



**HAL**  
open science

**Apport de la nanoindentation pour la caractérisation  
mécanique de fibres végétales = Nanoindentation  
contribution to mechanical characterization of vegetal  
fibers**

Alain Bournaud, Claudine Morvan, Christophe Baley

► **To cite this version:**

Alain Bournaud, Claudine Morvan, Christophe Baley. Apport de la nanoindentation pour la caractérisation mécanique de fibres végétales = Nanoindentation contribution to mechanical characterization of vegetal fibers. JNC 16, Jun 2009, Toulouse, France. 8 p. hal-00385628

**HAL Id: hal-00385628**

**<https://hal.science/hal-00385628v1>**

Submitted on 11 Jun 2009

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Apport de la nanoindentation pour la caractérisation mécanique de fibres végétales.

## *Nanoindentation contribution to mechanical characterization of vegetal fibers*

Alain Bourmaud<sup>1</sup>, Claudine Morvan<sup>2</sup> et Christophe Baley<sup>1</sup>

1 : Laboratoire Ingénierie des Matériaux de Bretagne (LIMATB),  
Université de Bretagne Sud, Rue de Saint Maudé, BP 92116, 56321 Lorient Cedex, France.  
e-mail : [alain.bourmaud@univ-ubs.fr](mailto:alain.bourmaud@univ-ubs.fr), [christophe.baley@univ-ubs.fr](mailto:christophe.baley@univ-ubs.fr)

2 : UMR 6037 CNRS/IFR-MP 23,  
Université de Rouen, 76130 Mont Saint Aignan, France  
e-mail : [claudine.morvan@univ-rouen.fr](mailto:claudine.morvan@univ-rouen.fr)

### Résumé

Des essais de nanoindentation ont été réalisés sur différentes fibres végétales. Dans un premier temps, nous avons mis en évidence leur anisotropie marquée en comparant les modules d'Young longitudinaux obtenus par des essais de traction sur fibres unitaires avec leurs modules transverses déterminés grâce à des essais de nanoindentation. La seconde partie de notre étude est consacrée à des essais de nanoindentation menés sur des sections de fibres et faisceaux de fibres de lins de différentes natures. Ces premiers résultats mettent en évidence l'intérêt de l'usage de la nanoindentation pour la caractérisation mécanique des fibres végétales.

### Abstract

*Nanoindentation investigations have been carried out on various vegetal fibers. In a first time, we have evidenced their great anisotropy by comparison of longitudinal Young's modulus obtained by tensile tests on single fibers and transversal modulus determined by using nanoindentation. The second part of our work is dedicated to nanoindentation experiments on various flax fibers and bundles sections. The first results evidence the interest of nanoindentation for mechanical investigations on vegetal fibers.*

**Mots Clés :** Fibres végétales, module d'Young transverse, module d'Young longitudinal, anisotropie, nanoindentation.

**Keywords :** *Vegetal fibers, transverse Young modulus, longitudinal Young modulus, anisotropy, nanoindentation.*

## 1. Introduction

Les composites renforcés par des fibres végétales sont actuellement en forte expansion en raison notamment de l'intérêt croissant que leur accorde l'industrie automobile.

Ces fibres présentent une excellente alternative aux fibres de verre d'un point de vue environnemental en raison de leur biodégradabilité et de leur combustibilité beaucoup plus neutre en terme de dégagement de gaz nocifs ou de résidus solides [1]. Différents auteurs ont démontré ces avantages en réalisant des analyses de cycle de vie de polymères renforcés par des fibres naturelles [2, 3]. Les fibres naturelles occasionnent également une abrasion moindre des outillages et bien que les temps de séjours et les températures de transformation aient un impact important sur leurs propriétés [4], leur utilisation est parfaitement compatible avec les températures de transformation des polyoléfinés et d'autres thermoplastiques comme par exemple le poly (acide lactique) (PLA). Enfin, à l'exemple des fibres de lin [5], leurs remarquables propriétés mécaniques les rendent très compétitives vis-à-vis des fibres de verre.

Au sein de la plante, ces fibres végétales sont assemblées en faisceaux de quelques dizaines d'unités liées entre elles grâce à des ciments pectiques. L'architecture d'une fibre unitaire est très complexe en raison d'une organisation structurale multicouche, très hiérarchisée et des nombreux constituants présents

en proportions variables. La fibre est constituée de deux parois cellulaires principales (dites primaire et secondaire) arrangées sous forme de cylindres concentriques [6], le cœur de la fibre étant essentiellement constitué de la couche S2. Au centre de ces parois se trouve un vide appelé lumen. Les fibres végétales sont généralement constituées de fibrilles de cellulose, conformées en spirales dans une matrice d'hémicelluloses, de pectines et de lignine. Selon les espèces et les variétés, le taux de cellulose peut varier [6-8] de manière significative et influencer grandement les propriétés mécaniques de la fibre car la cellulose possède une rigidité environ trente fois supérieure à celle des autres constituants. Enfin, les fibres végétales se caractérisent par leur angle micro fibrillaire qui représente l'angle entre les fibrilles et l'axe longitudinal de la fibre ; la valeur de cet angle influe également sur les propriétés intrinsèques des fibres.

En raison de cette nature bien particulière, les fibres naturelles présentent une anisotropie marquée [6, 9, 10]. La rigidité transverse des fibres végétales a notamment été étudiée par Eichhorn et al. [11] ou par Baley et al. [6] par analyse d'essais de traction transverse sur composites unidirectionnels. Charlet et al. [12] ont montré que les propriétés mécaniques des fibres de lin étaient dépendantes de leur zone de prélèvement au sein de la plante. Ces différents travaux ont mis en évidence des propriétés mécaniques longitudinales remarquables mais très peu de mesures directes de rigidité transverse ont été réalisées. Un récent travail de Gindl et al. [13] présente des mesures directes de rigidités longitudinales et transverses sur des fibres de cellulose régénérée par nanoindentation.

Le développement récent de la nanoindentation permet d'envisager la caractérisation mécanique de matériaux composites ou d'objets à l'échelle micrométrique et notamment de fibres. Des travaux portant sur ce sujet se sont développés ces dernières années. Wei et Bhushan [14, 15] ont développé des essais de nanoindentation sur des cheveux humains afin de mettre en évidence l'influence des traitements ou des lavages sur leurs propriétés mécaniques. La nanoindentation a aussi été utilisée pour explorer les propriétés mécaniques de fibres de bois [16, 17], de bambou [18], de carbone [19] ou plus fréquemment de fibres de verre [20, 21].

Ce travail a pour objectifs d'estimer les valeurs d'anisotropie obtenues grâce à des mesures de rigidités transverses en nanoindentation et de rigidités longitudinales en traction sur fibres unitaires. Les premiers essais de nanoindentation sur des sections de fibres unitaires et de faisceaux ont pour but de mettre en évidence des différences de propriétés liées notamment à la succession des différentes parois végétales dans la section de la fibre. Ces différents essais nous amèneront à discuter sur les différences de rigidités longitudinales relevées entre les essais de traction classique et la nanoindentation.

## 2. Matériaux et méthodes expérimentales

### 2.1 Matériaux utilisés

Les fibres naturelles utilisées lors de cette étude sont de diverses origines. Les fibres de lin sont issues des variétés Hermès et Oliver cultivées respectivement en Normandie et en Bretagne. Hermès est un lin textile alors que Oliver est un lin d'hiver oléagineux. Leur composition chimique a été déterminée par Alix et al. [22]. Après un rouissage au sol, les plantes ont été teillées puis peignées. Les fibres de chanvre et de sisal nous ont été fournies par la société AFT Plasturgie<sup>®</sup>, elles sont utilisées pour le renforcement de polypropylènes. Les fibres de chanvre sont issues d'un chanvre cultivé dans l'Aube, elles n'ont pas subi de rouissage.

### 2.2 Protocoles expérimentaux

#### 1.1.1 Essais de traction sur fibres unitaires

Des essais de traction sur des fibres unitaires de lin, de chanvre et de sisal ont été réalisés sur une machine MTS équipée d'un capteur de 2 N. Les fibres ont été sollicitées avec une vitesse de déplacement de la traverse de 1 mm/mn jusqu'à leur rupture. Ces essais suivent les normes NFT 25-704 et ASTM 3379-75 en tenant compte de la compliance du système. Environ 50 fibres ont été testées pour chaque type de plante. Les fibres de lin utilisées pour ces essais sont issues d'un lot de variété Hermès.

#### 1.1.2 Essais de nanoindentation

Les essais de nanoindentation ont été réalisés à l'aide d'un nanoindenteur MTS XP muni d'un indenteur de type Berkovitch. Les essais ont été réalisés en mode mesure de la raideur en continu (CSM) avec une fréquence de 70 Hz. Les indentations ont été menées jusqu'à une profondeur fixée avec un taux de cisaillement de  $0.05 \text{ s}^{-1}$ . La force a ensuite été maintenue constante pendant 60s puis libérée jusqu'à

atteindre 10% de sa valeur maximale afin d'évaluer et de corriger la dérive thermique pouvant exister. Les modules ont ensuite été calculés selon la méthode proposée par Oliver et Pharr [23].

Les essais permettant de mesurer le module d'Young transverse ont été menés en fixant des fibres unitaires sur des lames de verre. La profondeur d'indentation est dans ce cas de 500 nm et au moins 30 indents par type de fibres ont été réalisés.

Les propriétés longitudinales des fibres et des faisceaux ont été caractérisées sur leur section: les fibres ont été incluses dans une résine thermodurcissable puis des coupes ont été réalisées grâce à un ultra microtome à l'aide d'un couteau de diamant. Cette technique de préparation de surfaces a été choisie et validée après avoir essayé diverses méthodes de polissage qui ne se sont pas révélées aussi efficaces et performantes. Les cartographies réalisées sur les sections de fibres ont été obtenues avec des profondeurs d'indentation de 120 nm et des matrices de 10x10 ou 20x20 avec écarts entre indents de 1 ou 2  $\mu\text{m}$  selon les cas. La détermination des modules d'Young transverses a été réalisée sur des fibres de chanvre, de sisal et de lin fibres Hermès. Les cartographies sur sections transverses ont été réalisées sur des fibres de lin de variétés Hermès et Oliver.

### 3. Résultats et discussion

#### 3.1 Anisotropie des fibres

La figure 1 représente les courbes contrainte déformation obtenues en traction sur fibres unitaires pour les trois types de fibres étudiés.

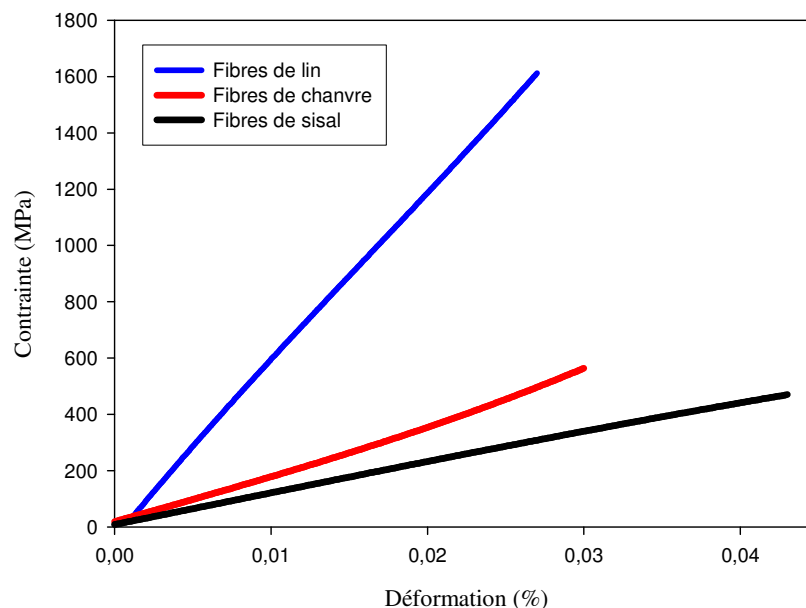


Fig 1 : Courbes contrainte déformation des fibres végétales étudiées obtenues en traction unitaire.

Les courbes contrainte déformation des différentes fibres mettent en évidence une zone de non linéarité en début de courbe plus ou moins marquée selon le type de fibre. La deuxième partie de la courbe est linéaire et représente le comportement élastique de la fibre. Le module d'Young est calculé dans cette zone. La présence de cette zone de non linéarité en début de courbe est attribuée à une réorientation des fibrilles de celluloses qui sont orientées par rapport à l'axe de la fibre. La valeur de cet angle varie selon les espèces. Il est voisin de  $20^\circ$  pour le sisal [7] alors qu'il est d'environ  $10^\circ$  pour le chanvre [24] et le lin [6].

La figure 2 représente les courbes obtenues en nanoindentation lors de la détermination des modules transverses pour les fibres de sisal, de chanvre et de lin.

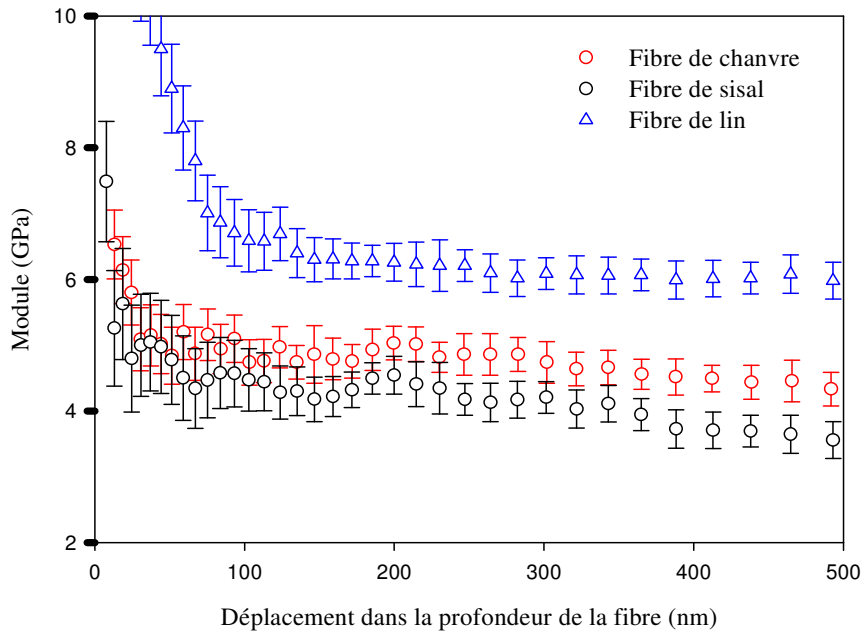


Fig 2 : Modules transverses des fibres végétales obtenus en nanoindentation.

Le tableau 1 nous indique les valeurs de modules d'élasticité longitudinaux et transverses obtenues par traction sur fibres unitaires et nanoindentation ainsi que les rapports entre ces deux paramètres afin d'illustrer l'anisotropie des fibres végétales. Les valeurs que nous avons obtenues pour les trois fibres analysées sont cohérentes et en adéquation avec les données de la littérature [25, 26].

Fibres	$E_L$ (GPa)	$E_T$ (GPa)	$E_L/E_T$	Ref.
Chanvre	$44.52 \pm 19.1$	$4.98 \pm 1.52$	8.94	-
Sisal	$25.01 \pm 12.9$	$3.85 \pm 0.87$	6.50	-
Lin Hermès	$54.0 \pm 15.1$	$6.4 \pm 0.35$	9.22	-
Jute	39.4	5.5	7.16	[27]
Bocell®	$46.6 \pm 6.5$	$6.7 \pm 0.3$	7.17	[13]

Tab. 1. Modules transverses et longitudinaux des fibres végétales.

Les valeurs de modules transverses obtenues en nanoindentation paraissent également satisfaisantes. Lors de travaux précédents Baley et al. [6] et Cichocki et al. [10] ont estimé le module transverse du lin et du jute respectivement aux environs de 8 et 5.5 GPa en utilisant des essais de traction transverses et en analysant les résultats à l'aide d'expressions micromécaniques. Une récente étude de Gindl [13] portant sur différentes variétés de fibres de cellulose a mis en évidence des modules transverses mesurés par nanoindentation entre 4.9 et 6.7 GPa.

Les différences de modules transverses et longitudinaux relevées entre les différentes fibres peuvent s'expliquer non seulement par les différences d'angles micro fibrillaires mais aussi par le taux de cellulose qui varie entre les fibres, le chanvre et le sisal présentent en particulier un taux de cellulose d'environ 60% [7, 8] alors que celui du lin est supérieur à 75% [12, 22, 28]; or les propriétés mécaniques de la cellulose sont très supérieures à celles de la lignine, des hémicelluloses et des pectines, autres constituants des fibres naturelles.

Les fibres végétales étudiées font toutes preuve d'une grande anisotropie (entre leurs propriétés longitudinales et transverses). Cette propriété remarquable des fibres a été mise en évidence par de nombreux auteurs que ce soit par des estimations [6, 10] ou par des mesures directes comme ont pu le faire Yu et al. [18] sur des fibres de bambou ou Gindl et al. [13] sur des fibres cellulosiques. Cependant, certains de ces auteurs ont mesuré le module longitudinal par nanoindentation et non par traction classique comme nous avons pu le faire. Il a été démontré que ce module longitudinal obtenu par nanoindentation est considérablement plus bas que celui obtenu par traction classique ou par des simulations numériques. Ce phénomène peut être expliqué par le mode de sollicitation de l'indenteur Berkovitch qui en raison de son inclinaison d'environ  $25^\circ$  fait qu'il n'est pas le mieux adapté pour la caractérisation de la structure complexe et non orientée suivant l'axe de sollicitation qu'est la fibre végétale. Gindl et al. [13] considèrent que ce point conduit à une sous estimation du module.

### 3.2 Etude de sections de fibres de lin Oliver par nanoindentation

Nous avons à présent travaillé sur des sections de fibres Oliver. L'échantillon que nous avons utilisé pour ces essais est constitué d'une section de fibre entière.

L'objectif de ces essais est de déterminer les modules d'Young longitudinaux de fibres de lin Oliver par nanoindentation. Nous avons réalisé des cartographies à différents endroits de la tige. Ces essais ont été réalisés sur des fibres situées au sein d'une tige entière, sans qu'elles en aient été extraites. La nanoindentation est une technique particulièrement appropriée à ce genre d'investigation car elle permet de caractériser différentes fibres sans déstructurer la plante ce qui est impossible en traction sur fibres unitaires par exemple.

La figure 5 représente une section de fibre de lin similaire à celle que nous avons utilisée, les fibres étudiées ont été choisies dans les faisceaux situés en périphérie de tige.

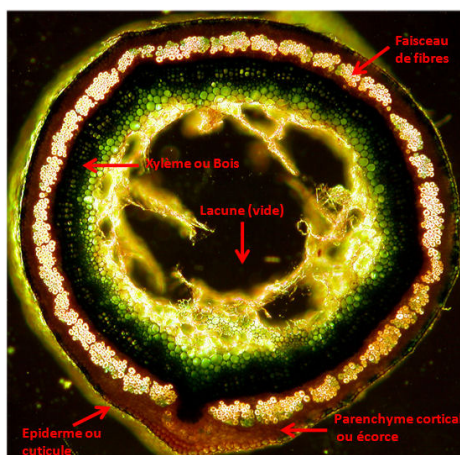


Figure 5 : Section de tige Oliver utilisée pour les essais de nanoindentation

Nous avons déterminé le module moyen d'une fibre choisie au coeur d'un faisceau. Les résultats sont présentés sur la figure 6.

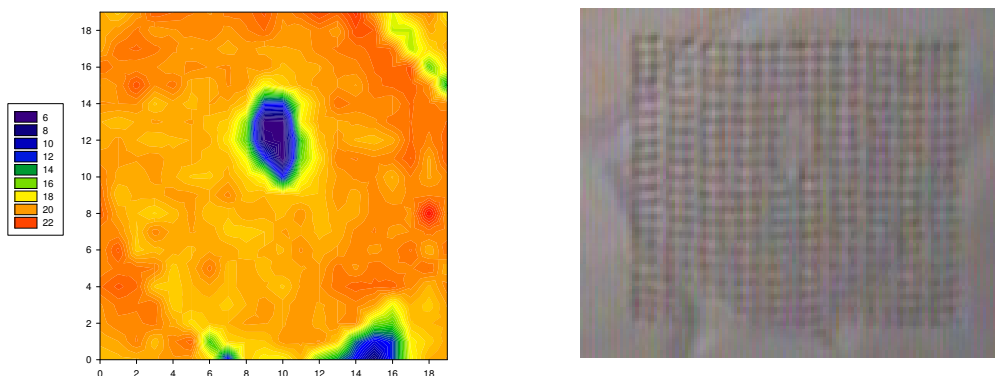


Figure 6 : Indentations réalisées dans une fibre au sein d'un faisceau

Nous remarquons que ces mesures sont très homogènes et présentent des résultats très voisins dans les différentes zones de la fibre. Le module moyen mesuré est de  $19,8 \pm 0,7$  GPa sur 355 points. Nous pouvons également remarquer que ces valeurs sont supérieures à celles mesurées sur des fibres de lin Hermès [29] ce qui est contraire à ce qui a pu être mis en évidence en traction classique [22].

Ce résultat montre que le fait d'avoir pu mesurer les propriétés mécaniques de la fibre directement au sein de la tige, et sans avoir effectué d'extraction préalable, nous a permis de conserver au mieux ses propriétés. En effet, cette fibre n'a pas été altérée comme cela peut être le cas pour des fibres unitaires extraites manuellement. Nous pouvons également penser que le fait d'indenter sur une fibre maintenue par d'autres fibres peut avoir un effet sur la rigidité de cette fibre pendant l'indentation. En effet les volumes environnants qui sont déformés au cours de la mesure sont ici d'une rigidité supérieure à la résine



d'enrobage qui entoure la fibre lors de l'indentation d'une fibre unitaire. La caractérisation d'un volume en nanoindentation est influencée par les conditions aux limites.

### 3.3 Etude de l'influence du rouissage de fibres de lin Hermès par nanoindentation

Les figures 3 et 4 présentent les cartographies des valeurs de modules obtenues en nanoindentation dans une section de fibre de lin Hermès vert et une section de lin Hermès roui grâce à des matrices de 10 x10 points ainsi que les photos de ces zones étudiées au microscope optique. Le rouissage est une opération qui consiste à laisser étendues en plein champ les tiges de lin après leur arrachage. Il permet aux microorganismes de dégrader les ciments liants les fibres entre elles et les faisceaux de fibres avec le reste de la plante. Ce traitement facilite la séparation des fibres.

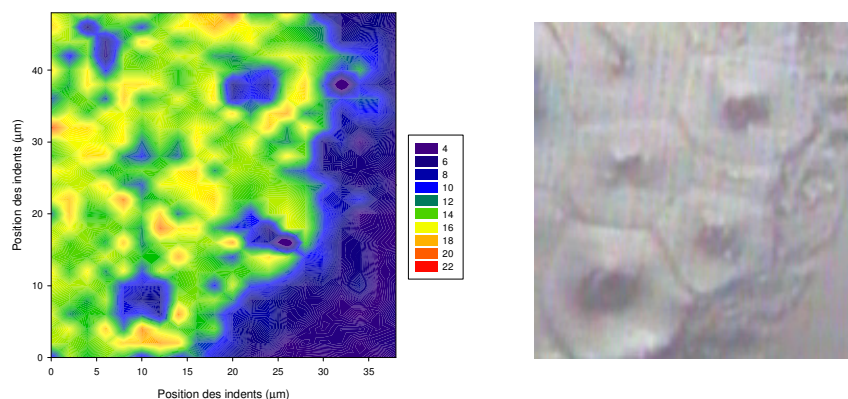


Figure 3 : Cartographie des modules d'Young (a) et photographie optique (b) d'une coupe de fibre de lin Hermès verte

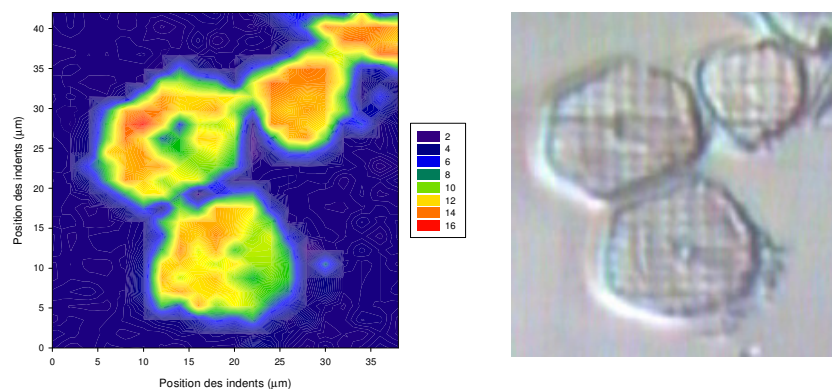


Figure 4 : Cartographie des modules d'Young (a) et photographie optique (b) d'une coupe d'une fibre de lin Hermès rouie

Ces représentations permettent de parfaitement retracer les contours des fibres par le biais des valeurs de modules relevées. En ce qui concerne le lin roui, nous pouvons observer que les valeurs de modules augmentent progressivement vers le cœur de la fibre. Cette zone centrale comportant des valeurs plus importantes correspond à la couche S2 de la fibre. Elle présente un arrangement fibrillaire et un pourcentage de cellulose plus importants que les couches externes et donc de meilleures propriétés mécaniques. Nous pouvons remarquer également sur ces deux images que la présence des lumens se traduit par des baisses localisées du module.

Ces essais nous ont permis de calculer la moyenne des modules mesurés dans la section des fibres présentes sur les différents faisceaux analysés. Les résultats sont présentés dans le tableau 2.

<i>Fibres</i>	<i>Nombre de points</i>	<i>E<sub>L</sub> (GPa)</i>
Lin vert	149	15.2 ± 1.4
Lin roui	89	12.7 ± 1.1

Tableau 2. Modules mesurés en nanoindentation sur différents faisceaux de fibres de lin.

Les valeurs moyennes obtenues dans la partie centrale des fibres semblent tout à fait pertinente et en accord avec les travaux cités précédemment qui font état d'une forte sous estimation du module longitudinal lorsqu'il est mesuré en nanoindentation par rapport à la traction sur fibres unitaires. A titre de comparaison, Gindl et al. [13] ont mesuré un module longitudinal sur des fibres de cellulose de 18.2 GPa contre 46.6 GPa en traction classique.

Comme nous le montre l'image optique (Fig. 4b), les fibres rouies présentent une nette séparation au sein du faisceau ce qui n'était pas le cas pour le lin vert, nous indiquant l'effet du rouissage sur l'individualisation des fibres. Ce phénomène est également bien visible sur la cartographie des modules où la séparation entre les fibres est particulièrement visible. Nous pouvons également remarquer la présence des lumens qui apparaissent nettement, à la fois en microscopie mais également lors de la reconstitution de la cartographie des modules grâce aux essais de nanoindentation.

Notons une importante différence de module d'élasticité entre les lins verts et rouis au profit du lin vert. La perte de module occasionnée par le rouissage est dans notre cas de 16.4% en moyenne. Les valeurs obtenues pour le lin vert paraissent relativement faibles mais il s'agit ici d'un lin prélevé avant la maturité de la plante.

### 3.4 Remarques et réflexion sur les valeurs mesurées

Ces différents résultats montrent l'intérêt de la nanoindentation pour la caractérisation fine des parois des fibres naturelles. Ils s'avèrent extrêmement prometteurs et demandent à être poursuivis. Néanmoins ils ouvrent de nombreuses questions et un certain nombre de points doivent encore être étudiés.

Les valeurs de modules d'Young longitudinaux obtenues en nanoindentation sont comme nous l'avons souligné dans la première partie beaucoup plus faibles que celles obtenues en traction classique. Cette différence peut s'expliquer par le mode de sollicitation et la structure anisotrope des fibres. En effet, une fibre est constituée de différents éléments et de nombreuses couches composées notamment de micro fibrilles de cellulose qui se révèlent extrêmement performantes lorsqu'elles sont sollicitées en traction mais dont les propriétés sont moindres lors d'une déformation en compression comme c'est le cas pendant un essai de nanoindentation.

Nous devons axer nos futures recherches sur la compréhension de la valeur mesurée en nanoindentation dans ce type de matériaux ; en effet, en raison de l'anisotropie et de la structure complexe des fibres, il est difficile de connaître exactement les volumes sollicités, l'influence du lumen, de la matrice d'enrobage ou des fibres environnantes sur les mesures. Les conditions aux limites, en particulier, jouent un rôle prépondérant sur les valeurs mesurées.

Il apparaît également indispensable de s'interroger sur la méthode de dépouillement et sur la géométrie de l'indenteur lui-même. Les valeurs de modules d'Young transverses obtenues en nanoindentation sont généralement surestimées, ce phénomène pouvant être attribué à l'inclinaison des flancs de l'indenteur Berkovitch [13].

Enfin, une meilleure compréhension d'une part des mécanismes de déformation ayant lieu durant l'indentation et d'autre part de l'influence du milieu au voisinage de l'indent, pourra être obtenue en couplant ces manipulations avec des observations en microscopie à force atomique.

## 4. Conclusion

Lors de cette étude, nous avons étudié les rigidités transverses et longitudinales de différentes fibres naturelles par nanoindentation et traction longitudinale. Les différents résultats obtenus montrent l'intérêt et la pertinence de la nanoindentation pour mener à bien de telles caractérisations. Nous avons pu mettre en évidence l'anisotropie très marquée des fibres végétales étudiées grâce à la détermination originale de leur module transverse par nanoindentation.

Notre étude a été complétée par des essais de nanoindentation sur des sections de fibres unitaires et présentes au cœur de faisceaux de fibres. Nous avons pu mettre en évidence une dégradation des valeurs de modules sur des fibres ayant subi un rouissage. Ce phénomène avait déjà été mis en évidence par traction classique.

Par ailleurs des cartographies de modules réalisées sur différentes zones de tiges entières ont montré des variations de modules selon la position des cellules dans le diamètre de la tige.



Ces différents points doivent toutefois être modérés par les nombreuses questions qui subsistent sur la validité des mesures, de nombreux paramètres restent encore à explorer pour une meilleure compréhension, ce qui ouvre de grandes perspectives expérimentales.

## 5. Bibliographie

- [1] M. Pervaiz, M. M. Sain, *Resources, Conservation and Recycling*. 39(4) (2003) 325-340
- [2] K. Wötzel, R. Wirth, M. Flake, *Angewandte Makromolekulare Chemie*. 272((1999) 121-127
- [3] X. Xu, K. Jayaraman, C. Morin, N. Pecqueur, *Journal of Materials Processing Technology*. 198(1-3) (2008) 168-177
- [4] C. Baley, I. Pillin, Y. Grohens, *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*. 2(14) (2004) 135-166
- [5] C. Baley, B. Lamy, *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*. 10(1) (2000) 7-24
- [6] C. Baley, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 33(7) (2002) 939-948
- [7] M. Idicula, S. K. Malhotra, K. Joseph, S. Thomas, *Composites Science and Technology*. 65(7-8) (2005) 1077-1087
- [8] M. Le Troedec, D. Sedan, C. Peyratout, J. P. Bonnet, A. Smith, R. Guinebretiere, V. Gloaguen, P. Krausz, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 39(3) (2008) 514-522
- [9] C. Baley, Y. Perrot, F. Busnel, H. Guezenoc, P. Davies, *Materials Letters*. 60(24) (2006) 2984-2987
- [10] F. R. Cichocki Jr., J. L. Thomason, *Composites Science and Technology*. 62(5) (2002) 669-678
- [11] S. J. Eichhorn, R. J. Young, *Composites Science and Technology*. 64(5) (2004) 767-772
- [12] K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J. P. Jernot, M. Gomina, J. Bréard, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 38(8) (2007) 1912-1921
- [13] W. Gindl, M. Reifferscheid, R.-B. Adusumalli, H. Weber, T. Röder, H. Sixta, T. Schöberl, *Polymer*. 49(3) (2008) 792-799
- [14] G. Wei, B. Bhushan, P. M. Torgerson, *Ultramicroscopy Proceedings of the Sixth International Conference on Scanning Probe Microscopy, Sensors and Nanostructures*. 105(1-4) (2005) 248-266
- [15] G. Wei, B. Bhushan, *Ultramicroscopy Proceedings of the Seventh International Conference on Scanning Probe Microscopy, Sensors and Nanostructures*. 106(8-9) (2006) 742-754
- [16] W. T. Y. Tze, S. Wang, T. G. Rials, G. M. Pharr, S. S. Kelley, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. In Press, Corrected Proof(
- [17] W. Gindl, T. Schöberl, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 35(11) (2004) 1345-1349
- [18] Y. Yu, B. Fei, B. Zhang, X. Yu, *Wood and Fiber Science*. 39(4) (2007) 527-535
- [19] R. Maurin, P. Davies, N. Baral, C. Baley, *Applied Composite Materials*. 15(2) (2008) 61-73
- [20] X. Li, B. Bhushan, P. B. McGinnis, *Materials Letters*. 29(4-6) (1996) 215-220
- [21] E. D. Nascimento, M. Lepiński, C. Mauricio, *Journal of Non-Crystalline Solids Glasses and Related Materials*. 352(32-35) (2006) 3556-3560
- [22] S. Alix, E. Philippe, C. Morvan, C. Baley, Pectins and Pectinases, International symposium Wageningen The Netherlands, April 21-23 2008
- [23] G. M. Oliver W.C. and Pharr, *J. Mat. Res*. 7((1992) 1564-1583
- [24] L. G. Thygesen, J. B. Bilde-Sørensen, P. Hoffmeyer, *Industrial Crops and Products*. 24(2) (2006) 181-185
- [25] D. Nabi-Saheb, J. P. Jog, *Advances in Polymer Technology*. 18(4) (1999) 351-363
- [26] P. Szabo, G. Varhegyi, F. Till, O. Faix, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. 36(2) (1996) 179-190
- [27] C. B. Taller, W. Stadlbauer. *The influence of fibre length and concentration on the properties of sisal fibre reinforced polypropylene composites*. in *Annual Technical Conference - ANTEC, Conference Proceedings*. 2007.
- [28] C. Morvan, C. Andème-Onzighi, R. Girault, DS. Himmelsbach, A. Driouich, DE. Akin Plant *Physiol Biochem* 41 (2003) 935-944.
- [29] A. Bourmaud, A. Conan, C. Morvan, C. Baley, *Colloque Nanoindentation*, Rennes (2008)