dans un essai réel où une partie de la structure est maintenue immobile, typiquement dans une machine de traction.
- **Une charge appliquée sur la face opposée** : Une force de traction est appliquée à l'opposé de la face encastree pour simuler l'effet d'une charge mécanique. Cette force provoque une

déformation du composite, qui est ensuite calculée dans la simulation. La charge est généralement appliquée de manière uniforme sur la face du modèle pour simuler un étirement homogène.

Ces conditions aux limites mécaniques sont essentielles pour simuler correctement les conditions d'essai réelles et pour obtenir des résultats de déplacements et de contraintes fiables.

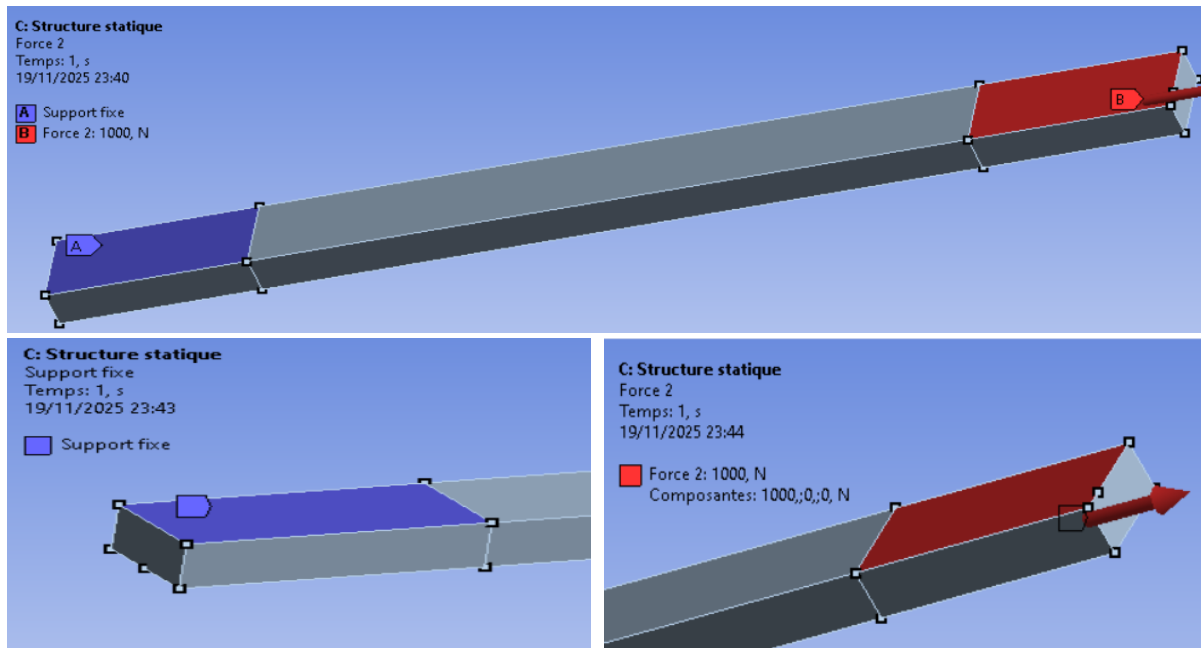


Figure IV-7 Conditions aux limites mécaniques pour la simulation de l'essai de traction du composite.

3. Résolution pour Déterminer les Déplacements

Une fois les conditions thermiques et mécaniques définies, le modèle est résolu pour déterminer les déplacements dans le composite sous l'effet de la charge appliquée. La résolution utilise la méthode des éléments finis (FEM), qui permet de calculer comment chaque élément du modèle se déforme sous l'application des forces.

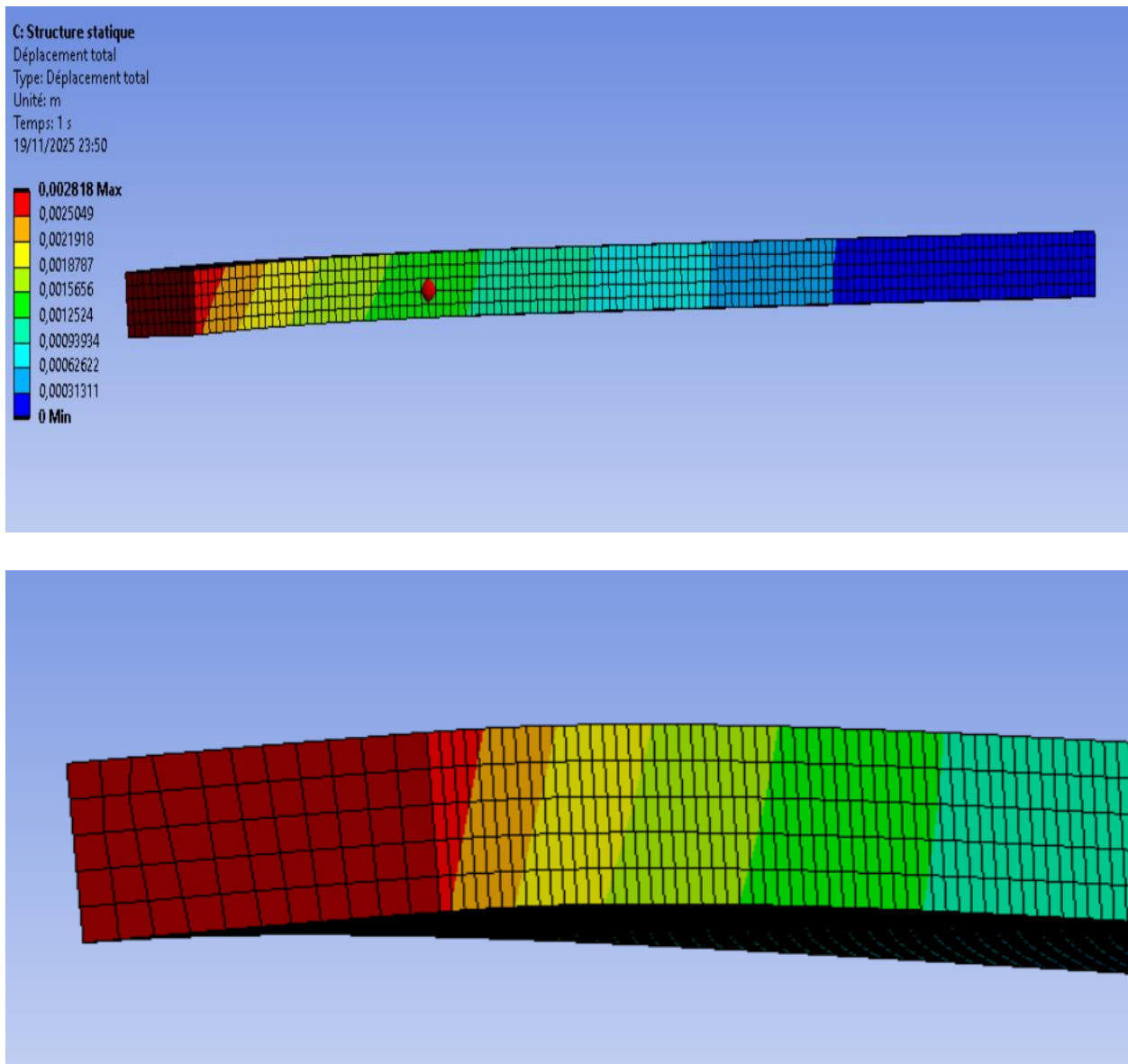


Figure IV-8 Distribution des déplacements de l'essai simulé du composite polyester/AS.

Les résultats obtenus sont des déplacements qui montrent l'amplitude des déformations dans le modèle composite. Ces déformations sont particulièrement importantes pour évaluer le délaminage, la rupture ou la plasticité dans certaines zones du composite. En fonction des résultats de déplacements, il est possible d'identifier les zones les plus sollicitées et de détecter les zones de déformation excessive.

Les déplacements calculés permettent également d'estimer les contraintes internes générées par la force appliquée et la répartition thermique. Ces contraintes sont cruciales pour prédire les défaillances éventuelles du composite.

La [Figure VI.8](#) illustre la répartition des déplacements dans le modèle composite sous l'effet de la traction. Les zones les plus déformées sont généralement proches de la face chargée et peuvent être visualisées à l'aide de couleurs représentant les déplacements maximaux.)

IV.6 Comparaison des déplacements expérimentaux avec numériques

Pour évaluer la fiabilité de la simulation et mieux comprendre le comportement mécanique du composite polyester/AS, une comparaison entre les déplacements expérimentaux et les résultats numériques a été réalisée à température ambiante (25 °C) ([Figure VI.9](#)).

La comparaison des déplacements expérimentaux avec les résultats de simulation à température ambiante (25 °C) montre une bonne concordance générale. Pour les faibles charges (<1000 N), les écarts sont négligeables, Pour des charges supérieures à 1000 N, les déplacements simulés sont légèrement inférieurs aux valeurs expérimentales, Cette divergence peut s'expliquer par plusieurs facteurs : le modèle numérique suppose un comportement homogène et isotrope de la résine et du composite, tandis que la microstructure réelle, incluant la distribution et l'orientation des fibres ainsi que les interactions interface fibre-matrice, peut générer des déformations locales supplémentaires non capturées par la simulation.

Malgré ces divergences quantitatives, le modèle numérique reproduit correctement la tendance globale de la déformation en fonction de la charge, validant son usage pour l'étude thermomécanique des composites à fibres Aster Squamatus. L'analyse des écarts permet également d'identifier les limites du modèle et souligne l'importance de considérer les effets microscopiques pour améliorer la précision à hautes charges.

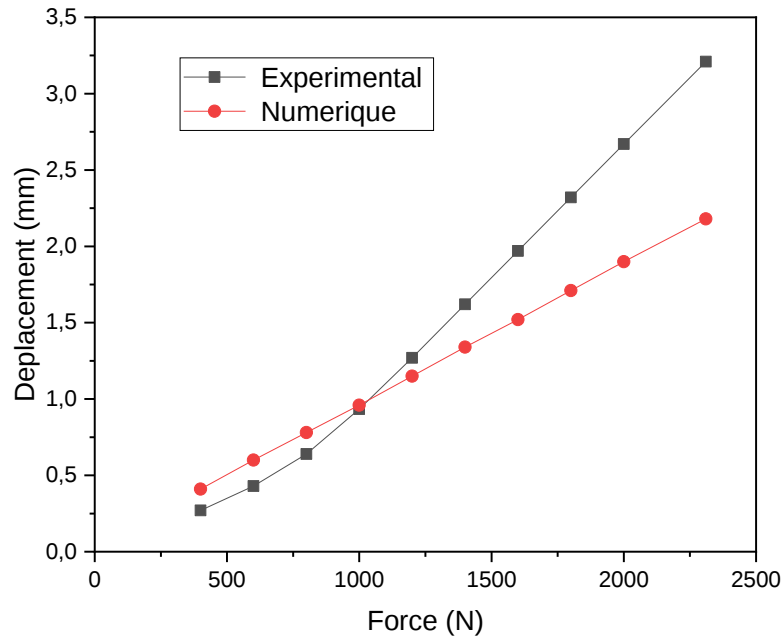


Figure IV-9 Comparaison des déplacements expérimentaux et numériques polyester/AS.

IV.7 Comportement thermomécanique de la résine et du composite polyester/AS

Une étude numérique thermo-structurale a été menée pour analyser l'influence de la température sur le comportement mécanique de la résine polyester vierge et du composite Polyester/AS. Sous une charge de traction de 1000 N appliquée à différentes températures, les propriétés de la résine ont été déterminées expérimentalement, tandis que celles du composite proviennent d'essais et de modèles théoriques. La Figure VI.10 illustre l'évolution des déplacements axiaux maximaux obtenus pour chaque température, permettant ainsi de comparer la sensibilité thermique des deux matériaux. Les résultats montrent que la résine vierge présente une augmentation notable du déplacement avec l'élévation de la température, en raison de la diminution rapide de son module d'Young. À l'inverse, le composite renforcé par des fibres d'Aster squamatus conserve une meilleure stabilité thermomécanique : la rigidité des fibres, leur faible sensibilité thermique et un transfert de charge efficace limitent la déformation globale. Par conséquent, la variation du déplacement reste nettement plus faible dans le composite, confirmant l'effet bénéfique du renfort fibreux à haute température.

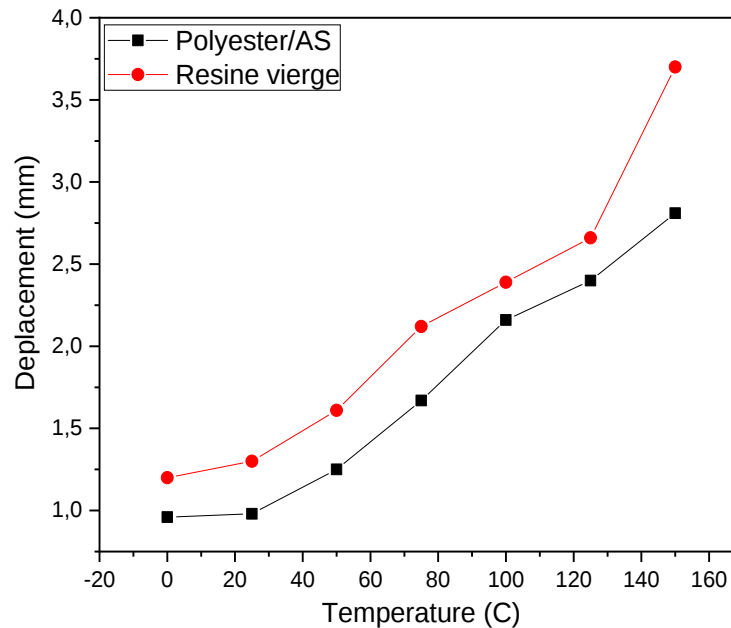


Figure IV-10 Déplacements expérimentaux et numériques de polyester/AS et résine vierge en fonction de température.

IV.8 Conclusion

Ce chapitre a présenté une analyse thermo-structurale du composite polyester/AS fondée sur la combinaison de modèles théoriques, de mesures expérimentales et de simulations numériques. Les propriétés thermiques des fibres, estimées à partir des modèles de Maxwell–Eucken, Rayleigh et Lewis–Nielsen, ainsi que la chaleur spécifique dérivée de la règle des mélanges, se sont révélées compatibles avec les données de la littérature, confirmant la pertinence de l'approche d'identification adoptée.

L'intégration de ces paramètres dans ANSYS a permis d'obtenir un modèle thermo-mécanique représentatif du comportement réel du matériau. La comparaison entre les déplacements simulés et expérimentaux à 25 °C montre une concordance satisfaisante, malgré certains écarts attribuables aux simplifications du modèle numérique et à la microstructure hétérogène du composite.

Les simulations thermo-structurales ont mis en évidence une diminution progressive de la rigidité avec l'augmentation de la température, particulièrement marquée pour la résine polyester. Le composite AS présente quant à lui une meilleure stabilité mécanique, soulignant l'apport du renforcement fibreux dans les environnements thermiquement sollicités.

Conclusions générales

Conclusion générale

La présente thèse s'est attachée à étudier le potentiel des fibres végétales locales, notamment *Aster squamatus* (AS), jute et *Malva sylvestris* (MS), en tant que renforts dans des matériaux composites à matrice polyester. L'ensemble des travaux réalisés, expérimentaux et numériques, a permis d'obtenir une vision globale de l'influence des fibres sur les propriétés physiques, mécaniques et thermiques des composites.

Cette étude a permis de situer les fibres végétales dans le contexte des matériaux composites, en rappelant leurs caractéristiques générales et leur intérêt en tant que renforts écologiques et légers, posant ainsi les bases théoriques nécessaires à la compréhension des travaux expérimentaux.

La méthodologie expérimentale a couvert la sélection de la plante *Aster squamatus*, l'extraction et le traitement alcalin des fibres, ainsi que la préparation des éprouvettes composites. Les différentes techniques de caractérisation physico-chimique, morphologique, structurale et thermique (FTIR, DRX, TGA, MEB, etc.) ont permis de comprendre la structure et le comportement thermique des fibres. Les essais mécaniques sur fibres brutes et traitées ont confirmé l'effet bénéfique du traitement chimique sur leurs performances.

Les analyses ont mis en évidence les améliorations apportées par le traitement alcalin sur les fibres *Aster squamatus*. L'augmentation de la cristallinité (de 43 à 45 %), la densité (de 1,116 à 1,345 g/cm³) et la résistance mécanique (module de Young passant de $11,08 \pm 1,1$ GPa à $18,53 \pm 1,45$ GPa) souligne l'intérêt des fibres traitées pour des applications composites légères et résistantes. Les analyses microstructurales et statistiques (Weibull) ont renforcé la compréhension de leur comportement et de leur fiabilité.

L'évaluation des propriétés mécaniques et thermiques des composites polyester renforcés par les fibres AS, jute et MS a montré que l'incorporation de fibres améliore significativement la rigidité, la résistance et la ténacité des composites par rapport à la résine polyester vierge.

- Traction : Pour la résine vierge, la contrainte maximale est de $6,03 \pm 1,21$ MPa et le module de Young de $0,95 \pm 0,01$ GPa. Pour les composites, les contraintes maximales

Conclusion générale

sont de $12,95 \pm 0,88$ MPa (Polyester/AS), $11,30 \pm 0,77$ MPa (Polyester/Jute) et $13,04 \pm 1,15$ MPa (Polyester/MS), avec des modules de Young respectifs de $1,55 \pm 0,05$ GPa, $1,42 \pm 0,06$ GPa et $1,19 \pm 0,03$ GPa.

- Flexion trois points : Pour la résine vierge, la contrainte maximale est de $28,31 \pm 0,24$ MPa et le module de flexion de $1,32 \pm 0,66$ GPa. Pour les composites, les contraintes maximales sont de $38,16 \pm 4,17$ MPa (Polyester/AS), $37,83 \pm 4,47$ MPa (Polyester/Jute) et $32,70 \pm 1,89$ MPa (Polyester/MS), avec des modules de flexion respectifs de $2,47 \pm 0,35$ GPa, $2,80 \pm 0,25$ GPa et $3,85 \pm 0,12$ GPa.

Chaque fibre présente des avantages spécifiques : le composite Polyester/AS offre un compromis optimal entre résistance et déformation, le Polyester/MS se distingue par son module de flexion maximal, tandis que le Polyester/Jute assure des performances intermédiaires.

Les analyses FTIR et MEB ont révélé des interactions fibre/matrice ainsi qu'une adhésion interfaciale variable, responsable des modes de rupture observés.

Les résultats thermiques montrent que la résine polyester vierge présente la conductivité thermique la plus élevée ($0,202 \text{ W/m}\cdot\text{K}$), suivie des composites à fibres de jute ($0,194 \text{ W/m}\cdot\text{K}$), *Aster squamatus* ($0,192 \text{ W/m}\cdot\text{K}$) et *Malva sylvestris* ($0,186 \text{ W/m}\cdot\text{K}$). La diffusivité thermique diminue également, passant de $0,16 \text{ mm}^2/\text{s}$ pour la résine pure à $0,11\text{--}0,12 \text{ mm}^2/\text{s}$ pour les composites. En revanche, la chaleur spécifique volumique augmente de $1,2836 \text{ MJ/m}^3\cdot\text{K}$ pour la résine à environ $1,6 \text{ MJ/m}^3\cdot\text{K}$ pour les composites, traduisant une plus grande capacité à stocker l'énergie thermique et confirmant l'effet stabilisant des fibres sur le comportement thermique des matériaux.

Une étude numérique réalisée avec ANSYS sur le composite Polyester/AS et la résine vierge a permis de mener une analyse thermo-structurale, en observant le comportement en traction à différentes températures. Cette étude a mis en évidence l'influence positive du renfort fibreux sur la stabilité mécanique du composite, notamment dans des conditions thermiques variées.

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

Conclusion générale

- **Optimisation des fibres et des traitements**
 - Étudier d'autres concentrations et durées de traitement alcalin
 - Explorer des traitements complémentaires (silane, plasma, acétylation)
 - Améliorer la durabilité de l'interface fibre/matrice face à l'humidité
- **Amélioration des performances des composites**
 - Étudier l'influence du taux de fibres
 - Développer des hybridations de fibres (AS + jute ou AS + MS)
- **Réaliser une étude numérique intégrant l'adhésion réelle fibre/matrice et les micro-vides** afin d'évaluer leur impact sur le comportement mécanique et thermique

Références

1. Jean-Marie, B., *MATERIAUX COMPOSITES (5 ÉD.): COMPORTEMENT MECANIQUE ET ANALYSE DES STRUCTURES*. EDITION LAVOISIER, 2010.
2. Dawoud, M.M. and H.M. Saleh, *Introductory Chapter: Background on Composite*. Characterizations of some composite materials, 2019: p. 1.
3. Sedan, D., *Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment: influence sur les propriétés mécaniques du composite*. 2007, Limoges.
4. Bharath, K.N. and S. Basavarajappa, *Applications of biocomposite materials based on natural fibers from renewable resources: a review*. Science and Engineering of Composite Materials, 2016. **23**(2): p. 123-133.
5. ARDENNE, C., *DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE REIMS*. 1982, UNIVERSITE DE REIMS CHAMPAGNE ARDENNE.
6. Peças, P., et al., *Natural fibre composites and their applications: a review*. Journal of composites science, 2018. **2**(4): p. 66.
7. Skosana, S.J., C. Khoathane, and T. Malwela, *Driving towards sustainability: A review of natural fiber reinforced polymer composites for eco-friendly automotive lightweighting*. Journal of Thermoplastic Composite Materials, 2025. **38**(2): p. 754-780.
8. Carus, M., et al., *Wood-plastic composites (WPC) and natural fibre composites (NFC)*. Nova-Institute: Hürth, Germany, 2015. **16**.
9. Huda, M., et al., *Natural-fiber composites in the automotive sector*, in *Properties and performance of natural-fibre composites*. 2008, Elsevier. p. 221-268.
10. Khaoula, M., *Mise en œuvre et caractérisation de micro-nanocomposites à base de farines végétales (Genêt d'Espagne et Bois) et de silicate lamellaire nanométrique*. 2020.
11. Aková, E., *Development of natural fiber reinforced polymer composites*. Transfer inovácií, 2013. **25**: p. 3-5.
12. Brosius, D., *Thermoplastic Composites Lighten Transit Bus*. Composites Technology, 2008. **14**(1).
13. Baley, C., *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*. 2005: Ed. Techniques Ingénieur.
14. Siakeng, R., et al., *Natural fiber reinforced polylactic acid composites: A review*. Polymer Composites, 2019. **40**(2): p. 446-463.
15. Elouaer, A., *Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales*. PhD, University of Reims Champagne-Ardenne, 2011.
16. Haddadi, M., *Propriétés de transport des matériaux hétérogènes à renfort naturel: approche expérimental et modélisation numérique, doctorat thesis*. Laboratoire de Physique Energétique Appliquée (LPEA), Université Hadj Lakhdar de Batna, algerie, 2015.
17. Nozahic, V., *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*. 2012, Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II.

18. Bouzouita, S., *Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel*. 2011, Ecole Centrale de Lyon; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir.
19. Belouadah, Z., *Contribution à l'étude d'endommagement et du comportement mécanique des matériaux composites renforcés par fibres végétales existantes dans la région du hodna*. 2017, Université Mouloud Mammeri.
20. Martin, N., P. Davies, and C. Baley, *Comparison of the properties of scutched flax and flax tow for composite material reinforcement*. Industrial Crops and Products, 2014. **61**: p. 284-292.
21. Mellouk, H., *Extraction des volatils à partir du bois par détente instantanée contrôlée: valorisation industrielle des extraits et des résidus solides*. 2007, Université de La Rochelle.
22. Mustapha, M., *Mise en œuvre, caractérisation et modélisation matériaux composites: Polymère thermoplastique renforcé par des fibres de DOUM*. 2013.
23. Abderraouf, A., *Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles: valorisation des plantes locales*. 2017, Doctoral Thesis, Université Aboubakr Belkaïd–Tlemcen.
24. Lion, C., et al., *BLISS: a bioorthogonal dual-labeling strategy to unravel lignification dynamics in plants*. Cell Chemical Biology, 2017. **24**(3): p. 326-338.
25. Forss, K.G. and A. Fuhrmann, *Finnish plywood, particleboard, and fiberboard made with a lignin-base adhesive*. 1979.
26. Baumberger, S., et al., *Use of kraft lignin as filler for starch films*. Polymer Degradation and Stability, 1998. **59**(1-3): p. 273-277.
27. Li, J., Y. He, and Y. Inoue, *Thermal and mechanical properties of biodegradable blends of poly (L-lactic acid) and lignin*. Polymer International, 2003. **52**(6): p. 949-955.
28. Pouteau, C., et al., *Antioxidant properties of lignin in polypropylene*. Polymer Degradation and Stability, 2003. **81**(1): p. 9-18.
29. Privas, E., *Matériaux ligno-cellulosiques: "Élaboration et caractérisation"*. 2013, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
30. Latifa, M.B.H., *Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables*. Mémoire de doctorat, 2016.
31. Bledzki, A.K. and J. Gassan, *Composites reinforced with cellulose based fibres*. Progress in polymer science, 1999. **24**(2): p. 221-274.
32. Dallel, M., *Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil*. 2012, Université de Haute Alsace-Mulhouse.
33. Lokantara, I., et al., *A review on natural fibers: extraction process and properties of grass fibers*. International Journal of Mechanical Engineering and Technology (IJMET), 2020. **1**(11): p. 84-91.
34. Amel, B.A., et al., *Effect of fiber extraction methods on some properties of kenaf bast fiber*. Industrial Crops and Products, 2013. **46**: p. 117-123.
35. Khalil, H.A., et al., *Bamboo fibre reinforced biocomposites: A review*. Materials & Design, 2012. **42**: p. 353-368.
36. Msahli, S., F. Sakli, and J.-Y. Drean, *Study of textile potential of fibres extracted from Tunisian Agave americana L.* AUTEX Research Journal, 2006. **6**(1): p. 9-13.
37. Tahir, P.M., et al., *Retting process of some bast plant fibres and its effect on fibre quality: a review*. BioResources, 2011. **6**(4).

38. Ntenga, R., et al., *Extraction, Applications*. Natural Fiber, 2022: p. 137.
39. Akin, D.E., et al., *Color measurement of flax retted by various means*. Textile Research Journal, 2000. **70**(10): p. 852-858.
40. Raveendran Nair, G., et al., *Comparative evaluation of physical and structural properties of water retted and non-retted flax fibers*. Fibers, 2013. **1**(3): p. 59-69.
41. Dong, Z., et al., *Textile grade long natural cellulose fibers from bark of cotton stalks using steam explosion as a pretreatment*. Cellulose, 2014. **21**: p. 3851-3860.
42. Sisti, L., et al., *Retting process as a pretreatment of natural fibers for the development of polymer composites*. Lignocellulosic composite materials, 2018: p. 97-135.
43. Kalia, S., *Lignocellulosic composite materials*. 2017: Springer.
44. Mallick, P.K., *Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design*. 2007: CRC press.
45. El Boustani, M., *Modification des fibres végétales par un procédé écologique: effets sur la microstructure et la compatibilité avec les matrices polymériques*. 2016, Université du Québec à Trois-Rivières.
46. Sanjay, M.R., G. Arpitha, and B. Yogesha, *Study on mechanical properties of natural-glass fibre reinforced polymer hybrid composites: a review*. Materials today: proceedings, 2015. **2**(4-5): p. 2959-2967.
47. Aucher, J., *Etude comparative du comportement composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable*. 2009, INSA de Rouen.
48. Gay, D., *Matériaux composites, 4 e édition revue et augmentée*. Chapitre3, Hermès-Paris, 1997.
49. Bourahli, M.E.H., *Caractérisation d'un composite verre époxy*. 2018.
50. Berreur, L., B. de Maillard, and S. Nösperger, *L'industrie française des matériaux composites*. Etude stratégique (Rapport de synthèse) réalisée par Nodal consultants pour le compte de la Digitip/SIM, 2002. **14**.
51. Gay, D., *Composite materials: design and applications*. 2022: CRC press.
52. Heidi, P., et al., *The influence of biocomposite processing and composition on natural fiber length, dispersion and orientation*. Journal of Materials Science and Engineering. A, 2011. **1**(2A): p. 190.
53. Joseph, P., K. Joseph, and S. Thomas, *Effect of processing variables on the mechanical properties of sisal-fiber-reinforced polypropylene composites*. Composites science and Technology, 1999. **59**(11): p. 1625-1640.
54. Brahim, S.B. and R.B. Cheikh, *Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite*. Composites Science and Technology, 2007. **67**(1): p. 140-147.
55. Baghaei, B., et al., *Novel aligned hemp fibre reinforcement for structural biocomposites: Porosity, water absorption, mechanical performances and viscoelastic behaviour*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2014. **61**: p. 1-12.
56. Ouajai, S. and R. Shanks, *Composition, structure and thermal degradation of hemp cellulose after chemical treatments*. Polymer degradation and stability, 2005. **89**(2): p. 327-335.
57. Drzal, L.T., P.J. Herrera-Franco, and H. Ho, *Fiber-matrix interface tests*. 2000.
58. Pickering, K.L., M.A. Efendy, and T.M. Le, *A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2016. **83**: p. 98-112.

59. Bénard, Q., M. Fois, and M. Grisel, *Roughness and fibre reinforcement effect onto wettability of composite surfaces*. Applied surface science, 2007. **253**(10): p. 4753-4758.
60. Liu, Z.T., et al., *Adjustable wettability of methyl methacrylate modified ramie fiber*. Journal of applied polymer science, 2008. **109**(5): p. 2888-2894.
61. Beckermann, G., *Performance of hemp-fibre reinforced polypropylene composite materials*. 2007, The University of Waikato.
62. Kim, J.-K. and Y.-W. Mai, *Engineered interfaces in fiber reinforced composites*. 1998: Elsevier.
63. Seki, Y., et al. *The influence of oxygen plasma treatment of jute fibers on mechanical properties of jute fiber reinforced thermoplastic composites*. in *Proceedings of the 5th international advanced technologies symposium (IATS'09)*. 2009.
64. Ragoubi, M., et al., *Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof*. Industrial Crops and Products, 2010. **31**(2): p. 344-349.
65. Cao, Y., S. Sakamoto, and K. Goda. *Effects of heat and alkali treatments on mechanical properties of kenaf fibers*. in *16th international conference on composite materials*. 2007.
66. Singh, B., M. Gupta, and A. Verma, *Influence of fiber surface treatment on the properties of sisal-polyester composites*. Polymer Composites, 1996. **17**(6): p. 910-918.
67. Rachini, A., et al., *Chemical modification of hemp fibers by silane coupling agents*. Journal of applied polymer science, 2012. **123**(1): p. 601-610.
68. Li, X., L.G. Tabil, and S. Panigrahi, *Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: a review*. Journal of Polymers and the Environment, 2007. **15**: p. 25-33.
69. MEDDAH, M., *Exploitation des fibres végétales sur les sites de Bousaâda comme élément de renforcement des matériaux composites*. Université de M'Sila-Mohamed Boudiaf.
70. Salah, A., *Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux Composites renforcés par des fibres de palmier*. 2016, Thèse de doctorat. Université du 8 Mai 1945 Guelma.
71. Rokbi, M. and H. Osmani. *L'effet des traitements de surface des fibres sur les propriétés mécaniques de composites Polyester-fibres Alfa*. in *CFM 2011-20ème Congrès Français de Mécanique*. 2011. AFM, Maison de la Mécanique, 39/41 rue Louis Blanc-92400 Courbevoie.
72. Moussaoui, N., et al., *Extraction and characterization of fiber treatment Inula viscosa fibers as potential polymer composite reinforcement*. Journal of Polymers and the Environment, 2021. **29**(11): p. 3779-3793.
73. Makri, H., et al., *Extraction and characterization of novel lignocellulosic fibers from Centaurea hyalolepis plant as a potential reinforcement for composite materials*. Journal of Composite Materials, 2023. **57**(21): p. 3317-3330.
74. BOUHEMAME, N., *Etude des matériaux composites à matrice polymère chargée par des fibres de Palmier Dattier*. 2021, Université Kasdi Merbah Ouargla.
75. Chamath, L., L. Srima, and G. Sewvandi, *Assessment of transverse thermal conductivity of coir fibre using experimental, analytical, and numerical methods*. Journal of the National Science Foundation of Sri Lanka, 2023. **51**(1).

76. Mohapatra, R., A. Mishra, and B.B. Choudhury, *Investigations on thermal conductivity of palm fibre reinforced polyester composites*. IOSR Journal of Mechanical and Civil Engineering, 2014. **11**(1): p. 48-52.
77. Agrawal, R., et al., *Effect of treatment on the thermal conductivity and thermal diffusivity of oil-palm-fiber-reinforced phenolformaldehyde composites*. Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics, 2000. **38**(7): p. 916-921.
78. Selmane, T., et al., *Hydrogeochemical processes and multivariate analysis for groundwater quality in the arid Maadher region of Hodna, northern Algeria*. Acta Geochimica, 2022. **41**(5): p. 893-909.
79. Jones, A.G., *Nomenclatural notes on Aster (Asteraceae)—III. The status of a. Sandwicensis*. Brittonia, 1984. **36**(4): p. 463-466.
80. Sathish, S., et al., *A review of natural fiber composites: Extraction methods, chemical treatments and applications*. Materials Today: Proceedings, 2021. **45**: p. 8017-8023.
81. Segal, L., et al., *An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer*. Textile research journal, 1959. **29**(10): p. 786-794.
82. Msahli, S., J. Ydrean, and F. Sakli, *Evaluating the fineness of Agave americana L. fibers*. Textile Research Journal, 2005. **75**(7): p. 540-543.
83. Rao, K.M.M., K.M. Rao, and A.R. Prasad, *Fabrication and testing of natural fibre composites: Vakka, sisal, bamboo and banana*. Materials & Design, 2010. **31**(1): p. 508-513.
84. DJEBLOUN, Y., *Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales*. 2018, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER BISKRA.
85. SAAIDIA, A., *Etude de l'influence de la résine polyester sur le comportement mécanique du composite à renfort en fibre de jute*. 2018.
86. Raouf KHALDOUNE, A. and M. Rokbi, *Extraction and characterization of novel natural fiber from Centaurea melitensis plant*. Journal of Composite Materials, 2023. **57**(5): p. 913-928.
87. Sultana, R.S., *Anatomical characteristics of stem and leaf in Euphorbia hirta L.* Plant, 2017. **5**(1): p. 9-12.
88. Belouadah, Z., A. Ati, and M. Rokbi, *Characterization of new natural cellulosic fiber from Lygeum spartum L.* Carbohydrate polymers, 2015. **134**: p. 429-437.
89. Mansour, R., A. Abdelaziz, and A. Fatima Zohra, *Characterization of long lignocellulosic fibers extracted from Hyphaene thebaica L. leaves*. Research Journal of Textile and Apparel, 2018. **22**(3): p. 195-211.
90. Wu, S., et al., *Surface structures of PAN-based carbon fibers and their influences on the interface formation and mechanical properties of carbon-carbon composites*. Composites part A: Applied science and Manufacturing, 2016. **90**: p. 480-488.
91. Widyasanti, A., L. Napitupulu, and A. Thoriq. *Physical and mechanical properties of natural fiber from Sansevieria trifasciata and Agave sisalana*. in IOP Conference Series: Earth and Environmental Science. 2020. IOP Publishing.
92. Ahmed, M.J., et al., *Characterization of Areva javanica fiber—A possible replacement for synthetic acrylic fiber in the disc brake pad*. Journal of Industrial textiles, 2019. **49**(3): p. 294-317.

93. Amutha, V. and B. Senthilkumar, *Physical, chemical, thermal, and surface morphological properties of the bark fiber extracted from acacia concinna plant*. Journal of Natural Fibers, 2021. **18**(11): p. 1661-1674.
94. Ahmed, J., et al., *A comprehensive physical, chemical and morphological characterization of novel cellulosic fiber extracted from the stem of Eleetaria cardamomum plant*. Journal of Natural Fibers, 2021. **18**(10): p. 1460-1471.
95. Saravana Kumaar, A., et al., *Physicochemical properties of new cellulosic fiber extracted from Carica papaya bark*. Journal of Natural Fibers, 2019. **16**(2): p. 175-184.
96. Moussaoui, N., et al., *The impact of physicochemical treatments on the characteristics of Ampelodesmos mauritanicus plant fibers*. Cellulose, 2023. **30**(12): p. 7479-7495.
97. Senthamaraikannan, P., et al., *Physico-chemical and thermal properties of untreated and treated Acacia planifrons bark fibers for composite reinforcement*. Materials Letters, 2019. **240**: p. 221-224.
98. Senthamaraikannan, P., et al., *Characterization of natural cellulosic fiber from bark of Albizia amara*. Journal of Natural Fibers, 2019.
99. Shanmugasundaram, N., I. Rajendran, and T. Ramkumar, *Characterization of untreated and alkali treated new cellulosic fiber from an Areca palm leaf stalk as potential reinforcement in polymer composites*. Carbohydrate Polymers, 2018. **195**: p. 566-575.
100. Yao, F., et al., *Thermal decomposition kinetics of natural fibers: activation energy with dynamic thermogravimetric analysis*. Polymer Degradation and Stability, 2008. **93**(1): p. 90-98.
101. Dalmis, R., *Description of a new cellulosic natural fiber extracted from Helianthus tuberosus L. as a composite reinforcement material*. Physiologia Plantarum, 2023. **175**(4): p. e13960.
102. Assanvo, E.F., et al., *Kinetic and thermodynamic study of composite with jute fiber as reinforcement*. 2023.
103. Henrique, M.A., et al., *Kinetic study of the thermal decomposition of cellulose nanocrystals with different polymorphs, cellulose I and II, extracted from different sources and using different types of acids*. Industrial Crops and Products, 2015. **76**: p. 128-140.
104. Boumediri, H., et al., *Extraction and characterization of vascular bundle and fiber strand from date palm rachis as potential bio-reinforcement in composite*. Carbohydrate polymers, 2019. **222**: p. 114997.
105. Ganapathy, T., et al., *Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fibres extracted from the aerial roots of banyan tree*. International Journal of Biological Macromolecules, 2019. **138**: p. 573-581.
106. Prithiviraj, M., et al., *Characterization of new natural cellulosic fiber from the Perotis indica plant*. International Journal of Polymer Analysis and Characterization, 2016. **21**(8): p. 669-674.
107. Madhu, P., et al., *Characterization of cellulosic fibre from Phoenix pusilla leaves as potential reinforcement for polymeric composites*. Journal of Materials Research and Technology, 2019. **8**(3): p. 2597-2604.
108. Nurazzi, N., et al., *Thermogravimetric analysis properties of cellulosic natural fiber polymer composites: A review on influence of chemical treatments*. Polymers, 2021. **13**(16): p. 2710.

109. Siakeng, R., et al., *Alkali treated coir/pineapple leaf fibres reinforced PLA hybrid composites: Evaluation of mechanical, morphological, thermal and physical properties*. Express Polymer Letters, 2020. **14**(8).
110. Abdal-Hay, A., et al., *Effect of diameters and alkali treatment on the tensile properties of date palm fiber reinforced epoxy composites*. International Journal of Precision Engineering and Manufacturing, 2012. **13**(7): p. 1199-1206.
111. Carvalho, K.C., et al., *Chemical modification effect on the mechanical properties of hips/coconut fiber composites*. BioResources, 2010.
112. Chengoue Mbouyap, A., et al., *Impact of Cultivation Area on the Physical, Chemical, and Mechanical Properties of Banana Pseudo-Stems Fibers in Cameroon*. Journal of Natural Fibers, 2023. **20**(2): p. 2198274.
113. Albayrak, D., et al., *Exploration of alternative cellulosic natural fiber from the stem of Malva sylvestris*. Journal of Natural Fibers, 2022. **19**(16): p. 12614-12631.
114. Keskin, O.Y., et al., *Extraction and characterization of cellulosic fiber from Centaurea solstitialis for composites*. Cellulose, 2020. **27**: p. 9963-9974.
115. Makri, H., et al., *Extraction and characterization of novel lignocellulosic fibers from Centaurea hyalolepis plant as a potential reinforcement for composite materials*. Journal of Composite Materials, 2023: p. 00219983231184020.
116. Lamia, B., et al., *New cellulosic fibre from Spathes of male date for lightweight composite materials: extraction and characterization*. Journal of Materials Research and Technology, 2023. **24**: p. 5361-5371.
117. Meddah, M., M. Rokbi, and M. Zaoui, *Extraction and characterization of novel natural lignocellulosic fibers from Malva sylvestris L.* Journal of Composite Materials, 2023. **57**(5): p. 897-912.
118. Bezazi, A., et al., *Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of Agave americana L. natural fibres*. Composites Part B: Engineering, 2014. **66**: p. 194-203.
119. Sreenivasan, V., et al., *Microstructural, physico-chemical and mechanical characterisation of Sansevieria cylindrica fibres—An exploratory investigation*. Materials & Design, 2011. **32**(1): p. 453-461.
120. Thomason, J. *The influence of fibre cross section shape and fibre surface roughness on composite micromechanics*. in Micro. 2023. MDPI.
121. Vijay, R., et al., *Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fibers from Tridax procumbens*. International journal of biological macromolecules, 2019. **125**: p. 99-108.
122. Hamizol, M.S. and P.S.M. Megat-Yusoff, *Tensile strength of single continuous fiber extracted from mengkuang leaves*. Jurnal Teknologi (Sciences & Engineering), 2015. **76**(3).
123. Baley, C., et al., *Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2012. **43**(8): p. 1226-1233.
124. BELAADI, A., *ELABORATION ET CARACTERISATION DES MATERIAUX BIOCOMPOSITES*. 2015.
125. Fiore, V., T. Scalici, and A. Valenza, *Characterization of a new natural fiber from Arundo donax L. as potential reinforcement of polymer composites*. Carbohydrate polymers, 2014. **106**: p. 77-83.

126. González, M.G., J.C. Cabanelas, and J. Baselga, *Applications of FTIR on epoxy resins-identification, monitoring the curing process, phase separation and water uptake*. Infrared spectroscopy-materials science, engineering and technology, 2012. 2: p. 261-284.
127. Maxwell, J.C., *A treatise on electricity and magnetism*. Vol. 1. 1873: Clarendon press.
128. Rayleigh, L., *LVI. On the influence of obstacles arranged in rectangular order upon the properties of a medium*. The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science, 1892. 34(211): p. 481-502.
129. Dénes, T.-O., et al., *Natural fibre composite panels for thermal insulation of buildings: a review*. 2019.