

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA  
FACULTE DES SCIENCES APPLIQUEES  
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

## THÈSE

Présentée pour l'obtention du diplôme de Doctorat ès Sciences

Spécialité : GENIE MECANIQUE

Par

**BOUHEMAME Nasser**

THÈME

---

**Etude des matériaux composites à matrice polymère  
chargée par des fibres de Palmier Dattier**

---

Soutenue publiquement le 11/11/ 2021 devant le jury :

BOUBAKRI Abdelghani	Professeur	Université d'Ouargla	Président
AIADI Kamal Eddine	Professeur	Université d'Ouargla	Rapporteur
BEZAZI Abderrezak	Professeur	Université de Guelma	Co-Rapporteur
BELLOUFI Abderrahim	Professeur	Université d'Ouargla	Examineur
BOUTABBA Smail	Professeur	Université de Guelma	Examineur
ZEDIRA Hamma	Professeur	Université de Khenchela	Examineur

Année universitaire 2020-2021

## Remerciements

Ce travail a été réalisé sous la direction de monsieur **Kamel eddine AIADI** professeur à l'Université Kasdi Merbah Ouargla et de monsieur **Abderrezak BEZAZI** professeur à l'Université 8 Mai 1945 Guelma et directeur du laboratoire de mécanique appliquée des nouveaux matériaux (LMANM).

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude et mes plus vifs remerciements à mon directeur de thèse, le professeur **Kamal Eddine AIADI**, pour son encadrement efficace, son soutien et ses conseils qui m'ont favorablement impressionné sur le plan humain et scientifique.

Je voudrais aussi exprimer toute ma gratitude et mes remerciements à mon codirecteur de thèse, le professeur **Abderrezak BEZAZI**, je le remercie pour sa présence continue, ses conseils pertinents, le soutien et la confiance qu'il m'a témoignés.

Je remercie le Professeur **BOUBAKRI Abdelghani** d'avoir accepté la présidence de ce jury. J'adresse également toute ma reconnaissance : au professeur **BELLOUFI Abderrahim** de l'université de Kasdi Merbah Ouargla, au professeur **BOUTABBA Smail** de l'université 8 Mai 1945 Guelma et au professeur **Hamma ZEDIRA** de l'université Abbes Laghrour de Khenchela pour avoir accepté de juger ce travail en tant qu'examineurs.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur Paulo Nobre Balbis dos Reis professeur à l'université de Beira Interior, Covilhã, Portugal de m'avoir accueilli au sein de son laboratoire, et par la même occasion je remercie Monsieur Paulo Santos pour sa gentillesse et son accueil.

Je tiens à remercier le docteur Haithem BOUMEDIRI, pour son aide concernant les essais de : MEB, FTIR, ATG et DSC ainsi que sa collaboration scientifique, ainsi que Madame Badae, de la commune de Aïn El Beida à Ouargla, qui m'a appris le tressage traditionnel pour préparer mes éprouvettes.

Je tiens à préciser que la majorité des travaux de recherche présentés dans cette thèse de doctorat ont été réalisés au sein du Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux (LMANM) de l'Université 8 Mai 1945 Guelma-Algérie et C -MAST de l'université de Beira Interior, Covilhã, Portugal.

Enfin, je tiens à remercier vivement mon père, ma chère femme et mes chers enfants (Taha, Djouri, Youcef et Yahia) qui ont beaucoup souffert quand j'étais absent pendant mes stages à l'étranger, et à toute ma famille ainsi que ma belle-famille. Merci à eux pour leur confiance, leur soutien, leurs encouragements. Je ne pourrais jamais les remercier suffisamment pour tout ce qu'ils

ont fait pour moi. Cette thèse de doctorat n'est pas ma thèse à moi seul mais elle vous appartient tous. Grand merci à vous tous.

## Résumé

L'Algérie, est le plus grand pays d'Afrique en superficie et aussi l'un des plus grands producteurs de dattes au monde et contient environ mille variétés. D'après les statistiques de 2018 de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) l'Algérie est le quatrième producteur des dattes dans le monde et deuxième en Afrique après l'Egypte. Après la fin de récolte des dates (fruits des palmiers dattier), d'énormes quantités de déchets agricoles de palmier dattier sont cumulés et qui ne sont pas bien exploités à savoir : pétiole, rachis, folioles, tronc, branche des grappes de fruits, ses résidus représentent une source renouvelable de matières premières et méritent bien d'être valorisées et l'incorporation de ces résidus en tant que composant dans les matériaux composites dans diverses applications industrielles. A travers cette thèse, nous avons pu valoriser le déchet agricole fibres de folioles de palmier dattier par leur introduction comme renfort dans la préparation des biocomposites à matrice polymère. Le but de la première partie était la caractérisation physicochimique par (MEB, FTIR, DRX, ATG et DSC) de la fibre de foliole de palmier dattier et comparé à celle de palmier washingtonia. La deuxième partie était consacrée à la caractérisation mécanique en traction de fibre de foliole pour optimiser les propriétés mécaniques de fibre en utilisant la méthode de Taguchi. En raison des dispersions des résultats expérimentaux obtenus, des études statistiques basées sur plusieurs fonctions de distributions ont été utilisées dans le but d'estimer correctement les caractéristiques mécaniques des fibres de foliole de palmier dattier. La dernière partie avait comme but l'étude des propriétés mécaniques des biocomposites fibres de foliole de palmier dattier/GreenPoxy élaborés en stratifiés et cordons tressés ont été testés sous chargement statique en flexion 3-points à différentes vitesses de sollicitation, suivi d'une étude viscoélastique.

**Mots Clés** : Fibres végétales, Palmier dattier, Biocomposites, Traction, Flexion3-points, Viscoélastique, Propriétés mécaniques.

## **Abstract**

Algeria is the largest country in Africa by area and one of the largest producers of dates in the world and contains around a thousand varieties. According to 2018 statistics from the Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO), Algeria is the fourth largest producer of dates in the world and second in Africa after Egypt. After the end of the date harvest (date palm fruits), enormous quantities of agricultural date palm waste are accumulated and which are not well exploited, namely: petiole, rachis, leaflets, trunk, branch of fruit clusters, these residues represent a renewable source of raw materials and deserve to be valorized and the incorporation of these residues as a component in composite materials in various industrial applications. Through this thesis, we were able to enhance agricultural waste fibers from date palm leaflets by their introduction as a reinforcement in the preparation of polymer matrix biocomposites. The aim of the first part was the physicochemical characterization by (SEM, FTIR, DRX, ATG and DSC) of the leaflet fiber of date palm and compared to that of washingtonia palm. The second part was devoted to the tensile mechanical characterization of leaflet fiber to optimize the mechanical properties of fiber using the Taguchi method, Due to the dispersions of the experimental results obtained, statistical studies based on several distribution functions were used in the purpose of correctly evaluating the mechanical characteristics of date palm leaflet fibers. The last part was aimed at the study of the mechanical properties of biocomposites fibers of date palm leaflet / GreenPoxy developed in laminates and braided cords are tested under static loading in 3-point bending at different stress speeds, followed by a viscoelastic study.

**Keywords:** Plant fibers, Date palm, Biocomposites, Traction, 3-point flexion, Viscoelastic, Mechanical properties.

## ملخص

الجزائر هي أكبر دولة في إفريقيا من حيث المساحة وأيضًا واحدة من أكبر منتجي التمور في العالم وتحتوي على حوالي ألف صنف. وبحسب إحصائيات عام 2018 الصادرة عن منظمة الأغذية والزراعة للأمم المتحدة (الفاو)، فإن الجزائر هي رابع أكبر منتج للتمور في العالم والثاني في إفريقيا بعد مصر. بعد انتهاء موسم حصاد التمر (ثمار النخيل) تتراكم كميات هائلة من مخلفات نخيل التمر الزراعية والتي لم يتم استغلالها بشكل جيد، وهي: سويقات، راتشيس، أوراق، جذع، فرع من عناقيد الفاكهة، وتمثل هذه المخلفات مصدرًا متجددًا من المواد الخام وتستحق أن يتم تثمينها ودمج هذه المخلفات كمكون في المواد المركبة في التطبيقات الصناعية المختلفة. من خلال هذه الرسالة، تمكنا من تثمين ألياف المخلفات الزراعية من منشورات نخيل التمر من خلال إدخالها كتعزيز في تحضير المركب الحيوي حامل البوليمر. كان الهدف من الجزء الأول هو التوصيف الفيزيائي الكيميائي بواسطة (MEB و FTIR و DRX و ATG و DSC) لألياف أوراق نخيل التمر ومقارنتها بألياف نخيل واشنطن. خصص الجزء الثاني للتوصيف الميكانيكي للشد لألياف الاوراق لتحسين الخواص الميكانيكية للألياف باستخدام طريقة Taguchi، وبسبب تشتت النتائج التجريبية التي تم الحصول عليها، تم استخدام الدراسات الإحصائية القائمة على عدة وظائف توزيع في الغرض بشكل صحيح تقييم الخصائص الميكانيكية لألياف أوراق النخيل. كان الجزء الأخير يهدف إلى دراسة الخواص الميكانيكية للمركبات الحيوية لألياف أوراق النخيل التمر والحبال المضفرة/ GreenPoxy المعدة في لوحات ويتم اختبار تحت التحميل الساكن في الانحناء 3 نقاط بسرعات إجهاد مختلفة، تليها دراسة لزجة مرنة

**الكلمات المفتاحية:** ألياف نباتية، نخيل التمر، مركبات حيوية، الشد الانحناء 3 نقاط، مرونة مرنة، خواص ميكانيكية.

---

## *Table des Matières*

---

<b>Remerciements</b> .....	ii
<b>Résumé</b> .....	iv
<b>Abstract</b> .....	v
<b>ملخص</b> .....	vi
<b>Liste des figures</b> .....	xi
<b>Liste des Tableaux</b> .....	xv
<b>Introduction générale</b> .....	1

### **Chapitre I Etude bibliographique**

<b>I.1 Introduction</b> .....	3
<b>I.2 Généralités sur les matériaux composites</b> .....	4
<i>I.2.1 Définition générale d'un composite</i> .....	4
<i>I.2.2 Types de matériaux composites</i> .....	5
<i>I.2.3 Matériaux composites à bases de fibres naturelles</i> .....	6
<i>I.2.4 Présentation de quelques fibres végétales</i> .....	8
<i>I.2.4.1 Fibre de lin</i> .....	8
<i>I.2.4.2 Fibres de chanvre</i> .....	9
<i>I.2.4.3 Fibres de jute</i> .....	10
<i>I.2.4.4 Fibre de kenaf</i> .....	11
<i>I.2.4.5 Fibre de sisal</i> .....	11
<i>I.2.4.6 Fibre d'abaca</i> .....	12

## Table des matières

<i>I.2.4.7 Fibre de coco</i> .....	13
<i>I.2.4.8 Fibres de palmier dattier</i> .....	14
<i>I.2.4.8.1 Morphologie du palmier dattier</i> .....	14
a. Le stipe ou tronc .....	15
b. La couronne.....	16
c. Palme ou feuille.....	16
<b><i>I.2.5 Composition chimique</i></b> .....	17
<i>I.2.5.1 La cellulose</i> .....	17
<i>I.2.5.2 Les hémicelluloses</i> .....	17
<i>I.2.5.3 Les lignines</i> .....	18
<i>I.2.5.4 Les pectines</i> .....	18
<i>I.2.5.5 Cires</i> .....	19
<b><i>I.2.6 Morphologies des fibres naturelles</i></b> .....	21
<b><i>I.2.7 Propriétés morphologiques des fibres naturelles</i></b> .....	23
<b><i>I.2.8 Propriétés Mécaniques des fibres naturelles</i></b> .....	23
<b><i>I.2.9 Traitements des fibres végétales</i></b> .....	24
<i>I.2.9.1 Traitement physique</i> .....	25
I.2.9.1.1 Traitement autoclave.....	25
I.2.9.1.2 Traitement plasma froid.....	25
<i>I.2.9.2 Traitement chimique</i> .....	26
<i>I.2.9.3 Traitement thermique</i> .....	27
<b><i>I.2.10 Utilisation des fibres végétales : avantages et inconvénients</i></b> .....	27
<b><i>I.2.11 Application de composites à base de fibres végétales</i></b> .....	29
<b>I.3 Synthèse des travaux réalisés sur les fibres végétales</b> .....	31
<b>I.4 Conclusion</b> .....	40
<b>Chapitre II Matériels et Techniques Expérimentales</b>	
<b>II.1 Introduction</b> .....	41



<b>II.2</b>	<b>Présentation de la fibre de foliole de palmier dattier</b> .....	42
<b>II.3</b>	<b>La matrice (résine époxy verte)</b> .....	42
<b>II.4</b>	<b>Matériels et Méthodes</b> .....	44
	<i>II.4.1 Teneur en eau</i> .....	44
	<i>II.4.2 Masse volumique</i> .....	45
	<i>II.4.3 Élaboration des biocomposites</i> .....	46
	<i>II.4.4 Découpage des échantillons</i> .....	48
	<i>II.4.5 Microscopes électronique à balayage (MEB)</i> .....	48
	<i>II.4.6 Diffractomètre à rayons X (DRX)</i> .....	49
	<i>II.4.7 Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier</i> .....	50
	<i>II.4.8 Analyses thermogravimétrique</i> .....	51
	<i>II.4.9 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)</i> .....	52
	<i>II.4.10 Machine d'essai mécanique</i> .....	54
	II.4.10.1 Essai de traction sur la fibre de foliole de palmier.....	54
	II.4.10.2 Essai de flexion trois points sur les bio composites.....	55
	II.4.10.3 Essai de relaxation et de fluage sur les bio composites.....	57
	<i>II.4.11 Méthode de Taguchi</i> .....	57
	II.4.11.1 Plan d'expérience de Taguchi.....	58
	II.4.11.2 Rapport signal/bruit.....	59
	<i>II.4.12 Analyse statistique des données</i> .....	60
	II.4.12.1 Analyse de la variance ANOVA.....	60
	II.4.12.2 Equations de régression.....	61
	<i>II.4.13 Distribution de probabilité</i> .....	62
<b>II.5</b>	<b>Conclusion</b> .....	63
 <b>Chapitre III.. Caractérisation et comparaison physico-chimique des fibres de foliole de palmier dattier et palmier washingtonia robusta</b>		
<b>III.1</b>	<b>Introduction</b> .....	64

<b>III.2 Morphologie des folioles</b> .....	65
<i>III.2.1 Morphologie macroscopique</i> .....	65
<i>III.2.2 Analyse par microscopie à balayage électronique (MEB)</i> .....	66
<i>III.2.1 Analyse par EDX</i> .....	69
<b>III.3 Caractérisation physico-chimique des fibres</b> .....	72
<i>III.3.1 Calcul de la densité</i> .....	72
<i>III.3.2 Analyse de la teneur en eau</i> .....	72
<i>III.3.3 Analyse par FTIR</i> .....	73
<i>III.3.4 Analyse par DRX</i> .....	75
<i>III.3.5 Analyse thermique</i> .....	77
<i>III.3.6 Analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC)</i> .....	80
<b>III.4 Conclusion</b> .....	82
 <b>Chapitre IV Analyse statistique du comportement mécanique des fibres de foliole de palmier dattier</b>	
<b>IV.1 Introduction</b> .....	84
<b>IV.2 Résultats obtenus la conception de Taguchi</b> .....	85
<i>IV.2.1 Essais de traction</i> .....	87
<i>IV.2.2 Analyse des caractéristiques mécaniques de la foliole par méthode de Taguchi</i> 91	
<b>IV.3 . Analyse de variance ANOVA</b> .....	93
<b>IV.4 Diagramme de Pareto</b> .....	96
<b>IV.5 Analyse comparative statistique en traction</b> .....	104
<b>IV.6 Conclusion</b> .....	111
 <b>Chapitre V Caractérisation mécanique des biocomposites</b>	
<b>V.1 Introduction</b> .....	112
<b>V.2 Caractérisation des biocomposites en flexion</b> .....	112
<i>V.2.1 Sensibilité à la vitesse de déformation des matériaux composites</i> .....	112

Table des matières

<b>V.3</b>	<b>Comportement viscoélastique des biocomposites</b> .....	117
<b>V.4</b>	<b>Conclusion</b> .....	120
	<b>Conclusion générale</b> .....	121
	<b>Références bibliographiques</b> .....	125

## Liste des figures

### Chapitre I

<b>Figure I.1.</b> Matériau composite.....	4
<b>Figure I.2.</b> Différentes fibres naturelles : animales, végétales et minérales. ....	7
<b>Figure I.3.</b> Plante et fibre de lin. ....	8
<b>Figure I.4.</b> Vue en coupe transversale de la fibre de lin. ....	9
<b>Figure I.5.</b> Plante et fibre de chanvre.....	10
<b>Figure I.6.</b> Plante et fibre de jute. ....	10
<b>Figure I.7.</b> Plante et fibre de kénafe. ....	11
<b>Figure I.8.</b> Plante et fibre de sisal. ....	12
<b>Figure I.9.</b> Plante et fibre d'Abaca. ....	13
<b>Figure I.10.</b> Plante et fibre de coco.....	13
<b>Figure I.11.</b> Schéma de palmier dattier.....	15
<b>Figure I.12.</b> Schéma d'une palme de palmier dattier.....	16
<b>Figure I.13.</b> Structure de cellulose.....	17
<b>Figure I.14.</b> Structure de l'hémicellulose. ....	18
<b>Figure I.15.</b> Structure de lignine.....	18
<b>Figure I.16.</b> Structure d'une chaîne de pectine.....	19
<b>Figure I.17.</b> Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le domaine d'automobile.....	30
<b>Figure I.18.</b> Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le secteur de construction. ....	31
<b>Figure I.19.</b> Conductivité thermique et diffusivité des échantillons de pétiole de Deglet Noor (DN) mesurées en chambre à vide et à pression atmosphérique. PDN et PDN// sont deux types de pétioles simples respectivement dans les directions transversale et parallèle.....	32
<b>Figure I.20.</b> Conductivité thermique et permittivité relative de différentes variétés de matériaux de palmier dattier de : (P) pétiole et (B) grappe de Deglet-Noor (DN), Mechdegl (MD) et Elghers (EG).....	32
<b>Figure I.21.</b> Détail de la grosse fibre i. e. faisceau fibrovasculaire (FVB), (a) vue globale de la morphologie en nid d'abeille, (b) détail de la surface de fracture, et (c) détail des deux trous et de la déchirure en spirale.....	33

## Liste des figures

<b>Figure I.22.</b> Résultat typique pour la charge monotone du bois du pétiole sud pour : a) les spécimens dans la direction X (longitudinale) et b) les spécimens dans la direction Y (transversale).....	33
<b>Figure I.23.</b> Courbes de fatigue-durée de vie (S-N) pour le bois du pétiole sud dans les deux directions X et Y selon : a) le rapport de contrainte R, et b) la contrainte de traction maximale $\sigma_{max}$ .....	34
<b>Figure I.24.</b> Photographies de : a) Palmier dattier, b) et c) Branche de grappe de fruits, d) Coupe transversale de FBBPD et e) Fibres de FBBPD utilisées dans le travail des auteurs.....	34
<b>Figure I.25.</b> Courbes contrainte-déformation de : a) trente échantillons testés, b) comportement en escalier des fibres techniques FBBPD non traitées et c) comparaison des courbes contrainte à 0,5% NaOH-12 h.....	35
<b>Figure I.26.</b> Micrographies MEB de la coupe transversale à : a) la base du rachis, b) 20 cm avant la pointe du rachis, c) VBs et d) FSs.....	36
<b>Figure I.27.</b> a) Courbe contrainte-déformation typique pour les VBs et FSs, et distribution de Weibull à deux paramètres pour les VB et les FS pour : b) la résistance à la traction, c) le module de Young et d) Déformation *.....	36
<b>Figure I.28.</b> Evolution de la dégradation de la rigidité $F/F_0$ en fonction du nombre de cycles N pour : a) différents niveaux de chargement r et b) niveau de chargement $r = 0,85$ .....	37
<b>Figure I.29.</b> Photos de : a) palmier dattier ; b) faisceau de fibres de surface ; c) DPMF individuel.....	38
<b>Figure I.30.</b> Prélèvement des échantillons de mortier renforcé de biofibres pour : a) l'essai de flexion et b) l'essai de compression.....	38
<b>Figure I.31.</b> Comparaison des propriétés de flexion et de compression entre trois bio-mortiers différents : le mortier de référence et les bio-mortiers avec une valeur maximale et minimale de : a) contrainte et module de flexion, b) contrainte et module de compression.....	39

## Chapitre II

<b>Figure II.1.</b> Photographies de : a) Palmier dattier, b) Palm (appelé aussi Djerid), c) Folioles coupés, d) Folioles nettoyées, séchées et mesurées.....	42
<b>Figure II.2.</b> Résine époxy verte utilisée.....	43
<b>Figure II.3.</b> Test de mesure de la teneur en eau :.....	45
<b>Figure II.4.</b> Biocomposites constitués de fibres de palmier dattier : a) Folioles b) cordons tressés, c) Plaque biocomposite stratifié (0/90)s, d) plaque en cordons tressés.....	47
<b>Figure II.5.</b> Eprouvettes de flexion de : a) Stratifiés et b) Cordon tressé.....	48

## Liste des figures

<b>Figure II.6.</b> Microscope à électronique à balayage environnemental (MEB) .....	49
<b>Figure II.7.</b> Spectromètre Infrarouge de type Thermo Scientific Nicolet Spectrum iS1 (Labo LMANM Univ. Guelma).....	51
<b>Figure II.8.</b> Thermogravimétrie TGA/DSC 3+ Mettler Toledo .....	52
<b>Figure II.9.</b> Calorimétrie différentielle DSC de type Mettler Toledo DSC 3+ .....	53
<b>Figure II.10.</b> Les folioles sont divisées et découpées en trois parties : Bas, milieu et haut. ....	54
<b>Figure II.11.</b> Machine universelle de type Shimadzu, modèle Autograph AG-X (Université de Beira Interior Covilha, Portugale).....	55
<b>Figure II.12.</b> Eprouvette en biocomposite soumis à la flexion.....	57

## Chapitre III

<b>Figure III.1.</b> Photographies de folioles de palmier : a) dattier et b) washingtonia.....	65
<b>Figure III.2.</b> Micrographies électroniques à balayage de la foliole de palmier dattier. ....	67
<b>Figure III.3.</b> Micrographies électroniques à balayage de la foliole de palmier washingtonia. ....	68
<b>Figure III.4.</b> Analyse EDX pour : a) FFPD et b) FFPW. ....	70
<b>Figure III.5.</b> Courbes expérimentales de la teneur en eau en fonction du temps de la foliole de palmier dattier. ....	73
<b>Figure III.6.</b> Spectres FTIR du palmier : dattier (FFPD) et washingtonia (FFPW). ....	74
<b>Figure III.7.</b> Spectre DRX pour la fibre de palmier : a) dattier, b) Washingtonia. ....	76
<b>Figure III.8.</b> Courbes ATG et DTG pour : a) FFPD, b) FFPW.....	80
<b>Figure III.9.</b> Courbes DSC pour : a) FFPD, b) FFPW. ....	82

## Chapitre IV

<b>Figure IV.1.</b> Courbes représentatives contrainte/déformation des fibres de palmier dattier selon le plan de Taguchi pour des longueurs entre les mors de : a) 20 mm, b) 30 mm, c) 40 mm et d) courbe type avec deux phases. ....	90
<b>Figure IV.2.</b> Modes de rupture des éprouvette de traction pour :.....	91
<b>Figure IV.3.</b> Graphique des effets des paramètres sur les propriétés mécaniques. ....	92
<b>Figure IV.4.</b> Graphique des effets principaux des rapports S/N pour les caractéristiques mécaniques des folioles de palmier dattier.....	93
<b>Figure IV.5.</b> Diagramme des effets standardisé de Pareto pour la contrainte, le module de Young et la déformation.....	96
<b>Figure IV.6.</b> Probabilité entre les valeurs expérimentales et prédites de la : .....	99
<b>Figure IV.7.</b> Courbes des résidus pour la : .....	101

## Liste des figures

<b>Figure IV.8.</b> Graphes de réponse de surface 3D à la vitesse de chargement 1 mm/min pour la : a) contrainte, b) module de Young, c) déformation. ....	103
<b>Figure IV.9.</b> Courbes représentatives contrainte/déformation pour les FFPD et FFPW.....	104
<b>Figure IV.10.</b> Courbes statistique avec cinq fonction de distribution (Haut, Milieu, Bas) pour les FFPD et FFPW : a) la contrainte à la traction, b) la déformation à la rupture, c) le module de Young. ....	110

## Chapitre V

<b>Figure V.1.</b> Courbes typiques contrainte-déformation des biocomposites stratifiés. ....	113
<b>Figure V.2.</b> Courbes typiques contrainte-déformation des biocomposites en cordon tressés. ...	114
<b>Figure V.3.</b> Courbes typiques Contrainte-déformation entre les deux types de biocomposites avec la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}=1,49\times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .....	115
<b>Figure V.4.</b> Effet de la vitesse de déformation sur les deux types de biocomposites a) contrainte de flexion ; b) module de Young.....	116
<b>Figure V.5.</b> Courbes relaxation des contraintes pour : a) biocomposites stratifiés avec les trois niveaux de déplacements ; b) les deux types de biocomposites avec un niveau de déplacement correspondant à la contrainte de 30 MPa. ....	118
<b>Figure V.6.</b> Courbes de fluage pour : a) biocomposites stratifiés avec différentes valeurs de contraintes ; b) deux types de biocomposites avec une contrainte de flexion de 30 MPa. ..	120

## Liste des Tableaux

### Chapitre I

<b>Tableau I.1.</b> Composition chimique de la fibre lignocellulosique commune en % . . . . .	20
<b>Tableau I.2.</b> Propriétés morphologiques des fibres lignocellulosiques élémentaires . . . . .	22
<b>Tableau I.3.</b> Propriétés mécaniques des fibres naturelles et synthétiques . . . . .	24

### Chapitre II

<b>Tableau II.1.</b> Propriétés de la résine SR GreenPoxy 56 et du durcisseur SD Surf Clear . . . . .	44
<b>Tableau II.2.</b> Facteurs et niveaux utilisés dans la conception d'un plan d'expérience Taguchi . . . . .	58
<b>Tableau II.3.</b> Représentation de la conception de Taguchi (L9) . . . . .	59
<b>Tableau II.4.</b> Les composants ANOVA . . . . .	61

### Chapitre III

<b>Tableau III.1.</b> Pourcentage atomique (A%) et Poids (W%) pour FFPD et FFPW comparé aux autres fibres végétales trouvés dans la littérature . . . . .	71
<b>Tableau III.2.</b> Fréquences caractéristiques des principales bandes d'absorption dans les spectres FTIR . . . . .	75
<b>Tableau III.3.</b> Paramètres cristallins calculés et expérimentaux à partir des diffractogrammes DRX des fibres . . . . .	78

### Chapitre IV

<b>Tableau IV.1.</b> Valeurs moyennes des résultats expérimentaux des propriétés mécaniques de la fibre foliole de palmier dattier avec le rapport signal/bruit . . . . .	86
<b>Tableau IV.2.</b> Analyses de Variance pour la contrainte à la traction . . . . .	94
<b>Tableau IV.3.</b> Analyses de Variance pour le module de Young . . . . .	94
<b>Tableau IV.4.</b> Analyses de Variance pour la déformation . . . . .	94
<b>Tableau IV.5.</b> Les modèles des propriétés mécaniques . . . . .	95
<b>Tableau IV.6.</b> Les modèles réduits des propriétés mécaniques . . . . .	97
<b>Tableau IV.7.</b> Comparaison entre les valeurs expérimentales et prédites des propriétés mécaniques des folioles . . . . .	102
<b>Tableau IV.8.</b> Récapitulatif des données expérimentales et statistiques avec longueur entre les mors 20 mm . . . . .	106



## Introduction générale

Au cours des deux dernières décennies, le monde a été témoin d'une prise de conscience de l'environnement durable. La mondialisation a eu un impact profond sur notre comportement dont nous distinguons le monde et sa durabilité, en particulier l'excrétion ou/et la valorisation des déchets industriels et agricoles, la production et l'élimination des produits fabriqués. Beaucoup des pays ont adoptés des lois visant la réduction de l'utilisation des matières synthétiques. C'est la raison pour laquelle beaucoup de chercheurs réagissent aujourd'hui, pour l'exploitation et l'intérêt d'utiliser explicitement des fibres naturelles comme le Lin, le sisal, le chanvre, le jute, le kenaf, la banane, la fibre de coco, le bambou, le palmier dattier, le palmier de washingtonia, le palmier à l'huile, le curaua et d'autres fibres comme renfort, dans les biocomposites en substitution des fibres synthétique notamment les fibres de verre ou encore par l'utilisation des renfort hybrides.

Le palmier dattier est un genre de plante à fleurs largement cultivée dans les régions arides et semi-arides, ils ont une meilleure résistance aux climats froids, secs et chauds. En contrepartie les valeurs économique et socio-culturelles du palmier dattier dans le monde sa production engendre des quantités énormes des produit agro-industriels et de déchets, y compris les folioles de palmier dattier sont rejetées après chaque procédure annuelle de taillage.

Le déchet des palmiers dattiers est une biomasse inépuisable disponible en Algérie et partout dans le monde où le palmier peut être cultivé. C'est une source organique naturelle qui peut être valorisée, d'autant plus que les autres ressources renouvelables ne sont exploitées qu'en partie dans le pays. Depuis Ces dix dernières années et même bien avant, le secteur des palmiers dattiers a connu une progression significative grâce à l'application du programme national de développement Agricole PNDA. Actuellement l'Algérie dispose d'un potentiel énorme de palmiers dattiers, Ce potentiel peut générer une quantité énorme et croissante de déchet lors de la récolte des dattes et de l'entretien annuelle des palmiers.

Nous nous intéresserons dans cette thèse aux fibres de folioles de palmier dattier (*Phœnix L. dactylifera*) qui constitue l'une des richesses végétales les plus abondantes en Algérie et qui de nos jours, restent peu exploitées. L'objectif principal de ce travail est la mise en œuvre d'un biocomposite renforcé par des fibres de foliole de palmier dattier, la caractérisation physico-chimique et mécanique des fibres de folioles suivi d'une étude statistique des résultats expérimentaux obtenus et enfin la caractérisation mécanique des biocomposites élaborés est effectuée.

## Introduction générale

C'est dans ce contexte que s'inscrivent mes travaux de thèse dont l'intitulé : **Etude des matériaux composites à matrice polymère chargée par des fibres de palmier dattier.**

Le travail est divisé en cinq chapitres, précédés d'une introduction générale et se termine par une conclusion.

Dans le premier chapitre intitulé " Etude bibliographique", un état de l'art sur les différentes grandes classes des fibres végétales pour donner une image globale et assez générale de l'état actuel des fibres végétales dans le monde et en Algérie. Cette partie permet d'introduire les matériaux naturels, leurs caractéristiques microstructurales et mécaniques puis de préciser utilisation dans l'industrie des composites.

Dans le deuxième chapitre intitulé " Matériels et Techniques Expérimentales" est consacré sur la description du matériel utilisé, à savoir le microscope à balayage électronique (MEB), la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la diffractométrie à rayons X (DRX), l'analyse thermogravimétrique (ATG), la calorimétrie à balayage différentiel (DSC) et la machine d'essais mécaniques. Nous exposons également le matériau utilisé dans cette étude, ainsi que les différentes techniques expérimentales pour l'évaluation des propriétés physico-chimiques et mécaniques de la fibre de foliole de palmier dattier utilisée.

Dans le troisième chapitre intitulé " Caractérisation physico-chimique des fibres de palmier dattier et palmier washingtonia robusta", une caractérisation physico-chimique et une comparaison entre la fibre de foliole de palmier dattier et la fibre de foliole de palmier washingtonia pour mettre l'accent sur leurs propriétés.

Dans le quatrième chapitre intitulé " Analyse statistique du comportement mécanique des fibres de foliole de palmier dattier", dans un premier lieu, une optimisation des caractéristiques mécaniques en traction des fibres de folioles de palmier dattier de la variété Elghars en utilisant la méthode de Taguchi. En second lieu, une analyse comparative statistique en traction en utilisant une approche statistique pour estimer que la variation des propriétés mécaniques expérimentalement est statistiquement significative.

Dans le cinquième et dernier chapitre intitulé "caractérisation mécanique des bio composites" les biocomposites fibres de foliole de palmier dattier/GreenPoxy élaborés stratifiés et cordons tressés sont testés sous chargement statique en flexion 3-points à différentes vitesses de sollicitation, suivi d'une étude viscoélastique. Les résultats obtenus sont présentés et discutés.

## Chapitre I

# Etude bibliographique

### I.1 Introduction

L'utilisation des fibres végétales pour le renforcement des polymères se développe de jour en jour car il permet de diminuer les impacts environnementaux. C'est la raison pour laquelle Le développement durable sera l'un des grands enjeux du 21<sup>ème</sup> siècle. L'exploitation de la biomasse pour la chimie, l'énergie et les matériaux est une des réponses. L'objectif de notre thèse est conduit vers l'introduction des fibres de foliole du palmier dattier comme charge ou renfort fibreux dans des biocomposites à base d'une bio résine.

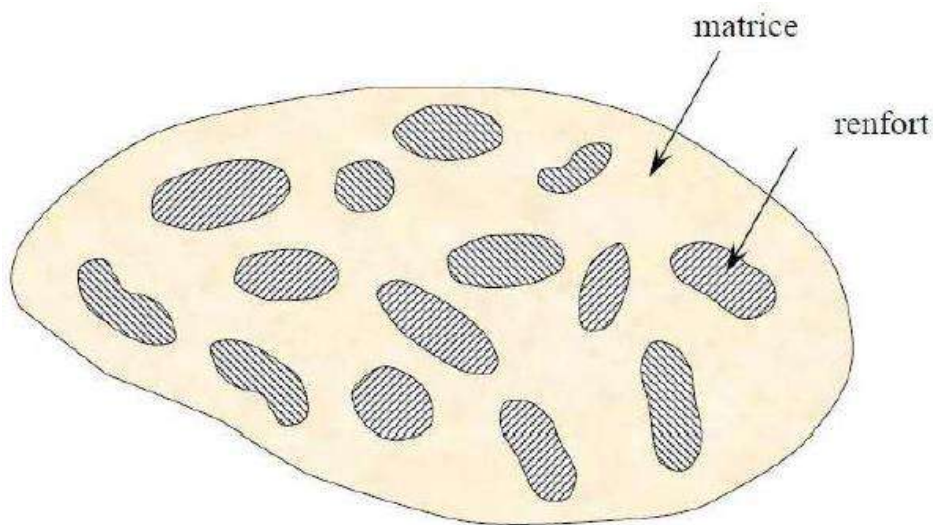
Dans la première partie de ce chapitre, nous présenterons une revue bibliographique sur les divers aspects qui entourent la compréhension du comportement structural des composites avec les différents types des matériaux composites à fibre naturelles et leurs divers domaines d'applications. Nous exposerons également les connaissances actuelles concernant les fibres lignocellulosiques et leurs composantes à savoir la cellulose, les hémicelluloses et les lignines. Par la suite, une présentation d'une étude sur le palmier dattier.

La deuxième partie représente une synthèse des travaux réalisés sur les fibres de palmier dattier et autres fibres végétales ainsi que ceux sur les bio composites parues dans la littérature.

## I.2 Généralités sur les matériaux composites

### I.2.1 Définition générale d'un composite

Le terme « matériau composite » désigne un matériau constitué de l'assemblage de deux matériaux dont l'ensemble des performances est supérieur à celui des composants pris séparément [1]. La réalisation d'un matériau composite nécessite donc l'association d'au moins deux constituants : le renfort et la matrice. L'association de ces deux phases en crée une troisième appelé interface ou interphase. Les propriétés de cet ensemble dépendent des propriétés des constituants, de leur distribution géométrique, de leurs proportions, et de leurs interactions. Il est donc nécessaire de connaître les propriétés mécaniques et physicochimiques des constituants, la fraction volumique de chacun, l'orientation et la distribution du renfort, ainsi que la nature des interactions matrice/renfort (Figure I.1).



**Figure I.1.** Matériau composite [1].

Le renfort apporte au matériau sa tenue mécanique et la matrice permet d'assurer le transfert des sollicitations extérieures au renfort par l'intermédiaire de l'interface. La matrice permet également de protéger le renfort des agressions extérieures et définit la température maximale d'utilisation.

Pour les composites à matrices organiques (CMO), il existe deux grands types de matrices utilisables. On distingue les résines liquides thermodurcissables et les polymères thermoplastiques solides. Ces deux groupes sont distincts, bien que des résines thermoplastiques liquides existent sur le marché aujourd'hui. Les matrices thermoplastiques sont sous forme solide avant mise en

œuvre. Elles doivent être chauffées au-dessus de la température de fusion du polymère pour imprégner le renfort et sont refroidis pour donner la forme finale de la pièce. Pour les matrices therm durcissables, l'imprégnation du renfort se fait grâce à la résine liquide, puis la forme finale est donnée par réticulation de l'ensemble, par apport d'énergie (chauffage, UV).

Pour la réalisation de biocomposites, la plupart des méthodes de mise en œuvre conventionnelles des matériaux composites sont utilisables.

La matrice est choisie en fonction de la technique de mise en œuvre, mais le choix est tout d'abord dicté par la température de transformation de la matrice. En effet, les fibres végétales possèdent une température de dégradation d'environ 200°C [2], due à la dégradation de la cellulose et des autres constituants. L'utilisation des matrices therm durcissables est possible (sauf hautes température e.g polyamides) mais l'utilisation de matrices thermoplastiques est par contre limitée à une gamme de polymères dont la température de transformation est inférieure à 200°C, comme par exemple le polyéthylène, le polypropylène, le polyamide 11 ou l'acide polylactique. Cependant des travaux montrent qu'un chauffage bref inférieur à 10 minutes à une température de 190°C entraîne déjà une chute de la rigidité des fibres [3].

### ***1.2.2 Types de matériaux composites***

La classification des matériaux composites peut se faire selon plusieurs critères [4], en fonction de la nature des constituants, le domaine d'utilisation ou encore les propriétés mécaniques. En se limitant aux matériaux composites à renfort en fibre et à matrices polymériques, il est possible d'effectuer le classement suivant :

- les composites à fibres longues : représentés par un ensemble de fibres continues et immergées dans une matrice qui assure leur cohésion ;
- les composites à fibres courtes : le renfort se trouve sous forme de fibres discontinues disposées de façon aléatoire non orientée.
- les composites à renfort tissé : un tissu est constitué de fils tissés dans deux directions perpendiculaires, qui sont la direction de chaîne (associée à la direction longitudinale de la couche composite) et la direction de trame (associée à la direction transversale de celle-ci). Les tissus se diffèrent par le type de fils utilisés et par le mode d'entrecroisement des fils de chaîne et de trame.

**I.2.3** *Matériaux composites à bases de fibres naturelles*

Les fibres naturelles ont une longue histoire. Les fibres naturelles sont d'origine animale (laine, soie) ou végétale (coton, lin, jute, coco, bois etc.). Depuis longtemps, on associe les fibres végétales à des matériaux de construction (Figure I.2). L'homme les utilise depuis des milliers d'années ; très tôt, on a mélangé de la paille avec de l'argile pour élever des parois. En Chine, il y a 2000 ans, les premiers papiers étaient à base de chanvre et de mûrier. Mais depuis peu, les industriels portent un intérêt à ces fibres comme moyen de remplacement des fibres de carbone ou de verre. Il existe une grande variété de fibres agricoles.

Les fibres naturelles contiennent essentiellement de la cellulose, de l'hémicellulose et la lignine. Les proportions d'holocelluloses (Cellulose + hémicellulose) et lignine varient selon les fibres. En simplifiant, une fibre est un matériau composite multicouche dont la lignine serait la matrice. Leur composition dépend des conditions de croissance, de l'âge des végétaux, des conditions climatiques et d'autres facteurs.

D'une manière générale, l'utilisation de fibres naturelles comme renforts de matériaux composites se justifie pour valoriser une ressource locale dans des pays industrialisés ou peu industrialisés. Les composites à fibres naturelles ouvrent de nouveaux débouchés aux produits agricoles et développent des matériaux et des technologies prenant en compte l'impact sur l'environnement.

Les fibres naturelles sont produites et se recyclent naturellement sur terre depuis des millions d'années (matériaux biodégradables et renouvelables par culture).

Le choix des fibres provenant d'un milieu naturel et présentant des performances mécaniques intéressantes est guidé par leur origine, leur fonction et leur disponibilité : une fibre naturelle est considérée comme disponible si le volume de fibres présent sur le marché est suffisant pour réaliser une production industrielle.

Bien que les matériaux composites soient souvent présentés comme originaux et innovants, le milieu naturel en offre déjà un large panel, que ce soit dans le monde végétal ou dans le monde animal. Une multitude de matériaux naturels, les uns rigides mais légers, comme les coquilles de noix, et les autres souples mais résistants, comme le bois, doivent leurs propriétés mécaniques à leur structure composite.

Un matériau est dit biodégradable s'il est totalement décomposé par des microorganismes (des bactéries par exemple). Les fibres naturelles sont biodégradables et doivent le rester à la suite

des traitements qu'elles subissent pour une application de renfort d'un matériau composite (la vitesse de dégradation peut être modifiée). Le résultat de cette décomposition est la formation d'eau, de dioxyde de carbone et/ou de méthane et éventuellement de sous-produits non toxiques pour l'environnement. Ces fibres sont considérées comme neutres vis-à-vis des émissions de  $CO_2$  dans l'atmosphère puisque leur combustion ou leur biodégradation ne produit qu'une quantité de dioxyde de carbone égale à celle que la plante a absorbé pendant sa croissance.

Les objets en composites à fibres naturelles sont donc plus faciles à recycler et, si leur matrice est biodégradable (bio polymères), ils sont compostables après broyage. Les matériaux composites renforcés par des fibres naturelles sont actuellement en cours de développement pour remplacer les matériaux traditionnels ; leurs applications sont encore limitées mais devraient s'élargir dans le futur, notamment dans le domaine de la construction.

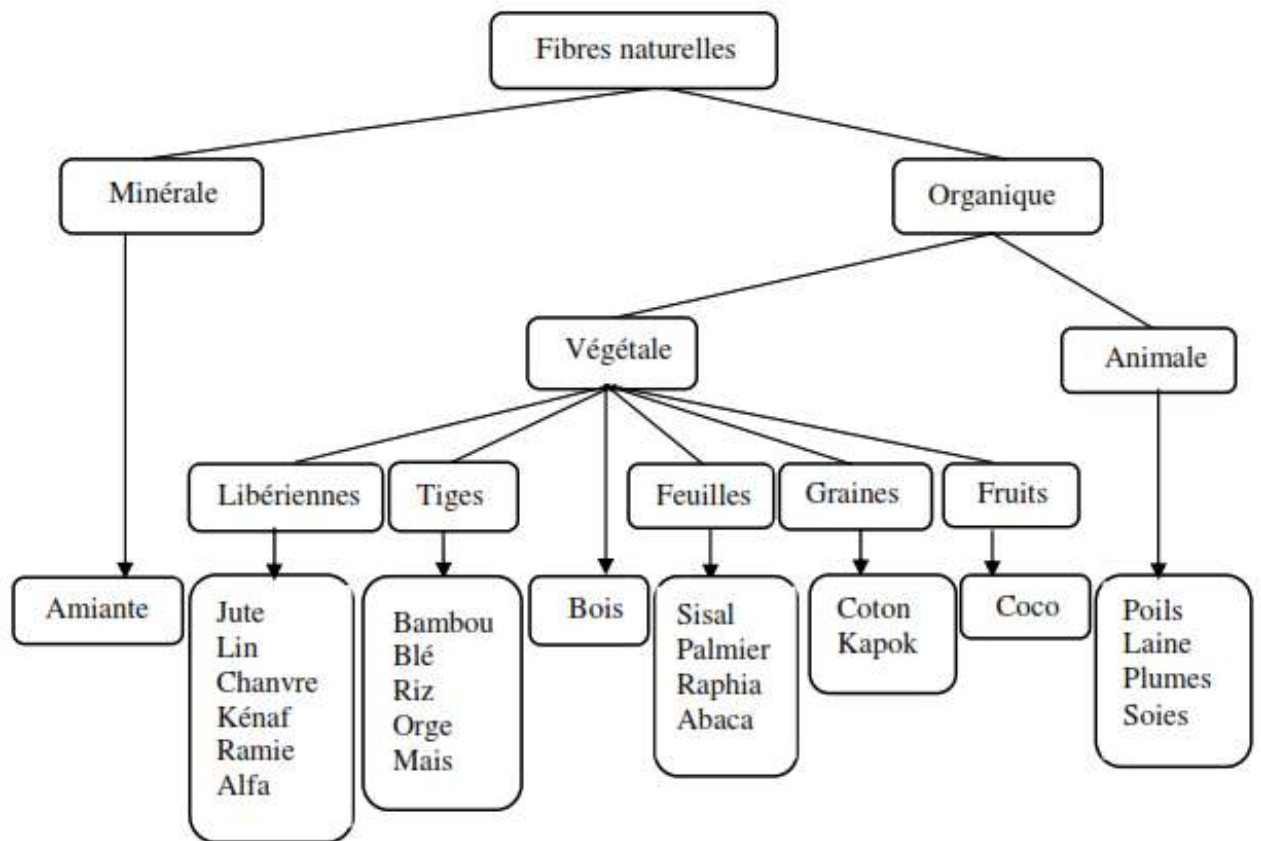


Figure I.2. Différentes fibres naturelles : animales, végétales et minérales.

**I.2.4** *Présentation de quelques fibres végétales*

**I.2.4.1** *Fibre de lin*

Le lin (*Linum usitatissimum*), la plus ancienne fibre textile au monde, a été cultivé depuis l'antiquité dans le but de confectionner des tissus et des cordages (Figure I.3) [5], jusqu'à son apogée au 17<sup>e</sup> siècle [6]. Bien qu'ayant subi la concurrence du coton au 19<sup>e</sup> siècle, le lin reste cultivée dans de nombreuses régions du monde. Avec le chanvre, le lin est la plante à fibres la plus cultivée en Europe. 80% de la production mondiale de lin est européenne.

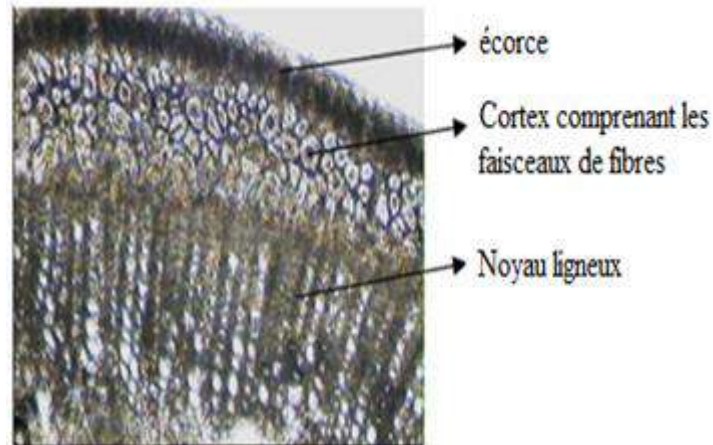
Le lin cultivé est une plante dicotylédone annuelle de la famille des linacées. Il en existe de multiples variétés. Elle est constituée d'une tige non ramifiée au sommet de laquelle se développent les fleurs, puis les capsules de graines. La plante est élancée à maturité, elle peut mesurer jusqu'à 1 m hauteur pour un diamètre de tige d'environ 1 à 3 mm [7,8]. Les tiges de lin contiennent en leur sein des tissus de soutien fibreux, qui leur permettent de résister aux sollicitations mécaniques importantes provoquées par le vent et les intempéries. C'est le rôle de renfort dans la tige qui confère aux fibres de lin leurs propriétés mécaniques élevées Figure 1.



**Figure I.3.** Plante et fibre de lin [5].

Concernant la morphologie de la tige de lin, l'épiderme ou écorce est constitué d'une couche de cellules à paroi cellulosique avec une première couche de cellule nommé cuticule (Figure I.4). Les fibres regroupées en faisceaux appelé également le cortex, qui contient les fibres corticales regroupées en amas, appelés faisceaux. Les tiges comportent de 20 à 40 faisceaux, et l'on peut trouver dans chaque faisceau entre 12 et 40 fibres élémentaires. Ces fibres ou cellules fibreuses mesurent de 4 à 10 cm de longueur en général et 10 à 30  $\mu\text{m}$  en général de Diamètre [9].





**Figure I.4.** Vue en coupe transversale de la fibre de lin [9].

#### *1.2.4.2 Fibres de chanvre*

Le chanvre (*Cannabis sativa* L.) est une plante annuelle à feuilles palmatiséquées de la famille des cannabacées (Figure I. 5). En 2021, plus de 122 mille ha de chanvre ont été cultivés dans le monde, principalement en Asie et en Europe. La République populaire démocratique de Corée est le premier producteur mondial avec 21247 ha exploités en 2021 (Source FAO 2021) [10]. Le chanvre est une plante rudérale qui peut être cultivée sur de nombreux types de sol avec une préférence pour les sols riches en nutriments, de pH compris entre 6 et 7,5 et profond ce qui favorise le développement de la plante. Les semis sont généralement réalisés au printemps et la récolte se fait en septembre. Le cycle végétatif est compris entre 100 et 120 jours. La culture du chanvre ne nécessite pas ou peu d'intrants ou de traitements et permet également de stocker le dioxyde de carbone. En plus de ces avantages en faveur de l'environnement, la culture du chanvre s'inscrit dans un objectif de développement durable puisque tous ces constituants peuvent être valorisés [8]. Les fibres, les graines, la chènevotte ainsi que les poudres sont utilisés dans divers domaines pour des applications telles que la fabrication du papier, l'alimentation, le textile et désormais, de plus en plus dans l'isolation et la plasturgie [11]. En effet, les tendances actuelles en termes de recherche et développement visent à introduire les fibres de chanvre dans les matériaux composites à matrice organique.



**Figure I.5.** Plante et fibre de chanvre [5]

#### *1.2.4.3 Fibres de jute*

Le jute est une plante appartenant au genre des *Corchorus*, famille *Tiliaceae* (Figure I.6). Le plus grand producteur de jute est l'Inde avec plus de 1,9 millions de tonnes produites en 2021, suivi du Bangladesh avec plus de 1,4 millions de tonnes sur la même période. (Source FAO 2021) [10]. L'utilisation principale du jute est la filature et le tissage pour la fabrication de sacs, mais de nombreuses autres applications sont possibles comme les revêtements de sol, le non-tissé pour les agro-textiles. Dans le domaine des matériaux rigides, les déchets de décorticage du jute sont déjà utilisés industriellement dans le domaine des panneaux de particules. L'opération d'extraction des fibres sous forme de fillasse peut être mécanique mais reste encore le plus souvent réalisée manuellement et traditionnellement ; même pour les applications industrielles. L'avantage de cette méthode est qu'elle préserve beaucoup plus les qualités mécaniques des fibres.



**Figure I.6.** Plante et fibre de jute [5].

### I.2.4.4 Fibre de kenaf

Le kénaf (*Hibiscus cannabinus* L.) peut pousser sous un climat dans les zones tropicales et sub-tropicales (figure I.7). La hauteur de la plante peut atteindre 4 mètres dans de bonnes conditions. Le pays le plus producteur de kénaf est l'Inde avec 110 000 tonnes, suivi de la Chine avec 63 000 tonnes. La production mondiale était au total entre 2014 et 2015 plus de 232 000 tonnes [9]. Les applications de cette plante se trouvent dans l'industrie du papier, du cordage et des non-tissés. Après un rouissage généralement à l'eau et un teillage généralement réalisé manuellement, le kénaf permet d'obtenir également des fibres multicellulaires comme le chanvre et lin et le jute à majorité de cellulosique.



**Figure I.7.** Plante et fibre de kénaf [5].

### I.2.4.5 Fibre de sisal

La fibre de sisal est une fibre dure extraite des longues feuilles de la plante du même nom. La plante sisal (Figure I.8), de nom scientifique *Agave sisalana*, est d'origine mexicaine et cultivée au Brésil, en Afrique de l'est, en Haïti, en Inde, en Indonésie et en Thaïlande. Ces feuilles sont composées de 4% de fibres, 0,75% de cuticule, 8% de matière sèche et 87,25% d'eau. Une feuille contient 1000 à 1200 paquets de fibres et une plante produit environ 200 à 250 feuilles avant la floraison [12,13].



**Figure I.8.** Plante et fibre de sisal [5].

#### *I.2.4.6 Fibre d'abaca*

L'abaca (*Musa textiles* nee L.) appartient à la famille des bananiers. L'abaca est une fibre foliaire composée de longues cellules minces qui font partie de la structure porteuse des feuilles (figure I.9). La plante abaca mature est composée d'environ 12 à 30 tiges rayonnant à partir d'un système racinaire central [14]. La fibre d'abaca est extraite de la gaine foliaire de manière traditionnelle par extraction manuelle ou par entraînement mécanique, par exemple décapage de la broche. Les fibres d'abaca peuvent être extraites en utilisant le procédé de décortication, où les fibres sont récupérées à partir de la gaine entière de la feuille, à la fois les fibres primaires et secondaires. Le processus de décortication assure l'obtention de beaucoup plus de fibres à partir des feuilles, par exemple 3-3,5% par rapport à l'extraction manuelle, où il est possible de récupérer environ 1% de fibres. Après décapage ou décortication, les rubans de fibres, qui peuvent mesurer jusqu'à 3 m de long, sont suspendus pour sécher. Les fibres d'abaca sont traitées de la même manière que d'autres fibres dures comme le sisal [15].



**Figure I.9.** Plante et fibre d'Abaca [5].

#### *I.2.4.7 Fibre de coco*

Le cocotier (*Coco nucifera L.*) est un arbre de la zone intertropicale. Les cocotiers sont cultivés dans les pays tropicaux (figure I.10), de grandes zones de production se trouvent le long des régions côtières dans les zones tropicales humides d'Asie aux Philippines, Indonésie, Inde, Sri Lanka et Malaisie. Dans ces pays, des millions de personnes vivent du cocotier et de ses nombreux produits [16]. La fibre de coco est issue de la partie de la noix de coco. Elle est généralement utilisée en corderie. L'avantage de cette fibre est la présence d'une fine couche de composés aliphatiques qui assure ainsi une bonne liaison fibre/matrice suivant la matrice utilisée. En effet, grâce à cette couche aliphatique, la fibre est utilisée avec du polyéthylène sans aucun traitement de surface ni modification chimique du renfort [17], car cette couche grasse a pour avantage d'améliorer l'interface fibre-matrice. Mais cette couche aliphatique doit être enlevée par un traitement alcalin pour fabriquer un composite polyester/ fibre de coco [18].



**Figure I.10** Plante et fibre de coco [5].

## **Chapitre I** *Etude bibliographique*

### *I.2.4.8 Fibres de palmier dattier*

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera*) est l'un des arbres fruitiers le plus anciennement cultivé dans le monde [19], il est rustique s'adaptant aux régions les plus arides du monde et constitue la principale source de vie de la population saharienne [20]. Cette espèce se trouve principalement dans la région afro-asiatique, est une composante essentielle de l'écosystème oasien ; grâce à son adaptation aux conditions climatiques, la haute valeur nutritive de ses fruits et les multiples utilisations de ses produits. Le *Phœnix* est une plante dioïque, on en trouve donc deux organismes avec des palmiers mâles et femelles (figure I.10).

Beaucoup d'auteurs considèrent le palmier dattier comme source de matières premières pour des applications industrielles [21,22]. On distingue dans la littérature cinq parties du bois de palmier, il s'agit de folioles, du rachis, du bois de tronc, de pétioles et de la grappe [23].

#### *I.2.4.8.1 Morphologique du palmier dattier*

Le palmier dattier appartient à la classe des monocotylédones (une feuille embryonnaire dans la graine). Les monocotylédones ont une organisation différente, ils n'ont pas de cambium (une couche mince située entre le bois et l'écorce), alors que le bois de palmier présentant une structure et des propriétés bien différentes de celle des autres arbres.

En effet, Le palmier est une herbe géante de 20 à 30m de hauteur (Figure I.11), au tronc cylindrique (le stipe), portant une couronne de feuilles, les feuilles sont pennées, divisées avec une longueur de 4 à 7m. Il porte des inflorescences mâles ou femelles. Selon la littérature, on distingue les parties de palmier dattier suivantes :

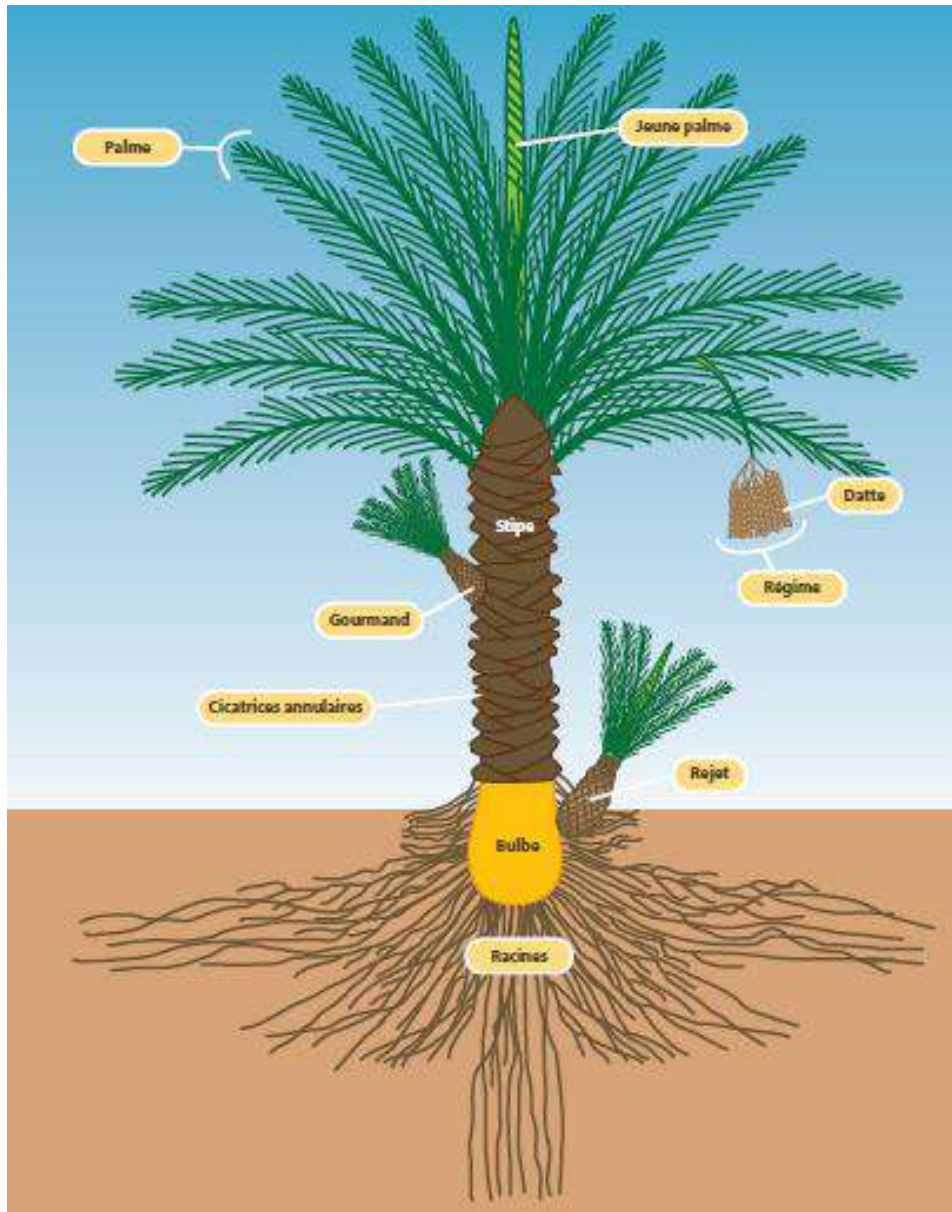


Figure I.11 Schéma de palmier dattier.

a. Le stipe ou tronc

Le palmier dattier a un tronc unique colonnaire sans branche appelé stipe. Le stipe se termine par un bourgeon terminal unique produisant des feuilles appelées palmes (frondes), il est généralement cylindrique. L'enveloppe extérieure, l'écorce, n'est qu'une expansion de la base des pétioles des feuilles. Les fibres des pétioles ne forment point un tissu comme dans le bois ordinaire. Ce tissu présente des couches assez semblables à des toiles d'araignées (ils sont placés sans ordre, les unes à côté des autres). Le tronc n'est composé que des fibres pétiolaires superposées les unes sur les autres de l'intérieur à l'extérieur. Ceci explique pourquoi le bois est plus dur à l'extérieur qu'à l'intérieur[24].

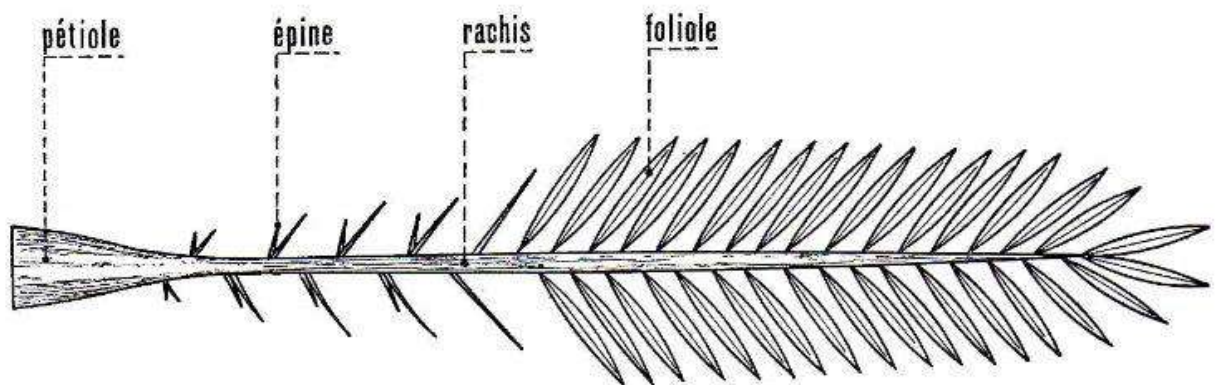
### b. La couronne

On appelle la couronne, l'ensemble des palmes vertes. Le nombre des palmes chez un palmier dattier adulte peut atteindre de 50 à 200 palmes. Elles sont émises par le bourgeon terminal ou « phyllophore ».

### c. Palme ou feuille

La palme ou « Djérid » est une feuille pennée dont les folioles sont régulièrement disposées en position oblique le long du rachis qui s'étend au pétiole. Les segments inférieurs sont transformés en épines, plus ou moins nombreuses, et plus ou moins longues. Le pétiole (Kornaf) est dur et relativement rigide.

Chaque année, le palmier dattier produit un certain nombre de palmes à partir de bourgeon et perd un nombre similaire de palmes par dessèchement, la Figure I.12 présente un schéma d'une palme de palmier dattier.



**Figure I.12.** Schéma d'une palme de palmier dattier [20].

Le palmier dattier a une structure fibreuse, possédant quatre types de fibre :

- Fibres de bois de tronc.
- Fibres de feuilles au niveau des pédoncules.
- Fibres de tige au niveau des tiges des pédoncules et du support dattier (grappe).
- Fibres de surface autour de son tronc ou de bases de palmes (pétiole)
- Fibres de life (entre les kornaf, le tronc est recouvert d'une bourre fibreuse que l'on appelle le life).



### I.2.5 Composition chimique

Les fibres naturelles sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, hémicelluloses et lignines [25]. Elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques en faibles proportions. La cellulose est une macromolécule linéaire qui peut avoir une structure amorphe ou cristalline, tandis les hémicelluloses ont une structure ramifiée. La cellulose et les hémicelluloses forment le groupe des holocelluloses. Les macromolécules de cellulose ont une bonne résistance mécanique et un caractère hydrophile. La lignine est constituée d'un réseau tridimensionnel complexe qui apporte de la rigidité, de l'hydrophobie et une bonne résistance à la décomposition. On trouve également des cires, des tannins, des minéraux et des pectines. La cellulose et les hémicelluloses forment le groupe des holocelluloses. Les macromolécules de cellulose ont une bonne résistance mécanique et un caractère hydrophile. La lignine est constituée d'un réseau tridimensionnel complexe [26] qui apporte de la rigidité, de l'hydrophobie et une bonne résistance à la décomposition. On trouve également des cires, des tannins, des minéraux et des pectines.

#### I.2.5.1 La cellulose

C'est un polymère régulier du glucose, de formule  $(C_6H_{10}O_5)_n$ . Des liaisons hydrogène intra et intermoléculaires, dues aux nombreux groupements hydroxyles de la chaîne, favorisent l'arrangement de celle-ci en domaines cristallins, avec des zones amorphes à intervalle d'environ 30 nm (Figure I.13) [27].

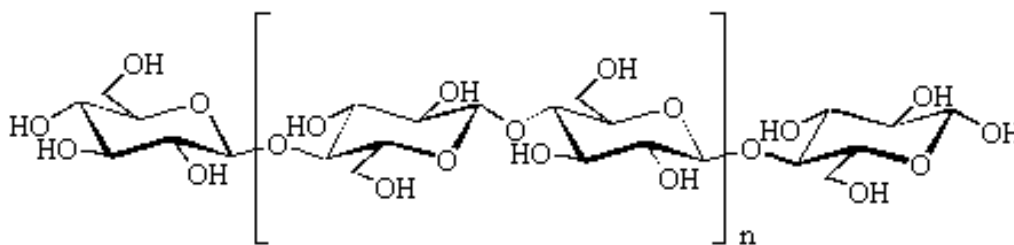


Figure I.13. Structure de cellulose [27].

#### I.2.5.2 Les hémicelluloses

Ce sont des polysaccharides (pentosanes, xylanes, ...) à chaînes plus courtes que celles de la cellulose (Figure I.14). Elles sont hydrophiles et susceptibles de gonfler au contact de l'eau, ce qui les rend responsables de l'instabilité dimensionnelle du bois [28].

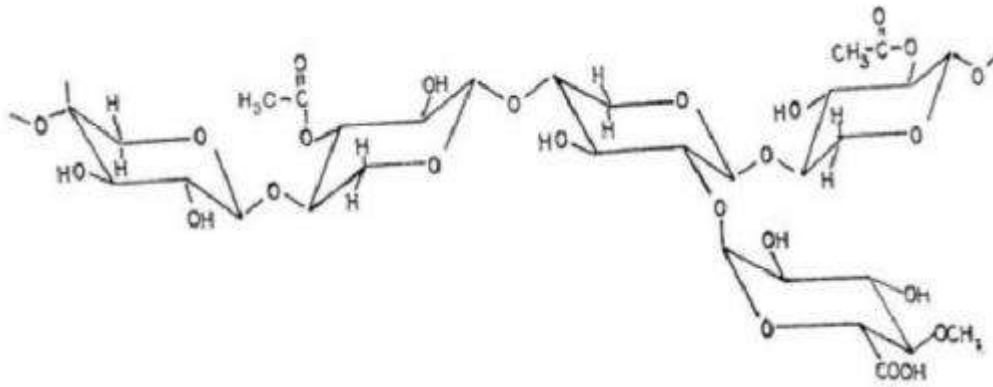


Figure I.14. Structure de l'hémicellulose [28].

### I.2.5.3 Les lignines

Ce sont des polymères tridimensionnels complexes, essentiellement phénoliques, et dont la structure est différente selon la famille de bois et les éléments morphologiques (fibres, rayons, vaisseaux). Les lignines sont totalement amorphes, et présentent dans la lamelle mitoyenne sous forme d'un réseau 3D aléatoire ainsi que dans la paroi secondaire sous forme d'un réseau 2D organisé (Figure I.15). Les trois monomères sont des alcools phénylpropénoïques: p-coumarylique, coniférylique et sinapylique. Il s'agit de tannins, de pectines, de sucres et d'autres composés, incluant bien sûr la résine dans le cas d'un bois de résineux [29].

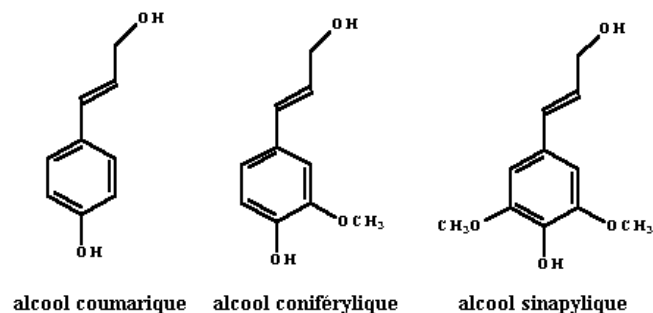


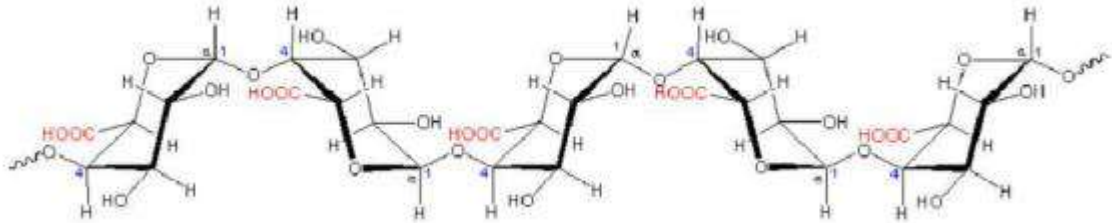
Figure I.15. Structure de lignine [29].

### I.2.5.4 Les pectines

Les pectines regroupent les hétéro-polysaccharides qui se trouvent généralement dans les parois cellulaires primaires des fibres végétales. La structure des pectines dépend de l'espèce végétale et les proportions des différents types varient en fonction de leur position dans les parois cellulaires [30].

## Chapitre I Etude bibliographique

Les pectines sont les composés les plus hydrophiles dans les fibres végétales en raison de la présence de groupes acide carboxylique. La figure I.16 présente un exemple de structure de pectine.



**Figure I.16.** Structure d'une chaîne de pectine [30].

### I.2.5.5 Les cires

Les cires sont des constituants des fibres naturelles, qui peuvent être extraites avec des solutions organiques. Ces matériaux se composent de différents types d'alcools insolubles dans l'eau et de plusieurs acides tels que l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique [31].

Dans le tableau I.1, nous avons reporté les proportions des différents composants pour quelques fibres naturelles trouvées dans la littérature.

La première remarque que l'on peut faire, c'est la grande variabilité de la contribution de chaque constituant. C'est la particularité des fibres naturelles. Il est bien évident que les propriétés générales de la fibre seront variables avec ces caractéristiques.

Le taux de cellulose, en particulier, aura une influence importante sur les propriétés mécaniques des fibres, puisque c'est le polymère qui apporte le plus de rigidité. A titre d'exemple, le taux de cellulose dans la fibre de Coco peut varier en passant de valeur trouvée dans la littérature de 36 à 43% [32]. La remarque est également valable pour le sisal (entre 67 et 78%). De même, on observe une grande variabilité pour les fibres de jute, il peut varier entre 61 et 71,5% [33]. Ces variabilités ont des causes très diverses notamment génétiques. En outre, lors de la période de croissance, la plante réagit en fonction des conditions pédoclimatiques qu'elle subit. On peut également avancer d'autres paramètres : nature du sol, nombre de graines au m<sup>2</sup>, apport d'azote, autre traitement, période d'arrachage, rouissage et nettoyage de la fibre.

**Tableau I.1.** Composition chimique de la fibre lignocellulosique commune en %.

Fibre	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Pectine	Cires	Réf.
Fibre de tige						
Lin	71-78	18,6-20,6	2,2	2,3	1,7	[30,34]
Chanvre	70,2 - 74,4	17,9 – 22,4	3,7 – 5,7	0,9	0,8	[35]
Jute	61 – 71,5	13,6 – 20,4	12 - 13	0,2	0,5	[34]
Kénaif	45 - 57	21,5	8 - 13	3 - 5	N.S.	[36]
Ramie	68,6 – 76,2	13,1 – 16,7	0,6 – 0,7	1,9	0,3	[37]
Banane	63 - 64	10	5	N.S.	N.S.	[38]
Ortie	86	4,0	5,4	0,6	3,1	[39]
Fibre de feuille						
Sisal	67 - 78	10 - 14	8 -11	10	2	[40]
Abaca	56 - 63	21,7	12 - 13	1,0	0,2	[41]
Curaua	73,6	9,9	7,5	N.S.		[42]
Ananas	80 - 83	15 - 20	8 - 12	2 - 4	4 - 7	[43]
Henequen	77,6	4 - 8	13,1	N.S.	N.S.	[36]
Fibre de fruits / graines						
Coton	85 - 90	5,70	0,7 – 1,6	0 - 1	0,6	[44]
Coco	36 - 43	0,15 – 0,25	41 - 45	3 - 4	N.S.	[45]
huile de palme	65	0 - 22	19	N.S.	N.S.	[46]
Bois						
Bois dur	43 - 47	25 - 35	16 - 24	N.S.	N.S.	[38]
Bois tendre	40 - 44	25 - 29	25 - 31	N.S.	N.S.	[47]

N.S. :Non spécifié

***1.2.6 Morphologies des fibres naturelles***

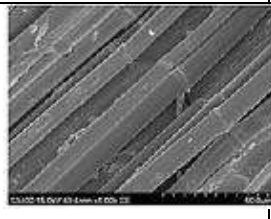
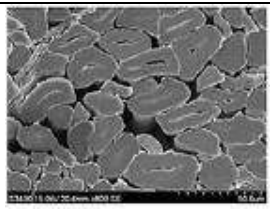
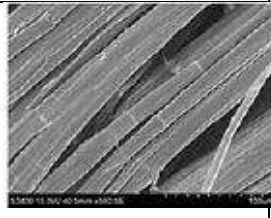
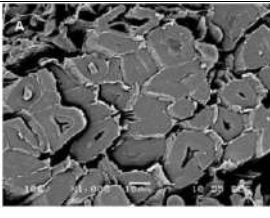
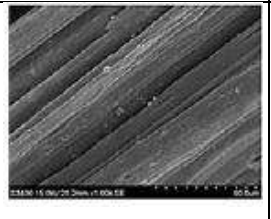
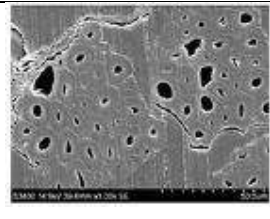
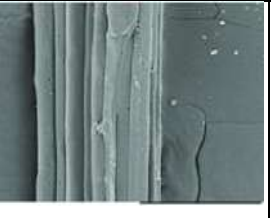

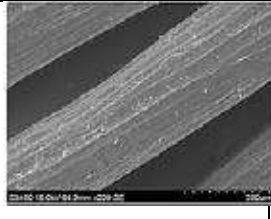
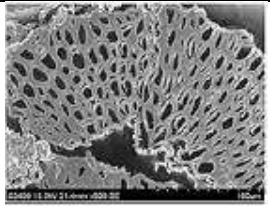
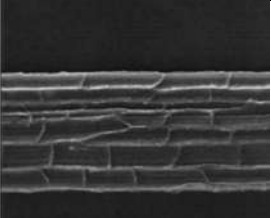
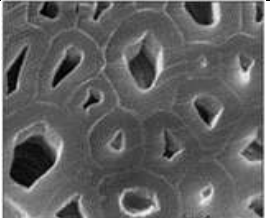

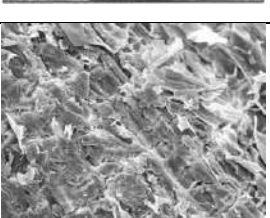
Les performances mécaniques des composites dépendent bien sûr du taux de fibres [48,49], de leur morphologie (longueur et diamètre), de leurs propriétés mécaniques en plus de leur orientation [50]. Par exemple, les propriétés mécaniques des composites sont d'autant plus élevées que la finesse des fibres est grande (diamètre faible) [51]. Donc l'influence de la morphologie des fibres macrocellulaire est très importante pour la compréhension du comportement mécanique.

Les macromolécules de cellulose vont former en s'associant une microfibrille de cellulose. Les chaînes de cellulose qui constituent les microfibrilles sont organisées en spirales et forment un angle avec l'axe de la fibre nommé angle microfibrillaire. Ces microfibrilles vont à leur tour s'associer entre-elles grâce à des ponts hémicelluloses pour former des microfibrilles qui vont constituer l'essentiel de la paroi de la fibre.

Le tableau suivant donne une vue longitudinale et en coupe transversale plus des valeurs représentent les densités et les diamètres pour les fibres lignocellulosiques élémentaires. Il s'agit des valeurs les plus couramment retrouvées dans la littérature.

La morphologie de la tige de chanvre est similaire à celle du lin avec une couche supérieure constituée par un épiderme, la couche inférieure nommée cortex comportant les faisceaux de fibres, puis la zone constituant le bois et la tige de chanvre. Elles sont cependant généralement moins fines et moins individualisées et fortement unies par de la lignine [52].

Tableau I.2. Propriétés morphologiques des fibres lignocellulosiques élémentaires

Fibre	Vue en coupe	Coupe transversale	Densité g/cm <sup>3</sup>	Diamètre µm	Références
Lin			1,53–1,54	12,4–23,9	[53]
Chanvre			1,4–1,6	10,9–42,0	[54]
Jute			1-6	15–35	[55]
Kenaf			1,45	2,1–36	[56]
Sisal			1,45	10–20	[55]
Abaca			1,5	6–53	[57]
Coir			1,15–1,3	5,6–19,5	[58]

### ***1.2.7 Propriétés morphologiques des fibres naturelles***

Les propriétés des fibres peuvent être approchées par la mesure de nombreux paramètres. Certaines mesures sont liées à la géométrie :

- Longueur de la fibre : mesurée sur la fibre individuelle ou un faisceau de fibres. La longueur peut être décomposée en plusieurs paramètres : Longueur moyenne, longueur moyenne de fractions de fibres, diagramme d'uniformité de longueur et détermination du pourcentage de fibres courtes.
- Diamètre : mesure par microscopie en  $\mu\text{m}$  qui reste une valeur approchée puisque les fibres ne sont pas nécessairement rondes.

Finesse : Rapport diamètre sur longueur mesurés. Pour cette mesure, on peut utiliser un appareil de mesure à débit d'air : Une masse de fibres est traversée par un flux d'air dans une chambre. Plus la fibre est fine, plus grande sera la surface spécifique et donc plus grande sera la perte de charge. En mesurant cette perte de charge entre l'entrée et la sortie, on peut donner une valeur de finesse à partir d'un abaque [59].

### ***1.2.8 Propriétés Mécaniques des fibres naturelles***

Il est très difficile de présenter un tableau qui récapitule toutes les propriétés mécaniques des fibres lignocellulosiques. La grande variabilité constitutive et anatomique de la fibre naturelle implique une variabilité de leurs propriétés mécaniques. Donc les fibres naturelles sont induites par leurs caractéristiques intrinsèques notamment leurs compositions chimiques (cellulose, hémicellulose, lignine et pectines), structure de la fibre (section, porosité, angle microfibrillaire, facteur de forme, rapport longueur/diamètre, etc...), leurs caractéristiques anthropiques (type de défibrage, itinéraire technique, etc...) ou par des caractéristiques indépendantes et variables (taux d'humidité, localisation des fibres dans la tige, défauts naturels, conditions de croissance, etc...).

Le tableau I.3 fournit un bref résumé des propriétés mécaniques de différentes fibres naturelles.

Les propriétés des fibres naturelles montrent clairement de grandes variations, au sein et à travers différentes fibres. Une variation aussi importante des propriétés mécaniques des fibres naturelles peut poser des problèmes critiques pour la fiabilité mécanique globale des composites fabriqués à partir de ces fibres. De plus, il n'est pas clair si ces propriétés mécaniques (tableau I.3) ont été mesurées sur des fibres simples ou des faisceaux de fibres, par exemple, la fibre de banane

a démontré une résistance à la traction extrêmement élevée entre 430 MPa et 914 MPa. Bien que la fibre de lin puisse avoir une résistance maximale de 1834 MPa, sa résistance peut atteindre 343 MPa. De même, le module d'élasticité du lin couvre une large plage (8 - 100 GPa). Globalement, on peut dire que les propriétés des fibres naturelles sont très variables et que leur résistance à la traction est nettement inférieure à celle des fibres synthétiques. Certaines des fibres naturelles, par exemple le lin, peut recouvrir le module d'élasticité des fibres synthétiques.

**Tableau I.3.** Propriétés mécaniques des fibres naturelles et synthétiques.

Fibre	Déformation à la rupture %	Résistance à la traction (MPa)	Module d'Young (GPa)	Réf.
Fibre naturelle				
Lin	1,5 – 3,2	450 -1500	27,6 - 38	[60,61]
Chanvre	1,6- 4,7	690 - 873	9,93	[39,62]
jute	1 - 2	393 - 773	2,5 – 26,5	[63]
Kenaf	2,7 – 5,7	223 - 624	11 – 14,5	[62,64]
Sisal	3 - 15	80 - 640	1,46 – 15,8	[65]
Abaca	2,9	756	31,1	[66]
Coir	15 -59,9	106 - 175	1,27 - 6	[67,68]
Banane	1,8 – 3,7	529 - 914	7,7 - 32	[67,69]
Fibre synthétique				
E-glass	0,5 - 2,5	2000 - 3500	70	[70,71]
Aramide	3,3 - 3,7	3000 - 3150	63 - 67	[70]
Carbone	1,4 - 1,8	4000	230 - 240	[70]

### ***1.2.9 Traitements des fibres végétales***

Les caractéristiques hydrophiles des fibres naturelles et les caractéristiques hydrophobes de la matrice polymère sont les principaux problèmes fondamentaux liés à l'utilisation de fibres naturelles comme renforcement des composites polymères. Cependant un traitement chimique sur les fibres naturelles permet de réduire ses caractéristiques hydrophiles des fibres [36,44,72]. Les



## Chapitre I *Etude bibliographique*

principaux traitements chimiques utilisés pour réduire les caractéristiques hydrophiles d'une fibre naturelle sont présentés ci-dessous.

### *I.2.9.1 Traitement physique*

Les procédés physiques peuvent être utilisés sur la surface du renfort ou de la matrice pour diverses raisons :

- Nettoyage et purification de la surface ;
- Oxydation et activation des sites sur la surface.

Ces méthodes entraînent un changement physique et chimique des propriétés structurales du composé. On distingue les traitements par décharges diélectriques tels que le Corona et le plasma froid et par exposition aux rayonnements laser, ultraviolet ou gamma.

L'application des fibres végétales comme renfort exige d'une part une forte adhésion entre la fibre et la matrice et d'autre part, une absorption limitée de l'eau par les fibres. Afin d'y parvenir Gouanvé et al. [73] ont préféré aux traitements chimiques usuels, le traitement autoclave à la vapeur d'eau et le traitement par plasma froid. Le premier a pour objectif de réduire la sensibilité à l'eau des fibres et le second d'améliorer l'adhésion fibre/matrice.

#### *I.2.9.1.1 Traitement autoclave*

C'est un traitement simple, peu coûteux et sans danger pour l'environnement qui à terme pourrait devenir une voie de substitution aux traitements chimiques actuellement appliqués [74]. Le protocole expérimental est le suivant ; il consiste à mettre les non-tissés de fibres, pendant un certain temps, en présence de vapeur d'eau saturante à une température légèrement supérieure à 130°C et pour laquelle la tension de vapeur est de 2 bars. Cette première étape est suivie d'une étape de séchage à température ambiante, puis une autre étape est réalisée à une température d'environ 130°C pendant 2 heures.

#### *I.2.9.1.2 Traitement plasma froid*

Ce traitement modifie la surface des fibres sans affecter les propriétés intrinsèques du matériau. De plus, cette technique ne nécessite pas l'usage de solvant et les temps de traitements sont courts [75]. Le gaz plasmagène utilisé est l'hélium He, il permet d'introduire des radicaux libres à la surface sans générer de nouvelles fonctionnalités dues à la nature du gaz. Les paramètres

optimaux de la phase plasmagène ont été déterminés et correspondent à une puissance de 50W et un temps de traitement de 5min.

### *1.2.9.2 Traitement chimique*

La modification de la surface des fibres par des méthodes chimiques a pour objectif de rendre compatibles deux matériaux par l'introduction d'un troisième aux propriétés intermédiaires. Le couplage réalisé permet l'association des fibres cellulosiques fortement hydrophiles avec les polymères hydrophobes [76]. Le traitement chimique est basé principalement sur les modifications de surfaces des fibres ligno-cellulosiques en agissant sur la cellulose qui représente le constituant majoritaire de ces fibres. La structure spatiale de la cellulose contrôle ses propriétés physiques et chimiques. En effet, la région amorphe est beaucoup plus accessible à l'attaque des réactifs que la région cristalline. Différents traitements chimiques peuvent être effectués sur les fibres ligno-cellulosiques, nous citons : l'oxydation [77], l'estérification [78], l'éthérification et la mercerisations [79]...etc. Ces traitements améliorent les caractéristiques adhésives de la surface des fibres en éliminant les impuretés naturelles et artificielles. La majorité de ces traitements sont précédés par un prétraitement dans une solution alcaline. Le prétraitement de la cellulose de manière à rompre les liaisons hydrogène intra et intermoléculaires facilite sa modification chimique car il rend libre les hydroxyles qui deviennent plus réactifs.

Le traitement des fibres naturelles par NaOH est le plus courant [80]. Cela couvre quatre pratiques différentes, telles que :

- 1) une concentration constante de NaOH pendant une période de temps constante,
- 2) en utilisant différentes concentrations de NaOH pendant une période de temps constante,
- 3) maintenir une concentration constante de NaOH pour différentes périodes,
- 4) en utilisant différentes concentrations de NaOH pour différentes périodes.

À différentes concentrations de NaOH avec une période de temps constante, les fibres doivent être traitées avec des solutions de NaOH à 2% à 5% (poids/volume) en maintenant la température autour de 23 °C pendant un temps constant. Après cette pratique chimique, les fibres sont neutralisées, nettoyées et séchées.

A concentration constante en NaOH avec des durées différentes, les fibres naturelles sont traitées dans une solution de NaOH à 5% (poids/volume) (généralement optimale à 5% pour la plupart des fibres naturelles) en faisant varier le temps (15, 30, 45, 60, 75 et 75%). 90 min.)

## **Chapitre I** *Etude bibliographique*

Ensuite, les fibres naturelles traitées sont lavées à l'eau désionisée, puis quelques gouttes d'acide chlorhydrique 0,1 N sont ajoutées pour éliminer les impuretés en excès.

### *1.2.9.3 Traitement thermique*

Le traitement consiste à chauffer les fibres, sous atmosphères inerte jusqu'à 280°C et de le maintenir suffisamment longtemps pour que sa structure soit modifiée [81]. Cette technique appelée (torréfaction) a été particulièrement étudiée par Bourgois et al [82]. Le procédé qui a été adapté consiste à traiter thermiquement du bois sous atmosphère inerte à des températures inférieures à 280°C. La durée du traitement permet l'obtention des propriétés souhaitées. Il présente l'avantage de moins dégrader la fibre et permet de conserver au maximum ses propriétés mécaniques.

### ***1.2.10 Utilisation des fibres végétales : avantages et inconvénients***

Outre l'avantage direct de réduire l'impact négatif sur l'environnement au stade de la fabrication, un composite renforcé par des fibres naturelles peut également contribuer au respect de l'environnement grâce à son poids inférieur et à la consommation réduite de carburant des véhicules de transport qui en résulte. Si la teneur en fibres des composites à base de fibres naturelles est élevée en vue d'obtenir une qualité équivalente aux composites à base de fibres de verre, la quantité de polymères synthétiques peut de ce fait être réduite. L'étude comparative du cycle de vie d'une pièce pour véhicule automobile, en résine époxyde renforcée par des fibres de chanvre, et une pièce réalisée à partir de polystyrène butadiène- acrylonitrile (ABS) selon différentes méthodes, a révélé que non seulement la pièce renforcée aux fibres de chanvre présentait un avantage du point de vue de l'environnement durant la phase de production, mais que le poids réduit grâce à l'application de la pièce à base de fibres de chanvre permettait une économie d'énergie intéressante, avec des avantages additionnels pour l'environnement au cours de la phase d'utilisation.

Il existe une grande diversité de fibres naturelles. Toutes devraient être étudiées en vue de leur utilisation comme renforts des plastiques, afin de tirer profit des atouts particuliers qu'offrent chacune d'elles et pas seulement dans le but de promouvoir une plante plutôt qu'une autre. A moins qu'une fibre ne possède des avantages particuliers sur le marché, elle devrait être remplacée par toute autre ayant l'avantage du marché. Cet avantage du marché peut être basé sur des critères tels que la disponibilité, le prix, ou la performance. Ce ne sont en effet pas les désirs qui

## Chapitre I *Etude bibliographique*

déterminent le marché. Les producteurs et les fabricants utilisant les fibres naturelles se doivent d'explorer les intérêts communs et là où cela est possible, préparer une stratégie de création d'industrie de développement et de la promotion des fibres végétales. De plus, pour différentes applications, ces matériaux doivent être spécialement traités par rapport :

- À l'homogénéité des propriétés des fibres.
- Au degré de miniaturisation et le dégommeage.
- Au degré de polymérisation et de cristallinité.
- À la bonne adhésion fibre/matrice.
- À la résistance à la pénétration de l'humidité.
- Au comportement au feu.

De nos jours, la disponibilité des fibres naturelles ne peut être assurée que partiellement. Les fibres naturelles offrent de meilleures résistances, mais sont encore plus coûteuses que les fibres de verre. Le prix de vente de ces fibres dépend beaucoup du travail nécessaire pour l'extraction et la préparation ou le prétraitement des fibres, par exemple, leur mise à dimension finale avec un agent de couplage et autres surfactants qui sont du reste bien connus pour les fibres de verre. Dans certaines applications où l'on utilise des fibres de verre, les fibres naturelles doivent être prétraitées de la même façon que les premières. Elles offrent néanmoins des avantages certains par rapport aux fibres de verre :

- Elles ont une faible densité,
- Elles sont non abrasives par rapport aux fibres de verre, ce qui leur confère des avantages notamment quant à la longévité de l'outillage,
- Elles possèdent des propriétés spécifiques élevées,
- Elles sont facilement recyclables,
- Elles sont moins fragiles que les fibres synthétiques et donc faciles à mettre en œuvre surtout pour les grandes courbures,
- Elles sont biodégradables,
- Elles se présentent sous forme d'une large gamme de variétés disponibles et renouvelables à travers le monde,

## **Chapitre I** *Etude bibliographique*

- Elles peuvent générer des emplois dans le monde rural par l'augmentation des fermes non vivrières,
- Elles se caractérisent par une faible consommation d'énergie,
- Elles ont un coût de revient limité,
- Les composites renforcés de fibres naturelles ont été incinérés. Leur émission de CO<sub>2</sub> est faible et neutre par rapport à la quantité émise pendant leur croissance.
- Enfin, les composites à matrice biodégradable (amidon modifié par exemple) sont les matériaux les plus propres du point de vue environnemental. Ils peuvent ensuite être transformés en compost à la fin de leur cycle de vie.

Cependant, les propriétés mécaniques globales de ces matériaux sont encore inférieures à celles des plastiques renforcés de fibres de verre. Un compromis est donc nécessaire entre leur performance en service et leur biodégradabilité.

### ***1.2.11 Application de composites à base de fibres végétales***

On observe une expansion de l'utilisation industrielle des composites de fibres végétales en tant que matériaux techniques et la tentative de remplacer la fibre de verre traditionnelle par des fibres naturelles en tant que renforcement composite, comme les automobiles, les composants d'aéronefs, les plaques de construction, la construction, les équipements de sport, les composants électriques et les équipements médicaux, prothèses et autres.

Les tendances actuelles en matière d'application des composites et leur part de marché exprimées en pourcentage sont les suivantes [55,83]:

- Construction 30%,
- industrie automobile 25%,
- équipement industriel 10%,
- électronique 9%,
- sport 8%,
- sidérurgie et construction navale 6%,
- génie électrique 6%,
- industries aéronautique et spatiale 3%,

## Chapitre I *Etude bibliographique*

- médecine : 1%,
- chemins de fer 1%,
- Centrales éoliennes : 1%.



**Figure I.17.** Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le domaine d'automobile [55].



**Figure I.18.** Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le secteur de construction [83].

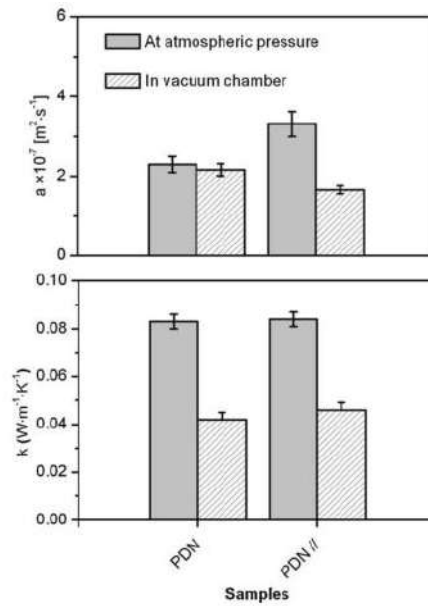
### **I.3 Synthèse des travaux réalisés sur les fibres végétales**

L'utilisation des ressources naturelles (végétales et animales) comme renfort est une méthode ancienne, aujourd'hui les fibres végétales pour les chercheurs est un choix inévitable pour des raisons écologique et économique et aussi due aux avantages quel présente : disponibilité, abondante, existence en forme de fibre, issue de ressource naturelle renouvelable, biodégradable, faible coût etc. [72,84–86].

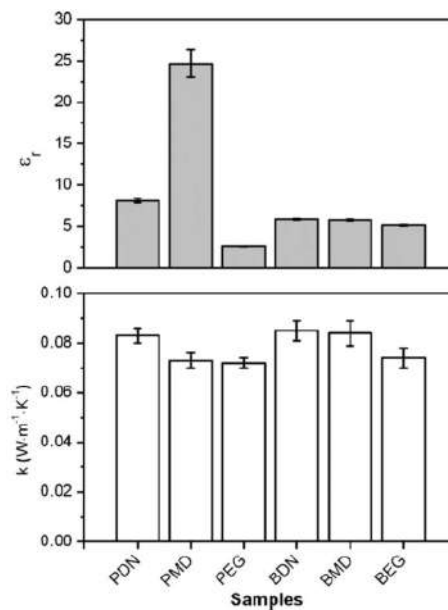
De jour en jour en constate l'augmentation des recherches et des travaux sur l'exploitation des résidus agricoles, quelque études ont été réalisées sur le bois de palmier dattier qui est un très bon matériau organique de construction.

Agoudjil et al. [23] ont menu une investigation expérimentale de trois variétés de bois de palmier dattier sur les aspects thermophysiques, et chimiques pour la fabrication d'un matériau

composite ayant de bonnes propriétés d'isolation thermique dans les bâtiments. Les Figures I.19 et I.20 montrent les résultats obtenus par les auteurs.



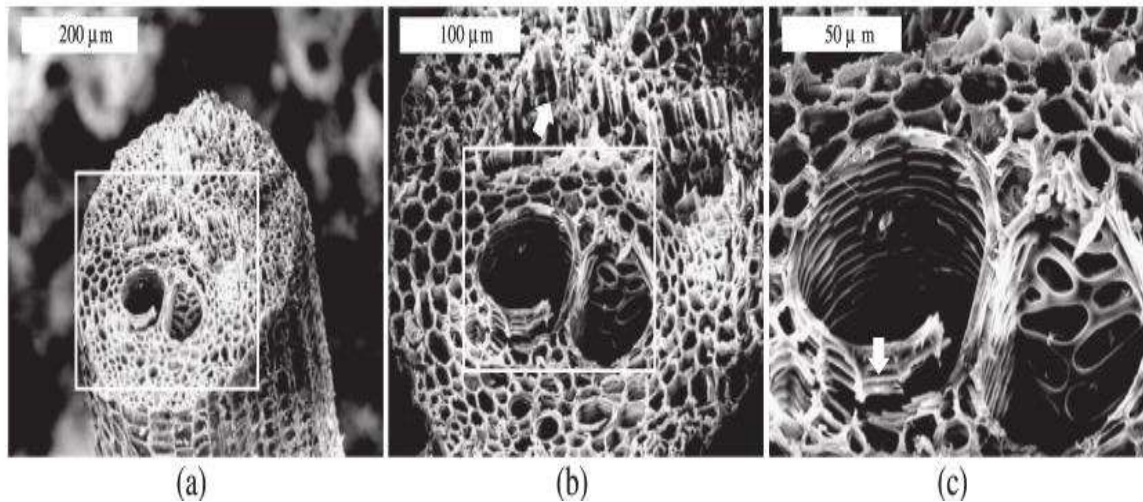
**Figure I.19.** Conductivité thermique et diffusivité des échantillons de pétiole de Deglet Noor (DN) mesurées en chambre à vide et à pression atmosphérique. PDN et PDN// sont deux types de pétioles simples respectivement dans les directions transversale et parallèle [23].



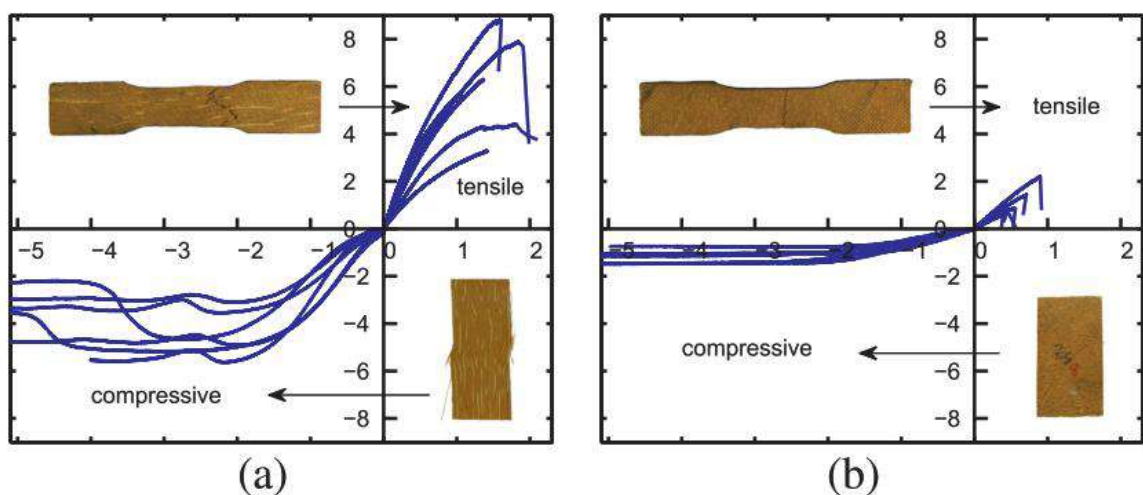
**Figure I.20.** Conductivité thermique et permittivité relative de différentes variétés de matériaux de palmier dattier de : (P) pétiole et (B) grappe de Deglet-Noor (DN), Mechdegl (MD) et Elghers (EG) [23].



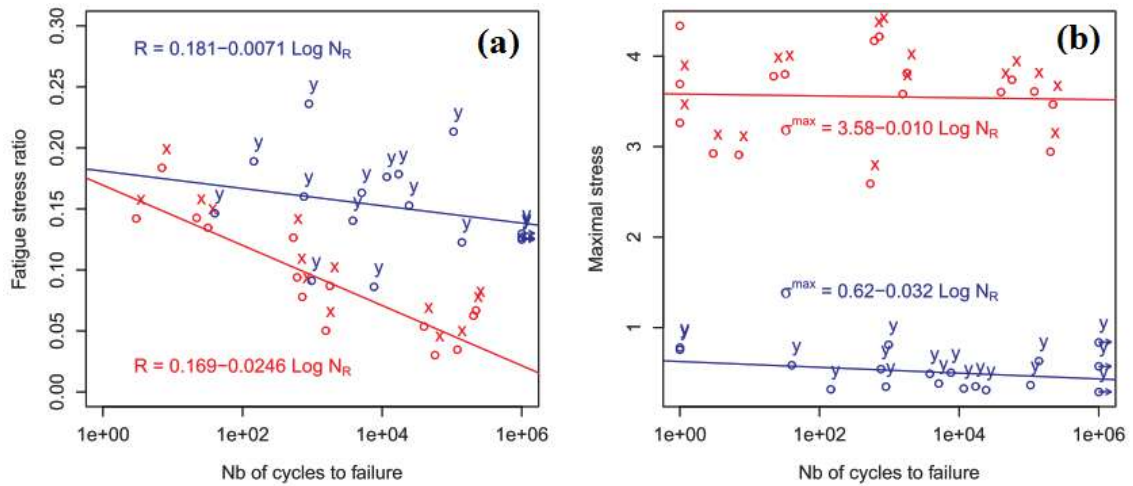
Une étude expérimentale en statique et en fatigue a été menée par Benzidane et al. [87] sur le bois de pétiole de palmier dattier du nord et du sud de l'Algérie afin d'identifier sa morphologie et son comportement mécanique. La figure I.21 montre que les faisceaux fibrovasculaires sont cylindriques et hétérogènes avec de nombreux filaments et cellules. Les résultats trouvés par les auteurs (Figure I.22 et I.23) montrent que les propriétés mécaniques des composites renforcés par les fibres de bois de pétiole du sud de l'Algérie ( $E = 0,5 \text{ GPa}$ ,  $\sigma^u = 6 \text{ MPa}$ ,  $\varepsilon^u = 1,75\%$ ) sont plus élevés que ceux du nord en raison des conditions climatiques sèches.



**Figure I.21.** Détail de la grosse fibre i. e. faisceau fibrovasculaire (FVB), (a) vue globale de la morphologie en nid d'abeille, (b) détail de la surface de fracture, et (c) détail des deux trous et de la déchirure en spirale [87].

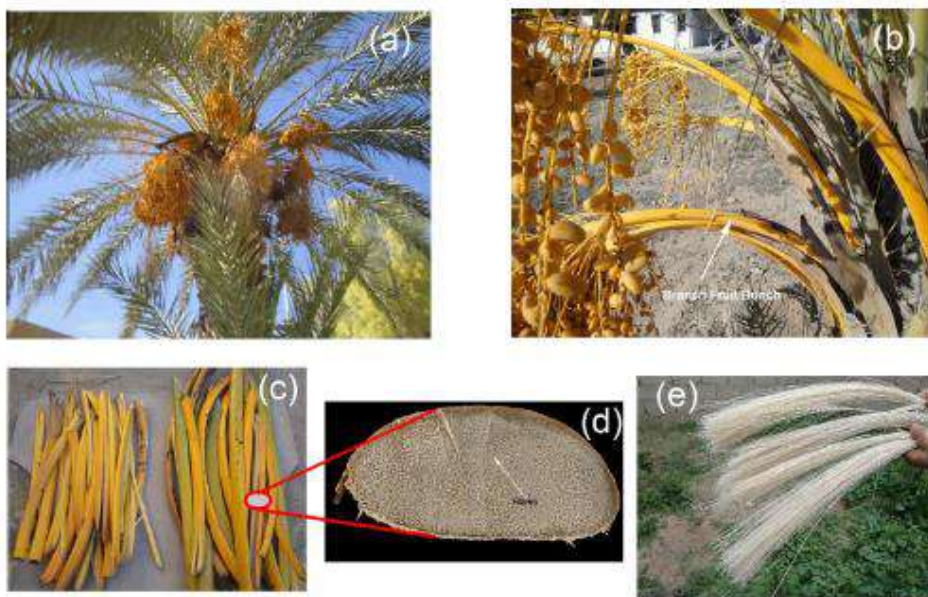


**Figure I.22.** Résultat typique pour la charge monotone du bois du pétiole sud pour : a) les spécimens dans la direction X (longitudinale) et b) les spécimens dans la direction Y (transversale) [87].

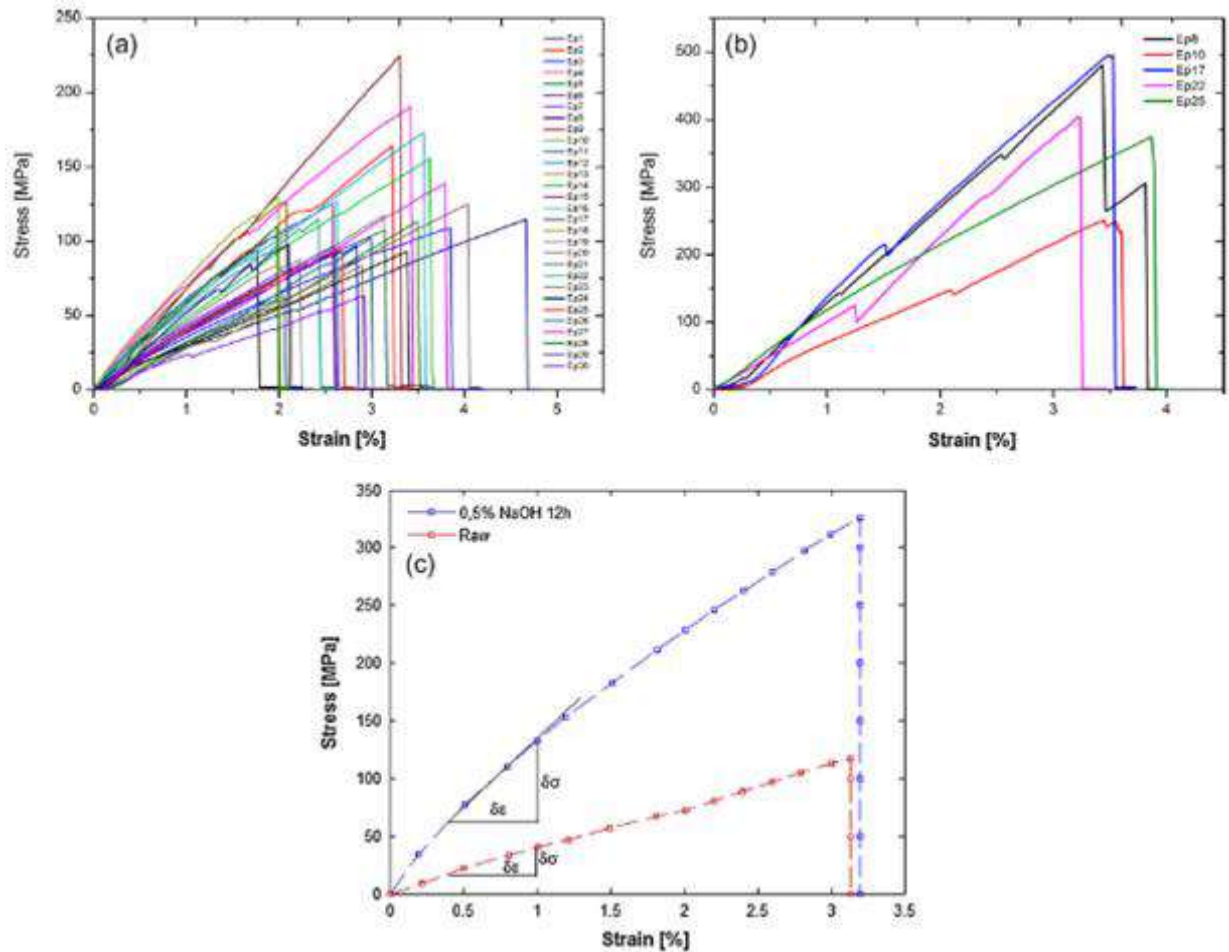


**Figure I.23.** Courbes de fatigue-durée de vie (S-N) pour le bois du pétiole sud dans les deux directions X et Y selon : a) le rapport de contrainte R, et b) la contrainte de traction maximale  $\sigma_{max}$  [87].

Armroune et al. [88] ont analysés les fibres des branches des fruits de palmier dattier (Figure I.24) en faisant une extraction des fibres suivi d'un traitement chimique NaOH permet une augmentation des propriétés mécaniques de la contrainte à la rupture et le module d'Young de 178% et de 167% respectivement en traction uni-axial comparativement aux fibres brutes (Figure I.25).



**Figure I.24.** Photographies de : a) Palmier dattier, b) et c) Branche de grappe de fruits, d) Coupe transversale de FBBPD et e) Fibres de FBBPD utilisées dans le travail des auteurs [88].



**Figure I.25.** Courbes contrainte-déformation de : a) trente échantillons testés, b) comportement en escalier des fibres techniques FBBPD non traitées et c) comparaison des courbes contrainte à 0,5% NaOH-12 h [88].

L'extraction des fibres à partir des rachis de palmier dattier, a permis à Boumediri et al. [89] d'identifier pour la première fois la présence de deux types de fibres à savoir : Faisceaux de fibres et Faisceau-fibro vasculaire. La morphologie et le diamètre des fibres extraites du rachis ont été caractérisés par microscopie optique et électronique à balayage (Figure I.26), la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDX), les groupes fonctionnels des fibres extraites ont été étudiés par FTIR, le comportement de dégradation thermique a été examiné à partir des courbes TG, DTG, la calorimétrie à balayage différentielle (DSC) et le taux de cristallinité est déterminé en utilisant le X-ray. De plus, une caractérisation mécanique est effectuée à l'aide des essais de traction des fibres (FSs et VBs) afin d'évaluer ces propriétés mécaniques à savoir la contrainte et la déformation à la rupture et le module de Young Vu les dispersions dans les résultats expérimentaux obtenus, ces derniers ont été analysés en utilisant la loi statistique de Weibull à deux paramètres (Figure I.27).

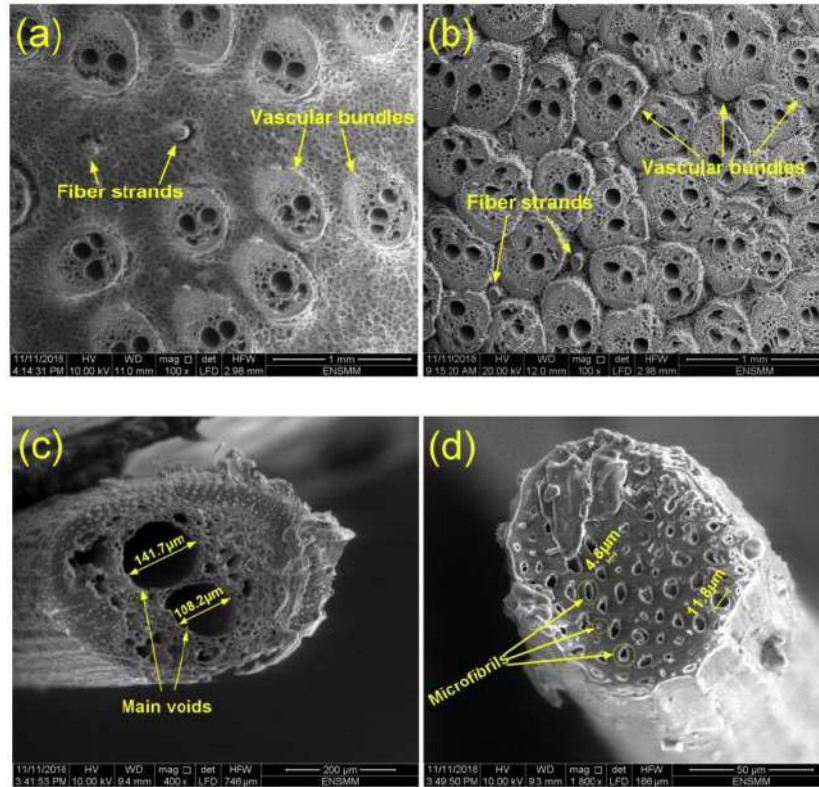


Figure I.26. Micrographies MEB de la coupe transversale à : a) la base du rachis, b) 20 cm avant la pointe du rachis, c) VBs et d) FSs [89].

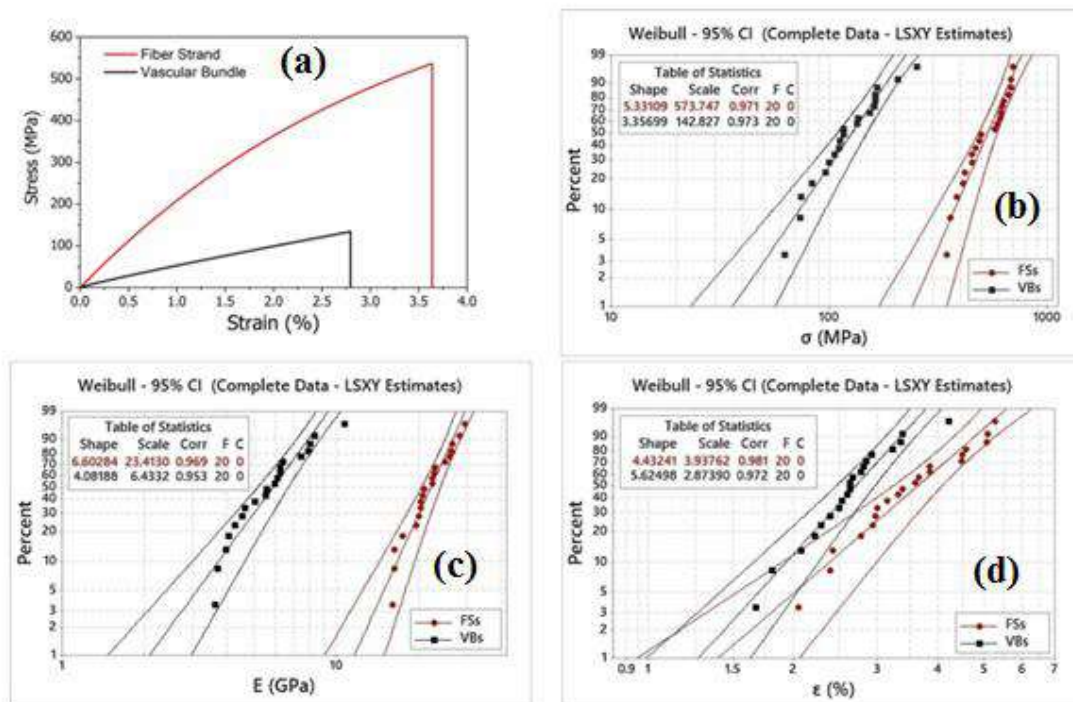
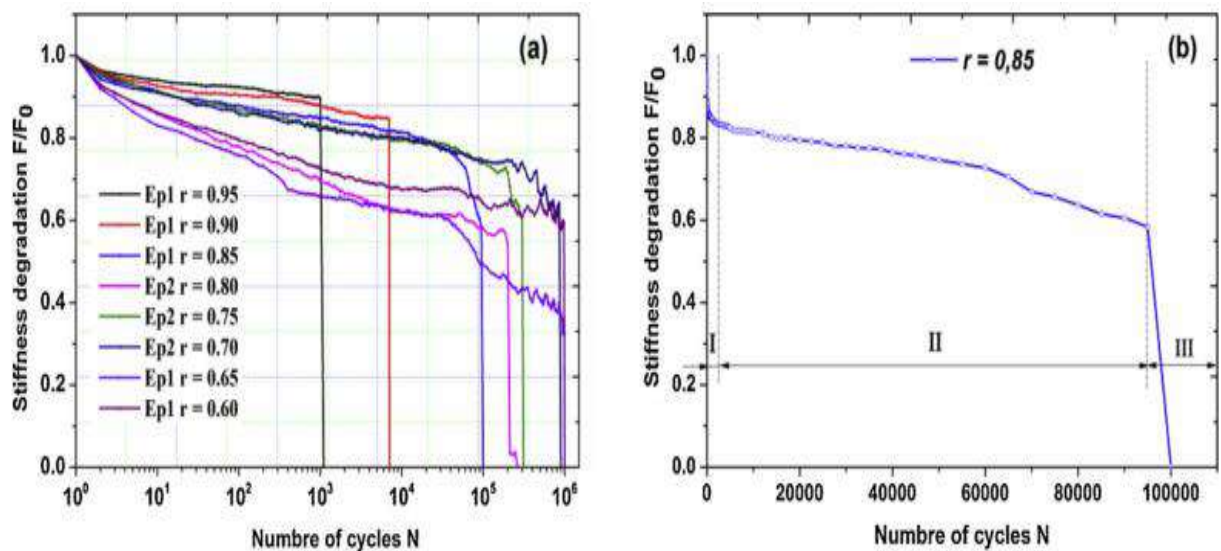


Figure I.27. a) Courbe contrainte-déformation typique pour les VBs et FSs, et distribution de Weibull à deux paramètres pour les VB et les FS pour : b) la résistance à la traction, c) le module de Young et d) Déformation [89].

Bezazi et al. [90] ont fait une caractérisation expérimentale par fatigue cyclique sous chargement en traction des fibres extraites des branches de palmier dattier. Les résultats obtenus des propriétés mécaniques des fibres (contrainte, déformation et module de Young) par les essais de fatigue en traction (Figure I.28), montrent que les forces maximales mises en jeu sont significativement supérieures par rapport d'autres travaux utilisant des biocomposites. Les auteurs recommandent l'utilisation de ce type de fibre en tant que renfort pour les matériaux bio composites.



**Figure I.28.** Evolution de la dégradation de la rigidité  $F/F_0$  en fonction du nombre de cycles  $N$  pour : a) différents niveaux de chargement  $r$  et b) niveau de chargement  $r = 0,85$  [90].

Récemment Khelifa et al. [91] ont élaborés un biocomposite à partir des déchets agricoles locaux de palmier dattier (Figure I.29), une matrice cimentaire renforcée par des fibres de palmier dattier pour des applications de génie civil (Figure I.30). La caractérisation se focalise en particulier sur l'étude l'influence de quatre facteurs sur les caractéristiques de flexion et de compression du mortier renforcé de biofibres à savoir : la teneur en fibres, la longueur, la concentration en NaOH et les temps d'immersion de ces fibres. La contrainte de flexion des poutres avec le renfort de biofibres augmente de 27,5% par rapport au mortier de référence et la contrainte de compression et le module ont présentés des augmentations respectivement d'environ 46,6 % et 36,3 % (Figure I.31).

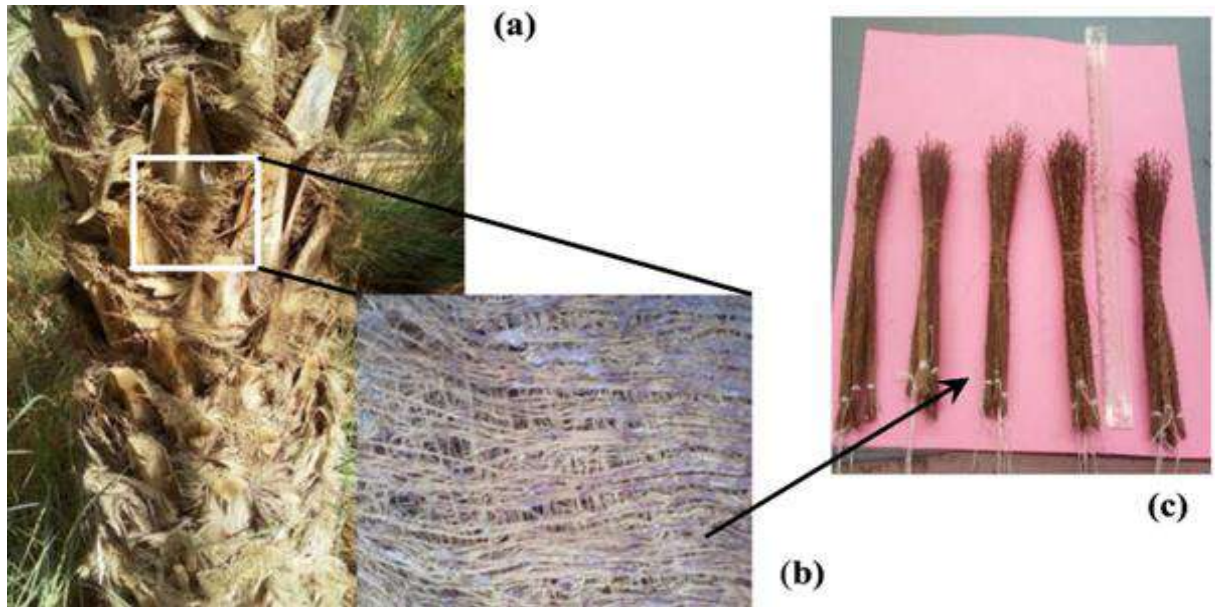


Figure I.29. Photos de : a) palmier dattier ; b) faisceau de fibres de surface ; c) DPMF individuel [91].

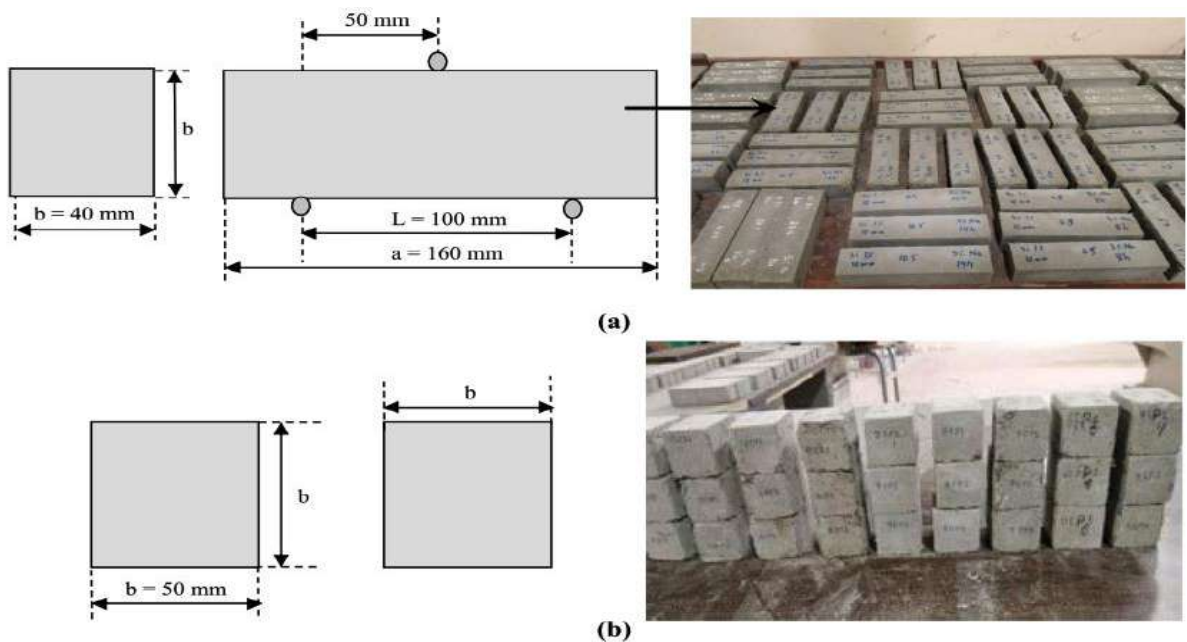
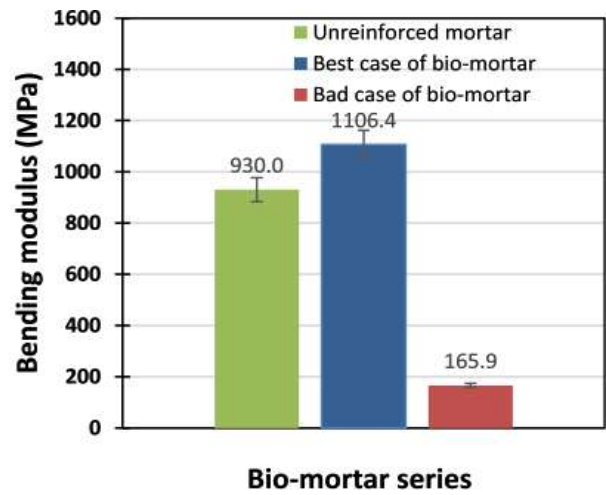
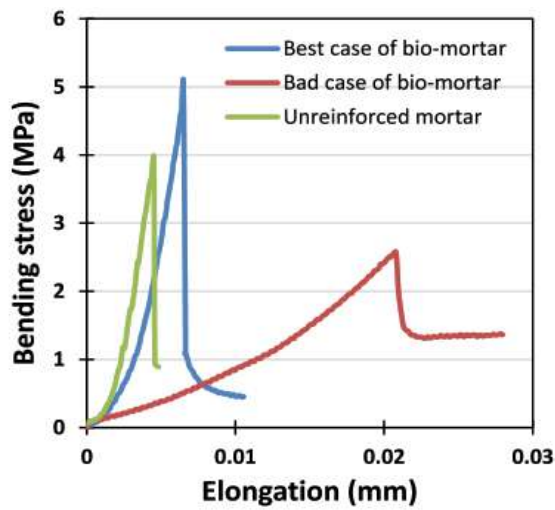
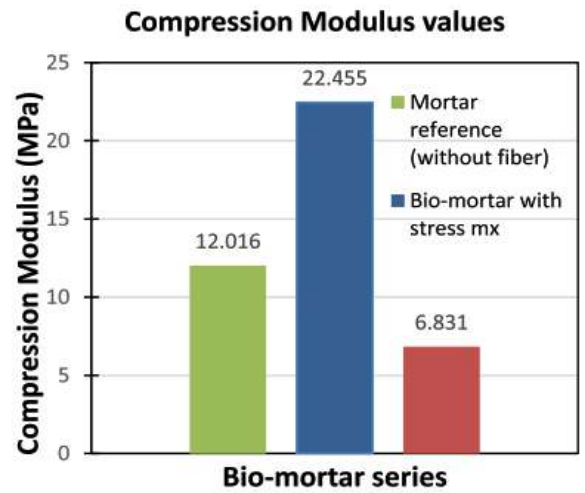
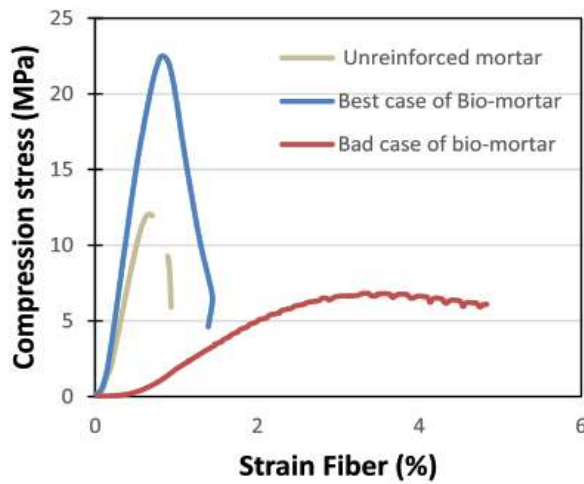


Figure I.30. Prélèvement des échantillons de mortier renforcé de biofibres pour : a) l'essai de flexion et b) l'essai de compression [91].



(a)



(b)

**Figure I.31.** Comparaison des propriétés de flexion et de compression entre trois bio-mortiers différents : le mortier de référence et les bio-mortiers avec une valeur maximale et minimale de : a) contrainte et module de flexion, b) contrainte et module de compression [91].

## **I.4 Conclusion**

Le présent chapitre met l'accent sur la ressource lignocellulosique employée comme charge ou renfort dans un matériau composite à base de matrice polymère. Cette ressource végétale constitue une ressource renouvelable, naturellement biodégradable, et dispose de nombreuses qualités techniques élevées. Les plus utilisées ce sont les fibres de jute, de lin, de kénaf mais ces fibres peuvent être remplacées par des fibres de folioles de palmier dattier qui se produisent en quantité importante et qui ne sont que des résidus agricoles. Leurs propriétés mécaniques importantes et leur faible densité les rendent candidates à être testées pour remplacer les fibres de verres.

Notre contribution s'intéresse à la caractérisation mécanique des fibres de foliole da palmier dattier en traction, pour mieux comprendre le comportement mécanique de la fibre, la foliole de palmier dattier a été divisée en trois parties (Haut, Milieu et Bas), ainsi que leur caractérisation physico chimique. L'utilisation de ces fibres comme renfort dans les composites stratifiés, cordons tressés sont caractérisés en flexion trois points suivi d'un comportement viscoélastique ont aussi étudiées.



## Chapitre II

# Matériels et Techniques Expérimentales

### II.1 Introduction

Ce chapitre décrit de façon détaillée, les différentes techniques expérimentales et conditions d'essais utilisées. Il est consacré à l'élaboration des biocomposites stratifiés et cordons tressés en folioles de palmier dattier comme renfort et une résine époxy bio-sourcée comme matrice, et la description de la découpe des échantillons de traction à partir des folioles et des éprouvettes en biocomposite pour les essais de flexion. La caractérisation physico chimique et mécanique de la fibre de foliole de palmier dattier a été réalisée par plusieurs machines et appareils. À savoir : l'analyseur d'humidité Denver IR 35, le pycnomètre NFT 51063 Méthode B de 50 ml avec un récipient thermo-régulé, le microscope à balayage électronique (MEB), la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDX), l'appareil d'analyse spectroscopique infrarouge (FTIR), le diffractomètre à rayons X (DRX) l'analyse thermogravimétrique (TGA) et la calorimétrie à balayage différentiel (DSC). Enfin, la machine universelle Shimadzu, modèle Autograph AG-X utilisée pour la caractérisation mécanique en statique et en fatigue. Il est à noter aussi qu'une pompe à vide, une étuve et une tronçonneuse à disque diamanté ont été utilisées pour la réalisation et la découpe des plaques biocomposites. La découpe des plaques biocomposites en éprouvettes de flexion est réalisée suivant les normes ASTM.

## II.2 Présentation de la fibre de foliole de palmier dattier

Les fibres utilisées dans ce travail sont les folioles récupérées des fermes du palmier dattier (*Phoenix L dactylifera*) d'une variété Elghars (Figure II.1a) de la région d'Ouargla située au sud-est de l'Algérie. Cette source d'énergie renouvelable, abondante et disponible reste très mal exploitée. Dans certaines régions en Afrique dans le désert, les populations utilisent les palmes sèches comme bois combustible (chauffage et autre), des obstacles de brises vent, des clôtures de jardin ou encore dans les toits de leurs maisons (Figure II.1b). Dans ce travail, les folioles sont récoltées à la main et séparées des rachis (Figure II.1c), ensuite nettoyées à l'aide d'un chiffon pour enlever les impuretés et éliminer les poussières puis séchées à l'air libre dans un endroit où il y a de l'ombre entre 7 à 8 jours (Figure II.1d).



**Figure II.1.** Photographies de : a) Palmier dattier, b) Palm (appelé aussi Djerid), c) Folioles coupés, d) Folioles nettoyées, séchées et mesurées.

## II.3 La matrice (résine époxy verte)

La matrice utilisée lors de l'élaboration des différents types de biocomposite est une résine époxy verte à haute teneur en Carbone d'origine végétale issue des dernières innovations de la chimie verte (Figure II.2). Ce choix est justifié du fait que cette résine est une avancée technologique significative sur les points suivant : Pureté, couleur, performances et garanties sur

## Chapitre II Matériels et Techniques Expérimentales

les tonnages industriels disponibles [92]. La résine offrant un taux proche de 56 % de sa structure moléculaire provenant d'origine végétale c'est-à-dire biodégradable. Cette teneur en Carbone vert, est certifiée par des mesures du Carbone 14 par un laboratoire indépendant (ASTM D6866 ou XP CEN/TS 16640).

Les domaines d'application les plus répandus de cette résine sont : stratification au contact (moule ou pièce industrielle), injection, enroulement filamentaire, presse à chaud ou à froid, petite coulée et collage. La résine époxy verte doit être conservée au frais à l'ombre et à l'abri de la lumière. Dans ce travail, la résine utilisée est de type SR GreenPoxy 56 couplée avec un durcisseur SD Surf Clear.



Figure II.2. Résine époxy verte utilisée.

Les propriétés de la résine SR GreenPoxy 56 et du durcisseur SD Surf Clear sont illustrées dans le tableau II.1.

**Tableau II.1.** Propriétés de la résine SR GreenPoxy 56 et du durcisseur SD Surf Clear.

Propriétés		SR GreenPoxy 56	SD Surf Clear
Aspect / couleur		Liquide Incolore	Liquide Incolore
Chimie		Résine Epoxy	-
Stabilité et stockage		Stable 2 ans minimum	-
Réactivité		-	Standard
Viscosité (MPa.s $\pm$ 20 %)	15 °C	2500	80
	20 °C	1400	60
	25 °C	800	40
	30 °C	500	30
	40 °C	250	-
% Carbone Vert		50-58	0
Densité $\pm$ 0,005	20 °C	1,198	0,958
Indice de réfraction $\pm$ 0,5 %	25 °C	1,535	-

## II.4 Matériels et Méthodes

### II.4.1 Teneur en eau

La foliole du palmier dattier étant une matière poreuse très hydrophile du fait des groupements hydroxyles de la cellulose et des hémicelluloses [93] on peut constater l'eau situé à la surface des microfibrilles. D'après la verdure des folioles, il est possible d'en déduire la présence d'eau. La teneur en eau dans les folioles est un paramètre très important qui peut être déterminé en utilisant un analyseur d'humidité (figure II.3a). Un échantillon de fibre native, préalablement nettoyé des poussières, de masse connue (environ 3 g) est placé dans un analyseur d'humidité de type Denver IR 35 où il est chauffé jusqu'à une température de 105 °C pendant 15 minutes (Figure II.3b), ceci permet de calculer sa teneur en eau. Afin de mettre en évidence l'opération de séchage à température ambiante des folioles, des intervalles de temps de mesure sont choisis comme suit : (0, 1, 2, 4, 8, 12, 24, 36, 48, 72, 96, 120, 144, 168) heures. Les essais, répétés trois fois chacun, ont été effectués au laboratoire à une température et humidité relative moyennes respectives de 22 °C et 25%.



**Figure II.3.** Test de mesure de la teneur en eau :

a) Denver IR 35 Moisture analyzer, b) Chambre de séchage des échantillons.

#### **II.4.2 Masse volumique**

La masse volumique ( $\rho_f$ ) pour la fibre de foliole de palmier dattier est déterminée à l'aide d'un pycnomètre 50 ml avec un récipient thermo-régulé. Le liquide d'immersion utilisé est l'eau distillée et la mesure de la masse est effectuée par une balance de précision de 0,0001 g [84] et selon la norme ASTM D 2320-98 (2003) [94]. Le calcul de la masse volumique a été déterminé par l'équation suivante :

$$\rho_f = \frac{(m_2 - m_1)}{(m_3 - m_1) - (m_4 - m_2)} \rho_{wt} \quad (II.1)$$

Où  $m_1$ ,  $m_2$ ,  $m_3$ ,  $m_4$  et  $\rho_{wt}$  sont respectivement

$m_1$  : la masse du pycnomètre vide (g),

$m_2$  : la masse du pycnomètre avec fibres (g),

$m_3$  : la masse du pycnomètre avec de l'eau distillée (g),

$m_4$  : la masse du pycnomètre avec des fibres et de l'eau distillée (g)

$\rho_{wt}$  : la masse volumique de l'eau distillée (0,9970 g/cm<sup>3</sup>),

Placer le pycnomètre propre, sec et vide sur la balance et soustraire la valeur de la tare, notons  $m_1$  sa masse, ensuite il est pesé plein d'eau soit  $m_3$  la masse obtenue. Les morceaux de fibres sont introduits dans le pycnomètre propre et sec, soit  $m_2$  sa masse, il est rempli par la suite d'eau soit  $m_4$  la masse de l'ensemble.

Le test de la détermination de la masse volumique est répété quatre fois à une température ambiante de 21 °C et une humidité relative moyenne 24%.

### **II.4.3 *Élaboration des biocomposites***

Le renfort utilisé dans l'élaboration des biocomposites stratifiés est la fibre de foliole de palmier dattier variété Elghars. Les folioles prélevées ont été séparées des rachis, lavés à l'eau du robinet pour enlever les impuretés et éliminer les poussières, puis découpées pour obtenir des longueurs presque identiques, ensuite elles ont été séchées à température ambiante à l'abri des rayons de soleil.

Une partie de ces fibres de folioles sont utilisées à leur état naturel, sous forme fibre longue unidirectionnelle, de longueur, largeur et épaisseur respectives égale à environ à 330 mm, 17 mm et 0,33 mm (Figure II.4a). Tandis que, le reste des folioles ont été tressées, à la main par les auteurs en utilisant une technique traditionnelle, sous forme de cordon ou éprouvette ayant une épaisseur moyenne de  $3,1 \pm 0,2$  mm, de longueur et largeur respectives d'environ de 330 mm x 30 mm (Figure II.4b).

Les biocomposites sont préparés sous forme de plaques stratifiés est peuvent être divisées en deux types. Plaques stratifiés du premier type sont symétriques contenant quatre plis de folioles à leur état naturel et ayant l'empilement de (0/90)<sub>s</sub>, et leur épaisseur moyenne sont égale à  $2,92 \pm 0,06$  mm (Figure II. 4c). Une plaque en composite stratifié du deuxième type est constitué de 10 éprouvettes élaborées l'une à côté de l'autre, ayant les valeurs moyennes de longueur, largeur et épaisseur respectives de 330 mm, 30 mm et  $4,49 \pm 0,17$  mm, l'opération consiste à imprégner de résine les cordons sous forme d'éprouvettes tressées (Figure II.4d). Le même protocole d'élaboration, a été appliqué pour les deux types plaques, qui consiste à les placer à l'intérieur d'un sac fermé, dépression sous vide dont le but est l'absorption des bulles d'air, puis l'application d'une charge de 2,5 kN pendant 24 heures afin de maintenir une fraction volumique des fibres constante et obtenir une uniformité des épaisseurs des biocomposites élaborés.

Le sac est laissé branché à la pompe à vide pendant les 4 premières heures, afin d'éliminer toute bulle d'air à l'intérieur du composite pouvant être crée suite au dégagement des gaz

## Chapitre II *Matériels et Techniques Expérimentales*

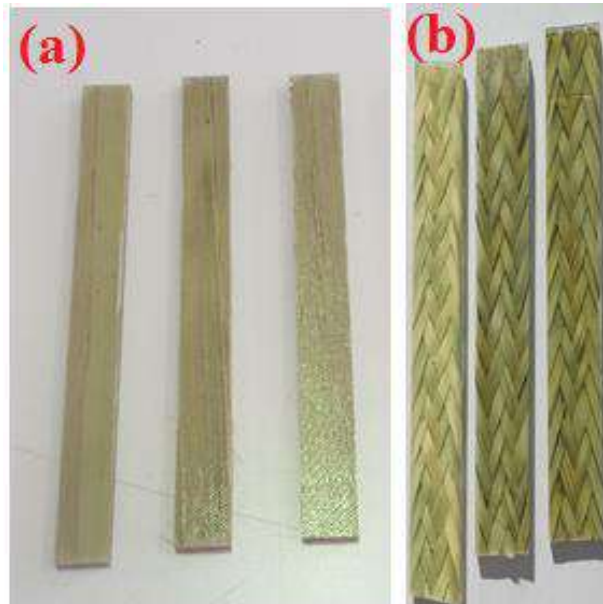
inévitables due à la réaction chimique permettant la polymérisation de la résine. Le processus de post-durcissement a été suivi conformément à la fiche technique du fabricant de la résine qui consiste à mettre les biocomposites élaborés dans une étuve à 40 °C pendant 24 heures.



**Figure II.4.** Biocomposites constitués de fibres de palmier dattier : a) Foliolles b) cordons tressés, c) Plaque biocomposite stratifié (0/90)s, d) plaque en cordons tressés.

**II.4.4** *Découpage des échantillons*

Après quelques jours les plaques biocomposites stratifiées élaborés ont été découpées à l'aide d'une tronçonneuse ayant un disque en diamant en éprouvettes de dimension 100 mm x 10 mm selon la norme ASTM D790-03 [95] respectivement pour les essais de flexion statique, de relaxation et de fluage (Figure II.5a et II 5b).



**Figure II.5.** Eprouvettes de flexion de : a) Stratifiés et b) Cordon tressé.

**II.4.5** *Microscopes électronique à balayage (MEB)*

Les micrographies ont été obtenues avec un microscope électronique à balayage environnemental (MEB) (FEI Quanta 250) équipé d'un détecteur concentrique rétrodiffusé (CBS) (Figure II.6). Des micrographies ont été obtenues en mode de vide faible (à une pression de 40 Pa) sous une tension d'accélération de 25 kV, avec une taille de point de 5 nm et une distance de travail allant de 15 à 20 mm. L'analyse élémentaire de la surface de la fibre a été réalisée par spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (modèle TEAM-EDX) pour accéder à la quantité d'éléments existants et les résultats ont été exprimés en poids et en pourcentage atomique.





**Figure II.6.** Microscope à électronique à balayage environnemental (MEB)  
(FEI Quanta 250).

#### **II.4.6** *Diffractomètre à rayons X (DRX)*

Les diagrammes DRX des folioles ont été obtenus en utilisant un diffractomètre à rayons X PANalytical Empyrean équipé d'un détecteur PIXcel-3D et d'un rayonnement X monochromatique Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ). Les expériences ont été réalisées sous vide à l'aide d'un générateur fonctionnant à une tension de 45 kV et une intensité de 40 mA. Les échantillons des fibres de foliole en poudre ont été placés sur un porte-échantillon et balayés de 10° à 40° (plage d'angles 2 $\theta$ ) à une vitesse de balayage de 5°/min.

L'indice et le pourcentage de cristallinité respectivement (C.I.) et (% Cr) ont été déterminés sur la base de la méthode Segal [96] en utilisant les formules suivantes :

$$C.I. = (I_{002} - I_{am})/I_{002} \times 100 \quad (II.2)$$

$$Cr(\%) = \left( \frac{I_{002}}{I_{002} + I_{am}} \right) \times 100 \quad (II.3)$$

Où  $I_{002}$  est la diffraction d'intensité maximale de la réflexion du réseau 002 de la forme cristallographique de la cellulose à  $2\theta = 22^\circ$ , et  $I_{am}$  l'intensité minimale du matériau amorphe à un angle d'environ  $18,5^\circ$  dans la vallée entre les pics.

La taille des cristallites (CS) pour la fibre a été calculée par la formule de Scherrer [97] :

$$CS = k\lambda/\beta_{002} \cos \theta \quad (II.4)$$

Où  $CS$ ,  $k$ ,  $\lambda$ ,  $\beta$  et  $\theta$  sont respectivement la taille de la cristallite (nm), la constante de Scherrer (0,9), la longueur d'onde du faisceau de rayons X ( $1,5406 \text{ \AA}$ ), la demi-largeur maximale (FWHM) de la diffraction du pic (en rad) et l'angle de diffraction. Les données DRX ont été dissociées à l'aide du logiciel MagicPlot-Pro 2.9.3 en ajustant une somme de pics amorphes et trois crêtes cristallines pour chaque courbe d'origine via une déconvolution gaussienne.

#### ***II.4.7 Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier***

La technique de spectrométrie Infrarouge (FTIR) permet, à partir d'un spectre, de connaître la nature chimique d'un produit par identification de certaines bandes d'absorption. Chaque bande d'absorption correspond à un mode de vibration d'une liaison chimique entre deux atomes. En d'autres termes, elle permet d'avoir des informations sur la structure moléculaire d'un composé donné en détectant la présence de groupements fonctionnels dans ce composé à partir de leurs propriétés vibrationnelles. En effet, le rayonnement IR, représente les modes de vibration (déformation, élongation) spécifiques de liaisons chimiques. Dans ce travail, les spectres FTIR des fibres de folioles ont été obtenus dans un intervalle de nombre d'onde entre  $500$  et  $4000 \text{ cm}^{-1}$ , à une température de  $27^\circ\text{C}$  et  $50\%$  d'humidité relative en utilisant un appareil Thermo Fisher Scientific (Nicolet iS10 equipped with a Golden Gate single reflection ATR accessory) du laboratoire de mécanique appliquée des nouveaux matériaux (LMANM) de l'Université de 8 Mai 1945 Guelma (Figure II.7). Tous les spectres ont été capturés après 32 balayages continus avec une précision de  $1 \text{ cm}^{-1}$ . L'analyse des spectres ont été réalisées avec le logiciel OMNIC 9.5.



**Figure II.7.** Spectromètre Infrarouge de type Thermo Scientific Nicolet Spectrum iS1 (Labo LMANM Univ. Guelma).

#### ***II.4.8 Analyses thermogravimétrique***

Les analyses thermogravimétriques (TGA) et les thermogravimétries dérivées (DTG) ont été réalisées au laboratoire LMANM de l'Université 8 Mai 1945 de Guelma, à l'aide d'un équipement TGA / DSC 3<sup>+</sup> (METTLER TOLEDO) (Figure II.8). Les échantillons en fibre de folioles broyées dont la masse est environ 10 mg, mesuré avec une balance de précision 0,1 mg, ont été placés dans un creuset en alumine et chauffés de 30 °C à 600 °C avec une vitesse de chauffage de 10 °C/min, sous atmosphère d'azote à un débit de 100 ml/min pour éviter l'oxydation du matériau au cours de la mesure et ensuite, elles ont été refroidies à une vitesse de 30 °C/min. Les données DTG ont également été obtenues à l'aide du logiciel STAR<sup>e</sup>-Evaluation, cette méthode permet de suivre la perte de masse relative d'un échantillon et de déterminer les températures de sa stabilisation thermique et les dégradations de ses composants.



**Figure II.8.** Thermogravimétrie TGA/DSC 3+ Mettler Toledo

(Labo LMANM Univ. Guelma).

#### **II.4.9 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)**

Le principe de l'analyse par calorimétrie différentielle (DSC) est de mesurer la différence de flux de chaleur qui s'établit entre un échantillon (E) et une référence (R), lors d'un chauffage ou d'un refroidissement en maintenant leurs températures égales. Ce flux de chaleur est directement proportionnel à la capacité calorifique du matériau considéré. Si un processus endothermique ou exothermique se manifeste au cours du balayage, une variation du flux est observée qui se traduit par des pics sur les thermogrammes de la DSC.

Les tests de DSC ont été réalisés au laboratoire LMANM de l'Université 8 Mai 1945 de Guelma à l'aide d'un appareil Mettler Toledo DSC3+ STAR<sup>e</sup> SYSTEM (Figure II.9). La masse des échantillons pesant environ 10 mg ont été encapsulé dans un creuset en aluminium hermétique avant analyse, et la référence utilisée est une capsule en aluminium vide. La mesure est réalisée dans une gamme de température entre 30 °C et 500 °C avec une vitesse de chauffage de 10 °C/min sous un balayage d'Azote de 100 ml/min. Tous les thermogrammes ont été analysés à l'aide du logiciel STAR<sup>e</sup>-Evaluation.



**Figure II.9.** Calorimétrie différentielle DSC de type Mettler Toledo DSC 3+  
(Labo LMANM Univ. de Guelma).

D'après la bibliographie la masse des échantillons doit être entre 6 et 10 mg [98,99] et dépend de la taille des capsules DSC utilisées (petite capsule 10  $\mu\text{l}$  et grande capsule 40  $\mu\text{l}$ ). La température de transition vitreuse  $T_g$  est prise au point 'ONSET' (température initiale extrapolée correspondant à l'intersection entre la ligne de base et la tangente au point d'inflexion). La chaleur exothermique ( $\Delta H$ ) de la réaction de polymérisation des fibres de folioles est calculée à partir du pic exothermique limitée par la ligne de base.

Le bilan thermique s'écrit donc :

$$Q = mC_p \Delta T \quad (II.5)$$

- $Q$ : Quantité de chaleur échangée en joule (J) ;
- $m$ : Masse de l'échantillon en gramme (g) ;
- $C_p$ : Capacité calorifique (J/g.K) ;
- $\Delta T$ : Différence de température en Kelvin (K).

#### **II.4.10 Machine d'essai mécanique**

##### *II.4.10.1 Essai de traction sur la fibre de foliole de palmier*

La foliole est divisée en trois parties : bas, milieu et haut, ensuite chaque partie est découpée en éprouvettes de longueur 110 mm et de largeur 3 mm (figure II.10). La section transversale a été déterminée à partir de l'épaisseur mesurée à l'aide d'un pied à coulisse digital en trois points différents le long de la longueur de la fibre effective.



**Figure II.10.** Les folioles sont divisées et découpées en trois parties : Bas, milieu et haut.

Les essais de traction sont effectués, à l'université de Beira Interior (Covilha, Portugal), conformément à la norme ASTM D3822-07, en utilisant une machine universelle Shimadzu, modèle Autograph AG-X (figure II.11) équipée d'une cellule de charge de 10 kN et attachée à un système d'acquisition automatique des données. Les résultats sont enregistrés sur un fichier texte sous forme d'un procès-verbal d'essais qui pourra être exploité par la suite sur un ordinateur personnel ou portable en utilisant un utilitaire (Microsoft, Excel, Origine, Matlab, ...) qui permet de lire le fichier récupéré et tracer les courbes. Tous les tests ont été effectués à une température de 19 °C et une humidité relative d'environ 60 %. Les éprouvettes prise des trois positions (haut, milieu et bas) de la foliole ont été testées avec trois longueur entre les mors : 20, 30 et 40 mm et avec trois vitesses différentes : 1, 3 et 5 mm/min.



**Figure II.11.** Machine universelle de type Shimadzu, modèle Autograph AG-X (Université de Beira Interior Covilha, Portugal).

#### II.4.10.2 Essai de flexion trois points sur les bio composites

La même machine Shimadzu, modèle Autograph AG-X (Figure II.11) a été utilisée pour des essais statiques effectués sur des composites, élaborés à base de fibre de foliole, sollicités en flexion trois points (Figure II.12). Les tests, effectués dans les mêmes conditions avec une vitesse de déplacement de 2 mm/min, 22 °C de température et une humidité relative moyenne de 25%, ont été répétés au moins cinq fois pour chaque type d'échantillons de biocomposite.

Les caractéristiques mécaniques en flexion à savoir la contrainte ( $\sigma$ ), le module de Young ( $E$ ), la déformation ( $\varepsilon_f$ ) et le taux de déformation ( $\dot{\varepsilon}$ ) ont été déterminés selon la norme ASTM D790-03 en utilisant respectivement les formules suivantes :

$$\sigma = \frac{3PL}{2bh} \quad (II.6)$$

Où :

- $\sigma$  : Contrainte à la rupture (MPa).

## Chapitre II Matériels et Techniques Expérimentales

- $P$  : Charge (N) ;
- $L$  : Longueur entre appuis (mm) ;
- $B$  : Largeur de l'éprouvette (mm) ;
- $H$  : Epaisseur de l'éprouvette (mm) ;
- $\sigma$  : Contrainte à la rupture (MPa).

$$E = \frac{\Delta PL^3}{48\Delta uI} \quad (II.7)$$

Dans laquelle :

- $E$  : Module de Young (GPa).
- $I$  : Moment d'inertie de la section transversale de l'éprouvette (mm<sup>4</sup>) ;
- $\Delta P$  : Plage de charge en flexion (mm) ;
- $\Delta u$  : Plage de déplacement en flexion dans la portée médiane pour un intervalle dans la région linéaire charge-déplacement du graphique (mm) ;

$$\varepsilon_f = \frac{6Sb}{L^2} \quad (II.8)$$

Où :

- $\varepsilon_f$  : Déformation à la rupture (%).
- $S$  : La déformée de l'échantillon ;

Cinq vitesses de déplacement : 0,02, 0,2, 2, 20 et 200 mm/min ont été utilisés, ce qui correspond aux taux de déformation  $\dot{\varepsilon}$  respectives de  $1,49 \times 10^0$ ,  $1,49 \times 10^{-1}$ ,  $1,49 \times 10^{-2}$ ,  $1,49 \times 10^{-3}$ ,  $1,49 \times 10^{-4}$  déterminé par l'utilisation de la relation (9) :

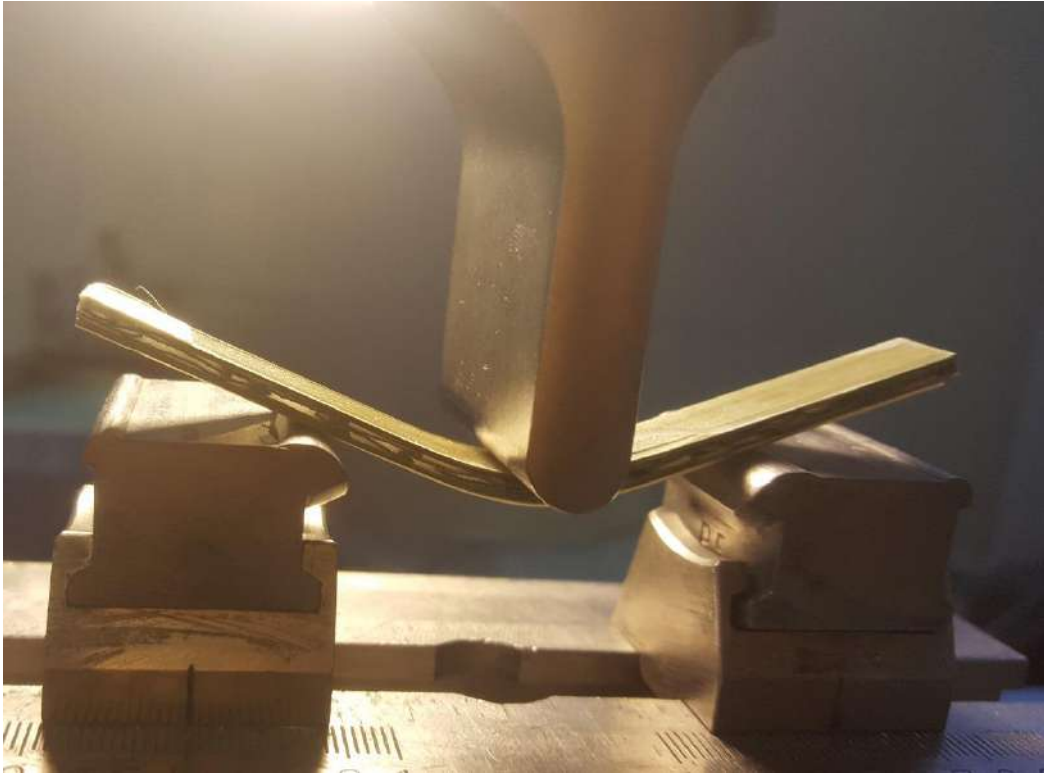
$$\dot{\varepsilon} = \frac{6V_T b}{L^2} \quad (II.9)$$

Où :

- $\dot{\varepsilon}$  : Taux de déformation (s<sup>-1</sup>) ;



- $V_T$  : Vitesse de la traverse (mm/min).



**Figure II.12.** Echantillon en biocomposite soumis à la flexion.

#### *II.4.10.3 Essai de relaxation et de fluage sur les bio composites*

La même machine (Figure II.11) avec des échantillons similaires à ceux de la flexion statique ont été utilisés pour réaliser des essais de relaxation et de fluage. Trois niveaux de déplacement fixe ont été appliqués pour les tests de relaxation, correspondant à 10, 30 et 50 MPa, et l'évolution des contraintes ont été enregistrées en fonction du temps.

Alors que, pour les essais de fluage, trois niveaux de contrainte fixe ont été appliqués (10, 30 et 50 MPa) et l'évolution des déplacements ont été enregistrées pendant la période du chargement. Les valeurs de contrainte de flexion ont été choisies pour assurer que tous les tests ont été réalisés en régime élastique de la courbe contrainte-déformation en flexion. La durée de chaque test a été prise égale à 3h.

#### *II.4.11 Méthode de Taguchi*

La méthode Taguchi, inventée par Genichi Taguchi né le 1<sup>er</sup> janvier 1924 à Tokamachi, mort le 2 juin 2012 à Tokyo est un ingénieur et un statisticien japonais. Depuis les années 1950, il a

développé une méthode en vue d'utiliser la statistique comme outil pour améliorer la qualité des produits manufacturés. C'est une méthode statistique pour réaliser des plans d'expériences. Appliquée dans l'industrie, elle se concentre avant tout à minimiser les variations autour de la valeur de consigne. Cette méthode pragmatique a su rendre les plans d'expériences accessibles pour des techniciens. La méthode Taguchi nécessite donc un minimum de données nécessaires pour déterminer les facteurs qui influencent le plus la réponse (dans notre cas ce sont les caractéristiques mécaniques) et de l'optimiser en utilisant un minimum d'expérimentations, économisant ainsi du temps et des ressources, et plus récemment également appliquées dans différents domaines de l'ingénierie [100,101].

#### *II.4.11.1 Plan d'expérience de Taguchi*

Afin d'établir un plan d'expérience d'après la méthode Taguchi pour pouvoir évaluer les caractéristiques mécanique en traction des folioles, nous avons considéré les facteurs les plus influents sur ces dernier à savoir : longueur entre les mors, vitesse d'essai et la position, ayant chacun trois niveaux respectivement 20, 30 et 40 mm, 1, 3 et 5 mm/min et enfin haut (1), milieu (2) et bas (3) (Tableau II.2). Il est important de noter aussi que les deux premiers facteurs sont continus et le troisième discontinu.

**Tableau II.2.** Facteurs et niveaux utilisés dans la conception d'un plan d'expérience Taguchi.

Facteur	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
Longueur entre les mors (mm)	20	30	40
Vitesse d'essai (mm/min)	1	3	5
Position	Haut - 1	Milieu - 2	Bas - 3

La méthode de Taguchi a été employée en utilisant le logiciel Minitab 17. L'application des trois facteurs ayant chacun trois niveaux, dans notre cas, permet d'avoir la conception d'un plan d'expérience réduit Taguchi L9 ( $3^3$ ) (Tableau II.3). En d'autres termes, le tableau orthogonal obtenu conduit à avoir seulement 9 types d'expériences au lieu de 27, mais suffisants pour optimiser les facteurs considérés. Ensuite, les résultats expérimentaux obtenus peuvent être analysés par un rapport signal/bruit en évaluant l'effet des paramètres et leurs niveaux sur la réponse.

**Tableau II.3.** Représentation de la conception de Taguchi (L9).

Test	Longueur entre les mors (mm)	Vitesse de l'essai (mm/min)	Position
1	20	1	Haut - 1
2	20	3	Milieu - 2
3	20	5	Bas - 3
4	30	1	Milieu - 2
5	30	3	Bas - 3
6	30	5	Haut - 1
7	40	1	Bas - 3
8	40	3	Haut - 1
9	40	5	Milieu - 2

#### II.4.11.2 Rapport signal/bruit

Le rapport signal/bruit (S/N) est un indice pour mesurer la différence entre la réponse et la valeur souhaitée. Ici, le signal implique que la valeur souhaitable correspond à la valeur réelle tandis que le bruit montre la valeur mesurée qui correspond aux facteurs indésirables [102]. La valeur de préférence pour un rapport S/N dépend de la réponse souhaitée. Il existe trois catégories de rapport signal/bruit pour rechercher les meilleurs résultats expérimentaux qui sont : nominaux meilleurs, les plus grands mieux et les plus petits mieux.

Dans notre cas, le critère le plus grand est le meilleur, il a été appliqué pour obtenir des propriétés mécaniques maximales. Ce critère est souhaitable parmi les paramètres et les niveaux spécifiés [103,104] . Le niveau optimal pour chaque paramètre est celui qui donne l'effet positif le plus élevé sur la moyenne. Le rapport signal/bruit (S/N) pour les plus grands mieux peut être calculé par l'équation (II.10) :

$$\frac{S}{Nratio} = -10Log_{10} \left( \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{1}{Y_i^2} \right) \quad (II.10)$$

Où,

- $\frac{S}{Nratio}$  : Rapport signal/bruit (dB) ;
- $n$  : Nombre de répétitions pour une expérience ;
- $Y_i$  : Valeurs de réponse obtenues lors des tests (sortie).

L'étude de la combinaison optimale des paramètres et des niveaux conduisant à la maximisation des propriétés mécaniques des folioles en traction a été abordé par l'analyse du rapport S/N déterminé à partir des valeurs expérimentales obtenues, ensuite traitées statistiquement par une analyse de variance (ANOVA).

#### ***II.4.12 Analyse statistique des données***

##### *II.4.12.1 Analyse de la variance ANOVA*

L'analyse de la variance ANOVA est une technique statistique et une procédure associée, dans laquelle la variance dans les données expérimentales est regroupée en modules en raison de différentes variables explicatives, ce qui permet de déterminer les interactions individuelles et combinées de tous les facteurs contrôlés dans un plan d'expérience [105,106]. Le tableau II.4 d'analyse de la variance est composé des sources de variation, leurs degrés de liberté, la somme totale des carrés et les carrés moyens, et il comprend également les valeurs statistiques de F et de P. Celles-ci permettent de déterminer si les prédicteurs ou les facteurs sont liés ou non à la réponse de manière significative.

Le tableau II.4 présente des définitions des différents termes utilisés pour l'analyse de variance ANOVA.

**Tableau II.4.** Les composants ANOVA.

Composants ANOVA	définition
Source	Indique la source de variation, soit à partir du facteur, de l'interaction ou de l'erreur. Le total est la somme de toutes les sources.
DF	Degrés de liberté de chaque source. Si un facteur a trois niveaux, les degrés de liberté sont de 2 (n-1).
SS	Somme des carrés entre les groupes (facteur) et la somme des carrés au sein des groupes (erreur).
MS	Les carrés moyens sont trouvés en divisant la somme des carrés par les degrés de liberté.
F-value	Calculer en divisant le facteur MS par l'erreur MS.
P-value	Utiliser pour déterminer si un facteur est significatif ; se comparent généralement à une valeur alpha de 0,05. Si la valeur P est inférieure à 0,05, alors le facteur est significatif.

#### II.4.12.2 Equations de régression

Une analyse de régression génère une équation pour décrire la relation statistique entre un ou plusieurs prédicteurs et la variable de réponse, ainsi que pour prévoir de nouvelles observations. En règle générale, la régression linéaire utilise la méthode d'estimation par les moindres carrés, qui détermine l'équation en réduisant la somme des valeurs résiduelles mises au carré.[107]. En effet, il existe plusieurs type de régressions, les plus couramment utilisées sont :

Equation linéaire premier ordre :

$$Y = b_0 + b_1X \quad (II. 11)$$

Equation quadratique second ordre :

$$Y = b_0 + b_1X + b_{11}X^2 \quad (II. 12)$$

Equation cubique troisième ordre :

$$Y = b_0 + b_1X + b_{11}X^2 + b_{111}X^3 \quad (II.13)$$

Chaque ordre des modèles correspond au degré de l'équation (puissance la plus élevée de la variable  $X$ ) utilisée pour générer le modèle, où  $Y$  est la réponse,  $X$  le prédicteur,  $b_0$  l'ordonnée à l'origine, et  $b_1$ ,  $b_{11}$  et  $b_{111}$  les coefficients. Le choix de l'ordre des modèles adapté est important lors de la modélisation des données à l'aide des modèles linéaires généraux, de régression, d'analyse de tendance et d'analyse de surface de réponse.

#### ***II.4.13 Distribution de probabilité***

Les fibres végétales sont très difficiles à étudier car elles se caractérisent par de grandes dispersions dans leurs propriétés mécaniques. Ces dispersions peuvent être essentiellement liées à de nombreux paramètres tels que : l'âge et l'environnement de la plante, les méthodes d'extraction et la présence des défauts dans les fibres, les exigences d'essai, les mesures des dimensions de spécimen à tester [108]. A travers ces raisons, l'utilisation d'une approche statistique est nécessaire pour estimer que la variation des propriétés mécaniques expérimentalement est statistiquement significative. En d'autres termes, une analyse statistique peut fournir une approximation raisonnable des données expérimentales pour estimer les propriétés mécaniques de différents types des fibres végétales.

Dans ce travail de thèse plusieurs analyses statistiques ont été adoptées, il s'agit de l'analyse statistique de : Weibull à deux et à trois paramètres, normal, lognormal et lognormal à trois paramètres.

Une comparaison a été entamée sur les résultats obtenus, par des essais de traction sur les fibres de foliole, 25 échantillons de chaque partie ont été analysés pour chaque groupe pour une longueur entre les mors de 20 mm à une vitesse constante de 1 mm/min. L'analyse statistique des valeurs des propriétés en traction (contrainte à la rupture, module de Young et déformation) ont été analysées par des modèles de distribution en utilisant le logiciel Minitab 17.

## **II.5 Conclusion**

Ce chapitre a été consacré à l'élaboration de plaques stratifiées, en biocomposite ainsi que la description du matériel utilisé. Les types du renfort et de la matrice utilisés pour la fabrication des plaques fibre de foliole de palmier dattier/résine époxy verte ont été exposés. Une description des techniques expérimentales et des normes utilisées pour les essais physico-chimiques, les essais statiques en traction des fibres de folioles, en flexion des biocomposites et les tests viscoélastiques ont été définis, ainsi que la conception du plan d'expérience établi par la méthode Taguchi et les approches statistique utilisées.

## Chapitre III

# **Caractérisation et comparaison physico-chimique des fibres de foliole de palmier dattier et palmier washingtonia robusta**

### **III.1 Introduction**

L'utilisation des renforts non conventionnels (végétaux) pour l'élaboration de matériaux composites impose une bonne maîtrise des propriétés physiques et chimiques : masse volumique, absorption de l'eau etc. Pour des raisons de compatibilité entre les fibres naturelles issues de plantes végétales de nature hydrophile et une matrice polymère souvent de caractère hydrophobe, des modifications chimiques de surface sont nécessaires. Une bonne adhérence fibre/matrice à l'interface contribue à l'amélioration du transfert de charges entre les fibres et la matrice et par conséquent l'obtention de meilleures propriétés mécaniques.

Ce chapitre décrit une étude comparative des fibres de foliole de palmier dattier et palmier washingtonia à partir des différentes caractérisations physico-chimiques et thermiques réalisées par les techniques les plus utilisées dans le domaine des fibres végétales tel que : la densité, la teneur en eau, la spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier (FTIR), la diffractométrie à rayon X (DRX), l'analyse thermogravimétrique (ATG) et la calorimétrie à balayage différentiel (DSC). De plus, la morphologie des deux fibres étudiées a été effectuée par microscope électronique à balayage (MEB) et leurs composition par spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDX). Les résultats obtenus des différents tests effectués sont présentés et discutés.



## III.2 Morphologie des folioles

### III.2.1 Morphologie macroscopique

Les palmes ou « *Djerid* » sont des feuilles de palmier dattier qui ont une forme pennée. Chaque palmier contient généralement 40 à 60 palmes ou encore feuilles est composée d'un pétiole qui comporte une partie épineuse et une partie foliole (Figure III.1). Le nombre de folioles est d'environ 200, répartie régulièrement deux à deux en position oblique le long du rachis qui s'étend au pétiole [109]. Les dimensions moyennes d'une foliole : longueur, largeur et épaisseur sont respectivement égales d'environ 500 mm, 17 mm et 0,33 mm. La couleur verte toute l'année des folioles leur donne ainsi un caractère très ornemental [110]. En revanche le palmier *Washingtonia* possède de grandes folioles palmées, en forme d'éventail (Figure III.1). Elles ont une couleur vert tendre et sont épaisses et rigides de dimensions moyennes : longueur, largeur et épaisseur respectivement égales à environ 1 m, 40 mm et 0,5 mm. Elles forment un contour arrondi, mais sont découpées en de nombreuses folioles plissées, longues et fines. Les folioles du *Washingtonia* sont portées par de longs pétioles pouvant atteindre 1,80 m, qui sont bordés de dents ou d'épines orangées et portent de longs fils blanchâtres (fibres qui se décrochent sur le bord des folioles) [111].

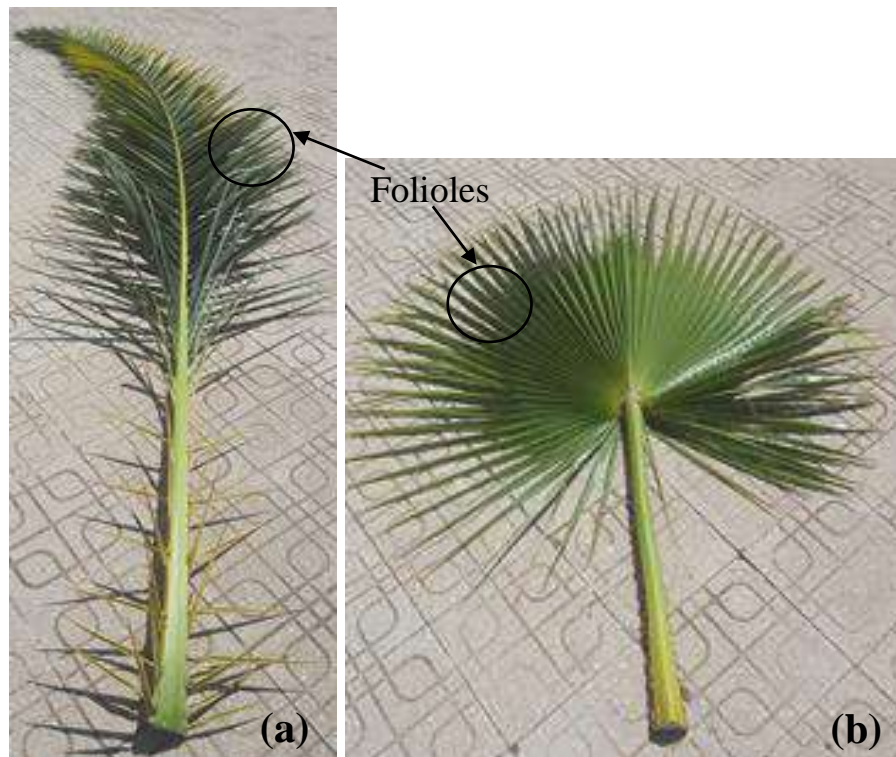


Figure III.1 Photographies de folioles de palmier : a) dattier et b) washingtonia.

### ***III.2.2 Analyse par microscopie à balayage électronique (MEB)***

La morphologie des surfaces longitudinale et transversale des fibres de foliole de palmier dattier et de palmier washingtonia non traités ont été examinées, en utilisant un microscope à balayage électronique environnemental (MEB) (FEI Quanta 250) équipé d'un détecteur concentrique rétrodiffusé (CBS).

Les figures III.2 et III.3 montrent des micrographies, obtenues par MEB avec différent agrandissement, des sections transversales et longitudinales respectivement des folioles du palmier dattier (FFPD) et du palmier washingtonia (FFPW).

L'observation microstructurale de la coupe transversale de la FFPD présentée dans les figures III.2a-c montre que la fibre de foliole est une structure cellulaire en forme quasi circulaire avec la présence de deux grands trous (vides) au voisinage du centre, ayant des diamètres allant de 180 à 195  $\mu\text{m}$ . Ces trous sont entourés et enveloppés par un ensemble de microfibrilles ayant une taille d'environ 1/5 de ces derniers, plus ou moins dispersé et séparés par des cellules de chlorenchyme, et leur taille diminue en s'éloignant du centre vers l'extrémité de la fibre [112].

La surface extérieure des folioles (figures III. 2d-f) se caractérise par la présence de cavités répartie à des intervalles plus ou moins réguliers le long de sa longueur (figure III. 2e). Il est à signaler aussi la présence de certaines impuretés adhérees à la surface des fibres de foliole et réparties aléatoirement (figure III.2f), leur existence peut être due aux différents types de sol et l'environnement où le palmier dattier a été cultivé.

Pour le FFPW, la microstructure est similaire à celle de FFPD (figures III.3a-c). Les multicellulaires contenant des cellules de forme aléatoire et de taille différentes, un grand vide principal au centre des microfibrilles dans le diamètre varie entre 400 à 450  $\mu\text{m}$  a été observé. Les micrographies MEB de la surface (vue longitudinale) sont représentées sur les figures III.3d-f. La présence des impuretés irrégulièrement dispersés , en outre, l'existence des cavités vides non uniformément à la surface de la foliole est clairement signalée [113].

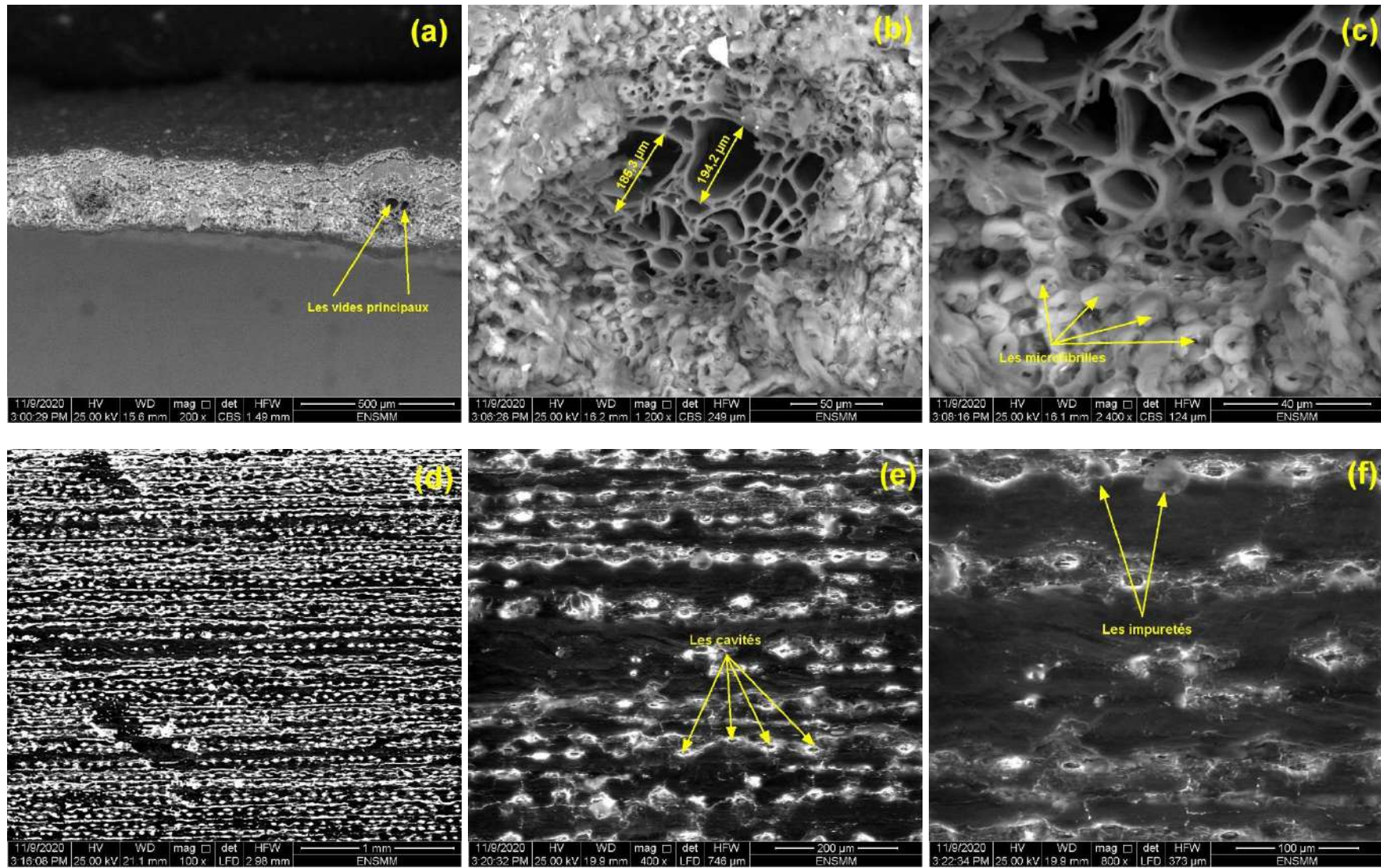


Figure III.2. Micrographies électroniques à balayage de la foliole de palmier dattier.

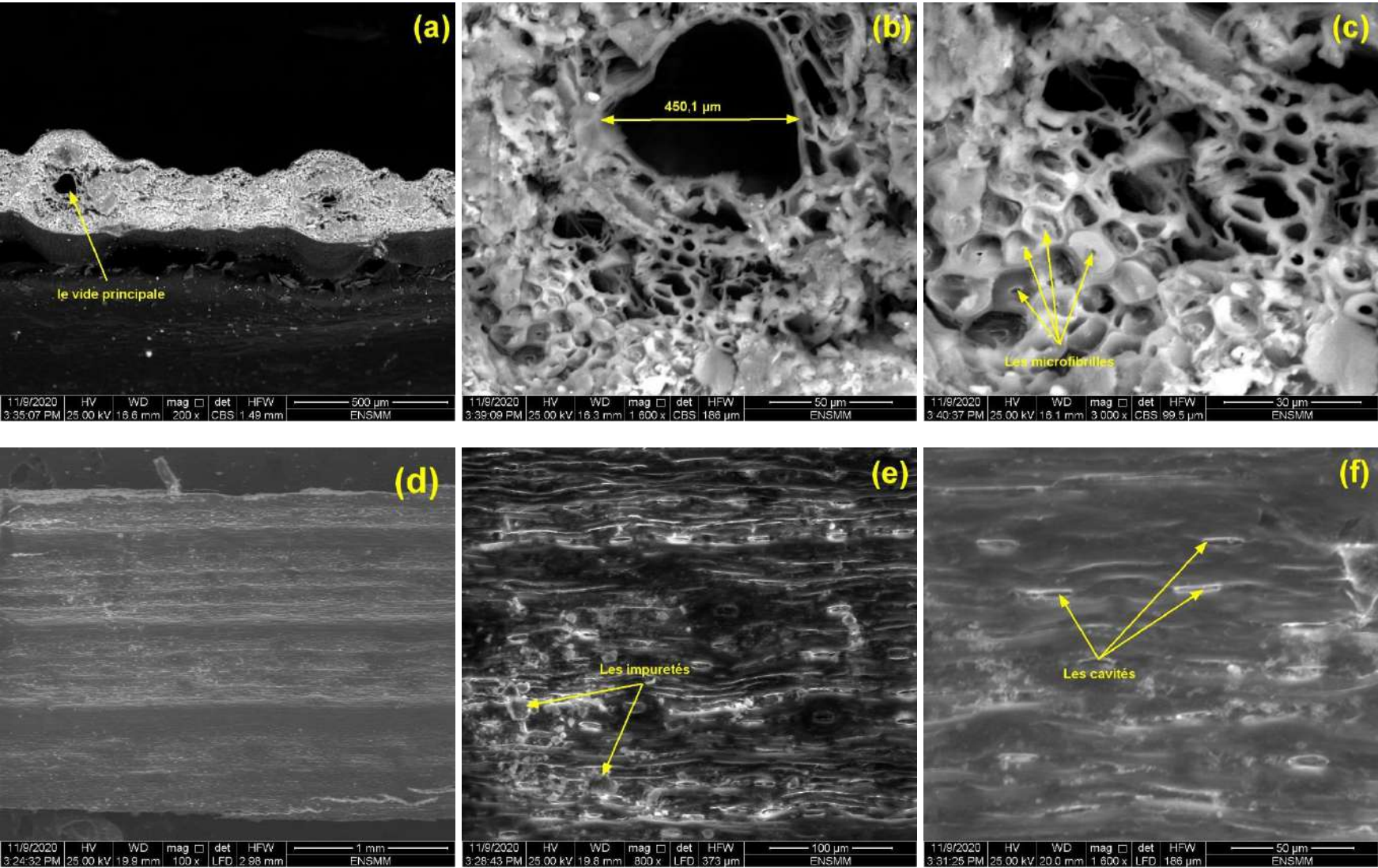
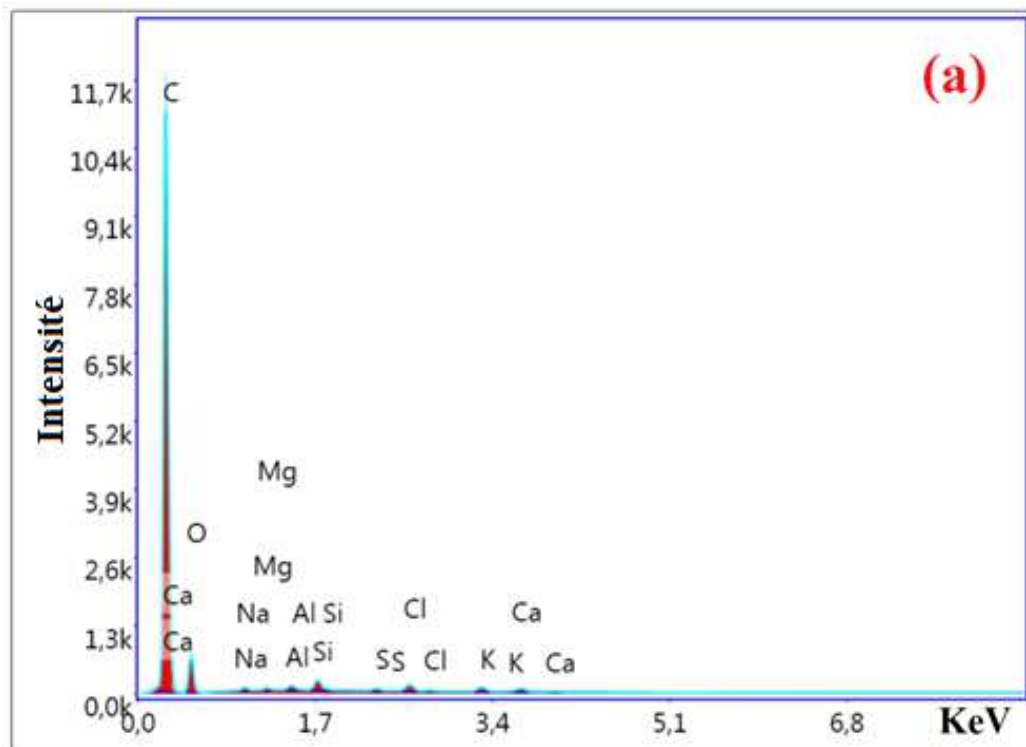


Figure III.3. Micrographies électroniques à balayage de la foliole de palmier washingtonia.

### III.2.1 Analyse par EDX

Les analyses des éléments des surfaces des fibres ont été réalisées par spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (modèle TEAM-EDX) pour accéder à la quantité des éléments existants et les résultats ont été exprimés en poids et en pourcentage atomique.

Les figures III.4a et 4b montrent les imageries spectrales générée par spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDX) respectivement pour FFPD et FFPW. Les deux fibres sont constituées d'éléments tels que le carbone (C), l'oxygène (O), de petites quantités, d'aluminium (Al), de silicium (Si), de chlore (Cl), de potassium (K), de Magnésium (Mg), de calcium (Ca), de soufre (S) et l'existence de sodium (Na) uniquement dans les fibres de palmier dattier.



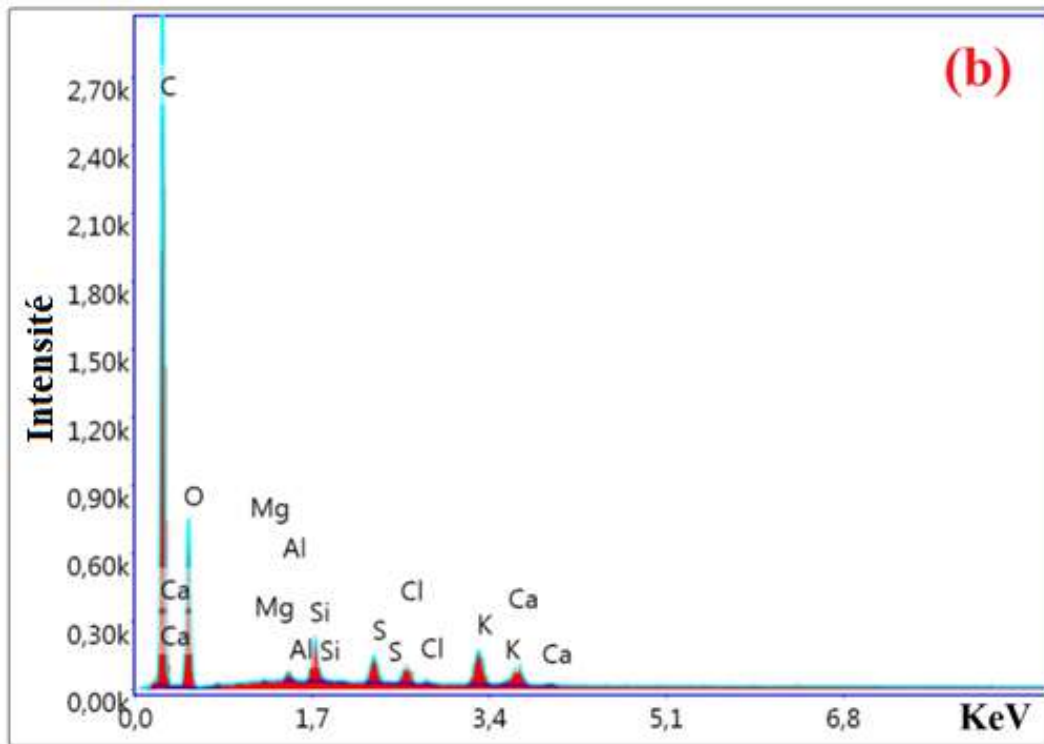


Figure III.4. Analyse EDX pour : a) FFPD et b) FFPW.

Le tableau III.1 récapitule les résultats pour le contenu atomique et le contenu pondéral calculés à partir des aires de pic pour tous les éléments chimiques trouvés. Il montre une composition similaire pour les deux fibres, la seule différence significative c'est le manque de sodium (Na) dans la composition de FFPW. Le carbone et l'oxygène sont les principaux constituants car ils sont les composants essentiels des structures des fibres végétales [66].

Tableau III.1. Pourcentage atomique (A%) et Poids (W%) pour FFPD et FFPW comparé aux autres fibres végétales trouvés dans la littérature.

Fibre		Eléments											Réf.
		C	O	Na	Al	Sn	Si	Cl	S	Mg	K	Ca	
FFPD	A%	89,32		0,15	0,09	-	0,18	0,14	0,05	0,06	0,11	0,10	Présent travail
	Wt%	85,37	12,48	0,28	0,20	-	0,41	0,38	0,12	0,12	0,33	0,31	
FFPW	A%	75,29	22,72	-	0,12	-	0,50	0,22	0,33	0,03	0,48	0,30	
	Wt%	67,73	27,23	-	0,25	-	1,06	0,59	0,78	0,06	1,41	0,90	
Ficus Religiosa	A%	75,50	21,27	1,58	-	-	-	1,18	-	-	0,47		[114]
	Wt%	67,48	25,32	2,71	-	-	-	3,11	-	-	1,37	-	
Cissus vitiginea	A%	59,10	40,57	-	-	0,05	-	-	-	-	0,28	-	[115]
	Wt%	51,60	47,18	-	-	0,43	-	-	-	-	0,78	-	
faisceau-fibro vasculaire de palmier dattier	A%	57,88	40,22	1,12	0,44	-	0,23	0,06	-	-	0,02	0,02	[116]
	Wt%	50,14	46,41	1,85	0,86	-	0,47	0,14	-	-	0,06	0,05	
Faisceaux de fibres de palmier dattier	A%	57,89	40,09	1,22	0,21	-	0,48	0,04	0,03	-	0,03	0,01	
	Wt%	50,1	46,21	2,03	0,41	-	0,97	0,11	0,07		0,07	0,04	

### III.3 Caractérisation physico-chimique des fibres

#### III.3.1 *Calcul de la densité*

La densité ( $\rho_f$ ) est l'une des propriétés les plus intéressantes pour l'élaboration des composites. Les fibres végétales se caractérisent par leur faible densité (environ la moitié) par rapport aux fibres de verre qui y est de l'ordre de  $2,54 \text{ g/cm}^3$  [117].

En utilisant la méthode du pycnomètre, le résultat obtenu de la densité apparente montre que les folioles de palmier dattier possèdent une faible densité de  $(0,79 \pm 0,06 \text{ g/cm}^3)$ , ce qui inférieur à celui de palmier washingtonia  $(1,08 \pm 0,04 \text{ g/cm}^3)$ . Elles sont inférieures à celles des autres fibres végétales.

A titre indicatif, la densité des fibres de lin est  $\rho_f = 1,54 \text{ g/cm}^3$  [105], pour le sisal, elle est de l'ordre de  $1,33 \text{ g/cm}^3$ , pour les fibres de *Juncus effusus* L.  $1,139 \text{ g/cm}^3$  [84], et elle est d'environ  $1,44 \text{ g/cm}^3$  pour le jute [118].

#### III.3.2 *Analyse de la teneur en eau*

La figure III.5 montre la teneur en eau des folioles de palmier dattier déterminée en fonction du temps répartis comme suit : (0, 1, 2, 4, 8, 12, 24, 36, 48, 72, 96, 120, 144, 168) heures. Les résultats obtenus des tests d'humidités, met en évidence que les folioles de palmier dattier, à leur récolte, sont constituée de plus de 53% d'eau. Le séchage des folioles à l'abri du rayon du soleil conduit à une perte très rapide dès les premières heures jusqu'à 48 heures où un palier de stabilisation est enregistré à un pourcentage d'humidité relativement bas entre 6 à 7 %. Les tests expérimentaux de l'évolution de la teneur en eau en fonction du temps (Figure III.5) montre bien une faible dispersion dans les résultats où une très bonne concordance est obtenue entre les trois essais effectués pour une même durée.



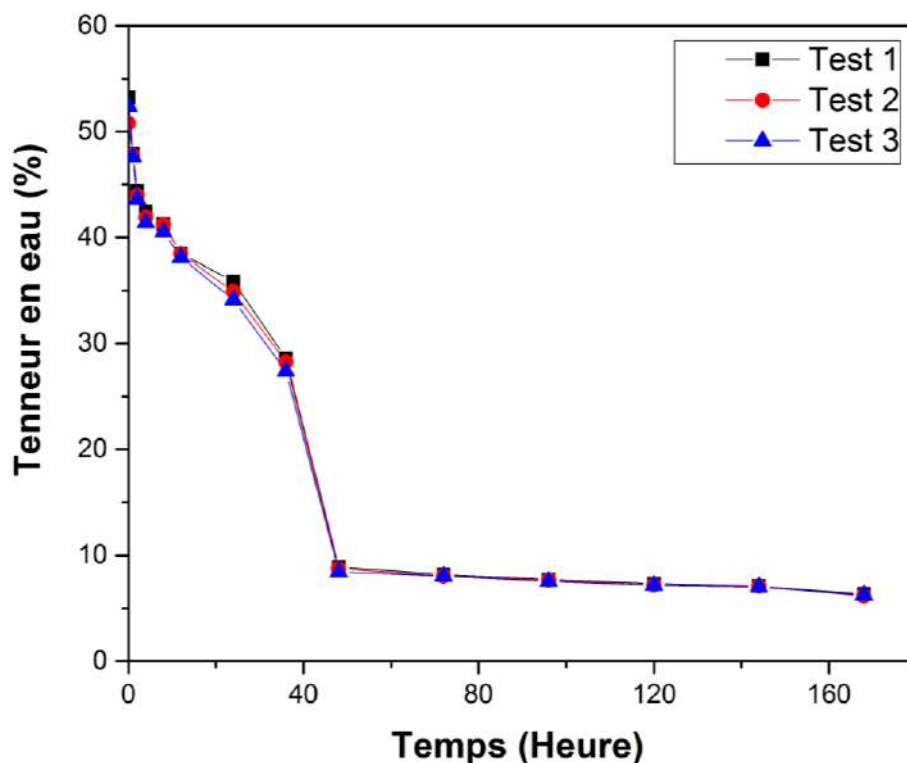


Figure III.5. Courbes expérimentales de la teneur en eau en fonction du temps de la foliole de palmier dattier.

### III.3.3 Analyse par FTIR

L'analyse des Fibres de foliole de palmier dattier et de palmier washingtonia ont été effectuées à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier de type Thermo Scientific Nicolet Spectrum iS10 qui envoie sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'ondes absorbées par le matériau ainsi que les intensités d'absorption.

Les spectres FTIR enregistrés pour les fibres de foliole de FFPD et de FFPW sont représentés sur la figure III.6. Les deux fibres présentaient les bandes de vibration spécifiques de différents groupes fonctionnels chimiques de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine. Les deux pics forts et larges à  $3361\text{ cm}^{-1}$  et  $3394\text{ cm}^{-1}$  respectivement de FFPD et de FFPW sont associés à la vibration d'étirement O-H et à la liaison d'hydrogène des groupes hydroxyle. Dans la région des hautes fréquences, il y a deux pics d'adsorption forts observés à  $2915\text{ cm}^{-1}$  et  $2848\text{ cm}^{-1}$ , qui sont attribués respectivement des vibrations d'étirement asymétriques et symétriques  $\text{CH}_2$ . Le pic centré à  $1731\text{ cm}^{-1}$  est attribué à la vibration d'étirement du carbonyle C=O du groupe ester dans l'hémicellulose. La petite bande large à  $1644\text{ cm}^{-1}$  correspond O-H d'eau absorbée dans la cellulose cristalline. La bande d'absorption à  $1463\text{ cm}^{-1}$  fait référence à la

déformation C-H asymétrique et les vibrations aromatiques de la lignine. En outre, les bandes d'absorption à 1106 et 1174  $\text{cm}^{-1}$  sont attribuées au mode d'étirement C–O–C asymétrique et antisymétrique. De plus, le pic d'absorption à 1031  $\text{cm}^{-1}$  est lié aux vibrations d'étirement C=O et O-H qui appartiennent au polysaccharide de la cellulose. Enfin, le pic observé à 719  $\text{cm}^{-1}$  correspond aux Rocking vibration  $\text{CH}_2$ .

L'analyse FTIR montre que les deux fibres présentaient des bandes d'absorption similaires par rapport à d'autres fibres lignocellulosiques. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau III.2, et comparés à ceux obtenus dans la littérature pour plusieurs types de fibres végétales.

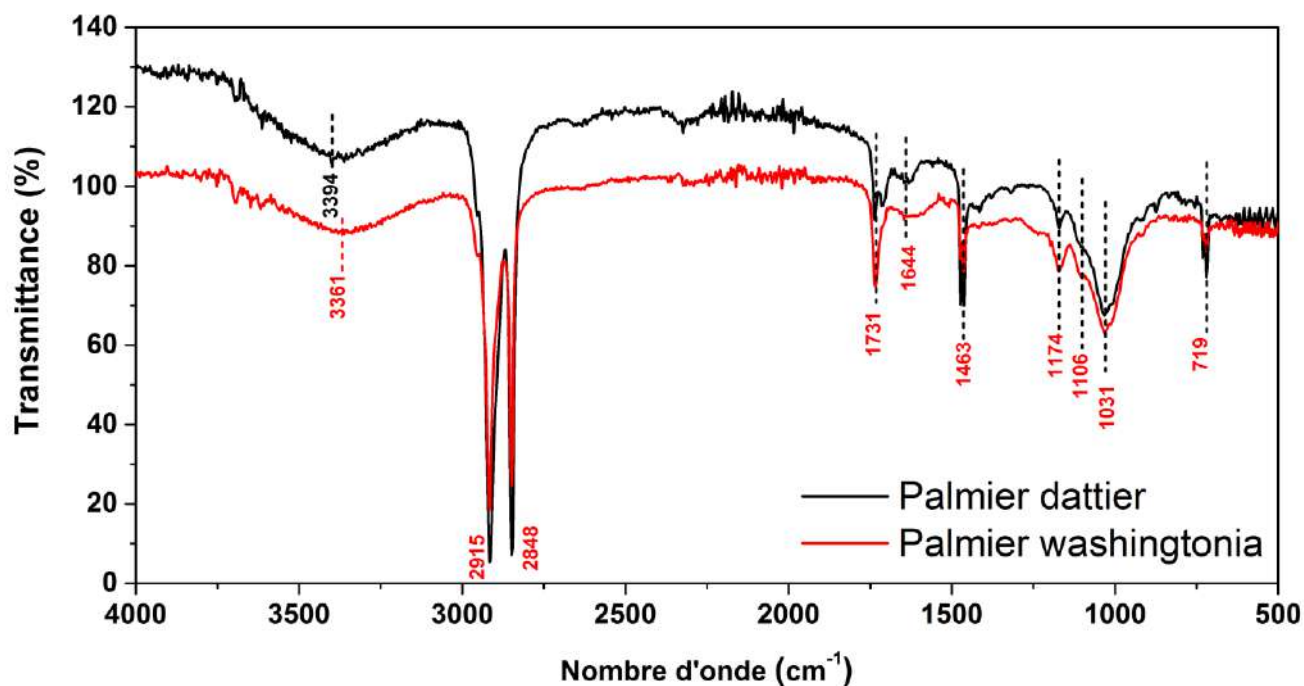


Figure III.6. Spectres FTIR du palmier : dattier (FFPD) et washingtonia (FFPW).

**Tableau III.2.** Fréquences caractéristiques des principales bandes d'absorption dans les spectres FTIR.

Présent travail		Comparaison avec la littérature			
Nombre d'onde $\text{cm}^{-1}$		Pics d'affectation dans l'analyse FTIR	Fibre	Nombre d'onde $\text{cm}^{-1}$	Ref.
FFPD	FFPW				
3394	3361	Étirement O-H	Saccharum Bengalense Grass	3369	[119]
2915	2915	Étirement C-H	Fils de jute	2917	[120]
2848	2848	Élongation symétrique $\text{CH}_2$	Heteropogon Contortus	2850	[121]
1731	1731	Étirement de l'acide carboxylique et de l'ester C=O	Ceiba pentandra Bark	1747	[122]
1644	1644	Eau absorbée O-H	Faisceaux de fibres et faisceau-fibro vasculaire de palmier dattier	1646	[116]
1463	1463	Déformation (asymétrique) et vibration aromatique dans la lignine C-H	Fibres de bois	1460	[123]
1174	1174	Étirement C–O–C du bridge antisymétrique	Pergularia Daemia	1162	[124]
1106	1106	Étirement asymétrique C–O–C	Nendran Banana Peduncle	1105	[125]
1031	1031	Élongation (C=O) et (O-H)	Branches de fruits de palmier dattier	1023	[126]
719	719	Vibrations oscillantes $\text{CH}_2$	Raphia	719	[127]

### III.3.4 Analyse par DRX

Les courbes de diffraction aux rayons X obtenues pour les FFPD et FFPW entre  $10^\circ$  et  $40^\circ$  respectivement sont représentées sur la figure III.7. La dissociation des allures de

diffraction a dévoilé l'existence de trois pics et d'une saillie amorphe. Le pic d'intensité le plus élevé observé à  $2\theta \approx 21,81^\circ$ , un pic d'intensité moyenne à  $2\theta \approx 16^\circ$  et un pic de faible intensité à  $2\theta \approx 35^\circ$ , qui ont été attribués au (002), (110) et (040) plans cristallographiques [128]. Les valeurs des pics exacts des deux fibres sont mentionnées dans le Tableau III.3.

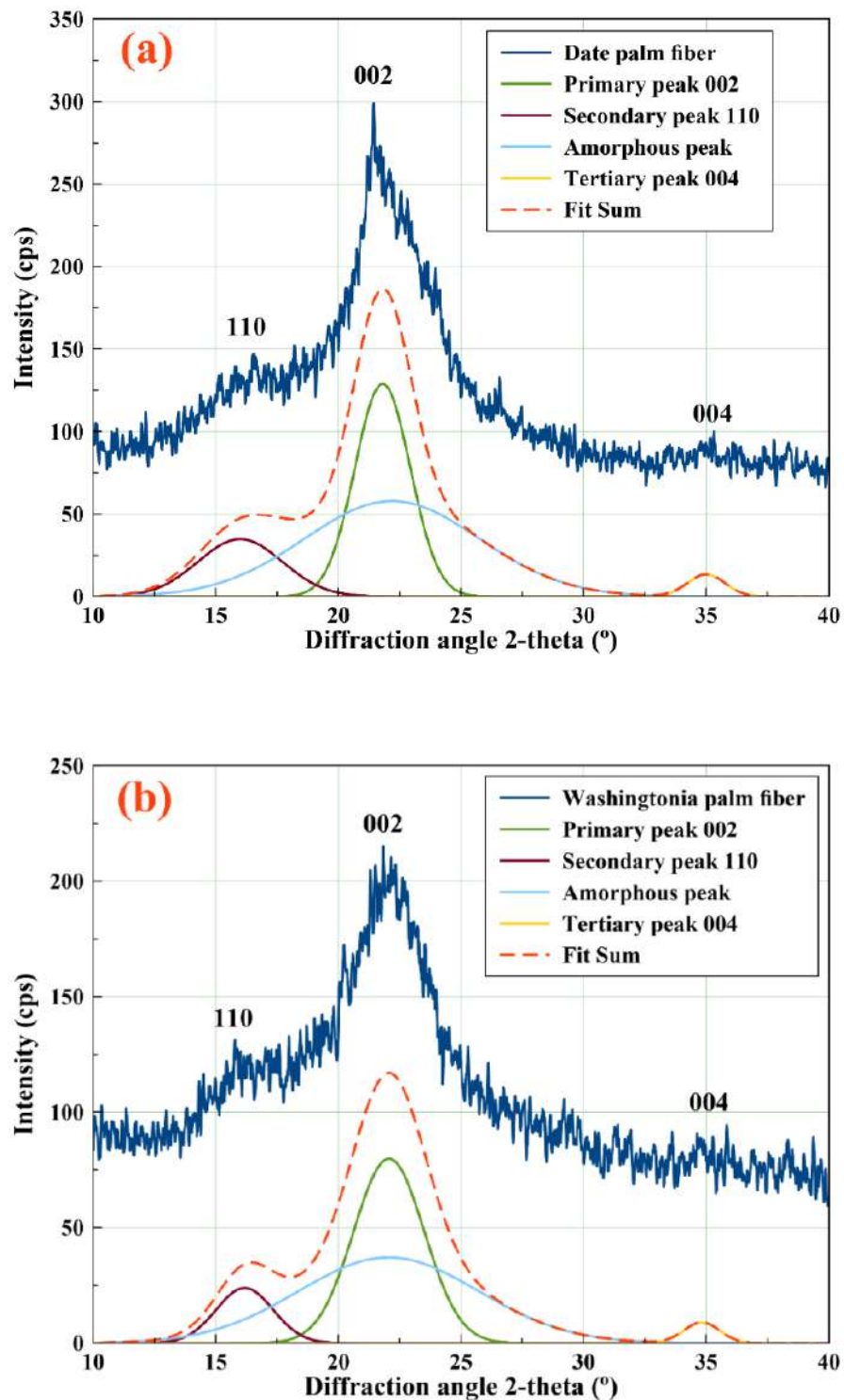


Figure III.7. Spectre DRX pour la fibre de palmier : a) dattier, b) Washingtonia.

Les indices de cristallinité (C.I.) le pourcentage de cristallinité (% Cr) obtenus pour les FFPD et FFPW sont respectivement égaux à 55,11%, 53,59% et 69,02% et 68,30%. En d'autres termes, FFPD présente un C.I. plus élevé que FFPW donc un meilleur ordre de cristaux de cellulose sur l'axe des fibres, par contre, le % Cr du dernier est légèrement supérieur.

Aussi, la taille des cristallites (CS) pour les FFPD et les FFPW a été déterminée à l'aide de l'équation de Scherrer et la valeur s'est avérée être respectivement de 2,65 nm et 2,77 nm. Les valeurs trouvées sont supérieures à la valeur rapportée pour la fibre de *Althaea Officinalis* L. (2,4 nm) [129], mais inférieure devant la fibre de *Thespesia populnea* et la fibre de sisal respectivement de 3,576 nm et 3,37nm [130,131], et presque égale à la fibre de jute 2,78 nm [132].

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau III.3 et comparés à avec d'autres fibres de palmier existantes dans la littérature. Les deux types de fibres FFPD et FFPW étudiés présentent des différences dans les valeurs même pour la même famille de palmier, les différences du point de vue indice de cristallinité, ceci peut être dû aux conditions climatiques, au moment de la récolte de la fibre, au type de sol et d'irrigation des palmiers [88,89].

### ***III.3.5 Analyse thermique***

Les fibres de foliole de palmier dattier et de palmier washingtonia ont été caractérisés par une analyse thermogravimétrique (ATG) de type METTLER TOLEDO TGA/DSC3+ STAR SYSTEM. Deux types de courbes sont obtenus, une courbe ATG permettant d'identifier plus facilement les phénomènes de perte de masse et une autre DTG, par contre la dérivée de cette dernière DTG indique les différentes phases de dégradations des fibres ainsi que leurs pics.

D'après la figure III 8, les pertes de masse des fibres FFPD et FFPW ont été observées en quatre étapes :

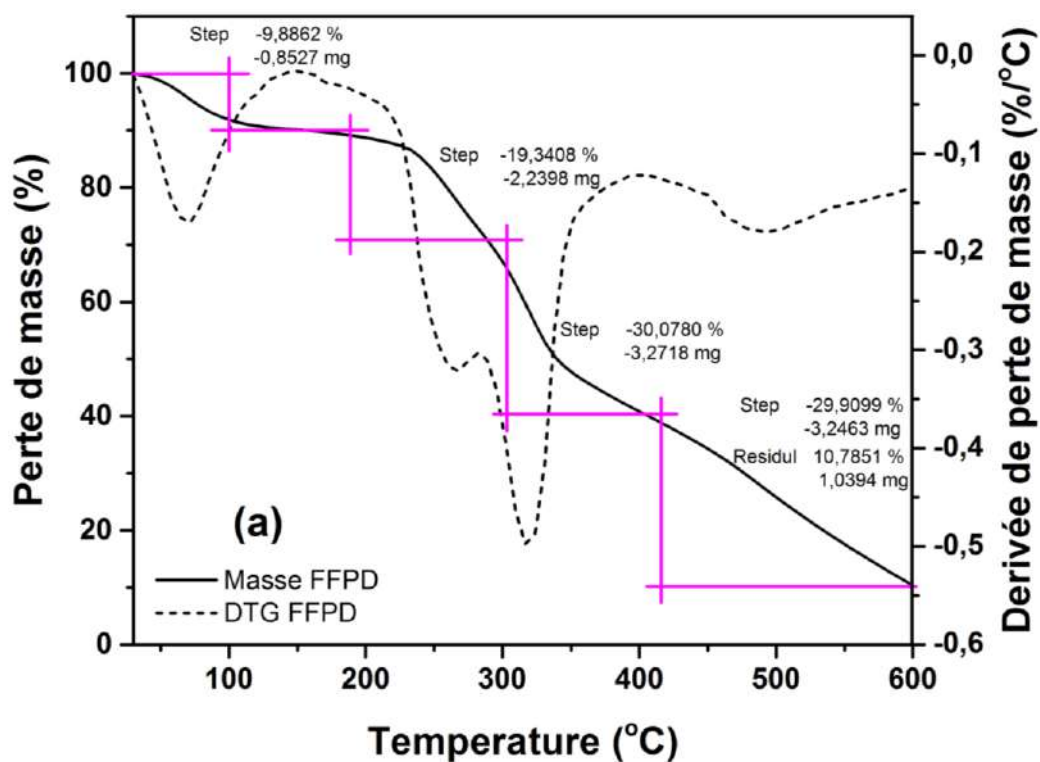
- La première étape est associée à une faible perte de masse respectivement égale à 9,88% et 8,40% pour les FFPD et FFPW, correspond à la phase de déshydratation qui a été observée dans la plage de température comprise entre 30 °C à 150 °C avec des pics respectifs de 72 °C et 79 °C. Cette étape a été attribuée, par plusieurs chercheurs, à l'évaporation de l'eau adsorbée par la plante [108,134,135] ce qui démontre la nature hydrophile des fibres lignocellulosiques ;

**Tableau III.3.** Paramètres cristallins calculés et expérimentaux à partir des diffractogrammes DRX des fibres.

Type de fibre	Position de pic (°)	FWHM (rad)	Aire (%)	Cristallinité (%)	Indice cristalline (%)	Taille cristallite (nm)	Réf.
FFPD	15,99	4,06	149,77	-	-	-	Présent travail
	21,81	2,62	364,24	69,02	55,11	2,65	
FFPW	16,18	2,73	69,35	-	-	-	
	22,06	3,3	287,94	68,3	53,59	2,77	
branches de fruits de palmier dattier	16,35	4,43	42,2	-	-	-	[126]
	22,17	3,09	58,1	50,47	-	2,98	
Faisceau-fibro vasculaire de palmier dattier	15,79	1,74	2789,23	-	-	-	[89]
	22,28	1,40	7487,62	65,71	47,82	5,78	
Faisceaux de fibres de palmier dattier	15,81	1,79	3006,61	-	-	-	
	22,24	1,44	7980,62	69,77	56,68	5,63	
Windmill Palm leaf blades	-	-	-	-	-	-	[133]
	21.69	-	1853	-	31	-	

- Dans la deuxième étape, la dégradation des hémicelluloses a été identifiée dans la plage de température de 150 °C à 290 °C avec une perte de masse de 19,34% pour les FFPD et 22,90 % pour les FFPW obtenue entre 170 °C à 282 °C. Ceci est confirmé par l'observation pratiquement des mêmes pic dans les courbes DTG à 268 °C pour les FFPD et FFPW [132] ;
- La troisième étape de dégradation correspond à la décomposition de la cellulose est enregistrée dans la plage de températures 290 °C à 401 °C. Elle se caractérise par de fortes pertes de masse, de l'ordre de 30,07 % et 27,84 % respectivement pour les FFPD et FFPW obtenue respectivement entre 282 °C - 373 °C et 290 °C - 401 °C. Les courbes DTG ont montrées des courbes de dégradation distincte pour les FFPD et les FFPW avec la formation des pics respectifs à 317 °C et 310 °C [135] ;

- Enfin, cette dernière étape de dégradation représente la décomposition de la lignine dans la plage de température 401 °C -597 °C, avec les pertes de masses les plus élevées de l'ordre de 29,90 % et 34,55 % respectivement pour les FFPD et FFPW obtenue respectivement dans les plages de température de 401 °C -597 °C et 373 °C -506 °C [116,126]. De plus, les quantités de résidus carbonisés ont été quantifiées égale à 10,78 % et 6,28 % respectivement pour les FFPD et FFPW.



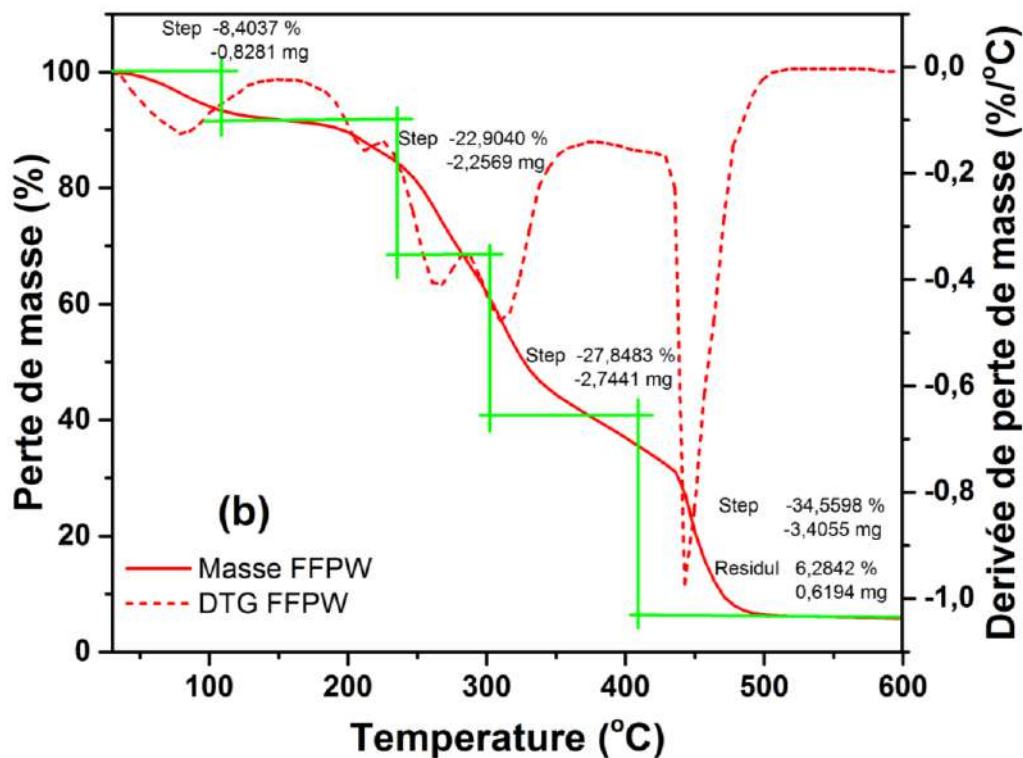


Figure III.8. Courbes ATG et DTG pour : a) FFPD, b) FFPW.

### III.3.6 Analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Les analyses par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) ont été réalisées pour obtenir des informations sur les comportements thermiques des deux fibres FFPD et FFPW testés dans une plage de température de 30 °C à 500 °C.

Le flux de chaleur est directement proportionnel à la capacité calorifique du matériau et sa variation se traduit par des pics endothermiques ou exothermiques sur les thermogrammes de la DSC.

La figure III.9 illustre les courbes DSC obtenues pour les FFPD et FFPW montrant les transformations endothermiques et exothermiques avec certaines différences peuvent être repérées.

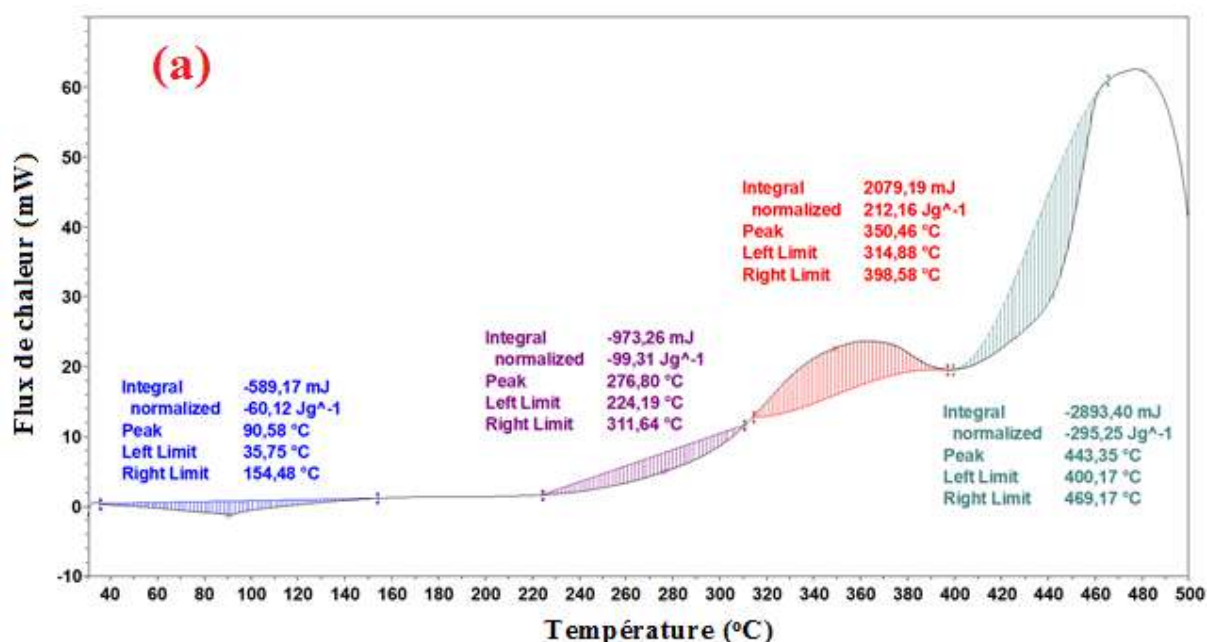
Le premier pic endothermique était observé pour les FFPD et FFPW respectivement à 90,58 °C et 89,33 °C, ceci est attribué à la vaporisation de l'eau [136]. L'enthalpie correspondante calculée en intégrant le pic était de 60,12 J/g pour les DPLF et de 125,14 J/g pour les FFPW.



Un deuxième pic endothermique est remarqué pour les FFPD et FFPW respectivement à 276 °C et 249 °C [137]. Il est dû généralement à la dégradation des hémicelluloses présentes dans les fibres, qui est associée à une énergie d'enthalpie pour les FFPD et FFPW obtenue respectivement égale de 99,31 J/g et 93,76 J/g.

Un seul pic exothermique observé à 350 °C pour les FFPD et 339 °C pour les FFPW, selon les courbes du DTG, cela devrait être principalement dû à une dégradation de cellulose [138]. L'énergie était significativement considérable pour les FFPW (plus de 50 % de plus) par rapport aux FFPD et leur enthalpie associée été obtenue respectivement égale de 341,16 J/g et 212,16 J/g.

Enfin, un grand pic endothermique a eu lieu à nouveau à 443 °C pour les FFPD et 450 °C pour les FFPW ce qui correspond à la décomposition thermique de la lignine [139], il est à noter que dans cette phase de dégradation, l'enthalpie pour les FFPW est largement supérieure à celle pour les FFPD sont respectivement égale de 581,94 J/g et 295,25 J/g. Ces résultats sont en accord avec les résultats obtenus par d'autres chercheurs [135].



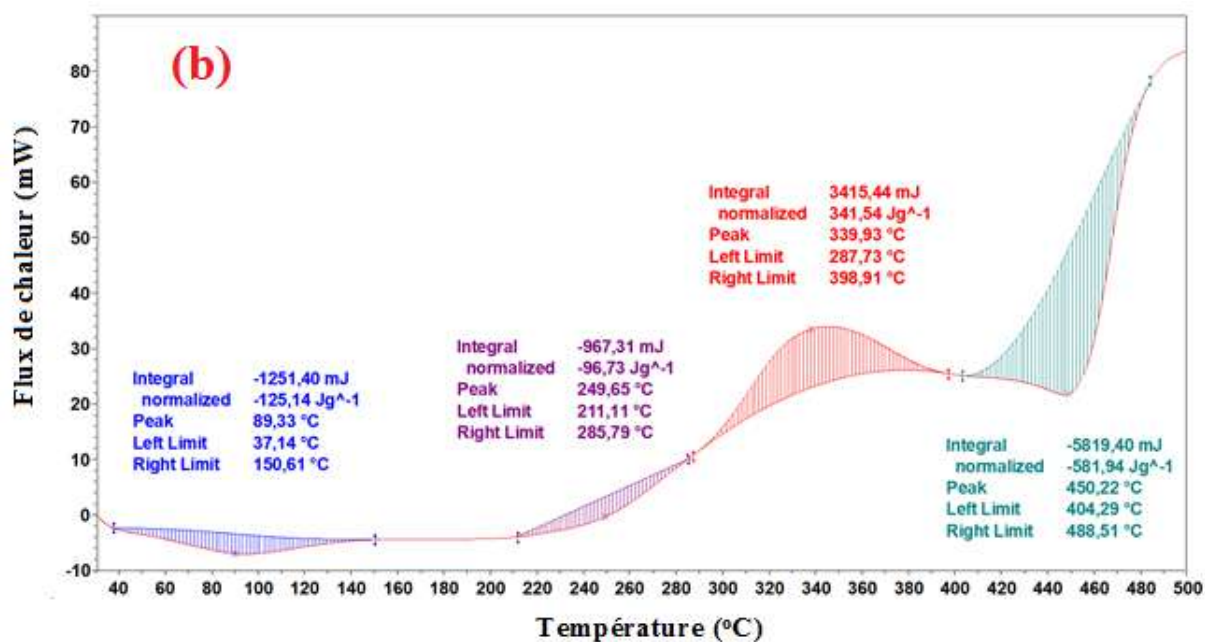


Figure III.9. Courbes DSC pour : a) FFPD, b) FFPW.

### III.4 Conclusion

Compte tenu des résultats obtenus suite à l'étude physico chimique des fibres de foliole de palmier dattier comparé à celle de foliole de palmier washingtonia, les principales conclusions sont :

- Les observations par MEB des FFPD et FFPW clarifient les différences en détail de la morphologie de deux types de fibres.
- La densité des folioles de palmier dattier est de l'ordre de 0,79 g/cm<sup>3</sup> qui est plus faible que celle de de palmier washingtonia est peut être donc considéré parmi les densités les plus faible par rapport aux autres fibres végétales.
- Le séchage des folioles de palmier dattier à l'abri du soleil pendant une semaine permet de réduire la teneur en eau de 53%, à la récolte, à des niveaux relativement bas entre 6 à 7 %.
- Les différentes phases de dégradation thermique associée à l'hémicellulose, à la cellulose et à la lignine pour les deux types de fibres ont été déterminées par les

techniques de TGA et DSC permettant ainsi de montr  les diff rentes  tapes de d gradation des deux fibres  tudi es (FFPD et FFPW).

- Les r sultats des bandes du spectre obtenu par la technique FTIR pour les FFPD et FFPW ont enregistr  des pics    $1031\text{ cm}^{-1}$ ,  $1106\text{ cm}^{-1}$  et  $1174\text{ cm}^{-1}$  d montrant la pr sence de la cellulose dans les deux fibres.
- L'analyse par DRX a montr  que les fibres FFPD ont un indice de cristallinit  l g rement sup rieure (55,11 %) que les FFPW (53,59 %). Par contre, l'inverse est enregistr  pour la taille des cristallites (CS) o  les valeurs trouv es sont  gales   2,77 nm et 2,65 nm respectivement pour les FFPW et FFPD.

## Chapitre IV

# Analyse statistique du comportement mécanique des fibres de foliole de palmier dattier

### IV.1 Introduction

Ce chapitre est consacré l'optimisation des caractéristiques mécaniques des fibres de folioles de palmier dattier. Afin d'atteindre ce but, un plan d'expériences Taguchi L9 a été élaboré pour optimiser les propriétés mécaniques en traction (contrainte à la rupture, module de Young et déformation).

Une analyse de variance (ANOVA) a été utilisée pour déterminer l'influence des paramètres et leurs interactions et l'identification de la présence des effets statistiquement significatifs ou non sur les caractéristiques mécaniques étudiées permettant ainsi d'obtenir des modèles mathématiques de prédiction en utilisant le logiciel Minitab 17. Ensuite, une analyse des résultats :

- Courbes représentatives contrainte/déformation des fibres de palmier dattier ;
- Modes de rupture des folioles sollicitées en traction ;
- Effets des paramètres sur les propriétés mécaniques moyens ;
- Effets principaux pour les rapports S/N pour les caractéristiques mécaniques de fibre de palmier dattier ;
- Analyse de variance (ANOVA) ;

- Analyse de régression et développement de modèles mathématique établi sur la relation entre les facteurs de contrôle et la réponse de sortie ;
- Analyse graphique via le diagramme de Pareto ;
- Graphes de probabilités, courbes résiduels ;
- Enfin, les graphes de réponse de surface en 3D.

De plus, une analyse comparative du point de vue expérimental et statistique des propriétés mécaniques en traction entre deux types de fibres de folioles de palmier dattier (FFPD) et de palmier washingtonia (FFPW) en employant cinq lois de distributions à savoir : Weibull à deux et à trois paramètres, normal, log-normal et log-normal à trois paramètres a été effectuée.

## **IV.2 Résultats obtenus par la conception de Taguchi**

La conception du plan d'expériences Taguchi ayant pour objectif dans notre cas, l'optimisation des propriétés mécaniques des fibres de foliole de palmier dattier où trois paramètres ont été adoptés dans cette étude qui sont : la longueur entre les mors, la vitesse d'essai et la position de la fibre.

A partir du Tableaux II.3 du chapitre 2 qui représente la conception plan d'expérience Taguchi (L9), nous avons réalisé ce plan d'essais expérimentalement sur différentes fibres de foliole sollicité en traction ce qui nous a permis de déterminer la contrainte, le module de Young et la déformation, l'introduction de ces derniers dans Minitab permet de déterminer leur signal noise (S/N) récapitulé dans le Tableau VI.1.

En d'autres termes, le tableau IV.1 montre les paramètres et les niveaux utilisés dans ce plan d'expérience et présente les résultats expérimentaux avec leurs rapports signal/bruit S/N calculés pour la contrainte à la rupture, le module de Young et la déformation selon les différentes combinaisons du plan de conception de Taguchi.

**Tableau IV.1.** Valeurs moyennes des résultats expérimentaux des propriétés mécaniques de la fibre foliole de palmier dattier avec le rapport signal/bruit.

Test	Longueur entre les mors (mm)	Vitesse de l'essai (mm/min)	Position	Contrainte (MPa)	S/N Contrainte (dB)	Module de Young (GPa)	S/N Module de Young (dB)	Déformation (%)	S/N Déformation (dB)
<b>1</b>	<b>20</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>252,5 ± 36,1</b>	48,045	6,75 ± 1,54	16,584	4,40 ± 1,35	12,869
2	20	3	2	229,5 ± 26,8	47,214	6,79 ± 1,09	16,632	4,00 ± 0,61	12,051
3	20	5	3	223,4 ± 30,8	46,983	6,83 ± 1,10	16,687	3,73 ± 1,11	11,439
4	30	1	2	220,8 ± 34,3	46,881	6,75 ± 0,38	16,590	3,52 ± 0,08	10,928
5	30	3	3	207,4 ± 13,0	46,337	6,81 ± 0,72	16,664	3,57 ± 0,34	11,044
6	30	5	1	229,0 ± 40,4	47,195	6,70 ± 3,48	16,519	4,16 ± 0,24	12,383
7	40	1	3	189,5 ± 24,4	45,550	6,74 ± 0,83	16,579	3,06 ± 0,41	9,728
8	40	3	1	213,9 ± 39,3	46,603	6,65 ± 2,01	16,453	3,47 ± 0,74	10,806
9	40	5	2	198,0 ± 5,5	45,934	6,70 ± 0,60	16,519	3,34 ± 0,28	10,478

### ***IV.2.1 Essais de traction***

En termes de propriétés mécaniques, et selon la conception de Taguchi, les essais de traction ont été effectués pour neuf conditions, impliquant au moins cinq éprouvettes pour chacune d'elles. La figure IV.1 montre les courbes types de contrainte/déformation des fibres de folioles de palmier dattier obtenues pour différentes longueurs entre les mors (20, 30 et 40 mm) à des vitesses de 1, 3 et 5 mm/min pour les trois positions des fibres (haut, milieu et bas). Cependant, ce sont des courbes représentatives de toutes les conditions analysées du plan Taguchi.

Il est important de noter que sur les figures IV 1a et 1b, le comportement contrainte / déformation présente deux phases (figure IV. 1d) : un régime quasi-linéaire suivi d'une zone non linéaire où se produit la contrainte ultime. La figure IV 1c montre un régime linéaire jusqu'à la contrainte ultime, où les fibres des folioles se cassent brusquement.

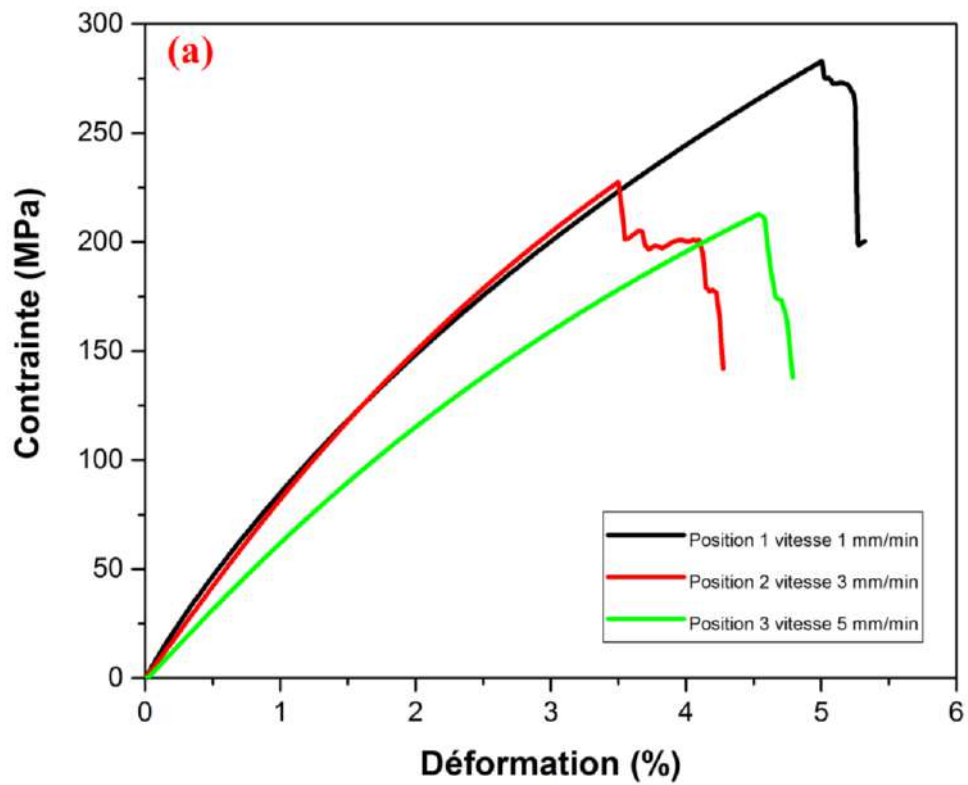
L'analyse des courbes (figures IV 1a, 1b et 1c) montre que la valeur maximale de la contrainte de traction est toujours obtenue pour les positions 1, c'est-à-dire la partie haute de la foliole, quel que soit la distance entre les mors ou la vitesse de l'essai. Par contre, les valeurs maximales changent en fonction des niveaux des facteurs de longueur entre les mors et la vitesse d'essai.

La valeur la plus faible de la contrainte de traction de l'ordre de  $189,5 \pm 24,4$  MPa est observée pour des éprouvettes obtenues à partir du bas des fibres de la foliole (position 3) testées avec une longueur entre les mors de 20 mm (Figure VI. 1a). Par contre, la contrainte de traction maximale de  $252,5 \pm 36,1$  MPa est reportée pour les éprouvettes obtenues par le haut des folioles (position 1).

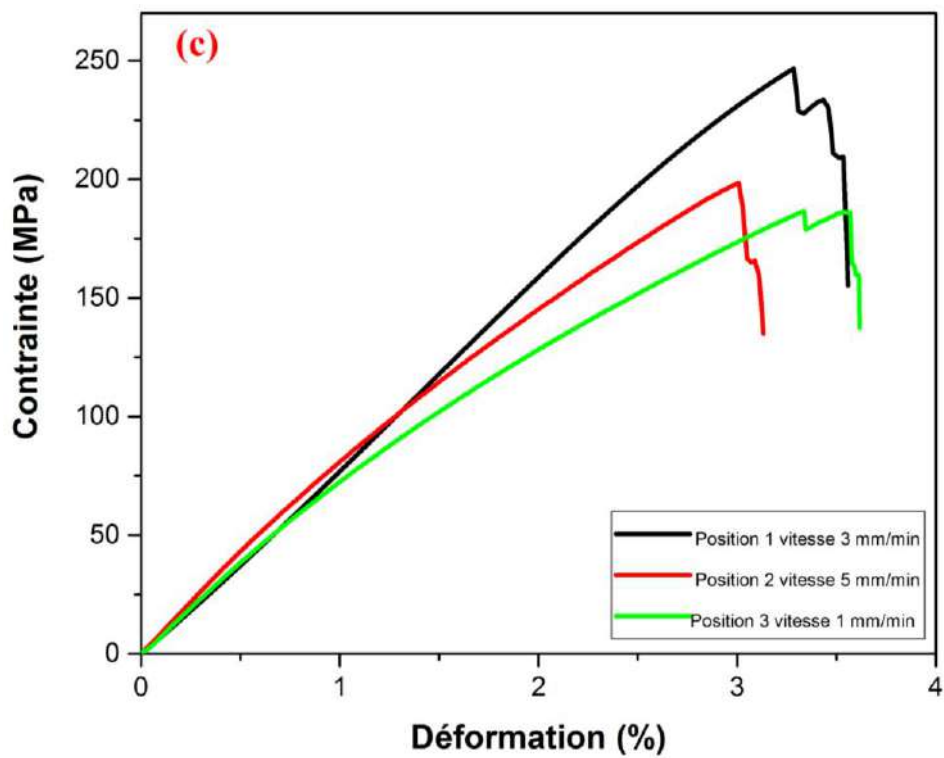
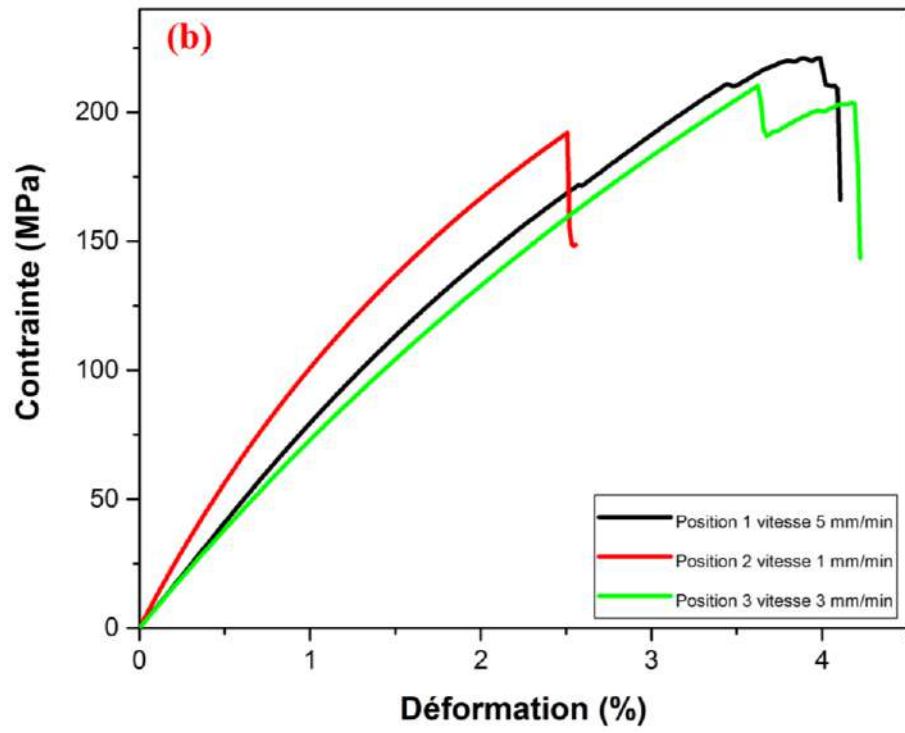
Les valeurs de contrainte à la traction obtenues sont comprises entre  $189,5 \pm 24,4$  MPa (position 3) et  $252,5 \pm 36,1$  MPa (position 1). Ces valeurs sont plus importantes que celles trouvées pour d'autres folioles reportés par Mohanty et al. (2014), Mahdi et al. (2019) et Al-Sulaiman (2002) [140–142] qui ont trouvés des contraintes à la traction respectivement égales à  $32,43 \pm 2,23$ , 100 MPa et  $135 \pm 44$  MPa. Les valeurs de 226 et 170-275 MPa sont cependant assez proches des extrémités inférieures rapportées respectivement par (Al-Sulaiman 2000) et (Fuqua, Huo et Ulven 2012) [37,143]. Cette variation de contrainte est due à plusieurs raisons : âge et environnement de la plante jouent un rôle important, méthodes d'extraction, présence

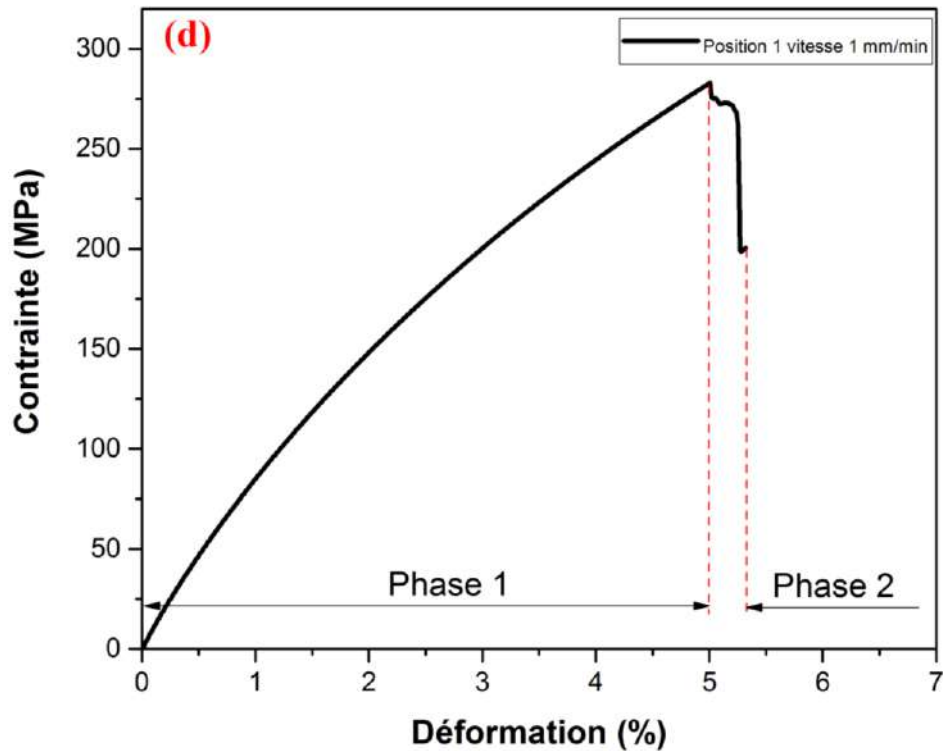
d'anomalies dans les fibres, mesures des dimensions des éprouvettes testées et des conditions générales de l'essai.

En termes de module de Young et de déformation en traction, les valeurs trouvées sont respectivement égales à  $6,75 \pm 1,54$  GPa et  $4,40 \pm 1,35\%$ , pour la longueur entre les mors de 20 mm. En revanche, la valeur du module de Young obtenue était proche des fibres de coco (6 GPa) et d'une valeur similaire de la déformation pour la fibre de Curaua (4,3%).



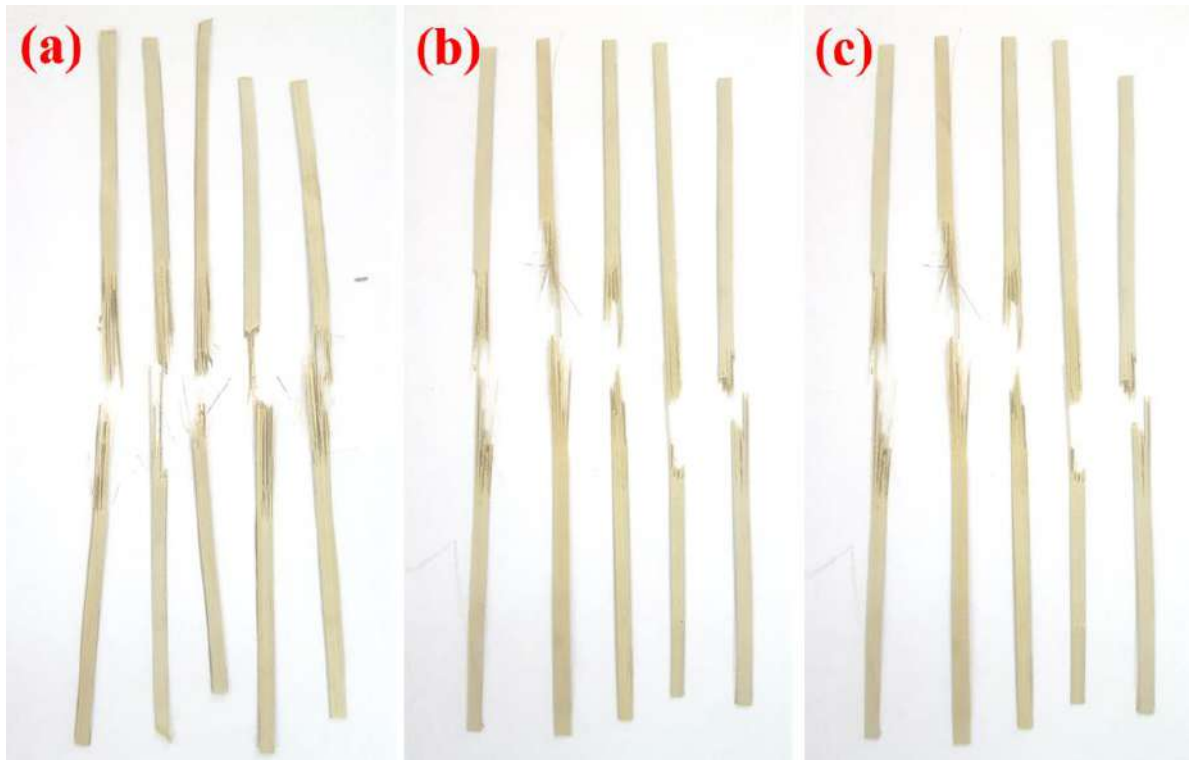






**Figure IV.1.** Courbes représentatives contrainte/déformation des fibres de palmier dattier selon le plan de Taguchi pour des longueurs entre les mors de : a) 20 mm, b) 30 mm, c) 40 mm et d) courbe type avec deux phases.

Les endommagements des éprouvettes de folioles de palmier dattier, obtenus au niveau du milieu des spécimens, sont illustrés sur la figure IV.2. L'augmentation de force de chargement provoque des fissures longitudinales dans le sens de la direction des fibres, suivies de la rupture des fibres les plus faibles. Enfin, les éprouvettes continuent de se détériorer et enregistrent une multiplication et propagation de fissures, qui évoluent au cours du chargement et conduisent à la rupture totale des éprouvettes.



**Figure IV.2.** Modes de rupture des éprouvette de traction pour :

a) Bas, b) Milieu et c) Haut.

#### ***IV.2.2 Analyse des caractéristiques mécaniques de la foliole par méthode de Taguchi***

La figure IV.3 montre les graphiques des principaux effets moyens des trois facteurs sur la contrainte, le module de Young et la déformation. Il est à noter que l'effet de la longueur entre les mors et la position des fibres ont une influence directe sur la variation des propriétés mécaniques (contrainte, module de Young et déformation), alors que la vitesse de l'essai n'a pratiquement pas d'effet significatif.

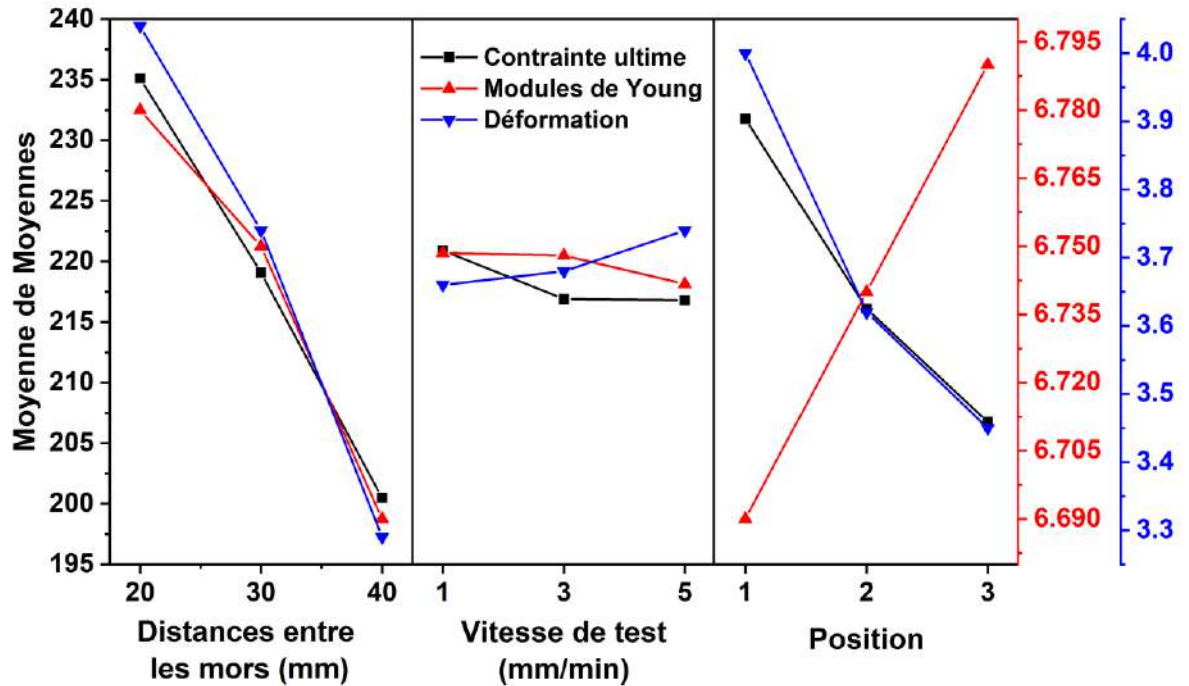


Figure IV.3. Graphique des effets des paramètres sur les propriétés mécaniques.

La valeur de la longueur entre les mors la plus faible (c'est-à-dire 20 mm) permet d'avoir les valeurs maximales des propriétés mécanique et l'augmentation de cette distance à 40 mm conduit à des réductions respectives de 17,26 %, 1,33 % et 22,80 % pour la contrainte, module de Young et la déformation. La même tendance est enregistrée aussi pour la position 1 à la position 3 avec des réductions respectives de la contrainte et de la déformation de l'ordre de 11,53 % et 15,94 %. Tandis que, l'inverse de ce comportement est enregistré pour le module de Young, où sa valeur minimale est enregistrée à la position 1 et augmente de 1,47 % pour la position 3.

La figure IV.4 illustre les graphiques des effets principaux du rapport moyen signal/bruit (S/N) de chaque facteur pour différents niveaux sur les propriétés mécaniques où l'effet de la longueur entre les mors et la position de fibre ont une influence prédominante, alors que la vitesse de l'essai se caractérise par une très faible variation du S/N.

L'effet de la longueur entre les mors est le plus élevé et la valeur de 20 mm permet d'obtenir les valeurs maximales du rapport S/N pour la contrainte, le module de Young et la déformation et l'augmentation de la longueur entre les mors à 40 mm conduit à sa diminution respectivement d'environ 3,02 %, 0,72 % et 14,7%.

Le passage de la position 1 de la fibre à la position 3 fait diminuer S/N de la contrainte et la déformation respectivement d'environ 2,16 % et 11,93 %, par contre le module de Young enregistre sa valeur maximale à la position 3 avec une augmentation d'environ 0,78 %.

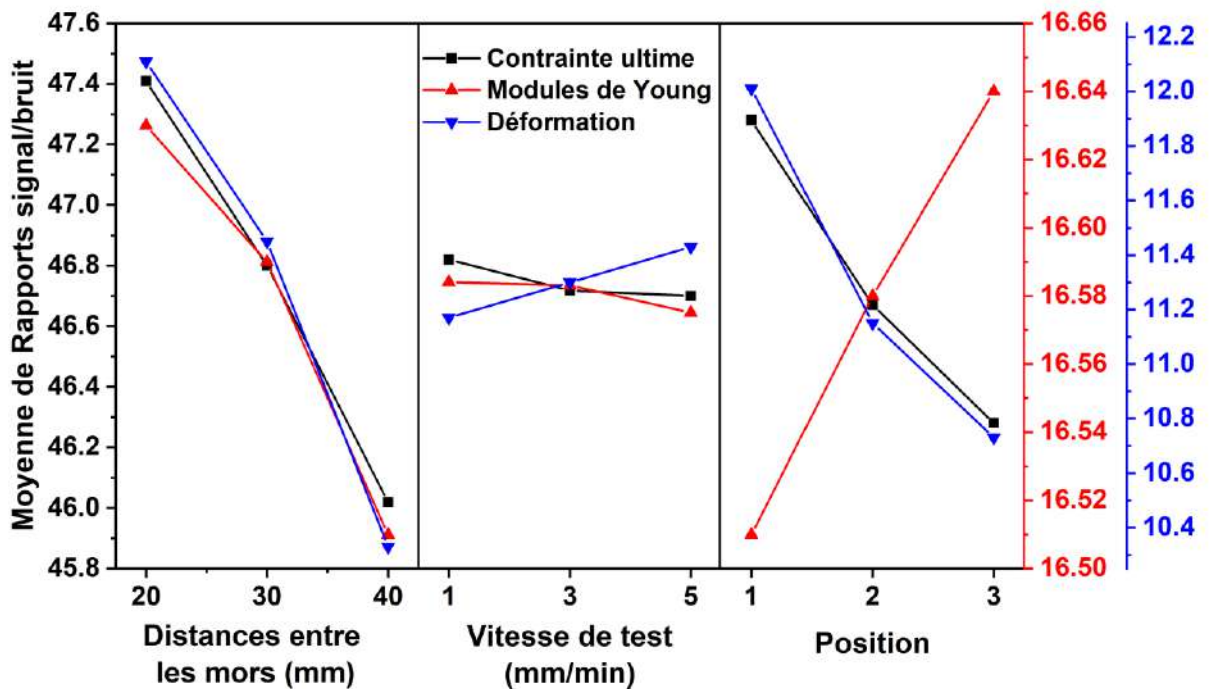


Figure IV.4. Graphique des effets principaux des rapports S/N pour les caractéristiques mécaniques des folioles de palmier dattier.

### IV.3 . Analyse de variance ANOVA

La signification relative de chaque paramètre de l'essai de traction sur les propriétés mécaniques et la contribution en pourcentage ont été déterminées en effectuant une analyse ANOVA à un niveau de signification de 5%.

L'analyse de variance (ANOVA) pour les caractéristiques mécaniques est présentée dans les tableaux IV.2, IV.3 et IV.4. Si P-value est supérieure à 0,05, pour un facteur donné, il sera considéré dans ce cas non significatif et n'a pas une grande influence sur les propriétés mécaniques. Alors que, pour un facteur donné, plus F-value est grande, son influence est significative.

**Tableau IV.2.** Analyses de Variance pour la contrainte à la traction.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	Remarques
Régression	3	2768,3	922,78	85,86	0,000	Significatif
Longueur entre les mors	1	1804,6	1804,63	167,92	<0,001	Significatif
Vitesse d'essai	1	25,5	25,52	2,37	0,184	Non- Significatif
Position	1	938,2	938-18	87,30	<0,001	Significatif
Erreur	5	53,7	10,75	-	-	-
Total	8	2822,1	-	-	-	-

**Tableau IV.3.** Analyses de Variance pour le module de Young.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	Remarques
Régression	3	0,027	0,009	93,37	0,000	Significatif
Longueur entre les mors	1	0,012	0,012	130,68	<0,001	Significatif
Vitesse d'essai	1	0,00007	0,00007	0,72	0,435	Non- Significatif
Position	1	0,014	0,014	148,71	<0,001	Significatif
Erreur	5	0,0005	0,0001	-	-	-
Total	8	0,027	-	-	-	-

**Tableau IV.4.** Analyses de Variance pour la déformation.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	Remarques
Régression	3	1,325	0,442	20,83	0,003	Significatif
Longueur entre les mors	1	0,852	0,852	40,18	0,001	Significatif
Vitesse d'essai	1	0,010	0,010	0,49	0,514	Non- Significatif
Position	1	0,463	0,463	21,83	0,005	Significatif
Erreur	5	0,106	0,021	-	-	-
Total	8	1,431	-	-	-	-

Les résultats indiquent que le paramètre le plus influent est la longueur entre les mors, pour la contrainte et la déformation, car il possède les P-value les plus faibles respectivement inférieur à 0,001 et 0,001 avec F-value les plus grands respectivement égale à 167,92 et 40,18 (Tableaux IV.2 et IV.4). Suivie de la position de la foliole qui a les P-values respectivement inférieur à 0,001 et égale à 0,005 mais avec des F-values respectivement égale à 87,30 et 21,83 qui sont plus faibles que ceux obtenus dans le cas de la longueur entre les mors.

Alors que, c'est la position de la foliole qui a la plus grande influence pour le module de Young malgré que son P-value (inférieur à 0,001) est le même que celui de la longueur entre les mors qui à F-value égale à 130,68 donc inférieur par rapport à la position de la foliole qui est égale à 148,71 (Tableau IV.3).

Les régressions R-sq, ajustées et prédites sont présentées dans le tableau IV.5. L'analyse de régression a été réalisée en développant un modèle mathématique établi sur la relation entre les facteurs de contrôle et la réponse en sortie. Les équations (IV.1), (IV.2) et (IV.3) représentent les modèles de régression développées pour la contrainte de traction, le module de Young et la déformation nommé respectivement  $Y_1$ ,  $Y_2$ , et  $Y_3$ .

$$Y_1 = 298,34 - 1,734 \text{ Longueur entre les mors} - 1,031 \text{ Vitesse d'essai} - 12,50 \text{ Position} \quad (\text{IV.1})$$

$$Y_2 = 6,7906 - 0,004522 \text{ Longueur entre les mors} - 0,00169 \text{ Vitesse d'essai} + 0,04856 \text{ Position} \quad (\text{IV.2})$$

$$Y_3 = 5,319 - 0,03768 \text{ Longueur entre les mors} + 0,0209 \text{ Vitesse d'essai} - 0,2777 \text{ Position} \quad (\text{IV.3})$$

**Tableau IV.5.** Les modèles des propriétés mécaniques.

Modèle	Contrainte (MPa)	module de Young (GPa)	Déformation (%)
S (erreur de regression)	3,27827	0,0097547	0,145610
R-sq	98,10%	98,25%	92,59%
R-sq(adj)	96,95%	97,19%	88,15%
R-sq(pred)	94,23%	94,34%	74,61%

La qualité de l'ajustement de l'équation de régression développée peut être mesurée par le coefficient de détermination ajusté. Pour la contrainte le pourcentage de R-sq est de 98,10%, le R-sq(adj) ajusté est de 96,95% montre que le modèle explique plus de 96% de la variabilité de

la réponse ce qui est très satisfaisant conduisant à R-sq(pred) de l'ordre de 94,23% qui est très acceptable.

#### IV.4 Diagramme de Pareto

Le diagramme des effets standardisés de Pareto est une loi qui permet d'identifier les paramètres importants de ceux qui le sont moins. Cet à priori a pour but de choisir les paramètres les plus influents à retenir pour focaliser l'effort expérimental sur les phénomènes importants à comprendre.

La Figure IV.5 rassemble les différentes propriétés mécaniques et leurs effets standardisés, où les paramètres en ordonnées sont classés par ordre décroissant de l'effet en abscisse illustrant ainsi la prédominance de l'effet du facteur de la longueur entre les mors, sur les caractéristiques mécanique, suivi du facteur de position de la fibre, ces deux facteurs dépasse largement la ligne de référence des effets standardisés de Pareto qui est égale à 2,571.

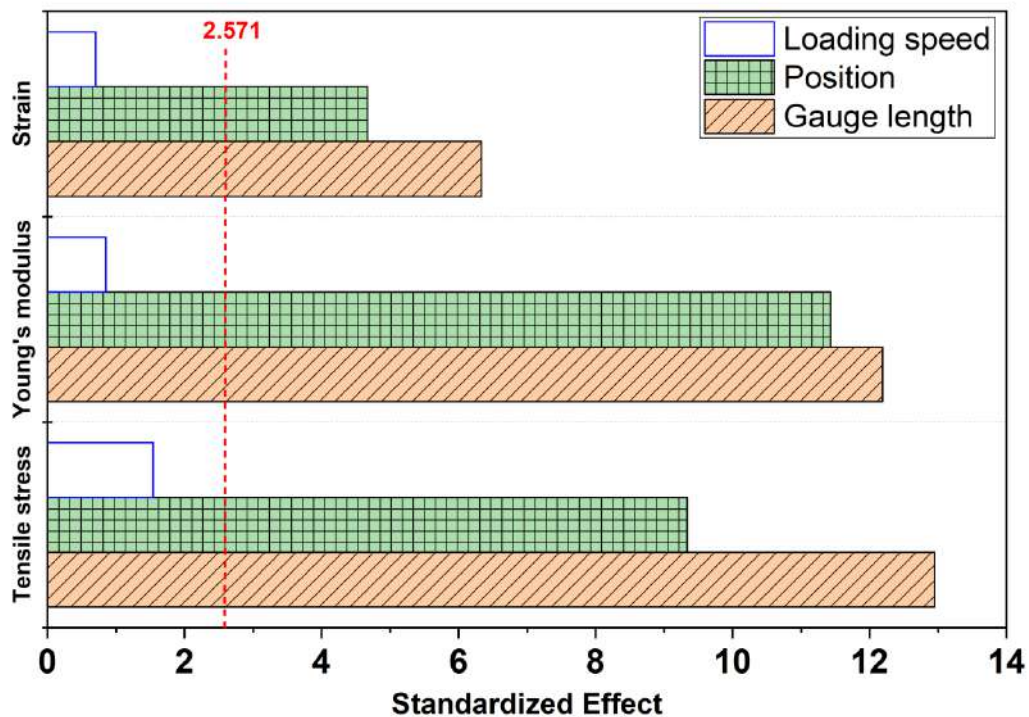


Figure IV.5. Diagramme des effets standardisé de Pareto pour la contrainte, le module de Young et la déformation.



#### Chapitre IV Analyse statistique du comportement mécanique des fibres de foliole de palmier dattier

Un seul facteur se trouve à gauche de la ligne verticale des effets standardisés c'est celui de la vitesse de l'essai et par conséquent, il est considéré comme étant non significatif. A cet effet, uniquement les facteurs de la longueur entre les mors et la position de la fibre seront pris en compte permettant ainsi le développement des modèles de régressions réduits pour les propriétés mécaniques étudiées.

Les coefficients de régressions des modèles réduits R-sq, ajustés R-sq(adj) et prédits R-sq(pred) sont présentées dans le tableau IV.6. L'analyse de ces régressions a été réalisée en développant des modèles mathématiques réduits présentés par les équations (IV.4), (IV.5) et (IV.6) correspondant respectivement à la contrainte, au module de Young et la déformation.

$$\text{Contrainte} = 295,25 - 1,734 \text{ Longueur entre les mors} - 12,50 \text{ Position} \quad (\text{IV.4})$$

$$\text{Module de Young} = 6,7855 - 0,004552 \text{ Longueur entre les mors} + 0,04856 \text{ Position} \quad (\text{IV.5})$$

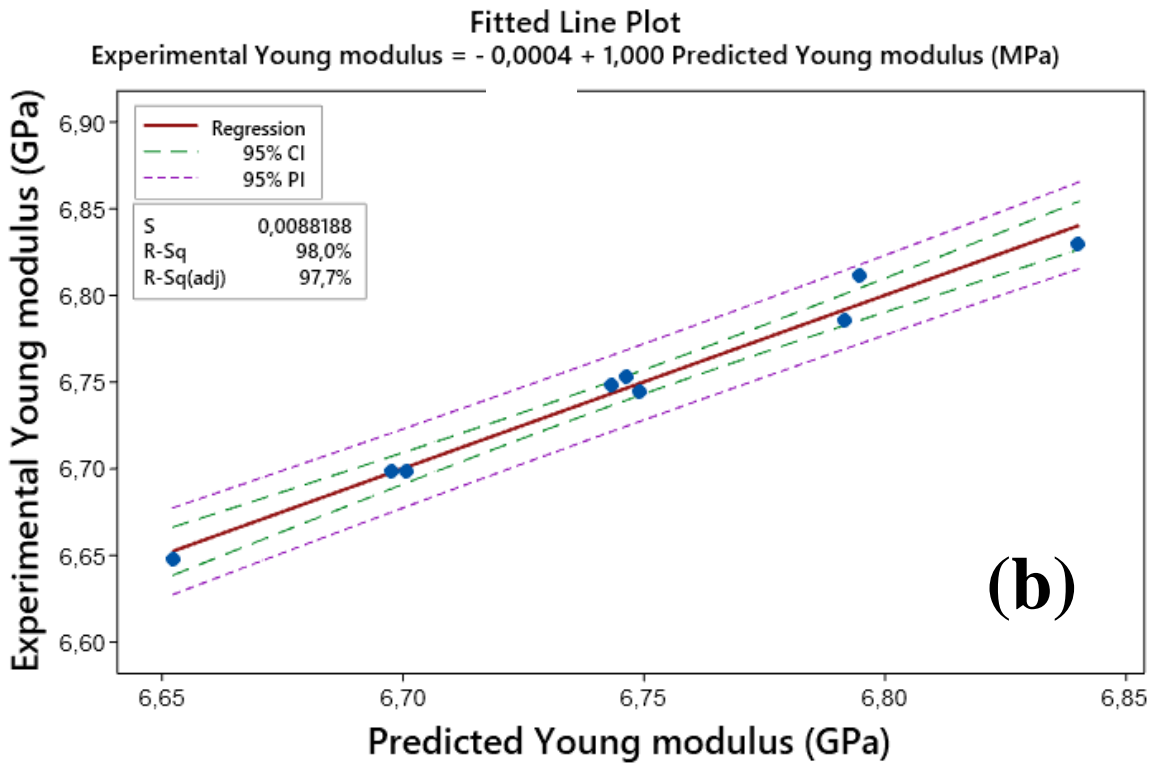
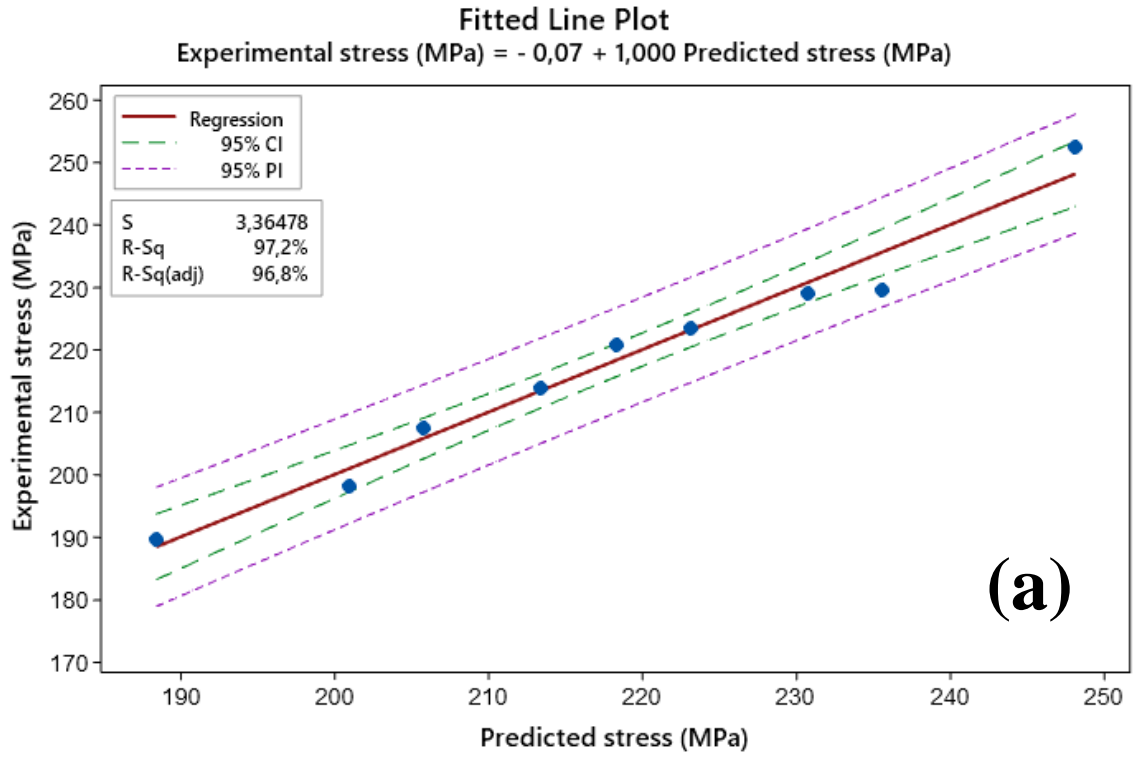
$$\text{Déformation} = 5,381 - 0,03768 \text{ Longueur entre les mors} - 0,2777 \text{ Position} \quad (\text{IV.6})$$

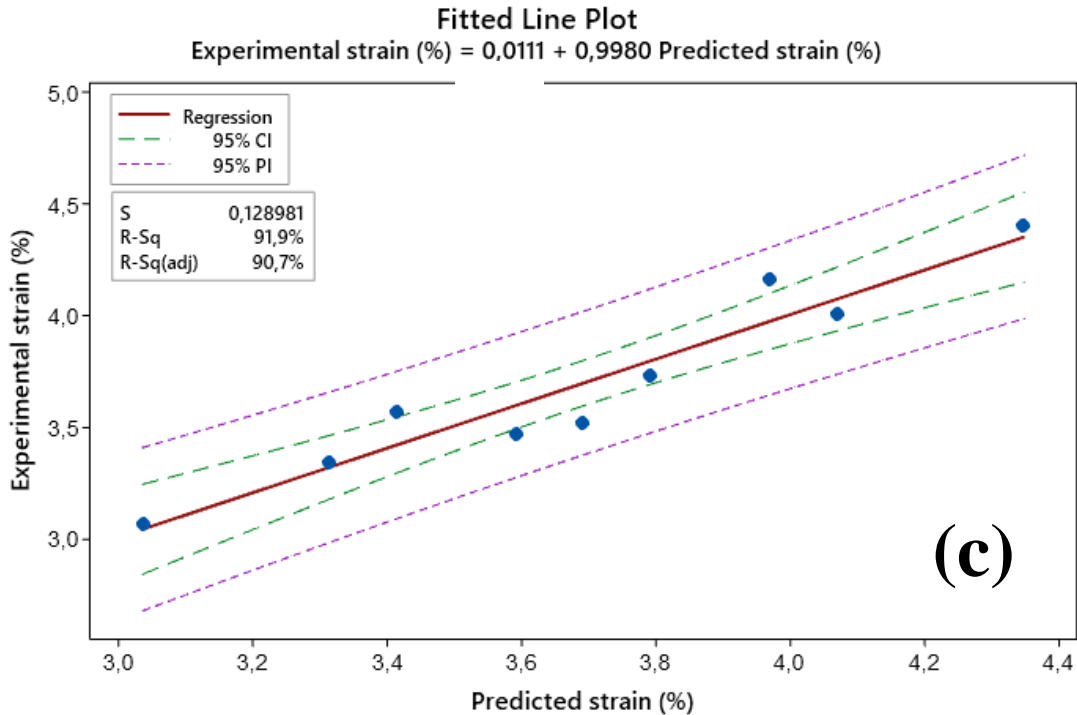
**Tableau IV.6.** Les modèles réduits des propriétés mécaniques.

Résumé du modèle réduit	Contrainte (MPa)	module de Young (GPa)	Déformation (%)
S (erreur de régression)	3,634	0,095	0,146
R-sq	97,19%	97,99%	91,86%
R-sq(adj)	96,26%	97,32%	89,15%
R-sq(pred)	93,78%	95,35%	83,70%

Les Figures IV.6a, IV.6b et IV.6c montrent les graphes de comparaison entre les valeurs expérimentales des propriétés mécaniques en fonction des valeurs prédites. La qualité de l'ajustement des équations de régression réduite développée peut être mesurée par le coefficient de détermination ajusté R-sq(adj).

En ce qui concerne la contrainte, le module de Young et la déformation le R-sq(adj) ont les valeurs respectives égale à 96,26%, 97,32% and 89,15% (Tableau VI.5) indiquant que les modèles réduits sont expliqués à plus de 90% de la variabilité des réponses, par la suite ces valeurs expérimentales sont jugées suffisantes pour l'application des modèles réduits.



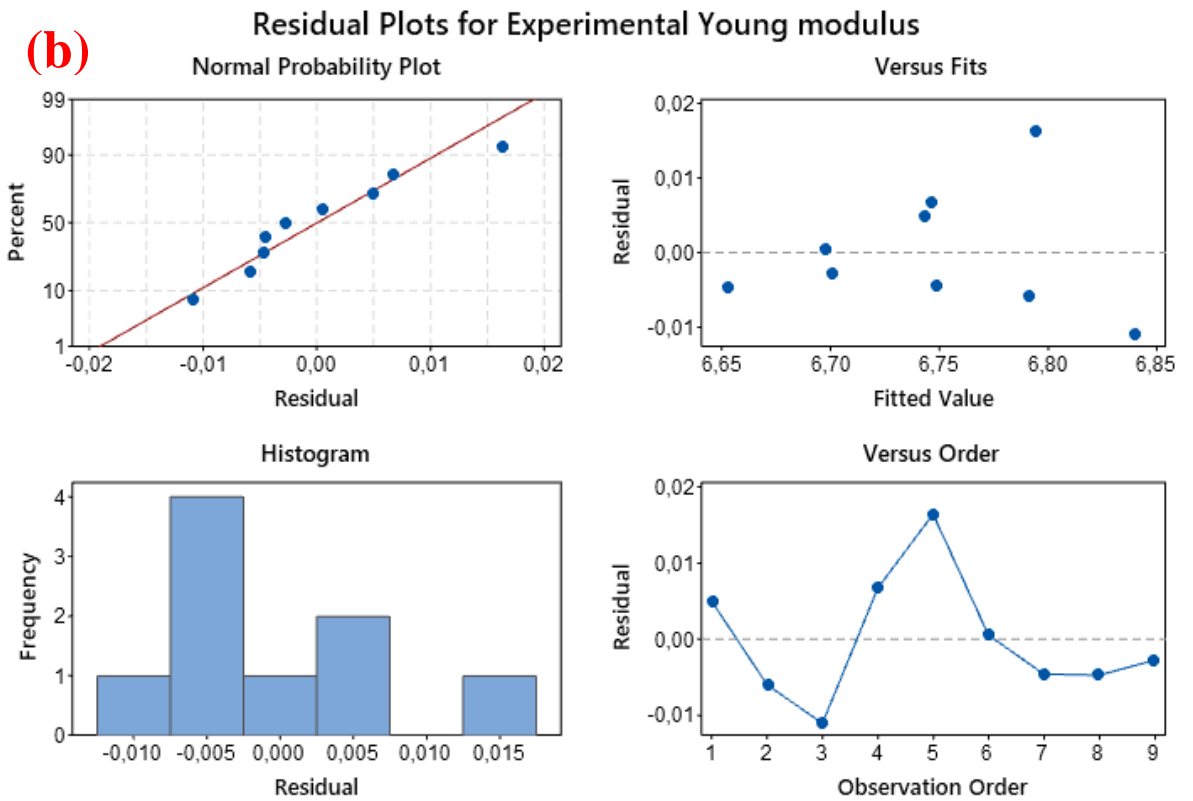
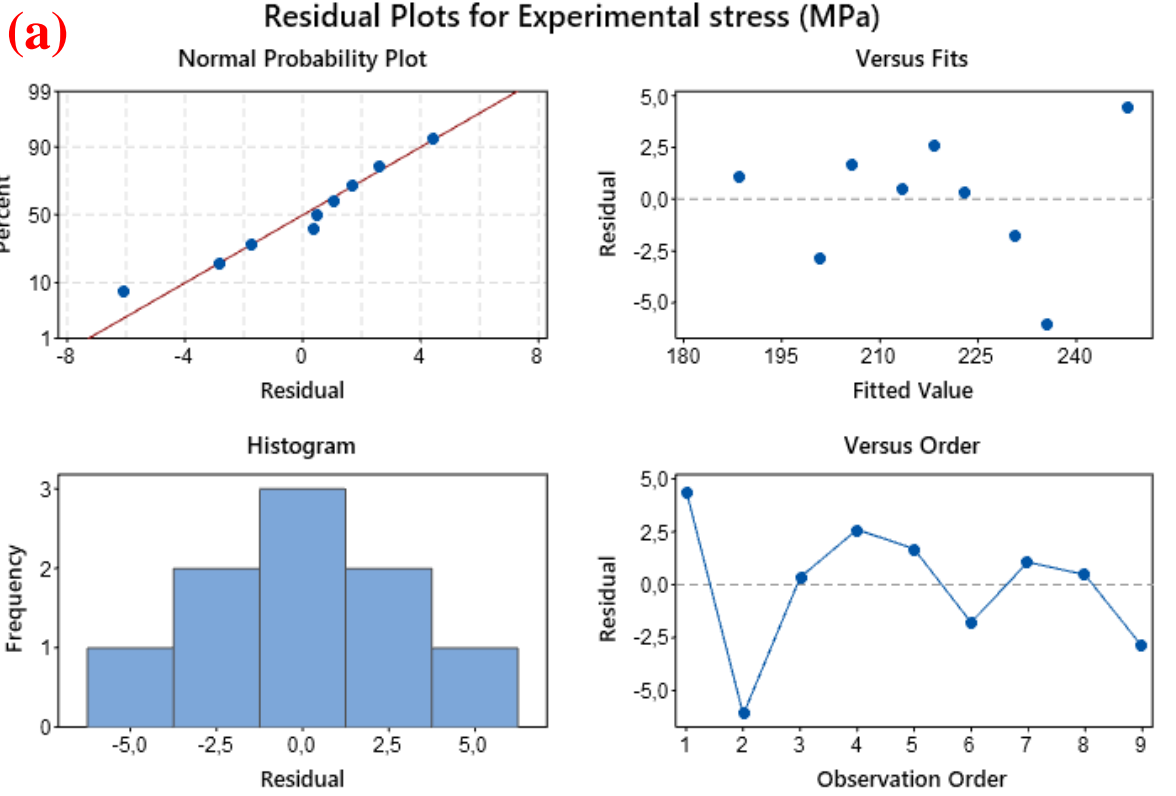


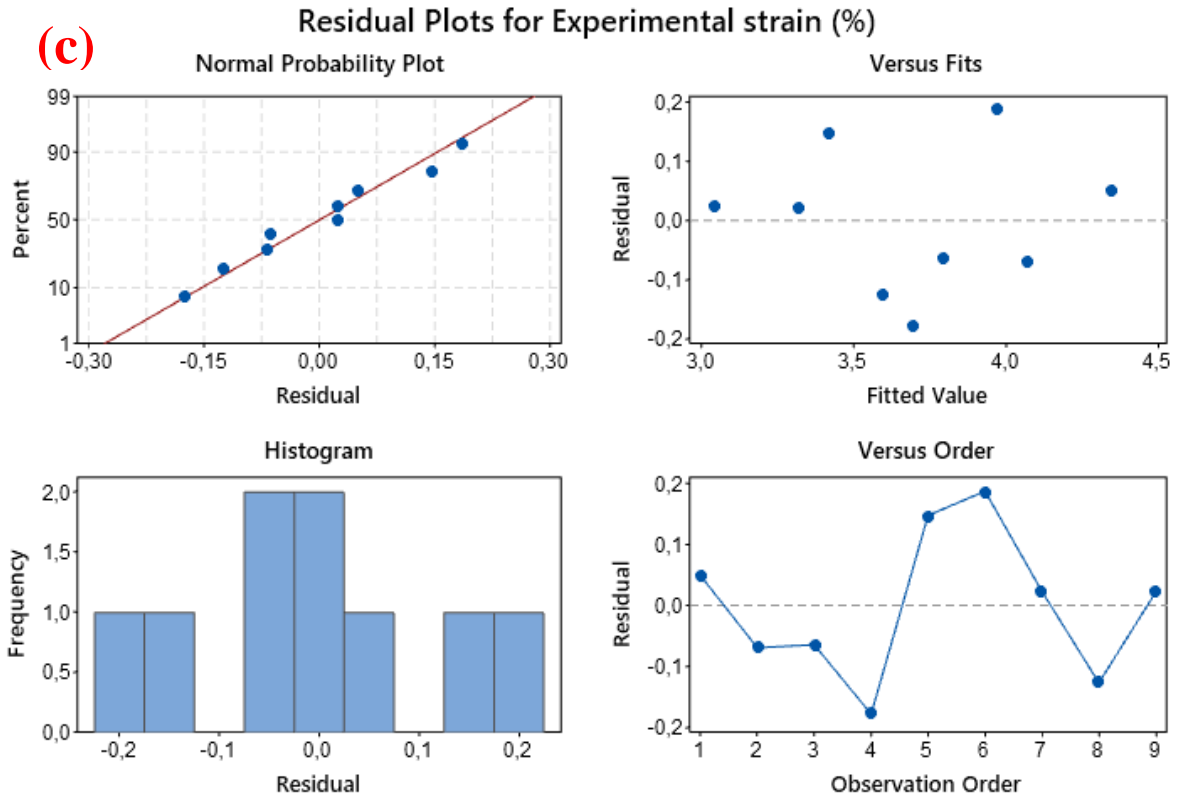
**Figure IV.6.** Probabilité entre les valeurs expérimentales et prédites de la :  
 a) contrainte en traction, b) module de Young et c) déformation en %.

La vérification de l'adaptation des modèles a été étudiée en analysant les résidus des propriétés mécaniques qui montrent les écarts entre les données observées et ceux d'ajustement prédites à l'aide des modèles de régression réduits (Figure IV.7). Ces modèles sont représentés par les courbes de probabilité normale (Percent-Residual), graphe d'ajustements (Residual-Fitted Value), histogramme (Frequency-Residual) et diagramme de l'ordre (Residual-observation Order).

Dans notre cas les courbes de probabilité normale montrent que les points résiduels se trouvent sur la ligne du graphe de probabilité normale ou très proche d'elle (Figures IV.7a, IV.7b et IV.7c). En revanche, les graphes versus fits d'ajustements indiquent des dispersions aléatoires des résidus, puis des histogrammes ont été présentés sous la forme de diagrammes à barres qui prend la forme d'une cloche, et enfin les courbes de l'ordre révèlent que l'ensemble des valeurs d'observation ne sont pas du tout liées avec leurs résidus.

La valeur la plus élevée des résidus a été observée pour la contrainte, suivie du module de Young et enfin de la déformation et elles sont respectivement du deuxième, cinquième et sixième ordre. Par conséquent, l'analyse des résidus des modèles réduits de régression développés sont jugés très satisfaisants.





**Figure IV.7.** Courbes des résidus pour la :  
 a) contrainte, b) module de Young et c) déformation.

Le tableau IV.7 montre une comparaison entre les valeurs expérimentales et celles prédites à partir des modèles de régressions réduits développés pour des essais de traction des folioles de palmiers dattier.

Les résultats prédits par la méthode Taguchi sont en très bonne concordance avec ceux obtenus expérimentalement car les écarts maximaux entre les deux valeurs sont de l'ordre de 2,59%, 0,24% et 4,81% respectivement pour la contrainte, le module de Young et la déformation. En d'autres termes, la méthode de Taguchi a fourni une très bonne prédiction des propriétés mécaniques en fonction des deux facteurs à savoir la longueur entre les mors et la position de la fibre.

**Tableau IV.7.** Comparaison entre les valeurs expérimentales et prédites des propriétés mécaniques des folioles.

Contrainte (MPa)		Erreur (%)	Module de Young (GPa)		Erreur (%)	Déformation (%)		Erreur (%)
Expérimentale	Prédite		Expérimentale	Prédite		Expérimentale	Prédite	
252.5 ± 36,1	248,07	1,78	6,75 ± 1,54	6,74	0,14	4,40 ± 1,35	4,35	1,14
229,5 ± 26,8	235,57	2,59	6,79 ± 1,09	6,79	0,00	4,00 ± 0,61	4,07	1,71
223,4 ± 30,8	223,07	0,15	6,83 ± 1,10	6,84	0,14	3,73 ± 1,11	3,79	1,58
220,8 ± 34,3	218,23	1,19	6,75 ± 0,38	6,75	0,00	3,52 ± 0,08	3,69	4,60
207,4 ± 13,0	205,73	0,82	6,81 ± 0,72	6,79	0,29	3,57 ± 0,34	3,41	4,69
229,0 ± 40,4	230,73	0,76	6,70 ± 3,48	6,70	0,00	4,16 ± 0,24	3,97	4,78
189,5 ± 24,4	188,39	0,56	6,74 ± 0,83	6,75	0,14	3,06 ± 0,41	3,04	0,65
213,9 ± 39,3	213,39	0,22	6,65 ± 2,01	6,65	0,00	3,47 ± 0,74	3,59	3,34
198,0 ± 5,5	200,89	1,43	6,70 ± 0,60	6,70	0,00	3,34 ± 0,28	3,31	0,90

Les graphes de réponse de surface décrivent la variation des propriétés mécaniques en fonction de deux facteurs : la longueur entre les mors et la position de la fibre avec une vitesse de chargement prise constante égale à 1 mm/min (Figure IV.8).

La variation de la valeur de la longueur entre les mors de 40 mm à 20 mm et en passant de la position 3 à la position 1 conduit à une amélioration de la contrainte, du module de Young et de la déformation avec les augmentations respectives de 31 %, 3 % et 38,5 % (Figures 8a, 8b et 8c). Il a été constaté aussi que les propriétés mécaniques maximales sont trouvées à une longueur entre les mors de 20 mm pour la position 1 de la fibre.

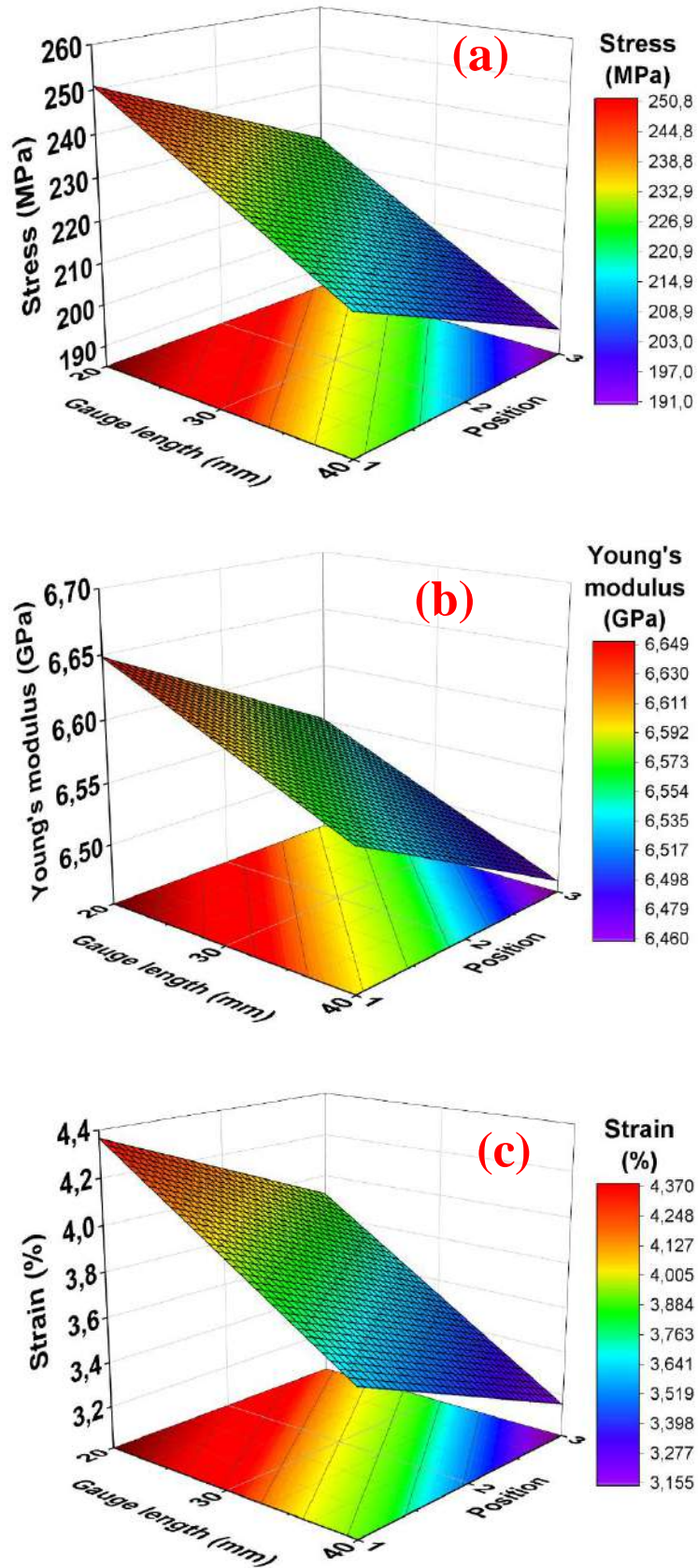


Figure IV.8. Graphes de réponse de surface 3D à la vitesse de chargement 1 mm/min pour la : a) contrainte, b) module de Young, c) déformation.

### IV.5 Analyse comparative statistique en traction

Les fibres végétales sont difficiles à étudier car elles se caractérisent par de fortes dispersions de leurs propriétés mécaniques, d'où la nécessité de l'utilisation de méthodes statistiques pour relever ce handicap. La raison pour laquelle une analyse statistique comparative en traction a été menée pour deux types de fibres de folioles de palmier : dattier et washingtonia (FFPD et FFPW).

Les essais de traction ont été menés, dans les mêmes conditions, pour les deux types de fibres : FFPD et FFPW pour les trois parties (Bas, Milieu et Haut). Les courbes contrainte-déformation types pour les différentes parties, se comportent de manière linéaire jusqu'à la rupture brutale (Figure IV.9). Les résultats obtenus montrent que la partie supérieure (Haut) de la foliole possède les meilleures propriétés en traction et celles des FFPD sont largement meilleures que celles des FFPW, car leurs valeurs moyennes de la contrainte à la traction, de la déformation et du module de Young sont plus grandes respectivement de 161,65%, 44,30% et 81,31%.

Les dispersions enregistrées pour les FFPD et les FFPW peuvent être essentiellement liées à plusieurs facteurs, à savoir : les caractéristiques de l'environnement de la plante ainsi que sa maturité, les paramètres des conditions d'essai et les mesures de la section transversale des fibres.

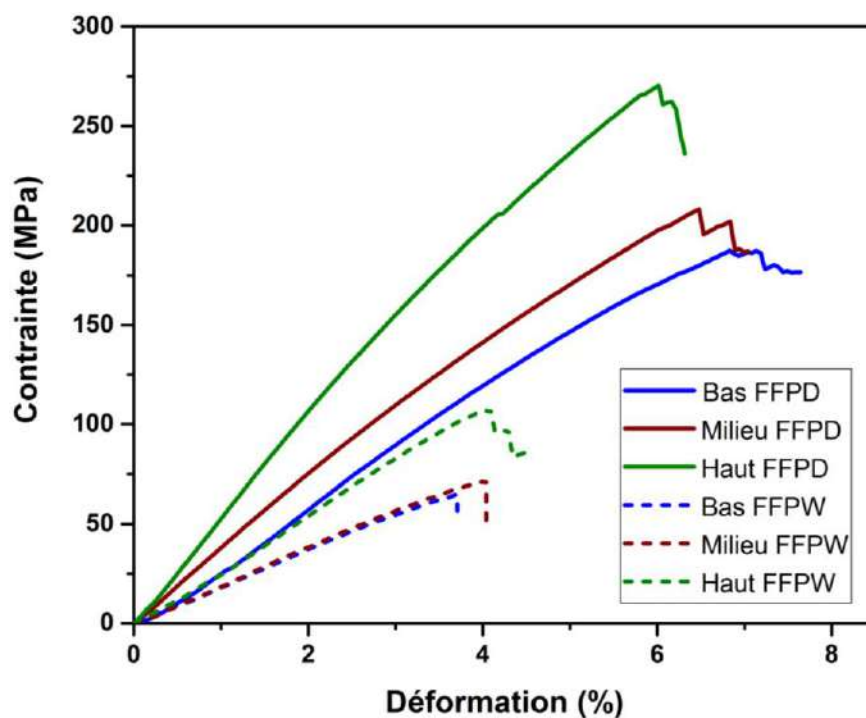


Figure IV.9. Courbes représentatives contrainte/déformation pour les FFPD et FFPW.



Il a été jugé nécessaire d'utiliser une approche statistique pour estimer les propriétés en traction et les résultats expérimentaux obtenus par caractérisation mécanique ont été analysés statiquement en employant plusieurs fonctions de distributions. La distribution de Weibull à deux et trois paramètres, une méthode largement utilisée pour analyser les propriétés mécaniques des fibres naturelles, d'autres fonctions sont ajoutées pour la comparaison, l'évaluation et l'ajustement des propriétés mécaniques de la fibre, des données des essais pour les 25 essais analysés avec un niveau de confiance de 95%.

Le tableau IV.8 récapitule les résultats expérimentaux, avec une longueur entre les mors de 20 mm, et ceux estimés par les différentes méthodes statistiques. Les résultats obtenus pour les fibres FFPD et les FFPW des positions hautes sont respectivement  $304,15 \pm 34,83$  MPa et  $116,24 \pm 29,67$  MPa pour la contrainte à la traction,  $5,53 \pm 0,15$  GPa et  $3,95 \pm 0,47$  GPa pour le module d'Young et  $5,53 \pm 0,15\%$  et  $3,05 \pm 0,59\%$  pour la déformation à la rupture. Ces valeurs expérimentales sont similaires de celles obtenues par les fonctions de distribution proposées (Figure IV.10).

La distribution de Weibull à trois paramètres donne les meilleurs résultats pour les valeurs des coefficients de corrélation R Squared pour les fibres FFPD et FFPW respectivement égales à 98,66% et 98,42% pour la contrainte à la traction, 98,60% et 96,69% pour le module de Young et 99,25% et 98,91% pour la déformation.

De plus, la valeur de  $(304,15 \pm 34,83)$  MPa de la contrainte à la traction obtenue pour la position haute de la fibre FFPD était supérieure à celle rapportée pour la fibre de Kenaf (215 MPa) [144], la fibre de hemp ( $286 \pm 31$ ) MPa et inférieure pour la fibre de sisal ( $342 \pm 33$ ) MPa [145]. En revanche, la valeur de  $(116,24 \pm 29,67)$  MPa trouvée pour la fibre FFPW était pratiquement similaire aux valeurs rapportées pour les fibres des bras de grappes de palmier dattier ( $117 \pm 35$ ) MPa [146], et celle de Barassur (118 MPa) [147] et légèrement plus élevée par rapport à la fibre de *Juncus effusus* L. ( $113 \pm 36$ ) MPa [148].

Il est important aussi de noter que l'analyse des résultats obtenus ont explicitement démontré que les propriétés de traction des folioles sont particulièrement influencées par la position de la fibre (haute, milieu et basse), la structure morphologique et que la présence des vides principaux réduit leurs propriétés mécaniques.

Tableau IV.8. Récapitulatif des données expérimentales et statistiques avec longueur entre les mors 20 mm.

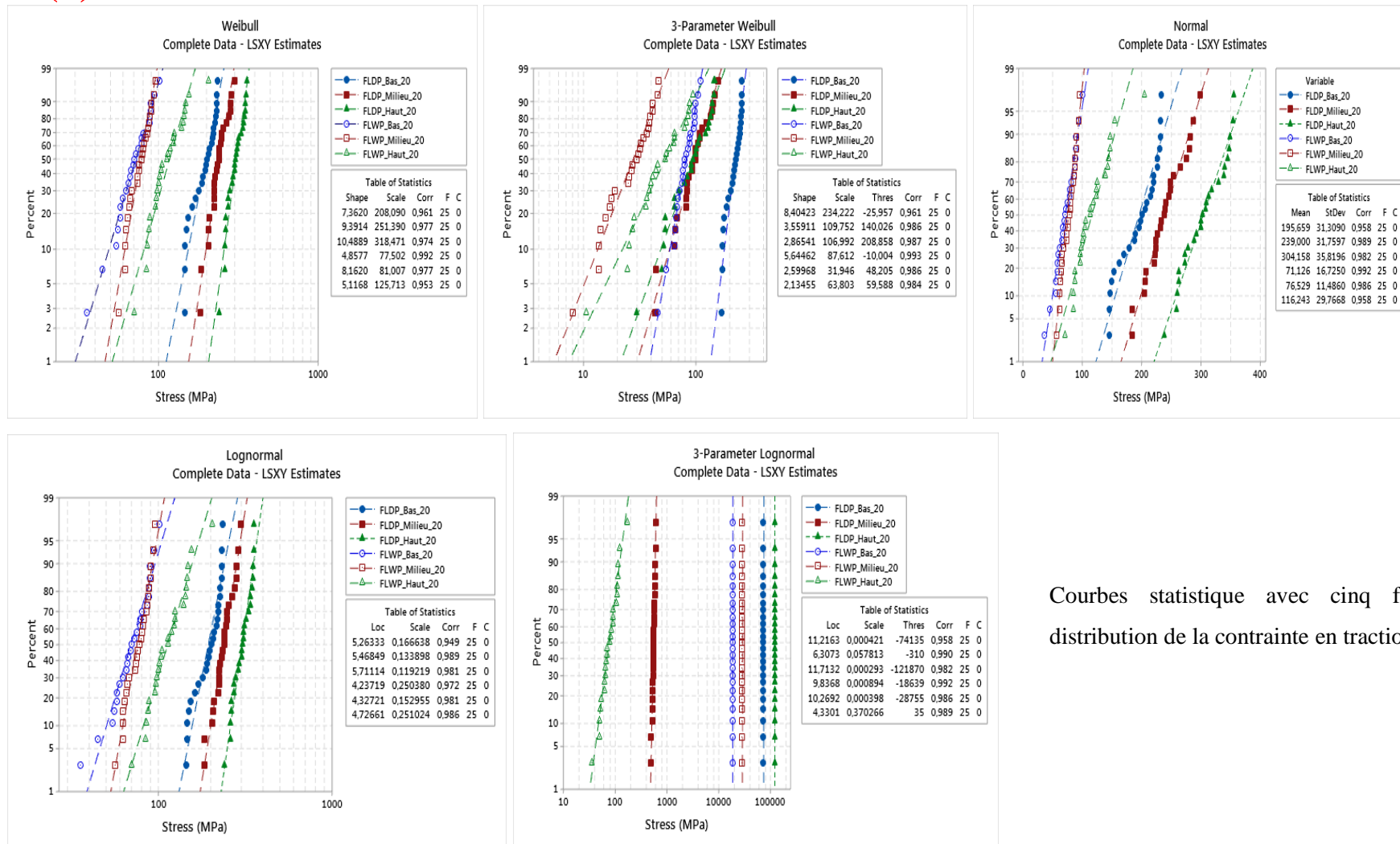
Propriétés en traction		Palmier dattier			Palmier washingtonia			
		Position			Position			
		Haut	Milieu	Bas	Haut	Milieu	Bas	
Résultats expérimentaux	Contrainte (MPa)	<b>304,15 ± 34,83</b>	239,00 ± 30,65	195,65 ± 31,19	<b>116,24 ± 29,67</b>	76,52 ± 11,12	71,12 ± 16,10	
	Déformation (%)	<b>5,70 ± 0,42</b>	5,54 ± 0,55	6,30 ± 0,50	<b>3,95 ± 0,47</b>	3,57 ± 0,47	3,87 ± 0,91	
	Module de Young (GPa)	<b>5,53 ± 0,15</b>	4,94 ± 0,54	3,85 ± 0,65	<b>3,05 ± 0,59</b>	2,15 ± 0,23	2,02 ± 0,17	
Fonctions de distribution	Weibull à 2 Pts	Contrainte (MPa)	303,58 ± 34,91	238,51 ± 30,44	195,16 ± 31,28	115,58 ± 25,92	76,36 ± 11,11	71,04 ± 16,70
		R <sup>2</sup> (%)	97,44	97,68	96,11	95,35	97,67	99,25
		Déformation (%)	5,70 ± 0,44	5,53 ± 0,52	6,30 ± 0,51	3,95 ± 0,47	3,56 ± 0,48	3,87 ± 0,91
		R <sup>2</sup> (%)	99,22	94,46	96,84	96,86	98,35	99,16
		Module de Young (GPa)	5,52 ± 0,78	4,93 ± 0,53	3,84 ± 0,65	3,03 ± 0,51	2,15 ± 0,23	2,02 ± 0,18
		R <sup>2</sup> (%)	97,12	96,80	98,28	92,69	98,41	99,15
	Weibull à 3 Pts	Contrainte (MPa)	<b>304,21 ± 36,11</b>	238,86 ± 30,81	195,14 ± 31,32	<b>116,09 ± 27,85</b>	76,58 ± 11,72	70,99 ± 16,60
		R <sup>2</sup> (%)	<b>98,66</b>	98,61	96,11	<b>98,42</b>	98,56	99,28
		Déformation (%)	<b>5,70 ± 0,43</b>	5,55 ± 0,61	6,30 ± 0,51	<b>3,96 ± 0,50</b>	3,56 ± 0,48	3,87 ± 0,92
		R <sup>2</sup> (%)	<b>99,25</b>	98,68	97,08	<b>98,91</b>	98,36	99,26
		Module de Young (GPa)	<b>5,55 ± 0,86</b>	4,94 ± 0,55	3,85 ± 0,68	<b>3,04 ± 0,53</b>	2,15 ± 0,23	2,02 ± 0,18
		R <sup>2</sup> (%)	<b>98,60</b>	98,38	98,96	<b>96,69</b>	98,42	99,16
	Normal	Contrainte (MPa)	304,15 ± 35,81	239,00 ± 31,75	195,65 ± 31,30	116,24 ± 29,76	76,52 ± 11,48	71,12 ± 16,72
		R <sup>2</sup> (%)	98,19	98,91	95,84	95,78	98,56	99,17
		Déformation (%)	5,70 ± 0,43	5,54 ± 0,56	6,30 ± 0,51	3,95 ± 0,49	3,57 ± 0,48	3,87 ± 0,95
		R <sup>2</sup> (%)	98,94	98,05	97,17	98,44	98,27	99,19
		Module de Young (GPa)	5,53 ± 0,80	4,94 ± 0,56	3,85 ± 0,67	3,05 ± 0,59	2,15 ± 0,23	2,02 ± 0,17
		R <sup>2</sup> (%)	98,20	98,47	98,64	94,74	98,34	98,02
	Lognormal	Contrainte (MPa)	304,37 ± 36,41	239,23 ± 32,17	195,82 ± 32,85	116,52 ± 29,71	76,62 ± 11,78	71,41 ± 18,16
		R <sup>2</sup> (%)	98,07	98,86	94,90	98,57	98,13	97,15
Déformation (%)		5,70 ± 0,44	5,54 ± 0,56	6,31 ± 0,52	3,96 ± 0,49	3,57 ± 0,50	3,89 ± 1,01	

**Chapitre IV** *Analyse statistique du comportement mécanique des fibres de foliole de palmier dattier*

		R <sup>2</sup> (%)	98,26	98,44	96,69	98,62	97,30	98,43
		Module de Young (GPa)	5,54 ± 0,82	4,94 ± 0,56	3,85 ± 0,69	3,05 ± 0,58	2,15 ± 0,24	2,02 ± 0,18
		R <sup>2</sup> (%)	97,95	98,58	98,20	97,27	97,17	97,31
	Lognormal 3Pts	Contrainte (MPa)	304,15 ± 35,81	239,09 ± 31,79	195,66 ± 31,31	116,82 ± 31,18	76,52 ± 11,48	71,12 ± 16,72
		R <sup>2</sup> (%)	98,19	98,96	95,84	98,89	98,56	99,17
		Déformation (%)	5,70 ± 0,43	5,55 ± 0,59	6,30 ± 0,51	3,96 ± 0,49	3,57 ± 0,48	3,88 ± 0,95
		R <sup>2</sup> (%)	98,94	98,74	97,17	98,62	98,27	99,31
		Module de Young (GPa)	5,53 ± 0,80	4,94 ± 0,56	3,85 ± 0,67	3,06 ± 0,60	2,15 ± 0,23	2,02 ± 0,17
		R <sup>2</sup> (%)	98,20	98,59	98,64	98,04	98,34	98,02

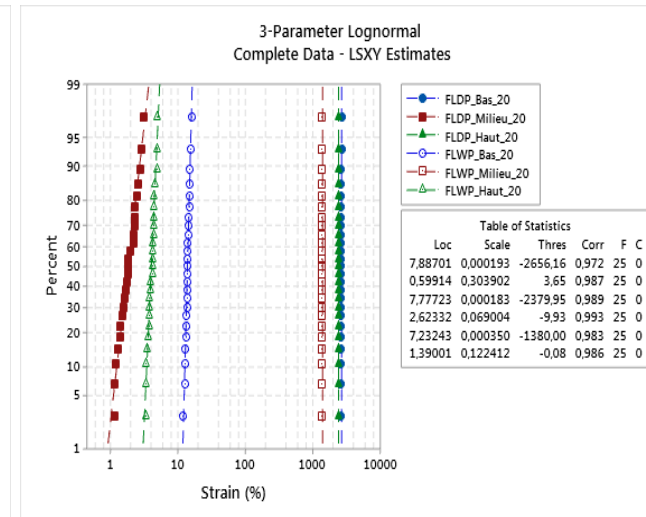
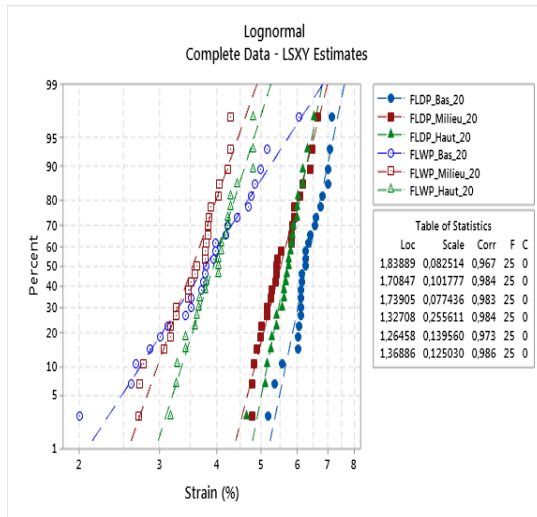
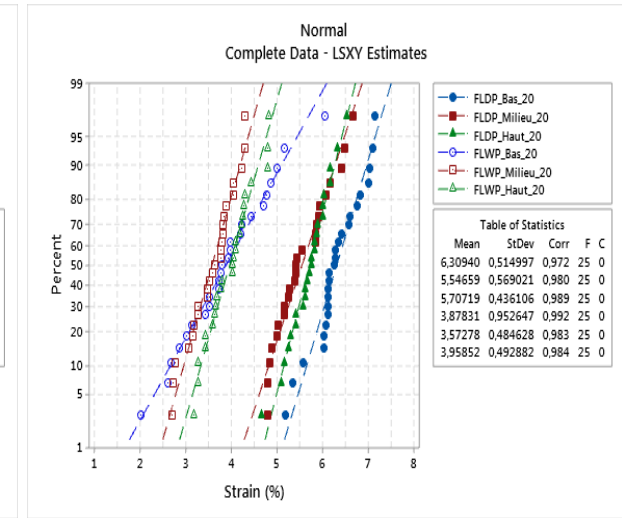
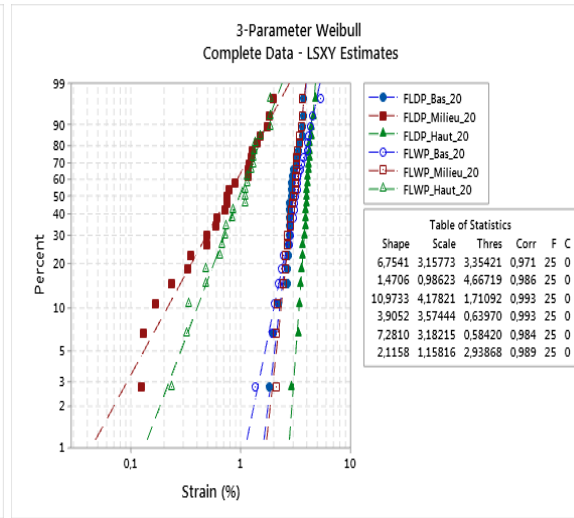
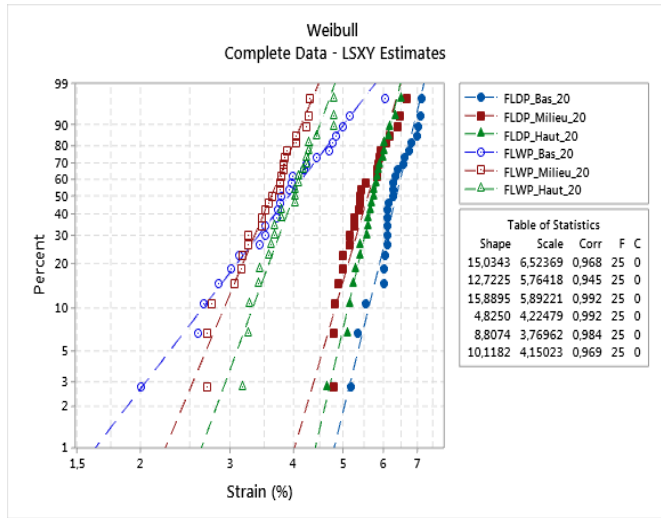
Chapitre IV Analyse statistique du comportement mécanique des fibres de foliole de palmier dattier

(a)



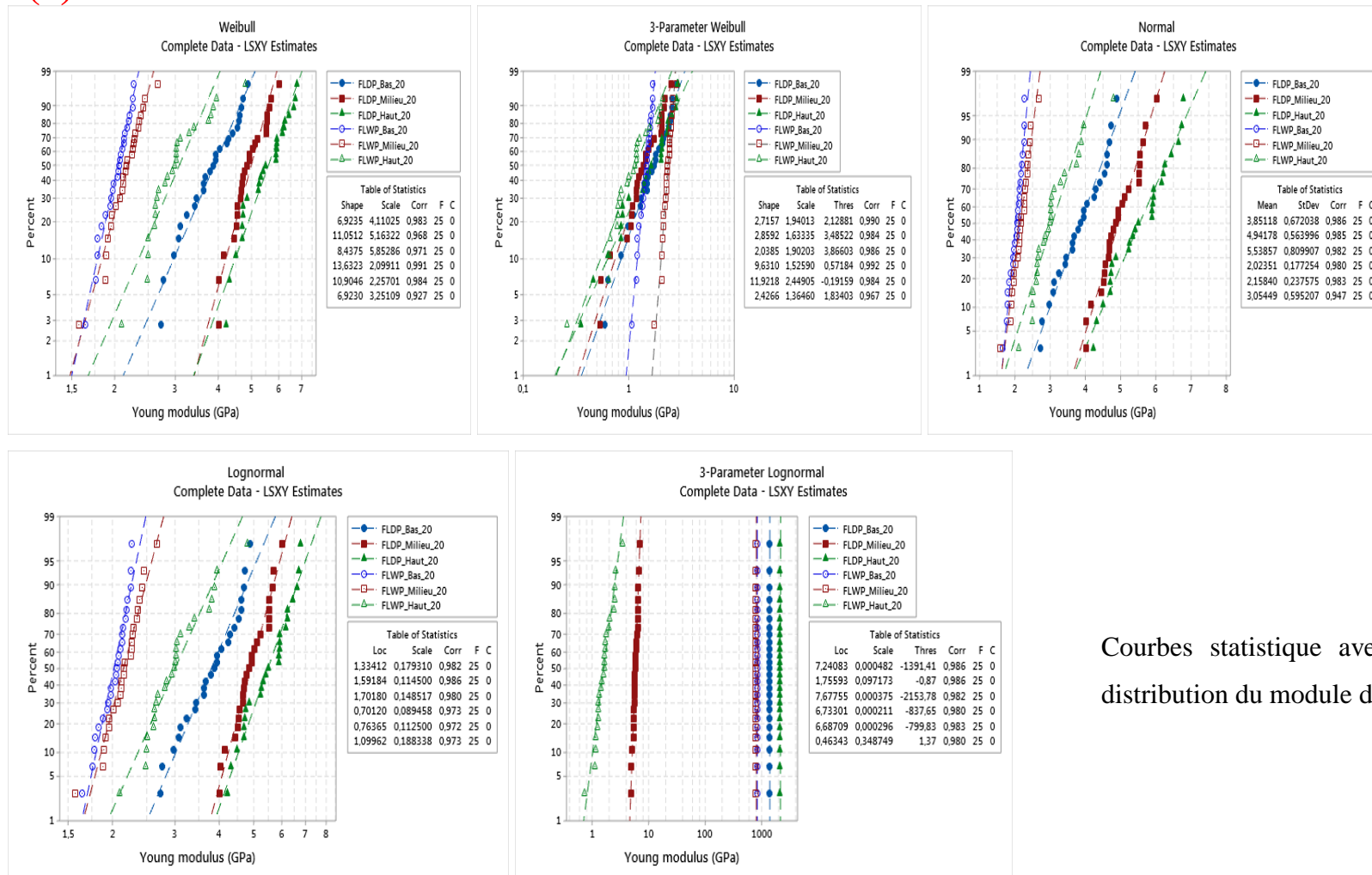
Courbes statistique avec cinq fonction de distribution de la contrainte en traction.

(b)



Courbes statistique avec cinq fonction de distribution de la déformation

(c)



Courbes statistique avec cinq fonction de distribution du module de Young

Figure IV.10. Courbes statistique avec cinq fonction de distribution (Haut, Milieu, Bas) pour les FFPD et FFPW : a) la contrainte à la traction, b) la déformation à la rupture, c) le module de Young.

## **IV.6 Conclusion**

Dans ce chapitre un plan d'expériences avec la méthode de Taguchi a été effectué afin de déterminer l'influence de différents facteurs (la longueur entre les mors, la vitesse d'essai et la position de la fibre) sur les propriétés en traction des folioles de palmier dattier variété Elghars. À partir des résultats obtenus les points les plus importantes peuvent être comme suit :

- L'analyse des résultats du plan de Taguchi a montré que la longueur entre les mors est le facteur qui possède la plus forte influence sur les propriétés en traction, suivie par la position de la fibre, alors que la vitesse de l'essai n'a pratiquement pas d'effet significatif.

- L'analyse de la variance ANOVA permet l'établissement de modèles linéaire significatif avec des coefficients de détermination  $R^2$ ,  $R^2$  ajustés et  $R^2$  prédites très élevés conduisant à l'estimation des propriétés moyennes des folioles sollicitées en traction.

- Les conditions optimales des propriétés en traction sont la longueur entre les mors 20 mm, la position 1 de la fibre (haute) et la vitesse de test de 1 mm/min, permettent d'avoir les valeurs de la contrainte, du module d'Young et de la déformation respectivement égale à 252,49 MPa, 6,75 GPa et 4,40 %. Ces valeurs sont bien situées dans la plage de plusieurs autres fibres naturelles reportées dans la littérature.

- Les propriétés mécaniques résultant des essais statiques ont montrées que la partie supérieure (haute) des folioles possèdent les meilleures propriétés en traction. De plus, la contrainte à la traction, le module de Young et la déformation des FFPD sont largement supérieures respectivement de 161,65%, 44,30% et 81,31% par rapport à celles des FFPW.

- L'analyse des résultats statistiques des essais de traction a montré que les propriétés mécaniques évaluée par la fonction de distribution de Weibull à trois paramètres permettent d'avoir de bonnes valeurs d'approximations très proche de celle obtenues expérimentalement.

- Les propriétés mécaniques obtenues sont similaires globalement à d'autres fibres végétales et également à toutes les fibres de palmier dattier existant dans la littérature. Par conséquent, les fibres de foliole de FFPD et FFPW étudiées présentent un grand potentiel d'utilisation en tant que renfort pour des biocomposites pouvant ainsi trouver plusieurs applications dans divers domaines industrielles.

## Chapitre V

# Caractérisation mécanique des biocomposites

### **V.1 Introduction**

Les propriétés mécaniques d'un composite peuvent être déterminé à partir d'une étude mécanique et d'une connaissance des caractéristiques de ces deux constituants de base : renforts en foliole et en cordon tressé de fibre de palmier dattier et matrice GreenPoxy. Dans ce chapitre, les résultats obtenus des différents tests mécaniques effectués dans le cadre de cette étude sont présentés et discutés. L'évaluation des caractéristiques mécaniques des biocomposites en stratifiés et cordons tressés ont été caractérisée en flexion. Les propriétés en flexion de la résine GreenPoxy pure a été également identifiées. Enfin une étude viscoélastique a été réalisée sur des échantillons similaires à ceux de la flexion statique pour comprendre le comportement mécanique des biocomposites élaborés

### **V.2 Caractérisation des biocomposites en flexion**

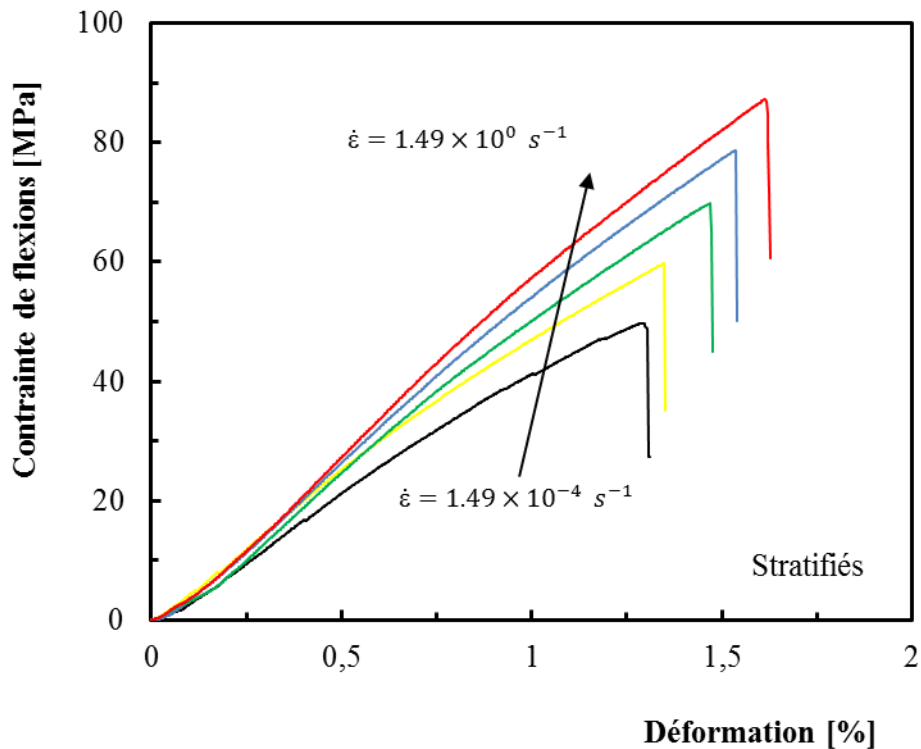
#### **V.2.1 Sensibilité à la vitesse de déformation des matériaux composites**

Pour étudier l'effet de la vitesse de déformation sur les propriétés en flexion cinq éprouvettes de chaque type de biocomposites stratifiés et en cordons tressés ont été testées en flexion jusqu'à la rupture. Les courbes de contrainte de flexion nominale en fonction de la déformation en flexion sont présentés sur la figure V.1 et V.2 avec les cinq vitesses de



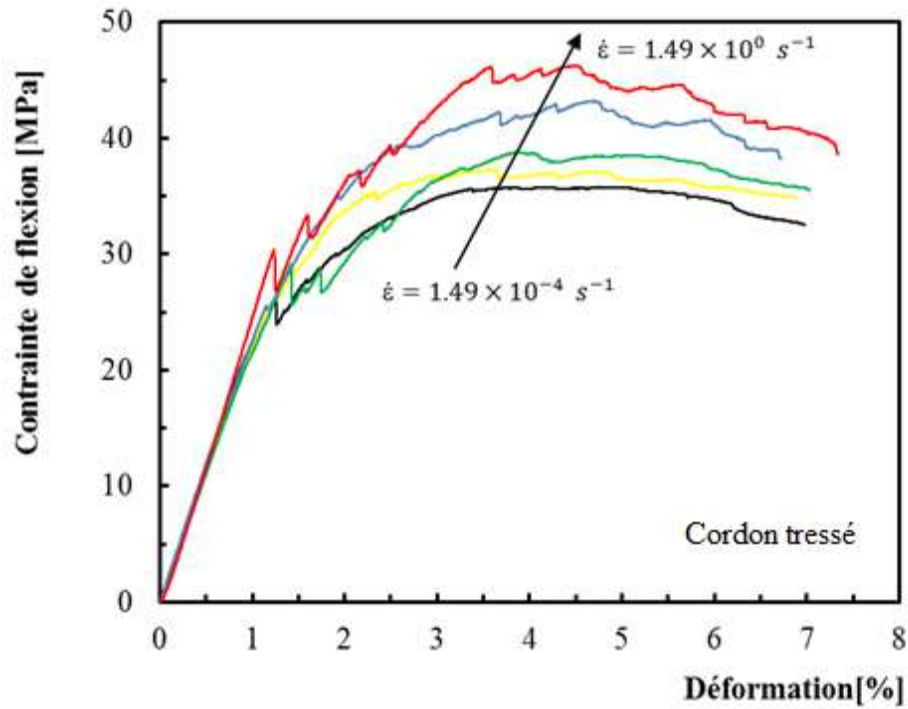
déplacement de 0,02, 0,2, 2, 20 et 200 mm/min ont été utilisés, ce qui correspond aux taux de déformation  $\dot{\epsilon}$  respectives de  $1,49 \times 10^{-4}$ ,  $1,49 \times 10^{-3}$ ,  $1,49 \times 10^{-2}$ ,  $1,49 \times 10^{-1}$ ,  $1,49 \times 10^0$

La figure V. 1 montre les courbes typiques de tous les taux de déformation avec le premier type de biocomposite, le comportement de la contrainte de flexion en fonction de la déformation est présenté par une zone quasi linéaire jusqu'à la rupture brutale (figure V.1), avec une variation significative de la contrainte maximale entre les cinq taux de déformation.



**Figure V.1.** Courbes typiques contrainte-déformation des biocomposites stratifiés.

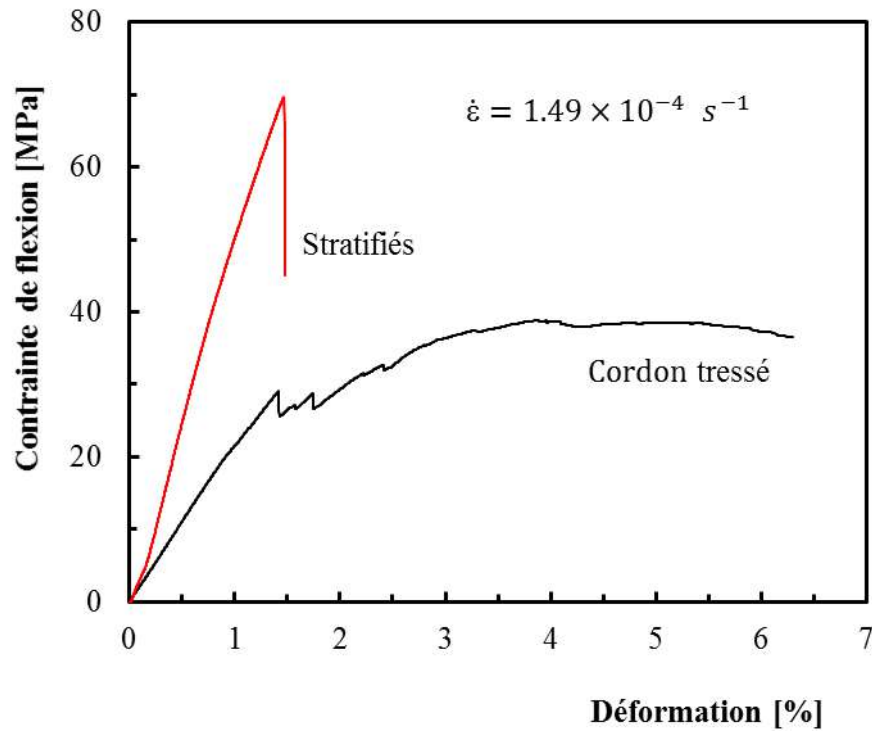
Tandis que pour le deuxième type de biocomposite (figure V.2), il est possible d'observer une augmentation linéaire de la contrainte de flexion avec la déformation, suivie d'un comportement non linéaire dans lequel la contrainte de flexion maximale est atteinte, avec une variation remarquable de la contrainte maximale entre les cinq vitesses de déformation.



**Figure V.2.** Courbes typiques contrainte-déformation des biocomposites en cordon tressés.

La figure V.3 montre les courbes typiques contrainte-déformation entre le biocomposite stratifié et le biocomposite cordon tressé à la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 1,49 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  qui correspond à la vitesse de chargement de 0,02 mm/min, qui présentent deux aspects différents.

Pour les biocomposites stratifiés, la contrainte de flexion est d'environ 69,76 MPa et lorsque les folioles de palmier dattier sont tressées cette valeur diminue de 80,39% (38,67 MPa). Enfin, pour les deux types biocomposites, les échantillons en stratifiés favorise des contraintes de flexion maximales plus élevé comparativement aux échantillons en cordons tressés.



**Figure V.3.** Courbes typiques Contrainte-déformation entre les deux types de biocomposites avec la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 1,49 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Indépendamment du matériau, les vitesses de déformation plus élevées favorisent des contraintes de flexion maximales plus élevées. En termes de biocomposites en stratifiés, la contrainte de flexion maximale augmente de 48,35 MPa à  $1,49 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  jusqu'à 85,52 MPa à la vitesse  $1,49 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$ , ce qui représente une augmentation d'environ 76,87 % (figure V.4a). Par contre pour le biocomposite en cordon tressé les valeurs de la contrainte sont de 32,40 MPa et 43,42 MPa ce qui représente une augmentation d'environ 34,01 % (Figure V.4a).

Pour le module de Young en flexion ces valeurs sont d'environ 37,62 % et 17,13 %, respectivement pour les biocomposites en stratifiés et en cordons tressés, comme le montre la figure 4b.

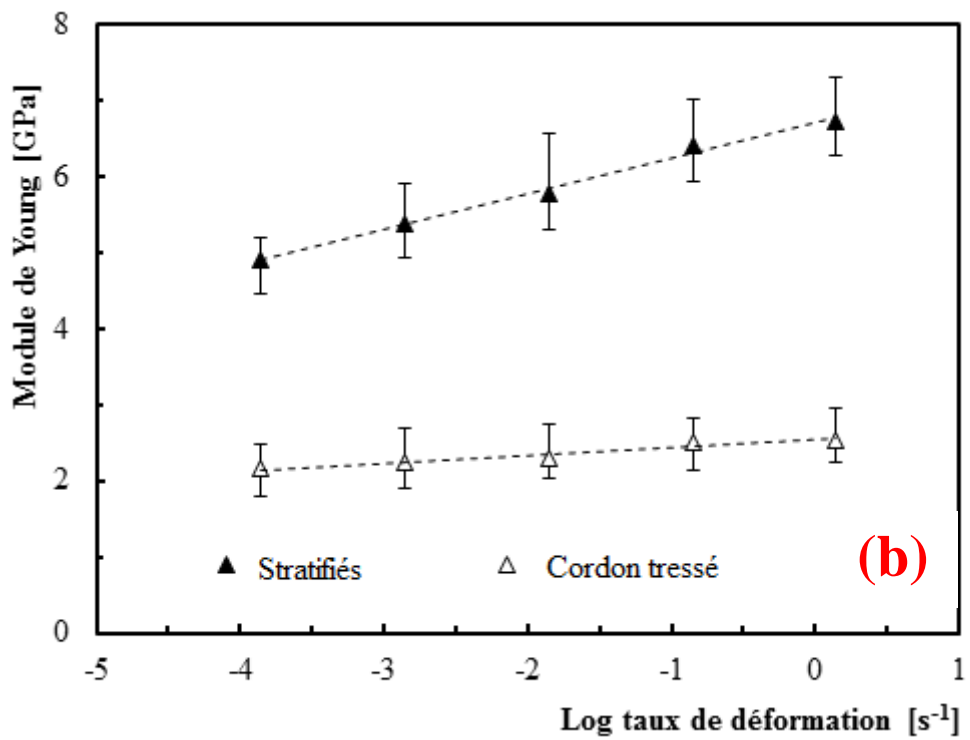
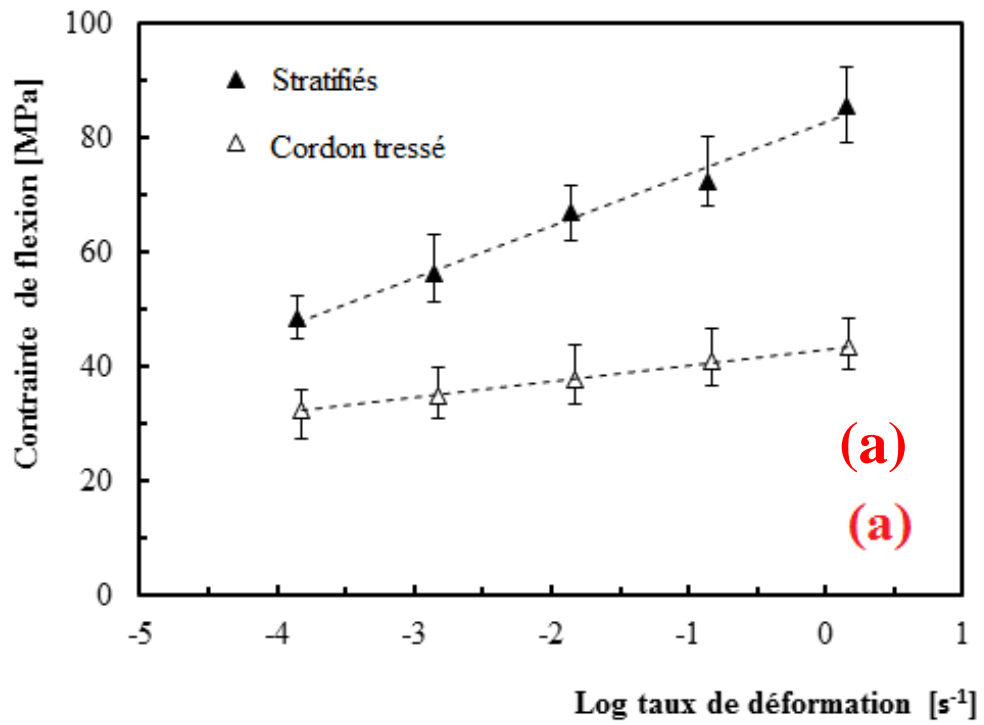


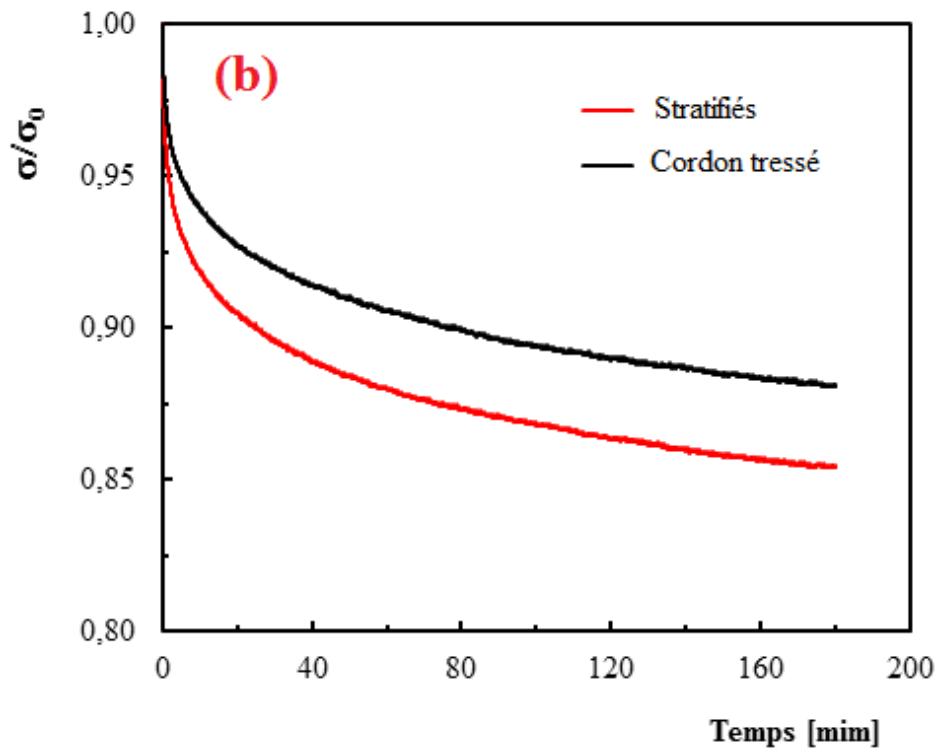
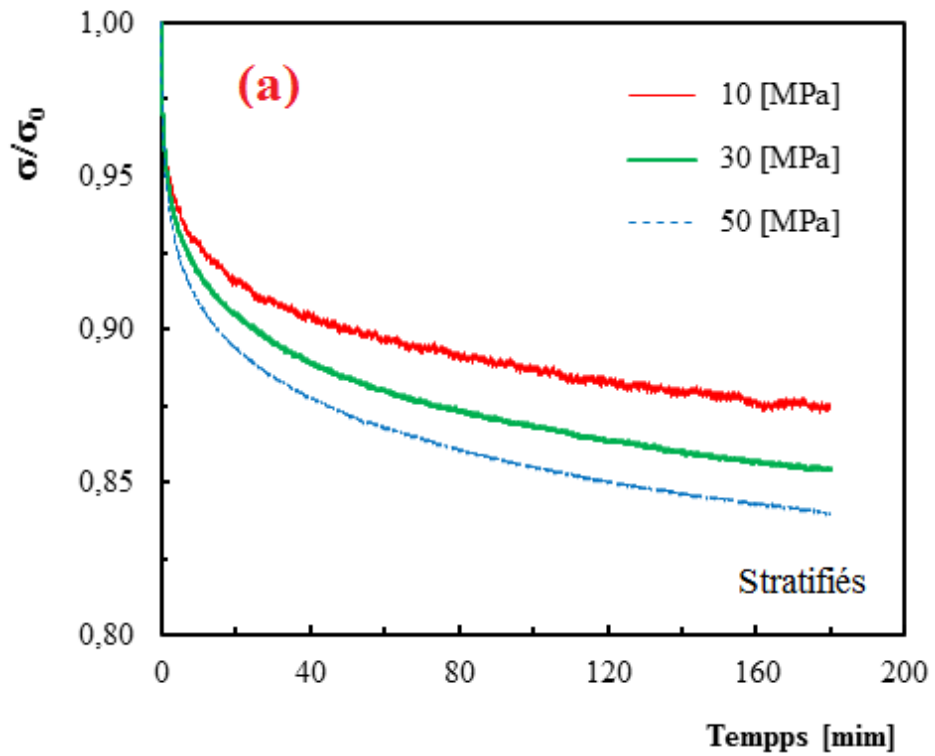
Figure V.4. Effet de la vitesse de déformation sur les deux types de biocomposites a) contrainte de flexion ; b) module de Young.

### V.3 Comportement viscoélastique des biocomposites

En termes de relaxation des contraintes, la figure V.5 montre les courbes typiques obtenues pour les biocomposites stratifiés et en cordons tressés de fibres de foliole de palmier dattier avec les trois niveaux. Cette figure représente la contrainte de flexion moyenne en fonction du temps, où  $\sigma$  est la contrainte de flexion à un moment donné du test et  $\sigma_0$  est la contrainte de flexion initiale. Ces résultats sont représentatifs du comportement de relaxation des contraintes pour toutes les conditions analysées.

La figure V.5a montre la sensibilité du biocomposite stratifiés à différentes valeurs de déformation. Dans ce cas, des déformations correspondant à des contraintes de 28,32%, 57% et 85,66% de la contrainte de flexion maximale ont été considérées. Alors que la contrainte a diminué après 180 min d'environ 12,6 %, 14,6% et 16,0% respectivement pour 10 MPa, 30 MPa et 50 MPa.

A titre d'exemple, la comparaison de l'évolution de  $\sigma/\sigma_0$  en fonction du temps, pour la contrainte de 30 MPa, des biocomposite en stratifiés en cordons tressés révèle que la courbe du est dernier au-dessus du premier ce qui signifie que le dernier résiste mieux à la relaxation. En effet, après 180 min de chargement le rapport  $\sigma/\sigma_0$  diminue de 12,0 % pour le dernier et 14,6 pour le premier (Figure V.5b).

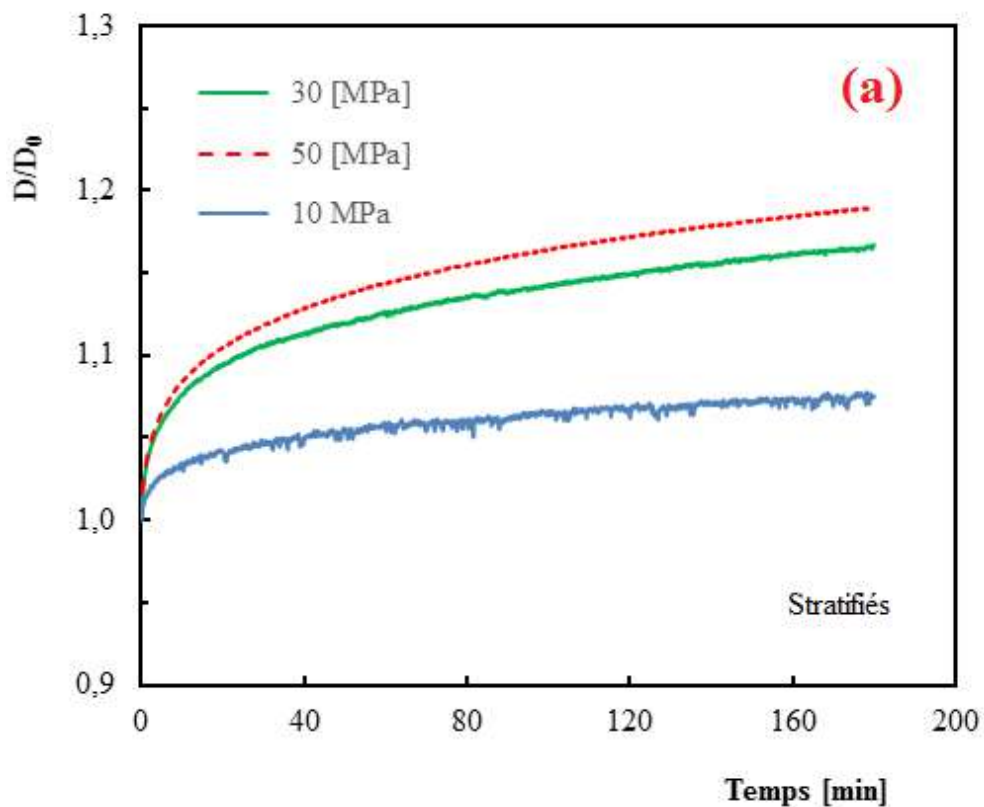


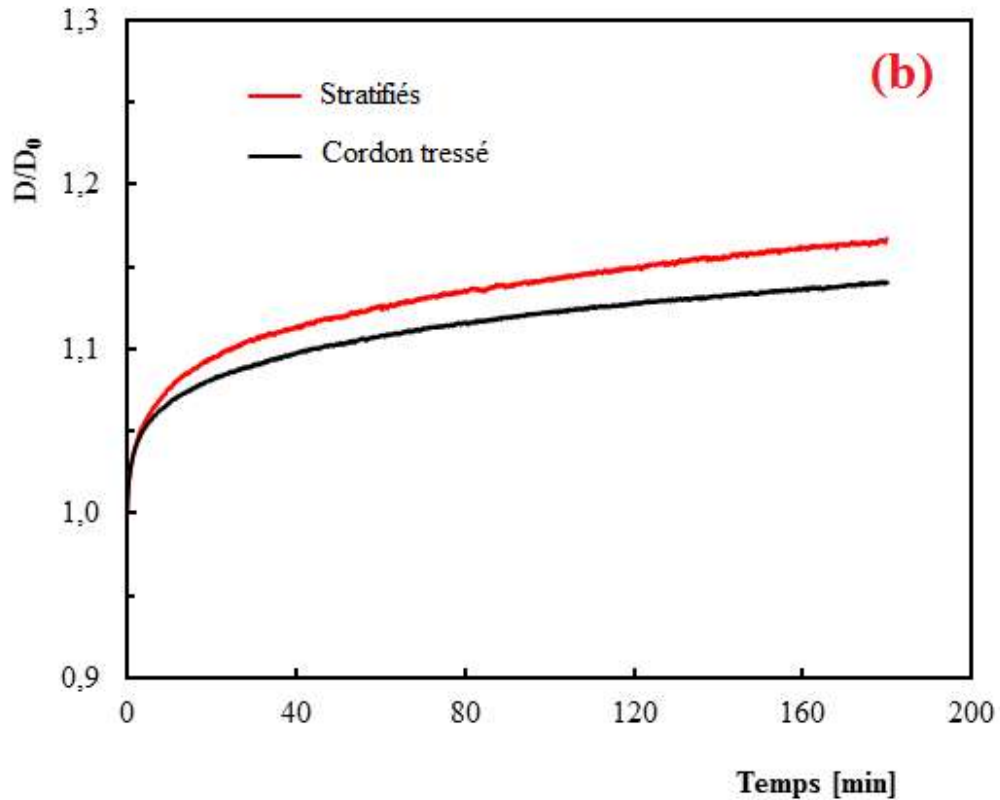
**Figure V.5.** Courbes relaxation des contraintes pour : a) biocomposites stratifiés avec les trois niveaux de déplacements ; b) les deux types de biocomposites avec un niveau de déplacement correspondant à la contrainte de 30 MPa.

## Chapitre V Caractérisation mécanique des biocomposites

La figure V.6a, représente les courbes types de réponses aux fluages en flexion où le rapport de l'évolution du déplacement moyen ( $D$ ) normalise à celui initial ( $D_0$ ) de  $D/D_0$ , en fonction du temps de chargement du biocomposite stratifié, avec les trois niveaux de chargement 10 MPa, 30 MPa et 50 MPa. Cette évolution s'effectue en deux étapes, la première où  $D/D_0$  augmente rapidement d'une manière linéaire, suivie par une zone de transition non linéaire et enfin l'augmentation devient lente jusqu'à 180 min.

De plus figure V.6b montre les courbes de fluage de deux types de biocomposites avec une contrainte de flexion de 30 MPa. Les biocomposites stratifiés présentent des  $D/D_0$  plus importantes que les biocomposites stratifiés en cordon tressé. Par exemple, après 180 min, la déformation de fluage augmente d'environ 16,4% pour les biocomposite stratifiés, alors que cette valeur est d'environ 14 % pour les biocomposites stratifiés en cordon tressé.





**Figure V.6.** Courbes de fluage pour : a) biocomposites stratifiés avec différentes valeurs de contraintes ; b) deux types de biocomposites avec une contrainte de flexion de 30 MPa.

#### V.4 Conclusion

Cette étude a analysé la sensibilité à la vitesse de déformation des biocomposites stratifiés et cordons tressés et leurs comportements viscoélastiques. Pour la variation de vitesse de déformation le premier type de biocomposites est très sensible et ont enregistré des augmentations significatives, par contre le deuxième type montre une faible sensibilité. La contrainte maximale et le module de flexion de premier type sont largement supérieurs à celle de deuxième type respectivement d'environ 96,96 % et 166 %.

D'après les essais de relaxation des contraintes, il est devenu évident que les contraintes diminuent avec le temps, mais les biocomposites stratifiés sont moins susceptible à la relaxation des contraintes. En termes de comportement au fluage, le déplacement augmente avec le temps et les contraintes de flexion plus élevées sont responsables de déplacements de fluage plus élevés. Dans ce cas le biocomposite stratifié enregistré des déplacements en fluage supérieurs à celle de cordon tressé.



## Conclusion générale

Dans un contexte actuel de plus en plus axé sur la prise en compte des impacts environnementaux, les fibres naturelles peuvent constituer une alternative intéressante aux fibres de verre. Afin de développer l'usage des composites à renfort de fibres végétales, la connaissance de leur comportement mécanique et les mécanismes d'endommagement qui y sont associés paraît indispensable. Ce travail de thèse avait pour objectif l'élaboration et la caractérisation des biocomposites à base de fibres de foliole de palmier dattier. Cette étude comprend la description des fibres de foliole de palmier dattier brutes et de leurs caractéristiques physiques chimiques et mécaniques jusqu'à l'élaboration des biomatériaux. La mise en évidence de la caractérisation a été examinée par différentes techniques d'analyses à savoir : l'observation des sections transversales et d'une vue longitudinale de la foliole à microscopes électronique à balayage (MEB), le diffractomètre à rayons X (DRX), l'analyse par transformée de fourrier (FTIR), l'analyse thermogravimétrie (ATG), la calorimétrie à balayage différentiel (DSC), et des tests d'humidité ont été menés aussi sur les folioles. De plus, la caractérisation mécanique a été réalisée au moyen d'essais de traction des folioles, et les biocomposites sous chargement en flexion monotone ont été aussi étudiés et les principales conclusions sont comme suit :

- La densité des folioles de palmier dattier est de l'ordre de  $0,79 \text{ g/cm}^3$  qui est plus faible que celle de de palmier washingtonia est peut être donc considéré parmi les densités les plus faibles par rapport aux autres fibres végétales.
- Les essais de mesures de teneur en eau ont indiqué que les folioles de palmier dattier contiennent plus de 53% d'eau à leur récolte et après une semaine de séchage à l'abri du soleil, leur pourcentage d'humidité diminue à des niveaux relativement bas entre 6 à 7 %.
- L'analyse par DRX montre que les fibres FFPD ont un indice de cristallinité légèrement supérieure (55.11%) que les WPLF (53.59%).
- Les résultats des bandes du spectre obtenus par la technique FTIR pour les FFPD et Les FFPW ont observé des pics à  $1031 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1106 \text{ cm}^{-1}$  et  $1174 \text{ cm}^{-1}$  démontrant la présence de la cellulose dans les deux fibres.

- Les micrographies électroniques à balayage dévoilent la structure morphologique et les différences existant entre les deux types de fibres FFPD et FFPW.
- les différentes phases de dégradation thermique associée à l'hémicellulose, à la cellulose et à la lignine pour les deux types de fibres ont été déterminées par les techniques TGA et DSC, et les FFPD ont une meilleure stabilité thermique par rapport aux FFPW.

Ensuite, nous avons utilisés la méthode de Taguchi pour l'optimisation des caractéristiques en traction des fibres de folioles de palmier dattier de la variété Elghars. A partir de l'analyse des résultats, les conclusions suivantes sont déduites :

- L'analyse des résultats du plan de Taguchi a montré que l'effet de facteur de la longueur entre les mors a la plus forte influence sur les propriétés en traction, suivi par le facteur position de fibre, alors que la vitesse de l'essai n'a pratiquement pas d'effet significatif.
- L'analyse de la variance permet d'établir que le modèle linéaire est significatif avec des coefficients de détermination  $R^2$ ,  $R^2$  ajustés et  $R^2$  prédites très élevés pour l'optimisation des propriétés de traction.
- Les conditions optimales des propriétés en traction sont la longueur entre les mors 20 mm, la position 1 de la fibre (Haute) et la vitesse de l'essai 1 mm/min, permettent d'avoir les valeurs de la contrainte, le module d'Young et la déformation respectivement de 252,49 MPa, 6,75 GPa et 4,40 %.

Au vu des dispersions observées des résultats expérimentaux obtenus, une étude statistique basée sur plusieurs fonctions de distributions a été menée pour apporter une estimation probable du comportement des fibres de foliole de palmier dattier et comparée à celle de foliole de palmier washingtonia.

- Les propriétés mécaniques résultant des essais statiques ont montrées que la partie supérieure (Haute) de la foliole possède les meilleures propriétés en traction et aussi les FFPD sont largement meilleures que celles des FFPW, où les valeurs moyennes de la contrainte à la traction, de la déformation et du module de Young est plus grande respectivement de 161.65%, 44.30% et 81.31%.
- L'analyse des résultats statistiques des essais de traction a montré que les propriétés mécaniques évaluées par la fonction de distribution de Weibull à trois paramètres permettent d'avoir de bonnes valeurs d'approximations très proche de celle obtenues expérimentalement.

- Les propriétés mécaniques obtenues sont similaires globalement à d'autres fibres végétales et également à toutes les fibres de palmier dattier existant dans la littérature.

Enfin, nous avons adopté la technique dite moulage du sac pour l'élaboration des plaques biocomposites des fibres de foliole de palmier dattier/Greenpoxxy ; ainsi les éprouvettes découpées ont été testées en flexion 3-points, et un comportement viscoélastique a été étudié. À partir de l'analyse des résultats plusieurs points importantes peuvent être conclues de la manière suivante :

- Par rapport au biocomposites stratifiés en cordon tressé, le biocomposite stratifiés a montré une sensibilité à la vitesse de déformation et enregistré des augmentations significatives de la contrainte et le module de flexion respectivement d'environ 97,0 % et 166,0 %.
- Après 180 min de chargement pour la contrainte 30 MPa, les contraintes de relaxation diminuent respectivement d'environ 12,0 % et 14,6 %, tandis que, les déformations de fluage augmentent d'environ 14% et 16,4% pour les biocomposites stratifiés en cordon tressé et stratifiés. En d'autres termes, le biocomposite stratifié en cordon tressé possède des propriétés viscoélastiques meilleures par rapport à celui de biocomposite stratifié.

## Perspectives

Enfin pour améliorer les propriétés mécaniques dans ces biocomposites, nous proposons comme perspectives à ce travail de thèse d'autres voies complémentaires :

- Le traitement chimique des folioles de palmier dattier par : l'hydroxyde de sodium (NaOH).
- Etude du comportement des plaques biocomposites avec des fibres de folioles traitées et non traitées avec la mise en évidence de l'effet du traitement sur les biocomposites.
- L'élaboration des plaques en biocomposites sandwich.
- L'étude du comportement des biocomposites à l'impact (choc).

## Références bibliographiques

- [1] Berthelot JM. Mécanique des Matériaux et Structures Composites ISMANS Institut Supérieur des Matériaux Le Mans, France et Mécaniques Avancés 2012.
- [2] Thermal and Mechanical Properties of Flax Fibres as Potential Composite Reinforcement - Van de Velde - 2001 - Macromolecular Materials and Engineering - Wiley Online Library n.d. [https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/1439-2054\(20010601\)286:6%3C342::AID-MAME342%3E3.0.CO;2-P](https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/1439-2054(20010601)286:6%3C342::AID-MAME342%3E3.0.CO;2-P) (accessed June 17, 2021).
- [3] Bourmaud A, Baley C. Effects of thermo mechanical processing on the mechanical properties of biocomposite flax fibers evaluated by nanoindentation. *Polymer Degradation and Stability* 2010;95:1488–94. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2010.06.022>.
- [4] LES MATERIAUX COMPOSITES. by Daniel GAY: (1991) | Books+ n.d. <https://www.abebooks.com/MATERIAUX-COMPOSITES-Daniel-GAY-Hermes-3eme/17534582765/bd> (accessed June 17, 2021).
- [5] Di Lazzaro P, Guarneri M, Murra D, Spizzichino V, Danielis A, Mencattini A, et al. Noninvasive analyses of low-contrast images on ancient textiles: The case of the Shroud of Arquata. *Journal of Cultural Heritage* 2016;17:14–9. <https://doi.org/10.1016/j.culher.2015.07.008>.
- [6] Chevalier A. Histoire de deux plantes cultivées d'importance primordiale. Le Lin et le Chanvre. *Revue de Botanique Appliquée et d'agriculture Coloniale* 1944;24:51–71. <https://doi.org/10.3406/jatba.1944.6107>.
- [7] Booth I, Harwood RJ, Wyatt JL, Grishanov S. A comparative study of the characteristics of fibre-flax (*Linum usitatissimum*). *Industrial Crops and Products*, vol. 20, Elsevier; 2004, p. 89–95. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2003.12.014>.
- [8] Salmon-Minotte J, Franck RR. *Flax. Bast and Other Plant Fibres*, Elsevier Inc.; 2005, p. 94–175. <https://doi.org/10.1533/9781845690618.94>.
- [9] Md. Tahir Paridah. RETTING PROCESS OF SOME BAST PLANT FIBRES AND ITS EFFECT ON FIBRE QUALITY: A REVIEW | Paridah | *BioResources* 2011. [https://ojs.cnr.ncsu.edu/index.php/BioRes/article/view/BioRes\\_06\\_4\\_5260\\_MdTahir\\_](https://ojs.cnr.ncsu.edu/index.php/BioRes/article/view/BioRes_06_4_5260_MdTahir_)

BSA\_Retting\_Bast\_Fibers\_Review (accessed June 22, 2021).

- [10] FAOSTAT n.d. <http://www.fao.org/faostat/en/#home> (accessed June 22, 2021).
- [11] Rana S, Fanguero R. Textile Science and Clothing Technology Fibrous and Textile Materials for Composite Applications. n.d.
- [12] Ntenga R. Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites. Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II ; Université de Yaoundé; 2007.
- [13] Yu C. Sisal. Bast and Other Plant Fibres, Elsevier Inc.; 2005, p. 228–73. <https://doi.org/10.1533/9781845690618.228>.
- [14] Vijayalakshmi K, Neeraja CYK, Kavitha A, Hayavadana J, Professor A. Abaca Fibre. n.d.
- [15] Franck RR. Abaca. Bast and Other Plant Fibres, Elsevier Inc.; 2005, p. 315–21. <https://doi.org/10.1533/9781845690618.315>.
- [16] Coir processing technologies: improvement of drying, softening, bleaching and dyeing coir fibre/yarn and printing coir floor coverings n.d. <https://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=NL2003000283> (accessed June 17, 2021).
- [17] Brahmakumar M, Pavithran C, Pillai RM. Coconut fibre reinforced polyethylene composites: Effect of natural waxy surface layer of the fibre on fibre/matrix interfacial bonding and strength of composites. *Composites Science and Technology* 2005;65:563–9. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2004.09.020>.
- [18] Pracella M, Chionna D, Anguillesi I, Kulinski Z, Piorkowska E. Functionalization, compatibilization and properties of polypropylene composites with Hemp fibres. *Composites Science and Technology* 2006;66:2218–30. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.12.006>.
- [19] Kriker A, Debicki G, Bali A, Khenfer MM, Chabannet M. Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate. *Cement and Concrete Composites* 2005;27:554–64. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.09.015>.
- [20] Chehma A, Longo HF. Valorisation des Sous-Produits du Palmier Dattier en Vue de leur Utilisation en Alimentation du Bétail. 2001.

- [21] Khristova P, Kordsachia O, Khider T. Alkaline pulping with additives of date palm rachis and leaves from Sudan. *Bioresource Technology* 2005;96:79–85.
- [22] Khiari R, Mhenni M, Belgacem M, Technology EM-B, 2010 undefined. Chemical composition and pulping of date palm rachis and *Posidonia oceanica*—A comparison with other wood and non-wood fibre sources. Elsevier n.d.
- [23] Agoudjil B, Benchabane A, Boudenne A, Ibos L, Fois M. Renewable materials to reduce building heat loss: Characterization of date palm wood. *Energy and Buildings* 2011;43:491–7. <https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2010.10.014>.
- [24] Jahromi MK, Jafari A, Mohtasebi SS, Rafiee S. Engineering Properties of Date Palm Trunk Applicable in Designing a Climber Machine. *Agricultural Engineering International: CIGR Ejournal* 2008:1–10.
- [25] Panthapulakkal S, Zereshkian A, Sain M. Preparation and characterization of wheat straw fibers for reinforcing application in injection molded thermoplastic composites. *Bioresource Technology* 2006;97:265–72. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2005.02.043>.
- [26] Day A, Ruel K, Neutelings G, Crônier D, David H, Hawkins S, et al. Lignification in the flax stem: Evidence for an unusual lignin in bast fibers. *Planta* 2005;222:234–45. <https://doi.org/10.1007/s00425-005-1537-1>.
- [27] H. Isikgor F, Remzi Becer C. Lignocellulosic biomass: a sustainable platform for the production of bio-based chemicals and polymers. *Polymer Chemistry* 2015;6:4497–559. <https://doi.org/10.1039/C5PY00263J>.
- [28] Scheller HV, Ulvskov P. Hemicelluloses. *Annual Review of Plant Biology* 2010;61:263–89. <https://doi.org/10.1146/annurev-arplant-042809-112315>.
- [29] Menon V, Rao M. Trends in bioconversion of lignocellulose: Biofuels, platform chemicals & biorefinery concept. *Progress in Energy and Combustion Science* 2012;38:522–50. <https://doi.org/10.1016/J.PECS.2012.02.002>.
- [30] Satyanarayana KG, Arizaga GGC, Wypych F. Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—An overview. *Progress in Polymer Science* 2009;34:982–1021. <https://doi.org/10.1016/J.PROGPOLYMSCI.2008.12.002>.
- [31] Cherubini F, Strømman AH. Chemicals from lignocellulosic biomass: opportunities, perspectives, and potential of biorefinery systems. *Biofuels, Bioproducts and Biorefining*

- 2011;5:548–61. <https://doi.org/10.1002/BBB.297>.
- [32] Satyanarayana K, Arizaga G, science FW-P in polymer, 2009 undefined. Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—An overview. Elsevier n.d.
- [33] Dicker MPM, Duckworth PF, Baker AB, Francois G, Hazzard MK, Weaver PM. Green composites: A review of material attributes and complementary applications. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2014;56:280–9. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.10.014>.
- [34] Dicker MPM, Duckworth PF, Baker AB, Francois G, Hazzard MK, Weaver PM. Green composites: A review of material attributes and complementary applications. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2014;56:280–9. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2013.10.014>.
- [35] Faruk O, Bledzki AK, Fink HP, Sain M. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010. *Progress in Polymer Science* 2012;37:1552–96. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2012.04.003>.
- [36] Li X, Lope AE, Ae GT, Panigrahi S. Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review n.d. <https://doi.org/10.1007/s10924-006-0042-3>.
- [37] Fuqua MA, Huo S, Ulven CA. Natural Fiber Reinforced Composites. *Polymer Reviews* 2012;52:259–320. <https://doi.org/10.1080/15583724.2012.705409>.
- [38] Jawaid M, Abdul Khalil HPS. Cellulosic/synthetic fibre reinforced polymer hybrid composites: A review. *Carbohydrate Polymers* 2011;86:1–18. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2011.04.043>.
- [39] Malkapuram R, Kumar V, Negi YS. Recent Development in Natural Fiber Reinforced Polypropylene Composites: <Http://DxDoiOrg/101177/0731684407087759> 2008;28:1169–89. <https://doi.org/10.1177/0731684407087759>.
- [40] Sreekumar PA, Thomas SP, Saiter J marc, Joseph K, Unnikrishnan G, Thomas S. Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2009;40:1777–84. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2009.08.013>.
- [41] Carr DJ, Cruthers NM, Laing RM, Niven BE. Fibers from Three Cultivars of New



- Zealand Flax (*Phormium tenax*): [Http://DxDoiOrg/10.1177/004051750507500201](http://dx.doi.org/10.1177/004051750507500201) 2016;75:93–8. <https://doi.org/10.1177/004051750507500201>.
- [42] Faruk O, Bledzki AK, Fink HP, Sain M. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Progress in Polymer Science* 2012;37:1552–96. <https://doi.org/10.1016/J.PROGPOLYMSCI.2012.04.003>.
- [43] Swamy RP, Kumar GCM, Vrushabhendrapa Y, Joseph V. Study of Areca-Reinforced Phenol Formaldehyde Composites: [Http://DxDoiOrg/10.1177/0731684404037049](http://dx.doi.org/10.1177/0731684404037049) 2004;23:1373–82. <https://doi.org/10.1177/0731684404037049>.
- [44] Mwaikambo LY, Ansell MP. Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization. *Journal of Applied Polymer Science* 2002;84:2222–34. <https://doi.org/10.1002/app.10460>.
- [45] Hill CAS, Khalil HPSA. Effect of Fiber Treatments on Mechanical Properties of Coir or Oil Palm Fiber Reinforced Polyester Composites 2000. <https://doi.org/10.1002/1097-4628>.
- [46] Theapsak S, Watthanaphanit A, Rujiravanit R. Preparation of Chitosan-Coated Polyethylene Packaging Films by DBD Plasma Treatment. *ACS Applied Materials and Interfaces* 2012;4:2474–82. <https://doi.org/10.1021/AM300168A>.
- [47] Bledzki AK, Mamun AA, Volk J. Physical, chemical and surface properties of wheat husk, rye husk and soft wood and their polypropylene composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2010;41:480–8. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2009.12.004>.
- [48] Shah DU, Schubel PJ, Licence P, Clifford MJ. Determining the minimum, critical and maximum fibre content for twisted yarn reinforced plant fibre composites. *Composites Science and Technology* 2012;72:1909–17. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2012.08.005>.
- [49] Haghghatnia T, Abbasian A, Morshedian J. Hemp fiber reinforced thermoplastic polyurethane composite: An investigation in mechanical properties. *Industrial Crops and Products* 2017;108:853–63. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.07.020>.
- [50] Pickering KL, Efendy MGA, Le TM. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2016;83:98–112. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.038>.

- [51] Martin N, Davies P, Baley C. Comparison of the properties of scutched flax and flax tow for composite material reinforcement. *Industrial Crops and Products* 2014;61:284–92. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.07.015>.
- [52] Crônier D, Monties B, Chabbert B. Structure and chemical composition of bast fibers isolated from developing hemp stem. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 2005;53:8279–89. <https://doi.org/10.1021/jf051253k>.
- [53] Melelli A, Durand S, Arnould O, Richely E, Guessasma S, Jamme F, et al. Extensive investigation of the ultrastructure of kink-bands in flax fibres. *Industrial Crops and Products* 2021;164:113368. <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2021.113368>.
- [54] Marrot L, Lefeuvre A, Pontoire B, Bourmaud A, Baley C. Analysis of the hemp fiber mechanical properties and their scattering (Fedora 17). *Industrial Crops and Products* 2013;51:317–27. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.09.026>.
- [55] Zimniewska M, Frydrych I, Mankowski J, Trywińska W. Process and quality control in cultivating natural textile fibres. “full-transfer”; 2012. <https://doi.org/10.1533/9780857095633.2.81>.
- [56] Anuar NIS, Zakaria S, Gan S, Chia CH, Wang C, Harun J. Comparison of the morphological and mechanical properties of oil Palm EFB fibres and kenaf fibres in nonwoven reinforced composites. *Industrial Crops and Products* 2019;127:55–65. <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2018.09.056>.
- [57] Santulli C. Creep behaviour of plant fibre composites. *Advanced High Strength Natural Fibre Composites in Construction* 2017:459–77. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100411-1.00018-2>.
- [58] Sari RM, Gea S, Wirjosentono B, Hendrana S, Torres FG. The effectiveness of coconut coir as tar adsorbent in liquid smoke integrated into the pyrolysis reactor. *Case Studies in Thermal Engineering* 2021;25:100907. <https://doi.org/10.1016/j.csite.2021.100907>.
- [59] Bourmaud A, Beaugrand J, Shah DU, Placet V, Baley C. Towards the design of high-performance plant fibre composites. *Progress in Materials Science* 2018;97:347–408. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.05.005>.
- [60] Stamboulis A, Baillie CA, Peijs T. Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2001;32:1105–15. [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(01\)00032-X](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(01)00032-X).

- [61] Barkoula NM, Garkhail SK, Peijs T. Effect of Compounding and Injection Molding on the Mechanical Properties of Flax Fiber Polypropylene Composites: [Http://DxDoiOrg/10.1177/0731684409104465](http://dx.doi.org/10.1177/0731684409104465) 2009;29:1366–85. <https://doi.org/10.1177/0731684409104465>.
- [62] Graupner N, Herrmann AS, Müssig J. Natural and man-made cellulose fibre-reinforced poly(lactic acid) (PLA) composites: An overview about mechanical characteristics and application areas. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2009;40:810–21. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2009.04.003>.
- [63] Satyanarayana KG, Sukumaran K, Kulkarni AG, Pillai SGK, Rohatgi PK. Performance of Banana Fabric-Polyester Resin Composites 1983:535–48. [https://doi.org/10.1007/978-94-009-6640-6\\_38](https://doi.org/10.1007/978-94-009-6640-6_38).
- [64] Shibata S, Cao Y, Fukumoto I. Press forming of short natural fiber-reinforced biodegradable resin: Effects of fiber volume and length on flexural properties. *Polymer Testing* 2005;24:1005–11. <https://doi.org/10.1016/J.POLYMERTESTING.2005.07.012>.
- [65] Jayaraman K. Manufacturing sisal–polypropylene composites with minimum fibre degradation. *Composites Science and Technology* 2003;63:367–74. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(02\)00217-8](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(02)00217-8).
- [66] Shibata M, Takachiyo K-I, Ozawa K, Yosomiya R, Takeishi H. Biodegradable polyester composites reinforced with short abaca fiber. *Journal of Applied Polymer Science* 2002;85:129–38. <https://doi.org/10.1002/APP.10665>.
- [67] Satyanarayana KG, Sukumaran K, Kulkarni AG, Pillai SGK, Rohatgi PK. Fabrication and properties of natural fibre-reinforced polyester composites. *Composites* 1986;17:329–33. [https://doi.org/10.1016/0010-4361\(86\)90750-0](https://doi.org/10.1016/0010-4361(86)90750-0).
- [68] Tomczak F, Sydenstricker THD, Satyanarayana KG. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part II: Morphology and properties of Brazilian coconut fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2007;38:1710–21. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2007.02.004>.
- [69] Satyanarayana KG, Sukumaran K, Mukherjee PS, Pillai SGK. Materials science of some lignocellulosic fibers. *Metallography* 1986;19:389–400. [https://doi.org/10.1016/0026-0800\(86\)90073-X](https://doi.org/10.1016/0026-0800(86)90073-X).

- [70] Holbery J, Houston D. Natural-fiber-reinforced polymer composites in automotive applications. *JOM* 2006 58:11 2006;58:80–6. <https://doi.org/10.1007/S11837-006-0234-2>.
- [71] Thomason JL. The influence of fibre properties of the performance of glass-fibre-reinforced polyamide 6,6. *Composites Science and Technology* 1999;59:2315–28. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(99\)00083-4](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(99)00083-4).
- [72] Bezazi A, Belaadi A, Bourchak M, Scarpa F, Boba K. Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of *Agave americana* L. natural fibres. *Composites Part B: Engineering* 2014;66:194–203. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.05.014>.
- [73] Gouanvé F, Marais S, Bessadok A, Langevin D, Métayer M. Kinetics of water sorption in flax and PET fibers. *European Polymer Journal* 2007;43:586–98. <https://doi.org/10.1016/J.EURPOLYMJ.2006.10.023>.
- [74] Alix S, Colasse L, Morvan C, Lebrun L, Marais S. Pressure impact of autoclave treatment on water sorption and pectin composition of flax cellulosic-fibres. *Carbohydrate Polymers* 2014;102:21–9. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2013.10.092>.
- [75] Sun X, Saleh ASM, Sun Z, Ge X, Shen H, Zhang Q, et al. Modification of multi-scale structure, physicochemical properties, and digestibility of rice starch via microwave and cold plasma treatments. *LWT* 2022;153:112483. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2021.112483>.
- [76] Bledzki AK, Jaszkiwicz A, Scherzer D. Mechanical properties of PLA composites with man-made cellulose and abaca fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2009;40:404–12. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2009.01.002>.
- [77] Bragd PL, van Bekkum H, Besemer AC. TEMPO-Mediated Oxidation of Polysaccharides: Survey of Methods and Applications. *Topics in Catalysis* 2004 27:1 2004;27:49–66. <https://doi.org/10.1023/B:TOCA.0000013540.69309.46>.
- [78] Article R. An overview on. *Amino Acids* 2015;4:4–10.
- [79] Bisanda ETN, Ansell MP. The effect of silane treatment on the mechanical and physical properties of sisal-epoxy composites. *Composites Science and Technology*

- 1991;41:165–78. [https://doi.org/10.1016/0266-3538\(91\)90026-L](https://doi.org/10.1016/0266-3538(91)90026-L).
- [80] Bezazi A, Boumediri H, Garcia del Pino G, Bezzazi B, Scarpa F, Reis PNB, et al. Alkali Treatment Effect on Physicochemical and Tensile Properties of Date Palm Rachis Fibers. *Journal of Natural Fibers* 2020;00:1–18. <https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1848726>.
- [81] Meredith J, Ebsworth R, Coles SR, Wood BM, Kirwan K. Natural fibre composite energy absorption structures. *Composites Science and Technology* 2012;72:211–7. <https://doi.org/10.1016/J.COMPSCITECH.2011.11.004>.
- [82] Bourgois J, Guyonnet R. Characterization and analysis of torrefied wood. *Wood Science and Technology* 1988 22:2 1988;22:143–55. <https://doi.org/10.1007/BF00355850>.
- [83] Saxena S, Chen JY, Dibble R. Maximizing power output in an automotive scale multi-cylinder homogeneous charge compression ignition (HCCI) engine. *SAE 2011 World Congress and Exhibition 2011*. <https://doi.org/10.4271/2011-01-0907>.
- [84] Maache M, Bezazi A, Amroune S, Scarpa F, Dufresne A. Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus* L. *Carbohydrate Polymers* 2017;171:163–72. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.04.096>.
- [85] Saaidia A, Bezazi A, Belbah A, Bouchelaghem H, Scarpa F, Amirouche S. Mechano-physical properties and statistical design of jute yarns. *Measurement: Journal of the International Measurement Confederation* 2017;111:284–94. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2017.07.054>.
- [86] Cabeza LF, Barreneche C, Miró L, Morera JM, Bartolí E, Inés Fernández A. Low carbon and low embodied energy materials in buildings: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 2013;23:536–42. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2013.03.017>.
- [87] Benzidane R, Sereir Z, Bennegadi ML, Doumalin P, Poilâne C. Morphology, static and fatigue behavior of a natural UD composite: The date palm petiole ‘wood.’ *Composite Structures* 2018;203:110–23. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.06.122>.
- [88] Amroune S, Bezazi A, Belaadi A, Zhu C, Scarpa F, Rahatekar S, et al. Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (*Phoenix dactylifera* L.). *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2015;71:95–106. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.12.011>.
- [89] Boumediri H, Bezazi A, Del Pino GG, Haddad A, Scarpa F, Dufresne A. Extraction and

- characterization of vascular bundle and fiber strand from date palm rachis as potential bio-reinforcement in composite. *Carbohydrate Polymers* 2019;222:114997. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.114997>.
- [90] Bezazi A, Amroune S, Scarpa F, Dufresne A, Imad A. Investigation of the date palm fiber for green composites reinforcement: Quasi-static and fatigue characterization of the fiber. *Industrial Crops and Products* 2020;146:112135. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112135>.
- [91] Khelifa H, Bezazi A, Boumediri H, Garcia del Pino G, Reis PNB, Scarpa F, et al. Mechanical characterization of mortar reinforced by date palm mesh fibers: Experimental and statistical analysis. *Construction and Building Materials* 2021;300:124067. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2021.124067>.
- [92] jpg. SR GreenPoxy 56 Clear epoxy resin High bio-based content. n.d.
- [93] Sbiai A, Abderrahim Maazouz, Fleury E, Sautereau H, Kaddami H. Short Date Palm Tree Fibers / Polyepoxy Composites Prepared Using Rtm Process: Effect Of Tempo Mediated Oxydation Of The Fibers. *BioResources* 2010;5:672–89. <https://doi.org/10.15376/biores.5.2.672-689>.
- [94] ASTM D2320 - 98(2003) Standard Test Method for Density (Relative Density) of Solid Pitch (Pycnometer Method) n.d. <https://www.astm.org/DATABASE.CART/HISTORICAL/D2320-98R03.htm> (accessed September 16, 2021).
- [95] ASTM D790 - 03 Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials n.d. <https://www.astm.org/DATABASE.CART/HISTORICAL/D790-03.htm> (accessed June 22, 2021).
- [96] Segal L, Creely JJ, Martin AE, Conrad CM. An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer. *Textile Research Journal* 1959;29:786–94. <https://doi.org/10.1177/004051755902901003>.
- [97] Manimaran P, Senthamarai kanna n P, Murugananthan K, Sanjay MR. Physicochemical Properties of New Cellulosic Fibers from *Azadirachta indica* Plant. *Journal of Natural Fibers* 2018;15:29–38. <https://doi.org/10.1080/15440478.2017.1302388>.
- [98] Moshi AAM, Ravindran D, Bharathi SRS, Indran S, Saravanakumar SS, Liu Y.

- Characterization of a new cellulosic natural fiber extracted from the root of *Ficus religiosa* tree. *International Journal of Biological Macromolecules* 2020;142:212–21. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.09.094>.
- [99] Bendahou A, Habibi Y, Kaddami H, Dufresne A. Physico-chemical characterization of palm from *Phoenix Dactylifera-L*, preparation of cellulose whiskers and natural rubber-based nanocomposites. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy* 2009;3:81–90. <https://doi.org/10.1166/JBMB.2009.1011>.
- [100] Li D, Ji D, Liu J, Lin Y. A Multi-Model EKF Integrated Navigation Algorithm for Deep Water AUV. *International Journal of Advanced Robotic Systems* 2016;13. <https://doi.org/10.5772/62076>.
- [101] Babaki M, Yousefi M, Habibi Z, Mohammadi M. Process optimization for biodiesel production from waste cooking oil using multi-enzyme systems through response surface methodology. *Renewable Energy* 2017;105:465–72. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2016.12.086>.
- [102] Ullman NR. The Analysis of Means (ANOM) for Signal and Noise. *Journal of Quality Technology* 1989;21:111–27. <https://doi.org/10.1080/00224065.1989.11979153>.
- [103] Iskanderani FI. Physical properties of particleboard panels manufactured from *Phoenix dactylifera-L* (date palm) mid-rib chips using ureaformaldehyde binder. *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials* 2008;57:979–95. <https://doi.org/10.1080/00914030802177404>.
- [104] Bezazi A, Boumediri H, Pino GG del, Bezzazi B, Scarpa F, Reis PNB, et al. Alkali Treatment Effect on Physicochemical and Tensile Properties of Date Palm Rachis Fibers. <https://doi.org/10.1080/1544047820201848726> 2020. <https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1848726>.
- [105] Satyanarayana KG, Ravikumar KK, Sukumaran K, Mukherjee PS, Pillai SGK, Kulkarni AG. Structure and properties of some vegetable fibres - Part 3 Talipot and palmyrah fibres. *Journal of Materials Science* 1986;21:57–63. <https://doi.org/10.1007/BF01144699>.
- [106] Bonett DG. Approximate confidence interval for standard deviation of nonnormal distributions. *Computational Statistics and Data Analysis* 2006;50:775–82. <https://doi.org/10.1016/j.csda.2004.10.003>.

- [107] Statistical Methods for Reliability Data - William Q. Meeker, Luis A. Escobar - Google Livres n.d.  
[https://books.google.dz/books?hl=fr&lr=&id=Q01YBAAAQBAJ&oi=fnd&pg=PT13&dq=W.Q.+Meeker+and+L.A.+Escobar+\(1998\).+Statistical+Methods+for+Reliability+Data,+John+Wiley+%26+Sons,+Inc.&ots=7JHuU2LtWw&sig=K4gLufRM0uzSUEmV\\_TSGEewTnhE&redir\\_esc=y#v=onepage&q=W.Q. Meeker and L.A. Escobar \(1998\). Statistical Methods for Reliability Data%2C John Wiley %26 Sons%2C Inc.&f=false](https://books.google.dz/books?hl=fr&lr=&id=Q01YBAAAQBAJ&oi=fnd&pg=PT13&dq=W.Q.+Meeker+and+L.A.+Escobar+(1998).+Statistical+Methods+for+Reliability+Data,+John+Wiley+%26+Sons,+Inc.&ots=7JHuU2LtWw&sig=K4gLufRM0uzSUEmV_TSGEewTnhE&redir_esc=y#v=onepage&q=W.Q. Meeker and L.A. Escobar (1998). Statistical Methods for Reliability Data%2C John Wiley %26 Sons%2C Inc.&f=false) (accessed October 3, 2021).
- [108] Fiore V, Scalici T, Valenza A. Characterization of a new natural fiber from *Arundo donax* L. as potential reinforcement of polymer composites. *Carbohydrate Polymers* 2014;106:77–83. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.02.016>.
- [109] Cultiver le palmier-dattier - Gilles Peyron - Google Livres n.d.  
[https://books.google.dz/books?hl=fr&lr=&id=YvO7Xve6ByMC&oi=fnd&pg=PA3&dq=G.+Peyron,+%22Cultiver+le+palmier-dattier,%22+E.+Quae,+Ed.,+2000,+pp.+112.&ots=udxryp3Nii&sig=0dZF3psb2aL1ggVVNHI3yrmSGXY&redir\\_esc=y#v=onepage&q&f=false](https://books.google.dz/books?hl=fr&lr=&id=YvO7Xve6ByMC&oi=fnd&pg=PA3&dq=G.+Peyron,+%22Cultiver+le+palmier-dattier,%22+E.+Quae,+Ed.,+2000,+pp.+112.&ots=udxryp3Nii&sig=0dZF3psb2aL1ggVVNHI3yrmSGXY&redir_esc=y#v=onepage&q&f=false) (accessed October 1, 2021).
- [110] Elseify LA, Midani M, Hassanin AH, Hamouda T, Khiari R. Long textile fibres from the midrib of date palm: Physiochemical, morphological, and mechanical properties. *Industrial Crops and Products* 2020;151:112466. <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2020.112466>.
- [111] Downer J, Hodel D. The effects of mulching on establishment of *syagrus romanzoffiana* (Cham.) Becc., *Washingtonia robusta* H. Wendl. and *Archontophoenix cunninghamiana* (H. Wendl.) H. Wendl. & *Drude* in the landscape. *Scientia Horticulturae* 2001;87:85–92. [https://doi.org/10.1016/S0304-4238\(00\)00171-0](https://doi.org/10.1016/S0304-4238(00)00171-0).
- [112] Bendahou A, Habibi Y, Kaddami H, Dufresne A. Physico-Chemical Characterization of Palm from *Phoenix Dactylifera* – L , Preparation of Cellulose Whiskers and Natural Rubber – Based Nanocomposites 2009;3:81–90. <https://doi.org/10.1166/jbmb.2009.1011>.
- [113] Lomelí-Ramírez MG, Anda RR, Satyanarayana KG, Bolzon de Muniz GI, Iwakiri S. Comparative study of the characteristics of green and brown coconut fibers for the development of green composites. *BioResources* 2018;13:1637–60. <https://doi.org/10.15376/biores.13.1.1637-1660>.



- [114] Moshi AAM, Ravindran D, Bharathi SRS, Indran S, Saravanakumar SS, Liu Y. Characterization of a new cellulosic natural fiber extracted from the root of *Ficus religiosa* tree. *International Journal of Biological Macromolecules* 2020;142:212–21. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.09.094>.
- [115] Chakravarthy K S, Madhu S M, Naga Raju JS, Shariff Md J. Characterization of novel natural cellulosic fiber extracted from the stem of *Cissus vitiginea* plant. *International Journal of Biological Macromolecules* 2020;161:1358–70. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.07.230>.
- [116] Boumediri H, Bezazi A, Del Pino GG, Haddad A, Scarpa F, Dufresne A. Extraction and characterization of vascular bundle and fiber strand from date palm rachis as potential bio-reinforcement in composite. *Carbohydrate Polymers* 2019;222:114997. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.114997>.
- [117] Davies P, Morvan C, Sire O, Baley C. Propriétés de fibres extraites de phanérogames marines (*Zostéra Marina*). *Revue Des Composites et Des Matériaux Avancés* 2006;16:41–8.
- [118] Baley C, Bodros E. Biocomposites à matrice PLLA renforcés par des mats de lin. *Revue Des Composites et Des Matériaux Avancés* 2006;16:129–39.
- [119] Vijay R, Singaravelu DL, Vinod A, Paul Raj IDF, Sanjay MR, Siengchin S. Characterization of Novel Natural Fiber from *Saccharum Bengalense* Grass (Sarkanda). *Journal of Natural Fibers* 2020;17:1739–47. <https://doi.org/10.1080/15440478.2019.1598914>.
- [120] Saaidia A, Bezazi A, Belbah A, Bouchelaghem H, Scarpa F, Amirouche S. Mechano-physical properties and statistical design of jute yarns. *Measurement: Journal of the International Measurement Confederation* 2017;111:284–94. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2017.07.054>.
- [121] Hyness NRJ, Vignesh NJ, Senthamarai kannan P, Saravanakumar SS, Sanjay MR. Characterization of New Natural Cellulosic Fiber from *Heteropogon Contortus* Plant. *Journal of Natural Fibers* 2018;15:146–53. <https://doi.org/10.1080/15440478.2017.1321516>.
- [122] Kumar R, Hynes NRJ, Senthamarai kannan P, Saravanakumar S, Sanjay MR. Physicochemical and Thermal Properties of *Ceiba pentandra* Bark Fiber. *Journal of*

- Natural Fibers 2018;15:822–9. <https://doi.org/10.1080/15440478.2017.1369208>.
- [123] Chen W, Yu H, Liu Y, Chen P, Zhang M, Hai Y. Individualization of cellulose nanofibers from wood using high-intensity ultrasonication combined with chemical pretreatments. *Carbohydrate Polymers* 2011;83:1804–11. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.10.040>.
- [124] Karthik T, Murugan R. Characterization and analysis of ligno-cellulosic seed fiber from *Pergularia Daemia* plant for textile applications. *Fibers and Polymers* 2013;14:465–72. <https://doi.org/10.1007/s12221-013-0465-0>.
- [125] Manimaran P, Pillai GP, Vignesh V, Prithiviraj M. Characterization of natural cellulosic fibers from Nendran Banana Peduncle plants. *International Journal of Biological Macromolecules* 2020;162:1807–15. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.08.111>.
- [126] Amroune S, Bezazi A, Dufresne A, Scarpa F, Imad A. Investigation of the Date Palm Fiber for Green Composites Reinforcement: Thermo-physical and Mechanical Properties of the Fiber. *Journal of Natural Fibers* 2019;0478:1–18. <https://doi.org/10.1080/15440478.2019.1645791>.
- [127] Elenga RG, Djemia P, Tingaud D, Chauveau T, Maniongui JG, Dirras G. Effects of alkali treatment on the microstructure, composition, and properties of the *Raffia textilis* fiber. *BioResources* 2013;8:2934–49. <https://doi.org/10.15376/biores.8.2.2934-2949>.
- [128] Elenga RG, Dirras GF, Goma Maniongui J, Djemia P, Biget MP. On the microstructure and physical properties of untreated raffia *textilis* fiber. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2009;40:418–22. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.01.001>.
- [129] Sarikanat M, Seki Y, Sever K, Durmuşkahya C. Determination of properties of *Althaea officinalis* L. (Marshmallow) fibres as a potential plant fibre in polymeric composite materials. *Composites Part B: Engineering* 2014;57:180–6. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.09.041>.
- [130] Tarng YS, Yang WH. Optimisation of the Weld Bead Geometry in Gas Tungsten Arc Welding by the Taguchi Method. vol. 14. 1998.
- [131] Wei J, Meyer C. Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites. *Cement and Concrete Research* 2015;73:1–16. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.02.019>.

- [132] Roy A, Chakraborty S, Kundu SP, Basak RK, Basu Majumder S, Adhikari B. Improvement in mechanical properties of jute fibres through mild alkali treatment as demonstrated by utilisation of the Weibull distribution model. *Bioresource Technology* 2012;107:222–8. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.11.073>.
- [133] Chen C, Sun G, Chen G, Li X, Wang G. Microscopic Structural Features and Properties of Single Fibers from Different Morphological Parts of the Windmill Palm. *BioResources* 2017;12. <https://doi.org/10.15376/biores.12.2.3504-3520>.
- [134] Bui H, Sebaibi N, Boutouil M, Levacher D. Determination and review of physical and mechanical properties of raw and treated coconut fibers for their recycling in construction materials. *Fibers* 2020;8:1–18. <https://doi.org/10.3390/FIB8060037>.
- [135] Kabir MM, Wang H, Lau KT, Cardona F. Effects of chemical treatments on hemp fibre structure. *Applied Surface Science* 2013;276:13–23. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.02.086>.
- [136] Belaadi A, Bezazi A, Bourchak M, Scarpa F, Zhu C. Thermochemical and statistical mechanical properties of natural sisal fibres. *Composites Part B: Engineering* 2014;67:481–9. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESB.2014.07.029>.
- [137] Martin AR, Martins MA, Da Silva ORRF, Mattoso LHC. Studies on the thermal properties of sisal fiber and its constituents. *Thermochimica Acta* 2010;506:14–9. <https://doi.org/10.1016/J.TCA.2010.04.008>.
- [138] Samanta AK, Basu G, Ghosh P. Structural Features of Glycol and Acrylamide Treated Jute Fiber. [Http://DxDoiOrg/101080/15440470802453499](http://DxDoiOrg/101080/15440470802453499) 2008;5:444–60. <https://doi.org/10.1080/15440470802453499>.
- [139] Ghosh P, Kumar Samanta A, Dev D. Simultaneous Free Radical Polymerization and Acidic Polycondensation of Acrylamide-Formaldehyde Resin on Jute Fabric n.d. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-4628\(19970627\)64:13](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4628(19970627)64:13).
- [140] Mohanty JR, Das SN, Das HC, Swain SK. Effect of Chemically Modified Date Palm Leaf Fiber on Mechanical , Thermal and Rheological Properties of Polyvinylpyrrolidone 2014;15:1062–70. <https://doi.org/10.1007/s12221-014-1062-6>.
- [141] Al-sulaiman FA. Mechanical Properties of Date Palm Fiber Reinforced Composites 2002:369–77.
- [142] Mahdi E, Ochoa D, Vaziri A, Eltai E. Energy absorption capability of date palm leaf

- fiber reinforced epoxy composites rectangular tubes. *Composite Structures* 2019;224:111004. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2019.111004>.
- [143] Al-sulaiman F. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 2000. <https://doi.org/10.1177/073168400772678491>.
- [144] Edeerozey AMM, Akil HM, Azhar AB, Ariffin MIZ. Chemical modification of kenaf fibers. *Materials Letters* 2007;61:2023–5. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2006.08.006>.
- [145] Pommet M, Juntaro J, Heng JYY, Mantalaris A, Lee AF, Wilson K, et al. Surface modification of natural fibers using bacteria: Depositing bacterial cellulose onto natural fibers to create hierarchical fiber reinforced nanocomposites. *Biomacromolecules* 2008;9:1643–51. <https://doi.org/10.1021/bm800169g>.
- [146] Amroune S, Bezazi A, Belaadi A, Zhu C, Scarpa F, Rahatekar S, et al. Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (*Phoenix dactylifera* L.). *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2015;71:95–106. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.12.011>.
- [147] Boopathi L, Sampath PS, Mysamy K. Investigation of physical, chemical and mechanical properties of raw and alkali treated Borassus fruit fiber. *Composites Part B: Engineering* 2012;43:3044–52. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.05.002>.
- [148] Maache M, Bezazi A, Amroune S, Scarpa F, Dufresne A. Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus* L. *Carbohydrate Polymers* 2017;171:163–72. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.04.096>.

# Travaux scientifiques

## Publications internationales

- 1- **Bouhemame, N.**, Aiadi, K. E., Bezazi, A., Boumediri, H., Reis, P. N. B., Imad, A., & Scarpa, F. (2021). Tensile Properties Optimization of Date Palm Leaflets Using Taguchi Method. *Journal of Natural Fibers*, 1-17.
- 2- Kari, D. E., Benmounah, A., Boumediri, H., Bezazi, A., Moussai, A. T., **Bouhemame, N.**, & Bezzazi, B. (2019, November). Evaluation of Chemical, Thermal Properties and Statistical Analysis of Tensile Properties of Jute Fibers Yarns. In *International Symposium on Materials and Sustainable Development* (pp. 140-151). Springer, Cham.

## Communications nationales et internationales

- 1- **Bouhemame, N.**, Aiadi, K. E., Bezazi, A., Imad, A., Herbelot C., Kribes N. & Scarpa, F. Experimental investigation of date palm leaflets and their composite under tensile loading. *4rd Conference on advances in mechanical engineering ICAME Istanbul, Turkey, 19-21 December, 2018.*
- 2- Khelifa, H., Bezazi, A., Haddad, A., Boumediri, H. & **Bouhemame, N.** Experimental analysis of the thermophysical behavior of date palm natural fibers designed for thermal insulation. *1<sup>st</sup> International conference on sustainable renewable energy systems and application ICSRSA Tebessa, Algeria, 04-05 December, 2019.*