

Université Mohamed Khider – Biskra
Faculté des Sciences et de la technologie
Département : Génie Mécanique
Réf :.....



جامعة محمد خيضر بسكرة
كلية العلوم والتكنولوجيا
قسم: الهندسة الميكانيكية
المرجع:.....

Thèse présentée en vue de l'obtention
Du diplôme de
Doctorat en sciences : Génie Mécanique

Spécialité (Option) : Génie Mécanique

**EFFET DE LA FIBRE BIO SUR LE
COMPORTEMENT MECANIQUE DES MATERIAUX
COMPOSITES**

Présentée par :

TOUAM Lakhemissi

Soutenue publiquement le 27 mars 2022

Devant le jury composé de :

Dr. GUERIRA Belhi	Maitre de Conférences 'A'	Président	Université de Biskra
Dr. DERFOUF Semcheddine	Professeur	Rapporteur	Université de Batna2
Dr. BELGHAR Nouredine	Professeur	Examinateur	Université de Biskra
Dr. BENBOUTA Rachid	Professeur	Examinateur	Université de Batna2
Dr. GUERRAH Ayoub	Maitre de Conférences 'A'	Examinateur	Université d'El oued

Dédicace

Dédicace

◆ *A la mémoire de ma mère, mes grands-parents et mes oncles.*

« Que Dieu vous accorde sa miséricorde »

A mon père : l'expression de ma gratitude et de ma profonde affection

◆ *A ma belle-mère*

◆ *A mon épouse*

◆ *A ma fille Manar et mon fils Dhia Eddine*

◆ *A mes frères et sœurs, à mes beaux-frères et belles-sœurs, à mes nièces
et neveux*

◆ *A toute la famille Touam*

◆ *A tous mes amis Je dédie ce modeste travail*

Je dédie ce modeste travail.

Remerciements

Remerciement

Tout d'abord je remercie mon DIEU le tout puissant pour tout ce qui m'a donné pour accomplir ce modeste travail,

Je tiens à remercier mon directeur de thèse Pr : **Semcheddine DERFOUF**, qui m'a tout d'abord aidé à réaliser cette thèse, je le remercie pour ses conseils, encouragements et correction tout au long de ce travail.

Je remercie l'ensemble des membres du jury :

Dr. GUERIRA Belhi pour m'avoir fait l'honneur d'accepter de présider ce jury.

Pr. BELGHAR Noureddine, Pr. BENBOUTA Rachid et **Dr. GUERRAH Ayoub** qui m'ont fait l'honneur de bien vouloir examiner avec attention ma thèse et de l'avoir commentée.

Je remercie également les différents personnels du département de Génie Mécanique de l'université de Biskra, et notamment **Dr. GUERIRA Belhi**, qui m'a permis d'accéder au laboratoire pour les différentes techniques expérimentales.

Je tiens par ailleurs à remercier le **Pr Abdecharif BOUMAZA** université de Khenchela pour l'intérêt qu'il a porté à mes travaux de recherche, en particulier la spectrométrie infrarouge.

Je tiens également à remercier les personnels techniques du laboratoire LGM de l'université de Biskra.

Mes remerciements vont aussi à Monsieur GASMI Brahim, Ingénieur et responsable du MEB et la DRX à l'université Mohamed KHIDER de BISKRA.

Résumé

المخلص

تستخدم المواد المركبة المدعمة بالألياف النباتية في العديد من الميادين كالتغليف، البناء والصناعة. تم اختبار السلوك الميكانيكي للمواد المركبة من ألياف نبات الديس واللوفة الخام والمعالجة عند الشد والانحناء والصلابة. لقد درسنا نباتات الديس واللوفة على شكل ألياف قصيرة كتعزيز للبوليستر. أولاً تمت معالجة الألياف باستخدام هيدروكسيد الصوديوم، ثم تم اعداد قطع اختبار الشد والانحناء وصلابة برينل للمواد المركبة من الألياف الخام والمعالجة. تم استخدام مجهر المسح الإلكتروني والتحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء لتحويل فوربييه لمعرفة تأثير العلاج على مكونات الألياف. تم إجراء الاختبارات المختلفة على المركبات ذات المحتوى المختلف من الألياف الخام والمعالجة مما أدى إلى تحسن كبير في الخصائص الميكانيكية للمادة المركبة. يكمن عملنا في اختبار السلوك الميكانيكي للمواد المركبة من ألياف نبات الديس واللوفة الخام والمعالجة وبنسب مختلفة؟

Résumé

L'impact économique et écologique encourage et même incite tout le monde au développement et l'utilisation des matériaux régénérables.

Les matériaux composites renforcés par des fibres végétales sont utilisés dans plusieurs domaines de l'emballage, le bâtiment et l'industrie.

Le comportement mécanique des matériaux composite à base de différentes fibre de Diss et Luffa bruts et traités a été testé à la traction, flexion trois points et à la dureté Brinell.

Nous avons valorisez les plantes de Diss et Luffa sous forme de fibres courtes en tant que renfort dans une matrice polyester. En premier lieu on a traité les fibres à la NaOH, puis on a élaboré des éprouvettes de traction, flexion et dureté Brinell des composites à base de fibres bruts et traités.

Les effets du traitement sur les constituants des fibres ont été caractérisé par observation au Microscope électronique à balayage et par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTR).

Les différents essais sont effectués sur des composite à différents teneur en fibres bruts et traités portent une amélioration considérable des caractéristiques mécaniques du matériau composite.

Notre travail consiste à la caractérisation d'un matériau composite à différent taux volumique de fibre végétale de Diss et Luffa traités et bruts.

Abstract

The economic and ecological impact encourages and even encourages everyone to develop and use renewable materials.

Composite materials reinforced with plant fibers are used in several areas of packaging, construction and industry.

The mechanical behavior of composite materials based on various raw and treated Diss and Luffah fibers has been tested at tensile, three-point bending and Brinell hardness.

We have valued the plants of Diss and Luffa in the form of short fibers as reinforcement in a polyester matrix. First, the fibers were treated with NaOH, and then tensile, bending and Brinell hardness test pieces were developed for composites based on raw and treated fibers.

The effects of the treatment on the constituents of the fibers were characterized by observation with a scanning electron microscope and by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR).

The various tests are carried out on composites with different raw fiber content and treated bring a considerable improvement in the mechanical characteristics of the composite material.

Our work consists of the characterization of a composite material with different volume ratio of plant fiber of treated and raw Diss and Luffa.

Sommaire

Sommaire

Dédicace	ii
Remerciement.....	iii
ملخص.....	iv
Résumé.....	v
Abstract.....	vi
Liste des abréviations.....	XII
Liste des figures.....	xiii
Liste des tableaux.....	xvi
Introduction.....	1
Chapitre I : Etude bibliographique.....	3
I.1. Matériaux composites.....	3
Généralités.....	3
I.1.1. Définition.....	3
I.1.2. Hypothèse d'un comportement élastique linéaire en traction des fibres, matrice et composite	4
I.1.3. Classification des matériaux composites.....	5
I.1.3.1. Classification selon la matrice.....	5
I.1.3.2. Classification selon le renfort.....	6
I.1.3.2.1. Selon la nature du renfort.....	6
I.1.3.2.2. Selon la forme du renfort.....	7
I.2. Les Bio-composites.....	8
I.2.1. Définition.....	8

I.2.2. Les fibres végétales comme renfort.....	8
I.2.2.1. Structure chimique des fibres végétales.....	11
I.2.2.1.1. La cellulose.....	11
I.2.2.1.2. Hémicellulose.....	12
I.2.2.1.3. Lignine.....	13
I.2.2.1.4. Pectine.....	13
I.2.2.2. Méthodes d'extraction.....	15
I.2.2.2.1. Extraction mécanique.....	15
I.2.2.2.2. Extraction chimique.....	15
I.2.2.2.3. Extraction biologique (Enzymatique).....	15
I.2.3. La matrice.....	16
I.2.3.1. Les thermoplastiques.....	16
I.2.3.2. Les thermodurcissables.....	17
I.3. Résine Polyester.....	17
I.4. Présentation des matériaux végétaux.....	18
I.4.1. Plante de Diss.....	18
I.4.2. Plante de Luffa.....	18
I.4.2.1. Morphologie de Luffa cylindrica.....	19
I.5. Synthèse des Travaux antérieurs réalisés.....	20
I.5.1. Conclusion de la synthèse des travaux réalisés.....	27
Chapitre II : Etude expérimentale.....	28
II.1. Matériaux.....	28

II.1.1. Préparation du matériau composite.....	28
II.1.1.1. La matrice.....	28
II.1.1.2. Le renfort.....	29
II.1.1.2.1. Préparation des fibres de Diss.....	29
II.1.1.2.2. Traitement des fibres.....	30
II.2. Caractéristiques physiques.....	31
II.2.1. Densité.....	31
II.2.2. Composition chimique des fibres végétales.....	33
II.2.3. Observation au microscope électronique à balayage (MEB).....	33
II.2.4. Spectrométrie infrarouge (IR).....	34
Introduction.....	34
II.2.4.1. La technique spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)	34
II.2.4.2. Mode opératoire et accessoires de spectroscopie FTIR.....	35
II.3. Caractérisations mécaniques.....	37
II.3.1. Confection des éprouvettes.....	37
II.3.2. Essai de traction.....	40
II.3.3. Essai de flexion trois points.....	41
II.3.4. Essai de dureté.....	42
Chapitre III : Résultats et discussions.....	45
III.1. Propriétés physiques.....	45
III.1.1. Les constituants chimiques des fibres de Diss et de Luffa.....	45

III.1.2. Densité des fibres de Diss et de Luffa.....	45
III.1.3. Observations au microscope électronique à balayage (MEB).....	46
III.1.4. Analyses des fibres par spectroscopie EDX au MEB.....	49
III.1.5. Analyses spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) des fibres de Diss brut et traité chimiquement.....	48
III.2. Propriétés mécaniques.....	51
III.2.1. Essai de traction.....	51
III.2.1.1. Composite à base de fibres de Diss.....	51
III.2.1.2. Composite à base de fibre de Luffa.....	58
III.2.2. Flexion 3 points.....	64
III.2.2.1. composites à base de fibres de Diss.....	64
III.2.2.2. composites à base de fibres de Luffa.....	69
III.2.3. Faciès de rupture.....	74
III.2.4. Dureté Brinell.....	75
III.2.4.1. Dureté Brinell du composite à base de fibre de Diss.....	75
III.2.4.2. Dureté Brinell du composite à base de fibres de Luffa.....	79
III.2.4.3. Discussion des résultats de la dureté.....	80
III.2.5. Relation entre dureté Brinell et propriétés mécaniques de traction du Composite.....	81
Conclusion et perspective.....	87
Références.....	88

Liste des abréviations

ABRÉVIATIONS

ABS	Acrylonitrile butadiène styrène
AF	Alcool furfurylique
BMLC	Biomasse lignocellulosique
CFDNT	Composite à fibres de Diss non traité
CFDT	Composite à fibres de Diss traité
CFLNT	Composite à fibres de Luffa non traité
CFLT	Composite à fibres de luffa traité
CMC	Les composites à matrice céramique
CMM	Les composites à matrice métallique
CMO	Les composites à matrice organique
d	Diamètre de l'empreinte (mm)
D	Diamètre de la bille (mm)
DRX	Diffraction des Rayons X
<i>f</i>	Force appliquée (N)
FDT	Fibre de Diss traité
FDNT	Fibre de Diss non traité
FLT	Fibre de Luffa traité
FLNT	Fibre de Luffa non traité
FTIR	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
HB	Dureté Brinell
JM	Jujubier de Maurice

LCF	Composite à fibre Luffa
L	Différence de Lecture sur le microscope
L_MAX	Lecture maximale sur le microscope
L_MIN	Lecture minimale sur le microscope
MAH	Anhydride maléique
M_f	Masse des fibres
M_m	Masse de la matrice
PBS	Poly (butylène succinate)
PC	Polycarbonate
PP	Polypropylène
Ppo	Polyoxyphénylène (poly-oxyde de phénylène)
PPS	Polysulfure de phénylène
t	Temps en s
v_f	Volume de fibres
v_m	Volume de la matrice

Liste des figures

Chapitre I : Etude bibliographique		Page
Figure I.1	Représentation d'un matériau composite	3
Figure.I.2	Constituants d'un matériau composite	3
Figure.I.3	Courbes du Comportement élastique linéaire en traction pour les fibres, la matrice et le composite a) Déformation à rupture fibre égale à la déformation à rupture composite (b) Déformation à rupture matrice égale à la déformation à rupture composite	4
Figure I.4	Classification des matériaux composites selon la matrice.....	6
Figure I.5	Classification du matériau composite selon la nature du renfort.....	7
Figure I.6	Classification des matériaux composite selon la forme du renfort.....	8
Figure I.7	Origine des fibres végétales.....	10
Figure I.8	Structure schématique d'une fibre de biomasse lignocellulosique...	11
Figure I.9	Molécule de la cellulose.....	12
Figure I.10	Structure d'un type de xyloglucane.....	12
Figure I.11	Les trois alcools principaux qui constituent de la lignine	13
Figure I.12	Exemple de structure d'une chaîne de pectine (acide polygalacturonique).....	14
Figure I.13	Les différentes Techniques d'extraction des fibres végétales	16
Figure I.14	Structures moléculaires des polymères (a) Thermoplastique (b) Thermodurcissable	17
Figure I.15	(a) La plante de Diss (b) Parasol en feuille de la plante Diss.....	18
Figure I.16	(a) Plante de Luffa cylindrique ; (b) éponge de luffa avec cortex et (c) une éponge de la plante Luffa	19
Figure I.17	Géométriques de la Luffa : (a) différentes régions de Luffa (b) orientation des cordons de la partie interne (c) orientation des cordons de la partie externe (d) orientation des cordons de la partie intermédiaire	20
Figure I.18	Courbes de l'influence de l'acétylation des fibres de lin sur les propriétés de traction des composites.....	22
Figure I.19	Courbes de l'influence de l'acétylation des fibres de lin sur les propriétés de flexion des composites.....	22

Figure I.20	Courbes de l'effet de la modification de surface des fibres de Jute sur : (a) la contrainte à rupture en traction, (b) le module d'élasticité en traction.....	23
Figure I.21	Courbes de l'effet de la modification de surface et la teneur en fibre de Jute sur les Biocomposites PBS/jute : (a) la résistance à la flexion et (b) module de flexion.....	23
Figure I.22	Courbe de la dureté des composites en fonction de la concentration en fibres	24
Figure I.23	Diagramme en bâtons de : (a) Résistance à la flexion des composites époxy LCF à simple, double et triple couche non traités. (b) Effet de la concentration de la NaOH sur la résistance à la flexion du Composite époxy LCF. (c) Résistance à la flexion du composite époxy LCF à double couche pour 0, 2, 4 et 6heures de traitement alcalin.....	25
Figure I.24	Diagramme en bâtons des propriétés mécaniques de l'époxy pur et des différent composites : - Composites à luffa non traités (Unt LC) - Composites à luffa traités aux alcalis (Alk LC) - Composites à luffa greffés à l'alcool furfurylique (LC greffé FA) (a) Résistance à la traction (b) Module d'élasticité	26
Figure I.25	Effet de la fraction volumique des fibres de Diss sur : (a) Résistance à la traction (b) module d'Young	27
Chapitre II : Etude expérimentale		
Figure II.1	Photos de la plante de Diss et de la plante de Luffa (a). Diss en abondance (b). Plante de Diss (c). Feuille de Diss (d). La Luffa.....	29
Figure II.2	Processus de préparation des fibres de Diss : a-Plante de Diss b- Tiges de Diss lavées c- Diss découpé non traité d- Fibres de Diss dans un bac contenant de la NaOH e- Fibres de Diss traitées à l'NaOH.....	30
Figure II.3	Processus de préparation des fibres de Luffa (a) La Luffa (b) Bandes coupées de la Luffa lavées (c) La Luffa découpé non traitée (d) Fibres de la Luffa traitées.....	31
Figure II.4	Mesure de la densité par la méthode d'Archimède.....	32

Figure II.5	Instruments de caractérisation (a) Métalliseur utilisé (b) microscope électronique à balayage	33
Figure II.6	(a) Mortier en agath (b) Moule pour pastille (c) Spatule (d) Presse hydraulique (Pastilleuse (e)Porte pastille.....	36
Figure II.7	a- Placement de la pastille dans le spectro-FTIR b- Placement de la pastille dans le spectro-FTIR (agrandissement) c- Le spectro-IRTF PerkinElmer-Frontier.....	36
Figure II.8	Confection du moule (a) Moule pour éprouvette de traction en silicone (b) Moule pour éprouvette de flexion en silicone	37
Figure II.9	Eprouvette de traction : (a) résine pure (b) Biocomposites à 10% de FNT c) Bio-composites à 10% de FT (d) Bio-composites à 5% de FNT (e) Bio-composites à 05% de FT.....	39
Figure II.10	Caractéristiques géométrique de l'éprouvette de traction.....	40
Figure II.11	Machine de traction Instron 5969. (a) montage général, (b) éprouvette entre les mors de la machine.....	41
Figure II.12	Éprouvette à base de résine Polyester/ Diss traité chimiquement rompue.....	41
Figure II.13	Dimensions de l'éprouvette de flexion3 points.....	42
Figure II.14	Eprouvettes de flexion.....	42
Figure II.15	Eprouvettes pour l'essai de Dureté.....	43
Figure II.16	Duromètre HBRV-187.5.....	44
Figure II.17	Exemple de lecture.....	44
Chapitre III : Résultats et discussions		
Figure III.1	Micrographies MEB de Feuille de Diss.....	46
Figure III.2	Micrographies MEB en vue longitudinale de la fibre de Diss à son état brut.....	47
Figure III.3	Micrographies MEB en vue longitudinale de la fibre de Diss après traitement par l'NaOH.....	47
Figure III.4	Analyse EDX (a) fibres traité chimiquement (b) fibres non traité..	48
Figure III.5	Spectres FTIR du Diss non traité et traité chimiquement.....	50
Figure III.6	Courbe type contrainte déformation FDT.....	52

Figure III.7	Courbe contrainte déformation Résine Polyester pure et composite de même fraction volumique 05% de FDNT et FDT.....	52
Figure III.8	Courbe contrainte déformation : Résine Polyester pure et composite de même fraction volumique 20% de FDNT et FDT	52
Figure III.9	Courbe contrainte déformation : Résine Polyester pure et composites à différents formulation en FDNT.....	53
Figure III.10	Courbe contrainte déformation : Résine Polyester pure et composites à différents formulation en FDNT.....	53
Figure III.11	Courbe de la variation du module d'Young en fonction du taux de FDNT.....	54
Figure III.12	Courbe de la variation de la contrainte en fonction du taux de FDNT.....	55
Figure III.13	Courbe de la variation du module d'Young en fonction du taux de FDT.....	56
Figure III.14	Courbe de la variation de la contrainte en fonction du taux de FDT.....	56
Figure III.15	Diagramme en bâtons de la comparaison de l'évolution de la contrainte à la rupture en fonction de la fraction volumique en fibres de Diss non traité et traité chimiquement.....	57
Figure III.16	Diagramme en bâtons de la comparaison de l'évolution du Module de Young en fonction de la fraction volumique en fibres de Diss non traité et traité chimiquement.....	58
Figure III.17	Courbe de contrainte déformation : Résine Polyester pure et composites à différents formulation en FLNT.....	59
Figure III.18	Courbe de contrainte déformation : Résine Polyester pure et composites à différents formulation en FLT.....	59
Figure III.19	Courbe de la variation du Module d'Young en fonction du taux de FLNT.....	60
Figure III.20	Courbe de la variation de la contrainte à la rupture en fonction du taux de FLNT.....	61
Figure III.21	Courbe de la variation du Module d'Young en fonction du taux de FLNT.....	62

Figure III.22	Courbe de la variation de la contrainte à rupture en fonction du taux de FLT.....	62
Figure III.23	Comparaison de l'évolution du module d'Young en fonction de la fraction volumique en fibres de Luffa non traité et traité chimiquement	63
Figure III.24	Diagramme en Bâtons de la comparaison de l'évolution du module d'Young en fonction de la fraction volumique en fibres de Luffa non traité et traité chimiquement.....	64
Figure III.25	Courbes contrainte déformation de l'essai de flexion 3 points des CFDNT.....	65
Figure III.26	Courbes contrainte déformation de l'essai de flexion 3 points des CFDT.....	65
Figure III.27	Courbe de l'évolution du module de Young en fonction de la fraction volumique CFDNT.....	66
Figure III.28	Courbe de l'évolution de la contrainte à rupture en fonction de la fraction volumique CFDNT	66
Figure III.29	Courbe de l'évolution du module de Young en fonction de la fraction volumique CFDT.....	67
Figure III.30	Courbe de l'évolution de la contrainte à rupture en fonction de la fraction volumique du CFD.....	67
Figure III.31	Diagramme en Bâtons de la comparaison des évolutions du module d'Young en fonction de la fraction volumique en fibres de Diss non traité et traité chimiquement (CFDT et CFDNT).....	68
Figure III.32	Diagramme en Bâtons de la comparaison des évolutions de la contrainte à rupture en fonction de la fraction volumique en fibres de Diss non traité et traité chimiquement (CFDT et CFDNT).....	69
Figure III.33	Courbes contrainte déformation essais de flexion 3 points des CFLNT.....	70
Figure III.34	Courbes contrainte déformation essais de flexion 3 points des CFLT à différentes fractions volumiques.....	70
Figure III.35	Courbe de l'évolution du module de Young en fonction de la fraction volumique du CFLNT.....	71

Figure III.36	Courbe de l'évolution de la contrainte à rupture en fonction de la fraction volumique du CFLNT.....	71
Figure III.37	Courbe de l'évolution du module de Young en fonction de la fraction volumique du CFLT.....	72
Figure III.38	Courbe de l'évolution de la contrainte à rupture en fonction de la fraction volumique du CFLT.....	72
Figure III.39	Diagramme en Bâtons de la comparaison des évolutions du Module d'Young en fonction de la fraction volumique en fibres de Luffa traité et non traité (CFLNT et CFLT).....	73
Figure III.40	Diagramme en Bâtons de la comparaison des évolutions de la contrainte à rupture en fonction de la fraction volumique en fibres de Luffa traité et non traité.....	73
Figure III.41	Faciès de rupture (a), (b) et (c) Faciès après rupture des éprouvettes à FNT (d) Faciès après rupture des éprouvettes à FT (e) Faciès après rupture des éprouvettes à FDNT et FDT.....	74
Figure III.42	Éprouvette après essai de traction.....	75
Figure III.43	Courbe de la variation de la dureté Brinell avec la fraction volumique des FDT.....	78
Figure III.44	Courbe de la variation de la dureté Brinell avec la fraction volumique des FDNT.....	78
Figure III.45	Diagramme en Bâtons de la comparaison des évolutions de la dureté en fonction des fractions volumique des FDNT et FDT.....	78
Figure III.46	Courbe de la variation de la dureté Brinell avec la fraction volumique des FLNT.....	79
Figure III.47	Courbe de la variation de la dureté Brinell avec la fraction volumique des FLT.....	80
Figure III.48	Diagramme en Bâtons de la comparaison des évolutions de la dureté en fonction des fractions volumique des FLNT et FLT	80
Figure III.49	Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et du module d'Young du CFDNT	82
Figure III.50	Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et de la contrainte à rupture du CFDNT.....	83

Figure III.51	Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et du module d'Young du CFDT.....	84
Figure III.52	Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et la contrainte à rupture du CFDT.....	84
Figure III.53	Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et du Module d'Young du CFLNT.....	85
Figure III.54	Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et de la contrainte à rupture du CFLNT.....	86
Figure III. 55	Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et du module d'Young du CFLT	87
Figure III.56	Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et de la contrainte à rupture du CFLT	87

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Chapitre I : Etude bibliographique		Page
Tableau I.1	Composition chimique de quelques fibres naturelles courantes.....	14
Tableau I.2	Résistance chimique des résines polyester.....	17
Tableau I.3.	Effet de la concentration du NaOH sur les propriétés mécaniques et la cristallinité de la fibre de raphia	20
Tableau I.4.	Propriétés mécaniques des fibres de Luffa non traitées et traitées chimiquement	26
 Chapitre II : Etude expérimentale		
Tableau II.1	Comparaison des densités de quelques fibres végétales et synthétiques.....	31
 Chapitre III : Résultats et discussion		
Tableau III.1	Les constituants chimiques des fibres de Diss et Luffa.....	45
Tableau III.2	Densités des fibres de Diss et Luffa.....	45
Tableau III.3	Résultats d'analyse EDX pour les fibres Diss non traité.....	48
Tableau III.4	Résultats d'analyse EDX pour les fibres Diss traité.....	49
Tableau III.5	Valeurs moyennes des résultats des essais de traction sur des composites renforcées des fibres de Diss non traité.....	54
Tableau III.6	Valeurs moyennes des résultats des essais de traction sur des composites renforcées des fibres de Diss traité.....	55
Tableau III.7	Valeurs moyennes des résultats des essais de traction sur des composites renforcées des fibres de Luffa non traité.....	60
Tableau III.8	Valeurs moyennes des résultats des essais de traction sur des composites renforcées des fibres de Luffa traité.....	61
Tableau III.9	Valeurs moyennes des résultats des essais de flexion sur des composites renforcées des fibres de Diss non traité.....	65
Tableau III.10	Valeurs moyennes des résultats des essais de flexion sur des composites renforcées des fibres de Diss traité.....	67
Tableau III.11	Valeurs moyennes des résultats des essais de flexion sur des composites renforcées des fibres de Luffa non traité.....	69

Tableau III.12	Valeurs moyennes des résultats des essais de flexion sur des composites renforcées en fibres de Luffa trait.....	71
Tableau III.13	Exemple de Valeur de dureté Brinell calculé et donnée directement par des tableaux de dureté Brinell.....	75
Tableau III.14	Résultats de la dureté Brinell moyenne du composite à 25% de FDT.....	76
Tableau III.15	Valeurs moyennes des duretés CFDT et CFDNT à différents fraction volumiques.....	77
Tableau III.16	Valeurs moyennes des résultats des essais de dureté sur des composites renforcées des FLT et FLNT.....	79
Tableau III.17	Récapitulatif des résultats des différents essais de traction et dureté Brinell sur les CFDNT	81
Tableau III.18	Récapitulatif des résultats des différents essais de traction et dureté Brinell sur les CFDT.....	83
Tableau III.19	Récapitulatif des résultats des différents essais de traction et dureté Brinell sur les CFLNT	85
Tableau III.20	Récapitulatif des résultats des différents essais de traction et dureté Brinell sur les CFLT.....	86

Introduction

Introduction

Actuellement la préservation de l'environnement et l'utilisation des ressources renouvelables sont les souhaits de tout le monde. Bien que les matériaux composites à renforts synthétiques présentent de meilleures propriétés mécaniques mais aussi des inconvénients notables comme le coût élevé et le non biodégradabilité et en conséquence la pollution de l'environnement.

La disponibilité des ressources naturelle renouvelable peut être une solution pour la production des produits durables, sains et moins coûteux.

L'utilisation des fibres végétales comme renfort des matériaux composites qui subissent de faibles à moyenne sollicitations dans plusieurs domaines comme la fabrication des différents produits citant le papier, les tissus, textiles, cordages, les composites polymères, ameublement,... Et par conséquent des industries et marché sont manifestés, par exemple les principaux producteurs de fibres de sisal sont le Brésil (120000 tonnes), la Tanzanie (30000 tonnes) et le Kenya (25000 tonnes). Le Brésil exporte environ 100000 tonnes de fibres brutes et de produits manufacturés, en particulier le Kenya exporte environ 20 000 tonnes et la Tanzanie 15 000 tonnes vers les États-Unis. La Chine est également un important producteur et consommateur [1].

Plusieurs travaux ont pris en charge l'utilisation des fibres végétales dans les matrices organiques (thermoplastique, thermodurcissable) ou dans des matrices cimentaires on peut citer pour la fibre Diss [2,3], Alfa (Halfa) [4], kénaf [5-7], Lin [8,9], Jute [10], Palmier dattier [11,12], Agave [13,14], feuille d'ananas [15,16], Sisal [17] et Luffa [18 - 21]

Les propriétés mécaniques des matériaux composites à base de fibres végétales dépendent de plusieurs facteurs citons : le dosage en fibre c.à.d. le taux de fibre dans le matériau composite, la longueur et l'orientation de ces fibres et les conditions de mise en œuvre [22-26].

Le traitement des fibres végétales améliore considérablement aussi les caractéristiques mécaniques du matériau composite en éliminant une grande quantité des composants non cellulosiques en particulier la pectine, l'hémicellulose, lignine et la cire recouvrant la surface externe de ces dernières. Les surfaces des fibres deviennent propres et rugueuse, avec une réduction des diamètres [27-29]. Dans cette étude les composites utilisés sont une résine polyester renforcé par des fibres de Diss et d'autre par des fibres de Luffa cylindrica. Les composites ont été caractérisé par divers types d'essais mécaniques afin d'évaluer leurs performances.

Cette thèse est répartie en trois chapitres :

Le premier chapitre est une étude bibliographique présentant un aperçu sur les matériaux composites et leurs constituants, la morphologie et la composition biologique des fibres végétaux et enfin une revue des recherches antérieures afin de situer notre étude par rapport à ces dernières.

Le second chapitre regroupe les matériaux utilisés dans notre travail ainsi que les différentes méthodes expérimentales utilisées à la caractérisation mécanique et physique des matériaux composites.

Le troisième chapitre est consacré à la présentation et discussion des résultats de la recherche obtenus à partir des différents essais menés au deuxième chapitre.

Enfin on a achevé notre travail par une conclusion générale et des perspectives qui rassemblent les principaux résultats et leurs interprétations.

Chapitre I : Etude bibliographique

Chapitre I : Etude bibliographique

I.1 Matériaux composites

Généralités

L'utilisation des matériaux composites n'est pas une nouveauté, Depuis l'antiquité l'homme a associé deux matériaux différents ou plus de sorte que le matériau obtenu aie des propriétés meilleures que les constituants individuelles. Par exemple il a utilisé le bois et torchis (mélange d'argile et paille ou fibres végétales) pour la construction, fabrication des armes comme les arcs mongols constituer d'assemblage de cornes et bois pour la partie courbé et tendons de bœufs pour la corde, le sabre japonais dont la lame est un assemblage d'acier et fer doux [30].

I.1.1 Définition

Un matériau composite est un matériau constitué d'au moins deux matériaux : le renfort comme matériau résistant et la matrice de résistance plus faible dont le rôle est la transmission des sollicitations aux fibres et la conservation de leur disposition géométrique. [30].

Pour apporter ou modifier certaine propriété du matériau composite comme la coloration, isolation, propriétés mécaniques, ... des additifs ou des charges sont ajoutés (**Figure 1 et 2**)

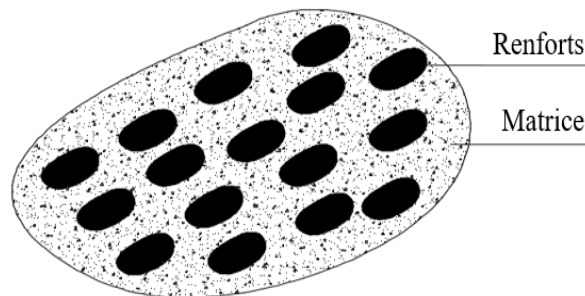


Figure I.1. Représentation d'un matériau composite

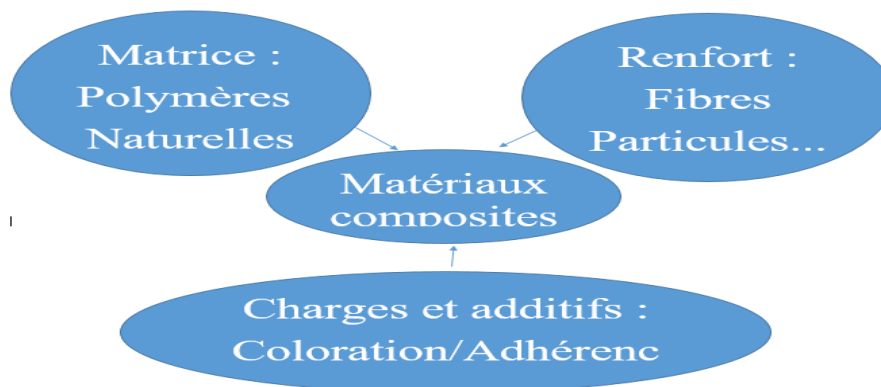


Figure.I.2. Constituants d'un matériau composite

I.1.2 Hypothèse d'un comportement élastique linéaire en traction des fibres, matrice et composite unidirectionnel

La résistance des fibres est supérieure à celle de la matrice, en conséquence pour que la matrice bénéficie du renfort, il est toujours souhaitable d'avoir la déformation à rupture du composite égale à celle des fibres (**Figure I.3**)

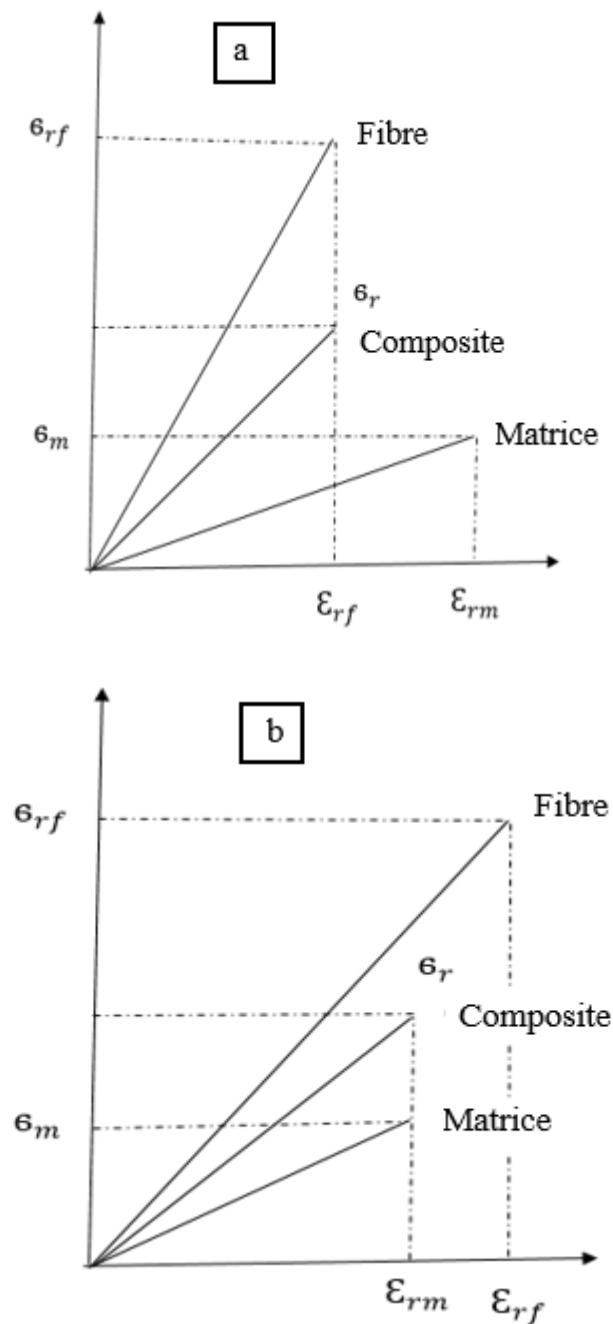


Figure.I.3. Courbes du comportement élastique linéaire en traction pour les fibres, la matrice et le composite. (a) Déformation à rupture fibre égale à la déformation à rupture composite
(b) Déformation à rupture matrice égale à la déformation à rupture composite [31]

La **Figure I.3.a** illustre la déformation à rupture de la fibre égale à la déformation à rupture du composite, c'est-à-dire la rupture des fibres entraîne la rupture du composite. Alors que la **Figure I.3.b** indique que la déformation à rupture de la matrice égale à la déformation à rupture du composite, donc la rupture de la matrice entraîne celle du composite.

I.1.3 Classification des matériaux composites

Les matériaux composites sont classés en générale par rapport aux constituants : matrice et renfort.

I.1.3.1 Classification selon la matrice

Les principales classifications suivant les constitutions de la matrice on trouve (**Figure I.4**) :

- Les composites à matrice organique (CMO) : regroupent en générale les matrices thermoplastiques, thermodurcissables et les élastomères renforcés par des fibres de carbone, de verre ou d'aramide
- Les composites à matrice métallique (CMM) : La résine est un métal léger tel que le magnésium, l'aluminium ou le titane.
- Les composites à matrice céramique (CMC) : La résine est une matrice métallique utilisé pour les applications de hautes température.

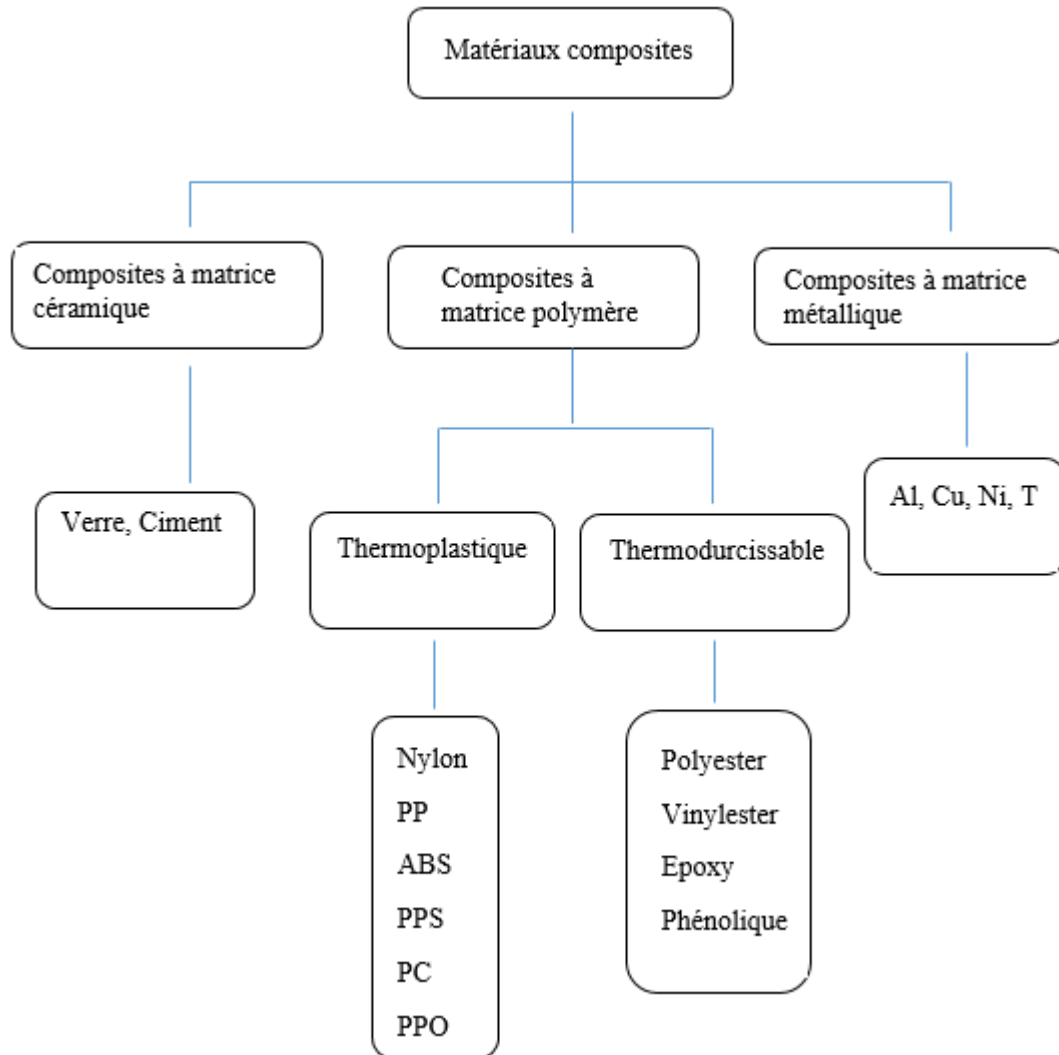


Figure I.4. Classification des matériaux composites selon la matrice [32,33].

I.1.3.2 Classification selon le renfort

Les matrices des matériaux composites sont renforcées par différents types de renforts qu'on peut classer en deux catégories selon la nature et la forme :

I.1.3.2.1 Selon la nature du renfort

Selon la nature du renfort on peut classer les matériaux composites en Matériaux composite à fibres organiques et inorganiques (**Figure I.5**)

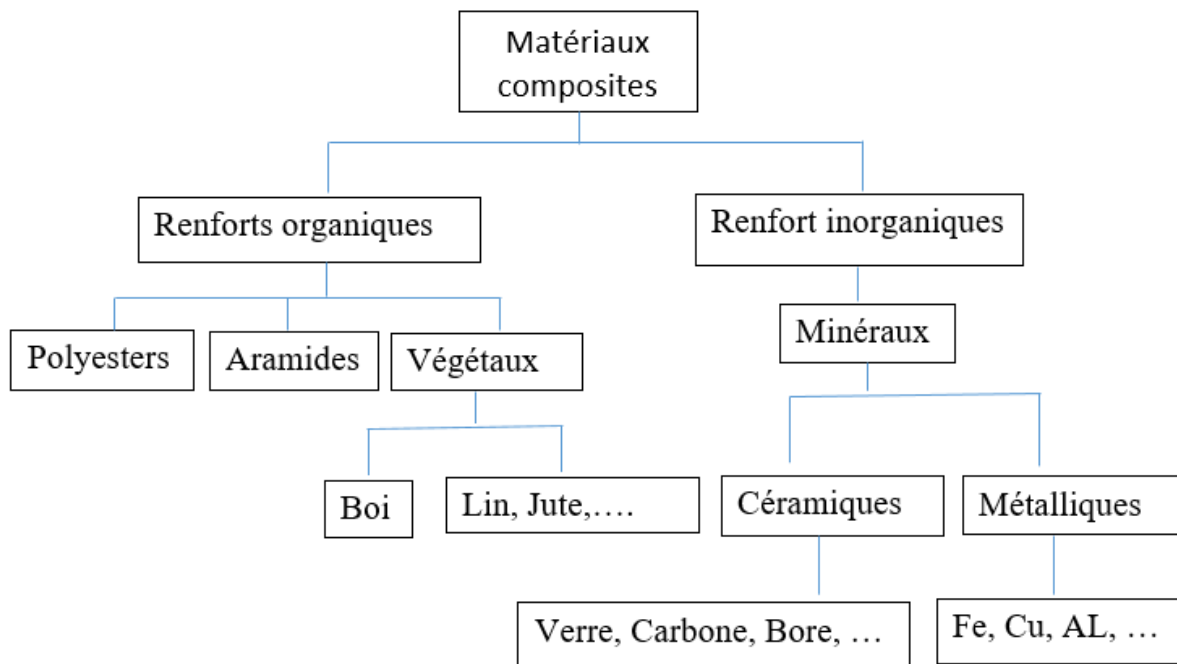


Figure I.5. Classification du matériau composite selon la nature du renfort.

I.1.3.2.2 Selon la forme du renfort

Selon la forme du renfort on peut classer les matériaux composites en trois familles (**Figure I.6**).

- ✓ Matériaux composite à fibres si le renfort est Sous forme de fibres continues (fibres longues) ou discontinues (fibres coupées ou courtes)
- ✓ Matériaux composite à particules si le renfort est Sous formes de particules, leurs dimensions est de l'ordre de quelques microns et leurs concentration en volume est supérieur à 28% dispersées dans la matrice.
- ✓ Matériaux composite structuraux si le renfort est Sous forme de structures stratifiées ou sandwich.

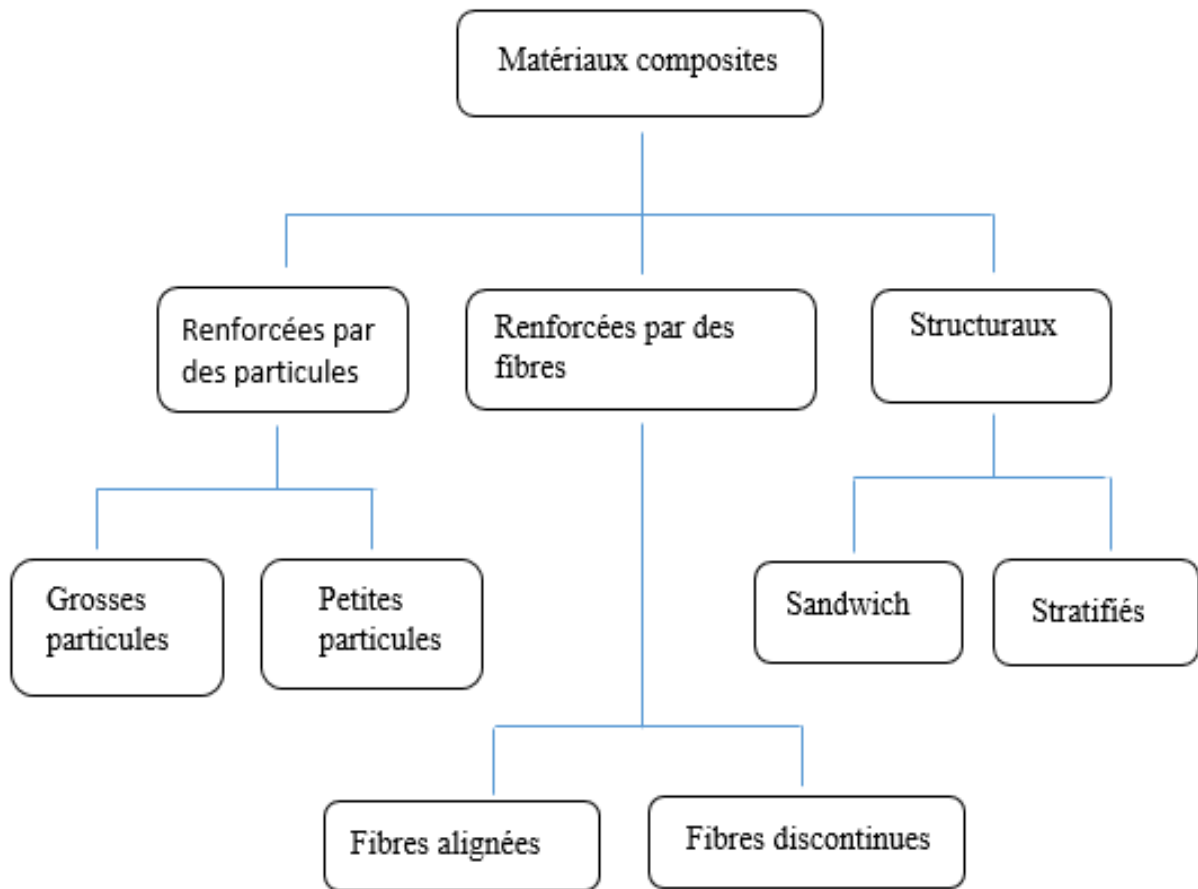


Figure I.6. Classification des matériaux composite selon la forme du renfort [34,35].

I.2 Les Bio-composites

I.2.1 Définition

Les matériaux Bio-composites ou les matériaux biosourcés sont des matériaux composés de fibres naturelles ou des résines naturelles au lieu de fibres synthétisées (verre, carbone, etc.) ou de résines (résines époxy, polyalcool vinylique, etc.). Les fibres biosourcés telles que le sisal, le jute, le chanvre, le lin, le bambou, la laine, les cheveux, la soie etc., sont obtenues à partir de plantes ou d'animaux. De plus, les matériaux de matrice naturels tels que le caoutchouc naturel, le polyester, etc., sont produits à partir de plantes. [36].

I.2.2 Les fibres végétales comme renfort

L'utilisation des fibres naturelle connaît une évolution considérable ces dernières années et surtout en tant que matériaux composite.

Les fibres végétales les plus utilisées comme renfort dans les matériaux composite sont : jute, lin, sisal, coton, chanvre, doum, Alfa ... Il y a plusieurs raisons pour leur utilisation citons :

- Leur abondance dans la nature
- Faible coût
- Ressource renouvelable
- Propriété mécanique importante
- Ecologique
- Biodégradable
- Non toxique

Les fibres naturelles sont classées en fonction de leur origine en fibres végétales et animales, Les fibres végétales sont constituées de feuilles, de graines, de fruits, de bois, d'herbe et de tige (**FigureI.7**). Les fibres animales sont issus d'animaux (laine et soie), de minéraux (amiante) et de plantes

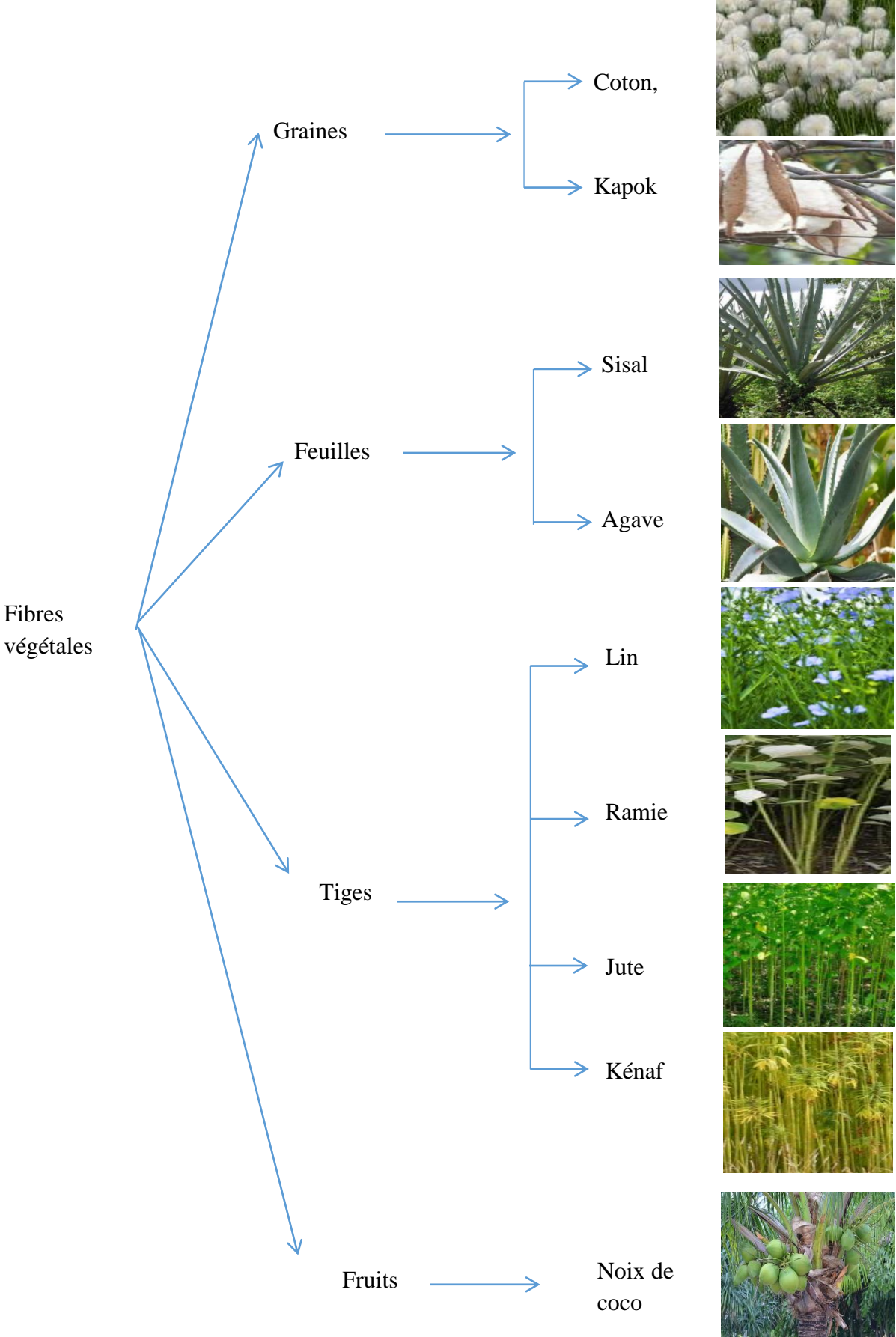


Figure I.7. Origine des fibres végétales [37]

I.2.2.1 Structure chimique des fibres végétales

Les composantes chimiques principales des fibres lignocellulosiques se trouvent en proportion variables en cellulose, hémicellulose, les lignines et les pectines (**Figure I.8**). La cellulose est un polymère de glucose, représentant 30 à 50 % en poids de biomasse lignocellulosique (BMLC) sec. L'hémicellulose est un mélange d'hétéropolymères contenant divers polysaccharides, tels que le xylane, le glucuronoxyane et le glucomannane, représentant 20 à 35 % en poids. Le reste 15-30 % en poids est la lignine, qui est un multisubstitué polymère phénolique [38]

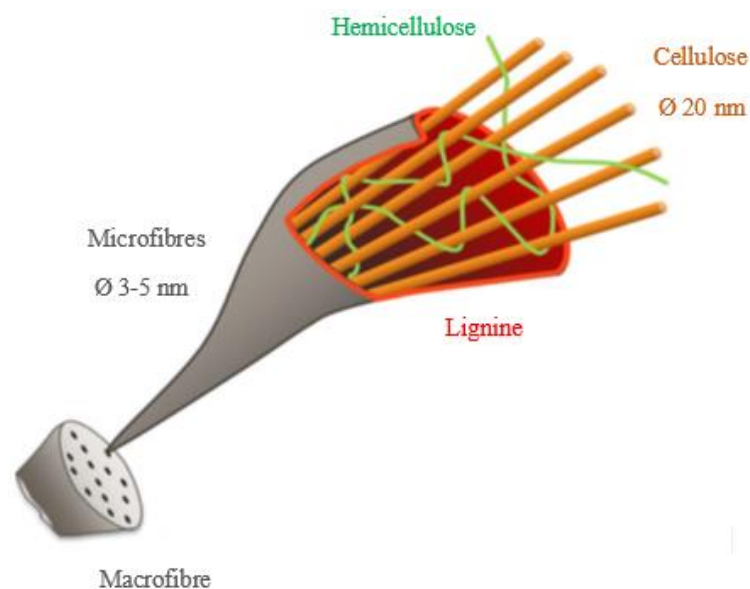


Figure I.8. Structure schématique d'une fibre de biomasse lignocellulosique [39].

I.2.2.1.1. La cellulose

L'un des composants structurel important dans les fibres végétales est la cellulose. C'est le polymère renouvelable le plus abondant des ressources disponibles aujourd'hui [40].

Les macros et nano fibres de la cellulose ont suscité une attention croissante en raison de leurs résistances et rigidité élevées, renouvelabilité, biodégradabilité,... ainsi que leur production et leur application dans le développement des composites. Les macros et nano fibres

de cellulose peuvent être utilisées comme renfort dans les matériaux composites en raison des propriétés mécaniques, thermiques et de biodégradation améliorées des composites [41]. La formule chimique générale de la cellulose peut être écrite sous la forme $(C_6H_{10}O_5)_n$ ou $(C_6H_7O_2(OH)_3)_n$ (42)

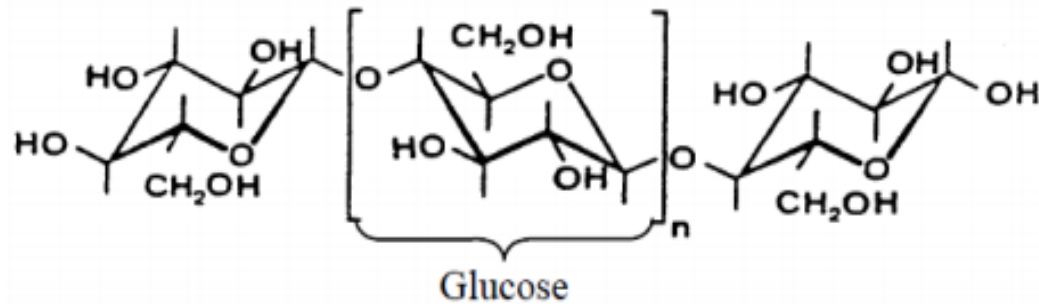


Figure I.9. Molécule de la cellulose [43]

I.2.2.1.2 Hémicellulose

Après la cellulose, l'hémicellulose est la deuxième matière en abondance des plantes végétales. La structure chimique est plus complexe que celle de la cellulose. L'hémicellulose joue le rôle de liant dans la structure pariétale des plantes végétales. L'hémicellulose est située au niveau de la paroi cellulaire primaire et elle est hydrophile. Elle est composée de sucres cycliques à 06 et 05 carbones et elle est dans une structure ramifiée [44,45]

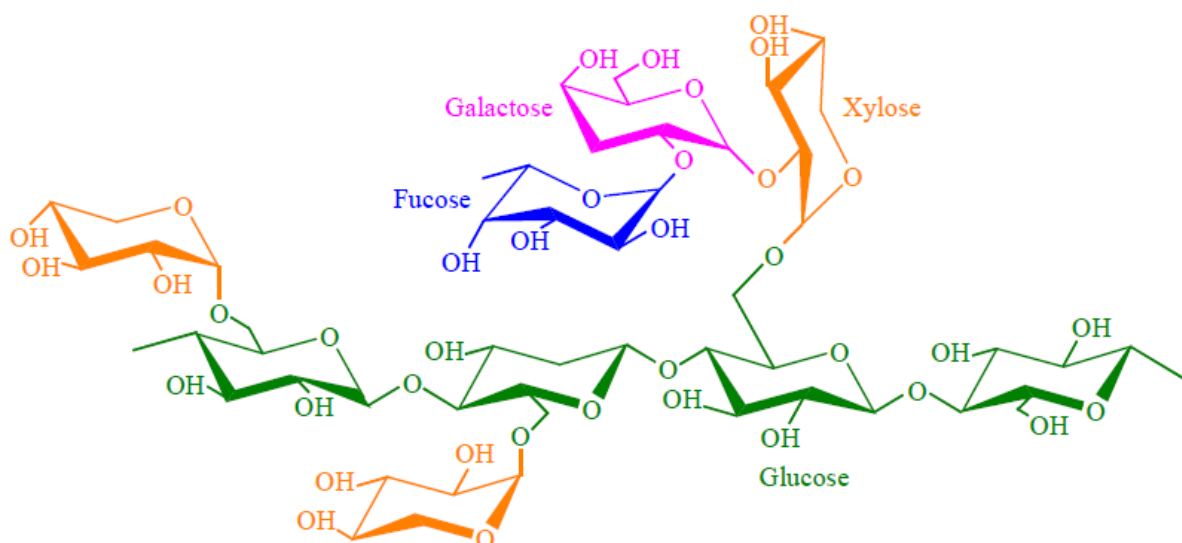


Figure I.10. Structure d'un type de xyloglucane. [46]

I.2.2.1.3 Lignine

La lignine est une substance tridimensionnelle amorphe, irrégulière et polymère phénolique hautement ramifié et représente (15 à 30)% en poids de la biomasse lignocellulosique (BMLC). Les fonctions de la lignine dans la paroi cellulaire végétale doit couvrir le support structurel, le transport d'eau et les nutriments, et émettre une protection pour empêcher les produits chimiques ou des attaques biologiques, et ainsi de suite. Bien que le produit chimique structure est extrêmement complexe, il est généralement admis que la lignine est formée via un processus de biosynthèse irrégulier construit à partir de trois monomères phénylpropanoïdes de base [47]

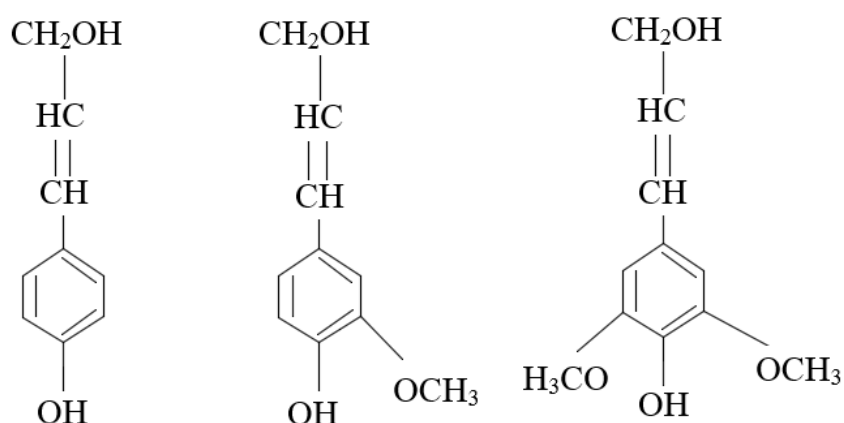


Figure I.11. Les trois alcools principaux qui constituent de la lignine [48]

I.2.2.1.4 Pectine

La structure de la pectine est fonctionnellement le plus complexe polysaccharide dans les parois cellulaires végétales. La pectine a plusieurs fonctions dans la plante végétale :

La croissance, la morphologie, le développement et la défense des plantes et aussi sert de polymère gélifiant et stabilisant dans divers aliments et de multiples utilisations biomédicales [49].

La structure des pectines de base est sous forme d'enchaînement linéaire d'unités d'acide D-galacturonique (**Figure I.12**) [50]

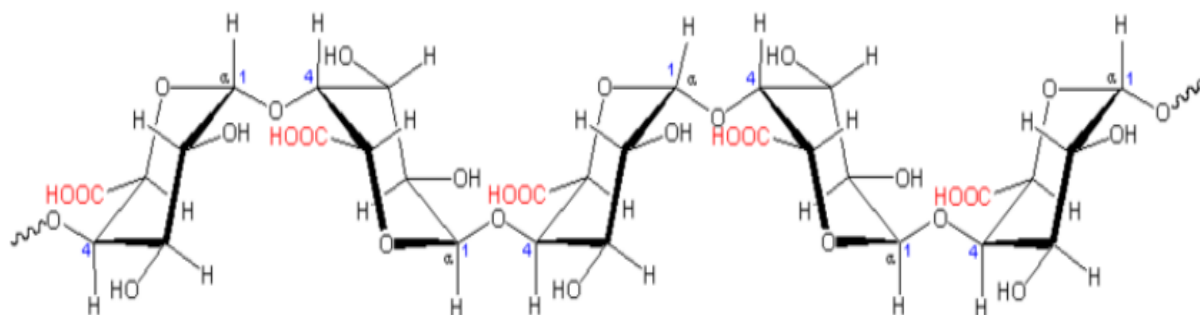


Figure I.12. Exemple de structure d'une chaîne de pectine (acide polygalacturonique)

Tableau I.1. Composition chimique de quelques fibres naturelles courantes [51]

Fibre	Cellulose %	Hemicellulose %	Lignine %	Cire %
Bagasse	52,2	16,8	25,3	-
Bambou	26-43	30	21-31	-
Lin	71	18,6-20,6	2,2	1,5
Kénafe	72	20,3	9	-
Jute	61-72	14-20	12-13	0,5
Chanvre	68	15	10	0,8
Ramie	68,6-76,2	13-16	0,6-0,7	0,3
Sisal	65	12	9,9	2
coco	32-43	0,15-0,25	40-45	-
Huile de palme	65	-	29	-
Ananas	81	-	12,7	-
Paille de blé	38-45	15-31	12-20	-
Balle de riz	35-45	19-25	20	-
Paille de riz	41-57	33	8-19	8-38

I.2.2.2 Méthodes d'extraction des fibres végétales

L'optimisation des caractéristiques mécaniques et physiques des fibres végétales c'est-à-dire avoir la meilleur qualité et meilleur rendement des fibres il faut un processus adéquat. Le processus d'extraction consiste à séparer les fibres des parties de la plante (tiges, fruit, feuille, l'écorce et racines) [52]. Les techniques d'extraction peuvent être mécaniques, biologiques ou chimiques.

I.2.2.2.1 Extraction mécanique

Dans cette technique la séparation des fibres végétales se fait par des actions mécaniques ou manuelles. Par exemple on peut utiliser la machine de cardage ou le cardage manuel traditionnel.

L'extraction mécanique peut se faire par teillage, déflexion, laminage ou explosion à la vapeur. Les sollicitations provoquées par les machines peuvent mettre en cause les propriétés mécaniques des fibres.

I.2.2.2.2 Extraction chimique

La séparation de la cellulose des autres composants (hémicellulose, lignine, pectine,...) se fait par des procédés chimique comme : le Procédé Kraft, bisulfite, acide, Soude-Anthraquinone, la soude, sulfate neutre de sodium, ...

I.2.2.2.3 Extraction biologique (enzymatique)

Les composants non cellulosiques des fibres végétales sont séparés par des techniques naturelles (utilisation des bactéries et enzymes) comme Le rouissage à terre ces méthodes sont efficace mais présentent des inconvénients qui résident dans la durée de (06 à 08) jours, la dépendance entière des conditions météorologiques... [53]

Le schéma ci-dessous résume les différentes méthodes d'extraction

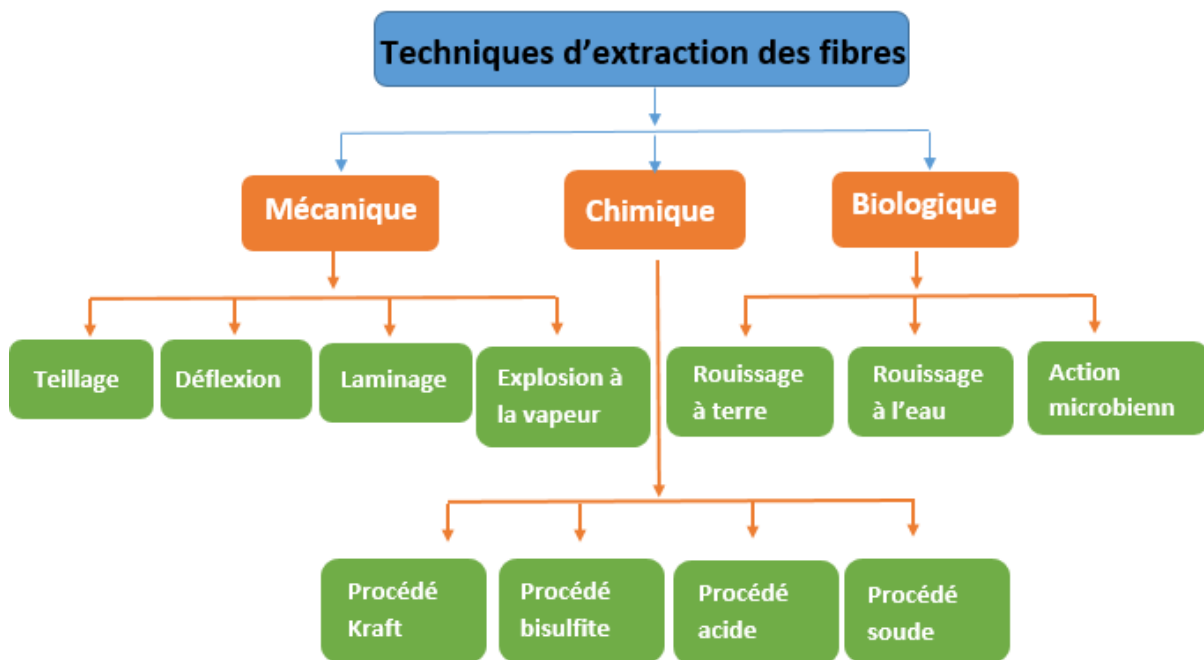


Figure I.13. Les différentes techniques d'extraction des fibres végétales [54]

I.2.3 La matrice

L'importance des matériaux composites pour plusieurs applications dans divers domaines revient à améliorer ces composants. Les matériaux composites ont deux phases, l'une continue appelée matrice l'autre discontinue appelée renfort.

La matrice est un polymère naturel ou artificiel, son rôle est de transférer les charges aux renforts et les maintiens pour avoir une forme bien déterminé.

Type de matrice

Les résines les plus utilisées sont les résines thermoplastiques et les résines Thermodurcissables

I.2.3.1 Les thermoplastiques

Sont des polymères qui deviennent plastique à cause de la température de transition vitreuse. Ils sont livrés sous forme de solide et leur mise en forme se fait par chauffage puis la solidification par le refroidissement. Les thermoplastiques se présentent sous forme de chaînes linéaires ramifiés avec des liaisons covalentes faibles (**Figure.14**)

I.2.3.2 Les thermodurcissables

Sont des polymères qui peuvent être moulés à température ambiante ou supérieure, mais lorsqu'ils se solidifient ils deviennent durs et infusibles. Les thermodurcissables forme des chaines réticulées tridimensionnelles denses lors de la polymérisation ne sont pas ramollissants, en conséquence, ils ne peuvent pas être remodelés, assemblés et recyclés. Les thermodurcissables ne sont pas les biens souhaités pour les différentes applications.

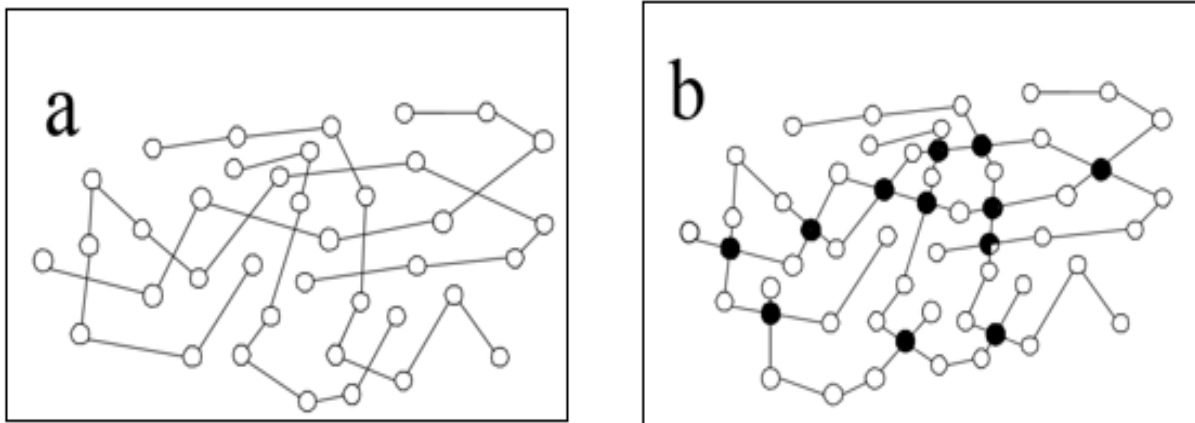


Figure I.14. Structures moléculaires des polymères (a) Thermoplastique (b) Thermodurcissable

I.3 Résine Polyester

Les résines Polyester ont de bonnes caractéristiques mécaniques, facilité de mise en œuvre à l'état liquide, polymérisation rapide,... Elles sont aussi sensible à certain solvants et oxydants (**Tableau I.2**). Pendant la copolymérisation de la résine polyester un retrait important de (05 à 10)% en volume est accompagné, ce qui influe sur l'état de contrainte dans les composites.

Tableau I.2. Résistant chimique des résines polyester [31]

Resistant	Sont attaqués par
✓ acides jusqu'à une concentration de 20%	✓ alcalis (saponification)
✓ sels	✓ acides réducteurs
✓ alcools	✓ cétones
✓ hydrocarbures à température ambiante	✓ solvants halogénés

I.4 Présentation des matériaux végétaux

Nous nous sommes intéressés dans ce travail au comportement mécanique et physique des fibres de Diss et de Luffa.

I.4.1 Plante de Diss

La fibre d'*Ampelodesmos mauritanicus* (Diss) est une plante qui appartient à la famille des graminées qui est en abondance dans plusieurs régions du nord-africain et le sud européennes dans les zones sèches. Les feuilles de Diss ont une longueur d'environ 1 mètre et d'une largeur d'environ 7 millimètre la floraison de Mai à Juin, elle ne nécessite aucun entretien. Cette plante est utilisée au paravent dans des besoins purement traditionnels comme les toits des maisons, parasol, aliment pour les bétails. Actuellement plusieurs recherches ont été développées pour cette plante vu ces avantages. En Algérie elle couvre une superficie d'environ 2,5 millions d'hectares [55].



Figure I.15. (a) La plante de Diss

(b) Parasol en feuille de la plante Diss

I.4.2 Plante de Luffa

Luffa cylindrica ou **Loofah** en arabe ou encore éponge végétale appartient à la famille des Cucurbitacées, elle compte environ sept espèces. C'est une plante en abondance se trouvant dans les régions tropicales, subtropicales et dans le bassin méditerranéen, elle est utilisée dans plusieurs domaines comme le lavage et frottement des ustensiles, dans le bain, l'artisanal comme la fabrication des chapeaux et les tapis,... Les grains de Luffa sont plantés pendant la période avril-mai et la récolte en mois d'octobre. Elle mesure jusqu'à (60 à 70) cm de long et

de 5 à 15 cm de diamètre (**Figure I.6**). Pour avoir la fameuse éponge de Luffa on suit les étapes suivantes :

- ✓ Après la récolte de la courge éponge, on la laisse séché pendant un certain temps.
- ✓ Enlèvement du bout au niveau de la fleur en extrémité.
- ✓ Secoué pour faire tomber les graines pour les replantés.
- ✓ Plonger la Luffa sèche dans l'eau pendant une heure.
- ✓ Juste après l'éplucher on aura la fameuse éponge.

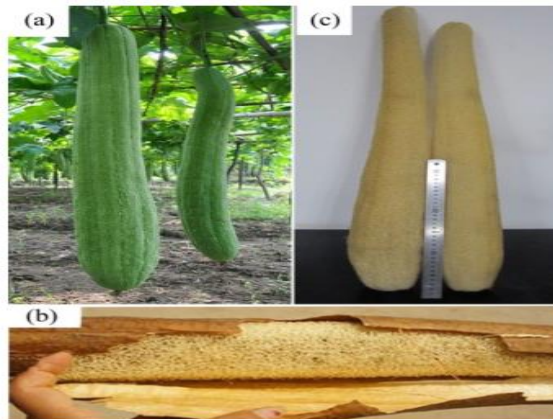


Figure I.16. (a) Plante de *Luffa cylindrica* ; (b) éponge de *Luffa* avec cortex et (c) une éponge de la plante *Luffa* [56]

I.4.2.1 Morphologie de *Luffa cylindrica*

La morphologie de *Luffa cylindrica* comme l'indique la (**figure I.17**) est constitué d'une partie centrale appelée âme (1), d'une paroi interne (2), d'une paroi externe (3) et d'une liaison reliant l'âme avec les parois (4) [57]. Ces parties sont constituées à leur tour de cordons de fibres connecté entre eux formant un réseau de maille multidirectionnel. En raison de ces avantages : la disponibilité, légèreté, résistance, biodégradabilité, peu coûteuse, respectueuse de l'environnement, non toxique,... [58], ces dernières années on s'intéresse à son utilisation dans le domaine de l'industrie.

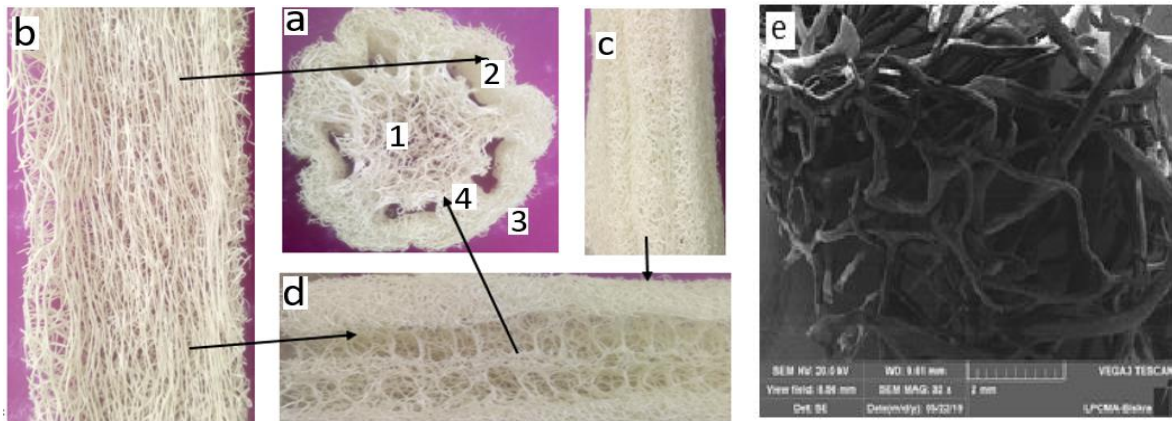


Figure I.17. Géométries de la Luffa : (a) différentes régions de Luffa ; (b) orientation des cordons de la partie interne ; (c) orientation des cordons de la partie externe ; (d) orientation des cordons de la partie intermédiaire ;

I.5 Synthèse des Travaux antérieurs réalisés

L'étude expérimentale présentée par **R. G. Elenga and al** [59] sur l'effet du traitement alcalin sur la microstructure, la composition et les propriétés de la fibre de raphia textiles. Avec un traitement allant jusqu'à 05 % de NaOH, la résistance et la déformation à rupture ont augmenté d'environ (129 et 175) %, respectivement, tandis que le module de Young a légèrement diminué. La fibre a atteint une résistance à la traction spécifique de 1600 Mpa, ce qui est supérieur à celle du verre E. Après un traitement avec une solution de NaOH à 10 %, la résistance et la déformation ont diminué (**Tableau I.3**).

Tableau I.3. Effet de la concentration du NaOH sur les propriétés mécaniques et la cristallinité de la fibre de raphia [59]

NaOH % en poids	Résistance à la traction (Mpa)	Déformati on à rupture %	Module de Young (GPa)	Cristallinité %
0	527 ± 84	2,8 ± 0,7	26 ± 2	51
2,5	644 ± 139	4,8 ± 1,1	23 ± 1	56
5	1200 ± 150	7,7 ± 1,6	22 ± 2	68
10	956 ± 45	6,3 ± 0,8	18 ± 2	62

A. Vinod and al [60] ont présentés une étude de l'effet du traitement sur les propriétés mécaniques et physiques des fibres et des composites à base de Jujubier de Maurice (*Ziziphus mauritiana* : ZM).

La densité de la fibre Jujubier de Maurice (JM) non traitée est de $1,132 \text{ g/cm}^3$ et celle de la fibre JM traitée est de $1,368 \text{ g/cm}^3$. Le diamètre de la fibre JM non traitée est de $570,26 \text{ }\mu\text{m}$, ce qui est 1,54 fois supérieur à la fibre JM traitée ($368,53 \text{ }\mu\text{m}$). Le diamètre de la fibre JM est réduit en raison de l'élimination de l'excès de la matière amorphe présente dans la fibre.

Les composites à base de JM non traité présente une résistance à la traction ultime de 25,89 MPa avec un module de traction de 0,658 GPa. Alors que le composite à JM traité aux alcalis présente une résistance à la traction ultime de 55,08 MPa avec un module de traction de 1,83 GPa. Ils ont observé une augmentation de 2,12 fois la résistance à la traction et augmentation de 2,78 fois du module de traction après traitement.

De même en flexion Le composite à ZM non traité présente une résistance à la flexion de 43,07 MPa et un module de flexion de 4,986 GPa. Alors que le composite à ZM traité présente une résistance à la flexion de 59,48 MPa et un module de flexion 7,496 GPa c'est-à-dire La résistance à la flexion du composite à ZM traité aux alcalis est 1,38 fois supérieur au composite ZM non traité, alors que le module de flexion du composite à ZM traité est de 1,50 fois supérieur que pour le module de flexion du composite à ZM non traité.

L'étude amené par **A. K .Bledzki and al** [61] concernant l'effet de l'acétylation du lin sur les propriétés mécaniques du composites de polypropylène/fibres de Lin (**Figure I.18**) et (**Figure I.19**). La résistance à la traction et à la flexion la plus élevée a été observé avec une concentration de 18 % de fibres de lin acétylées et une amélioration d'environ 25 % des propriétés mécaniques a été observée par rapport aux composite à fibres non traité. L'ajout de anhydride maléique (MAH), améliore la résistance à la traction des composites de 20 à 35% compte tenu du degré d'acétylation.

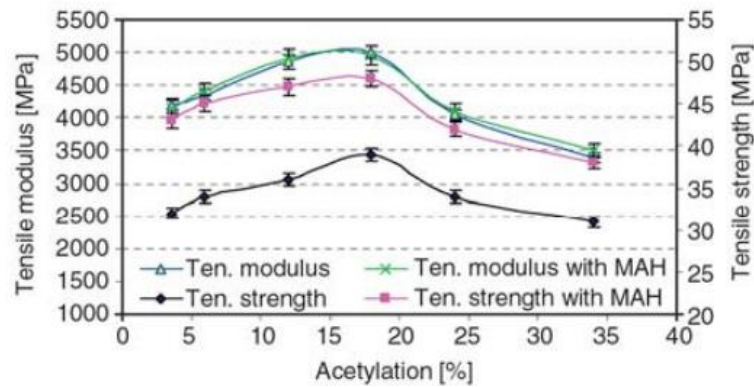


Figure I.18. Courbes de l'influence de l'acétylation des fibres de lin sur les propriétés de traction des composites [61]

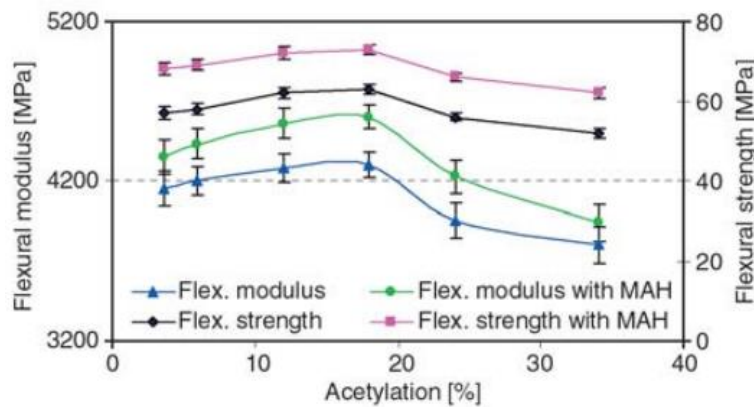


Figure I.19. Courbes de l'influence de l'acétylation des fibres de lin sur les propriétés de flexion des composites [61]

Les résultats de l'étude de **L. Lifang and al** [62] ont montré l'effet de la modification de la surface des fibres de Jute sur les caractéristiques mécaniques des bio-composites. La modification de surface peut supprimer une certaine quantité d'hémicellulose, de lignine et de pectine recouvrant la surface externe de la paroi cellulaire de la fibre, détruisant la structure du maillage et diviser les fibres en filaments plus fins. Les principaux défauts de la fibre lignocellulosique en tant que matériaux de renforcement, tels que l'humidité, faible mouillabilité et incompatibilité avec le polymère hydrophobe, tout peut être amélioré par une modification de surface. Ils ont observé qu'avec l'augmentation de la teneur en fibres de (0 à 20)% en poids, la résistance mécanique à la traction et à la flexion ainsi que le module d'élasticité et de flexion sont augmentés progressivement et atteignent des valeurs optimales à

une certaine teneur en fibres qui est 20 % en poids, et avec une teneur de 30 % en poids de fibres, ils sont diminués ou restent presque constants (**Figure I.20**) et (**Figure I.21**). [62]

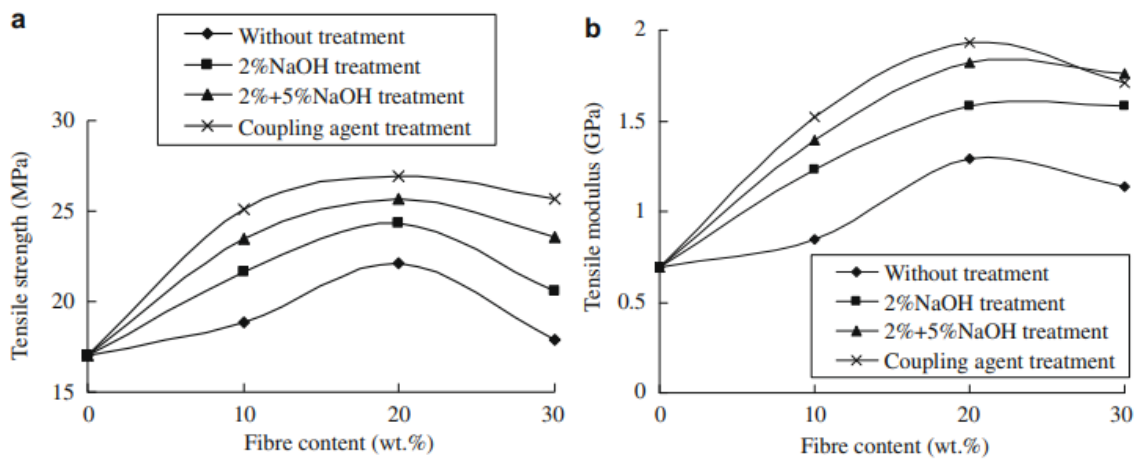


Figure I.20. Courbes de l'effet de la modification de surface des fibres de Jute sur : (a) la contrainte à rupture en traction, (b) le module d'élasticité en traction [62].

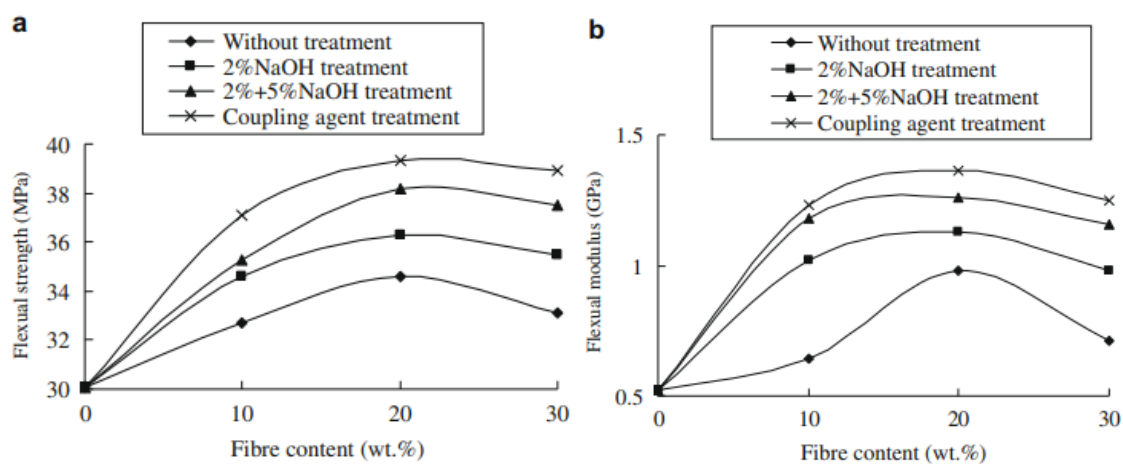


Figure I.21. Courbes de l'effet de la modification de surface et la teneur en fibre de Jute sur les Bio-composites PBS/jute : (a) la résistance à la flexion et (b) module de flexion [62].

V. Mishra and al [63] ont étudié l'effet de la teneur en fibres sur la dureté des composites. Il a été constaté que la dureté du composite augmente avec l'augmentation de la charge des fibres. La valeur de dureté de 40 HRB est obtenue pour un échantillon d'époxy pur. La dureté augmente de 77 % avec l'incorporation de 12 % de fibres dans la matrice, elle atteint La

valeur maximale de 85,5 HRB pour un composite époxy de jute bidirectionnel renforcé avec 48 % de fibre de jute (**Figure I.22**).

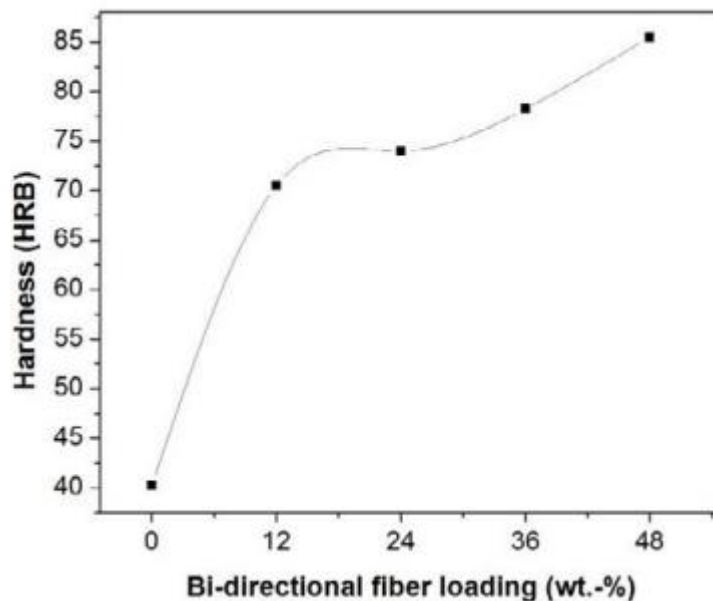


Figure I.22. Courbe de la dureté des composites en fonction de la concentration en fibres [63]

Les essais de flexion du Composites époxy renforcés de fibres de luffa non traités à simple, double et triple couche mener par **N. Mohanta & S. K. Acharya** [64], montrent que la résistance à la flexion du composite est augmenté avec l'augmentation de la charge de fibres jusqu'à la double couche de fibre de luffa. Cependant, une diminution de la résistance à la flexion du composite triple couche a été observée (**Figure I.23.a**). Cependant ils ont observé l'effet du traitement alcalin de diverses concentrations (01 %, 03 %, 05 % et 07 %) sur la résistance à la flexion d'un composite de fibres de Luffa, la résistance à la flexion des composites augmente au fur et à mesure que la concentration de NaOH augmente jusqu'à 05%. Cependant à 7% de NaOH la résistance à la flexion diminue (**Figure I.23.b**). La durée de traitement chimique a aussi un effet sur la résistance, ils ont remarqué que la résistance à la flexion du composite à fibres de luffa double couche traitées est plus élevée pour une durée de traitement chimique de 04heure, elle est d'environ 84,92 % de plus que les composites non traités chimiquement.

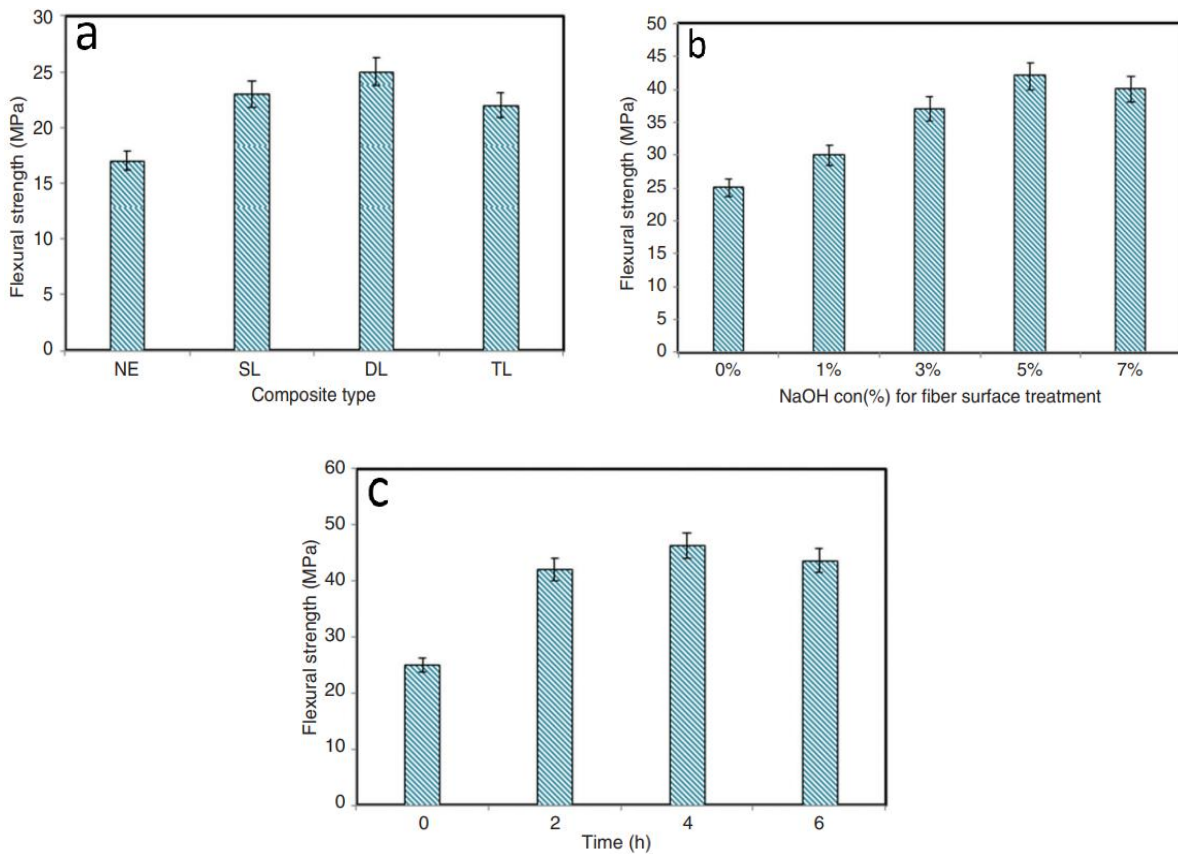


Figure I.23. Diagramme en bâtons de : (a) Résistance à la flexion des composites époxy LCF à simple, double et triple couche non traités. (b) Effet de la concentration de la NaOH sur la résistance à la flexion du Composite époxy LCF. (c) Résistance à la flexion du composite époxy LCF à double couche pour 0, 2, 4 et 6 heures de traitement alcalin [64]

S. K. Saw and al [65] ont observé l'effet des traitements chimiques sur la résistance à la traction et le module d'Young des composites époxy renforcés de fibres de Luffa, comme le montrent les figures I. 24(a et b) et le Tableau I.4. Pour les composites de fibres traités à l'alcool furfurylique (AF), la résistance à la traction et le module d'élasticité ont été augmentés de 100 % et 123 % respectivement par rapport aux composites renforcés de fibres non traités. Cependant, dans le cas des composites renforcés de fibres traités aux alcalis, la résistance à la traction et le module n'ont augmenté que de 64 % et 75 %, respectivement.

Tableau I.4. Propriétés mécaniques des fibres de Luffa non traitées et traitées chimiquement [65]

Fibres	Résistance à la traction (Mpa)	Module d'Young (GPa)	Déformation à rupture %
Fibre Luffa non traité	178,20	4263,84	3,12
Fibres traité à la NaOH (5%)	192,70	5184,62	1,86
Fibres traité (greffage à AF)	226,40	5865,70	1,74

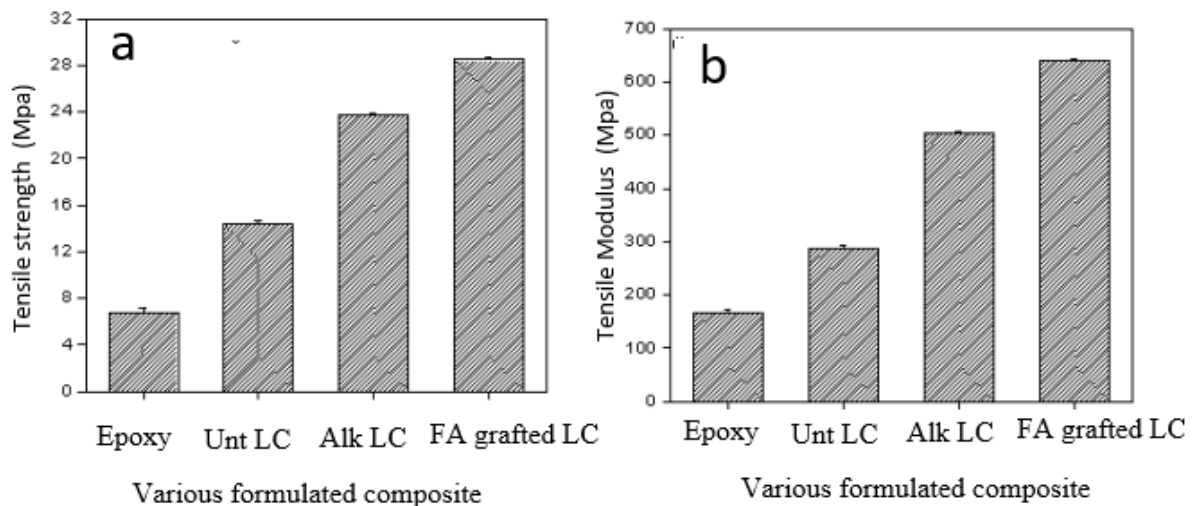


Figure I.24 Diagramme en bâtons des propriétés mécaniques de l'époxy pur et des différents composites : – Composites à Luffa non traités (Unt LC) ; – Composites à Luffa traités aux alcalis (Alk LC) ; – Composites à Luffa greffés à l'alcool furfurylique (LC greffé FA), (a) Résistance à la traction (b) Module d'élasticité [65]

La validation expérimentale de l'étude numérique menée par **B.B. Hitesh and al** [66] à propos de L'effet des teneurs en fibres de Luffa traités dans les composites polymères sur les propriétés mécanique et physique pour quatre pourcentages en poids différents. L'ajout de 0 %, 03,2 %, 06,4 %, et 09,6% en poids de fibre Luffa dans la matrice diminue considérablement la densité de 01,07 %, 02,11 % et 03,12 %, respectivement, par contre Le module de Young augmente de 10 %, 15 % et 30 % pour les mêmes teneurs précédentes. L'augmentation du module d'Young indique clairement l'augmentation de la rigidité structurelle du composite. La

déflexion des éprouvettes diminue avec l'augmentation de la teneur en fibres, cela est dû à l'augmentation du module d'Young (augmentation de la rigidité)

Les résultats obtenus par **M. BOUAKBA and al** [67] et al dans leurs investigation sur la caractérisation en traction du composite fibre Diss/Polyester présente d'excellent propriétés (**Figure I.25.a, I.25.b**), Les composites élaborés à fraction volumique égal à 30 % présentent la plus haute résistance à la traction et le plus haut module de traction.

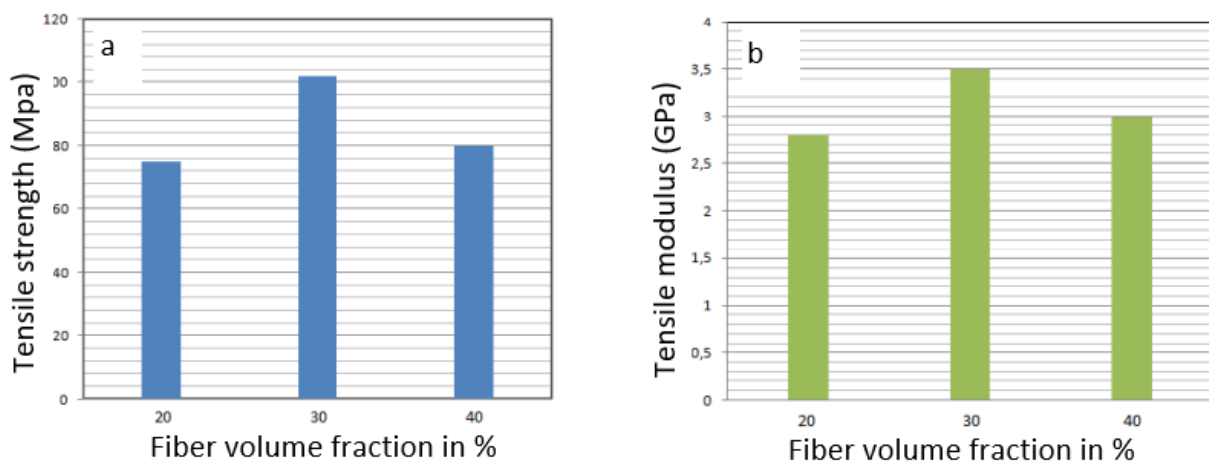


Figure I.25 : Diagramme en bâtons de l'effet de la fraction volumique des fibres de Diss sur : (a) Résistance à la traction (b) module d'Young

I.5.1 Conclusion de la synthèse des travaux réalisés

Jusqu'à présent la plus part des études mené par les chercheurs concernant l'utilisation des fibres végétales comme renfort présente une amélioration des propriétés mécaniques des matériaux composites. Tous les travaux réalisés nécessitent pour l'amélioration de ces derniers une modification de la surface des fibres végétales par un traitement afin d'améliorer l'adhérence entre fibres et matrice.

Dans la suite de notre travail nous nous intéressons en premier temps à la préparation et à la modification de la surface des fibres de Diss et Luffa par un traitement alcalin. En deuxième temps la réalisation des éprouvettes suivant des géométries normalisées. Par la suite nous nous consacrons aux différentes techniques expérimentales, Enfin nous terminons avec la discussion des résultats des différents essais réalisés.

Chapitre II : Etude expérimentale

Chapitre II : Etude expérimentale

Dans cette partie d'étude nous nous intéressons aux méthodes de caractérisation physique et chimique des fibres de Diss et de Luffa, la préparation des éprouvettes et l'étude par la méthode de caractérisation du comportement mécanique des différents matériaux composites à l'aide d'essais de traction, de l'essai de flexion trois points et des essais de la dureté Brinell.

II.1 Matériaux :

Le matériau étudié est un matériau composite dont la composition :

Une résine polyester thermodurcissable comme matrice et des fibres de plante de Diss et de fibres de plante Luffa comme renfort. Le choix de ces matériaux est liée aux avantages qu'elles présentent notamment les propriétés mécaniques, la disponibilité, le coût,...

II.1.1 Préparation du matériau composite

II.1.1.1 La matrice

La matrice utilisée est une résine thermodurcissable de type polyester de densité 1,2. C'est la plus utilisée en industrie comme l'industrie automobile, la construction des bateaux,.... Elle se réticule par l'ajout d'un catalyseur de (0,85 à 01)%. Dans le matériau composite elle joue le rôle :

- ✓ de donner la forme de l'éprouvette.
- ✓ maintien des fibres.
- ✓ protection contre l'environnement extérieur.
- ✓ transmission des efforts aux renforts.

En générale les avantages des résines thermodurcissables renforcés par des fibres végétales sont nombreux :

- ✓ faible coût.
- ✓ Légère.
- ✓ ne se corrode pas.
- ✓ obtention des formes complexes,...

II.1.1.2 Le renfort

Le rôle de toutes les fibres courtes, longues, ... est l'amélioration des caractéristiques mécaniques des matériaux composites. Les renforts étudiés sont les fibres de Diss et les fibres de Luffa.

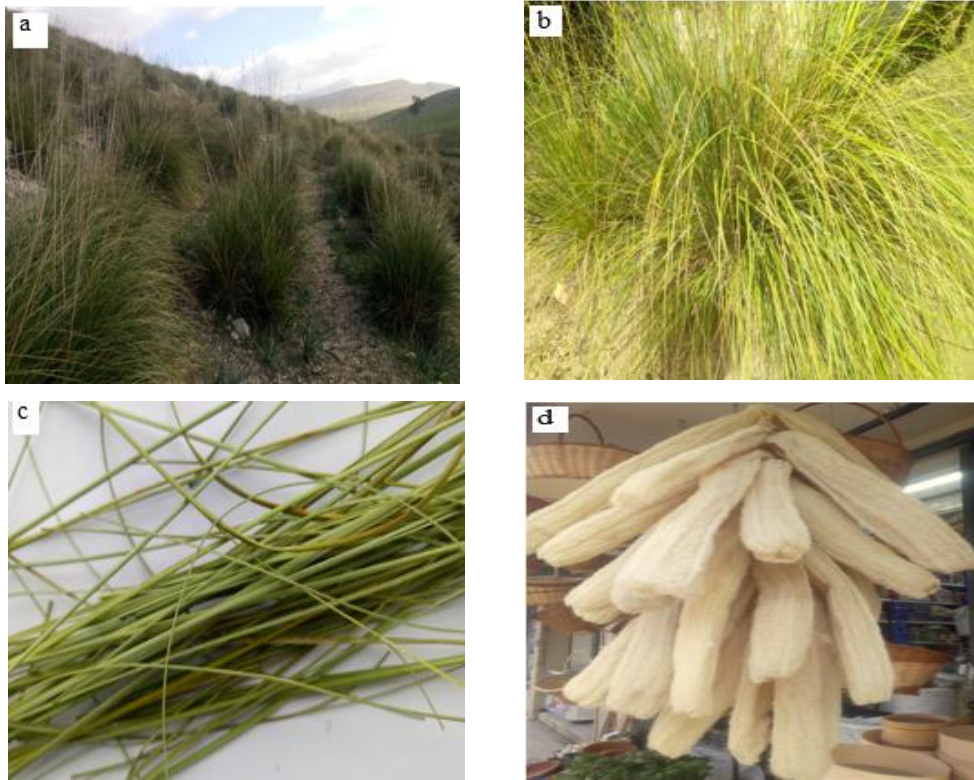


Figure II.1. Photos de la plante Diss et de la plante Luffa (a). Diss en abondance (b). Plante de Diss (c). Feuille de Diss (d). La Luffa

II.1.1.2.1 Préparation des fibres de Diss

En premier lieu les fibres de la plante Diss sont lavées à l'eau du robinet pour enlever les impuretés du milieu naturel, puis le séchage se fait à la température ambiante. Les faisceaux de fibre sont coupés en longueur pour une dimension d'environ 02 millimètre.

De même pour la plante Luffa, elle est coupée longitudinalement de telle façon à ce qu'on se débarrasse de la partie rugueuse interne et des pépins, ensuite les fibres sont coupées en longueur pour une dimension d'environ 02 millimètre.

Une partie de ces fibres est caractérisée brute c'est-à-dire non traité, l'autre partie est caractérisé après traitement chimique à la NaOH.

II.1.1.2.2 Traitement des fibres

Les caractéristiques mécaniques d'un matériau composite sont fortement liées aux caractéristiques mécaniques de ces constituants et de l'interface de ces derniers.

Lors d'un chargement des matériaux composites les efforts sont transmis à partir de la matrice aux fibres par le biais de l'adhérence à l'interface (surface de contact) fibres/matrice. Donc l'amélioration de cette interface revient à améliorer la surface des fibres par un traitement et cela pour avoir une rugosité plus importante et un meilleur transfert de contraintes et par conséquent de meilleures propriétés mécaniques.

Une mauvaise adhérence provoquera un décollement lors du transfert de la charge de la matrice aux fibres, ce qui donne de mauvaises propriétés mécaniques

Le traitement par de l'NaOH réduit considérablement les matériaux amorphe des fibres végétales brutes, en conséquence l'état de surface devient rugueux et augmentant l'adhérence entre fibres et résine.

Les fibres lavées, séchées et découpées sont trempées dans un bac en verre contenant une solution NaOH concentré à 05% pendant 02 heures, après cette durée les fibres sont lavées à l'eau distillée puis sécher dans un four à 70° pendant 24 heures

PS : Pour préparer une solution à 05% de NaOH, 100 g de NaOH sont nécessaires à dissoudre dans 02 litres d'eau distillée.

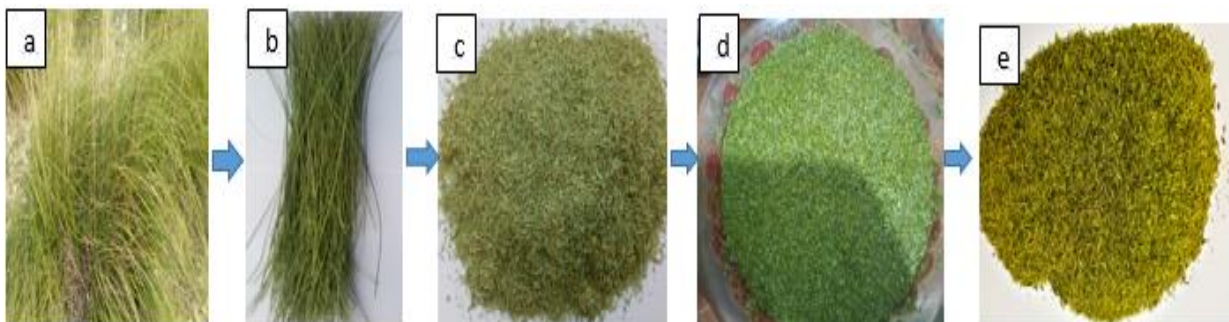


Figure II.2. *Processus de préparation des fibres de Diss : a-Plante de Diss b- Tiges de Diss lavées c- Diss découpé non traité d- Fibres de Diss dans un bac contenant de la NaOH e- Fibres de Diss traitées à l'NaOH*

Le même protocole de préparation des fibres de la plante de Luffa que celui utilisé pour les fibres de la plante Diss. Les fibres de la plante Luffa sont coupées longitudinalement de telle

façon à ce qu'on se débarrasse de la partie rugueuse interne et des pépins, ensuite les fibres sont coupées en longueur d'environ 02 millimètre

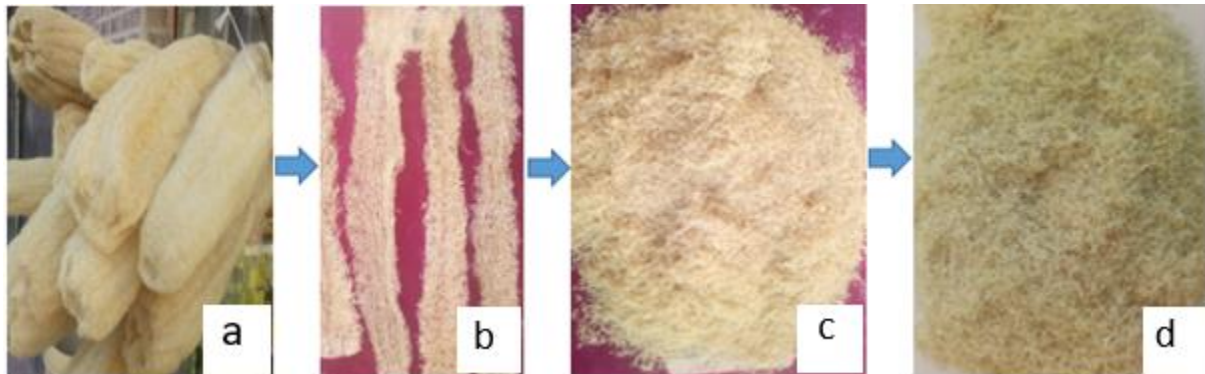


Figure II.3 *Processus de préparation des fibres de Luffa (a) La Luffa (b) Bande coupées de la Luffa lavées (c) La Luffa découpé non traité (d) Fibres de la Luffa traitées*

II.2 Caractéristiques physiques

Dans Cette partie nous présentons une description des méthodes de caractérisation physique utilisées.

II.2.1 Densité

La masse des matériaux composites est liée à la densité de ses constituants, donc c'est une caractéristique très importante à la détermination des poids des éléments réalisés. Les fibres végétales ont des densités faibles Par rapport aux fibres synthétiques, donc c'est l'un des avantages que prennent les fibres végétales sur les fibres synthétiques (**Tableau II.1**)

Tableau II.1. *Comparaison des densités de quelques fibres végétales et synthétiques [68, 69]*

Fibres	Densité	Fibres	Densité
Verre E (Filament vierge)	2,54	Ramie	1,5
Carbone (Toray T300)	1,7 - 1,9	Sisal	1,45
Aramide	1,44	Coir	1,15
Jute	1,3-1,25	Lin	1,5

Remarque : la variance des densités de Carbon et le Jute relevée des résultats expérimentaux respective des références [68,69]

La détermination de la densité d'un échantillon exige la connaissance de deux grandeurs, la masse et le volume de ce dernier. Expérimentalement la masse ne pose pas de problème, seulement la mesure du volume de l'échantillon devient délicate pour certain matériaux comme les fibres végétales dans notre cas à cause des vides que contiennent et l'absorption du liquide. Dans ce cas on utilise des liquides adéquats c'est-à-dire qui ne réagissent pas avec l'échantillon et occupent les vides de la matière. Le principe de la mesure du volume est simple, on introduit l'échantillon dans le liquide de densité connue puis on fait la pesée hydrostatique, la poussée d'Archimède que subit l'échantillon c'est le poids du liquide déplacé dans le pycnomètre (**Figure II.4**) [70]. La densité est donnée par :

$$\rho_f = \rho_{Liq} \cdot \frac{m_1}{m_1 - m_2} \quad [70] \quad \text{II.1}$$

Avec :

m_1 : Lamasse des fibres à l'airlibre

m_2 : Lamasse des fibres dans le liquide

ρ_{Liq} : La densité des fibres

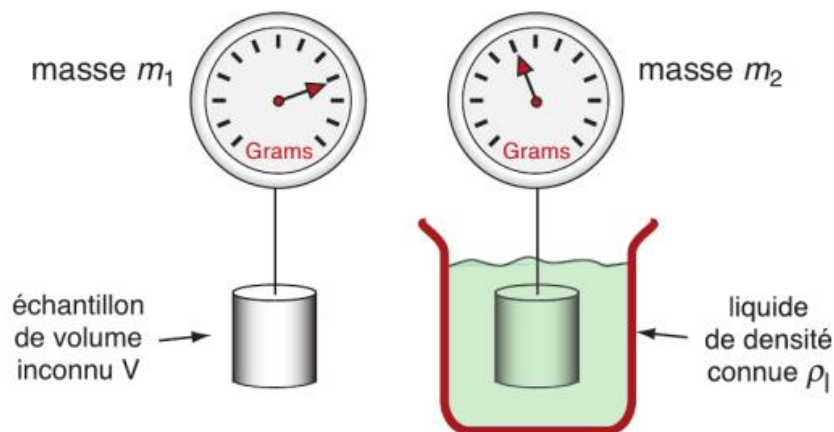


Figure II.4 Mesure de la densité par la méthode d'Archimède [70]

Une autre méthode plus pratique et plus précise pour la mesure de la densité, c'est le pycnomètre à gaz. Dans cette méthode le liquide est remplacé par un gaz [71].

II.2.2 Composition chimique des fibres végétales

En générale les matières lignocellulosique sont composées de trois constituants chimiques majeurs : en moyenne (40-70)% de cellulose, (15-35)% d'hémicellulose et (05-20)% de lignine.

Les performances des matériaux composites dépendent aussi de la composition chimique des fibres végétales. La cellulose est le composant le plus souhaité pour l'utilisation tant que renfort des composite. Les fibres de Luffa représentent (57 à 74)% de cellulose, (14 à 30)% d'hémicellulose, (01 à 22)% de lignine et (0 à 12,8)% d'autres composants [72-79]

La composition chimique des fibres de Diss et de Luffa est réalisée dans le laboratoire LACIP GROUPE à Ain M'Lila (Oum el Bouaghi). Les différents constituants des fibres sont séparés en utilisant la méthode chromatographie.

II.2.3. Observation au microscope électronique à balayage (MEB)

L'utilisation du microscope électronique à balayage (MEB) a pour but de voir la morphologie des fibres. Les échantillons des différentes fibres brutes et traités sont observés au MEB après métallisation pour rendre leurs surfaces conductrices. L'utilisation de cette distinction conduit à déduire la morphologie et les mensurations des fibres

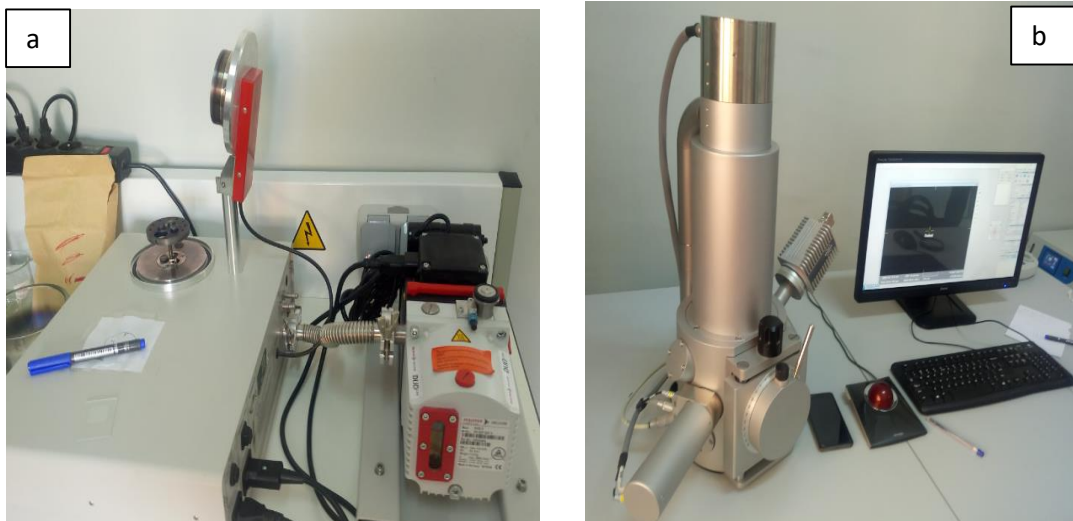


Figure II.5. Instruments de caractérisation *a- Métalliseur utilisé*
b- microscope électronique à balayage

II.2.4 Spectrométrie infrarouge (IR)

Introduction

La spectroscopie infrarouge (IR) ne fait pas la distinction entre les composés organiques et inorganiques. Enregistre uniquement les mouvements des atomes interdépendants (vibrations, etc.). L'analyse des produits inorganiques peut être très efficace en petites quantités par micro-échantillonnage (~ 30 mg) si le produit est soigneusement broyé. L'utilisation d'un support en bromure de césium (CsBr de l'ordre de 100mg) et d'un spectromètre allant dans l'infrarouge lointain jusqu'à 200 cm^{-1} , un support de bromure de potassium (KBr) peut aller vers 400 cm^{-1} . Ainsi on peut identifier la plupart des produits inorganiques, qu'ils soient amorphes, mal ou bien cristallisés. Le domaine de signature des matériaux (oxydes, carbonates, sulfates, ou autres) se situe entre ~ 1500 et 200 cm^{-1} , cette partie du spectre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est nommée finger-print. Ce qui permet d'avoir des informations très utiles. Cette technique d'analyse complète ainsi les informations obtenues à partir des méthodes d'analyses dites classiques telles que la diffraction des rayons X ou la microscopie électronique à balayage. La conjugaison de tous les résultats expérimentaux permet de voir, d'analyser et d'affiner au mieux la structure des matériaux. Le travail qui suit donne la démarche à suivre lors d'un travail expérimental de spectroscopie FTIR. Les résultats et les interprétations des analyses seront traités en dernier chapitre.

II.2.4.1 La technique spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) ou Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) en anglais a été utilisée dans les modes d'absorbance dans la gamme de 200 - 4000 cm^{-1} . Dans le cas des oxydes par exemple, il est impératif d'avoir toutes les bandes de fréquences caractérisées par un nombre d'ondes entre 200 et 1000 cm^{-1} . L'appareil est équipé d'un système permettant la réduction des cours d'optique dans l'air afin de minimiser les perturbations associées à l'air ambiant (vapeur d'eau et de CO_2). La spectroscopie utilisée pour obtenir le spectre d'absorption, ou de transmission d'un échantillon solide, liquide ou gazeux. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions présentes dans le matériau. Les spectres IR ont été obtenus en utilisant un spectromètre Perkin-Elmer (**figure II.7.c**) à une résolution de 8cm^{-1} . Pour chaque échantillon, 120 scans ont été utilisés. L'incertitude sur la position des différents pics est égale à $\pm 2\text{ cm}^{-1}$.

II.2.4.2 Mode opératoire et accessoires de spectroscopie (FTIR)

- ✓ 10-100 mg de fibre de Diss (Luffa) est broyée.
- ✓ La fibre broyée est mélangée (pendant au moins une minute) dans un mortier en Agathe avec ~100 mg de sel KBr, (**Figure II.6.a**)
- ✓ Le mélange est introduit dans le moule avant pastillage en utilisant une spatule (**Figure II.6.b, II.6.c**)
- ✓ Le mélange est ensuite comprimer-pastillé dans la presse hydraulique (sous une pression de 10 Tonnes), (**Figure II.6.d**)
- ✓ La pastille est ensuite extraite du moule pour être placée dans un porte échantillon (**Figure II.7.a**)
- ✓ Une fois l'échantillon placé dans l'appareil, Les spectres de transmission sont obtenus, après une vingtaine (20s) de secondes. Tous les spectres infrarouges sont des rapports d'absorbance en fonction des nombres d'ondes incidentes.

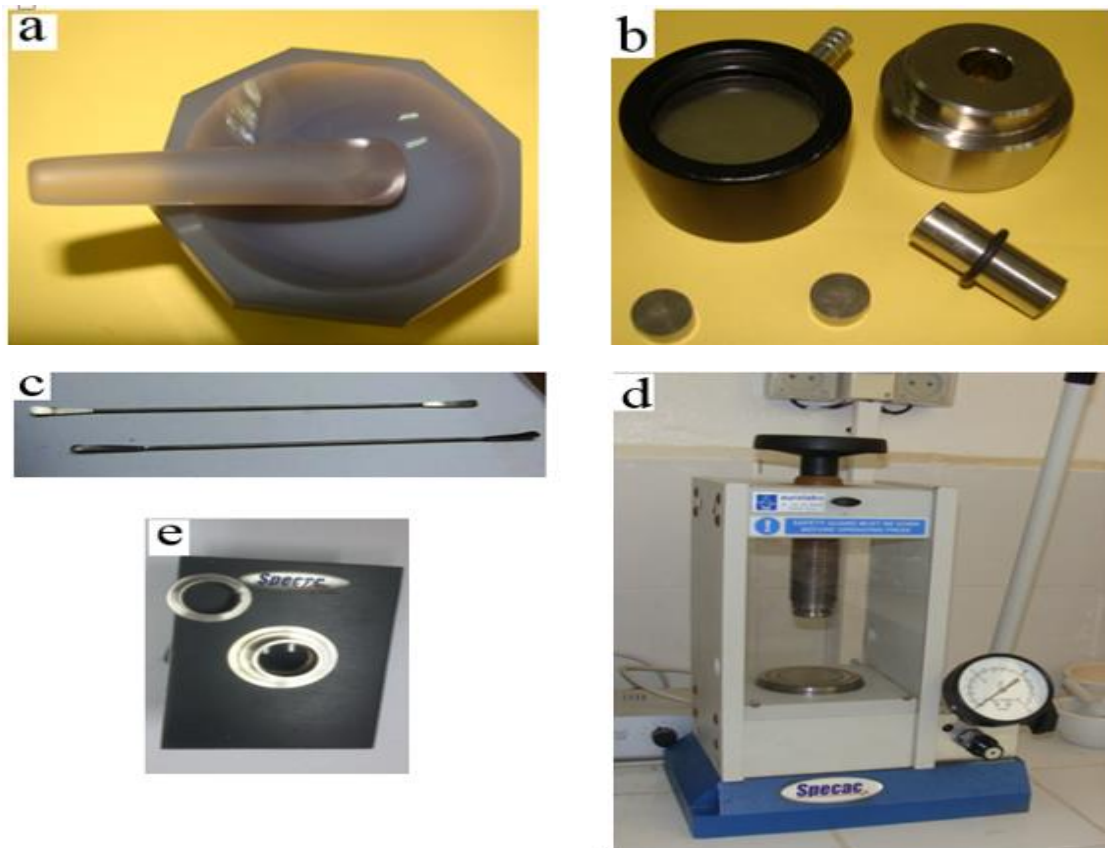


Figure II.6. a- Mortier en agath b- Moule pour pastille c- Spatule d- Presse hydraulique(Pastilleuse) e- Porte pastille

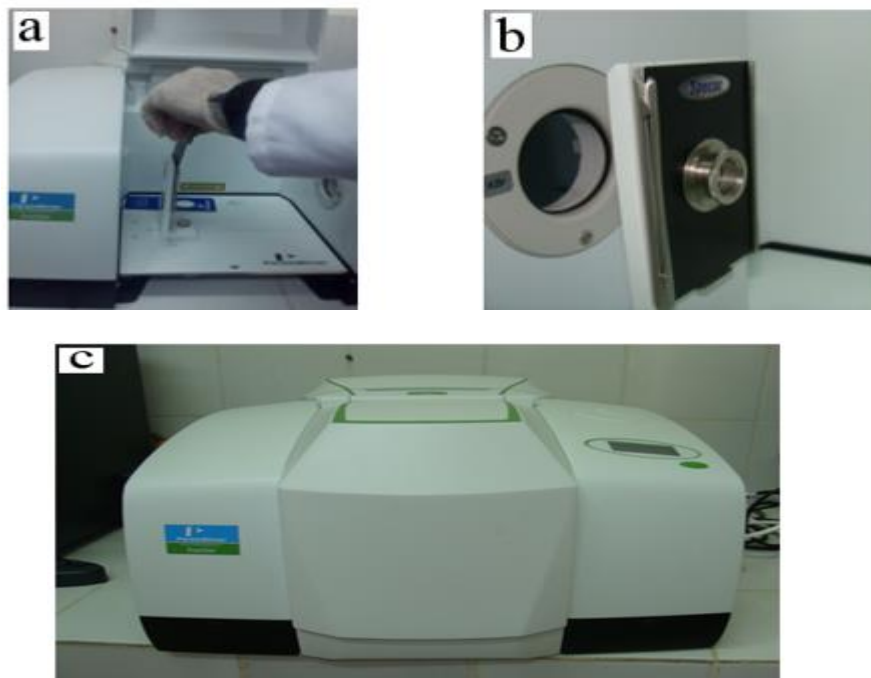


Figure II.7. a- Placement de la pastille dans le spectro-FTIR b- Placement de la pastille dans le spectro-FTIR (agrandissement) c- Le spectro-FTIR PerkinElmer-Frontier

II.3 Caractérisations mécaniques

Les propriétés mécaniques ont été caractérisées par des essais de traction, de flexion, et de dureté sur des éprouvettes en matériaux composites Polyester/Diss et Polyester/Luffa.

II.3.1 Confection des éprouvettes

La résine Polyester a été catalysée à 01% en poids puis une fraction volumique de fibres est versée dans la matrice. Le mélange après mixage est versé dans des moules préparés au préalable qui ont la forme et dimensions des éprouvettes normalisées (**Figure II.8**). Les moules ont été laissés durcir pendant une durée dépassant les 24 heures. Des éprouvettes en composites avec différentes concentrations en fibres (de 05 à 35) % en volume) ont été préparées. **La figure II.9** montre un exemple de spécimens qui ont été testés pour chaque formulation.

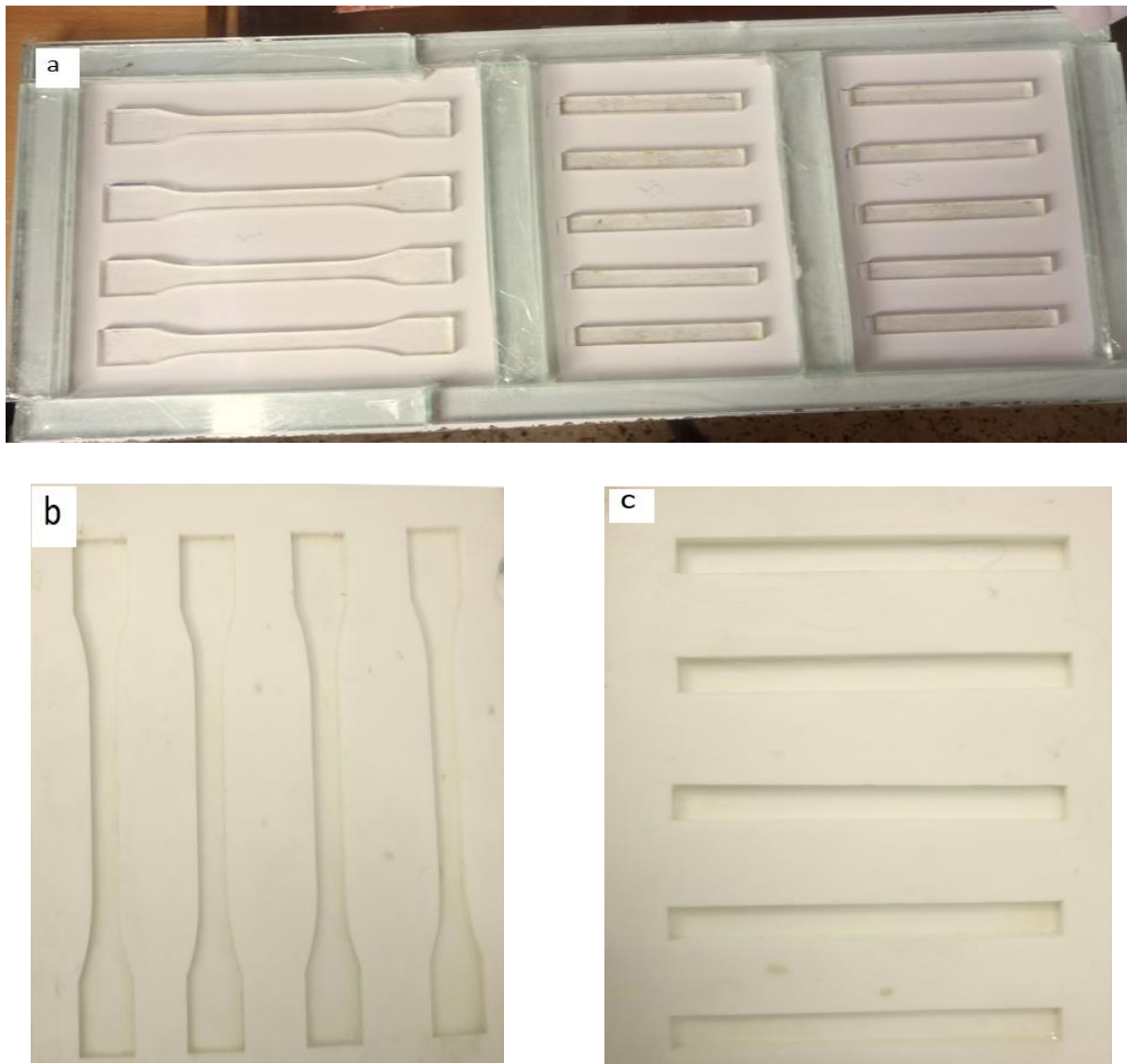


Figure II.8. Confection du moule (a) Moule pour éprouvette de traction en silicone (b) Moule pour éprouvette de flexion en silicone

Les fractions volumiques des fibres dans la matrice ont été calculées comme suite [30] :

- Teneur en volume des fibres

$$v_f = \frac{\text{volume des fibres}}{\text{volume total}} \quad \text{II.2}$$

- Teneur en volume de la matrice

$$v_m = \frac{\text{volume de de la matrice}}{\text{volume total}} \quad \text{II.3}$$

On a aussi

$$V_m = 1 - V_f \quad \text{II.3}$$

Teneur en masse des fibres

$$M_f = \frac{\text{masse des fibres}}{\text{masse total}} \quad \text{II.4}$$

Teneur en masse de la matrice

$$v_m = \frac{\text{volumedelamatrice}}{\text{volumetotal}} \quad \text{II.5}$$

On a aussi

$$M_m = 1 - M_f \quad \text{II.6}$$

Finalement on a :

$$V_f = \frac{M_f / \rho_f}{\frac{M_f}{\rho_f} + \frac{M_m}{\rho_m}} \quad \text{II.7}$$

$$M_f = \frac{V_f \cdot \rho_f}{V_f \cdot \rho_f + V_m \cdot \rho_m} \quad \text{II.8}$$



Figure II.9. Eprouvette de traction : (a) résine pure (b) Biocomposite à 10% de FNT (c) Bio-composites à 10% de FT (d) Bio-composites à 5% de FNT (e) Bio-composites à 05% de FT

II.3.2 Essai de traction

L'essai de traction est le plus utilisé pour la caractérisation des matériaux, cet essai consiste à soumettre une éprouvette normalisé à un effort de traction unidirectionnel jusqu'à rupture.

Ces essais permettent d'étudier plus finement l'influence des traitements et les ajouts des fibres végétales à la matrice et de voir l'évolution des caractéristiques mécanique du matériau composite.

Les éprouvettes de traction ont la géométrie et les dimensions de la norme ISO 527-2 B1, avec une épaisseur de 04 mm (**Figure II.10**). Ces éprouvettes sont de différentes fractions volumiques. Pour chaque type de matériau composite cinq éprouvettes ont été testé. Les essais de traction ont été réalisés par une machine de traction Instron brand 5969 50K piloté par un ordinateur à une vitesse de 1mm/mn (**Figure II.11**)

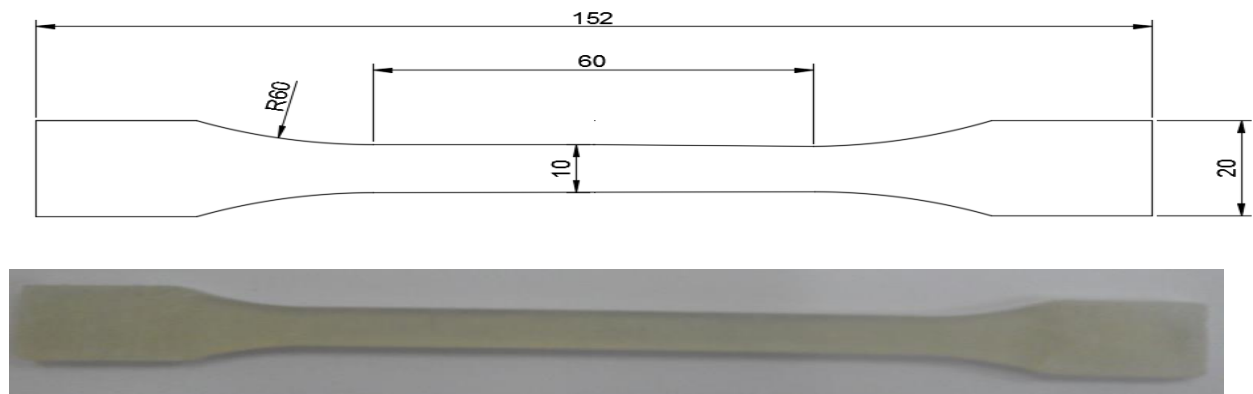


Figure II.10. Caractéristiques géométrique de l'éprouvette de traction

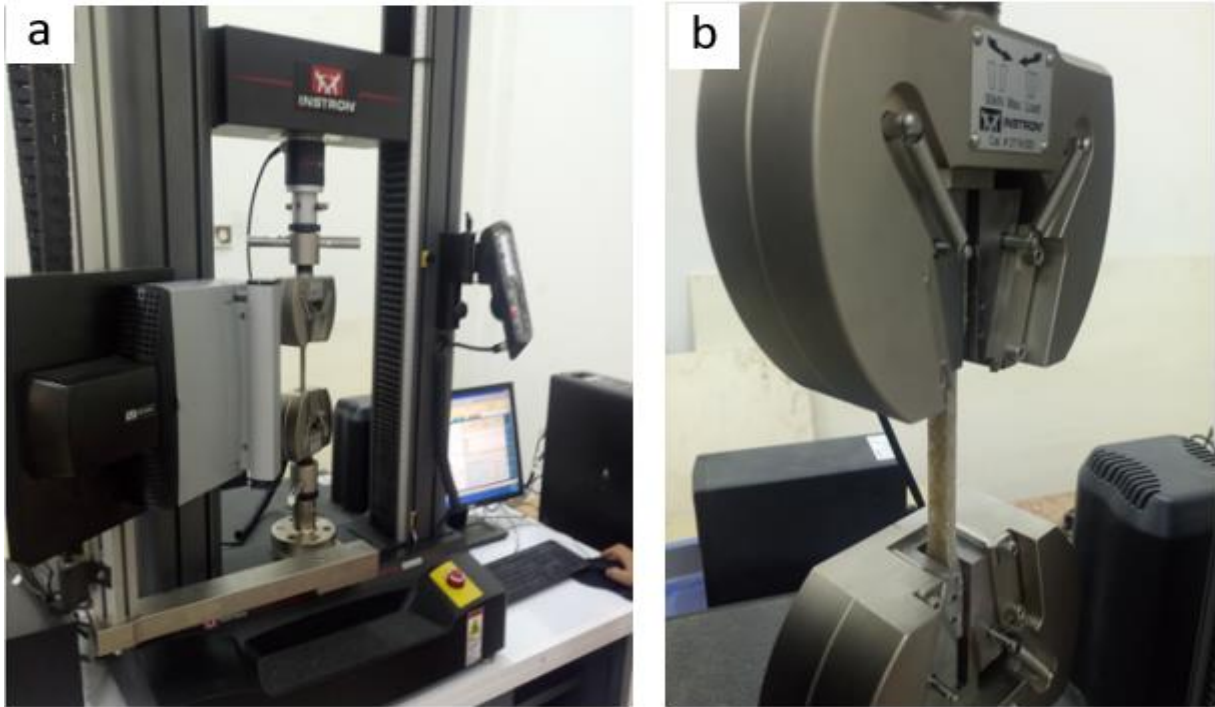


Figure II.11. Machine de traction Instron 5969. (a) montage général, (b) éprouvette entre les mors de la machine



Figure II.12 : Éprouvette à base de résine Polyester/ Diss traité chimiquement rompue

II.3.3 Essai de flexion trois points

Les fibres végétales améliorent considérablement la résistance à la flexion, cette résistance est influencée aussi par le dosage, la nature, la longueur, l'orientation et traitement des fibres.

Ces essais de flexion trois points nous permettent aussi d'étudier l'influence du traitement et la concentration en fibre de Diss et de Luffa.

Les éprouvettes de flexion en trois points sont obtenues par moulage suivant les dimensions et la géométrie respectant les normes NF EN ISO 178, ASTM 790, avec une épaisseur de 4 mm, (**Figure II.13, II.14**). Pour chaque formulation du composite une moyenne de cinq mesures a été effectuée pour déterminer les paramètres de flexion.

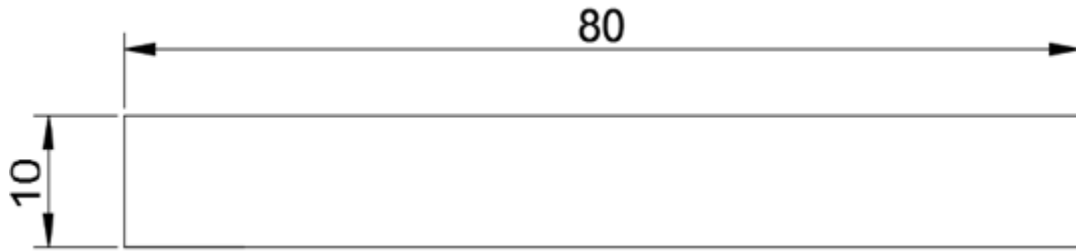


Figure II.13. Dimensions de l'éprouvette de flexion 3 points

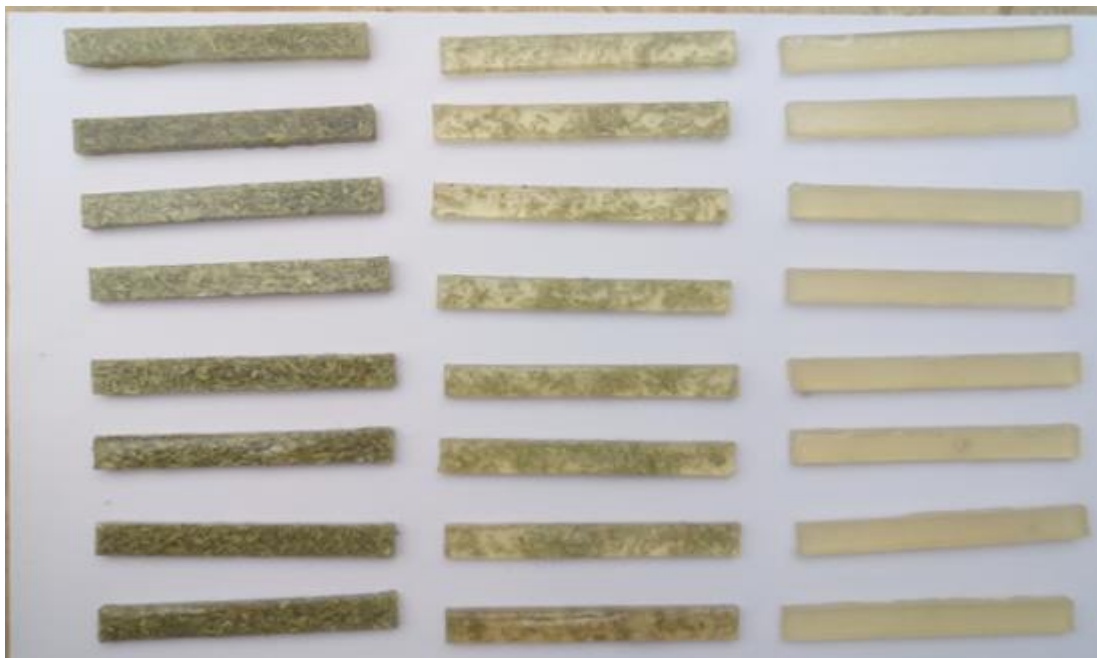


Figure II.14. Eprouvettes de flexion

II.3.4 Essai de dureté

La dureté d'un matériau composite est liée directement à sa composition. Les essais de dureté sont très importants pour la connaissance de certaines propriétés du matériau comme sa ductilité, résistance à la pénétration,...

Les essais de dureté sont réalisés par un duromètre HBRV-187.5 (**Figure II.16**). Ces essais ont été réalisés sur des éprouvettes de différents taux de fibres végétales brut et traité.

Quatre éprouvettes pour chaque type de matériau ont été testées, On effectue six mesures pour chaque éprouvette, donc 24 mesures pour un même matériau.

La dureté brinell est donnée par le duromètre come le produit de la différence de lecture sur le microscope au coefficient liée à l'amplification du microscope de mesure.

$$HB = (L_{MAX} - L_{MIN})I \quad \text{II.9}$$

HB: dureté Brinell

L_{MAX}: Lecture maximale sur le microscope

L_{MIN}: Lecture minimale sur le microscope

I = 0,004 lorsque l'objectif est de 2,5^X

I = 0,002 lorsque l'objectif est de 5^X

On peut aussi calculer la dureté Brinell par l'expression suivante (charge appliquée par la surface de l'empreinte):

$$HB = \frac{2f}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} 0,102 \quad \text{II.10}$$

f : Force appliquée (N)

d : Diamètre de l'empreinte (mm)

D : Diamètre de la bille (mm)



Figure II.15. *Eprouvettes pour l'essai de Dureté*

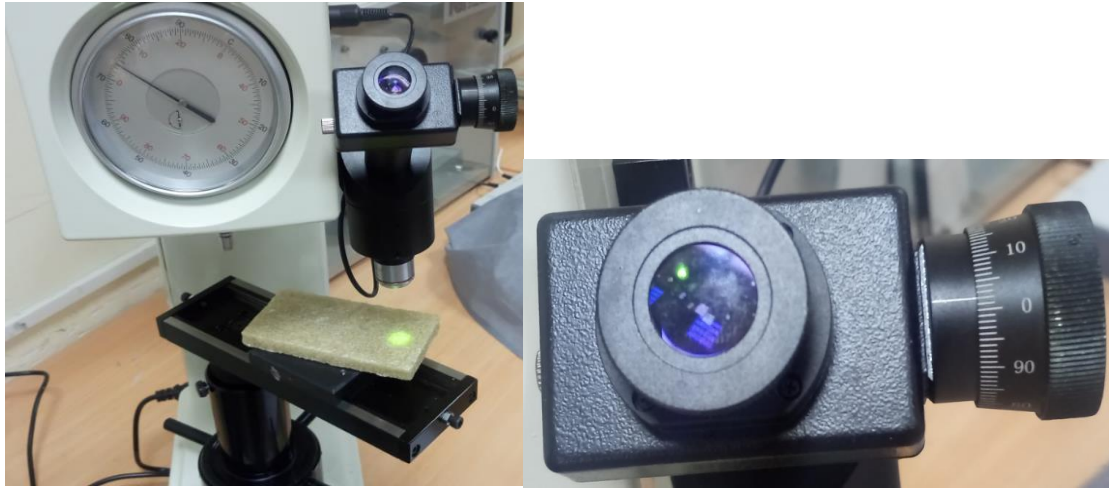


Figure II.16. Duromètre HBRV-187.5

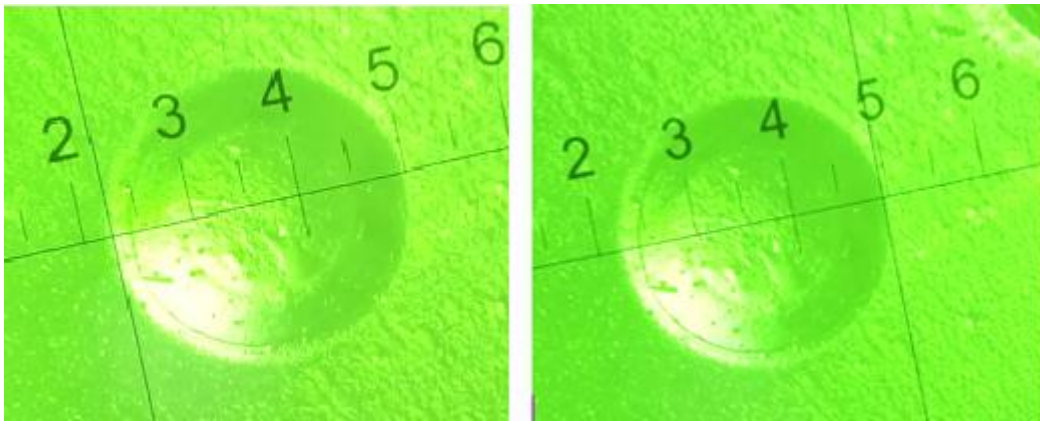


Figure II.17. Exemple de lecture

Chapitre III : Résultats et discussions

Chapitre III : Résultats et discussion

Ce chapitre présente les résultats obtenus à partir des essais expérimentaux du chapitre précédent. Ils contiennent deux sections, la première concerne l'observation au microscope électronique à balayage (MEB) des fibres non traitées et traitées chimiquement, les analyses par dispersion d'énergie de rayons X (Energy Dispersive X-Ray Analysis **EDX**) correspondantes, et aussi les analyses par spectroscopie infra-rouge à transformée de Fourier (**FTIR**). La seconde partie se concentre sur la caractérisation mécanique à la traction flexion trois points et dureté Brinell du Bio-composites à différentes formulations.

III.1 Propriétés physiques

III.1.1 Les constituants chimiques des fibres de Diss et de Luffa

Le **Tableau III.1** présente les résultats de la composition chimique des fibres de Luffa et Diss, on constate qu'ils sont riches en cellulose ce qui nous attire à leur utilisation dans les matériaux composites comme renfort.

Tableau III.1. Les constituants chimiques des fibres de Diss et Luffa

Fibres	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
Diss	54.13	20,32	7,12
Luffa	59.14	20.33	3.14

III.1.2 Densité des fibres de Diss et de Luffa

Plusieurs techniques permettent de déterminer la densité des fibres végétales pour notre étude on a choisi la méthode du pycnomètre. Trois mesures sont prises en compte pour chaque type de fibre. Les résultats obtenus sont mentionnés au **Tableau III.2**.

Tableau III.2. Densités des fibres de Diss et Luffa

Fibres	Densité
Diss non traité	0.89
Diss traité	0.92
Luffa non traité	0.58
Luffa traité	0.61

III.1.3 Observations au microscope électronique à balayage (MEB)

La feuille de Diss est sous forme de plusieurs fibres élémentaires dont le diamètre est compris entre 12 à 30 μm . on remarque aussi que les fibres brutes sont enrobées par la matière organique **Figure III.2.a et III.3.b** alors qu'après traitement la matière organique est diminuée et les fibres sont vues nettement.

Les **Figures III.1, III.2.a et III.3.b**), reflètent la différence entre les fibres de Diss à l'état bruts et traitées chimiquement. Les surfaces des fibres brutes sont lisses à cause de la présence des matières amorphes telles que l'hémicelluloses, lignines, cires, ... par contre les fibres traitées présentent des surfaces rugueuses et par conséquent une meilleur adhérence entre fibres et matrice.

On remarque aussi que les épines présentent à la surface les fibres de Diss ne sont pas affecter par le traitement à la NaOH, ce qui améliore encore l'adhérence entre matrice et fibres.

Les figures a' et b' donnent une idée sur les mensurations des diamètres des fibres.

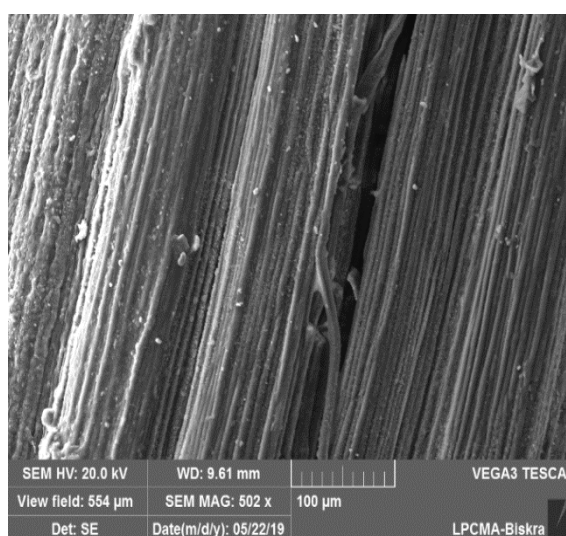


Figure III.1. Micrographies MEB de Feuille de Diss

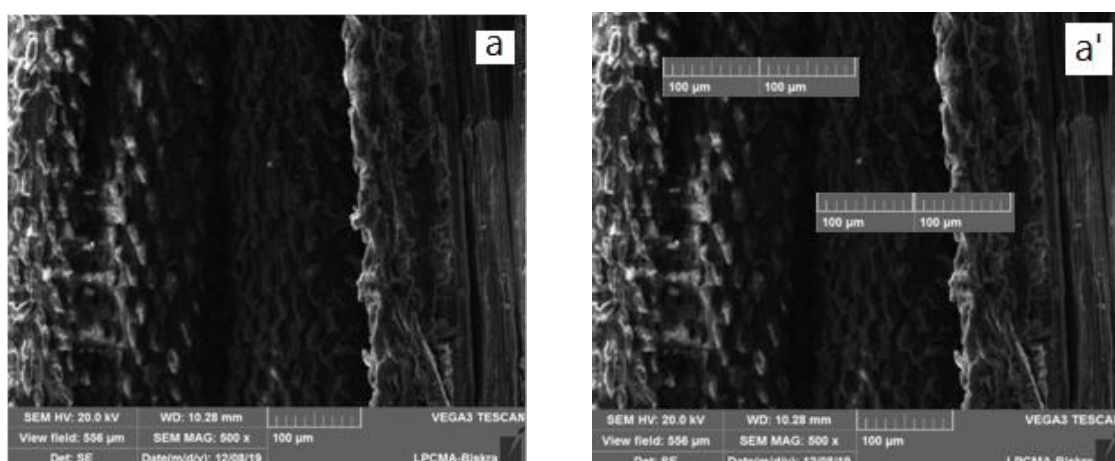


Figure III.2. Micrographies MEB en vue longitudinale de la fibre de Diss à son état brut

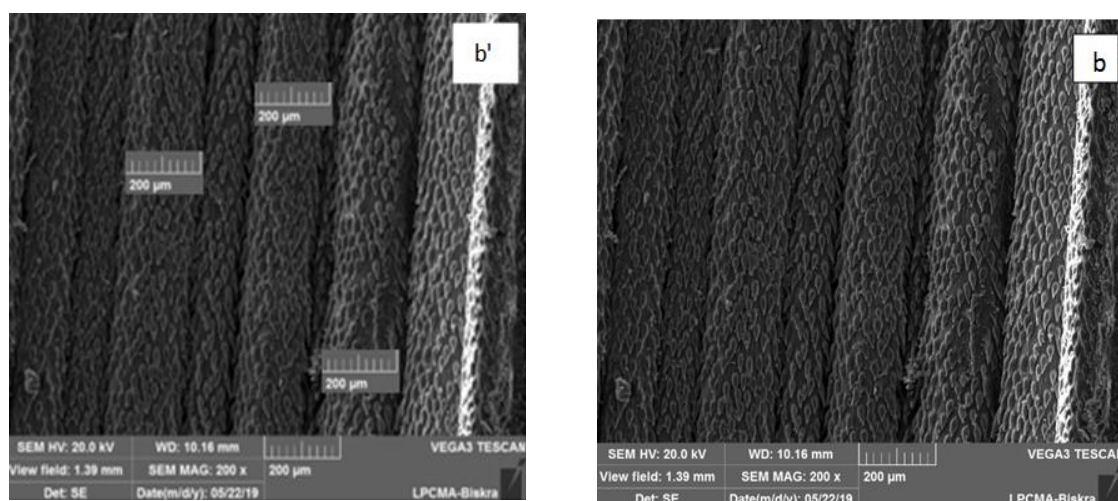


Figure III.3. Micrographies MEB en vue longitudinale de la fibre de Diss après traitement par l'NaOH.

III.1.4 Analyses des fibres par spectroscopie EDX affecté au MEB

Tout d'abord nous devons souligner que les fibres de Diss, en tant que produit naturel, se composent principalement des éléments chimiques suivants :

Oxygène, Hydrogène, azote, carbone (principalement), et d'éléments qui proviennent de l'environnement (terre) ou ils vivent tel que le calcium, le silicium, le magnésium, etc.

Il est à souligner que les analyses EDX, ne peuvent détecter l'hydrogène (H), et l'azote (N). Nous rapportons dans la **Figure III.4.a, III.4 .a'** ci-dessous des analyses dans le cas du Diss brut et traité.

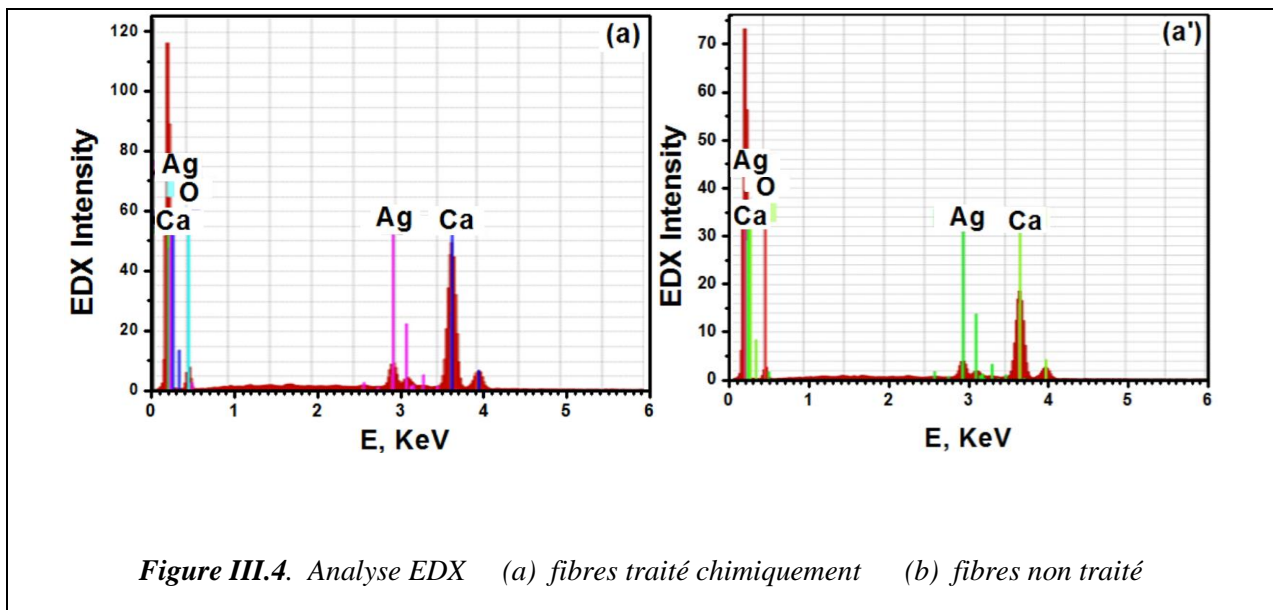


Tableau III.3. Résultats d'analyse EDX pour les fibres Diss non traité

Diss non traité						
El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
C	6	K-series	61.51	60.36	77.78	7.18
Ca	20	K-series	21.09	20.69	7.99	0.65
O	8	K-series	14.24	13.97	13.51	2.28
Ag	47	L-series	5.07	4.98	0.71	0.19
Total:			101.91	100.00	100.00	

Tableau III.4. Résultats d'analyse EDX pour les fibres Diss traité

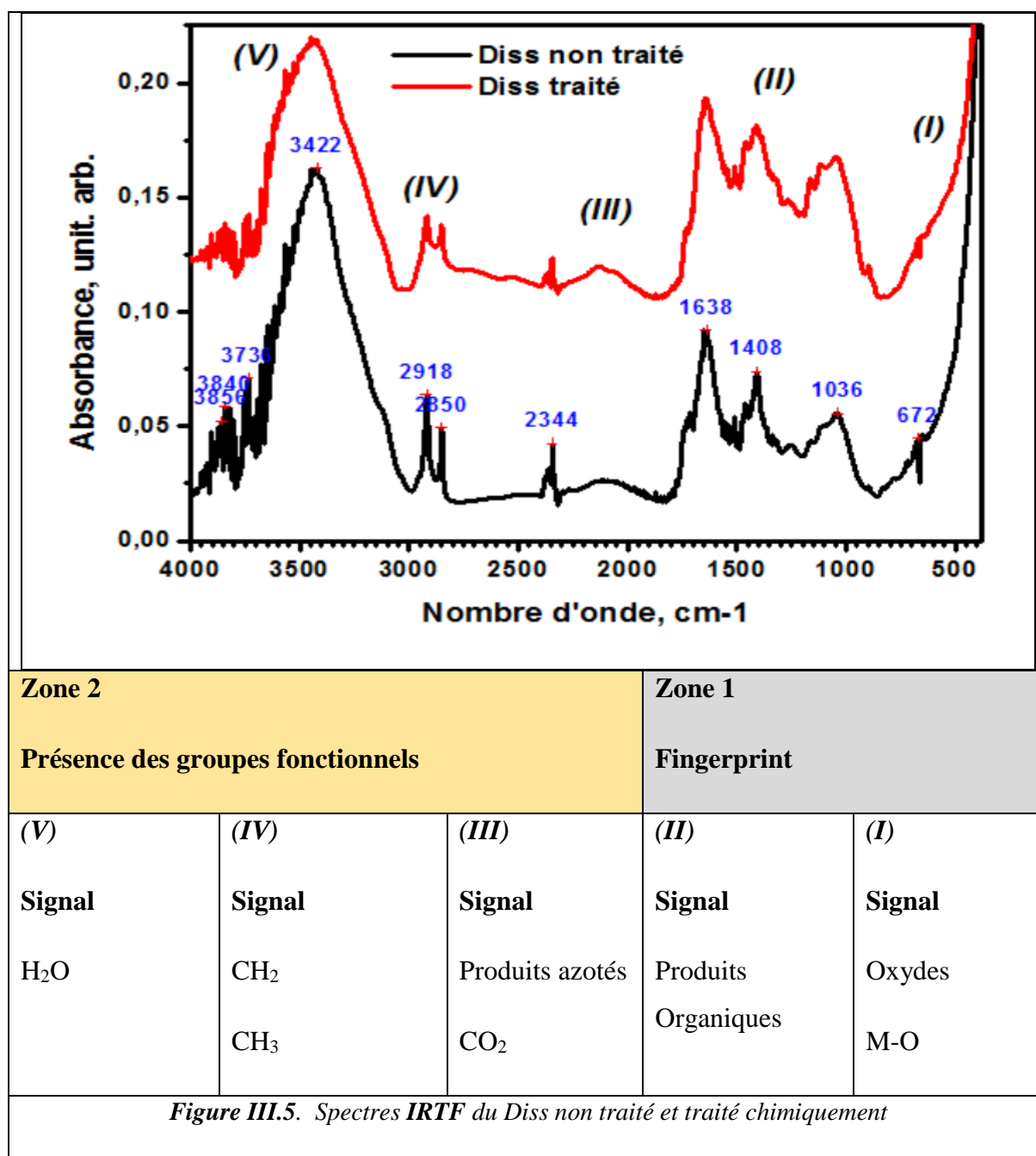
Diss traité chimiquement par l'NaOH						
El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
C	6	K-series	83.01	70.45	85.06	9.49
Ca	20	K-series	18.33	15.56	5.63	0.57
O	8	K-series	11.34	9.62	8.72	1.94
Ag	47	L-series	5.16	4.38	0.59	0.19
Total:			117.84	100.00	100.00	

Ces différences même peut significatives, peuvent expliquer la différenciation des colorations des produits (une dépigmentation depuis le vert naturel vers une coloration plus jaunâtre).

III.1.5 Analyses spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) des fibres de Diss brut et traité chimiquement

Les mesures ont été réalisées à l'aide d'un spectromètre Bruker, dans la gamme spectrale de 4000-400 cm^{-1} avec une résolution de 8 cm^{-1} .

Les analyses **FTIR** sont représentées sur la **Figure III.5**, Comme obtenu sur les analyses EDX, même les analyses **FTIR** ne révèlent pas de différences majeures.



La Figure III.5 montre les spectres du Diss non traité et traité, chacun des spectres comprend les signatures des diverses molécules constituant le produit analysé.

Tel que mentionné sur cette figure, nous pouvons diviser chaque spectre en deux zones essentielles

- ✓ **Zone I** : appelé fingerprint,

Cette partie du spectre est liée à la présence des oxydes (entre 400-800 cm^{-1}) et liée à la présence des produits organiques (900-1600 cm^{-1}),

✓ **Zone II** : Liée à la présence des groupements fonctionnels.

Cette partie est liée à la présence des groupements azotés (2000-2200 cm^{-1}), CO_2 (2400 cm^{-1}), $\text{CH}_2\text{-CH}_3$ (2800-2900 cm^{-1}), et H_2O (3200-3650 cm^{-1}).

La différenciation entre les spectres n'est pas aisée. Les spectres FTIR ne semblent pas être sensibles aux changements liés au traitement par l' NaOH .

III.2 Propriétés mécaniques

III.2.1 Essai de traction

Les résultats des essais de traction sur des éprouvettes à différentes formulations sont illustrés par des courbes contrainte-déformation. Toutes les courbes ont la même forme, elle se déforme d'une manière élastique jusqu'à rupture c'est-à-dire absence des déformations plastiques (**Figure III.6**).

III.2.1.1. Composite à base de fibres de Diss

Les courbes contrainte-déformation à la traction des **Figures III.10, III.9** représentent des résultats obtenus de l'essai de traction sur l'éprouvette de référence (résine Polyester) et des éprouvettes avec un taux volumique de 05% à 30% de fibres de Diss non traité et traité chimiquement. Ces résultats révèlent que le comportement des composite est fragile.

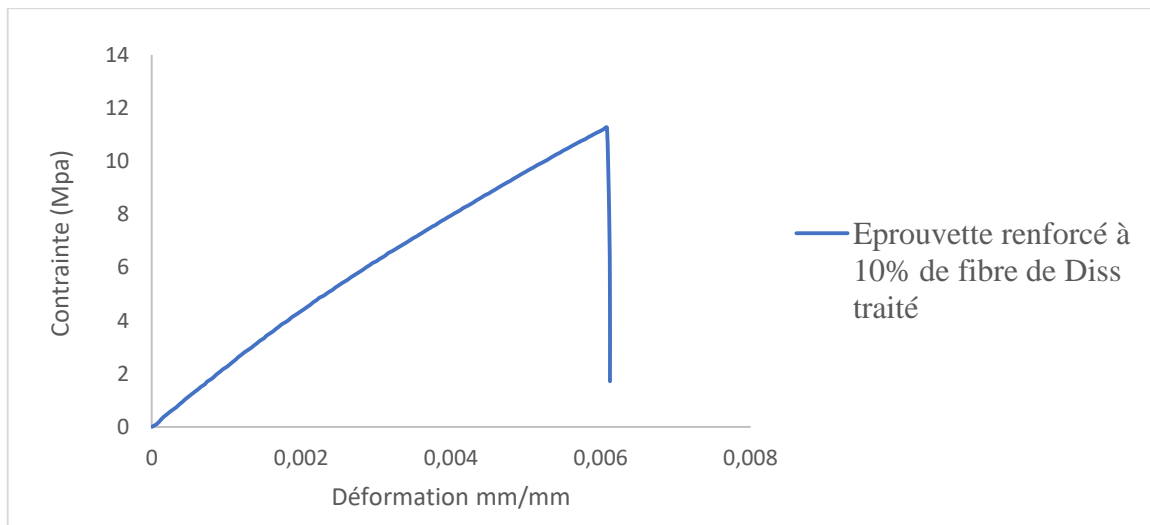


Figure III.6. Courbe type contrainte déformation FDT

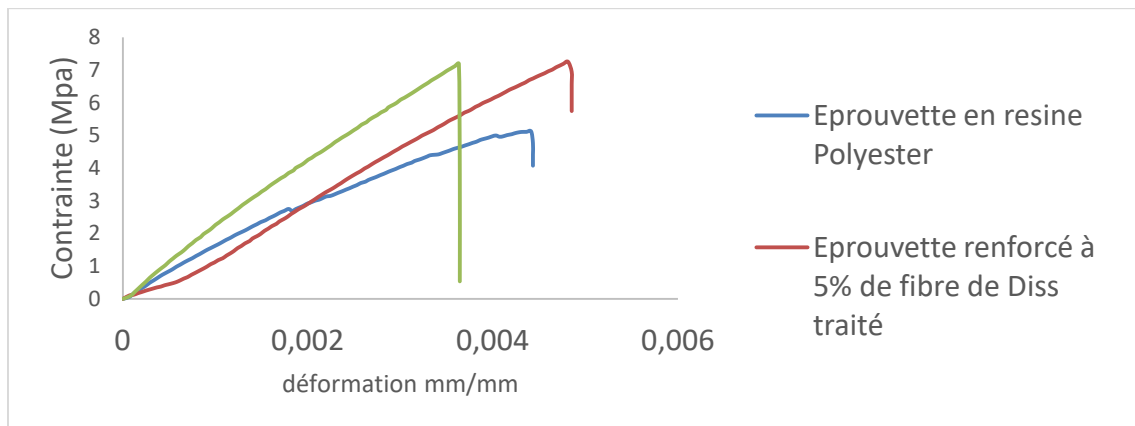


Figure III.7. Courbe contrainte déformation Résine Polyester pure et composite de même fraction volumique 05% de FDNT et FDT

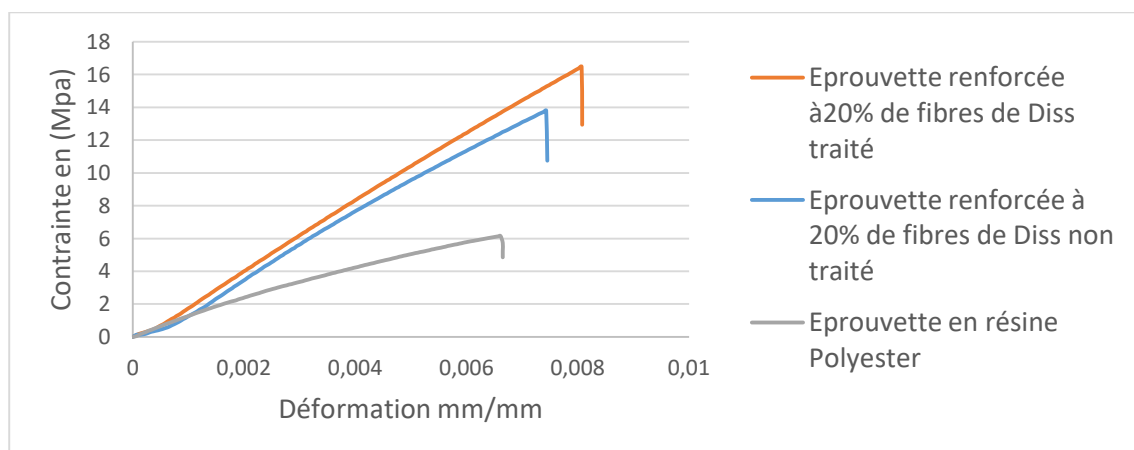


Figure III.8. Courbe contrainte déformation : Résine Polyester pure et composite de même fraction volumique 20% de FDNT et FDT

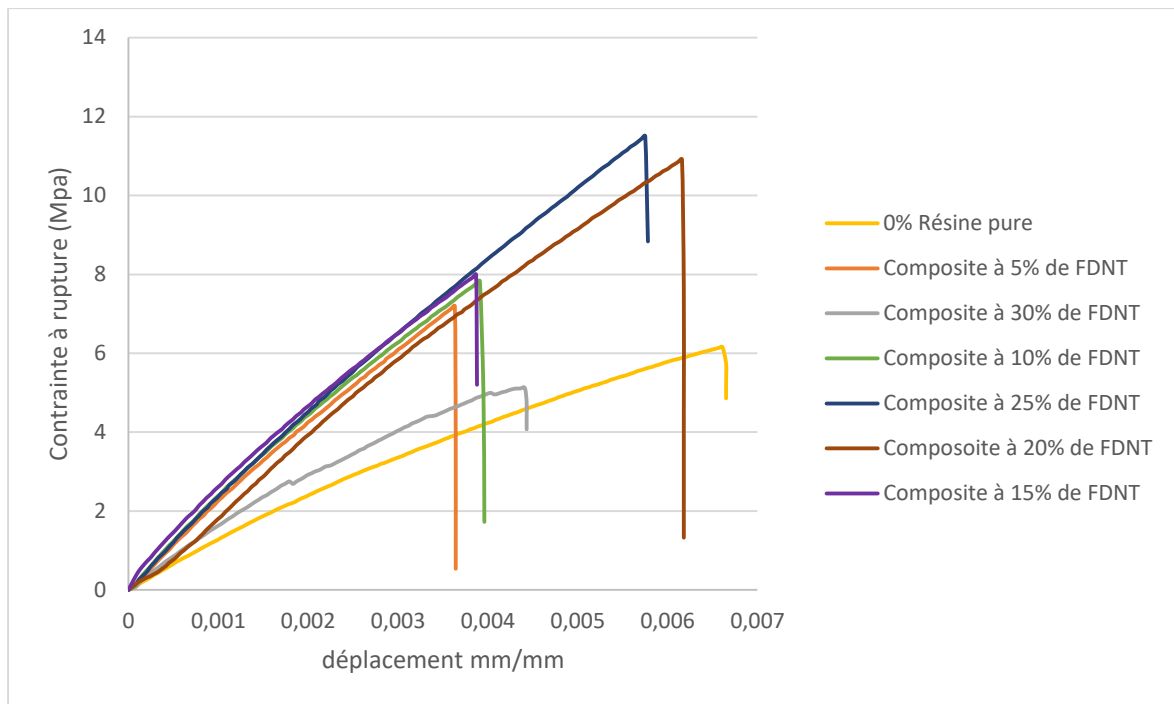


Figure III.9. Courbe contrainte déformation : Résine Polyester pure et composites à différents formulation en FDNT

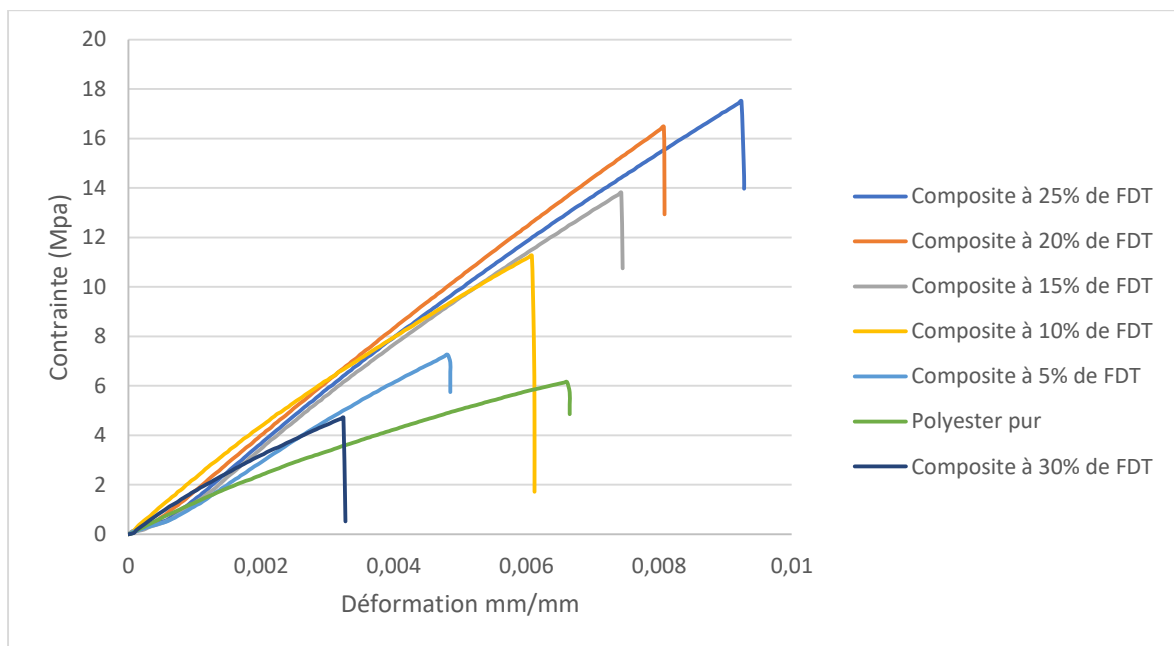


Figure III.10. Courbe contrainte déformation : Résine Polyester pure et composites à différents formulation en FDT

Les **Figure III.6 – III.10** présentent les évolutions des courbes contraintes déformations des différents formulations, on constate que toutes les courbes ont la même allure, elles présentent

une seule partie linéaire et absence des déformations plastiques expliquant l'absence de la zone plastique ce qui signifie que les matériaux à base de fibres de Diss est rigide.

Tableau III.5. Valeurs moyennes des résultats des essais de traction sur des composites renforcés des fibres de Diss non traité

Taux de fibres de Diss en %	Module de Young (Mpa)	Contrainte à rupture (Mpa)
00%	1971,4575	5,6357
05%	2001,9714	6,9693
10%	2010,4731	8,4162
15%	2108,6753	10,0439
20%	1932,5748	14,6572
25%	1865,9386	14,9987
30%	1800,1265	5,6583

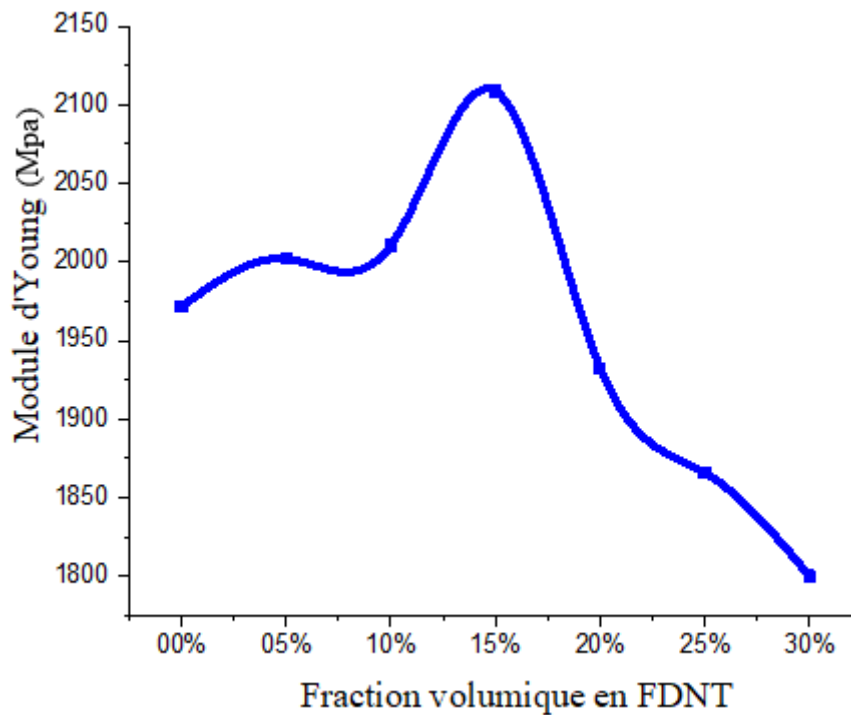


Figure III.11. Courbe de la variation du module d'Young en fonction du taux de FDNT

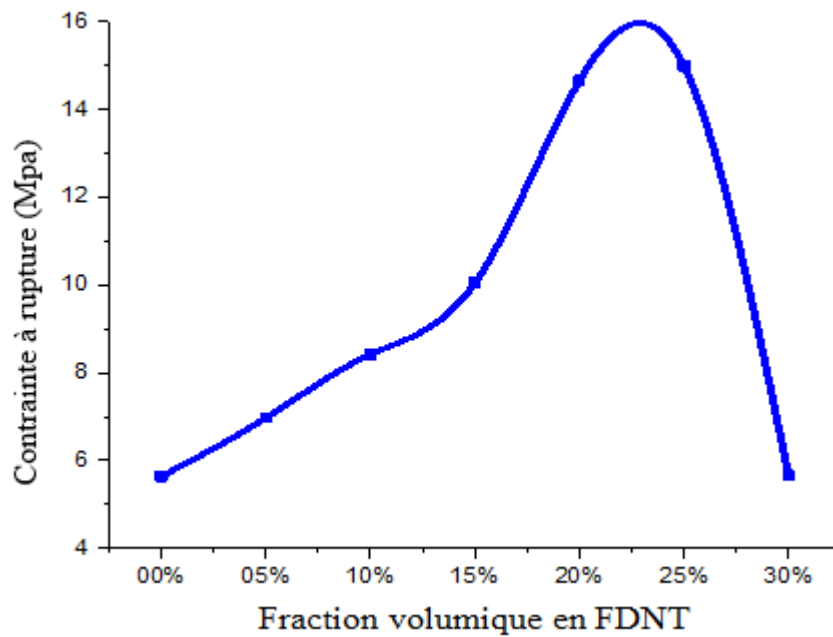


Figure III.12. Courbe de la variation de la contrainte en fonction du taux de FDNT

Tableau III.6. Valeurs moyennes des résultats des essais de traction sur des composites renforcés des fibres de Diss traité

Taux de fibres de Diss en %	Module de Young (Mpa)	Contrainte à rupture (Mpa)
%	1971,4575	5,6357
05%	2084,6672	7,2256
10%	2275,1158	10,0025
15%	2307,4627	12,6573
20%	2122,4578	17,5084
25%	2065,8793	17,5832
30%	1876,4531	8,8976

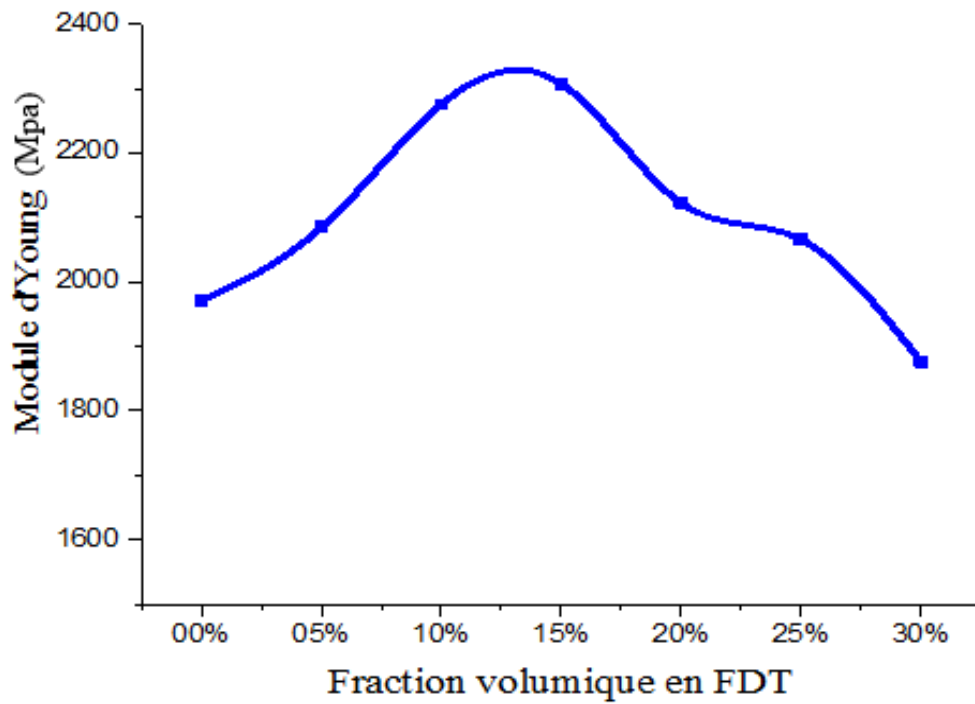


Figure III.13. Courbe de la variation du module d'Young en fonction du taux de FDT

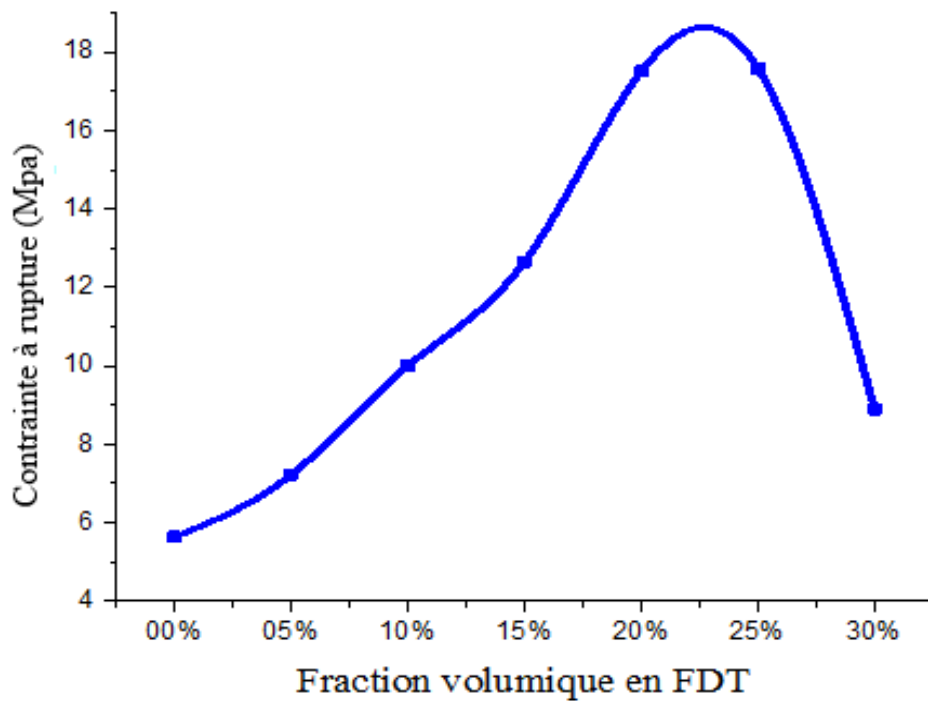


Figure III.14. Courbe de la variation de la contrainte en fonction du taux de FDT

Les Figures III.11 – III.14 illustrent l'effet des teneurs en fibres et de la modification des surfaces de ces fibres sur les contraintes à ruptures et les modules d'élasticité en traction. Ces derniers augmentent avec l'augmentation de la fraction volumique en fibres de Diss. On observe que le module d'élasticité atteint l'optimum de 2108,6753 Mpa et de 2307,4627 Mpa successivement pour une teneur de 15% en volume de fibres non traité et traité. Alors que les contraintes à rupture atteignent un optimum de 14.9987 Mpa et de 17.5832 Mpa successivement pour des teneurs de 25% de fibres de Diss non traité et 25% de Diss traité. Au-delà de ses optimums on observe une diminution rapide des contraintes et des modules d'élasticités.

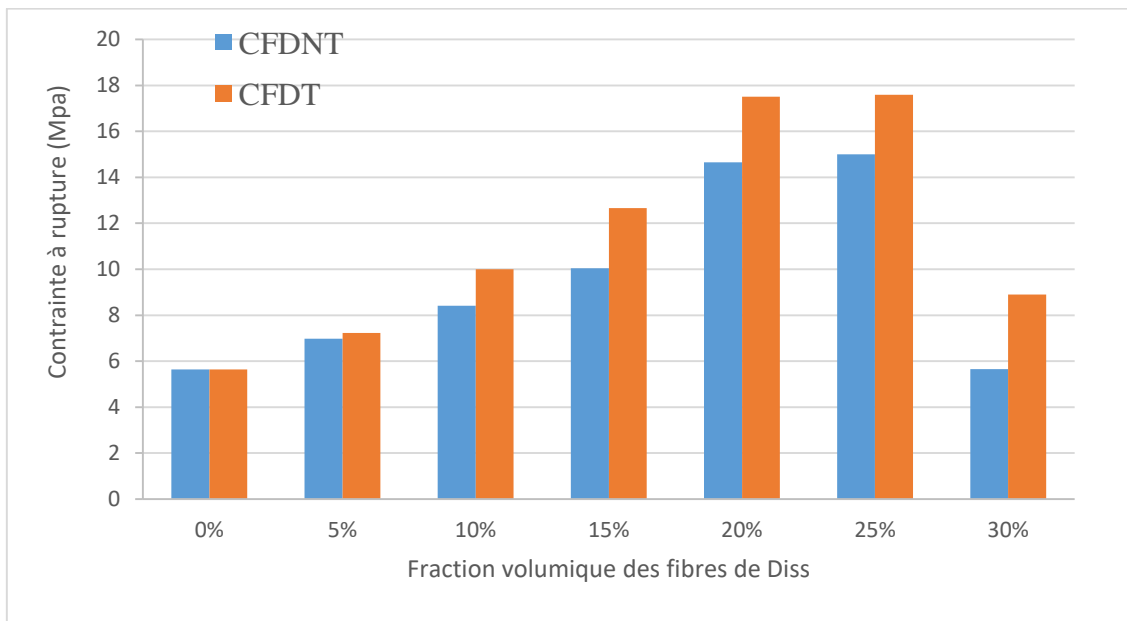


Figure III.15. Diagramme en bâtons de la comparaison de l'évolution de la contrainte à la rupture en fonction de la fraction volumique en fibres de Diss non traité et traité chimiquement

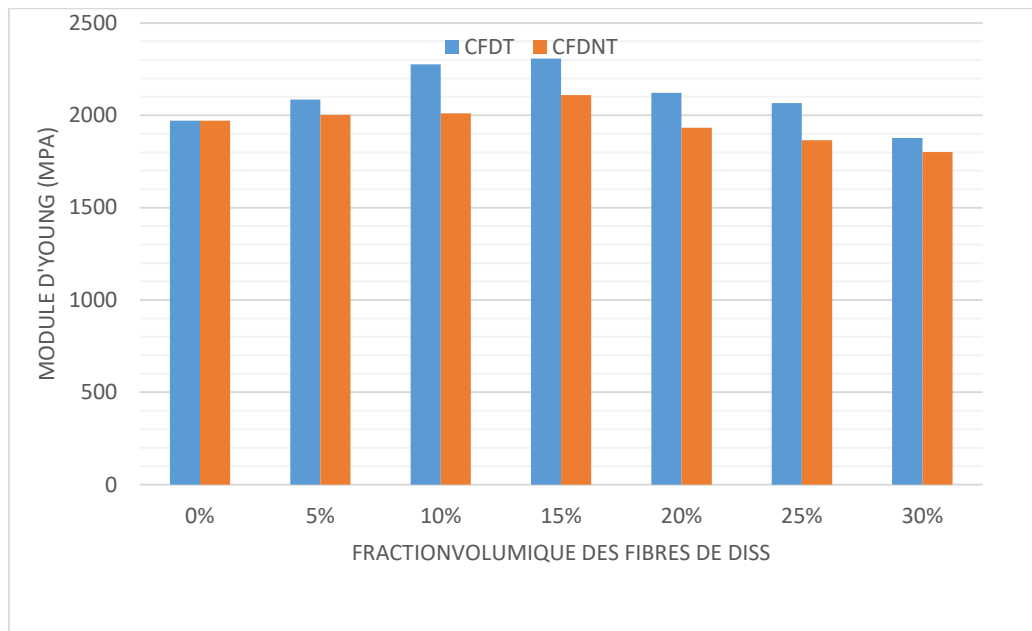


Figure III.16. Diagramme en bâtons de la comparaison de l'évolution du Module de Young en fonction de la fraction volumique en fibres de Diss non traité et traité chimiquement

Les Figures III.15, III.16 représentent une superposition des résultats des contraintes et des modules d'élasticités en fonction des fractions volumiques en fibres non traités et traité et cela pour une comparaison claire et objective.

III.2.1.2 Composite à base de fibre de Luffa

Les courbes contrainte-déformation de la traction des **Figure III.17, III.18** représentent des exemples de résultat obtenus de l'essai de traction sur l'éprouvette de référence (résine Polyester) et des éprouvettes avec une teneur en volume de 05% à 25% de fibres de Luffa non traité et traité chimiquement. Ces résultats révèlent que le comportement des composite est fragile. On observe aussi que toutes les courbes ont la même allure, elles présentent une seule partie qui est linéaire et absence des déformations plastiques ce qui signifie que les matériaux à base de fibres de Luffa est rigide

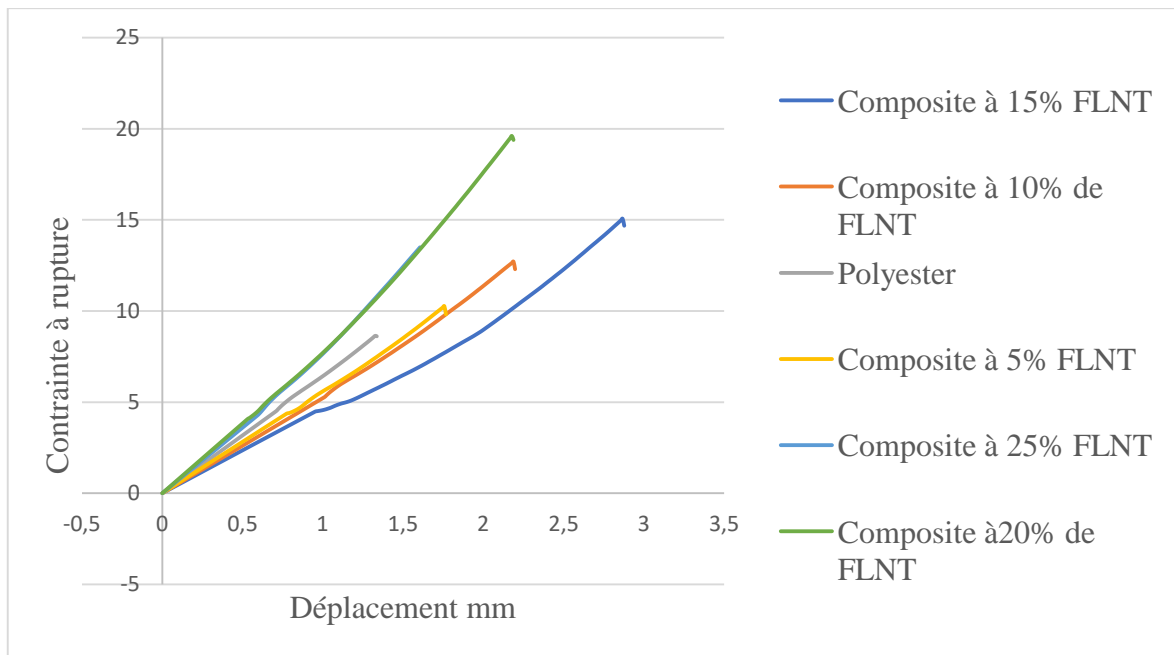


Figure III.17. Courbe de contrainte déformation : Résine Polyester pure et composites à différents formulation en FLNT

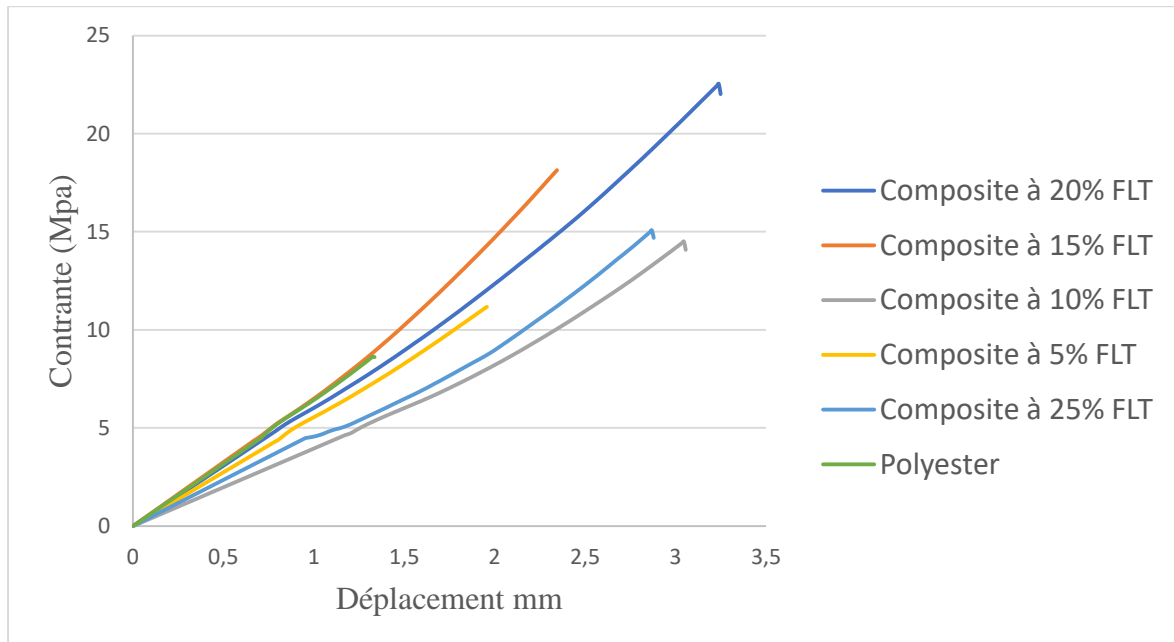


Figure III.18. Courbe de contrainte déformation : Résine Polyester pure et composites à différents formulation en FLT

Tableau III.7. Valeurs moyennes des résultats des essais de traction sur des composites renforcés des fibres de Luffa non traité

Taux de fibres de Luffa en %	Module de Young (Mpa)	Limite 'élasticité (Mpa)
00%	1971,4575	8,61
05%	2187,9786	10,34
10%	2225,1734	13,49
15%	2287,19876	17,43
20%	2254,9976	19,98
25%	2134,8766	13,38

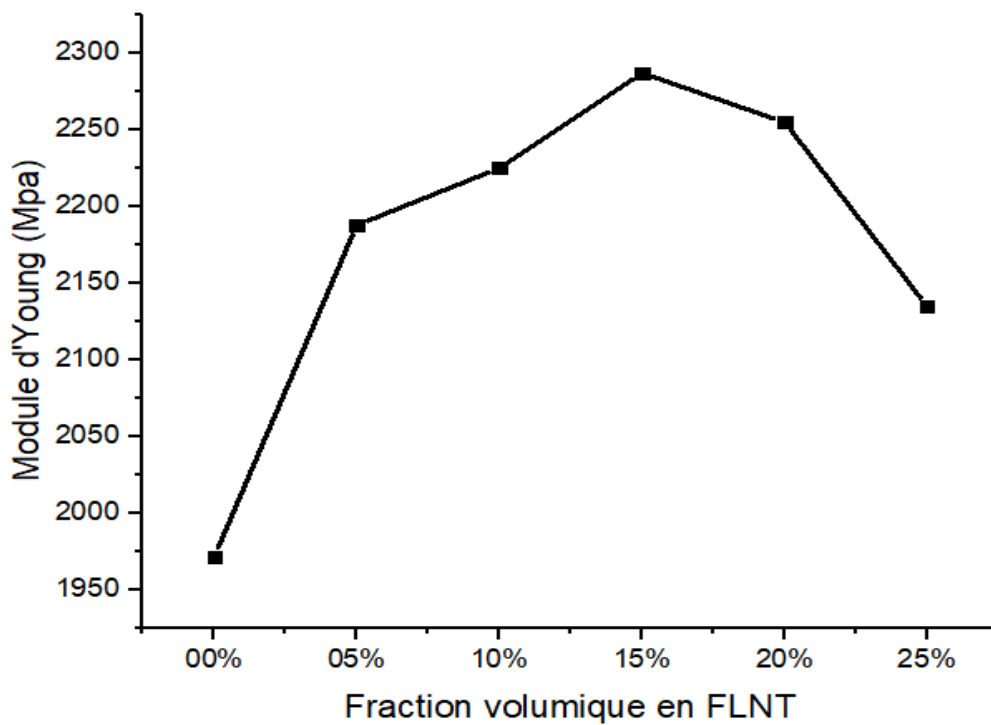


Figure III.19. Courbe de la variation du Module d'Young en fonction du taux de FLNT

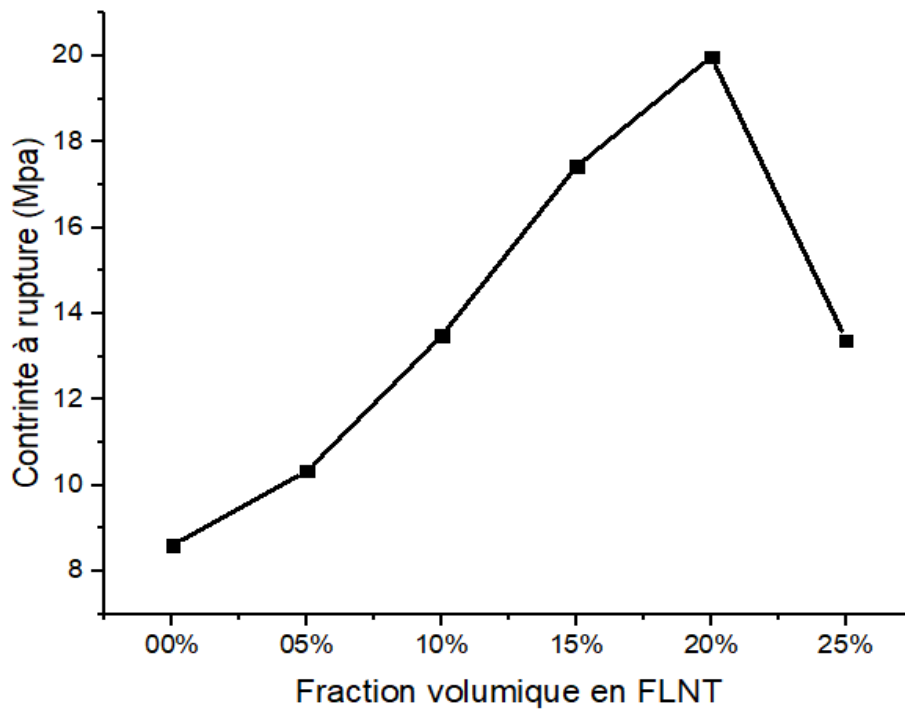


Figure III.20. Courbe de la variation de la contrainte à la rupture en fonction du taux de FLNT

Tableau III.8. Valeurs moyennes des résultats des essais de traction sur des composites renforcées des fibres de Luffa traité

Taux de fibres de Luffa en %	Module de Young (Mpa)	Limite d'élasticité (Mpa)
00%	1971,4575	8,61
05%	2204,93542	11,45
10%	2265,7912	15,51
15%	2369,2938	20,38
20%	2389,1983	22,53
25%	2310,4834	14,78

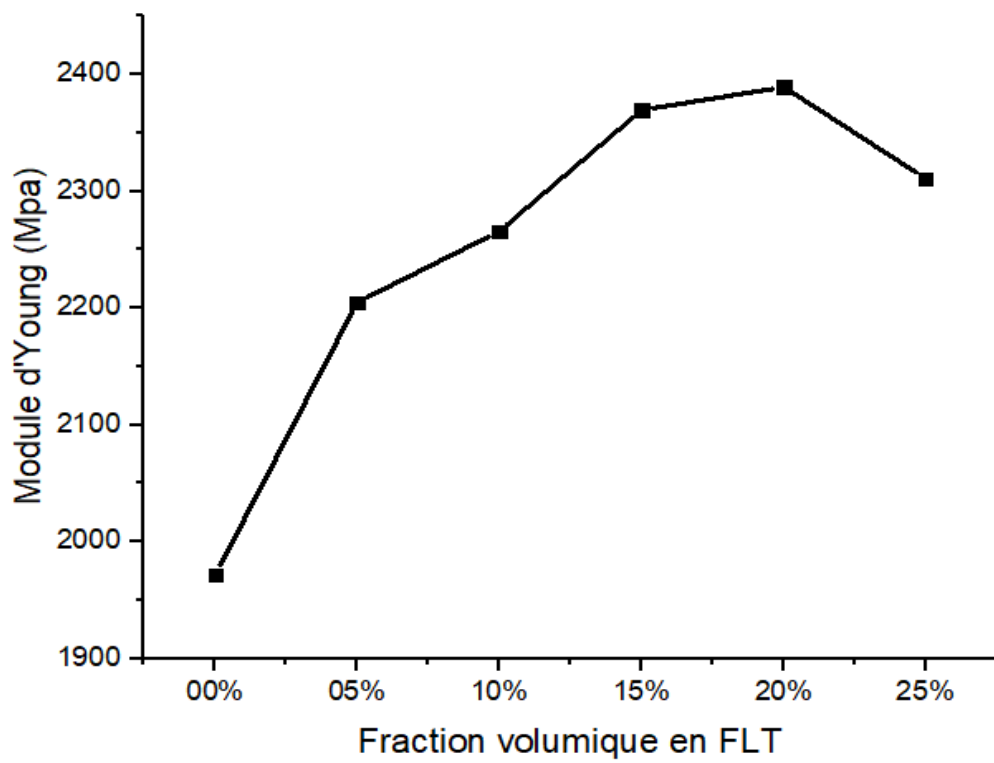


Figure III.21. Courbe de la variation du Module d'Young en fonction du taux de FLNT

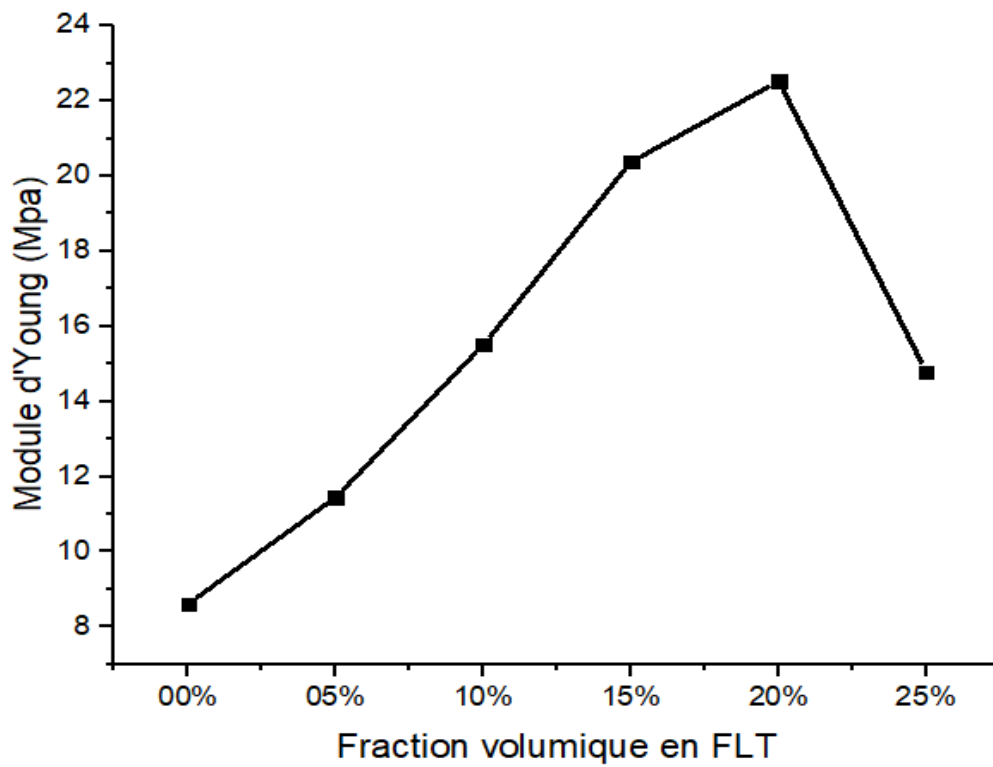


Figure III.22. Courbe de la variation de la contrainte à rupture en fonction du taux de FLT

Les Figures III.19 à III.22 présentent les effets de la concentration en fibres et de la modification des surfaces de ces fibres par traitement à la NaOH sur les contraintes à ruptures et les module d'élasticité en traction. Ces derniers augmentent avec l'augmentation de la fraction volumique en fibres de Luffa. On observe que le module d'élasticité atteint l'optimum de 2287,19876 Mpa pour une concentration de 15% en volume de fibres non traité par contre après traitement il atteint un optimum de 2389,1983MPa pour une concentration de 20%. Les contraintes à rupture atteignent un optimum de 19,98 Mpa et de 22,53 Mpa successivement pour des teneurs de 20% de fibres de Luffa non traité et 20% de Luffa traité. Au-delà de ses optimums on observe une diminution rapide des contraintes et des modules d'élasticités.

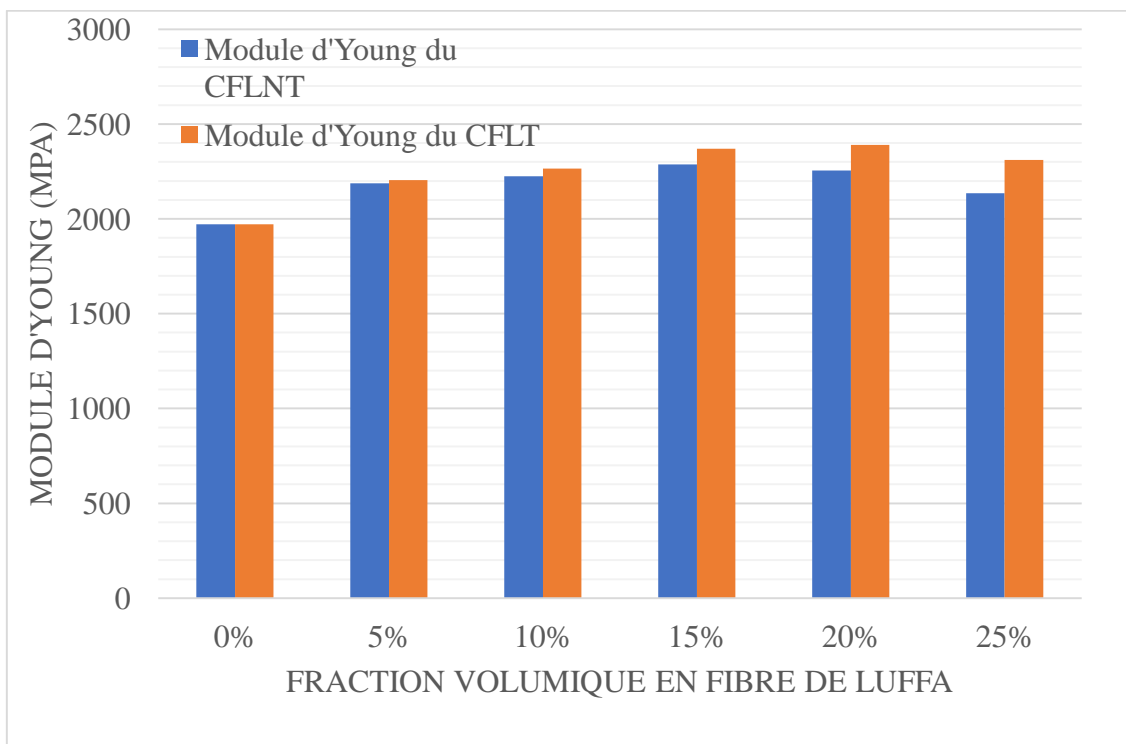


Figure III.23. Diagramme en Bâtons de la comparaison de l'évolution du module d'Young en fonction de la fraction volumique en fibres de Luffa non traité et traité chimiquement

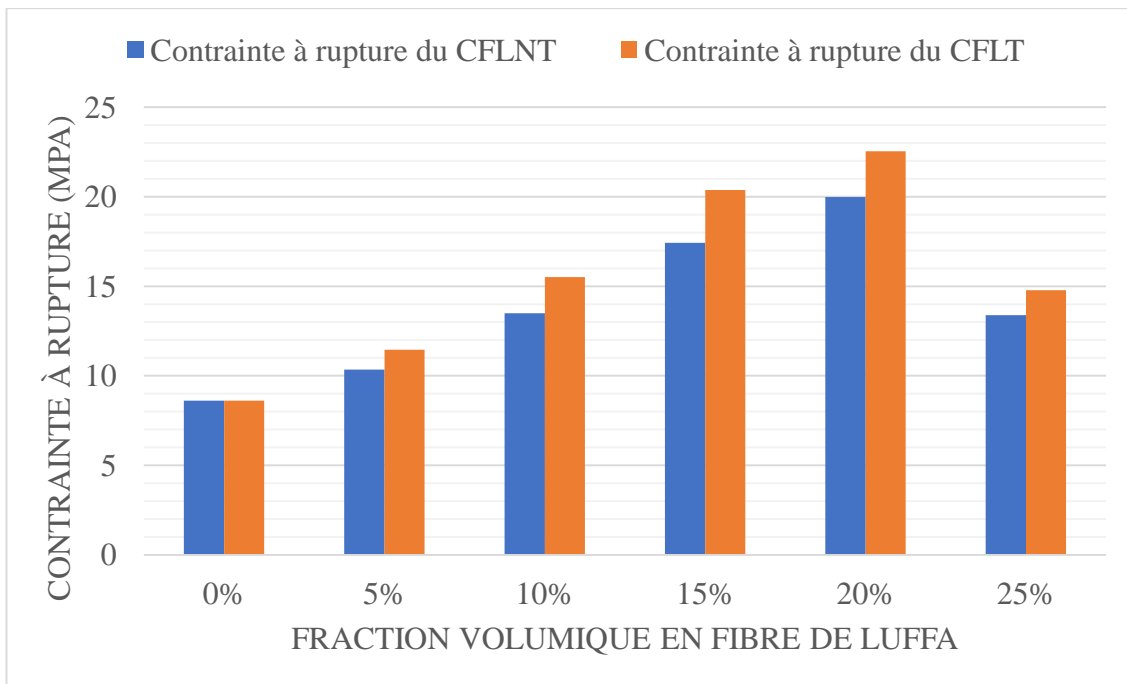


Figure III.24. Diagramme en Bâtons de la comparaison de l'évolution du module d'Young en fonction de la fraction volumique en fibres de Luffa non traité et traité chimiquement

Les Figures III.23, III.24 présentent une superposition des résultats des contraintes et des modules d'élasticités en fonction des fractions volumiques en fibres de Luffa non traités et traité à la NaOH, cela pour une meilleur comparaison et observation de l'effet du traitement sur les fibres.

III.2.2 Flexion 3 points

Nous avons caractérisé les composites à différentes formulations en fibres de Diss et Luffa au comportement en traction. Egalement il faut voir leur performance en flexion, qui d'après certaines études cité dans la partie Synthèse des travaux du chapitre précédent, une amélioration de ces performances en flexion après traitement des fibres végétales et à des teneurs en fibres bien déterminés.

III.2.2.1 composites à base de fibres de Diss

Les Tableau III.9 et III.10 montrent les valeurs des modules d'élasticités et des résistances des composites issues des différentes formulations en fibres de Diss non traités et traités chimiquement par l'NaOH après l'essai de flexion trois points.

Tableau III.9. Valeurs moyennes des résultats des essais de flexion sur des Biocomposites renforcés des fibres de Diss non traité

Fraction volumique en fibre	0%	5%	10%	15%	20%	25%
Module d'Young (Mpa)	2 561.704	2570,487	2887,524	3244,642	3587,131	2631,492
Contrainte à rupture (Mpa)	16,716	21,936	25,810	27,695	29,772	19,2707

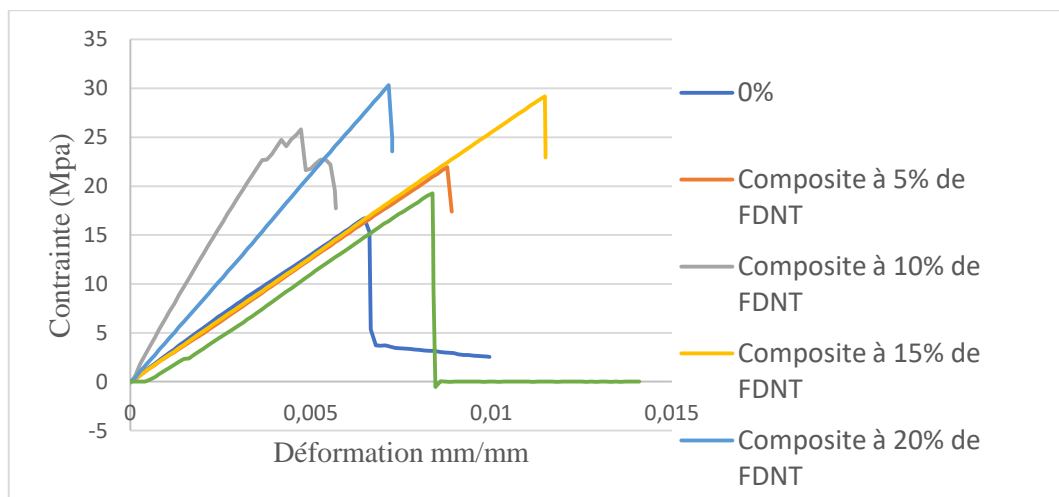


Figure III.25. Courbes contrainte déformation de l'essai de flexion 3 points des CFDNT

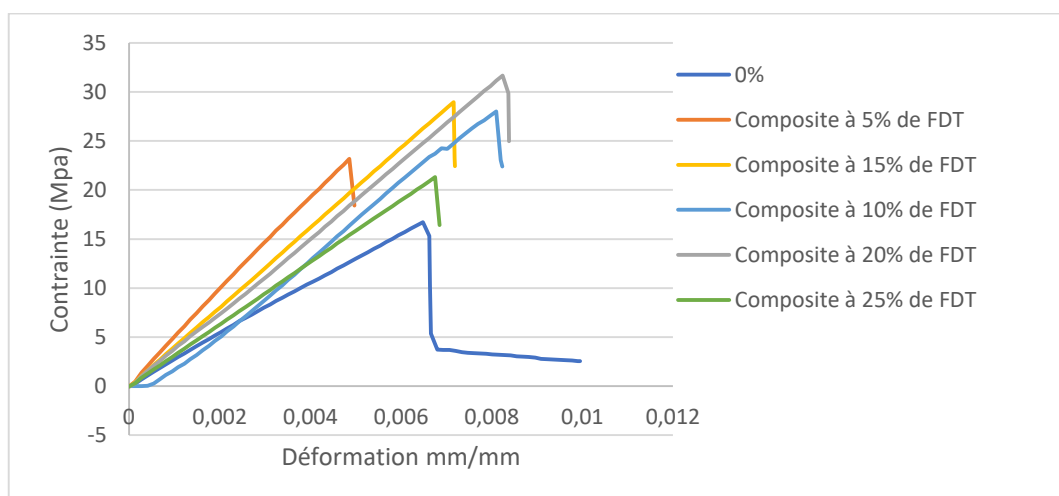


Figure III.26. Courbes contrainte déformation de l'essai de flexion 3 points des CFDT

Les **Figures III.25** et **III.26** montrent l'évolution des courbes contraintes déformations en flexion trois points issues des composites de différentes concentrations en fibres de Diss traité et non traité. On constate que toutes les allures présentent une seule partie qui est linéaire.

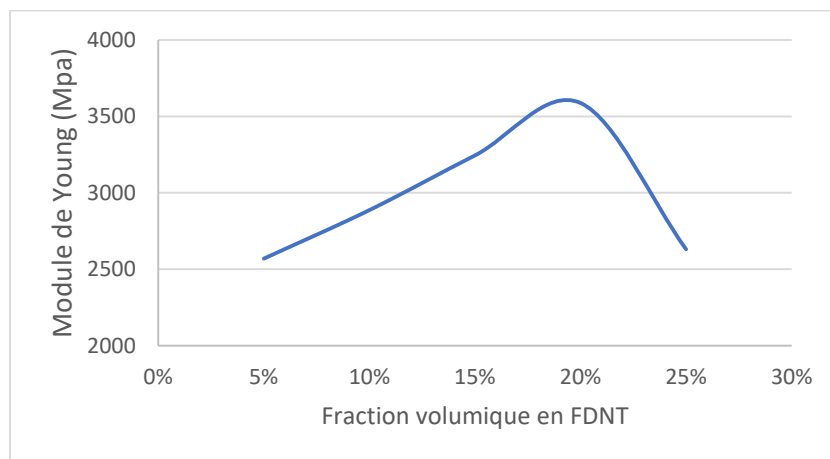


Figure III.27. Courbe de l'évolution du module de Young en fonction de la fraction volumique CFDNT

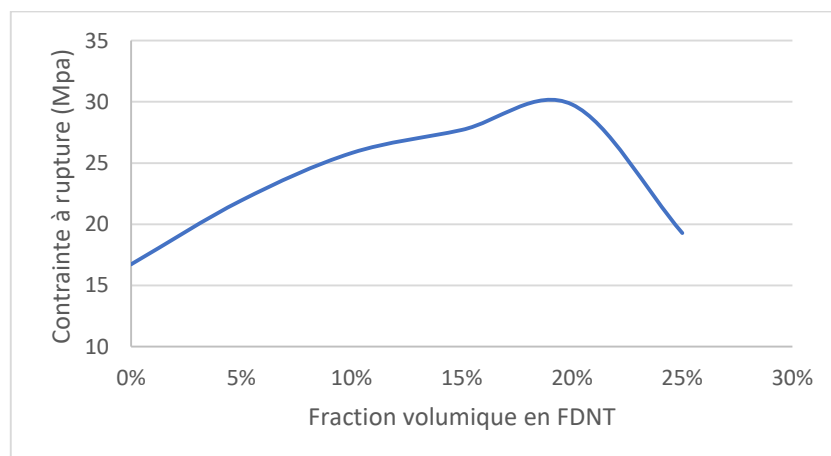


Figure III.28. Courbe de l'Evolution de la contrainte à rupture en fonction de la fraction volumique CFDNT

Tableau III.10. Valeurs moyennes des résultats des essais de flexion sur des composites renforcés des fibres de Diss traité

Fraction volumique en fibre	0%	5%	10%	15%	20%	25%
Module d'Young (Mpa)	2 561,704	3028,380	3064,432	3354,097	3977,081	3229,498
Contrainte à rupture (Mpa)	16,716	23,16792	27,64122	29,06312	31,661	21,302

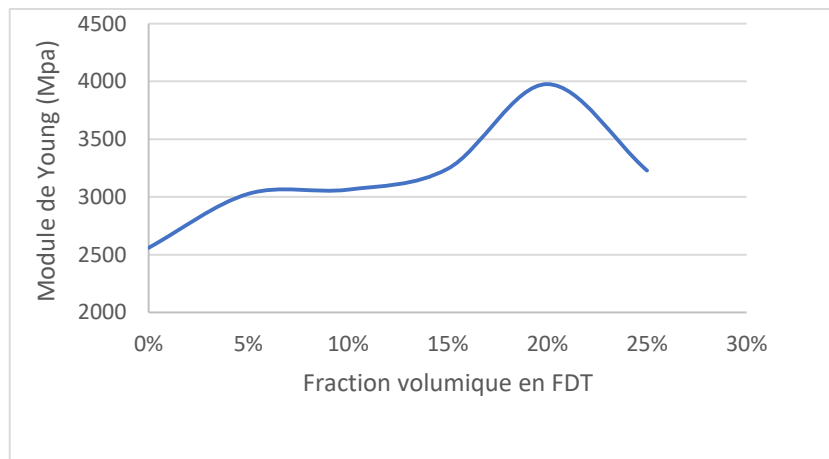


Figure III.29. Courbe de l'évolution du module de Young en fonction de la fraction volumique du CFDT

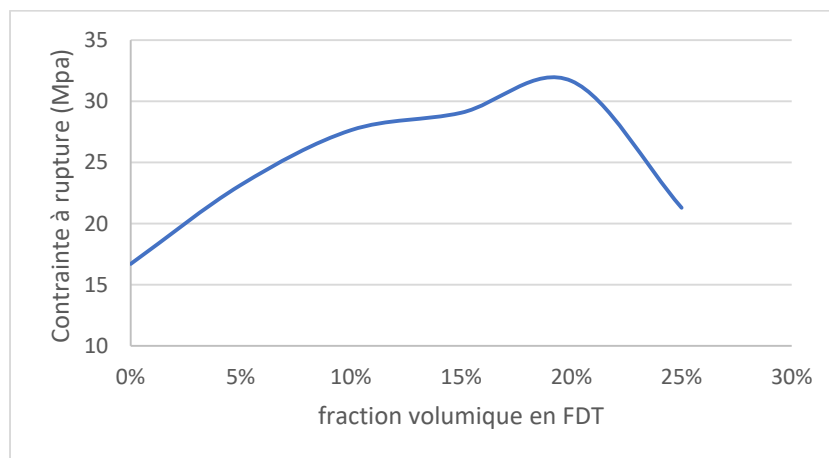


Figure III.30. Courbe de l'évolution de la contrainte à rupture en fonction de la fraction volumique du CFDT

Les **Figures III.27 à III.30** illustrent les effets de la concentration en fibres de Diss et de la modification de leurs surfaces par traitement à la NaOH sur les propriétés mécaniques en flexion. Ces dernières augmentent avec l'augmentation de la fraction volumique en fibres de Diss. On observe que le module d'élasticité atteint l'optimum de 3587,131 Mpa et de 3977,081Mpa successivement pour une teneur de 15% en volume de fibres non traité et traités. Alors que les contraintes à rupture atteignent un optimum de 29,772 Mpa et de 31,661 Mpa successivement pour des teneurs de 20% de fibres de Diss non traité et 20% de Diss traité. Au-delà de ses optimums on observe une diminution rapide des contraintes et des modules d'élasticités.

La **Figures III.31** illustre les différentes comparaisons existant entre les modules d'élasticités des composites à différents teneurs en fibres de Diss traité et non traité. De même pour la **Figure III.32** qui présente la comparaison entre les résistances des composites à fibres de Diss traité aux composites à fibres de Diss non traités.

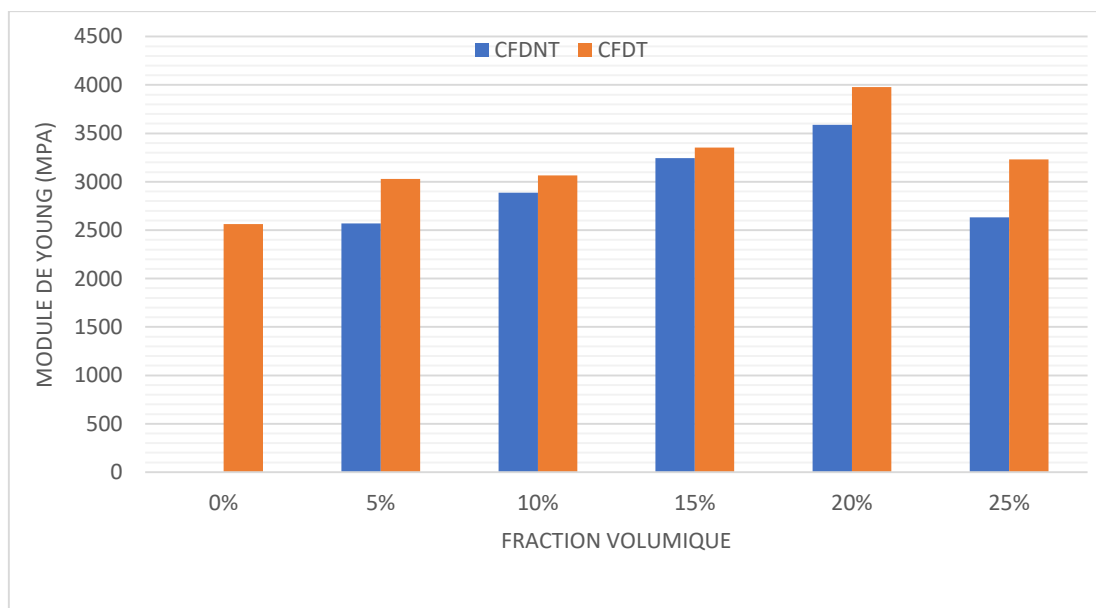


Figure III.31. Diagramme en Bâtons de la comparaison des évolutions du module d'Young en fonction de la fraction volumique en fibres de Diss non traité et traité chimiquement (CFDT et CFDNT)

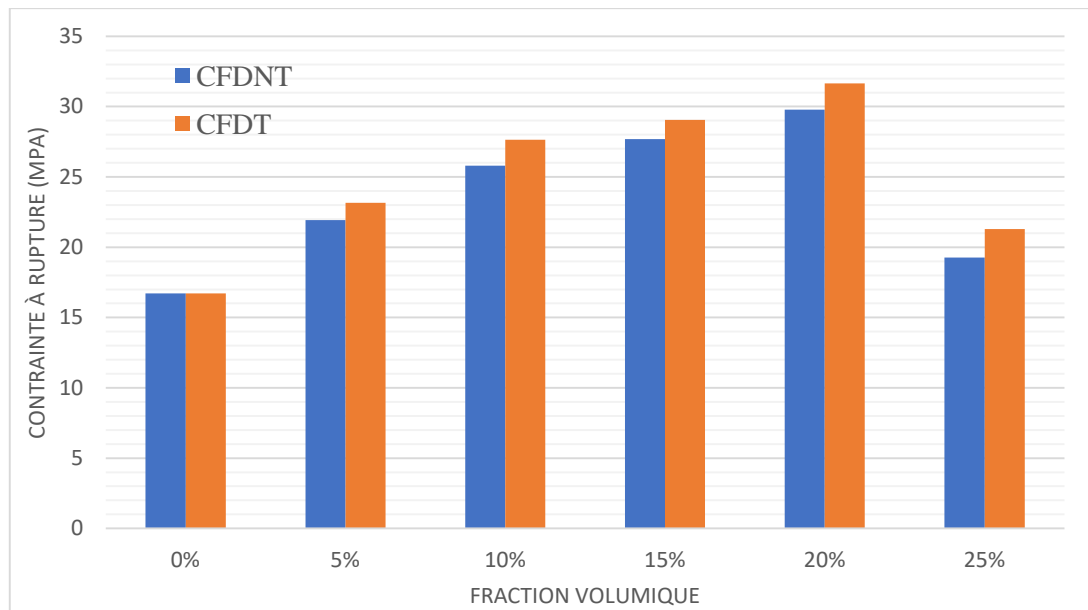


Figure III.32. Diagramme en Bâtons de la comparaison des évolutions de la contrainte à rupture en fonction de la fraction volumique en fibres de Diss non traité et traité chimiquement (CFDT et CFDNT)

III.2.2.2 composites à base de fibres de Luffa

Les **Tableau III.11** et **III.12** présentent les valeurs des modules d'élasticités et des résistances des composites issues des différentes formulations en fibres de Luffa non traités et traités à la NaOH en flexion trois points.

Tableau III.11. Valeurs moyennes des résultats des essais de flexion sur des composites renforcées en fibres de Luffa non traité

Fraction volumique en fibre	0%	05%	10%	15%	20%	25%
Module d'Young (Mpa)	2 561.704	2728,240	3306,010	3392,593	4683,551	2732,585
Contrainte à rupture (Mpa)	16,716	22,690	26,269	29,519	33,081	18,542

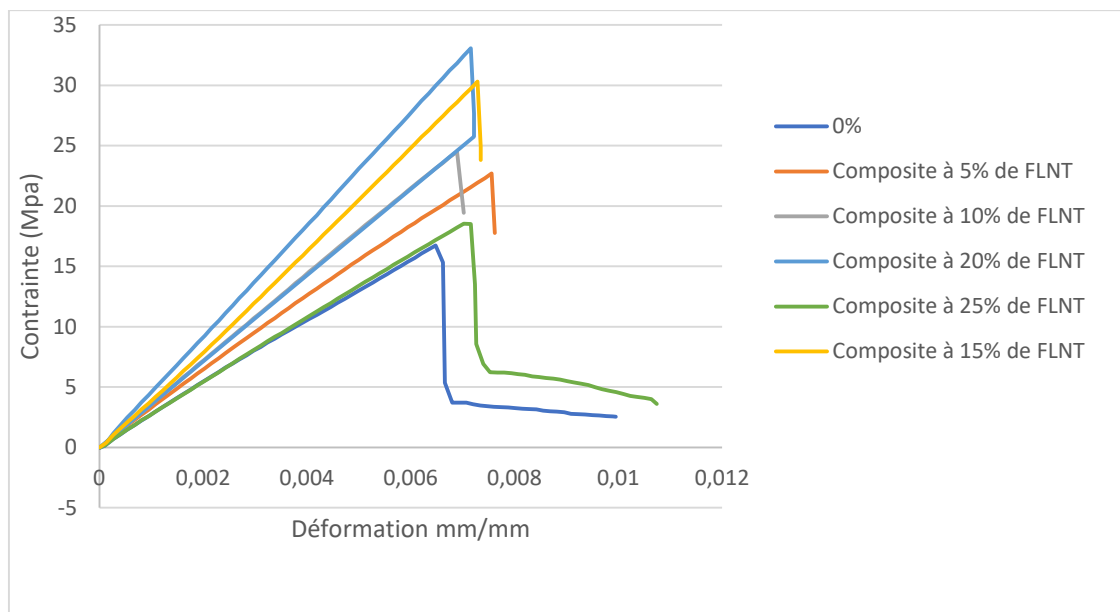


Figure III.33. Courbes contrainte déformation essais de flexion 3 points des CFLNT à différentes fractions volumiques

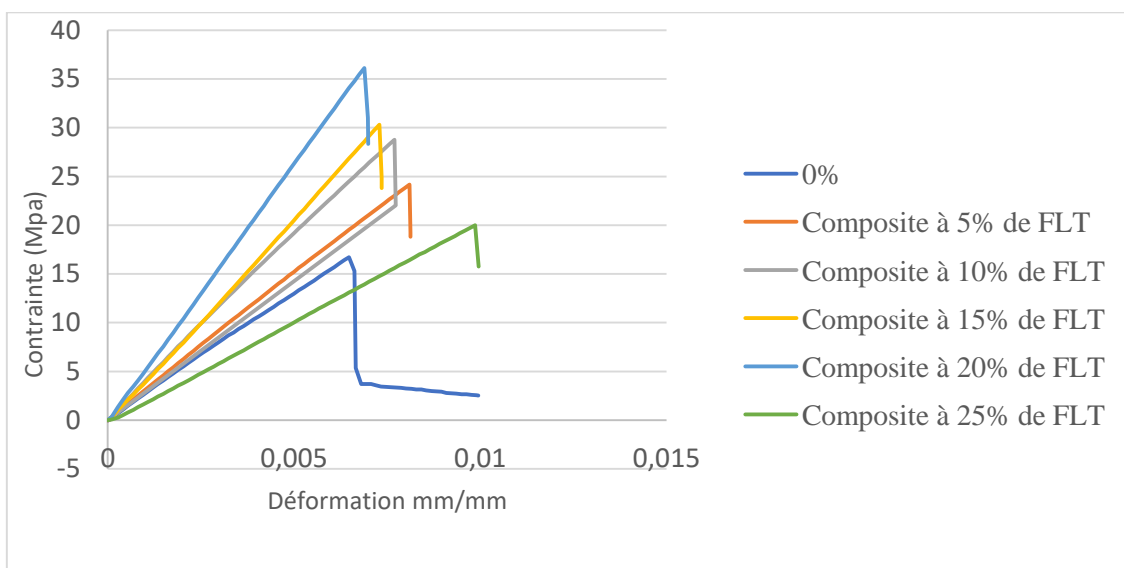


Figure III.34. Courbes contrainte déformation essais de flexion 3 points des CFLT à différentes fraction volumiques

Les **Figures III.34** et **III.35** montrent les évolutions des courbes contrainte déformation des composites à base de fibres de Luffa traité et non traité. Elles ont la même évolution que ceux des composites à base de fibre de Diss.

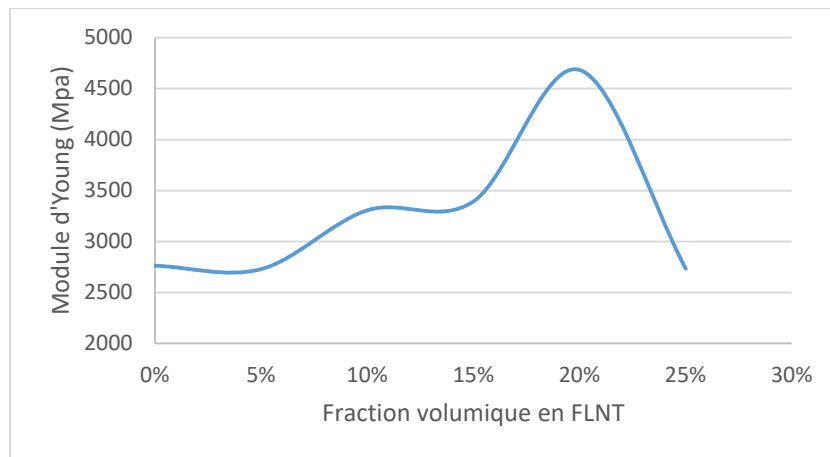


Figure III.35. Courbe de l'évolution du module de Young en fonction de la fraction volumique du CFLNT

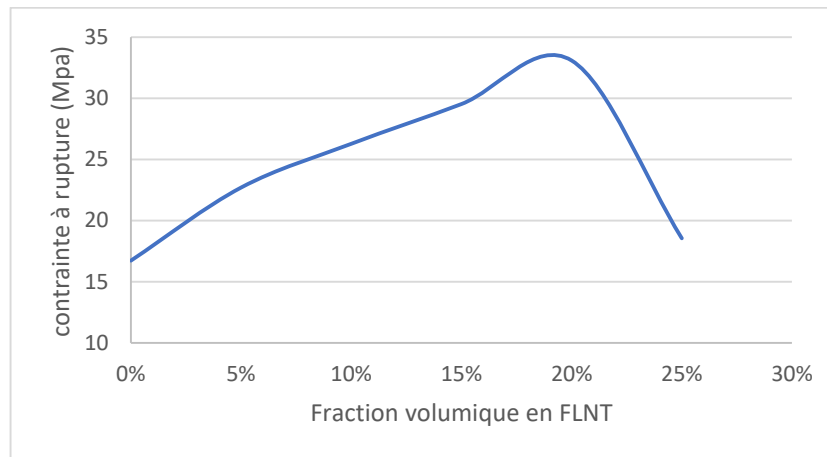


Figure III.36. Courbe de l'évolution de la contrainte à rupture en fonction de la fraction volumique du CFLNT

Tableau III.12. Valeurs moyennes des résultats des essais de flexion sur des composites renforcés en fibres de Luffa traité

Fraction volumique en fibre	0%	05%	10%	15%	20%	25%
Module d'Young (Mpa)	2 561.704	3077,885	4009,392	4310,021	5378,554	2617,691
Contrainte à rupture (Mpa)	16,7162	24,176	28,762	30,315	36,105	19,983

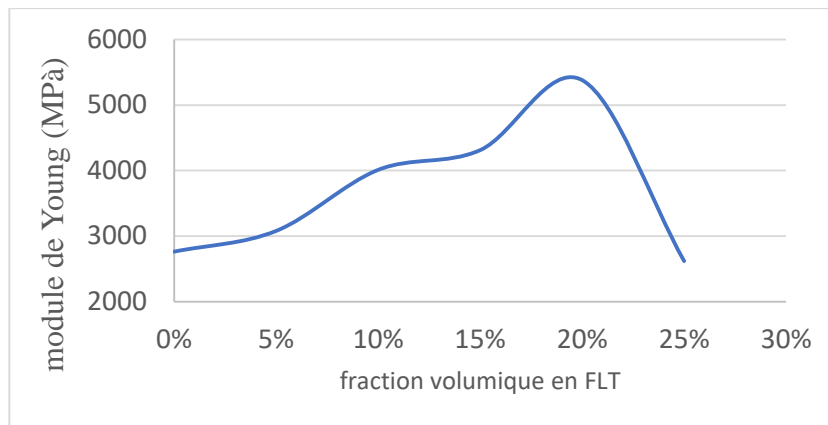


Figure III.37. Courbe de l'évolution du module de Young en fonction de la fraction volumique du CFLT

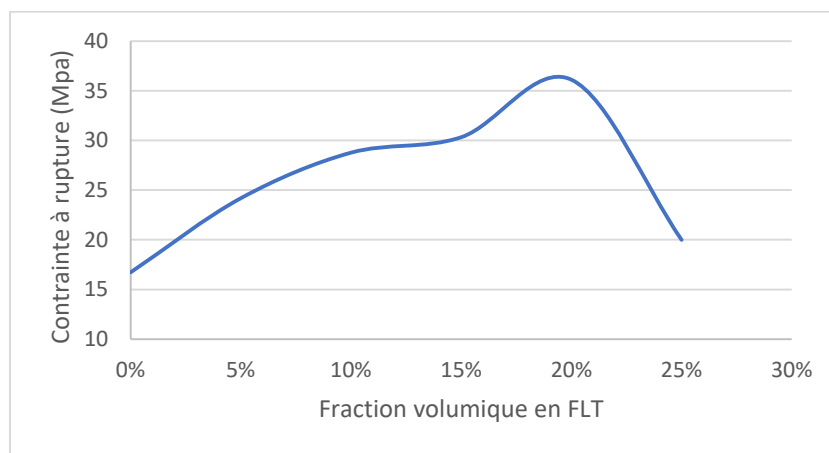


Figure III.38. Courbe de l'évolution de la contrainte à rupture en fonction de la fraction volumique du CFLT

Les **Figures III.35 à III.38** montrent les effets de la concentration en fibres de Diss et de la modification de leurs surfaces par traitement à la NaOH sur les propriétés mécaniques en flexion. Ces dernières augmentent avec l'augmentation de la fraction volumique en fibres de Diss. On observe que le module d'élasticité atteint l'optimum de 5378,554 Mpa et de 4683,551 Mpa successivement pour une teneur de 20% en volume de fibres non traité et traités de Luffa. Alors que les contraintes à rupture atteignent un optimum de 33,081Mpa et de 36,105 Mpa successivement pour des teneurs de 20% de fibres de Luffa non traité et 20% de Luffa traité. Au-delà de ses optimums on observe une diminution rapide des contraintes et des modules d'élasticités.

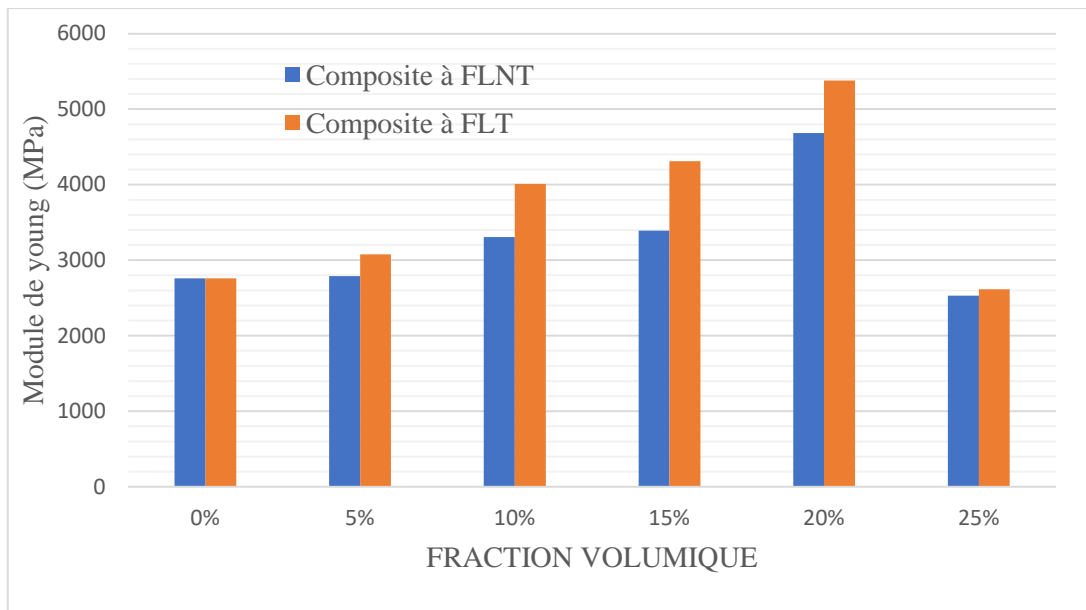


Figure III.39. Diagramme en Bâtons de la comparaison des évolutions du Module d'Young en fonction de la fraction volumique en fibres de Luffa traité et non traité (CFLNT et CFLT)

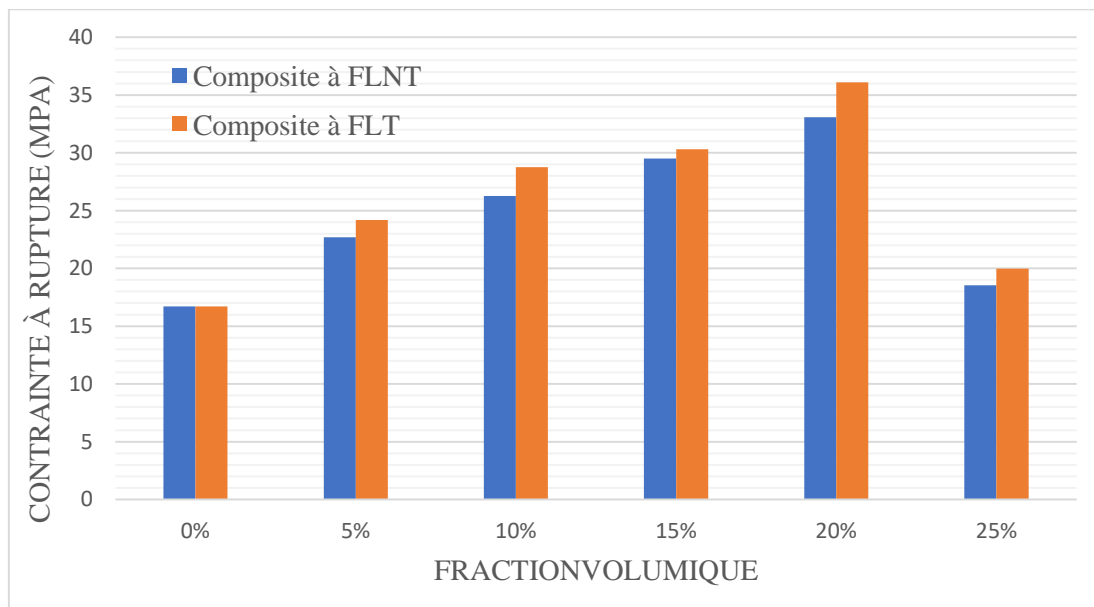


Figure III.40. Diagramme en Bâtons de la comparaison des évolutions de la contrainte à rupture en fonction de la fraction volumique en fibres de Luffa traité et non traité

Les **Figures III.39** et **III.40** illustrent la comparaison des évolutions des modules d'élasticité et des résistances à la flexion des composites à base de fibre de Luffa traité en non traité pour mieux comprendre l'effet des traitements chimique et de la concentration en fibres.

III.2.3 Faciès de rupture

C'est très important d'étudier le mode de rupture des éprouvettes à travers les faciès de rupture des éprouvettes.

La **Figure .41**. Représente des exemples de faciès de rupture des éprouvettes de traction. On constate bien que les fibres non traitées s'arrache de la matrice à cause des matières organiques recouvrant la cellulose par contre les fibres traitées se rompent au même niveau que la surface de rupture de la résine, cela est dû à la meilleure adhérence que les fibres non traitées. Nous remarquons aussi que tous les faciès de rupture (la zone de striction) présentent une rupture fragile **Figure III.42**.

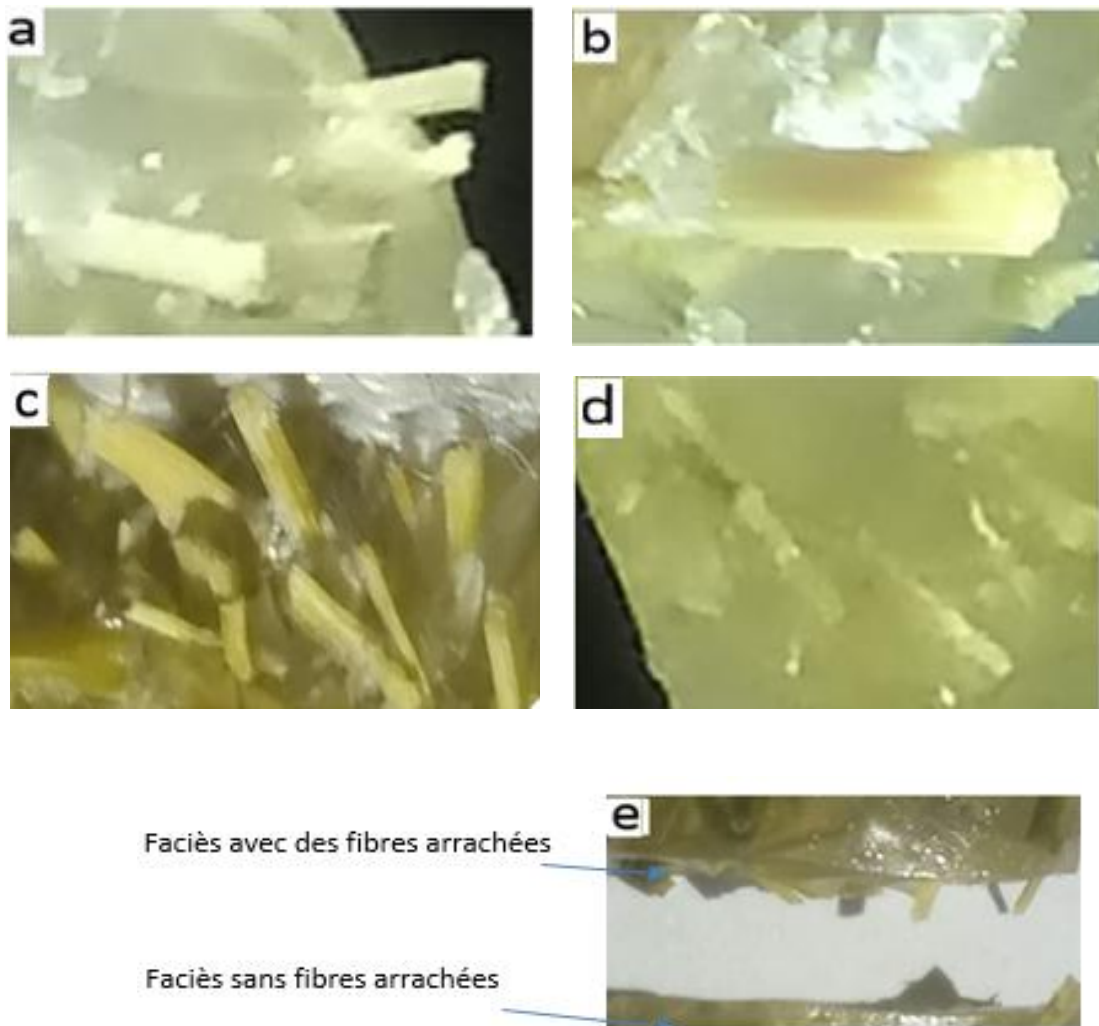


Figure III.41. Faciès de rupture (a), (b) et (c) Faciès après rupture des éprouvettes à FNT (d) Faciès après rupture des éprouvettes à FT (e) Faciès après rupture des éprouvettes à FDNT et FDT



Figure III.42. Éprouvette après essai de traction

III.2.4 Dureté Brinell

Le **Tableau III.13** Présente un exemple de valeurs de la dureté Brinell calculées et des valeurs données par des tables livrés avec le duromètre pour les composites à 20% de fraction volumique en fibres de Diss. Le **Tableau III.14** est un exemple de calcul de la moyenne de la dureté Brinell des 24 éprouvettes de 25% de fibres de Diss. Enfin les valeurs moyennes de la dureté Brinell pour chaque formulation sont présentées dans le **Tableau III.15**

III.2.4.1 Dureté Brinell du composite à base de fibre de Diss

Tableau III.13. Exemple de Valeur de dureté Brinell calculé et donnée directement par des tableaux de dureté Brinell

Bio composite à base de Diss f=300,5N t=5s lunette 5x0, 1									
Echantillon 1 20%									
TEST	L _{MIN}	L _{MAX}	L	f	D	HB Calculé	I	d=L*I	HB donnée
1	120	708	588	300,5	2,5	26,5738552	0,002	1,176	27,06
2	237	782	545	300,5	2,5	31,2200367	0,002	1,09	31,8
3	11	653	642	300,5	2,5	22,0022761	0,002	1,284	22,436

Suite **Tableau III.13**

4	212	794	582	300,5	2,5	27,1612218	0,002	1,164	27,68
5	179	703,5	524,5	300,5	2,5	33,8459084	0,002	1,049	34,4
6	59	676	617	300,5	2,5	23,9708846	0,002	1,234	24,44

Tableau III.14. Résultats de la dureté Brinell moyenne du composite à 25% de FDT

N° Echantillon	N° Test	HB	HB moyenne de chaque échantillon	HB Moyenne de la formulation 25%
01	01	34.7440482	29.8895994	29.4356133
	02	30.5061711		
	03	32.8500867		
	04	29.4779053		
	05	30.6235352		
	06	21.1358499		
02	01	33.2433533	30.344728	
	02	20.449076		
	03	29.7021349		
	04	31.2200367		
	05	32.8500867		
	06	34.6036806		
	01	34.0502125		
	02	19.4746492		

03	03	31.0994297	31.2491932
	04	35.3137084	
	05	33.9138155	
	06	33.6433436	
04	01	34.0502125	26.2589327
	02	32.5915698	
	03	18.0418423	
	04	33.9138155	
	05	19.1638341	
	06	19.7923218	

Tableau III.15. Valeurs moyennes des duretés CFDT et CFDNT à différents fraction volumiques

Taux de fibres de Diss en %	Dureté Brinell composite à FDNT	Dureté Brinell composite à FDT
00%	18,2875	18,2875
05%	21,1654	22,3700
10%	22,9071	24,9071
15%	23,1934	26,2257
20%	24,0186	27,8159
25%	25,3723	29.4356
30%	25,7865	29,3498
35%	25,4021	29,2783

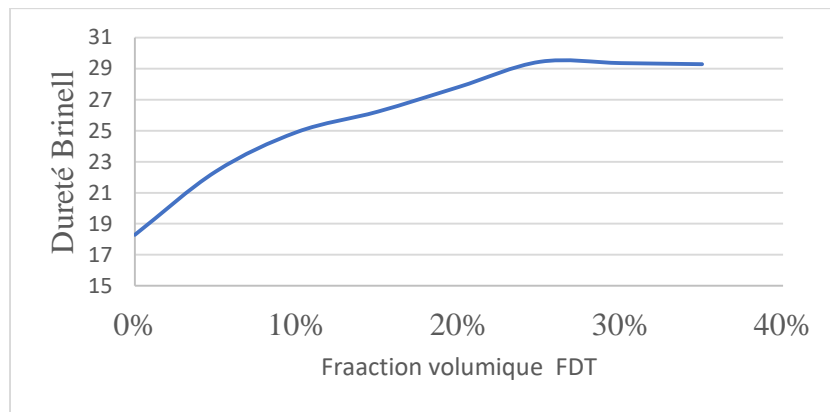


Figure III.43. Courbe de la variation de la dureté Brinell avec la fraction volumique des FDT

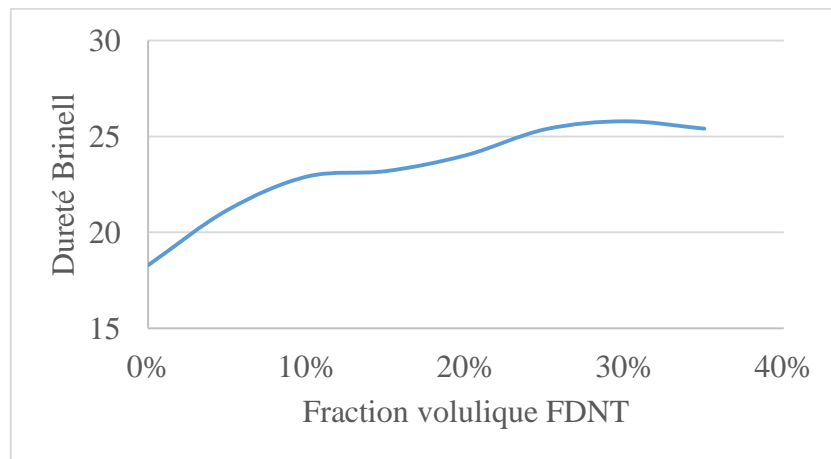


Figure III.44. Courbe de la variation de la dureté Brinell avec la fraction volumique des FDNT

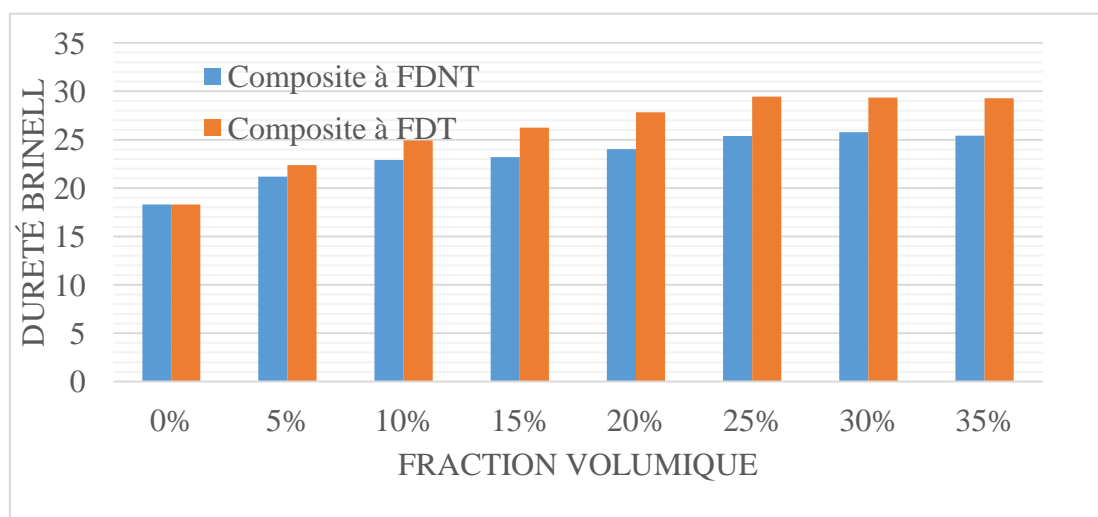


Figure III.45. Diagramme en Bâtons de la comparaison des évolutions de la dureté en fonction des fractions volumique des FDNT et FDT

III.2.4.2 Dureté Brinell du composite à base de fibres de Luffa

Tableau III.16. Valeurs moyennes des résultats des essais de dureté sur des composites renforcés des FLT et FLNT

Taux de fibres de Luffa en %	Dureté Brinell composite à FLNT	Dureté Brinell composite à FLT
00%	18,2875	18,2875
05%	23.09	24.04
10%	24.24	25.74
15%	27.18	28.64
25%	31.02	32.33
30%	30.96	32.58
35%	30.70	32.21
40%	30.99	32.11

Les récapitulatifs des résultats de l'essai de dureté Brinell sur les composites à base de fibres de Diss et Luffa sont présentés dans les **tableaux III.15** et **III.16**

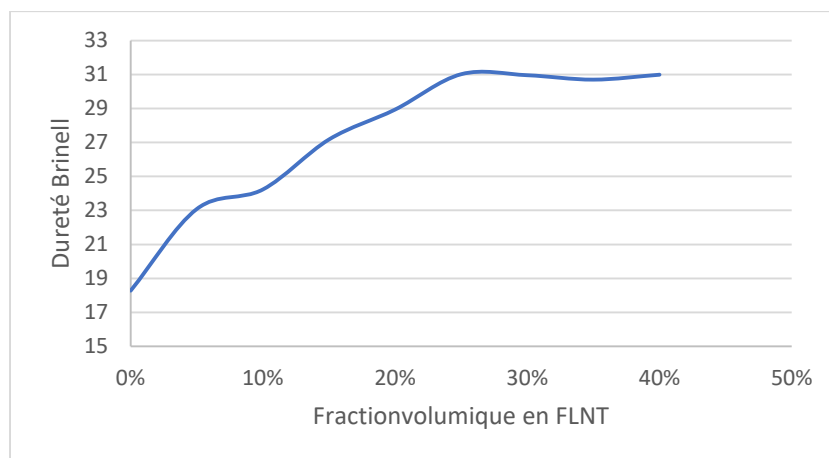


Figure III.46. Courbe de la variation de la dureté Brinell avec la fraction volumique des FLNT

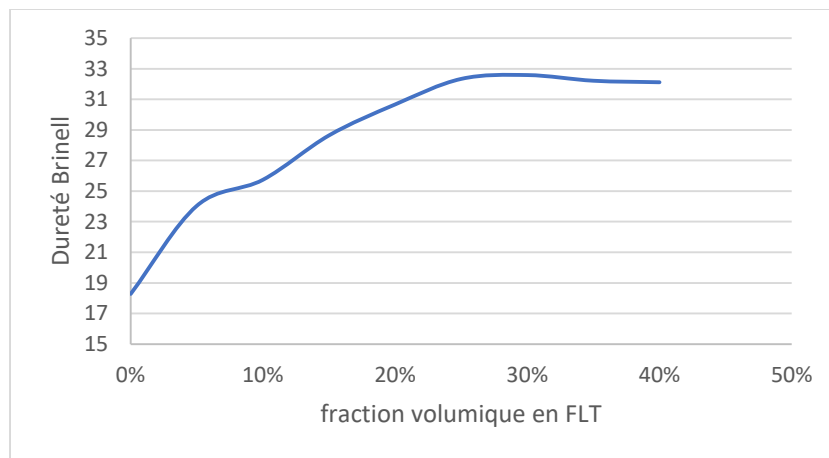


Figure III.47. Courbe de la variation de la dureté Brinell avec la fraction volumique des FLT

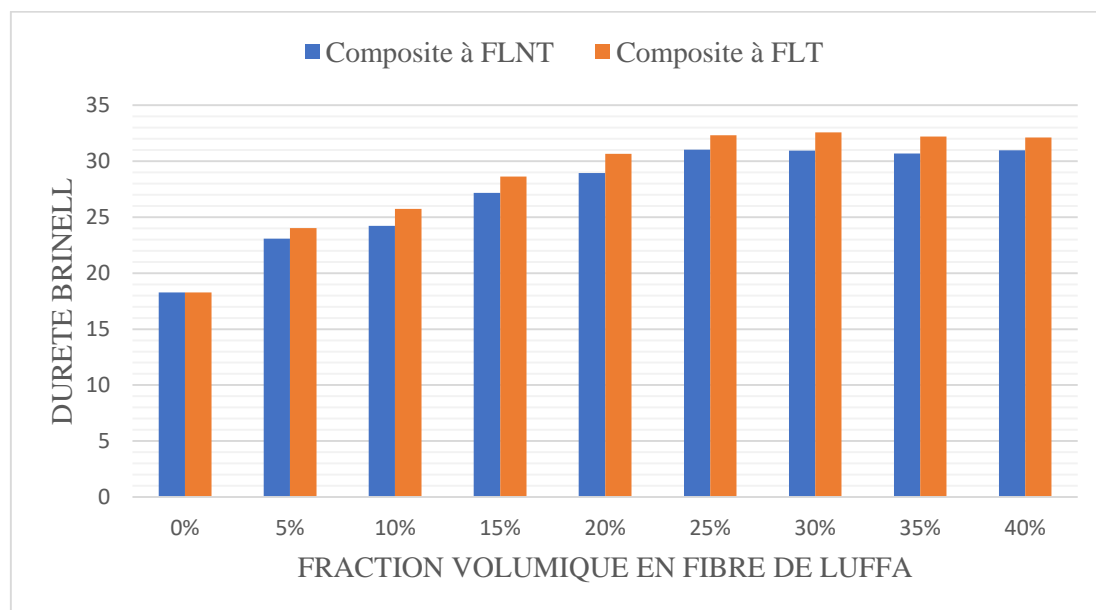


Figure III.48. Diagramme en Bâtons de la comparaison des évolutions de la dureté en fonction des fractions volumique des FLNT et FLT

III.2.4.3 Discussion des résultats de la dureté

L'analyse des résultats des différents essais de dureté effectués, nous permet de dire qu'en moyenne les valeurs de dureté augmentent en fonction des taux volumiques des fibres de Diss et de Luffa dans la matrice et cela est due à l'interaction fibres matrice, cette augmentation est liée à la dureté des fibres. On constate aussi qu'il y a une importante dispersion des résultats de

la dureté, cela s'explique par la simple raison que l'enfoncement de l'indenteur dépend de la zone de contact, c'est-à-dire les valeurs varient en fonction de l'existence de la fibre soit très proche ou loin de la zone de pression de l'indenteur, car les fibres de Diss et de Luffa sont considérées plus rigides et en conséquence s'opposent à l'indenteur de manière importante que la résine.

Les **Figure III.43, III.44, III.46 et III.47** illustrent les courbes des évolutions de la dureté Brinell en fonction de la concentration en fibres de Diss et de Luffa. La dureté est en moyenne de 19 HB pour la résine Polyester, elle augmente progressivement avec l'augmentation de la fraction volumique. En dépassant les 25% de fraction volumique en fibres la dureté devient constante, elle est en moyenne égale à 25,52HB et 29,35HB successivement pour les composites à base de fibres de Diss non traité et traité à l'NaOH. Elle est de 30,83HB et 32,3HB successivement pour les composites à base de Luffa non traité et Luffa traité chimiquement.

III.2.5 Relation entre dureté Brinell et propriétés mécaniques de traction du composite à base de CFDNT et CFDNT

Dans cette partie un récapitulatif des résultats des différents essais dans le but d'étudier la relation qui existe entre la dureté Brinell et les caractéristiques mécaniques des différentes formulations.

Tableau III.17. Récapitulatif des résultats des différents essais de traction et dureté Brinell sur les CFDNT

CFDNT			
Taux de fibres de Diss en %	Module de Young (Mpa)	Contrainte à rupture (Mpa)	Dureté Brinell
0%	1971,4575	5,6357	18,2875
5%	2001,9714	6,9693	21,1654
10%	2010,4731	8,4162	22,9071
15%	2108,6753	10,0439	23,1934

Suite **Tableau III.17**

20%	1932,5748	14,6572	24,0186
25%	1865.9386	14.9987	25,3723
30%	1800.1265	5.6583	25,7865
35%	_____	_____	25,4021

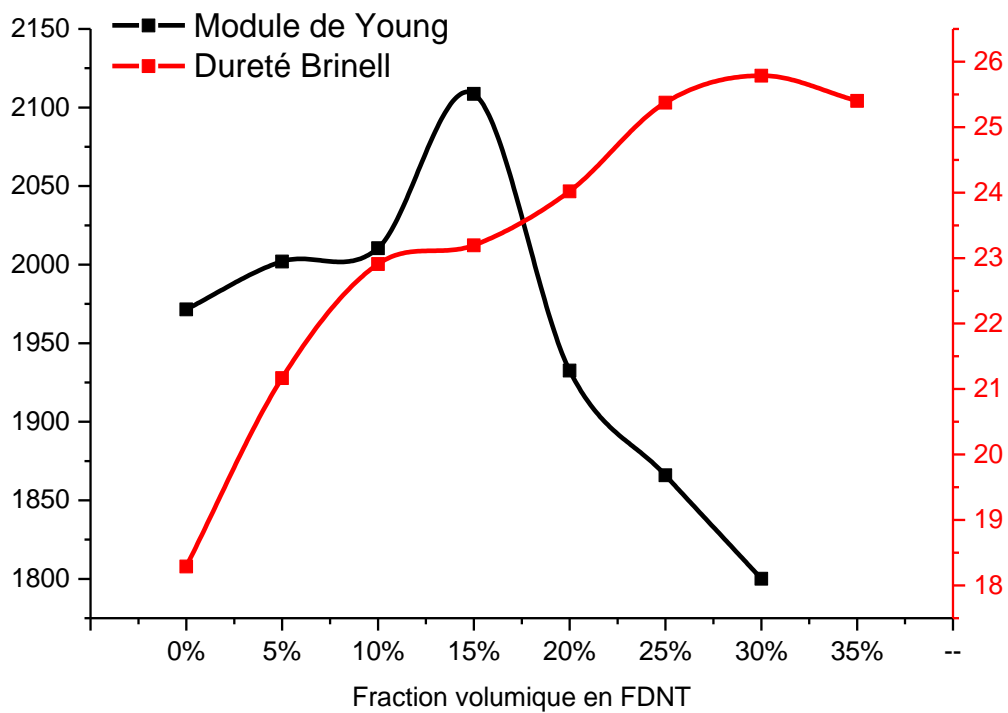


Figure III.49. Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et du module d'Young du CFDNT

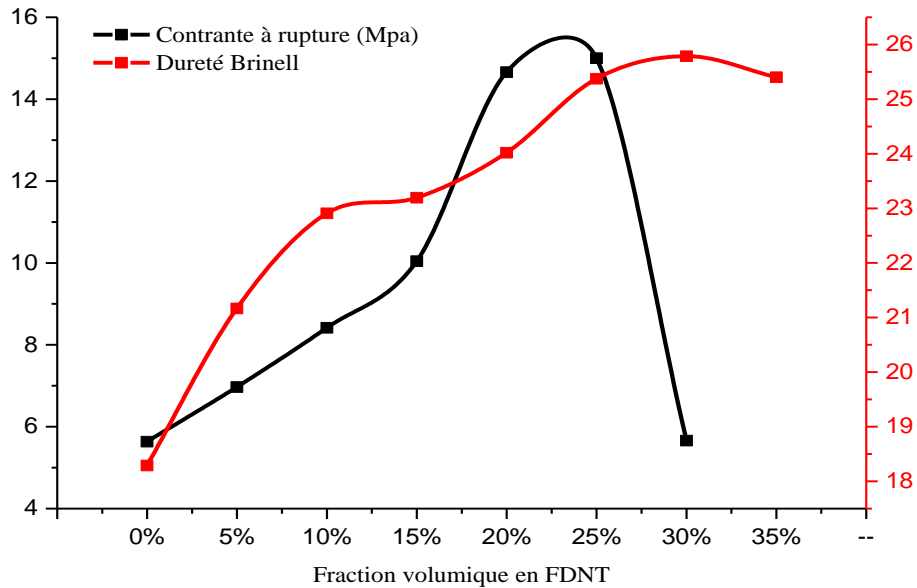


Figure III.50. Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et de la contrainte à rupture du CFDT

Tableau III.18. Récapitulatif des résultats des différents essais de traction et dureté Brinell sur les CFDT

CFDT			
Taux de fibres de Diss en %	Module de Young (Mpa)	Contrainte à rupture (Mpa)	Dureté Brinell
00%	1971,4575	5,6357	18,2875
05%	2084,6672	7,2256	22,3700
10%	2275,1158	10,0025	24,9071
15%	2307,4627	12,6573	26,2257
20%	2122,4578	17,5084	27,8159
25%	2065,8793	17,5832	29,3498
30%	1876.4531	8.8976	29,2783
35%	—	—	29,2783

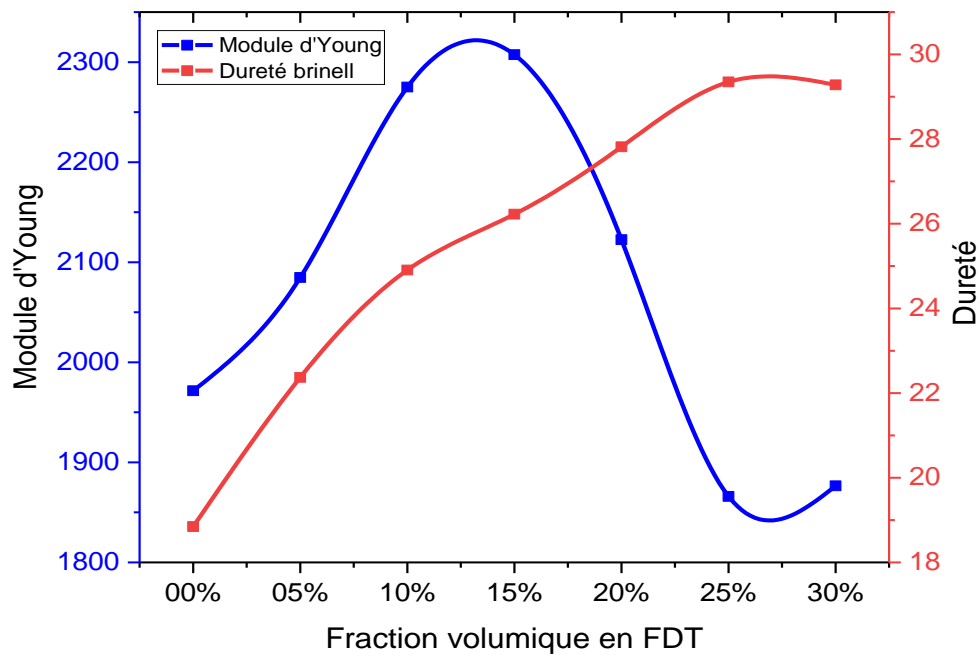


Figure III.51. Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et du module d'Young du CFDT

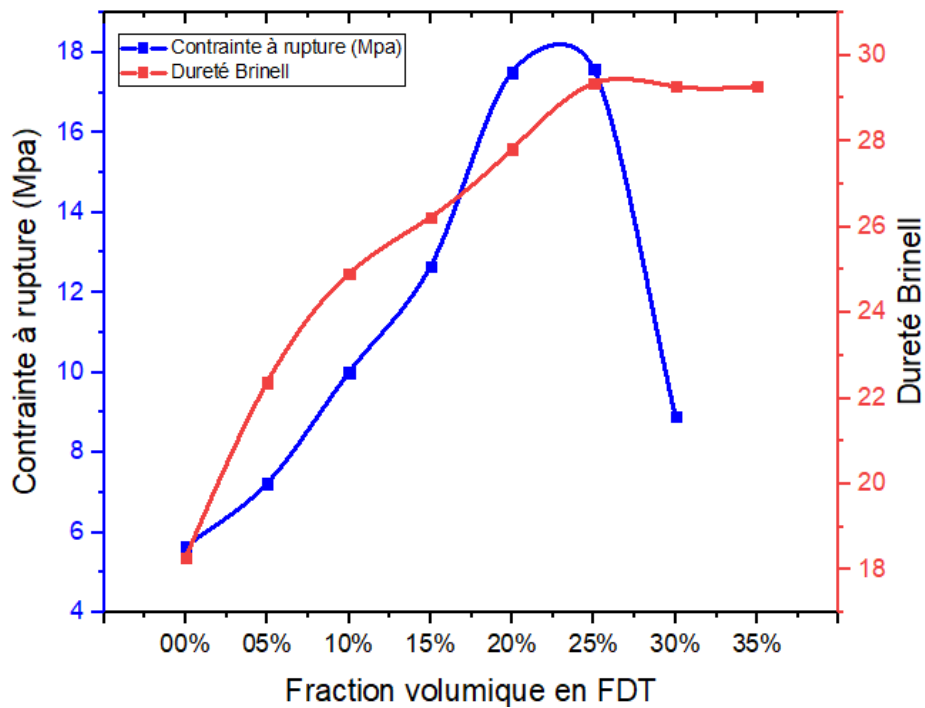


Figure III.52. Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et la contrainte à rupture du CFDT

Tableau III.19. Récapitulatif des résultats des différents essais de traction et dureté Brinell sur les CFLNT

CFLNT			
Taux de fibres de Luffa en %	Module de Young (Mpa)	Limite d'élasticité(Mpa)	Dureté Brinell
0%	1971,4575	8,61	18,2875
5%	2187,9786	10,34	23.09
10%	2225,1734	13,49	24.24
15%	2287,19876	17,43	27.18
20%	2254,9976	19,98	28.94
25%	2134,8766	13,38	31.02
30%	—	—	30.96
35%	—	—	30.70
40%	—	—	30.99

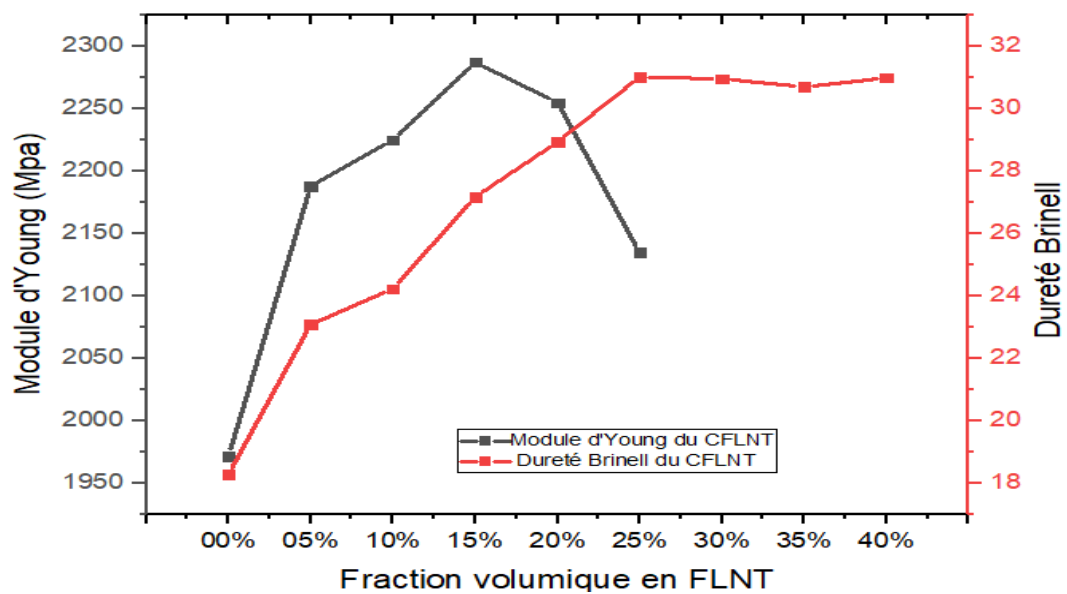


Figure III.53. Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et du Module d'Young du CFLNT

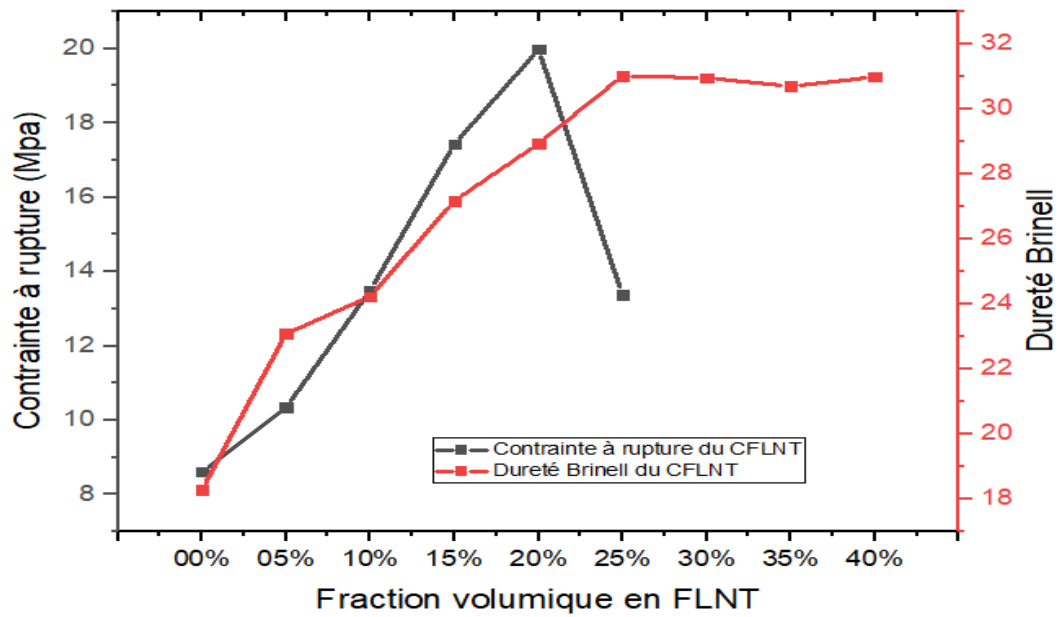


Figure III.54. Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et de la contrainte à rupture du CFLNT

Tableau III.20. Récapitulatif des résultats des différents essais de traction et dureté Brinell sur les CFLT

CFLT			
Taux de fibres de Luffa en %	Module de Young(Mpa)	Limite d'élasticité(Mpa)	Dureté Brinell
00%	1971,4575	8,61	18,2875
05%	2204,93542	11,45	24.04
10%	2265,7912	15,51	25.74
15%	2369,2938	20,38	28.64
20%	2389,1983	22,53	30.66
25%	2310,4834	14,78	32.33
30%	—	—	32.58
35%	—	—	32.21
40%	—	—	32.11

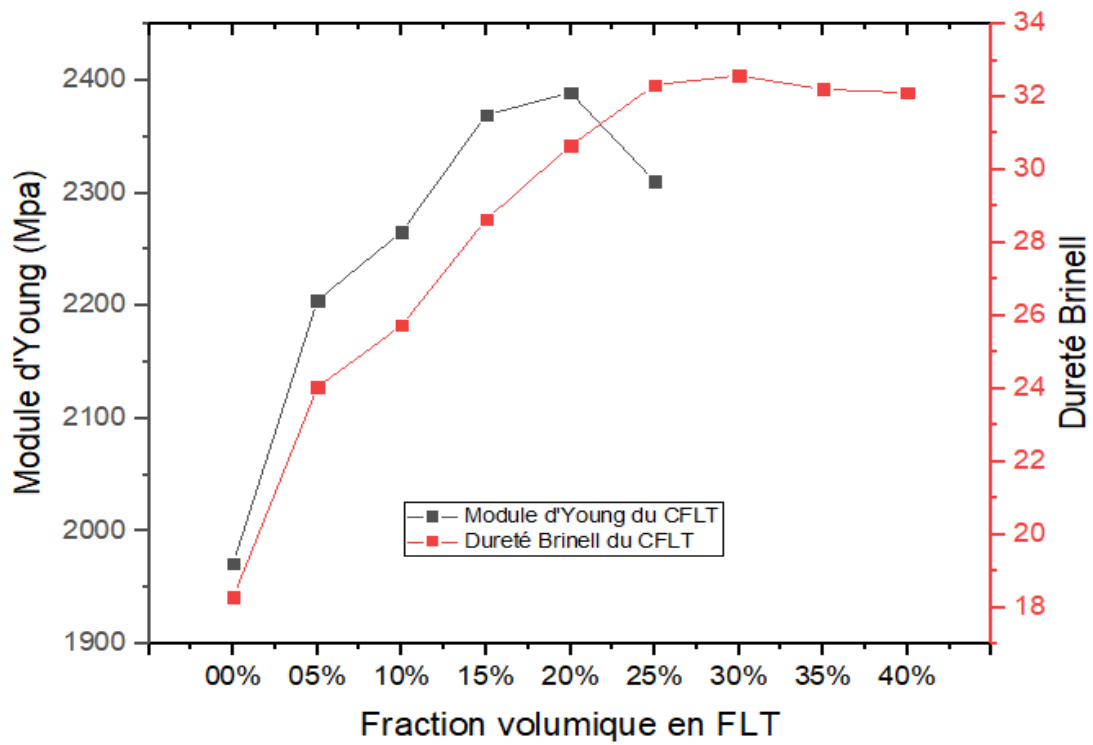


Figure III.55. Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et du module d'Young du CFLT

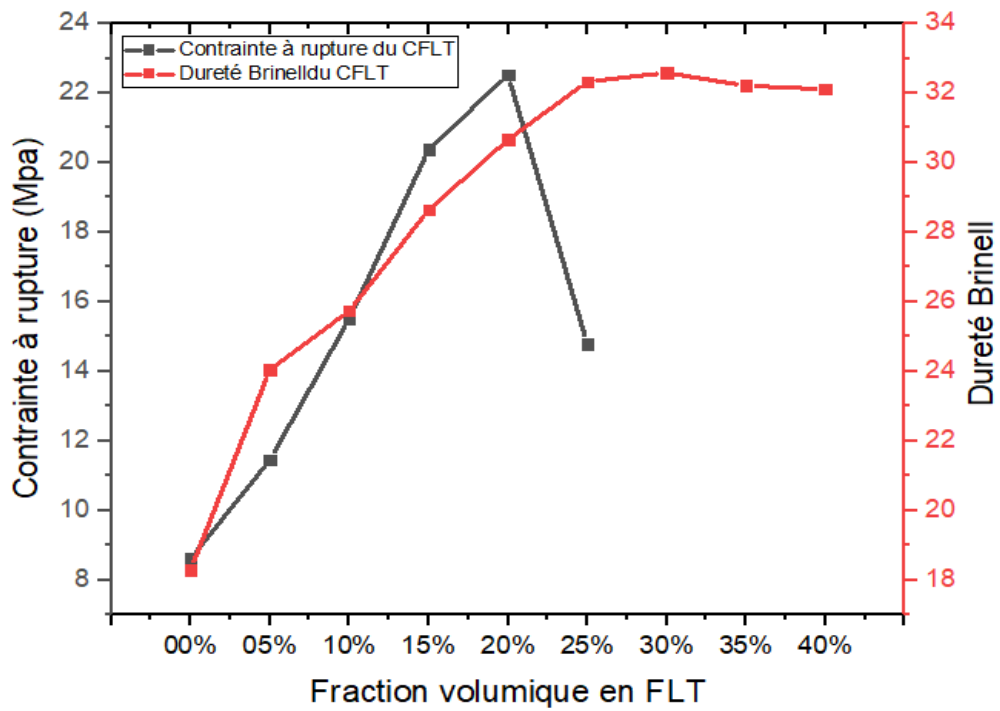


Figure III.56. Courbe de l'évolution de la dureté Brinell et de la contrainte à rupture du CFLT

Les **Figures III.49 à III.56** présentent l'évolution de la dureté et des différentes caractéristiques mécanique de traction issues des différentes formulations, on constate que toutes les caractéristiques mécaniques évoluent avec la dureté jusqu'à un certain taux de charge qui correspond à l'optimum des résistances à la traction et les module d'élasticités puis elle démunie, par contre la dureté Brinell augmente d'avantage et devient constante après cette optimum.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale et perspectives

Dans notre travail de recherche et d'investigation doctorale sur les nouveaux matériaux Biocomposites appelé aussi matériaux verts à base d'une matrice polyester renforcé par des fibres végétales de la plante de Diss et par des fibres végétales de la plante de Luffa pour différentes formulations et taux allant de 0% jusqu'à 30% de fibres végétales.

On conclue :

- ✓ Une importante collecte de résultats suite à plusieurs essais réalisés sur une large variante comportant plus d'une centaine d'éprouvettes (les essais engagés sont essai de traction, l'essai de flexion trois points et l'essai de dureté). Généralement nous avons abouties à des valeurs aussi impressionnantes que concluantes que nous considérons acceptables.
- ✓ Le traitement mécanique et chimique à base de NaOH sur les fibres végétales de Diss et de Luffa a donné un additif à ces dernières par le fait de l'élimination des composantes non cellulosique de ces fibres, à noter que ces fibres végétales se composent généralement par de la cellulose, de l'hémicellulose, de la lignine et de la pectine plus quelques traces de cire. Les traitements chimiques qu'à subit les fibres ont provoqué une amélioration sur les propriétés mécaniques des matériaux biocomposites relatives.
- ✓ Concernant les Biocomposites renforcés par les fibres végétales de Diss, l'essai de traction a révélé que la résistance mécanique et le module d'élasticité de Young ont vue une augmentation considérable allant jusqu'à 09,82% pour la résistance mécanique et 17,24% pour le module d'élasticité d'Young. Ainsi que pour les matériaux Biocomposites renforcés par les fibres végétales de Luffa, ces deux mêmes propriétés (résistance mécanique et le module d'élasticité) ont aussi vue une augmentation allant à 12,76% pour la résistance mécanique et 5,95% pour le module d'élasticité d'Young.
- ✓ L'ajout de la fraction volumique des fibres végétales de Diss et de Luffa dans la matrice Polyester donne une amélioration considérable et progressive jusqu'à hauteur maximale de 20% pour la fibre végétale de Luffa dans la matrice polyester et de 25% pour les fibres végétales de Diss dans cette même matrice.

Concernant ces augmentations, l'impact de l'ajout des fibres végétales provoque des améliorations sur les propriétés mécaniques meilleures que celui de l'impact d'un traitement chimique de ces fibres.

- ✓ La valeur de la contrainte à la rupture des biocomposites renforcé par des fibres de Diss augmente de 212%, cependant l'augmentation du module d'élasticité est de 17%.

La valeur de la contrainte à la rupture des biocomposites renforcé par des fibres de Luffa augmente de 161,67%, cependant l'augmentation du module d'élasticité est de 21,2%. Ainsi que pour La valeur de la résistance à la flexion des biocomposites renforcé par des fibres de Diss a augmenté de 89,4% et une augmentation du module de flexion de 55,25% par rapport au module et la résistance à la flexion du polyester brut.

Suite à la collecte des résultats après l'essai de flexion trois points nous avons pu conclure que le taux de fibres végétales a un impact meilleur sur l'évolution des propriétés mécaniques que celui de traitement chimique de ces même fibres végétales. Donc l'augmentation des taux de fibres végétales traité chimiquement est un facteur important affectant l'évolution des propriétés mécaniques des Biocomposites à base de fibres de Diss ou de fibres de Luffa.

- ✓ Le traitement chimique de la fibre de Diss et de la Luffa influe considérablement sur la propriété mécanique de dureté. Une augmentation de la valeur de dureté de 61% pour les Biocomposites renforcé par les fibres de Diss par rapport au polyester brut. Une augmentation de la valeur de dureté de 76,78% pour les biocomposites renforcés par les fibres de Luffa par rapport au Polyester brut.
- ✓ Pour les biocomposites renforcé par les fibres de luffa les valeurs collectés des contraintes à la traction, les valeurs collectés de la flexion trois points, leurs modules d'Young et les valeurs de la dureté Brinell sont légèrement supérieurs à ceux des biocomposites renforcés par des fibres de Diss, cela est dû aux meilleurs performances qu'offrent les fibres végétales de la Luffa à la matrice polyester par rapport à ceux des fibres de Diss.
- ✓ Cependant la finalité de cette synthèse nous ramène à dire que les biocomposites à fraction volumique 20% de fibres végétales de Luffa et 25% de fibres de Diss sont les plus recommandé, raison de l'amélioration obtenue sur les valeurs de propriétés mécaniques.

Perspectives

Vu la grande envergure de ce travail de recherche que nous ne pouvant pas le limiter dans le temps ou par les essais.

Une poursuite à ce travail sera utile dans le sens de varier la matière Polyester par d'autres matrice thermoplastiques (Le polyéthylène Le polypropylène les Polyamides) et thermodurcissables (Epoxy, Vinylester, Mélamine,...) et une variation de fibres végétales telle que (Alfa, Agave, Palmier dattier,), ainsi que la variation des essais mécaniques telles que

l'essai de la fatigue, l'essai de choc (résilience), les essais de La mécanique de la rupture (énergie de rupture, ténacité,).

Les résultats collectés contribué à l'élaboration d'une base de données locale dans la confection des Biocomposites selon la demande, cela permettra la création de nouveau matériaux biocomposite, leurs certification, leurs normalisation, leurs brevet. Nous souhaitons la poursuite de ce travail dans un proche futur.

Références

Références

- [1] Correia, V.C., Santos, S.F., Tonoli, G.H.D., Savastano, H. Jr. (2020). Characterization of vegetable fibers and their application in cementitious composites. *Nonconventional and Vernacular Construction Materials (Second Edition)*, 141-167. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102704-2.00007-X>
- [2] Bourahli M.E.H., Osmani, H. (2013). Chemical and Mechanical Properties of Diss (*Ampelodesmos mauritanicus*) Fibers. *Journal of Natural Fibers* 10(3), 219-232. [Doi:10.1080/15440478.2012.761115](https://doi.org/10.1080/15440478.2012.761115)
- [3] Bourahli M. E. H. (2017). Uni- and bimodal Weibull distribution for analyzing the tensile strength of Diss fibers. *Journal of Natural Fibers*, 1-10. [DOI: 10.1080/15440478.2017.1371094](https://doi.org/10.1080/15440478.2017.1371094)
- [4] El-Abbassi F. E., M. Assarar, R. Ayad, A. Bourmaud, C. Baley. (2019). A review on alfa fibre (*Stipa tenacissima* L.): From the plant architecture to the reinforcement of polymer composites. *Composites Part A* 128 (2020) 105677. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.105677>
- [5] Sreenivas H T., Krishnamurthy, N., Arpitha, G. R. (2020). A comprehensive review on light weight kenaf fiber for automobiles. *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture* 3 (2020) 328e337. <https://doi.org/10.1016/j.ijlmm.2020.05.003>
- [6] Ramesh, M. (2016). Kenaf (*Hibiscus cannabinus* L.) fibre based bio-materials: A review on processing and properties *Progress in Materials Science* 78-79 (2016) 1–92. [http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.11.001](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.11.001)
- [7] Aish Khana, B., Vijay, R. Singaravelu, D.L., Arpitha, G. R., Sanjay, M. R., Siengchin, S., Jawaid, M., Alamry, K., Asiri, M. A. (2019). Extraction and characterization of vetiver grass (*Chrysopogon zizanioides*) and kenaf fiber (*Hibiscus cannabinus*) as reinforcement materials for epoxy based composite structures. *Journal of Materials Research and Technology*, V(9), 773-778. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.11.017>
- [8] Toupe, J. L. (2015). Optimisation des propriétés mécaniques de composites à base de fibres naturelles: Application à un composite de fibre de lin avec un mélange de polyéthylène/polypropylène d'origine post-consommation. Thèse de Doctorat, Université Laval Québec, Canada.
- [9] Pantaloni, D. , Shah, D., Baley, C. , Bourmaud, A.(2020). Monitoring of mechanical performances of flax non-woven biocomposites during a home compost degradation. *Polymer Degradation and Stability* 177 (2020) 109166. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2020.109166>

- [10] Prosenjit, S., Suvendu, M., Sougata, R.C., Ramkrishna, S., Roy, D., Adhikari, B. (2010). Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam treatment. *Bioresource Technology*, 101 (2010) 3182–3187. doi:10.1016/j.biortech.2009.12.010
- [11] Saba, N., Alothman, O. Y., Almutairi, Z., Jawaid, M., Ghori, W. (2019). Date palm reinforced epox composites: tensile, impact and morphological properties. *jmr&T V(8), Issue 5*, 3959-3969. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.07.004>
- [12] Dhakal, H., Bourmaud, A., Berzin, F., Almansour, F., Zhang, Z. , Shah, D. U., Beaugrand, J. (2018). Mechanical properties of leaf sheath date palm fibre waste biomass reinforced polycaprolactone (PCL) biocomposites. *Industrial Crops and Products*, V(126), 394-402. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.10.044>
- [13] Msahli, S., Jaouadi, M., Sakli, F., Drean, J.Y. (2015). Study of the Mechanical Properties of Fibers Extracted from Tunisian Agave americana L. *Journal of Natural Fibers* 12:6, 552-560. DOI:10.1080/15440478.2014.984046
- [14] Bezazi, A., Belaadi, A., Bouchak, M., Scarpa, F. Boba, K. (2014). Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterization of Agave americana L. *Natural fibres. Composites: Part B*, 66, 194-203. Doi: 10.1016/j.compositesb.2014.05.014
- [15] Yogesh, M., Rao, A. N. H. (2017). Study on Pineapple Leaves Fibre and its Polymer based Composite. *A Review International Journal of Science and Research (IJSR) (799-807) ISSN (Online): 2319-7064*. DOI: 10.21275/ART20164188
- [16] Carolina, M. A. T., Glória, G. O., Altoé, G. R., Netto P.A. , Margem, F. M., Braga, F. O., Monteiro, S. N. (2015). Evaluation of the Diameter Influence on the Tensile Strength of Pineapple Leaf Fibers (PALF) by Weibull Method. *Materials Research* , V(18), 185-192. doi:10.1590/1516-1439.362514
- [17] Senthilkumar, O. K., Saba, N., Rajini, N., Chandrasekar, M., Jawaid, M., Siengchin, S., Alotman, O.Y., (2018). Mechanical properties evaluation of sisal fibre reinforced polymer composites: A review. *Construction and Building Materials* 174 (NA), 713–729. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.04.143>
- [18] Alhijazi, M., Safaei, B., Zeeshan, Q., Asmael, M., Eyvazian, A., Qin, Z. (2020) Recent Developments in Luffa Natural Fiber Composites: Review. *Sustainability* 2020, 12, 7683.

- [19] Kaewtatip, K., Thongmee, J. (2012). Studies on the structure and properties of thermoplastic starch/Luffa fiber composites. *Materials & Design*, V (40), 314-318, ISSN 0261-3069. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.03.053>
- [20] Arrakhiz, F.Z., Ben Hamou, K., Erchiqui F., Hammiche, D., Kaddami, H. (2021). Development and characterization of hybrid composite laminate based on Luffa and glass fibers. *Materials Today: Proceedings*, Volume 36, Part 1, 22-28, ISSN 2214-7853. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.05.082>
- [21] Seki, Y., Sever, K., Erden, S., Sarikanat, M., Neser, G., Ozes, C. (2012). Characterization of Luffa cylindrica fibers and the effect of water aging on the mechanical properties of its composite with polyester. *Journal of Applied Polymer Science*, 123(4), 2330–2337. [doi:10.1002/app.34744](https://doi.org/10.1002/app.34744)
- [22] Al-Kaabi, K., Al-Khanbashi, A. Hammami, A. (2005). Date Palm fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: DPF/Polyester Composite Properties. *Polymer Composites*, 26, 486-497. <https://doi.org/10.1002/pc.20130>
- [23] Bourahli, M. E. (2014). Caractérisation d'un composite verre / époxy. Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas, Sétif 1, Algérie.
- [24] Ben Brahim, S., Ben Cheikh, R. (2007). Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite. *Composites Science and Technology*, V (67), 140 -147. [doi:10.1016/j.compscitech.2005.10.006](https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.10.006)
- [25] Maya, M.G., Soney, C. G, Thomasukutty, J. Sreekala M.S. Thomas, S (2017). Mechanical Properties of Short Sisal Fibre Reinforced Phenol Formaldehyde Eco-Friendly Composites. *Polymers from Renewable Resources*, V (8), No. 1, 2017. <https://doi.org/10.1177/204124791700800103>
- [26] Liu, M., Thygesen, A., Summerscales, J., Meyer, A. S. (2017). Targeted pre-treatment of hemp bast fibres for optimal performance in biocomposite materials: A review. *Industrial Crops and Products*, V (108), 660-683, ISSN 0926-6690. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.07.027>
- [27] Khan, M., Rahamathbaba, S., Mateen, MA., Ravi Shankar, D.V., Hussain, M. M. (2019). Effect of NaOH treatment on mechanical strength of banana/epoxy laminates. *Polymers from Renewable Resources*. DOI: [10.1177/2041247919863626](https://doi.org/10.1177/2041247919863626)
- [28] Asim, M., Jawaid, M., Abdan, K. Ishak, M. R. (2016). Effect of Alkali and Silane Treatments on Mechanical and Fibre-matrix Bond Strength of Kenaf and Pineapple Leaf Fibres. *J Bionic Eng* 13, 426–435. [https://doi.org/10.1016/S1672-6529\(16\)60315-3](https://doi.org/10.1016/S1672-6529(16)60315-3)

- [29] Touati, Z., de Hoyos-Martinez, P.L., Naima B.B., Fatima C. E. (2021). Influence of Different Diss Fiber Treatments over the Properties of Poly Propylene/Recycled and Regenerated Low Density Polyethylene Based Biocomposites. *J Polym Environ* 29, 291–303. <https://doi.org/10.1007/s10924-020-01877-7>
- [30] Gay, D. *Matériaux composites*. 4^{ème} édition, revue et augmentée. Edition Hermès, 1997.
- [31] Yves, P (2006). Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites verre/polyester utilisés en construction navale de plaisance - Cas des résines polyester limitant les émissions de styrène. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud, France.
- [32] Francois C. (2018). *Materials Handbook, A Concise Desktop Reference*, 3rd Edition pp 1498. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-38925-7>
- [33] Priyanka, P., Dixit, A., Mali, H.S. (2017). High-Strength Hybrid Textile Composites with Carbon, Kevlar, and E-Glass Fibers for Impact-Resistant Structures. A Review. *Mech Compos Mater*, 53, 685–704. <https://doi.org/10.1007/s11029-017-9696-2>
- [34] Raphaël, K. (2013). *Biocomposites : composites de hautes technologies en renfort de fibres naturelles et matrice de résines naturelles*. Thèse de doctorat, Université de Lorraine.
- DOI : [10.1080/09276440.2016.1087247](https://doi.org/10.1080/09276440.2016.1087247)
- [35] Rajib, P. Liming, D. (2018). Interfacial aspects of carbon composites. *Composite Interfaces*, 25:5-7, 539-605. <https://doi.org/10.1080/09276440.2018.1439632>
- [36] Şafak, Y, Ahmet, Ç., Mustafa, Ö., Hasan, S. (2018). Bio-composite materials: a short review of recent trends, mechanical and chemical properties, and applications. *European Mechanical Science*, 2(3): 83-91. Doi: <https://doi.org/10.26701/ems.369005>
- [37] Yosr, B. M. (2018). Valorisation des fibres de kénaf dans des applications textiles et paratextiles. Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir. Tunisie.
- [38] Yao, L. Yong, C. L., Hong, Q.H, Feng, J.X., Xian,Y.W., Xing, F. (2017). Structural Characterization of Lignin and Its Degradation Products with Spectroscopic Methods. *Journal of Spectroscopy*, ID 8951658. <https://doi.org/10.1155/2017/8951658>
- [39] Álvarez, C., Reyes-Sosa, F. M., Díez, B. (2016). Enzymatic hydrolysis of biomass from wood. *Microbial biotechnology*, v (9), 149-156.

- [40] Youssef, H, Lucian, A. L., Orlando, J. R. (2010). Cellulose Nanocrystals: Chemistry, Self-Assembly, and Applications. *Chemical Reviews* 2010 110 (6), 3479-3500. <https://doi.org/10.1021/cr900339w>
- [41] Susheel, K, Alain, D., Bibin, M.C., Kaith, B. S., Luc, A., James, N., Elias, N. (2011). Cellulose-Based Bio- and Nanocomposites: A Review. *International Journal of Polymer Science*, v (2011), Article ID 837875, 1-35. <https://doi.org/10.1155/2011/837875>
- [42] Nikolay, G. (2016). Catalytic methods of cellulose transformation in pure water into valuable chemical substances. *Material chemistry*. Université de Bordeaux. English. FfNNT : 2016BORD0156
- [43] DO THI, V.V. (2011). Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non. Thèse de doctorat, université de Grenoble, France
- [44] Tezara, C., Siregar, J.P., Lim, H.Y., Fauzi, F.A., Yazdi, M.H., Moey, L.K., Lim, J.W. (2016). Factors that affect the mechanical properties of kenaf fiber reinforced polymer: A review. *Journal of Mechanical Engineering and Sciences (JMES)* ISSN (Print): 2289-4659; e-ISSN: 2231-8380 V(10), Issue 2, pp. 2159-2175, Universiti Malaysia Pahang, Malaysia. DOI: <https://doi.org/10.15282/jmes.10.2.2016.19.0203>
- [45] Gurunathan, T., Smita, M., Sanjay, K., N. (2015). A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Volume 77, 1-25, ISSN 1359-835X. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.06.007>
- [46] David, S. (2007). Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite. Thèse de doctorat, Université de Limoges, France.
- [47] [Yao, L, Yong, C. L., Hong, Q.H., Feng, J. X., Xian, Y. W., Xing, F. (2017). Structural Characterization of Lignin and Its Degradation Products with Spectroscopic Methods. *Journal of Spectroscopy*, Article ID 8951658. <https://doi.org/10.1155/2017/8951658>
- [48] Adler, E. (1977). Lignin chemistry—past, present and future. *WOOD SCIENCE AND TECHNOLOG.*, vol 11, pp. 169-218.
- [49] Debra, M. (2008). Pectin structure and biosynthesis. *Current Opinion in Plant Biology*, V(11), Issue 3, 266-277. <https://doi.org/10.1016/j.pbi.2008.03.006>

- [50] Bouzouita, S. (2011). Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon, Français.
- [51] Faruk, O., Bledzki, A. K., Fink, H.P., Sain, M. (2012). Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Progress in Polymer Science*, v (37), no. 11, pp. 1552–1596.
- [52] Lokantara, I.P., Suardana, N.P.G, Surata, I.W., Winaya, I.N.S. (2020). A Review on Natural Fibers: Extraction Process and Properties of Grass Fibers. *International Journal of Mechanical Engineering and Technology*, 11(1), 84-91. <http://www.iaeme.com/IJMET/issues.asp?JType=IJMET&VType=11&IType=1>
- [53] Mohamed, D. (2012). Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) : Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil. Thèse de doctorat, Université de Haute Alsace, France.
- [54] Richard, N. (2007). Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites. Thèse de doctorat, Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, Université de Yaoundé, Français.
- [55] Reza, M., Jamaludin, M.Y., Abdul Rahman, M.S., Sayed Hamid, H. (2014). Tensile properties of kenaf fiber due to various conditions of chemical fiber surface modifications. *Construction and Building Materials* V(55), 103-113. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.01.036>
- [56] Yuxia, C., Na, S., Kaiting, Z., Shiliu, Z., Lei, Z., Fei, F., Linyan, R. Yong, G. (2017). In-Depth Analysis of the Structure and Properties of Two Varieties of Natural Luffa Sponge Fibers. *Materials*, 10(5), 479. [Doi: 10.3390/ma10050479](https://doi.org/10.3390/ma10050479)
- [57] Laidani, Y., Hanini, S., Mortha, G., Heninia, G. (2012). Study of a fibrous annual plant, *Luffa cylindrica* for paper application part I: characterization of the vegetal. *Iran. J. Chem. Chem. Eng;* V (31), 119–129.
- [58] Anbukarasi, K., Kalaiselvam, S. (2014). Study of effect of fibre volume and dimension on mechanical, thermal, and water absorption behaviour of *Luffa* reinforced epoxy composites. *Materials and Design*. [Doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2014.10.078](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.10.078)
- [59] Elenga, R.G., Philippe, D., David, T., Thierry, C., Maniongui, J.G., Dirras, G. (2013). Effects of Alkali Treatment on the Microstructure, Composition, and Properties of the *Raffia textilis* Fiber. *Bioresources* 8(2), 2934-2949. [DOI: 10.15376/biores.8.2.2934-2949](https://doi.org/10.15376/biores.8.2.2934-2949)

- [60] Vinod, A., Vijay, R., Lenin, S.D., Khan, A., Sanjay, M.R, Siengchin, S., Francis, V., Khalid, A.A., Asiri, A. M. (2020). Effect of alkali treatment on performance characterization of Ziziphus mauritiana fiber and its epoxy composites. Journal of Industrial Textiles, 152808372094261. [Doi: 10.1177/1528083720942614](https://doi.org/10.1177/1528083720942614)
- [61] Bledzki, A. K., Mamun, A. A., Lucka-Gabor, M., Gutowski, V. S. (2008). The effects of acetylation on properties of flax fibre and its polypropylene composites. Express Polymer Letters, 2(6), 413–422. [doi:10.3144/expresspolymlett.2008](https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2008)
- [62] Lifang, L., Jianyong, Y., Longdi, C., Weiwei, Q. (2009). Mechanical properties of poly(butylene succinate) (PBS) biocomposites reinforced with surface modified jute fibre, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, V(40), Issue 5, 669-674, ISSN 1359-835X. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.03.002>
- [63] Vivek, M., Sandhyarani, B. (2013). Physical and Mechanical Properties of Bi-directional Jute Fiber Epoxy Composites, Procedia Engineering, Volume 51, 561-566, ISSN 1877-7058. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2013.01.079>
- [64] Mohanta, N., Acharya, S. K. (2018). Effect of alkali treatment on the flexural properties of a Luffa cylindrica-reinforced epoxy composite. Science and Engineering of Composite Materials, 25(1), 85–93. [doi: 10.1515/secm-2015-0148](https://doi.org/10.1515/secm-2015-0148)
- [65] Saw, S. K., Purwar, R., Nandy, S., Ghose, J., Sarkhel, G. (2013). Fabrication, Characterization, and Evaluation of Luffa Cylindrica Fiber Reinforced Epoxy Composites, BioResour. V (8), 4, 4805–4826. <https://doi.org/10.15376/biores.8.4.4805-4826>
- [66] Hitesh, B. B., Kumar, C.H., Kumar, R.S., Kumar, S.P., Kulmani, Brijesh, M. P. (2020). Numerical Study of Frequency and Deflection Responses of Natural Fiber (Luffa) Reinforced Polymer Composite and Experimental Validation. Journal of Natural Fibers, 17,4, 505-519. [DOI: 10.1080/15440478.2018.1503129](https://doi.org/10.1080/15440478.2018.1503129)
- [67] Bouakba, M., Issasfa, B., Boukatem, M., Belloufi, A. (2016). Tensile properties of Renewable Diss Fiber /Polyester Composite. Annales des Sciences et Technologie V(8), N° 1, DOI : [10.5267/j.esm.2015.11.002](https://doi.org/10.5267/j.esm.2015.11.002)
- [68] Hachemane, B. (2013). Analyse expérimentale du comportement mécanique d'un matériau composite soumis à des sollicitations d'impacts. Thèse de doctorat, université M'hamed Bougara, Boumerdes.

- [69] Christophe, B. (2004). Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, REF AM5 130, Techniques de l'ingénieur.
- [70] Michael, F. A., Hugh S., David, C. (2013). Matériaux : ingénierie, science, procédé et conception, ISBN : 9782889150250 2889150259. 52-53. Numéro OCLC : 1131883649. Éditeur : Lausanne : Presses polytechniques et universitaires romandes.
- [71] Groupe d'Etude des Modes Opératoires (GEMO), (2004). Masse volumique réelle au pycnomètre à gaz. PPH-200 – 00
- [72] Adeyanju, C.A., Ogunniyi, S., Ighalo, J.O. Adeniyi, A. G. Abdulkareem, S.A. (2021). A review on Luffa fibres and their polymer composites. J Mater Sci 56, 2797–2813. <https://doi.org/10.1007/s10853-020-05432-6>
- [73] Seki, Y., Sever, K., Erden, S., Sarikanat, M., Nesar, G., Ozes, C. (2012). Characterization of Luffa cylindrica fibers and the effect of water aging on the mechanical properties of its composite with polyester. Journal Applied Polymer Sciences, 123:2330–2337. <https://doi.org/10.1002/app.34744>
- [74] Chen, Y., Zhang, K., Zhang, T. Yuan, F. , Su, N., Weng, B. Wu, S., Guo, Y. (2019). Effect of softening treatments on the properties of high-density cylindrical Luffa as potential mattress cushioning material. Cellulose 26, 9831–9852. <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02766-6>
- [75] Valcineide, O.A.T., Sydenstricke, T.H.D. r, Munaro, M., Sandro, C. A. (2005). A comprehensive characterization of chemically treated Brazilian sponge-gourds (Luffa cylindrica). Polymer Testing, V (24), Issue 4, 474-482, ISSN 0142-9418. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2004.12.004>
- [76] Siqueira, G., Bras, J., Dufresne, A. (2010). Luffa cylindrica as a lignocellulosic source of fiber, microfibrillated cellulose and cellulose nanocrystals. BioResources 5:727–740.
[DOI : 10.15376/Biores.5.2.727-740](https://doi.org/10.15376/Biores.5.2.727-740)
- [77] Kalusuraman, G., Siva, I., Jappes, J. T. W., Kumar, S. A. (2016). Effects of fiber surface modification on the friction coefficient of Luffa fiber/polyester composites under dry sliding condition. Journal of Polymer Engineering, 36(8). [Doi: 10.1515/polyeng-2015-0316](https://doi.org/10.1515/polyeng-2015-0316)
- [78] Akgu, M., Korkut, S., Camlibel, O., Ayata, U. (2013). Some chemical properties of Luffa and its suitability for medium density fiberboard (MDF) production. BioResources V(8),2, 1709–1717. [doi:10.15376/biores.8.2.1709-1717](https://doi.org/10.15376/biores.8.2.1709-1717)

- [79] D'Almeida, A., Barreto, D., Calado, V., d'Almeida, J. (2006). Effects of derivatization on sponge gourd (*Luffa cylindrica*) fibres. *Polymers & Polymer Composites V* (14), 73–80. <https://doi.org/10.1177/096739110601400107>