

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE FRERES MANTOURI CONSTANTINE
FACULTE DES SCIENCES DE LA TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE



N° d'ordre :

N° de série :

THESE

Présentée pour l'obtention du diplôme de

DOCTORAT EN SCIENCES

Spécialité : Génie Mécanique

Option : Construction Mécanique

Contribution à l'étude du comportement mécanique des matériaux biosourcés de type composite

PAR

ISSASFA Brahim

Soutenue le 18 / 05 / 2021

Devant le jury :

Président :

Mr. BOUCHOUCHA Ali Prof. Université des Frères Mentouri, Constantine

Rapporteur :

Mr. BENMANSOUR Toufik Prof. Université des Frères Mentouri, Constantine

Co-rapporteur :

Mr. VALLE Valéry Prof Université de Poitiers, France

Examineurs :

Mr. GUEBAILIA Moussa M.C.A Université Kasdi Marbeh, Ouargla

Mr. CHEKROUD Saïd Prof Ecole Nationale Polytechnique Constantine
(ENPC)

Mr. MECIBAH Mohamed Salah Prof Université des frères Mentouri, Constantine

Dédicaces

À mes parents ;

À ma petite famille ;

À mes sœurs et mes frères.

Remerciement

Tout d'abord, je tiens à remercier vivement, le Professeur **BENMANSOUR Toufik** directeur de thèse pour son soutien qu'il n'a cessé de m'apporter, sa disponibilité et ses précieux conseils qui ont permis de mener à bien ce travail.

Je tiens aussi à remercier vivement mon Co-encadreur Mr **Valéry VALLE**, Professeur à l'Université de Poitiers, (directeur du laboratoire) Institut Pprime, d'une part pour sa disponibilité, ainsi son accueil au sein de son laboratoire, qui m'a permis d'effectuer une partie des essais mécanique. D'autre part pour ses conseils scientifiques utiles qui m'ont aidé à combler les insuffisances de mon travail.

Je remercie ensuite tout particulièrement le Professeur **BOUCHOUCHA Ali** pour sa disponibilité et son engagement favorable d'être président du jury de ma thèse.

Je voudrais remercier également monsieur les membres de jury, notamment Professeurs **MECIBAH Mohamed Salah**, enseignant à l'université Frère Mentouri Constantine 1, **GUEBAILIA Moussa**, maitre de conférences, enseignant à l'université KASDI Merbah Ouargla, ainsi que le Professeurs **CHEKROUD Saïd**, enseignant à Ecole Nationale Polytechnique Constantine (ENPC) pour tout l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail en acceptant de l'examiner.

الملخص:

يأخذ هذا العمل في الاعتبار السياقات الاقتصادية والبيئية والميكانيكية للمنتجات الحيوية الإقليمية والمحلية من النباتات الخصبية في الجزائر. نجد في الطبيعة العديد من الحلول للمشاكل الفيزيائية وخاصة في صناعة المواد المركبة والتي تشكل محورًا واعدًا في مجال البحث العلمي وتخضع لقياسات تحليلية لسلوكها الميكانيكي والبيئي للسماح باستخدامها. في مختلف القطاعات الصناعية من البناء، والأثاث، والتغليف، والملابس، والترفيه، وصناعة الطيران، والسيارات، ...

يتعلق اهتمام هذه الدراسة بالمواد المتجددة للكتلة الحيوية للطاقة، والمنتجات الحيوية و/أو المركبات الحيوية. يعتمد عملنا على طريقة الاستخراج والتوصيف الميكانيكي لألياف الخرشوف (*Cynara cardunculus L*) و البردي (*Typha latifolia*) التي يتم إنتاجها بشكل طبيعي وبوفرة في المناطق الشمالية من الجزائر، ولا سيما الشمال الشرقي. كما أنها تعتمد على تصنيع نماذج المركبات الحيوية المصنوعة من الياف طويلة وقصيرة المستخرجة من *Cynara cardunculus L* " المكون من راتينج بوليستر (*résine*) غير مشبع. ثم يتم أخذ عينات اختبار معيارية من هذه النماذج من أجل إجراء اختبارات الشد والصدمات بطريقة العينة القصيرة (*short beam*) لتقييم سلوكها الميكانيكي.

صافي إنتاج ألياف أوراق الخرشوف (*CYNARA Cardunculus L*) هو 25 إلى 38. تُظهر اختبارات الشد للألياف أن سلوكها الميكانيكي متنوع (معامل المرونة والإجهاد والتمدد عند الكسر). يُظهر استخراج ألياف البردي نوعين من الألياف من الناحية المورفولوجية بخصائص ميكانيكية مختلفة. تلعب طريقة حساب السلوك الميكانيكي دورًا مهمًا في تقييم خصائص الألياف الميكانيكية. يستند هذا العمل على ثلاث طرق لتقييم الخصائص الميكانيكية، وطريقة السحق المقطع الكسر، طريقة الطاقة (عملنا) والطريقة الأكثر استخدامًا. كما أن عملنا هو دراسة تأثير التخزين في ظل الظروف الجوية على السلوك الميكانيكي للألياف.

الدراسة الإحصائية المجرات بدالة الاحتمالية وبيبل *Weibull* مع معلمتين تعطي قيمة ثقة لمعامل المرونة 5.3 MPa (*coefficient d'élasticité*) وضغط الشد يساوي 48 MPa ، للمقدرات الأربعة. أيضًا، تثبت الدراسة الاحتمالية *ANOVA* أحادية الاتجاه أنه يمكن تخزين ألياف الخرشوف في ظروف الطبيعية لمدة تصل إلى 12 شهرًا.

الكلمات المفتاحية: المواد المركبة، الألياف الطبيعية، الخرشوف (*Cynara cardunculus L*)، البردي (*Typha latifolia*) راتنجات البوليستر، الخصائص الميكانيكية

Résumé :

Ce travail tient compte des contextes économiques, environnementaux et mécaniques des bioproduits régionaux et locaux des milieux fertiles en Algérie. On trouve dans la nature plusieurs solutions aux problèmes physiques, particulièrement dans les fabrications des matériaux composites qui constituent un axe porteur dans le domaine de la recherche scientifique et sont soumises à des mesures d'analyses de leurs comportements mécaniques et environnementaux afin de permettre leur utilisation dans les différents secteurs industriels.

L'intérêt de cette étude porte sur les matériaux renouvelables de biomasses d'énergie, de bioproduits et/ou de bio-composite. Notre travail s'appuie sur la méthode d'extraction et la caractérisation mécanique des fibres de biomasse artichaut (*Cynara cardunculus L*) Typha Latifolia qui sont produits naturellement et en abondance dans les régions du nord de l'Algérie particulièrement le nord-est. Il s'appuie aussi sur la fabrication de modèle en bio-composite constitué de matériaux stratifiés en fibres longues et courts de type « *Cynara cardunculus L* » composé avec la résine polyester non saturée. Des échantillons d'éprouvettes normalisées sont alors puisés de ces modèles afin d'effectuer les essais de traction et résilience méthode poutre courte (short beam) pour évaluer leur comportement mécanique.

La production nette des fibres de feuilles de CYNARA Cardunculus L est 25 à 38. Les essais de traction des fibres montrent montrés que leurs comportements mécaniques sont variés (coefficient d'élasticité, contrainte et déplacement à la rupture). L'extraction des fibres de typha latifolié montre deux types de fibres de leur morphologie avec des caractéristiques mécanique différents.

La méthode de calcul de comportement mécanique joue un rôle important sur la précision d'évaluation des caractéristiques mécaniques des fibres de l'artichaut. Dont, en basant dans ce travail sur trois méthodes ; méthode énergétique, méthode de calcul en fonction de section écrasée (notre travail) et la méthode de calcul en fonction de section non écrasée, est la méthode le plus souvent utilisée. Aussi notre travail, tient une étude de l'effet stockage dans les conditions atmosphériques sur le comportement mécanique de la fibre.

L'étude statistique par la fonction de probabilité de Weibull à deux paramètres donne une valeur de confiance de coefficient d'élasticité 5,3 et contrainte à la rupture égale à 48, MPa pour les quatre estimateurs. Aussi, l'étude de probabilité d'ANOVA à un facteur prouve que, on peut stocker les fibres de l'artichaut dans des conditions ambiantes une durée ne

dépasse pas 12 mois d'une part, d'autre part la méthode de calcul en fonction de section écrasée est identique avec la méthode énergétique.

Mots clés : matériaux composites, fibres naturelles, plante *Cynara cardunculus* L, résine polyester, caractérisation mécanique.

Abstract

This work takes into account the economic, environmental and mechanical contexts of regional and local bioproducts from fertile environments in Algeria. We find in nature several solutions to physical problems, particularly in the manufacture of composite materials which constitute a promising axis in the field of scientific research and are subject to analysis measurements of their mechanical and environmental behavior in order to allow their use in the various industrial sectors of building, furniture, packaging, clothing, leisure, aeronautics and the automotive industry,.... others.

The interest of this study relates to renewable materials of energy biomass, bioproducts and/or bio-composite. Our work is based on the extraction method and the mechanical characterization of artichoke (*Cynara cardunculus* L) and cattail (*Typha latifolia*) biomass fibers which are produced naturally and in abundance in the northern regions of Algeria, particularly the northeast. It also relies on the manufacture of bio-composite models made of long and short fiber laminate materials such as "*Cynara cardunculus* L" composed with unsaturated polyester resin. Standardized test specimens are then taken from these models in order to perform tensile and impact tests (short beam method) to assess their mechanical behavior.

The net production of CYNARA Cardunculus L leaf fibers is 25 to 38. Tensile tests of fibers show that their mechanical behavior is varied (coefficient of elasticity, stress and displacement at break). The extraction of typha latifolia fibers shows two types of fibers of their morphology with different mechanical characteristics. The method of calculating mechanical behavior plays an important role in evaluating the characteristics of biofibers. Including, basing in this work on three energetic method, section crushing method of the fracture (our work) and the method most often used. Also our work is a study of the effect of storage under atmospheric conditions on the mechanical behavior of the fiber.

The statistical study by the Weibull probability function with two parameters gives a confidence value of elasticity coefficient of 5.3 and tensile stress equal to 48, MPa for the four estimators. Also, the one-way ANOVA probability study proves that artichoke fibers can be stored at room conditions for no longer than 12 months.

Keywords: composite materials, natural fibers, plant type *Cynara cardunculus* L, *Typha latifolia*, polyester resin, mechanical characterization.

Sommaire

Remerciement.....	2
Résumé :	4
Abstract.....	6
Sommaire.....	7
Listes des figures	12
Liste des tableaux	16
Nomenclatures.....	18
Introduction générale.....	20
Chapitre 1	26
1 Revue de la littérature	26
1.1 Introduction.....	26
1.2 Fibres de renforcement	27
1.3 Sources des bio-fibres	27
1.4 Fibres lignocellulosiques/fibres naturelles.....	28
1.5 Les avantages et les inconvénients des fibres naturelles	29
1.6 Production mondiale de fibres naturelles.....	30
1.7 Applications des fibres naturelles	31
1.7.1 Sport et loisir	32
1.7.2 Automobile	33
1.7.3 Matériaux composites.....	35
1.7.4 Industries textiles.....	36
1.7.5 Matérielles médicales	37
1.8 Classification de fibres végétales.....	38
1.8.1 Fibres de graines.....	38
1.8.2 Fibres liber.....	39
1.8.3 Fibres de feuilles.....	40

1.9	Structure des fibres végétales.....	42
1.9.1	La cellulose.....	44
1.9.2	L'hémicellulose	46
1.9.3	La lignine.....	47
1.10	Comportement physico-mécanique de biofibres et bio-renfort	48
1.10.1	Sisal	48
1.10.2	Lin.....	49
1.10.3	Chanvre.....	50
1.10.4	Abaca	51
1.10.5	Jute.....	51
1.10.6	Kénaf	52
1.10.7	Fibre de feuille d'ananas	53
1.10.8	Ramie.....	53
1.10.9	.Coco.....	54
1.10.10	Bambou.....	54
1.11	Conclusion	55
Chapitre 02	58
2	Description des plantes de Typha Latifolia et de <i>Cynara cardunculus</i> L.....	58
2.1	Introduction.....	58
2.1.1	Situation géographique	58
2.2	Cycle de vie d'une plante à Fleurs.....	59
2.2.1	Cycle de vie et croissance de l'artichaut (<i>Cynara cardunculus</i> L).....	59
2.2.2	Cycle de vie et localisation de Typha latifolia:	61
2.3	Propriétés structurelles des feuilles de sources (au niveau locale) des bio-fibres	63
2.3.1	Feuille artichaut (<i>Cynara cardunculus</i> L).....	63
2.3.2	Feuille de typha latifolia	64
2.4	Différents types de fibres produit par <i>Cynara cardunculus</i> L.....	65

2.5	Différents types de fibres produit par la massette.....	66
2.6	Conclusion	66
Chapitre 3		68
3	Extraction avec l'études morphologiques et physique des fibres de feuilles de Typha latifolia et <i>Cynara cardunculus</i> L.....	68
3.1	Introduction.....	68
3.2	Extraction des fibres de <i>C. cardunculus</i> L	68
3.3	Extraction des fibres de typha.....	69
3.3.1	Fibres de types A	71
3.3.2	Fibres de type B.....	71
3.4	Caractérisation morphologique et physique des fibres	72
3.5	Moyens matériels et Méthodologies	72
3.5.1	Microscope optique :	72
3.5.2	Analyse par DRX	73
3.5.3	Logiciel X'pert highscore.....	74
3.6	Morphologie sous microscope de la section des fibres.....	75
3.7	Mesures de la densité des deux modèles de fibre d'artichaut et de typha latifolia.....	78
3.8	Résultats de DRX de fibre typha latifolia	79
3.8.1	Discussion et analyse des résultats DRX de fibre typha latifolia	81
3.9	Conclusion	81
Chapitre 4		83
4	Caractérisation mécanique des bio-fibres (<i>Cynara cardunculus</i> L et Typha latifolia)	83
4.1	Introduction.....	83
4.2	Matériaux et méthodes.....	83
4.3	Résultats et discussion	85
4.3.1	Fibres typha latifolia (Type A et B)	85
4.3.2	Fibres <i>Cynara cardunculus</i> L.....	86

4.4	Méthode de calcul de comportement mécanique de la fibre en traction.....	89
4.5	Effet de conditions de stocke sur le comportement mécanique de fibre.....	90
4.6	Conclusion	92
Chapitre 5		95
5	Analyse au Probabilités et Statistiques.....	95
5.1	Introduction.....	95
5.2	Analyse Statistique (Probabilité Weibull) pour la fibre <i>Cynara cardunculus</i> L ...	95
5.3	Analyse de variance ANOVA.....	98
5.4	Comparaisons multiples (<i>théories et tests</i>)	99
5.5	ANOVA à un facteur contrôlé : Module d'élasticité E correspondant aux groupes (E(après), E(avant), E(énergie)).....	100
5.5.1	Résultats principaux : IC simultanés à 95 %, niveau de confiance individuel 105	
5.6	Analyses statistiques de l'effet de stocke sur le comportement (charge/déplacement) en traction.....	106
5.6.1	Analyse de quartiles de variation de charge et du déplacement.....	106
5.7	Analyse statistique de la charge à la rupture sous l'influence de stockage	110
5.7.1	ANOVA à un facteur contrôlé.....	111
5.7.2	Analyse des valeurs résiduelles	112
5.7.3	Analyse de variances	113
5.7.4	Etude des moyennes de groupes de charge	114
5.7.5	Comparaison multiple des moyennes des groupes	115
5.8	Analyse statistique de déplacement a la rupture sous l'influence de stockage...	121
5.8.1	ANOVA à un facteur contrôlé.....	123
5.8.2	Analyse des valeurs résiduelles	124
5.8.3	Analyse de variances	125
5.8.4	Etude des moyennes de groupe de déplacement	125
5.9	Conclusion	130

Chapitre 6	132
6 Elaboration et Caractérisations des Eprouvettes en Composite à Renfort Bio-Sources (Polyester/Cynara Cardunculus L)	132
6.1 Introduction.....	132
6.2 Définition et préparation de composite étudié.....	133
6.3 Essai de cisaillement du modèle composite en poutre-courte	134
6.3.1 Analyse des résultats	135
6.3.2 Essais quasi-statiques de traction	135
6.3.3 Analyse des résultats de tractions ; fibre de renfort, résine et composite....	136
6.4 Conclusion	137
Conclusion générale	139
7 Référence.....	143
Publication.....	165
Annexes	166

Listes des figures

Figure 1.1. Différents types des fibres biosourcées.....	28
Figure 1.2. Répartition de la production mondiale de fibres végétales hors coton et bois 2001-2008.....	30
Figure 1.3. Production mondiale de fibres naturelles, 32 millions de tonnes en 2018[30].	31
Figure 1.4. Utilisations de fibre végétales dans la fabrication des outils de loisir[35].....	33
Figure 1.5. Certains biomatériaux dans une voiture Mercedes.	34
Figure 1.6. Etapes de fabrication de garniture de port voiture par fibre de chanvre.	34
Figure 1.7. Wood and Natural Fiber used for Automotive Composites in Europe, 2012[35].	35
Figure 1.8. Moulage par compression de composite polyester+ fibre de coco.	36
Figure 1.9. Textiles bio[43].	37
Figure 1.10. Coton (A), Coco (b) et Kapok (C).	39
Figure 1.11. Emplacement localisée de la fibre liber.	40
Figure 1.12. Feuille d'Artichaut locale d'épluchée par arrachement [modèle présent de notre travail].	40
Figure 1.13. Classification des fibres végétales [modèle présent de notre travail : typha et artichaut].	41
Figure 1.14. Schématique des différents niveaux d'observation d'une fibre végétale constaté par observation au microscope avec la structure chimique des éléments respectifs : cellulose- hémicellulose-lignine [51].	43
Figure 1.15. Structure chimique moléculaire de la cellulose.....	45
Figure 1.16. Organisation à l'échelle microscopique de la cellulose dans une fibre végétale.....	45
Figure 1.17. Structure d'un type de Xyloglucane.....	46
Figure 1.18. Représentation chimique structurale de la lignine[73,49].....	47
Figure 1.19. Structure des précurseurs de la lignine[74,49].	47
Figure 1.20. Classification des composites polymères biodégradables.....	48
Figure 2.1. Photo géographique de satellite Google Earth. 2021.	59
Figure 2.2. Artichaut <i>Cynara cardunculus</i> L.	60
Figure 2.3. La distribution des différents types de typha dans le monde (a.T-latifolia[185], b.T-angutifolia[186], c.T-domingesis[188] et T-x.gloca[189].	61

Figure 2.4. Milieu de croissance (a), coupe transversale de la feuille (b), les racines (c)..	62
Figure 2.5. Feuille de l'artichaut (<i>C. cardunculus</i> L)	64
Figure 2.6. La massette (<i>Typha Latifolia</i>).	64
Figure 2.7. Coupe transversale de la feuille de la massette.	65
Figure 2.8. Coupe longitudinale de la feuille de la massette.	65
Figure 3.1. Etapes d'extraction des fibres de feuilles de l'artichaut de type <i>Cynara cardunculus</i> L [présent]	69
Figure 3.2. Exposition des fibres de typha.	70
Figure 3.3. Emplacement locale des deux types de fibres de typha A et B.	70
Figure 3.4. Vue macroscopique des fibres de typha de type A.	71
Figure 3.5. Vue macroscopique d'un échantillon de fibre de typha de type B après extraction.	72
Figure 3.6. Microscope optique Oxion.	73
Figure 3.7. Machine de DRX (plateforme de génie mécanique- umc).	74
Figure 3.8. Analyse des résultats de DRX par le logiciel X'pert highscors.	75
Figure 3.9. Section de la rupture de fibre <i>Cynara cardunculus</i> L (A) avant l'écrasement, (B) après l'écrasement	76
Figure 3.10. Mesure microscopique du diamètre de fibre de typha de type A agrandis à X100.	77
Figure 3.11. Mesure microscopique du diamètre de fibre de typha de type B agrandis à X100.	77
Figure 3.12. Variation du diamètre de la fibre typha latifolia type B pendant le temps de trempé.	78
Figure 3.13. Diagramme obtenu par le DRX.	80
Figure 4.1. Machine de traction de capacité 5 KN (Institut Pprime Poitiers 'France').	84
Figure 4.2. Courbes de traction (Force/allongement) des fibres de type B	85
Figure 4.3. Courbe de traction (Force/Déplacement) des fibres de type A.	86
Figure 4.4. Courbes contrainte/déformation de traction des fibres <i>Cynara cardunculus</i> L.	87
Figure 4.5. La variation des contraintes à la rupture en fonction de ses sections.	88
Figure 4.6. La variation des modules d'Young en fonction de la section.	88
Figure 4.7. La variation de l'allongement en fonction de la section.	89
Figure 4.8. Effet des conditions atmosphérique de stockage sur le comportement mécanique de fibre de <i>Cynara cardunculus</i> L.	91
Figure 5.1. Distributions de Weibull de la contrainte pour différents estimateurs.	97

Figure 5.2. Distributions de Weibull du module de Young pour différents estimateurs....	97
Figure 5.3. Graphique des intervalles des Modules d'élasticité on fonction de groupes .	102
Figure 5.4. IC simultanés de Tukey à 95%.....	104
Figure 5.5. IC individuels de Fisher à 95%	104
Figure 5.6. IC simultanés de Dunnett à 95%	105
Figure 5.7. Quartiles de variation de charge en fonction du temps de stockage.	109
Figure 5.8. Quartiles de variation de déformation en fonction du temps de stockage.	109
Figure 5.9. Histogramme de chargement ajusté par la fonction de densité normale de l'effet de stocke sur la charge en traction	110
Figure 5.10. Histogramme de chargement ajusté par la fonction de densité Weibull avec l'influence du stockage sur la charge en traction	111
Figure 5.11. Diagramme des valeurs résiduelles	113
Figure 5.12. Diagramme des valeurs individuelles des charges à la rupture des fibres en traction	114
Figure 5.13. Graphique des intervalles des moyennes de confiance de chargement des fibres (C.cardunculus L) à la rupture en traction.....	115
Figure 5.14. IC simultanés de Tukey à 95 % pour les différences moyennes de charge à la rupture.....	117
Figure 5.15. IC individuels de Fisher à 95% de différences moyennes pour la charge à la rupture.....	119
Figure 5.16. IC simultanés de Dunnett à 95% de différences moyennes du niveau de charge à la rupture	120
Figure 5.17. IC simultanés de Hsu à 95% des moyennes du niveau par rapport à la plus grande des autres moyennes de niveaux pour la charge à la rupture.....	121
Figure 5.18. Histogramme du déplacement ajusté par la fonction de densité normale basé sur l'effet de stocke sur le déplacement en traction à la rupture	122
Figure 5.19. Histogramme des déplacements ajusté par la fonction de densité Weibull sous l'effet de stocke sur le déplacement en traction à la rupture	123
Figure 5.20. Diagrammes des valeurs résiduelles pour le déplacement à la rupture de fibres C.cardunculus L.....	124
Figure 5.21. Diagramme des valeurs individuelles des groupes de déplacement	125
Figure 5.22. Graphique des intervalles de déplacement a la rupture.....	126
Figure 5.23. Différences des moyennes des groupes de déplacement IC individuels 95 % de Fisher et IC simultanés 95% de Tukey	127

Figure 5.24. Moyennes de niveau-moyenne de contrôle (D, 1 mois) pour déplacement à la rupture.....	129
Figure 5.25. Moyenne du niveau-moyenne du contrôle (D, 6 mois) pour le déplacement à la rupture.....	129
Figure 6.1. Modèle d'éprouvette à renfort de fibre long (<i>Cynara cardunculus L</i>).	133
Figure 6.2. Modèle d'éprouvette à renfort court (<i>Cynara cardunculus</i>).....	134
Figure 6.3. Essai de résistance de poutre- courte- (fibre Artichaut/polyester).	135
Figure 6.4. Diagramme d'essai force de chargement –déplacement sur l'éprouvette en modèle de poutre-courte composite.....	135
Figure 6.5. Installation de l'éprouvette en composite sur la machine TE avec cellule de charge de 10KN (Laboratoire de l'université KASDI Merbah Ouargla.)	136
Figure 6.6. Comportement en traction de fibre, de résine et de composite.	137

Liste des tableaux

Tableau 1.1. Primaires et secondaires sources des fibres.....	27
Tableau 1.2. Production mondiale, valeur et exploitation des fibres naturelles (2018) [30].	31
Tableau 1.3. Liste de classement des bio-fibres d'après leurs sources d'origine et leurs importances économique	42
Tableau 1.4. Composition en pourcentage des éléments constitutifs essentiels des fibres naturelles.....	44
Tableau 3.1. Résultats RDX sur la poudre fibres de typha	80
Tableau 4.1. Condition et résultats de quelques essais.....	90
Tableau 4.2. Comportement mécanique des différents types de bio-fibres à base des plantes.....	92
Tableau 5.1. Le module de Young et la contrainte à rupture après le critère de Weibull. .	98
Tableau 5.2. Informations sur les facteurs	101
Tableau 5.3. Analyse de variance.....	101
Tableau 5.4. Les moyennes	101
Tableau 5.5. Informations de groupement avec la méthode de Tukey ; Comparaisons deux à deux de Tukey.....	103
Tableau 5.6. Informations de groupement avec la méthode de la plus petite différence significative (LSD) de Fisher ; Comparaisons deux à deux de Fisher avec niveau de confiance de 95 %.....	103
Tableau 5.7. Informations de groupement avec la méthode de Dunnett ; Comparaisons multiples de Dunnett avec un contrôle avec un niveau de confiance de 95 %.....	104
Tableau 5.8. Tests de simultanéité de Tukey pour les différences des moyennes	106
Tableau 5.9. Calcule des quartiles de variation de charge en fonction du temps de stockage	107
Tableau 5.10. Calcule des quartiles de variation de charge en fonction du temps de stockage	108
Tableau 5.11. Informations sur les facteurs de charge	111
Tableau 5.12. Tableaux de méthode.....	112
Tableau 5.13. Analyse de variance de la charge	114
Tableau 5.14. Moyennes de charge	115

Tableau 5.15. Informations de groupement avec la méthode de Tukey pour un niveau de confiance de 95 %.....	116
Tableau 5.16. Tests de simultanéité de Tukey avec les différences de moyenne pour la charge à la rupture	117
Tableau 5.17. Informations de groupement avec la méthode de la plus petite différence significative (LSD) de Fisher et un niveau de confiance de 95 %	118
Tableau 5.18. Tests individuels de Fisher pour les différences des moyennes	118
Tableau 5.19. Informations de groupement avec la méthode de Dunnett et un niveau de confiance de 95 %.....	119
Tableau 5.20. Tests de simultanéité de Dunnett pour la moyenne du niveau – moyenne du contrôle	120
Tableau 5.21. Tests de simultanéité de Hsu pour la moyenne de niveau par rapport à la plus grande des autres moyennes de niveaux	121
Tableau 5.22. Informations sur les facteurs de déplacement	123
Tableau 5.23. Tableaux de méthode.....	123
Tableau 5.24. Analyse de variance de la charge	125
Tableau 5.25. Moyennes déplacement	126
Tableau 5.26. Informations de groupement avec la méthode de Tukey et Fisher avec un niveau de confiance de 95 %	127
Tableau 5.27. Informations de groupement avec la méthode de Dunnett et un niveau de confiance de 95 %.....	128

Nomenclatures

P	la distribution de weibull
β, N	Paramètres de position et de distribution de Weibull
Q1	Première quartile
Q2	Deuxième quartile
Q3	Troisième quartile
ANOVA	Analyse de la variance
$df1$	Numérateur de degré de liberté
$df2$	Dénominateur du degré de liberté
N	Le nombre de types de spécimen
n	Le nombre total d'expériences
SSWG	Somme des carrés au sein des groupes (Sum of squares within groups)
SSBG	Somme des carrés entre les groupes (Sum of square between groups)
TSS	Somme totale des carrés (Total sum of squares)
T	La somme des résultats de chaque type d'échantillon
μ_i	Multiplés des moyennes
H_g^0	Hypothèse globale d'homogénéité
t_{obs}^{ij}	La statistique
$\hat{\sigma}$	Variance
MSE	Erreur dans chaque groupe d'essai
LSD	La plus petite différence significative (Least Significant Difference)
TCM	Tests de comparaisons multiples
F^{sbs}	La résistance de courte-poutre
P_m	la charge maximale observée pendant l'essai

Introduction générale

Introduction générale

En regardant en arrière sur le calendrier, l'application des biomatériaux suit presque toutes les percées humaines dans le travail en tant qu'activité significative, les gens sélectionnent et récoltent des matériaux dans la nature au regard de leurs avantages en termes d'adaptation au corps humain. À ce moment précis, c'était important pour résoudre le problème en question, et bien sûr, il n'y avait aucune idée du potentiel des biomatériaux dans le futur en ce qui concerne les avantages bien connus aujourd'hui. Ainsi, à ce moment-là, l'augmentation de leur application se produisait accidentellement et spontanément.

Les fibres naturelles ont récemment attiré l'attention des scientifiques et des ingénieurs en raison des avantages considérables qu'elles offrent par rapport aux fibres de renforcement classiques comme les fibres de verre. Le développement des composites comportant des fibres naturelles constitue de plus en plus un sujet d'intérêt durant ces dix dernières décennies en raison de leurs nombreux avantages entre autres de leur robustesse alliée à leur légèreté économique et cela en plus d'autres propriétés spécifiques, à titre indicatif de leur qualité biodégradables et non abrasives.

L'avantage écologique est la principale motivation pour poursuivre l'utilisation de polyéthylène renforcé par fibre naturels (PRFN) au lieu de polyéthylène renforcé par fibre synthétiques (PRFS): il est constaté que les composites naturels offrent le potentiel de créer des composantes structurelles biodégradables à grand volume et cela en utilisant uniquement des ressources renouvelables, ce qui présente l'avantage de réduire les quantités d'énergie en terme d'inertie et de volume intrinsèque. En effet l'utilisation de matériaux comme les composites naturels minimise les déchets de construction tout en augmentant leur efficacité énergétique qui fournirait une solution aux besoins d'infrastructure immédiats en promouvant le concept de durabilité.

Le choix du bon matériau dépend en grande partie de la destination du produit à fabriquer, et il est donc nécessaire de comprendre ses propriétés mécaniques. L'utilisation des biomatériaux dans l'industrie implique l'introduction de matériaux légers, qui va en contiguë avec l'amélioration de leur performances mécaniques (résistance), l'amélioration du matériau en termes d'isolation acoustique, de contrôle des vibrations, de réduction de la consommation de carburant et d'application d'un processus de fabrication non nocif pour l'environnement.

Parmi les fibres naturelles, les fibres de l'Artichaut (*Cynara cardunculus* L) et la massette (*Typha Latifolia*) peuvent attirer grandement l'attention des chercheurs. En effet, un des avantages des fibres de massette et de l'artichaut sont des ressources naturelles très abondante en Algérie. Cependant, bien que très exploitée à l'étranger, la massette malgré son abondance locale et son taux de croissance très rapide, elle reste une des ressources végétales localement mal exploité.

Dans le domaine des biomatériaux, les fibres naturelles sont utilisées pour renforcer de nombreux types de matériau à usage industriel ; mais avant de réaliser des composites à partir de ces fibres et de caractériser leurs performances mécaniques, nous nous sommes d'abord intéressés à la fibre de typha et de l'artichaut au niveau de la microstructure, de la composition chimique et de la morphologie.

Le but de ce travail est d'une part l'extraction des fibres pour les deux types de plantes notamment l'artichaut « *Cynara cardunculus* L » et la massette (*Typha latifolia*), qui sont naturellement très réponde et en abondance tout au nord de Algérie. D'autre part, favoriser leurs exploitations pour servir en tant que matière première dévouée à la préparation de composite à renfort biosourcé, basée sur l'utilisation de la résine polyester comme matrice et la fibre d'Artichaut comme renfort (polyester/fibres de *Cynara cardunculus* L).

La thèse s'articule d'après l'ordre croissant des six chapitres suivants :

- **Chapitres 1 :** Le premier chapitre présente les questions primordiales, le volume de la recherche scientifiques et les besoins commerciales et économiques. L'attention mondiale sur la santé de la planète, sans cesse menacée par la dégradation de l'environnement sous l'effet de l'insouciance des opérateurs économiques et industriels, devient de plus en plus motivée afin de contrecarrer ce risque en encourageant la solution vers les énergies renouvelables, notamment, l'utilisation des matériaux verts qui offrent un

double avantage ; le respect de l'environnement tout en observant le critère de conception optimal désiré « robustesse alliée à la légèreté économique ».

- **Chapitres 2 :** Ce chapitre présente une description des plantes de la massette (*Typha Latifolia*) et de l'Artichaut (*Cynara cardunculus* L), les dimensions des feuilles de la plante peuvent atteindre des grandeurs importantes, et qui à titre indicatif pour le *Cynara Cardunculus* L, elles peuvent atteindre un mètre longueur et de plus de vingt centimètres de largeurs. Cela va de même pour la plante de *Typha latifolia* qui dans de bonnes conditions peuvent atteindre 2 à 3 m. Il est à souligner que la longueur ainsi que la largeur physique des fibres offrent un champ d'exploitation plus riche en terme de fibre. La prise en compte des facteurs de l'environnement locale a fait l'objet d'étude et de suivit en se penchant sur le comportement chimique, physique et dimensionnelle reliés aux conditions atmosphériques, ainsi que les champs de culture des plantes qui sont ensuite discutés.

Ce même chapitre fait aussi mention d'un point de vue géographique et sur le plan national, des aspects d'abondance, de la disponibilité et de l'importance des champs de *Typha latifolia* et *Cynara cardunculus* L, qui motive grandement leurs utilisations en tant que matériaux biosources et de bio-renforts. Les fibres extraies peuvent ainsi être exploité dans différents secteurs industriels (matériaux composite, textile, ...), et offrent un élément de réponse pour les opérateurs économiques et industriels, et sont d'autant plus souhaitées quant à leurs comportements (caractéristiques mécaniques, caractéristiques physicochimiques,) qui respectent les contraintes de ces secteurs et répondent à leurs exigences.

- **Chapitres 3 :** Une discussion est menée concernant l'extraction des fibres naturelles, ainsi que leurs études morphologiques et physique (*Typha latifolia* et *Cynara cardunculus* L). Ce chapitre apporte les explications des différentes méthodes alternatives d'extractions de ces fibres naturelles. Dans ce travail, on extrait les fibres avec la méthode d'écrasement pour

l'artichaut et on utilise l'extraction direct de la fibre de la massette après le dépeçage de l'écorce de la feuille. L'étude morphologique élargie à différents types de fibre est observée en conjonction avec l'analyse au moyen de la DRX (diffractométrie de rayons X).

- **Chapitres 4 :** Ce chapitre présente le travail expérimental élaboré dans le cadre de la caractérisation mécanique des biofibres (*C. cardunculus* L et *Typha latifolia*). L'étude met en valeur la qualité physique et mécanique des fibres (*typha latifolia* avec leurs types et *C. cardunculus* L) qui affichent des capacités fabuleuses et un potentiel très riche pour l'exploitation comme élément renfort pour certains matériaux. Les deux types de fibres de typha peuvent supporter des forces intéressantes comparées relativement à leurs longueur et diamètre ce qui encourage leurs utilisations essentiellement dans le domaine des textiles. De ce fait les fibres naturelles attirent l'intérêt de nombreux secteurs industriels et commerciaux et occupent de plus en plus le choix privilégié dans le renforcement des matériaux composite et dans les textiles. Pour une meilleure exploitation des fibres naturelles la connaissance du comportement physique, chimique et mécanique s'impose. Ce chapitre contient les méthodes expérimentales de caractérisation appliquées à l'identification des propriétés mécaniques des fibres de feuilles de la massette ((*Typha Latifolia*)) et de l'Artichaut ((*Cynara cardunculus* L)).
- **Chapitres 5 :** Analyse Probabilité et Statistique (Weibull Probability). Le cinquième chapitre présente le processus d'évaluation et de jugement scientifique des résultats de nos expérimentations mécaniques qui ont nécessité un travail acharné et beaucoup d'effort. Pour atteindre cet objectif, on utilise des méthodes statistiques pour analyser les données d'un processus tel que préconisé par (Weibull Probability). Afin de mieux comprendre à quel niveau et où pendant le processus, des changements peuvent être apportés dans le but des améliorations de la qualité des produits. L'étude expérimentale est menée sur plus de 500 éprouvettes de fibre de l'artichaut et plus de 40 fibres pour la massette. L'ensemble des éprouvettes testé en traction quasi-statique. Pour l'artichaut il y'a l'effet de stocke pendant 18 mois.

- **Chapitres 6 :** Ce chapitre est consacré à l'élaboration et la caractérisation des éprouvettes en composite à renfort bio-sources (Polyester/Cynara Cardunculus L). En premier, on commence par la définition et la préparation du model composite étudié ensuite des essais de cisaillement sont effectués sur une poutre- courte (épaisse) de composite, suivit par des essais quasi-statiques de traction effectués sur des éprouvettes en composite (Polyester/Cynara Cardunculus L). On finalise par les analyses des résultats et les conclusions correspondantes.

Les valeurs obtenues après les essais quasi-statiques en traction montrent une amélioration importante du comportement mécanique. En effet, d'une part, les bio-renforts de Cynara Cardunculus L, améliorent l'élasticité de la résine de 15% pour les fibres longues et 10 % pour les fibres courtes. D'autre part, elles diminuent la déformation longitudinale de 50% pour le type de renfort long et 78% pour le type de renfort court. A cet effet ce type de renforts augmente le comportement fragile du matériau.

Chapitre 1

Revue de la littérature

Chapitre 1

Revue de la littérature

1.1 Introduction

L'attention mondiale sur la santé de la planète, sans cesse menacée par la dégradation de l'environnement sous l'effet de l'insouciance des opérateurs économiques et industriels, devient de plus en plus motivée afin de contrecarrer ce risque en encourageant en parallèle la solution vers les énergies renouvelables, notamment, l'utilisation des matériaux verts, qui offrent un double avantage ; le respect de l'environnement tout en observant le critère de conception optimal désiré « robustesse alliée à la légèreté économique ».

Les biomatériaux sont à la une des questions d'intérêt mondiale[1]. Le changement alternatif des renforts conventionnels de matériaux composites (fibres de carbone, fibres de verre,...) par des fibres naturelles fait l'actualité de la recherche contemporaine orientée vers les différents axes industriels (automobile, bâtiment, aéronautique, loisir, sports,...)[2-5]. L'amélioration du comportement mécanique et des caractéristiques physiques (la contrainte, la déformation, le module de Young, le coefficient de poisson, la masse volumique, l'absorption des liquides, l'hygrothermique, la conductibilité thermique, la légèreté....) sont des réponses ciblées par les chercheurs ingénieurs[6]. La diminution du coût, l'augmentation de la durée de vie, la fiabilité et la facilité d'utilisation sont des besoins très motivants pour les deux parties constructeurs et consommateur.

D'un point de vue de la botanique, l'artichaut est classé comme une plante nutritive d'alimentation et en plus particulier la tige ainsi que sa graine en tête de tige[7,8]. En Algérie les feuilles de l'artichaut sont exploitées pour cuisiner l'alimentation traditionnelle et leurs racines sont utilisées comme produit phytothérapeutique (médicaments à base de plantes)

bien que les chimistes déposent beaucoup de titres de recherche du côté de l'extraction des produits chimiques et/ou pharmaceutique [9-14].

Les fibres naturelles lignocellulosiques telles que : le sisal, le coir, le jute, la ramie, les feuilles ananas, et le kénaf peuvent être remplacées par les fibres de verres ou autre matériaux de renforcement traditionnels des composites[15-18]. Ces fibres ont différentes propriétés comme la rigidité[19], la résistance à l'impact[20], la flexibilité[21]. En plus, elles sont disponibles en grandes quantités.

Remarque : les fibres utilisées dans ce travail sont celles de l'artichaut qui existent en abondance dans des régions de la wilaya de SKIKDA en Algérie.

1.2 Fibres de renforcement

Une prise de conscience accrue du fait que les produits non renouvelables se raréfient et que notre dépendance inévitable à l'égard des ressources renouvelables est apparue. La recherche de ces dernières années pourrait être appelé recherche cellulosique, car les fibres naturelles attirent l'attention des chercheurs et des académiciens pour être utilisées dans des composites polymères en raison de leur nature écologique et de leur durabilité.

1.3 Sources des bio-fibres

Les plantes, sont le lit générateur et sources pour la production des fibres naturelles. On peut classées ces sources (plantes) comme primaires et secondaires en fonction de leur utilisation. Les plantes primaires sont celles cultivées pour la production dévouée aux fibres, tandis que les plantes secondaires sont des plantes dans lesquelles les fibres sont produites comme sous-produit. Par exemple, Le jute, le chanvre, le kénaf et le sisal sont de plantes primaires, L'ananas, le palmier à huile et la fibre de coco sont des exemples de plantes secondaires. Le tableau 1 présente les principales sources des fibres primaires et secondaires en fonction de leur utilisation

Tableau 1.1. Primaires et secondaires sources des fibres

Primaires et secondaires sources des fibres

Plantes	
Primaires sources	Secondaires sources
le jute, chanvre, le kénaf, le sisal, la massette, ramie, Abaca, Bambou	L'ananas, le palmier à huile, le coco, L'artichaut,

1.4 Fibres lignocellulosiques/fibres naturelles

Les fibres naturelles se subdivisent en fonction de leur origine, qu'elle soit végétale, animale ou minérale (figure 1.1). Toutes les fibres végétales sont composées de cellulose, tandis que les fibres animales sont constituées de protéines (poils, soie et laine)[22,23]. Les fibres végétales comprennent les fibres libériennes (ou sclérenchyme mou ou à tige), les fibres foliaires ou dures, les graines, les fruits, le bois, la paille de céréales et d'autres fibres d'herbe[24]. Au cours des dernières années, un certain nombre de chercheurs ont étudié l'exploitation des fibres naturelles comme éléments porteurs dans les matériaux composites[24]. L'utilisation de ces matériaux dans les composites a augmenté en raison de leur bon marché relatif, de leur capacité à être recyclés et du fait qu'ils peuvent être compétitifs en termes de résistance par poids de matériau[24]. Les fibres naturelles peuvent être considérées comme des composites naturels constitués principalement de fibrilles de cellulose incorporées dans une matrice de lignine[22]. Les fibrilles de cellulose dans les éléments des structures de résistance sont alignées sur la longueur de la fibre, ce qui leur confère une résistance maximale à la traction et à la flexion, en plus de leur rigidité[24]. L'efficacité de renforcement de la fibre naturelle est liée à la nature de la cellulose et à sa cristallinité[25].

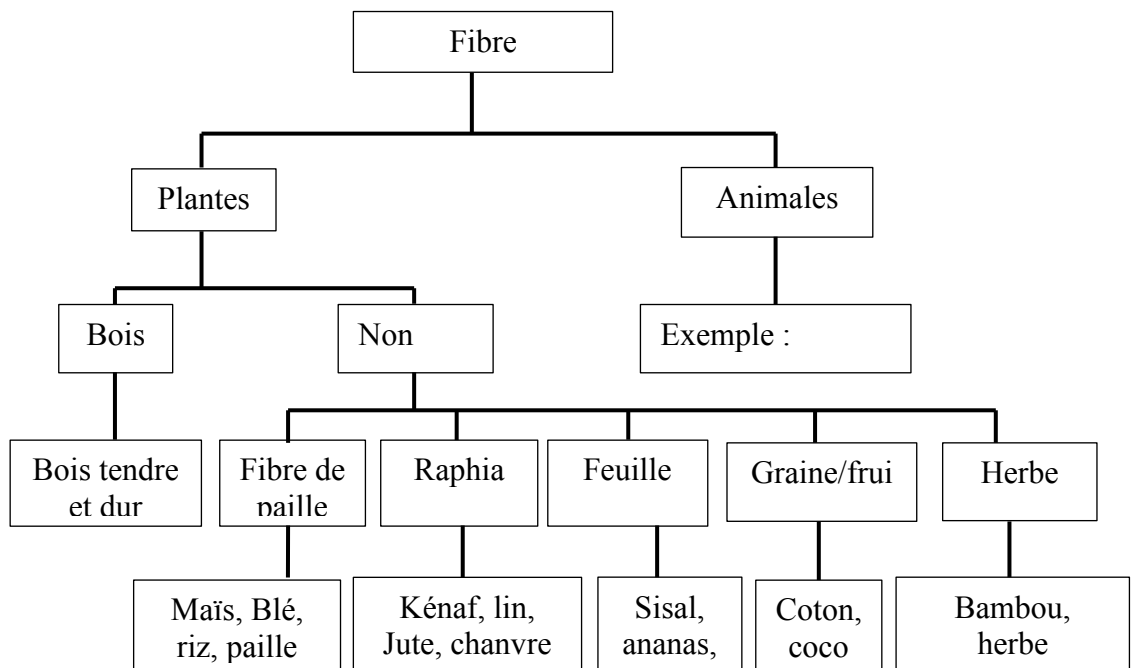


Figure 1.1. Différents types des fibres biosourcées

1.5 Les avantages et les inconvénients des fibres naturelles

L'intérêt croissant pour les bio-fibres est principalement dû à leur production économique avec peu d'exigences pour l'équipement et un faible poids spécifique, ce qui se traduit par une résistance et une rigidité spécifique plus élevées par rapport aux composites renforcés par fibre de verre. Ils présentent également des conditions de manipulation et de travail plus sûres par rapport aux renforts synthétiques. Les bio-fibres ne sont pas facilement façonnables comme les matériaux d'usage courant tel que les fibres de verre et de ces faits rentables pour le mélange et le moulage des équipements mécanique, ce qui d'habitude peut contribuer à des réductions de coûts importantes. Cependant l'aspect le plus intéressant des fibres naturelles est essentiellement leur impact positif sur l'environnement. Ils sont neutres en dioxyde de carbone, c'est-à-dire qu'ils ne répandent pas l'excès de dioxyde de carbone dans l'atmosphère pendant leur durée d'utilisation en période de service sous leur forme composite[26]. Un autre inconvénient à souligner pour les bio-renforts est que la température de traitement des composites est limitée à 200 °C et cela au fur à mesure que les fibres végétales subissent des dégradations à des températures plus élevées[27] ; cela limite le choix du matériau de la matrice en robage. Un autre inconvénient consiste en l'absorption élevée de l'humidité des fibres naturelles, conduisant à l'enflure et la présence de vides à l'interface, ce qui entraîne de mauvaises propriétés mécaniques et réduit la stabilité dimensionnelle des composites. Un autre facteur de restriction à l'exploitation positive des bio-fibres qui empêche une application durable du composite est la faible résistance microbienne et la susceptibilité à la pourriture. Ces propriétés indésirables posent de sérieux problèmes lors de l'expédition, du stockage et du traitement composite. La non-uniformité et la variation des dimensions et de leurs propriétés mécaniques (même entre les plantes individuelles dans la même culture) pose un autre problème grave[28].

Dans le contexte des énergies renouvelables préconisés par la déontologie dans le cadre de la communauté internationale qui favorise le respect de l'environnement, il est tout à fait clair que les avantages l'emportent sur les inconvénients et que la plupart des lacunes peuvent être comblées par des mesures correctives sous la forme de traitements chimiques. Les fibres lignocellulosiques ont un avantage sur les fibres synthétiques puisqu'elles se bouclent plutôt que de se briser pendant le traitement et la fabrication[28]. En outre, la cellulose possède une section transversale ovale aplatie qui améliore le transfert de contrainte en présentant un rapport d'aspect effectivement plus élevé[29].

1.6 Production mondiale de fibres naturelles

La production mondiale de fibres a atteint environ 110 millions de tonnes métriques en 2018 (Tableau 1.1), dont 32 millions de tonnes de fibres naturelles (Figure 1.2 et 1.3) et 79 millions tonnes de fibres chimiques, tant cellulosiques (fibres fabriquées à partir de la cellulose contenue dans la pâte de bois, de bambou et d'autres sources) et non cellulosiques (fibres fabriquées à partir le pétrole) (Figure 1.2). Le complexe de fibres artificielles représentait 70 % des de la production totale de fibres en 2018[30].

Le coton représentait 80% de la production de fibres naturelles en poids, tandis que le polyester, en particulier le filament de polyester, dominait l'univers des fibres chimiques. Le filament synthétique à lui seul représentait près de la moitié de la production totale de fibres en 2018[30].

La production de jute a totalisé environ trois millions de tonnes en 2018, tandis que la laine et la fibre de coco représentaient chacune environ un million de tonnes. Les fibres naturelles spécialisées (abaca, agave, lin, chanvre, kapok, ramie, soie et sisal et les fibres animales autres que la laine) ont ajouté 1,5 million de tonnes supplémentaires.

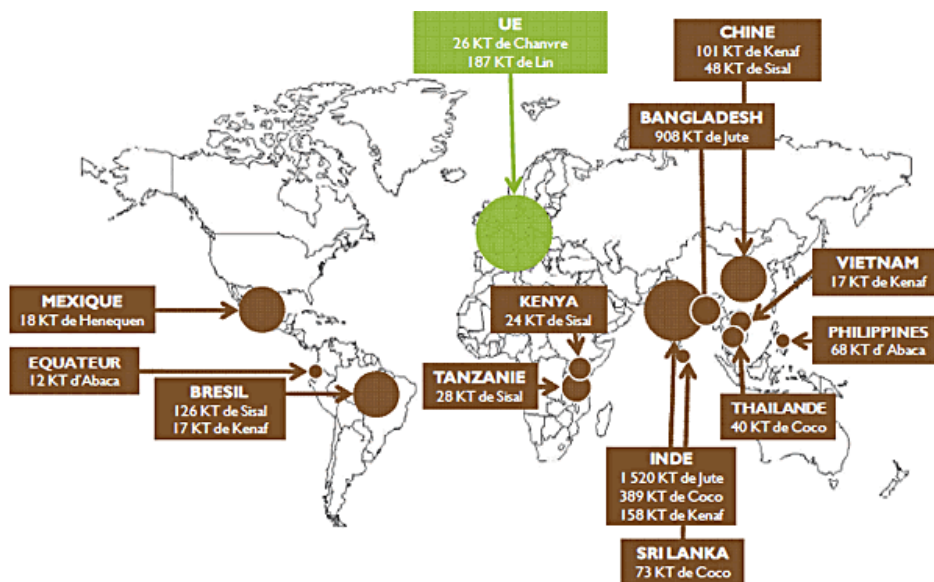


Figure 1.2. Répartition de la production mondiale de fibres végétales hors coton et bois 2001-2008

Il y a eu une croissance rapide des fibres cellulosiques (appelées rayonne ou viscose) au cours des deux dernières décennies, passant de deux millions de tonnes au début des années 2000 à sept millions de tonnes en 2018[30]. Une partie de la croissance de la

production de fibres cellulosiques discontinues a été compensée par une baisse dans la production de filaments cellulosiques.

Tableau 1.2. Production mondiale, valeur et exploitation des fibres naturelles (2018) [30].

Fibres Végétale	Production Estimée Metric tons	Households Millions	Emploi Millions	Valeur de production \$Billion
Abaca	83,000	0.1	0.5	\$0.1
Fibre libérienne, other	1,90,000	0.25	1	\$0.3
Coir	9,70,000	1.28	6	\$1.3
Coton peluche	2,61,20,000	45	170	\$45.0
Cultures à fibres non spécifiées ailleurs	2,80,000	0.37	2	\$0.4
Flax fibre and tow, exscutching mill	3,10,000	0.01	0.01	\$0.0
Fibre de chanvre et câble	70,000	0.00	0.002	\$0.0
Jute, kénaif et fibres connexes	25,00,000	6	33	\$6.0
Fibre de Kapok	96,000	0.13	0.6	\$0.1
Ramie	1,00,000	0.13	1	\$0.1
Sisal, henequen et fibres dures similaires	2,10,000	0.04	0.2	\$0.0

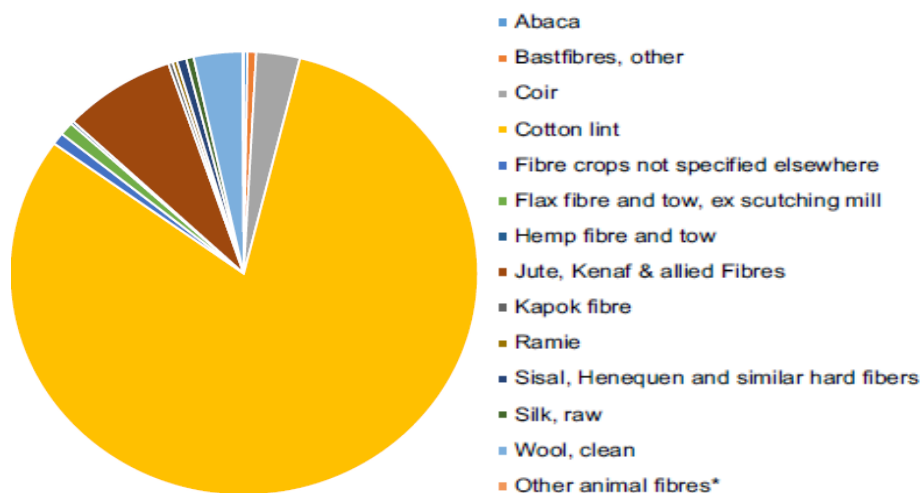


Figure 1.3. Production mondiale de fibres naturelles, 32 millions de tonnes en 2018[30].

1.7 Applications des fibres naturelles

Les recherches dans l'industrie automobile ont grandement contribué à l'expansion de l'application des biomatériaux dans l'industrie en général. La nouvelle approche de la conception appelée « éco-conception » est le domaine le plus approprié pour souligner les avantages des biomatériaux[31]. L'accent est mis sur le cycle fermé, à partir du

développement et de l'utilisation de matériaux naturels et moins nocifs pour l'environnement, qui permettent également plus de confort, de sécurité et d'aptitude au contrôle, jusqu'à leur recyclage en fin de cycle de vie du produit.

1.7.1 Sport et loisir

Actuellement, la mode « éco-responsable » ou « vêtements durables » se présente comme une préoccupation mondiale pour les producteurs et les consommateurs. Les fibres textiles naturelles d'origine animale ou végétale sont plus chères en raison de la lenteur du processus de fabrication que les fibres chimiques[32,33].

L'évolution du développement des fibres est passée par les phases des fibres conventionnelles, des fibres hautement fonctionnelles et des fibres à hautes performances. Le polyester est la fibre la plus couramment utilisée pour les vêtements de sport. D'autres fibres convenant à l'usage actif sont le polyamide, le polypropylène, les acryliques et les élasthanes[34].

Les fibres ont une structure ondulée et apportent de nombreuses caractéristiques aux tissus qui sont importantes pour la performance des vêtements fonctionnels et des vêtements de sport. Les vêtements les chaussures de sport (figure 1.4) présentent une multitude d'attributs, par exemple, ils fournissent un soutien fonctionnel, améliorent les performances, protègent l'athlète contre les tensions/blessures, promouvoir l'activité sportive, communiquent la mode et le style et plus important encore, ils offrent le confort du porteur. Le facteur le plus vital est que les fibres/filaments contribuent au confort du porteur en réduisant l'humidité et en favorisant l'équilibre thermique conduisant à un microclimat approprié près de la peau.

Dans cette section, trois facteurs importants qui sont essentiels pour la conception de vêtements de sport sont abordés, à savoir les modèles de transpiration corporelle, les modèles de chauffage thermique et les exigences d'étirement et de récupération d'un athlète.



Figure 1.4. Utilisations de fibre végétales dans la fabrication des outils de loisir[35].

1.7.2 Automobile

La biocompatibilité, qui représente le degré d'acceptabilité des implants artificiels produits à partir de biomatériaux pour les tissus humains et le corps dans son ensemble, n'est pas une exigence pertinente dans l'industrie automobile.

Les composants automobiles qui incorporent des matériaux bio-sourcés ont été utilisés par de nombreux constructeurs automobiles à travers le monde, notamment Audi, BMW, Daimler (Mercedes Benz), Fiat Chrysler (FCA), Ford, General Motors, Honda, Hyundai-Kia, Mazda, Nissan, Peugeot, Renault, Toyota, Volkswagen et Volvo[35]. Les matériaux utilisés dans ces véhicules proviennent souvent du site de fabrication. Les producteurs nord-américains de matériaux biosourcés fournissent déjà aux constructeurs automobiles des matériaux biosourcés à utiliser dans une variété de composants.

Les voitures sont composées de nombreuses pièces différentes faites de divers matériaux, c'est pourquoi des efforts considérables ont été consentis pour une plus grande participation des biomatériaux à leur production. L'objectif est de concevoir autant de pièces automobiles que possible avec un cycle de vie à peu près égal, tout en respectant les caractéristiques techniques, économiques et fonctionnelles du produit, ainsi que son impact sur l'environnement. Cependant, cela n'est souvent pas faisable, car il n'est pas facile de choisir un matériau qui satisfait à plusieurs critères, tels que les exigences techniques, les exigences de l'environnement et le recyclage, en même temps.

Les figures 1.5 et 1.6 montrent un aperçu de certaines pièces automobiles pouvant être fabriquées à partir de biomatériaux, montrant leur diversité de taille, de fonction et de lieu d'enrobage.



Figure 1.5. Certains biomatériaux dans une voiture Mercedes.

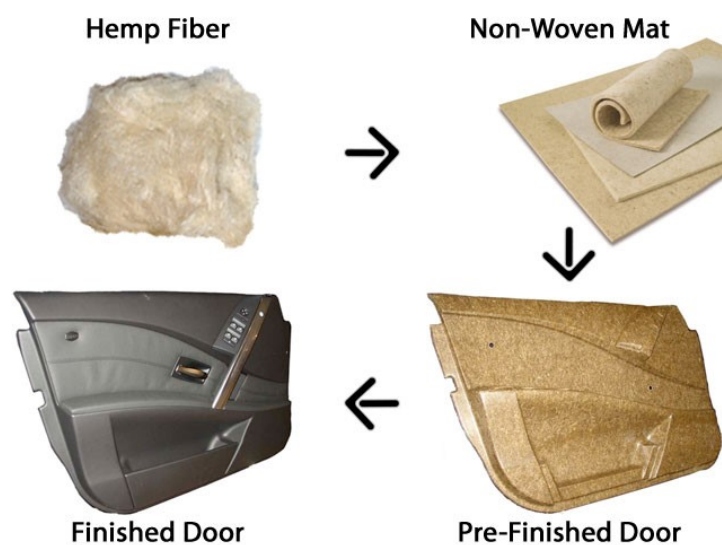


Figure 1.6. Etapes de fabrication de garniture de port voiture par fibre de chanvre.

La voiture, en tant que produit avec un grand nombre de composants (plus de 20 000), représente une pièce entière dont la fabrication peut impliquer différents types de biomatériaux [36]. Par conséquent, il n'est pas surprenant que divers nouveaux biomatériaux, à la fois dans les premiers temps et plus récemment, aient trouvé leur place dans l'industrie automobile. Ceci est confirmé par le fait que les biomatériaux satisfont de plus en plus aux exigences rigoureuses d'aujourd'hui en matière de résistance supérieure et de réduction de poids et de coût. Leur flexibilité ne fait qu'augmenter avec le nombre de types différents, tels

que les biomatériaux finis comme les métaux, les plastiques, le caoutchouc, la céramique et les biomatériaux composites, ainsi que leurs matières premières, y compris le bois, les céréales, le chanvre, le coton, etc. Ce chapitre contient un aperçu de la participation des types de biomatériaux les plus dominants en tant que matières premières dans la production de pièces automobiles.

L'industrie automobile est également un grand utilisateur de composites renforcés de fibres naturelles, y compris le bois. En 2012, le secteur automobile représentait près de 43% de tous les composites bois-plastique et renforcés de fibres naturelles produits en Europe[37]. Ces composites représentaient en moyenne plus de 50% de fibres naturelles en poids. En 2011, le véhicule moyen contenait 3,8 kg de fibres naturelles et de fibres de bois, un nombre qui est passé à environ 4,9 kg en 2012[35]. La figure 1.7 présente les matières premières biosourcées pour les composites utilisés par l'industrie automobile en Europe.

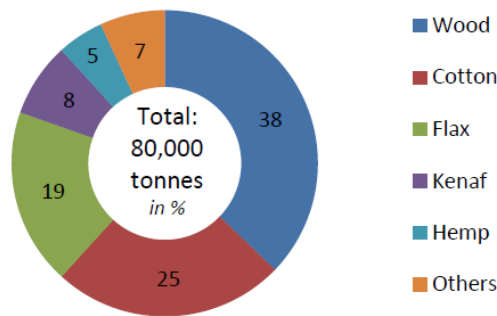


Figure 1.7. Wood and Natural Fiber used for Automotive Composites in Europe, 2012[35].

1.7.3 Matériaux composites

Les fibres naturelles telles que le jute, le chanvre, le lin, la banane, la paille de blé, et autre avec les bio-matrices sont des sources importantes pour fabriquer des composites biodégradables (Figure I.8) ayant une importance commerciale en tant que matériaux d'emballage alimentaire[38]. La combinaison de matériaux fibreux d'origine végétale et de biopolymères/polymères dérivés de la biomasse donne des bio-composites écologiques et biodégradables avec une flexibilité et une résistance mécanique suffisantes comparables aux polymères à base de pétrole. On obtient une résistance mécanique, une isolation thermique et des propriétés physico-chimiques améliorées qui sont essentielles aux caractéristiques de barrière et de perméabilité des matériaux d'emballage d'origine biologique.

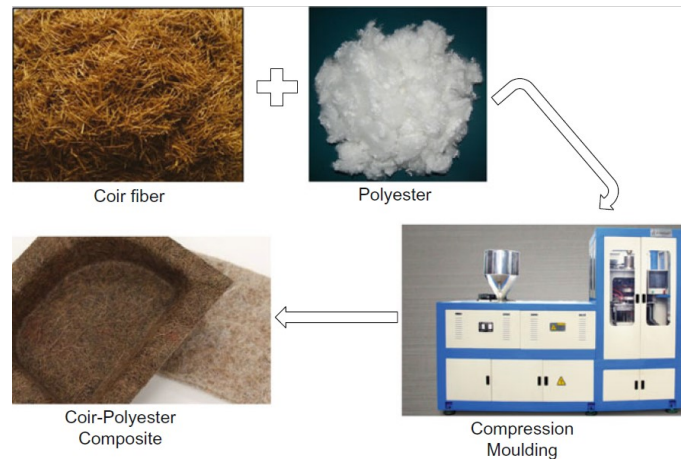


Figure 1.8. Moulage par compression de composite polyester+ fibre de coco.

1.7.4 Industries textiles

Historiquement, les poils d'animaux et de plantes étaient utilisés pour fabriquer des fibres. Par exemple, en Chine la soie a été introduite vers 2600 avant JC, et les premières fibres synthétiques ont été développées au milieu du XVIII^e siècle. Les fibres synthétiques à base de cellulose ou de produits pétrochimiques sont de plus en plus utilisées seules ou en mélange avec d'autres fibres synthétiques ou naturelles, mais elles n'ont pas complètement remplacé les fibres naturelles telles que la laine, le coton, le lin et la soie[39].

La production croissante de textiles et de vêtements découle de l'augmentation de la population et se reflète dans tous les secteurs, à commencer par les matières premières. Dans l'industrie textile, on sait que les fibres naturelles ne sont pas suffisantes pour répondre à la demande actuelle et future. De nombreuses fibres et filaments chimiques sont utilisés pour augmenter les options parmi les matériaux et pour tenter de maximiser les propriétés chimiques et physiques des produits proposés par les entreprises textiles. Les fibres et les membranes développées par des procédés biotechnologiques sont également présentées comme des alternatives durables pour la production de vêtements et de nombreux designers envisagent la biotechnologie comme un outil créatif[40].

La découverte de divers matériaux et procédés de fabrication a permis le développement de nouveaux tissus et par conséquent, une révolution textile. La biotechnologie portable produite par des chercheurs dans les domaines du design, de la mode, de la biologie et de l'ingénierie présente sur le marché du textile de nouvelles possibilités de tissus et de surfaces, à la recherche de solutions écologiquement correctes et durables[41].

Le choix des solutions textiles est justifié dans la mesure où il concerne la durabilité, avec ses paramètres sociaux, environnementaux, culturels et économiques, et est partagé dans divers forums. Des études récentes identifient la non-durabilité de l'industrie textile en raison de la forte consommation de ressources naturelles et d'intrants pour répondre à la forte demande de vêtements manufacturés[41]. L'industrie de la mode, responsable d'une bonne partie des émissions de gaz à effet de serre, et la culture de consommation qui y est associée, a besoin de repenser sa chaîne de production, à commencer par les matières premières utilisées dans la fabrication de ses produits[42].

La photo graphie (Figure 1.9) présent une veste-chemise en tissu croisé épais, réalisé à partir de 40% de Chanvre, de 30% Coton et de 30% Lyocell, obtenu a partir AgraloopMC est un procédé qui transforme les déchets de cultures vivrières en un nouveau type de bio-fibre innovante. le mannequin qui porte cette chemise prend une mesure de 187cm/6'2" et porte une taille M.



Figure 1.9. Textiles bio[43].

1.7.5 Matérielles médicales

En 1998, le marché orthopédique des biomatériaux était estimé à environ 8 milliards d'euros avec un taux de croissance de 5 à 7% et les implants de hanche à 30%. Le marché du soin des plaies représentait plus de 10 milliards d'euros par an, dont les traitements aigus représentaient près de 40%, et le marché des applications cardiovasculaires quelque 3

milliards d'euros. Enfin, le marché de la réparation tissulaire, hors applications orthopédiques et cardiovasculaires, était estimé à environ 4 milliards d'euros[44].

1.8 Classification de fibres végétales

Il existe six types de base de fibres naturelles. Ils sont classés comme suivant: fibres libériennes (jute, lin, chanvre, ramie et kénaf), fibres de feuilles (abaca, sisal *Cynara cardunculus*, *Typha* et ananas), fibres de graines (coco, coton et kapok), fibres de noyau (kénaf, chanvre et jute), fibres d'herbe et de roseau (blé, maïs et riz) et tous les autres types (bois et racines).

Les fibres végétales sont également appelées fibres cellulosiques car la cellulose est le composant principal des bio-fibres. Des informations supplémentaires sur les fibres végétales peuvent être obtenues dans les chapitres 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, publiés dans le vol. 1 du Manuel des fibres naturelles. L'identification des fibres végétales comprend l'analyse de la taille et de l'épaisseur relative de la paroi cellulaire ; forme et épaisseur de la lumen ; la présence, le type et la distribution des dislocations et le sens de torsion de la cellulose dans la paroi cellulaire[45].

1.8.1 Fibres de graines

Le coton est la fibre de graine la plus courante et représente environ la moitié de toutes les fibres textiles transformées chaque année. La particularité de la fibre de coton est la présence de lumens et de circonvolutions, ce qui facilite l'identification. Les convolutions sont des torsions dans la fibre avec de nombreuses inversions le long de la longueur de la fibre, qui sont clairement visibles dans la lumen polarisée du microscope. Le coton peut être distingué des autres fibres au microscope entre des polaires croisées[46]. Elle reste sensiblement brillante dans toutes les orientations, sauf que dans les positions orthogonales des bandes sombres traversent la fibre à des intervalles fréquents indiquant les points d'inversion de la structure en spirale sous-jacente.

D'autres poils de graine tels que l'akund, le kapok et le coco se distinguent facilement du coton par une paroi cellulaire mince et l'absence de circonvolutions. Akund est fin, doux et brillant mais très faible comme le kapok. L'apparence de l'akund au microscope est similaire à celle du kapok, mais la base ne montre pas les épaissements en forme de filet observés dans le kapok[47]. Les fibres de Kapok sont lisses, creuses, cylindriques, à parois minces, cassantes et fréquemment pliées dessus. Les fibres de coco sont très rigides, denses et ont une section transversale distincte, ce qui facilite l'identification par microscopie. La

fibre de coco apparaît brun foncé ou opaque avec de très gros ultimes grossiers au microscope.

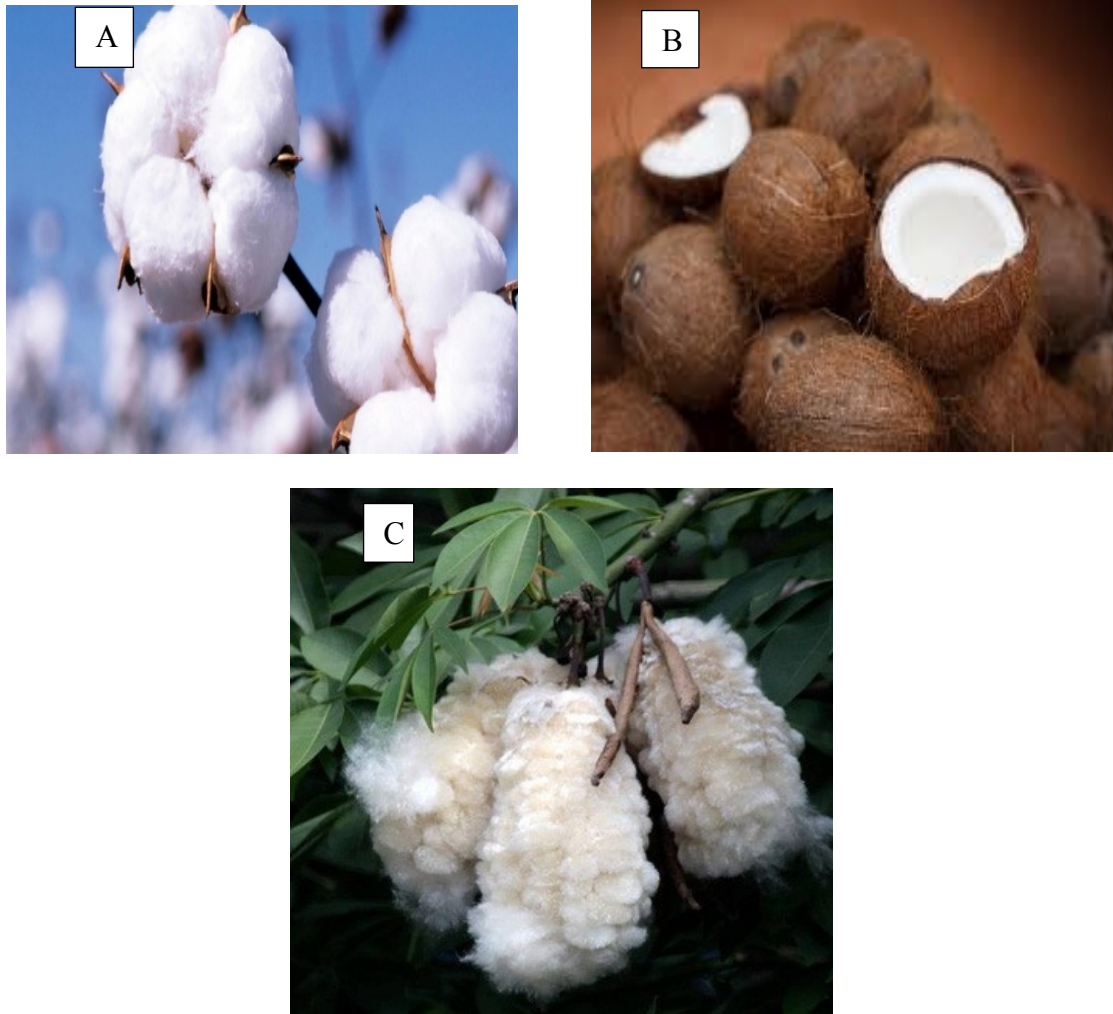


Figure 1.10. Coton (A), Coco (B) et Kapok (C).

1.8.2 Fibres liber

La couleur des fibres libériennes dépend des conditions de rouissage, par exemple, la couleur de la fibre rouie à l'eau va du blanc au jaune et la couleur de la fibre rouillée à la rosée va du gris à l'argent foncé. Le lin a une torsion dans le sens des aiguilles d'une montre, une section transversale polygonale d'ultimes avec des parois épaisses et de petits lumens. La particularité de la fibre de lin, qui est commune avec d'autres fibres libériennes, est la présence de dislocations sombres, souvent sous la forme d'un «X» sous microscope qui sont à peu près perpendiculaires à l'axe longitudinal de la fibre. D'autre part, le jute a une torsion dans le sens antihoraire, au microscope, il semble groupé et peut avoir une teinte jaunâtre. Il a une section transversale polygonale des ultimes, qui sont angulaires avec un lumen de taille moyenne.

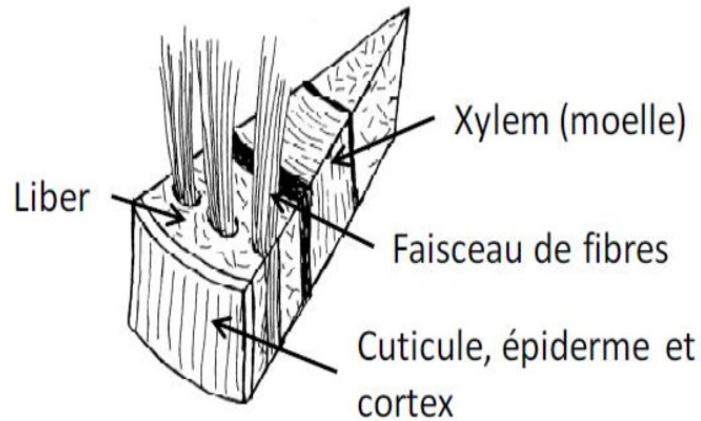


Figure 1.11. Emplacement localisée de la fibre liber.

1.8.3 Fibres de feuilles

La fibre de feuille (également connue sous le nom de fibre dure) est normalement obtenue en grattant le matériau non fibreux, et la fibre produite peut être de forme et en volume plus grossière que les autres fibres. Lorsqu'elles sont obtenues à partir de sources telles que le sisal (agave) et l'abaca, certaines des longueurs de fibres les plus longues peuvent être obtenues (1 à 4 m). La fibre des feuilles peut avoir des teneurs en cellulose allant jusqu'à 70%, bien qu'elles aient également une faible teneur en lignine par rapport au bois. En raison de leur longueur, les propriétés des fibres peuvent changer au cours de la fibre[48]. Cependant, les feuilles d'ananas et de bananier donnent des fibres de longueur beaucoup plus courte qui sont également riches en cellulose et à faible teneur en lignine[49].



Figure 1.12. Feuille d'Artichaut locale d'épluchée par arrachement [modèle présent de notre travail].

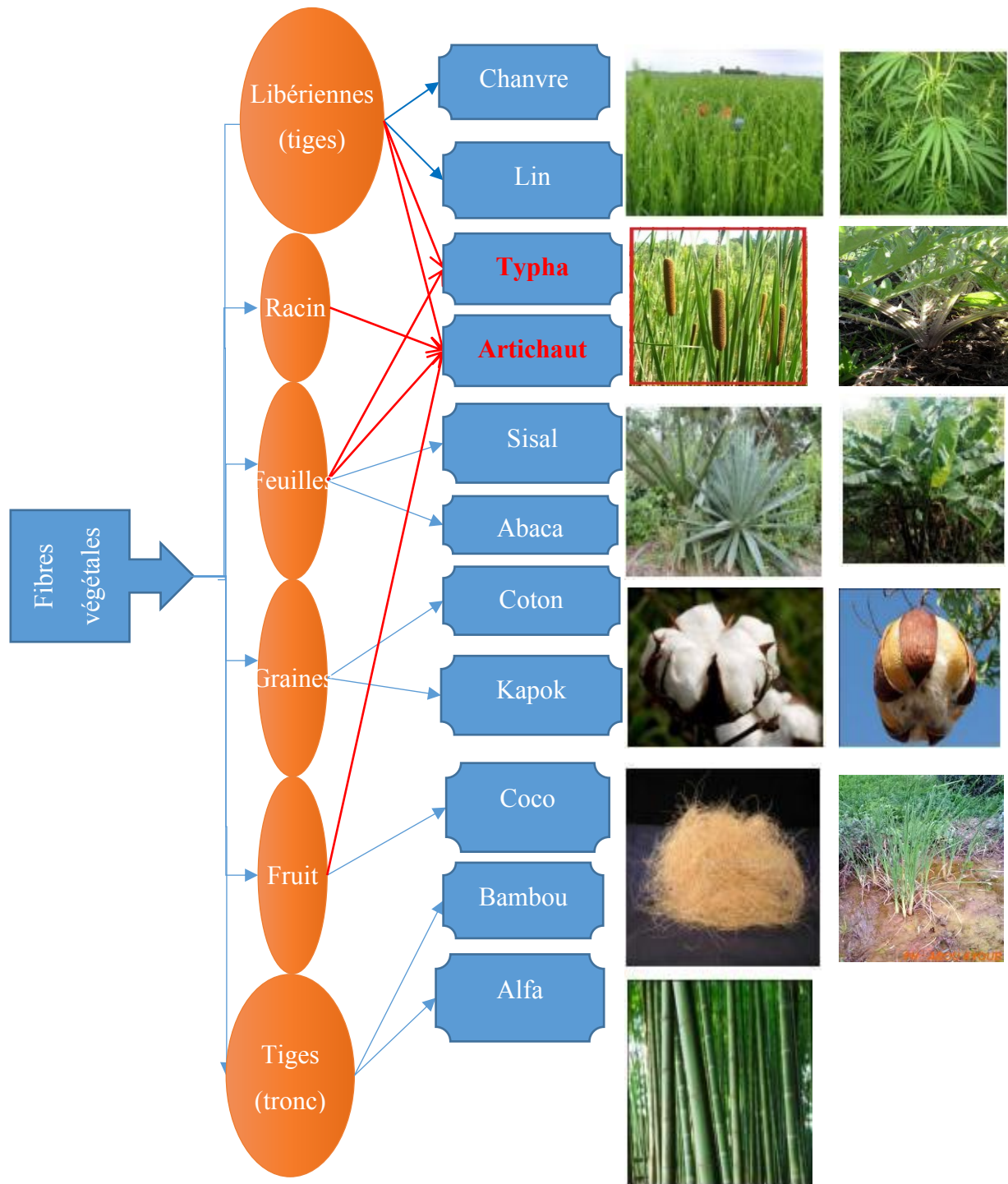


Figure 1.13. Classification des fibres végétales [modèle présent de notre travail : typha et artichaut].

Tableau 1.3. Liste de classement des bio-fibres d'après leurs sources d'origine et leurs importances économique

Fibre source	Species	Origine
Abaca	<i>Musa textilis</i>	Leaf
Bamboo	(>1250 species)	Grass
Banana	<i>Musa indica</i>	Leaf
Broom root	<i>Muhlenbergia macroura</i>	Root
Cantala	<i>Agave cantala</i>	Leaf
Caroa	<i>Neoglaziovia variegata</i>	Leaf
China jute	<i>Abutilon theophrasti</i>	Stem
Coir	<i>Cocos nucifera</i>	Fruit
Cotton	<i>Gossypium sp.</i>	Seed
Curaua	<i>Ananas erectifolius</i>	Leaf
Date palm	<i>Phoenix Dactylifera</i>	Leaf
Flax	<i>Linum usitatissimum</i>	Stem
Hemp	<i>Cannabis sativa</i>	Stem
Henequen	<i>Agave fourcroydes</i>	Leaf
Isora	<i>Helicteres isora</i>	Stem
Istle	<i>Samuela carnerosana</i>	Leaf
Jute	<i>Corchorus capsularis</i>	Stem
Kapok	<i>Ceiba pentranda</i>	Fruit
Kenaf	<i>Hibiscus cannabinus</i>	Stem
Kudzu	<i>Pueraria thunbergiana</i>	Stem
Mauritius hemp	<i>Furcraea gigantea</i>	Leaf
Oil palm	<i>Elaeis guineensis</i>	Fruit
Piassava	<i>Attalea funifera</i>	Leaf
Pineapple	<i>Ananus comosus</i>	Leaf
Phormium	<i>Phormium tenas</i>	Leaf
Roselle	<i>Hibiscus sabdariffa</i>	Stem
Ramie	<i>Boehmeria nivea</i>	Stem
Sisal	<i>Agave sisilana</i>	Leaf
Sponge gourd	<i>Luffa cylindrica</i>	Fruit
Cadillo/urena	<i>Urena lobata</i>	Stem
Wood	(>10,000 species)	Stem

1.9 Structure des fibres végétales

Les fibres naturelles contiennent principalement de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine ; il existe aussi, en faible proportion, des constituants extractibles comme les protéines ou encore des composés inorganiques. La proportion d'holocellulose (comprenant la cellulose et l'hémicellulose) et de lignine varie selon les fibres naturelles et l'âge de ces fibres. La composition dépend de la condition de croissance, de l'âge du végétal, des conditions climatiques et bien sûr de la nature des fibres[49,50]. La composition de certaines fibres naturelles est présentée dans le tableau 1.3

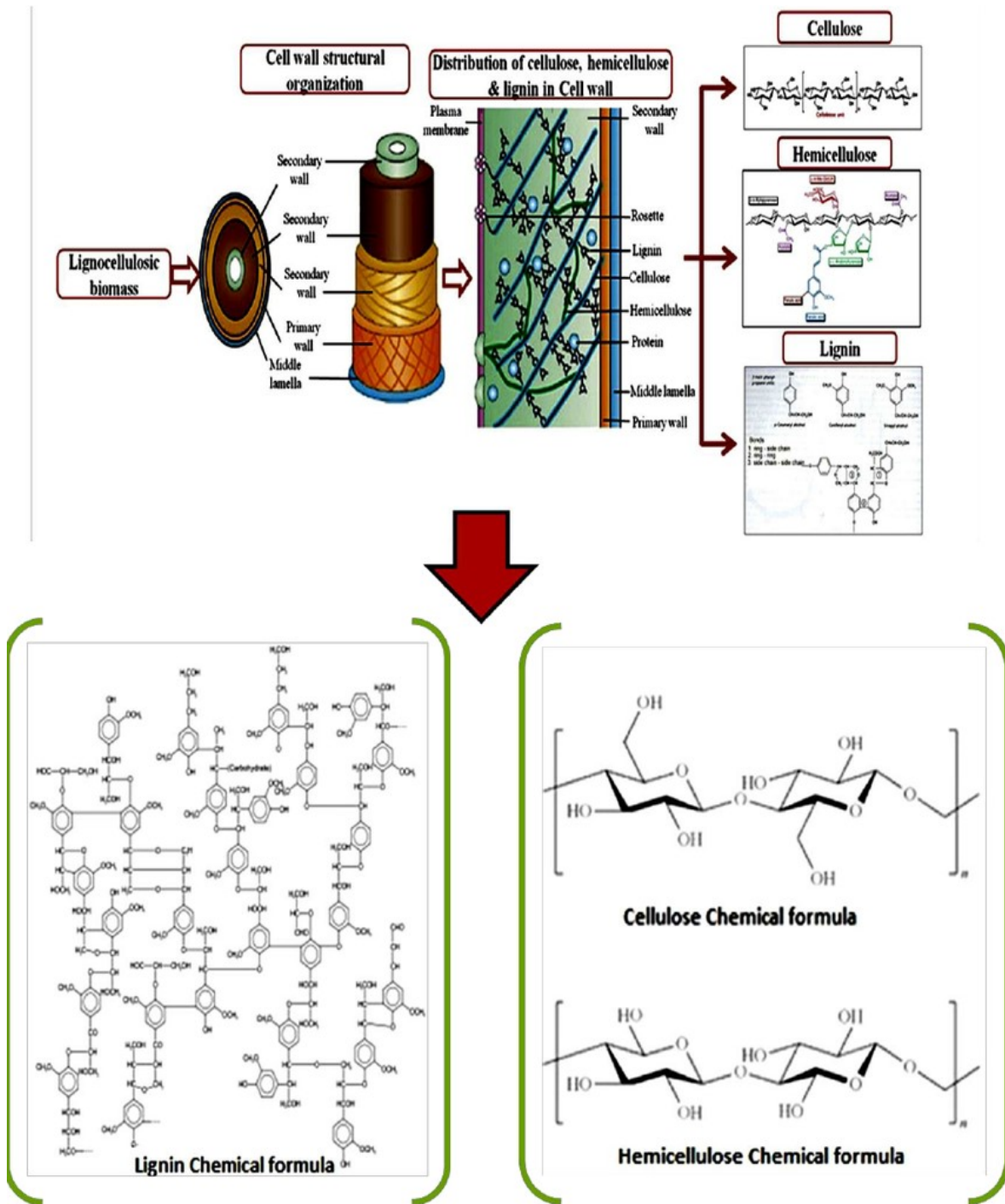


Figure 1.14. Schématique des différents niveaux d'observation d'une fibre végétale constaté par observation au microscope avec la structure chimique des éléments respectifs : cellulose- hémicellulose-lignine [51].

Tableau 1.4. Composition en pourcentage des éléments constitutifs essentiels des fibres naturelles.

Fibres	Cellulose(%)	Lignine (%)	Hemicellulose(%)	Références
Fibres de tige :				
Bambou	49–50	23	18–20	[52,53]
Kenaf	31–57	15–19	21.5–23	[54]
Jute	45-53	21-26	18-21	[55]
Fibres libériennes :				
Lin	64.8–66.3	2.2–3.9	15.7–18.8	[56,57]
Kenaf	58.4-60.3	13.0-15.5	20.3-21.0	[58,59]
Jute	58-63	12-14	21-24	[60,61]
Chanvre	64-80	3-12	4-6	[62,63]
Ramie	61-75	1-9	5-16	[64,65]
Roselle	58.6-64.5	6.2-12.0	16.2-20.8	[66,67]
Fibres de feuillage :				
Abaca	56-63	7-9	15-17	[53]
Sisal	47-78	7-11	10-24	[53]
Henequen	77,6	13,1	4-8	[53]

Chaque fibre se présente sous la forme d'un composite multicouches dans lequel la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant l'élément structurant très rigide de la cellulose.

1.9.1 La cellulose

Les principaux composants des fibres naturelles sont la cellulose, l'hémicellulose, la lignine, les pectines et les cires. La cellulose est un polymère naturel constitué de motifs répétitifs de D-anhydroglucose ($C_6H_{10}O_5$) reliés par des liaisons de type β -(1,4)-D-glycosidique en position C1 et C4 [68]. La cellulose solide forme une structure microcristalline avec des régions d'ordre supérieur, c'est-à-dire des régions cristallines, et des régions d'ordre inférieur, c'est-à-dire des régions amorphes. La cellulose est également formée de minces tiges comme les microfibrilles cristallines. La nature cristalline (sphénodique monoclinique) de la cellulose naturelle est connue sous le nom de cellulose I [69]. La cellulose est résistante aux alcalis forts (17,5 % en poids) mais est facilement hydrolysée par l'acide en sucres solubles dans l'eau. La cellulose est relativement résistante aux agents oxydants [70].

Le degré de polymérisation (DP) est d'environ 10 000, il varie selon l'espèce végétale. Chaque unité de répétition comporte trois groupes hydroxyles. Ces groupes

hydroxyles et leur capacité à réaliser des liaisons hydrogène jouent un rôle majeur pour la cristallinité[49,71-74].

Les chaînes de cellulose (figure 1.15) sont rassemblées en structures basiques appelées microfibrilles qui ont des diamètres de 2 à 20 nm. Chaque microfibrille peut être considérée comme des chaînes de cristaux de cellulose liés par des domaines amorphes[75,49].

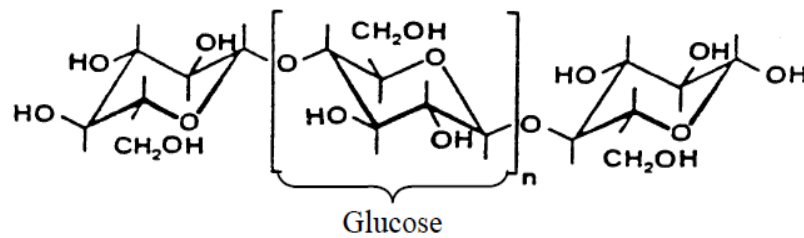


Figure 1.15. Structure chimique moléculaire de la cellulose.

Contrairement aux autres composants des fibres qui possèdent une structure amorphe, la cellulose possède en effet une structure en grande partie cristalline. La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant le module d'élasticité le plus élevé, soit environ 136 GPa comparativement aux 75 GPa de la fibre de verre[71,76,49].

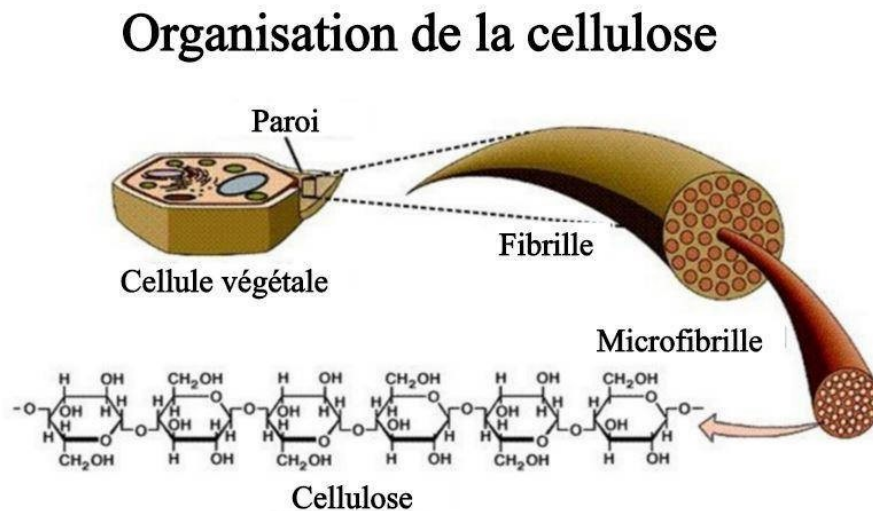


Figure 1.16. Organisation à l'échelle microscopique de la cellulose dans une fibre végétale.

1.9.2 L'hémicellulose

La cellulose et la lignine des parois cellulaires végétales sont étroitement interpénétrées par un mélange de polysaccharides appelé hémicellulose[77]. Il est soluble dans un alcali dilué et facilement hydrolysé en pentose et hexose avec certains acides uroniques (voir figure 1.14).

L'hémicellulose isolées sont des substances amorphes, et est un groupe de polysaccharides de la paroi cellulaire, et n'est pas une forme de cellulose. Elle comprend un groupe de polysaccharides composés d'une combinaison de cycles à 5 et 6 carbones. L'hémicellulose forme la matrice de support des microfibrilles de cellulose. L'hémicellulose diffère de la cellulose par trois aspects. Tout d'abord, elle est composée de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques alors que la cellulose ne contient que des unités de type 1.4-*D*-glucopyranose. Deuxièmement, elle présente un degré considérable de branchements contenant des groupes latéraux à l'origine de sa nature non-cristalline. Enfin, à l'état naturel, elle a un degré de polymérisation compris entre 50 et 300, tandis que celui de la cellulose native est 10-100 fois plus élevée. L'hémicellulose est très hydrophile, soluble en milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides[49, 72,73].

L'hémicellulose possède de plus, une structure chimique très différente selon l'origine végétale, le type cellulaire, la localisation dans la paroi ou bien encore l'âge des tissus. Parmi les hémicelluloses les plus fréquentes de la paroi des cellules du bois se trouvent les familles des xylanes, des mannanes et des galactanes. La classe d'hémicellulose la mieux étudiée correspond aux xyloglucanes. Ils sont constitués d'une chaîne de glucose et de courtes chaînes latérales de xylose, galactose et fucose[78, 49].

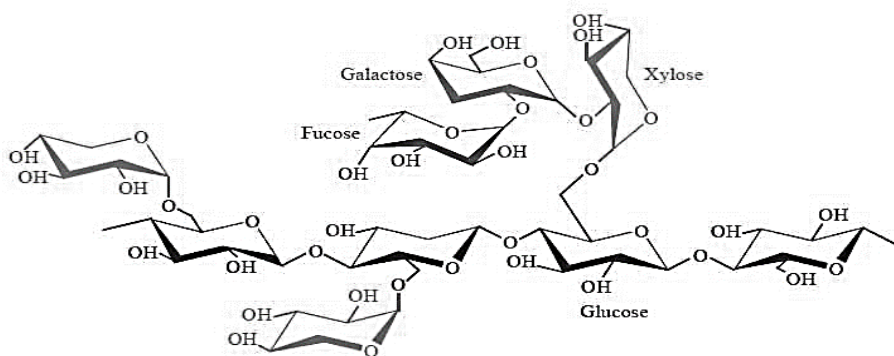


Figure 1.17. Structure d'un type de Xyloglucane.

1.9.3 La lignine

La lignine est une macromolécule extrêmement hétérogène composée de polymères aromatiques. Elle représente, après les polysaccharides, le polymère naturel le plus abondant sur terre. Elle participe à la rigidité structurale des parois cellulaires et protège les plantes contre l'attaque des organismes pathogènes. La lignine est une molécule à trois dimensions composées d'unités de phényle propane). Les unités primaires (monolignols) constituant la lignine sont l'alcool coniférylique, l'alcool sinapylique et l'alcool p-coumarylique. Au cours du processus de lignification, des phénoloxydases végétales telles que les laccases interviennent et permettent la polymérisation des différentes unités élémentaires. Une fois synthétisée, la lignine s'associe avec les différents polysaccharides pour former une matrice constitutive de la paroi végétale[74,49].

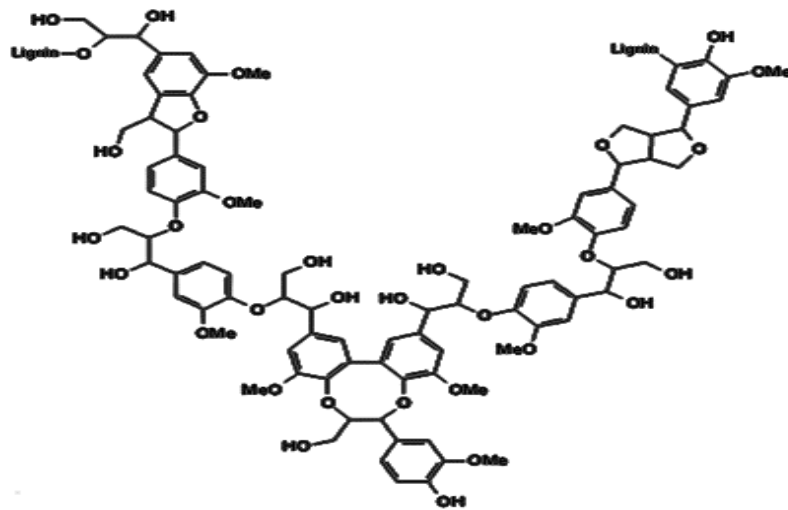


Figure 1.18. Représentation chimique structurale de la lignine[73,49].

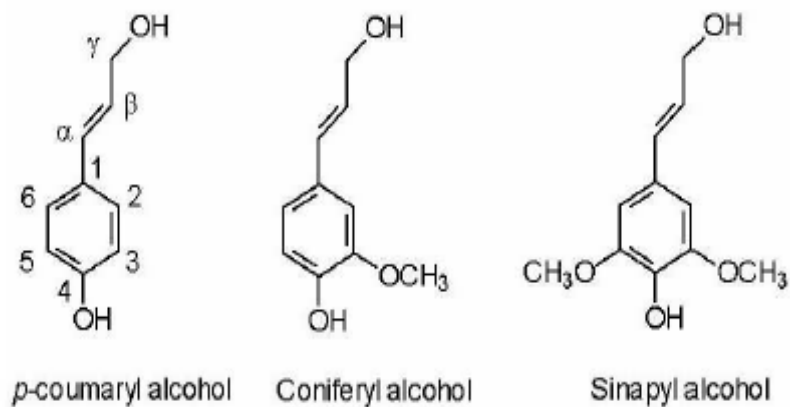


Figure 1.19. Structure des précurseurs de la lignine[74,49].

1.10 Comportement physico-mécanique de biofibres et bio-renfort

Les ressources naturelles renouvelables fibre /matrice offrent le potentiel d'agir comme des matériaux composites biodégradables (Figure 1.20). Les propriétés des fibres naturelles, en particulier le faible coût, la légèreté, la biodégradabilité, les propriétés non corrosives, la résistance spécifique élevée et le module de Young. Ces caractéristiques permettent de fabriquer de divers produits. Les composites fibre-polymère naturels sont utilisés dans divers secteurs (l'automobile, l'aérospatiale, la défense, le transport et d'autres secteurs des applications) textiles industrielles. La nature offre plusieurs types des fibres extraient ou classifiées à la source de la plante elle-même.

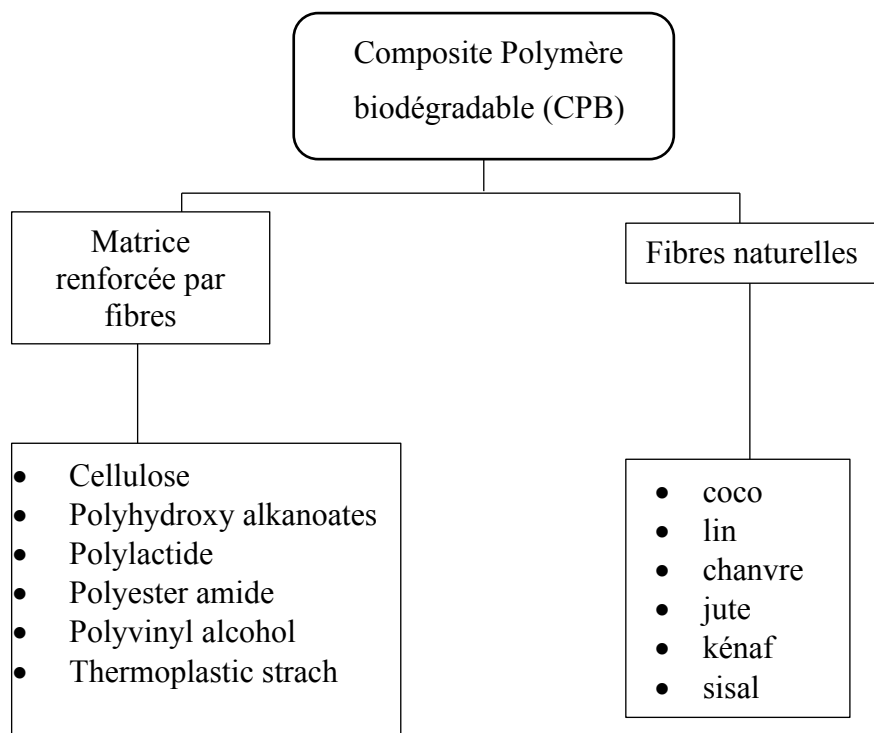


Figure 1.20. Classification des composites polymères biodégradables.

1.10.1 Sisal

Les composites sisal/PP ont été étudiés en ce qui concerne les effets environnementaux sur le comportement de dégradation[79], l'influence des agents de couplage sur les propriétés d'usure abrasive [80] et l'effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques[81].

L'ajout de retardateurs de flamme dans les composites sisal/PP a réduit la vitesse de combustion et augmenté la stabilité thermique des composites. Aucun effet synergique n'a été observé lorsque l'hydroxyde de magnésium et le borate de zinc ont été incorporés dans

les composites sisal/PP. De plus, les composites sisal/PP présentaient des différences insignifiantes de viscosité de cisaillement à des taux de cisaillement élevés, indiquant que les types de retardateurs de flamme utilisés dans cette étude n'avaient aucun impact sur la transformabilité des composites et leurs propriétés. Les composites sisal / PP auxquels des ignifugeants ont été ajoutés, ont présenté des propriétés de traction et de flexion comparables à celles des composites sisal / PP, auxquels des ignifugeants n'avaient pas été ajoutés[81].

De nombreuses autres études ont été menées sur les composites de polyester renforcés par les fibres de sisal concernant leurs propriétés d'absorption d'humidité[83] et le traitement des fibres avec de l'admicellaire[84]. Les composites de résine phénolique renforcés de fibres de sisal ont été étudiés en ce qui concerne la modification chimique de ceux-ci avec des lignines[85], la modification utilisant du caoutchouc polybutadiène à terminaison hydroxy[86], l'effet des cycles de durcissement[87], l'utilisation du glyoxal de ressources naturelles[88], et l'effet du traitement alcalin [89]. Des études ont également été menées en utilisant du ciment comme matrice pour les composites renforcés par les fibres de sisal en se concentrant sur leurs micro-mécanismes de fissuration [90] et les effets de la carbonatation accélérée sur les toitures en ciment[91].

1.10.2 Lin

Les propriétés mécaniques en traction des fibres de lin sont estimées en fonction de leur diamètre et de leur emplacement dans les tiges[92]. La grande diffusion de ces propriétés est attribuée à la variation de la taille des fibres le long de son axe longitudinal. Les valeurs plus élevées des propriétés mécaniques, des fibres issues du milieu des tiges, sont associées à la composition chimique de leurs parois cellulaires. Les propriétés mécaniques des composites unidirectionnelles fibres de lin / matrice époxy sont étudiées en fonction de leur teneur en fibres. Les propriétés des composites sont inférieures à celles attendues des caractéristiques d'une seule fibre. Diverses recherches sur les composites fibres de lin / polypropylène ont été réalisées. Ces études se concentrent sur de nombreuses variables, dont: la comparaison entre NMT (natural fiber thermoplastic mat) et GMT (glass fiber thermoplastic mat)[93] , l'influence de la modification fibre / matrice et l'hybridation de la fibre de verre[94], influence du traitement de surface sur l'interface par le triacétate de glycérol, l'amidon thermoplastique, le méthacryl oxypropyl triméthoxy-silane et le fil de lin bouilli[95], les effets du matériau et des paramètres de traitement[96], et l'influence des méthodes de traitement[97]. Buttler[98] a présenté la faisabilité de l'utilisation de composites de fibres de lin dans l'industrie des carrosseries et des bus.

L'effet de la modification biotechnique des fibres[99], le comportement à la rupture et la ténacité [100], l'influence du traitement des fibres alcalines sur les composites unidirectionnels [101], l'effet des paramètres de traitement sur les étapes de décortication consécutives des fibres de lin (rouissage, grillage et hachage) sur les composites époxy renforcés de fibres de lin ont également été évalués[102].

Les composites de fibres de lin renforcés de résine polyester ont été évalués pour la dégradation thermique et la résistance au feu[103], et l'effet des traitements chimiques sur l'absorption d'eau et les propriétés mécaniques[104]. Trois résines d'huile de soja (huile de soja méthacrylée, huile de soja modifiée à l'anhydride méthacrylique et huile de soja modifiée à l'anhydride acétique) ont également été utilisées comme matrices pour les biocomposites renforcés de fibres de lin[105].

1.10.3 Chanvre

Des composites de PP avec des fibres de chanvre, qui ont été fonctionnalisés au moyen de réactions de greffage en fusion avec du méthacrylate de glycidyle (GMA) et préparés par mélange par lots, ont été examinés[106]. La modification des fibres et de la matrice PP, ainsi que l'ajout de divers additifs ont été réalisés pour améliorer les interactions fibre-matrice. Comparé au système non modifié, un composite modifié a montré une meilleure dispersion des fibres dans la matrice PP et une adhérence interfaciale plus élevée en raison de la liaison chimique entre la fibre et le polymère (PP/chanvre).

Le renfort de fibres de chanvre de PP présentait des qualités intéressantes pour le recyclage[107]. Les résultats obtenus prouvent que les propriétés mécaniques des composites fibre de chanvre / PP restent bien préservées, malgré le nombre de cycles de retraitement. La diminution de la longueur des fibres avec le retraitement pourrait être une autre raison de la diminution de la viscosité.

Les composites résines époxy à renfort fibre de chanvre, ont été étudiées en ce qui concerne l'effet de l'architecture des fibres sur les propriétés mécaniques en considérant l'impact en chute[108], la micromécanique des composites[109], l'influence des mélanges hybrides à base d'huile de soja et de nanoargile[110], et l'utilité du chanvre non durci comme source de fibres pour les biocomposites[111]. Kunanopparat et al. [112,113] ont étudiés la faisabilité du gluten de blé comme matrice pour les composites à renfort de fibres de chanvre en ce qui concerne leur traitement thermique et leur effet de plastification sur les propriétés mécaniques.

1.10.4 Abaca

Bledzki et al[114,115]. ont examiné les propriétés mécaniques des composites PP renforcés par fibres d'abaca en ce qui concerne différentes longueurs de fibres (5, 25 et 40 mm) et différents procédés de mélange (mélangeur-injection, moulage par compression et moulage par compression directe). On a observé qu'avec l'augmentation de la longueur des fibres (5 à 40 mm), les propriétés de traction et de flexion présentaient une tendance à l'augmentation qui reste cependant non significative. Parmi les trois procédés de mélange différents comparés, le procédé de moulage par injection-mélangeur a montré une meilleure performance mécanique (la résistance à la traction est d'environ 90% supérieure) par rapport aux autres types de procédés.

Une analyse mécanique dynamique des paramètres de polarité des composites de polyester renforcé de fibres de banane a été réalisée par Thomas et al [116] avec une référence particulière aux effets du chargement des fibres et de la température. Le module de stockage s'est avéré être le plus élevé pour les composites avec une charge de fibre de 40%, indiquant que l'incorporation de fibre d'abaca dans la matrice de polyester induit des effets de renforcement à des températures plus élevées. Des valeurs de module dynamique accrues et de faibles valeurs d'amortissement ont vérifié des interactions améliorées entre la fibre et la matrice.

Les fibres d'abaca ont été étudiées avec du ciment[117], du polyuréthane[118], de la résine de polyester aliphatique[119], du PP[120], de l'urée formaldéhyde[121], du polyester[122] et de l'alcool polyvinylique[123] sous forme de matrices, afin d'évaluer les propriétés des composites.

1.10.5 Jute

Ray et al [124] ont fait des recherches approfondies sur la fibre de jute traitée aux alcalis et renforcée par une résine vinylester. Dans leurs études, ils ont comparé le comportement dynamique, mécanique, thermique et à la fatigue par impact à celui des composites fibre de jute-ester vinylique non traités. Un traitement alcalin plus long en durée permet d'éliminer les hémicelluloses et procédé à l'amélioration de la cristallinité afin de permettre une meilleure dispersion des fibres. Les propriétés dynamiques, mécaniques, thermiques et d'impact étaient supérieurs en raison du traitement alcalin, comprenant le temps de traitement, la concentration et les conditions d'environnement. Mohanty et al. [125]

ont étudié les effets et l'influence de la modification de surface sur la mécanique et la biodégradabilité des composites jute/Biopol et jute/PA (polyamide).

Des améliorations de la résistance à la traction de plus de 50%, 30% de la résistance à la flexion et 90% de la résistance aux chocs ont été observées dans les composites et sont comparables aux valeurs obtenues pour les feuilles de Biopol pures. Des études de dégradation ont montré qu'après 150 jours d'enfouissement du compost, plus de 50% de perte de poids des composites jute/Biopolymer se produit.

Les propriétés des composites jute/plastique ont été étudiées, y compris la stabilité thermique, la cristallinité, la modification, la transestérification, les intempéries, la durabilité, l'orientation des fibres sur le comportement au frottement et à l'usure, l'éco-conception des composants automobiles et l'alkylation [126,133]

La résine de polyester a été utilisée comme matrice pour les composites renforcés par fibres de jute et la relation entre l'absorption d'eau et le comportement diélectrique[134], les propriétés élastiques, la résistance à l'entaille et les critères de rupture[135], la caractérisation des endommagements due à les chocs[136], les intempéries et le comportement thermique[137] et l'effet du traitement au silane[138] ont été examinés.

1.10.6 Kéna

Les dernières avancées dans les équipements et les domaines de recherche tel que, le thermoformage a prouvé qu'il permettait de fabriquer avec succès des feuilles de PP renforcées par les fibres de kéna sous forme de feuilles[139]. La méthode de fabrication optimale trouvée pour ces matériaux était le processus de moulage par compression, qui utilise un tamisage en couches d'une poudre de PP micro-fine et de fibres mates de kéna. La teneur en fibres (30 et 40% en poids) fourni un renforcement adéquat pour augmenter la résistance de la matrice PP. Les composites kenaf-PP moulés par compression, dans cette étude se sont avérés avoir une résistance à la traction et à la flexion supérieure par rapport à d'autres composites de fibres naturelles moulés par compression tels que d'autres thermoplastiques renforcés de kéna, de sisal et de coco. À l'aide des données du module d'élasticité, il a également été possible de comparer les avantages économiques de l'utilisation de composites de kéna au lieu d'autres fibres naturelles et de verre E. Les composites PP à renfort de kéna fabriqués ont un module / coût plus élevé et un module spécifique plus élevé que le sisal, la fibre de coco et même le verre E.

1.10.7 Fibre de feuille d'ananas

La fibre de feuille d'ananas est riche en cellulose, relativement peu coûteuse et disponible en abondance. De plus, elle a le potentiel de renforcer le polymère. A l'heure actuelle, les fibres de feuilles d'ananas sont un déchet de la culture de l'ananas et, par conséquent, ces fibres d'ananas relativement peu coûteuses peuvent être obtenues à des fins industrielles. La fibre de feuille d'ananas a été renforcée avec du polycarbonate pour produire des composites fonctionnels[140]. Le composite de fibres de feuilles d'ananas modifiées et traité au silane a présenté les plus hautes résistances à la traction et aux chocs. L'analyse thermogravimétrique a montré que la stabilité thermique des composites est inférieure à celle de la résine polycarbonate pure[140].

De plus, la stabilité thermique diminue (mauvaise isolation) avec l'augmentation de la teneur en fibres des feuilles d'ananas.

La conductivité thermique et la diffusivité thermique des composites phénols formaldéhyde renforcés de fibres de feuilles d'ananas ont été étudiées en utilisant la technique de la source plan transitoire (TPS) [141]. On constate que la conductivité thermique effective et la diffusivité thermique effective des composites diminuent, par rapport au phénol formaldéhyde pur, lorsque la fraction de charge de fibre augmente.

L'amélioration de la qualité de la fibre de feuille d'ananas a été tentée en utilisant différentes modifications de surface comme le déparaffinage, le traitement alcalin, la cyanoéthylation et le greffage d'acrylonitrile sur des fibres déparaffinées[142]. Les propriétés mécaniques atteignent un optimum à une charge de fibre de 30% en poids et parmi toutes les modifications, le composite de polyester renforcé de fibres greffées d'acrylonitrile à 10% a présenté la résistance à la traction maximale (48,36 MPa). Cependant, les composites de fibres cyano-éthylées présentaient de meilleures résistances à la flexion et aux chocs, c'est-à-dire 41% et 27% de plus que le composite lavé avec un détergent respectivement. L'influence du traitement de surface et de la teneur en fibres de la fibre des feuilles d'ananas a également été étudiée avec du PP[143] et du caoutchouc naturel comme matrice[144].

1.10.8 Ramie

Des composites PP renforcés par des fibres de Ramie ont été fabriqués utilisant une méthode hybride de fusion-mélange et d'injection procédés de moulage[145]. L'augmentation de la longueur et la teneur de fibres démontrent une croissance sensible de

la résistance à la traction, à la flexion et aussi à la compression. Pourtant, ils entraînent également des influences négatives sur la résistance aux chocs et le comportement d'allongement des composites.

Des composites thermoplastiques biodégradables constitués de fibres de ramie et d'une matrice PLA/PCL ont été fabriqués en utilisant la méthode de polymérisation in situ[146]. Les effets de la longueur et de la teneur des fibres sur les résistances à la traction et aux chocs de ce composite biodégradable renforcé de fibres naturelles ont été expliqués, y compris l'influence d'un agent de couplage au silane pour une adhérence interfaciale améliorée. Les résultats ont montré que la résistance à la traction et la résistance aux chocs étaient les plus élevées lorsqu'un agent de couplage au silane était utilisé. La longueur de la fibre de ramie étant de 5 à 6 mm et sa teneur en fibre allons jusqu'à 45% en poids.

Les fibres de ramie ont également été renforcées en utilisant du polyester[147, 148] de l'époxy-biorésine[149, 150], de la protéine de soja[152, 151] de l'époxy[153] et du PP[154] pour la matrice.

1.10.9.Coco

La Caractérisation et l'utilisation de la fibre de coco dans les composites coco / caoutchouc naturel[155], comportement mécanique dynamique des composites coco/caoutchouc naturel[130], 156 durabilité des composites coco/ciment[157], effet d'acétylation sur les composites coco/époxy [158], l'influence de la fibre de coco traitée sur les propriétés physico-mécaniques des composites coco/PP[159, 160], et l'effet des propriétés physiques, chimiques et de surface de la fibre sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites coco/PP ont été étudiées et évaluées[161].

1.10.10 Bambou

Le développement de composites à des fins écologiques (éco-composites) utilisant des fibres de bambou et leurs propriétés mécaniques de base ont été évalués[162]. La technique de l'explosion à la vapeur a été appliquée pour extraire les fibres de bambou des bambous bruts. Les résultats expérimentaux ont montré que les fibres de bambou (faisceaux) avaient une résistance spécifique suffisante, équivalente à celle des fibres de verre conventionnelles. La résistance à la traction et le module des composites à base de PP ont augmenté d'environ 15 et 30% lors de l'utilisation de fibres extraites à la vapeur. Cette augmentation est due à une bonne imprégnation et à une réduction du nombre de vides, par rapport aux composites de renforts des fibres extraites mécaniquement.

Les propriétés mécaniques et thermiques des composites époxy renforcés de fibres de bambou[163], les effets de la charge des fibres, des agents de couplage et de liaison sur les propriétés mécaniques des composites fibres de bambou/caoutchouc naturel[164], la cinétique de cristallisation isotherme de la cellulose de bambou modifiée/PCL composites[165], l'influence du vieillissement environnemental sur les propriétés mécaniques des composites hybrides PP renforcés de fibres de bambou/verre [166], et l'effet des charges céramiques sur les propriétés mécaniques des composites fibre de bambou / époxy ont été évalués[167].

1.11 Conclusion

Sans aucun doute, en raison des préoccupations et des applications environnementales et économiques croissantes, les bio-composites hybrides suscitent un intérêt considérable à l'avenir et fournissent un marché concurrentiel pour de nombreuses applications industrielles. Par conséquent, ce concept reste ouvert et des recherches supplémentaires qui doivent être effectuées à partir des méthodes scientifiques d'usage courant dans le but de l'amélioration des performances mécaniques et écologique.

Les connaissances supplémentaires des aspects structurels et les propriétés de diverses bio-fibres et polymères biodégradables sont nécessaires pour éviter les problèmes, tels que l'absorption d'humidité, une durabilité insuffisante et une faible stabilité à long terme pour les actions extérieures. Le principal effet néfaste de l'exposition à la chaleur humide et aux rayons ultraviolets est la dégradation des propriétés, la décoloration et la déformation. Des recherches importantes sont en cours dans le monde pour aborder et surmonter les obstacles susmentionnés par exemple l'interactivité entre les fibres naturelles et la matrice restera le principal enjeu en termes de performances globales, car elle détermine les propriétés finales des composites. Plusieurs études ont été examinées, révisées et mises en évidence dans ce chapitre bibliographique concernant l'importance des métaux verts, l'effet des différents types de fibres, les différents types de secteurs utilisés les bio-composites, ainsi que les méthodes de fabrication et les performances mécaniques. Cet effort pour développer des matériaux bio-composites avec des performances améliorées pour des applications universelles est un processus continu.

La précision d'évaluation des bio-composites à renforts naturelles et / ou de biopolymères au cours de ces dernières années sont observées pour leur grande contribution et avantage apporté, et cela, en se référant par rapport aux différents critères notamment : la

biodégradation, le faible coût, la faible densité relative, la résistance spécifique élevée et enfin la nature auto-renouvelable. Ces composés sont prédéterminés pour trouver de plus en plus d'applications dans un proche avenir.

Chapitre 2

Description des plantes de *Typha Latifolia* et de *Cynara cardunculus* L

Chapitre 02

Description des plantes de *Typha Latifolia* et de *Cynara cardunculus* L

2.1 Introduction

En générale pour les plantes, le comportement chimique, physique et dimensionnel dépend des conditions atmosphériques et du champ de culture. Parfois, pour le *Cynara Cardunculus* L, les dimensions des feuilles pour les plantes peuvent atteindre un mètre de longueur et plus de vingt centimètres de largeurs. Cela est de même pour la plante de *Typha latifolia* qui dans de bonnes conditions atmosphériques, la partie essentielle de la longueur physique peut atteindre 2 à 3 mètres [Notre champs d'étude (Figure 2.1)].

2.1.1 Situation géographique

Les différentes strates végétales naturelles réparties au sein du site géographique tout le long du territoire de la wilaya de SKIKDA poussent de manière triptyque agro-sylvo-pastorale. En effet, avec une superficie agricole totale (SAT) de 193 179 hectares et une superficie agricole utile (SAU) de 131 879 (ha) dont 15300 (ha) irrigué, l'agriculture se distingue et demeure, avec l'industrie, l'un des principaux secteurs d'activité de la wilaya[168].

La wilaya de Skikda est l'une des wilayat les plus fertiles du pays[168]. Elle s'étend, d'une part, sur une superficie de 4 118 km², et d'autre part, se situe dans la partie Nord-est du pays, dont l'espace géographique est compris entre l'Atlas Tellien et le littoral méditerranéen[168]. Elle se caractérise aussi, par trois (03) grandes zones homogènes : La zone de plaine, la zone de piémont et la zone de montagne. La zone montagneuse est constituée essentiellement de forêts (Bougarouni, Hamendas, Arb-El-Goufi, Senhadja de Collo, Beni-Toufout, Massif côtier d'Ain-Zouit, Guerbes, Es-Sebt, Ain-Cherchar, etc...)[169]. Les modèles de composites obtenues sous leurs forme optimisé de référence

sont développés à partir des bioressources hydro-agricoles qui peuvent être exploités dans la fabrication des biomatériaux et cela, tant pour la partie des fibres de renfort que pour les résines. Les plaines, d'azzaba, de Ben azzouz, zardaza et du Saf saf, constitue le domaine de culture intensive des vergers. Et cela, aussi bien, pour les plantes de types *Cynara cardunculus* L que pour celui de type *Typha latifolia* qui font l'objet essentiel de notre présente étude. Notre travail s'appuie donc sur les plantes de *Cynara cardunculus* L et de *Typha latifolia* qui sont très réponsues naturellement dans la wilya de Skikda au niveau des zones de Es-sebt, Ain Cherchar et Zerdaza (voir les points étoiles dans la figure 2.1).



Figure 2.1. Photo géographique de satellite Google Earth. 2021.

2.2 Cycle de vie d'une plante à Fleurs

Le cycle de vie de la plante commence lorsqu'une graine tombe sur le sol. Il existe de nombreux types de plantes, mais les plantes à fleurs, ou angiospermes, sont les plus avancées et les plus répandues en raison de leur étonnante capacité à attirer les pollinisateurs et à répandre les graines. Les fleurs sont plus que de beaux objets à regarder ou à décorer ; ils servent un objectif très important dans la reproduction des plantes. Les principales étapes du cycle de vie des fleurs sont les étapes de la graine, de la germination, de la croissance, de la reproduction, de la pollinisation et de la propagation des graines.

2.2.1 Cycle de vie et croissance de l'artichaut (*Cynara cardunculus* L)

Le premier cycle de croissance de *Cynara cardunculus* L commence par la germination des graines, généralement au début de l'automne. Les deux premiers cotylédons frais émergent, et peu après plusieurs feuilles poussent, donnant progressivement naissance à une rosette à feuilles. La rosette des feuilles pousse habituellement d'une manière plutôt

lente mais régulière. Au stade de la rosette, la plante passe par l'hiver et le début du printemps. À la fin du printemps, la plante développe une tige qui porte plusieurs feuilles, ainsi que les graines en têtes considérés comme des fruits. Après quelques jours les fruits fleurissent. La fécondation totale des fleurs, en suite les fruits mûrissent, et enfin, la biomasse aérienne se dessèche en été. Lorsque les conditions météorologiques deviennent plus douces, les bourgeons pérennants de la partie végétale basale poussent et un nouveau cycle de développement commence. Cette succession de cycles de croissance annuels peut durer plusieurs années[168].

Le *Cynara cardunculus L* est une espèce végétale entièrement adaptée aux conditions climatiques méditerranéennes[169]. Les caractéristiques typiques des climats méditerranéens sont d'une part, de différents régimes pluviométriques annuels, d'autre part affiche une répartition irrégulière pendant l'été chaud et sec. Les étés méditerranéens sont des saisons défavorables pour la croissance des plantes si aucune irrigation n'est fournie. La façon dont *C. cardunculus* surmonte cette période estivale défavorable rentre dans le cadre de ce qu'on appelle la stratégie d'évasion de sécheresse : cette espèce est une herbe vivace avec un cycle de développement annuel dans lequel son cycle reproducteur est terminé d'ici l'été. Les parties de plantes en surface se dessèchent en été, mais la partie souterraine de la plante reste vivante de la même manière que pour d'autres plantes vivaces[168].



Figure 2.2. Artichaut *Cynara cardunculus L.*

2.2.2 Cycle de vie et localisation de *Typha latifolia*:

La massette à larges feuilles « typha Latifolia » est un grand jonc palustre et vivace à vaste répartition géographique en Europe, Asie, Amérique du Nord et l'ensemble de l'Afrique. Cette espèce connaît d'une part une distribution à grande échelle, sa croissance est très rapide, et elle tolère les eaux polluées. D'autre part, a été largement introduite comme pseudo céréale.

Elle se trouve également en abondance et en grande partie, au nord de l'Algérie et dans les régions orientales à l'est du pays comme, Skikda, Annaba, Constantine.....etc. La dominance du typha dans les zones humides est largement attribuable à sa grande stature à maturité combinée avec une expansion clonale rapide[170-172] (Figure 2.3.a). La largeur des longues feuilles linéaires varie selon les espèces : *Typha latifolia* se distingue par ses feuilles les plus larges, le *T. angustifolia* porte les feuilles le plus étroites, tandis que, le *T. glauca* et *T. domingensis* ont des feuilles de largeur intermédiaire[173-175] (Figure 2.3c-d). Les taux de croissance du typha sont relativement élevés par rapport aux autres espèces, avec un maximum de 30–40 g.m⁻¹/jour, pour un total annuel de 10–30 tonnes ha⁻¹ /année [176-180]. La croissance rapide au printemps est alimentée par les glucides stockés (voir racines, Figure 2.4 c). *Typha* a tendance à être plus sensible aux changements environnementaux que ses concurrents, ce qui le rend plus adaptable pour assumer les environnements perturbés[181-182]. *Typha* affiche également une absorption rapide des nutriments dans les environnements riches en nutriments [181,183,184].

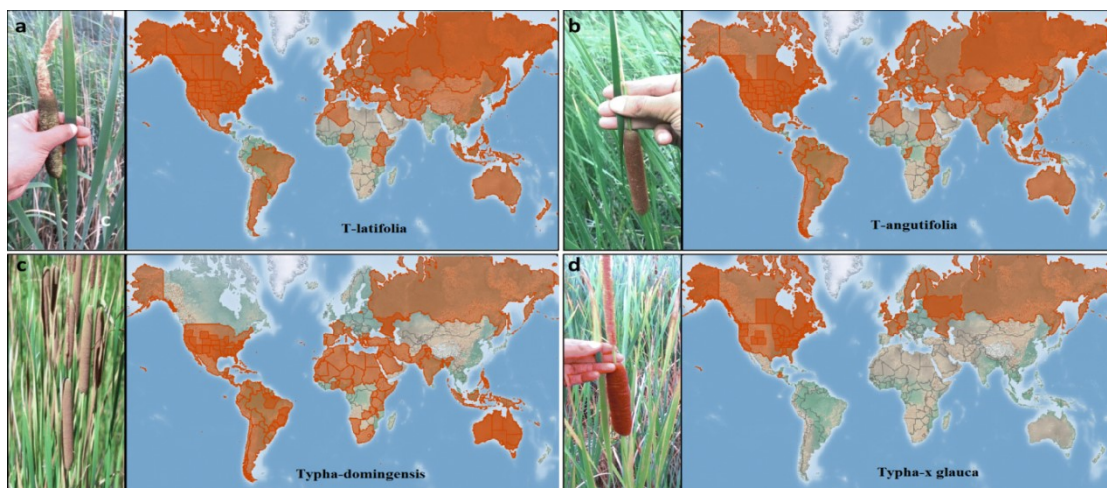


Figure 2.3. La distribution des différents types de typha dans le monde (a. *T. latifolia*[185], b. *T. angustifolia*[186], c. *T. domingensis*[188] et *T. x. glauca*[189].

La plante *typha latifolia* est présentée dans la figure ci-dessous sous différents aspects pendant leur croissance et prospérité dans les milieux humides: figure 2.4.a des peuplements denses de *Typha* inhibent la croissance de la végétation concurrente; l'image est une photo hémisphérique du point de vue d'un semis émergeant dans un peuplement de *Typha* ; figure 2.4.b une coupe transversale de feuille de *Typha* montre un aérochyme qui permet au *Typha* de transporter efficacement l'oxygène vers les racines ; et la figure.2.4.c présente les racines de *Typha* qui lui permettent de se propager de manière clonale et de stocker les glucides pour la repousse au printemps

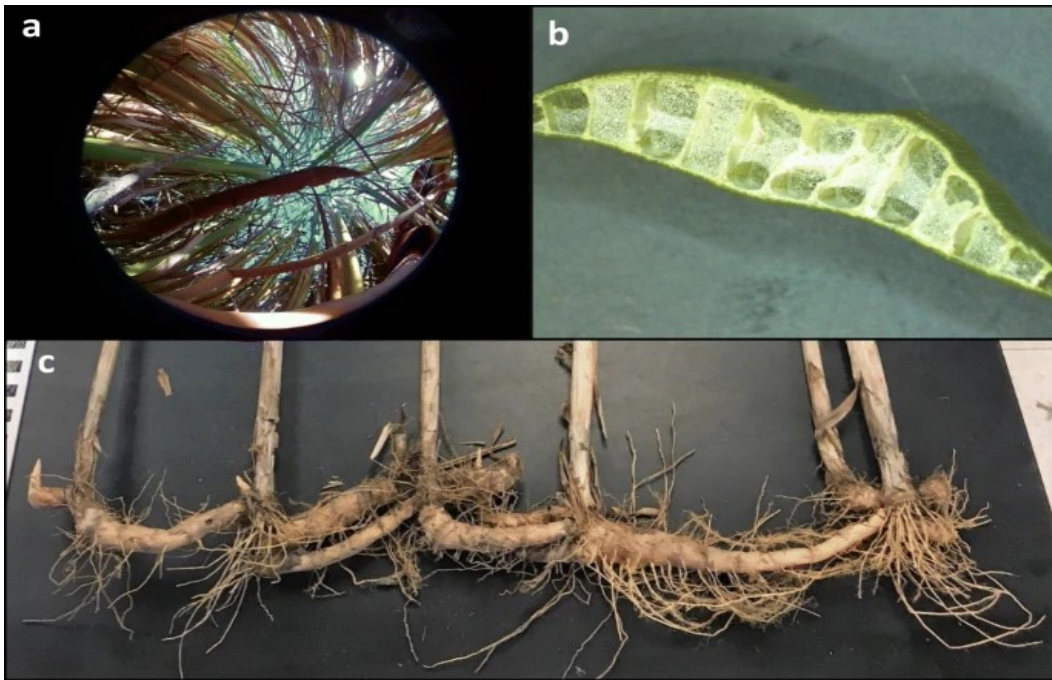


Figure 2.4. Milieu de croissance (a), coupe transversale de la feuille (b), les racines (c).

Un autre indice de reproduction végétative était la longueur totale des rhizomes produits par clone (tableau 2.1). Les résultats pour la longueur des rhizomes reflètent presque exactement la même densité en termes de volume de ramets reproduits par clone.

En revanche, les résultats pour le poids moyen des ramets étaient très différents de ceux pour le nombre de ramets en termes longueur totale du rhizome (tableau 2.2). *T. latifolia* n'a montré qu'une légère augmentation dans le temps du poids moyen des ramets (seule une augmentation significative était à 42% de lumière).

Tableau 2.1 : La longueur total (cm) de rhizomes produits par colone (*Typha latipholya*). Les valeurs présentées avec \pm erreur[190].

Récolte	Temps exposés (jours)	Percent for full sunlight		
		100	42	24
1	41	142 \pm 16	121 \pm 19	64 \pm 16
2	70	262 \pm 22	97 \pm 20	119 \pm 12
3	91	365 \pm 38	245 \pm 17	145 \pm 15

Tableau 2.2 : Poids moyen des ramets (grammes de poids sec), TL = *Typha latifolia*. Les valeurs présentées correspondent à une \pm erreur [190].

Récolte	Temps exposés (jours)	Percent for full sunlight		
		100	42	24
1	41	9.6 \pm 1.6	5.7 \pm 1.2	5.6 \pm 1.2
2	70	9.1 \pm 0.7	8.6 \pm 0.5	9.9 \pm 1.7
3	91	13.0 \pm 0.8	10.1 \pm 0.7	8.2 \pm 0.8

2.3 Propriétés structurelles des feuilles de sources (au niveau locale) des bio-fibres

2.3.1 Feuille artichaut (*Cynara cardunculus* L)

Les feuilles d'artichaut peuvent atteint une longueur de un mètre et une largeur de 40 centimètres. Les feuilles d'artichaut ont une colonne porteuse constituée à l'intérieur par des fibres cellulosique attachées entre elle par une pâte de lignine. Leur section transversale prend une forme géométrique de croissant. Il y a des épines au début de la colonne jusqu'au milieu de la longueur. On trouve des lobes d'extrémité avec des épineuses ou des épines en forme d'aiguilles de 1 à 3 cm de longueur (figure 2.5).



Figure 2.5. Feuille de l'artichaut (*C. cardunculus* L)

2.3.2 Feuille de *typha latifolia*

Les feuilles de la massette à utilisées dans notre travail (Figure 2.6) ont des largeurs de 10 à 30 mm et des épaisseurs max de 7 à 18 mm (Figure 2.7). En faisant une section longitudinale (Figure 2.8), on remarque des zones rectangulaires à extrémités semi-circulaires qu'on suppose ce sont des cellules chlorophylles, et des zones circulaires qui sont des cellules non-chlorophylles (figure 2.8).



Figure 2.6. La massette (*Typha Latifolia*).

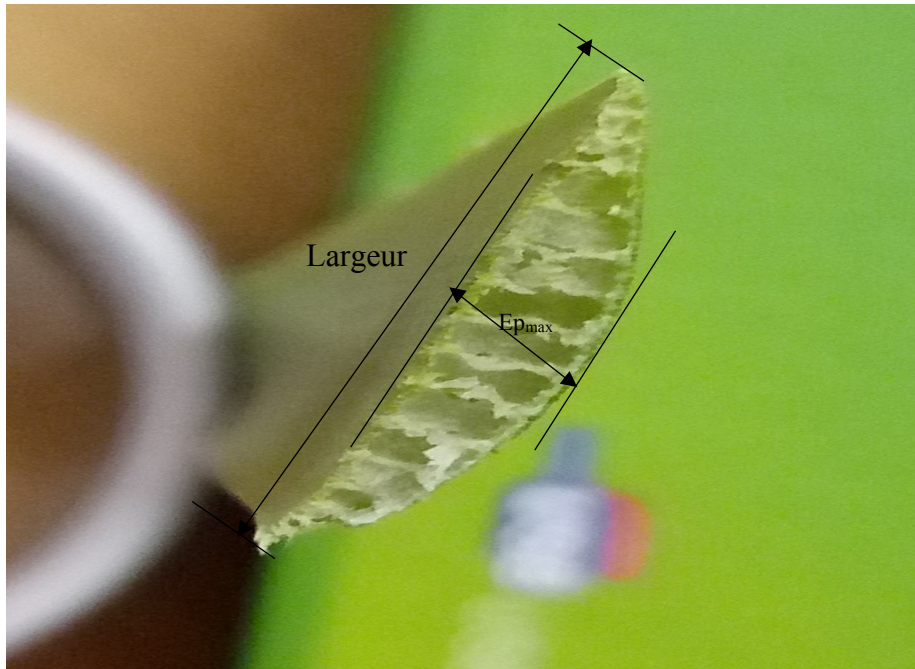


Figure 2.7. Coupe transversale de la feuille de la massette.

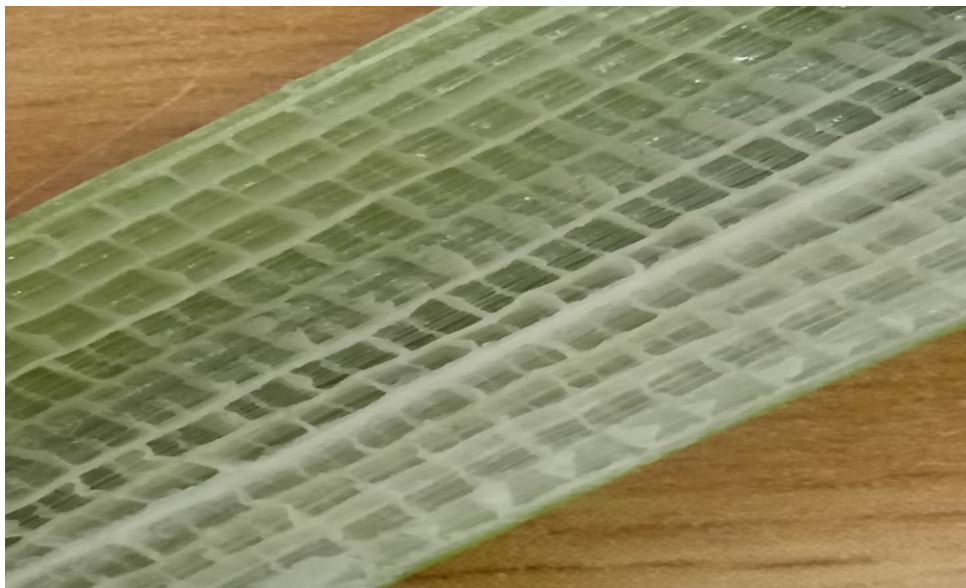


Figure 2.8. Coupe longitudinale de la feuille de la massette.

2.4 Différents types de fibres produit par *Cynara cardunculus* L

En s'appuyant sur les classifications précédentes (selon la section 1.8), nous trouvons que l'Artichaut « *Cynara cardunculus* L » produit les trois catégories de source des fibres, notamment au niveau : de la tige [24], de la feuille [présent] et du fruit[23]. Dans ce travail, on s'intéresse aux fibres extraites de feuilles d'Artichaut (*Cynara cardunculus* L) (voir Figure 1.12).

2.5 Différents types de fibres produit par la massette

Typha latifolia produit les deux catégories de la biofibres selon la classification de la section 1.8 : Fibres des feuilles[191] et fibres de la tige[192]. On intéresse dans le travail présent par les fibres des feuilles.

2.6 Conclusion

La disponibilité en abondance, ainsi que l'importance locale des champs de Typha latifolia et Cynara cardunculus L a motivé notre attention pour envisager la possibilité d'exploitation à grande échelle, pour l'utilisation industrielle des matériaux sources de bio-renforts. Les fibres extraies constitue une matière première économique et stratégique pouvant être exploité dans divers secteurs de la construction mécanique (matériaux composite, textile,), pourvue que leurs caractéristiques de comportements (caractéristiques mécaniques, les caractéristiques physicochimiques,.....), répondent bien aux exigences préconisés par les différents secteurs industriel

Chapitre 3

Extraction, études morphologiques et physique des fibres naturelles (*Typha latifolia* et *Cynara cardunculus* L)

Chapitre 3

Extraction avec l'études morphologiques et physique des fibres de feuilles de *Typha latifolia* et *Cynara cardunculus* L

3.1 Introduction

Plusieurs techniques d'extraction des bio-fibres sont disponibles. Parmi ces techniques on peut choisir :

-le rouissage : processus de pourrissement de la pectine qui lie les fibres. Cette opération peut s'effectuer d'une part dans l'eau (courante ou non)[193]. D'autre part, par déposition approfondie au sol[194]. Aujourd'hui, il existe également des moyens chimiques et enzymatiques permettant d'accélérer ce processus[195]. Pour le lin, le rouissage au sol est le plus courant, car du fait des impacts environnementaux. Le rouissage à l'eau est interdit en Europe[196];

-le broyage : fragmentation des parties ligneuses ;

-le teillage : séparation des fragments ligneux du bois de la plante ;

-le peignage et le cardage : démêlage des fibres.

3.2 Extraction des fibres de *C. cardunculus* L

L'extrait des fibres de feuilles de l'artichaut (Figure 3.1-a-b) passe par plusieurs étapes : en première étape : après avoir été coupées et purifiées (Figure 3.1-c), les feuilles sont laissées sur un sol souple ou spongieux, et avec un marteau en caoutchouc on frappe les feuilles jusqu'à la séparation des fibres (Figure 3.1-d). La deuxième étape consiste à les faire agiter jusqu'à leur extraction de la pâte lignine. En troisième étape on lave les fibres dans une cuvette en utilisant l'eau bouillie à la température 40°C. en dernière étape, on procède au séchage des fibres dans les conditions ambiantes (figure 3.1-d). Chaque feuille produit entre 25 à 38 fibres nettes ayant des longueurs en moyenne qui peuvent atteindre 60 cm. Par ailleurs, il est bon de signaler que cette méthode est protectrice de l'environnement.

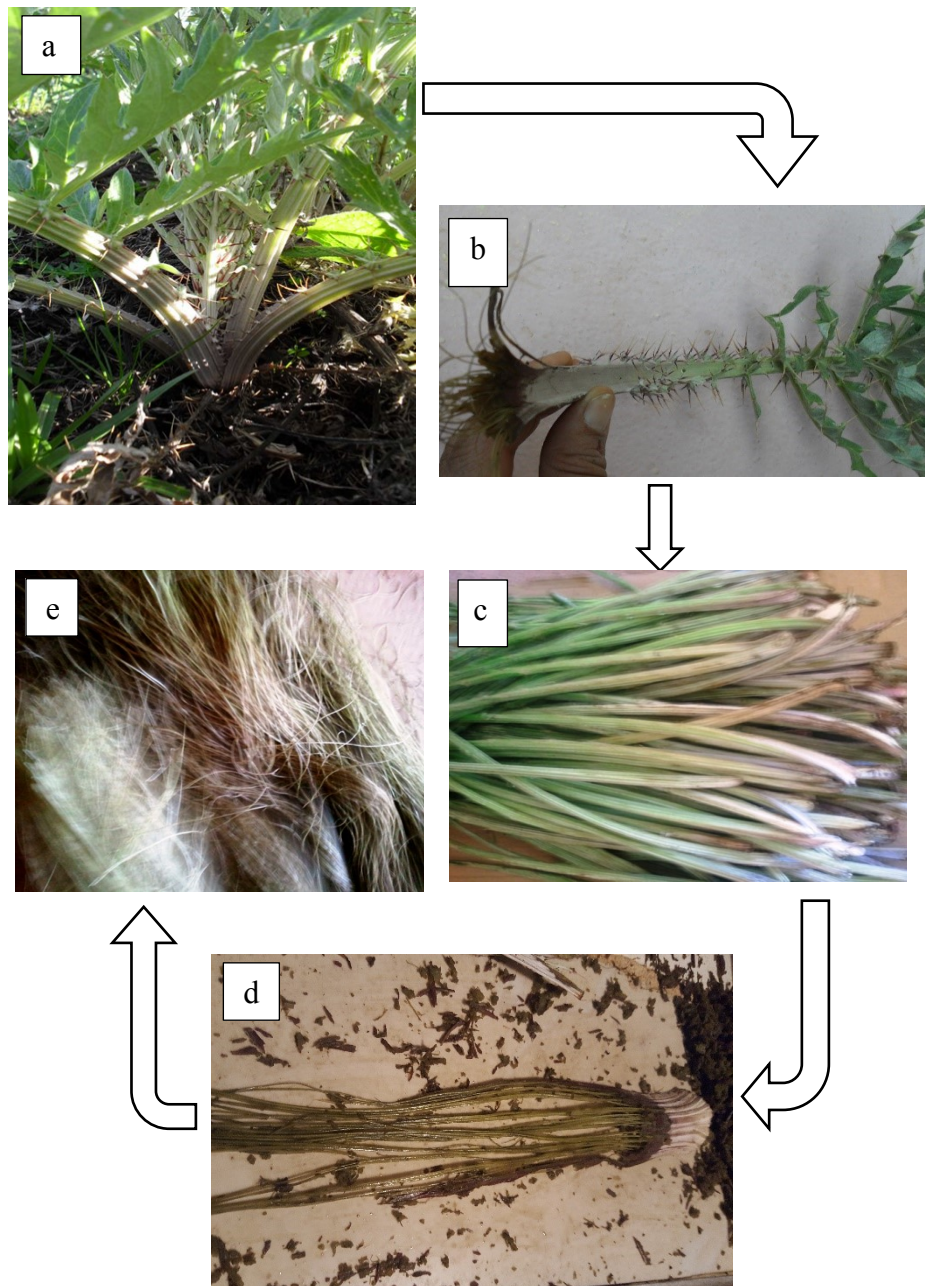


Figure 3.1. Etapes d'extraction des fibres de feuilles de l'artichaut de type *Cynara cardunculus* L [présent]

3.3 Extraction des fibres de typha

Tous d'abord, on obtient le cœur de la feuille de typha latifolia par l'opération de dépeçage à l'aide d'un couteau (Figure 3.2). On coupe une longueur suffisante de la feuille, et on découpe les deux bouts extrêmes de part et d'autre de la largeur puis on enlève l'écorce. Par cette méthode le procédé d'étirage des fibres avec la main devient plus faciles. La méthode de rouissage dans l'eau, permet aussi de manière simple et facile à étirer les fibres, cependant présente l'inconvénient au niveau de la morphologie des fibres vue à l'échelle

macroscopique, qui ne donne pas un bon état, tout en induisant un gonflement de la fibre qui s'élève à plus de 100%. On fait remarquer que chaque feuille de typha présente un potentiel en matière première de fibre pouvant produire jusqu'à plus de 80 éléments de fibres comptés par feuille.

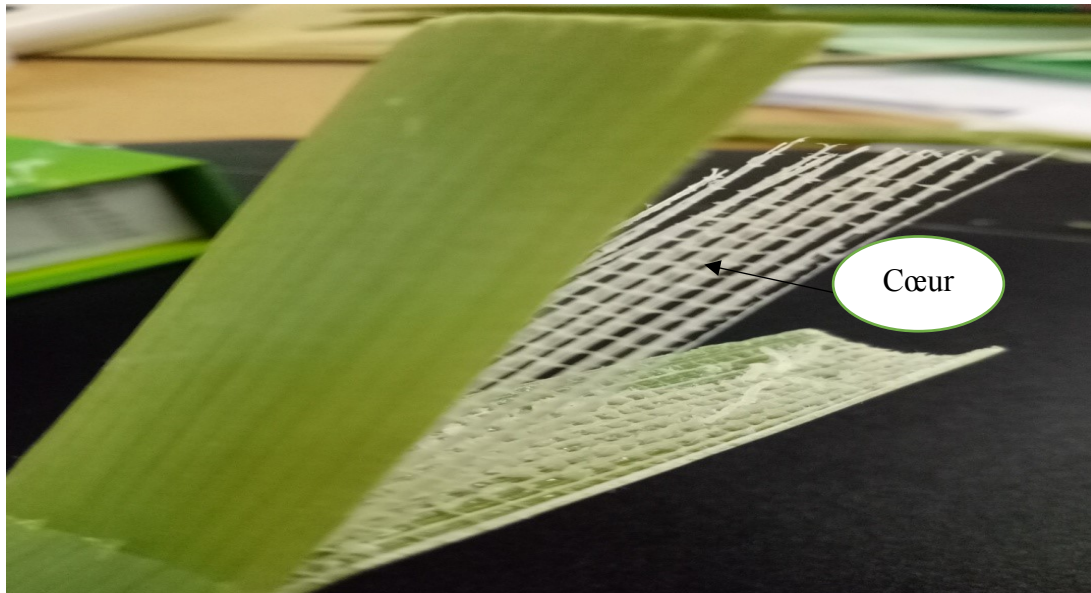


Figure 3.2. Exposition des fibres de typha.

Au cours de l'extraction des fibres on a remarqué qu'il y a deux types des fibres qui se distingues par la notation proposée sous forme de type A et B (figure 3.3). La différence de diamètre observé entre les deux types A et B constitue un indice de distinction et de référence.

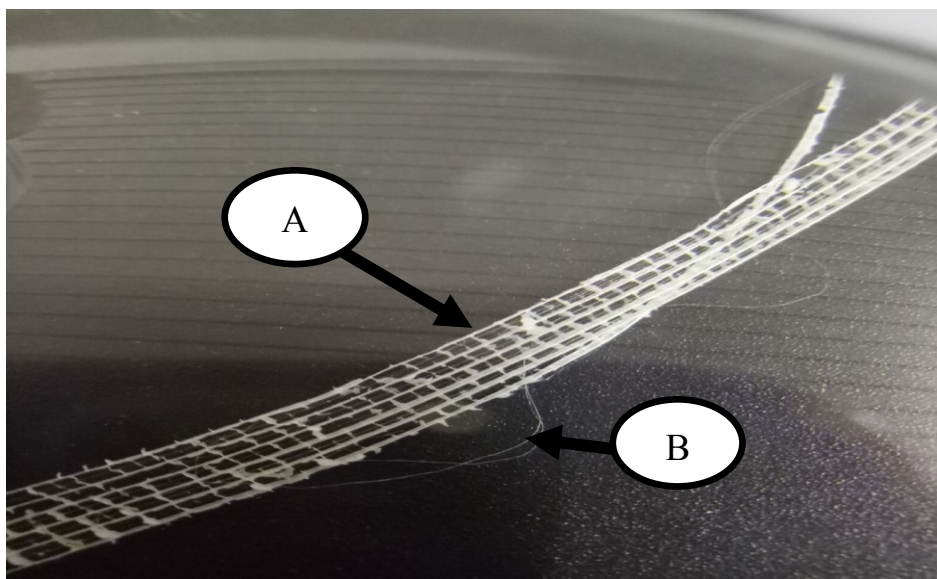


Figure 3.3. Emplacement local des deux types de fibres de typha A et B.

3.3.1 Fibres de types A

3.3.1.1 Etude descriptive

Les fibres de types A (Figure 3.4) sont situées le long de la feuille de typha enfuit en dessous de ses parois. Ce type de fibre présente à des niveaux différents le long du prolongement de leur sens longitudinal, des sections transversales irrégulière et non-uniforme, sous l'aspect architectural en forme polygonale et cylindrique. Pour une longueur physique de 8 à 50 cm, le diamètre moyen varie de 97 à 120 μm . On a observé et obtenu ces résultats à l'aide d'un microscope optique à X100 d'agrandissement.



Figure 3.4. Vue macroscopique des fibres de typha de type A.

3.3.2 Fibres de type B

3.3.2.1 Etude descriptive

Les fibres de type B présentées par observation dans la Figure 3.5, sont d'une part répondeur sur la largeur tout en se prolongeant suivant le sens longitudinal. D'autre part, elles sont enfuites au cœur même de la feuille, tout en s'insérant, entre les fibres de type A. Leurs observations montrent une structure similaire à celle des fibres de type A. Cependant, comme il est mentionné pour le cas de fibre de type A, les fibres de type B, sont très fins en diamètre (variant de 25 à 50 μm), ce qui rend leur extraction plus difficile par comparaison avec l'extraction des fibres de type A.

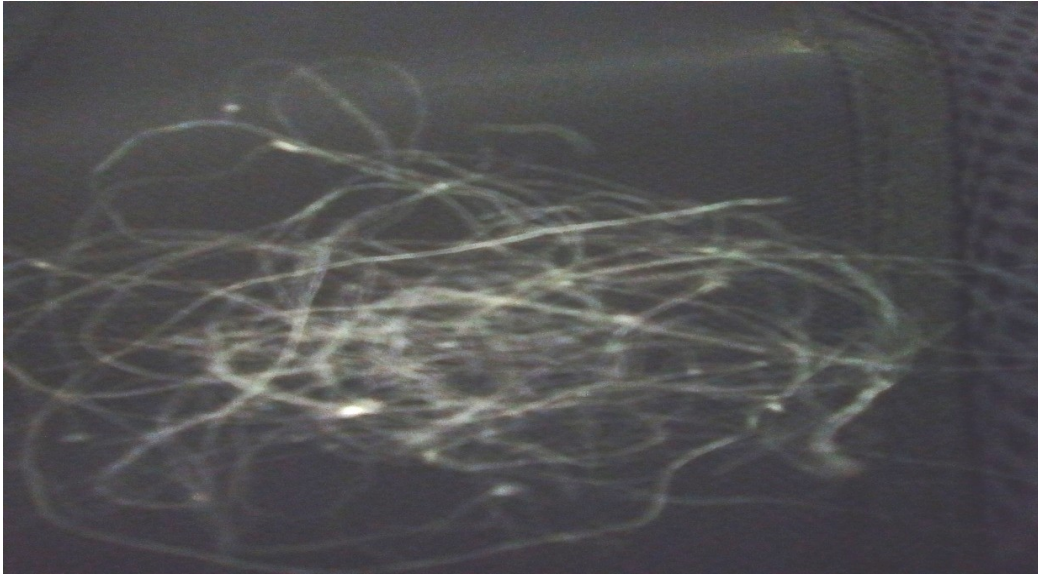


Figure 3.5. Vue macroscopique d'un échantillon de fibre de typha de type B après extraction.

3.4 Caractérisation morphologique et physique des fibres

La connaissance des grandeurs géométriques et physiques est basée, d'une part, sur une étude descriptive en observant la forme et l'aspect géométrique de la surface des fibres. D'autre part, sur l'évaluation de certains paramètres physiques jouant un rôle d'influence important sur le comportement mécanique. La caractérisation tant géométrique que physique donne lieu à des indices d'orientation et d'exploitation dans les domaines d'intérêts économiques et industriels.

3.5 Moyens matériels et Méthodologies

Au cours de notre travail de recherche on s'est appuyé sur l'utilisation de différents moyens et outils expérimentales, tout en élaborant la feuille de route concernant les procédures entamées, au niveau de chaque étape d'observation et d'investigation. Dans ce qui suit on définit le matérielle et l'objet de la partie d'étude concernée.

3.5.1 Microscope optique :

Pour accéder à l'étude de la structure microscopique des fibres, on utilise un microscope optique (Oxion) équipé d'une caméra Moticam 2500 contrôlée numériquement par le programme de traitement d'image CoolingTech MicroScope. Cette machine est disponible à l'école polytechnique de Constantine au sein du département de génie des matériaux.

Le microscope optique nous permet d'observer des échantillons microscopiques non visibles à l'œil humains ou difficilement observables. Il se base sur des lentilles spécifiques pour obtenir une image agrandie de ces échantillons.

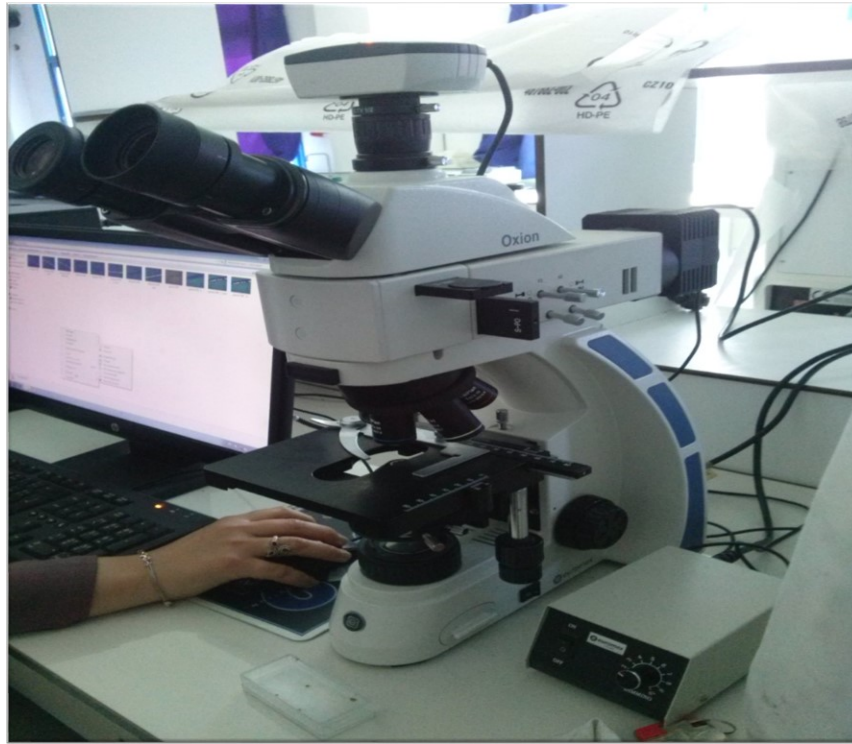


Figure 3.6. Microscope optique Oxion.

3.5.2 Analyse par DRX

La diffraction des poudres est couramment utilisée pour l'identification des différentes phases, telles qu'à titre indicative : La recherche du rapport relatif des phases, les transitions de phase structurales, le pourcentage d'analyse de cristallinité des matériaux partiellement cristallins, etc. La diffraction dans le plan en incidence rasante fournit des informations précieuses sur l'ordre structurel dans le plan du film. La cristallographie aux rayons X est unique en termes de capacités à démêler la structure cristalline absolue de la diffraction monocristalline.

Il s'agit également d'une machine de technologie pointe comprenant un détecteur de zone Vantec-500, un berceau eulérien centré 1/4 de cercle, une platine chaude en dôme, du matériel dans le plan à flux élevé, un système d'alignement d'échantillons laser / vidéo, un miroir Göbel, étage d'inclinaison fine et module d'analyse de chemin à double faisceau. Le système peut être configuré pour servir les différentes tâches suivantes notamment : la DRX dans le plan à incidence rasante, la réflectivité des rayons X, la DRX à haute température, la

DRX haute résolution (courbes de basculement, cartes d'espaces réciproques), la texture, la contrainte résiduelle et la diffraction capillaire. Le diffractomètre Bruker D8 Discover est configuré en géométrie de faisceau parallèle avec un rayonnement Cu Kalpha (longueur d'onde d'environ 1,54 Å)[197]. Pendant notre travail, la machine DRX est préparée réglée pour servir les mesures qui sont effectuées avec le tube à rayons X Cu fonctionnant à 40 kV et 20 mA, est muni d'un détecteur placé sur un goniomètre balayant la plage de 5 à 40 unité avec une vitesse de balayage de 2°/min.



Figure 3.7. Machine de DRX (plateforme de génie mécanique- umc).

3.5.3 Logiciel X'pert highscore

Le rôle de X'pert HighScore permet l'analyse spectrale de l'échantillon en fournissant les données utiles d'intérêt telle que à titre indicatif l'identification de phase, l'analyse de phase semi-quantitative, le traitement de modèle, l'ajustement de profil. Le logiciel contient de nombreuses fonctions de support pour afficher, manipuler et évaluer les données de diffraction. Ainsi l'X'pert HighScore peut gérer tous les formats de données Malvern Panalytical DRX et en plus offre la possibilité d'adaptation à la plupart des modèles de diffraction appartenant à d'autres fournisseurs[198].

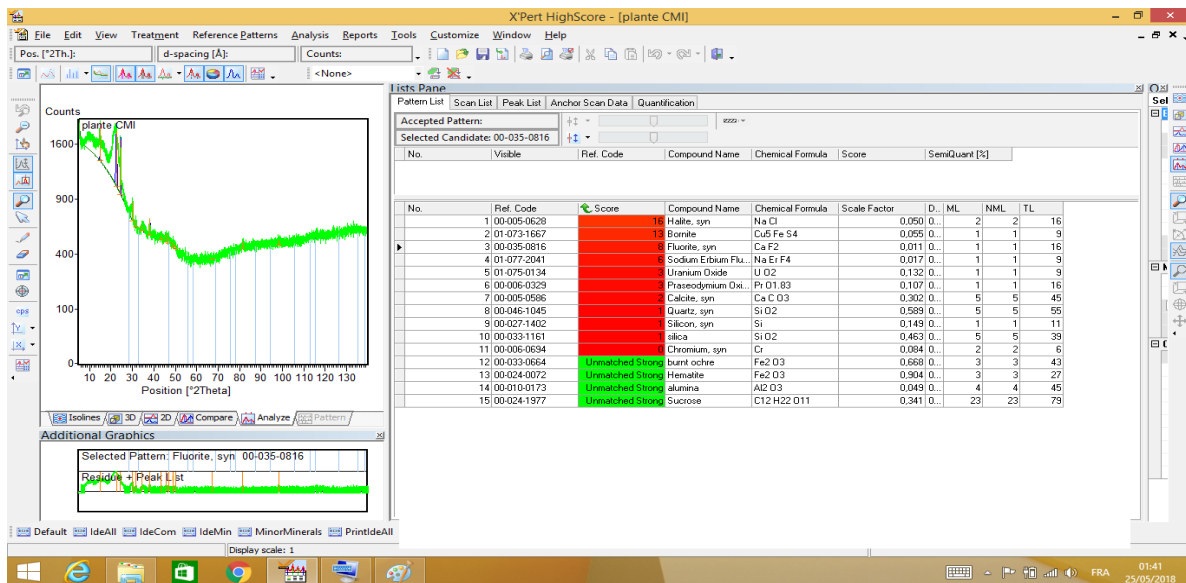


Figure 3.8. Analyse des résultats de DRX par le logiciel X'pert highscors.

3.6 Morphologie sous microscope de la section des fibres

Généralement la morphologie des bio-fibres contiennent des lumens sous forme d'espace évidé répartie à l'intérieur de la section transversale brute de la fibre. Bien que la section transversale de la fibre d'artichaut présente une forme polygonale, et l'épaisseur de la fibre varie quelque peu le long du prolongement. Cependant, la surface de section transversale effective et nécessaire pour convertir les charges appliquées à des contraintes, est déterminée en choisissant au droit de la section à la rupture après que le test à la traction soit effectué pour chaque fibre. Après agrandissement de la section de la rupture, on peut observer sous un microscope, la présence de lumens (Figure 3.10-A). on propose une nouvelle démarche originale en faisant remarquer que par l'écrasement de la section, on peut diminuer l'existence des vides inhérent au lumens et réduire ainsi la section nette, par rapport à celle de la section brute totale du matériau (Figure 3-10-B).

L'agrandissement de la fibre et cela que quel que soit le type de typha -A (Figure 3.11) ou B (Figure 3.12) montre une variation relativement plus moins faible du diamètre. Cela est constaté en effectuant la mesure suivant une longueur de 10 mm. On constate alors que le diamètre moyen varie suivant les limites bornées de 97.52µm à 117.73 µm pour le cas de type A, et les limites bornées entre 25.34 µm à 54.63 µm pour le cas de type B.

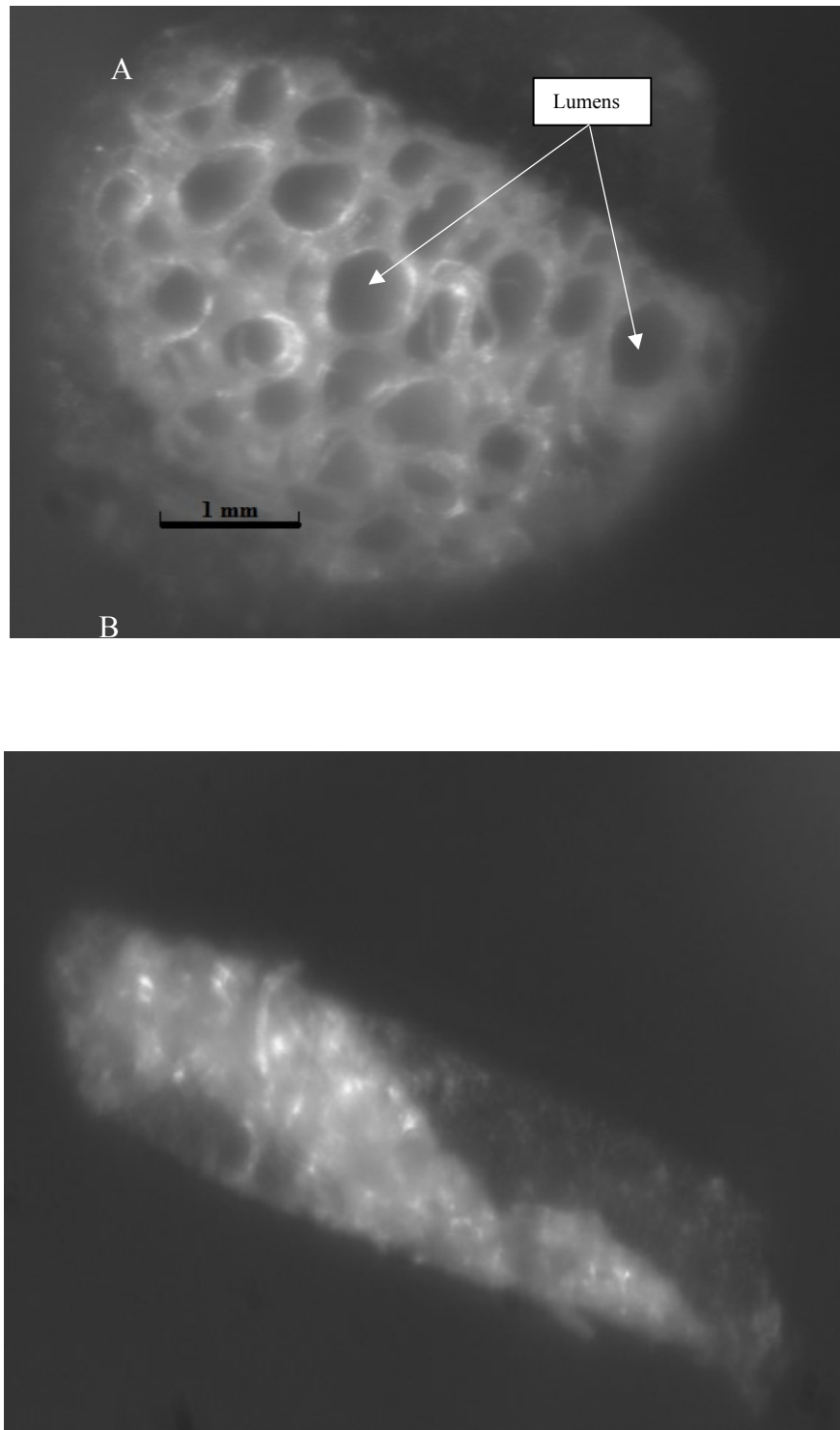


Figure 3.9. Section de la rupture de fibre *Cynara cardunculus* L (A) avant l'écrasement, (B) après l'écrasement

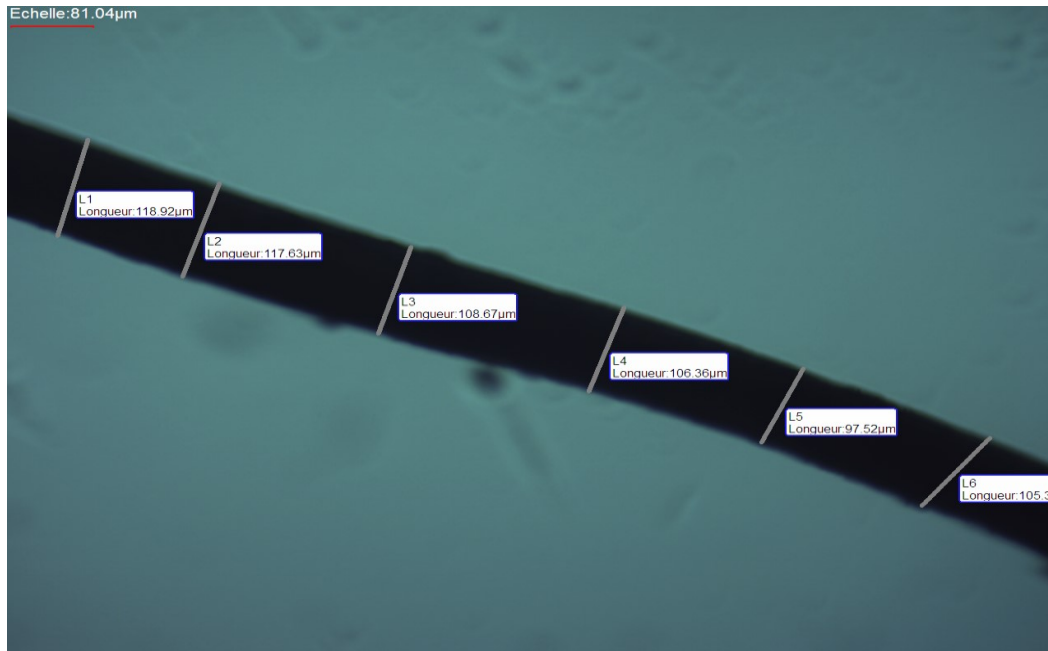


Figure 3.10. Mesure microscopique du diamètre de fibre de typha de type A agrandis à X100.

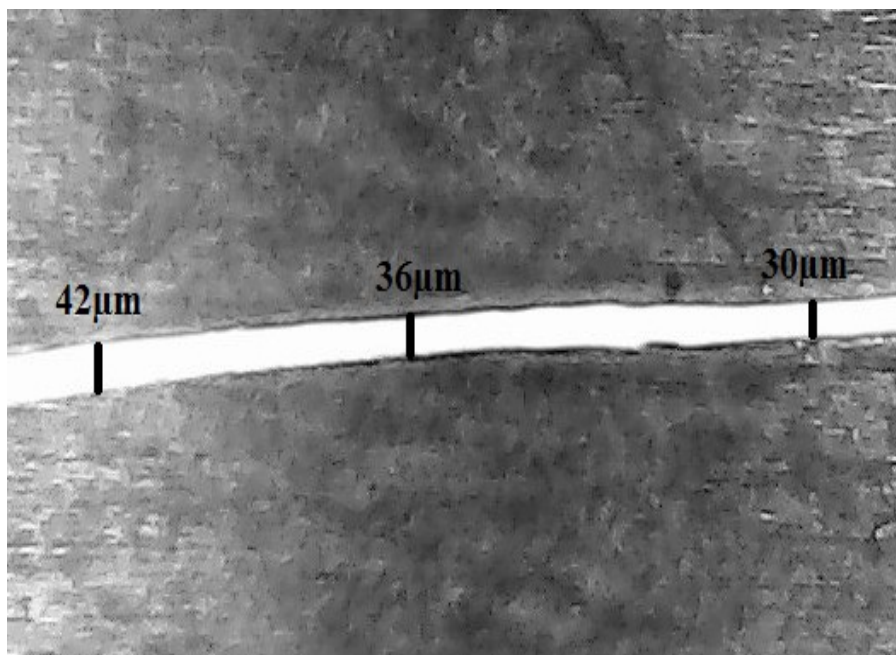


Figure 3.11. Mesure microscopique du diamètre de fibre de typha de type B agrandis à X100.

La figure 3.12 représente la variation du diamètre de la fibre *Typha latifolia* type B en fonction de temps d'immersion dans l'eau distillée. Au cours, des premiers quatre heures on prend la mesure par séquence temporelle de dix minutes. Pendant la cinquième et sixième heure, on mesure le diamètre par séquence temporelle de chaque 20 minute, et cela au droit d'un même point. On étudie la courbe de l'évolution du diamètre de typha type B à un point

fixé d'avance et choisie de manière arbitraire. On observe alors au début, la tendance de la pente, qui au démarrage de l'absorption d'eaux distillé est faible. Cependant après une durée de 30 minutes, on remarque une forte augmentation de la pente. En effet, le diamètre de la fibre augmente rapidement par échéance de 37 μm /heure. Ensuite la fibre amorce à la longue, un gonflement progressif relativement faible jusqu'à la 4^{ème} heures puis atteint sa limite relative de stabilisation avec un tendance d'augmentation de diamètre très faible allant de 1 à 3 μm par heure. On peut conclure que la trempe de la fibre typha latifolia type B immergée dans de l'eau distillée, présente une propriété de forte absorption qui donne lieu à une augmentation de diamètres très importante.

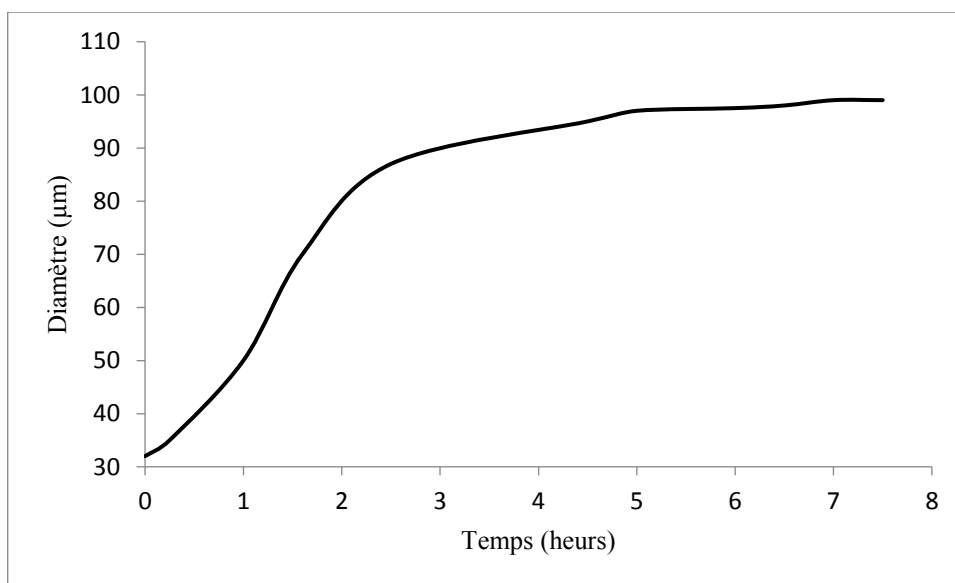


Figure 3.12. Variation du diamètre de la fibre typha latifolia type B pendant le temps de trempe.

3.7 Mesures de la densité des deux modèles de fibre d'artichaut et de typha latifolia

La masse volumique réelle des fibres de feuilles de l'artichaut est mesurée et obtenue d'une part égale à 1,000 g/cm^3 pour le *Cynara carduncul L*, et d'autre part, d'environ $0.895 \pm 0.05 \text{ g}/\text{cm}^3$ pour le typha latifolia. Les deux mesures de la masse volumique sont effectuées d'après la procédure courante du pycnomètre. En se basant sur la mesure de cinq échantillons par type de fibre considérée à la température ambiante de 24°C. Au début L'Acétone caractérisé par sa densité qui est égale à $0.875 \text{ g}/\text{cm}^3$ est versé dans un pycnomètre, et utilisée comme un solvant non polaire. Pour une première étape l'ensemble du contenant est pesé sur une balance électronique. En deuxième étape on mesure le poids de la fibre. Et enfin en dernière étape on effectue une troisième pesée du tout constitué du

pycnomètre remplie d'acétone y compris la présence de la fibre. En observant la différence entre la troisième et première pesée, on obtient alors la pesée nette de la fibre qui permet de déduire la masse volumique apparente des fibres.

Ce résultat est très intéressant comparé par rapport à d'autres type de fibres au si bien naturelle que synthétique. A titre d'exemple et indicatif, on peut citer, d'une part pour les fibres naturelles, la densité de la fibre de sisal qui est égale à $1,2 \text{ g/cm}^3$ [199]. D'autre part, pour les fibres synthétiques, la masse volumique de la fibre de verre qui est évaluée à $2,4 \text{ g/cm}^3$ [200]. On peut envisager alors, dans le cas où l'on s'intéresse à l'économie de masse pour la conception de structure robuste allier a une légèreté économique telle que fournie par l'artichaut ($1,00 \text{ gr/cm}^3$), que l'utilisation des fibres d'Artichaut permet avec succès d'atteindre cet objectif. Cela est mis en évidence par simple constatation en comparant la quantité de matière sur un volume unitaire d'un m^3 , on économise une quantité en poids égal à 350 Kg de fibres de sisal, et une quantité en poids égal à 1550 kg de fibres de verre.

3.8 Résultats de DRX de fibre typha latifolia

On a obtenu par essai expérimentale, les résultats concernant la nature constitutive des composantes en se basant sur l'utilisation de la méthode de diffraction des rayons X (DRX) disponible au sein de l'université des frères Mentouri (umc). Une quantité de typha en poudre broyée est obtenue, puis soumise à l'analyse au DRX. On observe la signature du spectre relié à la nature des constituants inhérent à la fibre de typha, et présenté sous forme d'un diagramme.

A l'aide de logiciel X'pert high score on procède à l'identification des constituants résumés dans le tableau 3.1.

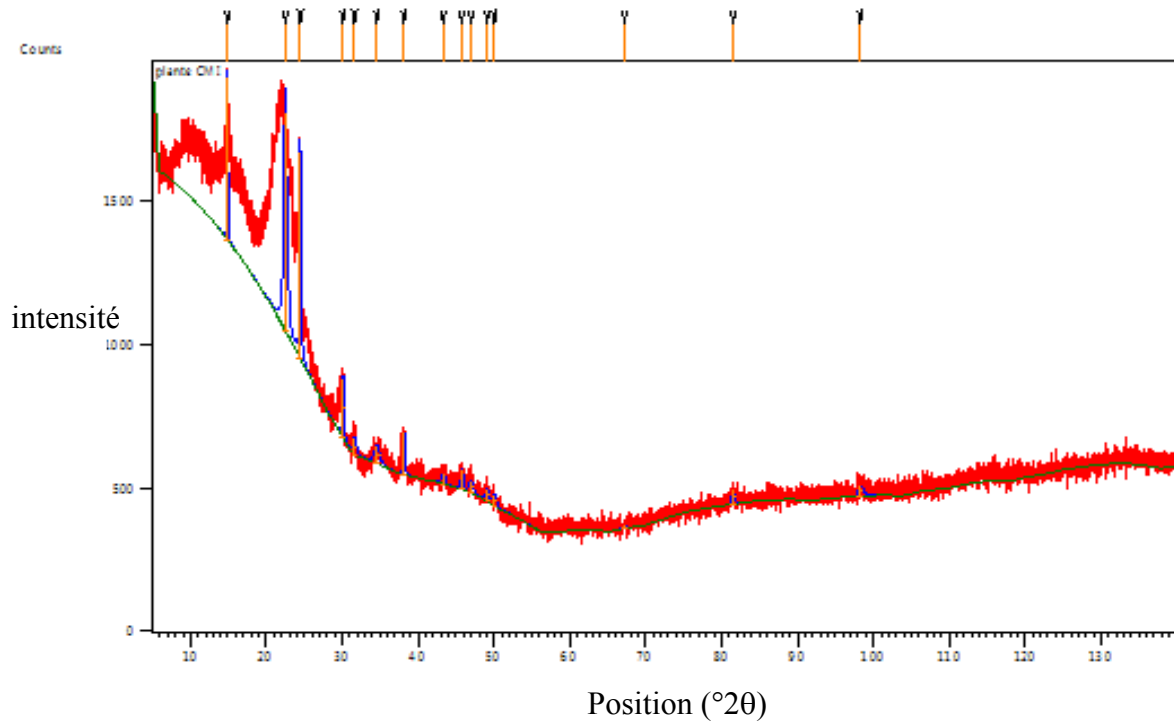


Figure 3.13. Diagramme obtenu par le DRX.

Tableau 3.1. Résultats RDX sur la poudre fibres de typha

Numéro	Score	Nom de composant	Formule chimique	Facteur d'échelle
1	16	Chlorure de sodium	Na Cl	0,050
2	13	Bornite	Cu ₅ Fe S ₄	0,055
3	8	Fluorure de calcium	CaF ₂	0,011
4	6	Fluorure d'erbium sodique	Na Er F ₄	0,017
6	3	Oxyde de Praséodyme	Pr O _{1.83}	0,107
7	2	Calcite	Ca C O ₃	0,302
8	1	Quartz	Si O ₂	0,589
9	1	Silicium	Si	0,149
10	1	Dioxyde de silicium	Si O ₂	0,463
11	0	Chrome	Cr	0,084
12	Fort inégalé	Alumine	Al ₂ O ₃	0,049
13	Fort inégalé	Saccharose	C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁	0,341
14	Fort inégalé	Ocre brûlé	Fe ₂ O ₃	0,668
15	Fort inégalé	Hématite	Fe ₂ O ₃	0,904

3.8.1 Discussion et analyse des résultats DRX de fibre typha latifolia

Ces composants en générale possèdent des propriétés physiques et chimiques remarquables et très variés. Prenons par exemple l'hématite qui se trouve dans les fibres en grande quantité et de la bornite qui se trouve en quantité moins grande, ces deux composants chimiques sont connus par leurs propriétés qui permettent de contribuer de par leurs présences à fournir une bonne rigidité et une excellente performance à la solidité [201]. D'un autre coté l'alumine qui se trouve aussi en grande quantité est fameux pour sa conductivité thermique élevé[201], pouvant assumé ainsi, les milieux à haute température. Le chrome qui se trouve en petite quantité a un faible coefficient de dilatation thermique. Le silicium assure une faible dépendance des propriétés mécaniques (viscosité...) avec la température[202]. La présence du quartz et uranium même en petites quantités aide à augmenter la conductivité thermique et constitue un élément démineur de la radioactivité des fibres[202].

L'existence de ces composants dans la fibre de typha explique et confirme ça sa grande résistance aux chaleurs températures élevées, sa rigidité excellente ainsi que d'autre propriétés physiques et chimiques.

3.9 Conclusion

La taille irrégulière du lumen, et du diamètre de la fibre selon la longueur sont des caractéristiques d'identification du *Cynara cardunculus* L et s'identifie par analogie aux fibres de sisal. La section transversale du *C. cardunculus* ressemble à du céleri coupé tout en évoluant en longueur avec une configuration géométrique en torsion dans le sens antihoraire.

La plante Typha Latifolia est une plante rhyzomateuse aquatique qu'on trouve au nord-est de l'Algérie. Ses fibres sont connues de par leur excellente rigidité et leur robustesse remarquable. Afin d'expliquer les propriétés chimiques et physiques exceptionnelle de ces fibres, on a étudié leurs morphologies et leurs composants chimiques.

Chapitre 4

Caractérisation mécanique des biofibres ((C.cardunculus L et Typha latifolia))

Chapitre 4

Caractérisation mécanique des bio-fibres (*Cynara cardunculus* L et *Typha latifolia*)

4.1 Introduction

Les fibres naturelles sont la question la plus courante dans le renforcement des matériaux composite et dans les textiles. Leur grand intérêt d'utilisation dans de nombreux secteurs industriels et commerciaux, en vue de la fabrication de nouveau matériau avec fibres naturelles, a fait beaucoup attirer et motiver l'attention des chercheurs scientifiques. Ces derniers se sont penchés fortement sur ce domaine si fertile, et à vocations tant technologique qu'industrielle. Pour permettre leurs exploitations beaucoup d'initiatives sont nécessaire afin d'obtenir les connaissances scientifiques indispensable, concernant leurs comportements physiques, chimiques et mécaniques. Dans le contexte de ce chapitre et afin d'atteindre l'objectif souhaité, ce travail est élaboré avec l'espoir d'apporter des éléments de réponses. La méthode d'investigation consiste à utiliser les méthodes expérimentales de caractérisation des propriétés mécaniques des fibres de feuilles de la massette (*Typha Latifolia*) et, de l'Artichaut (*Cynara cardunculus* L).

4.2 Matériaux et méthodes

Au sein du laboratoire photomécanique et mécanique expérimentale de l'université de Poitiers, les essais mécaniques nécessaires de traction des bio-fibres de l'Artichaut (*Cynara cardunculus* L ont été effectués sur une machine universelle (traction, flexion, compression, ...) selon la norme ASTM C 1557 – 03 Cette norme contient un protocole qui couvre les opérations de préparation, de montage et les tests de fibres individuelles, nécessaire, pour la détermination de la résistance à la traction, ainsi que du module de Young. La procédure d'essai contient les étapes suivantes :

- ❖ Tous les essais sont quasi-statiques (déplacement contrôlé avec une vitesse de traverse de 1 mm / min), et ont été effectués dans les conditions ambiantes.
- ❖ Une cellule de 5 KN de charge a été appliquée pour tous les échantillons de fibres. La courbe de charge-déplacement a été enregistrée pendant l'essai.
- ❖ La surface en coupe transversale a été évaluée à l'aide d'un microscope optique à cinq endroits différents le long de chaque longueur de l'échantillon.

400 éprouvettes d'essai de diamètres en bio-fibres d'artichaut variant de 200 μ m à 400 μ m sont étudiées et éprouvées.

La traction des fibres de typha latifolia se fait à l'aide d'une machine d'essai universelle électromécanique au sein de l'école de polytechnique au laboratoire de génie mécanique.

L'expérimentation a été exécutée à une vitesse de 1 mm/s sur deux types de fibres :

- Les fibres de types A de 3cm de longueur et de 97 à 120 μ m de diamètre.
- Les fibres de type B de 3cm de longueur et de 25 à 45 μ m de diamètre.

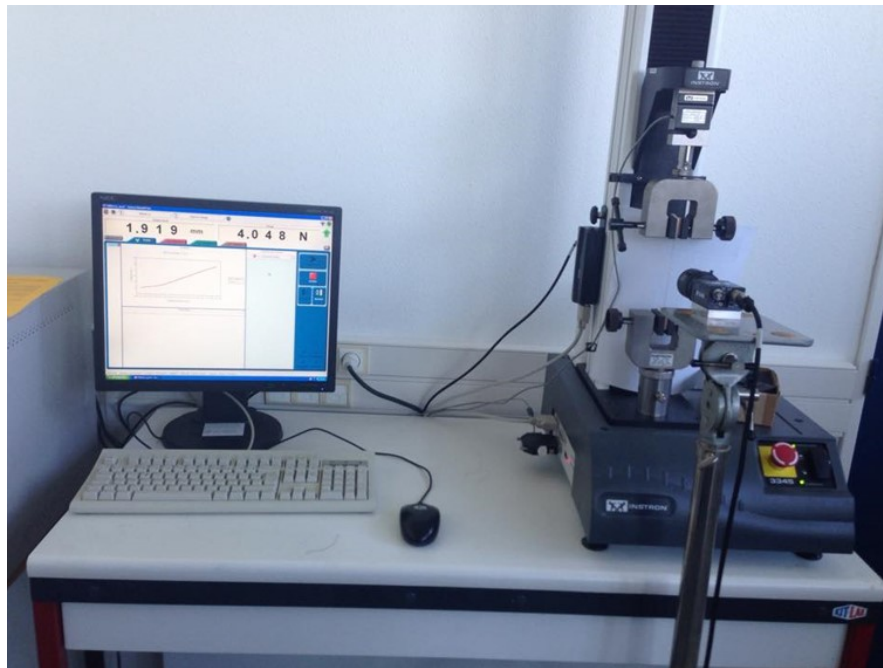


Figure 4.1. Machine de traction de capacité 5 KN (Institut Pprime Poitiers 'France').

4.3 Résultats et discussion

4.3.1 Fibres typha latifolia (Type A et B)

Au cours de notre expérimentation on a observé deux comportements différents des fibres, que l'on résume en effectuant un test a la traction et en se basant sur le critère limite de la capacité portante en traction. Cela permet de les distinguer sous forme d'un catalogue résumant deux types d'identification, notamment, les fibres type B (capacité maximale 5.56 N) et les fibres type A (capacité maximale 3.92 N)

4.3.1.1 Essai quasi-statique en traction (fibre de typha type B)

La figure 4.2 ci-dessous montre que la force maximale des fibres de type B atteint une valeur de 3 à 5.6 N. Cela signifie que ces fibres peuvent porter en terme quantitative une masse pouvant atteindre 500 grammes en accusant un allongement maximal de 2,0 mm. Ce type des fibres peut fournir en moyenne (*fibre couleur violet*) une énergie de travail égale à 5.03 N.mm.

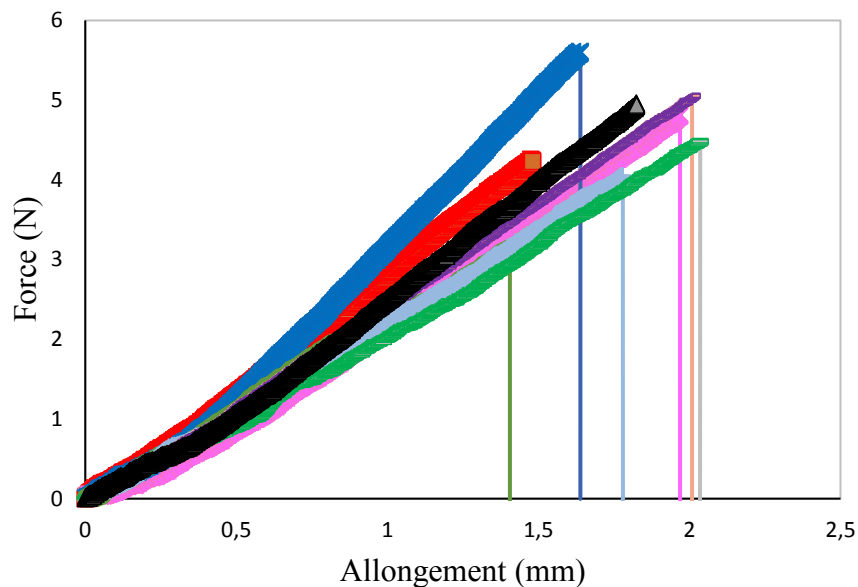


Figure 4.2. Courbes de traction (Force/allongement) des fibres de type B

4.3.1.2 Essai quasi-statique en traction (fibre de typha type A)

Les essais en traction effectués sur le modèle de fibres de type A donnent lieu à un seuil limite pouvant atteindre une valeur maximale de 3.15 N (Figure 4.3). Cela signifie que ces fibres peuvent porter une quantité en termes de masse qui dépasse les 300 grammes tout en accusant un allongement d'une valeur de 0.52 (mm). Cette catégorie de fibre (type A), présentent en générale la même allure dans leur ensemble. Cependant, on remarque par

comparaison aux essais sur catégorie des fibres type B, un comportement relativement faible en termes de capacité et de déplacement. A titre indicatif on peut évaluer d'après la figure courbe de comportement (figure 4.3) l'énergie de travail qui est égale à 1.98 N.mm.

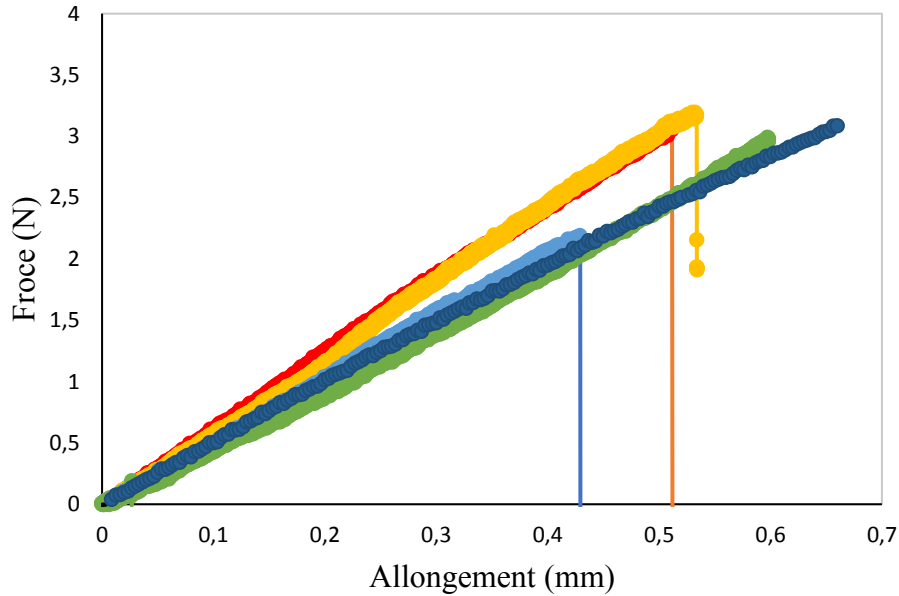


Figure 4.3. Courbe de traction (Force/Déplacement) des fibres de type A.

4.3.2 Fibres *Cynara cardunculus* L

La figure 4.4 présente des courbes comparatives de comportement contrainte-déformation de traction des fibres d'artichaut (*Cynara cardunculus* L). l'ensemble des fibres sont utilisées naturellement sans subir de traitement que ce soit d'ordre chimique ou physique. Si on se limite uniquement aux environs des deux courbes enveloppe supérieure et inférieure on fait les constatations suivantes : d'une part, La fibre 11 atteint à une contrainte de rupture égale à 30.0 MPa avec une déformation correspondante égale 4 %, et d'autre part, la fibre 35 qui donne une contrainte à la rupture de 75 MPa correspondant à une déformation égale à 1,4 %. Cette diversité peut être justifiée en considérant la fidélité relative de la démarche technique, reliée à un certain nombre de facteurs dépendant des conditions de test, ainsi que des caractéristiques intrinsèques inhérentes aux échantillons de plantes et de leurs mesures. En ce qui concerne les caractéristiques des plantes, les facteurs qui influent sur le comportement mécanique sont à la source, le site d'implantation et de prélèvement de la plante, de son évolution d'âge, du procédé d'extraction de la fibre, ainsi que de la présence de défauts.

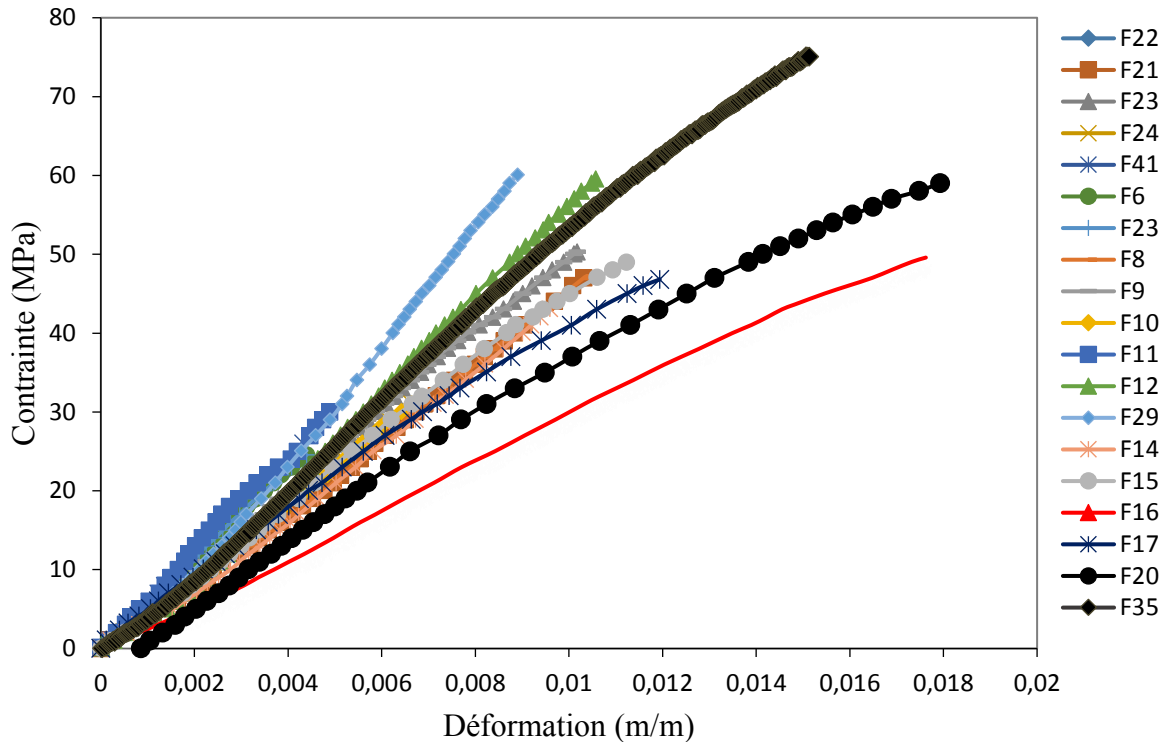


Figure 4.4. Courbes contrainte/déformation de traction des fibres *Cynara cardunculus* L.

Les renforts de la feuille d'artichaut comme la plupart des fibres naturelles, présentent une variabilité importante dans leurs propriétés mécaniques en traction. D'après la figure 4.5 on trouve que la contrainte à la rupture ne dépend pas de la croissance ou de la décroissance de la section. Par conséquent, au point de rupture, la section/contrainte (mm^2/MPa) est égale 0.113/79,5, 0.06/46.95 et 0.2/32. De façon similaire, l'augmentation du module de Young ne dépend pas de l'augmentation de la section (Figure 4.6). Cette variabilité peut être expliquée par la distribution des défauts dans la fibre ou sur sa surface. De légères différences de microstructure associées aux différents types de fibres pourraient également se traduire par une certaine hétérogénéité. Il est possible d'utiliser l'application de la statistique Weibull pour décrire la distribution statistique des propriétés qui ont été utilisées par plusieurs auteurs pour quantifier le degré de variabilité dans les fibres naturelles.

Il est clairement visible aussi que les fibres présentent un comportement fragile. Cependant, les résultats de l'essai de traction sur filament unique de petites fibres naturelles fragiles sont difficiles à analyser en raison de la grande dispersion observée dans la figure 4.7.

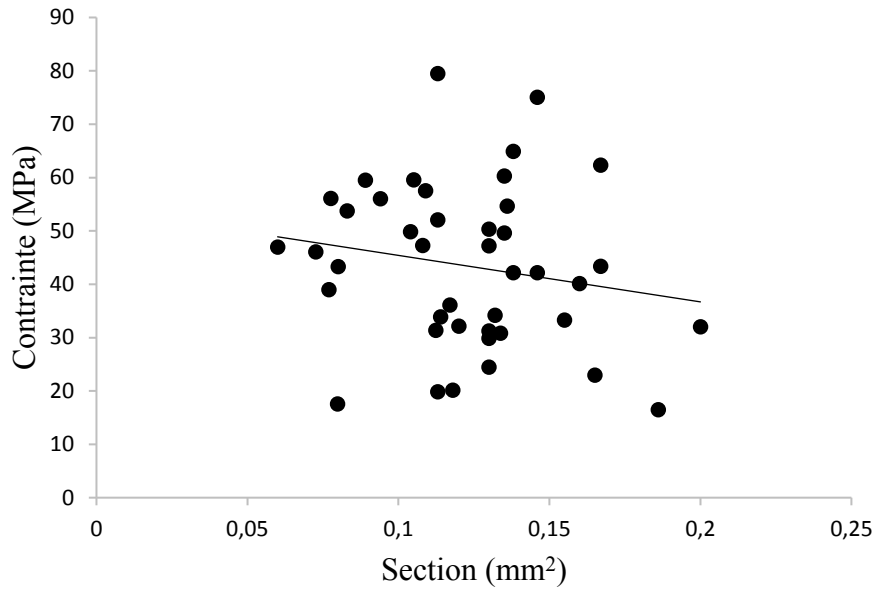


Figure 4.5. La variation des contraintes à la rupture en fonction de ses sections.

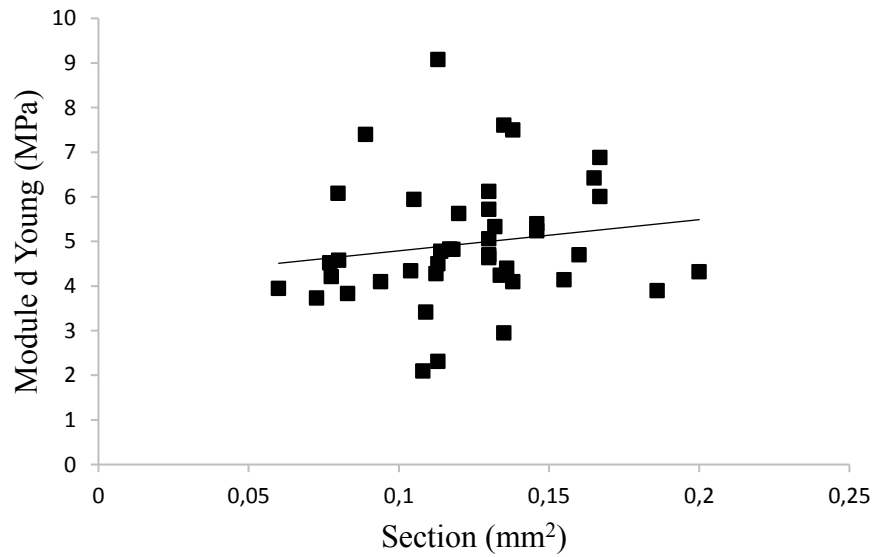


Figure 4.6. La variation des modules d'Young en fonction de la section.

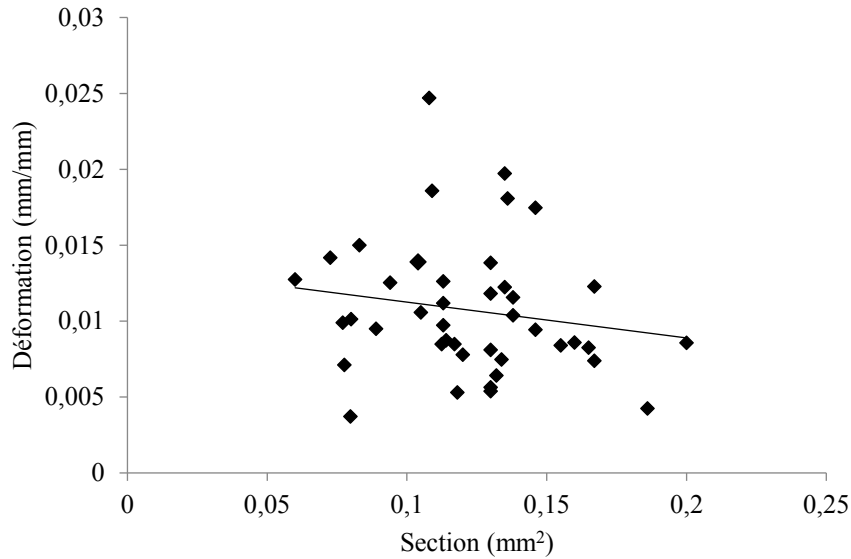


Figure 4.7. La variation de l’allongement en fonction de la section.

4.4 Méthode de calcul de comportement mécanique de la fibre en traction

Le tableau 4.1 résume les résultats des essais quasi-statiques de traction des fibres de l’artichaut. On sélectionne arbitrairement parmi le lot de fibre constitué d’une quarantaine d’essais une calotte de dix échantillons qui se distinguent par leurs grands écarts vis-à-vis de leurs masses et de leurs dimensions. Par simplification des relations (4.1), (4.2) et (4.3) on détermine l’expression analytique du module d’élasticité qui s’exprime en fonction des grandeurs de la masse et de la déformation longitudinale (relation 4.4)

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (4.1)$$

$$\sigma = E\varepsilon \quad ; \quad \varepsilon = \frac{\Delta L}{L} \quad (4.2)$$

$$\rho = \frac{m}{V} \Rightarrow V = \frac{m}{\rho} \quad (4.3)$$

$$E = \frac{\rho FL^2}{\Delta L.m} \quad (4.4)$$

D’après la lecture des résultats présentés dans le tableau 4.1 on trouve que le module le Young et la contrainte calculés par la méthode énergétique, sont plus proche avec les résultats obtenus par essais d’après le modèle de fibre qui se distingue par la section de type écrasée. Afin de trancher concernant la différence des résultats et la marge de confiance correspondante, on fait recours à la méthode statistique basée sur la variance ANOVA.

Tableau 4.1. Condition et résultats de quelques essais

Vitesse d'essai 1 mm/min											
Longueur d'échantillons 100±0.1 mm											
Ech N°	Module d'élasticité			Sections (mm ²)		M (mg)	ΔL (mm)	F (N)	σ (section) (MPa)		σ_{En}
	$E = \rho FL^2 / (\Delta L \cdot m)$			S _{Après}	S _{Avant}				$\sigma_{Après}$	σ_{Avant}	
	E(Énergé)	E(section)									
		E(Après)	E(Avant)								
15	5,242	5,953	2,184	0,135	0,348	14,5	1,05	8,03	59,53	23,09	55,42
32	3,899	2,742	2,427	0,195	0,257	16	0,85	5,34	27,42	20,80	33,41
37	4,395	3,481	3,536	0,258	0,261	21	0,97	8,98	34,81	34,40	42,76
32	3,899	3,201	1,242	0,167	0,502	16	0,85	5,34	32,01	10,65	33,41
39	2,153	3,544	1,014	0,138	0,382	18	1,26	4,89	35,44	12,80	27,17
34	4,045	5,808	2,726	0,146	0,178	12	1,74	8,48	58,08	47,64	70,66
33	3,739	4,980	1,982	0,146	0,264	14	1,38	7,27	49,80	27,54	51,93
17	3,790	4,821	2,642	0,112	0,251	17,5	0,81	5,4	48,21	21,51	30,85
31	3,528	3,402	3,881	0,199	0,2	22	0,87	6,77	34,02	33,85	30,77
25	4,074	4,643	2,053	0,116	0,258	13	1,01	5,38	46,43	20,87	41,43
36	3,609	3,536	2,013	0,179	0,251	14	1,25	6,33	35,36	25,22	45,22

4.5 Effet de conditions de stocke sur le comportement mécanique de fibre

Les propriétés mécaniques de traction (charge, allongement à la rupture) ont été réalisées sur au moins 200 modèles de fils d'artichaut étudiée dans le temps et par échéance de distribution, sur des durées de stockage, allant respectivement, de 6 mois, puis 12 mois, et enfin 18 mois. Pendant, le premier mois, on a fait des essais sur un lot d'une trentaine de fils d'essais considérés comme matière de référence. Pui pendant chaque autre échéance, les mêmes essais sont repris après respectivement douze et dix-huit mois sur un même type de lot de trente autres fils puisés du stock de fibre et soumis à des essais de traction selon la norme ASTM C1557 – 14. Tous les tests ont été menés à l'aide de la machine d'essai Zwick Roell avec une cellule de charge de 5 KN équipée avec des morts d'extrémités pour la fixation des modèles d'essais sous forme de poignées mécaniques. Les essais de traction quasi-statiques ont été réalisés à une vitesse constante de 1 mm/min avec une température ambiante de 24 °C et d'humidité relative à 45%. Les résultats ciblés après sélection sont exposés sur la figure 4.8, et sont présentés sur un graphe dont les points dépendent des coordonnées en force de rupture à l'ordonnée et de l'allongement a la rupture en abscisse.

On observe en générale une distribution chaotique des points d'essais qui reste difficile pour l'interprétation. En effet, la lecture verticale du nuage des points d'essais concernant les forces de rupture est opaque et difficile à interpréter. Bien que, la lecture horizontale en abscisse des coordonnées de déplacements peut s'interpréter plus facilement comme on peut l'observer par rapport à la différence remarquable des points d'essais appartenant aux différentes échéances. Cela est en effet possible, pour dégager une première impression qu'on peut constater du fait que le stockage de fibres livrées à la merci des saisons sous des conditions atmosphériques variées fait diminuer l'allongement relatif. Cela peut aussi, s'interpréter en faisant remarquer d'après un premier avis que la pente d'ajustement du nuage des points d'essais prélevée à 18 mois se distingue par ses extrêmes dominant par comparaison aux cas des autres modèles d'échéance, et s'interprète par l'influence du stockage sur l'augmentation de la fragilité des fibres. Maintenant afin de définir une lecture globale et plus concluant concernant le graphe des résultats d'essais, on fait appelle à une étude de probabilité et statistique qui sera exposée au chapitre 5 suivant.

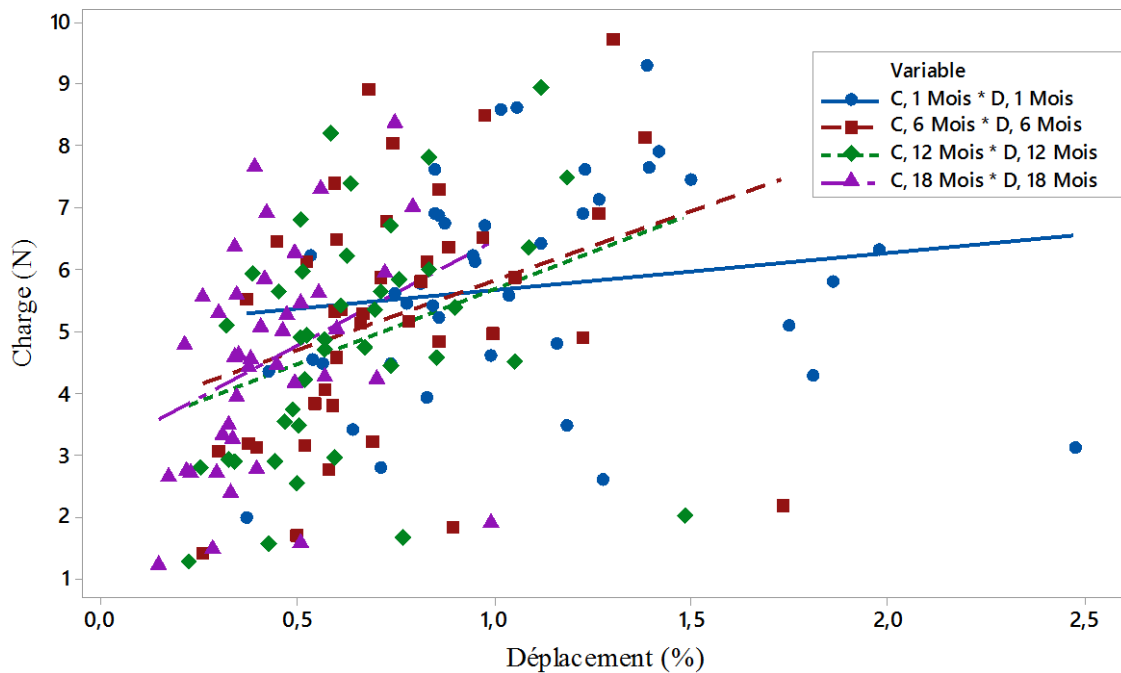


Figure 4.8. Effet des conditions atmosphérique de stockage sur le comportement mécanique de fibre de *Cynara cardunculus* L.

Les fibres d'Artichaut caractérisés d'un point de vue du comportement mécanique s'alignent très raisonnablement avec les travaux antérieurs (pour d'autre type de plantes) de

notoriété établies et exposés dans la littérature. Le tableau 4.2 montre les caractéristiques mécaniques de différentes fibres biosourcées (à base des plantes).

Tableau 4.2. Comportement mécanique des différents types de bio-fibres à base des plantes

Fibres	σ (MPa)	E (MPa)	ε (%)	Densités	Réf
Abaca	400	12	3–10	1.5	[194]
Bagasse	290	17	–	1.25	[195]
Bamboo	140–230	11–17	–	0.6–1.1	[195]
Flax	345–1035	27.6	2.7–3.2	1.5	[193]
Hemp	690	70	1.6	1.48	[195]
Jute	393–773	26.5	1.5–1.8	1.3	[74]
Kenaf	930	53	1.6	–	[112]
Sisal	511–635	9.4–22	2.0–2.5	1.5	[193]
Ramie	560	24.5	2.5	1.5	[204]
Pineapple	400–627	1.44	14.5	0.8–1.6	[205]
Coir	175	4–6	30	1.2	[206]
Curaua	500–1150	11.8	3.7–4.3	1.4	[28]
C. cardunculus L (feuille)	40-60	2.1-6.3	3	1.000	[Présent]

4.6 Conclusion

A la fin de ce chapitre on peut confirmer que les fibres (typha latifolia avec leurs types A et B, ainsi que pour le cas du Cynara cardunculus L) offrent un grand potentiel et des capacités fabuleuses pour leurs exploitations en tant que renfort dévoué à la fabrication de certains matériaux à vocation industriel. On a remarqué par exemple que les deux types de fibres de typha A et B peuvent supporter des forces appréciables et intéressantes comparées relativement à leur longueur et diamètre, ceci motive leur utilisation en tant que matière première à titre indicatif pour le tissage textile.

On a remarqué aussi, l'influence progressive du stockage sur les propriétés mécaniques, à partir de nombreux essais élaborés sur des modèles de fibre d'artichaut. Ces modèles sont considérés par lot de trente fibres, d'après des échéances d'essais, effectuées et répartie sur des durées suivant 6, 12, et 18 mois respectivement. Le graphe de comportement charge/allongement en traction met clairement en évidence l'influence du

stockage sur les propriétés mécaniques des fibres de l'artichaut (*Cynara cardunculus* L). En effet, le nuage des points d'essais entremêlés de façon chaotique au début de la première et deuxième échéance, devient de plus en plus dense à longue durée en aboutissant à une forme de convergence des résultats surtout pendant la troisième échéance d'essai de 18 mois de stockage. Dans le cas de cette dernière échéance on constate une zone à forte concentration des points d'essais caractérisé par des faibles allongements et des seuils de résistance élevés. Finalement, pour un début, on peut se prononcer concernant une interprétation générale des résultats et donner une lecture d'appréciation concernant le comportement mécanique des fibres et de leurs propriétés intrinsèques qui sont caractérisés en tenant compte, des durées de stockage et de l'effet de l'environnement. Cependant, pour une lecture plus formelle des résultats, cela nécessite, des études statistiques qui seront envisagées dans le cadre du chapitre 5.

Chapitre 5

Analyse Probabilité et Statistique

Chapitre 5

Analyse au Probabilités et Statistiques

5.1 Introduction

Le processus de jugement scientifique des résultats de nos expérimentations mécaniques est très difficile. Pour parer à cette difficulté, on fait recours à des méthodes statistiques pour analyser les données du processus des résultats chaotiques obtenues. Ensuite, observer les explications nécessaires, afin de mieux comprendre la nature des changements pouvant être apportés dans l'amélioration de la qualité des produits.

5.2 Analyse Statistique (Probabilité Weibull) pour la fibre *Cynara cardunculus L*

La diversité des caractéristiques mécaniques due aux essais quasi-statique, nécessite, l'utilisation d'approches statistiques, pour évaluer le niveau de confiance des résultats, et de la fidélité des propriétés mécaniques obtenues, cela en utilisant la fonction de distribution de Weibull.

$$P(x) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{x}{N} \right)^\beta \right] \quad (5.1)$$

Les propriétés de traction des fibres ont été analysées statistiquement en utilisant la fonction de distribution de Weibull (5.1) basée sur deux paramètres, respectivement de position N et de distribution β .

En simplifiant et en réarrangeant l'équation (5.1), on obtient l'expression suivante :

$$\ln \left(\ln \left(\frac{1}{1-p} \right) \right) = \ln(x) \quad (5.2)$$

Graphiquement, si on adopte la désignation Y en fonction de X , en posant respectivement :

$$Y = \ln \left(\ln \left(\frac{1}{1-p} \right) \right) \quad \text{et} \quad X = \ln(x) \quad (5.3)$$

Dans ce travail, le paramètre x constitue la donnée principale d'analyse. Ce paramètre est défini pour représenter la tendance d'une part, du modèle de comportement de la variation de la contrainte, et d'autre part, du modèle de comportement de la variation du module de Young.

La probabilité cumulée de défaillance P de la fibre peut être appréciée, d'après plusieurs modèles d'estimation dont on choisit quelques-uns, notamment, les estimateurs suivants : de Median Rank (Benard $P_i = \frac{i-0.3}{n+0.4}$), celui de Mean Rank (Herd-Johnson $P_i = \frac{i}{n+1}$), ainsi que celui de Modifié-Kaplan-Meier (Hazen $P_i = \frac{i-0.5}{n}$). Dans tous les cas de modèles estimateurs, l'indice i représente le nombre d'essais et n est la totalité des tests entamés.

Les deux figures 5.1 et 5.2 montrent respectivement la distribution Weibull de contrainte à la rupture, ainsi que celle du module de Young de traction des fibres des feuilles d'artichaut. Pour les deux propriétés mécaniques quel que soit le module de Young ou de contrainte en main, on peut définir une approximation raisonnable des données expérimentales.

Le tableau 5.1 montre quatre ensembles de résultats statistiques Weibull générés aléatoirement pour quarante essais. On peut observer que tous les ensembles de données semblent suivre un ajustement, rectiligne raisonnable, bien que, lorsque n diminue, la dispersion des données autour de la ligne augmente. On peut conclure en apparence un fait intéressant concernant l'importance du nombre d'essais nécessaire à la confirmation de la qualité et des degrés de confiance des résultats.

Les quatre estimateurs pour la distribution de contrainte de Weibull offrent des lignes d'ajustement presque identiques ($R^2 = 0.987$). En ce qui concerne la distribution de Weibull de module de Young les quatre estimateurs donnent des valeurs plus ou moins approchées, cependant pour la concordance avec leurs lignes d'ajustement, elles restent sensiblement élevées, avec un coefficient de corrélation R^2 variant de 0,9637 à 0,9712 (Tableau 5.1).

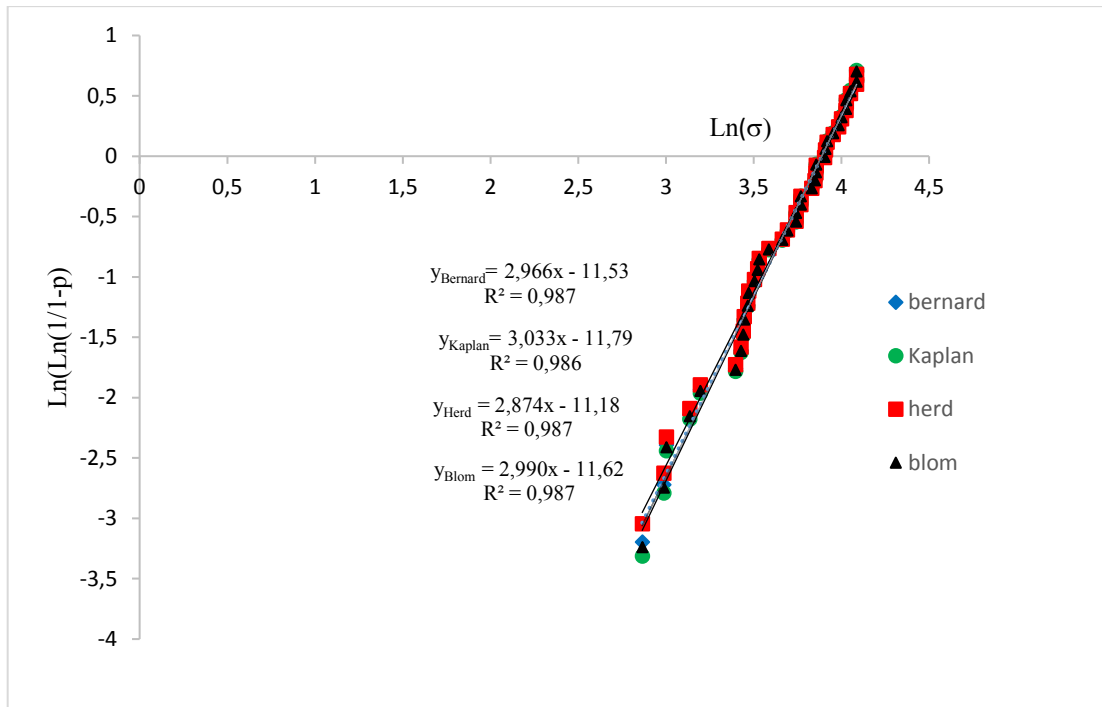


Figure 5.1. Distributions de Weibull de la contrainte pour différents estimateurs.

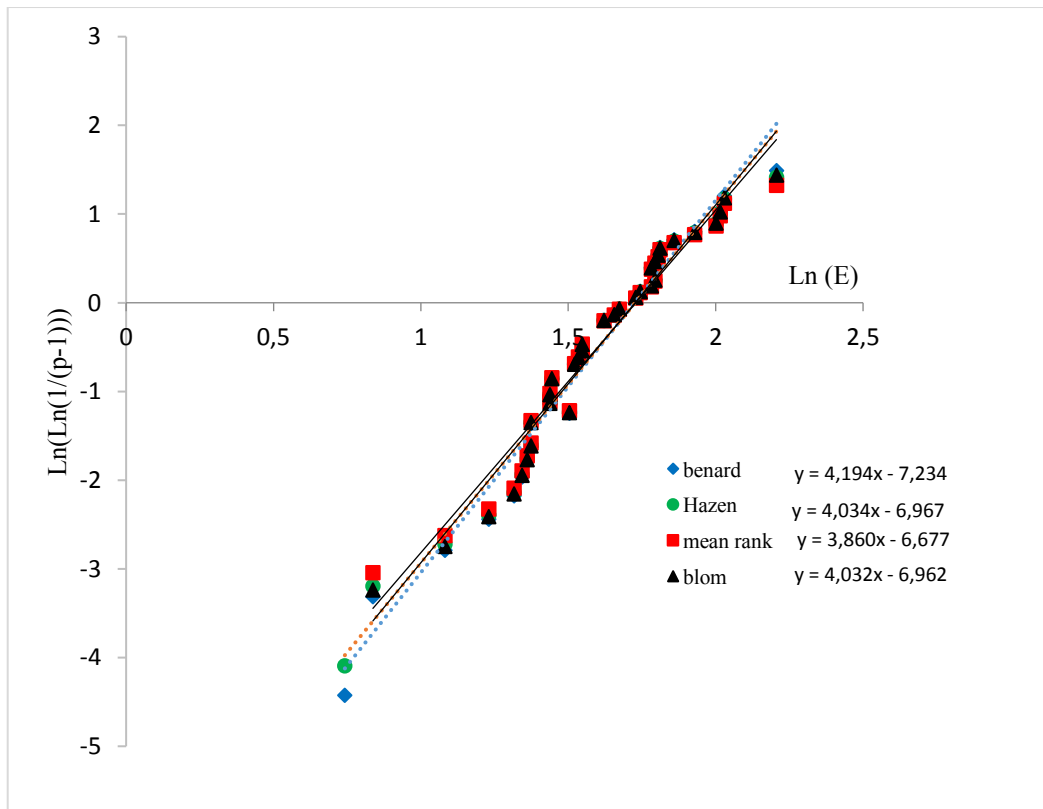


Figure 5.2. Distributions de Weibull du module de Young pour différents estimateurs.

Tableau 5.1. Le module de Young et la contrainte à rupture après le critère de Weibull.

	σ (MPa)	Shape parameter	R^2	E (GPa)	Shape parameter	R^2
<i>Bernard</i>	48,0204409	2,93546422	0,987	5,37967577	4,436	0,9687
<i>Kaplan</i>	48,1451824	3,00861923	0,986	5,36495313	4,618	0,9712
<i>Herd</i>	48,5346563	2,83904562	0,987	5,39801716	4,232	0,9637
<i>Bloom</i>	48,2628911	2,96189591	0,987	5,37460124	4,498	0,9698

5.3 Analyse de variance ANOVA

L'objectif principal de l'utilisation de la méthode d'analyse de la variance (ANOVA) est d'étudier lequel parmi les paramètres d'importance affecte de manière significative le comportement mécanique des fibres de l'artichaut.

La technique fondamentale pour connaître la variance des résultats d'essais consiste à comparais le rapport de la F-valeur (Equation 5.4), avec celui de la F-critique (Equation 5.5). On peut aussi procéder autrement en comparant la P-valeur avec un niveau de signification $\alpha= 0.05$ ($P=1$ -niveau de confiance =0.05).

Définition des paramètres statistiques (ANOVA) :

$$F\text{-valeur} = \frac{VAR_1}{VAR_2} \quad (5.4)$$

$$VAR_1 = \frac{SSBG}{df_1} \text{ et } VAR_2 = \frac{SSWG}{df_2}$$

$$F - \text{critique} = F.INV(\text{level of confidence} = 95\%, df_1, df_2) \quad (5.5)$$

$$P - \text{valeur} = F.DIST.RT(F - \text{value}, df_1, df_2) \quad (5.6)$$

Avec :

Somme des carrés au sein des groupes (Sum of squares within groups)

$$SSWG = \sum SW, SW = SS - \frac{T^2}{n} \quad (5.7)$$

Somme de carré entre les groupes (Sum of square between groups)

$$SSBG = TSS - SSWG \quad (5.8)$$

Somme totale de carrés "Total sum of squares"

$$TSS = \sum SS - \frac{(\sum T)^2}{\sum n} \quad (5.9)$$

Numérateur de degré de liberté (Degree of freedom numerator)

$$df1 = N - 1 \quad (5.10)$$

Dénominateur du degré de liberté (Degree of freedom denominator)

$$df2 = \sum n - N \quad (5.11)$$

N est le nombre de types spécimen

n est le nombre total d'expériences

T c'est la somme des résultats de chaque type de spécimen

5.4 Comparaisons multiples (*théories et tests*)

La méthode d'analyse de variance (ANOVA) peut permettre une option de comparaison d'ordre globale. Cependant, en cas de besoin pour effectuer des comparaisons réciproque varié en plus flexible, et élargie à un nombre plus grand de choix, on fait appel à d'autre options disponibles et fournit par ANOVA.

Pour la comparaison des moyennes, selon Zimmermann (2004), il existe actuellement plus de dix tests, mais les plus courants sont répertoriés à 9 testes énumérés comme suivant : T ou LSD, Tukey ou HSD, Duncan, Student-Newman-Keuls ou SNK, Scheffé et Dunnett[116-207]. Comparativement, chacun d'eux présente des avantages et des inconvénients et peut être utilisé, d'une part, dans les comparaisons effectuées par paires de données de traitements telles que Tukey, Duncan, SNK et LSD, d'autre part, la comparaison entre des groupes de données de traitements d'après Scheffé, LSD et Scott-Knott, ou encore la comparaison pour chacun des données de traitement par rapport à l'un d'entre eux pris comme référence de contrôle, ce qui est pour le cas du test de Dunnett.

Dans la section 5.5 et la section 5.7, on s'intéresse au problème de comparaisons multiples des moyennes $\mu_1, \mu_2 \dots \dots \mu_l$ ou de combinaisons linéaires de ces moyennes. On considère également la construction d'intervalles de confiances simultanés pour un ensemble de différences, ou de combinaisons linéaires de moyennes.

Supposons que toutes les tailles d'échantillons sont égales (i.e. $n_i = n, i = 1 \dots \dots n$). On dit alors que l'expérience est équilibrée. Dans une ANOVA à un facteur, on test d'abord une hypothèse globale d'homogénéité, $H_g^0 : \mu_1 = \mu_2 = \dots \dots = \mu_l$ versus $H1$: il existe pour $i \neq j$ tel que $\mu_i \neq \mu_j$

Souvent, on est également intéressé à comparer toutes les moyennes deux à deux. Les hypothèses nulles sont alors $H_0^{ij} : \mu_i = \mu_j$. Evidemment le test global qui compare toutes les moyennes d'un coup et l'ensemble des tests "locaux" qui comparent les moyennes deux à deux, ne sont pas équivalents. Pour comparer des moyennes deux à deux au seuil α on peut rejeter H_0^{ij} si la statistique t satisfait la relation suivante :

$$t_{obs}^{ij} = \left| \frac{\bar{Y}_i - \bar{Y}_j}{\sqrt{2\hat{\sigma}^2/n}} \right| > t_{I(n-1), \alpha/2} \quad (5.12)$$

Où $2\hat{\sigma}^2 = MSE = SSW / \{I(n-1)\}$. En fait les moyennes \bar{Y}_i et \bar{Y}_j sont déclarées différents si la valeur absolue de leur différence est supérieure au facteur « Least Significant Difference-(LSD) » de Fisher dont $LSD = t_{I(n-1), \alpha/2} \sqrt{\frac{2\hat{\sigma}^2}{n}}$

Des tests de comparaisons multiples (TCM) sont réalisés plusieurs fois appliqués sur la moyenne des conditions expérimentales. Lorsque l'hypothèse nulle est rejetée, des TCM sont effectuées lorsque certaines conditions expérimentales présentent une différence moyenne statistique significative, et aussi lorsqu'il existe un aspect spécifique entre les moyennes du groupe. Un problème survient si le taux d'erreur augmente alors que plusieurs tests d'hypothèse sont exécutés simultanément. Par conséquent, dans un TCM, il est nécessaire de contrôler le taux d'erreur à un niveau approprié. La plupart des chercheurs peuvent espérer trouver le meilleur moyen d'ajuster le taux d'erreur de type I pour discriminer les différences réelles entre les données observées sans gaspiller trop de puissance statistique. Le livre « design and analysis a researcher's handbook (4th edition) » aide les chercheurs à comprendre les différences entre les TCM et à les appliquer de manière appropriée[208].

5.5 ANOVA à un facteur contrôlé : Module d'élasticité E correspondant aux groupes (E(après), E(avant), E(énergie))

On résume les résultats en trois groupes (Tableau 5.2) : le premier groupe étant le coefficient d'élasticité calculé par la méthode énergétique E(énergie), le deuxième groupe le coefficient d'élasticité calculé après écrasement de la section E(après), et enfin, le troisième groupe correspond au coefficient d'élasticité calculé on fonction de la section définie à la rupture avant écrasement E(avant).

Tableau 5.2. Informations sur les facteurs

Facteur	Niveaux	Valeurs
Groupes	3	E(après); E(avant); E(énergie)

Dans ce qui suit, on utilise les résultats du chapitre 4 exposé au tableau 4.1. L'analyse des résultats d'après ANOVA est montrée sous forme de tableau 5.3. L'hypothèse nulle stipule que les valeurs des coefficients d'élasticité moyenne de 3 groupes différentes sont égales. La valeur de p étant inférieure au seuil de signification $\alpha=0.05$, on peut rejeter l'hypothèse nulle et en conclure que certains groupes ont des moyennes différentes.

Tableau 5.3. Analyse de variance

Source	DL	Som Car ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Groupes	2	19,95	9,9766	11,18	0,000
Erreur	27	24,09	0,8921		
Total	29	44,04			

La figure 5.3 et Le tableau 5.4 affichent les moyennes des intervalles de confiance, et les points représentant la moyenne pour chaque groupe. Dans le graphique des intervalles, le groupe E(avant) présente la moyenne la plus faible, et le groupe E(après) la plus élevée. Ce graphique ne permet pas de déterminer si ces différences sont significatives. Pour évaluer l'importance statistique, on examine les intervalles de confiance des différences entre les moyennes. L'écart type regroupé est égal à 0,944522 et est inférieur à l'intervalle de confiance IC à 95 %.

Tableau 5.4. Les moyennes

Groupes	N	Moyenne	Ecart type	IC à 95 %
E(après)	10	4,258	1,132	(3,645; 4,870)
E(avant)	10	2,369	0,897	(1,756; 2,982)
E(énergie)	10	3,876	0,769	(3,264; 4,489)

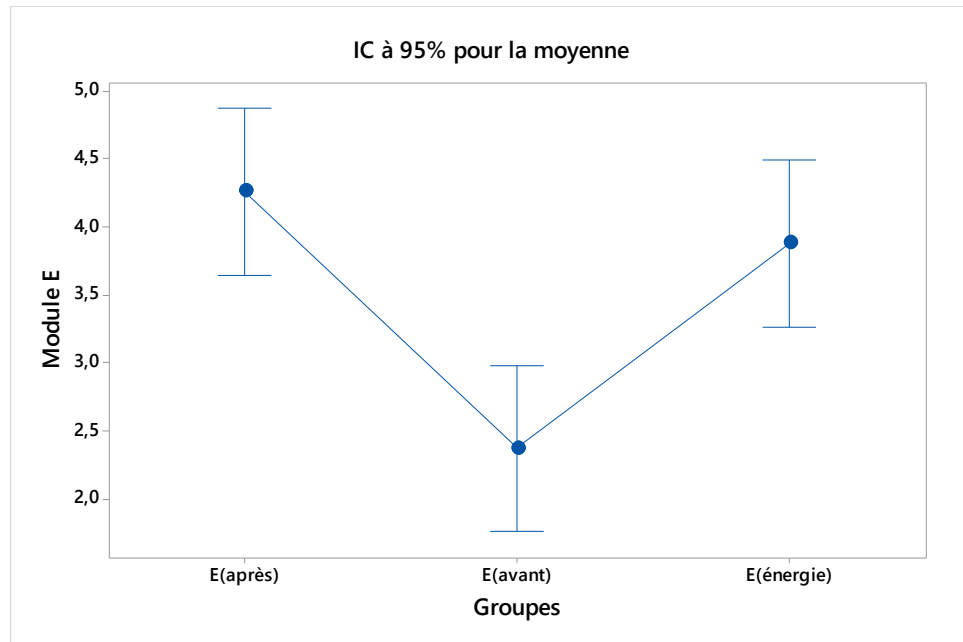


Figure 5.3. Graphique des intervalles des Modules d'élasticité on fonction de groupes

Pour évaluer l'importance des dispersions et les différences relatives qui apparaissent sur le graphique de la figure 4.8, on utilise le tableau d'informations de groupement et d'autres résultats de comparaisons.

La valeur de P de l'ANOVA à un facteur contrôlé est inférieure au seuil de signification α , cela signifie que certaines des moyennes de groupes sont différentes, mais nous ne pouvons pas savoir quelles paires de groupes. Pour éclaircir la situation on fait recours à l'utilisation des tableaux d'informations de groupement et les tests de comparaison. La démarche consiste à utiliser les tests de Tukey, de Fisher, Dunnett, et de Hsu (MCB) pour identifier les différences de moyennes et permettre de trancher si la différence moyenne entre les paires spécifiques de groupes est statistiquement significative tout en évaluant l'importance relative de la différence.

Le tableau 5.5 d'informations de groupement d'après la méthode de Tukey (comparaison deux à deux) montre que la lettre A de l'identifiant désignée groupe A apparait en même temps pour les deux cas contenant respectivement les coefficients d'élasticité E(après) et E(énergie). On observe par contre, que la moyenne de groupe B contenant les coefficients d'élasticité E(avant) ne partage pas le même indicateur de lettre B par rapport aux autres groupes (E(après) et E(énergie)). Ceci prouve que la moyenne du E(avant) est significativement différentes.

Le Tableaux 5.6 d'informations de groupement d'après la méthode de la plus petite différence significative (LSD) de Fisher (Comparaisons deux à deux) donne les mêmes résultats que ceux de Tukey.

Le tableau 5.7 d'informations de groupement d'après la méthode de Dunnett (Comparaisons multiples de Dunnett) avec un contrôle défini et estimé à un niveau de confiance de 95 %. La comparaison par la méthode de Dunnet montre que La moyenne E(avant) est non identifiée avec la lettre A. Donc, par déduction reste non étiquetées car elle est significativement différente de la moyenne du niveau de contrôle.

Les figures 5.4, 5.5 et 5.6 présentent respectivement, une explication des résultats des tableaux 5.5, 5.6 et 5.7. Dont, Si un intervalle ne contient pas la valeur zéro (la ligne discontinu de l'abscisse 0 ne coïncide pas avec l'intervalle), les moyennes correspondantes sont significativement différentes.

Tableau 5.5. Informations de groupement avec la méthode de Tukey ; Comparaisons deux à deux de Tukey

Groupes	N	Moyenne	Groupement	
E(après)	10	4,258	A	
E(énergétique)	10	3,876	A	
E(avant)	10	2,369		B

Tableau 5.6. Informations de groupement avec la méthode de la plus petite différence significative (LSD) de Fisher ; Comparaisons deux à deux de Fisher avec niveau de confiance de 95 %

Groupes	N	Moyenne	Groupement	
E(après)	10	4,258	A	
E(énergie)	10	3,876	A	
E(avant)	10	2,369		B

Tableau 5.7. Informations de groupement avec la méthode de Dunnett ; Comparaisons multiples de Dunnett avec un contrôle avec un niveau de confiance de 95 %

Groupes	N	Moyenne	Groupement
E(après) (contrôle)	10	4,258	A
E(énergie)	10	3,876	A
E(avant)	10	2,369	

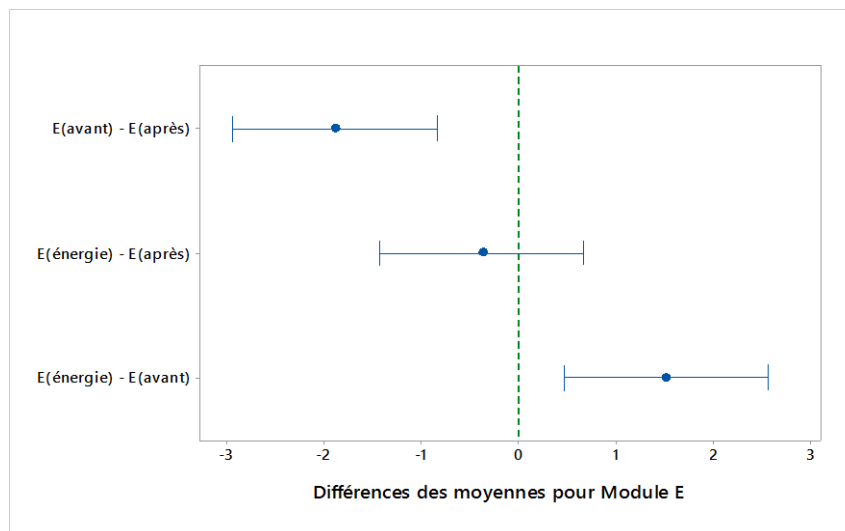


Figure 5.4. IC simultanés de Tukey à 95%

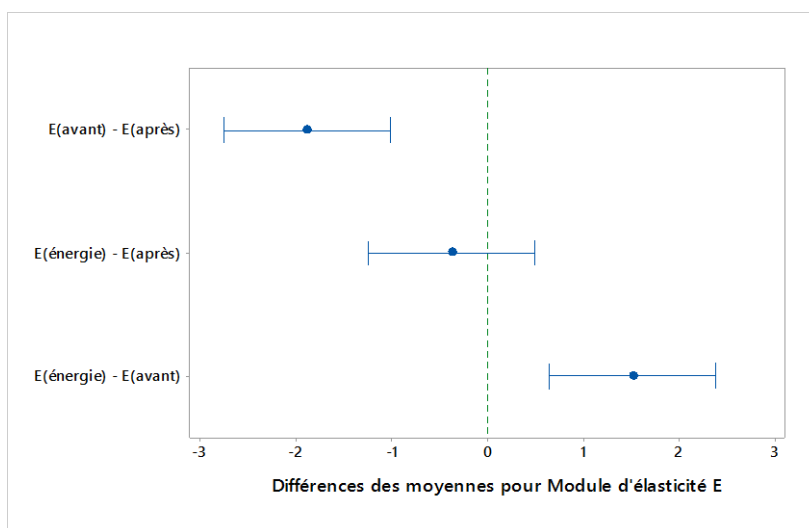


Figure 5.5. IC individuels de Fisher à 95%

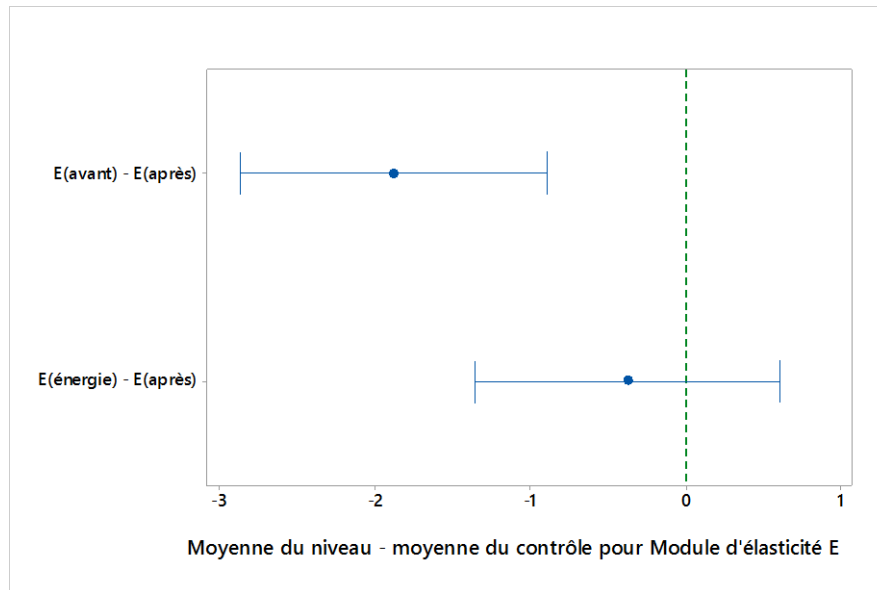


Figure 5.6. IC simultanés de Dunnett à 95%

5.5.1 Résultats principaux : IC simultanés à 95 %, niveau de confiance individuel

Dans les résultats obtenus avec la méthode de Tukey, les intervalles de confiance dans le graphique figure 5.4 et dans les résultats du tableau 5.8 indiquent les éléments suivants :

- Les intervalles des confiances pour les différences entre les moyennes [E(avant) – E(après)], et [E(énergie) – E(avant)] s'étend respectivement de [-2,937 ; -0,840] et [0,459; 2,556]. Ces étendues ne comprennent pas la valeur zéro, ce qui indique que la différence est statistiquement significative.
- Les intervalles de confiance pour les paires de moyennes [E(énergie)-E(après)] comprennent la valeur zéro, ce qui indique que les différences ne sont pas statistiquement significatives.
- Le niveau de confiance simultané à 95 % indique que nous pouvons être sûr à 95 % que tous les intervalles de confiance contiennent les différences réelles.
- Le tableau indique que le niveau de confiance individuel est de 98,04 %. Ce résultat indique que nous pouvons être sûr à 98,04 % que chaque intervalle individuel contient la différence réelle dans une paire spécifique de moyennes de groupes. Les niveaux de confiance individuels pour chaque comparaison génèrent le niveau de confiance simultané à 95 % pour les trois comparaisons.

Tableau 5.8. Tests de simultanéité de Tukey pour les différences des moyennes

Différence des niveaux	Différence des moyennes	Erreur type de la différence	IC à 95 %	Valeur de p ajustée
E(avant) – E(après)	-1,889	0,422	(-2,937; -0,840)	0,000
E(énergie) – E(après)	-0,381	0,422	(-1,429; 0,667)	0,644
E(énergie) – E(avant)	1,508	0,422	(0,459; 2,556)	0,004

5.6 Analyses statistiques de l'effet de stocke sur le comportement (charge/déplacement) en traction

Le processus de jugement scientifique des résultats de nos expérimentations de traction des fibres stockées 1, 6, 12 et 18 mois est très difficile. A cet effet, on utilise des méthodes statistiques pour analyser les données d'un processus tel que celui-ci afin de mieux comprendre où dans le processus, des changements peuvent être apportés, concernant l'amélioration de la qualité des produits.

5.6.1 Analyse de quartiles de variation de charge et du déplacement

Les tableaux 5.9 et 5.10 montrent les données de calculs d'après les graphes des figures 5.7 et 5.8 d'après l'allure décrite en terme statistique sous forme de boîte de boîtes de moustaches. Les extrémités de la moustache sont fixées à (1,5 multiplié par IQR) au-dessus du troisième quartile (Q3) et (1,5 multiplié par IQR) en dessous du premier quartile (Q1). Si les valeurs Minimum ou Maximum sont en dehors de cette plage, elles sont alors affichées comme des valeurs aberrantes. La convention normale pour les boîtes à moustaches est d'afficher toutes les valeurs aberrantes, mais pour simplifier ce modèle, seules les valeurs aberrantes Min et Max sont affichées. Le nombre de valeurs aberrantes pour chaque ensemble de données est inclus dans le tableau correspondant.

La boîte à moustaches des propriétés mécaniques telles que la charge et le déplacement à la rupture respectivement comme illustrées a la figures 5.7 et à la figure 5.8, en montrant les données médianes, quartiles, minimum, maximum ou déciles sous forme de rectangle à partir du premier quartile (Q1) au troisième quartile (Q3) et intersecté par la médiane. Des segments sont ensuite ajoutés aux extrémités conduisant à des valeurs extrêmes.

Tableau 5.9. Calcule des quartiles de variation de charge en fonction du temps de stockage

Etiquettes	1 mois	6 mois	12 mois	18 mois
Min	2	1,4	1,288	1,204
Q1	4,496428571	3,7925	3,4891	3,26155
Moyen	5,785714286	5,33	4,9036	4,5838
Q3	7,0625	6,4725	5,9547	5,56635
Max	12,7	9,71	8,9332	8,3506
IQR	2,566071429	2,68	2,4656	2,3048
Les valeurs aberrantes supérieures	1	0	0	0
Les valeurs aberrantes inférieures	0	0	0	0
Pour la boîte (IQR et moyen)				
Q2-Q1	1,289285714	1,5375	1,4145	1,32225
Q3-Q2	1,276785714	1,1425	1,0511	0,98255
Pour les moustaches				
Q3+1.5*IQR	10,91160714	10,4925	9,6531	9,02355
Q1-1.5*IQR	0,647321429	-0,2275	-0,2093	-0,19565
Moustache supérieure	10,91160714	9,71	8,9332	8,3506
Moustache inférieure	2	1,4	1,288	1,204
WUPPER-Q3	3,849107143	3,2375	2,9785	2,78425
Q1-wlower	2,496428571	2,3925	2,2011	2,05755
Pour les valeurs aberrantes				
Max	12,7	#N/A	#N/A	#N/A
Min	#N/A	#N/A	#N/A	#N/A

Tableau 5.10. Calcule des quartiles de variation de charge en fonction du temps de stockage

Etiquettes	1 mois	6 mois	12 mois	18 mois
Min	0,372441667	0,260709167	0,223465	0,148976667
Q1	0,809883333	0,566918333	0,48593	0,323953333
Moyen	0,9732	0,68124	0,58392	0,38928
Q3	1,26253	0,883771	0,757518	0,505012
Max	2,47039	1,729273	1,482234	0,988156
IQR	0,452646667	0,316852667	0,271588	0,181058667
Les valeurs aberrantes supérieures	2	2	2	2
Les valeurs aberrantes inférieures	0	0	0	0
Pour boîte (IQR et moyen)				
Q2-Q1	0,163316667	0,114321667	0,09799	0,065326667
Q3-Q2	0,28933	0,202531	0,173598	0,115732
Pour les moustaches				
Q3+1.5*IQR	1,9415	1,35905	1,1649	0,7766
Q1-1.5*IQR	0,130913333	0,091639333	0,078548	0,052365333
Moustache supérieure	1,9415	1,35905	1,1649	0,7766
Moustache inférieure	0,372441667	0,260709167	0,223465	0,148976667
Wupper-Q3	0,67897	0,475279	0,407382	0,271588
Q1-Wlower	0,437441667	0,306209167	0,262465	0,174976667
Pour les valeurs aberrantes				
Max	2,47039	1,729273	1,482234	0,988156
Min	#N/A	#N/A	#N/A	#N/A

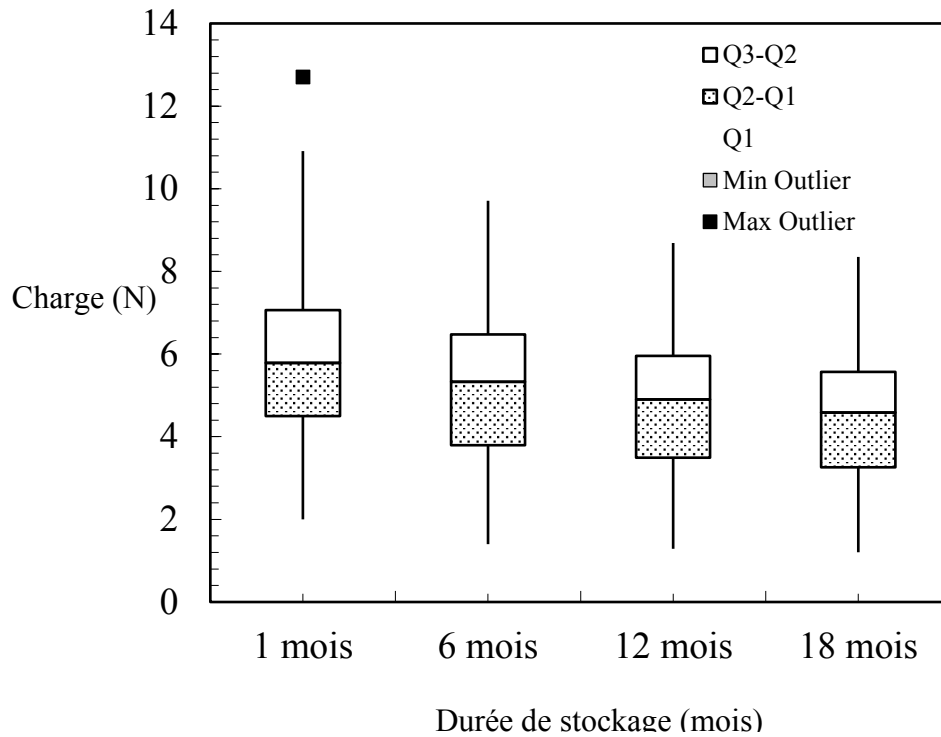


Figure 5.7. Quartiles de variation de charge en fonction du temps de stockage.

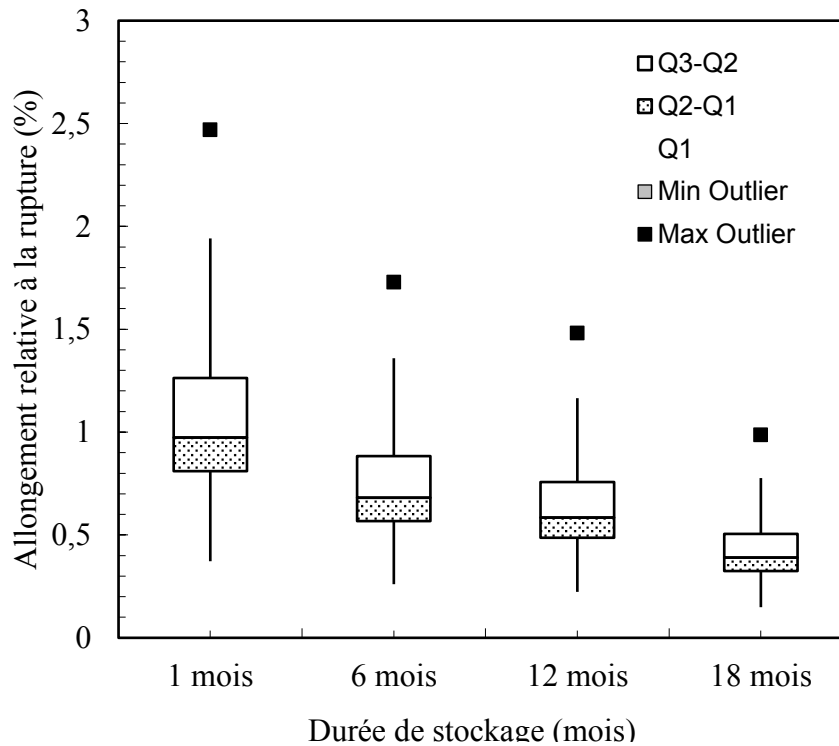


Figure 5.8. Quartiles de variation de déformation en fonction du temps de stockage.

5.7 Analyse statistique de la charge à la rupture sous l'influence de stockage

Les histogrammes des moyennes avec la fonction de densité normale (Figure 5.9) et distribution de Weibull (Figure 5.10) sont à peu près symétriques et en forme de cloche, ce qui signifie que la charge à la rupture après chaque durée de stockage, sont répartis à peu près normalement comme il est d'usage courant.

Remarque : plus de détails sur les études de probabilités de charges à la rupture en traction voir les annexes de 1 jusqu'à 4 qui contient les analyses par les fonctions de distributions suivantes : exponentielles, exponentielles à deux paramètres, Weibull, Weibull à trois paramètres, normale, log-normale, log-normale à trois paramètres, plus petite valeur extrême, plus grande valeur extrême, gamma, gamma à trois paramètres, logistique, log-logistique et log-logistique à trois paramètres.

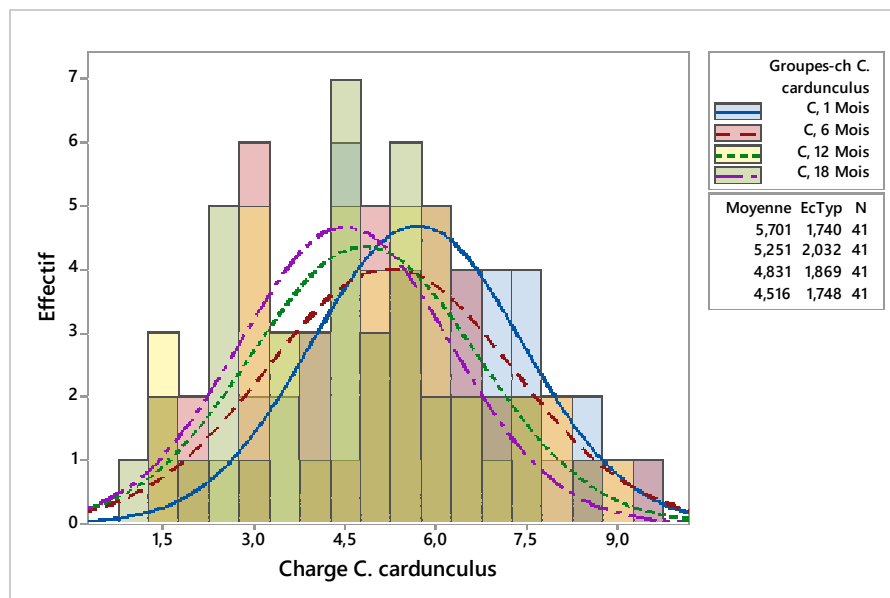


Figure 5.9. Histogramme de chargement ajusté par la fonction de densité normale de l'effet de stocke sur la charge en traction

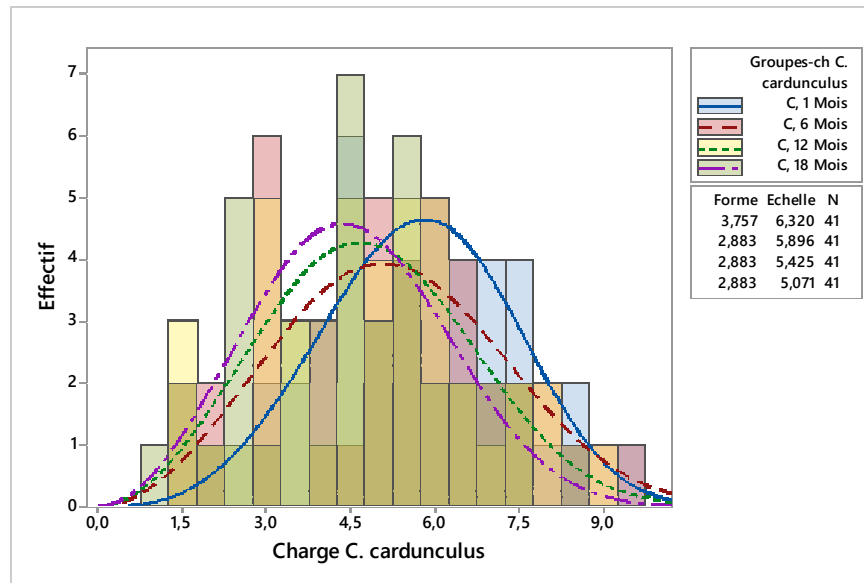


Figure 5.10. Histogramme de chargement ajusté par la fonction de densité Weibull avec l'influence du stockage sur la charge en traction

5.7.1 ANOVA à un facteur contrôlé

On partage les résultats du chargement en traction des fibres scindé en quatre groupes (voir Tableau 5.11) en fonction de la durée de stockage d'après les échéances de distribution suivant : le premier groupe stocké 1 mois, la deuxième stocké 6 mois, troisième stocké 12 mois et la quatrième stocké 18. Après les essais quasi-statiques de traction, on vérifie les hypothèses du tableau 5.12

Tableau 5.11. Informations sur les facteurs de charge

Facteur	Niveaux	Valeurs
Durée de stocke	4	C, 1 Mois; C, 12 Mois; C, 18 Mois; C, 6 Mois

L'hypothèse nulle ne stipule que les valeurs de charge à la rupture moyenne des 4 groupes de stockage (1, 6, 12 et 18 mois) sont égales. Si la valeur de P est inférieure au seuil de signification de $\alpha=0,05$, on rejette alors l'hypothèse nulle en concluant que certains groupes ont des moyennes différentes. Les variances admises au départ ont été supposées égales pour l'analyse.

Tableau 5.12. Tableaux de méthode

Hypothèse	Synthèse
Hypothèse nulle	Toutes les moyennes sont égales
Hypothèse alternative	Toutes les moyennes ne sont pas égales
Seuil de signification	$\alpha = 0,05$

5.7.2 Analyse des valeurs résiduelles

La droite de Henry des valeurs résiduelles vérifié l'hypothèse. Puisque, les valeurs résiduelles sont normalement distribuées. La droite de Henry des valeurs résiduelles suit approximativement une ligne droite.

Le diagramme des valeurs résiduelles exprimées en fonction des valeurs ajustées (Figure 5.11) confirme l'hypothèse. Les valeurs résiduelles suivent une loi normale et ont une variance constante. Dans l'idéal, les points doivent être répartis aléatoirement des deux côtés de 0.

Le diagramme des valeurs résiduelles exprimé en fonction de l'ordre confirme aussi l'hypothèse d'égalité au départ. Les valeurs résiduelles sont indépendantes les unes par rapport aux autres. Les valeurs résiduelles indépendantes ne présentent aucune tendance spécifique ou schéma lorsqu'elles sont affichées dans un ordre chronologique. La présence de schémas dans les points peut indiquer que les valeurs résiduelles qui sont proches les unes par rapport autres, peuvent être corrélées, et ne sont donc pas indépendantes. Idéalement, les valeurs résiduelles du graphique réparties de façon aléatoire autour de la ligne centrale et ne s'associe à aucun schéma visible d'apparence connue. L'histogramme normal est à peu près symétrique.

Diagrammes des valeurs résiduelles pour Grade-ch C. cardunculus

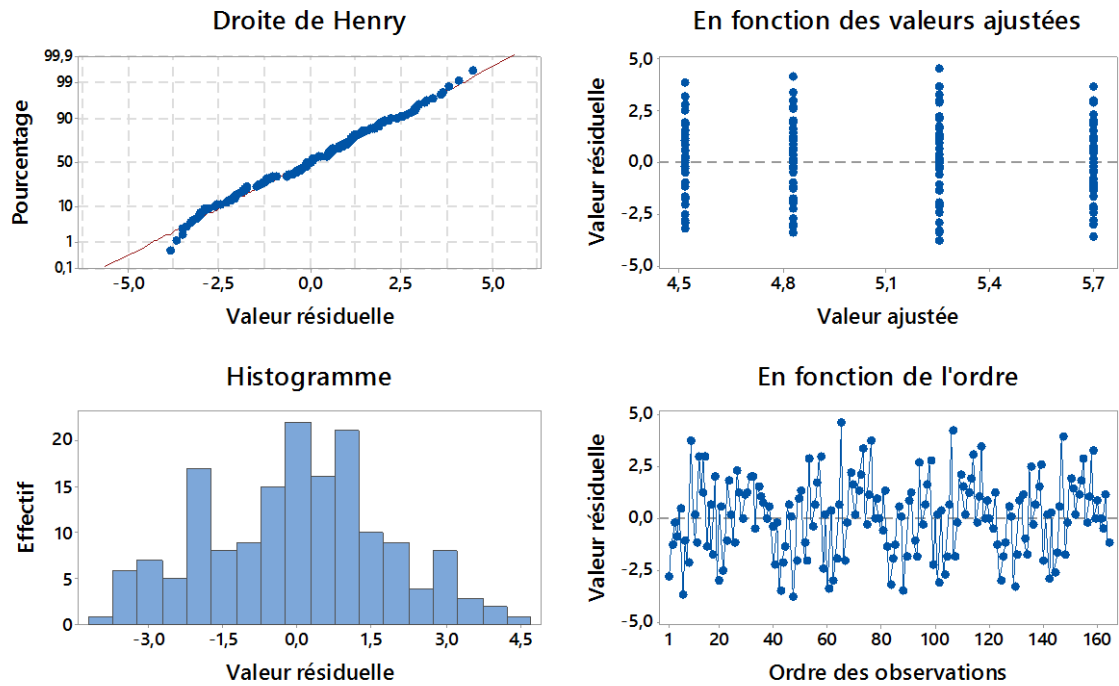


Figure 5.11. Diagramme des valeurs résiduelles

5.7.3 Analyse de variances

La figure 5.12 donne le diagramme des valeurs individuelles des charges à la rupture des fibres en traction, en montrant que les points des moyennes de groupes accusent une pente décroissante. Dans les résultats du tableau 5.13, l'hypothèse nulle stipule que les valeurs de charge à la rupture moyenne de 4 différents groupes de stockage (1, 6, 12 et 18) sont égales. La valeur de P étant inférieure au seuil de signification de $\alpha=0,05$. On rejette alors l'hypothèse nulle, et on fait la conclusion que certains groupes ont des moyennes différentes.

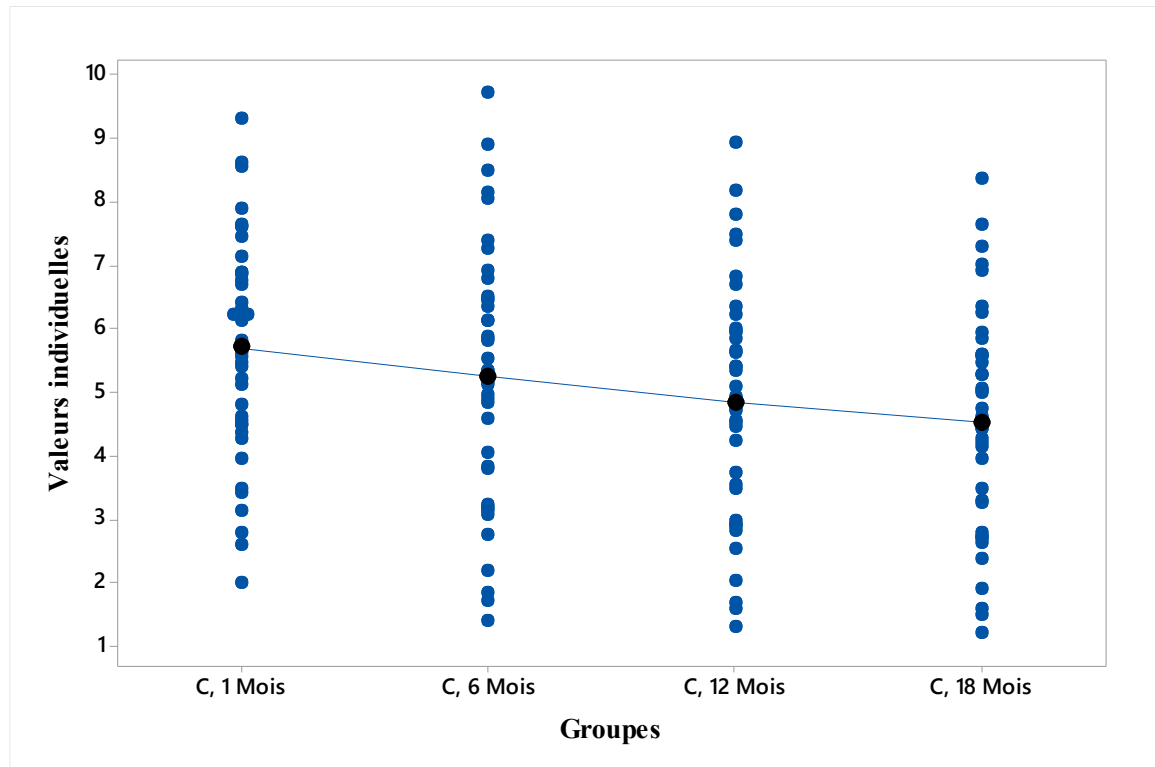


Figure 5.12. Diagramme des valeurs individuelles des charges à la rupture des fibres en traction

Tableau 5.13. Analyse de variance de la charge

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Durée de stocke	3	32,57	10,855	3,17	0,026
Erreur	160	548,16	3,426		
Total	163	580,73			

5.7.4 Etude des moyennes de groupes de charge

La figure 5.13 et Le tableaux 5.14 affiche les moyennes des intervalles de confiance, et les points centraux correspondant à la moyenne pour chaque type de groupe. Dans le graphe des intervalles, le groupe de stockage à 18 mois présente la moyenne la plus faible, et le groupe de stockage à 1 mois la moyenne la plus élevée. Ce graphique ne permet pas de déterminer si ces différences sont significatives. Donc, Pour évaluer les différences qui apparaissent sur ces graphiques, on utilise les tableaux d'informations de groupement et d'autres résultats de comparaisons.

Tableau 5.14. Moyennes de charge

Groupes	N	Moyenne	EcTyp	IC à 95 %
C, 1 Mois	41	5,701	1,740	(5,130; 6,272)
C, 6 Mois	41	5,251	2,032	(4,681; 5,822)
C, 12 Mois	41	4,831	1,869	(4,260; 5,402)
C, 18 Mois	41	4,516	1,748	(3,945; 5,087)

Ecart type regroupé = 1,85095

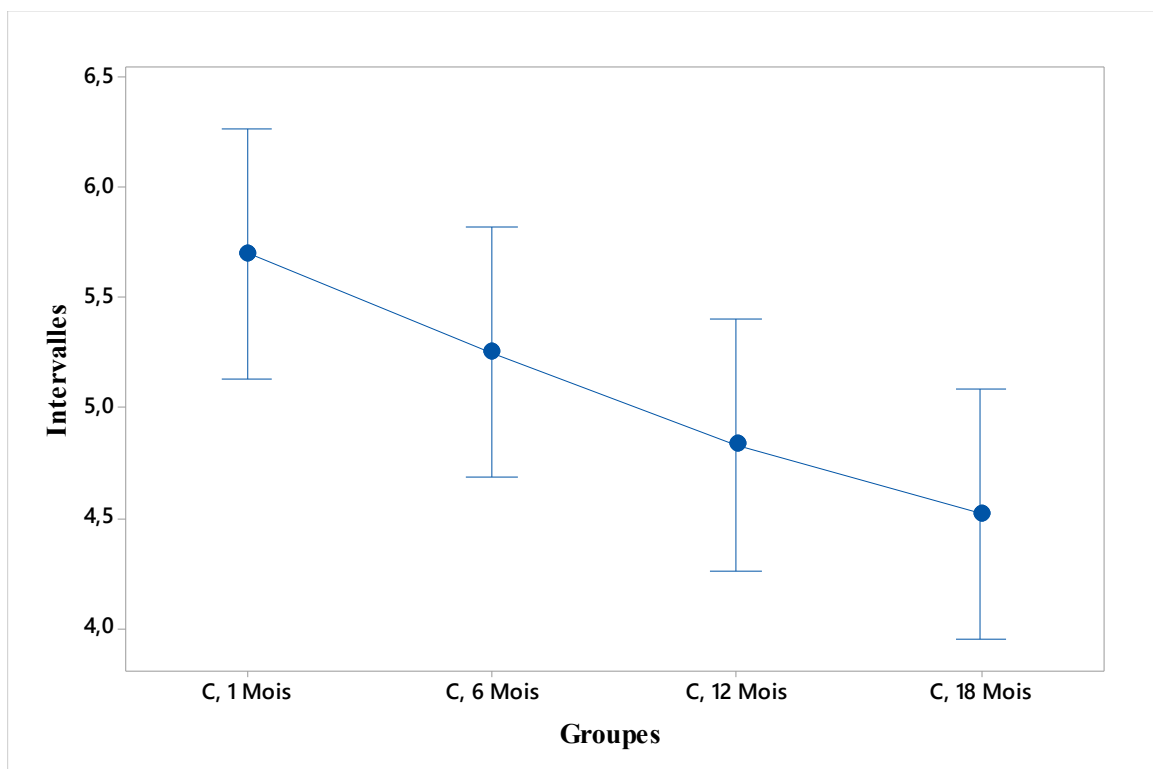


Figure 5.13. Graphique des intervalles des moyennes de confiance de chargement des fibres (C.cardunculus L) à la rupture en traction

5.7.5 Comparaison multiple des moyennes des groupes

La valeur de P de ANOVA à un facteur contrôlé est inférieure au seuil de signification α (Tableau 5.13), cela signifie que certaines des moyennes de groupes sont différentes, cependant on ne peut les distinguer. On utilise le tableau d'informations de groupement et les tests Tukey, de Fesher et de Dunnett, pour les différences de moyennes, afin de déterminer si la différence moyenne entre les paires spécifiques de groupes est statistiquement significative et évaluer enfin l'importance de la différence.

5.7.5.1 Comparaisons deux à deux de Tukey

Dans les résultats de charge à la rupture en traction des quatre durée de stockage, le tableau 5.15 de l'informations de groupement d'après la méthode de Tukey avec un niveau de confiance de 95 %, montre d'une part, les indicateurs de groupement A pour les moyennes de chargements à la rupture et contenant respectivement les stocks de 1 mois, 6 mois et 12 mois, et d'autre part, l'indicateur de groupement B pour les moyennes de chargements à la rupture, contenant respectivement les stocks de 6 mois, 12 mois et 18 mois. Les groupements A et B pour les durées 6 mois et 12 mois sont partagés et commun. Les différences entre les moyennes qui partagent en commun la même lettre d'indication A ou B ne sont pas statistiquement significatives. On observe aussi d'après le tableau 5.15 que les groupes à 1 mois et à 18 mois ne partagent pas la même lettre d'identification, ce qui indique et peut s'interpréter par le simple fait, que la moyenne de stocke de 1 mois est montrée bien plus élevée que celle du stocke 18 mois.

Le test de simultanéité de Tukey (tableau 5.16) montre que l'intervalle de confiance IC à 95% de [18 Mois ; 1 Mois] ne contenant pas la valeur de 0, indique les moyennes correspondantes, statistiquement significative différentes. La figure 5.14 explique ce résultat, et montre que la ligne discontinue qui passe par la valeur 0 sur l'axe en abscisse, ne coïncide pas avec l'intervalle de confiance IC à 95% de [18 Mois ; 1 Mois].

Tableau 5.15. Informations de groupement avec la méthode de Tukey pour un niveau de confiance de 95 %

Durée de stocke	N	Moyenne	Groupement	
C, 1 Mois	41	5,701	A	
C, 6 Mois	41	5,251	A	B
C, 12 Mois	41	4,831	A	B
C, 18 Mois	41	4,516		B

Tableau 5.16. Tests de simultanéité de Tukey avec les différences de moyenne pour la charge à la rupture

Différence des niveaux	Différence des moyennes	Erreur type de la différence	IC à 95 %	Valeur de T	Valeur de p ajustée
C, 12 Mois - C, 1 Mois	-0,869	0,409	(-1,930; 0,191)	-2,13	0,149
C, 18 Mois - C, 1 Mois	-1,185	0,409	(-2,245; -0,124)	-2,90	0,022
C, 6 Mois - C, 1 Mois	-0,449	0,409	(-1,510; 0,612)	-1,10	0,691
C, 18 Mois - C, 12 Mois	-0,315	0,409	(-1,376; 0,746)	-0,77	0,868
C, 6 Mois - C, 12 Mois	0,420	0,409	(-0,641; 1,481)	1,03	0,733
C, 6 Mois - C, 18 Mois	0,735	0,409	(-0,326; 1,796)	1,80	0,278

Niveau de confiance individuel = 98,97 %

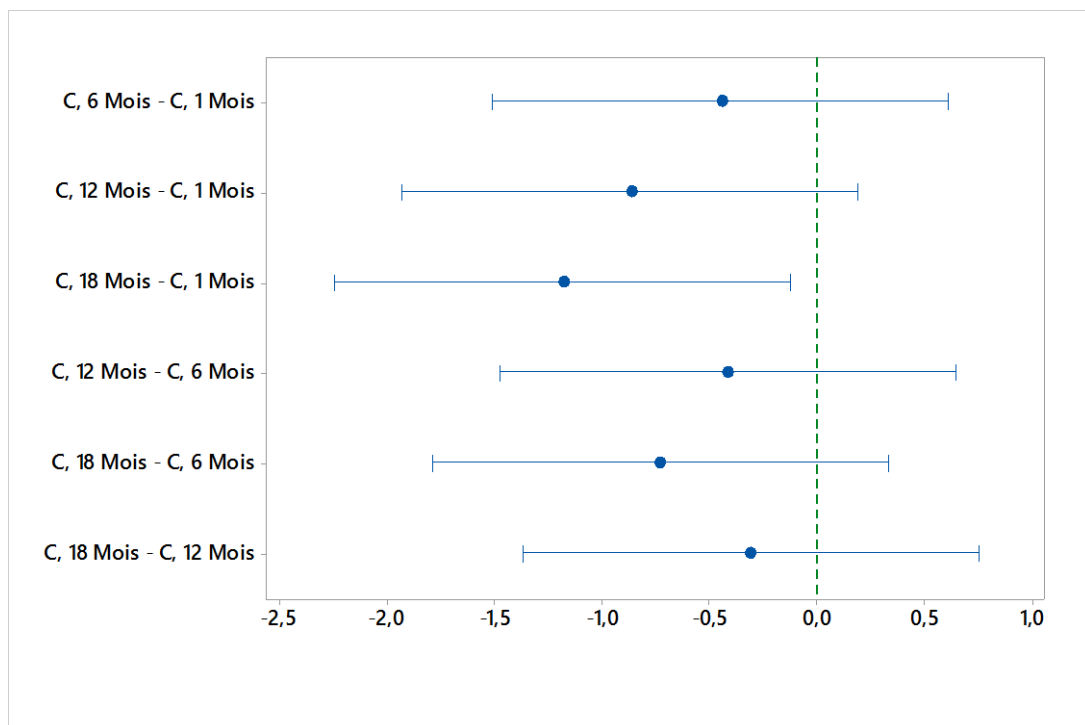


Figure 5.14. IC simultanés de Tukey à 95 % pour les différences moyennes de charge à la rupture

5.7.5.2 Comparaisons deux à deux de Fisher

Le tableau 5.17 d'informations de groupement avec la méthode de la plus petite différence significative (LSD) de Fisher et un niveau de confiance de 95 % montre que le stockage d'après les durées de 1 mois, 12 mois, 18 mois ne partage pas en commun la même lettre, et de ce fait indique qu'ils sont significativement différents. Le test individuel de Fisher pour les différences des moyennes (tableau 5.18 et figure 5.15) montre que les différences des niveaux de [12 Mois ; 1 Mois] et [18 Mois ; 1 Mois] n'incluent pas la valeur de 0.

Tableau 5.17. Informations de groupement avec la méthode de la plus petite différence significative (LSD) de Fisher et un niveau de confiance de 95 %

Durée de stocke	N	Moyenne	Groupement	
1 Mois	41	5,701	A	
6 Mois	41	5,251	A	B
12 Mois	41	4,831		B
18 Mois	41	4,516		B

Tableau 5.18. Tests individuels de Fisher pour les différences des moyennes

Différence des niveaux	Différence des moyennes	Erreur type de la différence	IC à 95 %	Valeur de p ajustée
C, 12 Mois - C, 1 Mois	-0,869	0,409	(-1,677; -0,062)	0,035
C, 18 Mois - C, 1 Mois	-1,185	0,409	(-1,992; -0,377)	0,004
C, 6 Mois - C, 1 Mois	-0,449	0,409	(-1,257; 0,358)	0,273
C, 18 Mois - C, 12 Mois	-0,315	0,409	(-1,122; 0,492)	0,442
C, 6 Mois - C, 12 Mois	0,420	0,409	(-0,387; 1,227)	0,306
C, 6 Mois - C, 18 Mois	0,735	0,409	(-0,072; 1,543)	0,074

Niveau de confiance simultané = 79,82 %

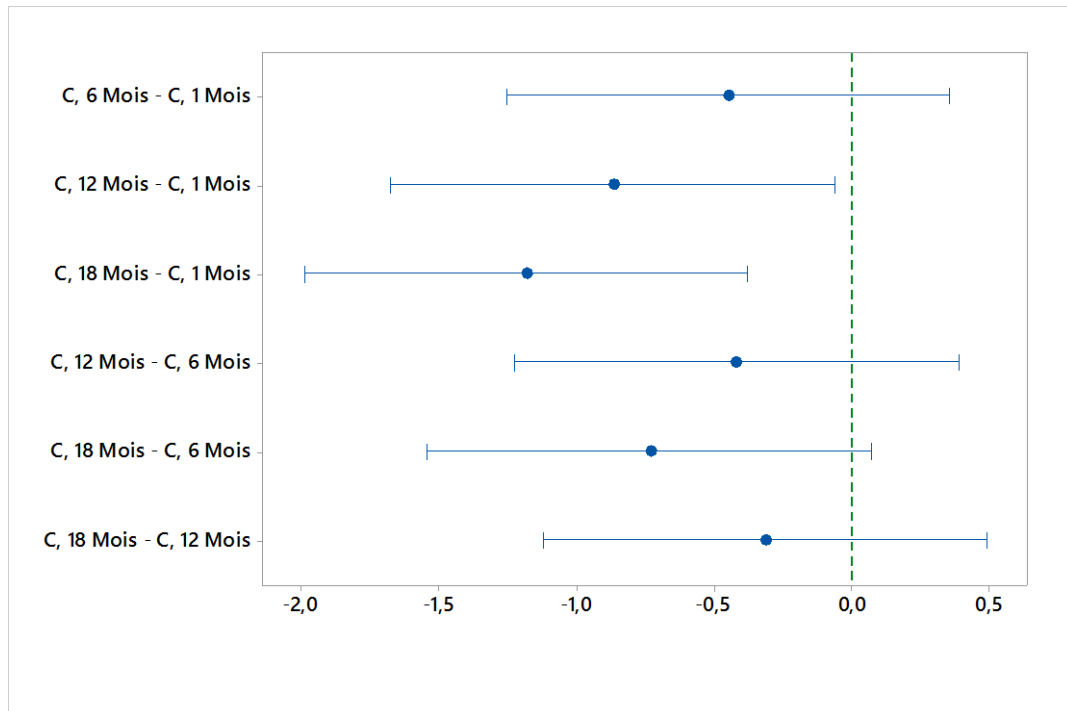


Figure 5.15. IC individuels de Fisher à 95% de différences moyennes pour la charge à la rupture

5.7.5.3 Comparaisons multiples de Dunnett avec un seul groupe de contrôle

La moyenne de la durée de stockage à 18 mois n'est pas étiquetées avec la lettre A (Tableau 5.19) c à d qu'il est d'un point de vue statistique, significativement différent de la moyenne du niveau de contrôle. Le groupe de 1 mois est la moyenne de niveau de contrôle pris comme référence de comparaison. Le tableau 5.20 et la figure 5.16 montre que la différence de niveau de (18 Mois ; 1 Mois) ne contient pas la valeur 0. Ces résultats montrent, que la moyenne correspondante est significativement différente.

Tableau 5.19. Informations de groupement avec la méthode de Dunnett et un niveau de confiance de 95 %

Groupes charge	N	Moyenne	Groupement
C, 1 Mois (contrôle)	41	5,701	A
C, 6 Mois	41	5,251	A
C, 12 Mois	41	4,831	A
C, 18 Mois	41	4,516	

Tableau 5.20. Tests de simultanéité de Dunnett pour la moyenne du niveau – moyenne du contrôle

Différence des niveaux	Différence des moyennes	Erreur type de la différence	IC à 95 %	Valeur de p ajustée
12 Mois - 1 Mois	-0,869	0,409	(-1,839; 0,100)	0,090
18 Mois - 1 Mois	-1,185	0,409	(-2,154; -0,215)	0,012
6 Mois - 1 Mois	-0,449	0,409	(-1,419; 0,520)	0,556

Niveau de confiance individuel = 98,11 %

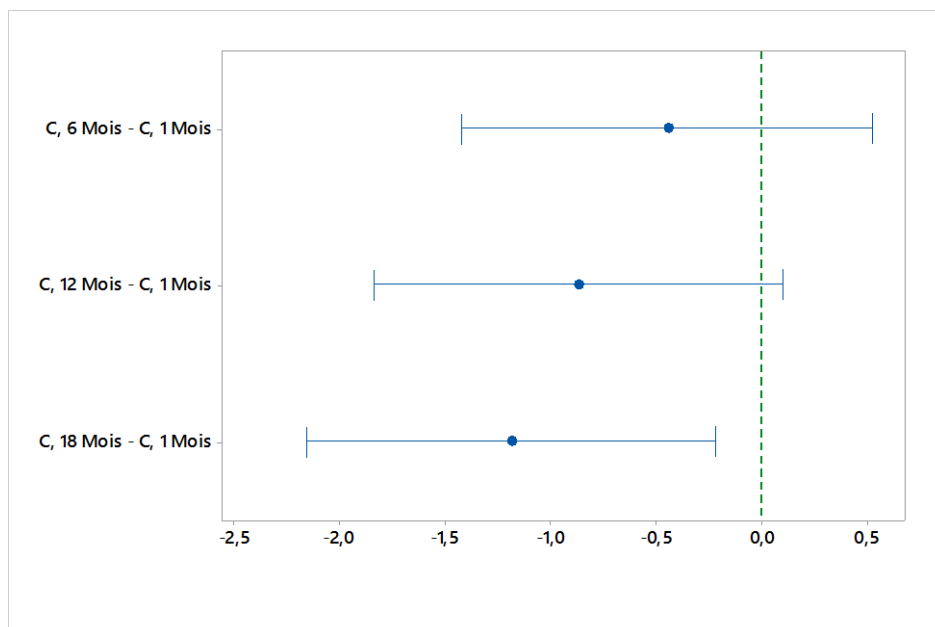


Figure 5.16. IC simultanés de Dunnett à 95% de différences moyennes du niveau de charge à la rupture

5.7.5.4 Comparaisons multiples avec le meilleur de Hsu (MCB)

Les tests de simultanéité de Hsu pour la moyenne de niveau identifié d'après la plus grande des autres moyennes de niveaux. Le tableau 5.21, montre que les bornes de deux différences de niveaux de (12 Mois ; 1 Mois) et (18 Mois ; 1 Mois) sont zéro. La Figure 5.17, affiche que les moyennes correspondantes sont significativement différentes.

Tableau 5.21. Tests de simultanéité de Hsu pour la moyenne de niveau par rapport à la plus grande des autres moyennes de niveaux

Différence des niveaux	Différence des moyennes	Erreur type de la différence	IC à 95 %	Valeur de p ajustée
1 Mois - 6 Mois	0,449	0,409	(-0,400; 1,299)	0,284
12 Mois - 1 Mois	-0,869	0,409	(-1,719; 0,000)	0,045
18 Mois - 1 Mois	-1,185	0,409	(-2,034; 0,000)	0,006
6 Mois - 1 Mois	-0,449	0,409	(-1,299; 0,400)	0,284

Niveau de confiance individuel = 96,07 %

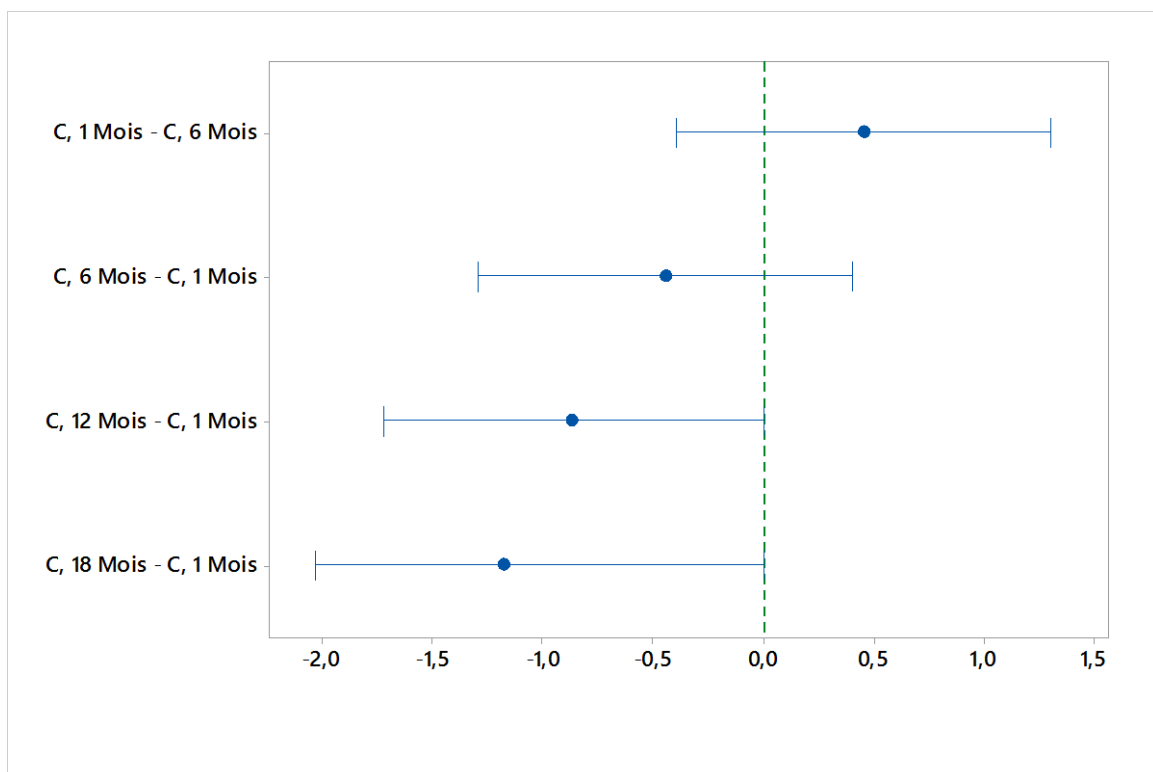


Figure 5.17. IC simultanés de Hsu à 95% des moyennes du niveau par rapport à la plus grande des autres moyennes de niveaux pour la charge à la rupture

5.8 Analyse statistique de déplacement a la rupture sous l'influence de stockage

Les histogrammes des moyennes ajustées en utilisant la fonction de densité normale (Figure 5.18), ainsi qu'à titre indicatif l'ajustement d'après la distribution de Weibull (Figure

5.19). Les résultats des essais sont à peu près symétriques et en forme de cloche, ce qui signifie que les déplacements à la rupture, pendant chaque durée de stockage, présente une répartition d'un point de vue statistique à peu près normale. Mais par comparaison, on trouve qu'il y a des différences claires entre les deux groupes de 1 mois / 18 mois, dont l'écart type et la moyenne de densité respectivement sont égale à 0.44 /0.77 et 1.06 /0.42. Par contre la variance de deux groupes D, 6 mois et D, 12 mois sont proche l'un de l'autre et se distingue faiblement.

Remarque : plus de détails sur les études de probabilités de déplacement à la rupture en traction voir les annexes de 5 jusqu'à 8 qui contient les analyses par les fonctions de distributions suivantes : exponentielles, exponentielles à deux paramètres, Weibull, Weibull à trois paramètres, normale, log-normale, log-normale à trois paramètres, plus petite valeur extrême, plus grande valeur extrême, gamma, gamma à trois paramètres, logistique, log-logistique et log-logistique à trois paramètres.

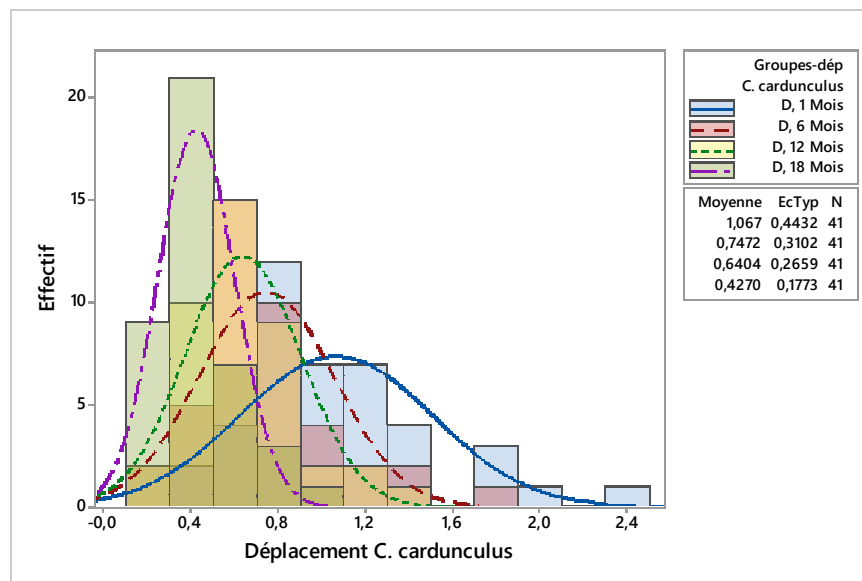


Figure 5.18. Histogramme du déplacement ajusté par la fonction de densité normale basé sur l'effet de stocke sur le déplacement en traction à la rupture

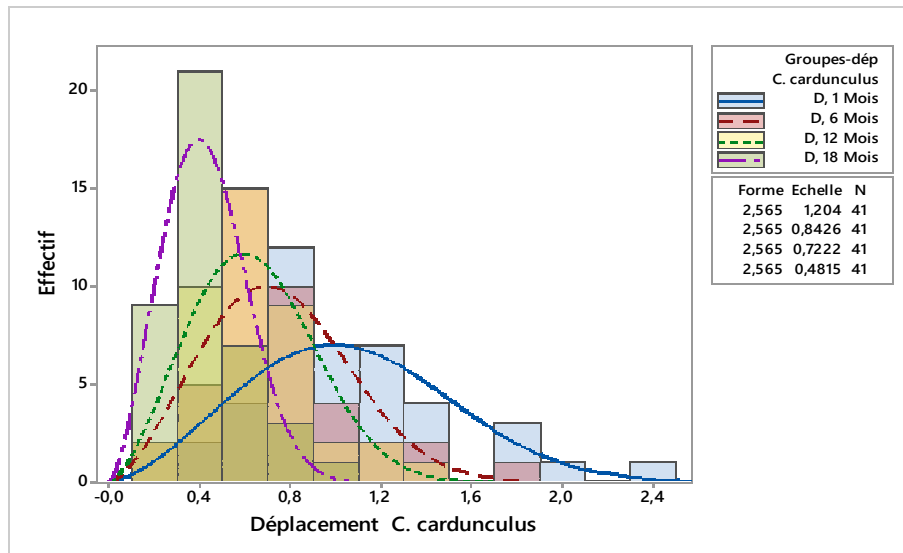


Figure 5.19. Histogramme des déplacements ajusté par la fonction de densité Weibull sous l'effet de stocke sur le déplacement en traction à la rupture

5.8.1 ANOVA à un facteur contrôlé

L'hypothèse nulle stipule que les valeurs de déplacement à la rupture moyenne appartenant à 4 groupes (tableau 5.22) de stockage différents, réparties suivant : (1, 6, 12 et 18 mois), doivent être égales. La valeur de P étant inférieure au seuil de signification de $\alpha=0,05$, on rejette l'hypothèse nulle en concluant que certains groupes ont des moyennes différentes (tableau 5.24). Les variances supposées égale pour l'analyse.

Tableau 5.22. Informations sur les facteurs de déplacement

Facteur	Niveaux	Valeurs
Durée de stocke	4	D, 1 Mois; D, 12 Mois; D, 18 Mois; D, 6 Mois

Tableau 5.23. Tableaux de méthode

Hypothèse	Synthèse
Hypothèse nulle	Toutes les moyennes sont égales
Hypothèse alternative	Toutes les moyennes ne sont pas égales
Seuil de signification	$\alpha = 0,05$

5.8.2 Analyse des valeurs résiduelles

La figure 5.20 présente les diagrammes statistiques nécessaires à l'évaluation qualitative des résultats d'essais basés sur le critère de déplacement à la rupture. Le premier graphe montre la droite statistique de Henry qui constitue une référence de comparaison et de bonne qualité des résultats. D'après ce graphe, les points correspondant aux valeurs résiduelles, sont distribués tout autour de cette droite, avec une progression en amont et en aval et traversant la droite de Henry en deux points d'intersections. D'après ce graphe, on note en générale de faible dispersion avec cependant deux points et lieux de convergences. Le deuxième graphe en fonction des valeurs ajustées, montre le niveau de référence statistique, par rapport auquel on observe en amont et en aval, la distribution verticale idéale des points résiduels. La tendance évolutive concernant la distribution résiduelle verticale des points n'est pas tout à fait symétrique, ce qui perturbe le jugement concernant la bonne qualité des résultats. Le troisième graphe exprimé en fonction des valeurs de l'ordre, montre comme pour le cas précédent, le niveau de référence statistique, par rapport auquel on observe en amont et en aval, le genre idéal de distribution du nuage des points résiduels. On observe que le nuage des points résiduels n'est pas étalé de manière symétrique. On ne peut donc pas établir un avis concluant.

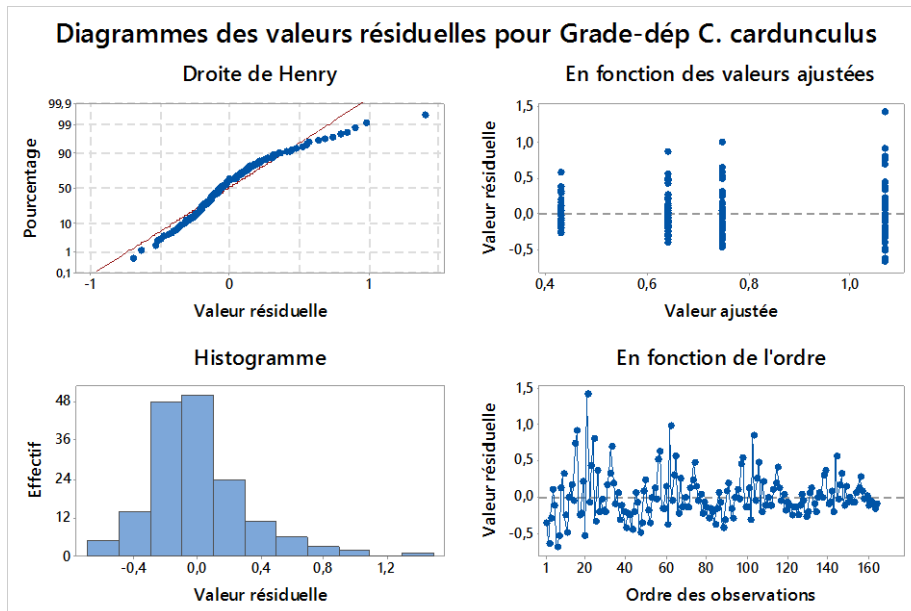


Figure 5.20. Diagrammes des valeurs résiduelles pour le déplacement à la rupture de fibres *C. cardunculus* L

5.8.3 Analyse de variances

La figure 5.21 montre, pour chaque période la distribution verticale des valeurs individuelles des déplacements à la rupture y compris les niveaux moyens correspondantes. L'étude comparative, montre l'évolution régressive des niveaux moyens de déplacement sous l'influence de l'effet de stockage.

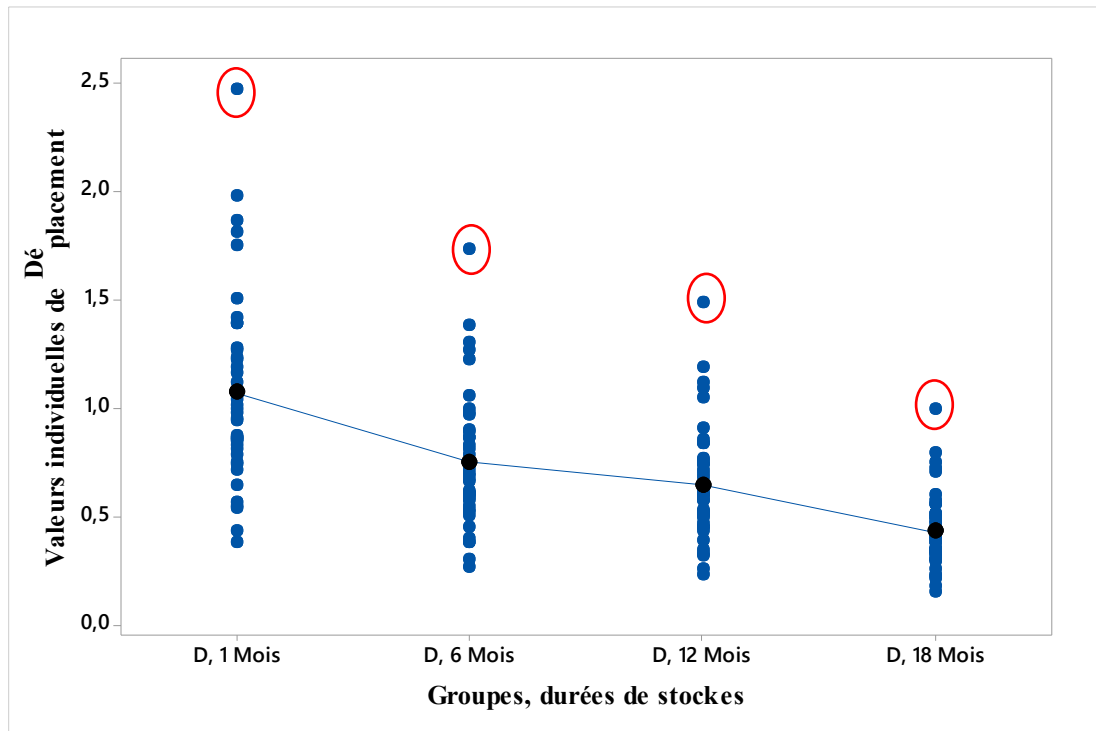


Figure 5.21. Diagramme des valeurs individuelles des groupes de déplacement

Tableau 5.24. Analyse de variance de la charge

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Groupes-déplacement	3	8,759	2,91965	29,58	0,000
Erreur	160	15,791	0,09870		
Total	163	24,550			

5.8.4 Etude des moyennes de groupe de déplacement

La figure 5.22 tirée à partir du tableau 5.25 montre les moyennes des intervalles de confiance, ainsi que les points centraux des moyennes pour chaque type de groupe de déplacement. Dans le graphe des intervalles, le groupe de stockage à 18 mois présente la

moyenne de déplacement la plus faible, et le groupe de stockage à 1 mois la moyenne la plus élevée. Ce graphique ne permet pas de déterminer si ces différences sont significatives. Donc, Pour évaluer les différences qui apparaissent, on utilise les tableaux d'informations de groupement et d'autres résultats de comparaisons.

Tableau 5.25. Moyennes déplacement

Durée de stocke	N	Moyenne	EcTyp	IC à 95 %
C, 1 Mois	41	1,0674	0,4432	(0,9705; 1,1643)
C, 12 Mois	41	0,6404	0,2659	(0,5436; 0,7373)
C, 18 Mois	41	0,4270	0,1773	(0,3301; 0,5239)
C, 6 Mois	41	0,7472	0,3102	(0,6503; 0,8441)

Ecart type regroupé = 0,314160

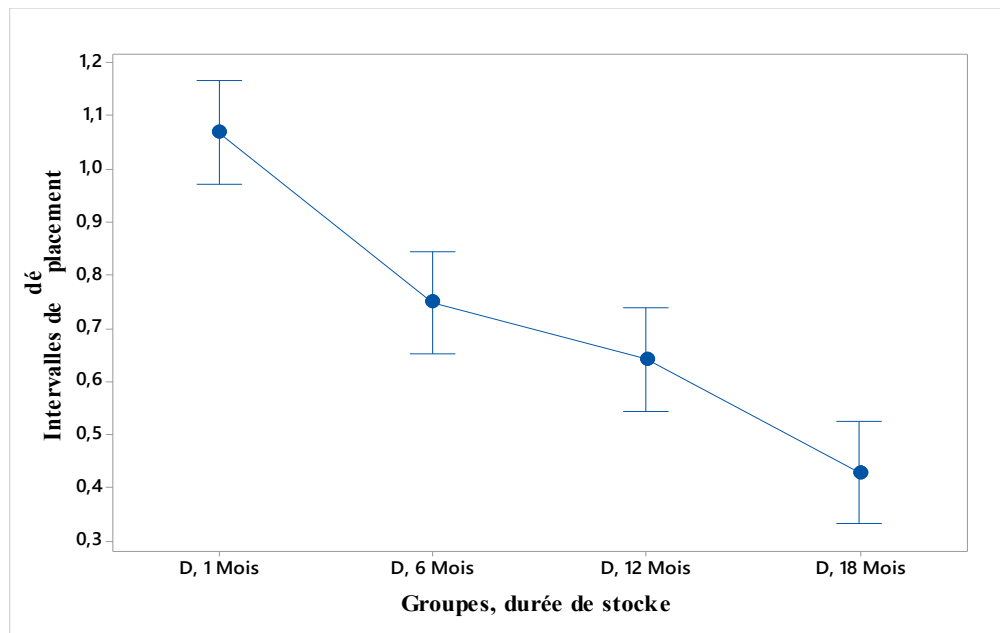


Figure 5.22. Graphique des intervalles de déplacement a la rupture

5.8.4.1 Comparaisons deux à deux de Tukey et Fisher;

Dans les résultats de déplacement à la rupture en traction élaborés pendant quatre durées de stockage, sont résumés sous forme de tableau 5.26 qui donne des informations de groupement d'après la méthode de Tukey et Fisher avec un niveau de confiance de 95 %. On montre d'après ce tableau que, le groupement A s'affiche pour les stocks de 1 mois, et que le groupement B apparait en même temps pour les stocks de 6 mois et 12 mois. On

remarque enfin que, le groupement C s'affiche pour les stocks 18 mois. Les groupes 6 et 12 mois ne sont pas statistiquement significatifs puisqu'ils sont identifiés dans le cadre du même groupement B (les différences entre les moyennes partagent la lettre B). Aucune lettre n'est partagée par les groupes de 1 mois et 18 mois, ce qui indique que la moyenne de stocke de 1 mois est bien plus élevée que celle du stocke 18 mois.

La ligne discontinu verticale qui passe par la valeur d'abscisse 0 ne coïncide qu'avec la limite pour l'intervalle de confiance IC à 95% définie pour les durées de stockage suivantes 6 Mois ; 12 Mois. Ce qui explique un rapprochement identique du niveau des déplacements à la rupture définie ces même périodes.

Tableau 5.26. Informations de groupement avec la méthode de Tukey et Fisher avec un niveau de confiance de 95 %

Groupes-dép C cardunculus	N	Moyenne	Groupement		
D, 1 Mois	41	1,0674	A		
D, 6 Mois	41	0,7472		B	
D, 12 Mois	41	0,6404		B	
D, 18 Mois	41	0,4270			

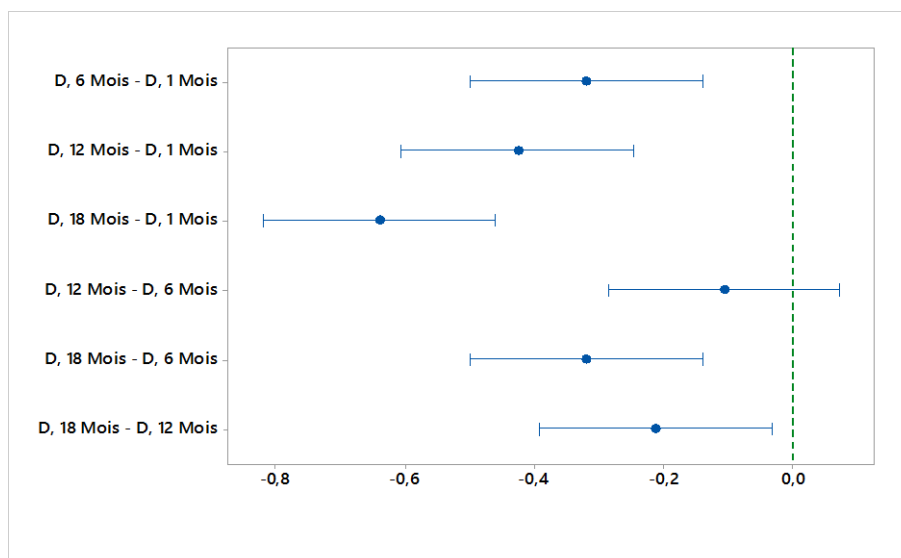


Figure 5.23. Différences des moyennes des groupes de déplacement IC individuels 95 % de Fisher et IC simultanés 95% de Tukey

5.8.4.2 Comparaisons multiples de Dunnett avec un contrôle de 1 Mois et de 6 mois;

Si on prend le déplacement de groupe de 1 mois comme un groupe de contrôle, toutes les moyennes de déplacements en traction à la rupture définies, pendant les durées 6, 12 et 18 mois sont significativement différentes par rapport au groupe de contrôle, du moment qu'ils ne sont pas étiquetés avec l'indicateur de la lettre A (tableau 5.27). D'après l'affichage de la figure 5.24, on observe que les intervalles des moyennes de niveau ne sont pas traversés par la ligne discontinue verticale de contrôle. On peut conclure que, les déplacements à la rupture sont pour l'instant bien loin de ceux attendue pour les prochaines périodes de stockage.

Si on prend maintenant comme référence de contrôle, le groupe de déplacement à la rupture des fibres d'artichaut, définie pour une durée de stockage de 6 mois. La moyenne de ce groupe est bien identifiée avec l'indicateur de la lettre B. Ceci rejoint la même constatation concernant l'indicateur de la lettre B correspondant en même temps au groupe de stockage définie pour une durée de 12 mois.

La figure 5.25 des moyennes de niveau par rapport à la moyenne de contrôle est admise comme référence pour le stocke définie à 6 mois. La ligne verticale discontinue de l'abscisse 0 passe à travers l'intervalle de [12 Mois ; 6 Mois], et ne coïncide avec aucun des deux autres intervalles. Ce qui s'explique d'un point de vue statistique qu'ils sont significativement différents.

Tableau 5.27. Informations de groupement avec la méthode de Dunnett et un niveau de confiance de 95 %

Groupes-dép C. cardunculus	N	Moyenne	Groupement
D, 1 Mois (contrôle)	41	1,0674	A
D, 6 Mois	41	0,7472	
D, 12 Mois	41	0,6404	
D, 18 Mois	41	0,4270	
D, 6 Mois (contrôle)	41	0,7472	B
D, 1 Mois	41	1,0674	
D, 12 Mois	41	0,6404	B
D, 18 Mois	41	0,4270	

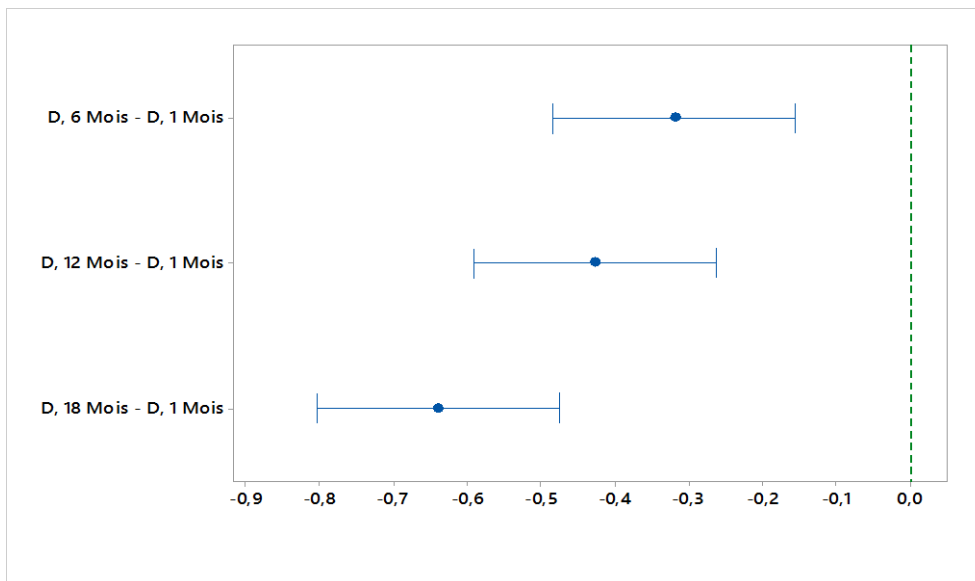


Figure 5.24. Moyennes de niveau-moyenne de contrôle (D, 1 mois) pour déplacement à la rupture

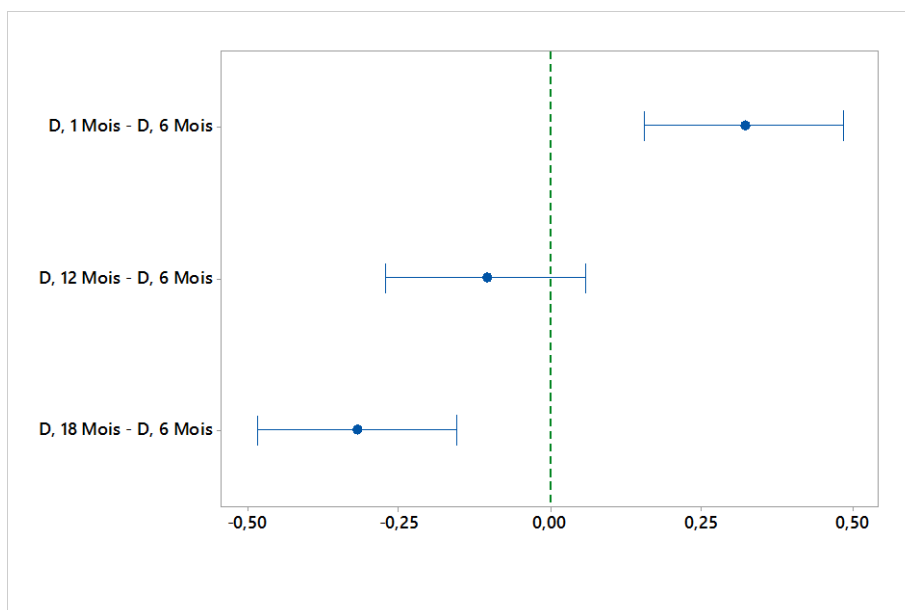


Figure 5.25. Moyenne du niveau-moyenne du contrôle (D, 6 mois) pour le déplacement à la rupture

5.9 Conclusion

Après l'étude expérimentale menée sur plus de 500 éprouvettes de fibre de l'artichaut et plus de 40 fibres pour la massette, testé en traction quasi-statique. Pour l'artichaut il y'a l'effet de stocke pendant 18 mois. On révèle les points suivants:

- Les résultats expérimentaux sont analysés par la distribution de Weibull. Les valeurs des modules de Weibull à 2 paramètres N et β pour les données de résistance à la rupture et le module d'élasticité des fibres de l'artichaut testé avec différentes estimateurs (Benard, Herd–Johnson, Kaplan–Meier et Blom). Les résultats étaient proches entre les quatre estimateurs, et la fonction fournit de la distribution cumulative CDF (cumulative distribution function). L'étude statistique a fourni une légère surestimation des propriétés mécaniques des fibres à l'aide de Weibull à 2 paramètres. Néanmoins, il reste le meilleur outil statistique pour nos données.
- L'analyse de la variance ANOVA à un facteur a également été appliquée avec de faibles probabilités d'erreur. Avec cette méthode statistique, on peut conclure que le stockage affecte sensiblement les propriétés mécaniques des fils d'artichaut.

Chapitre VI
Elaboration et caractérisations des
éprouvettes en composite à renfort bio-sourcés
(polyester/*Cynara cardunculus* L)

Chapitre 6

Elaboration et Caractérisations des Eprouvettes en Composite à Renfort Bio-Sources (Polyester/Cynara Cardunculus L)

6.1 Introduction

Les mélanges de deux matériaux ou plus sont répertoriés comme matériaux composites. On identifie en général deux parties constitutives essentielles du composite d'une part, la partie des renforts sous forme de fibres dont le rôle est d'assurer la résistance mécanique. D'autre part, la partie de la matrice qui sert pour l'enrobage et la protection des renforts tout en assurant en même temps la propagation uniforme des contraintes entre les fibres. On peut classer les matériaux composites par rapport aux types ou la nature de la matrice à utiliser : matériau composite à matrice métallique CMM, matériau composite à matrice organique CMO, composite à matrice céramique (CMC).

Les composites à matrice polymère renforcés de fibres offre un double avantage qui les distingue par rapport matériaux isotropes classiques d'un point de vue robustesse mécanique allié à une légèreté économique. La caractérisation mécanique des matériaux composites est une tâche délicate. Pendant les tests mécaniques, le défi qui peut être extrêmement difficile, consiste à garantir qu'un état de contrainte pur et uniforme soit imposé sur un volume significatif de matériau, afin d'extraire les données de propriété mécanique souhaitées. Pour ce faire, il faut faire preuve de grand soin dans la conception des échantillons et des dispositions de chargement. En supposant que cela puisse être fait de manière satisfaisante, il existe des normes de méthode de test disponibles qui définissent la manière dont le test doit être effectué. Ce chapitre tente de décrire l'essai quasi statique de traction pour l'évaluation des données mécanique important telles que : le module

d'élasticité, contrainte, force, et déformations. Il en est de même pour le cas de l'essai de cisaillement réalisé sur un modèle de courte poutre ((Short Beam Shear)) pour estimer les données mécaniques essentielles dont entre autres la résistance à la rupture.

6.2 Définition et préparation de composite étudié

Le composite étudié est un stratifié à fibres de plante d'Artichaut et d'une résine polyester. Le renfort est les fibres de feuilles de *Cynara cardunculus L.* Dans le cadre de notre étude on s'intéresse d'un point de vue géographique aux plantes de fibres de *Cynara cardunculus L.* très répandues et cultivées dans le nord-est de l'Algérie et qui sont disponibles dans la région de la wilaya de Skikda. Après observation au microscope on remarque deux types de fibres qui se distinguent de par leurs longueurs physiques, leurs dispositions et le sens dominant de leurs orientations. On remarque d'une part que l'orientation des fibres longues est dominante suivant la sens unidirectionnelle de la longueur (Figure 6.1), mais que d'autre part, celle des fibres courtes se présente en se distribuant d'après des directions aléatoires (Figure 6.2).

La préparation des éprouvettes d'essais en traction est élaborée suivant, respectivement deux modèles de fibres *Cynara cardunculus L.*, dont le premier est préparé avec les fibres longues étalées en longueur, et le deuxième constitué de fibre courte disposée d'après des directions aléatoires. La matrice est constituée d'un mélange de résine polyester PRE 64, d'un durcisseur SR8205 et d'un accélérateur. Lors de l'élaboration, les plis sont d'abord imprégnés de résine, puis empilés manuellement et introduits dans le moule. Partant de la température ambiante, les mesures indiquent un taux de fibre de $43,5 \pm 1,4\%$ calculé par l'utilisation de la norme ASTM D3171 – 99 sachants que la masse volumique de la fibre est égale à $1g / cm^3$.



Figure 6.1. Modèle d'éprouvette à renfort de fibre long (*Cynara cardunculus L.*)

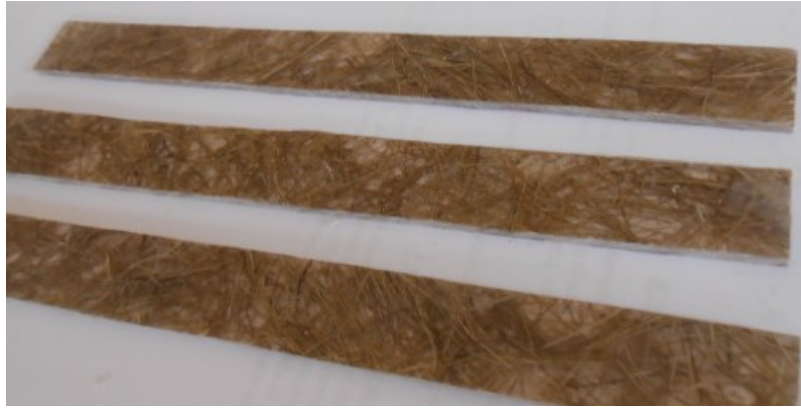


Figure 6.2. Modèle d'éprouvette à renfort court (*Cynara cardunculus*).

6.3 Essai de cisaillement du modèle composite en poutre-courte

La préparation du modèle composite (fibre Artichaut/polyester) d'essais en poutre-courte est élaborée sur la base des renforts de fibres longues (*Cynara cardunculus L*) étalées en longueur. L'éprouvette considérée comme une poutre courte est usinée à partir d'un modèle de stratifié plat. La poutre est chargée en utilisant la flexion avec trois points.

L'application de la méthode d'essai ((poutre- courte "*short-beam*")) est limitée aux cas des composites à matrice polymère renforcée par des fibres continues ou discontinues, et dont les propriétés élastiques sont équilibrées et symétriques par rapport à l'axe longitudinal de la poutre. Cette méthode d'essai permet de déterminer la résistance au cisaillement de la poutre courte. Installation et chargement de l'éprouvette (Short Beam)

La figure 6.3 montre l'installation et la charge de l'éprouvette. L'écart en longueur entre les deux articulations est "*s*", l'épaisseur est "*t*", la largeur est "*b*" et "*e*" est la distance aux bords (hors les articulations). Le rapport *s/t* est égal à 5. Cette configuration respect la norme ASTM D-2344.

La résistance au cisaillement évaluée à partir d'essai en flexion sur une éprouvette représentée par un modèle (poutre-courte) est calculée par l'équation 6.1 comme suite :

$$F^{sbs} = 0.75 \times \frac{P_m}{b \times t} \quad (6.1)$$

Où :

F^{sbs} la résistance de courte-poutre, égale 35,75 MPa

P_m = la charge maximale observée pendant l'essai.

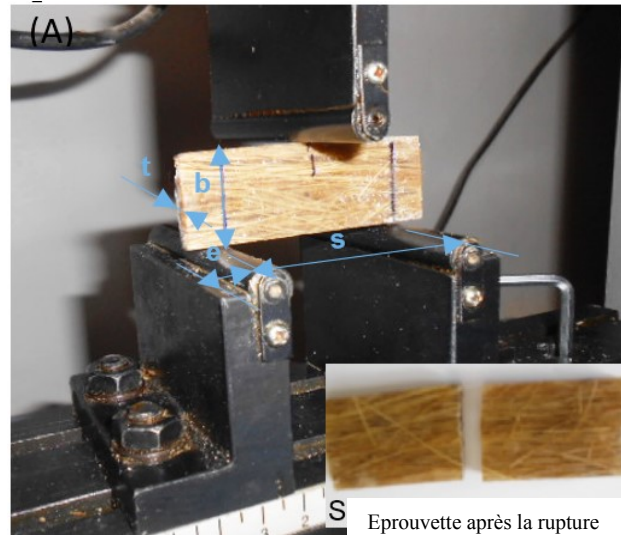


Figure 6.3. Essai de résistance de poutre- courte- (fibre Artichaut/polyester).

6.3.1 Analyse des résultats

L'essai au cisaillement sur l'éprouvette sous forme de poutre-courte (*Short beam Shear*) donne lieu à une force maximale à la rupture importante égale à 1.308 KN. Ceci correspondant respectivement, à une déflexion égale à 1.2 mm, une 'énergie de travail fournie estimée au environ de 1.56 J, avec en plus une résistance de flexion importante égale à 35.75 MPa.

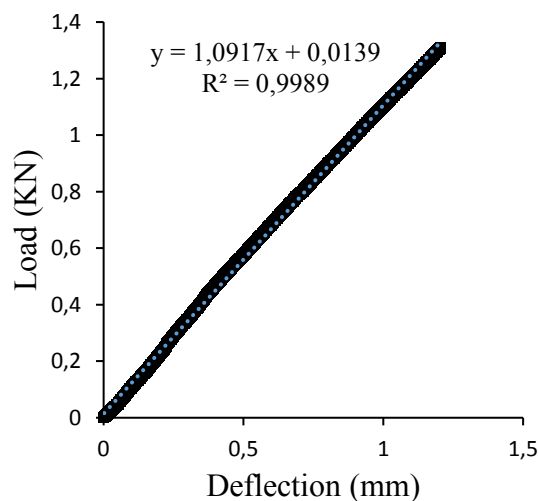


Figure 6.4. Diagramme d'essai force de chargement –déplacement sur l'éprouvette en modèle de poutre-courte composite

6.3.2 Essais quasi-statiques de traction

Les essais quasi-statiques en traction effectués sont décrits par les normes ASTM D 3039/D 3039M. Ils sont réalisés sur une machine servo-électrique TE à mors auto-serrant et réglée avec une vitesse de déplacement de la traverse de 2

mm/min. Les éprouvettes rectangulaires de 250 mm de longueur, 25 mm de largeur et $2,1 \pm 0,5$ mm d'épaisseur sont équipées de talons de même largeur avec 50 mm de longueur (Figure 6.5).



Figure 6.5. Installation de l'éprouvette en composite sur la machine TE avec cellule de charge de 10KN (Laboratoire de l'université KASDI Merbah Ouargla.)

6.3.3 Analyse des résultats de tractions ; fibre de renfort, résine et composite

La figure 6.6 représente le comportement contrainte/déformation de traction de quatre (4) différents types d'éprouvettes d'essais (fibre, composite, résine) qui sont testées dans une température ambiante de 24 °C. Après les essais on trouve que la contrainte à la rupture de traction des éprouvettes atteint ; pour l'éprouvette constituée avec des fibres de renforts longues un seuil de 29.5 MPa correspondant à une déformation de 4.36% ; pour l'éprouvette constituée avec des fibres de renforts mat un seuil a renforts 16.28 MPa correspondant à une déformation 2.68%. Enfin, concernant la traction de la résine on observe que la courbe montre un comportement bidirectionnel. Dont, la contrainte à la limite élastique égale à 14.625 MPa et correspondant à une déformation allant jusqu'à 3.35%.

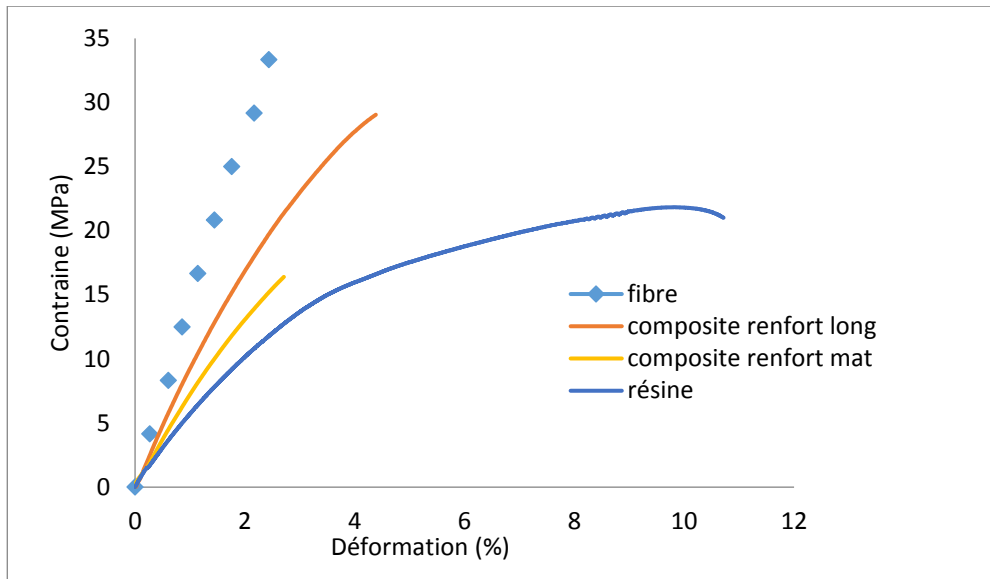


Figure 6.6. Comportement en traction de fibre, de résine et de composite.

6.4 Conclusion

Les valeurs obtenues d'après les essais quasi-statiques de traction présentent une amélioration importante du comportement mécanique. En effet, on peut observer d'après le diagramme de comportement une analyse comparative qui montre d'une part, que les bio-renforts améliorent l'élasticité de la résine de 15% pour les fibres longues et 10 % pour les fibres courtes. D'autre part, elles diminuent la déformation longitudinale de 50% pour les fibres de renforts longues et 78% pour les fibres de renfort courte. A cet effet on peut conclure que ce type de renforts favorise un comportement de type fragile.

Conclusion générale

Conclusion générale

Le nord d'Algérie est une zone de production naturelle très importante de l'Artichaut (*Cynara cardunculus L*) et de la massette (typha latifolia) "cultive sauvage" particulièrement au Nord-Est (Annaba, Skikda, Guelma, Taraf, Constantine) où cette plante est plus répandue naturellement.

Dans ce travail nous avons examiné l'extraction des fibres à partir de feuilles d'Artichaut et la massette pour évaluer la possibilité de les utiliser comme renfort des matrices de polymère pour l'Artichaut et comme fil de tissage pour la massette.

Les résultats expérimentaux sont comparables à ceux d'autres fibres naturelles communes. Par contre ils sont inférieurs à ceux renforcés par les fibres de verre, ce qui explique les développements limités de ces fibres dans le domaine du composite utilisé dans l'industrie qui gère de grandes contraintes (force, température, ...).

Les calculs des propriétés mécaniques effectués avec trois méthodes ; estimation par méthode énergétique en fonction de section écrasée et non écrasée. Après l'étude statistique (ANOVA et comparaison deux à deux) on trouve que la méthode la plus souvent utilisée (calcule en fonction de section non écrasée) n'estime pas avec grande précision, les comportements mécaniques de la plupart des fibres végétales (fibres qui contient des lumens).

L'augmentation particulière de l'utilisation de matériaux verts peut être assimilée à notre nouvelle structure de polyester/fibre Artichaut dans le côté construction soit immeuble et/ou navals qui travaillent dans les régions de production de ces fibres.

En conclusion, les feuilles d'Artichaut et de la massette peuvent être récupérées afin d'extraire leurs fibres créant ainsi une chaîne industrielle, très localisée (c-à-d à partir des champs cultivés aux chantiers de construction), avec un avantage en termes de :

-Au point de vue économique on peut citer les faibles coûts, la réduction importante des temps de cycles de production, les gains énergétiques à la transformation et la densité faible par rapport aux autres renforts.

-Au point de vue technique on peut citer les propriétés mécaniques presque identiques en renforcement aux renforts traditionnels.

-Au point de vue écologiques on peut citer, l'abaissement du contenu en matériaux d'origine fossile, l'utilisation d'une plante à fort caractère écologique, l'absence de résidus après incinération, ultime en fin de vie, la fabrication de produits avec un aspect naturel aussi elles sont entièrement recyclables. Ces caractéristiques amènent de plus en plus d'industriels à adopter ces nouveaux matériaux.

-Au point de vue de stockage, les fibres de l'artichaut peuvent supportés une durée de stockage de 12 mois dans les conditions ambiantes avant l'exploiter.

Au futur l'objectif de ce travail de recherche est de combiner ce type de fibres avec des résines de biosourcées pour analyser et étudier les propriétés mécaniques et l'adhérence fibre/matrice de ce nouveau type de matériaux composites.

Dans ces dernières années, les matériaux composites ont vue beaucoup de développement. Les chercheurs ont suivi des méthodes très différentes afin d'améliorer ces composites, ils ont renforcé les différents types de matrice polymères par des fibres synthétiques afin d'optimiser les bonnes performances de comportement mécaniques en améliorant les caractéristiques des matériaux. Cependant, leur impact négatif sur l'homme et l'environnement pose un problème sur la santé. Pour parer à cet inconvénient, l'importance des fibres naturelle a augmenté beaucoup plus avec le temps.

Les bio-fibres connaissent une grande diversité. Ils ont beaucoup d'avantage comparé aux fibres synthétiques comme on a pu constater dans le premier chapitre de cette étude.

Notre étude aussi, a été faite sur les fibres de Typha Latifolia (massette) dont le but était d'évaluer la possibilité d'utiliser ces fibres comme alternative en vue du renforcement des matrices polymères, ou comme des fibres de tissu.

Dans un premier temps, on a fait l'extraction des fibres de typha ou on a constaté qu'il y a deux types de fibres (A et B). On a étudié la morphologie de ces deux variantes et de ce point de vu on n'a pas trouvé une grande différence entre les deux. Ensuite, on a fait l'étude expérimentale des composants de la plante typha par méthode de DRX qui a montré que cette dernière a des composants qui possèdent des propriétés physiques et chimiques fascinantes et qui a répondu à notre question à propos de la raison derrière la rigidité remarquable de ses fibres.

L'autre partie expérimentale sur la massette portait sur l'essai quasi-statique conduit à la traction mécanique des deux types de fibres de typha (A et B) et qui a montré que ces fibres peuvent supporter des charges importantes. On fait remarquer cependant, que comparativement parlant, les fibres de type A offre une capacité portante de chargement légèrement inférieure par rapport aux fibres de type B.

Tous les résultats de cette étude ont montré qu'on peut envisager l'utilisation des fibres de la massette et de l'artichaut comme renfort pour les résines polymères ainsi que pour d'autres matériaux composites. Ceci ouvre pour le future une voie prometteuse dans beaucoup de domaine d'application mécanique et industriel.

Enfin nous espérons par cette modeste étude apporter un élément de réponse et une nouvelle alternative afin de satisfaire aux besoins d'innovation et de la conception de nouveau matériaux pour la construction mécanique et industrielle qui respectent l'environnement en offrant les bonnes performances de comportement mécanique allié à une légèreté économique.

Références

Références

- [1] Krouit, M., Belgacem, M.N., Bras, J. (2010). Chemical versus solvent extraction treatment: comparison and influence on polyester based bio-composite mechanical properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(6): 703-708. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.01.014>
- [2] Benjamin Masseteau, Annette Roy, Franck Michaud, Marck Irle. *Comptes Rendus des JNC 17 – Poitiers 2011. Bio-based composites for light aircrafts : modelisation of elastic tensil modulus.*
- [3] Ruksakulpiwat, Y., Suppakarn, N., Sutapun, W., Thomthong. W. (2007). Vetiver–polypropylene composites: Physical and mechanical properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38(2): 590-601. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2006.02.006>
- [4] Koronis, G., Silva, A., Fontul, M. (2013). Green composites: A review of adequate materials for automotive applications. *Composites Part B: Engineering*, 44(1): 120-127. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.07.004>
- [5] AL-Oqila, F.M., Sapuan, S.M. (2014). Natural fiber reinforced polymer composites in industrial applications: feasibility of date palm fibers for sustainable automotive industry. *Journal of Cleaner Production*, 66: 347-354. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2013.10.050>
- [6] Kabir, M.M., Wang, H., Lau, K.T., Cardona, F., Aravinthan, T. (2012). Mechanical properties of chemically-treated hemp fibre reinforced sandwich composites. *Composites Part B: Engineering*, 43(2): 159-169. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2011.06.003>
- [7] Ruiz-Cano, D., Pérez-Llamas, F., Frutos, M.J., Arnao, M.B., Espinosa, C., López-Jiménez, J.Á., Castillo, J., Zamora, S. (2014). Chemical and functional properties of the different by-products of artichoke (*Cynaras colymus L.*) from industrial canning processing. *Food Chemistry*, 160: 134-140. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.03.091>
- [8] Frutos, M. J., Ruiz-Cano, D., Valero-Cases, E., Zamora, S., & Pérez-Llamas, F. (2019). Chapter 3.2. Artichoke (*Cynara scolymus L.*). *Nonvitamin and Nonmineral Nutritional Supplements*, 135–138. doi:10.1016/b978-0-12-812491-8.00018-7

- [9] Pistón, M., Machado, I., Branco, C.S., Cesio, V., Heinzen, H., Ribeiro, D., Fernandes, E., Chisté, R.C., Freitas, M. (2014). Infusion, decoction and hydroalcoholic extracts of leaves from artichoke (*Cynara cardunculus* L. subsp. *Cardunculus*) are effective scavengers of physiologically relevant ROS and RNS. *Food Research International*, 64: 150-156. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2014.05.078>
- [10] Shatalov, A.A., Pereira, H. (2014). Dissolving grade eco-clean cellulose pulps by integrated fractionation of cardoon (*Cynara cardunculus*L.) stalk biomass. *Chemical Engineering Research and Design*, 92(11): 2640-2648. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2014.01.007>
- [11] Bouriazos, A., Ikonomakou, E., Papadogianakis, G. (2014). Aqueous-phase catalytic hydrogenation of methyl esters of *Cynara cardunculus* alternative low-cost non-edible oil: A useful concept to solve the food, fuel and environment issue of sustainable biodiesel. *Industrial Crops and Products*, 52: 205-210. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.10.040>
- [12] Alexandre, A.M.R.C., Diasa, A.M.A., Seabra, I.J., Portugal, A.A.T.G., de Sousa, H.C., Braga, M.E.M. (2012). Biodiesel obtained from supercritical carbon dioxide oil of *Cynara cardunculus* L. *Journal of Supercritical Fluids*, 68: 52-63. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2012.03.012>
- [13] Nomikos, T., Detopoulou, P., Fragopoulou, E., Pliakis, E., Antonopoulou, S. (2007). Boiled wild artichoke reduces postprandial glycemic and insulinemic responses in normal subjects but has no effect on metabolic syndrome patients. *Nutrition Research*, 27(12): 741-749. <https://doi.org/10.1016/j.nutres.2007.09.009>
- [14] Oliveiraa, I., Gominhob, J., Diberardinoc, S., Duartea, E. (2012). Characterization of *cynara cardunculus* L. stalks and their suitability for biogas production. *Industrial Crops and Products*, 40: 318-323. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.03.029>
- [15] Zhan, M., Wool, R.P. (2013). Design and evaluation of bio-based composites for printed circuit board application. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 47: 22-30. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.11.014>
- [16] Ramesh, M., Palanikumar, K., Reddy, K.H. (2013). Mechanical property evaluation of sisal-jute-glass fiber reinforced polyester composites. *Composites Part B*, 48: 1-9. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.12.004>
- [17] Lincoln, J. D., Shapiro, A. A., Earthman, J. C., Saphores, J.-D. M., & Ogunseitan, O. A. (2008). Design and Evaluation of Bioepoxy-Flax Composites for Printed Circuit Boards. *IEEE Transactions on Electronics Packaging Manufacturing*, 31(3), 211–220. doi:10.1109/tepm.2008.926273

- [18] Corbière-Nicollier, T., Gfeller Laban, B., Lundquist, L., Leterrier, Y., Månson, J.-A. ., & Jolliet, O. (2001). Life cycle assessment of biofibres replacing glass fibres as reinforcement in plastics. *Resources, Conservation and Recycling*, 33(4), 267–287. [https://doi.org/10.1016/S0921-3449\(01\)00089-1](https://doi.org/10.1016/S0921-3449(01)00089-1)
- [19] Nilsson, H., Galland, S., Larsson, P.T., Gamstedt, K.E., Nishino, T., Berglund, L.A., Iversen, T. (2010). A non-solvent approach for high-stiffness all-cellulose biocomposites based on pure wood cellulose. *Composites Science and Technology*, 70(12): 1704-1712.
- [20] Kaewkuk, S., Sutapun, W., Jarukumjorn, K. (2013). Effects of interfacial modification and fiber content on physical properties of sisal fiber/polypropylene composites. *Composites Part B: Engineering*, 45(1): 544-549. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.07.036>
- [21] Jarukumjorn, K., Suppakarn, N. (2009). Effect of glass fiber hybridization on properties of sisal fiber–polypropylene. *Composites Part B: Engineering*, 40(7): 623-627. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2009.04.007>
- [22] Yimin Qin. (2016). *Medical Textile Materials: A brief description of textile fibers*. Woodhead Publishing Series in Textiles. Pages: 23-42. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100618-4.00003-0>
- [23] Z.ZhongC.Xiao. (2008). *Fabric Testing: Fabric composition testing* Woodhead Publishing Series in Textiles. Pages: 48-89 <https://doi.org/10.1533/9781845695064.48>
- [24] M. Sfiligoj Smole, S. Hribernik, K. Stana Kleinschek and T. Kreže. (2013). *Advances in Agrophysical Research. Plant Fibres for Textile and Technical Applications*. <https://www.intechopen.com/books/advances-in-agrophysical-research/plant-fibres-for-textile-and-technical-applications>
- [25] Shanks, R. A. (2014). Chemistry and structure of cellulosic fibres as reinforcements in natural fibre composites. *Natural Fibre Composites*, 66–83. <https://doi.org/10.1533/9780857099228.1.66>
- [26] Rakesh, P., Diwakar, V., Venkatesh, K., & Savannanavar, R. N. (2020). A Concise Review on processing of Hybrid Composites produced by the combination of glass and natural fibers. *Materials Today: Proceedings*, 22, 2016–2024. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.03.179>
- [27] Summerscales, J., Dissanayake, N. P. J., Virk, A. S., & Hall, W. (2010). A review of bast fibres and their composites. Part 1 – Fibres as reinforcements. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(10), 1329–1335. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.06.001>

- [28] Navin Chand, Mohammed Fahim. Natural fibers and their composites. (2008). Tribology of Natural Fiber Polymer Composites, 1–58. <https://doi.org/10.1533/9781845695057.1>
- [29] Abdelmonem ELOUAER. (2011). Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales. thèse. Université de Reims Champagne-Ardenne. <https://www.theses.fr/2011REIMS003.pdf>
- [30] Rapport à la réunion annuelle de l'initiative Discover Natural Fibre, Francfort, Allemagne. Townsend Terry, président du DNFI, janvier 2019.
- [31] Économie circulaire : bénéfices socioéconomiques de l'écoconception et de l'écologie industrielle, Ademe et vous, Stratégie & études, no 33, 2012-10-10. http://www.ademe.fr/AdemEtudeStrat_33_mars
- [32] Gustavo Gili. (2014). Moda ética para um futuro sustentável. <https://ggili.com/moda-etica-para-um-futuro-sustentavel-livro.html>
- [33] Jenny Udale. (2009). Tecidos e Moda Fundamentos de Design de Moda. Porto Alegre: Bookman. 02(02).
- [34] Joanne Yip, Wing-Yu Chan. (2020) Textile fibers and fabrics. Chan Institute of Textiles and Clothing, The Hong Kong Polytechnic University, Hung Hom, Hong Kong. Chaitre 03 Pages 47-72 <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-819492-8.00003-X>
- [35] Centre of automotive research. (2016) Building Capacity and Capability in the Biobased Materials Manufacturing Sector. <http://www.cargroup.org/wp-content/uploads/2017/02/Building-Capacity-and-Capability-in-the-Biobased-Materials-Manufacturing-Sector.pdf>
- [36] Heloisa V. de Medina. (2006). Eco-design for Materials Selection in Automobile Industry. CETEM - Center for Mineral Technology. 13th CIRP INTERNATIONAL CONFERENCE ON LIFE CYCLE ENGINEERING. Pages 299-304. <https://www.mech.kuleuven.be/lce2006/066.pdf>
- [37] WPC/NFC Market Study 2014-10 (Update 2015-06). Wood-Plastic Composites (WPC) and Natural Fibre Composites (NFC): European and Global Markets 2012 and Future Trends in Automotive and Construction. www.bio-based.eu/markets
- [38] Payal R. (2019) Reliable Natural-Fibre Augmented Biodegraded Polymer Composites. In: Inamuddin, Thomas S., Kumar Mishra R., Asiri A. (eds) Sustainable

Polymer Composites and Nanocomposites. Springer, Cham.
https://doi.org/10.1007/978-3-030-05399-4_33

- [39] Warshaw, L. J. (2019). Chapitre 89 - L'industrie textile. In Encyclopédie de Sécurité et de Santé au Travail du BIT (3ème édit, pp. 1–64).
http://www.ilocis.org/fr/documents/ilo089.htm#ilo089.htm_1
- [40] Dorothea Rüesch. (1997). Production et commerce internationaux de textile et d'habillement : conditions de travail et protection de l'environnement, Annuaire suisse de politique de développement., mis en ligne le 08 août 2012, consulté le 19 janvier 2021. <https://doi.org/10.4000/aspd.811>
- [41] Wagner Melissa Monika. (2019). Study of consumer expectation and perception on ethical fashion brands and their relationship with textile parameters by using Kansai and LCA approaches. These. École doctorale Sciences pour l'Ingénieur (Lille). <https://orinuxeo.univ-lille1.fr/nuxeo/site/esupversions/c4d78c79-a71a-40cd-89dc-abda8f43dbd8>
- [42] Jolliet, O., Cotting, K., Drexler, C., & Farago, S. (1994). Life-cycle analysis of biodegradable packing materials compared with polystyrene chips: the case of popcorn. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, 49(3), 253–266.
[https://doi.org/10.1016/0167-8809\(94\)90055-8](https://doi.org/10.1016/0167-8809(94)90055-8)
- [43] Matériaux provenant de sources durables (2021). Veste-chemise en tissu croisé - Noir - HOMME | H&M CA. https://www2.hm.com/fr_ca/productpage.0941370001.html
- [44] European Union. (2000) Biomaterials: your life may depend on them. <https://cordis.europa.eu/article/id/14700-biomaterials-your-life-may-depend-on-them>
- [45] Ryszard Kozłowski. (2020). Handbook of Natural Fibres, 2nd Edition
- [46] Houck, M. M. (2009). Ways of identifying textile fibers and materials. Identification of Textile Fibers, 6–26. <https://doi.org/10.1533/9781845695651.1.6>
- [47] Macedo, M. J. P., Silva, G. S., Feitor, M. C., Costa, T. H. C., Ito, E. N., & Melo, J. D. D. (2020). Surface modification of kapok fibers by cold plasma surface treatment. *Journal of Materials Research and Technology*.
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.12.077>
- [48] Sfiligoj, M., Hribernik, S., Stana, K., & Kree, T. (2013). Plant Fibres for Textile and Technical Applications. *Advances in Agrophysical Research*.
<http://dx.doi.org/10.5772/52372>
- [49] Vi Vi Do Thi. (2011). Matériaux composites à fibres naturelles / polymère biodégradables ou non. Alimentation et Nutrition. (Thèses). Université de Grenoble;

Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh Ville. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00652477>

- [50] Beg, M. D. H. (2007). The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites (Thesis). The University of Waikato, Hamilton, New Zealand. <https://hdl.handle.net/10289/2553>
- [51] Adebayo, Eliajh & Martínez-Carrera, D. (2015). Oyster Mushrooms (*Pleurotus*) are useful for utilizing lignocellulosic biomass. *African journal of biotechnology*. 14. 52-67. [10.5897/AJB2014.14249](https://doi.org/10.5897/AJB2014.14249).
- [52] Reguant J, Rinaudo M. (2000). *Fibres Lignocellulosiques. En Iniciation á la Chimie et á la Physico-Chimie Macromoleculaires*. In: *Les polymères naturels: structure, modifications, applications*. Première ed., vol. 13. France: Groupe Français d'études et d'applications des polymères.
- [53] Alves, E. F., Bose, S. K., Francis, R. C., Colodette, J. L., Iakovlev, M., & Van Heiningen, A. (2010). Carbohydrate composition of eucalyptus, bagasse and bamboo by a combination of methods. *Carbohydrate Polymers*, 82(4), 1097–1101. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.06.038>
- [54] Hamidon, M. H., Sultan, M. T. H., Ariffin, A. H., & Shah, A. U. M. (2019). Effects of fibre treatment on mechanical properties of kenaf fibre reinforced composites: a review. *Journal of Materials Research and Technology*. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.04.012>
- [55] Mosihuzzaman, M., Quddus, A., Nahar, N., & Theander, O. (1989). Comparative study of carbohydrates in the two major species of jute (*Corchorus capsularis* and *Corchorus olitorius*). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 48(3), 305–310. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740480306>
- [56] Astruc, J., Nagalakshmaiah, M., Laroche, G., Grandbois, M., Elkoun, S., & Robert, M. (2017). Isolation of cellulose-II nanospheres from flax stems and their physical and morphological properties. *Carbohydrate Polymers*, 178, 352–359. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.08.138>
- [57] Mondragon, G., Fernandes, S., Retegi, A., Peña, C., Algar, I., Eceiza, A., & Arbelaz, A. (2014). A common strategy to extracting cellulose nanoentities from different plants. *Industrial Crops and Products*, 55, 140–148. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.02.014>
- [58] Guillou, J., Lavadiya, D. N., Munro, T., Fronk, T., & Ban, H. (2018). From lignocellulose to biocomposite: Multi-level modelling and experimental investigation of the thermal properties of kenaf fiber reinforced composites based on constituent

materials. *Applied Thermal Engineering*, 128, 1372–1381.
<https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2017.09.095>

- [59] Wi, S. G., Kim, S.-B., Lee, D.-S., Kim, H. M., & Bae, H.-J. (2015). A comparative study on enzymatic hydrolysis of kenaf from two different harvest time-points, with- and without pretreatment. *Industrial Crops and Products*, 76, 237–243.
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.06.054>
- [60] Baheti, V., Maqsood, H. S., Wiener, J., & Militky, J. (2016). Reinforcement of ozone pre-treated and enzyme hydrolyzed longer jute micro crystals in poly lactic acid composite films. *Composites Part B: Engineering*, 95, 9–17.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.03.093>
- [61] Jabbar, A., Militký, J., Wiener, J., Kale, B. M., Ali, U., & Rwawiire, S. (2017). Nanocellulose coated woven jute/green epoxy composites: Characterization of mechanical and dynamic mechanical behavior. *Composite Structures*, 161, 340–349.
<https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2016.11.062>
- [62] Jankauskienė, Z., Butkutė, B., Gruzdevienė, E., Cesevičienė, J., & Fernando, A. L. (2015). Chemical composition and physical properties of dew- and water-retted hemp fibers. *Industrial Crops and Products*, 75, 206–211.
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.06.044>
- [63] Liu, M., Fernando, D., Daniel, G., Madsen, B., Meyer, A. S., Ale, M. T., & Thygesen, A. (2015). Effect of harvest time and field retting duration on the chemical composition, morphology and mechanical properties of hemp fibers. *Industrial Crops and Products*, 69, 29–39. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.02.010>
- [64] Angelini, L. G., Scalabrelli, M., Tavarini, S., Cinelli, P., Anguillesi, I., & Lazzeri, A. (2015). Ramie fibers in a comparison between chemical and microbiological retting proposed for application in biocomposites. *Industrial Crops and Products*, 75, 178–184.
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.05.004>
- [65] Yuan, J.-M., Feng, Y.-R., & He, L.-P. (2016). Effect of thermal treatment on properties of ramie fibers. *Polymer Degradation and Stability*, 133, 303–311.
<https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2016.09.012>
- [66] Razali, N., Sapuan, S.M., Jawaid M., Ishak. M.R., Yusriah, L. (2015). A study on chemical composition, physical, tensile, morphological, and thermal properties roselle fibre: effect of fibre maturity. *Bioresources* 10 (1) 1803–1824.
<http://dx.doi.org/10.15376/biores.10.1.1803-1824>

- [67] Sonia, A., & Priya Dasan, K. (2013). Chemical, morphology and thermal evaluation of cellulose microfibrils obtained from Hibiscus sabdariffa. *Carbohydrate Polymers*, 92(1), 668–674. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.09.015>
- [68] Kraessig, H. (1987). *Cellulose chemistry and its applications*, T. P. Nevell and S. H. Zeronian, Eds., Halsted Press, John Wiley, New York, 1985, 552 pp. *Journal of Polymer Science Part C: Polymer Letters*, 25(2), 87–88. <https://doi.org/10.1002/pol.1987.140250212>
- [69] Zhu, Z., Fu, S., Lavoine, N., & Lucia, L. A. (2020). Structural reconstruction strategies for the design of cellulose nanomaterials and aligned wood cellulose-based functional materials – A review. *Carbohydrate Polymers*, 116722. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116722>
- [70] Heinze, T., & Liebert, T. (2012). Celluloses and Polyoses/Hemicelluloses. *Polymer Science: A Comprehensive Reference*, 83–152. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53349-4.00255-7>
- [71] Mohammad Dalour Hossen Beg. (2007). *The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites*. Thèse de doctorat, University of Waikato, Hamilton, New Zealand.
- [72] Liu, W., Drzal, L. T., Mohanty, A. K., & Misra, M. (2007). Influence of processing methods and fiber length on physical properties of kenaf fiber reinforced soy based biocomposites. *Composites Part B: Engineering*, 38(3), 352–359. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2006.05.003>
- [73] John, M. J., & Anandjiwala, R. D. (2008). Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites. *Polymer Composites*, 29(2), 187–207. <https://doi.org/10.1002/pc.20461>
- [74] Enrique Alarcón-Gutiérrez. (2007). *Influence de facteurs abiotiques sur la régulation des paramètres microbiens impliqués dans la dégradation de la matière organique d'une litière forestière méditerranéenne*. Thèse de doctorat. Faculté des Sciences et Techniques, L'université Paul Cezanne.
- [75] Siqueira, g., bras, j., & dufresne, a. (2010). Cellulosic bionanocomposites: a review of preparation, properties and applications. *Polymers*, 2(4), 728–765. <https://doi.org/10.3390/polym2040728>
- [76] JOHN, M., & THOMAS, S. (2008). Biofibres and biocomposites. *Carbohydrate Polymers*, 71(3), 343–364. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2007.05.040>

- [77] Alam, M. M., Maniruzzaman, M., & Morshed, M. M. (2014). Application and Advances in Microprocessing of Natural Fiber (Jute)–Based Composites. *Comprehensive Materials Processing*, 243–260. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-096532-1.00714-7>
- [78] David Sedan. (2007). Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite; Thèse de doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges.
- [79] Joseph, P. ., Rabello, M. S., Mattoso, L. H. ., Joseph, K., & Thomas, S. (2002). Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Composites Science and Technology*, 62(10-11), 1357–1372. doi:10.1016/s0266-3538(02)00080-5
- [80] Dwivedi, U. K., & Chand, N. (2009). Influence of MA-g-PP on abrasive wear behaviour of chopped sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Journal of Materials Processing Technology*, 209(12-13), 5371–5375. doi:10.1016/j.jmatprotec.2009.04.008
- [81] Monteiro, S. N., Margem, F. M., Camoso Pereira, A., Simonassi, N., & Oliveira, M. P. (2014). Charpy Impact Tests in Epoxy Matrix Composites Reinforced with Continuous Sisal Fiber. *Materials Science Forum*, 775–776, 290–295. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.775-776.290>
- [82] Munakaampe, G. M., Kanyanga, S. B., Myler, P., & Chizyuka, C. G. (2017). Response of Natural Sisal Reinforced Polyester Composites to Three-point and Four-point Bending. *Procedia Manufacturing*, 7, 327–332. doi:10.1016/j.promfg.2016.12.080
- [83] Athijayamani, A., Thiruchitrabalam, M., Natarajan, U., & Pazhanivel, B. (2009). Effect of moisture absorption on the mechanical properties of randomly oriented natural fibers/polyester hybrid composite. *Materials Science and Engineering: A*, 517(1-2), 344–353. doi:10.1016/j.msea.2009.04.027
- [84] Sangthong, S., Pongprayoon, T., & Yanumet, N. (2009). Mechanical property improvement of unsaturated polyester composite reinforced with admicellar-treated sisal fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(6-7), 687–694. doi:10.1016/j.compositesa.2008.12.004
- [85] Megiatto, J. D., Silva, C. G., Rosa, D. S., & Frollini, E. (2008). Sisal chemically modified with lignins: Correlation between fibers and phenolic composites properties. *Polymer Degradation and Stability*, 93(6), 1109–1121. doi:10.1016/j.polymdegradstab.2008.03.011
- [86] Megiatto, J. D., Ramires, E. C., & Frollini, E. (2010). Phenolic matrices and sisal fibers modified with hydroxy terminated polybutadiene rubber: Impact strength, water

absorption, and morphological aspects of thermosets and composites. *Industrial Crops and Products*, 31(1), 178–184. doi:10.1016/j.indcrop.2009.10.001

- [87] Megiatto, J. D., Silva, C. G., Ramires, E. C., & Frollini, E. (2009). Thermoset matrix reinforced with sisal fibers: Effect of the cure cycle on the properties of the biobased composite. *Polymer Testing*, 28(8), 793–800. doi:10.1016/j.polymertesting.2009.07.001
- [88] Ramires, E. C., Megiatto, J. D., Gardrat, C., Castellan, A., & Frollini, E. (2010). Biobased composites from glyoxal–phenolic resins and sisal fibers. *Bioresource Technology*, 101(6), 1998–2006. doi:10.1016/j.biortech.2009.10.005
- [89] Athijayamani, A., Thiruchitrambalam, M., Natarajan, U., & Pazhanivel, B. (2009). Influence of alkali-treated fibers on the mechanical properties and machinability of roselle and sisal fiber hybrid polyester composite. *Polymer Composites*, NA–NA. doi:10.1002/pc.20853
- [90] Silva, F. de A., Mobasher, B., & Filho, R. D. T. (2009). Cracking mechanisms in durable sisal fiber reinforced cement composites. *Cement and Concrete Composites*, 31(10), 721–730. doi:10.1016/j.cemconcomp.2009.07.004
- [91] Tonoli, G. H. D., Santos, S. F., Joaquim, A. P., & Savastano, H. (2010). Effect of accelerated carbonation on cementitious roofing tiles reinforced with lignocellulosic fibre. *Construction and Building Materials*, 24(2), 193–201. doi:10.1016/j.conbuildmat.2007.11.018
- [92] Charlet, K., Baley, C., Morvan, C., Jernot, J. P., Gomina, M., & Bréard, J. (2007). Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38(8), 1912–1921. doi:10.1016/j.compositesa.2007.03.006
- [93] Garkhail, S.K., Heijenrath, R.W.H. & Peijs, T. Mechanical Properties of Natural-Fibre-Mat- Reinforced Thermoplastics based on Flax Fibres and Polypropylene. *Applied Composite Materials* 7, 351–372 (2000). <https://doi.org/10.1023/A:1026590124038>
- [94] Arbelaiz, A., Fernández, B., Cantero, G., Llano-Ponte, R., Valea, A., & Mondragon, I. (2005). Mechanical properties of flax fibre/polypropylene composites. Influence of fibre/matrix modification and glass fibre hybridization. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 36(12), 1637–1644. doi:10.1016/j.compositesa.2005.03.021
- [95] Yuan Y., Guo M., Wang Y. (2011) Flax Fibers as Reinforcement in Poly (Lactic Acid) Biodegradable Composites. In: Chen R. (eds) *Intelligent Computing and Information*

Science. ICICIS 2011. Communications in Computer and Information Science, vol 134. Springer, Berlin, Heidelberg. https://doi.org/10.1007/978-3-642-18129-0_85

- [96] Van de Velde, K., & Kiekens, P. (2003). Effect of material and process parameters on the mechanical properties of unidirectional and multidirectional flax/polypropylene composites. *Composite Structures*, 62(3-4), 443–448. doi:10.1016/j.compstruct.2003.09.018
- [97] Bos, H. L., Müssig, J., & van den Oever, M. J. A. (2006). Mechanical properties of short-flax-fibre reinforced compounds. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(10), 1591–1604. doi:10.1016/j.compositesa.2005.10.011
- [98] Adesina, O.T., Jamiru, T., Sadiku, E.R. et al. (2019). Mechanical evaluation of hybrid natural fibre–reinforced polymeric composites for automotive bumper beam: a review. *Int J Adv Manuf Technol*. 103,1781–1797 doi : 10.1007/s00170-019-03638-w
- [99] Stuart, T., Liu, Q., Hughes, M., McCall, R. D., Sharma, H. S. S., & Norton, A. (2006). Structural biocomposites from flax—Part I: Effect of bio-technical fibre modification on composite properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(3), 393–404. doi:10.1016/j.compositesa.2005.06.002
- [100] Liu, Q., & Hughes, M. (2008). The fracture behaviour and toughness of woven flax fibre reinforced epoxy composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(10), 1644–1652. doi:10.1016/j.compositesa.2008.07.008
- [101] Van de Weyenberg, I., Chi Truong, T., Vangrimde, B., & Verpoest, I. (2006). Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(9), 1368–1376. doi:10.1016/j.compositesa.2005.08.016
- [102] Van de Weyenberg, I., Ivens, J., De Coster, A., Kino, B., Baetens, E., & Verpoest, I. (2003). Influence of processing and chemical treatment of flax fibres on their composites. *Composites Science and Technology*, 63(9), 1241–1246. doi:10.1016/s0266-3538(03)00093-9
- [103] Manfredi, L. B., Rodríguez, E. S., Wladyka-Przybylak, M., & Vázquez, A. (2006). Thermal degradation and fire resistance of unsaturated polyester, modified acrylic resins and their composites with natural fibres. *Polymer Degradation and Stability*, 91(2), 255–261. doi:10.1016/j.polymdegradstab.2005.05.003
- [104] Alix, S., Philippe, E., Bessadok, A., Lebrun, L., Morvan, C., & Marais, S. (2009). Effect of chemical treatments on water sorption and mechanical properties of flax fibres. *Bioresource Technology*, 100(20), 4742–4749. doi:10.1016/j.biortech.2009.04.067

- [105] Adekunle, K., Å...kesson, D., & Skrifvars, M. (2010). Biobased composites prepared by compression molding with a novel thermoset resin from soybean oil and a natural-fiber reinforcement. *Journal of Applied Polymer Science*, NA–NA. doi:10.1002/app.31634
- [106] Pracella, M., Chionna, D., Anguillesi, I., Kulinski, Z., & Piorkowska, E. (2006). Functionalization, compatibilization and properties of polypropylene composites with Hemp fibres. *Composites Science and Technology*, 66(13), 2218–2230. doi:10.1016/j.compscitech.2005.12.006
- [107] Bourmaud, A., & Baley, C. (2009). Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling. *Polymer Degradation and Stability*, 94(3), 297–305. doi:10.1016/j.polymdegradstab.2008.12.010
- [108] Cicala, G., Cristaldi, G., Recca, G., Ziegmann, G., El-Sabbagh, A., & Dickert, M. (2009). Properties and performances of various hybrid glass/natural fibre composites for curved pipes. *Materials & Design*, 30(7), 2538–2542. doi:10.1016/j.matdes.2008.09.044
- [109] Bhoopathi R., Ramesh M. (2019) Mechanical Properties' Evaluation of Hemp Fibre-Reinforced Polymer Composites. In: Lakshminarayanan A., Idapalapati S., Vasudevan M. (eds) *Advances in Materials and Metallurgy. Lecture Notes in Mechanical Engineering*. Springer, Singapore. https://doi.org/10.1007/978-981-13-1780-4_33
- [110] Haq, M., Burgueño, R., Mohanty, A. K., & Misra, M. (2008). Hybrid bio-based composites from blends of unsaturated polyester and soybean oil reinforced with nanoclay and natural fibers. *Composites Science and Technology*, 68(15-16), 3344–3351. doi:10.1016/j.compscitech.2008.09.007
- [111] Hepworth, D. ., Hobson, R. ., Bruce, D. ., & Farrent, J. . (2000). The use of unretted hemp fibre in composite manufacture. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 31(11), 1279–1283. doi:10.1016/s1359-835x(00)00098-1
- [112] Kunanopparat, T., Menut, P., Morel, M.-H., & Guilbert, S. (2008). Plasticized wheat gluten reinforcement with natural fibers: Effect of thermal treatment on the fiber/matrix adhesion. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(12), 1787–1792. doi:10.1016/j.compositesa.2008.08.006
- [113] Kunanopparat, T., Menut, P., Morel, M.-H., & Guilbert, S. (2008). Reinforcement of plasticized wheat gluten with natural fibers: From mechanical improvement to deplasticizing effect. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(5), 777–785. doi:10.1016/j.compositesa.2008.02.001

- [114]Bledzki, A., Faruk, O., & Mamun, A. (2008). Influence of compounding processes and fibre length on the mechanical properties of abaca fibre-polypropylene composites. *Polimery*, 53, 120-125. DOI:10.14314/POLIMERY.2008.120
- [115]Bledzki, A. K., Mamun, A. A., & Faruk, O. (2007). Abaca fibre reinforced PP composites and comparison with jute and flax fibre PP composites. *Express Polymer Letters*, 1(11), 755–762. doi:10.3144/expresspolymlett.2007.104
- [116]Pothan, L. A., Thomas, S., & Groeninckx, G. (2006). The role of fibre/matrix interactions on the dynamic mechanical properties of chemically modified banana fibre/polyester composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(9), 1260–1269. doi:10.1016/j.compositesa.2005.09.001
- [117]Savastano, H., Santos, S. F., Radonjic, M., & Soboyejo, W. O. (2009). Fracture and fatigue of natural fiber-reinforced cementitious composites. *Cement and Concrete Composites*, 31(4), 232–243. doi:10.1016/j.cemconcomp.2009.02.006
- [118]El-Meligy, M. G., Mohamed, S. H., & Mahani, R. M. (2010). Study mechanical, swelling and dielectric properties of prehydrolysed banana fiber – Waste polyurethane foam composites. *Carbohydrate Polymers*, 80(2), 366–372. doi:10.1016/j.carbpol.2009.11.034
- [119]Teramoto, N., Urata, K., Ozawa, K., & Shibata, M. (2004). Biodegradation of aliphatic polyester composites reinforced by abaca fiber. *Polymer Degradation and Stability*, 86(3), 401–409. doi:10.1016/j.polymdegradstab.2004.04.026
- [120]Annie Paul, S., Boudenne, A., Ibos, L., Candau, Y., Joseph, K., & Thomas, S. (2008). Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite materials. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(9), 1582–1588. doi:10.1016/j.compositesa.2008.06.004
- [121]Susheel Kalia. (2018). Lignocellulosic Composite Materials. Dio : 10.1007/978-3-319-68696-7
- [122]Gohil, P. P., & Shaikh, A. A. (2010). Experimental Evaluation for Mechanical Property of Unidirectional Banana Reinforced Polyester Composites. *Advanced Materials Research*, 123-125, 1147–1150. doi:10.4028/www.scientific.net/amr.123-125.1147
- [123]Sathasivam, K., Mas Haris, M. R. H., & Noorsal, K. (2010). The Preparation and Characterization of Esterified Banana Trunk Fibers/Poly(vinyl alcohol) Blend Film. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 49(13), 1378–1384. doi:10.1080/03602559.2010.512324

- [124]Sarkar, B. K., & Ray, D. (2004). Effect of the defect concentration on the impact fatigue endurance of untreated and alkali treated jute–vinylester composites under normal and liquid nitrogen atmosphere. *Composites Science and Technology*, 64(13-14), 2213–2219. doi:10.1016/j.compscitech.2004.03.017
- [125]Mohanty, A. ., Khan, M. A., & Hinrichsen, G. (2000). Surface modification of jute and its influence on performance of biodegradable jute-fabric/Biopol composites. *Composites Science and Technology*, 60(7), 1115–1124. doi:10.1016/s0266-3538(00)00012-9
- [126]Sarkar, S., & Adhikari, B. (2001). Jute felt composite from lignin modified phenolic resin. *Polymer Composites*, 22(4), 518–527. doi:10.1002/pc.10556
- [127]Saba, N., Jawaid, M., Alothman, O. Y., Paridah, M., & Hassan, A. (2015). Recent advances in epoxy resin, natural fiber-reinforced epoxy composites and their applications. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 35(6), 447–470. doi:10.1177/0731684415618459
- [128]Samal, R. K., Acharya, S., Mohanty, M., & Ray, M. C. (2000). FTIR spectra and physico-chemical behavior of vinyl ester participated transesterification and curing of jute. *Journal of Applied Polymer Science*, 79(4), 575–581. doi:10.1002/1097-4628(20010124)79:4<575::aid-app10>3.0.co;2-u
- [129]Dwivedi, U. K., & Chand, N. (2009). Influence of Fibre Orientation on Friction and Sliding Wear Behaviour of Jute Fibre Reinforced Polyester Composite. *Applied Composite Materials*, 16(2), 93–100. doi:10.1007/s10443-008-9079-x
- [130]Singh, B., Gupta, M., & Verma, A. (2000). The durability of jute fibre-reinforced phenolic composites. *Composites Science and Technology*, 60(4), 581–589. doi:10.1016/s0266-3538(99)00172-4
- [131]Alves, C., Ferrão, P. M. C., Silva, A. J., Reis, L. G., Freitas, M., Rodrigues, L. B., & Alves, D. E. (2010). Ecodesign of automotive components making use of natural jute fiber composites. *Journal of Cleaner Production*, 18(4), 313–327. doi:10.1016/j.jclepro.2009.10.022
- [132]MIR, A., Zitoune, R., Collombet, F., & Bezzazi, B. (2009). Study of Mechanical and Thermomechanical Properties of Jute/Epoxy Composite Laminate. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 29(11), 1669–1680. doi:10.1177/0731684409341672
- [133]Sarikanat, M. (2009). The Influence of Oligomeric Siloxane Concentration on the Mechanical Behaviors of Alkalized Jute/Modified Epoxy Composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 29(6), 807–817. doi:10.1177/0731684408100700

- [134]Fraga, A. N., Frulloni, E., de la Osa, O., Kenny, J. M., & Vázquez, A. (2006). Relationship between water absorption and dielectric behaviour of natural fibre composite materials. *Polymer Testing*, 25(2), 181–187. doi:10.1016/j.polymertesting.2005.11.002
- [135]Ahmed, K. S., Vijayarangan, S., & Naidu, A. C. B. (2007). Elastic properties, notched strength and fracture criterion in untreated woven jute–glass fabric reinforced polyester hybrid composites. *Materials & Design*, 28(8), 2287–2294. doi:10.1016/j.matdes.2006.08.002
- [136]Santulli, C. (2001). Post-impact damage characterisation on natural fibre reinforced composites using acoustic emission. *NDT & E International*, 34(8), 531–536. doi:10.1016/s0963-8695(01)00013-5
- [137]Dash, B. N., Rana, A. K., Mishra, H. K., Nayak, S. K., & Tripathy, S. S. (2000). Novel low-cost jute-polyester composites. III. Weathering and thermal behavior. *Journal of Applied Polymer Science*, 78(9), 1671–1679. doi:10.1002/1097-4628(20001128)78:9<1671::aid-app130>3.0.co;2-8
- [138]Sever, K., Sarikanat, M., Seki, Y., Erkan, G., & Erdoğan, Ü. H. (2010). The Mechanical Properties of γ -Methacryloxypropyltrimethoxy silane-treated Jute/Polyester Composites. *Journal of Composite Materials*, 44(15), 1913–1924. doi:10.1177/0021998309360939
- [139]Yicheng, Du ; Jilei Zhang ; Yibin Xue ; Thomas E. Lacy, Jr. ; Hossein Toghiani ; Mark F. Horstemeyer ; Charles U. Pittman, Jr. (2010). Kenaf Bast Fiber Bundle–Reinforced Unsaturated Polyester Composites. III: Statistical Strength Characteristics and Cost-Performance Analyses. *Forest Products Journal*. 60 (6): 514–521. <https://doi.org/10.13073/0015-7473-60.6.514>
- [140]Threepopnatkul, P., Kaerkitcha, N., & Athipongarporn, N. (2008). Polycarbonate with Pineapple Leaf Fiber to Produce Functional Composites. *Advanced Materials Research*, 47-50, 674–677. doi:10.4028/www.scientific.net/amr.47-50.674
- [141]Mangal, R., Saxena, N. S., Sreekala, M. S., Thomas, S., & Singh, K. (2003). Thermal properties of pineapple leaf fiber reinforced composites. *Materials Science and Engineering: A*, 339(1-2), 281–285. doi:10.1016/s0921-5093(02)00166-1
- [142]Mishra, S., Misra, M., Tripathy, S. S., Nayak, S. K., & Mohanty, A. K. (2001). Potentiality of Pineapple Leaf Fibre as Reinforcement in PALF-Polyester Composite: Surface Modification and Mechanical Performance. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 20(4), 321–334. doi:10.1177/073168401772678779

- [143]Arib, R. M. N., Sapuan, S. M., Ahmad, M. M. H. M., Paridah, M. T., & Zaman, H. M. D. K. (2006). Mechanical properties of pineapple leaf fibre reinforced polypropylene composites. *Materials & Design*, 27(5), 391–396. doi:10.1016/j.matdes.2004.11.009
- [144]Lopattananon, N., Panawarangkul, K., Sahakaro, K., & Ellis, B. (2006). Performance of pineapple leaf fiber–natural rubber composites: The effect of fiber surface treatments. *Journal of Applied Polymer Science*, 102(2), 1974–1984. doi:10.1002/app.24584
- [145]He, L. P., Tian, Y., & Wang, L. L. (2008). Study on Ramie Fiber Reinforced Polypropylene Composites (RF-PP) and its Mechanical Properties. *Advanced Materials Research*, 41-42, 313–316. doi:10.4028/www.scientific.net/amr.41-42.313
- [146]Xu, H., Wang, L., Teng, C., & Yu, M. (2008). Biodegradable Composites: Ramie Fibre Reinforced PLLA-PCL Composite Prepared by in Situ Polymerization Process. *Polymer Bulletin*, 61(5), 663–670. doi:10.1007/s00289-008-0986-7
- [147]LEI, W., LEI, W., & REN, C. (2006). Effect of volume fraction of ramie cloth on physical and mechanical properties of ramie cloth/UP resin composite. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 16, s474–s477. doi:10.1016/s1003-6326(06)60237-9
- [148]Paiva Júnior, C. ., de Carvalho, L. ., Fonseca, V. ., Monteiro, S. ., & d' Almeida, J. R. . (2004). Analysis of the tensile strength of polyester/hybrid ramie–cotton fabric composites. *Polymer Testing*, 23(2), 131–135. doi:10.1016/s0142-9418(03)00071-0
- [149]Müssig, J. (2008). Cotton Fibre-reinforced Thermosets Versus Ramie Composites: A Comparative Study using Petrochemical- and Agro-based Resins. *Journal of Polymers and the Environment*, 16(2), 94–102. doi:10.1007/s10924-008-0089-4
- [150]Lodha, P., & Netravali, A. N. (2005). Characterization of stearic acid modified soy protein isolate resin and ramie fiber reinforced “green” composites. *Composites Science and Technology*, 65(7-8), 1211–1225. doi:10.1016/j.compscitech.2004.12.036
- [151]Kumar, R., & Zhang, L. (2009). Aligned ramie fiber reinforced arylated soy protein composites with improved properties. *Composites Science and Technology*, 69(5), 555–560. doi:10.1016/j.compscitech.2008.10.027
- [152]Hajime, K., Akira, F. (2008). WOOD-BASED EPOXY RESINS AND THE RAMIE FIBER REINFORCED COMPOSITES. *Environmental Engineering and Management Journal*. Vol.7, No.5, 517-523. <http://omicron.ch.tuiasi.ro/EEMJ/>
- [153]Long, C.-G., He, L.-P., Zhong, Z.-H., & Chen, S.-G. (2007). Studies on the Polypropylene Composites Reinforced by Ramier Fiber andK2Ti6O13Whisker. *Research Letters in Materials Science*, 2007, 1–4. doi:10.1155/2007/87072

- [154]Wang, W., & Huang, G. (2009). Characterisation and utilization of natural coconut fibres composites. *Materials & Design*, 30(7), 2741–2744. doi:10.1016/j.matdes.2008.11.002
- [155]Geethamma, V. G., Kalaprasad, G., Groeninckx, G., & Thomas, S. (2005). Dynamic mechanical behavior of short coir fiber reinforced natural rubber composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 36(11), 1499–1506. doi:10.1016/j.compositesa.2005.03.004
- [156]Ferrara L., Ferreira S.R., Krelani V., Lima P., Silva F., Filho R.D.T. (2017) Cementitious Composites Reinforced with Natural Fibres. In: Barros J., Ferrara L., Martinelli E. (eds) *Recent Advances on Green Concrete for Structural Purposes. Research for Development*. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-319-56797-6_9
- [157]Paul, R., Gouda, K. & Bhowmik, S. (2020). Effect of Different Constraint on Tribological Behaviour of Natural Fibre/Filler Reinforced Polymeric Composites: a Review. *Silicon*. <https://doi.org/10.1007/s12633-020-00613-z>
- [158]Haque, M. M., Hasan, M., Islam, M. S., & Ali, M. E. (2009). Physico-mechanical properties of chemically treated palm and coir fiber reinforced polypropylene composites. *Bioresource Technology*, 100(20), 4903–4906. doi:10.1016/j.biortech.2009.04.072
- [159]Prasad, N., Agarwal, V.K. & Sinha, S. (2015). Physico-mechanical properties of coir fiber/LDPE composites: Effect of chemical treatment and compatibilizer. *Korean J. Chem. Eng.* 32, 2534–2541. <https://doi.org/10.1007/s11814-015-0069-z>
- [160]Bledzki, A. K., Mamun, A. A., & Volk, J. (2010). Barley husk and coconut shell reinforced polypropylene composites: The effect of fibre physical, chemical and surface properties. *Composites Science and Technology*, 70(5), 840–846. doi:10.1016/j.compscitech.2010.01.022
- [161]Okubo, K., Fujii, T., & Yamamoto, Y. (2004). Development of bamboo-based polymer composites and their mechanical properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35(3), 377–383. doi:10.1016/j.compositesa.2003.09.017
- [162]Shih, Y.-F. (2007). Mechanical and thermal properties of waste water bamboo husk fiber reinforced epoxy composites. *Materials Science and Engineering: A*, 445-446, 289–295. doi:10.1016/j.msea.2006.09.032

- [163]Ismail, H., Edyham, M. R., & Wirjosentono, B. (2002). Bamboo fibre filled natural rubber composites: the effects of filler loading and bonding agent. *Polymer Testing*, 21(2), 139–144. doi:10.1016/s0142-9418(01)00060-5
- [164]Ismail, H., Shuhelmy, S., & Edyham, M. . (2002). The effects of a silane coupling agent on curing characteristics and mechanical properties of bamboo fibre filled natural rubber composites. *European Polymer Journal*, 38(1), 39–47. doi:10.1016/s0014-3057(01)00113-6
- [165]Liu, H., Huang, Y., Yuan, L., He, P., Cai, Z., Shen, Y., ... Xiong, H. (2010). Isothermal crystallization kinetics of modified bamboo cellulose/PCL composites. *Carbohydrate Polymers*, 79(3), 513–519. doi:10.1016/j.carbpol.2009.08.037
- [166]Thwe, M. M., & Liao, K. (2002). Effects of environmental aging on the mechanical properties of bamboo–glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33(1), 43–52. doi:10.1016/s1359-835x(01)00071-9
- [167]Biswas, S., Satapathy, A., & Patnaik, A. (2010). Effect of Ceramic Fillers on Mechanical Properties of Bamboo Fiber Reinforced Epoxy Composites: A Comparative Study. *Advanced Materials Research*, 123-125, 1031–1034. doi:10.4028/www.scientific.net/amr.123-125.1031
- [168]Fernández, J., Curt, M. D., & Aguado, P. L. (2006). Industrial applications of *Cynara cardunculus* L. for energy and other uses. *Industrial Crops and Products*, 24(3), 222–229. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2006.06.010>
- [169]Ceccarelli, N., Curadi, M., Picciarelli, P. et al. Globe artichoke as a functional food. *Mediterr J Nutr Metab* 3, 197–201 (2010). <https://doi.org/10.1007/s12349-010-0021-z>
- [170]Lishawa, S. C., Albert, D. A., & Tuchman, N. C. (2010). Water Level Decline Promotes *Typha X glauca* Establishment and Vegetation Change in Great Lakes Coastal Wetlands. *Wetlands*, 30(6), 1085–1096. <https://doi.org/10.1007/s13157-010-0113-z>
- [171]Travis, S.E., Marburger, J.E., Windels, S.K. et al. Clonal Structure of Invasive Cattail (*Typhaceae*) Stands in the Upper Midwest Region of the US. *Wetlands* 31, 221–228 (2011). <https://doi.org/10.1007/s13157-010-0142-7>
- [172]Larkin, D.J., Freyman, M.J., Lishawa, S.C. et al. Mechanisms of dominance by the invasive hybrid cattail *Typha × glauca* . *Biol Invasions* 14, 65–77 (2012). <https://doi.org/10.1007/s10530-011-0059-y>

- [173] Grace, J.B., Wetzel, R.G., (1981) Habitat partitioning and competitive displacement in cattails (*Typha*): experimental field studies. *The American Naturalist* 118(4) 463–474. <https://www.jstor.org/stable/2460778>
- [174] Snow, A. A., Travis, S. E., Wildová, R., Fér, T., Sweeney, P. M., Marburger, J. E., ... Mutegi, E. (2010). Species-specific SSR alleles for studies of hybrid cattails (*Typha latifolia* × *T. angustifolia* ; Typhaceae) in North America. *American Journal of Botany*, 97(12), 2061–2067. <https://doi.org/10.3732/ajb.1000187>
- [175] Kirk, H., Connolly, C., & Freeland, J. R. (2011). Molecular genetic data reveal hybridization between *Typha angustifolia* and *Typha latifolia* across a broad spatial scale in eastern North America. *Aquatic Botany*, 95(3), 189–193. <https://doi.org/10.1016/j.aquabot.2011.05.007>
- [176] Andrews NJ, Pratt DC (1978) Energy potential of cattails (*Typha* spp.) and productivity in managed stands. *Journal of the Minnesota Academy of Science* 44.
- [177] Dubbe, D. R., Garver, E. G., & Pratt, D. C. (1988). Production of cattail (*Typha* spp.) biomass in Minnesota, USA. *Biomass*, 17(2), 79–104. [https://doi.org/10.1016/0144-4565\(88\)90073-X](https://doi.org/10.1016/0144-4565(88)90073-X)
- [178] Miller, R.L., Fujii, R. Plant community, primary productivity, and environmental conditions following wetland re-establishment in the Sacramento-San Joaquin Delta, California. *Wetlands Ecol Manage* 18, 1–16 (2010). <https://doi.org/10.1007/s11273-009-9143-9>
- [179] Grosshans, R.E. (2014). Cattail (*Typha* spp.) biomass harvesting for nutrient capture and sustainable bioenergy for integrated watershed management. Dissertation, University of Manitoba. <http://hdl.handle.net/1993/23564>
- [180] Newman, S., Grace, J.B., Koebel, J.W. (1996). Effects of nutrients and hydroperiod on *Typha*, *Cladium*, and *Eleocharis*: implications for Everglades restoration. *Ecological Applications* 6:774–783. <https://doi.org/10.2307/2269482>
- [181] Webb J, Zhang X-H (2013) Organ-disparate allocation of plasticity in phosphorus response as an underlying mechanism for the sawgrass-to-cattail habitat shift in Florida Everglades wetlands. *International Journal of Plant Sciences* 174(5) 779–790. DOI: 10.1086/670236
- [182] Miao, S. & Sklar, F. Biomass and nutrient allocation of sawgrass and cattail along a nutrient gradient in the Florida Everglades. *Wetlands Ecology and Management* 5, 245–264 (1997). <https://doi.org/10.1023/A:1008217426392>

- [183]Cicek, N., Lambert, S., Venema, H. D., Snelgrove, K. R., Bibeau, E. L., & Grosshans, R. (2006). Nutrient removal and bio-energy production from Netley-Libau Marsh at Lake Winnipeg through annual biomass harvesting. *Biomass and Bioenergy*, 30(6), 529–536. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2005.12.009>
- [184]CABI (2018b) *Typha latifolia*. In: *Invasive Species Compendium*. Available via CABI. <https://www.cabi.org/ISC/datasheet/54297>. Accessed 22 Oct 2018
- [185]CABI (2018c) *Typha angustifolia*. In: *Invasive Species Compendium*. Available via CABI. <https://www.cabi.org/ISC/datasheet/54294>. Accessed 22 Oct 2018
- [186]CABI (2018d) *Typha domingensis*. In: *Invasive Species Compendium*. Available via CABI. <https://www.cabi.org/ISC/datasheet/54296>. Accessed 22 Oct 2018
- [187]CABI (2018a) *Typha x glauca*. In: *Invasive Species Compendium*. Available via CABI. <https://www.cabi.org/ISC/datasheet/107745>. Accessed 22 Oct 2018
- [188]Grace, J.B., Wetzel, R.G. (1981). Effects of size and growth rate on vegetative reproduction in *Typha*. *Oecologia* 50, 158–161. <https://doi.org/10.1007/BF00348030>
- [189]Houssame LimamiImad Manssouri Khalid Cherkaoui Asmae Khaldoun. (2021). Mechanical and physicochemical performances of reinforced unfired claybricks with recycled *Typha*-fibers waste as a construction material additive. 2 1-8 <https://doi.org/10.1016/j.clet.2020.100037>
- [190]Rezig s. 1., jaouadi m., khoffi f., msahli s., durand b. (2016). Optimization of processing parameters for extraction of typha stem fibers. *International journal of applied research on textile*. Volume 4 (2) 53-64. URL: <http://atctex.org/ijartex/current-issue.html>
- [191]Li, X., Tabil, L.G., Panigrahi, S. (2007). Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: a review. *J of Polym and the Environ*, 15(1): 25-33. <https://doi.org/10.1007/s10924-006-0042-3>
- [192]Iucolano, F., Caputo, D., Leboffe, F., Liguori, B. (2015). Mechanical behavior of plaster reinforced with abaca fibers. *Construction and Building Materials*, 99: 184-191. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.09.020>
- [193]Zhang, K., Wang, F.X., Liang, W.Y., Wang, Z.Q., Duan, Z.W., Yang, B. (2018). Thermal and mechanical properties of bamboo fiber reinforced epoxy composites. *Polymers*, 10(6): 608. <https://doi.org/10.3390/polym10060608>
- [194]Wambua, P., Ivens, J., Verpoest, I. (2003). Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? *Composites Science and Technology*, 63(9): 1259-1264. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00096-4](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00096-4)

- [195]Naveen, J., Jawaid, M., Amuthakkannan, P., & Chandrasekar, M. (2019). Mechanical and physical properties of sisal and hybrid sisal fiber-reinforced polymer composites. *Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites*, 427–440. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102292-4.00021-7>
- [196]Chawla, K. K. (2001). Glass Fibers. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, 3541–3545. <https://doi.org/10.1016/B0-08-043152-6/00630-6>
- [197]University of Nebraska-Lincoln. (2021). X-ray structural characterization facility. <https://ncmn.unl.edu/xray>
- [198]Highscore suit. (2021). Malvern Panalytical. <https://www.malvernpanalytical.com/en/products/category/software/x-ray-diffraction-software/highscore>.
- [199]Benítez-Guerrero, M., Pérez-Maqueda, L. A., Sánchez-Jiménez, P. E., & Pascual-Cosp, J. (2014). Characterization of thermally stable gamma alumina fibres biomimicking sisal. *Microporous and Mesoporous Materials*, 185, 167- 178. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2013.11.012>
- [200]Mohamed Amine Zenasni. Synthèse et caractérisation des nanocomposites biodégradables élaborés par trois procédés (intercalation en solution, polymérisation in situ et par voie fondue). Autre. Université de Lorraine, 2015. Français. ffNNT : 2015LORR0290ff. <https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01754583>
- [201]Malkapuram, R., Kumar, V., Yuvraj, S.N. (2009). Recent development in natural fibre reinforced polypropylene composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 28(10): 1169-1189. <https://doi.org/10.1177/0731684407087759>
- [202]Ghoushji, M.J., Alebrahim, R., Zulkifli, R., Sulong, A.B., Abdullah, S., Azhari, C.H. (2018). Crashworthiness characteristics of natural ramie/bio-epoxy composite tubes for energy absorption application. *Iranian Poly J*, 27(8): 563-575. <https://doi.org/10.1007/s13726-018-0633-6>
- [203]Senthilkumar, K., Saba, N., Chandrasekar, M., Jawaid, M., Rajini, N., Othman, Y.A., Siengchin, S. (2019). Evaluation of mechanical and free vibration properties of the pineapple leaf fibre reinforced polyester composites. *Construction and Building Materials*, 195: 423-431. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.081>
- [204]Thomas, S., Woh, Y., Wang, R., Goh, L.K. (2017). Probing the hydrophilicity of coir fibres: analysis of the mechanical properties of single coir fibres. *Procedia Engineering*, 200: 206-212. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.07.030>

[205] Zimmermann FJP (2004) Estatística aplicada à pesquisa agrícola. Embrapa Arroz e Feijão, Santo Antônio de Goiás.

[206] Jorge L. Mendoza. (2006). Book Review: Design and Analysis: A Researcher's Handbook.

Publication

1. **Article international (2020):** “Experimental Study of Mechanical Behaviour of Renewable Fibre Reinforced Composite Materials Type (Cynara Cardunculus L/Polyester)”

Brahim Issasfa, Toufik Benmansour, Valle Valéry, Mustapha Bouakba

Doi: <https://doi.org/10.18280/rcma.300101>.

Revue des Composites et des Matériaux Avancés (Journal of Composite and Advanced Materials (RCMA))

- **ISSN:**

1169-7954 (print); 1958-5799 (online)

- **Indexing & Archiving:**

Web of Science, Emerging Sources Citation Index, Scopus, SCImago (SJR), Ei Compendex, MIAR, EBSCOhost, Publons, ScienceOpen, Google Scholar, CrossRef, Portico, Microsoft Academic, CNKI Scholar, Baidu Scholar

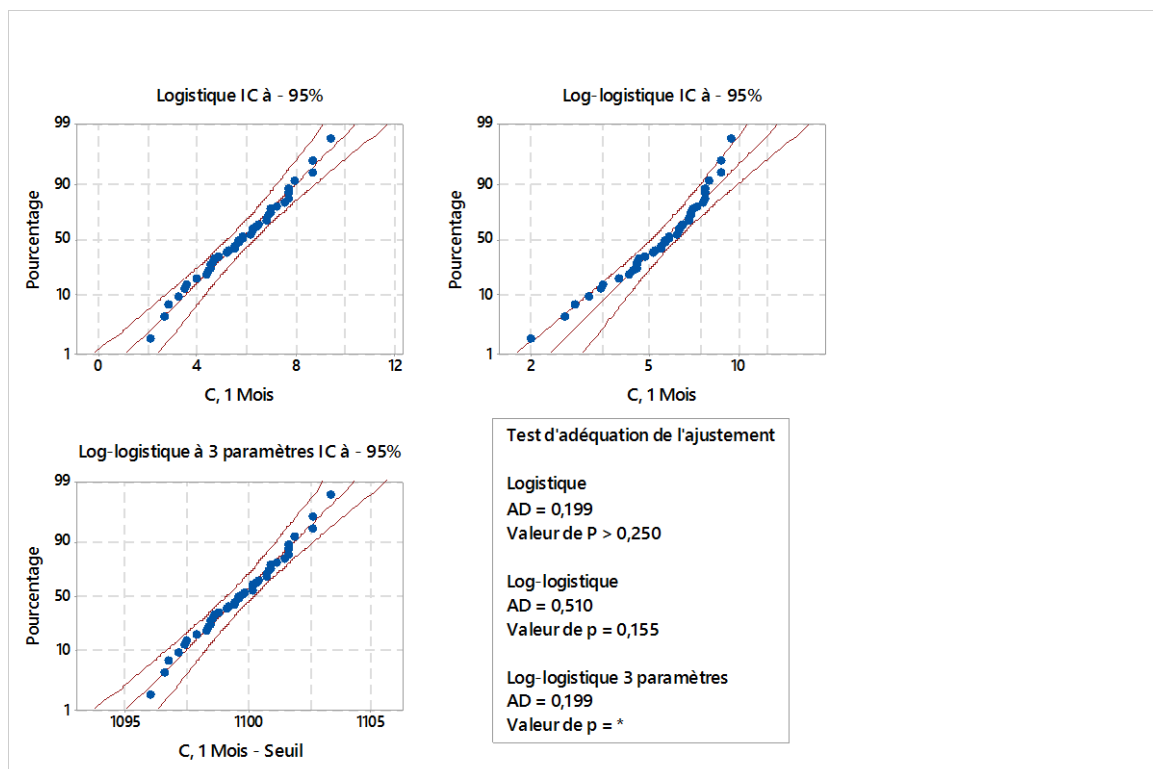
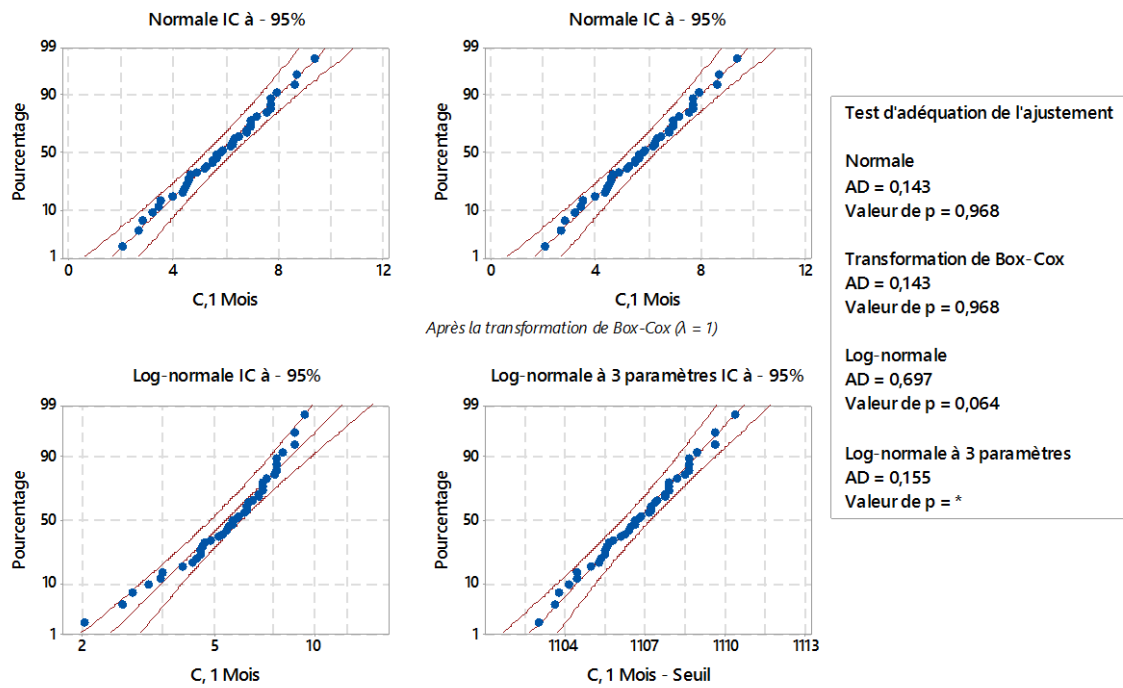
Editeur: Prof. Francis Collombet Institut Clément Ader (France)

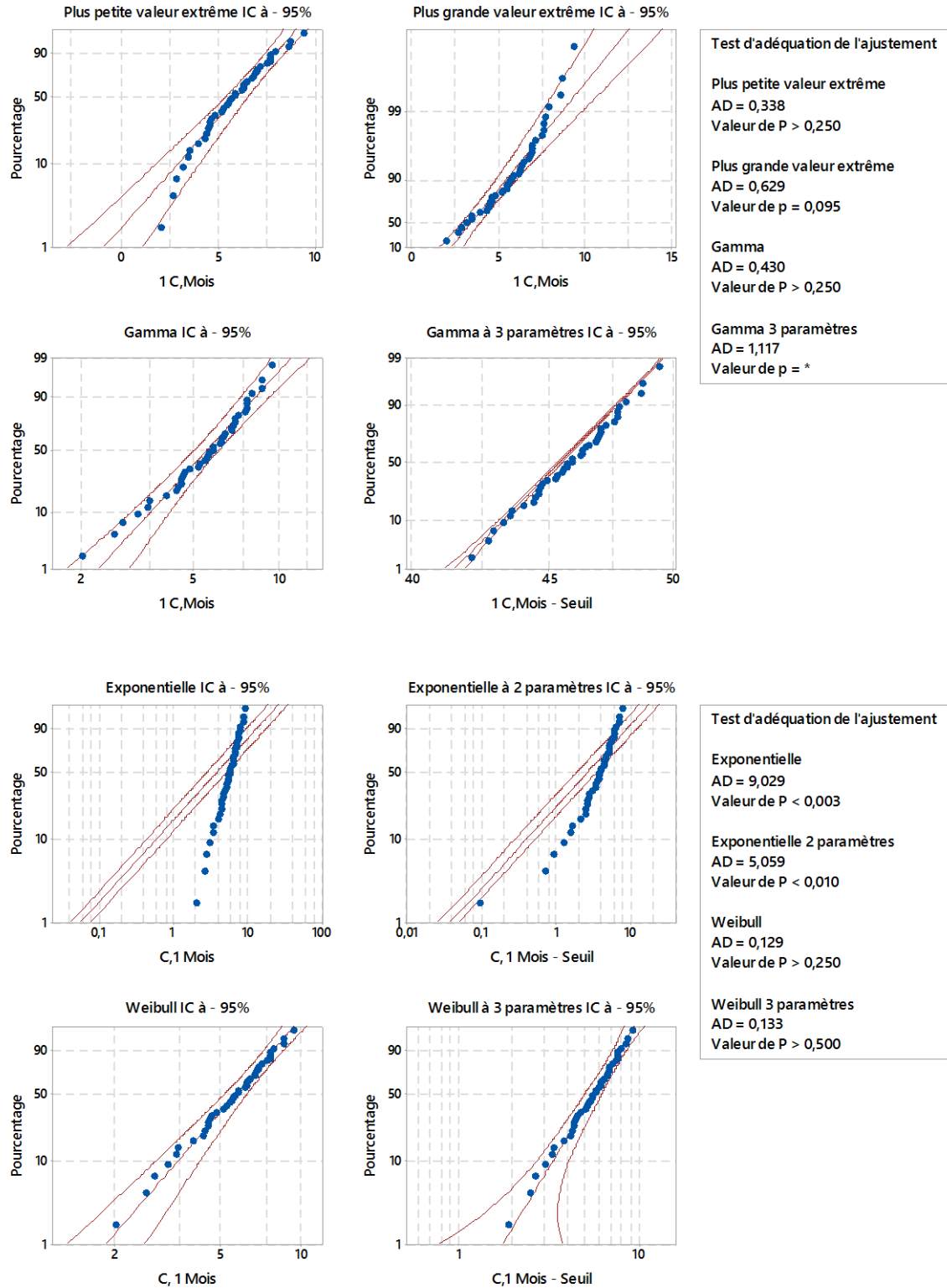
Communication

Issasfa B. Benmansour T. Vallery V. Contribution à l'étude du comportement mécanique des matériaux bio-sourcés de type composite (Cynara cardunculus/polyester) conférence de la 2ème I.C.M'2015. 25-26 Novembre 2015. Deuxième Conférence Internationale de Mécanique. Université de Constantine, Faculté de la technologie, Département génie mécanique.

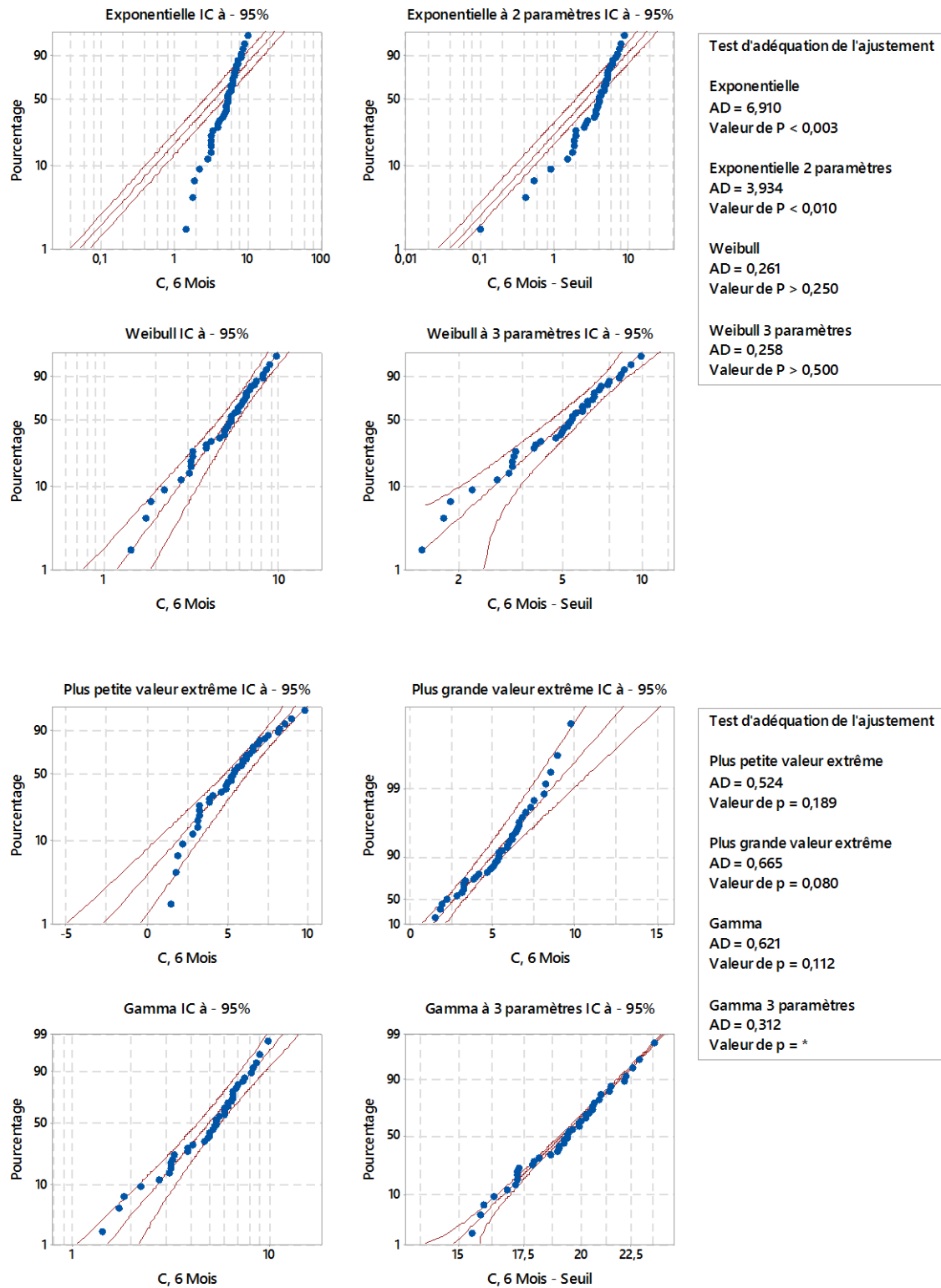
Annexes

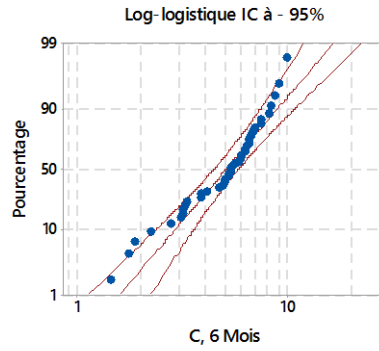
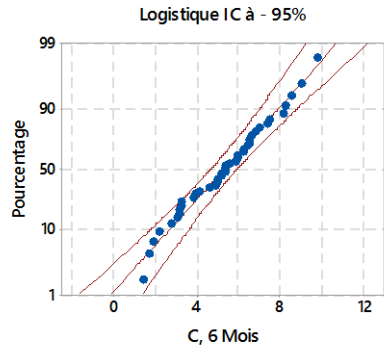
Annexe 1. Diagramme de probabilité de charge en traction des fibres non traitées stockées 1 mois





Annexe 2. Diagramme de probabilité de charge en traction des fibres non traitées stockées 6 mois



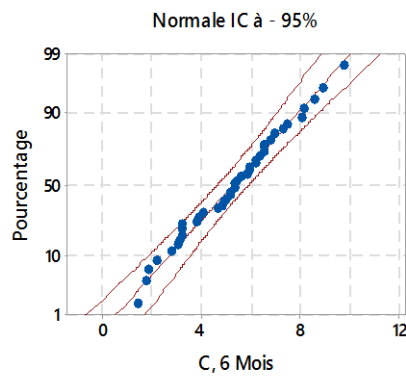
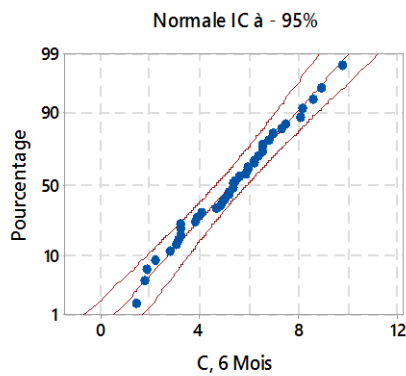
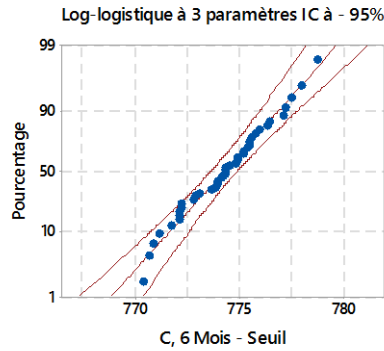


Test d'adéquation de l'ajustement

Logistique
AD = 0,261
Valeur de P > 0,250

Log-logistique
AD = 0,794
Valeur de p = 0,022

Log-logistique 3 paramètres
AD = 0,262
Valeur de p = *



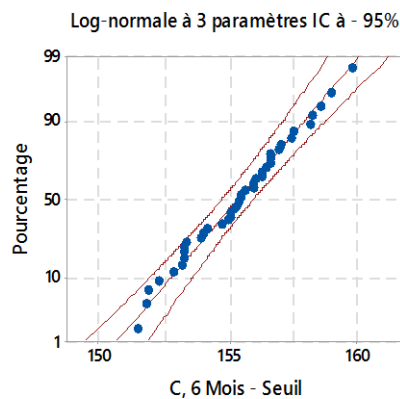
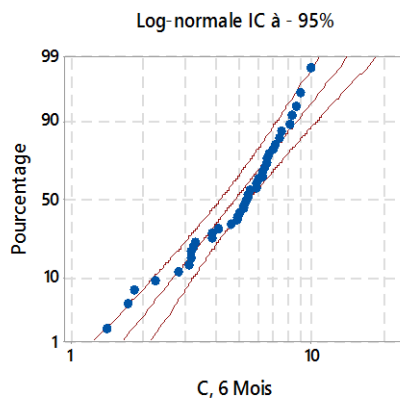
Test d'adéquation de l'ajustement

Normale
AD = 0,219
Valeur de p = 0,827

Transformation de Box-Cox
AD = 0,219
Valeur de p = 0,827

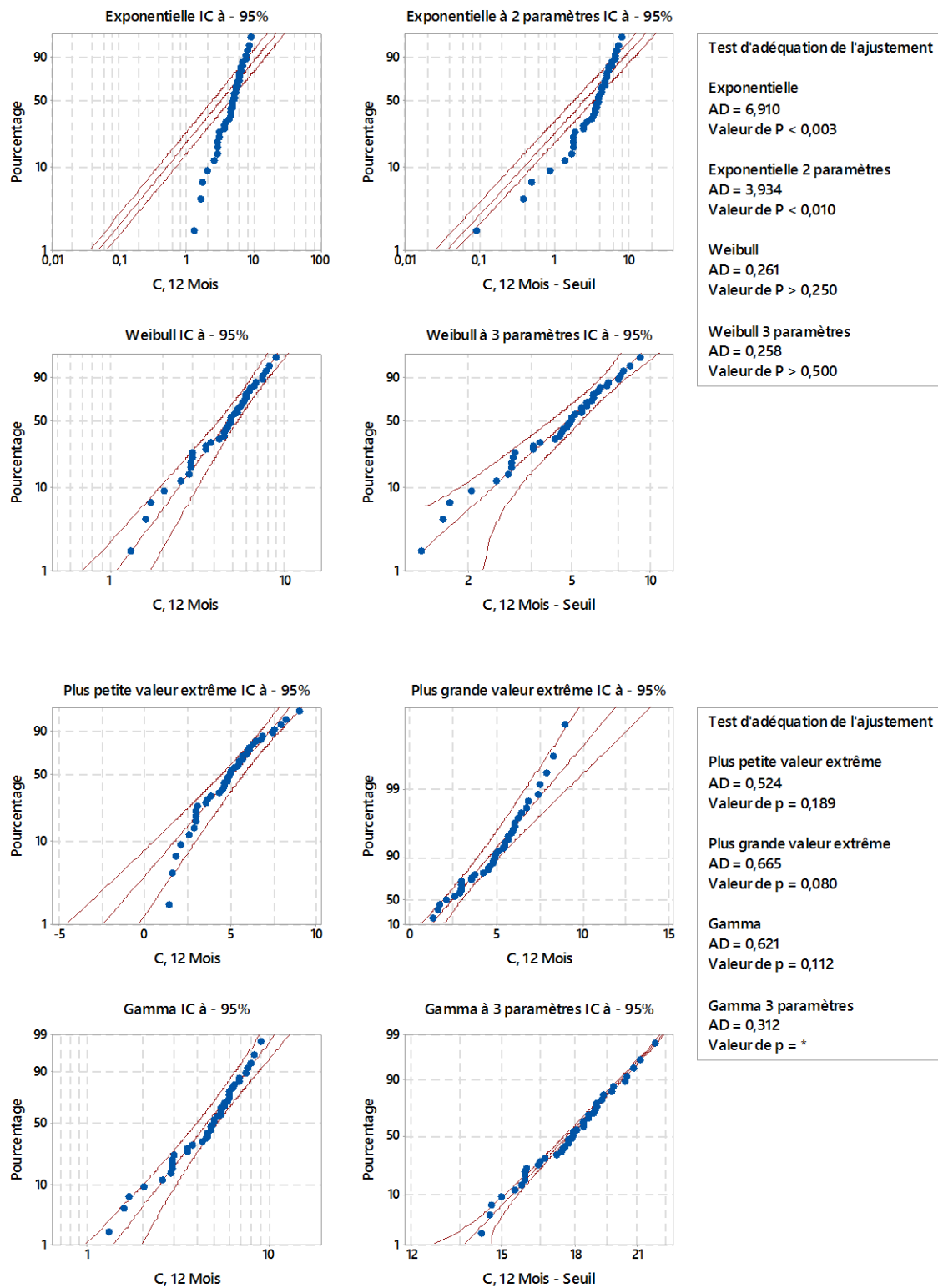
Log-normale
AD = 1,019
Valeur de p = 0,010

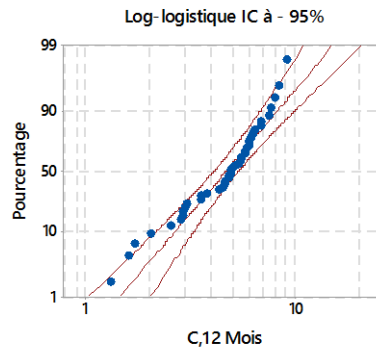
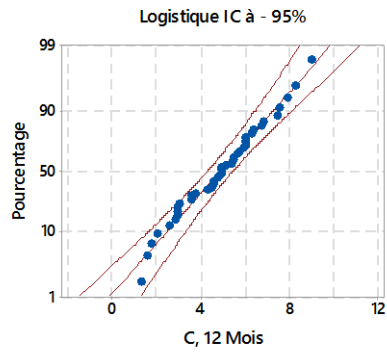
Après la transformation de Box-Cox ($\lambda = 1$)



Log-normale à 3 paramètres
AD = 0,235
Valeur de p = *

Annexe 3. Diagramme de probabilité de charge en traction des fibres non traitées stockées 12 mois



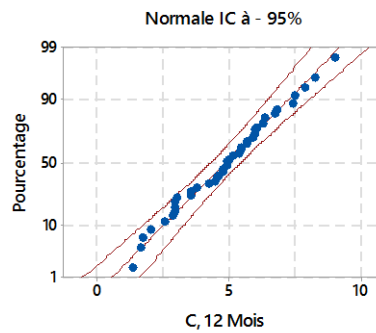
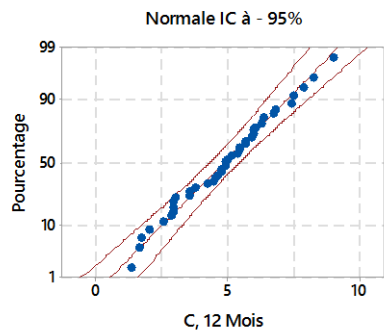
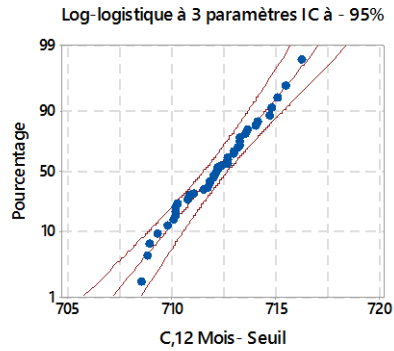


Test d'adéquation de l'ajustement

Logistique
AD = 0,261
Valeur de P > 0,250

Log-logistique
AD = 0,794
Valeur de p = 0,022

Log-logistique 3 paramètres
AD = 0,262
Valeur de p = *



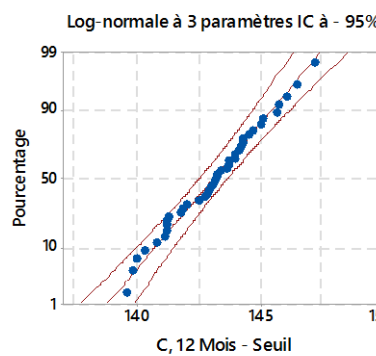
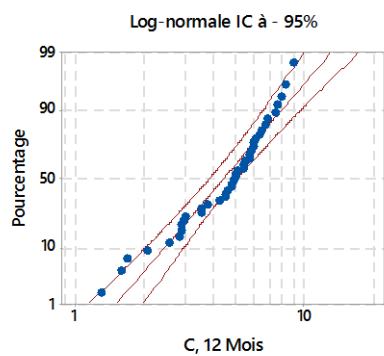
Test d'adéquation de l'ajustement

Normale
AD = 0,219
Valeur de p = 0,827

Transformation de Box-Cox
AD = 0,219
Valeur de p = 0,827

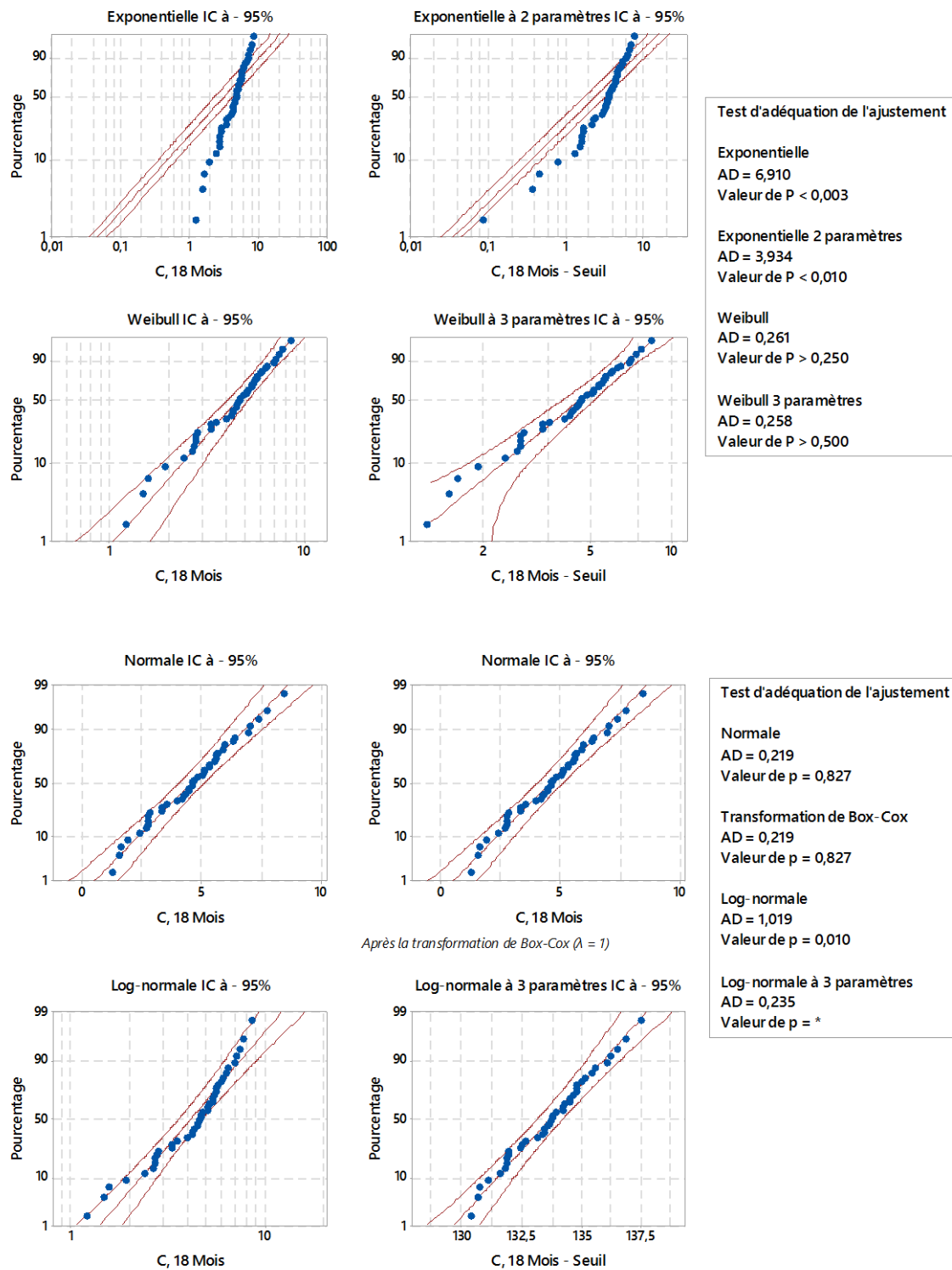
Log-normale
AD = 1,019
Valeur de p = 0,010

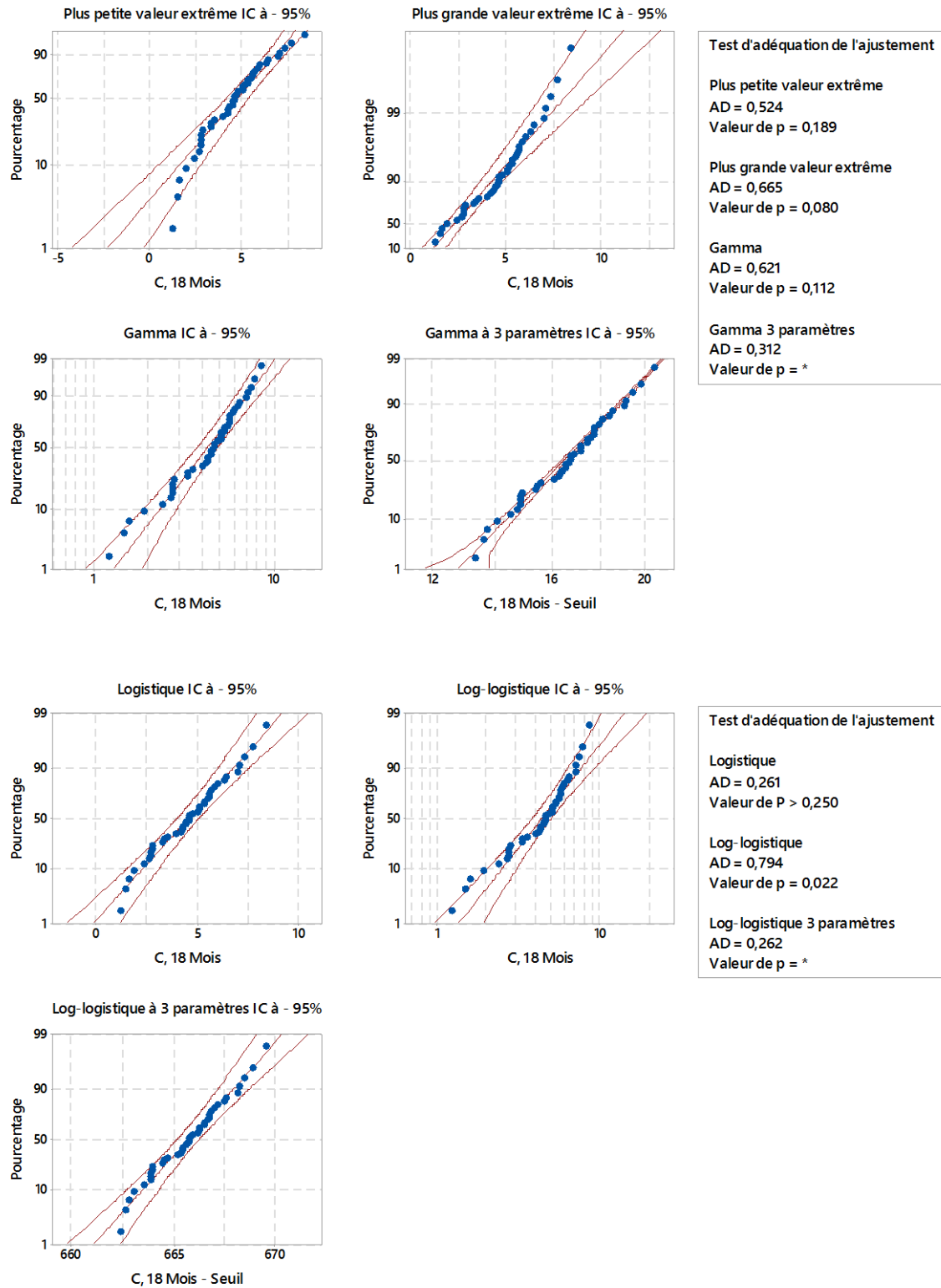
Après la transformation de Box-Cox ($\lambda = 1$)



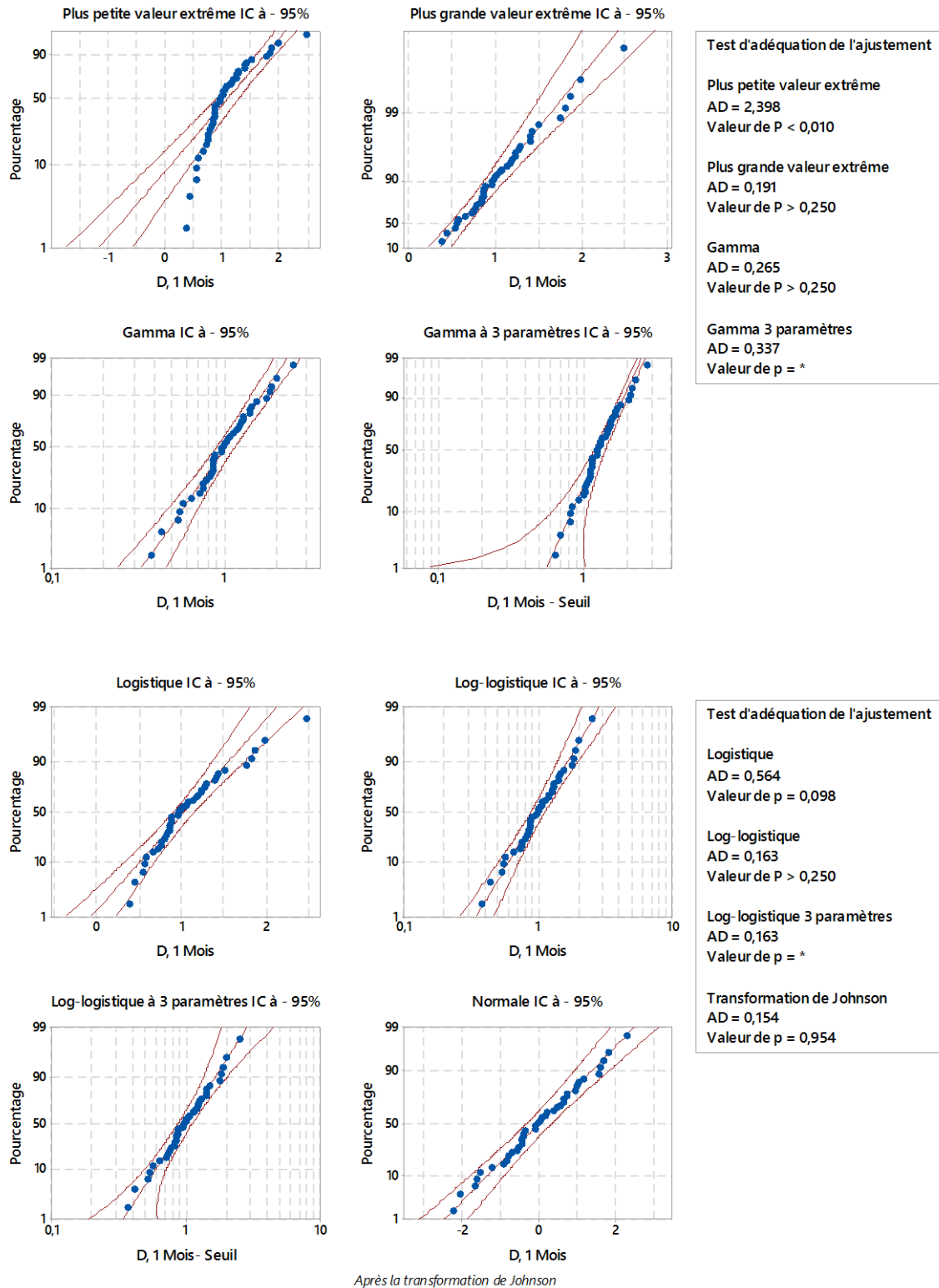
Log-normale à 3 paramètres
AD = 0,235
Valeur de p = *

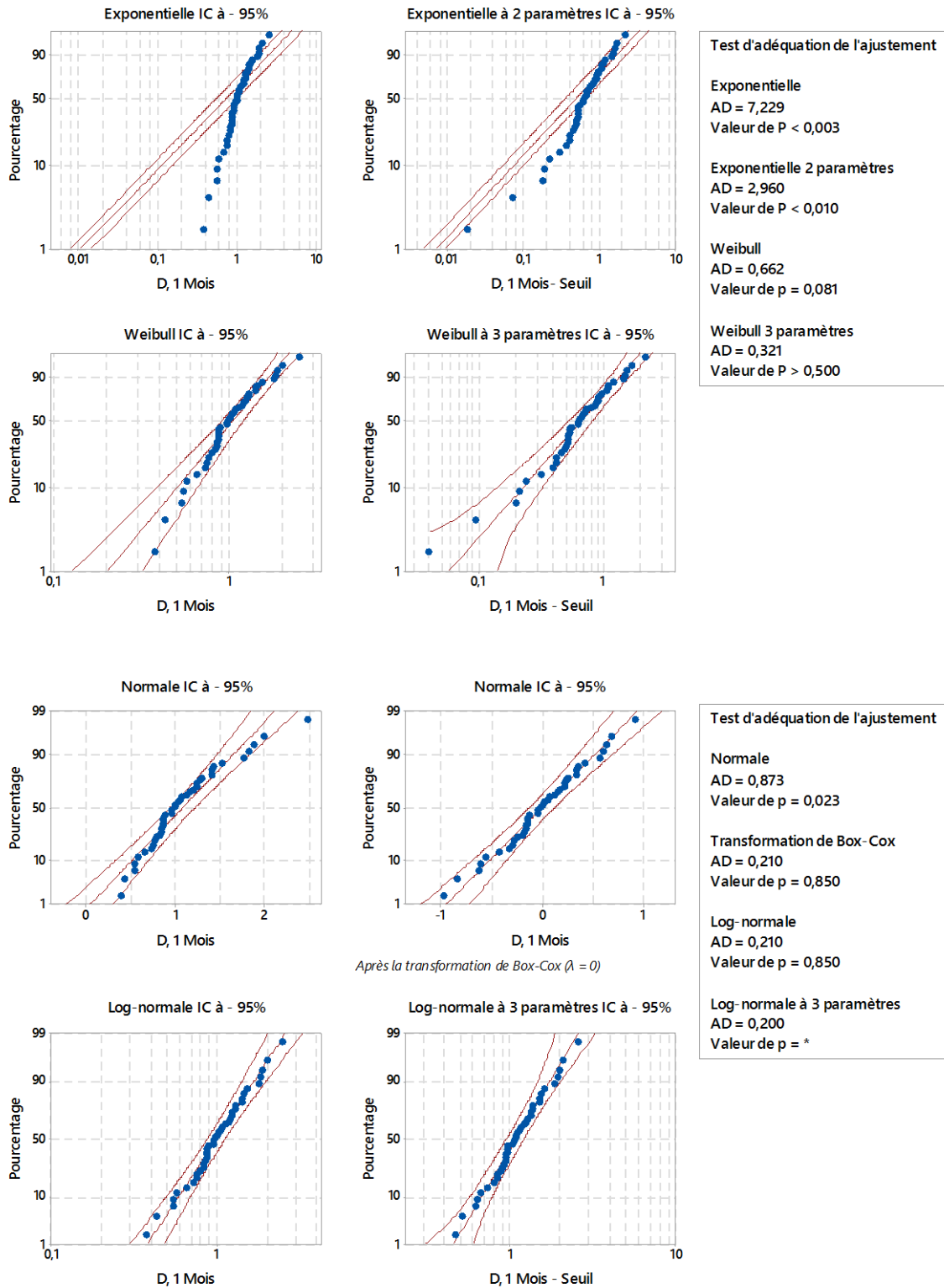
Annexe 4. Diagramme de probabilité de charge en traction des fibres non traitées stockées 18 mois



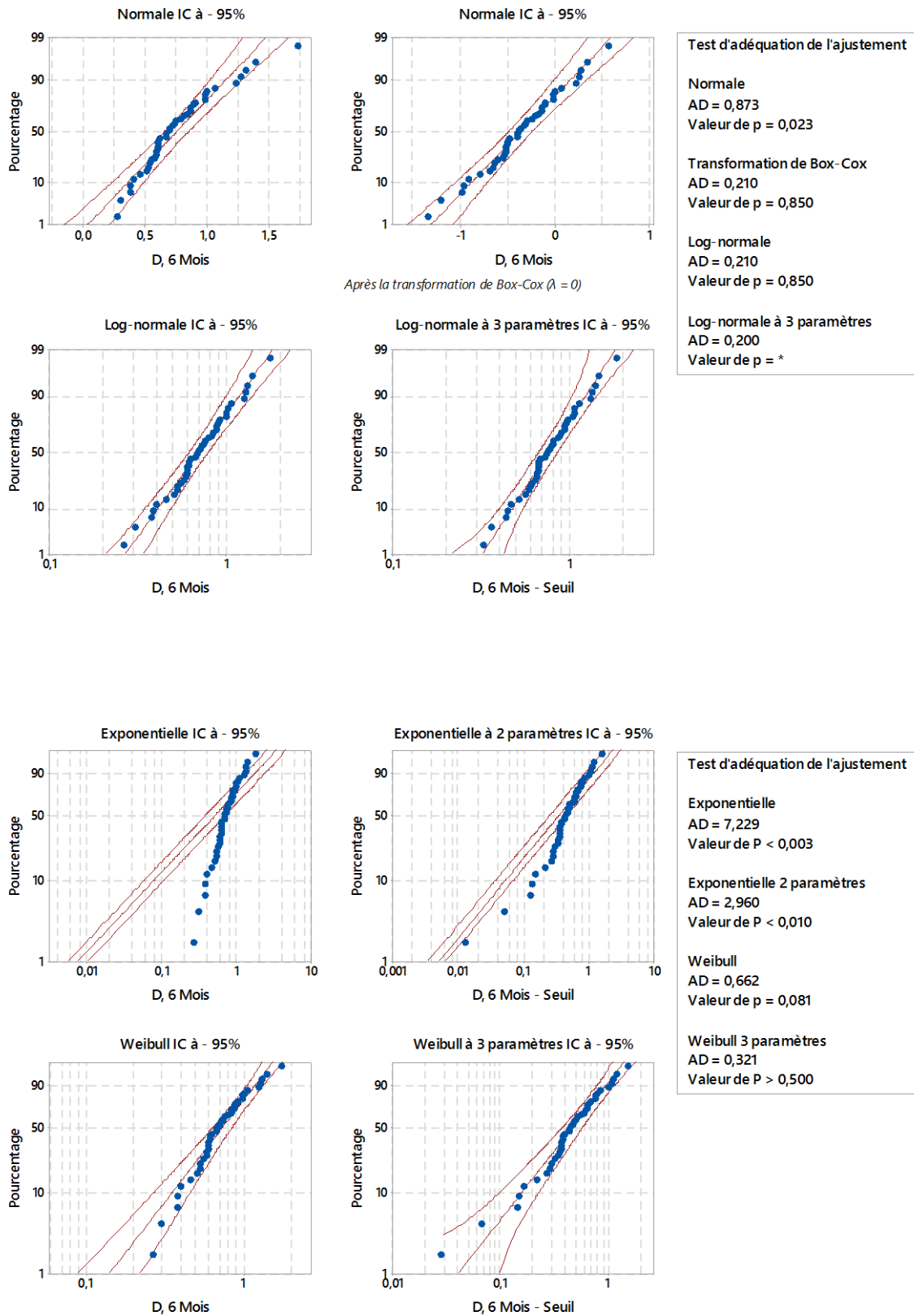


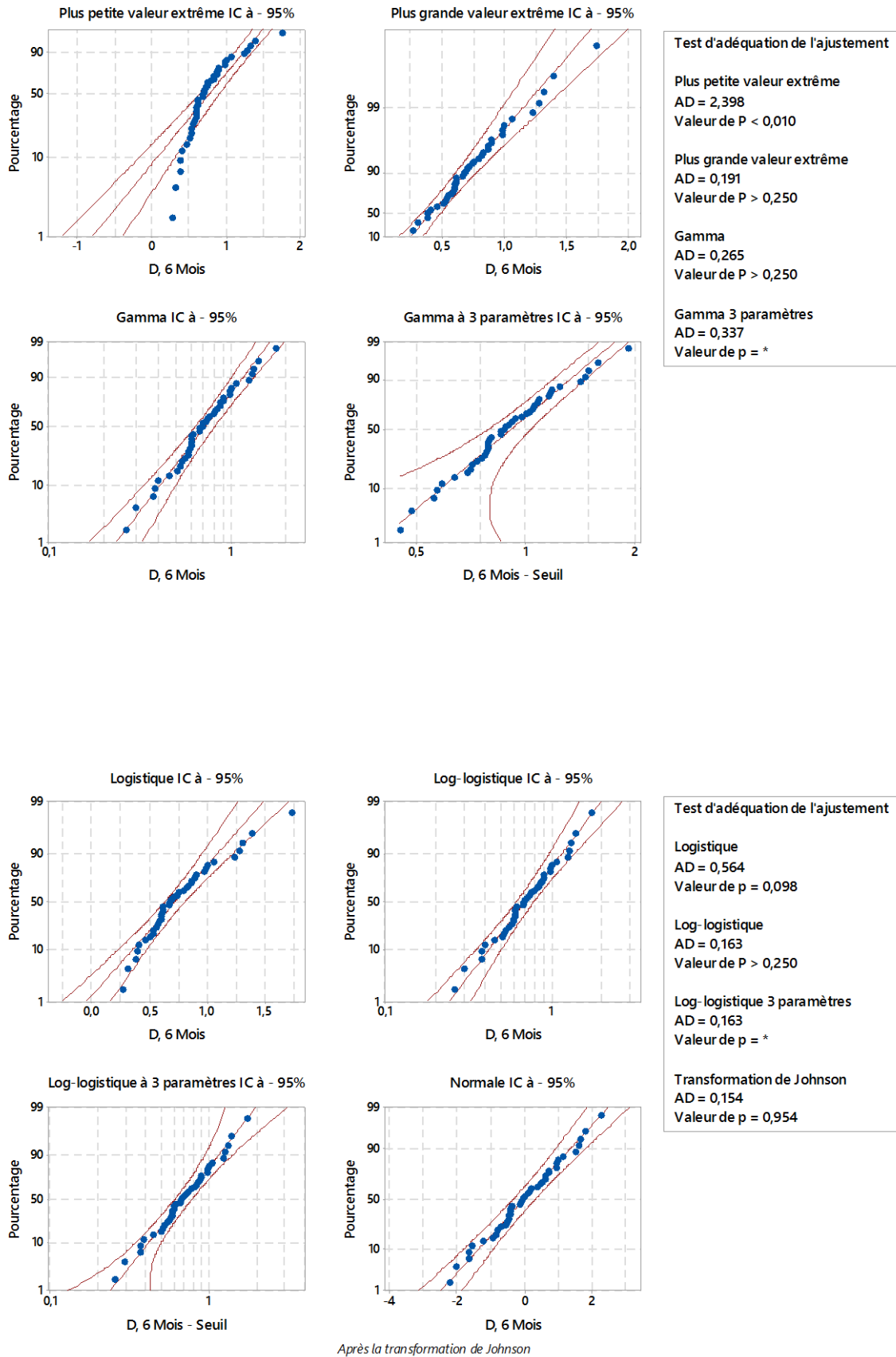
Annex 5. Diagramme de probabilité de déplacement en traction des fibres stockées 1 mois



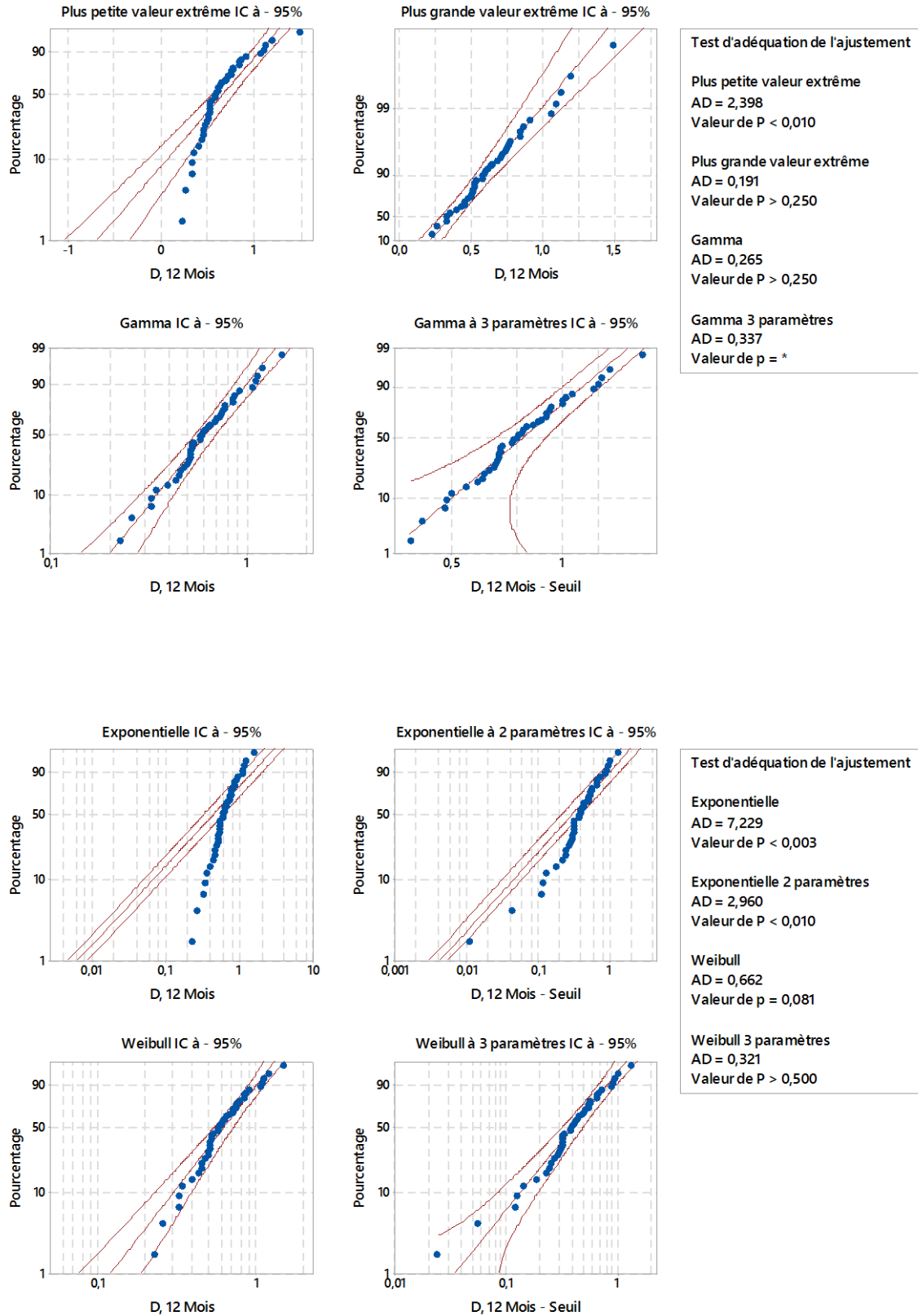


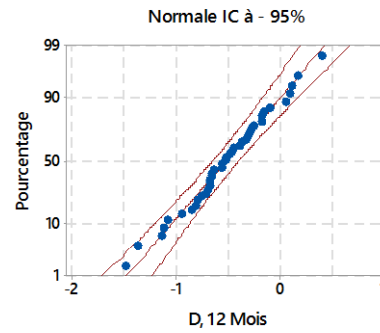
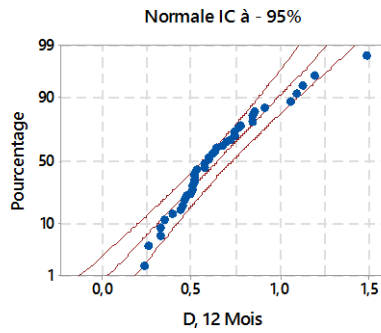
Annex 6. Diagramme de probabilité de déplacement en traction des fibres stockées 6 mois





Annex 7. Diagramme de probabilité de déplacement en traction des fibres stockées 12 mois





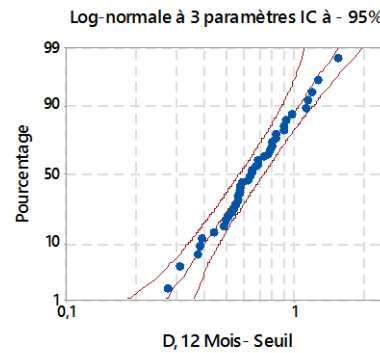
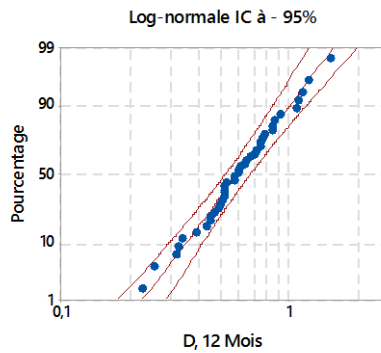
Après la transformation de Box-Cox ($\lambda = 0$)

Test d'adéquation de l'ajustement

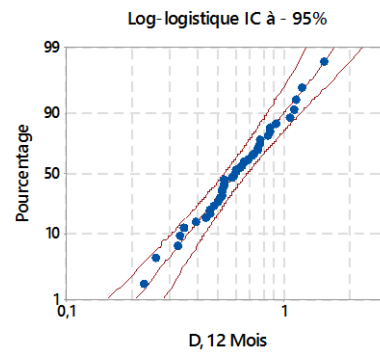
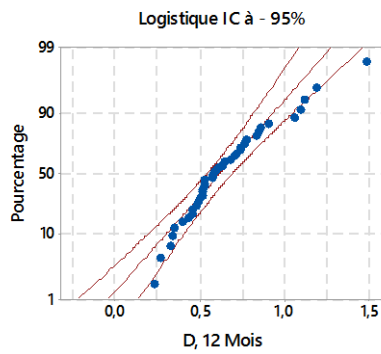
Normale
AD = 0,873
Valeur de p = 0,023

Transformation de Box-Cox
AD = 0,210
Valeur de p = 0,850

Log-normale
AD = 0,210
Valeur de p = 0,850



Log-normale à 3 paramètres
AD = 0,200
Valeur de p = *

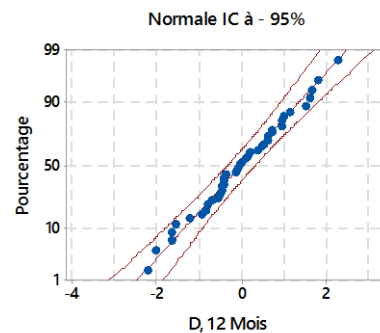
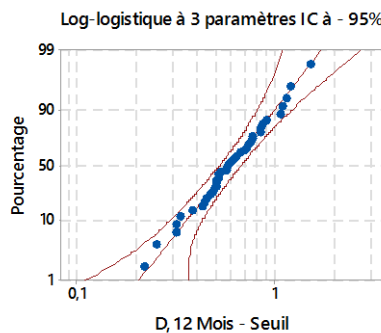


Test d'adéquation de l'ajustement

Logistique
AD = 0,564
Valeur de p = 0,098

Log-logistique
AD = 0,163
Valeur de p > 0,250

Log-logistique 3 paramètres
AD = 0,163
Valeur de p = *



Après la transformation de Johnson

Transformation de Johnson
AD = 0,154
Valeur de p = 0,954

Annex 8. Diagramme de probabilité de déplacement en traction des fibres stockées 18 mois

