

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE  
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

THÈSE PRÉSENTÉE À  
L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

COMME EXIGENCE PARTIELLE

À L'OBTENTION DU  
DOCTORAT EN GÉNIE

Ph.D.

PAR

HO THI, Thu Nga

ÉTUDE DE L'INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE ET DE L'HUMIDITÉ SUR  
LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES EN TRACTION DES FIBRES  
DE CHANVRE ET DE COCO

MONTRÉAL, LE 28 AVRIL 2008

© droits réservés de HO THI Thu Nga

CE PROJET A ÉTÉ ÉVALUÉ  
PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Anh Dung NGO, directeur de thèse  
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Van Ngan LE, président du jury  
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Robert Sabourin, jury  
Département de génie de production automatisée à l'École de technologie supérieure

M. Van Suong HOA, jury  
Faculty of Mechanical and Industrial Engineering, University of Concordia

IL A FAIT L'OBJET D'UNE PRÉSENTATION DEVANT JURY ET PUBLIC  
LE 3 MARS 2008  
À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

## SOMMAIRE

Cette recherche a pour objectif d'investiguer l'influence de la température et de l'humidité sur la résistance en traction et le module élastique des fibres de chanvre et de coco. Après avoir caractérisé leurs propriétés intrinsèques comme la température de transition vitreuse et la morphologie, deux études ont été réalisées afin de bien comprendre ce phénomène. La première vise l'absorption de l'humidité dans ces fibres en exposition dans l'air ainsi que l'absorption de l'eau dans ces fibres lors de l'immersion dans l'eau sous différentes conditions de température. La deuxième consiste à mesurer la résistance en traction et le module élastique de ces fibres sous différentes conditions d'humidité et de température.

Lors de l'exposition de ces fibres dans l'air ambiant dont l'humidité relative varie de 0% à 80%, les résultats expérimentaux confirme que le mécanisme de l'absorption de l'humidité dans ces fibres ressemble à une absorption multicouche dans le système air-eau-fibre cellulosique telle que décrite par le modèle de GAB. Par conséquent, la teneur en humidité des fibres diminue avec l'augmentation de la température pour une humidité relative de l'air constante. Quant aux fibre imprégnées dans l'eau, il est observé que la teneur en eau des fibres de chanvre et de coco immergées dans l'eau augmente avec l'augmentation de la température. L'activation de la diffusion d'eau dans les fibres immergées dans l'eau par la température conjointement à l'impossibilité d'évaporation de l'eau emprisonnée dans les fibres serait la cause de cet effet.

Sur le plan de l'influence de l'environnement sur le comportement en traction des ces fibres, les résultats obtenus confirme que l'humidité et la chaleur réduisent leurs propriétés en traction. Les modèles semi-empiriques établissant à partir des relations non linéaires entre les propriétés en traction des fibres avec la teneur en humidité des fibres aux différentes températures donnent les valeurs prédites moins réalistes que celles fournies par les réseaux de neurones.

## ABSTRACT

The objective of this research work was to investigate the effect of the temperature and the humidity on the tensile strength and modulus of elasticity of hemp and coir fibers. Firstly, the glass transition temperature and morphology of these fibers were examined. Secondly, adsorption of humidity into these fibers from ambient air and adsorption of water into these fibers in immersion were studied. Finally, tensile tests of these fibers were conducted in various temperature and humidity conditions.

It was found that, in ambient air ( $0\% < RH < 80\%$ ) the moisture content of these fibers decreased with the increase of temperature conformed to the GAB model suggesting a multilayer absorption mechanism. On the contrary, for the fibers immersed in water, the moisture content of the fibers increased with the increase of temperature. The activation of temperature on the diffusion of the water into these fibers by micropores and lumens jointly with the lack of possibility for the imprisoned water to evaporate might be the cause of this effect.

The experimental results suggested that temperature and humidity could individually reduce the tensile strength and the modulus of elasticity of these fibers. Their interaction caused even a more harmful effect. On the prediction of the environmental effect on the tensile properties of these fibers, the neurone networks gave better results than the semi-empirical models which based on the non-linear relationships between the moisture content of the fibers and their tensile properties under various temperatures.

## **REMERCIEMENTS**

La recherche présentée dans cette thèse est effectuée au sein du Département de Génie Mécanique, l'École de Technologie Supérieure (Université du Québec)

Je voudrais exprimer mes sincères remerciements au Professeur Anh Dung NGO, mon Directeur de recherche, pour sa supervision, son appui et son aide dans la réalisation de cette thèse. J'ai beaucoup apprécié son support et ses conseils utiles dans ma recherche pour que je puisse accomplir ma thèse.

Je tiens également à remercier le support technique au niveau de l'expérimentation de Monsieur Jean Guy Gagnon, responsable du Laboratoire des matériaux pour sa précieuse collaboration dans la préparation des équipements d'expérimentation lors de nos travaux de laboratoire. J'aimerais aussi remercier l'équipe du Laboratoire de LAMSI qui m'a aidé beaucoup au niveau des équipements aussi des connaissances nécessaires pour effectuer les essais au sein de LAMSI.

Je voudrais bien remercier au PCBF (Programme Canadien de Bourse Francophone) qui m'a aidé beaucoup au niveau de la finance et aussi du matériel.

Enfin, je voudrais exprimer tous mes sentiments profonds et ma reconnaissance sincère à ma famille et à mes parentés au Vietnam qui me supportent beaucoup.

## LISTE DES TABLEAUX

	Page	
Tableau I	Paramètres structuraux des fibres végétales différentes.....	11
Tableau II	Compositions chimiques des fibres végétales.....	12
Tableau III	Propriétés mécaniques en traction des fibres naturelles .....	15
Tableau IV	Valeur moyenne de la teneur en humidité des fibres .....	77
Tableau V	Paramètres et coefficients des modèles BET et GAB .....	94
Tableau VI	Valeurs des constantes et de la chaleur de sorption .....	98
Tableau VII	Valeurs du paramètre cinétique n.....	103
Tableau VIII	Paramètres et coefficients de diffusion de l'eau dans les fibres .....	105
Tableau IX	Énergies d'activation et coefficients .....	109
Tableau X	Paramètres thermodynamiques de la sorption d'eau des fibres .....	111
Tableau XI	Propriétés mécaniques en traction des fibres dans l'ambiance .....	118
Tableau XII	Propriétés mécaniques en traction des fibres dans l'eau .....	124
Tableau XIII	Valeurs de la teneur en humidité des fibres .....	135
Tableau XIV	Valeurs des constantes a et b dans l'équation (6.1).....	141
Tableau XV	Paramètres d'entrée des fibres de chanvre et de coco .....	153
Tableau XVI	Nombre d'exemples distribués dans trois ensembles .....	155
Tableau XVII	Valeurs de la MSE à l'arrêt de la validation pour fibres de coco.....	156
Tableau XVIII	Valeurs de la MSE à l'arrêt de la validation pour fibres de chanvre ..	157
Tableau XIX	Valeurs de la MSE de la simulation pour fibres de coco .....	160
Tableau XX	Valeurs de la MSE de la simulation pour fibres de chanvre.....	160

## LISTE DES FIGURES

	Page	
Figure 1	Classification des fibres naturelles .....	8
Figure 2	Représentation schématique d'une fibre végétale.....	10
Figure 3	Formule chimique d'une unité répétitive constituant la cellulose.....	13
Figure 4	Modèle d l'association des fibrilles de cellulose.....	14
Figure 5	Comportement de la courbe de contrainte - déformation du modèle Maxwell.....	17
Figure 6	Courbes de contrainte – déformation de quelques fibres végétales.....	18
Figure 7	Plante et fibres noix de coco.....	19
Figure 8	Plante et fibres de chanvre.....	22
Figure 9	Mécanisme d'absorption des molécules d'eau.....	24
Figure 10	Représentation schématique de trois états différents de l'eau en bois ...	26
Figure 11	Régions d'action pour le mécanisme de la sorption isotherme .....	28
Figure 12	Cinq types de courbe d'isotherme d'adsorption de van der Waals.....	30
Figure 13	Mulicouches moléculaires selon la théorie de B.E.T .....	35
Figure 14	Isotherme de sorption du coton .....	40
Figure 15	Influence de la température sur l'absorption du coton .....	41
Figure 16	Géométrie typique de l'échantillon utilisée dans la théorie de diffusion fickienne .....	45
Figure 17	Graphique de l'évolution de la teneur en eau en fonction du temps.....	48
Figure 18	Thermogrammes mesurés par le DSC de quelques fibres naturelles.....	55
Figure 19	Représentation schématique de l'effet de la température sur la courbe de contrainte – déformation du matériau cellulosique .....	57
Figure 20	Photomicrographie obtenue par SEM des fibres non traitées dans l'air ambiante (50 % RH).....	59
Figure 21	Mesure de la température de transition vitreuse .....	61

Figure 22	DSC Perkin Elmer Pyris 1 .....	62
Figure 23	Schéma de fonctionnement du DSC.....	63
Figure 24	Illustration de la zone de transition vitreuse et définition de la $T_g$ .....	63
Figure 25	Thermogrammes mesurés par le DSC des fibres .....	65
Figure 26	Machine à traction.....	67
Figure 27	Spécimen de fibre avant l'essai en traction .....	68
Figure 28	Graphique de Weibull de la force en rupture des fibres de chanvre à l'humidité ambiante.....	70
Figure 29	Graphique de Weibull de la force à la rupture des fibres de coco à l'humidité ambiante.....	71
Figure 30	Schéma du principe opérationnel de la chambre environnementale .....	72
Figure 31	Chambre environnementale.....	73
Figure 32	Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de chanvre en fonction de l'humidité relative à 22°C selon le modèle de BET .....	80
Figure 33	Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de chanvre en fonction de l'humidité relative à 22°C selon le modèle de GAB .....	81
Figure 34	Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de chanvre en fonction de l'humidité relative à 40°C selon le modèle de BET .....	82
Figure 35	Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de chanvre en fonction de l'humidité relative à 40°C selon le modèle de GAB .....	83
Figure 36	Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de chanvre en fonction de l'humidité relative à 50°C selon le modèle de BET .....	84
Figure 37	Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de chanvre en fonction de l'humidité relative à 50°C selon le modèle de GAB .....	85
Figure 38	Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de coco en fonction de l'humidité relative à 22°C selon le modèle de BET .....	86
Figure 39	Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de coco en fonction de l'humidité relative à 22°C selon le modèle de GAB .....	87

Figure 40	Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de coco en fonction de l'humidité relative à 40°C selon le modèle de BET .....	88
Figure 41	Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de coco en fonction de l'humidité relative à 40°C selon le modèle de GAB .....	89
Figure 42	Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de coco en fonction de l'humidité relative à 50°C selon le modèle de BET .....	90
Figure 43	Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de coco en fonction de l'humidité relative à 50°C selon le modèle de GAB .....	91
Figure 44	Isotherme de sorption d'humidité aux différentes températures des fibres de chanvre selon le modèle de GAB.....	92
Figure 45	Isotherme de sorption d'humidité des aux différentes températures des fibres de coco selon le modèle de GAB.....	92
Figure 46	Graphique du coefficient K <i>versus</i> la température.....	96
Figure 47	Graphique du coefficient C <i>versus</i> la température.....	97
Figure 48	Courbes de la diffusion d'eau dans les fibres .....	101
Figure 49	Graphique linéaire de $\ln D$ <i>versus</i> l'inverse de la température .....	107
Figure 50	Graphique linéaire de $\ln P$ <i>versus</i> l'inverse de la température .....	108
Figure 51	Graphique linéaire de $\ln S$ <i>versus</i> l'inverse de la température .....	108
Figure 52	Graphique de $\ln K_S$ <i>versus</i> l'inverse de la température .....	111
Figure 53	Graphique de Weibull de la résistance en traction à la rupture des fibres de chanvre à 50 %RH et 22°C.....	116
Figure 54	Graphique de Weibull de la résistance en traction à la rupture des fibres de coco à 65 %RH et 22°C .....	117
Figure 55	Courbes de force – déplacement et de résistance – déformation des fibres de chanvre à l'humidité ambiante et aux températures variées.....	121
Figure 56	Courbes de force – déplacement et de résistance – déformation des fibres de coco à l'humidité ambiante et aux températures variées .....	122
Figure 57	Courbes de résistance en traction – déformation des fibres de chanvre immergées dans l'eau aux températures variées .....	124

Figure 58	Courbes de résistance en traction – déformation des fibres de coco immersées dans l'eau aux températures variées .....	124
Figure 59	Courbes de résistance en traction <i>versus</i> la température pour fibres de chanvre dans l'air ambiant (50 %RH) et dans l'eau.....	126
Figure 60	Courbes de module d'élasticité <i>versus</i> température pour fibres de chanvre dans l'air ambiant (50 %RH) et dans l'eau.....	126
Figure 61	Courbes de résistance en traction <i>versus</i> température pour fibres de coco à l'humidité ambiante (50 %RH) et dans l'eau.....	127
Figure 62	Courbes de module d'élasticité <i>versus</i> température pour fibres de coco à l'humidité ambiante (50 %RH) et dans l'eau.....	127
Figure 63	Résistance en traction (a) et module initiale (b) des fibres de chanvre aux différentes températures et humidités .....	129
Figure 64	Résistance en traction (a) et module initiale (b) des fibres de coco aux différentes températures et humidités .....	130
Figure 65	Procédure semi empirique .....	133
Figure 66	Résistance en traction des fibres de coco .....	137
Figure 67	Module élastique des fibres de coco en fonction de la température et de la teneur en humidité .....	138
Figure 68	Résistance en traction des fibres de chanvre en fonction de la température et de la teneur en humidité .....	139
Figure 69	Module élastique des fibres de chanvre en fonction de la température et de la teneur en humidité .....	140
Figure 70	Relation entre les propriétés en traction des fibres de chanvre immersées dans l'eau et la température.....	142
Figure 71	Relation entre les propriétés en traction des fibres de coco immersées dans l'eau et la température.....	143
Figure 72	Un neurone biologique et artificiel de McCulloch-Pitts.....	145
Figure 73	Configuration d'un réseau de neurones.....	147
Figure 74	Modèle schématique du R.N. pour prédiction des propriétés en traction .	150

Figure 75	Résultats des essais pour déterminer le nombre de neurones optimal .....	151
Figure 76	Fonction d'activation Tansig (bipolaire continue) .....	152
Figure 77	Schéma de 5 partitions différentes.....	154
Figure 78	Graphe de l'apprentissage pour fibres de coco.....	156
Figure 79	Graphe de l'apprentissage pour fibres de chanvre .....	157
Figure 80	Résultats de simulation du R.N. entraîné pour fibres de coco .....	158
Figure 81	Résultats de simulation du R.N. entraîné pour fibres de chanvre.....	159

## LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SIGLES

$P_a$	pression de vapeur à l'équilibre
$P_\infty$	pression de vapeur saturée
$\sigma_s$	tension de surface
$M_{eau}$	masse moléculaire de l'eau
$\rho_{eau}$	densité de l'eau
$R$	constant de gaz
$T$	température
$t$	temps
$M_m$	teneur en humidité à l'équilibre
$M_i$	teneur en humidité initiale
$M_t$	teneur en humidité au temp $t$
$M_o$	masse de fibre à l'état anhydre
$m_o$	teneur en eau monocouche adsorbée
$m_d$	masse de l'échantillon humide
$m_w$	masse de l'échantillon sèche
$a_w$ ou $x$	activité d'eau ou humidité relative en décimale
$C$	coefficient de Guggenheim relié aux effets thermiques
$K$	coefficient constant de GAB
$C_o, K_o$	constants d'Arrhenius pour exprimer la dépendance de la température de C et K
$A_1, A_2, A_3$	constants dépendant de la température
$H_1$	énergie d'activation de la première couche
$H_L$	chaleur de sorption des molécules absorbées dans multicouches
$H_m$	chaleur de condensation de l'eau
$\Delta H_C = (H_1 - H_m)$	différence en enthalpie entre monocouche et multicouche
$\Delta H_k = (H_L - H_m)$	différence entre chaleur de sorption des molécules absorbées dans multicouches et de la condensation de l'eau

$\Delta H_{is}$	chaleur nette isostérique de sorption
D	coefficient de diffusion de l'eau dans la direction d'absorption
S	coefficient de sorption
P	coefficient de perméabilité
$K_s$	nombre de moles de l'eau absorbée à l'équilibre
$\Delta H_s$	chaleur de solution
$E_D, E_p$	énergies d'activation apparentes de la perméation et de la diffusion
b	épaisseur de la plaque ou diamètre de fibre
$T_{go}$	température de transition vitreuse à l'état anhydre
$T_{gw}$	température de transition vitreuse à l'état humide
$\sigma$	résistance statique en traction
$E_o$	module élastique du matériau à l'état anhydre
E	module élastique du matériau à l'état humide
c, $\beta$ et $\lambda$	constants inconnus du matériau
R.N.A	réseaux de neurones artificiels
$F(x)$	fonction d'activation
$d_p$	valeur de sortie désirée
$o_p$	valeur de sortie mesurée
$X_j^{(n+1)}$	vecteur de sortie
$X_i^{(n)}$	vecteur d'entrée
$W_{ji}^{(n)}$	poids synaptique
$E_m$	erreur quadratique moyenne

## TABLE DES MATIÈRES

	Page
SOMMAIRE.....	III
ABSTRACT.....	IV
REMERCIEMENTS.....	V
LISTE DES TABLEAUX.....	VI
LISTE DES FIGURES.....	VII
LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SIGLES.....	XII
TABLE DES MATIÈRES.....	XIV
CHAPITRE 1 INTRODUCTION ET REVUE BIBLIOGRAPHIQUE .....	1
1.1. INTRODUCTION .....	1
1.1.1. Objectifs .....	5
1.1.2. Résumé .....	6
1.2. ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....	7
1.2.1 Fibres végétales .....	7
1.2.2. Fibres de coco, de chanvre et leurs composites.....	18
1.2.3. Théorie sur la sorption de l'humidité par les fibres végétales.....	23
1.2.5. Généralités concernant les effets environnementaux (humidité et température) sur le comportement mécanique des fibres naturelles .....	52
CHAPITRE 2 MÉTHODES EXPÉRIMENTALES .....	58
2.1. MATÉRIAUX.....	58
2.2. SEM (MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE - MEB).....	58
2.3. CALORIMÉTRIE DIFFÉRENTIELLE À BALAYAGE (DSC) .....	60
2.4. ESSAIS DE TRACTION DES FIBRES .....	66
2.5. ESSAIS DE L'ABSORPTION HUMIDE - CHAMBRE ENVIRONNEMENTALE .....	71

CHAPITRE 3	ISOTHERMES DE SORPTION DES FIBRES DE COCO ET DE CHANVRE .....	75
3.1. OBJECTIF .....	75	
3.2. MATÉRIAUX ET EXPÉRIMENTATION .....	75	
3.3. RÉSULTATS ET DISCUSSION .....	77	
3.3.1. Courbes de l'isotherme de sorption des fibres de chanvre et de coco .....	77	
3.3.2. Modèles de l'isotherme d'absorption utilisés .....	79	
3.4. CONCLUSION .....	98	
CHAPITRE 4	ABSORPTION DE L'EAU PAR LES FIBRES DE CHANVRE ET DE COCO EN FONCTION DE LA TEMPÉRATURE .....	99
4.1. OBJECTIF .....	99	
4.2. MATÉRIAUX ET EXPÉRIMENTATION .....	99	
4.3. RÉSULTATS ET DISCUSSION .....	100	
4.4. CONCLUSION .....	112	
CHAPITRE 5	COMPORTEMENT EN TRACTION DES FIBRES DE CHANVRE ET DE COCO AUX DIFFÉRENTES TEMPÉRATURES ET HUMIDITÉS .....	113
5.1. OBJECTIF .....	113	
5.2. Expérimentations .....	113	
5.2.1. Préparation des échantillons .....	113	
5.2.2. Conditionnement des échantillons .....	113	
5.2.3. Essais de traction .....	114	
5.3. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX ET DISCUSSIONS .....	115	
5.3.1. À l'humidité ambiante (50 %RH) et aux températures variées .....	115	
5.3.2. Dans l'eau (100% RH) et aux températures variées .....	123	
5.3.3. Aux humidités et températures variées .....	128	
5.4. CONCLUSION .....	131	

CHAPITRE 6 PRÉDICTION DU COMPORTEMENT EN TRACTION DES FIBRES DE CHANVRE ET DE COCO .....	132
6.1. INTRODUCTION .....	132
6.2. MÉTHODE SEMI EMPIRIQUE.....	133
6.2.1. Dans l'air ambiant .....	133
6.2.2. Dans l'eau.....	140
6.3. MÉTHODE DE RÉSEAUX DE NEURONES ARTIFICIELS (R.N.A.) .....	144
6.3.1. Définition des réseaux de neurones artificiels.....	144
6.3.2. Conception de la configuration des R.N.A.....	145
6.3.3. Technique de validation croisée .....	153
6.4. CONCLUSION .....	160
CONCLUSION.....	162
RECOMMANDATIONS .....	165
ANNEXE 1.....	166
ANNEXE 2.....	169
ANNEXE 3.....	175
ANNEXE 4.....	178
RÉFERENCES.....	206

## CHAPITRE 1

### INTRODUCTION ET REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

#### 1.1. Introduction

Pendant les années récentes, les composites polymères renforcés par des fibres naturelles à base de cellulose telles que le sisal, le chanvre, le jute, le lin, le kénaf, le coco, etc. ont obtenu une attention considérable à la fois dans l'industrie et dans la littérature scientifique, grâce aux propriétés intrinsèques excellentes de ces nouveaux renforts naturels. Celles-ci sont :

- légèreté
- propriétés mécaniques spécifiques élevées
- ressources renouvelables
- relativement bon marché
- écologique, stock disponible important
- faible coût de revient
- non abrasives pour l'outillage

Actuellement les matériaux composites à fibres naturelles sont en train de pénétrer dans le secteur de l'industrie automobile pour la fabrication des composantes non structurales de véhicules telles que les tablettes arrière, les garnitures de portières ou les habillages de coffre, les dossier de siège. Ils sont également utilisés dans la construction de bâtiments, dans l'emballage, dans les meubles, etc. [1-6]. Les fibres naturelles sont largement utilisées pour renforcer à la fois les polymères thermodurcissables et thermoplastiques.

Cependant, pour l'utilisation de fibres végétales comme un matériau de renfort dans les matrices polymères, il convient de surmonter plusieurs obstacles. D'abord, ces fibres sont sensibles à la température. La température de dégradation de la cellulose se situe aux alentours des 300°C. Elle n'est pas beaucoup plus élevée que la température de traitement du polypropylène (190°C – 250°C) [2, 4]. En plus, les fibres végétales ont une mauvaise résistance à l'absorption en humidité. Par ailleurs, le problème d'une mauvaise adhésion à l'interface entre la matrice et les fibres rend moins attractive l'utilisation des composites à fibres végétales encore moins attractive.

Le recours à des composites à fibres naturelles travaillant sous les différentes conditions environnementales a augmenté pendant ces quelques années dernières. Les conditions environnementales telles que la température, l'humidité peuvent causer le gonflement et l'instabilité dimensionnelle et la perte des propriétés mécaniques des composites, surtout pour les composites à fibres naturelles qui sont très sensibles à l'absorption en humidité.

Les propriétés mécaniques des composites à fibres naturelles dépendent de nombreux paramètres tels que les propriétés de chaque composant (fibres et matrice), la teneur de volume des fibres, le ratio de la longueur et du diamètre de fibre (L/D), l'adhésion de la matrice – fibres, le transfert de contraintes à l'interface, l'orientation des fibres et les procédures de fabrication de ces composites. La plupart des études sur les composites à fibres naturelles se rapportent aux propriétés mécaniques dépendantes de la teneur de fibres, de l'effet des traitements divers des fibres, et de l'utilisation des agents de couplage [7, 8]

Ainsi que les composites à fibres synthétiques, les propriétés de la matrice et de la fibre sont très importantes dans l'amélioration des propriétés mécaniques des composites à fibres végétales. La résistance en traction du composite est plus sensible aux propriétés de la matrice, alors que le module d'élasticité est dépendant de celles des fibres. Pour améliorer la résistance en traction, une interface solide entre la matrice et les fibres est

requise en même temps qu'une concentration faible de contraintes et une orientation des fibres [8]. Le ratio L/D de fibres est très important pour déterminer les propriétés à la rupture du composite. Dans les composites renforcés par les fibres courtes, il existe une longueur critique de fibre qui impose sa condition de charge entièrement dans la matrice. Une longueur de fibre plus courte que cette longueur critique conduit à la défaillance à cause du détachement à l'interface en charge basse. D'autre part, si la longueur de fibre est plus grande que la longueur critique, la fibre subit la contrainte appliquée, et la résistance du composite est plus élevée.

En dehors des propriétés mécaniques, les composites à fibres naturelles doivent répondre aux différentes exigences selon les applications pratiques. Si les composites sont exposés à l'humidité, la cellulose hydrophilique va absorber l'eau, entraînant alors des changements dimensionnels et la perte de la résistance [9]. Dans les composites renforcés par les fibres de verre, l'eau pénètre dans l'interface entre les fibres et la matrice et attaque les liens adhésifs, alors que dans les composites à fibres naturelles l'eau pénètre principalement dans la structure interne des fibres. Le degré d'absorption de l'eau peut être considérablement réduit par la modification de la surface de fibre basée sur des méthodes physiques, chimiques [2, 10-12]

La matrice joue un rôle très important dans la performance des composites polymères. Les deux types de polymères, thermodurcissables et thermoplastiques, sont également attractifs comme matrices pour les composites. Durant les récentes années, les composites thermoplastiques à fibres naturelles ont gagné beaucoup d'intérêts parmi les chercheurs scientifiques en matériaux et les ingénieurs grâce à son bas prix et à sa facilité de recyclables [13]. À cause de la basse stabilité thermique des fibres végétales qui est limitée à 230°C, le nombre de thermoplastiques utilisés comme matrice pour les composites à fibres végétales est limité. Ce sont les thermoplastiques dont la température du procédé de fabrication ne dépasse pas à 230°C, tels que polyéthylènes (LDPE et HDPE), polypropylènes (PP), polystyrènes et PVC...Les thermoplastiques

présentent plusieurs avantages par rapport à ceux des polymères thermodurcissables. Un des avantages des composites thermoplastiques est le bas prix du procédé de fabrication. Les méthodes simples telles que l'extrusion et le moulage d'injection sont utilisés pour fabriquer ces composites. De plus, les composites thermoplastiques sont flexibles, dures et présentent de bonnes propriétés mécaniques. Toutefois, les inconvénients des composites thermoplastiques à fibres végétales découlent des phénomènes suivants :

- L'orientation des fibres dans le composite est aléatoire et en conséquence la modification de propriété n'est pas haute comme dans le composite thermodurcissable;
- La dispersion des fibres dans ces composites est aussi un paramètre important pour atteindre la consistance du produit;
- La teneur de fibre est limitée à cause de la procédure de fabrication du composite;
- L'adhésion surfacique entre la fibre et la matrice n'est pas suffisante.

Les propriétés mécaniques des composites à fibres végétales peuvent être améliorées par l'amélioration de la compatibilité entre la fibre et la matrice. Pour cela, on doit recourir à des traitements thermiques, chimiques ou physiques des fibres végétales avant la fabrication des composites [11, 12]. La résistance aux effets environnementaux de ces composites est aussi améliorée par ces prétraitements des fibres. En conséquence, la modification de la fibre ou/et la matrice polymère est un domaine de recherche très important en vue de l'obtention des propriétés optimales pour celles-ci.

Les fibres de chanvre et de coco sont deux types de fibres végétales qui sont de plus en plus utilisées en Europe, en Amérique du Nord et en Asie (Inde, Sri-Lanka) pour le renforcement des matières plastiques dans les applications d'automobile et de bâtiment [2, 5, 14-17]. Parmi les diverses fibres végétales, les fibres de chanvre possèdent une forte résistance spécifique et une dureté relativement haute, et elles peuvent être utilisées

comme un matériau de renfort dans les matrices polymères pour la fabrication des matériaux composites structuraux. Par contre, les fibres de coco sont beaucoup plus avantageuses dans les différentes applications pour le contrôle d'érosion, le renforcement et la stabilisation de sols. Malheureusement, la performance des fibres de coco comme un renforcement dans les composites polymères est peu satisfaisante et pas comparable même avec celle d'autres fibres végétales comme les fibres de sisal, chanvre, lin, jute [18].

Avant d'utiliser les fibres végétales comme un renfort des polymères, il faut toujours les traiter par les méthodes chimiques ou thermiques pour but d'améliorer l'adhésion à l'interface entre les fibres et la matrice ainsi que sa résistance à l'humidité. Ces traitements influent évidemment les propriétés mécaniques, physiques et la structure des fibres traitées. Par conséquent, l'étude sur les propriétés mécaniques des fibres végétales non traitées est une étape préliminaire très importante pour l'application de ces fibres.

Jusqu'à présent, il y a très peu des études relatives à l'influence de l'humidité et de la température sur le comportement mécanique des fibres végétales. Afin de modéliser le comportement thermo hygromécanique de ces fibres, la plupart des études ont utilisé les méthodes analytiques et expérimentales qui demandent beaucoup de temps de calcul et des expériences coûteuses [19-21].

### 1.1.1. Objectifs

Le but général de cette recherche est d'étudier l'influence de la température et de l'humidité sur les propriétés mécaniques en traction des fibres de chanvre et de coco non traitées. Nous allons caractériser l'absorption d'humidité et la diffusion de l'eau dans les fibres étudiées aux diverses températures. Les méthodes semi empiriques et de réseaux

de neurones seront utilisées afin de prédire le changement du comportement mécanique en traction de ces fibres sous l'action mixte de la température et de l'humidité.

### 1.1.2. Résumé

Une revue détaillée de littératures sur les fibres végétales et les fibres étudiées, les influences de la température et de l'humidité sur le comportement mécanique de ces fibres et la théorie d'absorption d'humidité de ces fibres ont été abordées dans le chapitre 1. Dans le chapitre 2, nous allons présenter les méthodes expérimentales utilisées dans cette recherche.

L'étude sur la sorption isotherme est très importante pour estimer l'effet de la température et la teneur en humidité sur les propriétés des matériaux étudiés. Ainsi, dans le chapitre 3 nous allons étudier l'isotherme de sorption d'humidité des fibres de chanvre et de coco aux températures 22, 40 et 50°C. À partir des résultats expérimentaux sur l'absorption d'humidité par ces fibres aux différentes températures, nous avons caractérisé l'isotherme de sorption d'humidité de ces fibres en faisant l'appel aux modèles mathématiques.

Les caractéristiques de l'absorption et de la diffusion d'eau des fibres de chanvre et de coco immergées dans l'eau distillée (100% RH) aux températures différentes seront abordées dans le chapitre 4. Les paramètres du processus de sorption tels que les coefficients de diffusion (diffusivité), de sorption, de perméabilité et les énergies d'activation de la sorption sont également déterminés.

Le chapitre 5 présente les résultats expérimentaux en traction des fibres de chanvre et de coco dans les différentes conditions de la température et de l'humidité. À cause de la grande variation des données expérimentales dans une même condition de test, nous

allons déterminer les valeurs moyennes des propriétés en traction des fibres (résistance et module initial) par l'analyse statistique avec la distribution de Weibull à chaque condition ambiante.

Enfin, les procédures de prédire le comportement hygro-thermomécanique en traction des fibres de chanvre et de coco par les méthodes semi empirique et de réseaux de neurones seront étudiées dans le chapitre 6. En ce qui concerne la méthode semi empirique, nous allons établir les relations non linéaires entre les propriétés en traction des fibres et les conditions de l'ambiance (température, humidité) basées sur les valeurs moyennes de données expérimentales obtenues par l'analyse de Weibull. En ce qui concerne la méthode des réseaux de neurones, deux modèles de réseaux de neurones de Perceptron multicouches seront développés et entraînés en utilisant la technique de validation croisée avec les bases de données expérimentales bruitées des fibres considérées.

## 1.2. Étude bibliographique

### 1.2.1 Fibres végétales

Selon l'origine des fibres, les fibres végétales (fibres de lignocellulose) peuvent être groupées dans les catégories suivantes (Figure 1) :

- Fibres extraites à partir des graines et des fruits de la plante : coton, noix de coco (*coir*), kapok...
- Fibres extraites à partir des feuilles (*hard fibres*) : sisal, abaca, henequen, banana, ananas, palme, etc.
- Fibres extraites à partir des tiges (*bast fibres*) : ramie, chanvre, jute, lin, kenaf, etc.

- Fibres de bois.

Parmi ces fibres, les fibres de sisal, de jute, de lin, de ramie, de chanvre et noix de coco sont les plus utilisées pour composites polymères grâce à leur disponibilité et leur prix relativement bas. Ces fibres (*bast fibres*) ont une résistance mécanique extraordinaire et des propriétés spécifiques qui leur donnent une bonne qualité pour le renforcement des composites à haute performance et d'autres applications. Les fibres de bois en forme de poudres (appelées fibres de xylème) sont aussi utilisées pour la préparation des composites.

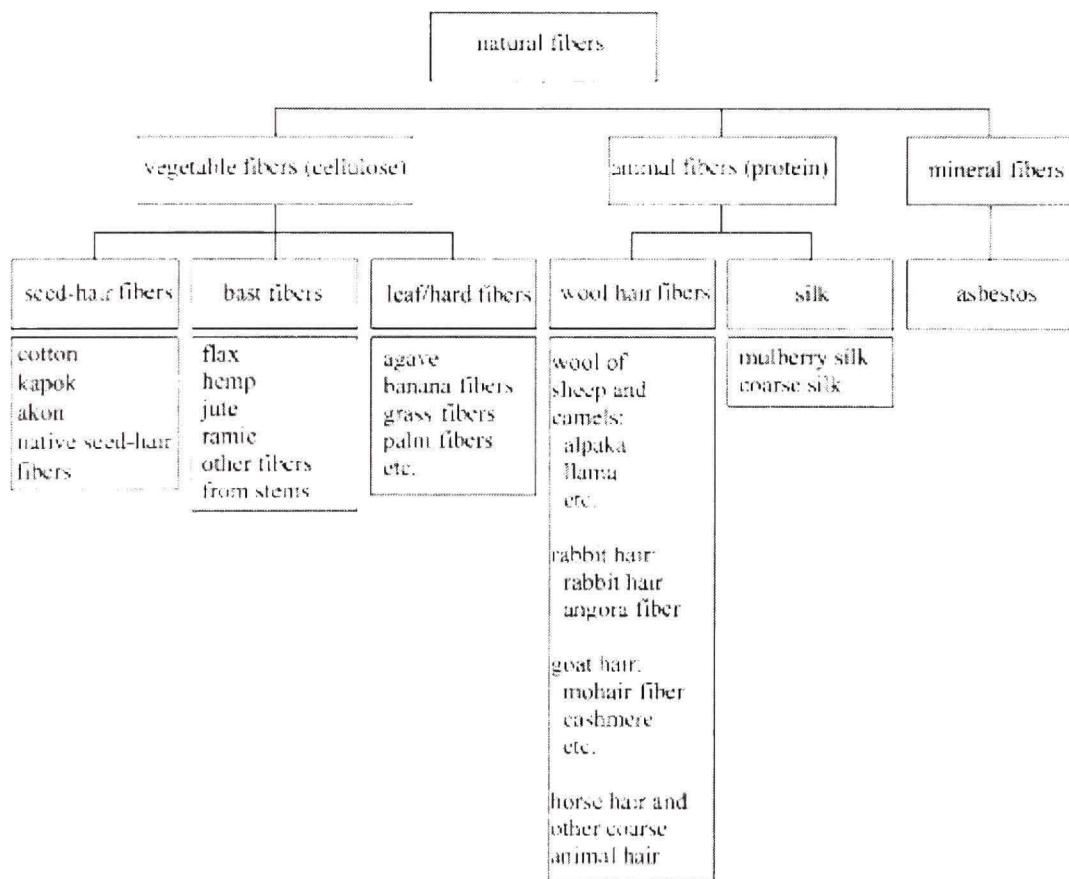


Figure 1 Classification des fibres naturelles (DIN 60 001, 1990)

### 1.2.1.1. Microstructure de la fibre végétale

Les fibres naturelles ont une structure cellulaire très compliquée, et sont elles-mêmes des matériaux composites renforcés par des fibres de cellulose dans une matrice amorphe de lignine et d'hémicellulose. Une fibre individuelle consiste de quelques cellules ou fibrilles [1]. Chaque cellule se compose de 2 parois cellulaires principales : primaire et secondaire, la paroi secondaire étant composée de 3 couches S1, S2 et S3 (Figure 2). Chaque paroi cellulaire contient une matrice de lignine et d'hémicellulose, entourée par des microfibrilles de cellulose. Celles-ci sont arrangées selon les directions différentes par rapport à l'axe longitudinal de la fibre avec un angle constant dans chaque couche mais différent entre les différentes couches cellulaires. L'angle microfibrillaire dans les couches S1 et S3 est grand, cela veut dire que les fibrilles sont orientées presque transversalement par rapport à l'axe de fibre. Par contre, l'angle microfibrillaire dans la couche S2 est petit, et ces fibrilles sont donc orientées plus parallèlement par rapport à l'axe de fibre. Cellulose atteint la concentration maximale dans la couche S<sub>2</sub> qui constitue la partie la plus épaisse de la paroi cellulaire dans la fibre (occupant 76% de l'épaisseur de la paroi cellulaire) et domine les propriétés de fibres [20].

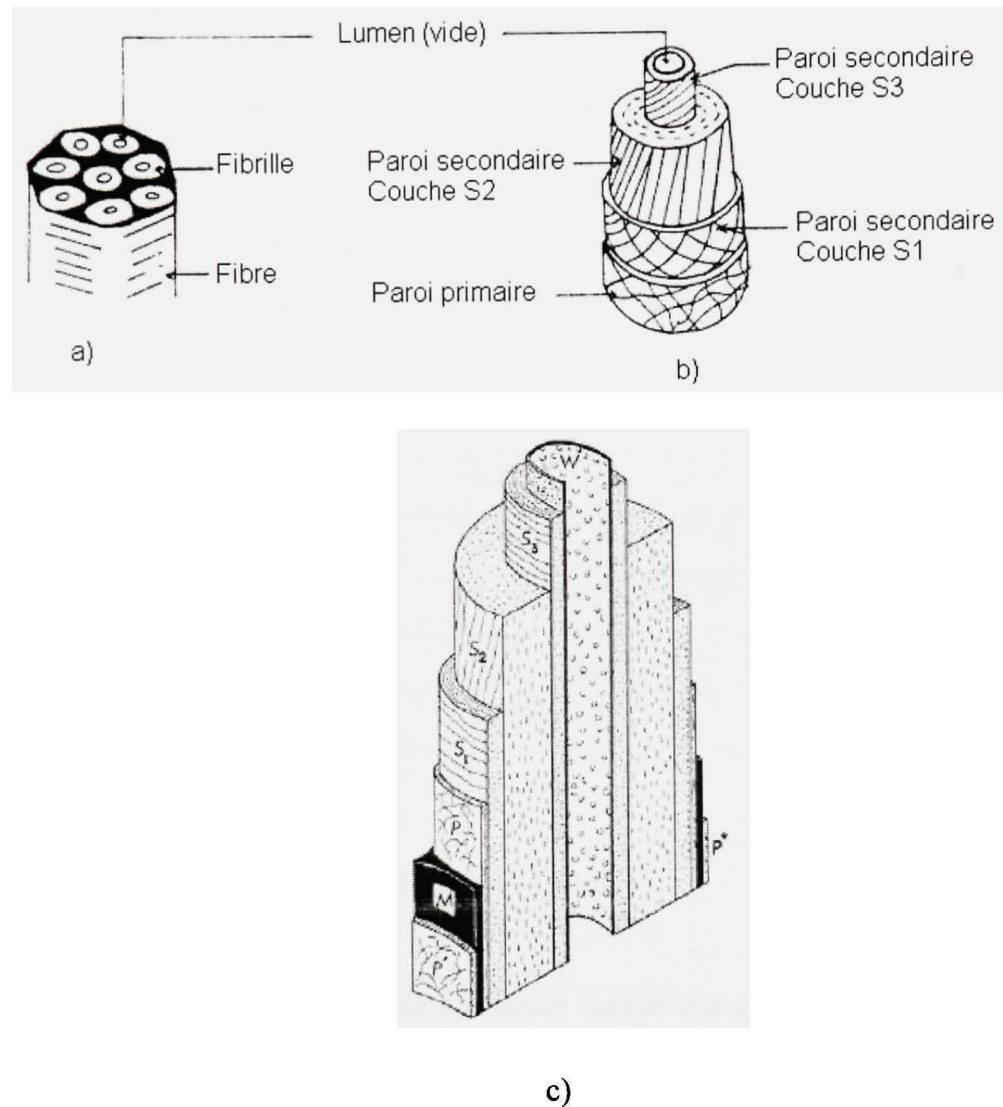


Figure 2 Représentation schématique : a) d'une fibre; b) d'une cellule; c) de la section d'une cellule [22]

Tableau I

Paramètres structuraux de fibres végétales différentes

Fibre	Angle spiral (°)	Section A *10 <sup>-2</sup> mm <sup>2</sup>	Longueur de cellule L (mm)	Ratio L/D (D:diamètre de cellule)
Jute	8.0	0.12	2.3	110
Flax	10.0	0.12	20.0	1687
Chanvre	6.2	0.06	23.0	960
Ramie	7.5	0.03	154	3500
Sisal	20.0	1.10	2.2	100
Coco	45.0	1.20	3.3	35

### 1.2.1.2. Constituants chimiques de la fibre végétale

Les conditions, l'âge et le procédé de plantation influencent non seulement la structure mais aussi la composition chimique des fibres végétales. Comme dans le cas de tous les produits naturels, les propriétés mécaniques et physiques des fibres naturelles varient considérablement. Ces propriétés sont déterminées par la composition chimique et structurale qui dépend de l'origine d'extraction (à partir des feuilles, des graines ou des tiges...), de l'environnement local où les plantes grandissent, de l'âge des plantes et du climat [10]. À l'exception du coton, les constituants des fibres végétales sont : la cellulose, l'hémicellulose, la lignine, la pectine, les cires et les substances solubles dans l'eau. En général, la cellulose est le composant principal des fibres végétales. La

composition chimique moyenne de différentes fibres de cellulose est donnée dans le tableau II suivant [12]:

Tableau II

Composition chimique des fibres végétales

Compositions	Cellulose (wt%)	Hémicellulose (wt %)	Lignine (wt %)	Pectine (wt %)	Wax (wt %)	Teneur d'humidité (wt %)
Flax	71	18.6	2.2	2.3	1.7	10.0
Jute	61.0	20.4	13	0.2	0.5	12.6
Chanvre	74.4	17.9	3.7	0.9	0.8	10.8
Sisal	78.0	10.0	8.0	<1	2.0	11.0
Ramie	68.6	13.1	0.6	1.9	0.3	8.0
Coco	43	<1	45	4	-	8.0

La cellulose a la structure la plus simple des composants de la paroi cellulaire. Elle est composée d'unités de glucose (D-anhydro-glucopyranoses,  $(C_6 H_{10} O_5)_n$ ) assemblées dans une longue chaîne de polymères linéaires non ramifiées (figure 3). À cause de la simplicité de la chaîne cellulosique (aucun embranchement volumineux et complexe) les macro-molécules sont facilement empaquetées en régions cristallines. La cellulose contribue à la force et à la rigidité de la fibre grâce à ses chaînes fortement orientées. Les propriétés mécaniques des fibres naturelles dépendent de leur type de cellulose car chaque type a sa propre géométrie cellulaire et les conditions géométriques déterminent les propriétés mécaniques [2].

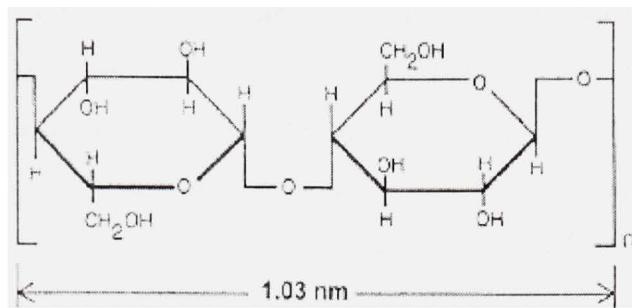


Figure 3 Formule chimique d'une unité répétitive constituant la cellulose

Si la cellulose peut être considérée comme l'agent de renforcement («agent structurant») alors l'hémicellulose avec lignine peut jouer le rôle de matériau liant. L'hémicellulose est formée de monosaccharides et d'acides de sucre. Son poids moléculaire est de beaucoup inférieur à celui de la cellulose et certaines de ses molécules sont embranchées. Les branches rendent difficile la formation de forme cristalline, et en conséquence, le polymère est de type amorphe. L'hémicellulose est hydrophile et est attachée à la surface de cellulose via des liaisons hydrogènes. Elle a aussi des liaisons fortes avec la lignine. L'hémicellulose est responsable de la biodégradation, de l'absorption d'humidité, et de la dégradation thermique de la fibre, lors que la lignine est thermiquement stable mais se dégrade sous l'action l'irradiation de U.V [4]

La lignine est une molécule complexe tridimensionnelle, non aromatique cristalline et composée de groupes phényles. Sa chimie n'est toujours pas bien comprise. La lignine est hydrophobique et fournit la dureté à la cellule de la fibre végétale empaquetée dans régions cristallines. De son côté, la cellulose contribue à la force et à la rigidité de la fibre à cause de ses chaînes fortement orientées.

La pectine est le nom commun désignant les hétéropolysaccharides qui consistent essentiellement en l'acide de polygalacturon. La pectine est soluble dans l'eau seulement après une neutralisation partielle par alkali ou hydroxyde ammonium.

Les cires (*waxes*) constituent une partie de la fibre qui peuvent être extraites avec les solutions organiques. Ces matériaux cireux sont composés de différents types d'alcools qui sont insolubles dans l'eau et aussi dans quelques acides [2]

L'organisation structurale exacte des constituants chimiques de la fibre végétale dans la paroi cellulaire est complexe à décrire du fait de la multiplicité des couches. De plus, les moyens d'observation et d'investigation sont limités [23]. Cependant, il est généralement accepté que les trois polymères principaux (cellulose, hémicellulose et lignine) ne soient pas mixés uniformément, mais sont arrangés dans les entités séparées (Figure 4). Les polymères d'hémicellulose s'associent aux microfibrilles de cellulose grâce aux nombreux ponts hydrogènes formant une couche autour des fibrilles. Ces unités de cellulose/hémicellulose sont encapsulées par les polymères de lignine

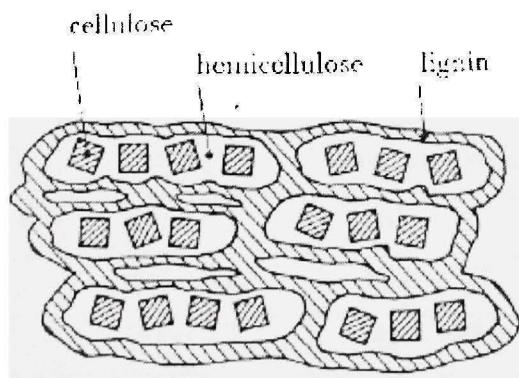


Figure 4 Modèle d l'association des fibrilles de cellulose, des hémicellulose et de la lignine dans la paroi cellulaire du bois à l'état anhydre [22]

### 1.2.1.3. Propriétés mécaniques des fibres végétales

Les fibres naturelles sont en général convenables à renforcer des plastiques (thermodurcissables et thermoplastiques) grâce à leur résistance et leur rigidité relativement hautes et leur basse densité. La résistance en traction et le module d'élasticité des fibres végétales sont souvent considérés comme une clé importante étant donné leur aptitude de renforcements pour les matériaux composites. Cependant, il y a relativement peu de données fiables présentement disponibles pour leur sélection. Beaucoup de données dans la littérature sont différentes et peu fiables, ceci étant dû aux limitations dans la méthodologie d'essai [3]. Les propriétés de fibres naturelles en comparaison à celles de quelques fibres synthétiques (*man-made*) sont données dans le tableau III [2, 3].

Tableau III

Propriétés mécaniques en traction des fibres naturelles en comparaison aux fibres de renfort conventionnelles

Fibre	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Allongement (%)	Résistance en traction (Mpa)	Module d'élasticité (Gpa)
Cotton	1.5 – 1.6	7.0 – 8.0	287 – 597	5.5 – 12.6
Jute	1.3	1.5 – 1.8	393 – 773	26.5
Flax	1.5	2.7 – 3.2	345 – 1035	26.7
Chanvre	1.4	1.6	900 – 1080	10 - 25
Ramie	-	3.6 – 3.8	400 – 938	61.4 - 128
Sisal	1.5	2.0 – 2.5	511 – 635	9.4 – 22.0
Coco	1.2	30.0	150 - 175	4.0 – 6.0
E-verre	2.5	2.5	2000 – 3500	70.0
Carbone	1.4	1.4 – 1.8	4000	230.0 – 240.0

Selon le tableau III, la résistance en traction des fibres de verre est considérablement plus haute que celle des fibres végétales, bien que le module d'élasticité soit de même ordre. Toutefois, quand le module spécifique (module / densité) est considéré, les fibres végétales indiquent des valeurs qui sont comparables ou meilleures que celles des fibres de verre. Ces plus hautes propriétés spécifiques constituent un des principaux avantages de l'utilisation des composites à fibres végétales dans les applications qui demandent à la fois une haute résistance et un léger poids.

Il est clair que les fibres végétales ont des propriétés mécaniques variées, à l'intérieur même d'une espèce donnée. Cette variation de propriétés représente un des inconvénients des fibres végétales en comparaison aux fibres synthétiques. Les propriétés mécaniques et la structure des fibres végétales sont influencées par quelques conditions de croissance et varient selon l'habitat, le climat et l'âge de la plante [2]. Mukherjee et Satyanarayana [24-26] ont fait les études sur les types des fibres végétales comme fibre de sisal, jute, flax et ananas. Les résultats expérimentaux ont illustré que la résistance de ces fibres dépend sensiblement de la longueur de fibre plus que dans le cas des fibres de verre. Cela pourrait être dû à l'homogénéité ou la défectuosité de la fibre [2]. Ces études ont également montré la forte dépendance de la résistance en traction et l'allongement de ces fibres aux paramètres structuraux de la fibre comme la teneur de cellulose (indice de la cristallinité) et l'angle microfibrillaire. Les fibres végétales à haute teneur de la cellulose et petit angle microfibrillaire ont été trouvées plus résistantes que celles ayant une basse teneur de cellulose et un plus grand angle microfibrillaire. L'allongement en rupture de la fibre augmente avec l'augmentation de l'angle microfibrillaire.

Mukherjee et Satyanarayana [24-26] ont aussi étudié l'influence du diamètre de fibre, de la longueur de test, et de la vitesse de test sur la résistance en traction, le module initial et le pourcentage d'allongement à la rupture de ces fibres. Il n'y a pas de variation importante des propriétés mécaniques selon le changement du diamètre de fibres.

Cependant, la résistance en traction et l'allongement à la rupture diminuent avec la longueur de fibre alors que le module d'Young augmente avec cette dernière.

La fibre végétale, ayant des composantes cristallines et non cristallines, est considérée comme un matériau viscoélastique quand il est appliqué par une force de tension. Les courbes de contrainte – déplacement peuvent être comprises en termes du modèle viscoélastique de deux éléments de Maxwell (Figure 5) [24]. Les études précédentes ont montré que les courbes de la contrainte versus l'allongement des fibres végétales comme le sisal, l'ananas, le coir, le banana, etc. sont caractérisées par une région initiale linéaire, appelée le module initial, suite par une courbure. Cela indique la nature viscoélastique de ces fibres (figure 6) [24, 26].

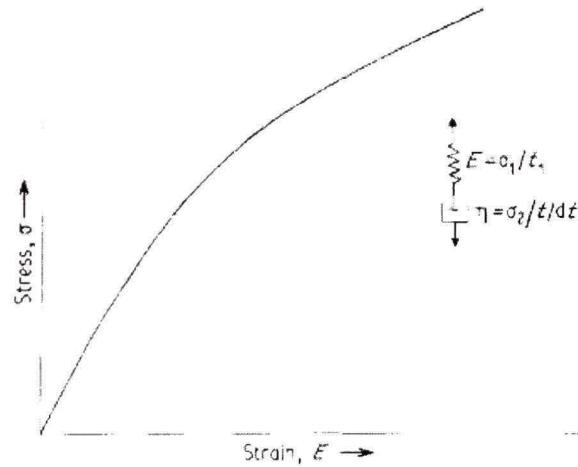


Figure 5 Comportement de la courbe de contrainte - déformation du modèle Maxwell [26]

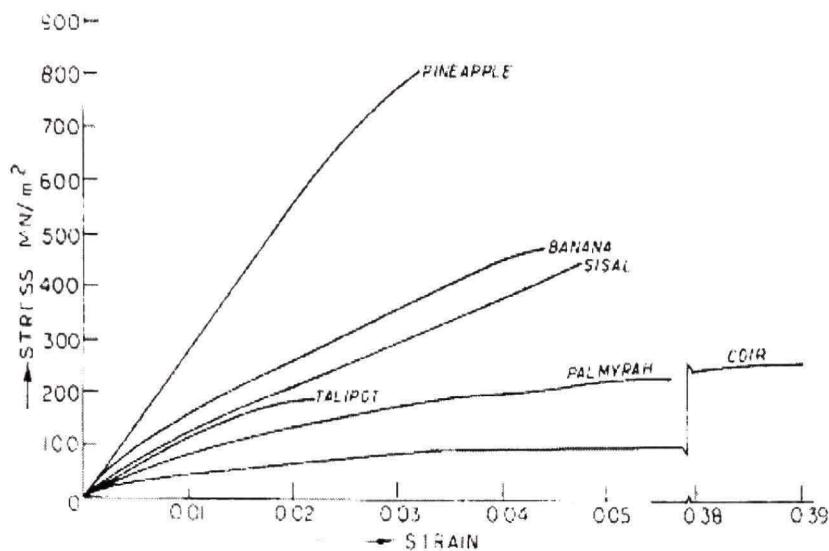


Figure 6 Courbes de contrainte – déformation de quelques fibres végétales [24]

### 1.2.2. Fibres de coco, de chanvre et leurs composites

#### 1.2.2.1. Fibres de coco et leurs composites

Les fibres de coco sont constituées de cellulose, extraites de la coquille extérieure (mésocarpe) des noix de coco, le fruit de la plante de coco (*Coco nucifera L.*) qui est plantée extensivement dans les pays tropicaux (figure 7). La fibre de coco est une fibre cellulosique multi-composante avec un potentiel immense pour des applications commerciales profitables grâce à ses nombreuses propriétés utiles provenant de ses particularités structurales [27].



a) Plante noix de coco

b) Fibres noix de coco

Figure 7 Plante et fibres noix de coco

Morphologiquement, la fibre de coco est multicellulaire contenant 30 – 300 ou plus de cellules dans sa section transversale qui est polygonale ou ronde. Les cellules dans une fibre naturelle sont constituées de cellulose cristalline arrangée en hélice dans une matrice consistant en complexes de lignine et de cellulose non cristalline. La taille d'une cellule individuelle est de 12 à 14  $\mu\text{m}$  en diamètre, le rapport de la longueur et du diamètre de cellule (L/D) est de 35 approximativement. Les cellules de la surface de fibre sont couvertes avec les stigmates silicosés. Il y a une cavité au centre dans chaque cellule appelée le lumen, qui est soit polygonale, soit arrondi ou arrondi elliptique ayant un diamètre de 5.0 – 7.5  $\mu\text{m}$  [28]. La surface de la cellule individuelle est lisse ou rugueuse avec certains défauts, lorsque la surface de la fibre est couverte d'un matériau cireux appelé la cuticule.

Le pourcentage des ingrédients dans la fibre est largement gouverné par l'âge de la noix dont elle est tirée. La cellulose et la lignine sont les constituantes principales de la fibre de coco, et son haute teneur en lignine rend la fibre plus rigide et plus dure. Les

compositions chimiques et propriétés physiques des fibres de coco sont suivantes [16, 29]:

Lignine : 40 - 45 %

Cellulose : 32 – 43 %

Hémicellulose : 0.25%

Pectine et son compound : 3.00%

Eau soluble : 5.25%

Cendre : 2.22%

Longueur (inch) : 6-8

Angle microfibrille (degré) : 30 - 49

Diamètre (mm) : 0.1 – 1.5

Gonflement en eau (diamètre) : 5%

Allongement à la rupture : 15 - 40%

Module initiale (GPa) : 4 - 6

Résistance en traction (MPa) : 131-175

Densité (g/cc): 1.15

Les fibres de coco sont à bon marché parmi des fibres naturelles différentes disponibles dans le monde et elles possèdent les avantages des fibres lignocellulosiques. Elles ne sont pas cassantes comme les fibres de verre, susceptibles à la modification chimique, non toxiques et ne posent aucun problème d'évacuation des déchets. Les propriétés physiques des fibres de coco telles que : la longueur, la finesse, la force, la rigidité, la résistance à l'humidité sont extrêmement utiles pour les applications diverses. À part les applications conventionnelles des fibres de coco comme un matériau des meubles planchers, cordes, etc., elles sont encore utilisées dans le contrôle d'érosion, le renforcement et la stabilisation de sol. Pendant quelques dernières décennies, les recherches et développements ont fait des progrès pour démontrer l'efficacité des fibres de coco comme un renforcement dans les composites de polymères différentes. On trouve des utilisations dans l'industrie automobile, construction, des fournitures, des emballages et des isolations thermiques. Malheureusement, la performance de la fibre de coco comme un renforcement dans les composites polymères est peu satisfaisante et pas comparable à celle d'autres fibres végétales comme le sisal, le chanvre, le lin, le jute. Cette performance inférieure de la fibre de coco est due à des facteurs différents tels que : basse teneur en cellulose (36-43%), haute teneur en lignine et hémicellulose (41-47%), haut angle microfibrillaire (45°) et le grand diamètre variable [18, 28] .



a) Plante de chanvre

b) Fibres de chanvre

Figure 8 Plante et fibres de chanvre

La haute teneur en cellulose et le bas angle microfibrille (voir Tableaux I et II) des fibres de chanvre en comparaison aux autres fibres végétales indiquent que ces fibres ont le potentiel comme un renforcement pour des composites polymères. En Amérique du Nord, l'utilisation de fibres *nonne bois*, comme le chanvre, le *kénaf* dans des composites constitue un domaine prioritaire de recherche et développement ou a déjà franchi les premières étapes de commercialisation industrielle : textile, matériaux de construction, composites, alimentation, médecine et carburant.

Plusieurs d'études ont été réalisées sur les composites à fibres de chanvre en utilisant des thermodurcissables et aussi thermoplastiques [7, 14, 17, 37]. Les résultats des études indiquent que les propriétés mécaniques (en traction et en choc) des composites à

Quelques études ont été réalisées sur les propriétés mécaniques des composites à fibres de coco et l'influence des traitements de fibres sur le comportement mécaniques de ces composites [18, 30-34]. Les composites à fibres de coco, qui sont riches en lignine, montre la meilleure résistance au climat en comparaison aux ceux à fibres riches en cellulose (ex : sisal, bananas, chanvre). La lignine ayant une affinité inférieure pour l'humidité semble agir comme un protecteur des microfibrilles de cellulose contre l'absorption d'humidité.

### **1.2.2.2. Fibres de chanvre et leurs composites**

Comme la plupart des fibres naturelles, la structure des fibres de chanvre (*Cannabis Sativ L.*) est très compliquée, composée des microstructures hiérarchiques biologiques dans une structure particulière. Une fibre de chanvre (figure 8) est composée des microfibrilles de cellulose ayant un diamètre de 5 – 50 nanomètres et de milliers de nanomètres de longueur. Les microfibrilles sont assemblées dans les cellules de fibrilles de 10 – 20  $\mu\text{m}$  de diamètre.

Les cellules de la fibre de chanvre sont liées par des lamelles au milieu (pectine). Elles sont arrangées dans les paquets qui sont eux-mêmes séparés par les cellules parenchymes du cortex ayant des parois cellulaires riches en pectine et hémicellulose. Les cellules forment le niveau suivant de la microstructure appelée une fibre technique de 50 – 100  $\mu\text{m}$  en diamètre [35]. Ces simples fibres techniques sont liées ensemble par la matrice de pectine et lignine formant un paquet de fibres simples. Les fibres végétales généralement sont vraiment ces paquets de fils individuels des fibres simples tenues ensemble par la pectine et la lignine. La plupart des recherches et applications ont concentré sur l'utilisation des paquets de fibres (figure 8b) [13, 36].

fibres de chanvre sont directement proportionnelles à la teneur de fibre en concordance à la loi de mixte. Sanadi et al. [37] ont aussi trouvé qu'un composite unidirectionnel de chanvre - polyester ayant 40% de la fraction volume de fibre a un module spécifique plus élevé que celui d'un composite renforcé par 20% de la fraction volume de fibre de verre.

### **1.2.3. Théorie sur la sorption de l'humidité par les fibres végétales**

À cause de leur hygroscopie, les fibres végétales sont très sensibles aux variations atmosphères (humidité et température). Elles ont une résistance limite à l'absorption humide et à la déformation par l'exposition à l'humidité. Cela fait réduire certaines applications industrielles. Donc il est important d'étudier le comportement de sorption de la vapeur d'eau de ces matériaux. La grande capacité de sorption des fibres végétales est un aspect essentiel des composites renforcés par ces fibres. Ainsi, pour bien comprendre la sorption de l'humidité par ces composites, il est nécessaire de maîtriser la sorption de l'humidité dans les fibres végétales elles-mêmes. Cependant, il y a très peu d'études et d'informations présentées dans la littérature existante concernant les composites à fibres végétales.

#### **1.2.3.1. Mécanisme physique de sorption de l'eau et de l'humidité par les fibres végétales**

La sorption est le plus souvent décrite comme un terme commun quand on pense au phénomène d'absorption (capture de l'humidité de l'air ambiant) et de désorption (perte de l'humidité). Selon la théorie présente de sorption, le mécanisme de la sorption d'eau par les fibres lignocellulosique est contrôlé par l'adsorption sur la surface de fibre, par l'action capillaire via son lumen et les ponts capillaires entre les fibres [38].

Les fibres végétales qui elles-mêmes sont des matériaux composites renforcés des fibres de cellulose dans une matrice amorphe de lignine et de hémicellulose sont hautement hygroscopiques comme la plupart des matériaux lignocellulosiques. L'hygroscopie des fibres végétales est essentiellement due aux groupes hydroxyles  $-\text{OH}$  dans leurs molécules qui attirent l'eau. Les molécules d'eau sont absorbées par les groupes hydroxyles  $-\text{OH}$  qui se trouvent à la surface des cristallites de cellulose dans les régions amorphes de cellulose ou au niveau des hémicelluloses. C'est un mécanisme de liaison appelé « pont hydrogène » [23, 38]. Par exemple, la molécule de cellulose contient trois groupes hydroxyles dans chaque résidu de glucose, et les liaisons hydrogènes peuvent être formées entre les molécules d'eau et les groupes hydroxyles dans la cellulose sèche (Figure 9)

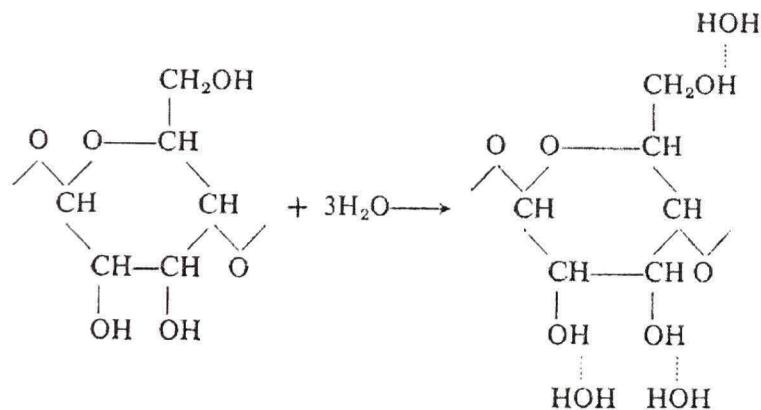


Figure 9 Mécanisme d'absorption des molécules d'eau par les groupes hydroxyles [38]

Dans le cas de la cellulose humide, les liaisons hydrogènes sont cassées par les molécules d'eau et les nouvelles liaisons sont formées entre les molécules d'eau et les groupes hydroxyles. Toutefois, pour des raisons de configuration cristalline, tous ces groupes  $-\text{OH}$  de cellulose ne sont pas réellement accessibles à la liaison hydrogène. Dans la partie de la cellulose cristalline, certains groupes  $-\text{OH}$  sont occupés par des

liaisons hydrogènes intramoléculaires et intermoléculaires de sorte que les molécules d'eau n'arrivent pas y pénétrer en rompant cette liaison [23]. Par contre, les groupes – OH qui se trouvent à la surface des cristallites, dans les régions amorphes de cellulose, sur les chaînes d'hemicelluloses ou entre la cellulose et les hemicelluloses peuvent se lier à l'eau par liaison hydrogène. Les molécules d'eau peuvent s'adsorber sous forme d'une monocouche ou de multicouche selon la teneur en humidité de la fibre. Ceci est responsable des déformations hygroscopiques (retrait et gonflement) de la fibre. La lignine, quant à elle, est moins hygroscopique [38].

Comme tous les matériaux ligno-cellulosiques, les fibres végétales sont un matériau hygroscopique. L'eau dans les fibres végétales cellulosiques peut exister sous trois états différents selon sa teneur en eau [39] :

- L'eau libre ou l'eau capillaire, se trouve dans les micropores des parois cellulaires et dans les lumens. L'eau libre est soumise à la pression capillaire et se distingue ainsi de l'eau liquide ordinaire;
- Les molécules d'eau liées ou hygroscopiques sont adsorbées sur des sites de sorption ou groupes hydroxyles qui se trouvent sur les macromolécules d'hemicelluloses, de cellulose amorphe et de lignine dans une moindre mesure, ainsi qu'à la surface des parties cristallines de la cellulose;
- L'eau peut exister sous forme de vapeur dans les lumens et les micropores des parois cellulaires.

Ces trois états de l'eau et le point de saturation des fibres sont schématiquement présentés à la figure 10. Dans le cas où la fibre ne contiendrait plus d'eau libre dans ses cavités et que ses parois cellulaires sont considérées saturées en eau liée, la teneur en eau est connue sous le nom de point de saturation des fibres (PSF).

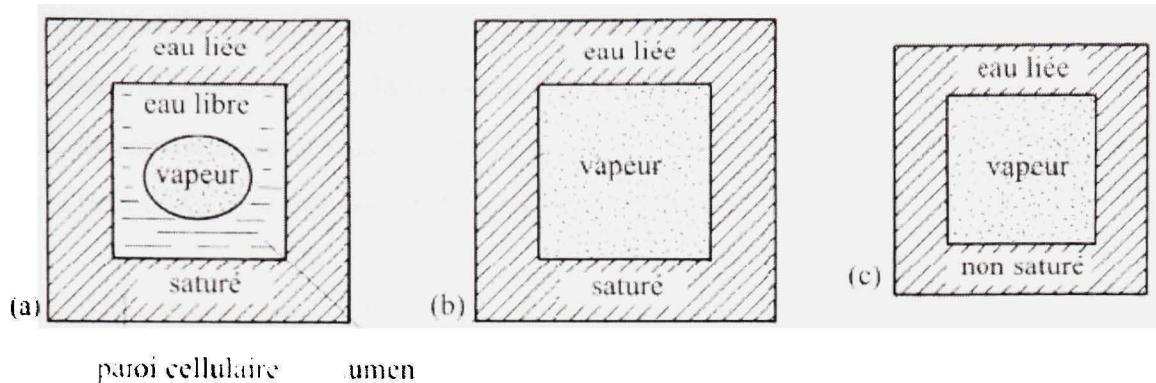


Figure 10 Représentation schématique de trois états différents de l'eau en bois [23] :  
 (a) au-dessus de PSF ; (b) au PSF et (c) en dessous de PSF

*Absorption de l'eau par capillarité :*

Dans les matériaux poreux comme les fibres végétales soumises dans une très haute humidité, l'eau liquide peut être tenue par les forces de la tension surfacique dans les espaces capillaires entre les fibres ou dans les fissures sur la surface de fibre [38]. Une fibre étudiée est considérée comme un fil formé d'un groupe de fibres simples tordues ensemble. Les capillaires interconnectés sont formés par les pores entre les fibres simples. Quand l'humidité est élevée, le liquide pénètre dans les fibres; l'eau liquide remplit d'abord les plus petites millipores, puis les petites et graduellement les grandes pores [40]. Aux forts taux d'humidité, l'eau restera encore dans les grands capillaires et la prise d'eau augmente encore. La condensation dans un tel capillaire peut avoir lieu même si l'atmosphère n'est pas complètement saturée. L'équation de Kelvin [38] donne la relation entre le rayon « a » (ménisque de surface concave de l'interface eau-air) et la pression relative de vapeur à l'équilibre RH comme suit :

$$\log \frac{P_a}{P_\infty} = - \frac{2\sigma M_{eau}}{\rho_{eau} RT a} \quad (1.1)$$

où  $P_a$  est la pression de vapeur à l'équilibre;  $P_\infty$ , la pression de vapeur saturée;  $\sigma$ , tension de surface;  $M_{\text{eau}}$ , la masse moléculaire de l'eau (i.e. 18);  $\rho_{\text{eau}}$ , la densité de l'eau;  $R$ , la constante de gaz parfait; et  $T$ , la température absolue. À partir de l'équation (1.1) on peut déduire le rayon du ménisque de la surface concave d'un capillaire.

La définition traditionnelle de la teneur en humidité ( $M_m$ ) dans les fibres végétales à une humidité relative ambiante donnée est basée sur les mesures de la masse de fibre à l'état anhydride ( $M_o$ ) et celle de fibre mouillée ( $M_{RH}$ ). Elle est exprimée par l'équation suivante [38] :

$$M_m = \frac{(M_{RH} - M_o)}{M_o} \cdot 100 \quad (\%) \quad (1.2)$$

### 1.2.3.2. Sorption isotherme et dépendance de la température

Dans un système compact composé d'un solide hydrophilique et de vapeur d'eau, la relation entre le solide et la vapeur est traditionnellement mesurée par des isothermes de sorption. Les fibres naturelles sont des matériaux dont les propriétés dépendent de l'humidité absorbée ou désabsorbée.

La courbe reliant la teneur en eau d'équilibre (EMC) et l'humidité relative ambiante (RH) pour une température constante  $T$  est appelée isotherme de sorption. Ces courbes sont souvent utilisées pour étudier l'hygroscopie des différents matériaux hygroscopiques comme le bois ou les fibres végétales. Les isothermes de sorption sont des courbes expérimentales qui représentent le rapport entre la teneur en humidité d'une matière non chargée et de l'humidité relative de l'atmosphère ambiante à l'équilibre de diffusion et à la température constante. La teneur en humidité est obtenue en pesant l'échantillon quand un état d'équilibre est atteint.

Une isotherme de sorption d'eau décrit, à une température fixe, l'évolution de la teneur en humidité dans les échantillons versus l'activité thermodynamique de l'eau. À partir des considérations thermodynamiques hypothétiques, l'activité d'eau ( $x$ ) est définie par le rapport suivant [41] :

$$x = \frac{P_v}{P_{sat}(T)} = RH_{eq} \quad (1.3)$$

Si l'humidité relative fixe ( $RH_{eq}$ ) est assurée dans l'atmosphère ambiante, c'est possible de déterminer l'activité de l'eau dans un échantillon. Cette activité est obtenue quand l'équilibre thermodynamique est atteint dans cette atmosphère. La figure 11 présente les régions d'action du mécanisme de la sorption isotherme.

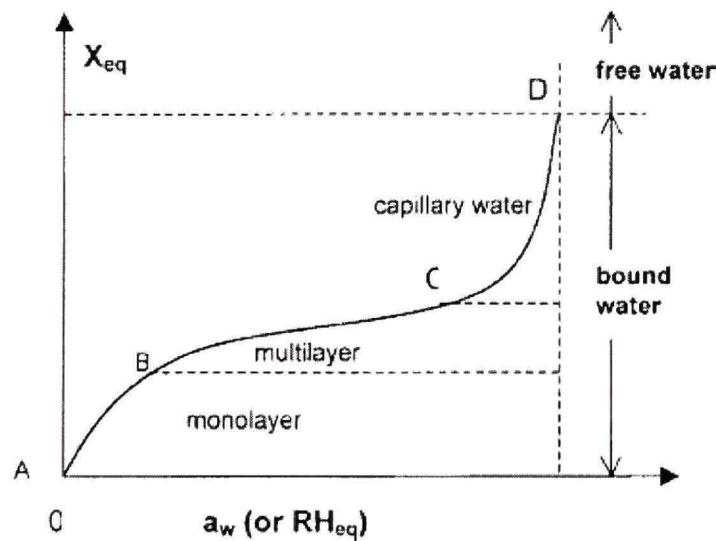


Figure 11 Régions d'action pour le mécanisme de la sorption isotherme [42]

En analysant la forme générale de la courbe isotherme on distingue les 3 régions suivantes :

- AB : région de l'adsorption de monocouche moléculaire. La surface solide est couverte avec une seule couche de molécules d'eau absorbée. Les forces d'interaction sont courtes-étendues et très intenses. Les modèles basés sur cette hypothèse, par exemple le modèle de Langmuir [43], sont valables pour les humidités relatives allant jusqu'à 10%. Le phénomène de l'adsorption monocouche dans cette région est considéré comme celui de sorption chimique. L'eau liée par sorption chimique ne peut pas être enlevée facilement. Les molécules d'eau sont directement attachées sur les sites d'adsorption impliquant un changement dans les forces intermoléculaires et une destruction des réticulations. Ceci exerce une influence principale sur les propriétés physiques. [38]
- BC : région de l'adsorption de multicouches moléculaires. Les forces d'interaction diminuent et les couches multiples de molécules d'eau sont tenues à la surface solide. Les modèles basés sur cette hypothèse, par exemple le modèle de BET (Brunauer-Emmett-Teller) ou le modèle de GAB (BET modifié) décrit dans la partie suivante, sont consolidé par les données expérimentales pour les humidités relatives de 30 à 80%.
- CD : région de la condensation capillaire. Les couches moléculaires d'eau s'unissent dans les micropores de la structure solide et l'eau est liée en raison des forces capillaires. Quand  $R_{Heq} = 100\%$ , la courbe a tendance à une asymptote qui correspond à l'eau libre. L'absorption aux hautes humidités relatives est principalement due à l'attachement indirect des molécules d'eau qui seront les premières à évaporer [38]

L'allure générale des courbes d'isothermes de sorption pour les différents matériaux hygroscopiques n'est pas la même. En générale, il y a 5 types d'isotherme de sorption

obtenus par les chimistes dans leurs études sur la sorption du gaz et du liquide par les solides. Ils sont présentés à la figure 12 [42, 43].

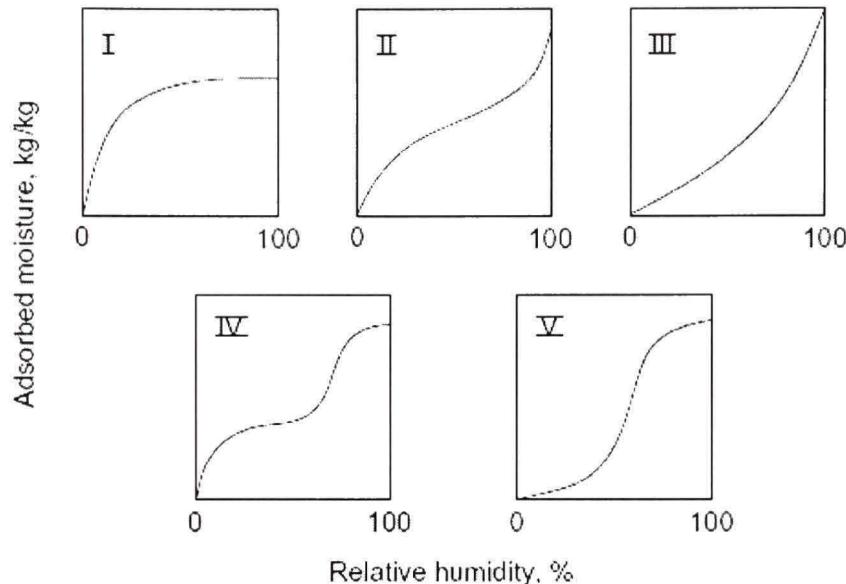


Figure 12 Cinq types de courbe d'isotherme d'adsorption de van der Waals [42]

Le type I est l'isotherme de sorption bien connue de Langmuir, représentant le phénomène de sorption caractéristique où seule une couche moléculaire (dans un système solide – gaz) est adsorbée sur la surface du solide. Le type II est l'isotherme à l'allure sigmoïde ou en forme de S, représentant la caractéristique d'une sorption où plus d'une couche de vapeur est formée sur la surface de solide et où la force d'attraction entre la vapeur et le solide est importante. C'est typiquement le mécanisme d'adsorption de BET. Le type III est semblable au type II sauf que les forces entre la vapeur et le solide sont relativement faibles. À une pression suffisamment haute, la sorption est due à la condensation capillaire dans les mésopores. Les types IV et V sont reliés aux types II et III, avec l'exception que le maximum de sorption est atteint, ou quasiment, à une certaine pression  $P$  plus basse que la pression de vapeur,  $P_0$ , en raison du volume fini de pore des solides poreux [43]. Selon la littérature disponible [44-49],

l'absorption et désorption isotherme de la plupart des matériaux cellulosiques, biologiques et matériaux poreux sont de type II.

#### 1.2.3.3. Modèles de l'isotherme de sorption

L'isotherme de sorption humide est importante pour évaluer l'effet de la température (T) et de l'humidité relative (RH) sur les propriétés des matériaux étudiés [43, 45]. Un grand nombre de modèles d'isotherme empiriques, semi-empiriques et théoriques ont été proposés dans la littérature pour décrire l'évolution de la teneur en humidité d'équilibre avec l'humidité relative [39, 43-45, 49-53]. Les équations sont souvent groupées dans 4 catégories suivantes [39] :

- Modèles de l'adsorption monocouche ;
- Modèles de l'adsorption multicouche ;
- Modèles de sorption utilisés en science des polymères ;
- Modèles empiriques.

La plupart des modèles développés sur la sorption des matériaux cellulosiques sont basés sur deux approches générales. Dans la première approche, la sorption est considérée comme un phénomène surfacique (mono ou multicouches), et dans la seconde comme un phénomène de solution (solution – polymère) [39]. On suppose l'existence des sites forts de sorption dans les deux cas. Dans la première approche, la sorption d'eau dans les matériaux cellulosiques est due à la sorption surfacique (par groupes –OH). Les molécules d'eau adsorbée (absorbat) forment une ou des multicouches moléculaires sur les sites de sorption ou les surfaces internes dans la paroi cellulaire. Par contre, dans la deuxième approche, le matériau cellulosique (comme le bois) est considéré comme un matériau polymérique formé des polymères de cellulose,

d'hémicellulose et de lignine, et la sorption d'eau est due à la sorption volumique (*bulk sorption* ou *polymer-solution*).

Certaines équations mentionnées dans la littérature sont mathématiquement identiques. Les équations isothermes développées par les différentes recherches en utilisant des modèles mathématiques ou physiques variés ont montré les mêmes formulations dans plusieurs cas. Il y a de nombreux modèles d'isotherme de sorption proposés et appliqués principalement dans le génie agro-alimentaire. Parmi eux, les fréquents modèles utilisés pour caractériser l'isotherme de sorption de l'humidité des matériaux cellulosiques et biologiques sont [45, 46, 49, 54-58]:

1. *Modèle de Henderson (1952) [57]*

$$M_m = A_1 \left( \frac{1}{T} \ln \left( \frac{1}{1-x} \right) \right)^{A_2} \quad (1.4)$$

2. *Modèle de Luikov [46]*

$$M_m = A_1 / \left( 1 + A_2 T \ln \left( \frac{1}{x} \right) \right) \quad (1.5)$$

3. *Modèle de Chung-Pfost (1967) [46, 49]*

$$M_m = - \frac{1}{A_1} \ln \left( \frac{(T + A_2)}{-A_3} \ln(x) \right) \quad (1.6)$$

4. *Modèle de Halsey (1976) [46]*

$$M_m = A_1 \left( T \ln \left( \frac{1}{x} \right) \right)^{-A_2} \quad (1.7)$$

5. *Modèle de Henderson-Thompson modifié* (1968). C'est une équation empirique utilisée largement pour les matériaux biologiques et alimentaires, et qui peut être écrite comme suit [49] :

$$M_m = \left( \frac{-\ln(1-x)}{A_1 T + A_2} \right)^{\frac{1}{A_3}} \quad (1.8)$$

où  $M_m$  est la teneur en eau à équilibre (g/g);  $x$ , l'humidité relative décimale (/100);  $T$ , la température absolue ( $^{\circ}\text{K}$ );  $A_1$ ,  $A_2$ ,  $A_3$ , des constantes dépendant de la température.

Parmi les modèles utilisés pour décrire l'isotherme de sorption d'eau, les modèles de BET et de GAB sont les plus utilisés pour le type II.

6. *Modèle de BET (Brunauer-Emmet-Teller) (1992) [38, 43, 45, 51, 59]*

Au-dessus d'une certaine pression de vapeur, la sorption est clairement gouvernée par des forces dans les couches multimoléculaires (figure 13), et par condensation capillaire aux pressions suffisamment hautes. Afin de compléter les théories de sorption concernant les formations de multicouches, la théorie de BET a été développée. Celle-ci est une généralisation du modèle classique de l'adsorption monocouche de Langmuir [38] pour couvrir l'absorption multicouche. L'analyse est basée sur l'équilibre dynamique entre la vitesse d'évaporation et celle de condensation dans les couches adsorbées du matériau. L'équation du modèle de BET est dérivée sous une forme simplifiée pour un nombre infini de couches comme suit [43, 59] :

$$M_m = \frac{m_o C x}{(1-x)(1+Cx-x)} \quad (1.9)$$

où  $M_m$  est teneur en eau à équilibre(g/g);

$x$ , l'humidité relative en décimale (/100) ou activité d'eau  $a_w$ ;

$m_o$ , la teneur en eau monocouche adsorbée (g/g); dans une majorité de cas, le paramètre  $m_o$  est considéré comme décroissant avec la température [45, 47, 49, 50, 54, 60].

La diminution dans la monocouche avec la température peut être due à la réduction dans le nombre total des sites actifs pour l'établissement d'une liaison d'eau suite à des changements physiques ou chimiques provoqués par température. La dépendance de la  $m_o$  vis-à-vis de la température peut être exprimée par une relation exponentielle de type suivant [43, 60]:  $m_o = m_{xo} \exp(\Delta H_m/RT)$ .

$C$  est un coefficient relié aux effets thermiques et est exprimé par l'équation de l'Arrhenius suivante :

$$C = C_o \exp\left(\frac{\Delta H_C}{RT}\right) \quad (1.10)$$

où  $C_o$  est une constante;

$R$ , la constante de gaz universel ( $\text{KJ mol}^{-1} \text{K}^{-1}$ );

$T$ , la température absolue ( $^0\text{K}$ );

$\Delta H_C = (H_1 - H_m)$  ( $\text{KJ/mol}$ ) est la différentielle de chaleur de sorption (ou la différence en enthalpie entre la sorption de monocouche et celle de multicouche),  $H_1$  étant la chaleur de sorption des molécules dans la première couche et  $H_m$  est la chaleur de condensation. Dû à l'interaction exothermique de l'eau avec les sites de sorption primaires, la valeur de  $\Delta H_C$  devrait être positive.

Le coefficient C est de nature enthalpie. Il représente une mesure de la résistance d'une liaison d'eau aux sites primaires. Plus le coefficient C est grand, plus fortement l'eau est liée dans une monocouche et plus grande la différence d'enthalpie entre les molécules de monocouche et les molécules de multicouche. Puisque les molécules d'eau sont toujours localisées dans la multicouche, les contributions d'entropie à C sont moindres comparativement à l'enthalpie [43, 60]

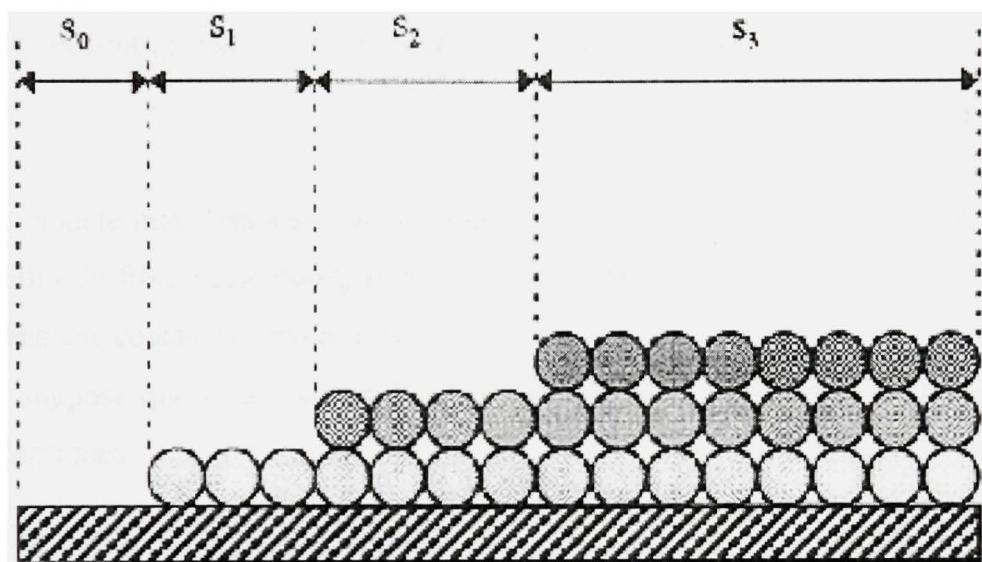


Figure 13 Multicouches moléculaires selon la théorie de B.E.T :  $S_0$ ,  $S_1$ ,  $S_2$ ,  $S_3$  sont les surfaces recouvertes successivement par : aucune couche, une couche, 2 couches et n couches moléculaires de l'adsorbat [43]

La théorie de B.E.T. est basée sur les hypothèses suivantes :

- La chaleur d'adsorption est égale à celle de la condensation dans toutes les couches sauf la première;
- Les conditions d'évaporation - condensation sont identiques dans toutes les couches sauf la première;

- Quand la pression  $p = p_s$ , l'adsorbat se condense au volume de liquide sur la surface du solide, c'est-à-dire le nombre de couches devient infini.

Le modèle de BET est le plus utilisé pour décrire la sorption du gaz sur les surfaces du matériau. Quant à elle, l'équation de BET donne une isotherme sigmoïdale du type II (figure 12), qui montre une bonne concordance avec les données expérimentales pour un taux d'humidité situé entre 5 à 50%, par exemple, pour des fibres diverses telles que la laine, la viscose, le coton, le nylon, l'acétate [38]. Cependant, l'application de ce modèle à l'absorption par ces fibres peut être critiquée à cause des principales raisons suivantes :

- le modèle met l'emphase sur les forces entre les molécules d'eau (adsorbat) et celles de fibre (adsorbant), et néglige l'interaction entre les molécules voisines dans une couche (interaction horizontale);
- il suppose que tous les sites d'adsorption sur la surface soient énergiquement identiques.

Bien que le modèle de BET soit traditionnellement utilisé pour décrire l'adsorption sur les surfaces, il est utile aussi pour décrire l'absorption de l'eau dans la matrice cellulosique amorphe des fibres de papier [61].

Le et Ly [51] ont développé une théorie multicouche similaire au modèle de BET mais la différence c'est que deux types de sites d'adsorption sont supposés présents dans la même surface de substrat. Les sites primaires peuvent contenir jusqu'à  $n$  couches d'eau, cependant que  $p$  couches d'eau peuvent être contenues dans les sites secondaires. Alors, la teneur en eau à l'équilibre est donnée par l'équation suivante :

$$M_m = \frac{Cm_o x}{1 + Cx} \left( \frac{1 - \alpha x^n - (1 - \alpha)x^p}{1 - x} \right) \quad (1.11)$$

où  $\alpha$  est la fraction de superficie occupée par les sites de sorption primaires.

Le modèle de BET modifié (Éq.1.11) est utilisé dans l'étude sur l'adsorption de multicouches de la laine, il est bien en accord avec les données expérimentales de l'isotherme de sorption.

### 7. Modèle de Dent [62]

Dent a modifié la théorie de BET afin de considérer que les couches successives secondaires peuvent avoir les propriétés thermodynamiques différentes de l'eau libre. Un nouveau constant  $b$  est introduit pour relier les constantes de vitesse de sorption et d'évaporation des couches secondaires. Le modèle est simplifié en considérant un nombre infini de couches :

$$M_m = \frac{m_o C x}{1 - bx} \left( \frac{1}{1 + (C - b)x} \right) \quad (1.12)$$

### 8. Modèle de GAB (1984) [43, 45, 54, 60]

La sorption isotherme de GAB (Guggenheim-Anderson-de Boer) représente une extension raffinée des théories de Langmuir et de BET. La base théorique pour l'isotherme de sorption de GAB est l'hypothèse d'adsorption physique localisée dans les multicouches avec des interactions non latérales. La première coquille d'eau couvre également la surface du sorbant et est très solidement liée dans une monocouche. Les couches subséquentes moléculaires d'eau ont moins d'interaction avec la surface du sorbant. Dans ce dernier, les molécules ont des interactions avec le sorbant qui étend

dans les niveaux d'énergie quelque part entre ceux-là des molécules de monocouche et le volume de liquide [43].

Pour l'établissement de l'équation de GAB, trois hypothèses sont émises : (i) le système de sorption consiste en des sites actifs identiques (distinguables et indépendants), (ii) il est isothermique et, (iii) il est ouvert à la vapeur du sorbant. La thermodynamique statistique donne lieu à l'équation isotherme de sorption de GAB dans laquelle un paramètre K est introduit comme suit [43, 54] :

$$M_m = \frac{m_0 CKx}{(1 - Kx)(1 - Kx + CKx)} \quad (1.13)$$

où  $m_0$  et C ont les mêmes significations que pour ceux dans l'équation de BET (Eq. 1.9). K est le coefficient constant de GAB relié aux propriétés des multicouches de molécules d'eau en respectant le volume de liquide. Il peut être exprimé selon le modèle de l'équation d'Arrhenius :

$$K = K_0 \exp\left(\frac{\Delta H_k}{RT}\right) \quad (1.14)$$

où  $K_0$  est constant et est supérieur à 1, dû à la haute entropie des molécules absorbées dans les multicouches;

$\Delta H_k$  (kJ/mol) =  $H_L - H_m$  est la différence entre la chaleur de sorption des molécules absorbées dans les multicouches et la chaleur de condensation de l'eau. Cette valeur doit être négative et petite car les molécules de multicouche sont moins fermement attachées. Parfois une valeur positive peut être obtenue en raison de la dissolution des sucres végétaux [60].

Comme l'équation de GAB est une extension de celle de BET, la même notation est utilisée, par convention, dans les deux équations. Cependant, elles n'ont pas

nécessairement la même magnitude ni la même signification physique [63]. Les paramètres de GAB soient  $m_0$ , C, K dans l'équation (1.13) et ceux de BET dans l'équation (1.9),  $m_0$  et C, doivent être calculés en utilisant les données expérimentales de la sorption isotherme.

La plupart des modèles de sorption isotherme ont tendance à sous-estimer les valeurs expérimentales de sorption aux hautes humidités relatives. Ce serait en raison de la condensation capillaire en compte à ces hautes humidités [38]. Aux conditions de celles-ci (95-100 %RH), l'eau restera encore dans les grands capillaires et la prise d'eau encore augmente.

*Influence de la température sur les isothermes de sorption :*

Les isothermes de sorption sont dépendantes de la température. Une haute température va diminuer l'énergie liante entre les molécules. À cause de l'état d'excitation des molécules, leurs distances mutuelles augmentent tandis que les forces attractives intermoléculaires diminuent. Elles deviennent moins stables et se détachent des sites de liaison avec l'eau des matériaux. Par conséquent, une augmentation de température entraîne une réduction de la teneur en humidité à équilibre à une valeur d'humidité relative spécifique. Ceci est conforme à la thermodynamique de sorption [46, 49, 54] comme le comportement thermodynamique pour une réaction exothermique. Les dépendances de température de la sorption sont intégrées dans les paramètres C et K (équations 1.9 et 1.13).

La figure 14 présente un exemple de l'influence de la température sur les isothermes de sorption du coton. Plus la température augmente, plus la teneur en humidité absorbée se réduite dans l'intervalle de 10 %RH à 90 %RH.

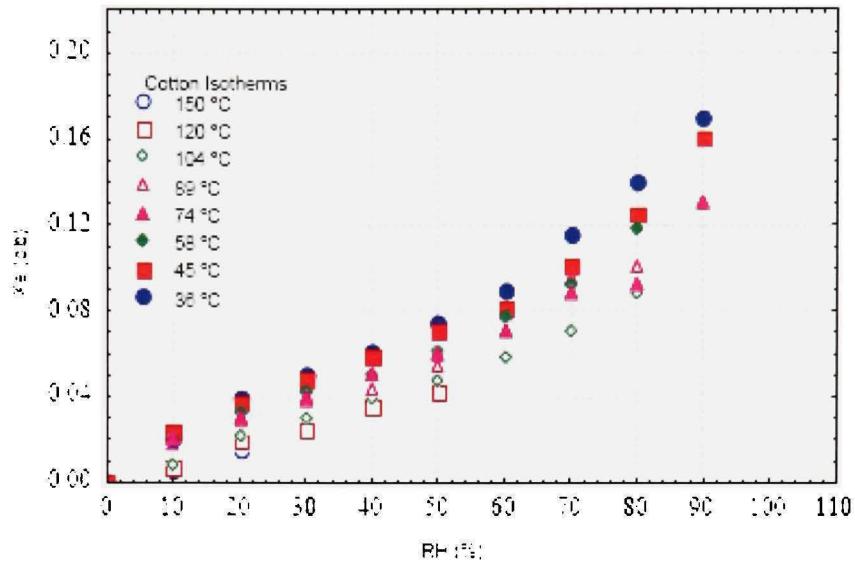


Figure 14 Isotherme de sorption du coton [46]

Par contre, à des hautes températures et humidités (dans l'eau, 100 %RH), l'influence de la température sur la sorption en eau peut être inversée (figure 15). Plus la température augmente, plus la teneur en eau absorbée augmente. Dans ce cas-là, quand la fibre est immergée complètement dans l'eau, l'eau libre est remplie et retenue dans les lumens, les vides ou les micropores de la fibre par les forces de tension surfacique et les forces capillaires. L'augmentation de la température accélère le processus de diffusion de l'eau dans la fibre ainsi augmente la teneur en eau absorbée par la fibre.

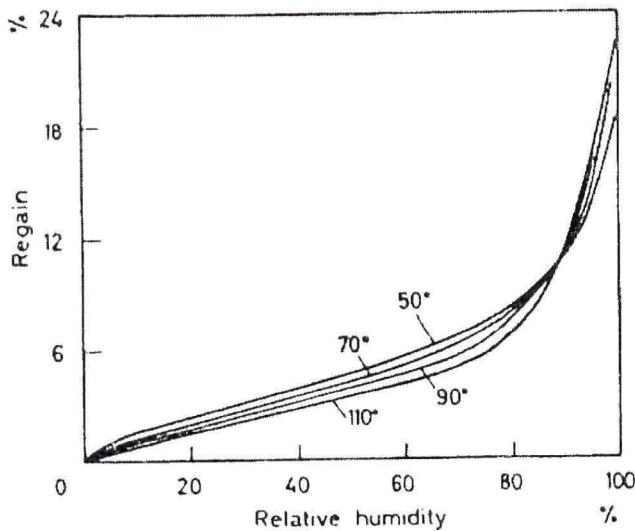


Figure 15 Influence de la température sur l'absorption du coton [38]

#### 1.2.3.4. Chaleur de sorption

Quand les molécules de vapeur d'eau sont absorbées par le matériau, une chaleur de sorption est dégagée (réaction exothermique). Au contraire, quand les molécules de vapeur d'eau sont désorbées du matériau, l'énergie ou la chaleur est exigée (réaction endothermique).

La sorption de vapeur d'eau dans les fibres végétales peut être considérée comme une réaction d'une substance qui produit de la chaleur, et un changement en enthalpie apparaît. Celle-ci est plus grande que la chaleur de vaporisation de l'eau liquide. La différence des ces chaleurs est définie comme la chaleur isostérique nette de sorption de l'eau liquide par les fibres [39]. C'est un paramètre thermodynamique important qui mesure l'énergie de liaison des forces entre les molécules de la vapeur d'eau et celles du matériau.

La chaleur nette isostérique de sorption ( $\Delta H_{is}$ ) est définie comme la différence entre le total de l'énergie nécessaire pour enlever de l'eau du matériau ( $Q_{st}$ ) et le total de

l'énergie nécessaire pour vaporiser l'eau normale ( $\Delta H_v$ ) :  $\Delta H_{is} = Q_{st} - \Delta H_v$ . La chaleur nette isostérique peut être dérivée à partir des isothermes de sorption à quelques températures en utilisant l'équation de Clausius–Clapeyron déduite de la thermodynamique [43, 64, 65] :

$$\Delta H_{is} = -R \left( \frac{\partial \ln x}{\partial T^{-1}} \right)_{M_m} \quad (1.15)$$

Les valeurs obtenues de cette équation sont adéquates seulement pour des considérations qualitatives des propriétés thermodynamiques car elles peuvent présenter des erreurs considérables à cause des manipulations graphiques et des données expérimentales isothermes. De plus, l'équation de Clausius – Clapeyron est basée sur l'hypothèse que la chaleur de sorption  $\Delta H_{is}$  soit invariante avec la température [60].

En intégrant l'équation (1.15) et en supposant que la chaleur nette isostérique  $\Delta H_{is}$  est indépendante de la température, on obtient l'équation suivante :

$$\ln(x) = -\left( \frac{\Delta H_{is}}{R} \right) \frac{1}{T} + K \quad (1.16)$$

On peut donc obtenir la chaleur de sorption  $\Delta H_{is}$  à partir de la pente du graphique qui représente  $\ln(x)$  *versus*  $1/T$  à la valeur constante de  $M_m$ .

### 1.2.3.5. Modèles de diffusion de l'eau dans les fibres végétales

La modélisation mathématique du processus de diffusion de l'eau dans les fibres végétales est très importante pour maîtriser le mécanisme de diffusion. Les matériaux différents diffusent et absorbent l'eau de diverses façons. Il n'est pas utile d'appliquer un modèle fait pour un matériau à un autre dans lequel la diffusion et la sorption sont

gouvernées par des processus différents. On peut simplement diviser les matériaux en 3 catégories selon son comportement de séchage [66] :

- a. Matériaux poreux non hygroscopiques (ex. sable)
- b. Matériaux poreux hygroscopiques (bois, fibres végétales, ciment)
- c. Matériaux non poreux hygroscopiques (ex : polymère, savon)

Le comportement de sorption de la plupart des polymères est comme celui du groupe (c) car ceux-ci sont non poreux, mais absorbent les pénétrants. Le bois et les fibres végétales sont faits de polymères mais se comportent comme le groupe (b) parce qu'ils sont poreux. Leur hygroscopicité est attribuée à l'absorption de vapeur d'eau sur les constituants des parois cellulaires.

Basé sur les expérimentations d'absorption d'humidité et en supposant que la diffusion unidimensionnelle soit basée sur la loi de Fick (loi fickienne), les chercheurs ont étudié les caractéristiques de l'absorption d'humidité par les matériaux solides. Quand l'absorption obéit à la loi fickienne, elle est référée à la diffusion « fickienne ». Et quand elle dévie de la loi fickienne, elle est référée à la diffusion « non fickienne ou anormale ». Le comportement de l'absorption d'eau de plusieurs sortes de résine et des composites polymères a été investigué par Loos et Springer [67]. Les résultats indiquent que la diffusion d'eau de ces matériaux obéit à la loi fickienne aux basses températures et non-fickienne aux plus élevée températures.

Quelques études [68-71] considèrent que l'absorption d'humidité dans les composites polymères à fibres perméables (ex : fibre de sisal, fibres de jute, fibres de lin) a été caractérisée par le modèle de diffusion fickienne. Par contre, les études sur la diffusion de l'eau dans le système de cellulose (fibres végétales/eau ou laine/eau) ont trouvé que la diffusion d'eau dans ces matériaux textiles peut être caractérisée de non-fickienne [72-78].

Il a été suggéré que la cinétique de sorption d'eau par la cellulose, de même que celle d'autres petites molécules pénétrantes/systèmes polymériques dans la région où le polymère se comporte comme un verre, peut être expliquée en terme d'une combinaison des mécanismes de diffusion et de relaxation. C'est le mécanisme de l'absorption d'eau en deux phases séparées [77, 79, 80] :

- La première phase est contrôlée par le gradient de concentration dans l'échantillon et prédominée par la loi fickienne;
- La deuxième phase est associée avec le processus de relaxation lente du polymère alors que les chaînes polymériques se réarrangent lentement en présence des molécules pénétrantes. Le processus de relaxation est plus lent que celui de la diffusion [80].

La théorie de Feughelman [81] peut être appliquée pour expliquer l'absorption d'eau en deux phases par les fibres végétales. Il a suggéré que, pendant la sorption, les liaisons hydrogènes dans les régions accessibles par l'eau des fibres végétales soient brisées pour former une structure comme sol qui se convertit en forme de gel avec la reformation des liaisons hydrogènes inter-chaînes.

Il y a des modèles mathématiques différents développés pour décrire l'absorption de l'eau par des matériaux textiles et leurs composites [69, 72-74, 76, 80], dont le modèle de diffusion à deux phases séparées [69, 80] est le plus utilisé.

*a) Modèle de Fick [67, 79]*

Le problème dans lequel la température et la distribution d'humidité dans le matériau sont à être déterminées, peut être analytiquement résolu. Dans la plupart des cas, la

cinétique de l'absorption d'humidité est décrite par le cas unidimensionnel de la seconde loi fickienne, et est exprimée par l'équation suivante :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (1.17)$$

où C est concentration en humidité; x, distance de la surface; t, le temps; D, coefficient de diffusion dans la direction d'absorption x (x est la direction normale à la surface). D est supposé être indépendant de la teneur en humidité.

Le cas unidimensionnel de la seconde loi fickienne implique que le matériau est exposé à l'environnement sur un côté seulement ou sur deux côtés en parallèle (Figure 16).

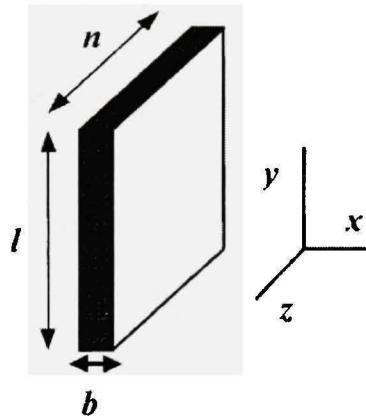


Figure 16 Géométrie typique de l'échantillon utilisée dans la théorie de diffusion fickienne

La diffusion fickienne est supposée avoir lieu quand les conditions suivantes sont satisfaisantes [67, 79] :

- Le transfert de la chaleur à travers le matériau se fait seulement par conduction et il est décrit par la loi de Fourier;

- La diffusion de l'humidité peut être décrite par une forme de concentration dépendante de la loi fickienne;
- La température à l'intérieur du matériau s'approche de l'équilibre plus rapidement que la concentration en humidité; l'énergie (Fourier) et les équations de transfert volumique sont découplées;
- La conductivité thermique et la diffusion volumique dépendent seulement de la température et sont indépendantes des concentrations en humidité ou des niveaux de contrainte à l'intérieur du matériau.

Le pourcentage de la teneur en humidité au temps  $t$  est défini comme :

$$M_t = \frac{(m_w - m_d)}{m_d} \cdot 100 \text{ (%)} \quad (1.18)$$

où  $m_w$  est la masse de l'échantillon humide (après avoir été exposé à l'environnement) et  $m_d$ , la masse de l'échantillon à l'état anhydre.

$M_t$  peut être calculé par l'équation (1.19) [82]:

$$M_t = G(M_m - M_i) + M_i \quad (1.19)$$

où  $M_i$  est le pourcentage initial de la teneur en humidité de l'échantillon et  $M_m$ , le pourcentage de la teneur en humidité à l'équilibre;

$G$  est un paramètre dépendant du temps calculé en intégrant la solution de l'équation (1.17) avec l'épaisseur de plaque  $b$ , et est exprimé par l'équation suivante [67] :

$$G = \frac{M_t - M_i}{M_m - M_i} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{j=0}^{\infty} \frac{\exp[-(2j+1)^2 \pi^2 (D t / b^2)]}{(2j+1)^2} \quad (1.20)$$

Par l'approximation analytique,  $G$  est simplifié comme suit :

$$G = \frac{M_t}{M_m} = 1 - \exp \left[ -7.3 \left( \frac{Dt}{b^2} \right)^{0.75} \right] \quad (1.21)$$

En remplaçant G de l'équation (1.20) à l'équation (1.19), on a :

$$M_t = \left\{ 1 - \exp \left[ -7.3 \left( \frac{Dt}{b^2} \right)^{0.75} \right] \right\} (M_m - M_i) + M_i \quad (1.22)$$

Pour les composites à fibres perméables (ex : fibres végétales) [68]:

- quand  $D.t/b^2 > 0.05$  :

$$M_t = M_m \left[ 1 - \frac{8}{\pi^2} \exp \left( -\frac{D.t}{b^2} \pi^2 \right) \right] \quad (1.23)$$

- quand  $D.t/b^2 < 0.05$  :

$$M_t = M_m \cdot \frac{4}{\pi} \sqrt{\frac{Dt}{b^2}} \quad (1.24)$$

Dans le cas des matériaux sphériques (comme les fibres), l'eau est absorbée à partir de la circonférence entière dans une direction radiale [83]. Ainsi, l'équation (1.20) n'est pas appliquée aux fibres végétales. Un modèle modifié a été proposé pour expliquer le chemin de diffusion différent dans les matériaux sphériques, et ce modèle peut être utilisé afin de prédire le comportement de la sorption d'eau des fibres végétales [84]

$$G = \frac{M_t - M_i}{M_m - M_i} = 1 - \frac{6}{\pi^2} \sum_{j=0}^{\infty} \frac{\exp(-j^2 \pi^2 D t / r^2)}{j^2} \quad (1.25)$$

où r est le rayon de la fibre (mm).

Le coefficient de diffusion  $D$  est typiquement le seul paramètre inconnu dans les équations ci-dessus, donc il peut être calculé en ajustant les données expérimentales au modèle. À partir de l'équation (1.20), une courbe de la teneur d'humidité est tracée *versus* la racine du temps. Le modèle de l'absorption fickienne est caractérisé par une trace initiale linéaire de l'absorption en fonction du temps, suivi d'une courbe concave à l'abscisse (figure 17).

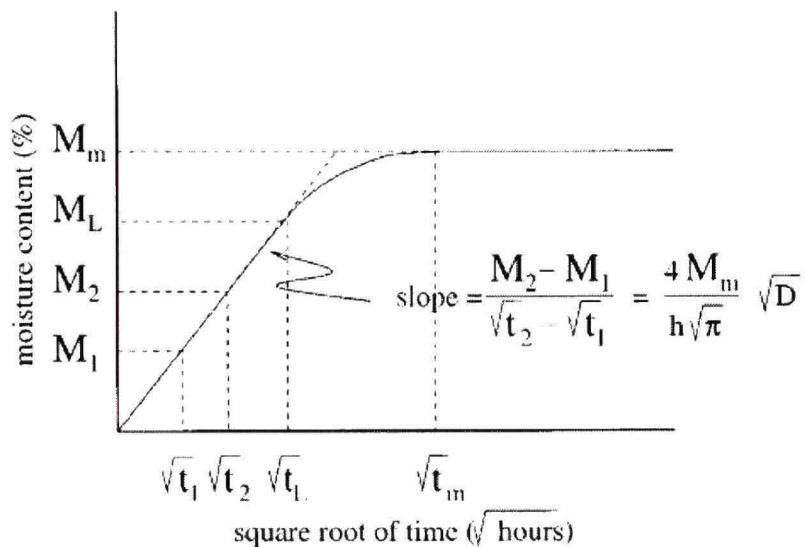


Figure 17 Graphique de l'évolution de la teneur d'humidité en fonction du temps pour la diffusion fickienne [67]

Basé sur le graphique de la figure 18, la pente initiale ( $\theta$ ) est obtenue comme suit :

$$\theta = \frac{M_2 - M_1}{\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}} \quad (1.26)$$

La diffusivité est calculée en utilisant la formule simplifiée obtenue par la résolution de l'équation (1.20) en supposant que la diffusivité soit indépendante de la concentration [67] :

$$D = \pi \left[ \frac{b}{4M_m} \right]^2 (\theta)^2 \quad (\text{cm}^2/\text{sec}) \quad (1.27)$$

où  $b$  est le diamètre de la fibre (cm).

D'après l'équation (1.27), la diffusivité  $D$  est directement proportionnelle à la pente et inversement proportionnelle à la teneur d'humidité maximale. Les données expérimentales ont aussi montré que la teneur d'humidité maximale dépend de la température et de l'humidité de l'environnement [67]. La diffusivité dépend donc également de la température et de l'humidité.

L'analyse du problème de diffusion dans les fibres avec la loi seconde fickienne [38] nous permet de déterminer le temps approximatif pour qu'une fibre atteigne l'équilibre. C'est le temps nécessaire pour satisfaire la relation  $t = r^2 / 4D$ , où  $r$  est le rayon de la fibre et  $D$  est le coefficient de diffusion obtenu de l'équation (1.27). Le temps de demi-saturation ( $t^{1/2}$ ) peut être calculée par [85] :

$$t^{1/2} = \frac{r^2}{\pi^2 D} \ln \frac{16}{\pi^2} \quad (1.28)$$

### b) Modèles non fickiens

Un phénomène de diffusion qui ne peut pas être adéquatement décrit par l'équation fickienne (1.17) est appelé « non-Fickien ». Les fibres végétales comme le bois sont des matériaux hygroscopiques, c'est-à-dire qu'elles absorbent la vapeur d'eau de l'air ambiant. Si la loi fickienne est utilisée pour un grand spécimen de matériau, il faut avoir toujours un équilibre local instantané entre la vapeur et les phases solides dans le spécimen [66] :

$$C = C(p) \quad (1.29)$$

où C est la concentration dans le matériau ( $\text{kg m}^{-3}$ ) et p, la pression de vapeur partielle (Pa). Par conséquent, la sorption dans les parois cellulaires de la fibre doit être plus rapide que la diffusion dans l'échantillon.

Weitsman [86] a établi un modèle de diffusion de deux phases pour la diffusion d'eau dans la polymère (résine époxy) à partir des principes fondamentaux de la thermodynamique irréversible, en employant la méthodologie de la mécanique continue. Ce modèle suppose que la vapeur dans la polymère divise en deux portions : une phase liée et une phase mobile. Newns [78] a donné un modèle pour la sorption de vapeur d'eau sur la cellulose régénérée en proposant que la première sorption ait gonflé le polymère à tel point de saturation jusqu'à ce que la relaxation ait diminué les tensions. Le sorption sera alors indépendante de l'épaisseur, si la diffusion est rapide en comparaison à la relaxation.

Roy et al. [87] ont proposé un modèle en utilisant le coefficient effectif de diffusion qui varie selon le temps pour un polymère viscoélastique isotropique non chargé :

$$\frac{M_t - M_i}{M_m - M_i} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \left\{ \frac{-(2n+1)^2 \pi^2 U}{b^2} \right\} \quad (1.30)$$

où U est la diffusivité effective variant en fonction du temps est exprimé en forme d'une série de Prony comme suit :

$$U(t) = \left\{ D_0 t + \sum_{r=1}^R D_r \left[ t + \tau_r (e^{-t/\tau_r} - 1) \right] \right\} \quad (1.32)$$

où  $D_0$  et  $D_r$  sont les coefficients inconnus de Prony dépendants de la température; t, le temps; b, l'épaisseur de l'échantillon;  $\tau_r$ , le temps de retardation correspondant; et n, le nombre de termes dans la série de Prony. Ce modèle est bien en accord avec les

données expérimentales de l'absorption d'eau de l'époxy aux différentes températures (50, 60 et 70°C).

Li-Rong Bao [88] a proposé un modèle de diffusion de deux phases pour la résine bismaléimide exposé dans l'eau en supposant que la diffusion initiale soit contrôlée par le gradient de concentration et la loi fickienne. Dans ce modèle de diffusion, la relaxation structurale est supposée être plus lente que le procès de diffusion. Ainsi, les deux phases pourraient être considérées comme celles de diffusion et de relaxation contrôlées.

Un autre modèle pour le transfert non – fickien d'humidité dans le bois est présenté par Krabbenhoft et *al.* [89]. Le modèle considère le transfert de la vapeur d'eau séparé de celui de l'eau liée. Ces deux composantes sont reliées par une équation décrivant la sorption au niveau de la paroi de cellules.

Pour étudier le mécanisme de diffusion des fibres, les données expérimentales de l'absorption d'eau s'ajustent à la relation suivante [69]:

$$\frac{M_t}{M_m} = kt^n \quad (1.33)$$

$$\text{soit :} \quad \log(M_t/M_m) = \log k + n \log t \quad (1.34)$$

où  $M_t$  et  $M_m$  représentent respectivement les teneurs d'eau absorbées par les fibres au temps  $t$  et à l'équilibre;  $k$ , une constante et  $t$ , le temps. L'analyse par régression linéaire est utilisée afin de calculer ces valeurs. La valeur de  $k$  indique l'interaction entre l'eau et la fibre. Les valeurs de  $n$  indiquent le type du mécanisme de diffusion [69, 79] :

- Dans le cas I, la diffusion fickienne, où la vitesse de diffusion est beaucoup moindre que celle de relaxation,  $n = 0.5$
- Dans le cas II, où la diffusion est très rapide en comparaison à celle de relaxation,  $n = 1$ . La diffusion non fickienne est entre le cas I et II,  $n$  étant compris dans l'intervalle  $0.5 - 1$ .

### **1.2.5. Généralités concernant les effets environnementaux (humidité et température) sur le comportement mécanique des fibres naturelles**

Les fibres végétales sont très sensibles à la température et à l'humidité de l'environnement ambiant. La température et la teneur en humidité peuvent interagir et créer des phénomènes de couplage. Le comportement de la fibre sous l'action conjuguée de la température, de l'eau et d'une charge mécanique est appelé comportement thermo-hygro-mécanique (THM) ou thermo-hydro-viscoélastique [23]. L'étude des propriétés THM des fibres végétales est très importante parce que leur dégradation hygrothermique sous l'influence de la température et de l'humidité va détruire et dégrader les propriétés mécaniques et changer la dimension du composite. Jusqu'à maintenant, il y a très peu d'études qui visent ce problème pour ces fibres et leur composites.

#### **1.2.5.1. Influence de l'humidité**

Il y a un inconvénient majeur associé à l'application des fibres végétales pour renforcer des matrices résines. C'est la mauvaise résistance à l'humidité de ces fibres. À cause de la présence des groupes hydroxyles et autres groupes polaires dans les différents constituants des fibres végétales, la teneur en humidité de ces fibres est élevée (approximativement 12.5% à l'humidité relative ambiant de 65% et 20°C) par fibre sèche [90]. La sorption de l'humidité conduit à la mauvaise mouillabilité de la fibre

avec la résine et à la mauvaise adhésion d'interface entre la fibre et les matrices relativement plus hydrophobiques. La performance environnementale de ces composites est généralement mauvaise due au délaminage sous l'humidité.

La diminution des propriétés mécaniques des fibres végétales avec l'augmentation de la teneur en humidité est probablement causée par la formation des liaisons hydrogènes entre les molécules d'eau et les fibres cellulosiques. Les fibres végétales sont hydrophiliques avec plusieurs groupes hydroxyles (-OH) dans leurs structures. Les molécules d'eau absorbée forment un grand nombre des liaisons hydrogènes entre les macromolécules de la cellulose. En présence d'un grand pourcentage des groupes -OH, les fibres végétales telles que chanvre et coco ont la base résistance à l'humidité.

L'absorption excessive d'eau mène à une augmentation de l'eau liée absorbée et une diminution d'eau libre [91]. Dans cette situation, l'eau peut pénétrer dans le réseau de cellulose de la fibre, les capillaires, les espaces entre les fibrilles et les secteurs moins attachés des fibrilles. L'eau peut s'attacher en groupe par des liaisons chimiques parmi les molécules de cellulose. La rigidité de la structure de cellulose est détruite par les molécules d'eau incorporées dans la structure du réseau de cellulose où l'eau agit comme un plastifiant. Cela permet aux molécules de cellulose de se déplacer librement. Par conséquent la masse de la cellulose est ramollie et les dimensions de la fibre peuvent changer facilement avec l'application de forces [92].

Dans le cas de la cellulose humide, les liaisons hydrogènes sont cassées par les molécules d'eau et les nouvelles liaisons sont formées entre les molécules d'eau et les groupes hydroxyles. Une réduction de la résistance en raison de la rupture des liaisons hydrogènes a été trouvée dans beaucoup de fibres cellulosiques [93]. Cependant, la résistance en traction de la cellulose natale, comme le coton, le lin et la jute augmente avec les quantités croissantes d'eau absorbée malgré la diminution de l'élasticité [93]. Cela peut probablement être expliqué par les changements dans la cellulose provoqués

par l'eau absorbée. Selon l'étude de Karmaker A.C. et *al.* [94], la résistance moyenne en traction et la résistance de cisaillement des fibres de jute immergées dans l'eau distillée à l'état de saturation sont plus élevées que celles des fibres sèches. La raison principale pour expliquer cette augmentation de la résistance des fibres mouillées est l'absence des espaces inter-fibrillaires à cause du gonflement du diamètre des fibres.

#### **1.2.5.2. Comportement thermique des fibres végétales et influence de la température**

Le comportement thermique et la dégradation thermique des fibres végétales ont reçus une attention considérable des chercheurs dans les années passées [95-103]. La stabilité thermique limitée des fibres lignocellulosiques représente un de ses inconvénients majeurs. La première dégradation arrive aux températures au-dessus de 180°C. À cause de ceci, les thermoplastiques typiquement utilisés comme matrice dans les composites à fibres végétales sont le chlorure de polyvinyle, le polypropylène, et le polyéthylène dont la température de fusion est au-dessous de ou égal à la température de dégradation [95]. Quelques changements dans les propriétés physiques des fibres végétales sont trouvés quand les matériaux cellulosiques sont chauffés dans l'intervalle de 100 à 250°C. Cela peut s'expliquer au niveau des changements dans les structures physiques ou chimiques telles que : dépolymérisation, hydrolyse, oxydation, déshydratation, décarboxylation et recristallisation.

Les propriétés thermophysiques de certaines fibres végétales telles que le sisal, l'ananas et le *betelnut* ont été bien étudiées dans [96]. Les thermogrammes de ces fibres ont montré que les fibres végétales sont hydrophylique de nature et que la dégradation thermique de ces fibres suit trois étapes distinctes. Les premiers points de la transition représentent le processus de déshydratation. Ce processus comporte la dissociation des molécules d'eau dans la région amorphe des fibres semi-cristalline. Les seconds points de transition représentent la décomposition et la dégradation de la cristalline qui conduit

à la réduction de la résistance de la fibre. Les troisièmes points de transition représentent l'étape de pourrissement des fibres végétales.

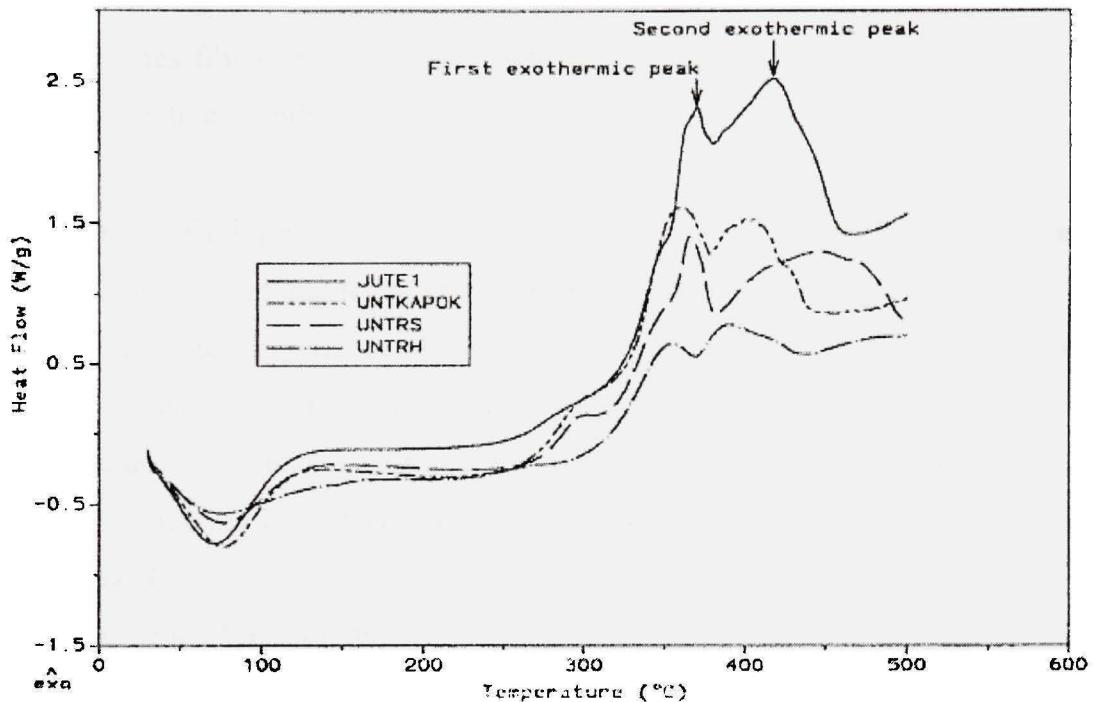


Figure 18 Thermogrammes mesurés par le DSC de quelques fibres naturelles non traitées [104]: jute (JUTE1), chanvre (UNTRH), sisal (UNTRS) et kapok (UNTKAPOK)

Leonard et al. [104] ont établi les thermogrammes mesurés par le DSC de 4 types fibres végétales telles que le sisal, le kapok, le jute et le chanvre (Figure 18) pour étudier les caractéristiques thermiques et l'indice de cristallinité après la modification chimique de ces fibres. Les thermogrammes montrent le premier pic exothermique (décomposition) est situé aux environ de 350°C.

Varma et al. [103] ont étudié le comportement et la stabilité thermique de la fibre de coco (*Cocos nucifera*) modifiée par traitements chimiques. Les graphiques thermogravimétriques de la fibre non traitée et traitée indiquent que la perte de masse de la fibre se situe dans l'intervalle 40 – 150°C, à cause de la diminution de la teneur en humidité des fibres, et que la modification des fibres par traitement chimique (alkali, silane) affecte la stabilité thermique de la fibre.

L'étude de Navi [102] sur les propriétés mécaniques de la fibre de sisal à haute température montre que les propriétés mécaniques de cette fibre sont considérablement réduites à haute température. La raison est que les coefficients d'expansion thermique des celluloses, des hémicelluloses, de la lignine et de la pectine sont différents. À une température plus haute, ces écarts deviennent plus grands et provoquent des différences de dilatation entre les composantes et, par voie de conséquence, créent des vides et des fractures. En plus, à une haute température, la teneur en humidité et en composés volatiles de la fibre est réduite. Cela crée des cavités et des vides dans la fibre, réduisant ainsi la résistance en traction et le module d'élasticité des fibres.

En générale, l'effet de la température sur la relation de la contrainte – déformation est schématiquement illustrée dans la figure 19. La diminution de la pente des courbes avec l'augmentation de la température montre une réduction du module d'élasticité, et la résistance réduit aussi. D'ailleurs, les expansions ou contractions hygrothermiques changent aussi la dimension et les distributions de contrainte et de déformation de la fibre.

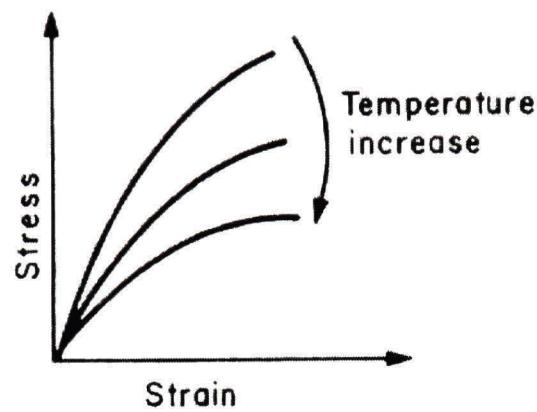


Figure 19 Représentation schématique de l'effet de la température sur la courbe de contrainte – déformation du matériau cellulosique [105]

## CHAPITRE 2

### MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

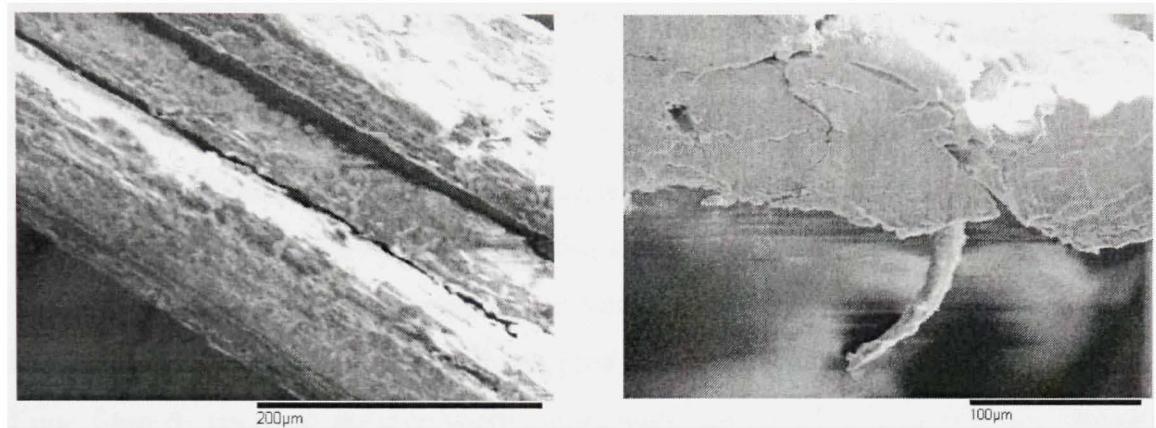
#### 2.1. Matériaux

Les matériaux étudiés sont les fibres non traitées de coco et de chanvre. Les fibres de coco sont obtenues du Vietnam, et les fibres de chanvre sont fournies par Hempline Inc. – Ontario (Canada). La microstructure et la composition des fibres de coco et de chanvre sont concrètement présentées dans la partie 1.2 du chapitre 1. Dans la plupart des applications récentes des composites à fibres végétales, on utilise ces fibres en paquets ou brins plutôt que les fibres individuelles [106]. Ainsi, dans cette étude, les paquets de fibres de chanvre et de coco sont-ils utilisés. La largeur des paquets de fibres varie de 50 à 450 µm (fibres de chanvre) et de 100 à 500 µm (fibres de coco). Avant de faire les essais, les fibres sont toujours nettoyées à l'eau et séchées dans un four à la température de 100°C.

#### 2.2. SEM (Microscopie électronique à balayage - MEB)

La SEM (*Scanning electron microscopy*) est un des outils les plus versatiles utilisés pour l'examen ainsi que l'analyse des caractéristiques microstructurales et la surface morphologique des matériaux incluant les fibres naturelles. Au cours de cette étude, on utilise la microscopie électronique à balayage, model JEOL 35CF, pour observer la morphologie de la surface et la section transversale des fibres non traitées de chanvre et de coco dans les conditions humides différentes. Avant l'examen par SEM, les échantillons sont recouverts par une couche d'or grâce à l'utilisation d'un appareil à pulvérisation de plasma. La figure 20 représente les fractographies des surfaces et les sections transversales d'un paquet de fibres de chanvre et de coco à l'humidité ambiante

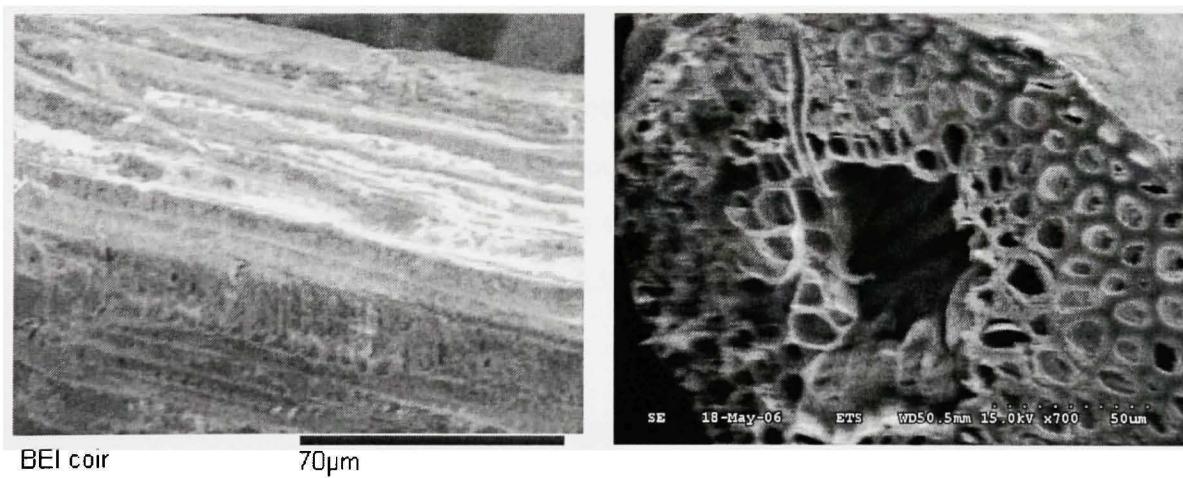
(50% RH). On peut observer nettement la structure fibrillaire (multicellulaire) et les petites fissures sur la surface des fibres. La surface des fibres est cire et huileuse formant ainsi une couche protectrice aux fibres.



Surface longitudinale

Section transversale

a) Fibre de chanvre



Surface longitudinale

Section transversale

b) Fibre de coco

Figure 20 Photomicrographie obtenue par SEM des fibres non traitées dans l'air ambiant (50 % RH) : a) de chanvre, b) de coco

On peut également observer que les unités cellulaires sont disposées longitudinalement avec plus ou moins de parallélisme. Les espaces intercellulaires forment des cavités longitudinales profondes et sont partiellement observables. L'espace intercellulaire est rempli par de la lignine liante et des substances grasses qui maintiennent fermement les cellules dans la fibre [107]. Les cellules centrales de la région vasculaire apparaissent contenir plus de cellulose et sont entourées par les cellules lignifiées. Les parois de celles-ci sont fortement épaisses. Dans certaines sections, les cellules dans la région vasculaire apparaissent désintégrées en raison probablement de la maturation des fibres. La désintégration cause la cavitation centrale et la détérioration des cellules apparaît débuter dans du centre vers la périphérie [108, 109]. La forme de la section transversale d'une fibre de coco est presque ronde, le diamètre variant de 100 à 500  $\mu\text{m}$  (diamètre moyen de 280  $\mu\text{m}$ , voir l'annexe 1); celle d'un paquet de fibres de chanvre est de forme quasi-elliptique avec le grand axe variant de 50 à 450  $\mu\text{m}$  (le grand axe moyen de 200  $\mu\text{m}$ , voir l'annexe 1) et le petit axe moyen de 70  $\mu\text{m}$ .

On a également utilisé un stéréo-microscope optique Leitz équipé d'un oculaire de visée gradué pour déterminer l'aire de la section transversale et le diamètre du paquet de fibres. Cinq points de mesures sont établis sur la longueur de référence de chaque fibre afin d'obtenir le diamètre moyen de fibre à tester en traction.

### 2.3. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

La température de transition vitreuse  $T_g$  des matériaux en générale, et des fibres végétales en particulier, est un paramètre important relié aux propriétés viscoélastiques du matériau. Il existe quelques techniques destinées à mesurer la température de transition vitreuse  $T_g$ . Trois outils d'analyse importants pour déterminer  $T_g$  sont TMA (*Thermomechanical Analysis*), DSC (*Differential Scanning Calorimetry*) et DMTA

(*Dynamic Mechanical Thermal Analysis*). Chacune de ces techniques est influencée par un instrument distinct, le matériau, et les caractéristiques de test (par ex : la vitesse de chauffage, la fréquence de test, etc.). De plus, pour chaque technique,  $T_g$  peut être définie de différentes façons dépendant des méthodes d'extrapolation des lignes de base (« *baselines* »), de dérivation, d'analyser les régions de transition, et d'assignation des critères [110]. La méthode de DSC définit la  $T_g$  comme un changement de la capacité calorique car le polymère se transforme de l'état vitreux à caoutchouteux. La méthode de TMA définit la  $T_g$  en terme de changement du coefficient d'expansion thermique (CTE), parce que le polymère transforme de l'état vitreux à caoutchouteux avec le changement associé au volume moléculaire libre (Figure 21)

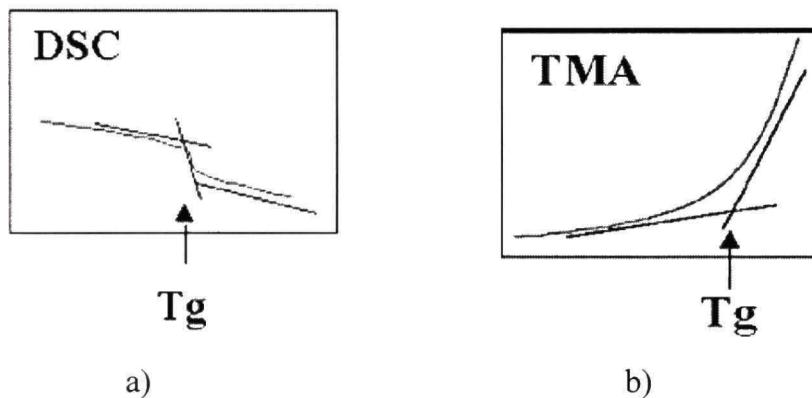


Figure 21 Mesure de la température de transition vitreuse en utilisant DSC et TMA

Au cours de la présente étude, le DSC Perkin Elmer Pyris 1 (Figure 22) est utilisé pour établir les thermogrammes des fibres étudiées et mesurer leurs températures de transition vitreuse. Celles-ci sont normalement déduites de la mi-hauteur, point d'inflexion ou commencement (*onset*) de la transition dans le flux de chaleur ou le flux de la capacité de chaleur.

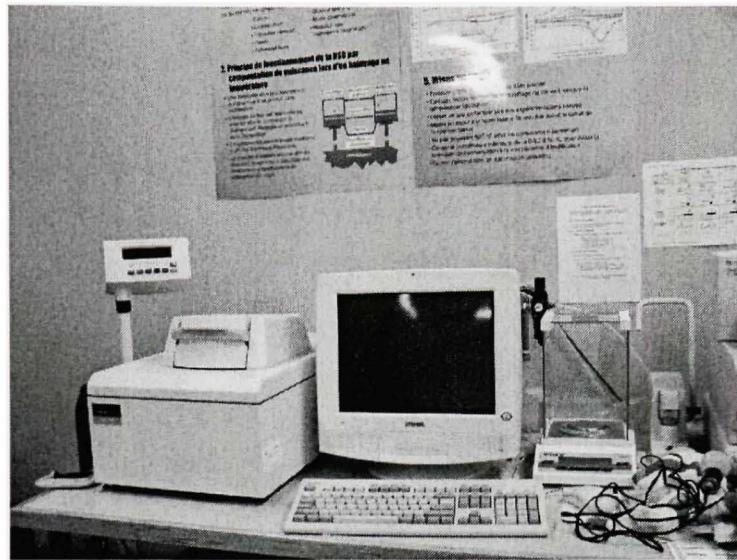


Figure 22 DSC Perkin Elmer Pyris 1

*Principe de fonctionnement du DSC :*

Le calorimètre différentiel à balayage permet de déterminer et de qualifier les phénomènes endo- ou exothermiques qui accompagnent un changement d'état physique telles qu'une évolution structurale ou une réaction chimique. Le principe de fonctionnement du calorimètre consiste à mesurer le flux de chaleur nécessaire au maintient du matériau à la même température que celle d'un échantillon de référence (Figure 23). L'enregistrement d'un signal proportionnel à la différence du flux de chaleur entre ces deux éléments permet alors de déterminer, dans le cas des polymères amorphes, la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) ainsi que la variation de chaleur spécifique associée ( $\Delta C_p$ ).

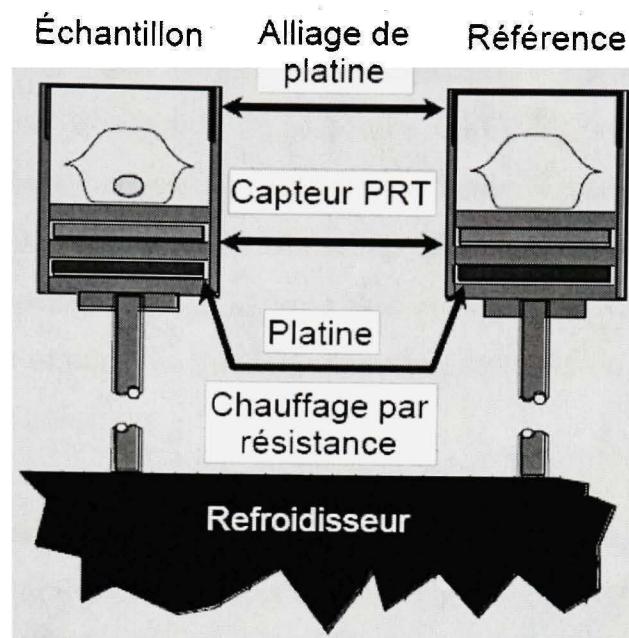


Figure 23 Schéma de fonctionnement du calorimètre différentiel à balayage [111]

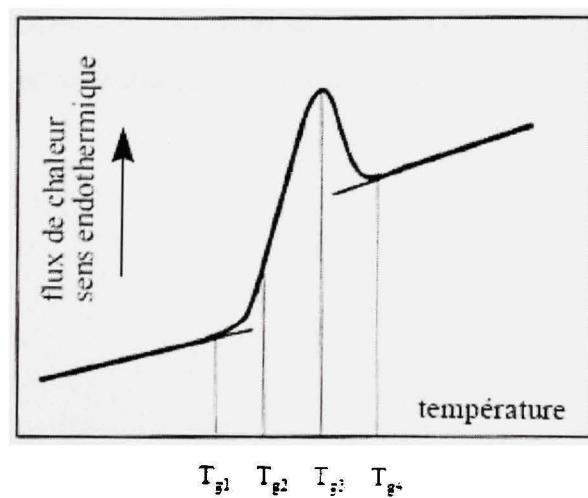


Figure 24 Illustration de la zone de transition vitreuse et définition de la température  $T_g$

La figure 24 représente un thermogramme DSC dans une région de transition vitreuse (qui est une transition de l'état vitreux à caoutchouteux) :  $T_{g1}$  est le début de la transition,  $T_{g2}$  est le point d'infexion de la courbe  $C_p(T)$ ,  $T_{g3}$  est la température à laquelle la vitesse de modification structurale est maximale,  $T_{g4}$  est la température de retour à l'état métastable de l'ensemble des unités structurales.  $\Delta C_p$  est déterminé à partir des points de décrochement de la ligne de base avant et après la transition vitreuse ( $T_{g1}$  et  $T_{g4}$ ). La  $T_g$  a été mesurée au point  $T_{g1}$  correspondant à la valeur "onset", *i.e.* la température du début de transition.

Dans cette étude, on a utilisé le calorimètre différentiel à balayage Perkin Elmer Pyris 1 afin d'établir les thermogrammes des fibres de coco et de chanvre avec un programme de chauffage de  $-20^\circ\text{C}$  à  $200^\circ\text{C}$ . La procédure de test en DSC découle strictement de la norme ASTM D3417 – D3418. L'échantillon se compose d'un groupe de fibres étudiées pesant de 8 mg à 10 mg, encapsulé dans un disque aluminium de  $30\mu\text{l}$  et installé dans le calorimètre. L'échantillon est chauffé à une vitesse de chauffage contrôlée de  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ . Un graphique du flux de chaleur *versus* la température est produit. Un flux de nitrogène de 30 ml/min est utilisé pour le refroidissement. Chaque thermogramme est établi en utilisant quatre échantillons.

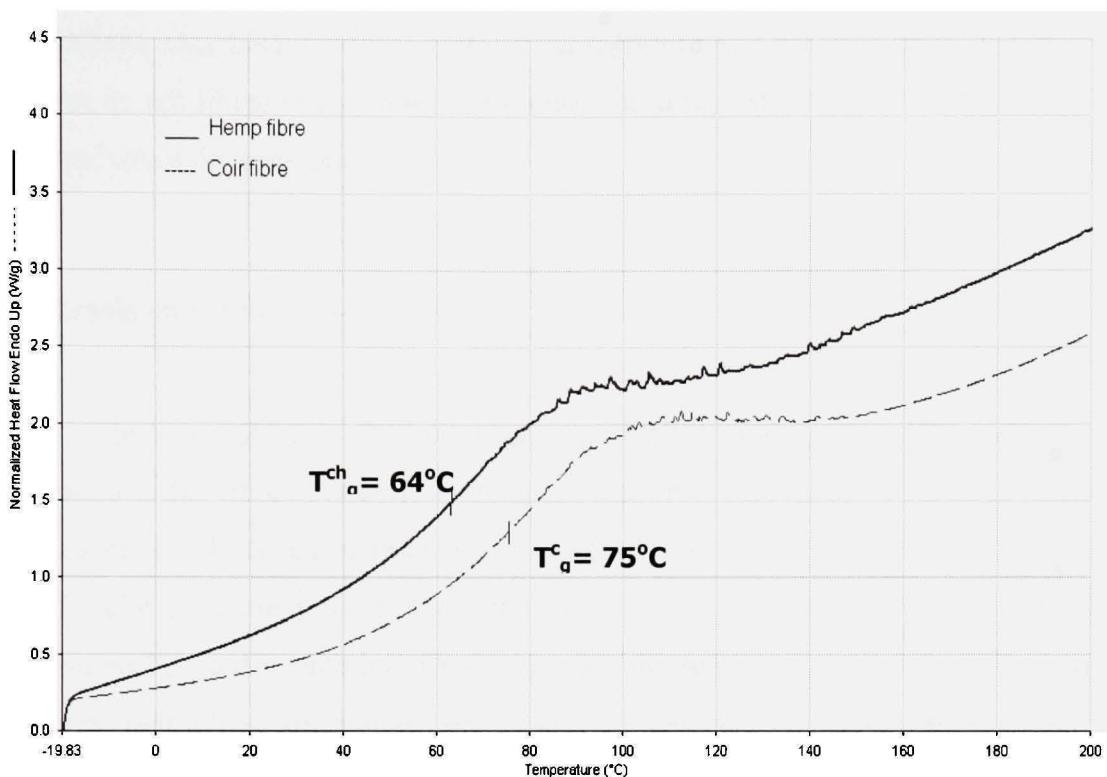


Figure 25 Thermogrammes mesurés par le DSC des fibres de coco (*coir*) et de chanvre (*hemp*)

À partir des résultats obtenus (Figure 25), on trouve que les thermogrammes des fibres de coco et de chanvre ont presque la même forme. Sur chaque courbe, dans la région précédant le point de transition amorphe, on fait l'hypothèse que la chaleur sert d'abord à l'enlèvement des molécules d'eau qui sont logées dans la région amorphe des fibres semi-cristalline. Ce processus est considéré comme un phénomène de déshydratation [103, 112]. La température au point de transition amorphe est environ 64°C ( $\pm 2^\circ\text{C}$ ) pour la fibre de chanvre et 75°C ( $\pm 2^\circ\text{C}$ ) pour la fibre de coco. L'un des inconvénients des fibres végétales résulte dans leur mauvaise stabilité thermique; la décomposition de ces fibres débute dans l'intervalle de température 40°C à 60°C, et la décomposition irréversible se produit au-dessus 200°C [103, 112]. Dans cette étude,

nous allons examiner l'influence de la température sur les propriétés mécaniques en traction de ces fibres et l'emphase sera mise sur la région entre 40°C – 80°C, proche de la température de transition vitreuse.

## 2.4. Essais en traction des fibres

Il y a deux procédures méthodologiques établies pour caractériser les propriétés mécaniques des fibres naturelles : essai sur une fibre individuelle (simple) et essai sur un paquet de fibres. Ce dernier a l'avantage d'être rapide mais l'essai sur une fibre individuelle présente plus d'exactitude [113, 114] et servira de base de vérification expérimentale ou d'évaluation. Dans la plupart des applications récentes des composites à fibres naturelles, on utilise ces fibres en paquets ou brins au lieu des fibres individuelles [106].

Les propriétés mécaniques en traction étudiées sont : (i) la résistance en traction à la rupture, (ii) le module d'Young et (iii) le pourcentage d'allongement à la rupture. Celles des fibres de coco et de chanvre aux différentes conditions de température et d'humidité sont déterminées en utilisant la machine à traction ENDURATECH équipée d'une chambre thermique et d'un bain de saline (figure 26). La procédure d'essai en traction des fibres suit strictement la norme ASTM D3379-75 et D 3822-94.

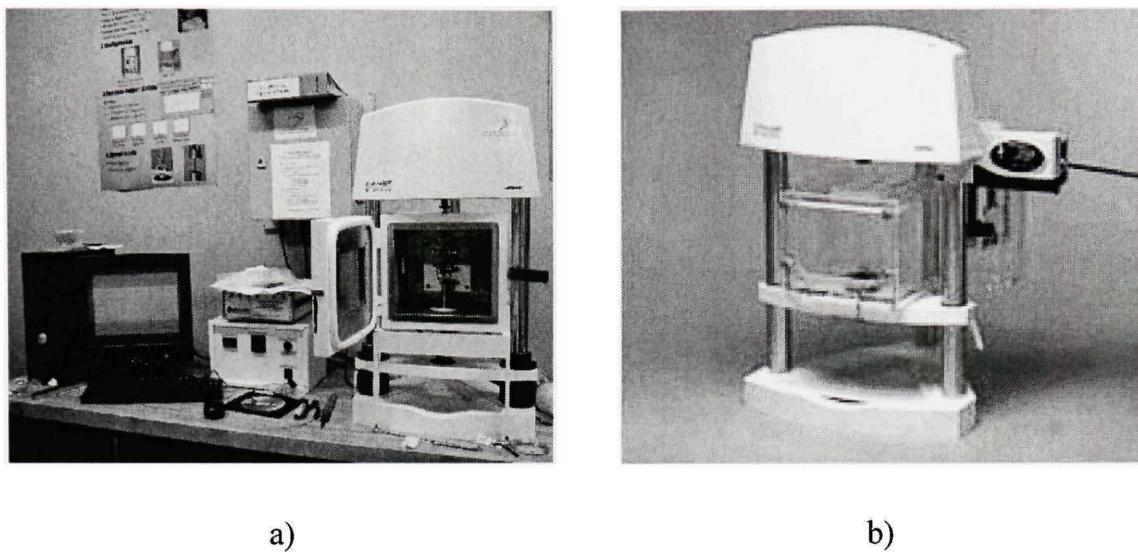


Figure 26 Machine à traction : a) avec la chambre thermique, b) avec bain de saline

Un spécimen de 25 mm de long est fixé sur du papier abrasif (grade 600) à l'aide d'une bande adhésive (figure 27). Les tests en traction sont effectués avec une vitesse de traction de  $10 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ . La chambre thermique et le bain de saline sont utilisés pour contrôler la température ambiante du spécimen (à l'humidité ambiante de 50% RH) et dans l'eau distillée (100% RH). Pour chaque condition environnementale de test, un groupe de 30 spécimens est testé dans le cas des fibres de chanvre et de 20 spécimens au moins pour fibres de coco. Ceci est nécessaire en raison d'une grande variabilité en diamètre et de la propriété de chaque fibre. Les résultats du groupe de fibres testées sont évalués en terme de force maximale, d'élongation à la rupture, et de module initial en traction à une élongation de 0.5% en mesurant la pente de la courbe de contrainte – déplacement.

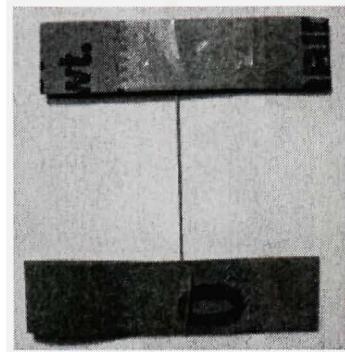


Figure 27 Spécimen de fibre avant l'essai en traction

*Méthode de l'analyse des données expérimentales en traction :*

Il y a plusieurs facteurs qui influencent les propriétés mécaniques en traction des fibres végétales, tels que la forme géométrique, la structure morphologique, la longueur de test, la vitesse en traction, la température, l'humidité ambiante et le mécanisme de rupture de la fibre, etc. [2, 24-26]. Contrairement aux fibres synthétiques qui sont géométriquement uniformes, les fibres végétales présentent une grande variabilité des propriétés intrinsèques d'une fibre à l'autre et également tout au long d'une même fibre [115, 116]. De plus, les fibres végétales ont des défauts inévitables dus aux processus de fabrication, ce qui est probablement la cause principale de la dispersion des valeurs expérimentales de la résistance en traction (même dans des conditions de laboratoire soigneusement contrôlées).

Par conséquent, il est convient d'adopter un modèle statistique qui peut être utilisé pour analyser les données expérimentales sur la force à rupture et la résistance en traction des fibres étudiées. Le modèle statistique le plus largement utilisé est celui de la distribution de Weibull [115-119]. Basé sur la théorie « faible-liaison », Weibull [117] a proposé une distribution simple de la résistance du matériau X comme le suit :

$$P(X) = 1 - \exp \left[ -n \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] = 1 - \exp \left[ -\frac{V}{V_0} \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (2.1)$$

où  $P(X)$  est la probabilité de rupture d'une fibre longue connectée par  $n$  segments indépendants;

$\sigma$ , généralement la contrainte appliquée;

$\sigma_0$ , l'échelle de Weibull représentant une valeur moyenne de la contrainte mesurée;

$V$ , le volume de fibre;

$V_0$ , le volume d'une liaison d'unité ou d'un segment;

$m$ , le module de Weibull qui relié à la dispersion des données de la résistance, il peut être considéré comme le facteur de distribution de la fréquence de défaut.

En considérant que le diamètre de fibre change de l'une à l'autre sous une longueur de jauge fixée, l'équation (2.1) peut être réécrit comme suit :

$$\ln(-\ln(1-P)) = m \ln \sigma - m \ln \sigma_0 \quad (2.2)$$

À partir de l'équation (2.2), on peut tracer le graphique de  $\ln(-\ln(1-P))$  versus  $\ln \sigma$  qui donne une ligne droite pour la donnée expérimentale obtenue si la distribution de Weibull est applicable. Deux paramètres  $m$  et  $\sigma_0$  peuvent être déterminés à partir de cette équation, la pente de cette ligne donne la valeur du module de Weibull,  $m$ . Par ailleurs, à partir de la distribution de Weibull simple, la valeur moyenne et le coefficient de variation (CV) de  $\sigma$  peuvent être obtenus comme suit [119] :

$$\bar{\sigma} = \sigma_0 \left( \frac{V}{V_0} \right)^{-1/m} \Gamma[1 + (1/m)] \quad (2.3)$$

$$CV = \frac{S}{\sigma_o} = \frac{\{\Gamma(1 + 2/m) - \Gamma^2[1 + (1 + m)]\}^{1/2}}{\Gamma[1 + (1 + 1/m)]} \quad (2.4)$$

Où  $S$  est la déviation standard (SD) de la contrainte appliquée,  $\Gamma$  est la fonction de gamma

Pour analyser les données expérimentales en traction des fibres par le modèle de la distribution de Weibull, on fait appel au logiciel de STATGRAPHICS Plus version 5.0. Les figures 28 et 29 présentent les exemples des graphiques de Weibull des données expérimentales en traction des fibres de chanvre et de coco à l'humidité ambiante.

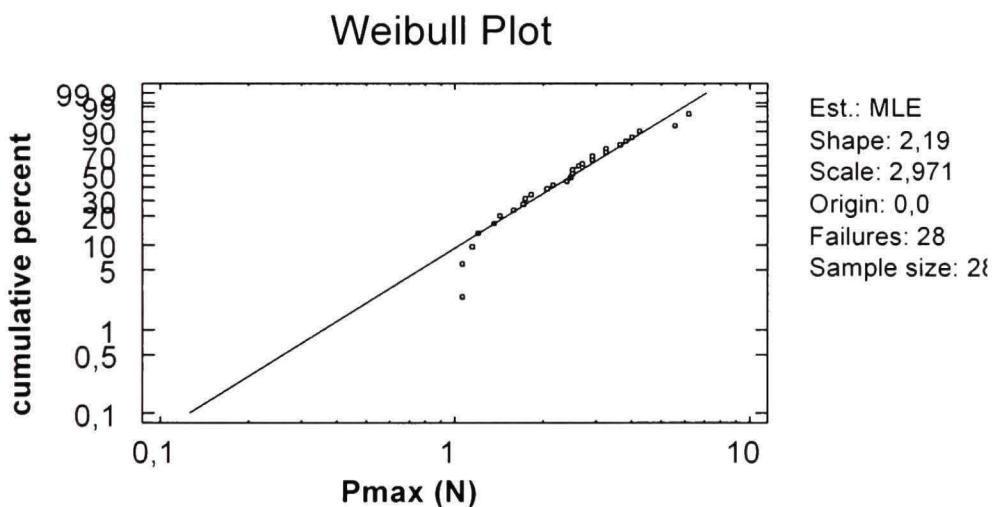


Figure 28 Graphique de Weibull de la force en rupture des fibres de chanvre à l'humidité ambiante

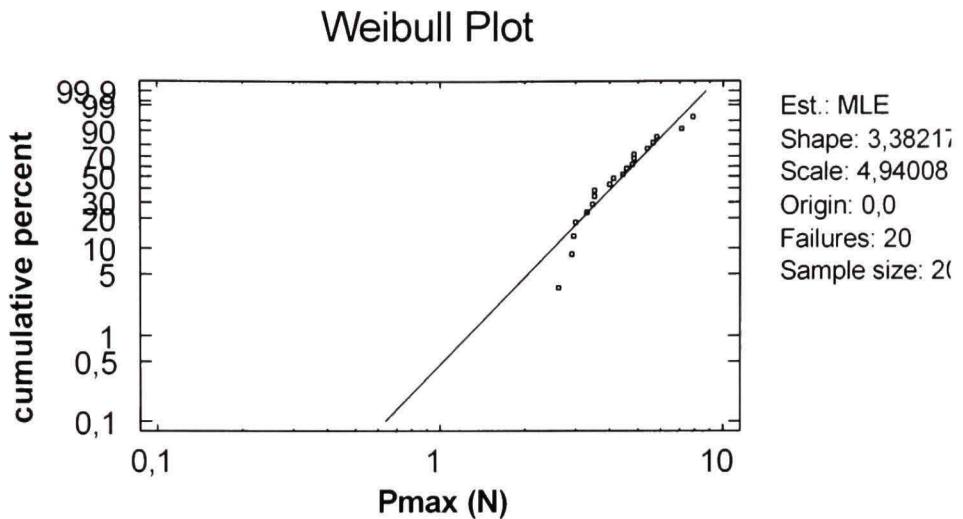


Figure 29 Graphique de Weibull de la force à la rupture des fibres de coco à l'humidité ambiante

## 2.5. Essais de l'absorption humide - Chambre environnementale

Pour conditionner les spécimens de fibres à tester en traction et en mesurer la teneur en humidité à l'équilibre aux différentes conditions de température et d'humidité, nous avons conçu et monté une chambre environnementale. Avant de faire les essais de traction et les essais d'absorption, les spécimens sont conditionnés dans cet appareil pendant 48 heures pour atteindre l'état saturé aux différentes températures (22, 40 et 50°C) et humidités (10, 25, 50, 65 et 80%RH). Les essais d'absorption d'humidité des fibres suivent strictement la norme ASDM 2654-76.

Le schéma général de la chambre environnementale et son principe de fonctionnement sont présentés sur les figures 30 et 31. La chambre environnementale se compose d'un réfrigérateur, d'un humidificateur et d'une unité de séchage (dessiccateur). Le chauffage contrôle la température tandis que le dessiccateur contrôle l'humidité de la chambre.

Pour s'assurer de conditions stables de l'environnement, la température et l'humidité relative dans la chambre sont enregistrées à l'aide de deux « probes ». La précision de l'humidité relative mesurée est  $\pm 3\%$  RH. Le système est contrôlé à partir du tableau de contrôle de *l'Instrument National* avec le logiciel *LabView*. Pour le maintien d'une l'humidité relative désirée dans la chambre environnementale, le courant d'air entrant est dévié soit vers un humidificateur soit vers un dessiccateur granulaire.

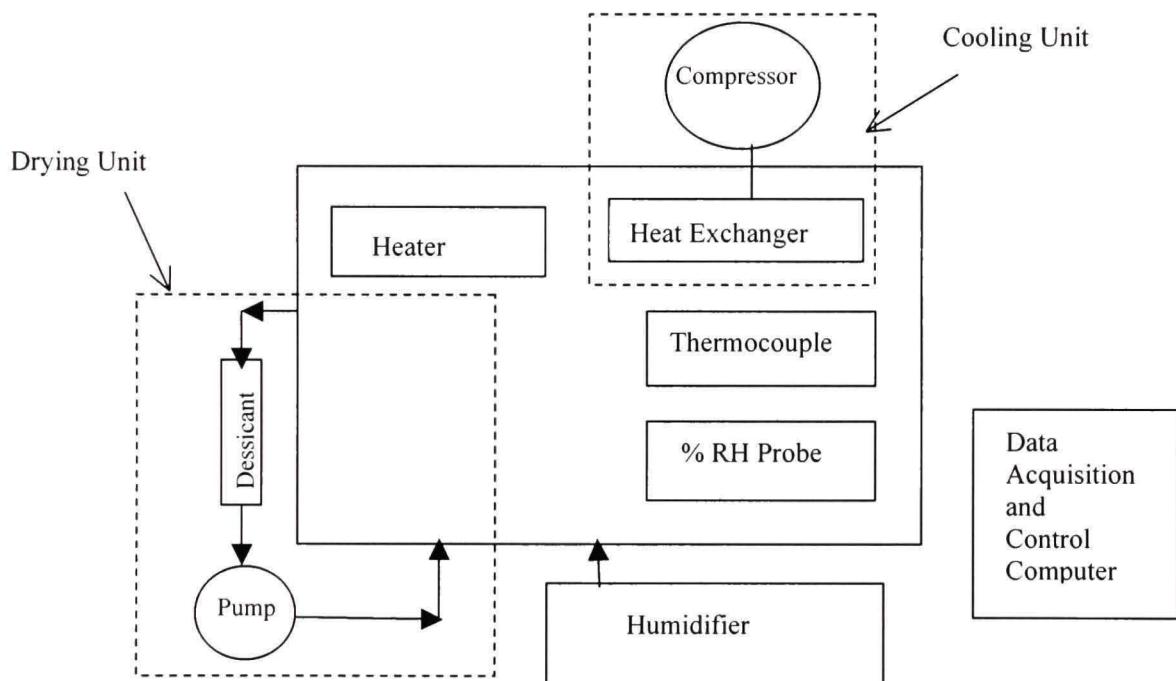


Figure 30 Schéma du principe opérationnel de la chambre environnementale

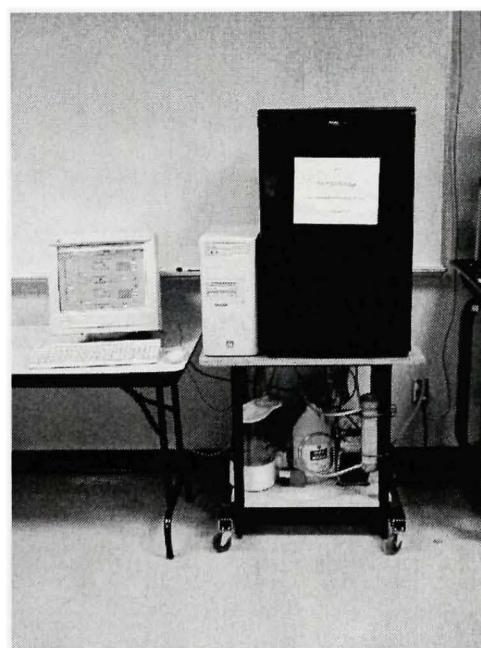
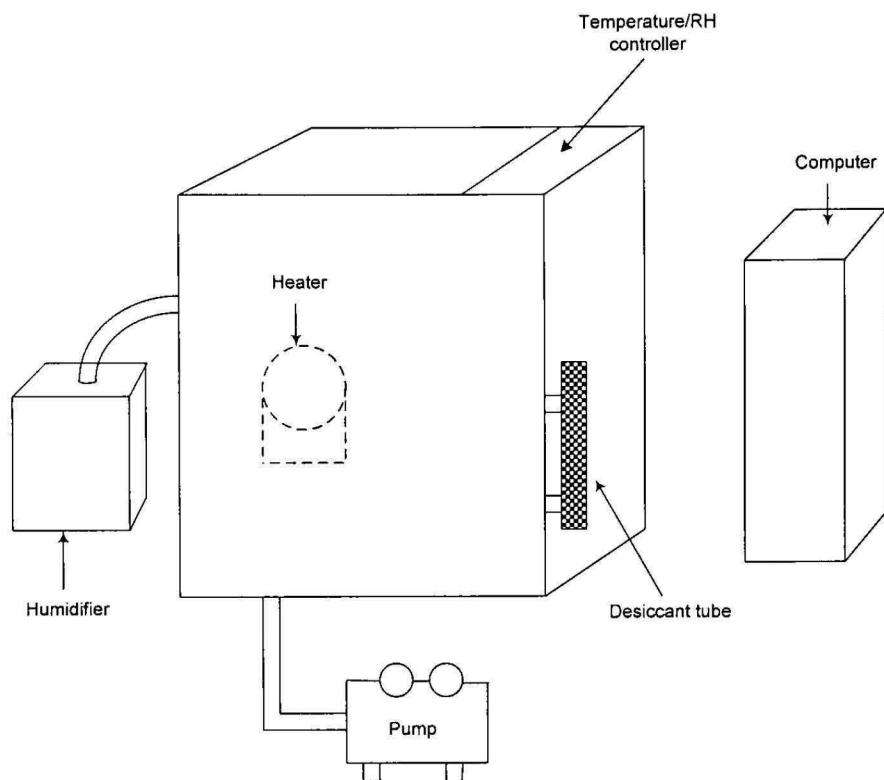


Figure 31 Chambre environnementale

Nous avons présenté au-dessus les méthodes expérimentales utilisées dans cette recherche. Afin d'atteindre l'objectif de cet étude sur le comportement en traction des fibres de chanvre et de coco sous l'influence de la température et de l'humidité, il y a deux protocoles à aborder dans les chapitres successifs :

- Absorption d'humidité et en eau des fibres de chanvre et de coco aux différentes températures;
- Propriétés mécaniques en traction de ces fibres sous l'action de la température et de l'humidité : les résultats expérimentaux et les méthodes de prédiction du comportement en traction de ces fibres aux différentes températures et humidités.

En ce qui concerne le premier protocole, nous allons étudier l'absorption d'humidité des fibres de chanvre et de coco sur deux axes principaux : les isothermes de sorption (chapitre 3) et la sorption en eau par ces fibres aux différentes températures (chapitre 4).

Dans le deuxième protocole, l'influence de la température et de l'humidité sur le comportement en traction des fibres étudiées sera abordée par l'exécution des essais de traction des fibres de chanvre et de coco aux différentes humidités (et en eau) à hautes températures (chapitre 5). En basant sur les résultats expérimentaux obtenus, deux méthodes (semi empirique et réseaux de neurones) seront utilisées pour but de prédire les propriétés en traction des fibres de chanvre et de coco sous l'action de la température et de l'humidité (chapitre 6).

## CHAPITRE 3

### ISOTHERMES DE SORPTION DES FIBRES DE COCO ET DE CHANVRE

#### 3.1. Objectif

L'étude sur l'isotherme de sorption est très importante pour évaluer l'effet de la température et de l'humidité relative de l'environnement ambiant sur les propriétés des matériaux étudiés. Il y a plusieurs modèles empiriques, semi empiriques et théoriques développés pour décrire l'évolution de la teneur en humidité [44, 45, 47, 49, 120, 121].

L'objectif de ce chapitre est d'étudier l'isotherme de sorption d'humidité des fibres de chanvre et de coco aux températures de 22, 40 et 50°C. À partir des résultats expérimentaux sur l'absorption d'humidité par ces fibres aux différentes températures, nous avons caractérisé l'isotherme de sorption d'humidité de ces fibres en faisant l'appel des modèles mathématiques [122].

#### 3.2. Matériaux et expérimentation

Les matériaux étudiés sont les fibres non traitées de coco et de chanvre. Les fibres de coco sont obtenues du Vietnam, et les fibres de chanvre sont fournies par Hempline Inc. – Ontario (Canada). La microstructure et la composition des fibres de coco et de chanvre ont été présentées dans la partie 1.2 du chapitre 1.

*Préparation des spécimens pour l'essai d'absorption isothermique :*

Les spécimens sont préparés à partir des paquets de fibres individuelles. Environ une masse de 0.1g de fibres séchées sont prélevée pour chaque spécimen dans l'essai

d'absorption d'humidité. Les diamètres moyens des fibres sont de 20 µm pour les fibres de chanvre et 26 µm pour les fibres de coco. Les spécimens sont conditionnés dans la chambre environnementale (voir la partie 2.5, chapitre 2) aux températures de 22, 40 et 50°C et aux humidités variant de 10 à 80% RH pendant 48 heures afin d'atteindre l'état équilibre. Trois échantillons sont utilisés à chaque condition environnementale (température, humidité) d'essai, et de nouveaux échantillons sont préparés pour chaque essai. Avant chaque test les fibres sont lavées à l'eau et séchées dans un four à 100°C pendant 2h pour l'enlèvement complet d'eau absorbée.

*Mesure de la teneur en humidité des échantillons à l'équilibre :*

La masse des fibres humides à chaque condition expérimentale (humidité et température) est obtenue par pesée à l'aide d'une balance analytique Mettler, modèle PM1200, avec une précision de  $\pm 0.001\text{g}$ . Au cours des essais, les spécimens sont extraits de temps en temps de la chambre environnementale et repesés, puis remis rapidement dans la chambre. Le processus continue jusqu'à saturation des fibres. Le pourcentage maximal de la teneur en humidité au temps t ( $M_m$ ) est défini comme suit :

$$M_m = \frac{(m_w - m_d)}{m_d} \cdot 100 \quad (\%) \quad (3.1)$$

où  $m_w$  est la masse de l'échantillon à l'état de saturation humide;  $m_d$ , la masse de l'échantillon à l'anhydre.

### 3.3. Résultats et discussion

#### 3.3.1. Courbes de l'isotherme de sorption des fibres de chanvre et de coco

Comme les autres matériaux ligno-cellulosiques, la teneur en humidité à l'équilibre des fibres végétales dépend de la température, de l'humidité et de ses propriétés physiques. Les données expérimentales de l'isotherme de sorption des fibres de chanvre et fibres de coco aux températures 22, 40 et 50°C sont présentées sur le tableau IV.

Tableau IV

Valeur moyenne de la teneur en humidité des fibres de chanvre et de coco à des températures et humidités différentes

Fibres	Humidité relative (%)	Teneur moyenne en humidité* (g/g)		
		22°C	40°C	50°C
Chanvre	0	0	0	0
	10	0.03	0.02	0.01
	25	0.04	0.03	0.02
	50	0.09	0.05	0.04
	65	0.13	0.1	0.07
	80	0.15	0.12	0.09
Coco	0	0	0	0
	10	0.02	0.02	0.01
	25	0.04	0.03	0.03
	50	0.08	0.07	0.05
	65	0.12	0.09	0.06
	80	0.13	0.11	0.08

(\* Standard déviation :  $\pm 0.005$ )

Les données expérimentales en sorption isotherme des fibres étudiées indiquent que la sorption d'humidité à l'équilibre par ces deux fibres augmente avec l'augmentation de l'humidité relative à température constante, mais elle diminue légèrement lorsque la température augmente à humidité constante. La raison serait que quand la température augmente, les molécules d'eau sont activées en raison de leur niveau d'énergie entraînant une instabilité et un détachement (rupture) du site de liaison d'eau des fibres. Ceci diminue par conséquent la teneur en humidité au niveau de la monocouche. L'augmentation de la température provoquerait une augmentation d'évaporation et/ou de désorption des molécules d'eau. C'est le comportement thermodynamique prévisible pour une réaction exothermique comme l'absorption [38]. Par contre, à des hautes températures et humidités (dans l'eau, 100 %RH), l'influence de la température sur la sorption en eau peut être inversée (figure 15). Plus la température augmente, plus la teneur en eau absorbée augmente. Dans ce cas-là, quand la fibre est immergée complètement dans l'eau, l'eau libre est remplie et retenue dans les lumens, les vides ou les micropores de la fibre par les forces de tension surfacique et les forces capillaires. L'augmentation de la température accélère le processus de diffusion de l'eau dans la fibre ainsi augmente la teneur en eau absorbée par la fibre.

Dans toutes les conditions d'humidité relative aux températures diverses, la teneur en humidité de la fibre de chanvre est toujours plus haute que celle de la fibre de coco. Cela peut s'expliquer par le remplissage par sorption capillaire des espaces vides entre les fibrilles. Quant à la fibre de coco, les espaces interfibrillaires sont moindres que celles de la fibre de chanvre grâce la couverture adhésive cireuse sur la fibre, qui masque partiellement les pores superficiels et réduits des espaces vides. Par conséquent, la sorption d'humidité de cette fibre diminue.

### 3.3.2. Modèles de l'isotherme d'absorption utilisés

Il y a plusieurs modèles mathématiques d'isotherme d'absorption développés pour divers matériaux [44, 45, 47, 49, 120, 121] et présentés dans la partie 1.2.3.3 (chapitre 1). Le choix d'un modèle convenable dépend d'un certain nombre de facteurs. Nous avons considéré les modèles qui ont décrit adéquatement nos données expérimentales. Parmi eux, les deux modèles de BET (Brunauer-Emmett-Teller) et de GAB (Guggenheim-Anderson-de Boer) présentent les plus larges applications pour décrire les isothermes d'absorption du type II. Ils sont simples et aptes à fournir une explication sur le mécanisme du processus de sorption des matériaux microporeux comme les fibres naturelles [43, 47, 124].

L'équation théorique de BET (Éq. 1.9) est un des modèles les plus couramment utilisés pour décrire la sorption du gaz sur les surfaces. Ce modèle considère que les molécules d'eau absorbées demeurent dans les couches proches de la première couche de sorption superficielle [43]. Mais il reste valable seulement pour les humidités relatives de 5% à 50% RH. Il néglige l'interaction entre les molécules voisines dans une couche et ne compte pas les effets dus au gonflement et à la restriction mécanique qui ont lieu aux humidités relatives élevées [38].

Le modèle de GAB (Éq. 1.13) est une extension du modèle de BET, et il est utilisé largement pour décrire les isothermes de sorption à multicouches moléculaires avec des humidités relatives de 10 à 90% RH [45, 55, 121]. Les paramètres de GAB :  $m_0$ , C, K (Eq.1.13), et ceux de BET :  $m_0$  et C (Eq. 1.9) sont déduits à partir des données expérimentales des isothermes de sorption des fibres étudiées. Pour cela, on a recours à la régression non linéaire de l'algorithme de Marquardt-Levenberg avec le support de *Curve Fitting Toolbox* du logiciel MATLAB. Les résultats obtenus sont présentés sur les figures suivantes :

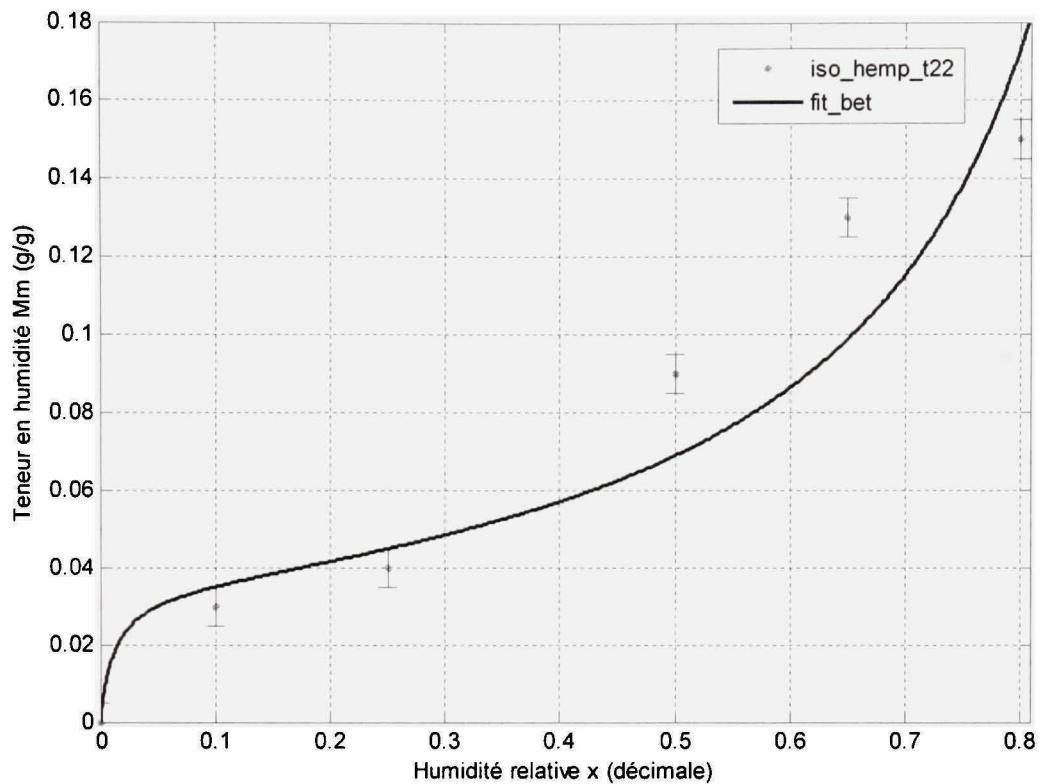


Figure 32 Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de chanvre en fonction de l'humidité relative à 22°C selon le modèle de BET

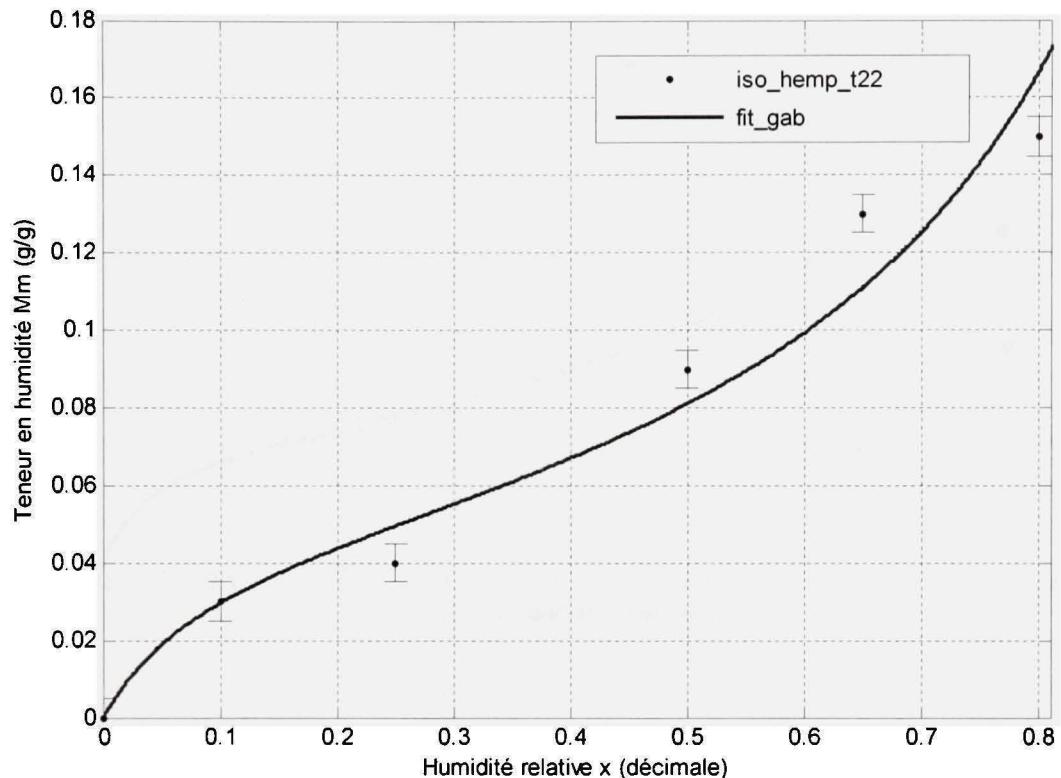


Figure 33 Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de chanvre en fonction de l'humidité relative à 22°C selon le modèle de GAB

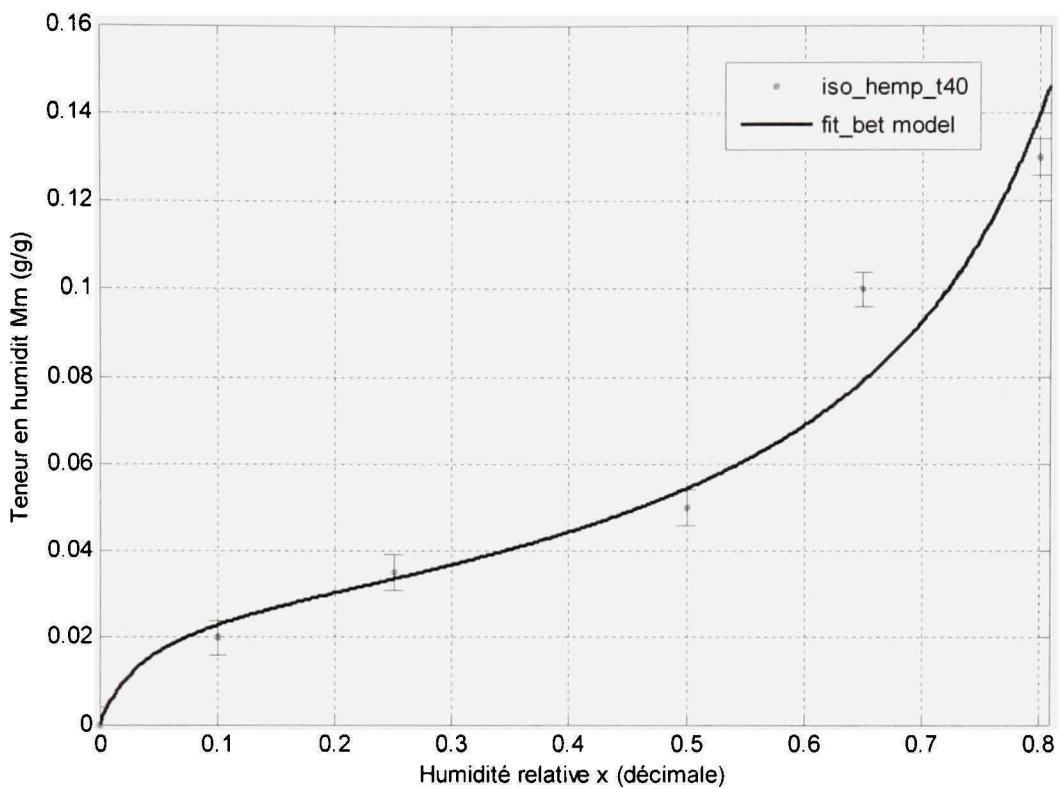


Figure 34 Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de chanvre en fonction de l'humidité relative à 40°C selon le modèle de BET

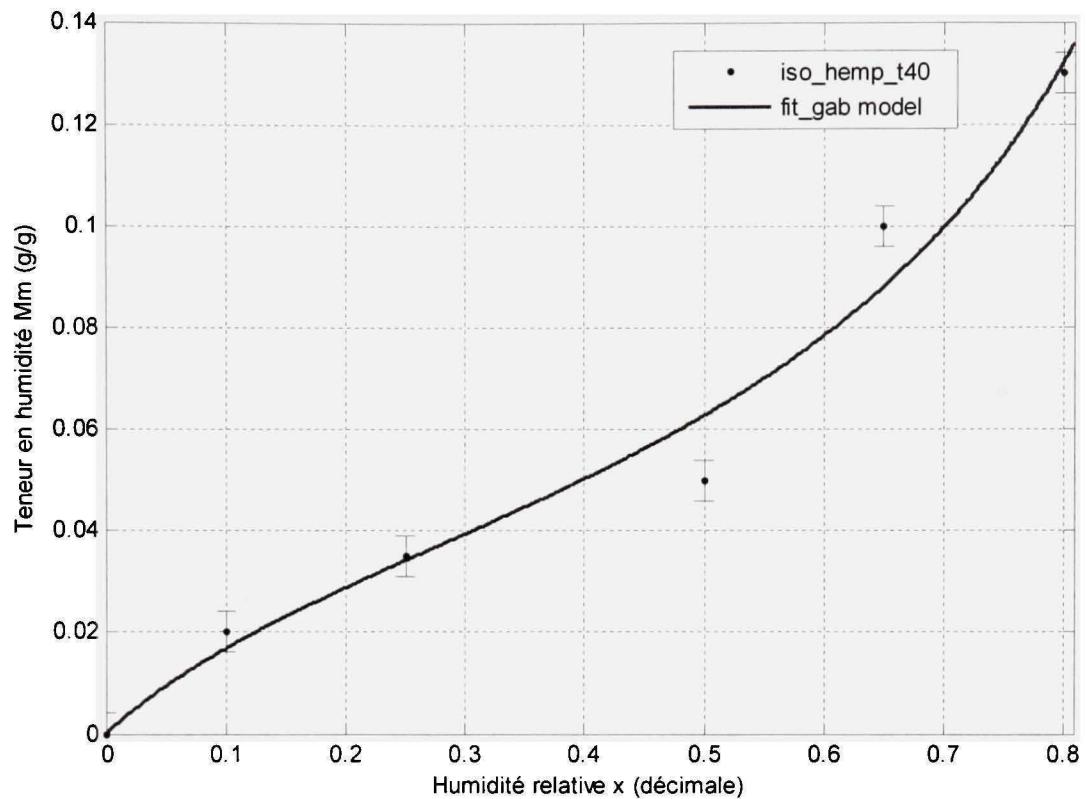


Figure 35 Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de chanvre en fonction de l'humidité relative à 40°C selon le modèle de GAB

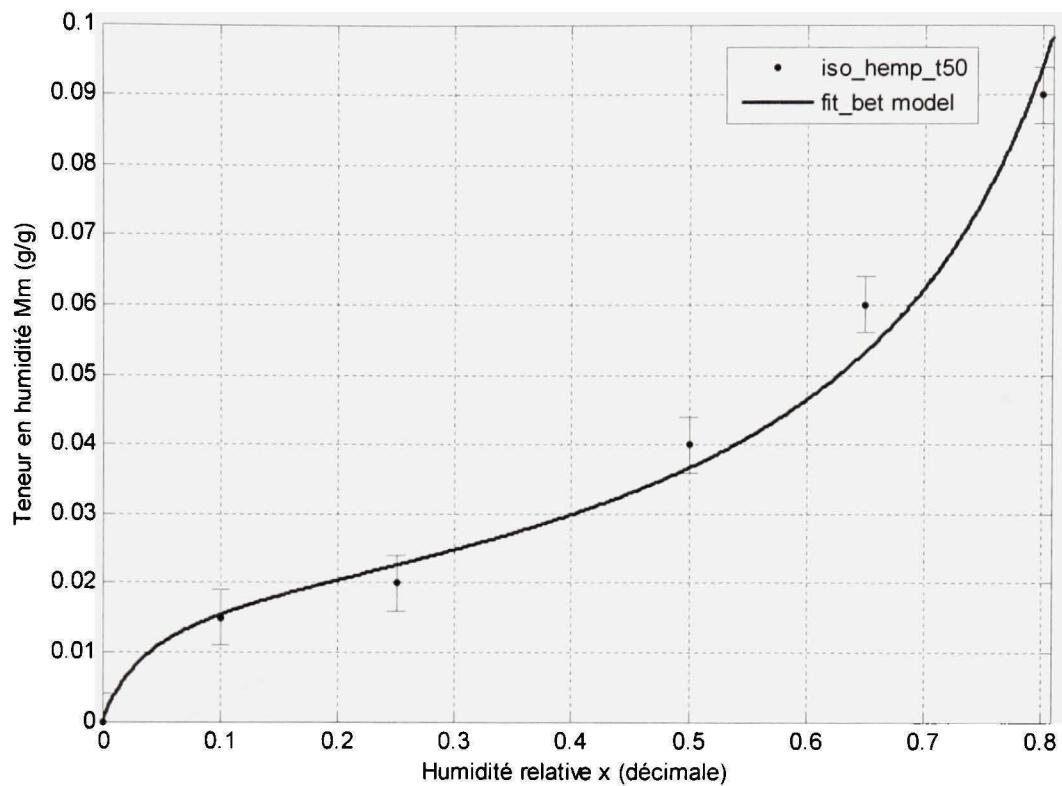


Figure 36 Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de chanvre en fonction de l'humidité relative à 50°C selon le modèle de BET

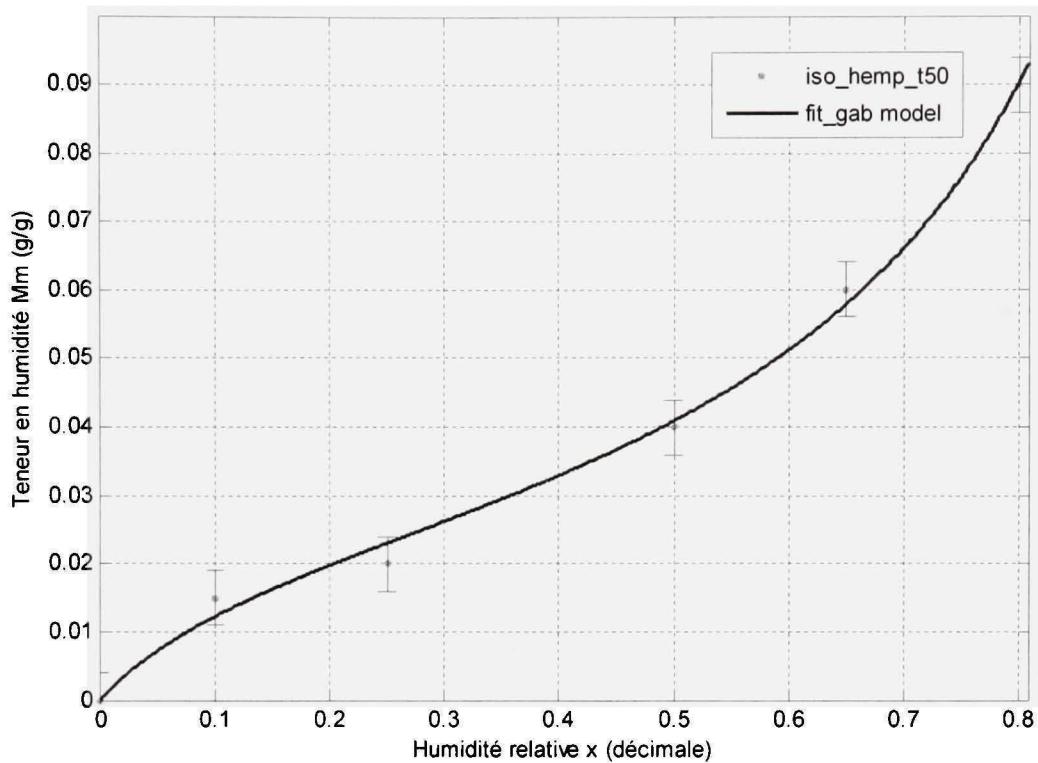


Figure 37 Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de chanvre en fonction de l'humidité relative à 50°C selon le modèle de GAB

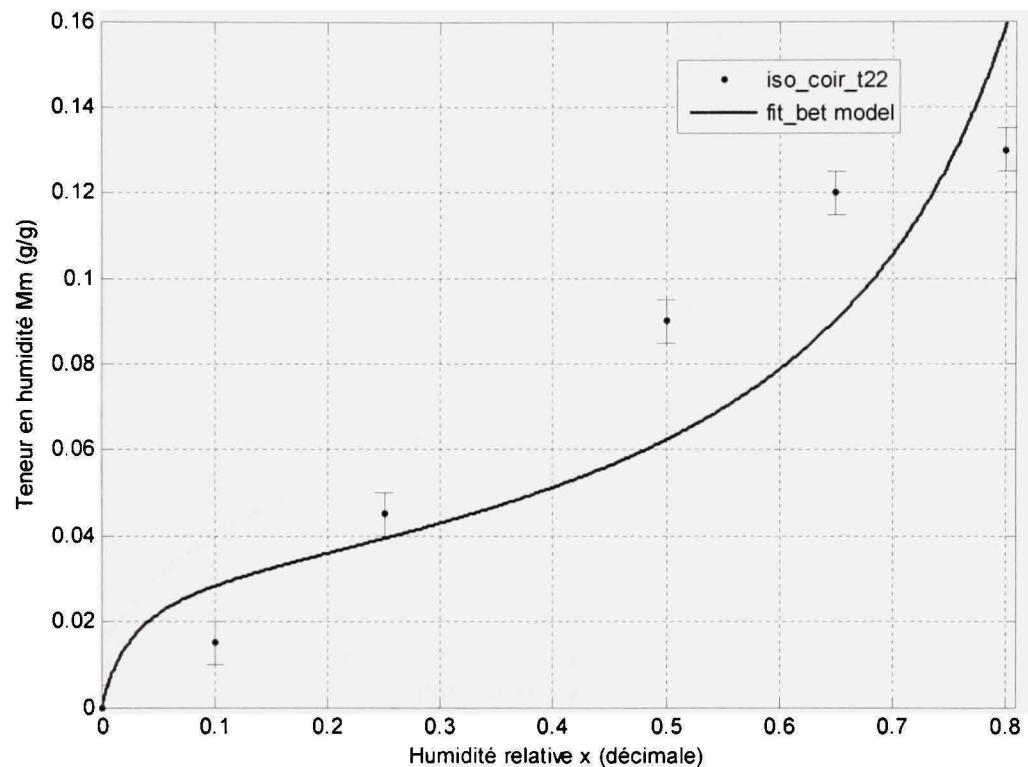


Figure 38 Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de coco en fonction de l'humidité relative à 22°C selon le modèle de BET

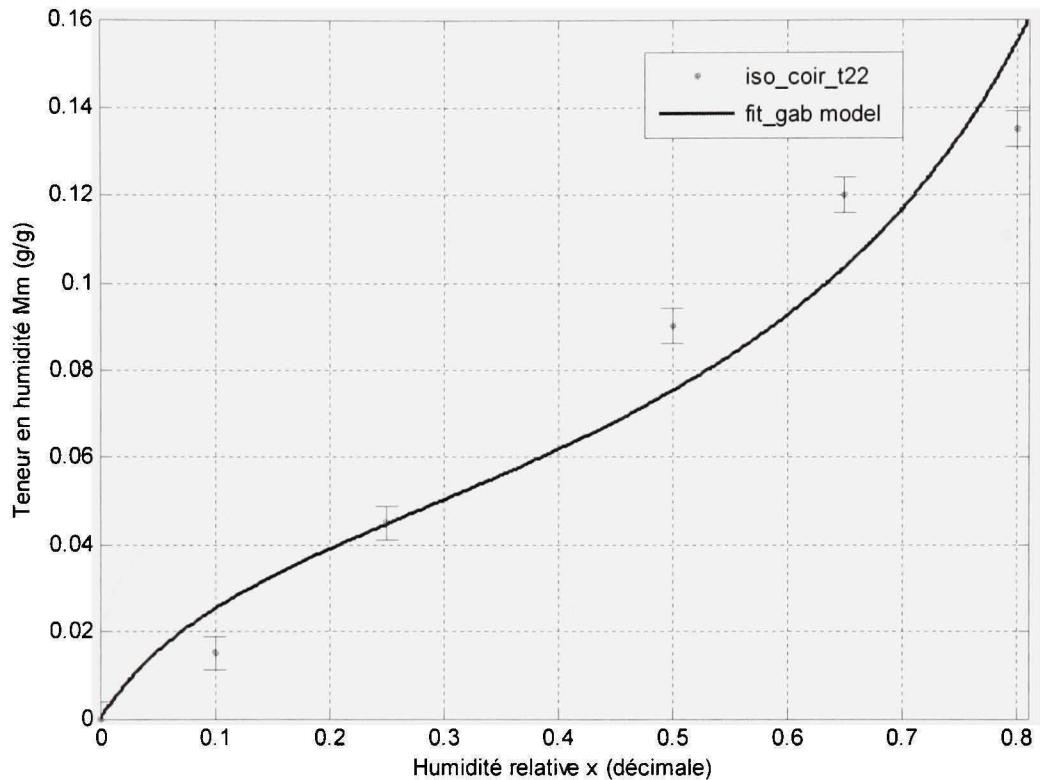


Figure 39 Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de coco en fonction de l'humidité relative à 22°C selon le modèle de GAB

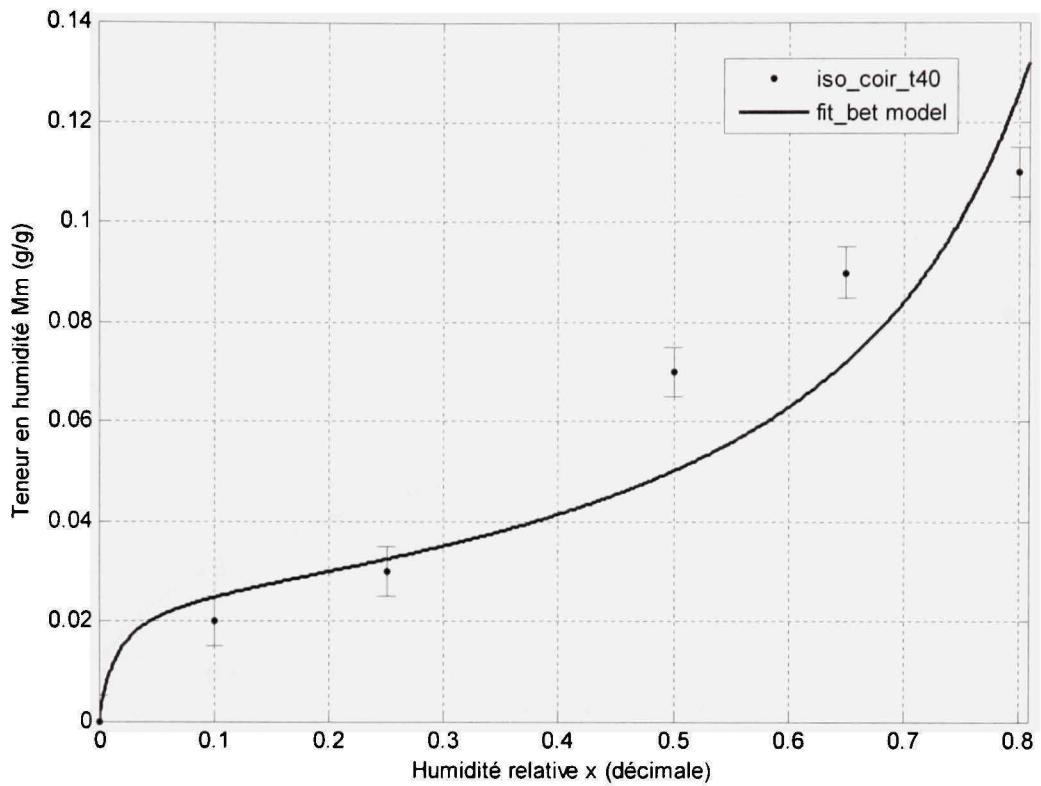


Figure 40 Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de coco en fonction de l'humidité relative à 40°C selon le modèle de BET

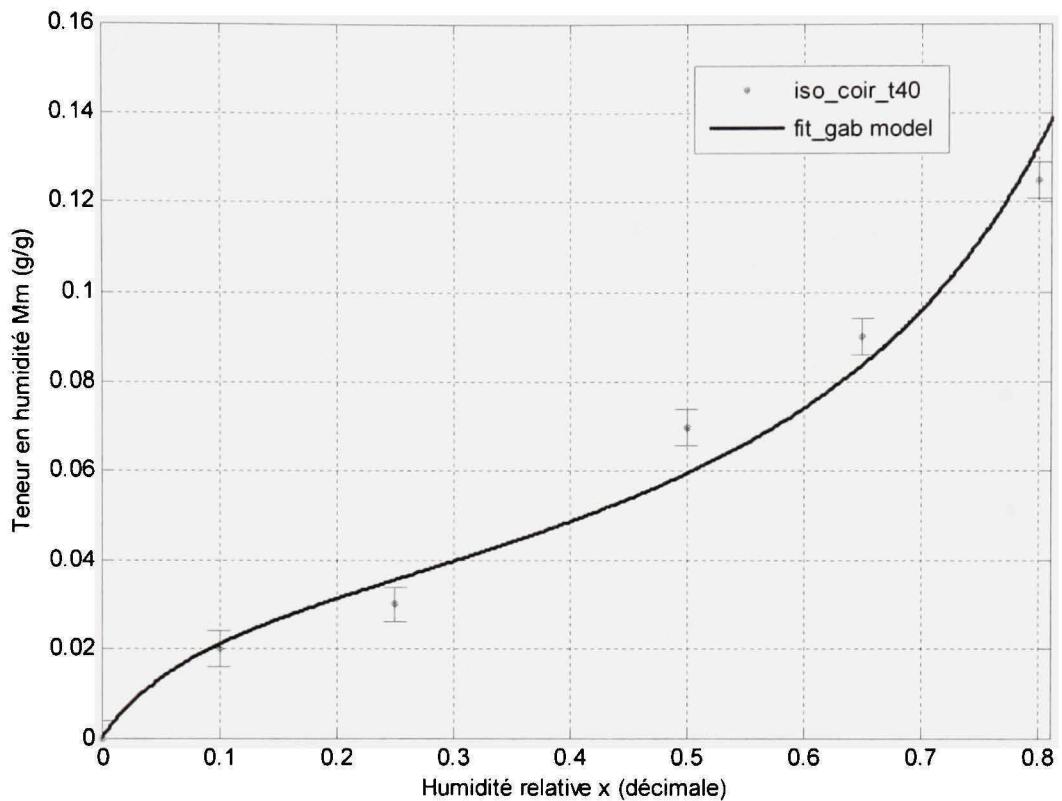


Figure 41 Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de coco en fonction de l'humidité relative à 40°C selon le modèle de GAB

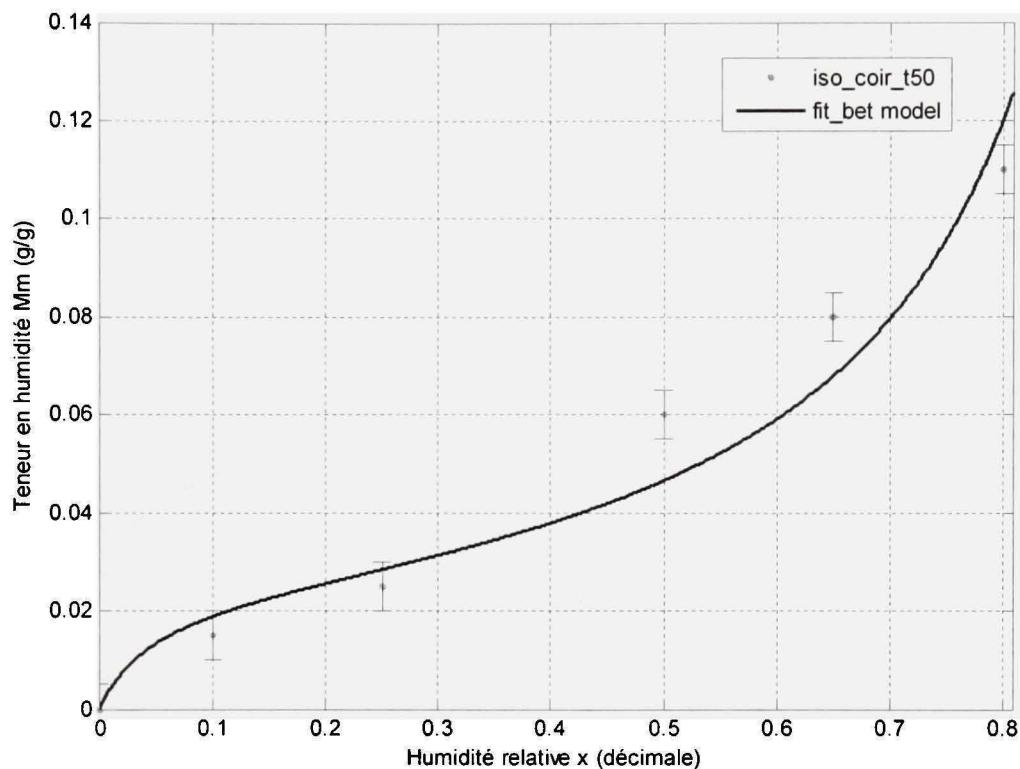


Figure 42 Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de coco en fonction de l'humidité relative à 50°C selon le modèle de BET

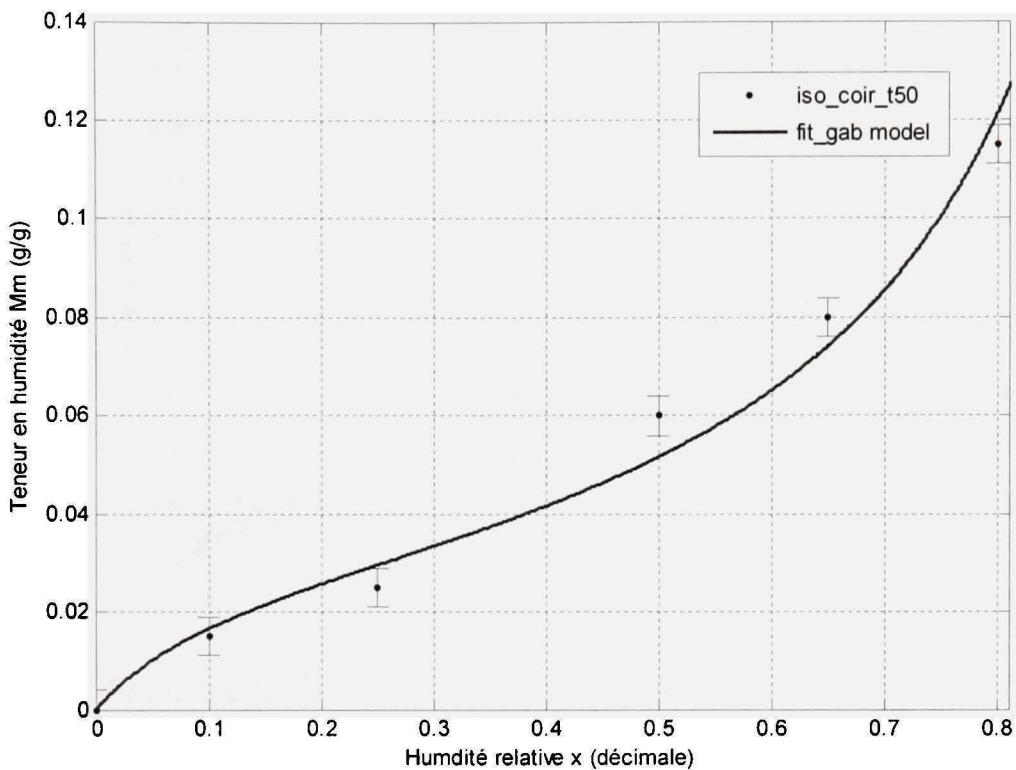


Figure 43 Teneur en humidité à l'équilibre des fibres de coco en fonction de l'humidité relative à 50°C selon le modèle de GAB

Les figures (32 – 43) montrent qu'il y a une bonne concordance entre les données expérimentales de l'isotherme de sorption des fibres étudiées et les modèles choisis. Le modèle GAB qui décrit la sorption de multicouches et condensation capillaire, est valable aux humidités relatives de 10% à 80% RH à chaque température considérée. Alors que le modèle de BET qui décrit l'adsorption en monocouche moléculaire, est valable aux humidités relatives de 10% à 60% RH. En fait, cela est dû au fait que le modèle de BET avec les deux paramètres  $m_0$  et  $C$  (voir Eq. 1.9) n'est pas suffisamment complexe pour prendre en compte toute isotherme sigmoïdale de type II, et il ne donne qu'un bon accord avec les valeurs expérimentales de la sorption au-dessous de 50% RH [43, 79].

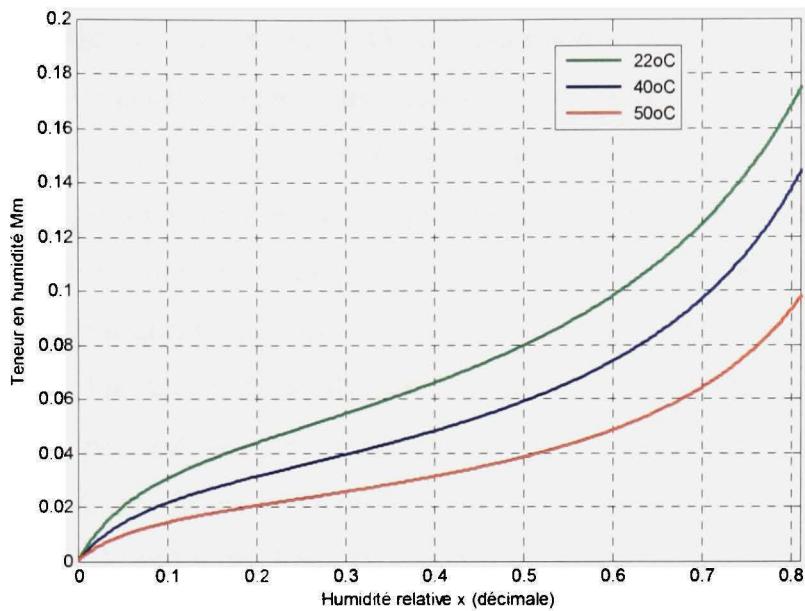


Figure 44 Isotherme de sorption d'humidité aux différentes températures des fibres de chanvre selon le modèle de GAB

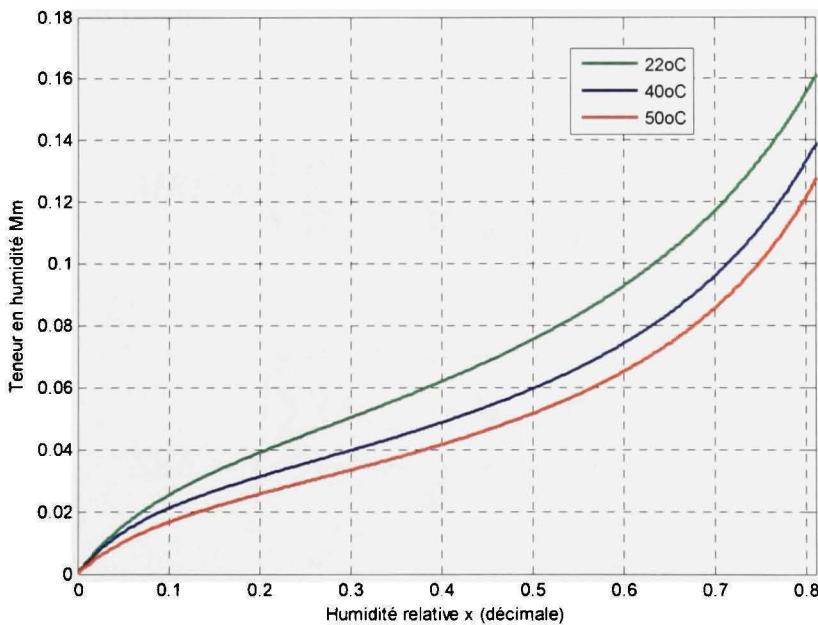


Figure 45 Isotherme de sorption d'humidité aux différentes températures des fibres de coco selon le modèle de GAB

Les isothermes de sorption d'humidité des fibres considérées selon le modèle de GAB sont présentées dans les figures 44 et 45. Les paramètres  $m_0$ , C et K sont calculés en ajustant les données expérimentales aux équations de BET et de GAB, et sont présentés dans le Tableau V avec des forts coefficients de régression ( $R^2$ ). Dans les deux modèles, les valeurs de  $m_0$  diminuent avec une augmentation de la température comme prévu. Cela signifie que les molécules d'eau à la première monocouche absorbée sur la surface de la fibre diminuent quand la température augmente. Par ailleurs, avec l'augmentation de la température, les valeurs du coefficient C (dépendant de température) pour les deux fibres diminuent pendant que celles du coefficient K augmentent. Les valeurs des paramètres  $m_0$  et C des fibres de chanvre et de coco à la température 22°C dans cette étude sont proches de celles des fibres de coton et de bois proposées dans [44, 45, 51].

Pour évaluer la précision de la modélisation de l'isotherme de sorption des fibres étudiées par les modèles de BET et GAB, les paramètres statistiques tels que l'erreur relative moyenne (MRE) et l'erreur normalisée d'estimation (SEE) sont calculées avec les équations suivantes [125] :

$$MRE = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{M_{i,exp} - M_{i,pre}}{M_{i,exp}} \right| \quad (3.2)$$

$$SEE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (M_{i,exp} - M_{i,pre})^2}{d}} \quad (3.3)$$

où  $M_{i,exp}$  est la teneur en humidité expérimentale i;  $M_{i,pre}$ , la teneur en humidité prédictive i; N, le nombre de points de données; d, le nombre de degré de liberté du modèle de régression. L'ajustement de courbe (« *curve fitting* ») des données expérimentales par

les modèles des isothermes de sorption est considéré assez acceptable si l'erreur relative moyenne (MRE) est moindre que 10%, c'est-à-dire que le coefficient de régression  $R^2$  est approximativement de à 0.9 ou plus.

Tableau V

Paramètres et coefficients des modèles BET et GAB pour les isothermes de sorption des fibres de chanvre et de coco.

Fibres	Modèle	Activité d'eau x	Paramètres	Température (°C)		
				22	40	50
CHANVRE	BET	0.1 – 0.6	$m_o$	0.050	0.035	0.026
			C	8.056	7.089	5.384
			$R^2$	0.980	0.966	0.985
	GAB	0.1 – 0.95	$m_o$	0.047	0.032	0.022
			C	15.3	14.47	14
			K	0.9086	0.955	0.9697
			$R^2$	0.993	0.999	0.999
COCO	BET	0.1 – 0.6	$m_o$	0.047	0.035	0.031
			C	6.073	8.624	6.254
			$R^2$	0.939	0.89	0.948
	GAB	0.1 – 0.95	$m_o$	0.045	0.035	0.031
			C	10.71	10.83	8.045
			K	0.8894	0.9347	0.9459
			$R^2$	0.989	0.993	0.991

( $R^2$  est le coefficient de régression)

On peut également déterminer les valeurs de la chaleur de sorption  $\Delta H_C$  et  $\Delta H_K$  des fibres étudiées en ajustant les valeurs des paramètres de dépendance de température (C et K) obtenues du modèle de GAB (Tableau V) aux équations d'Arrhenius 1.10 et 1.14 (voir la partie 1.2.3.3 du chapitre 1). L'ajustement est présenté sur les figures 46 et 47.

Le tableau VI présente les valeurs des constantes et de la chaleur de sorption des fibres à partir des graphiques ci-dessus. La valeur de  $\Delta H_C$  est la différence en enthalpie entre la sorption de monocouche et de multicouche. Cette valeur obtenue est positive comme prévue, en raison de l'interaction exothermique de l'eau avec les sites de sorption primaire [60]. La valeur de  $\Delta H_K$  est la différence (en enthalpie) entre la chaleur de condensation de l'eau et la chaleur de sorption d'une couche multimoléculaire. Cette valeur est petite et négative comme prévue, parce que les molécules de multicouche sont moins fermement attachées. Les constantes  $C_0$  et  $K_0$  sont de nature entropique,  $K_0$  est supérieure à 1 à cause de l'entropie élevée des molécules dans le volume liquide [60].

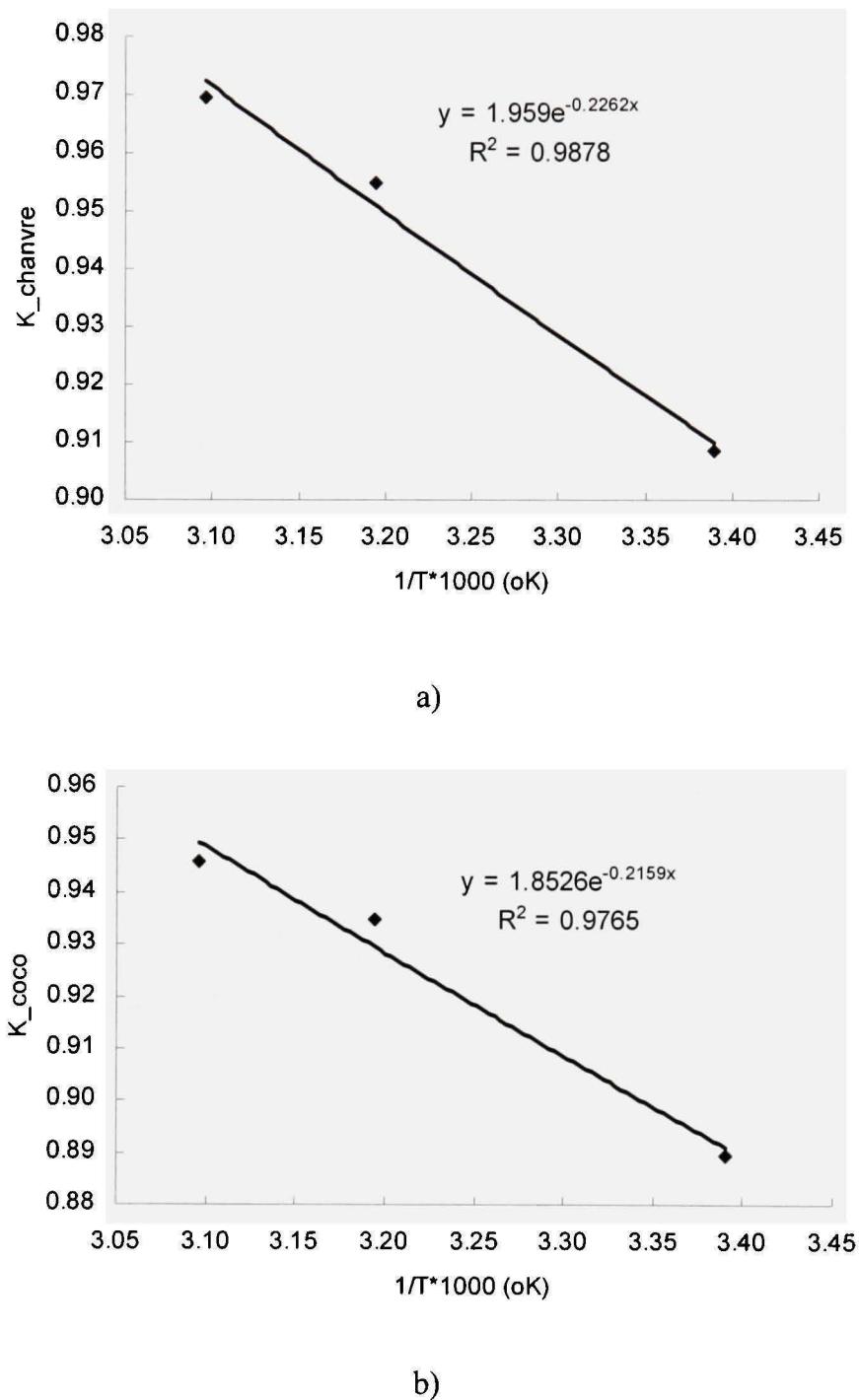
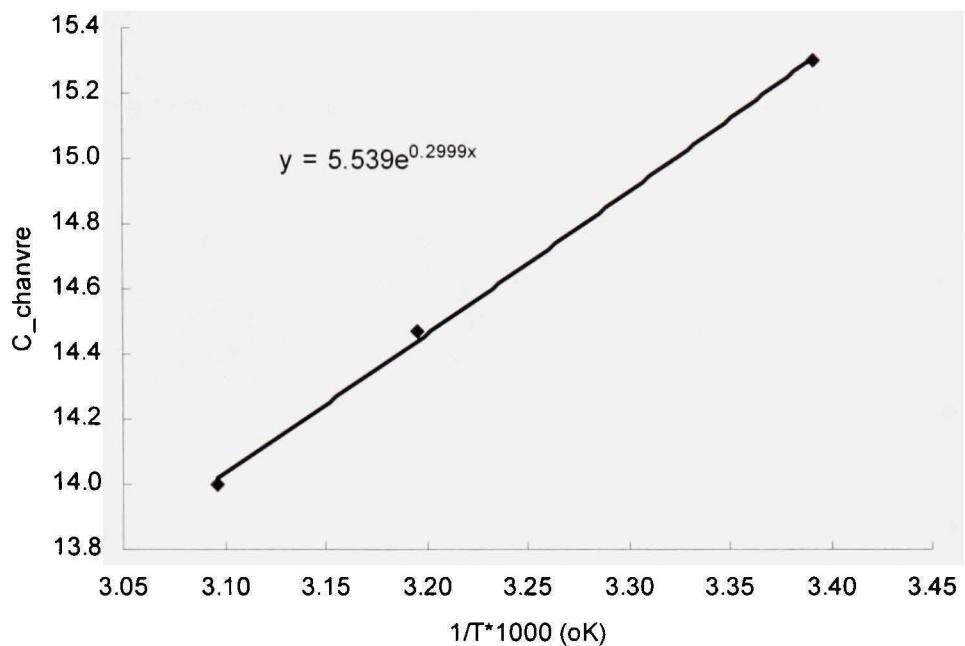
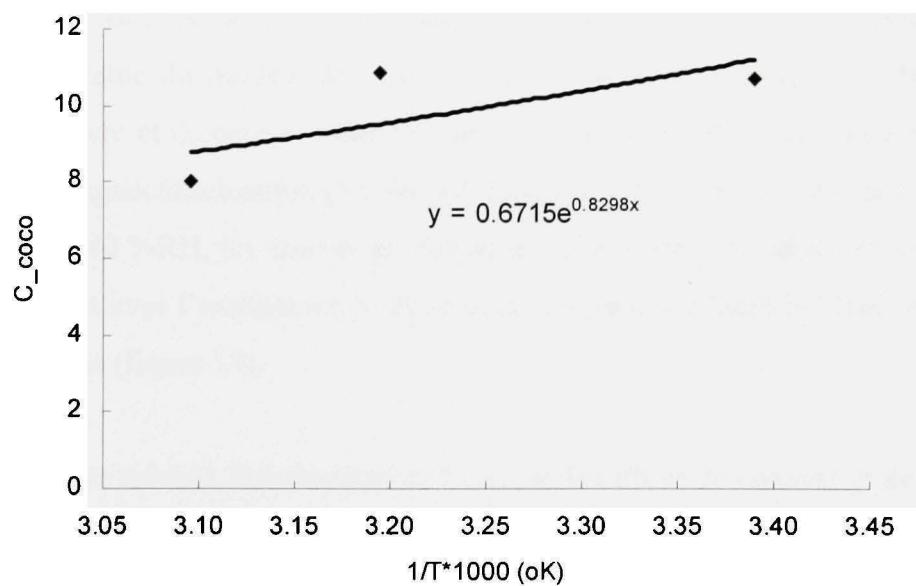


Figure 46 Graphique du coefficient K *versus* la température : a) fibre chanvre, b) fibre de coco



a)



b)

Figure 47 Graphique du coefficient  $C$  versus la température : a) fibre chanvre, b) fibre de coco

Tableau VI

Valeurs des constantes et de la chaleur de sorption des fibres de chanvre et de coco

Fibres	$C_0$	$\Delta H_C > 0$ (kJ/mol.°K)	$K_0$	$\Delta H_K < 0$ (kJ/mol.°K)
Chanvre	5.539	2.486	1.959	1.881
Coco	0.671	6.892	1.853	1.795

### 3.4. Conclusion

Les résultats expérimentaux obtenus des isothermes de sorption des fibres considérées indiquent que le modèle de l'isotherme de sorption d'humidité de GAB décrit bien les isothermes de sorption des fibres de chanvre et de coco à toutes les températures étudiées. Il donne donc la meilleure prédition de l'évolution de la teneur en humidité d'équilibre en fonction de l'activité d'eau (humidité relative) et de la température. La validité acceptable du modèle de GAB indique aussi que l'absorption d'humidité des fibres de chanvre et de coco ressemble à une absorption multicouche dans les systèmes d'eau – fibre lignocellulosique [45, 46, 49, 124, 126]. Il est trouvé que dans l'intervalle de 10 %RH à 80 %RH, les teneurs en humidité à l'équilibre des fibres de chanvre et de coco diminuent avec l'augmentation de la température à une humidité fixe, à l'instar des fibres de cotons (figure 14).

Dans le chapitre suivant, l'absorption de l'eau par les fibres de chanvre et de coco immergées dans l'eau sera étudiée.

## CHAPITRE 4

### ABSORPTION DE L'EAU PAR LES FIBRES DE CHANVRE ET DE COCO EN FONCTION DE LA TEMPÉRATURE

#### 4.1. Objectif

La modélisation mathématique du processus de diffusion de l'eau dans la fibre est très importante afin de bien comprendre le mécanisme de diffusion. Plusieurs modèles sont développés pour décrire l'absorption d'eau par les matériaux textiles et polymères composites [66, 73, 74, 76, 80, 81, 84] mais les recherches sur le comportement de l'absorption par les fibres de chanvre et de coco sont limités. Le modèle de la diffusion en deux phases séparées est largement utilisé dans la description du mécanisme de l'absorption d'eau par les matériaux ci-dessus.

Dans ce chapitre, les caractéristiques de l'absorption et de la diffusion d'eau par des fibres de chanvre et de coco immergées dans l'eau distillée (100% RH) aux différentes températures sont abordées. Les paramètres du processus de sorption tels que les coefficients de diffusion (diffusivité), de sorption et de perméabilité ainsi que les énergies d'activation de la sorption sont également déterminés [123] .

#### 4.2. Matériaux et expérimentation

Les matériaux étudiés sont les fibres non traitées de coco et de chanvre. Les fibres de coco sont obtenues du Vietnam, et les fibres de chanvre sont fournies par Hempline Inc. – Ontario (Canada). La microstructure et la composition des fibres de coco et de

chanvre sont présentées dans la partie 1.2 du chapitre 1. Avant de faire les essais, les fibres sont toujours nettoyées à l'eau et séchées dans un four à la température de 100°C.

*Préparation des échantillons :*

Une masse d'environ 0.1 g est pesée pour chaque échantillon de fibres de chanvre et de coco à l'état anhydre. Les diamètres des fibres sont mesurés par stéréo-microscopie optique (Leitz, muni d'un oculaire de visée gradué). Les diamètres moyens des fibres de chanvre et de coco sont respectivement de 20 et 26  $\mu\text{m}$ .

*Méthode de l'essai en sorption d'eau :*

Les échantillons des fibres étudiées à l'état anhydre sont immergés complètement dans l'eau distillée chauffée à différentes températures 22, 40, 60, 70 et 80°C au four thermostatique. Les pesées de fibres mouillées ont été effectuées à des intervalles réguliers à l'aide de la balance PM1200 (précision  $\pm 0.001\text{g}$ ). L'humidité sur la surface de l'échantillon a été soigneusement enlevée avant la pesée. Ce processus continue jusqu'à saturation, c'est-à-dire l'obtention d'une masse constante. La teneur en eau absorbée au temps  $t$  est calculée en appliquant l'équation 1.18 (partie 1.2.3.5, chapitre 1). Trois échantillons sont utilisés pour chaque essai à chaque température.

### **4.3. Résultats et discussion**

En utilisant les données expérimentales obtenues des teneurs en eau absorbée par les fibres de chanvre et de coco, les courbes de la teneur en eau ( $\%M_t$ ) *versus* la racine du temps (min.) aux températures différentes 22, 40, 50, 60, 70 et 80°C sont établies pour l'évaluation de l'absorption d'eau par des fibres étudiées (figure 48).

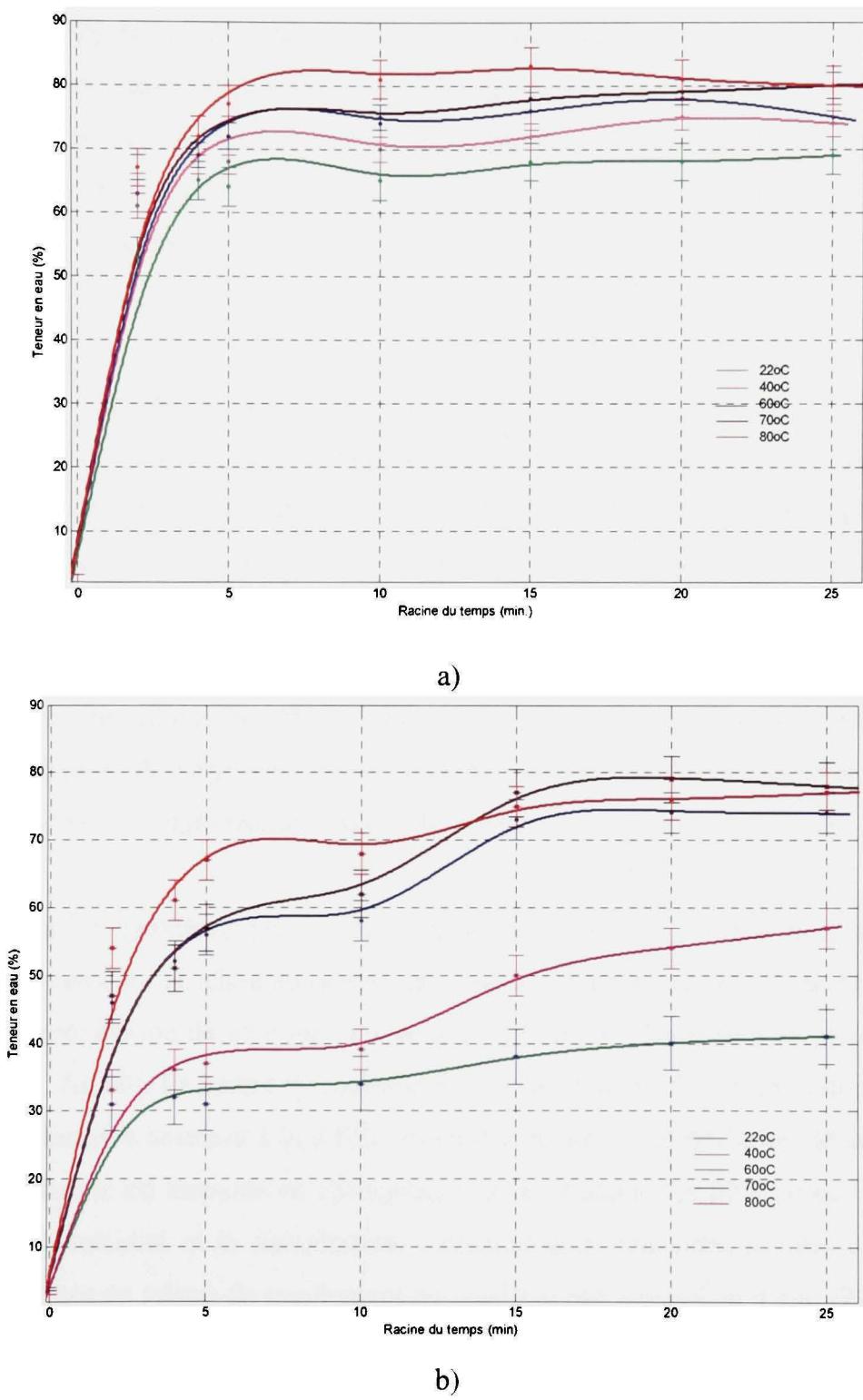


Figure 48 Courbes de la diffusion d'eau dans les fibres de chanvre (a) et de coco (b)

La forme générale des courbes de sorption d'eau par les fibres de chanvre et de coco est similaire à celle des courbes de sorption d'eau par les autres fibres naturelles comme les fibres de laine, palm, jute, lin, etc. [70, 72, 74, 76, 80]. Elles peuvent être décrites en terme d'un processus de sorption en deux phases, dans lequel la première phase (diffusion initiale) correspond à la loi de diffusion fickienne et la deuxième phase à la diffusion non fickienne qui est contrôlée par le processus de relaxation moléculaire de la fibre :

- Pour la première phase : les courbes d'absorption en eau par les fibres sont linéaires dans la phase initiale où la prise d'eau est due à l'action capillaire (à cause de la structure poreuse des fibres végétales). L'eau pénètre par l'action capillaire via les micropores superficiels. Similaire aux cas des systèmes d'eau/laine ou ceux de pénétrant/polymères [77, 80, 127], la prise d'eau durant la première phase dans les fibres de chanvre et de coco peuvent être modélisée en supposant que la diffusion d'eau dans cette phase obéisse la loi de diffusion fickienne. À partir des figures ci-dessus, on voit qu'à cette phase la teneur en eau vers  $t^{1/2}$  augmenterait linéairement jusqu'aux environs de 60% du total;
- Pour la deuxième phase : les courbes d'absorption en eau des fibres sont concaves à l'abscisse au-dessus de la portion linéaire initiale. Cela est similaire au mécanisme de sorption en eau non linéaire des fibres de jute, palm et laine [74, 76, 80]. La nature viscoélastique des fibres naturelles et les fissures seraient les facteurs amenant à la diffusion non-fickienne. Cette déviation de la diffusion fickienne est associée au changement de la structure des fibres sous l'influence de l'humidité et la température, indiquant ainsi une présence des contraintes internes en raison du gonflement du matériau par absorption d'eau [74, 80, 87]. En plus, il est observé que la partie concave contient deux sections différentes, surtout dans le cas des fibres de coco à basse température. Ceci s'explique

probablement par la dissolution de la couche de cire naturelle à la surface de la fibre par la température.

Afin d'étudier le mécanisme de diffusion de l'eau dans fibres, les données expérimentales de la sorption des fibres étudiées aux températures différentes sont ajustées aux équations (1.33) et (1.34) présentées dans le chapitre 1. L'analyse de régression linéaire est utilisée pour calculer le paramètre cinétique  $n$  dans ces équations (voir dans l'annexe 2). La valeur de  $n$  indique le type du mécanisme de transport d'eau dans la fibre [69, 79, 83]. Les résultats calculés sont présentés dans le tableau VII, les valeurs  $n$  représentant le mécanisme de sorption d'eau varient de 0.03 à 0.14 pour les fibres de chanvre et de coco. Cela montre que le mécanisme de transport d'eau ne correspond pas au mode de diffusion fickienne. La déviation de la diffusion linéaire est due à la réponse du temps dépendant des fibres [74].

*Calcul des coefficients de diffusion, de sorption et de perméabilité des fibres étudiées aux différentes températures :*

Le tableau VIII présente les valeurs des paramètres de diffusion calculés en utilisant les données expérimentales en sorption d'eau des fibres aux températures différentes.

- Le coefficient de diffusion ( $D$ ) exprime la vitesse à laquelle le processus de diffusion a lieu. C'est la vitesse du transfert de la substance par diffusion (eau) à travers une unité d'aire d'une section divisée par le gradient de la concentration à cette section [83]. Le coefficient de diffusion caractérise la capacité de diffusion de la molécule d'eau dans la fibre.

À partir de la portion initiale linéaire des courbes expérimentales de la sorption des fibres (figure 48), on peut calculer le coefficient de diffusion d'eau durant la première

phase qui obéit la loi de diffusion fickienne. On utilise les équations 1.26 et 1.27 (partie 1.2.3.5, chapitre 1).

- Le coefficient de perméabilité (P) indique la perméabilité des molécules d'eau à travers une superficie uniforme de la fibre par seconde et il est calculé par l'équation suivante [79, 83]:

$$P = D \cdot S \quad (4.1)$$

où D est la coefficient de diffusion ( $\text{cm}^2/\text{sec}$ ) et S, le coefficient de sorption ( $\text{g/g}$ )

Tableau VII

Valeurs de n pour les fibres de chanvre et de coco immergées dans l'eau distillée aux différentes températures (voir l'annexe 2)

Fibres	Température ( $^{\circ}\text{C}$ )	n
Chanvre	22	0.140
	40	0.104
	60	0.075
	70	0.067
	80	0.049
Coco	22	0.144
	40	0.209
	60	0.139
	70	0.058
	80	0.099

- Le coefficient de sorption (S) est relié à la sorption d'équilibre et calculé en utilisant l'équation comme suit [83]:

$$S = M_m / M_0 \quad (4.2)$$

où  $M_m$  est la masse de l'eau absorbée à l'équilibre (g) et  $M_0$ , la masse initiale de l'échantillon à l'état anhydre.

Tableau VIII

Teneur maximale en eau et coefficients de diffusion, de sorption et de perméabilité des fibres de chanvre et de coco dans l'eau distillée aux différentes températures

Fibres	Température (°C)	Teneur en eau $M_m$ (%)	Coefficient de diffusion $D$ ( $\text{cm}^2 \text{ s}^{-1}$ ) $\times 10^{-5}$	Coefficient de sorption $S$ (g/g)	Permeabilité $P$ ( $\text{cm}^2 \text{ s}^{-1}$ )
Chanvre	22	66	0.56	0.66	$3.695 \times 10^{-6}$
	40	71	1.17	0.71	$8.307 \times 10^{-6}$
	60	77	1.31	0.77	$1.012 \times 10^{-5}$
	70	81	1.34	0.81	$1.087 \times 10^{-5}$
	80	80	1.38	0.80	$1.101 \times 10^{-5}$
Coco	22	52	0.30	0.52	$1.568 \times 10^{-6}$
	40	57	0.57	0.57	$3.278 \times 10^{-6}$
	60	77	1.18	0.77	$9.114 \times 10^{-6}$
	70	78	1.20	0.78	$9.152 \times 10^{-6}$
	80	77	1.29	0.77	$1.027 \times 10^{-5}$

À partir des résultats obtenus et présentés dans le tableau VIII, il est observé que la diffusivité des fibres de chanvre est plus élevée que celle des fibres de coco pour toutes les températures. Dans tous les cas, la teneur maximale en eau à l'équilibre des fibres de coco est plus basse en comparaison avec celle des fibres de chanvre. Il est probablement expliqué par l'existence des espaces vides interfibrillaires dans la fibre de chanvre. Quant à elle, la surface de la fibre de coco est revêtue par une couche en cire appelée cuticule [28] qui la rend plus résistante à l'absorption d'eau que la fibre de chanvre à la même température. Pour deux types de fibres étudiées, les teneurs maximales en eau augmentent avec la température. Il est également observé que les paramètres de diffusion dépendent non seulement de la structure de fibre mais également de la température, et ils augmentent avec celle-ci. Cela peut être expliqué par le développement des microfissures sur la surface de fibre ou dans le masse de fibres à humidité et température élevées. L'augmentation de la vitesse de diffusion d'eau avec la température indique l'activation du processus de diffusion à haute température.

Les paramètres du processus de diffusion (D, P et S) dépendent de la température et de l'énergie d'activation et peuvent être décrits en utilisant le modèle d'Arrhenius comme suit [79] :

$$D = D_o \exp\left[\frac{-E_D}{RT}\right] \quad (4.3)$$

$$P = P_o \exp\left[\frac{-E_P}{RT}\right] \quad (4.4)$$

$$S = S_o \exp\left[\frac{-\Delta H_S}{RT}\right] \quad (4.5)$$

où  $D_0$ ,  $P_0$ ,  $S_0$  sont respectivement les constantes pré-exponentielles de diffusion, de perméabilité et de solubilité;

$E_D$  et  $E_P$ , les énergies d'activation apparentes pour la perméation et la diffusion ( $\text{kJ mol}^{-1}$ );

$\Delta H_S$ , la chaleur de solution ( $\text{kJ mol}^{-1}$ );

L'énergie d'activation est nécessaire pour les processus de transfert d'eau dans la fibre alors que les molécules d'eau doivent surmonter les barrières énergétiques établies par le potentiel d'interaction provenant des forces intramoléculaires [127]. Les énergies d'activation pour les processus sont calculées par l'ajustement linéaire de  $\ln D$ ,  $\ln P$  et  $\ln S$  *versus* l'inverse de la température absolue ( $1/T$ ) (figures 49 - 51).

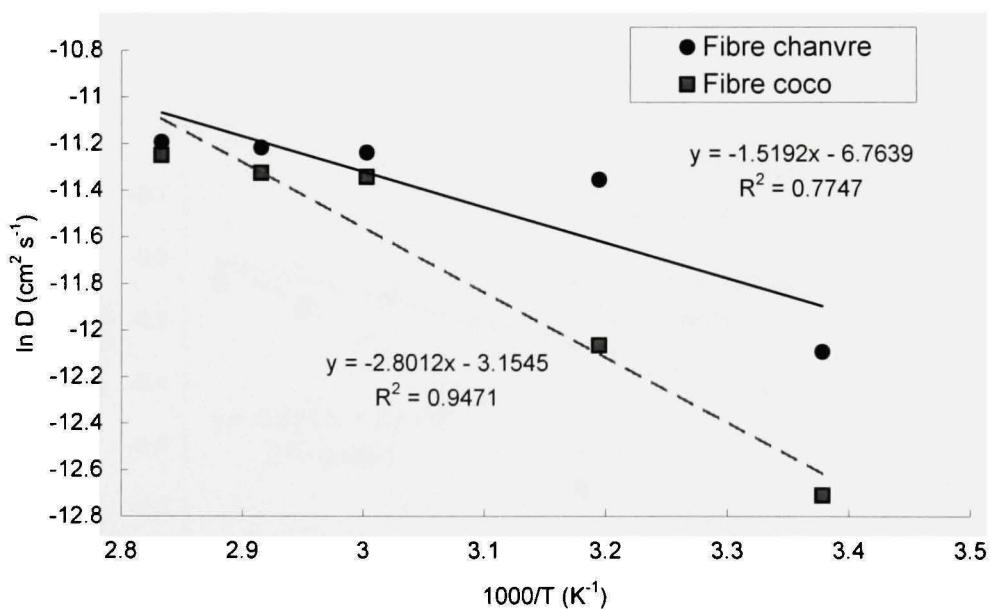


Figure 49 Graphique linéaire de  $\ln D$  *versus* l'inverse de la température

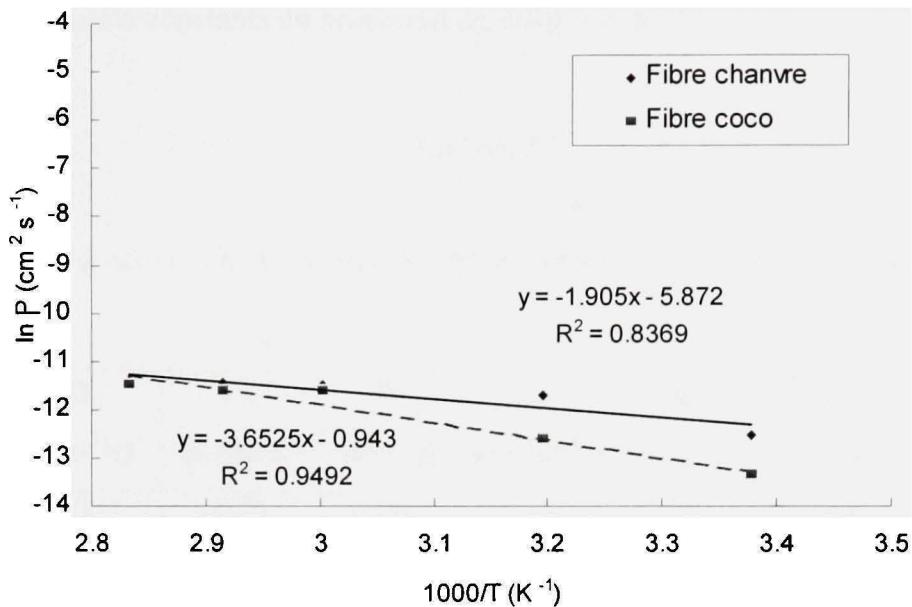


Figure 50 Graphique linéaire de  $\ln P$  versus l'inverse de la température

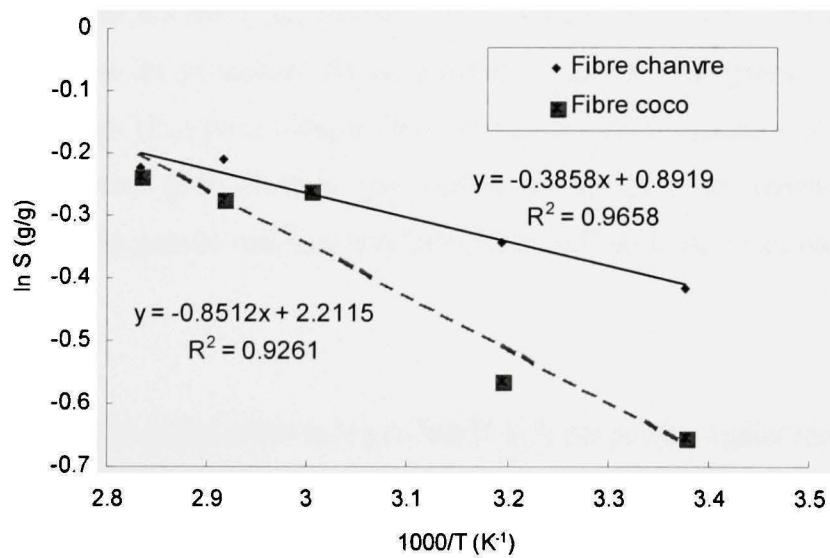


Figure 51 Graphique linéaire de  $\ln S$  versus l'inverse de la température

À partir des graphiques ci-dessus, on peut calculer les valeurs des énergies d'activation et des coefficients constants du processus de diffusion des fibres étudiées (Tableau IX).

Tableau IX

Énergies d'activation et coefficients pré-exponentiels des fibres chanvre et coco

Fibres	$D_0$ ( $\text{cm}^2/\text{s}$ )	$E_D$ ( $\text{kJ/mol}$ )	$P_0$ ( $\text{cm}^2/\text{s}$ )	$E_P$ ( $\text{kJ/mol}$ )	$S_0$ (g/g)	$\Delta H_S$ ( $\text{kJ/mol}$ )	$\Delta S$ ( $\text{kJ/mol}^{\circ}\text{K}$ )
Chanvre	0.001	12.631	0.003	15.838	2.440	3.208	-16.616
Coco	0.043	23.289	0.389	30.367	9.129	7.077	-5.644

Les résultats expérimentaux obtenus montrent que les énergies d'activation de la perméation et de la diffusion de deux fibres sont positives, *i.e.* la diffusion et la perméation d'eau dans les fibres augmentent avec la température [79]. Il est montré que l'énergie d'activation du processus de perméation ( $E_P$ ) est plus grande que celle du processus de diffusion ( $E_D$ ) pour chaque fibre, et que les deux valeurs numériques pour la fibre de coco sont plus élevées que celles de la fibre de chanvre. Ceci est principalement dû à la grande restriction relative en pénétration de l'eau dans la fibre de coco.

La perméabilité  $P$  étant défini comme le produit  $D \times S$ , on obtient également l'équation suivante [79] :

$$E_P = E_D + \Delta H_S \quad (4.6)$$

où  $\Delta H_S$  est l'enthalpie de sorption (kJ/mol). D'autre part, afin d'estimer l'enthalpie et l'entropie de sorption de l'eau, on peut utiliser la relation de Van's Hoff suivante [79] :

$$\ln K_s = \frac{\Delta S}{R} - \frac{\Delta H_s}{RT} \quad (4.7)$$

Et l'énergie libre du système d'eau - fibre est calculée en utilisant l'équation de Gibb [79] comme le suit :

$$\Delta G = \Delta H_s - T\Delta S \quad (4.8)$$

où  $K_s$  est le constant thermodynamique de sorption (dépendant de température) ou le nombre de moles de l'eau absorbé à l'équilibre / masse de la fibre sèche (Mol %);  $\Delta S$ , l'entropie de sorption (kJ/mol.°K);  $T$ , la température (°K);

Les valeurs de  $\Delta S$  et  $\Delta H_s$  calculées par régression linéaire à partir de l'équation 4.7 (figure 52) sont présentées dans le tableau X. On voit que pour les deux fibres la valeur de  $\Delta H_s$  est positive, *i.e.* la solubilité d'eau augmente également avec la température et le processus de l'absorption d'eau par les fibres est endothermique. La chaleur de sorption est plutôt petite, donc la capture d'eau à l'équilibre est faiblement dépendante de la température. Les valeurs de  $\Delta S$  sont négatives et l'énergie libre de l'absorption  $\Delta G$  est positive (tableau X) pour les deux fibres; ceci indique que le processus de l'absorption d'eau dans les fibres est non spontané.

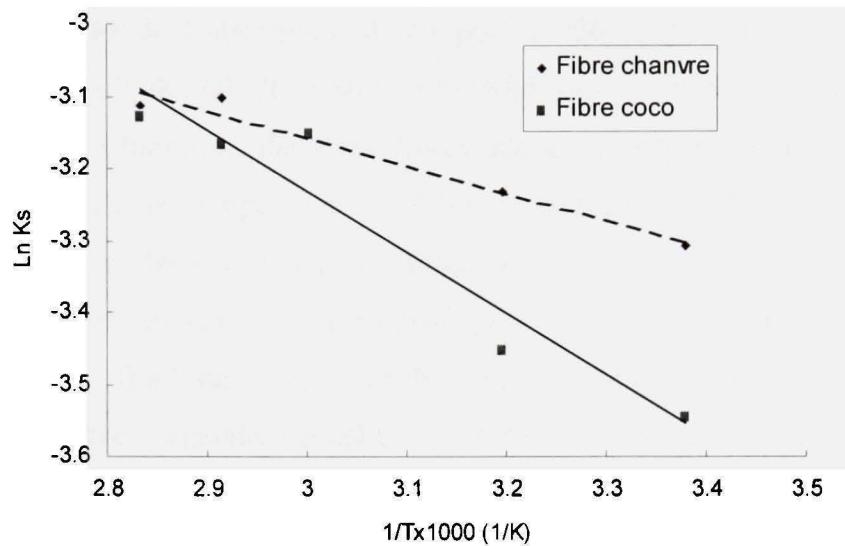


Figure 52 Graphique de  $\ln K_s$  versus l'inverse de la température

Tableau X

Paramètres thermodynamiques comme une fonction de la température pour la sorption d'eau des fibres de chanvre et de coco

Température (°K)	Chanvre		Coco	
	$K_s \times 10^2$	$\Delta G$ (kJ/mol)	$K_s \times 10^2$	$\Delta G$ (kJ/mol)
296	3.7	4921.48	2.9	1677.83
313	3.9	5203.96	3.2	1773.78
333	4.3	5536.28	4.3	1886.66
343	4.5	5702.44	4.2	1943.10
353	4.4	5868.60	4.4	1999.54

#### 4.4. Conclusion

Le comportement de l'absorption d'eau par les fibres de chanvre et de coco aux températures de 22, 40, 60, 70 et 80°C est étudié dans ce chapitre. Comme la diffusion de l'eau et de l'humidité dans les fibres est un processus activé thermiquement, l'augmentation de la température accélère la diffusion de l'eau à court terme et augmente la valeur des coefficients de diffusion. Les deux fibres exposent le modèle de diffusion en deux phases qui est proposé plus tôt pour les systèmes d'eau/laine ou d'eau/polymère. Basé sur l'argument thermodynamique, le processus de diffusion de l'eau dans les fibres végétales est celui de l'absorption endothermique. On trouve que la teneur en eau absorbée par les fibres immergées dans l'eau (100 %RH) augmente avec la température en raison de l'activation par la température. Ce phénomène est l'inverse à celui de l'absorption de l'humidité (de 10 à 90 %RH) qu'on a étudié au chapitre 3, où il y a un échange de l'humidité entre l'air ambiant et la fibre. Quant au cas des fibres immergées dans l'eau comme c'est le cas en étude, l'eau libre s'infiltre dans les micropores des parois cellulaires et les lumens. Une augmentation de la température favorise la diffusion de l'eau dans la fibre. Par contre, il n'y a pas de vaporisation de l'eau absorbée dans la fibre comme dans le cas où la fibre est exposée dans l'air humide.

Nous avons étudié les mécanismes de l'absorption de l'humidité et de l'eau à hautes températures des fibres de chanvre et de coco. Bien entendu, sous l'action de l'humidité et de l'eau à haute température, les propriétés mécaniques de ces fibres se dégradent. Dans le chapitre suivant, l'influence de la température et de l'humidité sur le comportement en traction des fibres de chanvre et de coco sera abordée.

## CHAPITRE 5

### COMPORTEMENT EN TRACTION DES FIBRES DE CHANVRE ET DE COCO AUX DIFFÉRENTES TEMPÉRATURES ET HUMIDITÉS

#### 5.1. Objectif

Dans ce chapitre le comportement mécanique en traction des fibres de chanvre et de coco sous l'action mixte de la température et de l'humidité de l'ambiance seront étudiées en exécution des essais de traction des fibres aux différentes conditions de la température et de l'humidité. Les données expérimentales en traction seront traitées en par l'analyse statistique pour but d'obtenir les valeurs moyennes des propriétés mécaniques en traction des fibres considérées (résistance en rupture, module élastique et déformation en rupture).

#### 5.2. Expérimentations

##### 5.2.1. Préparation des échantillons (voir la partie 2.4, chapitre 2)

##### 5.2.2. Conditionnement des échantillons

Avant de faire les essais de traction, les échantillons sont conditionnés aux températures de 22, 40, 50, 70, 80°C et aux humidités variées de 0, 15, 25, 50, 65, 80 et 100% RH (dans l'eau).

- Pour conditionner les échantillons aux humidités de 0, 15, 25, 65 et 80 %RH avec températures 22, 40, 50°C, ceux-ci à l'état anhydride sont mises dans une chambre environnementale où la température et l'humidité désirée est contrôlée

régulièrement pendant 48 heures (pour l'atteint de l'état équilibre). La méthodologie de conditionnement et le fonctionnement de la chambre environnementale est décrite dans la partie 2.5, chapitre 2.

- À l'humidité ambiante et dans l'eau, on a utilisé la chambre thermique et un bain de saline montés directement sur la machine à traction pour contrôler la température de l'air et de l'eau au cours de faire l'essai en traction (voir la partie 2.4, chapitre 2). Tous les essais de traction sont effectués dans l'atmosphère ambiant avec la chambre thermique et dans l'eau avec le bain de saline aux températures contrôlées de 22, 40, 50, 70 et 80°C.

### **5.2.3. Essais de traction**

Pour les essais de traction, le lecteur peut se référer à la partie 2.4 du chapitre 2. Dans les conditions d'humidité (0, 15, 25, 65 et 80 % RH) et de température de 22, 40, 50°C, certaines précautions doivent être prises. Aussitôt sortis de la chambre environnementale, les échantillons sont rapidement emballés dans un sac plastique fermé pour éviter l'influence de l'humidité ambiante, puis montés toute de suite sur la machine à traction pour l'essai en traction.

Les essais de traction à l'atmosphère ambiante et dans l'eau aux différentes températures sont effectués directement dans la chambre thermique et le bain de saline. Avant de faire l'essai en traction dans l'eau, les échantillons sont immergés dans l'eau distillée au moins 15 min. à la température nécessaire pour atteindre à l'équilibre. Pour chaque condition environnementale d'essai, on utilise 20 échantillons pour la fibre de coco et 30 échantillons pour la fibre de chanvre.

### 5.3. Résultats expérimentaux et discussions [128]

Il est bien connu que les propriétés mécaniques des fibres végétales dépendent de plusieurs facteurs tels que sa composition, l'angle microfibrillaire, la dimension de cellule, l'origine de la fibre et les conditions de l'environnement, etc. [2]. En général, la résistance à la rupture en traction et le module d'élasticité de la fibre augmentent avec la teneur de cellulose et les dimensions de cellule, le petit angle spiral tandis que l'elongation à la rupture diminue. Les fibres de chanvre ont des valeurs plus élevées pour la teneur de cellulose et le rapport L/D que celles des fibres de coco. Au contraire, l'angle microfibrillaire est plus petit chez les fibres de chanvre (voir partie 1.2.2, chapitre 1). Par conséquent, leur résistance à la rupture et leur module de Young sont plus élevés et l'allongement à la rupture plus faible.

#### 5.3.1. À l'humidité ambiante (50 %RH) et aux températures variées

Les valeurs expérimentales obtenues pour les propriétés en traction des fibres de chanvre et de coco aux différentes températures sont présentées dans le Tableau XI. Cela montre une dispersion significative des propriétés mécaniques telles que la résistance et l'allongement à la rupture ainsi que le module de Young de ces fibres comme pour la plupart de fibres cellulosiques naturelles. Cette dispersion est due autant à leur haute irrégularité au niveau de la géométrie qu'à leurs propriétés intrinsèques entre les fibres et dans une même fibre. On utilise donc la distribution statistique de Weibull pour calculer les valeurs moyennes et la déviation standard (S.D) des propriétés en traction de ces fibres (voir le détail dans la partie 2.4, chapitre 2). Les figures 53 et 54 présentent quelques exemples des graphiques de la distribution de Weibull des fibres de chanvre et de coco.

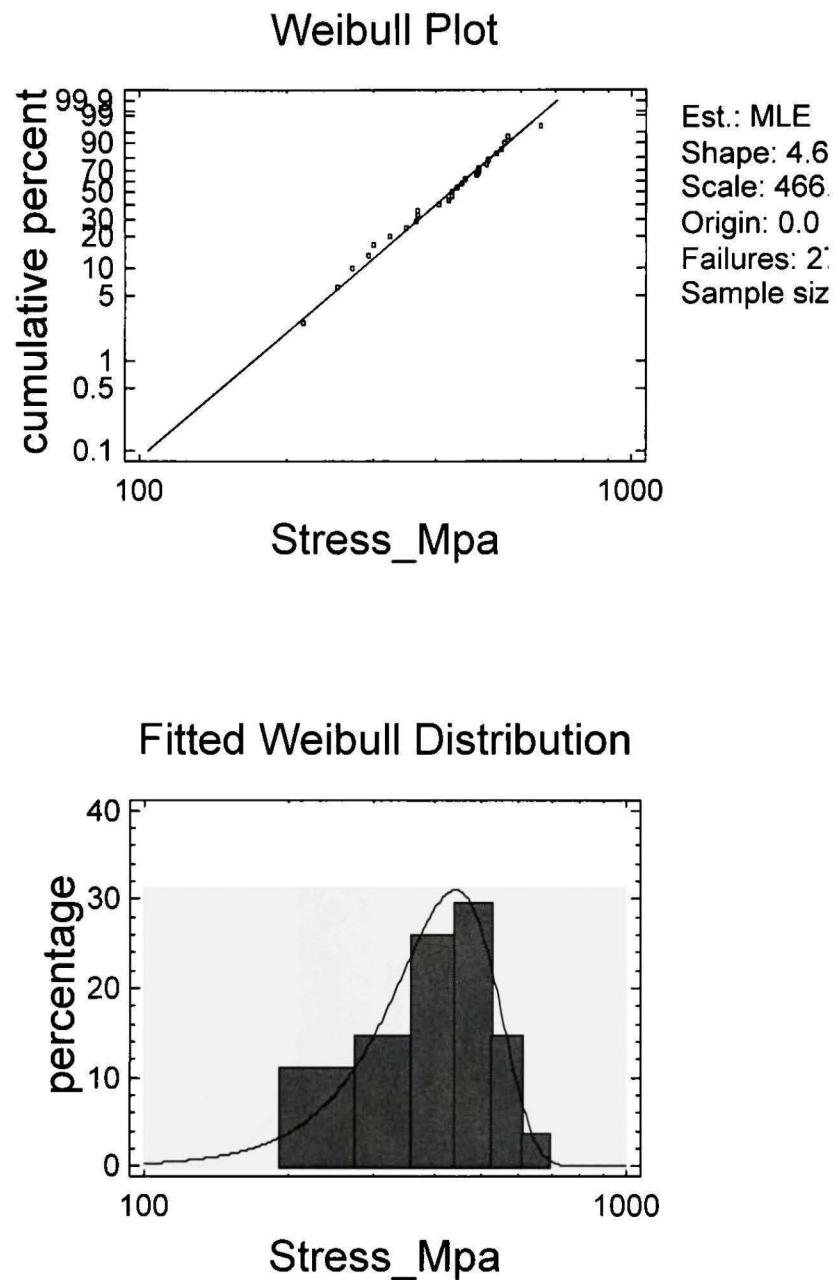


Figure 53 Graphique de Weibull de la résistance en traction à la rupture des fibres de chanvre à 50 %RH et 22°C

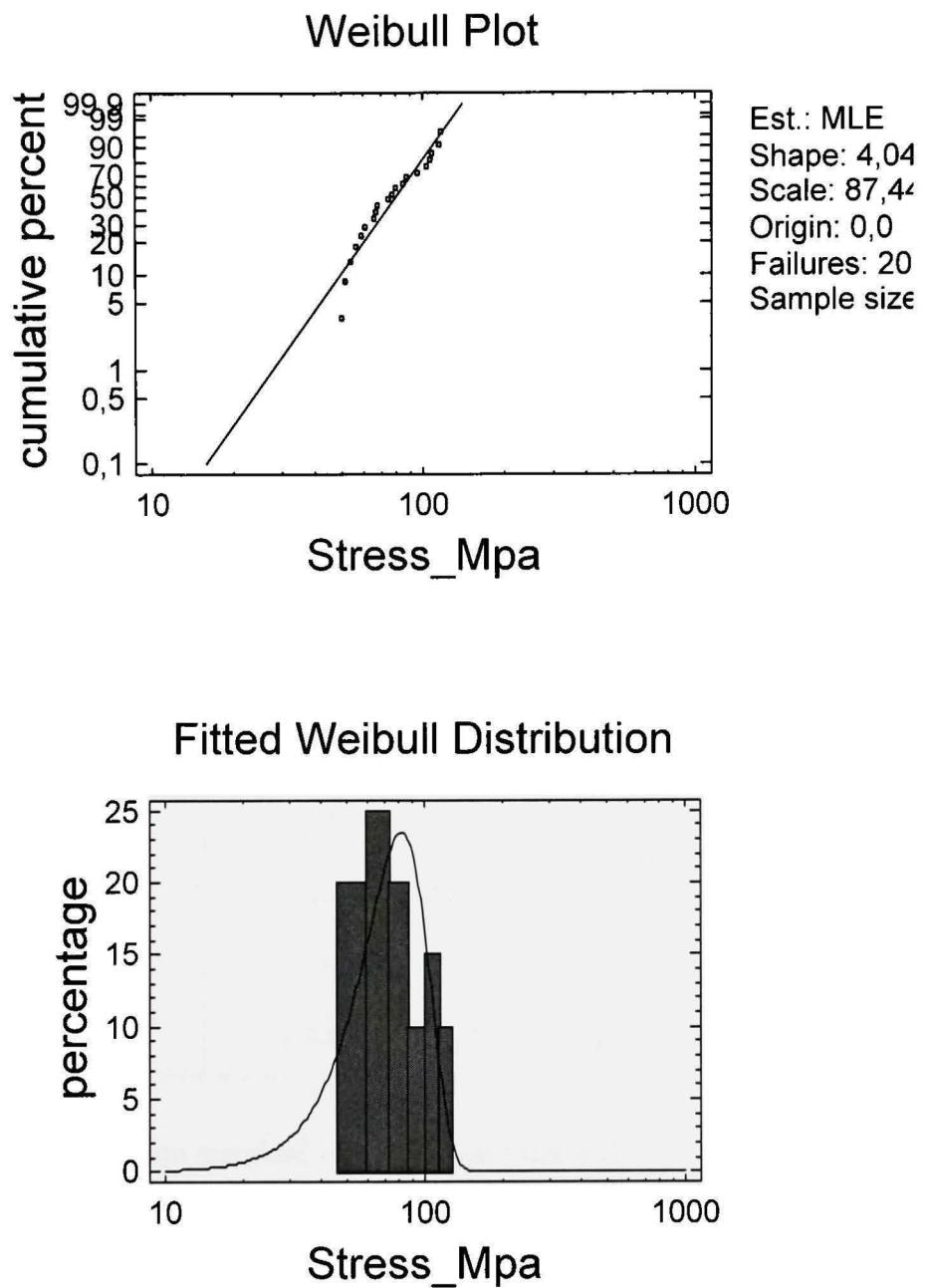


Figure 54 Graphique de Weibull de la résistance en traction à la rupture des fibres de coco à 65 %RH et 22oC

Tableau XI

Propriétés mécaniques en traction des fibres de chanvre et de coco dans l'atmosphère ambiante (50% RH) aux différentes températures

Fibres	Température (°C)	Module de Weibull (m)	Résistance en traction $\sigma_{avg}$ (MPa)	Module d'élasticité E (GPa)	Allongement à rupture $\epsilon$ (%)
Chanvre	22	3.98	466.546 (85.4)*	46.11 (16)*	1.1 (0.4)*
	40	1.82	443.539 (82.4)	44.29 (15)	0.9 (0.4)
	60	2.54	205.399 (46.5)	30.05 (5.3)	0.7 (0.25)
	70	2.86	371.518 (81.8)	38.3 (11.4)	0.9 (0.4)
	80	2.96	235.028 (76.3)	31.3 (10.1)	0.9 (0.3)
Coco	22	2.66	92.414 (25.2)	3.56 (1.1)	16.4 (6.7)
	40	2.27	78.802 (22.1)	3.28 (1.4)	14.5 (4.3)
	60	3.44	68.541 (19.7)	2.45 (0.6)	11.3 (5.5)
	70	1.98	73.575 (14.4)	3.28 (1.1)	11 (3.5)
	80	4.84	62.448 (12.2)	2.42 (1.1)	13.6 (4.9)

(\* les valeurs de déviation standard sont entre parenthèses)

Nos valeurs expérimentales sont légèrement plus basses que celles de la résistance à la rupture en traction des fibres de chanvre et de coco dans les références [2, 25], testées à l'humidité et la température ambiantes. Cette différence a pour cause : les fibres obtenues des sources différentes, les conditions d'essai différentes et les défauts (fissures) de la fibre cellulosique. Ceux-ci pourraient être aussi la raison pour la grande dispersion des valeurs des propriétés en traction des fibres étudiées.

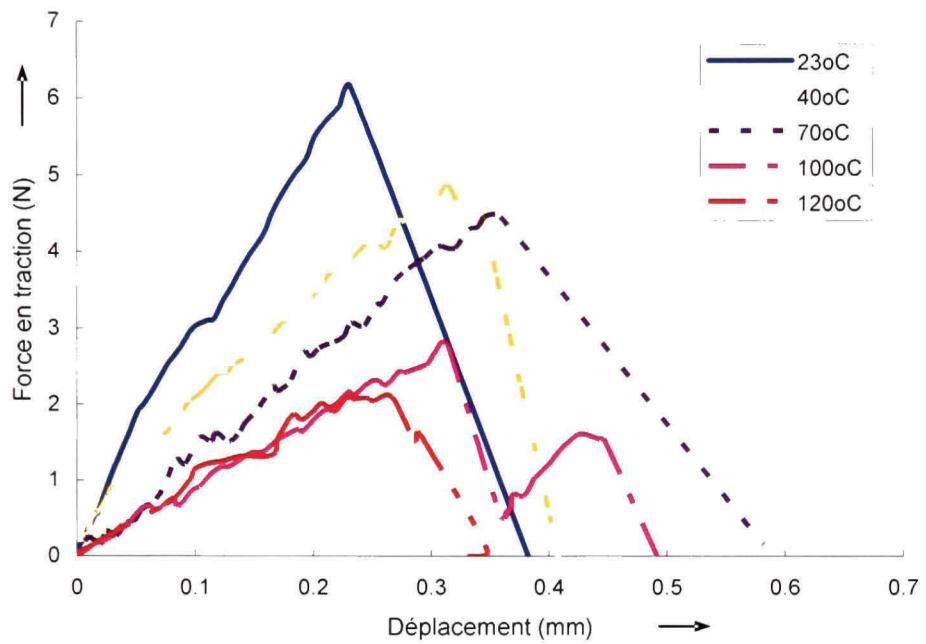
Les résultats obtenus montrent que, dans une même condition expérimentale, les fibres de chanvre ont des valeurs plus élevées que celles de fibres de coco pour la résistance en traction et le module d'élasticité. La cause réside dans leur plus haute teneur de cellulose (voir partie 1.2.2, chapitre 1). D'autre part, les fibres de coco avec leur plus haute teneur de lignine ont une élongation à la rupture plus élevée que celle de fibres de chanvre.

La figure 55 montre aussi que les courbes de contrainte - déformation en traction de la fibre de chanvre sont escarpées et presque linéaires sauf dans la région proche du point de rupture. Ce qui suppose que cette fibre soit fragile (cassante). Au contraire, celles de la fibre de coco (figure 56) démontrent le comportement d'un matériau tenace et élastique, caractérisé par une région viscoélastique prédominante et une grande élongation à la rupture. En effet, il est trouvé que le module élastique de la fibre de chanvre à 22°C est 13 fois plus grand que celui de la fibre de coco. Le ratio entre la résistance de la fibre de chanvre et de coco est 5, le ratio de l'allongement est 0.07. Il est connu que les propriétés en traction des fibres végétales augmentent avec l'augmentation de sa teneur en cellulose et sa dimension cellulaire, et diminuent avec l'augmentation de l'angle microfibrillaire de la fibre.

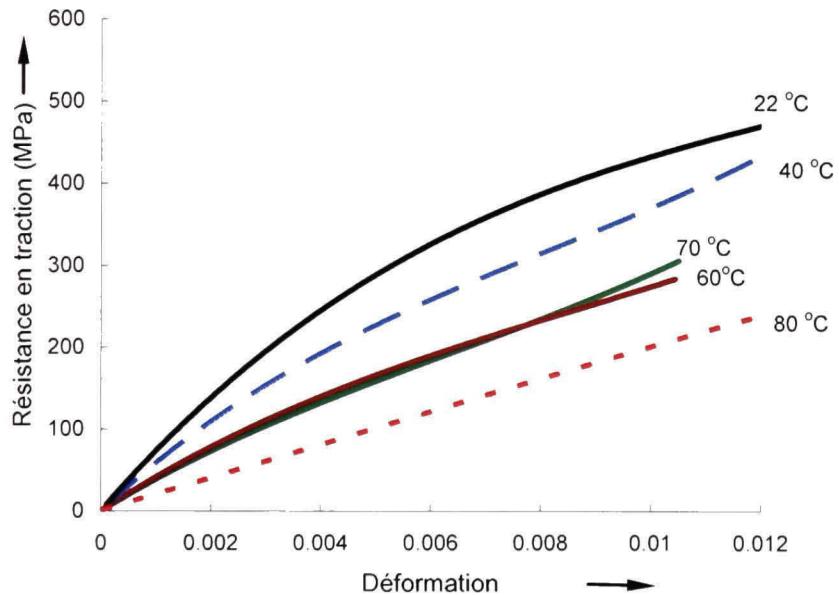
L'influence de température sur les propriétés mécaniques en traction des fibres considérées est évaluée en notant les changements des paramètres élastiques. La pente descendante des courbes de contrainte - allongement avec l'augmentation de la température reflète une réduction du module d'élasticité des fibres. Dans l'air ambiant, la résistance ultime en traction est également réduite sous l'influence de la température. Pour les fibres de chanvre, la résistance en traction et le module de Young réduisent de 466.5 MPa (à 23°C) à 235.03 MPa (à 80°C) et de 46.1 GPa à 31.3 GPa respectivement. Pour les fibres en coco, la résistance et le module de Young réduisent de 92.4 MPa (à 23°C) à 62.4 MPa (à 80°C) et de 3.6 GPa à 2.4 GPa, respectivement. Il n'y a pas de changement considérable dans l'élongation à la rupture selon la température pour les

deux fibres. D'une part, cette diminution des propriétés en traction des fibres peut l'être en raison de l'adoucissement des chaînes de cellulose à la haute température, qui permet aux molécules cellulosiques plus libres de glisser les une sur autres sous une basse tension [129]. La différence de coefficients d'expansion thermiques des constituants de la fibre serait l'autre raison.

Les fibres naturelles comme les fibres de coco et de chanvre sont composées de constituants différents tels que cellulose, hémicellulose, lignine et la pectine. Les coefficients d'expansion thermique de ces composants sont différents. Aux plus hautes températures ces différences deviennent plus grandes provoquant ainsi un décalage (chevauchement) entre les diverses composantes et créant par conséquent des espaces vides ou fissures. De plus, il se crée des cavités et lacunes dans les fibres en raison de la réduction, à température élevée, de la teneur d'humidité et des volatiles présentes dans les fibres [129].

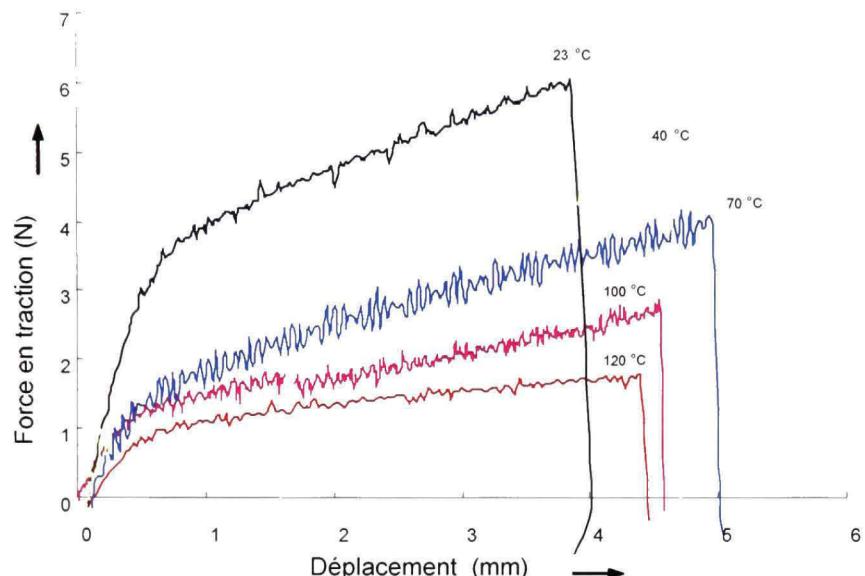


a)

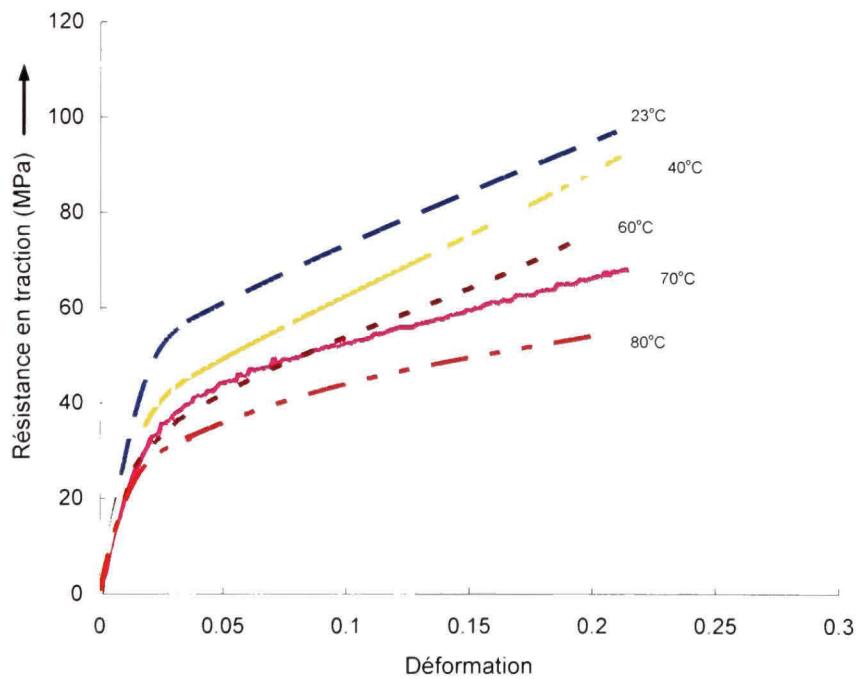


b)

Figure 55 Courbes de force – déplacement (a) et de résistance – déformation (b) des fibres de chanvre à l'humidité ambiante et aux températures variées



a)



b)

Figure 56 Courbes de force – déplacement (a) et de résistance – déformation (b) des fibres de coco à l’humidité ambiante et aux températures variées

### **5.3.2. Dans l'eau (100% RH) et aux températures variées**

Il est connu que l'eau peut pénétrer le réseau de cellulose de la fibre par les capillaires, les espaces entre les fibrilles et les secteurs moins attachés des fibrilles. Elle peut elle-même s'attacher par liaison chimique aux groupes –OH dans les molécules de cellulose. Cette action permet aux molécules de cellulose de se déplacer plus librement; par conséquent la masse de cellulose est ramollie et peut changer de forme plus facilement avec une application d'une force [92].

Les valeurs expérimentales des propriétés en traction des fibres de chanvre et de coco immergées dans l'eau aux différentes températures sont présentées dans le tableau XII.

Les figures 57 - 58 démontrent qu'à une température constante, la pente des courbes de contrainte – déformation de deux fibres étudiées immergées dans l'eau est plus faible que celle dans l'air ambiant (50%RH).

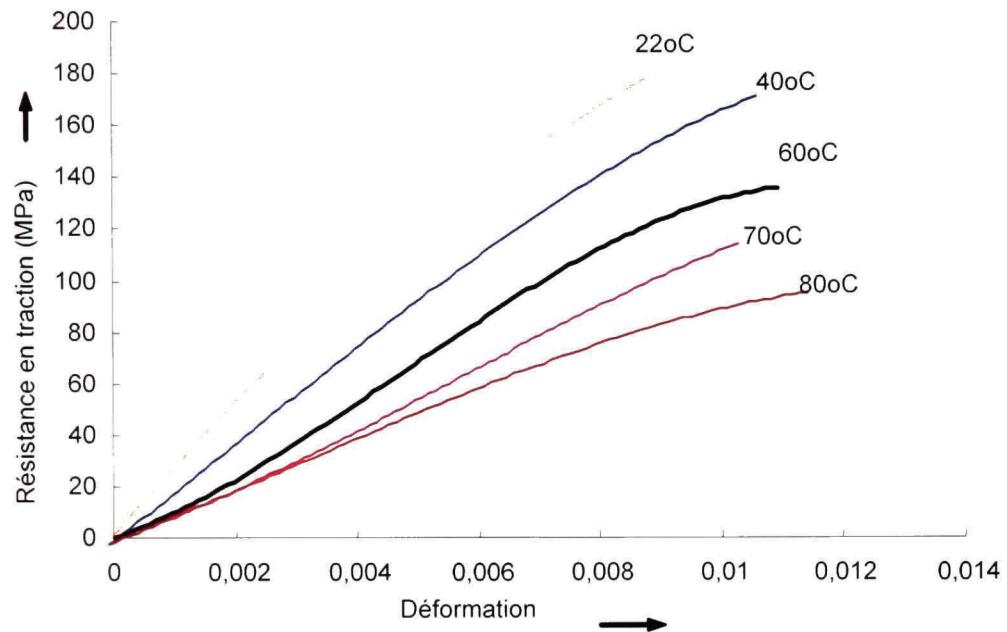


Figure 57 Courbes de résistance en traction – déformation des fibres de chanvre immergées dans l'eau aux températures variées

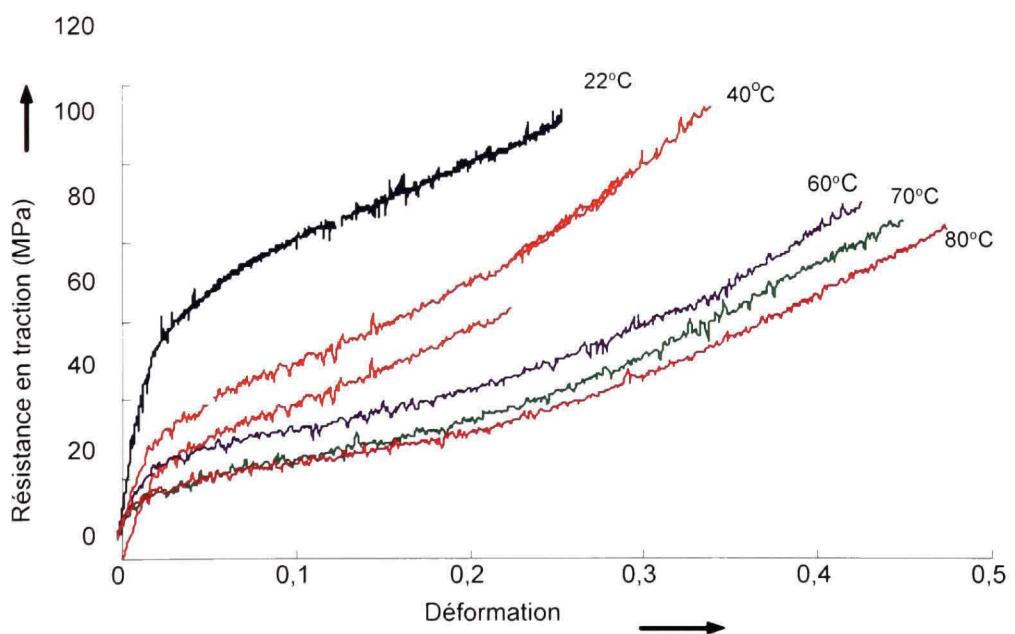


Figure 58 Courbes de résistance en traction – déformation des fibres de coco immergées dans l'eau aux températures variées

Les figures 59 – 62 indiquent la tendance de réduction des propriétés mécaniques en traction des fibres étudiées en fonction de la température dans l'air ambiant (50% RH) et dans l'eau (100% RH).

Tableau XII

Propriétés mécaniques en traction des fibres de chanvre et de coco dans l'eau  
aux différentes températures

Fibres	Température (°C)	Module Weibull m	Résistance en traction (MPa)	Module d'élasticité E (GPa)	Allongement à rupture ε (%)
Chanvre	22	2.89	158.877 (40.5)*	17.65 (5.2)*	0.9 (0.3)*
	40	3.15	151.234 (46.4)	13.97 (6.1)	1.1 (0.3)
	60	2.26	109.670 (45.4)	10.92 (3.5)	1.0 (0.3)
	70	3.23	113.063 (34.1)	10.28 (3.5)	1.1 (0.4)
	80	2.71	99.618 (34.7)	10.22 (4.2)	1.1 (0.4)
Coco	22	2.85	88.622 (23.2)	2.5 (0.6)	20.2 (7)
	40	3.97	88.653 (22.6)	1.14 (0.3)	36.5 (6)
	60	2.96	81.667 (17.1)	0.99 (0.4)	35.7 (7)
	70	4.92	75.950 (15.5)	0.93 (0.4)	39.7 (5)
	80	4.56	72.212 (14.2)	0.84 (0.1)	39.3 (9)

(\* les valeurs de déviation de standard sont entre parenthèses)

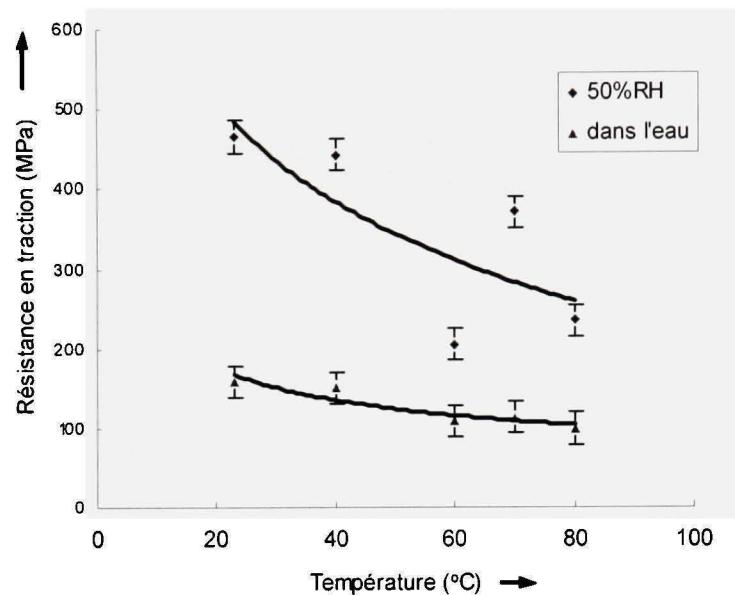


Figure 59 Courbes de résistance en traction *versus* la température pour fibres de chanvre dans l'air ambiant (50 %RH) et dans l'eau

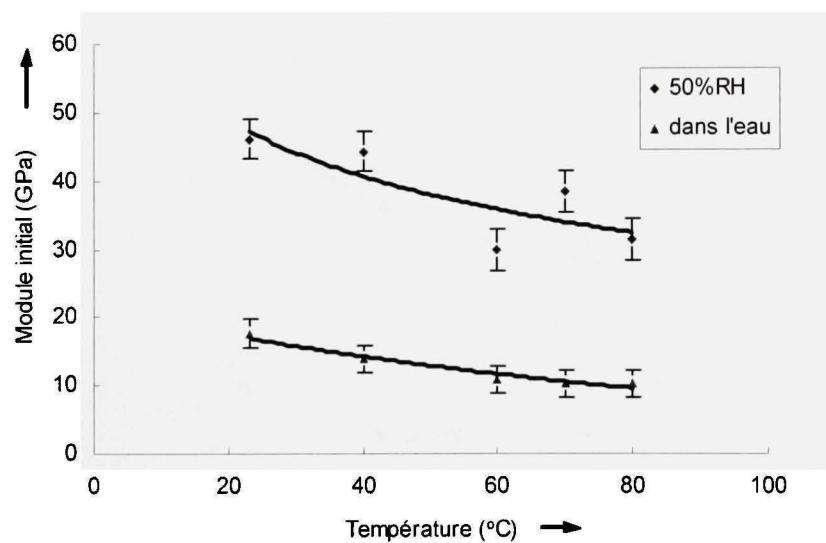


Figure 60 Courbes de module d'élasticité versus température pour fibres de chanvre dans l'air ambiant (50 %RH) et dans l'eau

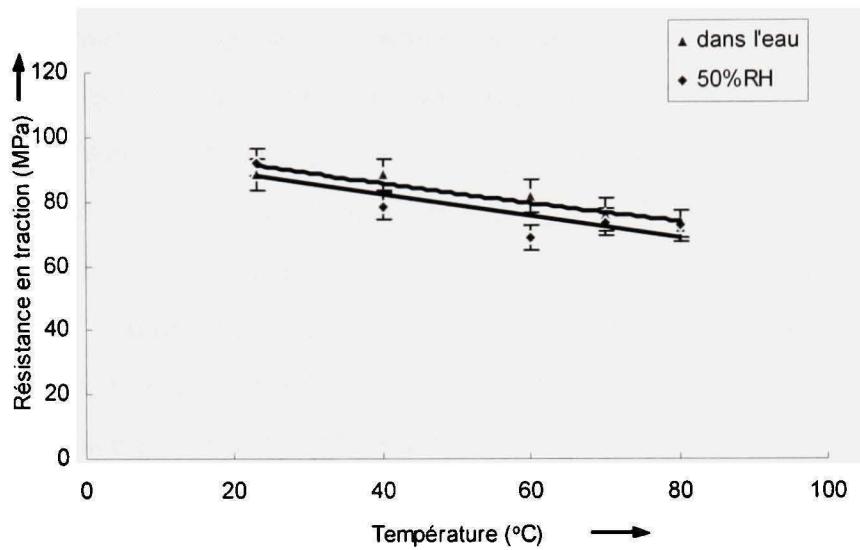


Figure 61 Courbes de résistance en traction *versus* température pour fibres de coco à l'humidité ambiante (50 %RH) et dans l'eau

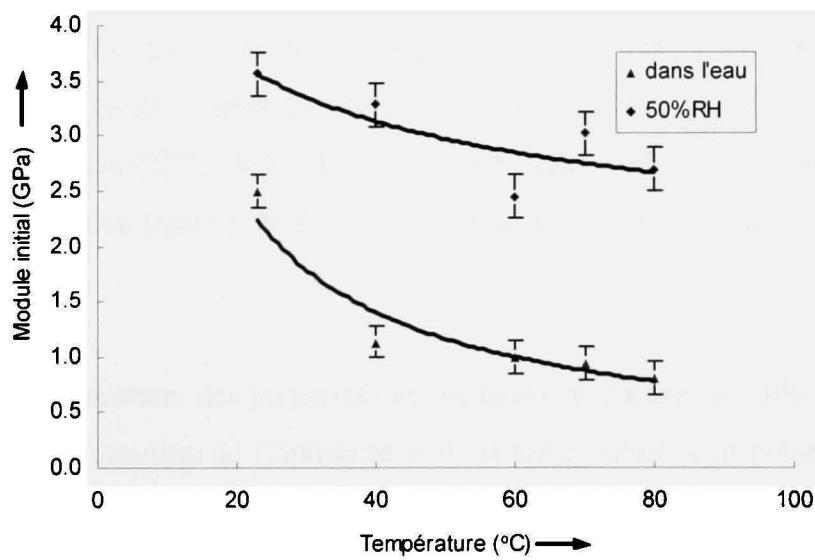


Figure 62 Courbes de module d'élasticité *versus* température pour fibres de coco à l'humidité ambiante (50 %RH) et dans l'eau

Pour les fibres de chanvre, les résultats obtenus indiquent que dans l'eau l'influence de la température sur ses propriétés en traction est moins importante que dans l'atmosphère ambiant. Il est observé que dans l'eau, les propriétés en traction de fibres de chanvre sont considérablement réduites pendant que l'allongement à la rupture est légèrement augmenté en raison de la plastification de l'eau absorbée par les fibres. Pour le cas de fibres de coco immergées dans l'eau, le module de Young et la résistance en traction diminuent avec l'augmentation de la température. Cependant, l'influence de l'eau sur la résistance en traction de fibres de coco à court terme aux différentes températures n'est pas évidente grâce à la couche cireuse sur sa surface de fibre. Par contre, l'allongement à la rupture augmente considérablement avec la température (de 20.2 % dans l'eau à 23°C à 39.3 % à 80°C) à cause de la région amorphe de lignine de la fibre.

### **5.3.3. Aux humidités et températures variées**

Suite aux expériences dans l'ambiance (RH = 50%) et dans l'eau (RH = 100%), d'autres essais dans les différentes conditions ambiantes (RH = 0%, 25%, 65% et 80%) sous trois températures (22°C, 40°C et 50°C) furent réalisés afin de compléter le réseau global des propriétés en traction de deux fibres étudiées en fonction de l'humidité et de la température.

Les résultats expérimentaux des propriétés mécaniques en traction des fibres de chanvre et fibres de coco en fonction de l'humidité et de la température sont présentés dans les figures 63, 64 et dans l'annexe 3.

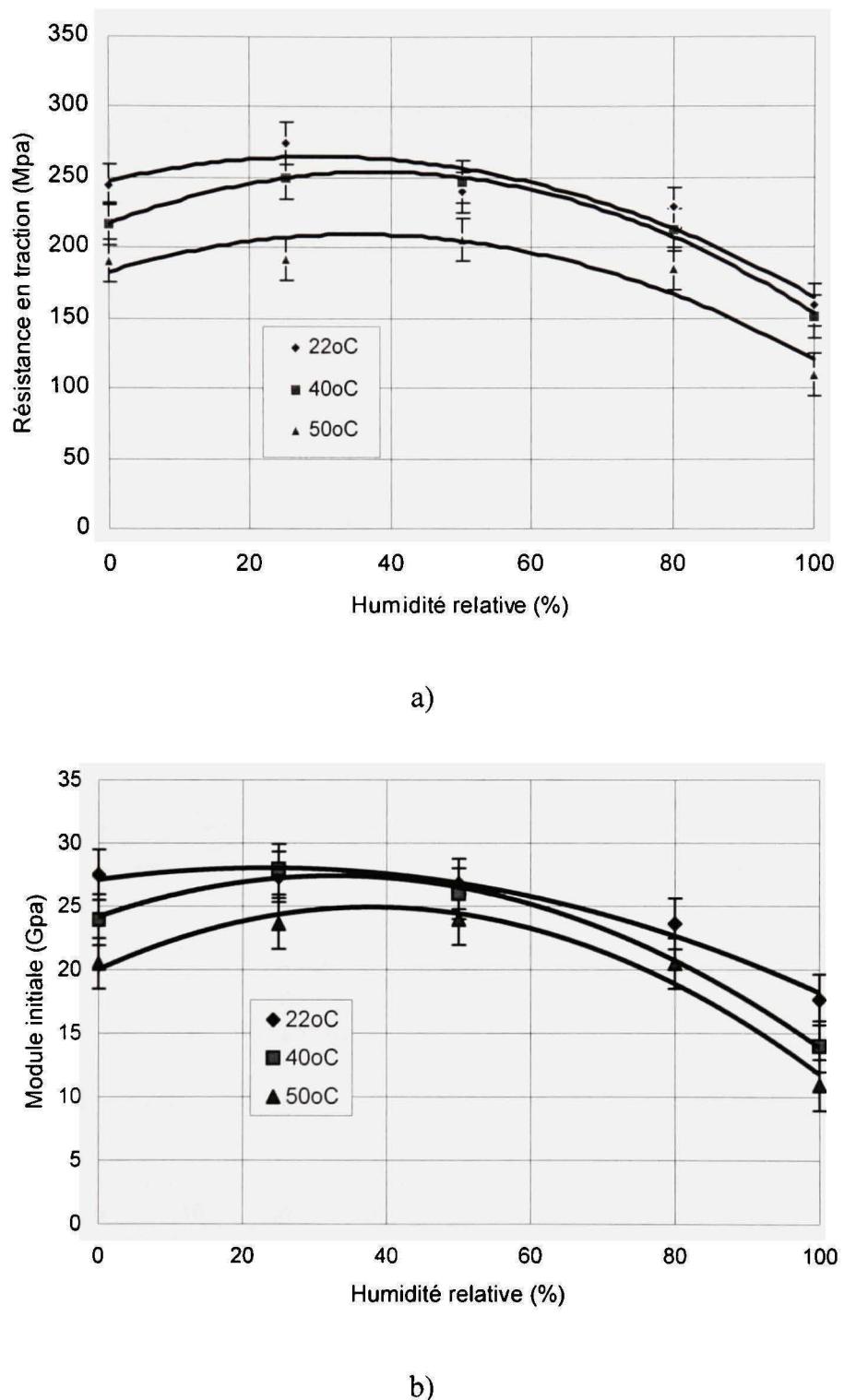


Figure 63 Résistance en traction (a) et module initiale (b) des fibres de chanvre aux différentes températures et humidités

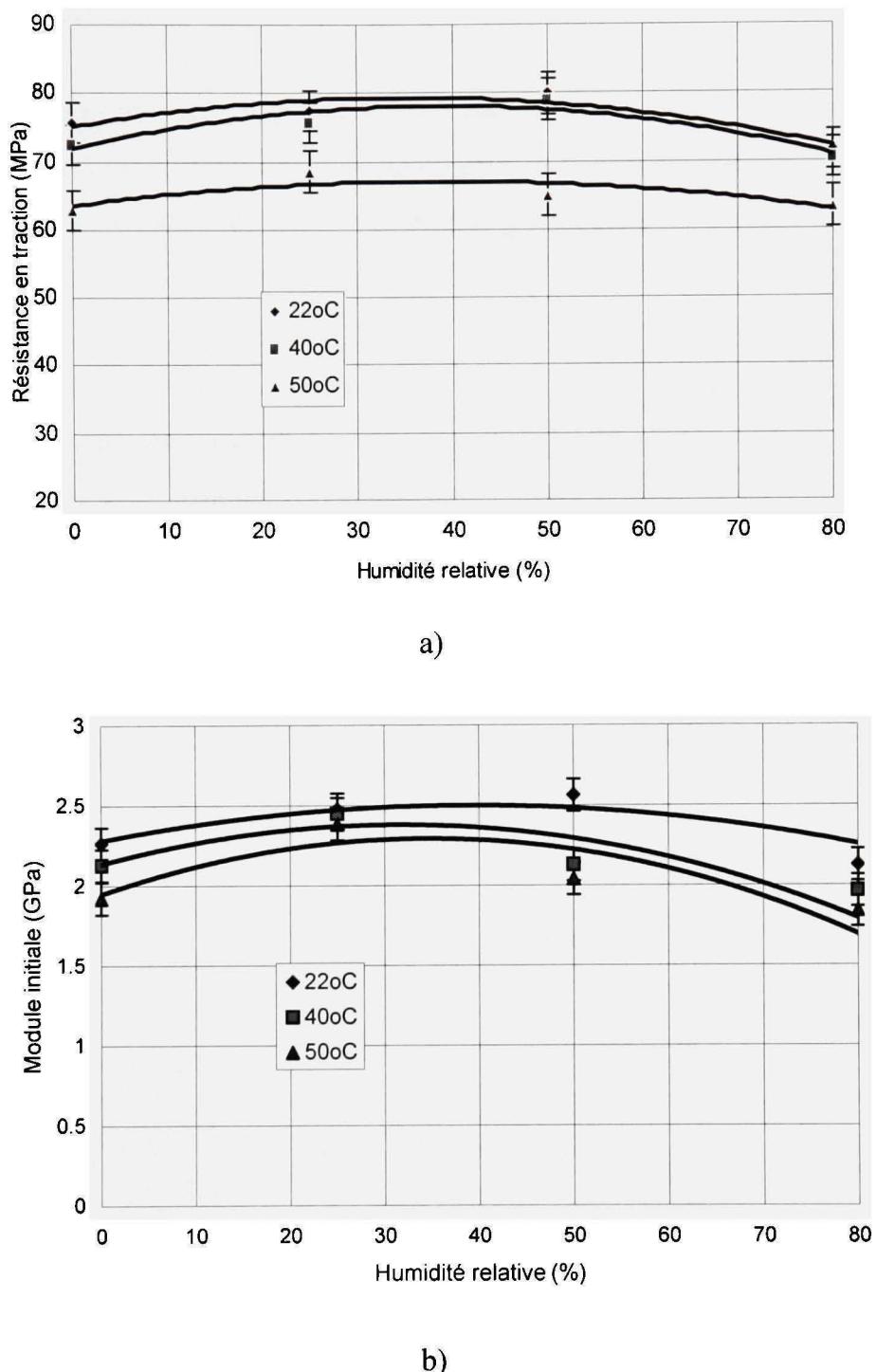


Figure 64 Résistance en traction (a) et module initiale (b) des fibres de coco aux différentes températures et humidités

#### **5.4. Conclusion**

Les résultats expérimentaux obtenus par les essais de traction aux différentes conditions ambiantes (humidité, température) démontrent que l'humidité (RH = 50% et plus) affaiblit les propriétés en traction (la résistance à la rupture et le module d'élasticité) des deux fibres de chanvre et de coco.

Il est également observé que la température réduit la résistance en traction ainsi que le module d'élasticité de ces fibres. Par conséquent, le couplage des deux agents environnementaux affaiblit davantage ces propriétés mécaniques.

## CHAPITRE 6

### PRÉDICTION DU COMPORTEMENT EN TRACTION DES FIBRES DE CHANVRE ET DE COCO

#### 6.1. Introduction

Il existe plusieurs méthodes différentes utilisées pour l'évaluation et la prédiction du comportement mécanique des matériaux subis aux conditions hygrothermiques de l'environnement. Le choix de l'une ou l'autre méthode dépend du besoin et des conditions de l'expérimentation telles que l'équipement, le temps et le budget disponibles. Plusieurs recherches sur le comportement hygrothermique des matériaux composites, du bois ou de la fibre de bois [19, 82, 130-133] ont eu recours à la méthode analytique pour déterminer les propriétés mécaniques de ces matériaux sous l'effet de l'environnement. En général, l'utilisation de la méthode analytique basant sur l'analyse micromécanique de la fibre ou du composite considéré donne des résultats relativement précis, mais elle rencontre aussi des difficultés inévitables. Cela exige la détermination des variables et des coefficients des propriétés mécaniques de chaque constituant de la fibre (cellulose, lignine et hémicellulose). Ces informations peuvent être obtenues expérimentalement par l'exécution des tests à chaque condition environnementale visée. Les tests seront longs, complexes et coûteux. En plus, le phénomène de couplage du transfert de la température et de l'humidité dans un matériau poreux et anisotropique comme les fibres végétales est très complexe et difficilement maîtrisable.

Dans ce chapitre nous allons utiliser les méthodes semi empirique et de réseaux de neurones afin de prédire le changement du comportement en traction des fibres de chanvre et de coco sous l'action mixte de la température et de l'humidité de l'ambiance.

## 6.2. Méthode semi empirique

À cause du mécanisme complexe de la diffusion couplée de l'humidité et la température dans le matériau poreux, de la variabilité des propriétés physiques et mécaniques des fibres végétales, il est très difficile en pratique d'obtenir une relation exacte pour prédire le changement du comportement thermo-hygromécanique de la fibre. Généralement, les propriétés du matériau dans certaines conditions environnementales sont obtenues par les essais expérimentaux. Toutefois, l'étendue des paramètres environnementaux est trop large et cela exige de nombreux essais coûteux. Ainsi, dans les conditions contraignantes, on peut faire appel à la méthode semi-empirique pour évaluer les effets hygrothermiques de l'environnement sur le comportement mécanique des matériaux composites en général, et des fibres naturelles en particulier.

### 6.2.1. Dans l'air ambiant

La procédure d'évaluation des effets environnementaux (température et humidité) sur le comportement en traction des fibres de chanvre et de coco est effectuée selon le schéma suivant (figure 65) :

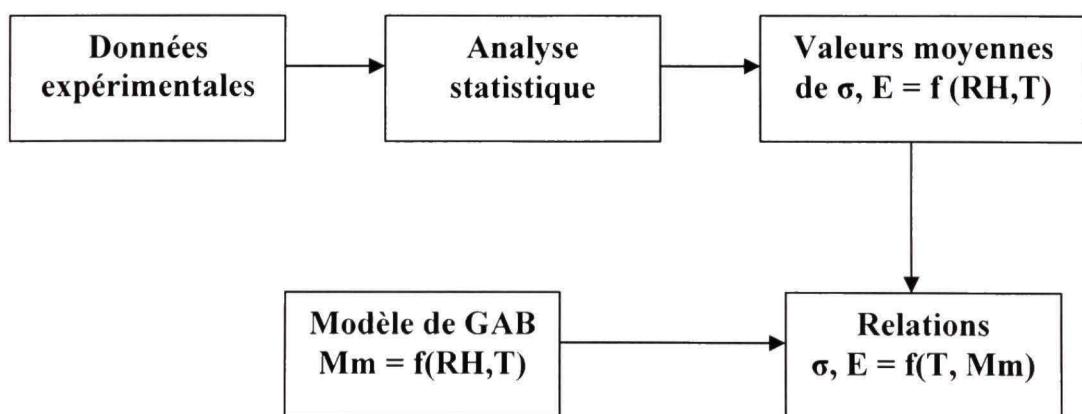


Figure 65 Schéma de la procédure semi empirique pour la prédition des effets de la température et de l'humidité sur le comportement en traction des fibres

- Étape 1 : à partir des données expérimentales en traction, les valeurs moyennes de la résistance en traction et du module élastique des fibres (voir l'annexe 3) sont obtenues en utilisant la distribution de Weibull (la partie 2.4 du chapitre 2);
- Étape 2 : en remplaçant les coefficients déterminés du modèle de GAB (tableau V) dans l'équation 1.13, la teneur maximale en humidité ( $M_m$ ) des fibres de chanvre et de coco à une température considérée est déterminée par l'application du modèle de GAB (tableau XIII) ;
- Étape 3 : en combinaison des données expérimentales de la résistance de du module initiale obtenues par la première étape et des données théoriques de la teneur en humidité obtenues par la deuxième étape, les relations entre les propriétés en traction des fibres et le couple de température (T)-humidité (via  $M_m$ ) sont établies en utilisant le logiciel de « LABFit Curve Fitting Version 7.2.42 ».

Les résultats expérimentaux indiquent que, d'une part, l'augmentation de la température fait réduire la résistance en traction et le module élastique des fibres. Les relations entre ces propriétés en traction et la température peuvent s'exprimer comme une fonction de puissance, linéaire ou exponentielle. D'autre part, l'humidité absorbée dans les fibres provoque le changement de leur comportement mécanique. Les données expérimentales en traction des fibres montrent également la réduction non linéaire ses propriétés en traction lors de l'augmentation de la teneur en humidité à l'équilibre ( $M_m$ ). Par conséquent, la relation ci-dessus pourrait être décrite par une fonction exponentielle. Le coefficient de corrélation  $R^2$  détermine le choix de l'équation la plus appropriée du modèle.

Tableau XIII

Valeurs de la teneur en humidité des fibres aux différentes températures  
(Selon le modèle de GAB)

Température	Humidité relative (% RH)	Teneur en humidité Mm (g/g)	
		Chanvre	Coco
22°C	0	0	0
	15	0.038	0.033
	25	0.050	0.045
	50	0.080	0.074
	65	0.110	0.102
	80	0.168	0.154
40°C	0	0	0
	15	0.026	0.026
	25	0.034	0.036
	50	0.057	0.06
	65	0.081	0.085
	80	0.133	0.136
50°C	0	0	0
	15	0.018	0.021
	25	0.024	0.03
	50	0.040	0.053
	65	0.057	0.076
	80	0.096	0.125

En supposant que le volume du matériau soit constant, les relations entre les propriétés en traction des fibres et la température ainsi que la teneur en humidité peuvent être exprimées par les équations suivantes :

- **Pour les fibres de coco** (figures 66, 67) :

*Résistance en traction :*

$$\sigma(T, M_m) = a_1 \exp(b_1 M_m)(c_1 + d_1 T) \quad (6.1)$$

où  $\sigma$  (T,  $M_m$ ) est la résistance en traction des fibres à l'état humide;  $M_m$  est la teneur en humidité à l'équilibre des fibres (g/g) suivante le modèle de GAB,  $M_m \leq 1$ ; T est la température ( $^{\circ}$ C).  $a_1$ ,  $b_1$ ,  $c_1$  et  $d_1$  sont les coefficients du matériau,  $b_1$  et  $d_1 \leq 0$ .

Les valeurs des coefficients obtenues sont suivantes :

$$a_1 = 8.714; \quad b_1 = 0.2; \quad c_1 = 0.97; \quad d_1 = 0.049; \quad R^2 = 0.792$$

( $R^2$  : le coefficient de corrélation)

*Module élastique :*

$$E(T, M_m) = a_2(b_2 + c_2 T) \exp(d_2 - e_2 M_m) \quad (6.2)$$

où E (T,  $M_m$ ) est le module élastique des fibres à l'état humide;

$a_2$ ,  $b_2$ ,  $c_2$ ,  $d_2$  et  $e_2$  sont les constantes du matériau,  $c_2$  et  $d_2 \leq 0$ .

Les valeurs des coefficients obtenues sont suivantes :

$$a_2 = 2.74; \quad b_2 = 1.07; \quad c_2 = 0.006; \quad d_2 = 0.027; \quad e_2 = 0.994; \quad R^2 = 0.842$$

- **Pour fibres de chanvre** (figures 68, 69) :

*Résistance en traction :*

$$\sigma(T, M_m) = a_3 \exp(b_3 M_m)(c_3 + d_3 T) \quad (6.2)$$

Les valeurs des coefficients obtenues sont suivantes :

$$a_3 = 29.812; \quad b_3 = -0.317; \quad c_3 = 10.679; \quad d_3 = -0.086; \quad R^2 = 0.819$$

Module élastique :

$$E(T, M_m) = a_4 \exp(b_4 - c_4 M_m) \exp(d_4 T) \quad (6.4)$$

Les valeurs des coefficients obtenues sont suivantes :

$$a_4 = 26.45; b_4 = 0.061; c_4 = 0.94; d_4 = -0.005; R^2 = 0.659$$

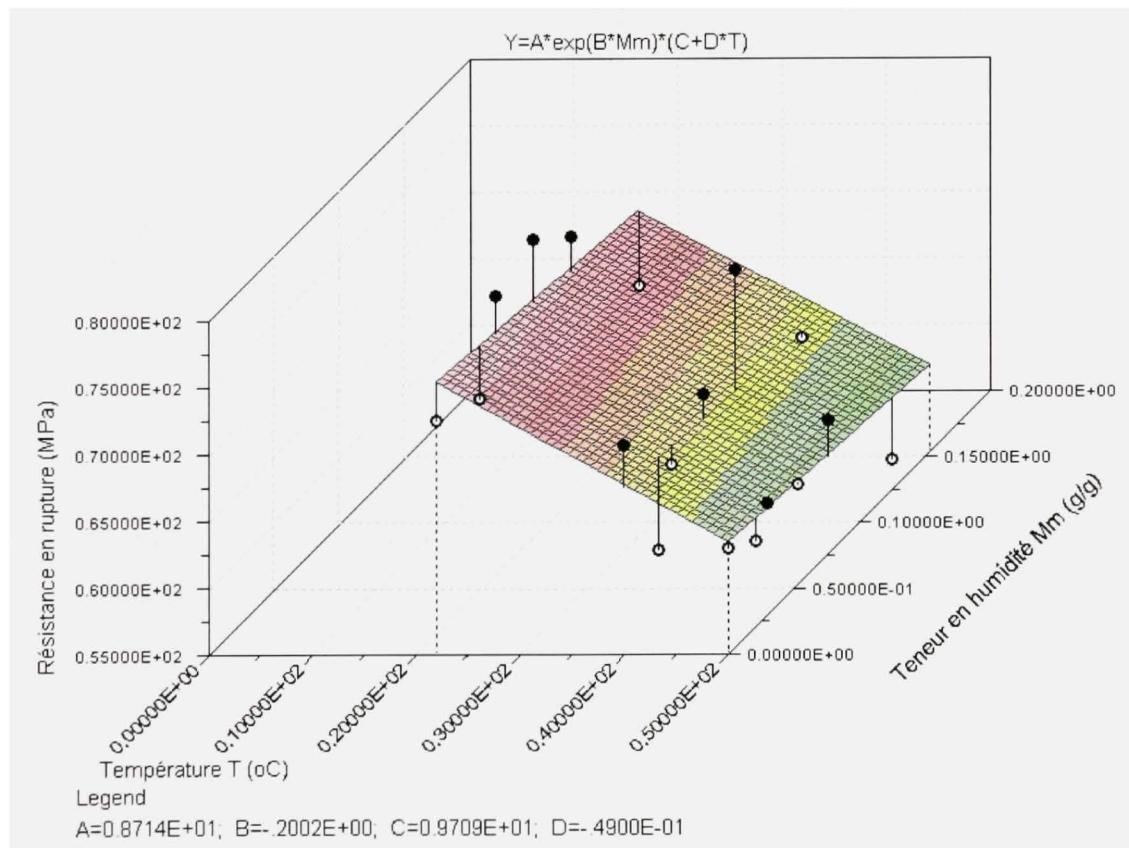


Figure 66 Résistance en traction des fibres de coco en fonction de la température et de la teneur en humidité

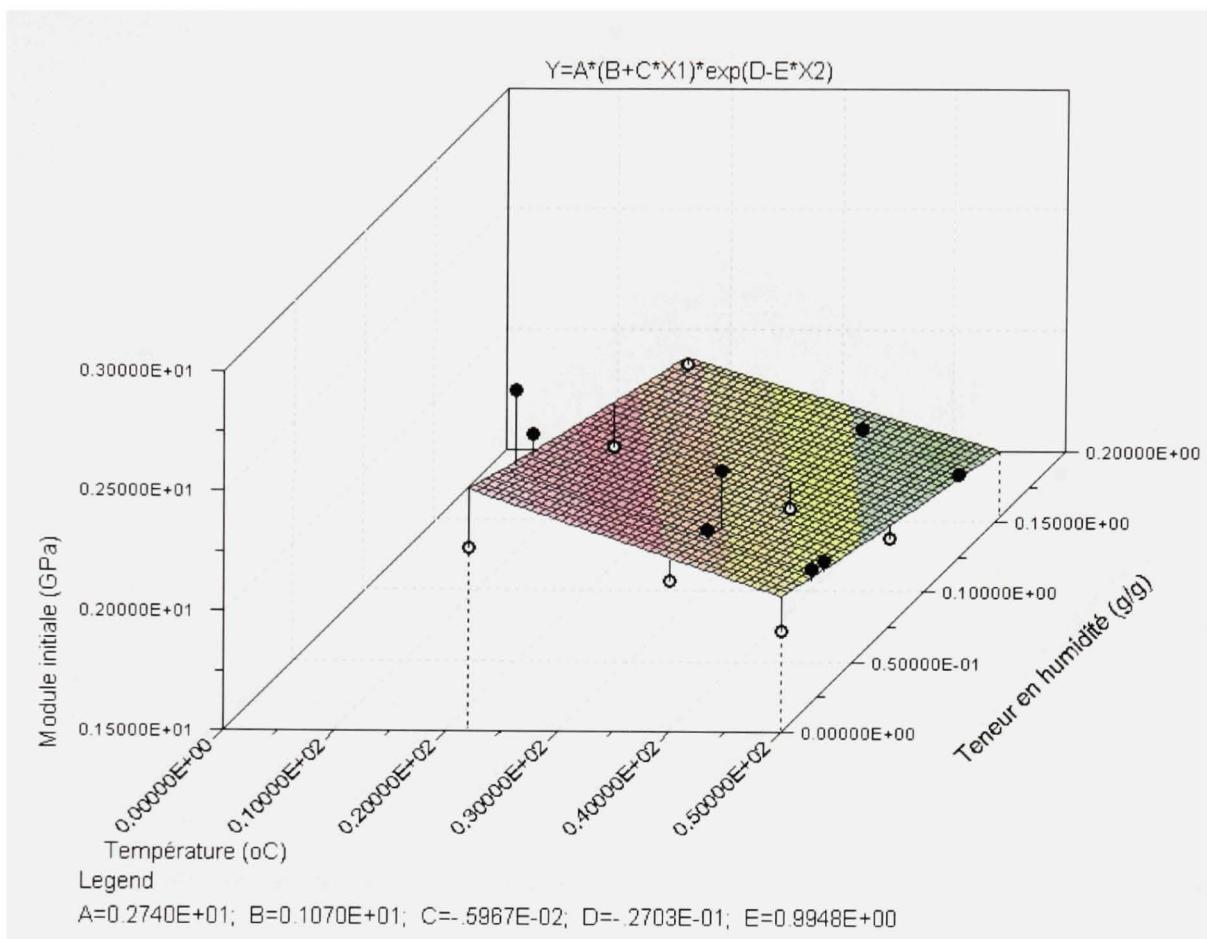


Figure 67 Module élastique des fibres de coco en fonction de la température et de la teneur en humidité

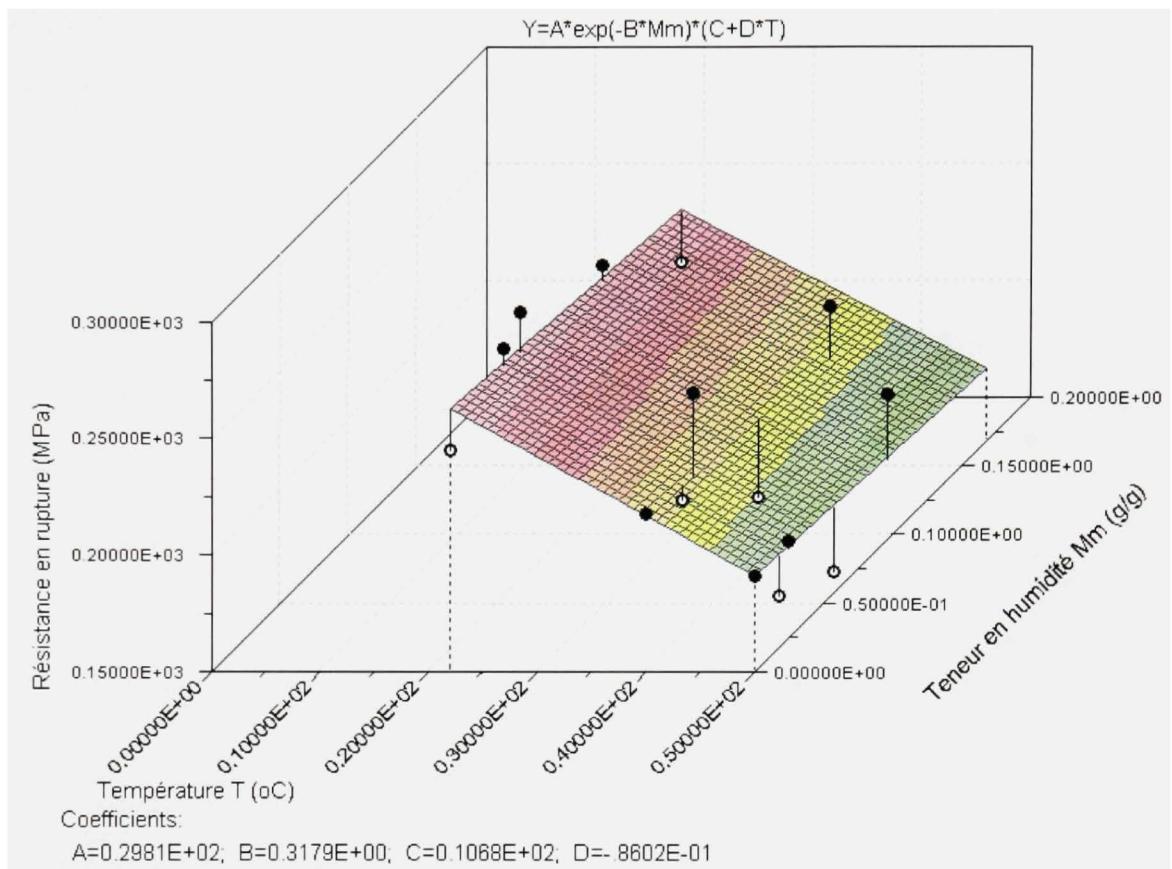


Figure 68 Résistance en traction des fibres de chanvre en fonction de la température et de la teneur en humidité

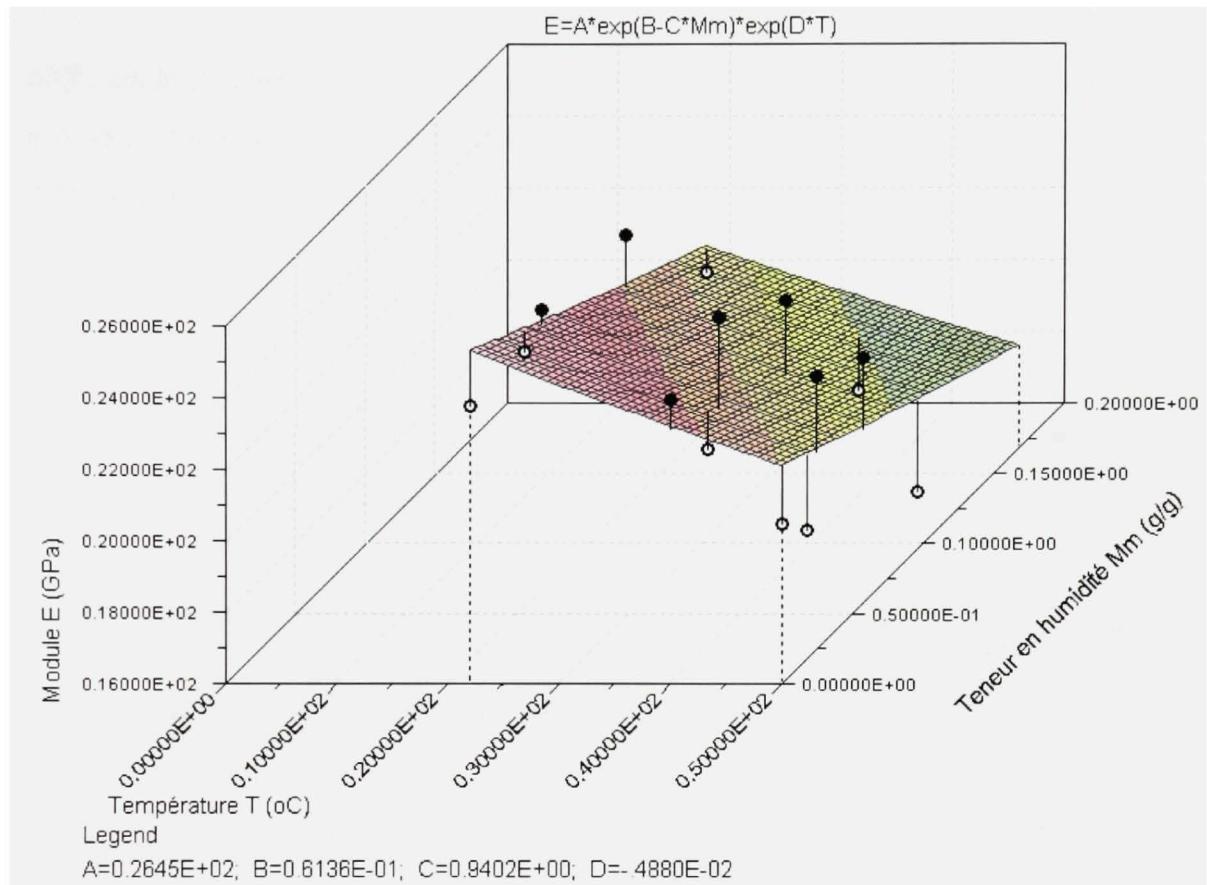


Figure 69 Module élastique des fibres de chanvre en fonction de la température et de la teneur en humidité

### 6.2.2. Dans l'eau

Pour le cas où les fibres sont immergées dans l'eau sous différentes températures, le phénomène de vaporisation de la vapeur d'eau n'est pas possible. Par conséquent, l'influence de la température sur les propriétés en traction des deux fibres étudiées peut s'exprimer par la relation exponentielle suivante (figures 70, 71) :

$$P_T = a \exp(-bT) \quad (6.5)$$

où  $P_T$  est la résistance ou le module d'élasticité des fibres immergées dans l'eau ;  
 $a, b$  sont les coefficients propres aux matériaux (tableau XIV) ;  
 $T$  est la température de l'eau ;

Tableau XIV

Valeurs des constantes  $a$  et  $b$  dans l'équation (6.1) pour les fibres de chanvre et de coco immergées dans l'eau (100 %RH) aux différentes températures

Fibres	$\sigma_T = a \exp(-bT)$	$E_T = a \exp(-bT)$
<b>Chanvre</b>	$a = 197.54, b = 0.0085$ $R^2 = 0.92$	$a = 21.146, b = 0.009$ $R^2 = 0.95$
<b>Coco</b>	$a = 99.291, b = 0.0037$ $R^2 = 0.895$	$a = 27.275, b = 0.807$ $R^2 = 0.92$

En conclusion, à partir des données expérimentales en traction des fibres de chanvre et de coco sous l'action mixte de la température et de l'humidité, il est possible d'établir les relations entre les propriétés en traction de ces fibres et la température ainsi la teneur maximale en humidité. Dans le cas de l'exposition des fibres à l'air ambiant ( $0 < RH < 80\%$ ) sous différentes températures, les modèles semi empiriques prédirent la résistance en traction et le module élastique des fibres considérées avec une précision acceptable ( $0.7 < R^2 < 0.8$ ). Dans le cas où les fibres sont immergées dans l'eau ( $RH = 100\%$ ), la méthode semi empirique donne les résultats bien concordants aux données expérimentales obtenues, avec les coefficients de corrélation  $R^2 = 0.90 - 0.95$ .

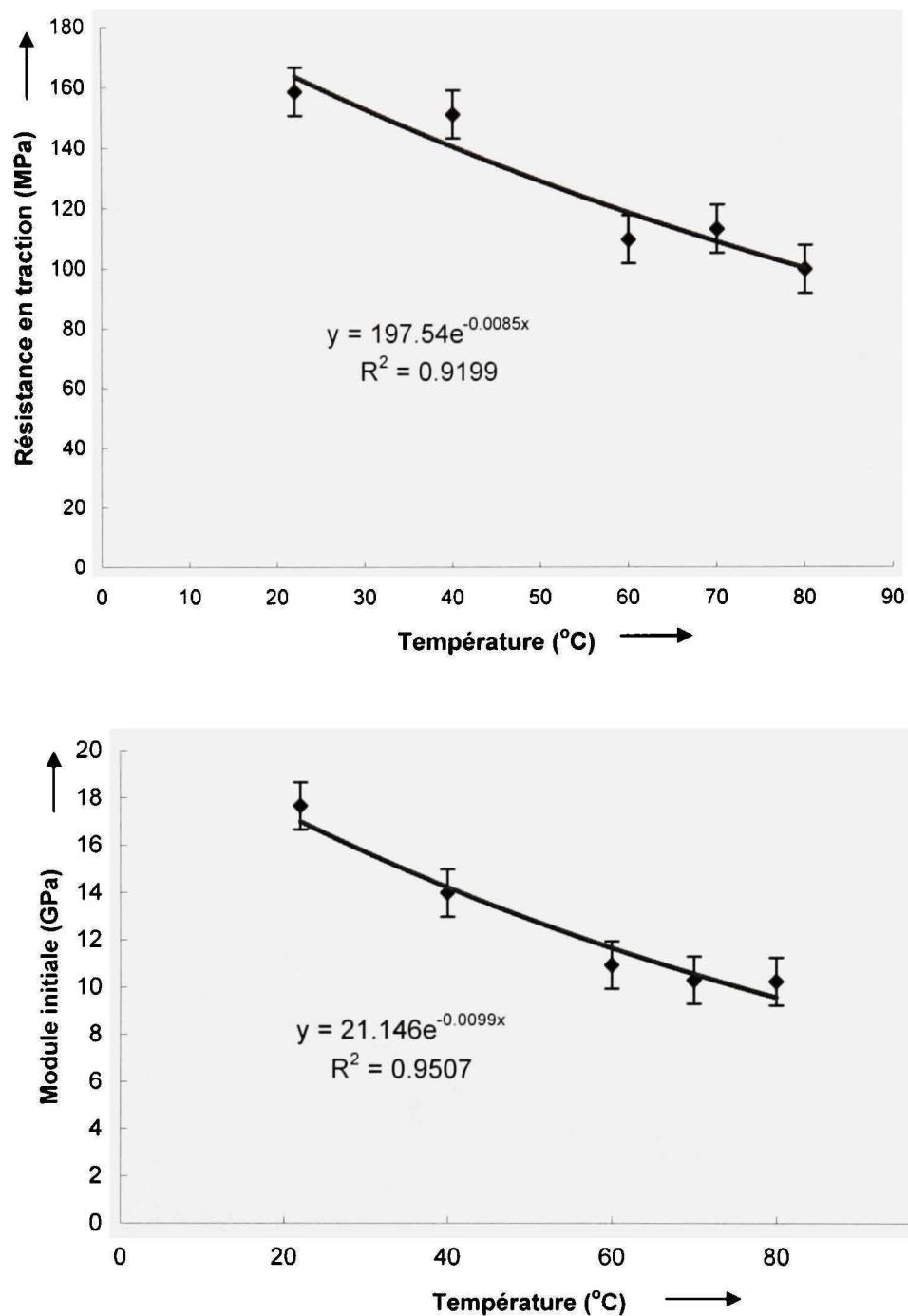


Figure 70 Relation entre les propriétés en traction des fibres de chanvre immergées dans l'eau et la température

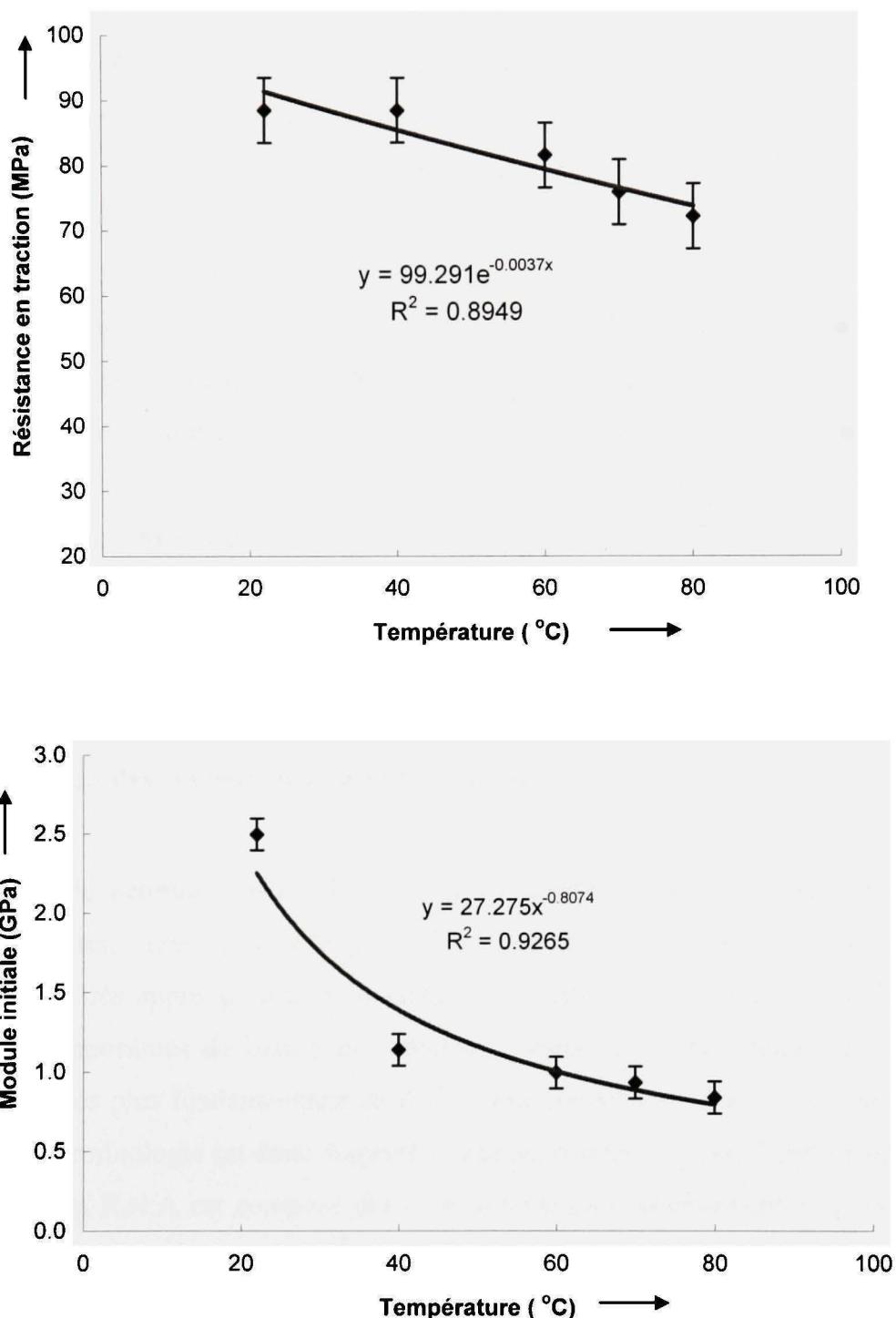


Figure 71 Relation entre les propriétés en traction des fibres de coco immergées dans l'eau et la température

### **6.3. Méthode de réseaux de neurones artificiels (R.N.A.) [134]**

Au cours de la dernière décennie, les réseaux de neurones artificiels (R.N.A) sont développés et adoptés comme une nouvelle approche de calcul applicable à plusieurs domaines pour résoudre les problèmes de multiples variables. Ils sont utilisés de plus en plus largement dans les recherches sur les comportements mécaniques des matériaux en générale, et des matériaux composites en particulier tels que la fatigue, l'usure, ou le fluage, etc. Ces comportements sont très complexes et il existe des relations fortement nonlinéaires entre les variables [135-140]. À cause de la difficulté de trouver une solution exacte du problème posé par les approches mathématiques existantes, et de l'ensemble incomplet et complexe des données expérimentales des fibres étudiées, nous avons profité de l'avantage de l'approche des réseaux de neurones pour prédire le changement du comportement thermo-hygromécanique en traction des fibres de chanvre et de coco.

#### **6.3.1. Définition des réseaux de neurones artificiels**

Les réseaux de neurones artificiels sont fondamentalement des modèles de calculs neurobiologiques, non paramétriques. Un neurone artificiel est un modèle mathématique très approximativement imitatif du neurone biologique (figure 72) dont les quatre composantes de base sont : dendrites, soma, axons et synapses [141]. Les composantes les plus fondamentales de R.N.A sont modélisées d'après la structure du cerveau. La terminologie est donc empruntée à la neuroscience. Inspiré par les neurones biologiques, un R.N.A est composé des éléments simples fonctionnant en parallèle. Il est le groupement simple des neurones artificiels primitifs créant des couches connectées entre elles.

Un neurone artificiel (figure 72b) peut exécuter une opération mathématique simple et / ou peut comparer deux valeurs. Il obtient des données des autres neurones ou en provenance directe de l'environnement.

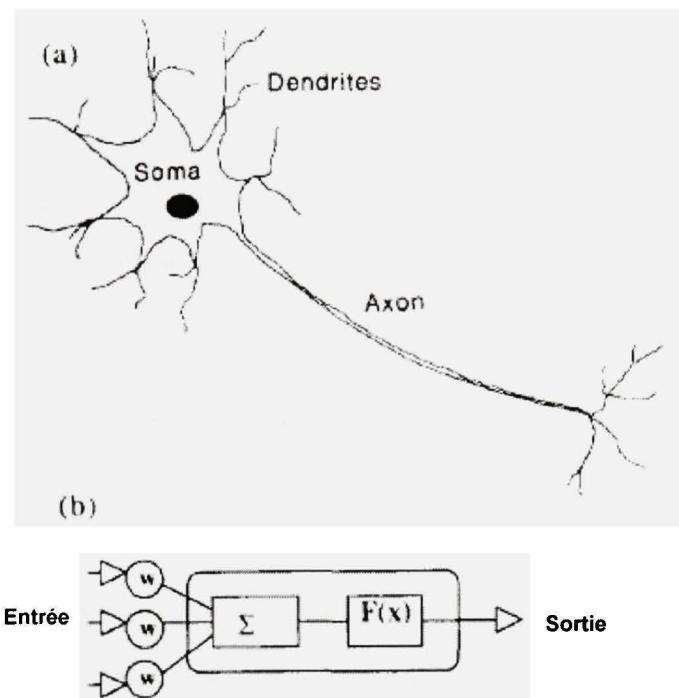


Figure 72 Un neurone biologique (a) et artificiel de McCulloch-Pitts (b) [139]

### 6.3.2. Conception de la configuration (architecture) des R.N.A.

Du point de vue fonctionnement, un réseau de neurones est subdivisé en couches. La complexité de la relation recherchée est reflétée par le nombre de couches cachées et de neurones [142].

La partie supérieure de la figure 73 donne une description schématique d'une configuration de RNAs. Un RNA est construit de façon conventionnelle avec trois couches : entrée (données), sortie et couches cachées. La couche d'entrée, dont le

nombre de neurones est égal à la dimension de chaque vecteur d'entrée, sert à distribuer les vecteurs d'entrée aux neurones de la couche suivante. La couche de sortie est celle où se fait le dernier traitement, tandis que les couches cachées élaborent des calculs préalables à celui effectué au niveau de la dernière couche.

Chaque couche a un nombre différent d'éléments de neurones (appelés nœuds). Comme dans la nature, le fonctionnement du réseau est principalement déterminé par les connexions entre ces éléments. La relation entre les vecteurs de données d'entrée et de sortie d'un élément de neurone montrée sur la figure 73 (la partie d'en bas) peut être décrite comme suit :

$$X_j^{(n+1)} = F \left( \sum_i W_{ji}^{(n)} X_i^{(n)} \right) \quad (6.6)$$

Où  $X_j^{(n+1)}$  est le vecteur de sortie;  $X_i^{(n)}$ , le vecteur d'entrée;  $W_{ji}^{(n)}$ , le poids synaptique du neurone i dans la couche n au neurone j dans la couche (n+1), i.e. le premier indice et le second font référence respectivement au neurone en aval et au neurone en amont de la connexion.

$F(x)$  est la fonction d'activation non linéaire sigmoïde exprimée par l'équation (6.7), ou l'une des autres fonctions de transfert telles que : identité, linéaire, signe, échelon, tansig (6.7) et logsig :

$$F(x) = \frac{2}{1 + e^{-x}} - 1 \quad (6.7)$$

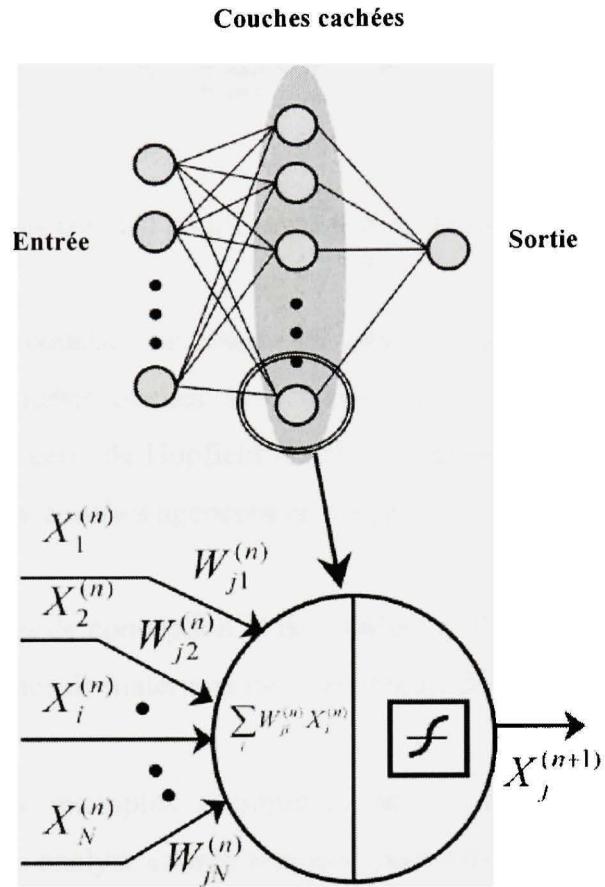


Figure 73 Configuration d'un RNA: la représentation d'en bas présente une description schématique de la relation entre les vecteurs d'entrée et de sortie d'un neurone [140]

Un vecteur d'entrées est présenté aux neurones de la couche d'entrée. Les neurones dans la couche suivante calculent une somme de poids des entrées, et produisent le résultat sous la forme d'une fonction non linéaire à la somme. La procédure d'apprentissage est basée sur une recherche de gradient en recourant à la fonction quadratique optimale des erreurs entre les valeurs prédites et désirées  $E_m$ , et exprimée par l'équation suivante :

$$E_m = \frac{1}{2} \sum_{p=1}^P (d_p - o_p)^2 \quad (6.8)$$

où  $d_p$  est la cible de sortie (prédit) pour l'unité p et  $o_p$ , la sortie actuelle (mesurée).

Basé sur le nombre de couches, un réseau est classé monocouche ou multicouche. Les réseaux de neurones monocouches sont formés d'un seul ensemble de neurones interconnectés; ils sont ceux de Hopfield [143]. Les réseaux de neurones multicouches sont formés de plusieurs couches agencées en rangées.

En général, le processus de conception et de validation d'un réseau de neurones (R.N.) utilisé dans les recherches de matériaux peut comporter des étapes suivantes [137, 144]:

- Génération des exemples d'entraînement à partir des bases de données expérimentales : analyse et prétraitement (normalisation) des données. Les bases de données expérimentales de fibres de chanvre et de coco sont présentées dans l'annexe 4.
- Sélection d'un type du réseau de neurones : pour capturer le comportement mécanique des fibres étudiées, on doit considérer ses capacités de mappage de la relation non linéaire complexe entre les paramètres connus tels que la géométrie de fibre, les compositions de fibre, les conditions environnementales (température et humidité) et le comportement mécanique en traction des fibres. Il a été démontré que le type de R.N. à rétroaction avec un nombre suffisant de nœuds (neurones) dans la couche cachée peut cerner la frontière de décision complexe dans le domaine d'application visé [143];
- Sélection des vecteurs d'entrées et de sorties;

- Entraînement du R.N. : choix de l'architecture optimale du réseau (nombres de neurones de chaque couche, nombre de couche cachée), des fonctions d'activation, de l'algorithme d'apprentissage et des paramètres du réseau;
- Validation du réseau entraîné.

Actuellement il n'y a pas de règles disponibles dans la littérature pour déterminer l'architecture des R.N. car cette question n'est pas encore bien comprise. Comme il n'y a pas de guides spécifiques afin de concevoir une configuration convenable du R.N, la méthode d'essais - erreurs est généralement adoptée pour déterminer l'architecture du R.N dans cette étude.

Parmi beaucoup de modèles de R.N, le R.N à multicouche est le plus largement appliqué car il peut cerner les relations non linéaires complexes du comportement mécanique des matériaux composites [140, 144]. Ce type de R.N peut produire une relation entre les données discrètes et les vecteurs de sortie. En plus, il est capable de généraliser cette relation sur soi-même. Cette propriété du réseau est très utile pour l'interpolation efficace de la relation non linéaire entre les paramètres divers. Les effets non linéaires des paramètres sont automatiquement capturés dans le paramètre du réseau via les poids synaptiques et le seuil [143]. Dans cette étude, les modèles de R.N. de PERCEPTRON multicouches (avec une couche cachée) dont le schéma est présenté dans la figure 75, sont utilisés afin de prédire le comportement en traction de deux fibres étudiées.

La structure de deux réseaux de neurones conçus pour les deux fibres est [3-18-2], *i.e.* il y a 3 neurones (unités) dans la couche d'entrées, 18 neurones dans la couche cachée et 2 neurones dans la couche de sorties. Pour la couche d'entrée, les vecteurs d'entrées sont formés par trois variables : diamètre de fibre, la température et l'humidité. Pour la

couche de sortie du R.N, les vecteurs de sortie sont constitués des valeurs de la résistance à la rupture en traction ( $\sigma$  en MPa) et du module d'élasticité (E en GPa).

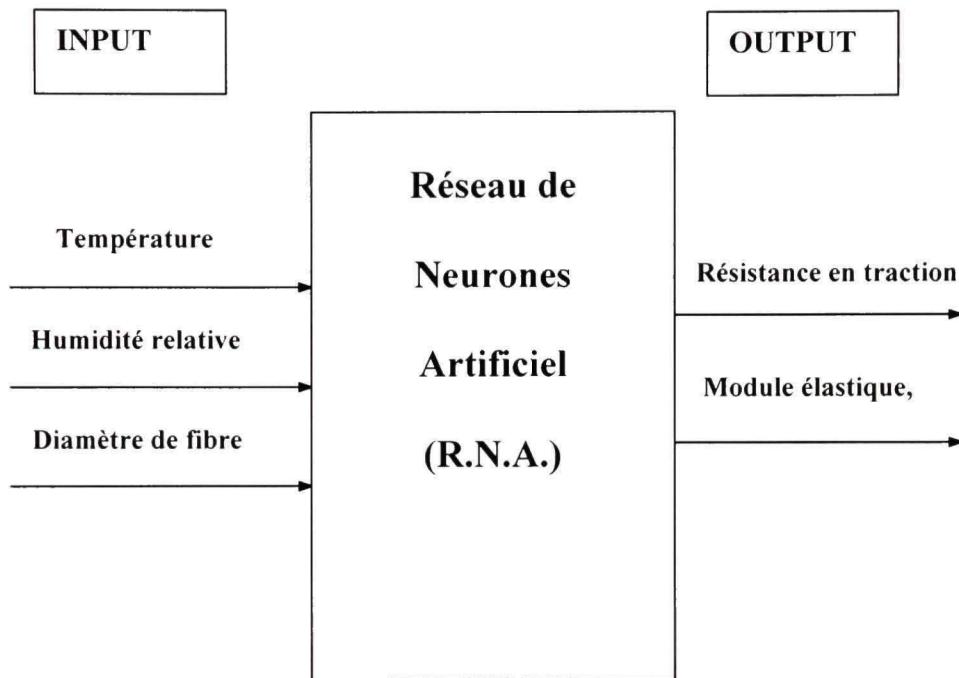


Figure 74 Modèle schématique du R.N. pour prédiction des propriétés en traction des fibres de chanvre et de coco en fonction des températures et humidités

En ce qui concerne la couche cachée, la détermination du nombre de couches cachées et de neurones de chaque couche pour une application donnée ne relève pas d'une science exacte. Cependant, certaines règles empiriques peuvent être appliquées et il est nécessaire de faire certains essais avant d'obtenir une configuration optimale. C'est l'approche de « essais et erreurs » [138]. Dans cette approche, si le processus d'apprentissage du réseau n'est pas satisfaisant, le nombre de neurones dans les couches cachées est augmenté. Selon les résultats des essais d'apprentissage (figure 75), on trouve que le nombre optimal de neurones de la couche cachée est de 18 neurones pour

que le temps d'apprentissage et l'erreur MSE soient minimum. Le choix est donc porté sur le nombre de 18 neurones dans la couche cachée pour les modèles de R.N conçus.

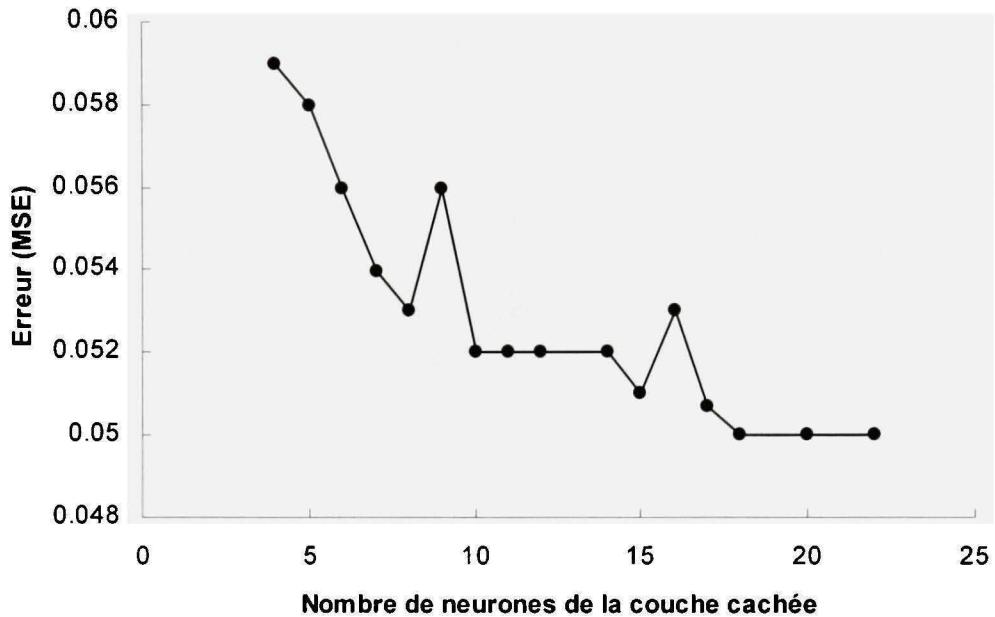


Figure 75 Résultats des essais pour déterminer le nombre de neurones optimal dans la couche cachée

#### ***Entraînement des réseaux de neurones :***

La phase d'entraînement est très importante pour l'adaptation du réseau choisi à la résolution du problème étudié. L'objectif du processus d'entraînement est d'ajuster les poids synaptiques de connexion du réseau pour trouver une solution globale d'un problème fortement non linéaire, i.e. pour saisir la relation désirée entre les entrées (input) et les sorties correspondantes (output).

Dans cette étude, l'algorithme d'apprentissage de Levenberg – Marquardt est utilisé afin d'entraîner des R.Ns choisis, grâce à sa convergence rapide et sa efficacité [145]. La

fonction de transfert utilisée dans les couches cachées et de sorties est du type tan-sigmoïde (Éq. 6.7) (figure 76). Le processus d'entraînement est exécuté en se basant sur une recherche gradient globale avec un critère d'erreur quadratique moyenne (Mean Square Error – MSE) entre les valeurs de sortie du réseau (valeurs prédites) et celles d'apprentissage (données expérimentales) (Éq. 6.8)

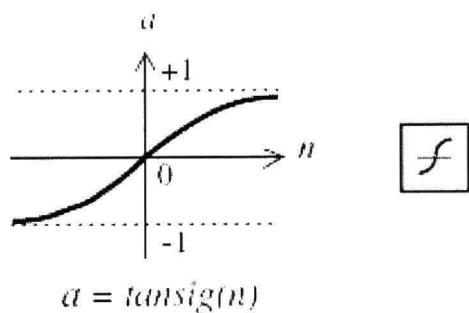


Figure 76 Fonction d'activation Tansig (bipolaire continue)

À cause du caractère de la fonction d'activation sigmoïde choisie, les variables d'entrées et de sorties sont normalisées pour obtenir leurs valeurs dans l'intervalle [-1, 1] en utilisant la formule suivante :

$$X_N = 2 \frac{X - X_{\min}}{X_{\max} - X_{\min}} - 1 \quad (6.9)$$

où :  $X_N$  est la valeur normalisée d'un certain paramètre;  $X$ , la valeur mesurée de ce paramètre;  $X_{\min}$  et  $X_{\max}$ , respectivement les valeurs minimum et maximum dans la base de données de ce paramètre.

Les paramètres d'entrées et les bases de données expérimentales en traction des fibres de chanvre et de coco sont présentées dans le tableau XV et l'annexe 3. Le nombre de

données utilisées est de 522 exemples pour fibres de chanvre et de 479 exemples pour les fibres de coco.

Tableau XV

Paramètres d'entrée des fibres de chanvre et de coco utilisés afin de modéliser les R.Ns

Inputs	Fibre de chanvre	Fibre de coco
Diamètre de fibre (mm)	0.2 – 0.23	0.26 – 0.28
Température (°C)	22, 40, 50, 70, 80	22, 40, 50, 70, 80
Humidité relative (%RH)	0, 15, 25, 50, 65 et 100	0, 15, 25, 50, 65, 80 et 100

L'outil utilisé pour concevoir et entraîner les R.Ns est le simulateur « *Neural Network Toolbox* » dans le logiciel MATLAB 7.0.1 avec les programmes en Matlab (Annexe 4).

### 6.3.3. Technique de validation croisée

Dans la modélisation des R.N. on utilise fréquemment la technique de validation croisée. La validation croisée est une méthode de l'erreur de généralisation d'un modèle à partir de données qui ne sont pas utilisées pour l'estimation des paramètres. L'objectif est de trouver le modèle de R.N. ayant la meilleure performance de généralisation sur les nouvelles données.

En premier lieu, l'ensemble des données disponibles est divisé au hasard en D sous-ensembles disjoints. On choisit D = 5 (ce qui est une valeur typique, appelée en anglais « 5-fold cross-validation »). Par la méthode de rétention (« *hold-out* »), on réalise 5 partitions différentes de la base de données (figure 77); dans chacune de ces partitions : 60% des données sont dans l'ensemble d'apprentissage, 20% dans l'ensemble de test et

20% dans l'ensemble de validation (tableau XVI). L'ensemble de validation est utilisé afin d'estimer l'erreur de généralisation. Comme le but est de minimiser l'erreur de généralisation, on effectue ensuite plusieurs apprentissages sur chacune des partitions, avec des initialisations différentes des poids synaptiques, jusqu'au moment où l'erreur de cette validation s'atteint le minimum. Pour chacun des modèles obtenus, on obtient l'erreur quadratique moyenne minimale E (Éq. 6.8) sur l'ensemble de validation. Étant donné que cette procédure peut soi-même amener à certain problème de « sur apprentissage » de l'ensemble de validation, la performance du réseau de neurones sélectionné devrait être confirmée par l'évaluation de sa performance sur un troisième ensemble de données indépendant, appelé l'ensemble de test. Dans la technique de validation croisée, cet ensemble de test est utilisé afin d'estimer la performance du modèle aux étapes différentes de l'apprentissage. Il est essentiel que 20% des exemples de validation (ou de test) ne constituent pas dans l'ensemble d'apprentissage.

	S-1	S-2	S-3	S-4	S-5
Partition 1	A	A	A	V	T
Partition 2	T	A	A	A	V
Partition 3	V	T	A	A	A
Partition 4	A	V	T	A	A
Partition 5	A	A	V	T	A

Figure 77 Schéma de 5 partitions différentes de la base de données expérimentales  
(S- sous ensemble; A- apprentissage; T- test; V – validation)

Tableau XVI

Nombre d'exemples distribués dans trois ensembles : apprentissage, validation et test

Fibres	Nbre d'exemp. apprentissage	Nbre d'exemp. validation	Nbre d'exemp. test	Totale
<b>Chanvre</b>	313	104	105	522
<b>Coco</b>	288	95	96	479

Ensuite, on fait 5 apprentissages sur 5 partitions afin de choisir un modèle ayant la performance la plus petite (MSE), et pour chacune des partitions, on effectue plusieurs apprentissages en changeant les conditions initiales des poids synaptiques. Ce processus est facilement effectué en faisant appel aux programmes de Matlab qui sont à l'annexe 4. Les figures 78 et 79 montrent les graphes d'apprentissage des R.Ns pour deux fibres étudiées jusqu'au moment où l'erreur de validation s'atteint la plus petite, et le processus d'apprentissage s'arrête.

À partir des résultats d'apprentissage obtenus pour les partitions des données qui sont présentées dans les tableaux XVII et XVIII, on peut choisir le modèle du R.N. ayant la performance (MSE) la plus petite afin de valider l'ensemble des données indépendantes de test (figures 80, 81).

Les valeurs de la performance (MSE) de simulation des données d'apprentissage et de test par les R.N. entraînés pour les fibres de chanvre et de coco sont présentées dans les tableaux XIX et XX. Les valeurs moyennes de la performance de deux R.Ns entraînés sont de 0.035 à 0.138, ces résultats obtenus peuvent être acceptables.

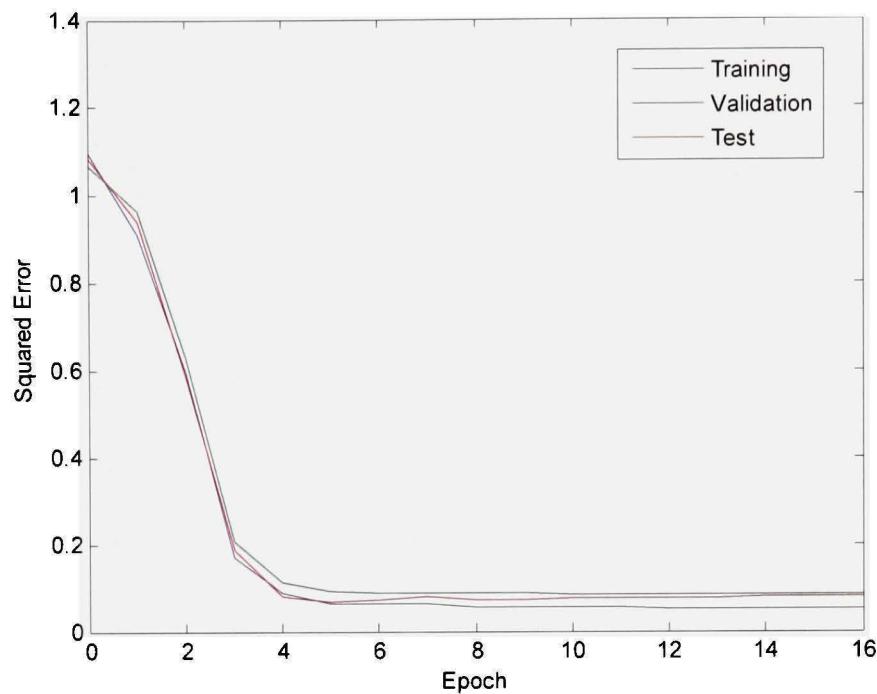


Figure 78 Graphe de l'apprentissage avec l'algorithme TRAINLM pour fibres de coco

Tableau XVII

Valeurs de la MSE à l'arrêt de la validation de 5 reproductions d'apprentissage  
sur 5 partitions de données des fibres de coco

Nbre. d'app.	Nbre époch	Rep. 1	Nbre époch	Rep. 2	Nbre époch	Rep. 3	Nbre époch	Rep. 4	Nbre époch	Rep. 5
1	11	0.065	13	0.07	19	0.072	13	0.069	19	0.06
2	12	0.067	13	0.071	12	0.065	17	0.062	16	0.062
3	22	0.066	11	0.072	11	0.073	13	0.062	9	0.063
4	17	0.061	14	0.072	17	0.072	12	0.062	13	0.061
5	14	0.066	20	0.068	10	0.072	25	0.063	14	0.061
6	11	0.069	11	0.075	12	0.071	8	0.065	18	0.059
7	14	0.064	12	0.069	19	0.072	25	0.062	24	0.061
<b>MSEmoy</b>		<b>0.065</b>		<b>0.071</b>		<b>0.071</b>		<b>0.064</b>		<b>0.061</b>

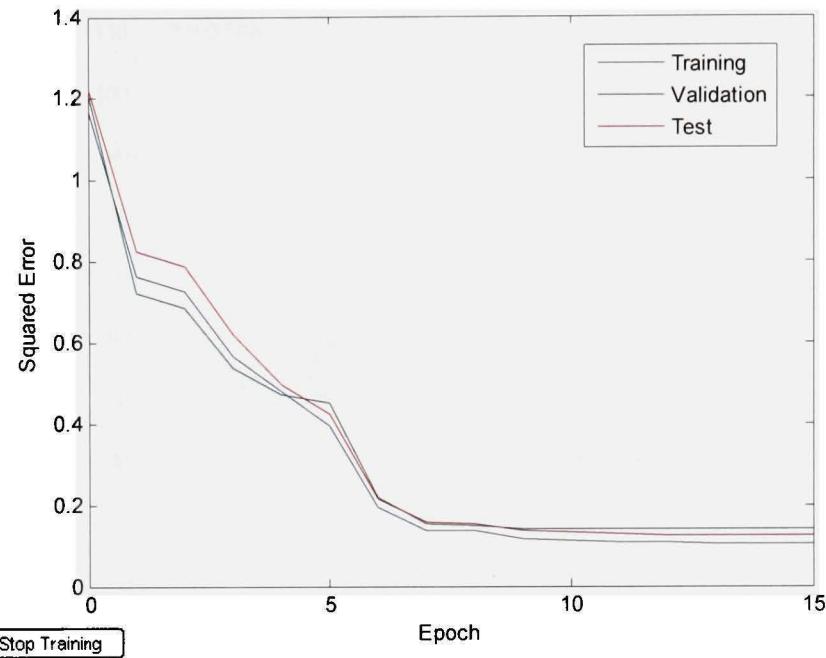


Figure 79 Graphe de l'apprentissage avec l'algorithme TRAINLM pour fibres de chanvre

Tableau XVIII

Valeurs de la MSE à l'arrêt de la validation de 5 reproductions d'apprentissage sur 5 partitions de données des fibres de chanvre

Nbre. d'app.	Nbre epoch	Rep. 1	Nbre epoch	Rep. 2	Nbre epoch	Rep. 3	Nbre epoch	Rep. 4	Nbre epoch	Rep. 5
1	12	0.1	11	0.101	12	0.109	12	0.109	21	0.1
2	18	0.104	13	0.1	13	0.097	21	0.104	29	0.101
3	10	0.103	11	0.106	10	0.107	21	0.104	13	0.102
4	10	0.097	12	0.104	10	0.104	18	0.107	25	0.104
5	19	0.096	17	0.102	11	0.106	14	0.1	21	0.097
6	12	0.102	14	0.097	10	0.104	17	0.106	21	0.103
7	13	0.097	12	0.105	17	0.101	18	0.113	19	0.1
<b>MSEmoy</b>		<b>0.100</b>		<b>0.102</b>		<b>0.104</b>		<b>0.106</b>		<b>0.101</b>

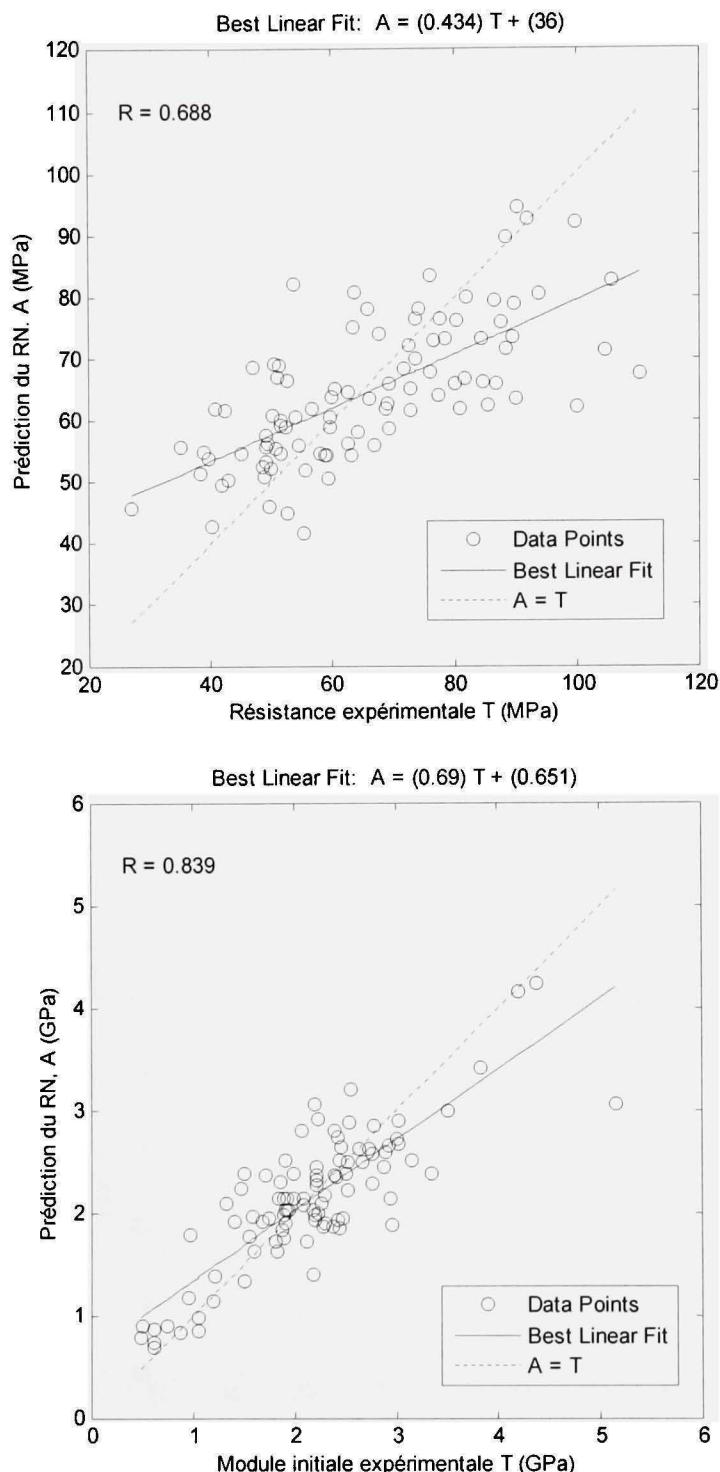


Figure 80 Résultats de simulation du R.N. entraîné sur l'ensemble d'exemples de test pour fibres de coco : résistance en rupture (au dessus), module élastique (au dessous)

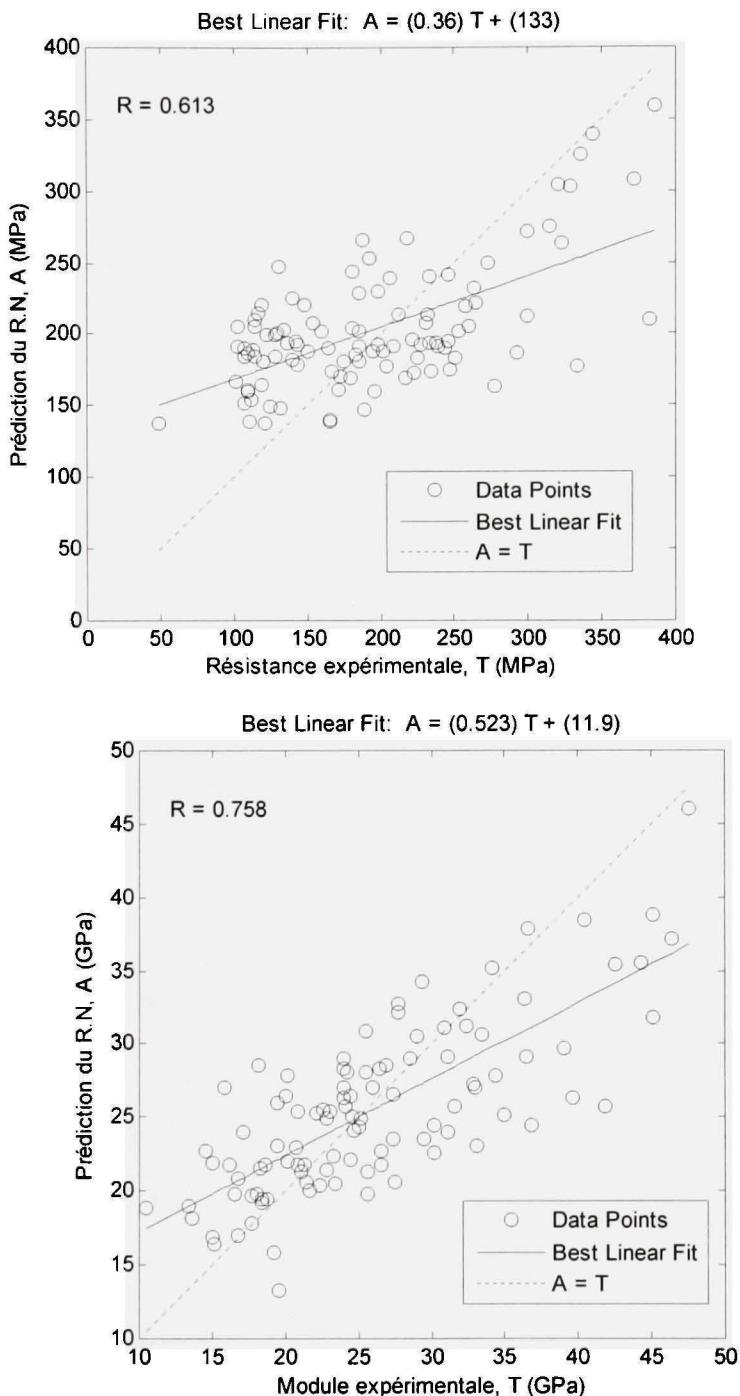


Figure 81 Résultats de simulation du R.N. entraîné sur l'ensemble d'exemples de test pour fibres de chanvre : résistance en rupture (au dessus), module élastique (au dessous)

Tableau XIX

Valeurs de la MSE de la simulation des données d'apprentissage et de test en utilisant RN entraîné pour les fibres de coco

<b>Nombre d' apprentissages</b>	<b>Résistance (apprentissage)</b>	<b>Module (apprentissage)</b>	<b>Résistance (test)</b>	<b>Module (test)</b>
1	0.096	0.035	0.098	0.037
2	0.09	0.031	0.1	0.033
3	0.086	0.035	0.094	0.031
4	0.083	0.034	0.078	0.037
MSE avg.	0.089	0.034	0.092	0.035

Tableau XX

Valeurs de la MSE de la simulation des données d'apprentissage et de test en utilisant le modèle de R.N. entraîné choisi pour les fibres de chanvre

<b>Nombre d' apprentissages</b>	<b>Résistance (apprentissage)</b>	<b>Module (apprentissage)</b>	<b>Résistance (test)</b>	<b>Module (test)</b>
1	0.112	0.101	0.137	0.108
2	0.117	0.106	0.14	0.107
3	0.116	0.105	0.138	0.113
4	0.109	0.095	0.137	0.105
MSE avg.	0.113	0.102	0.138	0.108

#### 6.4. Conclusion

Nous avons utilisé la méthode semi empirique et la méthode de réseaux de neurones afin de prédire le changement du comportement en traction des fibres chanvre et de coco sous l'influence mixte de la température et de l'humidité.

En s'appuyant sur nos bases de données expérimentales en traction des fibres de chanvre et de coco, deux modèles de réseaux de neurones de PERCEPTRON multicouches ont été développés et entraînés pour prédire le changement du comportement mécanique en traction de ces fibres dans les conditions différentes de l'environnement (température et humidité). La conception optimale des R.Ns. ayant une bonne performance de généralisation est basée sur la technique de validation croisée et la méthode de rétention. Les réseaux entraînés choisis sont ensuite utilisés pour valider l'ensemble des données de test indépendantes de celles d'apprentissage. Il est observé que les résultats de simulation des R.Ns entraînés peuvent être acceptables ( $0.035 < \text{MSE} < 0.138$ )

En comparaison de la précision de prédiction par deux méthodes, nous trouvons que la méthode de réseaux de neurones donne les résultats prédis plus exactes par rapport à ceux de la méthode semi empirique. Par contre, la dernière peut nous fournir les informations relatives au phénomène physique, ce que la méthode des R.Ns ne fait pas. Pour la méthode semi empirique, il est nécessaire d'avoir une large base de données expérimentales qui est très coûteuse. La méthode de réseaux de neurones, qui nécessite une base de données plus limitée et des faibles temps de calcul tout en étant capable de fournir des prédictions avec une précision acceptable, est donc la plus avantageuse des deux méthodes.

## CONCLUSION

L'objectif de cette thèse est d'investiguer l'influence de la température et de l'humidité sur les propriétés mécaniques en traction des fibres de chanvre et de coco. Afin d'atteindre l'objectif visé, deux études suivantes ont été abordées dans cette recherche :

- L'absorption de l'humidité par ces fibres en exposition dans l'air et l'absorption de l'eau par ces fibres lors de l'immersion dans l'eau sous différentes conditions de température ;
- Les propriétés mécaniques en traction de ces fibres en fonction de la température et de l'humidité.

En ce qui concerne des matériaux, les résultats obtenus par le DSC indiquent que la température de transition vitreuse est environ  $64^{\circ}\text{C}$  ( $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ) pour la fibre de chanvre et de  $75^{\circ}\text{C}$  ( $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ) pour la fibre de coco. Quant à leur morphologie, il est observé que ces fibres de structure multicellulaire contiennent des petites fissures et des cavités à leur surface. Les fibres de coco possèdent plus spécifiquement une couche protectrice cireuse et huileuse. L'observation de la section des deux fibres étudiées révèle qu'elles se composent de plusieurs cellules ayant chacune un lumen au centre. La fibre de coco a une section transversale de forme circulaire dont le diamètre varie de 100 à 500  $\mu\text{m}$ , tandis que celle d'une fibre de chanvre est de forme quasi-elliptique dont le grand axe varie de 50 à 450  $\mu\text{m}$  et le petit axe moyenne est environ 70 $\mu\text{m}$ .

Les résultats expérimentaux obtenus indiquent que le modèle de GAB décrit bien les isothermes de sorption d'humidité dans les fibres de chanvre et de coco exposées dans l'air ambiant ( $0\% < \text{RH} < 80\%$ ) sous trois conditions de températures ( $20^{\circ}\text{C}$ ,  $40^{\circ}\text{C}$  et  $50^{\circ}\text{C}$ ). La validité du modèle de GAB indique que l'absorption d'humidité dans les fibres de chanvre et de coco ressemble à une absorption multicouche dans les systèmes d'air - eau – fibre lignocellulosique. Selon ce modèle, l'absorption d'humidité dans ces

fibres est une réaction exothermique d'où une diminution de la teneur en humidité des fibres avec l'augmentation de la température pour une humidité relative de l'air constante.

Quant au cas des fibres immergées dans l'eau, il est connu que l'eau libre s'infiltre dans les micropores des parois cellulaires et les lumens. Une augmentation de la température favorise la diffusion de l'eau dans la fibre. Par contre, il n'y a pas d'évaporation possible de l'eau absorbée dans la fibre comme dans le cas où la fibre est exposée dans l'air humide. Par conséquent, il est observé que la teneur en eau des fibres de chanvre et de coco immergées dans l'eau augmente avec l'augmentation de la température.

Sur le plan de l'influence de l'environnement sur le comportement en traction des fibres de chanvre et de coco, il est confirmé dans cette étude que l'humidité et la chaleur réduisent leurs propriétés en traction. L'interaction de ces deux agents environnementaux a un effet plus néfaste que leur action individuelle.

Deux méthodes ont été utilisées afin de prédire le comportement en traction des fibres de chanvre et de coco dans différentes conditions de l'environnement (température et humidité relative). Dans la première, un modèle semi-empirique se constitue à partir des relations non linéaires entre les propriétés en traction (la résistance en rupture et le module élastique) des fibres considérées et la température ainsi que la teneur en humidité de ces fibres. Les relations entre l'humidité relative et la teneur en humidité des fibres suivent le modèle de Gab tel que mentionné au paragraphe précédent. Les résultats obtenus par l'ajustement de courbes avec les résultats expérimentaux ont des coefficients de corrélation variant de 0.79 à 0.95.

Dans la deuxième méthode, les bases de données expérimentales brutes des fibres de chanvre et de coco sont utilisées afin de concevoir les réseaux de neurones (RNs). En faisant appel à la technique de validation croisée, deux modèles de réseaux de neurones

ont été choisis et entraînés afin de prédire la résistance en traction et le module élastique des fibres étudiées à différentes températures et humidités relatives. Il est observé que la performance de la simulation par les R.Ns entraînés pour les deux fibres atteigne une performance variant de 0.035 à 0.138.

## RECOMMANDATIONS

Les travaux expérimentaux et théoriques réalisés dans ce projet de recherche pourraient se compléter par les études suivantes :

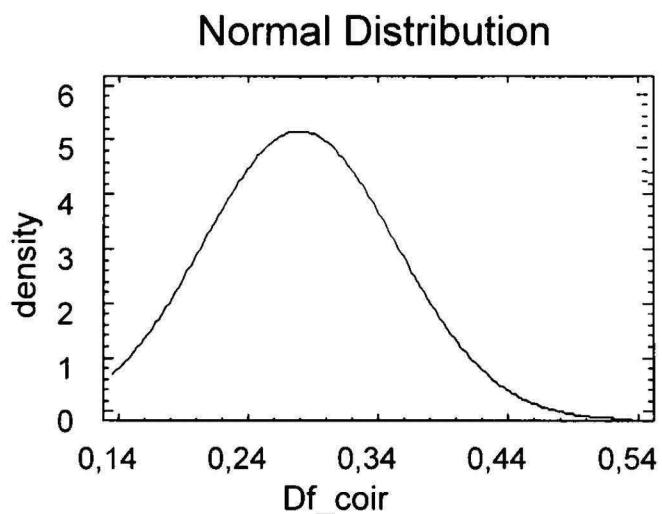
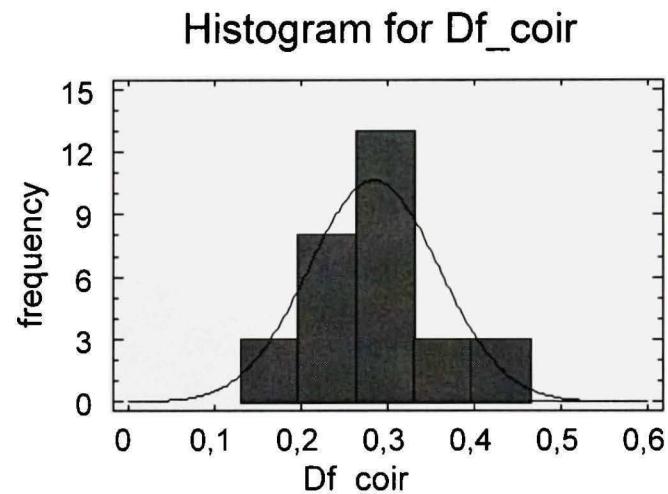
- Absorption de l'humidité et influence de l'environnement sur le comportement en traction des fibres de chanvre et de coco dans les plages de température inférieure à 22°C et supérieure à 60°C, aux différentes humidités relatives ;
- Influence de l'environnement sur la  $T_g$  de ces fibres permettant l'application de la méthode semi-empirique de Chamis en vue de déterminer la dégradation des propriétés mécaniques des fibres ;
- Prédiction du comportement en traction des fibres lignocellulosiques à l'aide de modèles numériques par éléments finis ;
- Comportement en fatigue des fibres de chanvre et de coco.

## **ANNEXE 1**

### **ANALYSE STATISTIQUE DES DIAMÈTRES DES FIBRES DE CHANVRE ET DES COCO**

### 1. Analyse statistique des diamètres des fibres de coco :

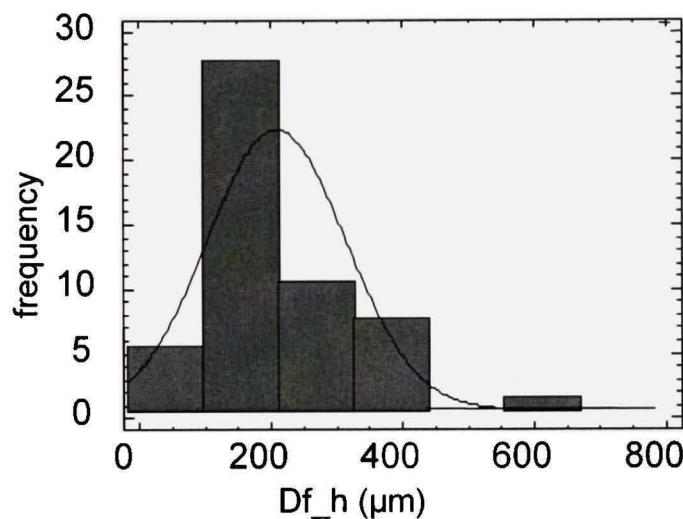
- Un ensemble de 50 fibres est pris par hasard afin de mesurer ses diamètres
- Diamètre des fibres choisies est de 0.14 mm à 0.5 mm
- Diamètre moyen est de 0.28 mm
- Déviation standard est de 0.075



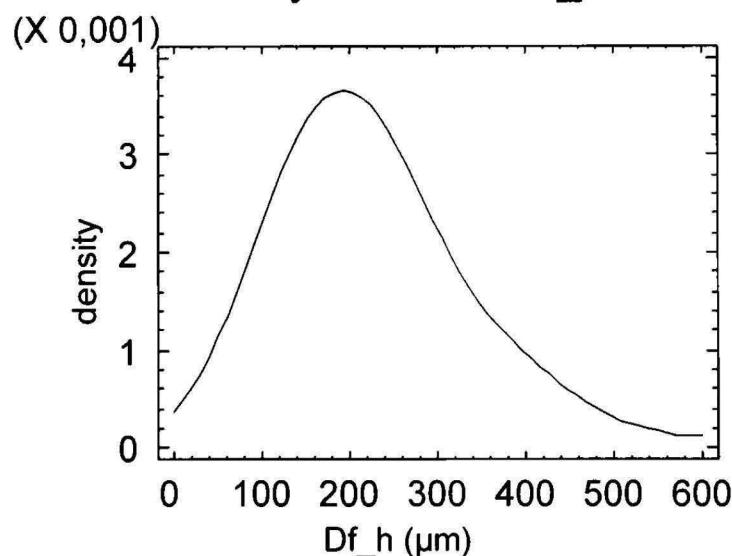
## 2. Analyse statistique des diamètres des fibres de chanvre :

- Diamètre de fibre:  $Df_h$
- 50 fibres prises ayant le diamètre varie de 50,0 à 600,0  $\mu\text{m}$
- Distribution lognormale:
- diamètre moyen = 227,0  $\mu\text{m}$
- déviation standard = 105,027  $\mu\text{m}$

Histogram for  $Df_h$



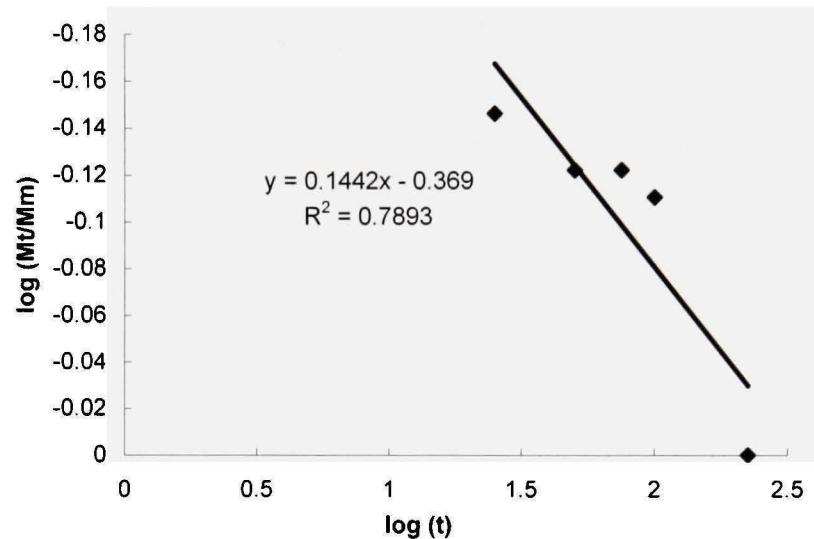
Density Trace for  $Df_h$



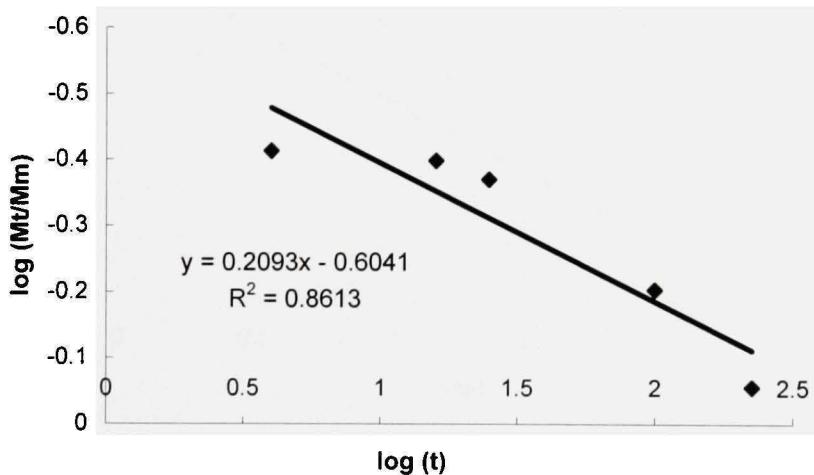
## **ANNEXE 2**

### **ANALYSE DE RÉGRESSION LINÉAIRE POUR CALCULER LE PARAMÈTRE CINÉTIQUE N**

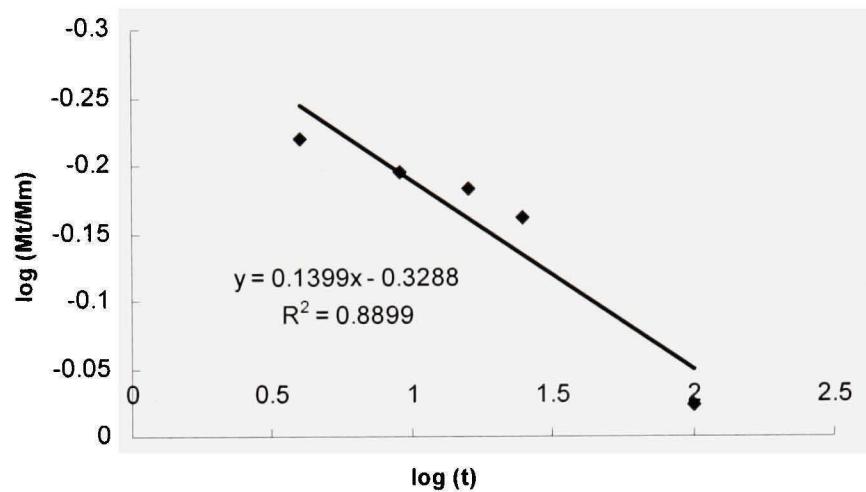
**1. Analyse de régression linéaire pour déterminer le paramètre cinétique n dans l'équation (1.34) pour fibre de coco**



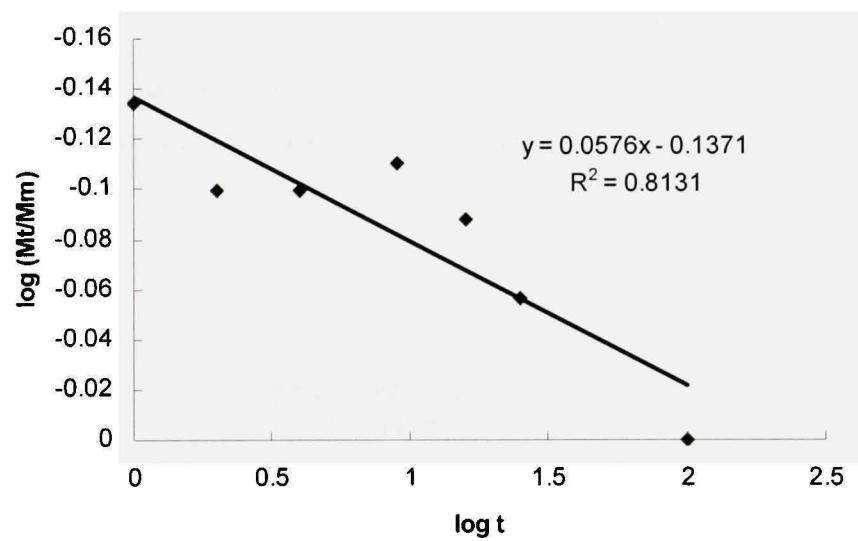
$$\text{À } 22^\circ\text{C} : n = 0.144$$



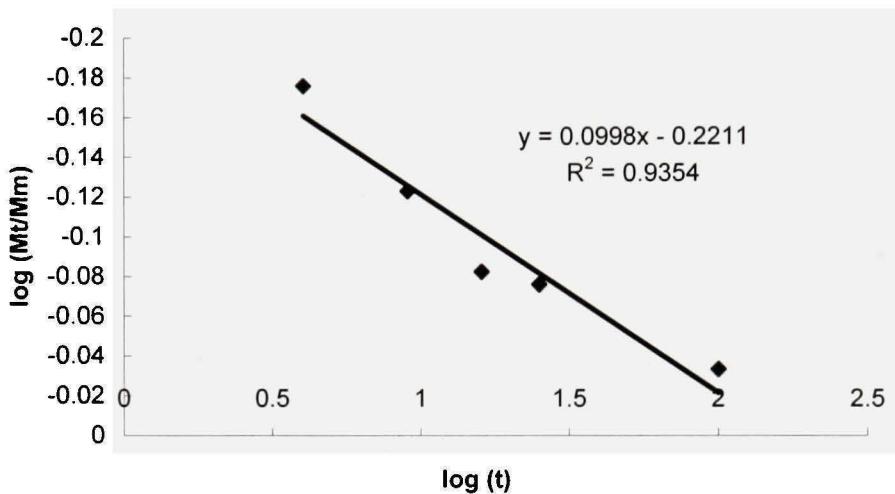
$$\text{À } 40^\circ\text{C} : n = 0.209$$



à  $60^\circ\text{C}$  :  $n = 0.139$

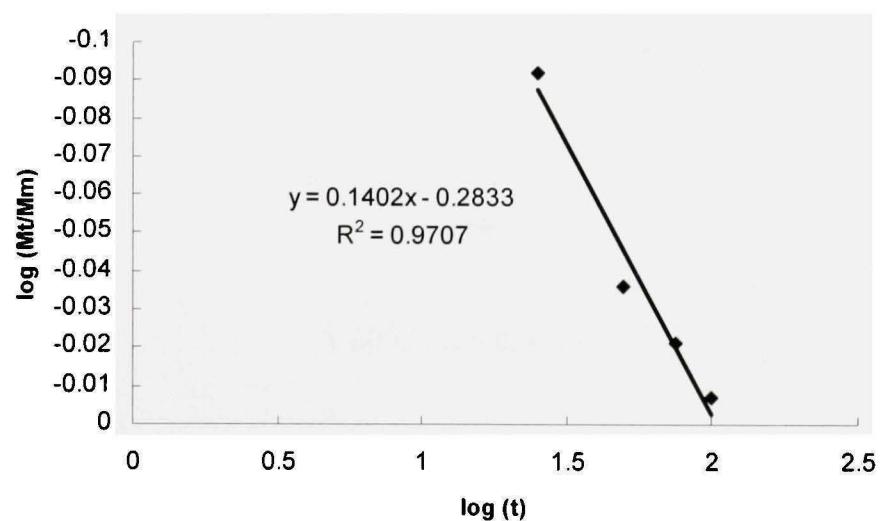


À  $70^\circ\text{C}$  :  $n = 0.057$

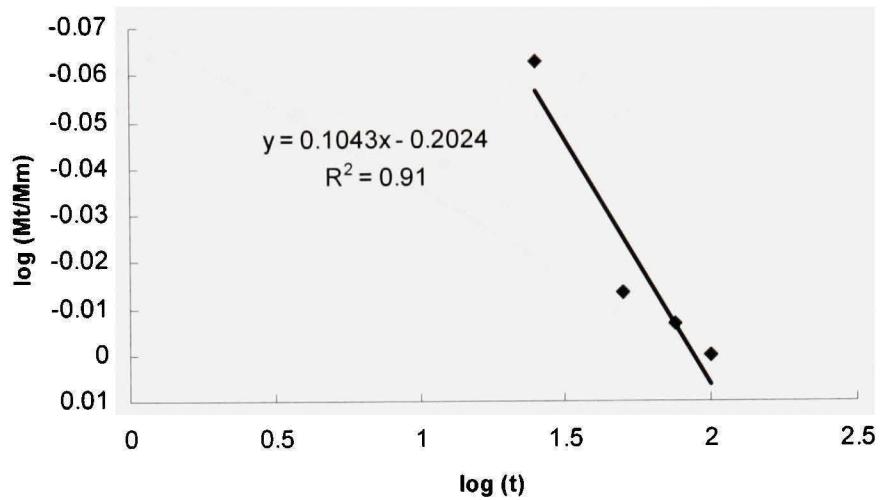


À  $80^\circ\text{C}$  :  $n = 0.099$

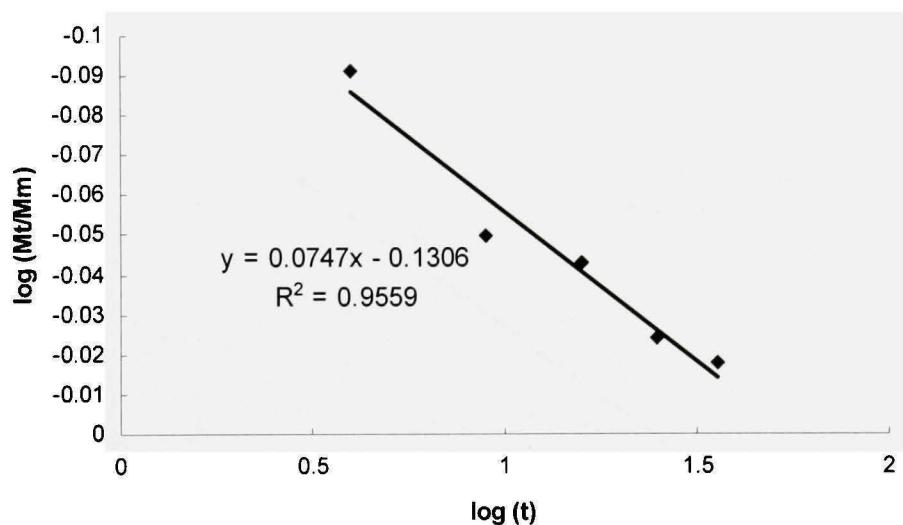
**2. Analyse de régression linéaire pour déterminer le paramètre cinétique  $n$  dans l'équation (1.34) pour fibres de chanvre :**



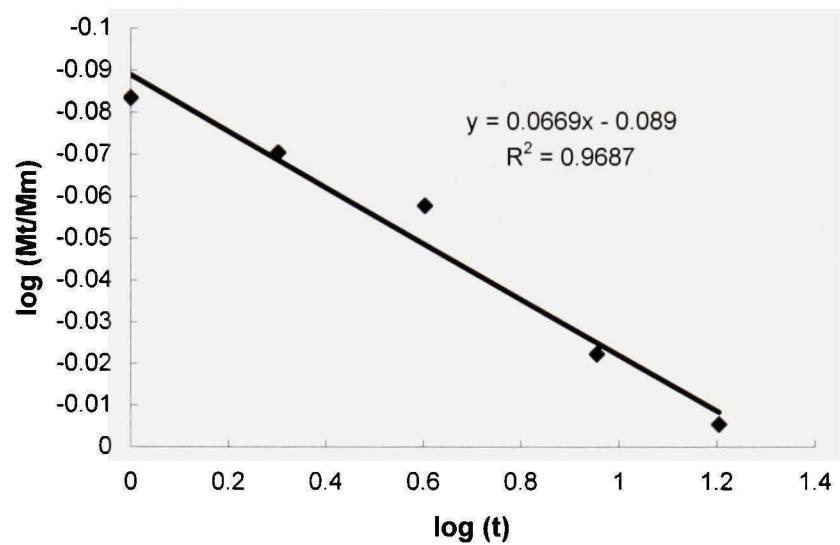
À  $22^\circ\text{C}$  :  $n = 0.140$



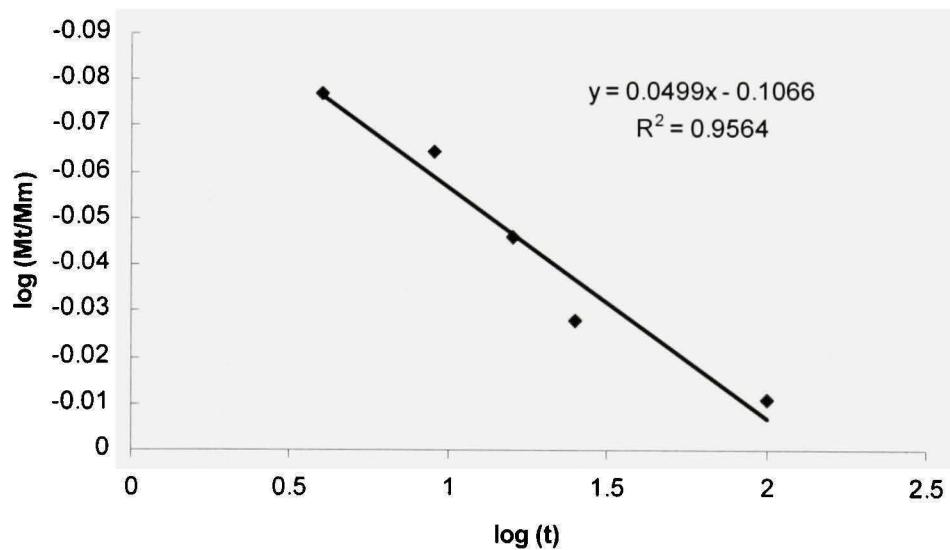
À 40°C :  $n = 0.104$



À 60°C :  $n = 0.074$



À  $70^{\circ}\text{C}$  :  $n = 0.067$



À  $80^{\circ}\text{C}$  :  $n = 0.049$

## **ANNEXE 3**

### **RÉSUTATS DE L'ANALYSE DE WEIBULL DES DONNÉES EXPÉRIMENTALES EN TRACTION DES FIBRES**

Tableau 3.1 : Valeurs moyennes propriétés en traction des fibres de coco à des températures et humidités différentes

Humidité (%RH)	Température (°C)	Diamètre (mm)	Weibull m	Résistance en rupture (MPa)		Module élastique (GPa)		Déformation $\epsilon$	
				$\sigma_{moy}$	SD	$E_{moy}$	SD	$\epsilon_{moy}$	SD
0%RH	22	0.27	5.85	70.650	12.921	2.265	0.476	0.120	0.045
	40	0.27	4.96	72.502	15.202	1.922	0.428	0.128	0.051
	50	0.27	4.37	62.882	14.819	2.128	0.474	0.148	0.048
15%RH	22	0.25	6.28	78.826	12.572	2.729	0.402	0.138	0.056
	40	0.27	6.24	60.228	10.451	2.191	0.379	0.154	0.063
	50	0.28	5.09	51.357	10.247	2.059	0.319	0.141	0.075
25%RH	22	0.26	5.84	77.425	14.386	2.477	0.339	0.167	0.057
	40	0.28	4.61	65.693	14.508	2.384	0.528	0.201	0.068
	50	0.27	4.86	63.307	13.170	2.042	0.402	0.153	0.054
50%RH	22	0.28	3.66	92.414	25.206	3.564	1.056	0.187	0.067
	40	0.27	3.54	78.802	22.149	3.287	1.470	0.145	0.043
	60	0.28	3.45	68.541	19.722	2.448	0.641	0.113	0.055
	70	0.26	2.98	73.575	23.903	3.282	1.032	0.102	0.032
	80	0.27	5.09	62.448	12.294	2.419	0.721	0.136	0.049
65%RH	22	0.27	4.04	87.446	21.692	2.088	0.547	0.302	0.052
	40	0.27	4.33	65.344	15.587	1.933	0.289	0.196	0.07
	50	0.28	4.76	57.207	12.634	1.864	0.327	0.162	0.056
80%RH	22	0.25	3.96	86.238	22.014	2.126	0.681	0.283	0.084
	40	0.28	5.54	75.453	14.722	1.965	0.28	0.288	0.045
	50	0.27	4.49	65.017	14.745	1.842	0.278	0.264	0.065
100%RH	22	0.26	3.85	88.622	23.243	2.495	0.6	0.202	0.070
	40	0.26	3.97	88.653	22.631	1.136	0.359	0.365	0.066
	60	0.27	4.96	81.667	17.184	0.992	0.398	0.357	0.070
	70	0.26	5.17	75.95	15.491	0.930	0.408	0.397	0.055
	80	0.25	4.56	72.212	15.948	0.836	0.161	0.393	0.090

Tableau 3.2 : Valeurs moyennes des propriétés en traction des fibres de chanvre à des températures et humidités différentes

Humidité (%RH)	Température (oC)	Diamètre (mm)	Weibull m	Résistance en rupture (MPa)		Module élastique (Gpa)		Déformation ε	
				σ_moy	SD	E_moy	SD	ε_moy	SD
0%RH	22	0.22	3.39	244.907	70.896	23.764	8.891	0.009	0.003
	40	0.22	3.36	217.392	62.931	23.934	9.004	0.009	0.003
	50	0.22	3.12	191.064	60.045	20.486	5.336	0.008	0.003
15%RH	22	0.23	3.58	265.945	73.024	21.513	5.441	0.012	0.004
	40	0.22	3.04	208.216	66.422	19.608	3.929	0.009	0.003
	50	0.22	4.43	172.101	39.030	23.803	5.283	0.007	0.002
25%RH	22	0.22	4.85	274.875	57.182	27.488	7.622	0.009	0.003
	40	0.2	4.35	249.628	59.546	27.917	7.022	0.009	0.005
	50	0.21	3.34	191.594	55.463	30.604	5.648	0.007	0.003
50%RH	22	0.24	5.68	466.546	85.423	46.113	16.610	0.012	0.005
	40	0.22	5.82	443.539	82.412	44.287	10.017	0.009	0.004
	60	0.22	4.56	247.39	54.636	25.989	6.294	0.009	0.003
	70	0.24	5.86	371.518	81.839	38.274	11.465	0.009	0.004
	80	0.24	4.96	235.028	76.357	31.325	10.149	0.009	0.003
65%RH	22	0.22	4.31	259.844	61.982	24.219	10.315	0.010	0.004
	40	0.21	5.36	176.782	34.037	22.874	7.361	0.008	0.003
	50	0.21	4.78	159.625	33.207	23.529	5.866	0.007	0.002
80%RH	22	0.21	3.41	226.814	65.265	23.993	5.972	0.009	0.003
	40	0.21	3.86	228.597	58.355	28.912	8.047	0.009	0.003
	50	0.21	3.19	212.386	63.854	23.614	6.252	0.009	0.003
100%RH	22	0.22	3.89	158.877	40.557	17.653	5.211	0.009	0.003
	40	0.2	3.15	151.234	46.413	13.969	6.181	0.011	0.003
	60	0.25	2.26	109.67	45.454	10.920	3.521	0.010	0.003
	70	0.24	3.23	113.063	34.141	10.277	3.551	0.011	0.004
	80	0.22	2.71	99.618	34.781	10.221	4.265	0.011	0.004

## **ANNEXE 4**

### **BASES DE DONNÉES DES FIBRES DE CHANVRE ET DE COCO UTILISÉES POUR LA CONCEPTION DES RÉSEAUX DE NEURONES**

Tableau 4.1 : Base de données des fibres de coco (479 exemples)

Df (mm)	Température (°C)	Humidité (%RH)	Résistance (Mpa)	Module initiale (Gpa)
0.19	22	0	61.401	2.711
0.2	22	0	74.841	2.882
0.22	22	0	50.797	1.997
0.22	22	0	81.855	1.861
0.24	22	0	48.877	2.041
0.24	22	0	68.781	2.377
0.25	22	0	67.261	2.293
0.25	22	0	58.904	2.227
0.25	22	0	66.038	2.151
0.26	22	0	84.989	3.337
0.26	22	0	72.551	2.113
0.27	22	0	47.53	1.32
0.28	22	0	61.095	1.934
0.29	22	0	81.038	2.769
0.3	22	0	45.152	1.695
0.3	22	0	87.049	2.939
0.32	22	0	49.886	1.866
0.32	22	0	73.771	2.413
0.32	22	0	68.919	2.275
0.35	22	0	57.299	2.1
0.18	40	0	88.464	1.829
0.2	40	0	81.529	1.592
0.21	40	0	73.371	1.834
0.23	40	0	69.112	1.35
0.23	40	0	83.561	1.188
0.24	40	0	72.098	1.808
0.24	40	0	52.857	2.303
0.26	40	0	47.488	1.91
0.27	40	0	62.558	2.125
0.27	40	0	92.789	1.669
0.27	40	0	52.598	2.032
0.28	40	0	65.482	2.95
0.29	40	0	84.825	2.526
0.29	40	0	51.501	1.869
0.3	40	0	81.812	2.036
0.31	40	0	69.195	1.655
0.31	40	0	42.949	1.897
0.32	40	0	51.876	1.786
0.32	40	0	48.766	1.462
0.32	40	0	55.981	2.613
0.23	40	25	59.48	2.732

0.24	40	25	65.685	1.911
0.24	40	25	81.166	2.838
0.24	40	25	71.877	2.507
0.25	40	25	44.637	1.521
0.26	40	25	61.244	2.798
0.27	40	25	75.664	2.636
0.27	40	25	54.52	2.306
0.28	40	25	69.219	2.172
0.28	40	25	89.854	3.945
0.29	40	25	49.835	2.026
0.29	40	25	40.292	1.99
0.3	40	25	71.479	2.762
0.31	40	25	59.519	2.854
0.32	40	25	43.914	2.3
0.33	40	25	33.456	1.833
0.33	40	25	43.516	2.219
0.34	40	25	65.788	2.063
0.35	40	25	59.067	1.851
0.24	50	0	47.328	1.635
0.26	50	0	41.081	2.09
0.23	50	0	53.941	2.405
0.25	50	0	46.471	1.583
0.25	50	0	54.624	2.74
0.27	50	0	50.501	1.659
0.26	50	0	55.214	1.98
0.28	50	0	48.258	1.924
0.26	50	0	61.81	1.821
0.25	50	0	66.854	1.556
0.31	50	0	43.744	1.806
0.22	50	0	90.014	2.688
0.28	50	0	55.732	1.99
0.34	50	0	44.85	2.407
0.27	50	0	72.868	2.967
0.29	50	0	64.83	2.463
0.32	50	0	53.369	1.522
0.34	50	0	53.997	2.087
0.35	50	0	59.483	2.173
0.29	50	0	86.794	3.07
0.2	70	50	64.65	3.835
0.2	70	50	52.548	5.018
0.22	70	50	49.745	2.209
0.22	70	50	61.062	2.03
0.23	70	50	42.864	2.715
0.24	70	50	55.954	3.092
0.25	70	50	78.879	2.845
0.25	70	50	75.21	2.788
0.26	70	50	52.011	3.943

0.27	70	50	49.977	2.568
0.28	70	50	46.633	2.295
0.28	70	50	66.619	3.012
0.3	70	50	32.413	2.198
0.3	70	50	36.235	2.961
0.32	70	50	55.235	3.96
0.38	70	50	32.729	3.025
0.4	70	50	44.188	3.695
0.4	70	50	41.003	4.202
0.25	22	25	70.522	2.841
0.25	22	25	50.955	2.728
0.25	22	25	54.42	2.195
0.26	22	25	94.788	2.109
0.26	22	25	71.42	2.465
0.26	22	25	55.026	2.215
0.26	22	25	84.612	2.209
0.26	22	25	80.089	2.262
0.27	22	25	71.82	2.497
0.27	22	25	72.519	2.758
0.27	22	25	65.529	2.321
0.29	22	25	72.707	2.146
0.3	22	25	99.08	2.418
0.32	22	25	71.905	2.315
0.33	22	25	59.191	2.558
0.19	22	25	83.279	3.523
0.21	22	25	74.238	2.696
0.23	22	25	54.664	2.572
0.24	22	25	87.801	2.638
0.24	22	25	62.367	2.076
0.2	22	50	82.166	2.578
0.2	22	50	92.038	4.179
0.22	22	50	88.435	2.441
0.22	22	50	98.7	5.519
0.24	22	50	80.06	2.532
0.25	22	50	60.943	2.41
0.26	22	50	85.554	4.706
0.27	22	50	69.373	4.144
0.28	22	50	52.158	2.571
0.28	22	50	58.495	3.012
0.3	22	50	48.125	2.747
0.3	22	50	52.512	3.447
0.3	22	50	62.703	2.613
0.3	22	50	75.018	3.971
0.3	22	50	98.514	2.224
0.32	22	50	55.484	3.386
0.32	22	50	72.527	4.865
0.32	22	50	95.417	4.312

0.35	22	50	64.37	2.414
0.35	22	50	77.161	4.378
0.22	40	50	93.173	2.197
0.22	40	50	63.694	2.311
0.22	40	50	76.854	4.966
0.23	40	50	57.794	1.706
0.24	40	50	51.973	5.16
0.25	40	50	59.924	2.054
0.25	40	50	104.76	3.924
0.25	40	50	43.822	2.107
0.25	40	50	44.637	2.94
0.27	40	50	61.16	2.426
0.28	40	50	56.707	1.74
0.28	40	50	110.33	3.216
0.3	40	50	46.568	2.01
0.3	40	50	96.532	2.621
0.32	40	50	58.967	2.388
0.32	40	50	58.967	3.975
0.32	40	50	60.46	2.904
0.18	80	25	84.139	2.544
0.22	80	25	33.426	1.703
0.24	80	25	81.387	0.969
0.25	80	25	50.752	2.714
0.26	80	25	35.051	1.345
0.26	80	25	35.804	1.415
0.26	80	25	90.83	2.016
0.27	80	25	61.859	1.595
0.27	80	25	65.529	1.785
0.28	80	25	51.67	1.967
0.28	80	25	63.207	3.452
0.3	80	25	84.076	1.377
0.3	80	25	88.606	1.399
0.31	80	25	63.363	2.115
0.34	80	25	39.561	1.688
0.37	80	25	56.483	2.093
0.38	80	25	81.426	2.373
0.2	60	100	67.516	2.186
0.2	60	100	60.191	1.238
0.21	60	100	75.971	0.926
0.26	60	100	72.174	0.757
0.26	60	100	70.478	0.976
0.26	60	100	81.785	1.046
0.26	60	100	33.92	0.887
0.28	60	100	49.233	0.732
0.28	60	100	65.482	0.986
0.29	60	100	94.216	0.899
0.29	60	100	68.769	0.738

0.29	60	100	46.957	0.749
0.29	60	100	59.377	1.131
0.3	60	100	65.251	1.073
0.31	60	100	73.305	1.173
0.16	60	25	96.537	3.838
0.22	60	25	63.694	2.337
0.23	60	25	59.962	2.807
0.24	60	25	32.068	2.149
0.27	60	25	85.625	3.232
0.27	60	25	62.034	2.235
0.27	60	25	44.735	1.675
0.28	60	25	53.945	1.752
0.28	60	25	99.766	3.874
0.28	60	25	44.683	1.81
0.29	60	25	73.161	2.528
0.29	60	25	67.557	1.954
0.3	60	25	69.214	3.002
0.31	60	25	34.598	2.041
0.33	60	25	36.848	1.972
0.35	60	25	53.867	2.208
0.35	60	25	68.01	2.183
0.2	80	50	88.535	3.427
0.2	80	50	67.197	2.866
0.22	80	50	72.643	2.53
0.24	80	50	62.81	3.504
0.25	80	50	42.803	3.05
0.26	80	50	58.041	1.77
0.27	80	50	44.385	2.4
0.27	80	50	53.297	3.284
0.28	80	50	46.633	2.758
0.28	80	50	54.595	2.521
0.28	80	50	51.67	1.89
0.28	80	50	57.032	1.185
0.29	80	50	54.833	2.116
0.29	80	50	71.95	1.836
0.3	80	50	67.799	2.399
0.3	80	50	45.011	1.079
0.3	80	50	56.617	3.306
0.3	80	50	56.617	2.545
0.3	80	50	52.229	2.481
0.32	80	50	50.632	1.436
0.25	22	65	53.809	1.303
0.25	22	65	59.516	1.49
0.27	22	65	51.724	1.486
0.26	22	65	56.722	2.508
0.29	22	65	49.986	1.934
0.26	22	65	65.767	1.583

0.27	22	65	61.335	1.877
0.23	22	65	85.006	2.287
0.26	22	65	74.812	1.507
0.28	22	65	66.619	1.664
0.27	22	65	77.586	1.76
0.27	22	65	80.033	1.961
0.3	22	65	67.941	2.12
0.23	22	65	116.55	3.025
0.24	22	65	108.15	2.948
0.28	22	65	87.742	2.078
0.26	22	65	106.09	2.203
0.28	22	65	95.216	2.23
0.28	22	65	115.69	3.346
0.31	22	65	103.66	2.403
0.23	40	65	73.688	2.102
0.23	40	65	63.092	1.492
0.24	40	65	55.29	1.559
0.24	40	65	70.108	1.927
0.25	40	65	40.764	1.93
0.25	40	65	59.516	1.595
0.25	40	65	39.541	1.712
0.25	40	65	81.325	2.229
0.25	40	65	46.675	1.888
0.26	40	65	59.925	2.009
0.26	40	65	52.388	1.242
0.27	40	65	30.056	2.189
0.28	40	65	91.154	2.208
0.29	40	65	61.346	1.899
0.29	40	65	80.129	1.897
0.3	40	65	64.119	2.054
0.31	40	65	50.505	2.224
0.31	40	65	68.135	2.277
0.32	40	65	70.288	2.265
0.34	40	65	55.319	2.182
0.23	50	65	50.811	1.498
0.23	50	65	41.66	1.61
0.24	50	65	72.541	2.257
0.24	50	65	48.434	1.833
0.24	50	65	67.675	2.519
0.27	50	65	41.939	1.563
0.29	50	65	73.616	2.032
0.29	50	65	75.282	2.942
0.3	50	65	82.661	2.383
0.3	50	65	33.829	1.509
0.3	50	65	48.549	1.824
0.3	50	65	41.614	1.853
0.32	50	65	47.024	1.894

0.32	50	65	41.799	2.425
0.32	50	65	41.053	1.607
0.32	50	65	38.814	1.238
0.32	50	65	54.737	1.848
0.33	50	65	40.006	1.497
0.34	50	65	71.408	2.191
0.32	60	100	37.818	0.603
0.33	60	100	84.458	1.34
0.21	22	15	84.348	2.733
0.22	22	15	85.54	2.413
0.23	22	15	86.21	3.03
0.23	22	15	83.561	3.63
0.24	22	15	63.473	2.246
0.24	22	15	68.781	2.84
0.24	22	15	91.118	3.37
0.25	22	15	94.777	2.93
0.25	22	15	57.274	2.18
0.25	22	15	78.471	3.222
0.25	22	15	69.707	2.56
0.26	22	15	63.506	2.343
0.26	22	15	75.566	2.894
0.26	22	15	79.901	2.48
0.26	22	15	88.381	2.818
0.26	22	15	79.901	2.687
0.27	22	15	53.646	2.283
0.27	22	15	63.607	2.439
0.27	22	15	47.006	2.374
0.28	22	15	46.958	3.107
0.22	40	15	37.638	2.004
0.23	40	15	53.941	1.83
0.28	40	15	39.321	2.091
0.29	40	15	39.08	2.224
0.26	40	15	49.749	1.718
0.32	40	15	33.216	2.113
0.27	40	15	46.831	1.93
0.3	40	15	41.897	2.199
0.29	40	15	45.442	2.065
0.31	40	15	40.298	1.915
0.26	40	15	57.476	1.125
0.25	40	15	63.389	2.525
0.32	40	15	39.063	1.903
0.28	40	15	52.32	2.226
0.29	40	15	52.712	2.679
0.27	40	15	67.976	2.195
0.34	40	15	46.173	2.158
0.33	40	15	50.534	2.276
0.33	40	15	60.711	1.826

0.28	40	15	27.135	2.185
0.22	50	15	73.959	2.269
0.22	50	15	66.063	2.654
0.24	50	15	69.002	2.526
0.25	50	15	69.299	2.334
0.25	50	15	50.14	2.708
0.25	50	15	66.446	2.114
0.26	50	15	45.227	2.098
0.26	50	15	65.956	2.217
0.26	50	15	56.533	2.787
0.27	50	15	49.278	1.833
0.27	50	15	51.2	2.338
0.28	50	15	48.583	1.644
0.28	50	15	49.233	1.72
0.29	50	15	54.379	2.195
0.29	50	15	38.323	2.231
0.29	50	15	48.168	2.682
0.29	50	15	49.077	1.91
0.29	50	15	64.376	1.464
0.34	50	15	49.148	1.902
0.18	22	100	99.866	2.251
0.22	22	100	54.219	1.911
0.25	22	100	67.873	3.214
0.25	22	100	48.102	2.671
0.25	22	100	79.49	2.764
0.25	22	100	76.637	3.001
0.27	22	100	64.83	1.968
0.27	22	100	71.995	1.61
0.28	22	100	48.096	3.154
0.28	22	100	90.179	2.354
0.28	22	100	93.917	2.791
0.28	22	100	38.834	2.146
0.28	22	100	87.742	2.105
0.3	22	100	100.78	2.39
0.3	22	100	67.233	0.891
0.3	22	100	86.483	2.984
0.3	22	100	50.531	2.874
0.3	22	100	59.59	2.686
0.19	40	100	98.453	1.504
0.2	40	100	55.732	1.352
0.22	40	100	89.751	1.45
0.23	40	100	85.247	0.954
0.24	40	100	116.99	1.11
0.24	40	100	68.56	1.217
0.26	40	100	85.554	0.935
0.27	40	100	81.955	1.545
0.28	40	100	100.58	0.958

0.28	40	100	87.255	1.006
0.28	40	100	83.517	0.954
0.28	40	100	58.495	1.064
0.28	40	100	73.606	1.204
0.29	40	100	72.101	0.826
0.29	40	100	37.414	0.541
0.29	40	100	92.398	1.192
0.3	40	100	45.435	0.748
0.31	40	100	55.542	0.993
0.32	40	100	88.948	0.953
0.19	22	80	74.104	1.625
0.22	22	80	120.55	2.728
0.22	22	80	101.33	2.153
0.23	22	80	90.304	2.546
0.23	22	80	75.614	1.54
0.25	22	80	94.573	1.915
0.25	22	80	51.159	1.687
0.25	22	80	85.197	2.91
0.25	22	80	105.58	2.073
0.26	22	80	52.011	1.641
0.26	22	80	75.943	2.297
0.26	22	80	84.235	2.45
0.26	22	80	52.953	2.02
0.26	22	80	67.84	1.514
0.27	22	80	69.199	1.94
0.27	22	80	117.95	2.542
0.28	22	80	100.58	2.953
0.28	22	80	49.233	2.028
0.29	22	80	42.412	1.735
0.3	22	80	37.792	1.386
0.25	40	80	80.917	2.211
0.26	40	80	78.958	2.203
0.27	40	80	64.306	1.661
0.26	40	80	51.257	1.667
0.29	40	80	96.943	1.829
0.3	40	80	52.937	1.757
0.27	40	80	55.394	1.908
0.31	40	80	62.037	1.926
0.27	40	80	80.033	2.185
0.28	40	80	86.117	2.211
0.25	40	80	84.382	2.383
0.3	40	80	63.836	1.934
0.29	40	80	83.764	2.383
0.25	40	80	80.306	2.16
0.28	40	80	77.668	2.208
0.28	40	80	60.445	1.872
0.31	40	80	42.021	1.754

0.33	40	80	58.84	1.753
0.33	40	80	62.7	1.339
0.27	50	80	37.046	2.152
0.29	50	80	38.323	1.875
0.3	50	80	41.331	1.556
0.27	50	80	43.686	1.782
0.29	50	80	49.229	1.392
0.29	50	80	52.561	1.685
0.29	50	80	52.561	2.23
0.27	50	80	53.821	2.114
0.27	50	80	57.141	1.86
0.32	50	80	58.718	2.212
0.29	50	80	59.074	1.996
0.24	50	80	61.04	1.206
0.28	50	80	61.419	1.805
0.26	50	80	61.81	1.552
0.32	50	80	63.197	1.736
0.31	50	80	70.123	1.64
0.26	50	80	75.378	2.057
0.24	50	80	77.627	1.877
0.28	50	80	84.33	2.065
0.24	50	80	89.57	2.049
0.21	70	100	42.571	0.67
0.22	70	100	57.195	1.71
0.23	70	100	33.959	0.48
0.23	70	100	46.958	0.711
0.24	70	100	49.233	0.807
0.24	70	100	61.257	0.966
0.24	70	100	82.935	1.203
0.25	70	100	58.982	1.056
0.25	70	100	62.882	0.835
0.25	70	100	100.08	0.975
0.26	70	100	75.231	0.938
0.27	70	100	55.57	0.608
0.28	70	100	48.258	0.61
0.28	70	100	72.306	0.73
0.29	70	100	50.533	0.425
0.3	70	100	61.257	0.614
0.3	70	100	65.807	0.629
0.3	70	100	69.056	0.498
0.3	70	100	90.992	1.14
0.32	70	100	76.043	1.923
0.2	80	100	62.739	0.692
0.2	80	100	65.605	0.8
0.2	80	100	76.115	0.872
0.2	80	100	86.306	0.991
0.22	80	100	56.588	0.695

0.22	80	100	60.799	0.997
0.25	80	100	75.822	0.903
0.25	80	100	64	0.617
0.25	80	100	64.611	0.655
0.26	80	100	90.077	0.887
0.26	80	100	58.983	1.033
0.26	80	100	64.071	0.624
0.26	80	100	66.898	0.617
0.28	80	100	44.846	0.755
0.29	80	100	40.746	0.99
0.29	80	100	47.562	0.797
0.29	80	100	69.98	1.078
0.3	80	100	85.916	0.621
0.3	80	100	35.244	0.693
0.3	80	100	77.424	0.883

Tableau 4.2 : Base de données des fibres de chanvre (522 exemples)

Df (mm)	Température (°C)	Humidité (%RH)	Résistance (MPa)	Module initiale (GPa)
0.24	22	0	105.4	19.93
0.2	22	0	107.37	17.642
0.17	22	0	116.68	12.818
0.15	22	0	122.54	17.365
0.23	22	0	123.43	21.714
0.2	22	0	129.21	22.57
0.3	22	0	134.06	29.498
0.1	22	0	141.95	33.015
0.21	22	0	151.65	28.082
0.27	22	0	175.92	32.796
0.18	22	0	184.01	31.729
0.19	22	0	188.69	16.698
0.21	22	0	189.78	13.604
0.16	22	0	203.59	21.561
0.15	22	0	203.82	36.693
0.15	22	0	203.82	16.263
0.24	22	0	209.28	17.039
0.32	22	0	214.97	32.701
0.33	22	0	215.07	12.661
0.32	22	0	221.22	21.051
0.26	22	0	229.58	20.496
0.13	22	0	239.38	24.656
0.25	22	0	274.43	30.145
0.36	22	0	300.02	25.764
0.25	22	0	348.68	38.624
0.22	22	0	352.39	26.234
0.37	22	0	386.59	13.543
0.1	40	0	203.82	21.679
0.14	40	0	239.18	17.615
0.14	40	0	200.18	31.297
0.15	40	0	124.96	29.055
0.16	40	0	109.19	13.363
0.17	40	0	180.91	25.855
0.18	40	0	245.68	13.96
0.18	40	0	102.11	17.568
0.2	40	0	285.71	31.991
0.2	40	0	110.1	15.126
0.2	40	0	158.33	16.744
0.21	40	0	192.38	14.269
0.22	40	0	339.15	26.622
0.22	40	0	132.35	27.863

0.22	40	0	109.19	18.409
0.22	40	0	136.49	21.88
0.23	40	0	118.69	23.303
0.23	40	0	101.28	15.035
0.24	40	0	150.9	17.612
0.24	40	0	225.21	20.809
0.25	40	0	231.48	22.913
0.25	40	0	178.34	22.124
0.25	40	0	148.5	18.31
0.26	40	0	170.79	15.816
0.26	40	0	107.09	24.4
0.27	40	0	139.52	18.316
0.28	40	0	162.49	20.806
0.3	40	0	153.47	11.539
0.32	40	0	196.2	21.079
0.33	40	0	179.23	19.219
0.1	40	15	194.72	26.996
0.15	40	15	148.01	31.307
0.16	40	15	134.21	16.927
0.17	40	15	101.7	19.677
0.17	40	15	204.46	24.067
0.17	40	15	178.77	22.416
0.18	40	15	180.97	35.754
0.18	40	15	139.52	17.405
0.18	40	15	155.7	32.912
0.19	40	15	118.77	27.315
0.2	40	15	182.89	21.353
0.2	40	15	180.16	23.705
0.22	40	15	133.18	19.259
0.22	40	15	110.02	16.222
0.22	40	15	172.06	25.184
0.23	40	15	147.96	24.846
0.23	40	15	266.65	22.298
0.23	40	15	144	23.547
0.24	40	15	143.31	23.787
0.25	40	15	143.4	19.422
0.26	40	15	188.98	33.636
0.28	40	15	165.74	22.347
0.28	40	15	167.69	19.513
0.28	40	15	142.34	29.018
0.29	40	15	171.32	18.614
0.3	40	15	87.352	21.373
0.25	50	15	192.18	24.757
0.17	60	50	229.09	27.74
0.17	60	50	117.75	28.047
0.17	60	50	159.5	36.522
0.18	60	50	320.49	40.612

0.18	60	50	224.45	29.461
0.2	60	50	389.44	30.785
0.21	60	50	233.98	24.583
0.22	60	50	150.55	23.945
0.22	60	50	141.45	32.447
0.23	60	50	113.94	40.646
0.23	60	50	87.036	27.425
0.23	60	50	139.26	25.927
0.24	60	50	164.54	28.53
0.24	60	50	146.35	26.161
0.25	60	50	151.41	22.457
0.27	60	50	159.07	29.591
0.27	60	50	113.91	25.538
0.28	60	50	329.52	33.47
0.28	60	50	200.18	37.428
0.29	60	50	121.11	28.068
0.33	60	50	134.01	28.342
0.15	50	0	189.26	15.496
0.15	50	0	246.29	26.862
0.15	50	0	247.5	26.008
0.16	50	0	247.95	36.672
0.17	50	0	199.11	19.525
0.18	50	0	183	39.302
0.2	50	0	181.07	15.008
0.21	50	0	216.65	30.271
0.22	50	0	180.33	16.98
0.22	50	0	180.330	29.156
0.22	50	0	193.56	36.295
0.22	50	0	221.69	16.707
0.23	50	0	128.18	14.251
0.23	50	0	125.81	25.592
0.23	50	0	145.59	13.339
0.23	50	0	166.27	18.648
0.23	50	0	246.07	27.483
0.24	50	0	134.21	25.849
0.24	50	0	222.93	36.7
0.25	50	0	126.66	22.803
0.25	50	0	221.29	21.118
0.26	50	0	113.67	10.461
0.26	50	0	215.09	13.698
0.3	50	0	133.85	13.799
0.3	50	0	212.31	23.962
0.16	80	25	208.14	18.489
0.16	80	25	232.03	40.472
0.17	80	25	202.32	28.496
0.17	80	25	218.38	17.912
0.17	80	25	144.52	34.323

0.18	80	25	248.71	29.354
0.18	80	25	116.27	24.267
0.19	80	25	254.78	27.887
0.19	80	25	203.06	25.817
0.19	80	25	212.63	23.315
0.2	80	25	102.82	15.76
0.2	80	25	153.78	27.388
0.2	80	25	252.05	26.919
0.21	80	25	148.19	23.848
0.21	80	25	155.12	23.799
0.22	80	25	124.91	19.226
0.22	80	25	334.19	21.453
0.23	80	25	160.62	21.936
0.23	80	25	231.83	15.765
0.23	80	25	151.92	20.8
0.24	80	25	369.96	27.508
0.25	80	25	184.9	25.659
0.25	80	25	166.12	11.829
0.25	80	25	156.51	23.77
0.27	80	25	157.04	17.388
0.28	80	25	211.1	13.642
0.3	80	25	272.98	26.535
0.3	80	25	225.66	23.243
0.3	80	25	242.65	15.467
0.31	80	25	211.92	36.869
0.15	22	50	232.94	31.954
0.17	22	50	257.99	29.023
0.17	22	50	174.49	23.989
0.17	22	50	321.88	37.467
0.18	22	50	118.29	17.973
0.19	22	50	158.04	20.525
0.19	22	50	109.19	26.526
0.19	22	50	123.56	15.71
0.2	22	50	124.66	22.095
0.2	22	50	299.36	20.533
0.21	22	50	275.57	14.863
0.21	22	50	119.59	18.751
0.21	22	50	123.92	23.766
0.22	22	50	270.49	17.506
0.22	22	50	216.73	17.915
0.23	22	50	229.46	18.075
0.23	22	50	382.96	23.41
0.24	22	50	181.98	22.388
0.24	22	50	263.12	18.861
0.24	22	50	341.98	19.082
0.25	22	50	190.72	20.117
0.25	22	50	184.9	16.545

0.26	22	50	256.88	18.709
0.3	22	50	214.79	13.092
0.3	22	50	303.91	22.52
0.3	22	50	205.04	18.574
0.31	22	50	211.92	19.569
0.32	22	50	207.01	14.583
0.15	50	50	196.54	32.191
0.16	50	50	136.49	22.582
0.16	50	50	239.99	17.842
0.17	50	50	185.19	32.371
0.17	50	50	341.49	26.393
0.18	50	50	163.79	28.43
0.19	50	50	178.15	25.132
0.19	50	50	205.93	42.635
0.2	50	50	232.94	25.475
0.21	50	50	115.26	21.568
0.21	50	50	116.99	28.883
0.21	50	50	127.39	21.804
0.21	50	50	175.05	23.839
0.21	50	50	251.31	22.55
0.22	50	50	325.09	21.287
0.23	50	50	183.57	16.491
0.23	50	50	198.6	20.205
0.23	50	50	239.74	31.498
0.24	50	50	293.45	30.189
0.25	50	50	160.87	23.109
0.25	50	50	177.62	21.833
0.26	50	50	312.87	35.617
0.27	50	50	138.17	20.495
0.15	22	25	299.67	46.38
0.15	22	25	287.53	45.449
0.15	22	25	207.46	33.181
0.16	22	25	133.08	24.984
0.17	22	25	218.38	22.525
0.18	22	25	263.88	26.391
0.18	22	25	217.37	31.43
0.18	22	25	128.4	20.613
0.19	22	25	166.66	26.181
0.19	22	25	181.03	37.217
0.19	22	25	299.79	36.785
0.2	22	25	127.39	23.77
0.2	22	25	313.92	15.093
0.2	22	25	261.15	22.825
0.2	22	25	282.07	34.523
0.22	22	25	139.8	20.787
0.22	22	25	341.63	27.973
0.22	22	25	239.06	18.871

0.24	22	25	232.79	23.108
0.25	22	25	122.29	18.295
0.25	22	25	130.3	24.473
0.25	22	25	189.26	26.689
0.25	22	25	369.79	29.683
0.26	22	25	268.08	23.781
0.28	22	25	148.84	42.289
0.29	22	25	188.26	25.087
0.3	22	25	335.46	18.461
0.3	22	25	322.72	25.351
0.12	40	25	115.26	32.732
0.15	40	25	149.23	18.874
0.16	40	25	113.74	29.359
0.16	40	25	325.3	31.935
0.18	40	25	219.39	22.593
0.18	40	25	415.53	26.07
0.19	40	25	372.59	17.953
0.19	40	25	141.76	30.907
0.2	40	25	166.51	26.517
0.2	40	25	232.03	35.502
0.21	40	25	186.32	29.209
0.21	40	25	238.31	33.075
0.21	40	25	319.77	44.615
0.21	40	25	257.38	16.152
0.21	40	25	104.86	21.929
0.22	40	25	207.63	29.509
0.22	40	25	309.37	30.299
0.22	40	25	175.37	18.076
0.22	40	25	239.89	35.782
0.23	40	25	104.44	25.496
0.24	40	25	111.47	25.355
0.26	40	25	177.78	25.864
0.26	40	25	247.78	39.619
0.27	40	25	101.1	20.536
0.18	50	25	144.58	27.458
0.14	50	25	111.79	34.666
0.14	50	25	218.38	38.105
0.16	50	25	102.37	23.969
0.17	50	25	229.09	27.74
0.17	50	25	117.75	28.047
0.17	50	25	71.723	25.425
0.17	50	25	159.5	36.522
0.18	50	25	320.49	42.516
0.18	50	25	224.45	29.461
0.19	50	25	98.654	31.211
0.19	50	25	89.076	42.351
0.2	50	25	389.44	30.785

0.21	50	25	233.98	24.583
0.22	50	25	150.55	23.945
0.22	50	25	141.45	32.447
0.23	50	25	113.94	43.017
0.23	50	25	87.036	27.425
0.23	50	25	139.26	25.927
0.24	50	25	164.54	28.53
0.24	50	25	146.35	26.161
0.25	50	25	151.41	22.457
0.27	50	25	159.07	29.591
0.27	50	25	113.91	25.538
0.28	50	25	329.52	33.47
0.28	50	25	200.18	37.428
0.29	50	25	121.11	28.068
0.33	50	25	134.01	28.342
0.18	80	50	122.33	25.654
0.23	80	50	107.61	26.282
0.24	80	50	112.22	26.417
0.3	80	50	92.812	29.658
0.23	80	50	124.22	27.443
0.21	80	50	143.85	20.761
0.12	80	50	262.36	23.89
0.23	80	50	138.47	24.472
0.21	80	50	154.25	16.662
0.2	80	50	187.44	30.005
0.21	80	50	198.45	23.012
0.3	80	50	141.34	35.27
0.25	80	50	174.7	30.855
0.24	80	50	195.63	32.779
0.22	80	50	215.9	17.074
0.3	80	50	166.21	34.19
0.26	80	50	207.18	25.781
0.18	80	50	319.48	20.071
0.2	80	50	288.44	31.264
0.19	80	50	303.63	32.456
0.32	80	50	183.12	36.573
0.28	80	50	217.73	27.234
0.33	80	50	222.79	41.663
0.3	80	50	269.34	39.004
0.29	80	50	284.27	27.695
0.15	22	65	197.91	27.738
0.16	22	65	286.62	25.583
0.17	22	65	153.08	40.017
0.17	22	65	202.32	33.431
0.17	22	65	302.55	23.671
0.19	22	65	237.54	41.813
0.2	22	65	100.09	12.017

0.21	22	65	234.85	25.344
0.21	22	65	337.97	22.43
0.22	22	65	240.72	23.836
0.22	22	65	112.5	15.844
0.22	22	65	170.4	37.032
0.23	22	65	139.26	21.135
0.23	22	65	125.81	21.881
0.24	22	65	87.2	23.144
0.24	22	65	373.07	31.958
0.24	22	65	178.95	36.554
0.24	22	65	225.21	28.594
0.25	22	65	78.617	24.722
0.26	22	65	370.97	36.308
0.27	22	65	253.43	36.351
0.27	22	65	175.92	42.511
0.3	22	65	84.319	18.27
0.32	22	65	142.55	32.598
0.12	40	65	130.42	22.788
0.14	40	65	194.98	39.042
0.16	40	65	85.305	14.383
0.17	40	65	160.57	35.393
0.17	40	65	322.22	27.16
0.17	40	65	98.485	20.269
0.18	40	65	278.03	31.166
0.18	40	65	107.17	17.273
0.19	40	65	263.4	24.503
0.2	40	65	155.6	28.488
0.2	40	65	85.532	23.149
0.2	40	65	48.226	21.665
0.22	40	65	110.02	18.02
0.23	40	65	177.24	22.244
0.23	40	65	116.31	14.629
0.24	40	65	87.2	14.428
0.25	40	65	111.37	20.166
0.25	40	65	176.16	16.549
0.26	40	65	94.491	26.329
0.27	40	65	264.89	28.667
0.27	40	65	151.65	32.127
0.28	40	65	222.28	18.043
0.1	50	65	189.26	39.853
0.2	50	65	75.523	19.898
0.21	50	65	80.593	22.284
0.21	50	65	99.658	25.49
0.15	50	65	131.03	22.105
0.25	50	65	93.904	19.914
0.15	50	65	135.88	30.327
0.22	50	65	97.609	25.253

0.16	50	65	121.7	25.096
0.18	50	65	121.32	20.71
0.18	50	65	126.38	14.975
0.15	50	65	166.21	21.473
0.14	50	65	176.78	20.792
0.25	50	65	99.727	20.729
0.17	50	65	164.92	33.084
0.14	50	65	181.98	22.782
0.24	50	65	113.74	15.791
0.25	50	65	114.29	22.419
0.14	50	65	218.38	32.21
0.31	50	65	106.84	15.024
0.22	50	65	151.38	20.61
0.26	50	65	151.19	25.924
0.3	50	65	127.99	15.11
0.18	50	65	220.4	30.489
0.24	50	65	165.3	21.082
0.24	50	65	214.59	29.263
0.28	50	65	196.93	26.062
0.3	50	65	187.69	19.531
0.23	80	50	381.37	29.905
0.31	50	50	127.98	22.349
0.31	50	50	163.2	20.782
0.32	50	50	238.29	19.624
0.12	60	50	216.86	29.097
0.14	60	50	218.38	38.105
0.16	60	50	102.37	23.969
0.12	50	15	166.82	23.331
0.15	50	15	164.99	24.279
0.16	50	15	214.97	20.429
0.17	50	15	146.66	23.342
0.18	50	15	136.49	14.471
0.18	50	15	278.03	24.417
0.18	50	15	232.54	19.453
0.19	50	15	209.76	20.691
0.19	50	15	178.15	23.32
0.2	50	15	101.00	18.31
0.21	50	15	291.17	21.907
0.22	50	15	177.02	13.92
0.22	50	15	113.33	13.043
0.22	50	15	112.5	15.451
0.22	50	15	323.44	17.714
0.23	50	15	153.5	25.446
0.23	50	15	205.72	20.576
0.23	50	15	102.07	21.565
0.23	50	15	194.64	17.597
0.24	50	15	314.68	18.212

0.25	50	15	174.7	15.272
0.25	50	15	142.68	17.451
0.25	50	15	107.01	17.202
0.3	22	80	112.83	24.382
0.18	22	80	118.29	20.082
0.25	22	80	130.3	23.125
0.21	22	80	134.32	21.444
0.21	22	80	139.52	21.23
0.17	22	80	144.52	25.894
0.18	22	80	147.61	34.378
0.27	22	80	155.02	17.003
0.21	22	80	160.32	29.781
0.18	22	80	161.76	29.086
0.26	22	80	177.78	15.347
0.22	22	80	185.29	21.243
0.13	22	80	186.18	28.243
0.17	22	80	193.76	24.065
0.21	22	80	194.98	16.382
0.18	22	80	201.19	18.474
0.2	22	80	202	23.272
0.27	22	80	218.38	30.674
0.26	22	80	232.38	22.998
0.21	22	80	250.44	17.437
0.2	22	80	260.24	23.674
0.19	22	80	260.52	34.988
0.23	22	80	262.69	16.907
0.16	22	80	277.52	27.285
0.17	22	80	322.22	15.533
0.21	22	80	331.04	33.713
0.17	22	80	336.13	31.161
0.13	40	80	229.58	30.98
0.14	40	80	166.38	24.099
0.15	40	80	171.07	42.805
0.15	40	80	189.26	32.611
0.16	40	80	207.01	45.135
0.17	40	80	202.32	31.412
0.17	40	80	355.4	30.375
0.17	40	80	169.14	26.703
0.18	40	80	298.25	28.764
0.18	40	80	233.55	27.682
0.19	40	80	297.88	40.804
0.2	40	80	204.73	12.769
0.2	40	80	140.13	28.658
0.21	40	80	201.91	21.533
0.21	40	80	129.12	20.005
0.22	40	80	245.68	37.147
0.22	40	80	140.62	18.165

0.23	40	80	227.88	42.073
0.23	40	80	144.004	20.558
0.24	40	80	227.48	31.635
0.25	40	80	267.15	24.655
0.28	40	80	174.18	26.236
0.3	40	80	170.46	24.26
0.31	40	80	144.41	29.797
0.33	40	80	244.3	23.945
0.15	50	80	274.19	28.895
0.15	50	80	223.23	29.811
0.15	50	80	211.1	34.85
0.17	50	80	292.19	20.757
0.17	50	80	264.41	33.018
0.17	50	80	117.75	15.332
0.17	50	80	266.55	23
0.18	50	80	276.01	21.84
0.2	50	80	115.56	18.026
0.2	50	80	231.12	32.86
0.2	50	80	245.68	24.585
0.21	50	80	126.52	16.979
0.21	50	80	163.79	35.499
0.22	50	80	213.42	25.895
0.22	50	80	216.73	30.179
0.22	50	80	94.301	21.54
0.22	50	80	277.11	26.486
0.22	50	80	162.13	21.81
0.23	50	80	193.06	23.489
0.23	50	80	195.44	16.084
0.23	50	80	109.98	28.329
0.24	50	80	118.29	24.641
0.24	50	80	298	20.117
0.25	50	80	104.1	13.578
0.25	50	80	124.48	22.753
0.25	50	80	131.03	16.855
0.25	50	80	107.01	16.709
0.26	50	80	149.79	17.286
0.25	50	15	109.92	22.188
0.26	50	15	128.09	19.416
0.26	50	15	242.18	21.525
0.27	50	15	289.83	25.416
0.27	50	15	112.56	16.662
0.22	70	50	369.43	36.482
0.21	70	50	192.9	44.377
0.22	70	50	113.74	34.382
0.22	70	50	172.88	22.549
0.12	70	50	152.87	22.813
0.22	70	50	405.82	29.62

0.26	70	50	180.16	45.127
0.21	70	50	351.23	45.279
0.22	70	50	217.47	40.281
0.22	70	50	391.08	31.518
0.26	70	50	191.08	34.807
0.2	70	50	218.38	47.564
0.25	70	50	300.27	33.12
0.18	70	50	394.9	17.026
0.25	50	15	250.41	10.872
0.25	70	50	181.07	18.215
0.22	70	50	343.95	22.852

## Programmes d'apprentissage et de validation des réseaux de neurones choisis

% Apprentissage et validation du R.N choisi pour fibres de chanvre

```

load input_hemp
load target_hemp
[input_hempn,mininput_hemp,maxinput_hemp,target_hempn,mintarget_hemp,m
axtarget_hemp] = premnmx(input_hemp,target_hemp);
[input_hemptrans,transMat] = prepca(input_hempn,0.01);
[R,Q]=size(input_hempn);           %check size of input

%Reproduction 1:
%itst = 2:5:Q;                      % ensemble de test
%ival = 1:5:Q;                      % ensemble de validation
%itr = [4:5:Q 3:5:Q 5:5:Q];         % ensemble de trainging

% Reproduction 2:
%itst = 3:5:Q;
%ival = 2:5:Q;
%itr = [1:5:Q 4:5:Q 5:5:Q];

% Reproduction 3:
%itst = 4:5:Q;
%ival = 3:5:Q;
%itr = [1:5:Q 2:5:Q 5:5:Q];

% Reproduction 4:
%itst = 5:5:Q;
%ival = 4:5:Q;
%itr = [2:5:Q 3:5:Q 1:5:Q];

% Reproduction 5:
itst = 2:5:Q;
ival = 5:5:Q;
itr = [2:5:Q 3:5:Q 4:5:Q];

```

```

val.P = input_hemptrans(:,iival);
val.T = target_hempn(:,iival);
test.P = input_hemptrans(:,iitst);
test.T = target_hempn(:,iitst);
ptr = input_hemptrans(:,iitr);
ttr = target_hempn(:,iitr);
a_ttr=target_hemp(:,iitr);
a_test=target_hemp(:,iitst);
ptst= input_hemptrans(:,iitst);           % input test dataset normalized
ttst=target_hempn(:,iitst);             % target test dataset normalized

% initialization du RN

net=newff(minmax(ptr),[18 2],{'tansig','tansig'},'trainlm');
%w=mywbif(18,minmax(ptr));
w=rands(18,minmax(ptr));
b=rands(18);

% apprentissage

net.trainParam.show = 25;
net.trainParam.epochs = 300;
net.trainParam.goal = 0.01;
net=init(net);
[net,tr]=train(net,ptr,ttr,[],[],val,test);

plot(tr.epoch,tr.perf,tr.epoch,tr.vperf,tr.epoch,tr.tperf)
legend('Training','Validation','Test',-1);
ylabel('Squared Error'); xlabel('Epoch')

% Post-training linear regression analysis of training dataset

an_tr = sim(net,ptr);
out_tr = postmnmx(an_tr,mintarget_hemp,maxtarget_hemp);

for i=1:2
figure(i)
[m(i),b(i),r(i)] = postreg(out_tr(i,:),a_ttr(i,:));
end

% Post training linear regression analysis of test dataset

an_tst = sim(net,ptst);
out_test = postmnmx(an_tst,mintarget_hemp,maxtarget_hemp);

for i=1:2
figure(i)
[m(i),b(i),r(i)] = postreg(out_test(i,:),a_test(i,:));
end

```

```

% Performance du réseau

e_tr_stress=an_tr(1,:)-ttr(1,:);
e_tr_module=an_tr(2,:)-ttr(2,:);
perf_stress_tr=mse(e_tr_stress);
perf_module_tr=mse(e_tr_module);

e_tst_stress=an_tst(1,:)-ttst(1,:);
e_tst_module=an_tst(2,:)-ttst(2,:);
perf_stress_tst=mse(e_tst_stress);
perf_module_tst=mse(e_tst_module);

% Apprentissage et validation du réseau de neurones pour fibres de coco

load input_coir_train
load target_coir_train
[input_coir_trainn,mininput_coir_train,maxinput_coir_train,target_coir_trainn,mintarget_coir_train,maxtarget_coir_train] =
premnmx(input_coir_train,target_coir_train);
[input_coir_traintrans,transMat] = prepca(input_coir_trainn,0.05);
[R,Q]=size(input_coir_trainn); %check size of input

% Reproduction 1:
%iitst = 2:5:Q; % ensemble de test
%iival = 1:5:Q; % ensemble de validation
%iitr = [4:5:Q 5:5:Q 3:5:Q]; % ensemble de trainning

% Reproduction 2:
%iitst = 3:5:Q;
%iival = 2:5:Q;
%iitr = [1:5:Q 4:5:Q 5:5:Q];

% Reproduction 3:
%iitst = 4:5:Q;
%iival = 3:5:Q;
%iitr = [1:5:Q 2:5:Q 5:5:Q];

% Reproduction 4:
%iitst = 5:5:Q;
%iival = 4:5:Q;
%iitr = [1:5:Q 3:5:Q 2:5:Q];

% Reproduction 5:
iitst = 1:5:Q;
iival = 5:5:Q;
iitr = [4:5:Q 3:5:Q 2:5:Q];

```

```

val.P = input_coir_trainn(:,iival);
val.T = target_coir_trainn(:,iival);
test.P = input_coir_trainn(:,iitst);
test.T = target_coir_trainn(:,iitst);
ptr = input_coir_trainn(:,iitr);
ttr = target_coir_trainn(:,iitr);
a_ttr=target_coir_train(:,iitr);
a_test=target_coir_train(:,iitst);
ptst = input_coir_trainn(:,iitst);           % input test dataset
ttst=target_coir_trainn(:,iitst);           % target test dataset

% Initialisation et apprentissage du réseau

net=newff(minmax(ptr),[18 2],{'tansig' 'tansig'},'trainlm');
%w=mywbif(18,minmax(ptr));
w=rands(18,minmax(ptr));
b=rands(18);
net.trainParam.show = 25;
net.trainParam.epochs = 300;
net.trainParam.goal =0.01;
net=init(net);
[net,tr]=train(net,ptr,ttr,[],[],val,test);

plot(tr.epoch,tr.perf,tr.epoch,tr.vperf,tr.epoch,tr.tperf)
legend('Training','Validation','Test',-1);
ylabel('Squared Error'); xlabel('Epoch')

% Post training linear regression analysis of train dataset

an_tr = sim(net,ptr);
out_tr = postmnmx(an_tr,mintarget_coir_train,maxtarget_coir_train);

for i=1:2
figure(i)
[m(i),b(i),r(i)] = postreg(out_tr(i,:),a_ttr(i,:));
end

% Post training linear regression analysis of test dataset

an_tst = sim(net,ptst);
out_test = postmnmx(an_tst,mintarget_coir_train,maxtarget_coir_train);

for i=1:2
figure(i)
[m(i),b(i),r(i)] = postreg(out_test(i,:),a_test(i,:));
end

% Performance du réseau

e_tr_stress=an_tr(1,:)-ttr(1,:);
e_tr_module=an_tr(2,:)-ttr(2,:);

```

```
perf_stress_tr=mse(e_tr_stress);
perf_module_tr=mse(e_tr_module);

e_tst_stress=an_tst(1,:)-ttst(1,:);
e_tst_module=an_tst(2,:)-ttst(2,:);
perf_stress_tst=mse(e_tst_stress);
perf_module_tst=mse(e_tst_module);
```

## RÉFÉRENCES

- [1] P. O. Olesen and D. V. Plackett, 1999. "Perspectives on the performance of natural plant fibres," in *NATURAL FIBRES PERFORMANCE FORUM*, Copenhagen 27th - 28th May.
- [2] A. K. Bledzki and J. Gassan, 1999. "Composites reinforced with cellulose based fibres," *Progress in Polymer science*, vol. 24, pp. 221-274.
- [3] O. W. R. Melvin and J. Tomas, 1998. "Natural fibre composites - The potential for the Asian markets," *Progress in Rubber and Plastics Technology*, vol. 14.
- [4] R. M. Rowell and R. Anand, 1997. "Utilization of Natural Fibers in Plastic Composites: Problems and Opportunities," in *Lignocellulosic-Plastics Composites*, A. L. Leao, F. X. Carvalho, and E. Frollini, Eds., pp. 23-51.
- [5] K. G. Satyanarayana, K. Sukumaran, and R. S. Mukherjee, 1990. "Natural Fibre-Polymer Composites," *Cement & Concrete Composites*, vol. 12, pp. 117-136.
- [6] H. Belmares, E., 1981."New composite materials from natural hard fibers," *Industrial & engineering chemistry product research and development*, vol. 20, p. 555.
- [7] K. Oksman, 2000. "Mechanical properties of natural fibre mat reinforced thermoplastic," *Applied Composite Materials*, vol. 7, pp. 403-414.
- [8] D. Nabi Saheb and J. P. Jog, 1999."Natural fiber polymer composites: A Review," *Advanced in Polymer Technology*, vol. 18, pp. 351-363
- [9] R. Kohler and R. W. Kesseler, 1999."Designing natural fibers for advanced materials," in *5th International conference on Woodfiber-plastic composites/Proceeding*.
- [10] L. Yan, Y. W. Mai, and L. Ye, 2000."Sisal fibre and its composites: a review of recent developments," *Composites Science and Technology*, vol. 60, pp. 2037-2055.
- [11] J. Gassan, 2000."Possibilities to Improve the Properties of Natural Fiber Reinforced Plastics by Fiber Modification – Jute Polypropylene Composites," *Applied composite materials*, vol. 7, pp. 373-385.

- [12] A. K. Bledzki, S. Reihmane, and J. Gassan, 1996."Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 59, pp. 1329-1336.
- [13] S. J. Eichhorn, C. A. Ballie, L. Y. Mwaikambo, and M. P. Ansell, 2001."Review :Current international research into cellulosic fibres and composites," *Journal of materials science*, vol. 36, pp. 2107-2131.
- [14] L. Y. Mwaikambo and M. P. Ansell, 2003 "Hemp fibre reinforced cashew nut shell liquid composites," *Composites Science and Technology*, vol. 63, pp. 1297-1305.
- [15] S. Thomas, 2000."Renewable materials for automotive applications," Daimler-Chrysler, Stuttgart
- [16] G. Goulart Silva and D. A. De Souza, 2000."Mechanical and Thermal Characterization of Native Brazilian Coir Fiber," *Jounal of Applied Polymer Science*, vol. 76, pp. 1197-1206.
- [17] D. G. Hepworth and R. N. Hobson, 2000."The use of unretted hemp fibre in composite manufacture," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, pp. 1279-1283.
- [18] V. G. Geethamma, R. Joseph, and S. Thomas, 1995."Short coir fibre-reinforced natural Rubber composites: Effects of fiber length, orientaion and akali treatmen," *Journal of applied polymer science*, vol. 55.
- [19] J. E. Berg and P. A. Gradin, 1999."A micromechanical model of the deterioration of a wood fibre," *Journal of Pulp and Paper Science*, vol. 25, pp. 66-71.
- [20] K. Persson, 2000."Micromechanical modelling of wood and fibre properties," in *Department of Mechanics and Materials, Structural Mechanics* Lund, Sweden: Lund University.
- [21] Z. P. Basant, 1985."Constitutive equation of wood at variable humidity and temperature," *Wood Science and Technology*, vol. 19, pp. 159-177.
- [22] J. F. Siau, 1995. *Wood: Influence of moisture on physical properties*: Department of Wood Science and Forest Products, Virginia Polytechnic Institute and State University, USA.

- [23] P. Navi and F. Heger, 2005. *Comportement thermo-hydromécanique du bois*: Press polytechniques et universitaires romandes.
- [24] K. G. Satyanarayana, K. Sukumaran, and P. S. Mukherjee, 1986."Materials science of some lignocellulosic fibers," *Metallography*, vol. 19, pp. 389-400.
- [25] P. S. Mukherjee and K. G. Satyanarayana, 1986."Structure and properties of some vegetable fibres - Part 2:Pineapple fibre," *Journal of materials science*, vol. 21, pp. 51-56.
- [26] P. S. Mukherjee and K. G. Satyanarayana, 1984."Structure and properties of some vegetable fibres - Part 1: Sisal fibre," *Journal of Materials Science*, vol. 19
- [27] D. N. Mahato, B. K. Mathur, and S. Bhattacherjee,1995."Effect of alkali treatment on thermal stability and moisture retention of coir fibre," *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, vol. 20, p. 202.
- [28] K. G. SATYANARAYANA, A. G. KULKARNI, and P. K. ROHATGI, 1981."STRUCTURE AND PROPERTIES OF COIR FIBRES.," vol. 4 PT4, pp. 419-436.
- [29] M. Sudhakaran Pillai and R. Vasudev, 2001."Applications of coir in agricultural textiles," in *International Seminar on Technical Textiles*, Mumbai, India
- [30] J. Rout, M. Misra, and S. S. Tripathy, 2001."Influence of fibre treatment on the performance of coir-polyester composites," *Composites science and Technololy*, vol. 61
- [31] O. Owolabi, T. Czvikovszky, and I. Kovacs, 1985"Coconut-fiber-reinforced thermosetting plastics," *Coconut-fiber-reinforced thermosetting plastics*, vol. 30, pp. 1827-1836.
- [32] S. V. Prasad, C. Pavithran, and P. K. Rohatgi, 1983."Alkali treatment of coir fibres for coir-polyester composites," *Journal of materials science*, vol. 18, pp. 1443-1454.
- [33] H. D. Rozman, K. W. Tan, and R. N. Kumar, 2000."The effect of lignin as a compatibilizer on the physical properties of coconut fiber - polypropylene composites," *European Polymer Journal*, vol. 36, pp. 1483-1494.
- [34] G. Khosrow, D. T. Romildo, and P. B. Normando, 1999."Behaviour of composites soil reinforced with natural fibres " *Cement and Concrete Composites*, vol. 21, pp. 39-48.

- [35] M. Prasad and M. Sain, 2003."Mechanical properties of thermally treated hemps fibers in intert atmosphere for potential composite reinforcement," *Mat. Res. Innovat.*, vol. 7, pp. 231-238.
- [36] D. Nabi Shaeb and J. P. Jog, 1999."Natural fiber polymer composites: A review," *Advances in Polymer Technology*, vol. 18.
- [37] A. R. Sanadi, S. V. Prasad, and P. K. Rohatgi, 1986."Sunhemp fibre-reinforced polyester," *Journal of materials science*, vol. 21, pp. 4299-4304.
- [38] W. E. Morton and J. W. S. Hearle, 1975. *Physical properties of textile fibres*. London: Heinemann -The textile Institut.
- [39] C. Skaar, 1988. *Wood-Water Relation*. Berlin: Springer-Verlag.
- [40] Q. Zhu and Y. Li, 2003."Effect of pore size dictribution and fiber diameter on the coupled heat and liquid moisture transfer in porous textiles," *Int. J. of Heat and Mass Transfer*, vol. 46, pp. 5099-5111.
- [41] S. J. Gregg and K. S. W. Sing, 1982. *Adsorption, surface area and porosity*. New York: Academic Press Inc. (London) LTD.
- [42] S. Brunauer, 1945. *The Adsorption of Gases and Vapors* vol. 1: Princeton University Press, NJ.
- [43] D. D. Duong, 1998. *Adsorption analysis : equilibria and kinetics*: Imperial College Press
- [44] S. Okubayashi, U. J. Griesser, and T. Bechtold, 2004. "A kinetic study of moisture sorption and desorption on lyocell fibers," *Carbohydrate Polymers*, vol. 58, pp. 293-299.
- [45] G. Velazquez de la Cruz, J. A. Torres, and M. O. Martin-Polo, 2001. "Temperature effect on the moisture sorption isotherms for methylcellulose and ethylcellulose films," *Journal of Food Engineering*, vol. 48, pp. 91-94
- [46] C. D. S. Luiza Helena, C. P. Nehemias, and O. Curty, 2001."Equilbrium moisture isotherms of textiles materials," *Acta Scientiarum*, vol. 23, pp. 1363-1368.
- [47] A. J. J. Van Der Zanden and A. M. E. Schoenmakers, 1996."Influence of sorption isotherms on the drying of porous materials," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 39, pp. 2319-2327.

- [48] S. H. Lin, 1991."Moisture desorption in cellulosic materials," *Industrial & Engineering Chemistry Research*, vol. 30, pp. 1833-1836.
- [49] M. A. Khan and M. S. Rahman, 1991."Moisture sorption isotherms of wood and wood-plastic composites (WPC)," *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, vol. 30, pp. 435-440.
- [50] B. Raj, A. Eugene Raj, K. R. Kumar, and Siddarammaiah, 2002."Moisture-sorption characteristics of starch/low-density polyethylene films," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 84, pp. 1193-1202.
- [51] V. L. Cuong and G. L. Nhan, 1992."Multilayer adsorption of moisture in wool and its application in fabric steaming," *Textile Research Journal*, vol. 62, pp. 648 - 657.
- [52] Z. Zhongbin, J. B. Ian, and A. T. Marvin, 1999. "Water absorption in EVOH films and its influence on glass transition temperature," *Journal of Polymer Science - Part B: Polymer Physics*, vol. 37, pp. 691 - 699.
- [53] B. Hao and S. Avramidis, 2003."Wood sorption fractality in the hygroscopic range. Part II. New model development and validation," *Wood and Fiber Science*, vol. 35, pp. 601-608.
- [54] A. Tsiapouris and L. Linke, 2000."Water Vapor Sorption Determination of Starch Based Porous Packaging Materials," *Starch/Staerke*, vol. 52, pp. 53-57.
- [55] Z. Zhang, J. B. Ian, and A. T. Marvin, 1998. "Water absorption in EVOH films and its influence on glass transition temperature," *Journal of Polymer Science:Part B: Polymer Physics*, vol. 37, pp. 691-699.
- [56] S. Endrenyi, 1984."CONTRIBUTION TO THE THEORY OF SORPTION ISOTHERMS.," *Physicochem Hydrodyn, 5th Int Conf, Dec 16-21 1984*, vol. 6, pp. 691-698.
- [57] S. M. Henderson, 1952."A basic concept of equilibrium moisture," *Agric. Eng.*, vol. 33, pp. 9-32.
- [58] A. V. Luikov, 1966. *Heat and mass transfer in capillary porous bodies*. Oxford: Pergamon Press.
- [59] S. Brunauer, P. H. Emmett, and E. Teller, 1938."Adsorption of Gases in Multimolecular Layers," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 60, pp. 309-319.

- [60] J. Q. Elisabeth, J. Quirijns, and J. Anton, 2005."Sorption isotherms, GAB parameters and isosteric heat of sorption," *J Sci Food Agric.*, vol. 85, pp. 1805-1814.
- [61] W. R. Foss, C. A. Bronkhorst, and K. A. Bennett, 2003."Simultaneous heat and mass transport in paper sheets during moisture sorption from humid air," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 46, pp. 2875-2886.
- [62] R. W. Dent, 1977."A multilayer theory for gas sorption. I. Sorption of a single gas," *Text Res J*, vol. 47, pp. 145-52.
- [63] E. O. Timmermann, J. Chirife, and H. A. Iglesias, 2001."Water sorption isotherms of foods and foodstu s: BET or GAB parameters?," *Journal of Food Engineering*, vol. 48, pp. 19-31.
- [64] M. D. Hossain and B. K. Bala, 2001."Sorption isotherms and heat of sorption of pineapple," *Journal of Food Engineering*, vol. 48, pp. 103-107.
- [65] A. J. Hunter, 1991. "On the basic equation of sorption and the isosteric heat," *Wood Science and Technology*, vol. 25, pp. 99-111.
- [66] L. Wadso, 1994."Describing non-Fickian water-vapour sorption in wood," *Journal of Materials Science*, vol. 29, pp. 2367-2372
- [67] G. S. Springer, 1984. *Environmental effects on composite materials* vol. 1,2,3
- [68] R. M. Rao and N. Balasubramanian, "A Fickian diffusion model for permeable fiber polymer composites " in *Environmental Effects on Composite Materials*. vol. 2, S. S. George, Ed. Westport, Connecticut: Technomic Publishing Co., 1984, pp. 179-189.
- [69] P. V. Joseph, S. R. Marcelo, and L. H. C. Mattoso, 2002."Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites," *Composites Science and Technology*, vol. 62, pp. 1357-1372.
- [70] A. Stamboulis and C. A. Baillie, 2000."Environmental durability of flax fibres and their composites based on polypropylene matrix," *Applied Composite Materials*, vol. 7, pp. 273 - 294.
- [71] F. H. M. M. Costa and J. M. M. D'Almeida, 1999."Effect of water absorption on the mechanical properties of sisal and jute fiber composites," *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, vol. 38, pp. 1081-1094.

- [72] M. S. Sreekala and S. Thomas, 2003."Effect of fibre surface modification on water-sorption characteristics of oil palm fibres," *Composites Science and Technology*, vol. 63, pp. 861-869.
- [73] A. Stamboulis, C. A. Baillie, and T. Peijs, 2001."Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibres," *Composites: Part A*, vol. 32, pp. 1105-1115.
- [74] M. S. Sreekala and S. Thomas, 2001."Water - Sorption kinetics in oil palm fibres," *Journal of Polymer Science - Part B: Polymer Physics*, vol. 39, pp. 1215-1223.
- [75] P. Laurent, N. Quang Trong, and S. Daniel, 1997."Experimental studies and modelling of sorption and diffusion of water and alcohols in cellulose acetate," *Polymer International*, vol. 42, pp. 9-16.
- [76] I. C. Watt and M. Kabir, 1975. "Sorption of water vapour in jute fibres," *Textile Research Journal*, vol. 45, pp. 42-48, January.
- [77] P. Nordon, B. H. Mackay, J. G. Downes, and G. B. McMahon, 1960."Sorption kinetics of water vapor in wool fibres," *Textile Research Journal*, vol. 30, pp. 761-770.
- [78] A. C. Newns, 1959."Sorption and desorption kinetics of water in a regenerated cellulose " *Journal of Polymer Science* vol. 41, pp. 425-434.
- [79] J. Crank and G. S. Park, 1968. *Diffusion in polymers*. New York: Academic Press.
- [80] I. C. Watt, 1960."Kinetic study of the wool - water system. Part II: The mechanisms of two-stage absorption," *Textile Research Journal*, vol. 30, pp. 644-651.
- [81] M. Feughelman, 1959."The sorption of water by dry keratin fibres in atmospheres above 90% RH," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 2, pp. 189-191.
- [82] G. S. Springer, 1981. *Environmental effects on Composite Materials* vol. 1-2-3: TECHNOMIC publication.
- [83] J. Crank, 1975. *The mathematics of diffusion*: Oxford University Press.

- [84] N. E. Marcovich, M. M. Reboreda, and M. I. Aranguren, 1999 "Moisture diffusion in polyester-woodflour composites," *Polymer*, vol. 40, pp. 7313-7320.
- [85] S. W. Tsai and H. T. Hahn, 1980. *Introduction to composite materials*. Connecticut, USA: Technomic Publishing Company.
- [86] Y. Weitsman, 1990."A continuum diffusion model for viscoelastic materials," *The Journal of Physical Chemistry*, vol. 94, pp. 961-968.
- [87] S. Roy, W. X. Xu, S. J. Park, and K. M. Liechti, 2000."Anomalous moisture diffusion in viscoelastic polymer: Modelling and Testing," *Jounal of Applied Mecanics*, vol. 67, pp. 391-396.
- [88] B. Li-Rong, F. Y. Albert, and Y. C. L. Charles, 2001. "Moisture absorption and hygrothermal aging in a bismaleimide resin," *Polymer*, vol. 42, pp. 7327-7333.
- [89] K. Krabbenhoft and L. Damkilde, 2004. "A model for non-Fickian moisture transfert in wood," *Materials and structures*, vol. 37, pp. 615-622.
- [90] S. Biswas, G. Srikanth, and S. Nangia, 2001. "Developement of Natural Fibre Composites in India," in *Composites 2001 Convention and Trade Show* Tampa, FL, USA: Composites Fabricators Association.
- [91] A. Stamboulis, C. A. Baillie, and T. Peij, 2001. "Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers," *Composites:Part A*, vol. 32.
- [92] A. Stamboulis and C. A. Baillie, 2000. "Environmental durability of flax fibres and their composites based on polypropylene matrix," *Applied composite materials*, vol. 7, pp. 273-294.
- [93] K. Nakamura, T. Hatakeyama, and H. Hatakeyama, 1983 "EFFECT OF BOUND WATER ON TENSILE PROPERTIES OF NATIVE CELLULOSE.," vol. 53, pp. 682-688.
- [94] A. C. Karmaker and G. Hinrichsen, 1994 "Effect of water uptake on some physical properties of jute fibres " *J. Text. Inst.*, vol. 85, pp. 288-290.
- [95] J. Gassan and K. Bledzki, 2001 "Thermal Degradation of Flax and Jute Fibers," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 82, pp. 1427-1422.
- [96] M. N. Bora, D. Saikia, R. Saikai, and C. Talukdar, 1997. "Thermophysical properties of some natural plant fibres by thermogravimetric and derivative

- thermogravimetric methods," *High temperature - High pressure*, vol. 29, pp. 683 - 688.
- [97] R. Bilbao, A. Millera, and J. Arauzo, 1989. "Thermal decomposition of lignocellulosic materials: influence of the chemical composition," *Thermochimica Acta*, vol. 143, pp. 149-159.
  - [98] E. Karmazsin, 1987. "Thermal analysis in the cellulose, paper and textile industry," *Thermochimica Acta*, vol. 110, pp. 471-475,
  - [99] R. Bilbao, J. Arauzo, and A. Millera, 1987. "Kinetics of thermal decomposition of cellulose : Part II. Temperature differences between gas and solid at high heating rates," *Thermochimica Acta*, vol. 120, pp. 133-141,
  - [100] A. A. Hanna, A. Abd-el-Wahid, and M. H. Abbas, 1983. "The thermal degradation of some cellulosic materials," *Thermochimica Acta*, vol. 71, pp. 119-128,
  - [101] G. C. Yang, H. M. Zeng, and W. B. Zhang, 1995. "Thermal treatment and thermal behaviour of sisal fibre," *Cellulose Science and Technology*, vol. 3, pp. 15-19.
  - [102] C. Navin and S. A. R. Hashmi, 1993. "Mechanical properties of sisal fibre at elevated temperatures," *Journal of Materials science*, vol. 28, pp. 6724 - 6728.
  - [103] D. S. Varma, M. Varma, and I. K. Varma, 1986. "Thermal behaviour of coir fibres," *Thermochimica Acta*, vol. 108, pp. 199-210.
  - [104] Y. M. Leonard and P. A. Martin, 2001. "Chemical modification of Hemp, Sisal, Jute, and Kapok fibers by alkalization," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 84, pp. 2222-2234.
  - [105] J. Bodig and B. A. Jayne, 1993. *Mechanics of wood and wood composites*. Malabar, Flor.
  - [106] D. G. Hepworth and D. M. Bruce, 2000. "The manufacture and mechanical testing of thermosetting natural fibre composites," *Journal of materials science*, vol. 35, pp. 293-298.
  - [107] A. Bismarck, 2001. "Surface characterization of natural fibers; surface properties and the water up-take behavior of modified sisal and coir fibers," *Green chemistry*, vol. 3, p. 100.

- [108] K. G. Satyanarayana, C. K. S. Pillai, and K. Sukumaran, 1982. "Structure property studies of fibres from various parts of the coconut tree," *Journal of Materials Science*, vol. 17, pp. 2453-2462.
- [109] N. H. A. S. Y. Nanayakkara and M. G. M. U. Ismail, 2005. "Characterization and Determination of Properties of Sri Lankan Coconut Fibres," *Journal of Natural Fibers*, vol. 2
- [110] Perkin Elmer LLC, 1999. *Pyris Software for Windows - Version 3.7*:
- [111] Perkin Elmer LLC, 1999. *Pyris Kinetics Software Guide - Version 3.7*:
- [112] B. Wielage, T. Lampke, and G. Marx, 1999. "Thermogravimetric and differential scanning calorimetric analysis of natural fibres and polypropylene," *Thermochimica Acta*, vol. 337, pp. 169 - 177.
- [113] J. G. Cook, "Handbook of Textile Fibres," 5th ed, 1984, pp. 35-73.
- [114] A. Nechwatal, K.-P. Mieck, and T. Reußmann, 2003. "Developments in the characterization of natural fibre properties and in the use of natural fibres for composites," *Composites Science and Technology*, vol. 63, pp. 1273-1279.
- [115] M. K. Kompella and J. Lambros, 2002. "Micromechanical characterization of cellulose fibres," *Polymer Testing*, vol. 21, pp. 523 - 530.
- [116] S. S. Tripathy, L. Di Landro, and D. Fontanelli, 1999. "Mechanical Properties of Jute Fibers and Interface Strength with an Epoxy Resin," *Journal of applied polymer science*, vol. 75, pp. 1585-1596.
- [117] B. Dodson, 1994. *Weibull analysis*: ASQ Quality Press.
- [118] A. G. Kulkarni, K. G. Satyanarayana, and P. K. Rohatgi, 1983. "WEIBULL ANALYSIS OF STRENGTHS OF COIR FIBRES.," vol. 19, pp. 59-76.
- [119] Y. Zhang and X. Wang, 2002. "Weibull analysis of the tensile behavior of fibers with geometrical irregularities," *Journal of Materials Science* vol. 37, pp. 1401-1406.
- [120] F. J. Wortmann, P. Augustin, and C. Popescu, 2000. "Temperature dependence of the water - sorption isotherms of wool," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 79, pp. 1054 -1061.

- [121] B. Raj, A. E. Raj, P. Madan, and Siddaramaiah, 2003. "Modeling of moisture sorption isotherms of poly(vinyl alcohol)/starch films," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 89, pp. 3874-3881.
- [122] T. N. HO and A. D. NGO, 2005. "Water sorption at various temperatures of hemp and coir fibre," in *8th International Conference on WoodFiber-Plastic and other natural fibers Composites* Winsconsin, USA,
- [123] T. N. HO and A. D. NGO, 2005. "Sorption of Water in Hemp and Coir Fibers," in *Proceeding of the 8th International Conference on Woodfiber-Plastic Composites (and other natural fibers)*, Madison (WI), USA.
- [124] H. W. Haslach, J. Pecht, and M. G. Pecht, 1989. "Thermodynamic modeling of load-sorption relations in cellulosic materials," *Mechanics of Cellulosic and Polymeric Materials*, vol. 99, pp. 15-22.
- [125] *Matlab 7.0.1. Curve fitting Toolbox*, 2004.
- [126] S. L. Gupta and R. K. S. Bhatia, 1971."Studies in sorption - desorption hysteresis of water vapour with raw and modified cotton cellulose," *Textile Research Journal*, vol. 41, pp. 97-100.
- [127] P. Nogueira, C. Ramirez, and A. Torres, 2001. "Effect of water sorption on the structure and mechanical properties of an epoxy resin system," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 80, pp. 71-80.
- [128] T. N. Ho and A. D. Ngo, 2005. "Influence of Temperature and Humidity on the Tensile Strength and Stiffness of hemp anf Coir Fibers," in *The Fifth Canadian International Composites Conference (CANCOM 2005)*, Vancouver, Canada.
- [129] Navin Chand and S. A. R. Hashmi, 1993. "Mechanical properties of sisal fibre at elevated temperature," *Journal of materials science*, vol. 16, pp. 6723-6728.
- [130] H. Yamamoto, 1999. "A model of the anisotropic swelling and shrinking process of wood. Part 1: Generalization of Barber's wood fiber model," *Wood Science and Technology*, vol. 33, pp. 311-325.
- [131] M. Feughelman and M. S. Robinson, 1967. "The relationship between some mechanical properties of single wool fibers and relative humidity," *Textile Research Journal*, vol. 37, pp. 441-446.

- [132] K. Persson, 2000. "Micromechanical modelling of wood and fibre properites," in *Department of Mechanics and Materials*. vol. Doctoral Lund, Sweden: Lun University.
- [133] J. Gassan, A. Chate, and A. K. Bledzki, 2001. "Calculation of elastic properties of natural fibres," *Journal of Materials Science*, vol. 36, pp. 3715-3720.
- [134] T. N. HO and A. D. NGO, 2006. "Prediction of Environmental Effects on the Mechanical Behavior of Hemp and Coir Fibers Using Artificial Neural Networks," in *International Proceeding of the joint Canada – Japan workshop on Composites - Design and Manufacturing of Composites*, Toronto, Canada.
- [135] H. El Kadi and Y. Al-Assaf, 2002. "Prediction of the fatigue life of unidirectional glass/epoxy composite laminate using different neural networks paradigms," *Composites Structures*, vol. 55, pp. 239-246.
- [136] S. Malinov, W. Sha, and J. J. McKeown, 2001. "Modelling the correlation between processing parameters and properties in titanium alloys using artificial neural network," *Computational Materials Science*, vol. 21, pp. 375-394.
- [137] J. Kasperkiewicz, 2000. "The applications of ANN in certain materials - analysis problems," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 106, pp. 74-79.
- [138] J. A. Lee, D. P. Almond, and B. Harris, 1999. "The use of neural networks for the prediction of fatigue lives of composite materials," *Composites: Part A*, vol. 30, pp. 1159-1169.
- [139] A. Mukherjee, S. Schmauder, and M. Ruhle, 1995. "Artificial neural networks for the prediction of mechanical behavior of metal matrix composites," *Acta metall. mate.*, vol. 43, pp. 4083-4091.
- [140] Z. Zhang and K. Friedrich, 2003. "Artificial neural networks applied to polymer composites: a review," *Composites Science and Technology*, vol. 63, pp. 2029-2044.
- [141] H. Sudarsana Rao, G. G. Vaishali, and A. Mukherjee, 2006. "A genetic algorithm based back propagation network for simulation of stress-strain response of ceramic-matrix-composites," *Computers & Structures*, vol. 84, pp. 330-339.
- [142] H. R. Maier and G. C. Dandy, 1998. "The effect of internal parameters and geometry on the performance of back-propagation neural networks: an empirical study," *Environmental Modelling & Software*, vol. 13, pp. 193-209.

- [143] J. Zurada, 1992. *Introduction to artificial neural systems*. New York: Wets Publishing Company,
- [144] H. S. Rao and A. Mukherjee, 1996. "Artificial neural networks for predicting the macromechanical behavior of ceramic-matrix composites," *Computational Materials Science*, vol. 5, pp. 307-322.
- [145] H. Demuth and M. Beale, 2004. *Neural Network Toolbox User's Guide - for use with MATLAB Version 7.0*: The MatWorks, Inc.