

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université 8 Mai 1945 Guelma



Faculté des Sciences Et De La Technologie
Département de Génie Mécanique
Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux

THÈSE
EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE
DOCTORAT EN 3^{ème} CYCLE

Domaine : Sciences et Techniques Filière : Génie Mécanique
Spécialité : Génie Mécanique et matériaux avancées

Présentée par

BOUMEDIRI Haithem

Intitulée

**Elaboration et caractérisation des matériaux biocomposites à renfort en fibres
extraites des rachis des palmiers dattiers**

Soutenue le : 10 Février 2021

Devant le Jury composé de :

Nom et Prénom

Grade

Mr GUENFOUD Salah	Professeur	Univ. 8 Mai 1945 Guelma	Président
Mr BEZAZI Abderrezak	Professeur	Univ. 8 Mai 1945 Guelma	Encadreur
Mr BELBAH Ahmed	MCA	Univ. 8 Mai 1945 Guelma	Examineur
Mr ZEDIRA Hamma	Professeur	Univ. Abbes Laghrour Khenchela	Examineur

Année Universitaire : 2020/2021

Dédicaces

Je dédie cette thèse de doctorat :

A mes très chers parents, mon père et ma mère qui m'ont constamment soutenu depuis mes premiers pas jusqu'à ce jour, qui ont cru en moi et ont toujours trouve les termes adéquats pour m'encourager ;

A mes chers frères et mes chères sœurs qui m'ont aidé beaucoup ;

A toute ma famille ;

Et à tous mes amis.

BOUMEDIRI Haithem

Remerciements

Je remercie tout d'abord Dieu, le tout-puissant, de m'avoir accordé autant de patience, de courage et de volonté pour mener à terme ce travail.

Le travail présenté dans cette thèse a été effectué au sein du Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux (LMANM) de l'Université 8 Mai 1945 de Guelma (Algérie).

J'adresse toute ma gratitude et mes sincères remerciements à mon directeur de thèse Monsieur le professeur BEZAZI Abderrezak de m'avoir accueilli et encadré au sein de son laboratoire. Il m'a permis de profiter de ses larges connaissances scientifiques et de son inestimable savoir-faire expérimental. Je le remercie également pour sa grande disponibilité à mon égard, son enthousiasme et ses encouragements.

Je suis très reconnaissant à Monsieur GUENFOUD Salah, professeur à l'Université 8 Mai 1945 de Guelma, pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de présider mon jury de thèse.

Je remercie aussi Monsieur le Docteur BELBAH Ahmed, maître de conférences A à l'Université 8 Mai 1945 de Guelma et Monsieur ZEDIRA Hamma, professeur à l'Université Abbes Laghrour de Khenchela, d'avoir accepté de juger ce travail et de faire partie de mon jury de soutenance.

Ma gratitude s'adresse également à Monsieur METIRI Mustapha et à Monsieur BRAHMIA Hichem, de l'ENSMM Annaba pour toute l'aide qu'ils m'ont apporté concernant la prise de photos SEM.

Je remercie Monsieur BEZZAZI Boudjema, professeur à l'Université M'hammed Bougara de Boumerdes pour m'avoir accueilli au sein de l'Unité de Recherche 'Matériaux, Procédés & Environnement', et pour son aide dans la réalisation des essais de traction.

Je remercie Monsieur SCARPA Fabrizio, professeur à l'Université de Bristol UK, pour ses multiples conseils, collaborations et contributions ainsi que l'intérêt porté à ce travail de recherche.

Je remercie Monsieur DUFRESNE Alain, professeur à l'Université de Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble, France, pour l'intérêt porté à ce travail de recherche et ses diverses collaborations et contributions.

Mes remerciements vont également à Monsieur GILBERTO GARCIA Del Pino, associate professor à l'Université de Manaus Brazil pour les multiples collaborations dans les composites renforcés par des fibres de Curauá.

Je remercie Monsieur Paulo N.B. Reis, professeur à l'Université de Beira Interior, Covilhã, Portugal, pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et pour sa collaboration et ses contributions à ce travail de recherche.

Enfin, toute ma reconnaissance s'adresse également à mes parents, mes frères, mes sœurs, ma grande famille, mes amis, doctorants, tous le personnel technique et administratif du département de Génie Mécanique et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à ce travail de recherche.

Résumé

Les biocomposites renforcés par des fibres végétales (lignocellulosiques) sont un groupe de matériaux modernes qui est apparu sur le marché en raison de l'augmentation de l'importance de la question écologique dans la conception des structures. Ce type de fibres sont des matériaux écologiquement biodégradables extraits de nombreuses différentes ressources renouvelables telles que, le bois, les plantes et les déchets agricoles avec des coûts de production relativement bas. L'Algérie qui possède plus de 20 millions de palmiers dattiers qui peuvent produire chaque année d'énormes quantités de biomasses et de résidus saisonniers sous forme de feuilles sèches, de tiges, de tronc, de fibrillium, de bras de grappe et de noyaux ... etc. Mais ces énormes résidus sont jetés ou brûlés chaque année, seule une petite quantité est utilisée comme aliment de bétail et dans des travaux artisanaux. La valorisation de ces déchets agro-alimentaires abandonnés permettra à l'Algérie de la création des emplois et le maintien des réserves de change en réduisant les importations, ce qui contribue à relancer l'économie nationale.

Dans ce contexte, ce travail de thèse constitue une contribution à la recherche du développement de nouveau matériau biocomposite à base de déchets agricoles de rachis de palmiers dattiers. Il vise donc à développer des méthodes pour extraire ces fibres sans les endommager. Analyser et identifier la morphologie et la rugosité des fibres extraites par microscopie électronique à balayage environnemental (MEBE) et profilomètre 3D sans contact. Réalisation d'un plan d'expérience pour traiter chimiquement les fibres par un alcalin (NaOH) avec différentes concentrations et temps d'immersions dans le but d'améliorer leurs propriétés mécaniques, physico-chimiques permettant l'amélioration de la qualité de l'interface fibre/matrice. Analyser statistiquement les résultats mécaniques obtenus par les lois de Weibull à 2 et 3 paramètres, Normale, Log-normale et Log-logistique à trois paramètres en utilisant le logiciel Minitab 19.1. Caractériser mécaniquement, par des essais de traction et de flexion 3-points, les biocomposites élaborés constitués par une résine polyester renforcée par les fibres non traitées et traitées. La dernière partie de cette thèse est réservée à la caractérisation physico-chimique des fibres non traitées et traitées par EDX, ATR-FTIR, DRX, TGA, DSC.

Mots clés : Fibre végétale, rachis de palmier dattier, extraction, caractérisation mécanique et physico-chimique, biocomposites, endommagement.

Abstract

Biocomposites reinforced with natural fibers (lignocellulosic) are a modern group of materials that have appeared on the market due to the increasing importance of the ecological issue in the design of structures. This type of fibers is ecologically biodegradable materials extracted from many different renewable resources such as wood, plants, and agricultural waste with relatively low production costs. Algeria has more than 20 million date palms which can produce each year enormous quantities of biomass and seasonal residues in the form of dry leaves, stems, trunk, fibrillium, fruit branches, and date core...etc. But these huge residues are thrown away or burned every year, only a small amount is used as animal feed and in handicrafts. The recovery of this abandoned agro-waste can allow Algeria to create jobs and maintain foreign exchange reserves by reducing importations, which helps to revive the national economy.

In this context, this thesis constitutes a contribution to the research for the development of new biocomposite material based on agricultural waste from the rachis of date palms. It, therefore, aims to develop methods to extract these fibers without damaging them. Analyze and identify the morphology and roughness of fibers extracted by environmental scanning electron microscopy (SEM) and non-contact 3D profilometer. Realization of an experimental design to chemically treat fibers with an alkaline (NaOH) with different concentrations and immersion times in order to improve their mechanical and physicochemical properties allowing the improvement of the quality of the fiber/matrix interface. Statistically analyze the mechanical results obtained by the Weibull laws with 2 and 3 parameters, Normal, Log-normal, and Log-logistic with three parameters using the software Minitab 19.1. A mechanical characterization by tensile and 3-point bending tests, the biocomposites made up of a polyester resin reinforced by untreated and treated fibers. The last part of this thesis is reserved for the physicochemical characterization of fibers not treated and treated by several techniques namely: EDX, ATR-FTIR, DRX, TGA, DSC.

Keywords: Natural fiber, date palm rachis, extraction, mechanical and physicochemical characterization, biocomposites, damage.

ملخص

المواد المركبة المقواة بالألياف النباتية (الليجنوسيلوزية) هي مجموعة من المواد الحديثة التي ظهرت في السوق بسبب الأهمية المتزايدة للقضية البيئية في تصميم الهياكل. هذا النوع من الألياف عبارة عن مواد قابلة للتحلل بيئيًا مستخرجة من العديد من الموارد المتجددة المختلفة مثل الخشب والنباتات والمخلفات الزراعية بتكاليف إنتاج منخفضة نسبيًا. يوجد في الجزائر أكثر من 20 مليون نخلة يمكن أن تنتج كل عام كميات هائلة من الكتلة الحيوية والمخلفات الموسمية على شكل أوراق جافة، وغمود السعف، وجذوع، وشبكات ليفية للنخيل، وسيفان التمور، ولب التمر... إلخ ولكن يتم التخلص من هذه المخلفات الضخمة أو حرقها كل عام، ويتم استخدام كمية صغيرة فقط كعلف للحيوانات وفي الحرف اليدوية. إن استعادة هذه النفايات الزراعية الغير مستغلة يسمح للجزائر بخلق فرص عمل والحفاظ على احتياطات النقد الأجنبي من خلال تقليل الواردات، مما يساعد على إنعاش الاقتصاد الوطني.

في هذا السياق، يشكل هذا العمل البحثي مساهمة في البحث لتطوير مواد مركبة حيوية جديدة تعتمد على المخلفات الزراعية للنخيل وبالتحديد غمد السعف. لذلك، يهدف هذا العمل إلى تطوير طرق لاستخراج هذه الألياف دون إتلافها. تحليل وتحديد مورفولوجيا وخشونة الألياف المستخرجة عن طريق الفحص المجهر الإلكتروني (MEB) ومقياس التشكيل الجانبي ثلاثي الأبعاد غير المتصل. تحقيق تصميم تجريبي للمعالجة الكيميائية للألياف بقلوية هيدروكسيد الصوديوم بتركيزات مختلفة وأوقات غمر من أجل تحسين خواصها الميكانيكية والفيزيوكيميائية مما يسمح بتحسين جودة واجهة الألياف/المصفوفة. تحليل إحصائي للنتائج الميكانيكية التي تم الحصول عليها بواسطة قوانين وبيبل بـ 2 و 3 معلمات، التوزيع الطبيعي، التوزيع اللوغاريتم الطبيعي والتوزيع اللوغاريتم اللوجستيكي مع ثلاث معلمات باستخدام برنامج Minitab 19.1. توصيف ميكانيكي عن طريق اختبارات الشد والانحناء 3 نقاط للمواد المركبة الحيوية المصنوعة من راتينج البوليستر المقوى بالألياف الغير المعالجة والمعالجة. الجزء الأخير من هذه الأطروحة مخصص للتوصيف الفيزيوكيميائي للألياف التي تم معالجتها بهيدروكسيد الصوديوم والتي لم تعالج، بواسطة التقنيات المختلفة التالية: EDX، ATR-FTIR، DRX، TGA و DSC.

الكلمات المفتاحية: ألياف النبات، غمد سعف نخيل التمر، استخلاص الألياف، التوصيف الميكانيكي والفيزيوكيميائي، المركبات الحيوية، النلف.

Table des matières

Dédicaces.....	i
Remerciements	ii
Résumé	iv
Table des matières.....	vii
Liste des figures	xi
Liste des tableaux	xvii
Introduction générale.....	1
CHAPITRE I État de l’art sur les palmiers dattiers et leurs différentes fibres.....	4
I.1 Introduction.....	4
I.2 Généralités et présentation du palmier dattier	5
<i>I.2.1 Synthèse historique du palmier dattier</i>	<i>5</i>
<i>I.2.2 Description botanique du palmier dattier.....</i>	<i>7</i>
<i>I.2.3 Les dattes.....</i>	<i>10</i>
<i>I.2.4 Situation de la culture du palmier dattier dans le monde</i>	<i>12</i>
<i>I.2.5 Situation de la culture du palmier dattier en Algérie</i>	<i>14</i>
<i>I.2.6 Potentiel de biomasse du palmier dattier.....</i>	<i>16</i>
I.3 Les fibres naturelles et les biocomposites	18
<i>I.3.1 Les fibres naturelles.....</i>	<i>18</i>
<i>I.3.2 Les avantages et les inconvénients des fibres naturelles.....</i>	<i>21</i>
<i>I.3.3 Les méthodes d’extraction</i>	<i>21</i>
<i>I.3.4 Composition chimique</i>	<i>24</i>
<i>I.3.5 Traitement des fibres</i>	<i>26</i>
<i>I.3.6 Les biocomposites</i>	<i>27</i>
<i>I.3.7 Applications des composites à renfort en fibres naturelles.....</i>	<i>27</i>
<i>I.3.8 Aperçu du marché des matériaux composites</i>	<i>35</i>
I.4 Synthèse des travaux de recherches concernant les fibres de palmier dattier.....	36
<i>I.4.1 La composition chimique des fibres des palmiers dattiers</i>	<i>36</i>
<i>I.4.2 Les caractéristiques mécaniques des fibres des palmiers dattiers.....</i>	<i>38</i>
<i>I.4.3 Morphologie des fibres des palmiers dattiers</i>	<i>41</i>
<i>I.4.4 Caractéristiques thermiques des fibres de palmier dattier</i>	<i>42</i>
<i>I.4.5 Matériaux composites renforcés avec des fibres de palmiers dattiers</i>	<i>43</i>
I.5 Conclusion et position du problème.....	47

CHAPITRE II Matériaux, méthodologie et techniques expérimentales.....	48
II.1 Introduction	48
II.2 Matériaux.....	49
<i>II.2.1 Choix de la variété de palmier dattier</i>	<i>49</i>
<i>II.2.2 Extraction des fibres de rachis des palmiers dattiers.....</i>	<i>49</i>
<i>II.2.3 Traitement chimique des fibres.....</i>	<i>51</i>
<i>II.2.4 Elaboration des biocomposites.....</i>	<i>52</i>
II.3 Plan d'expériences et outils d'analyse statistiques	56
<i>II.3.1 Plan d'expériences</i>	<i>56</i>
<i>II.3.2 Analyse statistique des résultats.....</i>	<i>58</i>
<i>II.3.3 Représentations graphiques de données statistiques</i>	<i>61</i>
<i>II.3.4 Désirabilité des réponses.....</i>	<i>62</i>
<i>II.3.5 Distributions de probabilité.....</i>	<i>62</i>
II.4 Équipements	64
<i>II.4.1 Microscope optique</i>	<i>64</i>
<i>II.4.2 Microscope Electronique à Balayage (MEB).....</i>	<i>65</i>
<i>II.4.3 Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EADX)</i>	<i>66</i>
<i>II.4.4 Rugosimètre 3D.....</i>	<i>67</i>
<i>II.4.5 Mesure de la densité.....</i>	<i>68</i>
<i>II.4.6 Spectrométrie infrarouge à transformateur de Fourier (FTIR).....</i>	<i>68</i>
<i>II.4.7 Diffractomètre à rayons X (DRX).....</i>	<i>69</i>
<i>II.4.8 Analyse thermogravimétrique (TGA).....</i>	<i>70</i>
<i>II.4.9 Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....</i>	<i>71</i>
<i>II.4.10 Essai de traction des fibres.....</i>	<i>72</i>
<i>II.4.11 Essai mécanique des composites.....</i>	<i>74</i>
II.5 Conclusion.....	78
CHAPITRE III Morphologie et comportement mécanique des fibres de rachis des palmiers dattiers.....	79
III.1 Introduction	79
III.2 Anatomie et morphologie des rachis des palmiers dattiers.....	80
<i>III.2.1 Structure de la feuille de palmier (palme).....</i>	<i>80</i>
<i>III.2.2 Analyse de la morphologie du rachis par microscope optique.....</i>	<i>81</i>
<i>III.2.3 Analyse de la morphologie du rachis par microscopie électronique à balayage (MEB)</i>	<i>83</i>
<i>III.2.4 Analyse morphologique des fibres par microscopie électronique à balayage</i>	<i>84</i>

III.3 Analyse des rugosités des surfaces des fibres extraites des rachis.....	87
III.4 Analyse des diamètres des fibres du rachis.....	87
III.5 Essais de traction sur les fibres FFV et FF.....	90
III.5.1 Propriétés mécaniques des fibres	90
III.5.2 Étude l'effet de la distance entre les mors sur les propriétés mécaniques des fibres lors des essais de traction.....	92
III.5.3 Analyse statistique des propriétés mécaniques des fibres et leurs diamètres	98
III.6 Modélisation des propriétés mécaniques des fibres en fonction de la distance entre les deux mors	111
III.6.1 Modélisation de la contrainte ultime des fibres en fonction de DM.....	112
III.6.2 Modélisation du module de Young des fibres en fonction DM.....	113
III.6.3 Modélisation de la déformation à la rupture des fibres en fonction de DM.....	114
III.7 Modélisation des propriétés mécaniques des fibres en fonction de leurs diamètres et distance entre les mors (DM).....	115
III.8 Angle micro-fibrillaire des fibres.....	116
III.9 Conclusion	118
CHAPITRE IV Optimisation des propriétés mécaniques des fibres de rachis des palmiers dattiers et leurs composites.....	119
IV.1 Introduction.....	119
IV.2 Discussions des résultats obtenus par le plan Taguchi	120
IV.2.1 Analyse des essais de traction	121
IV.2.2 Analyse statistique et modélisation de la contrainte ultime.....	123
IV.2.3 Analyse statistique et modélisation du module de Young.....	133
IV.3 Optimisation multi objectif de la contrainte et du module de Young	143
IV.4 Analyse des distributions des propriétés mécaniques des fibres non traitées et traitées.....	145
IV.5 Caractérisation mécanique des résines et des biocomposites.....	151
IV.5.1 Caractérisation en traction	151
IV.5.2 Caractérisation en flexion trois point.....	156
IV.6 Conclusion	163
CHAPITRE V Caractérisation physico-chimique des fibres de rachis des palmiers dattiers.....	164
V.1 Introduction	164

V.2 Caractérisation physico-chimique des faisceaux fibro-vasculaire et faisceaux de fibres	165
.....
<i>V.2.1 Caractérisation par spectrométrie Infrarouge à transformée de Fourier</i>165
<i>V.2.2 Caractérisation par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie</i>166
<i>V.2.3 Mesure de la densité</i>168
<i>V.2.4 Caractérisation par diffraction des rayons X</i>168
<i>V.2.5 Caractérisation par ATG</i>170
<i>V.2.6 Caractérisation par DSC</i>172
V.3 Caractérisation morphologique et physico-chimique des FFV non traitées et traitées	174
.....
<i>V.3.1 Analyse par MEB</i>174
<i>V.3.2 Caractérisation par IRTF-ATR</i>176
<i>V.3.3 Caractérisation par EDX</i>178
<i>V.3.4 Caractérisation par DRX</i>180
<i>V.3.5 Caractérisation par ATG</i>182
<i>V.3.6 Caractérisation par DSC</i>184
V.4 Conclusion	186
Conclusion générale	187
Références bibliographiques	190
Travaux scientifiques	201

Liste des figures

Figure I.1 a) Palmier dattier à l'époque Sumérienne et Babylonienne et b) Des anciennes pièces de monnaie.....	6
Figure I.2 Classification phylogénétique des palmiers les plus populaires au monde	8
Figure I.3 Les différentes parties d'un palmier dattier.....	9
Figure I.4 Les différentes étapes de maturation des dattiers	11
Figure I.5 Quantité de production de dattes à l'échelle mondiale.....	12
Figure I.6 Les 10 principaux producteurs de dattes dans le monde en 2018	13
Figure I.7 Part de la production de dattes dans le monde par région	14
Figure I.8 Evolution de la production des dattes et des superficies réservées à sa récolte en Algérie	15
Figure I.9 Nombreux exemples d'applications utilisant des déchets de palmier dattier.....	17
Figure I.10 Classification des fibres naturelles et synthétiques	19
Figure I.11 Les fibres naturelles les plus utilisées comme renfort dans les biocomposites ...	20
Figure I.12 Schéma de la composition structurelle des fibres végétales.....	24
Figure I.13 Classification des matériaux biocomposites.....	27
Figure I.14 Prévisions d'experts de 2023 pour les applications des biocomposites	28
Figure I.15 Applications des biocomposites renforcés par des fibres naturelles dans les constructions de génie civil	29
Figure I.16 Différentes applications des fibres naturelles dans le secteur de l'automobile et des transports routiers	31
Figure I.17 Applications des fibres naturelles dans le secteur électronique	33
Figure I.18 Quelques produits sportifs fabriqués avec des matériaux biocomposites renforcés par des fibres naturelles	34
Figure I.19 Quelques applications commerciales des biocomposites à base de fibres naturelles	34
Figure I.20 Quantité de production des fibres naturelles et synthétiques dans le monde durant la période 2010-2018.....	35
Figure I.21 Résistance à la traction des fibres traitées et non traitées extraites à partir de différentes parties du palmier dattier: (a) Fibrillium, (b) Bras en grappe, (c) Pétiole, (d) Rachis.....	40
Figure I.22 (a) Courbes de TGA et (b) Courbes de DTG pour PT: Tronc; FB: Pétiole; FM: Rachis; PL: Foliolle; PC: Fibrillium; FS: Tige de fruits; DS: Noyau de dattes; FEB: Bras de grappe; AT: Acacia tortilis	43
Figure I.23 Propriétés de flexion et traction des composites époxy renforcé par des différents types de fibre extraites des palmiers dattiers	46

Figure I.24 Plaques composites renforcées avec des graines de dattes broyées	46
Figure II.1 Processus d'extraction des fibres de rachis des palmiers dattiers.....	50
Figure II.2 Processus de traitement chimique des fibres de rachis des palmiers dattiers.	51
Figure II.3 Polyester monomère avec durcisseur et accélérateur.....	52
Figure II.4 Préparation des plis de fibre unidirectionnelle (UD).....	53
Figure II.5 Etapes de préparation des plaques biocomposites stratifiés par la technique du sac.	54
Figure II.6 Découpage des plaques biocomposites en éprouvettes utilisant une tronçonneuse à disque diamanté.....	55
Figure II.7 Séchage des éprouvettes à une température de 70 °C dans une étuve.....	55
Figure II.8 a) Microscope optique de type Motic-BA310 Met, b) Mesure de la fibre du rachis.	65
Figure II.9 Microscope Electronique à Balayage Environnemental de type 250-FEI.....	66
Figure II.10 Plateforme de la rugosimètre 3D (Cyber Technologies CT-100).....	67
Figure II.11 (a) Pycnomètre (b) Balance avec le pycnomètre (b) Balance remplie avec fibres et eau distillée.....	68
Figure II.12 Spectromètre FTIR Nicolet iS10 de Thermo Fisher Scientific.....	69
Figure II.13 Diffractomètres à rayons X (Panalytical X-ray).....	70
Figure II.14 Thermogravimètre TGA/DSC 3+ (METTLER TOLEDO).....	71
Figure II.15 Analyseur calorimétrique différentiel DSC 3+ (METTLER TOLEDO).....	72
Figure II.16 Machine universelle de type ZWICK ROELLE Z2.5.	73
Figure II.17 Machine universelle de type Walter et Bai 100KN.	74
Figure II.18 (a) Dimensionnement des éprouvettes d'essai de résistance à la traction, (b) Eprouvette en biocomposite soumis à la traction.....	75
Figure II.19 (a) Dimensionnement des éprouvettes d'essai de résistance à la flexion. (b) Eprouvette en biocomposite soumis à la flexion.....	77
Figure III.1 Feuille de palmier dattier de la variété de Ghars.....	80
Figure III.2 Structure anatomique d'une coupe transversale du sommet du rachis de palme.81	
Figure III.3 Structure anatomique des coupes transversale dans la zone centrale au niveau du: a) sommet de rachis. b) pied de rachis.	82
Figure III.4 Micrographies MEB de la coupe transversale au niveau du:	83
Figure III.5 Micrographies MEB de la coupe transversale pour : (a, b et c) Faisceau fibro- vasculaire et (d, e et f) Faisceaux de fibres.	85
Figure III.6 Micrographies MEB de la vue longitudinale pour : (a, b et c) Faisceau fibro- vasculaire et (d, e et f) Faisceaux de fibres.	86
Figure III.7 Rugosité de surface 3D et diagramme linéaire 2D pour la rugosité des : (a) Faisceaux fibro-vasculaires (FFV) et (b) Faisceaux de fibres (FF).....	88

Figure III.8 Histogrammes des diamètres moyens des fibres et leurs courbes de distribution normale.....	89
Figure III.9 Contrainte/déformation des vingt essais réalisés à une distance entre les mors de 30 mm sur : a) Faisceaux fibro-vasculaires et b) Faisceaux de fibres.....	91
Figure III.10 Courbe type de contrainte/déformation de faisceaux fibro-vasculaires et faisceaux de fibres testées en traction avec une distance entre les mors de 30 mm.	92
Figure III.11 Propriétés mécaniques des faisceaux fibro-vasculaires en fonction des différentes distances entre les mors.	94
Figure III.12 Propriétés mécaniques des faisceaux de fibres en fonction des différentes distances entre les mors.	95
Figure III.13 Nuage de points des propriétés mécanique en fonction des diamètres des faisceaux de fibres et la distance entre les mors (10, 20, 30, 40 et 50).	96
Figure III.14 Nuage de points des propriétés mécanique en fonction des diamètres des faisceaux fibro-vasculaires et la distance entre les mors (10, 20, 30, 40 et 50). ...	97
Figure III.15 Distributions des diamètres moyens des fibres FFV avec différentes méthodes statistiques.	99
Figure III.16 Distributions des diamètres moyens des fibres FF avec différentes méthodes statistiques.	100
Figure III.17 Distributions des contraintes obtenues pour cinq DM des FFV avec différentes méthodes statistiques.	103
Figure III.18 Distributions des contraintes des FF avec différentes méthodes statistiques..	104
Figure III.19 Distributions des modules de Young obtenues avec différentes méthodes statistiques des FFV pour cinq valeurs de DM.....	106
Figure III.20 Distributions des modules de Young obtenues avec différentes méthodes statistiques des FF pour cinq valeurs de DM.....	107
Figure III.21 Distributions des déformations à la rupture des FFV avec différentes méthodes statistiques.	109
Figure III.22 Distributions des déformations à la rupture des FF avec différentes méthodes statistiques.	110
Figure III.23 Contrainte ultime des fibres FFV et FF en fonction de DM.	112
Figure III.24 Evolution des Modules de Young des fibres FFV et FF en fonction de DM..	113
Figure III.25 Relation entre la déformation des fibres et la distance entre les deux mors. ..	114
Figure III.26 Représentation schématique du réarrangement des micro-fibrilles.	116
Figure III.27 Plage de déformation choisie parmi les courbes de contrainte/déformation types permettant les calculs des angles micro-fibrillaires des FFV et FF.....	117

Figure IV.1 Contrainte/déformation des vingt essais de : (a) FEB-NT, (b) FER-NT (c) FEB-T3N8h et (d) FER-T3N4h.	122
Figure IV.2 Courbes types de contrainte/déformation des fibres, extraite par les deux méthodes, non traitées et traitées permettant l'obtention des propriétés mécaniques les plus élevées.	123
Figure IV.3 Graphique des principaux effets des résultats de l'analyse du plan Taguchi pour la contrainte ultime : a) Moyennes et b) Rapport S/N.....	124
Figure IV.4 Diagramme de Pareto des effets sur la contrainte ultime des fibres.....	126
Figure IV.5 Comparaison entre les valeurs expérimentales et prédites de la contrainte ultime.	127
Figure IV.6 Courbe de régression linéaire relative au modèle de la contrainte des fibres....	128
Figure IV.7 Surface de réponse 3D et courbes de contour 2D montrant l'effet de la concentration de NaOH et du temps d'immersion sur la contrainte ultime pour les fibres extraites par : a) ébullition et b) rouissage.	129
Figure IV.8 Diagrammes des valeurs résiduelles pour la contrainte ultime des fibres.	131
Figure IV.9 Corrélation entre les valeurs expérimentales, de la contrainte ultime, des quatre tests de validation, présentée avec leurs écarts types, et celles obtenues par le modèle de prédiction (points rouges sur la figure).....	133
Figure IV.10 Graphique des principaux effets des résultats de l'analyse du plan de Taguchi pour le module de Young : a) Moyennes et b) Rapport S/N.....	134
Figure IV.11 Diagramme de Pareto montrant les effets des facteurs sur le module de Young.	136
Figure IV.12 Comparaison entre les valeurs expérimentales et celles prédites du module de Young des fibres.....	137
Figure IV.13 Courbe de régression linéaire relative au modèle du module de Young des fibres.	138
Figure IV.14 Surface de réponse 3D et courbes de contour 2D montrant l'effet de la concentration de NaOH et du temps d'immersion sur le module de Young des fibres extraites par : a) ébullition et b) rouissage.....	139
Figure IV.15 Diagrammes des valeurs résiduelles pour les modules de Young des fibres extraites par rouissage et ébullition.	141
Figure IV.16 Corrélation entre les valeurs expérimentales de validation des modules de Young et celles prédites par le modèle développé.	143
Figure IV.17 Profils de désirabilité de la contrainte et du module de Young.....	144
Figure IV.18 Distributions des diamètres des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h avec différentes lois statistiques.....	146

Figure IV.19 Distributions des contraintes des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h avec différentes lois statistiques.....	147
Figure IV.20 Distributions des modules de Young des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h avec différentes lois statistiques.	148
Figure IV.21 Distributions des déformations à la rupture des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h avec différentes lois statistiques.....	149
Figure IV.22 Contrainte/déformation de quatre éprouvettes en résine polyester sollicitées en traction.....	151
Figure IV.23 Contrainte/déformation de quatre éprouvettes sollicitées en traction pour les composites : a) FFV non traités/polyester et b) FFV traités/polyester.....	152
Figure IV.24 Comparaison des courbes types contrainte /déformation des composite NT et composite T avec la résine polyester sollicitées en traction.....	153
Figure IV.25 Faciès des éprouvettes rompus sous contrainte de traction pour : a) Résine polyester, b) Composite NT et c) Composite T.....	155
Figure IV.26 Contrainte/déformation de quatre éprouvettes en résine polyester sollicitées en flexion 3-points.....	156
Figure IV.27 Contrainte/déformation des éprouvettes sollicitées en flexion 3-points pour les composites : a) FFV non traités/polyester et b) FFV traités/polyester.....	157
Figure IV.28 Comparaison des courbes types contrainte/déformation des composites avec la résine polyester sollicitées en flexion 3-points.....	158
Figure IV.29 Étapes de chargement d'éprouvettes en résine polyester sollicitées en flexion 3-points et leur faciès de rupture.....	160
Figure IV.30 Étapes de chargement d'éprouvettes de composite NT ayant 4 plis unidirectionnels sollicités en flexion 3-points et leur faciès de rupture.....	161
Figure IV.31 Étapes de chargement d'éprouvettes de composite T ayant 4 plis unidirectionnels sollicités en flexion 3-points et leur faciès de rupture.....	162
Figure V.1 Spectres IRTF-ATR des faisceaux fibro-vasculaires et faisceaux de fibres du rachis de palmier dattier.....	166
Figure V.2 Spectres EDX des fibres de rachis de palmier dattier :.....	167
Figure V.3 Courbes DRX pour les fibres : a) FFV et b) FF.....	169
Figure V.4 Courbes ATG/DTG des fibres : a) FFV et b) FF.....	171
Figure V.5 Courbes DCS pour les fibres : a) FFV et b) FF.....	173
Figure V.6 Observation micrographiques par MEB des surfaces longitudinales des fibres: a) FEB-NT, b) FER-NT, c) FEB-T3N8h, d) FER-T3N4h, e, f) Corps de silice et leurs cavités avec des grossissements de: x800 et x3000.....	175
Figure V.7 Spectres IRTF-ATR des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h.....	176

Figure V.8 Analyse EDX pour les fibres : a) FEB-NT, b) FEB-T3N8h.....	179
Figure V.9 Courbes DRX pour les fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h.	180
Figure V.10 Courbes des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h :.....	183
Figure V.11 Courbes DSC des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h.	185

Liste des tableaux

Tableau I.1 Quantité estimée des résidus saisonnier du processus de taille annuelle des palmiers dattiers.....	16
Tableau I.2 Diverses pièces d’automobiles fabriquées en composites renforcés avec des fibres végétales.....	30
Tableau I.3 Composition chimique des résidus de différentes parties du palmier dattier.	36
Tableau I.4 Eléments chimique des résidus de différentes parties du palmier dattier	37
Tableau I.5 Propriétés mécaniques de divers rachis de palmier dattier de la Péninsule Arabique (Riad, Arabie Soudite)	38
Tableau I.6 Propriétés mécaniques des fibres extraites de différentes parties des palmiers dattiers.....	39
Tableau I.7 Morphologie de différents types de fibres extraites des palmiers dattiers obtenus à l’aide d’un MEB.....	41
Tableau I.8 Divers exemples dans la littérature de composites fabriqués avec différents types de matrice et de déchets de palmier dattier.	44
Tableau II.1 Facteurs et niveaux utilisés dans la conception de Taguchi.....	56
Tableau II.2 Matrice de planification du plan d’expérience Taguchi mixte L16 ($4^2 \times 2^1$).	57
Tableau III.1 Propriétés mécaniques moyennes des fibres FFV et FF testés à une distance de 30 mm entre les mors.	90
Tableau III.2 Propriétés mécaniques moyennes des fibres FFV et FF testées en traction à des différentes distances entre les mors.	93
Tableau III.3 Diamètres moyens des fibres FFV et FF estimés avec des différentes lois statistiques.....	101
Tableau III.4 Contraintes moyennes expérimentalement obtenues des fibres FFV et FF pour différentes DM comparées à ceux estimées avec différentes lois statistiques..	102
Tableau III.5 Les modules de Young moyens des fibres FFV et FF testés à différentes DM comparées à ceux obtenues avec différentes lois statistiques.	105
Tableau III.6 Déformations moyennes à la rupture des fibres FFV et FF testées à cinq distances entre les mors avec différentes lois statistiques.	111
Tableau III.7 Coefficients de corrélations (R^2 , R^2_{adj} et R^2_{pred}) des modèles statistiques correspondant aux propriétés mécaniques obtenus en fonction des diamètres des fibres et de DM.	115
Tableau IV.1 Facteurs et niveaux utilisés dans la conception du plan des expériences Taguchi.	120
Tableau IV.2 Résultats expérimentaux détaillés du plan Taguchi L16.	120
Tableau IV.3 Résultats de l’ANOVA pour la contrainte ultime des fibres.	125

Tableau IV.4 Comparaison des valeurs expérimentales et prédites de la contrainte ultime.	132
Tableau IV.5 Résultats de l'ANOVA pour le module de Young des fibres.....	135
Tableau IV.6 Comparaison des valeurs expérimentales et celles prédites du module de Young.	142
Tableau IV.7 Solution optimale permettant l'optimisation de la contrainte ultime et du module de Young.....	143
Tableau IV.8 Propriétés mécaniques moyennes des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h obtenues avec différentes lois statistiques.	150
Tableau IV.9 Propriétés mécaniques moyennes des essais de traction de la résine et des composites.....	154
Tableau IV.10 Propriétés mécaniques moyennes des essais de flexion 3-points de la résine et des composites NT et composite T.	159
Tableau V.1 Pourcentage en poids (W%) et pourcentage atomique (A%) des constituants des FFV, FF et autres fibres lignocellulosiques trouvées dans la littérature.	168
Tableau V.2 Tableau récapitulatif des paramètres cristallins pour les fibres FFV, FF comparé à d'autres fibres lignocellulosiques.....	170
Tableau V.3 Vibration des principales bandes observées dans les spectres IRTF-ATR pour les FFV et autres fibres lignocellulosiques.....	177
Tableau V.4 Propriétés cristallines pour les fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER- T3N4h comparées à d'autres fibres lignocellulosiques trouvées dans la littérature.	181
Tableau V.5 Étape de perte de masse des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER- T3N4h.	184

Introduction

générale

Introduction générale

Ces dernières années, la prise de conscience croissante des ressources non renouvelables devenant limitée et une dépendance prévisible aux ressources renouvelables a attiré beaucoup l'attention sur le développement de matériaux composites biodégradables et écologiquement durables. C'est pourquoi l'intérêt pour les matériaux composites renforcés de fibres naturelles s'est rapidement accru grâce à leurs nombreux avantages tels que le faible coût, la biodégradabilité, le caractère écologique, des propriétés mécaniques relativement bonnes et leur bonne stabilité thermique et acoustique. Les fibres lignocellulosiques sont également considérées comme l'une des fibres naturelles les plus importantes utilisées dans divers secteurs industriels, et elles proviennent de nombreuses différentes sources telles que le bois, les plantes et les déchets agricoles.

L'ananas, la balle de riz, le palmier à l'huile, la banane, la noix de coco, le maïs, etc. sont des sources de fibres lignocellulosiques renouvelables et ils sont aussi considérés comme des agro-résidus. Leur disponibilité provient notamment des plantations et des déchets de certaines autres industries agricoles. Ils sont une source importante de biomatériaux pour de nombreuses applications industrielles. Dans ce contexte, un nombre important de chercheurs développent des études pour valoriser et utiliser ces résidus agricoles comme des renforcements dans les biocomposites.

Le palmier dattier est considéré comme l'une des cultures fruitières la plus importante en Algérie avec plus de 20 millions de palmiers répartis dans 100 000 exploitations (d'après le Service de Presse Algérienne : 18 juin 2020). Ce grand nombre de palmiers fait de l'Algérie, le plus grand pays d'Afrique et le quatrième producteur mondial de dattes avec une production estimée à 12,84% de la production mondiale.

Les palmiers dattiers produisent chaque année d'énormes quantités de biomasses et de résidus saisonniers sous forme de feuilles sèches, de tiges, de tronc, de fibrillum, de bras de grappe et de noyaux ... etc. Cette quantité importante de déchets, totalisant plus de 800 000 tonnes par an seulement qu'en Algérie. Mais cet énorme résidu très peu exploité, considéré comme déchets, est utilisé comme aliment de bétail et rarement dans des travaux artisanaux. Bien que du point de vue des chercheurs, cette production est une richesse naturelle et un projet prometteur.

Ce travail de thèse s'inscrit dans l'objectif de valoriser cette ressource à travers le développement de nouveaux biocomposites renforcés par des fibres extraites du rachis des palmiers dattiers. Cela peut donner à l'industrie locale d'autres sources de matières premières. Ce qui permet à l'Algérie de valoriser ses ressources délaissées et de créer des emplois et de

maintenir des réserves de change en réduisant les importations, ce qui contribue à relancer l'économie nationale.

Le choix de la fibre de rachis des palmiers dattiers est bien justifié du fait que ces derniers produisent des résidus agricoles sous plusieurs formes et le plus important est celui du rachis ce qui mérite bien d'être valorisé industriellement. A cet effet, cette thèse est subdivisée en cinq chapitres comme suit :

Le premier chapitre est une étude bibliographique qui présente les fondements de bases liées aux fibres végétales existantes, sur la base des travaux de recherches retrouvés dans la littérature, tout en mettant l'accent sur les fibres de palmier dattier, leurs techniques d'extraction et les différents types de traitements chimiques utilisés, ainsi que l'élaboration des biocomposites renforcés avec ce type de fibre. Les diverses techniques de caractérisation physico-chimique, thermique et morphologique, ainsi que les propriétés mécaniques des fibres et des biocomposites.

Le deuxième chapitre est consacré à la description des techniques d'extraction et de préparation adoptées des fibres de rachis des palmiers dattiers ainsi que les différentes techniques de mise en œuvre et les conditions d'expérimentation. Ainsi que les différents équipements utilisés pour la caractérisation physico-chimique, morphologique, thermique et mécanique, à savoir les microscopes, optiques et à balayage électronique environnemental (MEBE), l'EDAX, le profilomètre 3D sans contact, l'ATR-FTIR, TGA, DSC, DRX et les machines d'essais universelles de traction et de flexion utilisées sont aussi décrites.

Le troisième chapitre porte sur l'analyse et la description détaillée de l'anatomie et de la morphologie des rachis des palmiers dattiers ainsi que les fibres extraites. La caractérisation des propriétés mécaniques des fibres afin d'identifier les effets des diamètres des fibres et la distance entre les mors sur leurs propriétés. Suivie par une analyse statistique de ces propriétés en utilisant différentes méthodes de distribution de probabilité pour ajuster les données en choisissant la méthode qui ajuste au mieux les résultats expérimentaux. De plus, des modèles de prédiction des propriétés mécaniques des fibres en fonction du diamètre et de la distance entre les deux mors ont été aussi proposés.

Le quatrième chapitre vise l'optimisation des propriétés mécaniques des fibres de rachis des palmiers dattiers par un traitement alcalin (NaOH) en utilisant un plan d'expérience. Une analyse de variance (ANOVA) a été utilisée pour déterminer l'influence des divers facteurs et leurs interactions ayant un effet statistiquement significatif sur la contrainte ultime et le module de Young, permettant ainsi l'obtention de leurs modèles mathématiques. Ensuite, une analyse de la normalité des résultats par des diagrammes graphiques complets pour les résidus du modèle à effets fixes en utilisant le logiciel Minitab 19.1. En outre, les conditions optimales ont

été déterminées en utilisant l'approche de la fonction de désirabilité pour optimiser les propriétés mécaniques de traction des fibres. Les propriétés mécaniques (contrainte ultime, module de Young et déformation à la rupture) des biocomposites élaborés constitués par une résine polyester renforcés avec des fibres FFV non traitées et traitées (meilleurs cas) ont été identifiées par des essais de traction et de flexion en 3-points afin de bien comprendre leur comportement mécanique.

Le dernier chapitre s'intéresse à la caractérisation des différentes propriétés physico-chimiques et thermiques des fibres traitées et non traitées obtenues par les techniques les plus utilisées dans le domaine des biocomposites telles que : le MEBE, l'EDAX, l'ATR-FTIR, le DRX, le TGA et le DSC.

Enfin, une conclusion générale qui rassemble une synthèse de l'ensemble des résultats obtenus et un aperçu des orientations futures.

Chapitre I

**État de l'art sur les palmiers dattiers
et leurs différentes fibres**

CHAPITRE I

État de l'art sur les palmiers dattiers et leurs différentes fibres

I.1 Introduction

La sensibilisation accrue à la prise de conscience environnementale, la réduction de la dépendance aux produits synthétiques et le besoin de durabilité ont poussé les chercheurs à rechercher des fibres naturelles biodégradables ayant un faible coût. La solution potentielle déjà déployée à grande échelle consiste à utiliser des fibres naturelles issues de plantes et d'agro-résidus tels que ceux des palmiers dattiers qui sont considérés comme l'un des plus grands types de biomasses et de déchets lignocellulosiques au monde. Malheureusement, ces énormes résidus sont jetés ou brûlés chaque année, seule une faible quantité est utilisée comme aliment de bétail et dans des travaux artisanaux quoiqu'au point de vue des chercheurs, ces déchets sont considérés comme une richesse naturelle et un projet prometteur. Il semble que l'utilisation de fibres de palmier dattier comme renfort pour les composites n'a pas fait l'objet de nombreuses recherches et beaucoup d'aspects de ces différentes fibres sont encore très mal connus. Dans le cadre de la valorisation de cet agro-résidu, cette recherche vise à caractériser les fibres du rachis des palmiers dattiers et à les proposer pour être utilisés comme renfort pour développer des matériaux biocomposite.

Ce chapitre a pour but de mener une synthèse bibliographique approfondie sur le palmier dattier, sa production, ses produits, ses sous-produits et ses applications dans le monde tout en mettant l'accent sur l'Algérie. Ensuite, la présentation des différents types de fibres naturelles ainsi que leur méthode d'extraction et les différents types de traitements utilisés (chimique, physique ou biologique). Suivi d'un aperçu général des biocomposites et de leurs applications ainsi que leurs importance et position sur le marché mondial par rapport aux composites ayant des renforts classiques en fibre synthétique. Enfin, une synthèse sur les travaux de recherches trouvés dans la littérature concernant les différentes caractéristiques (mécanique, physico-chimique, thermique, morphologique, etc.), techniques d'extraction et traitement des fibres de palmier dattier, l'élaboration des biocomposites renforcés par ce type de fibres ainsi que leurs caractéristiques sous différentes sollicitations (traction, flexion, etc.).

I.2 Généralités et présentation du palmier dattier

I.2.1 Synthèse historique du palmier dattier

Le palmier dattier est parmi les premières plantes vivaces selon les archives fossiles qui montrent que l'arbre existe depuis environ 50 millions d'années [1]. Les chercheurs estiment que le palmier dattier est le premier type de plante à être domestiqué par l'homme des milliers d'années avant l'apparition des premiers signes de hiéroglyphes, pour ses multiples avantages et de sa capacité à vivre dans des zones chaudes, très sèches et hautement stériles, où peu d'espèces végétales peuvent prospérer, c'est pour cette raison qu'il a été appelé « *arbre de vie* » depuis l'antiquité [2].

Les pharaons vénéraient les palmiers dattiers, qui sont une source majeure de revenus pour les agriculteurs et leurs industries associées dans les communautés où ils sont cultivés pour ses délicieux fruits, qui peuvent être consommés frais ou séchés (ce qui aide à les conserver pendant de longues périodes). Ils fournissent également les matières premières pour le logement, l'ameublement et à de nombreux objets artisanaux. En plus, de ce qui précède, ils ont couvert leurs morts de feuilles de palmier en signe de respect et ils ont utilisé des fruits de dattes comme offrandes mortuaires. En outre, les tombes des pharaons ont été décorées avec des noms et des gravures de palmiers dattiers par des hiéroglyphes. Une momie recouverte de feuilles de palmier dattier a été trouvée lors des fouilles à Rosikat (Égypte), datant d'au moins 3500 avant l'ère commune [3]. Les anciens Égyptiens ont donné de nombreux noms aux fruits des dattiers, selon ce qui a été trouvé dans les symboles hiéroglyphiques, à savoir : *Buno, Bnr, Phuno, Benrt, Amt, Bni* et *Bnrit* [4].

La culture du palmier dattier a été également trouvée dans les civilisations anciennes telles que les Sumériens, les Acadiens et les Babyloniens, comme le montre la figure I.1.a [5]. En plus de la consommation des dattes comme nourriture et confiture, ils ont utilisé les feuilles pour fabriquer des nattes, des paniers, des balais, des chapeaux, des sacs, etc., et les troncs pour fabriquer des poutres, des chevrons et des colonnes [6].

Les palmiers étaient vénérés dans les civilisations grecque et romaine, et ils étaient un symbole de fertilité, de paix et de victoire. C'est pourquoi le palmier dattier a été estampé sur leurs pièces d'argent (monnaies) comme c'est montré dans la figure I.1.b [7]. Les Grecs considéraient le palmier dattier comme étant l'arbre phénicien, c'est pour cela ils l'ont appelé *Phoinix*, indiquant que l'arbre a été introduit pour la première fois chez les Grecs par les Phéniciens. Ils l'ont aussi appelé « *daktulos fero* » qui signifie « le fruit des doigts » [4].

Le mot *dactylos* signifiant doigt (en raison de la forme du fruit), associé au mot *fero* qui signifie fruits. Les noms précédents ont été combinés pour donner le nom scientifique

actuellement utilisé *Phoenix dactylifera L.* par le botaniste suédois Carl Linnæus en 1753. L'abréviation *L.* à la fin du nom appartient à ce chercheur qui est considéré comme le père de la classification moderne [8].

Outre la longue histoire des palmiers dattiers, ils possèdent une valeur religieuse spéciale dans chacune des trois religions abrahamiques : le judaïsme, le christianisme et en particulier dans l'islam, comme Dieu l'a mentionné dans le Saint Coran dans vingt-trois endroits.



Figure I.1 a) Palmier dattier à l'époque Sumérienne et Babylonienne [5] et b) Des anciennes pièces de monnaie [7].

1.2.2 Description botanique du palmier dattier

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) est un arbre fruitier dioïque, il se caractérise par sa capacité à tolérer des températures relativement élevées, la salinité et la sécheresse [9]. Pour produire des dattes, le palmier dattier a une exigence stricte pour un été relativement chaud et long. Bien qu'ils soient communément appelés « les arbres de palmiers », les palmiers dattiers sont en fait des vrais palmiers et non pas des arbres. Tous les palmiers, y compris le palmier dattier, appartiennent à un groupe de plantes connues sous le nom de monocotylédones [3].

Phoenix dactylifera L. est l'une des quatorze espèces du genre *Phoenix*, qui est l'un des 183 genres de palmiers actuellement connus [10]. Sur le plan taxinomique, *Phoenix* est classé comme appartenant à la tribu *Phoeniceae*, à la sous-famille des *Coryphoideae* et à la famille des *Arécacées* (Palmés), comme c'est montré dans la Figure I.2 [11]. Le palmier dattier est une plante à feuilles persistantes capable de vivre pendant plus de 100 années productives, et certains produisent encore jusqu'à 150 ans, mais leur production de fruits diminue et dans la culture commerciale, ils sont remplacés plus tôt. Il y a même quelques palmiers dattiers qui ont probablement plusieurs centaines d'années. Les palmiers dattiers commencent à fructifier dans les 3 à 5 ans et atteignent leur pleine production après 12 ans [12]. Un palmier bien géré en moyenne peut produire environ 60 à 70 kg de dattes fraîches par an, mais des rendements allant jusqu'à 200 kg/an peuvent être obtenus dans le cas optimal [13]. À savoir que le palmier dattier est une espèce dioïque, il existe des plantes mâles et d'autres femelles. Les plantes femelles doivent être pollinisées d'une manière entièrement manuelle à partir de fin février jusqu'au début du mois de mars. Étant donné que les mâles peuvent polliniser jusqu'à 50 femelles, les mâles n'ont de valeur que comme pollinisateurs, ce qui permet à certains producteurs de ne même pas conserver de plantes mâles, car les fleurs mâles deviennent disponibles sur les marchés locaux au moment de la pollinisation [9]. Le palmier dattier est constitué de plusieurs parties à savoir : le tronc, le Fibrillium (liffe), les feuilles (constitué de folioles, rachis et pétiole), les bras de grappes et le système racinaire (Figure I.3) :

1.2.2.1 Le tronc

Le tronc du palmier dattier appelé aussi stipe ou tige, est de forme cylindrique verticale non ramifiée avec une longueur pouvant dépasser les 20 mètres et un diamètre presque uniforme de la base au sommet. Sa longueur et sa grosseur sont variables selon les variétés et les conditions de son milieu de vie. Le tronc possède une structure très particulière, il est composé de faisceaux vasculaires fibreux résistants maintenus ensemble dans une matrice de tissu cellulaire disposé sans ordre et très lignifié près de la partie externe du tronc [14].

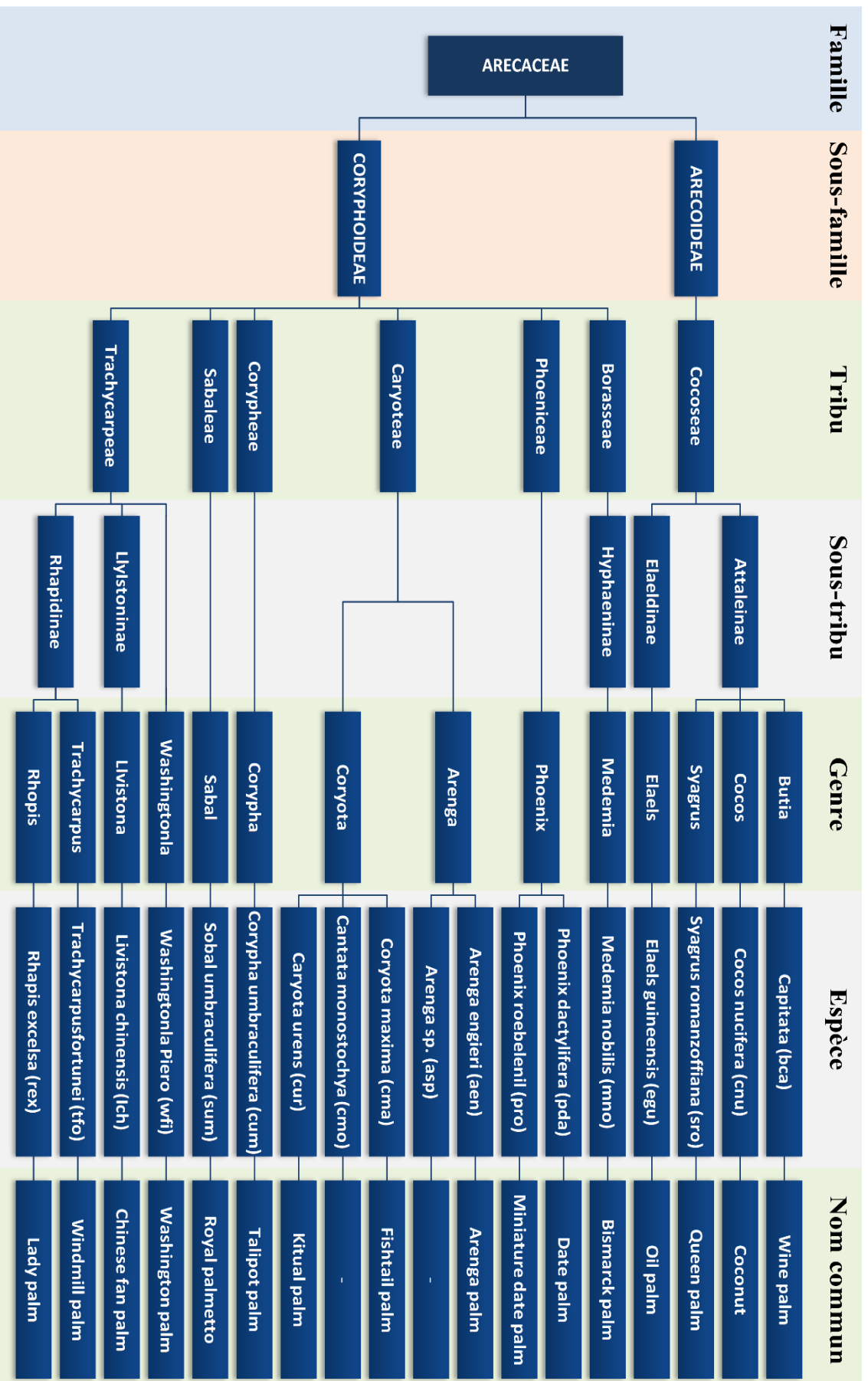


Figure I.2 Classification phylogénétique des palmiers les plus populaires au monde [11].

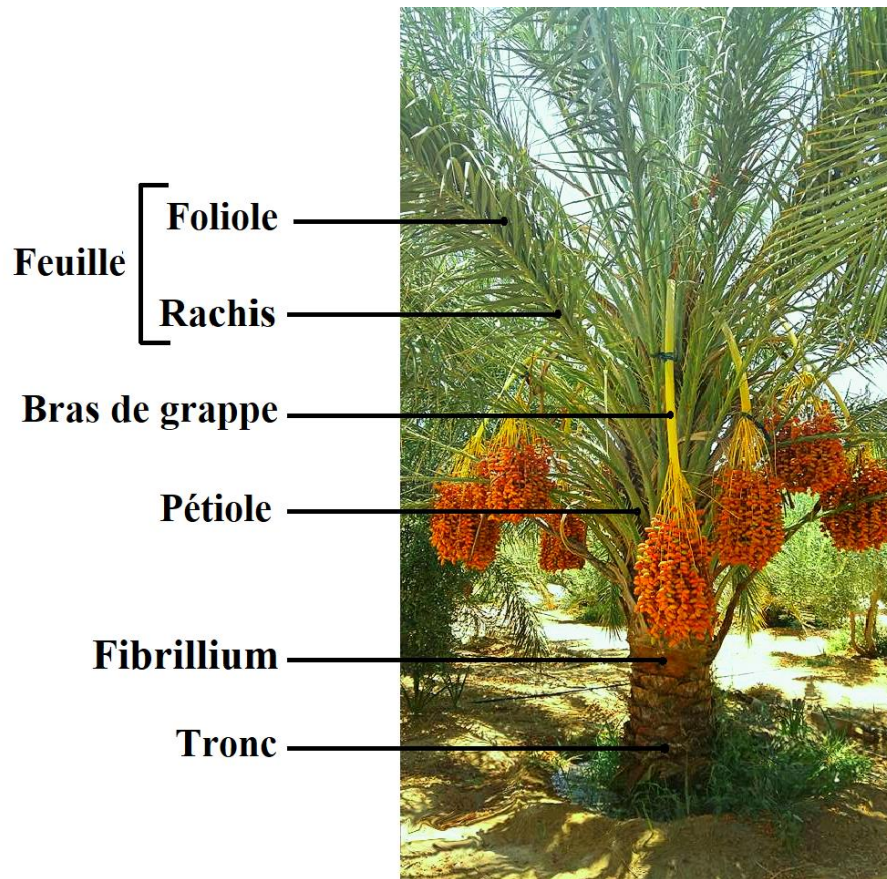


Figure I.3 Les différentes parties d'un palmier dattier.

1.2.2.2 Fibrillum

On l'appelle aussi *liffe* ou encore les fibres de surface de palmier dattier qui est sous forme d'un tissage de fibres végétal (filaments) qui entoure et couvre le tronc entre les pétioles de palmier. Le fibrillum est constitué de la superposition de trois treillis qui forme une plaque presque rectangulaire de longueur 30-50 cm et de largeur de 20-30 cm, son rôle est de renforcer le tronc et de le protéger des chocs extérieurs ainsi que du froid la nuit et de la chaleur du désert [3].

1.2.2.3 Feuilles

Les feuilles de palmier dattier appelé aussi palme ou *Djrid* qui ressemble à une grosse plume sont composées de pétiole (*Karnaf*), rachis, épines (*Chouks*) et folioles (*Saafs*). Le nombre et la longueur de feuilles varient en fonction de la variété et de l'âge du palmier ainsi que des conditions environnementales. Un palmier dattier adulte contient jusqu'à 125 feuilles vertes avec une formation annuelle de 10 à 26 nouvelles feuilles, ces feuilles ressemblant à des plumes mesurent 3 à 6 m de long (4 m en moyenne) et leur plus grande largeur peut atteindre 0,5 m. La durée de vie des feuilles est comprise entre 3 à 7 ans, après leur mort elles ne tombent pas seules, ce qui nécessite de les tailler manuellement [15].

1.2.2.4 Bras de grappe

Les bras de grappes sont des branches en forme de phalange qui s'attachent et s'accrochent directement au sommet du tronc ou à la palmette terminale. Ces branches portent les fruits de dattes à leurs extrémités groupées en régimes ou grappes qui peuvent atteindre un poids de 14 kilogrammes [15].

1.2.2.5 Le système racinaire

Le système racinaire du palmier dattier est fasciculé et fibreux attaché à un bulbe (plateau racinal) qui apparaît partiellement au-dessus du niveau du sol. Les racines secondaires apparaissent sur la racine primaire qui se développe directement à partir de la graine. Ces racines secondaires produisent des racines tertiaires du même type avec approximativement le même diamètre sur toute leur longueur. Les racines tertiaires produisent des racines finales (latérales) qui sont les racines d'absorption de profondeur pouvant s'étendre jusqu'à 25 mètres autour du palmier et jusqu'à 17 mètres en profondeur, mais 85 % de la totalité des racines sont réparties dans la zone de 2 mètres de profondeur et de 2 mètres des deux côtés latéraux du sol [13]. Le développement et la distribution des racines de palmiers dattiers dépendent des caractéristiques de la variété, du type de sol et de la profondeur de l'eau souterraine [12].

1.2.3 Les dattes

La datte est un fruit qui contient une seule graine (noyau), généralement oblongue, mais varie beaucoup en forme, de taille (18 à 110 mm de long), poids (2-60 g), couleur (jaune à noir), et qualité [16]. Il existe environ 5000 cultivars de palmier dattier dans le monde et au niveau des principaux pays producteurs connus, ce nombre peut varier entre 300 et 600, mais dans chaque pays ceux ayant une importance commerciale significative ce nombre est très limité (10-30) [1]. Généralement, les noms des cultivars dépendent du pays (ou de la région) et le même cultivar peut avoir des noms différents d'un pays à un autre. Chacune de ces variétés produit des dattes délicieuses avec des différences distinctes de saveur, de douceur, de teneur en eau avec des attributs nutritionnels, morphologiques et génétiques différents. Les palmiers dattiers sont principalement cultivés pour leurs fruits qui pourraient être consommés frais ou séchés, mais certaines variétés locales sont traditionnellement cultivées pour la consommation animale par exemple El- Belah [17].

Le fruit de datte mûrit pendant environ 200 jours en quatre étapes principales, comme c'est illustré sur la Figure I.4. La première étape est le *kimri*, ou l'étape non mûre (couleur verdâtre, texture dure). La deuxième étape est le *khalal*, ou le stade croquant, pendant lequel le fruit atteint sa pleine taille (jaunâtre). La troisième étape est le *rutab*, ou l'étape mûre et douce (les fruits ramollissent, plus doux). L'étape finale est le *tamr*, qui est l'étape entièrement mûre et

séchée au soleil (les fruits ramollissent, sont plus doux) [18]. La pluie et une humidité élevée peuvent ruiner les fruits pollinisés lorsqu'ils sont en deuxième ou en quatrième étape de maturité. C'est pourquoi les producteurs de dattes placent souvent un sac plastique transparent de protection autour de chaque groupe de dattes pour empêcher leurs accès. Le fruit est récolté au cours des deux dernières phases. Les palmiers matures peuvent produire de 70 à 200 kilogrammes de dattes par saison de récolte. Plus de 1 000 dattes peuvent apparaître sur un seul paquet pesant 8 kg ou plus [19].

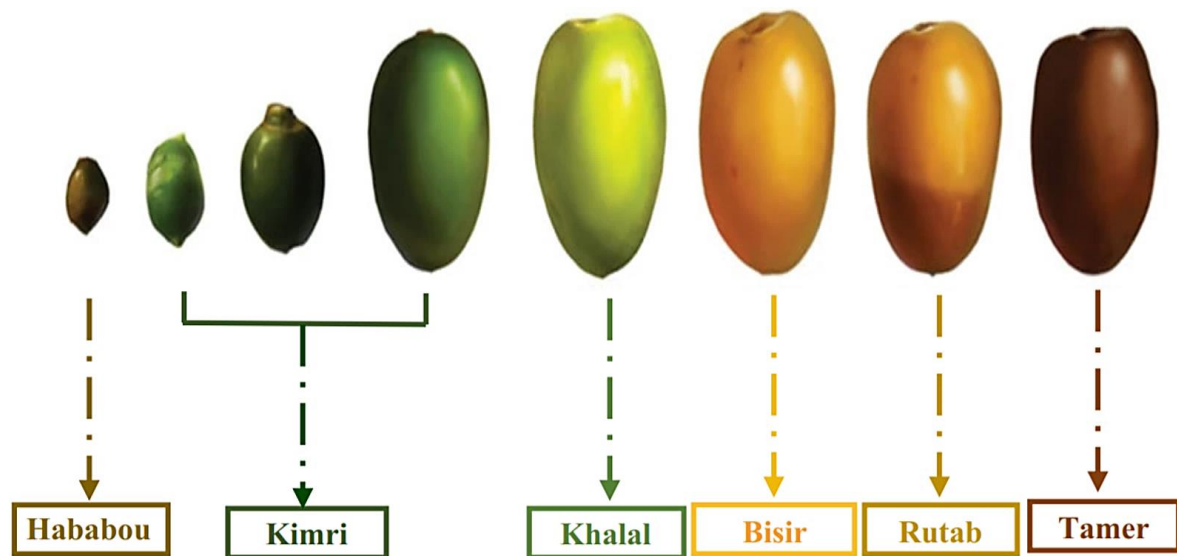


Figure I.4 Les différentes étapes de maturation des dattiers [18].

Les dattes se caractérisent par leurs propriétés nutritionnelle et fonctionnelle essentielle, car elles sont une excellente source de glucides simples, principalement sous forme de glucose et de fructose. Cependant, les quantités de ces composants diffèrent entre les variétés et dépendent de l'étape de maturité [18]. L'étape partiellement mûre (*Rutab*), appelée aussi *Lamnagar* en Algérie, du fruit contient moins de sucre global que l'étape complètement mûre (*Tamer*). De plus, les dattes sont riches en sucres alimentaires non amylacés et en certains minéraux comme le potassium et le magnésium. Aussi c'est également une riche source d'ingrédients antioxydants aux propriétés biologiques actives. Manger environ neuf fruits par jour peut garantir environ 10% et 16% d'énergie et de glucides par jour et fournit un quart de l'apport quotidien recommandé en potassium [20]. La valeur de l'espèce dans les économies de subsistance et de marché est bien plus grande qu'un simple fruit frais nutritif à haute énergie qui peut être mangé, car il peut facilement être stocké par un processus naturel de séchage au soleil, pour être utilisé comme substance alimentaire supplémentaire pendant toute l'année. Il peut être pressé en une pâte de dattes facilement transportables ou transformé en sirop pouvant être fermenté en bio vinaigre [9,18].

I.2.4 Situation de la culture du palmier dattier dans le monde

Les dattes peuvent pousser dans des climats très chauds et secs et sont relativement tolérantes aux sols salins et alcalins. Les palmiers dattiers nécessitent un long été intensément chaud avec peu de pluie et une humidité très faible pendant la période allant de la pollinisation à la récolte, mais avec une eau souterraine abondante près de la surface ou de l'irrigation [9].

Le Palmier dattier est cultivé principalement au Moyen-Orient et en Afrique du Nord. La production agricole de palmier dattier a progressivement augmenté pour inclure l'Australie, l'Afrique australe, l'Amérique du Sud, le Mexique et les États-Unis, grâce à l'échange des matériels génétiques. Les dernières statistiques de l'Organisation des Nations Unies (ONU) pour l'alimentation et l'agriculture de la production mondiale des dattes montrent un intérêt croissant en tant que produit économique ayant un bon rendement financier [21].

Récemment en 2020, Al-Hameedi et al. [22] ont reporté l'existence de 130 millions de palmiers dattiers dans le monde, avec plus de 88 millions d'arbres dans les pays arabes. Il est estimé qu'environ 3% de la superficie cultivable mondiale est occupée par les palmiers dattiers [23]. À partir de cette zone cultivable, la production mondiale de dattes commercialisable a atteint environ 8,52 millions tonnes par an (Figure I.5) [21].

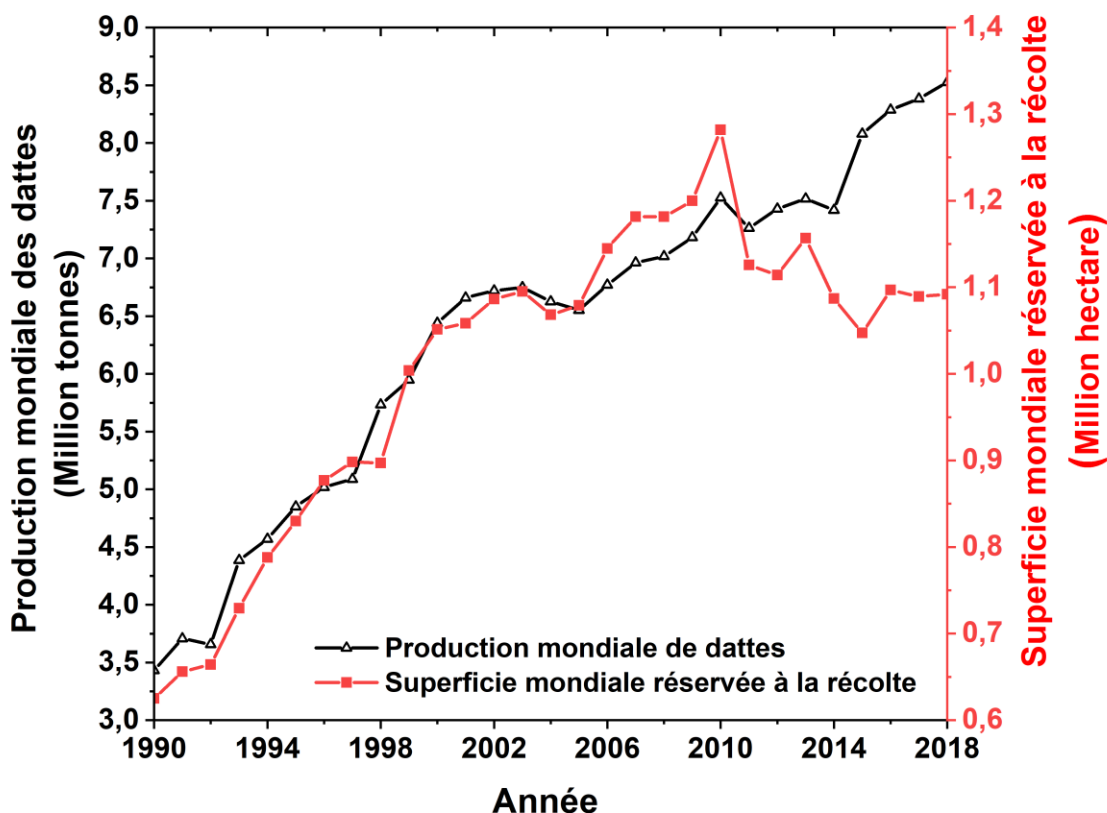


Figure I.5 Quantité de production de dattes à l'échelle mondiale [21].

La demande mondiale de dattes augmente rapidement : elle est passée de 3,43 millions tonnes en 1990 à 7,52 millions tonnes en 2010, soit une augmentation de 45,61% en 20 ans c'est-à-dire une croissance moyenne de 2,28 % par an. Alors que, la production en 2018 est passée à 8,52 millions tonnes (FAO STAT 2020) soit une augmentation de 11,74% en 8 ans, enregistrant une croissance de 1,47% par an. Ce ralentissement depuis 2010 peut être expliqué par la réduction mondiale des surfaces réservées à la récolte des palmiers dattiers (voir figure I.5). La superficie mondiale réservée à la récolte des palmiers dattiers est passée de 0,62 million hectare en 1990 à 1,28 million hectare en 2010 et à seulement 1,09 million hectare en 2018 [21]. Malgré cela, il est suspecté que l'étendue de la culture des palmiers dattiers devrait augmenter dans les années à venir.

L'Égypte est le plus grand producteur de dattes au monde en 2018 avec une production de 1,56 million de tonnes, ce qui représente 18,29 % de la production mondiale (Figure I.6). Les dix principaux producteurs de dattes sont situés en Asie et en Afrique avec une production estimée à 7,62 millions de tonnes en 2018, ce qui représente environ 90% de la production mondiale, ce qui indique que ces pays contrôlent le marché mondial.

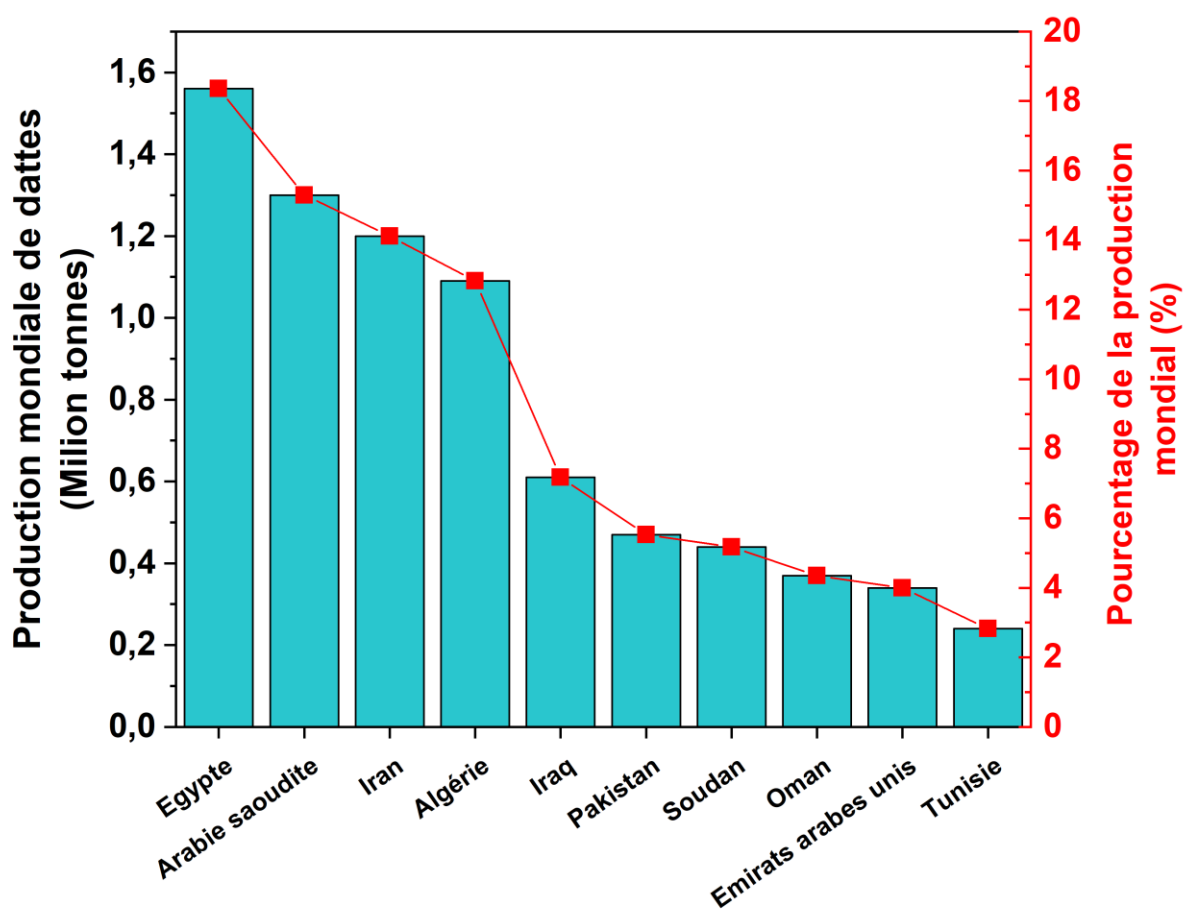


Figure I.6 Les 10 principaux producteurs de dattes dans le monde en 2018 [21].

Selon les statistiques de 2018 [21], l'Asie détient la plus grande part de production mondiale de dattes avec 61,70% suivie par l'Afrique avec 37,70%, l'Amérique et l'Europe avec seulement des faibles pourcentages respectifs de 0,40% et 0,20% (Figure I.7).

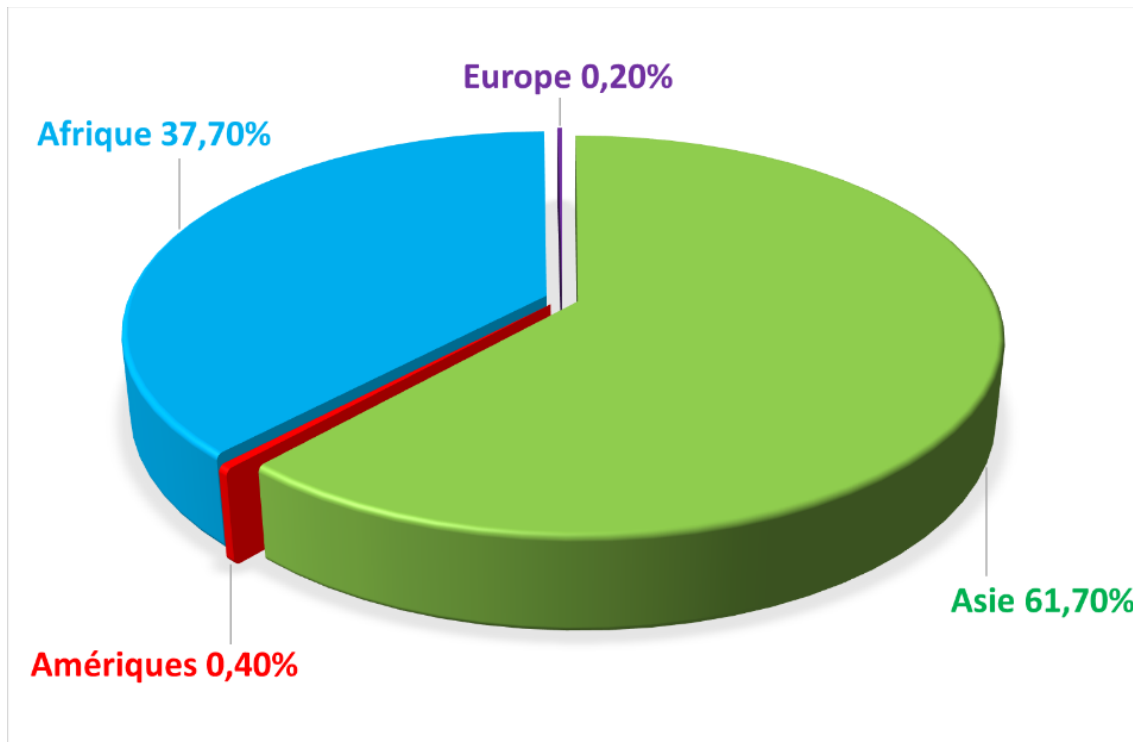


Figure I.7 Part de la production de dattes dans le monde par région [21].

I.2.5 Situation de la culture du palmier dattier en Algérie

Le palmier dattier est considéré comme l'une des cultures fruitières la plus importante en Algérie avec plus de 20 millions de palmiers répartis dans 100 000 exploitations (selon le Service de Presse Algérienne du 18 juin 2020) [24].

Ce grand nombre de palmiers fait de l'Algérie, le plus grand pays d'Afrique, le quatrième producteur mondial de dattes avec une production de 12,84% de la production mondiale. La production a connu une forte augmentation, passant de 0,21 million de tonnes en 1990 à 1,09 million de tonnes en 2018, ce qui représente une croissance de 523,44% [21].

Les plantations de palmiers dattiers en Algérie ont enregistré une expansion significative à partir de l'année 1990 estimée à 107,59%, passant de 81 890 Hectares en 1990 à 170 000 Hectares en 2018 (Figure I.8) [21]. Plus de 90 % de cet accroissement s'explique par les plantations nouvelles encouragées par le programme d'accession à la propriété foncière agricole et le programme national de développement agricole [25].

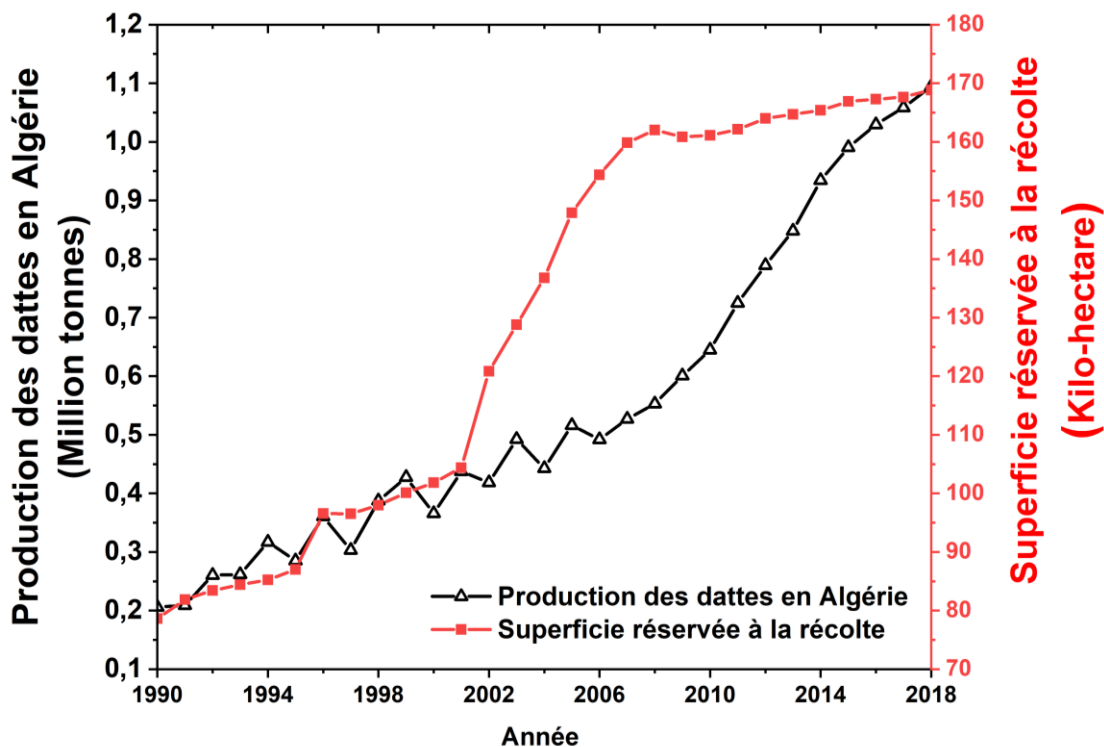


Figure I.8 Evolution de la production des dattes et des superficies réservées à sa récolte en Algérie [21].

Actuellement, il existe environ 1 000 espèces de palmiers algériens répertoriées [26]. Ces variétés peuvent être classées en quatre catégories du point de vue commercial et de leur disponibilité :

- *Variété de très bonnes valeurs commerciales*, telles que : Deglet-Nour, Ghars, Degla-Beida, Tafenoquine, Itima, Mech-Degla, etc.
- *Variété ordinaire*, comme : Arechti, Boudheroua, Taouri, Hamraia et Ksebba, etc.
- *Variété rare, de moindre valeur et très peu disponible* tels que : Oum-rouah, Oum-Soualef, Oum-aidjet, Oum-Chouika, Azenchi, etc.
- *Variété rare, non disponible*, un nombre limité a récemment été découvert, comme les variétés étrangères introduites : Zohdi, Halami, Ftemi, Alig, etc.

En plus d'être classé selon le commerce et la disponibilité, une autre classification en trois classes pour le palmier dattier sur la base de la qualité externe du fruit et des cultures [27]:

- Palmiers produisant des dattes molles de texture fibreuse et aqueuse telles que : Ghars, Hamraia, Itima, Zegraia, etc.
- Palmiers produisant des dattes demi-sèches ou semi-douces qui sèchent comme : Deglet-Nour, Arechti, Sebaa, Boudraa, Amdj-Zenina, Deglet-Messaoud, etc.
- Palmiers produisant des dattes sèches ou dures qui durcissent sur l'arbre et ont une texture farineuse, telles que : Degla-Beida, Laalami, Lahlou, Deglet-Zohra, Arelou, etc.

La wilaya de Biskra occupe la 1^{ère} place dans la commercialisation des variétés Deglet Nour et Degla Beida. Quant à la wilaya de Ouargla, elle occupe la 1^{ère} place dans la commercialisation de la variété Ghars. Bien que l'Algérie soit classée parmi les principaux pays producteurs de dattes, elle se caractérise par sa faible présence sur le marché international. Les exportations de dattes algériennes ne suivent toujours pas la courbe de production accrue. Les dattes Deglet Nour et les autres dattes fraîches sont exportées vers les pays européens, notamment vers la France qui est le premier destinataire des dattes algériennes. Alors que les dattes sèches sont exportées vers les pays Africains [28].

1.2.6 Potentiel de biomasse du palmier dattier

Les palmiers dattiers produisent chaque année d'énormes quantités de biomasses et de résidus saisonniers sous forme de : feuilles sèches, tiges, tronc, fibrillium, bras de grappe et de noyaux ... etc. Actuellement, ils sont considérés comme l'un des plus grands types de biomasses et de déchets solides lignocellulosiques au monde, selon Mohammed Nayeem Shah [15]. Chaque million de palmiers produit environ 115 millions de kilogrammes de déchets agricoles, la disponibilité de plus de 130 millions de palmiers dattiers dans le monde peut donc produire plus de 14,85 millions de tonnes de biomasses par an.

Mais cette production de résidus n'est pas exploitée et le plus souvent les déchets de palmiers sont brûlés dans les fermes ou éliminés dans des décharges qui provoquent une pollution de l'environnement dans les pays producteurs de dattes. Seulement une petite quantité est utilisée comme aliment pour des animaux et est rarement utilisée dans le travail artisanal par exemple dans les fabrications des : tapis, paniers, balais, chapeaux, éventails, sacs, etc. (Figure I.9).

Bien que du point de vue des chercheurs, cette production est une richesse naturelle et un projet prometteur. Récemment, dans le but de valoriser cet immense agro-résidu plusieurs recherches ont proposé l'utilisation des fibres issue de ces résidus comme renforts naturels dans les matériaux biocomposites. Ceci est dû au fait que la plupart des parties du palmier dattier ayant une structure fibreuse comme les fibres de : tronc (bois), Fibrillium (liffe), branches et bras de grappes des dattes, feuilles au niveau du pétiole (Karnaf), rachis et foliole (Saafs). Les rachis du palmier dattier acquièrent le pourcentage le plus élevé parmi la quantité totale de résidus saisonniers d'un palmier, comme c'est montré dans le tableau I.1.

Tableau I.1 Quantité estimée des résidus saisonnier du processus de taille annuelle des palmiers dattiers [29].

Quantité annuelle	Rachis	Foliole	Bras de grappes	Fibrillium	Pétiole	Total
Kg séché par palmier	15	14,6	9	1,56	14	54,2



Figure I.9 Nombreux exemples d'applications utilisant des déchets de palmier dattier.

I.3 Les fibres naturelles et les biocomposites

I.3.1 Les fibres naturelles

La sensibilisation accrue à la prise de conscience environnementale, la réduction de la dépendance aux produits synthétiques et le besoin de durabilité ont poussé les chercheurs à examiner différentes fibres naturelles biodégradables. Les fibres naturelles sont les bio-fibres qui peuvent être classées selon leur origine en trois grandes catégories d'origines : minérale, comme le basalte ou l'amiante, animale, tels que la soie ou la laine, et végétales également connues sous le nom de fibres végétales comme le montre la figure I.10 [30].

Les fibres d'origine végétale sont les fibres naturelles les plus utilisées, en raison de leur renouvellement et de leur disponibilité plus facile, tandis que les fibres animales et les fibres minérales ont une utilisation minimale (Figure I.11). Les fibres végétales ou les fibres lignocellulosiques sont généralement séparées en deux groupes. Les fibres naturelles primaires sont des fibres agro basées à partir de plantes, feuilles, tiges, coquille, etc. par exemple : le sisal, le jute, le kenaf, le chanvre, le lin, le bambou sont particulièrement récoltés pour leur teneur en fibres. Les fibres secondaires sont extraites des agros-déchets, par exemple fibre de : cocos, ananas, riz, paille de maïs et de blé, palmier à huile, etc. [31]. Les fibres lignocellulosiques peuvent être classées en fonction de leur rapport d'aspect (longueur/diamètre) s'il est supérieur à 20, ils sont alors appelés vraies fibres [32].

Bien que les constituants chimiques déterminent les propriétés physiques, les autres facteurs qui influencent les fibres sont : sa source, son âge, les techniques de traitement utilisées pour son extraction, sa maturité, son emplacement géographique, sa taille, son emplacement dans la plante et sa géométrie. De plus, les dimensions des fibres, leur architecture, l'angle micro fibrillaire influencent également leurs propriétés. Les fibres naturelles peuvent être utilisées sous forme de : particules ou de charges, fibres courtes, fibres longues, mèches continues, tissés et de non-tissés [33–35].

Les fibres naturelles sont une source prometteuse de renforts qui possèdent des propriétés mécaniques appréciables qui leur permettent d'être utilisées dans une variété d'applications telles que dans la fabrication de : tissus, textiles, cordes, tapis, toiles, papiers, etc. De plus, les fibres végétales sont disponibles sous forme fibreuse, à bon marché et biodégradable ont été utilisées comme renforts dans les matériaux biocomposites comme une alternative viable aux fibres synthétiques nécessitant une grande énergie pour leurs fabrications, coûteuses et non renouvelables (par exemple, les fibres de carbone, de kevlar et de verre conventionnelles ou d'autres charges inorganiques) lorsque le module élastique élevé n'est pas requis [36,37].

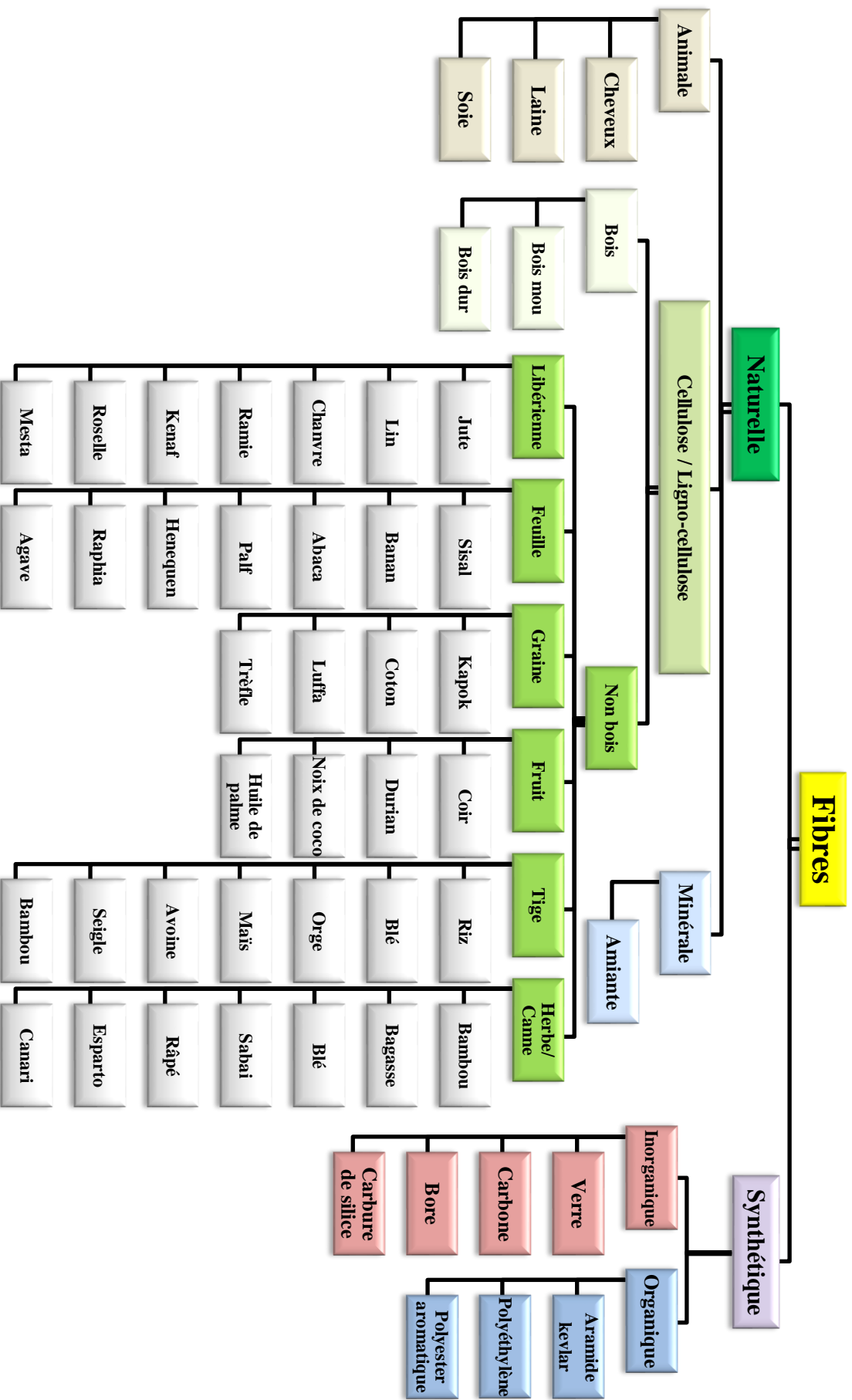


Figure I.10 Classification des fibres naturelles et synthétiques [30].



Figure I.11 Les fibres naturelles les plus utilisées comme renfort dans les biocomposites [38].

1.3.2 Les avantages et les inconvénients des fibres naturelles

Par rapport aux fibres synthétiques, les fibres naturelles présentent les avantages suivants :

- La nature renouvelable, biodégradable et neutre en CO₂ ce qui rend les fibres naturelles écologiques.
- Faible coût, car elles sont déjà disponibles en abondance sous forme fibreuse.
- Faible densité et faible poids spécifique (environ la moitié de la fibre de verre).
- Sa production nécessite très peu d'énergie.
- Non toxique et sans danger pour la santé publique (réduction de l'irritation cutanée et respiratoire).
- Facile à manipuler, séparé et non abrasif pendant la préparation, le traitement et l'utilisation.
- Réduction de l'usure des outils.
- Source compostable de revenus pour les communautés agricoles rurales.
- Haute ténacité et bonnes propriétés d'isolation thermique, électrique et acoustique.
- Propriétés de résistance spécifiques acceptables voire bonne pour certaines espèces [31,39].

Cependant, les fibres naturelles possèdent aussi les inconvénients suivants :

- Propriétés variables sur la longueur de la fibre et dépendent de son origine, son âge, la partie de la plante à partir de laquelle les fibres sont extraites et la technique de son extraction.
- Mauvaise compatibilité avec des matrices polymères hydrophobes.
- Les fibres se dégradent après avoir été stockées pendant une longue période.
- L'absorption d'humidité relativement élevée.
- La tendance à former des agrégats au cours du traitement.
- Basse stabilité thermique et mauvaise résistance au feu [31].

1.3.3 Les méthodes d'extraction

L'extraction appropriée des fibres végétales utilisée dans les applications commerciales et industrielles est un processus très complexe. Cela est dû à la difficulté d'obtenir de très grandes quantités de fibres de haute qualité sans pour autant leur causer de dommages importants, ainsi qu'aux effets de la méthode d'extraction sur les propriétés mécaniques et physico-chimiques. Pour ces raisons, différentes méthodes ont été développées selon la nature, la source et la partie de la plante pour extraire la meilleure qualité possible des fibres végétale [40]. La classification

des processus d'extraction des fibres végétales peut se faire en quatre procédures principales suivantes :

1.3.3.1 La méthode manuelle

La méthode manuelle est utilisée généralement lors de l'extraction d'une petite quantité de nouvelles fibres. Dans ce cas, la tige ou les feuilles sont pelées puis les fibres sont retirées des écorces manuellement à l'aide d'un couteau ou à la main. Ensuite, ils sont battus doucement avec un marteau en bois ou en plastique pour desserrer les fibres. Les amas de fibres résultantes sont séparés à l'aide d'une brosse métallique. Les inconvénients de cette méthode sont qu'elle nécessite beaucoup de temps et d'efforts en plus de son faible rendement de production [41]. Cette méthode a été utilisée pour l'extraction de nouvelles fibres : telles que les fibres des bras de grappe de palmier dattier [42,43].

1.3.3.2 La méthode mécanique

Il existe de nombreuses méthodes d'extraction mécaniques des fibres à l'aide de différentes machines, selon le type de plantes et les propriétés qui peuvent être obtenus à partir des fibres extraites, dont les plus importantes sont :

- *Processus de décorticage* : il s'agit de l'extraction de fibres à l'aide de machines simples (à savoir rouleaux dentés, batteur, etc.). Dans ce processus, les tiges coupées des plantes sont écrasées entre deux rouleaux de tambour pour éliminer la partie pulpeuse et obtenir les fibres [44].
- *Processus de pressage* : les plantes sont coupées en morceaux qui sont ensuite pressées dans une presse ou une compression plusieurs fois jusqu'à ce que les fibres puissent être séparées [45].
- *Processus de défibrage* : ce procédé est utilisé pour les fibres de bois en les coupant en morceaux, puis ces morceaux passent à travers une température de 110 à 160°C pour fragiliser les connexions entre les fibres avant de les passer au broyeur qui peut contrôler la dimension de la fibre en fonction de l'utilisation [41].
- *Processus d'égrenage* (vibration) : cette séparation mécanique se fait à l'aide de machines spécifiques telle que égreneuse à rouleau ou égreneuse à scie pour la séparation des fibres de grain telle que le coton [46].

L'extraction mécanique à l'aide de machines peut réduire la durée du travail et augmenter le rendement de la production de fibres de 20 à 25 fois par rapport au processus manuel [47].

1.3.3.3 La méthode de rouissage

La méthode la plus courante pour séparer les fibres végétales sont les techniques de rouissage. Ils peuvent être classés en quatre procédures de partitionnement principales [40,48]:

- *Processus biologiques* : Le rouissage est une méthode traditionnelle et un processus biologique microbien naturel pour extraire des fibres qui utilisent des bactéries et des champignons dans différents environnements pour attaquer les substances non cellulosiques des plantes et libérer la fibre [49]. La méthode la plus largement pratiquée est le processus de rouissage à l'eau, où les grappes de plantes à tiges ont été immergées dans l'eau comme des étangs, des ruisseaux lents et des rivières. Le rouissage à l'eau est un processus à long terme et le potentiel de contamination de l'eau prouve que cette méthode est moins attrayante pour les applications industrielles [41]. De plus, il existe une méthode de rouissage atmosphérique, où les tiges ou les feuilles des plantes ont été coupées et réparties dans les champs pour pourrir avec une surveillance constante afin de garantir que la séparation des fibres s'effectue sous la qualité requise. Ce procédé est économique, mais il requiert un temps assez important. La méthode de rouissage atmosphérique est largement utilisée pour la production industrielle de fibres [50]. Récemment, Bezazi et al. [51] ont extrait les fibres des feuilles d'agave en utilisant l'activité biologique des micro-organismes en les enfouissant dans le sol à une profondeur d'environ 30 à 40 cm dans le sol pendant trois mois. Ce processus d'extraction est compétitif avec d'autres méthodes d'extraction en termes de volume de production, de coût et d'impact environnemental.
- *Processus chimiques* : Les méthodes de rouissage chimiques relativement plus courantes utilisent des alcalins et des acides doux tels que d'hydroxyde de sodium ou de potassium, l'acide sulfurique, le peroxyde d'hydrogène, la protéase et le citrate de sodium sont utilisés pour l'extraction des fibres. La concentration chimique, la température et la durée du traitement sont les principaux facteurs de la qualité des fibres extraite [41].
- *Processus mécaniques* : Les méthodes conventionnelles de rouissage nécessitent environ 14 à 28 jours pour la dégradation des cires, de la pectine, de l'hémicellulose et de la lignine. Pour réduire le temps de traitement de cette méthode, l'extraction mécanique accompagne la méthode conventionnelle en utilisant des machines spéciales [41,44].
- *Processus physiques* : principalement il existe trois types à savoir :
 - Rouissage par ultrasons : Les plantes sont mises dans une eau chauffée à 70 °C avec de petites quantités d'alcalins et de surfactants et exposées à des ultrasons de haute intensité (40 kHz) [50].
 - Explosion à la vapeur : Les plantes sont mises dans une enceinte en présence de vapeur surchauffée à environ 180°C pendant une heure et à une pression de vapeur d'environ

0,5 à 1 MPa. Après les fibres sont lavées à grande vitesse au jet d'eau afin de terminer la séparation des faisceaux de fibres [52].

- Extraction à l'aide de l'eau bouillante : Les plantes sont nettoyées à l'eau et cuites à l'eau bouillante pendant deux heures, et le processus est répété jusqu'à ce que les fibres se séparent les unes des autres [49,53].

1.3.4 Composition chimique

Les diverses propriétés des fibres naturelles et les composites renforcés par ce type de fibre sont largement influencés par leur composition chimique. Les principaux constituants des fibres naturelles sont la cellulose, l'hémicellulose, la lignine, la pectine, les cires et les substances hydrosolubles [54].

1.3.4.1 Cellulose

La cellulose est le composant essentiel de toutes les fibres végétales. La cellulose est un polymère de condensation linéaire composé d'unités de glucose liées entre elles par une liaison glycosidique β (1-4) (Figure 1.12). La structure moléculaire de la cellulose est responsable de sa supramoléculaire qui détermine un bon nombre de ses propriétés chimiques et physiques [54]. Les propriétés mécaniques des fibres naturelles dépendent de son type de cellulose et de son angle en spirale, car chaque type de cellulose a sa propre géométrie cellulaire et les conditions géométriques déterminent les propriétés mécaniques. La cellulose solide forme une structure microcristalline avec des régions d'ordre élevé, c'est-à-dire des régions cristallines. À mesure que la cristallinité de la cellulose augmente, la résistance mécanique des fibres accroît aussi [55].

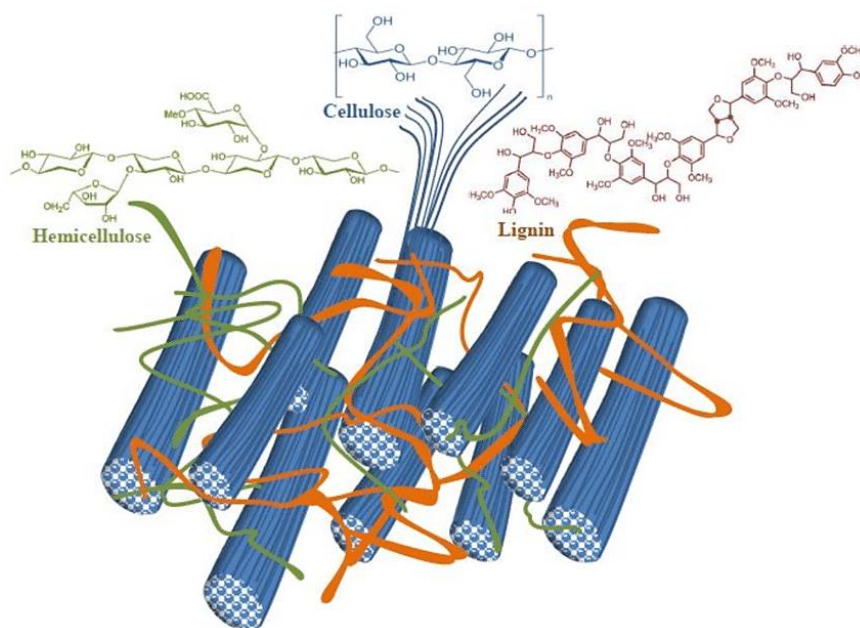


Figure I.12 Schéma de la composition structurelle des fibres végétales [54].

1.3.4.2 Hémicellulose

L'hémicellulose est composée de polysaccharides ayant un degré de polymérisation inférieur à celui de la cellulose. Sa structure est analogue à la cellulose, mais elle est constituée des sucres à 5/6 chaînons. Cependant, les chaînes sont comparativement plus courtes et irrégulières que celles de la cellulose. Les hémicelluloses sont très hydrophiles et facilement hydrolysées par des acides ou des bases dilués [56,57].

1.3.4.3 Lignine

La lignine est un polymère hydrocarboné complexe avec des constituants aliphatiques et aromatiques. Il agit comme une matrice ductile amorphe dans une structure composite de fibres naturelles, de telle sorte que les propriétés mécaniques sont inférieures à celles de la cellulose. La lignine diminue également la capacité d'absorption d'eau de la cellulose en formant une couche sur les molécules de cellulose polaires. La lignine résiste aux attaques de la plupart des micro-organismes, car les anneaux aromatiques sont résistants aux processus anaérobies tandis que la dégradation aérobie de la lignine est lente [58,59].

1.3.4.4 Pectine

La pectine est un matériau polymère de la famille de polysaccharides les plus structurellement complexes de la nature, dont les monomères de base sont des galacturonates qui forment des chaînes assemblées d'au moins 20 unités de longueur à angle droit par rapport aux molécules de rhamnose. Les chaînes latérales peuvent alors être adaptées à la structure de base. Les différentes chaînes de galacturonate sont liées via des ions Ca^{2+} ou Mg^{2+} formant une structure en feuilles. Ce sont des molécules colloïdales qui ont le rôle de ciment intercellulaire, principalement situées au niveau de la lamelle moyenne. La pectine est constituée de 35% des parois primaires des mauvaises herbes à feuilles larges et des monocotylédones non germées, de 2 à 10% des parois primaires des graminées et autres Commelinidae et jusqu'à 5% des parois des tissus ligneux [55,60].

1.3.4.5 La cire

La cire est présente dans la plupart des fibres végétales, elles sont constituées de différents types d'esters d'acide gras et d'alcool gras à longue chaîne. Les cires sont totalement hydrophobes, donc totalement imperméables à l'eau et aux gaz, limitant ainsi la transpiration des plantes [57,58].

1.3.5 Traitement des fibres

Malgré les divers avantages des fibres naturelles, il existe certains inconvénients qui doivent être résolus pour de meilleures propriétés physico-chimique et mécaniques, par exemple : l'hydrophilie des fibres (absorption de l'humidité), la faible résistance mécanique, la basse stabilité thermique et en particulier la mauvaise compatibilité avec des matrices hydrophobes. Dans le but d'améliorer leurs différentes propriétés, quatre catégories de traitements sont développées :

1.3.5.1 Les traitements physiques

Il existe de nombreux traitements physiques, par exemple : ébullition des fibres avec ou sans pression, traitement aux ultrasons, traitement thermique, traitement par plasma (plasma thermique, froid ou non équilibré), photo-oxydation par éclairage UV, l'explosion de vapeur, rayonnement ionisant, traitement laser, traitement par ozone, traitement sous décharge Corona (couronne) et plasma à pression atmosphérique viennent d'être utilisés pour éliminer l'incohérence de différents substrats [40,61,62].

1.3.5.2 Les traitements chimiques

Il existe différents types de traitements chimiques qui ont été pris en compte dans des travaux précédents reportés dans la littérature à savoir : l'utilisation des solutions telles que les alcalins, isocyanate, cyanoéthylation, permanent de silane, acétylation, peroxyde, organo-silane, vinyle greffé, chlorure de benzoyle, styrène, alcoxy-silane, processus de : blanchiment, mercerisation et déparaffinages traités en utilisant d'autres agents de couplage. Les traitements chimiques des fibres améliorent la liaison hydrogénée intermoléculaire entre les fibres, ce qui limite généralement la dispersion des fibres dans la matrice polymère [62,63]. De plus, ces traitements avec des concentrations et temps adéquats permettent une augmentation considérable des propriétés mécaniques des fibres [64,65].

1.3.5.3 Les traitements physico-chimiques

Les traitements physico-chimiques sont ceux qui combinent des traitements physiques, tels que le traitement thermique, ultrasons ou l'explosion de vapeur...etc. avec des traitements chimiques pour favoriser les réactions chimiques afin d'obtenir une meilleure séparation des faisceaux de fibres [61,66,67].

1.3.5.4 Les traitements biologiques

Il y a de nombreuses techniques et traitements biologiques tels que le traitement avec des bactéries, traitement avec des nanofibres de nanocellulose ou de cellulose et récemment un nouveau traitement biologique a été développé dans lequel des enzymes spécifiques sont appliquées pour éliminer les composants non celluloses de la surface des fibres [68,69].

I.3.6 Les biocomposites

Un biocomposite ou composite biosourcé est un matériau composé de deux ou plusieurs matériaux constitutifs distincts (dans au moins l'un parmi ces constituant est naturellement dérivé) qui sont combinés pour donner un nouveau matériau avec des performances améliorées comparativement à ces éléments constitutifs individuels. Les matériaux constitutifs sont la matrice et les composants de renforcement, qui sont principalement les éléments porteurs de charges, qui peuvent se présenter sous forme de fibres, de particules et de flocons. La matrice sert à lier les composants de renforcement ensemble et à fournir un support mécanique [70].

L'ajout de nanoparticules ou de particules telles que les silicates en couches, les nanotubes de carbone et la cellulose offrent une résistance supplémentaire aux matériaux biocomposites, ce qui permet d'élargir leurs domaines d'applications [71]. Les matériaux biocomposites peuvent être classés comme le montre la figure I.13.

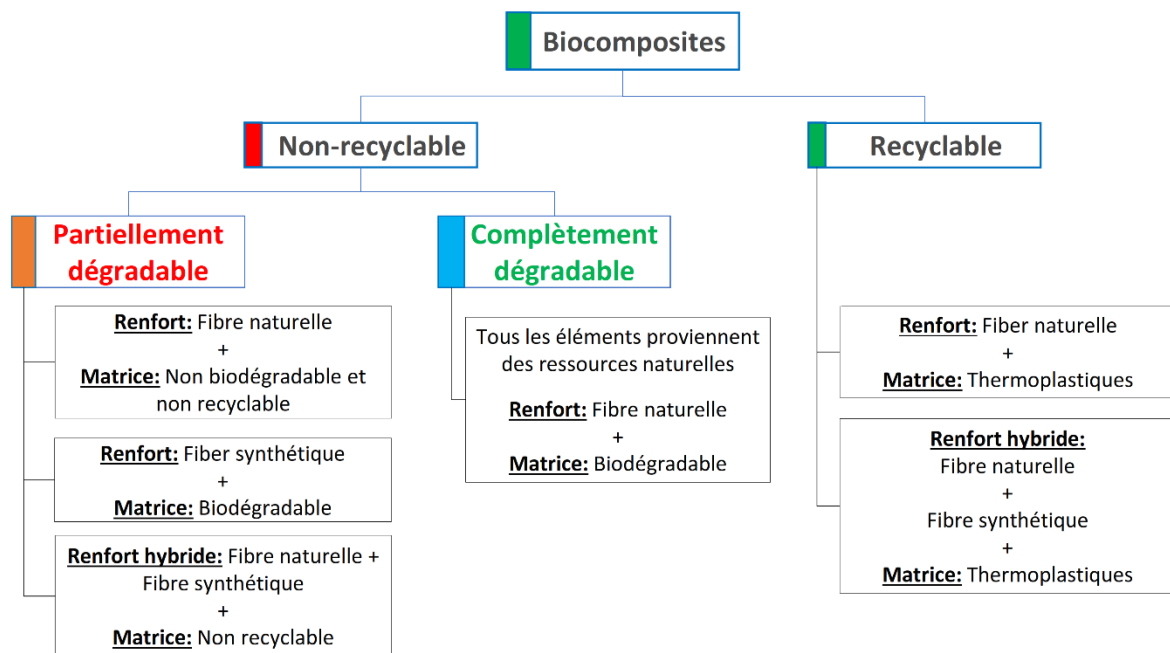


Figure I.13 Classification des matériaux biocomposites [34,68,71,72].

I.3.7 Applications des composites à renfort en fibres naturelles

Les fibres naturelles gagnent une position prédominante dans le domaine des matériaux composites en raison de leurs avantages. Les composites renforcés de fibres naturelles ont trouvé de nombreux domaines d'applications tels que l'automobile, la construction, l'électronique, etc. Selon les prévisions des experts pour 2023, la plus grande part d'utilisation de ces matériaux sera dans le secteur de la construction avec 48% suivie par le secteur de l'automobile avec 28% comme le montre la figure I.14 [73].

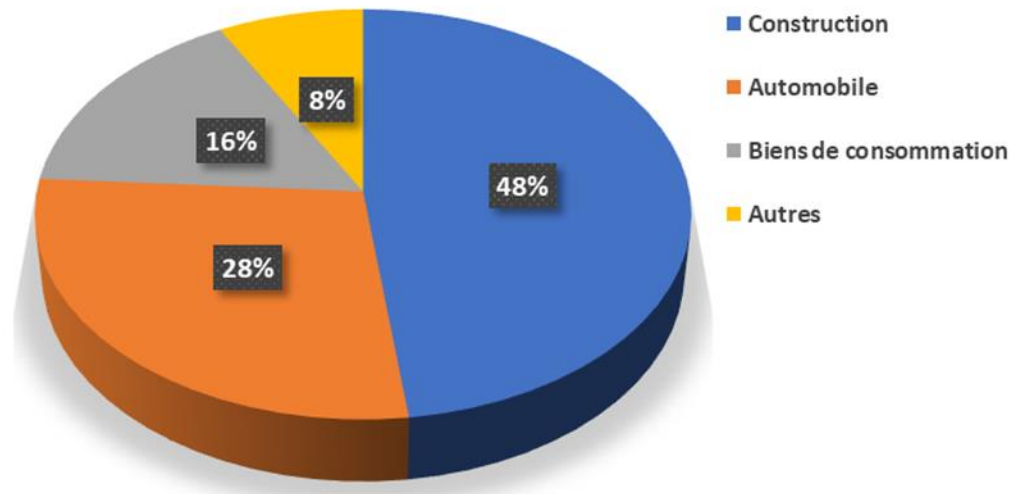


Figure I.14 Prévisions d'experts de 2023 pour les applications des biocomposites [73].

1.3.7.1 Génie civil et construction

Les matériaux biocomposites sous forme de profilés sont utilisés par les constructeurs dans les : clôtures, terrasses, façades multicouches, cloisons intérieures, table et chaise de jardin ...etc. car elles offrent des réductions importantes de poids et des coûts de fabrication. Des recherches approfondies sont maintenant menées dans le cas d'une application structurelle. Le biocomposite structurel qui doit nécessairement résister à la charge, à savoir les : escaliers, toits, murs porteurs, ponceaux, parasols, cloisons murales sont conçues, fabriqués, testés et produit de bons résultats. Les ponts fabriqués à partir de biocomposites pour couvrir la distance entre les poutres faîtières préparées à l'aide de biocomposites sont bénéfiques et comparables aux matériaux conventionnels comme l'acier, car elles contiennent des pores à travers lesquels l'eau s'évapore et évite la corrosion. Ils sont plus légers, moins chers, plus faciles à installer et peuvent être facilement pliés après leur utilisation [74]. Les applications non structurelles telles que les : carreaux de plafond, meubles, panneaux de bois, les portes et les fenêtres sont aussi fabriqués à l'aide des biocomposites, car elles ne nécessitent pas de capacité de charge en service. Les panneaux composites tels que les : panneaux de fibres, panneaux à liant minéral et panneaux de particules sont fabriquées à partir de fibres de bagasse [75]. La paille de céréales contient de la silice, ce qui les rend résistantes au feu et leur faible densité les rendent également résistantes aux tremblements de terre. Les balles de riz sont utilisées dans la fabrication de blocs de ciment, car elles ont de bonnes propriétés acoustiques et thermiques [36]. Récemment, un projet a été achevé au Maroc qui combine un biocomposite, ayant comme renfort les fibres de chanvre, et l'énergie solaire de haute technologie pour créer un éco-bâtiment innovant et durable (Figure I.17) [76].

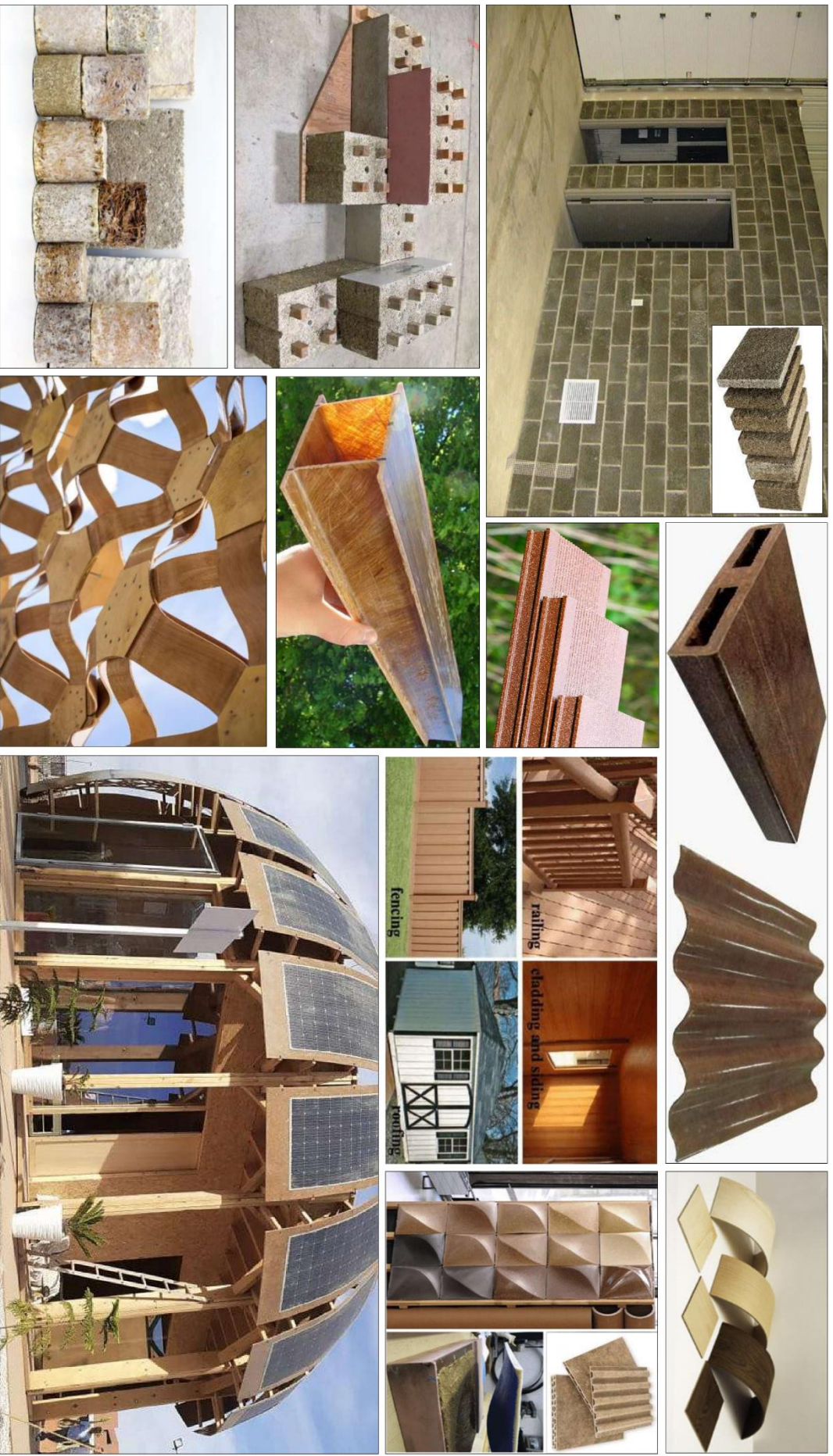


Figure I.15 Applications des biocomposites renforcés par des fibres naturelles dans les constructions de génie civil [36,74,76–79]

I.3.7.2 Automobile et transport

L'attention accrue à l'environnement couplé par la législation gouvernementale a entraîné les géants constructeurs de l'automobile à augmenter leurs investissements en recherche et développement de nouveaux composites ayant pour renfort des fibres naturelles pour des applications dans des structures secondaires se trouvant à extérieures ou à l'intérieures des véhicules. En plus de leurs composants de garniture intérieure déjà existants comme les tableaux de bord, les panneaux de porte, plateaux, porte-bagages, poignées, couvercles de moteur, pare-soleil, doublures de coffre, capots, les filtres à huile et à air, couvercles de moteur interne, panneaux de plancher extérieurs, accessoires de siège, essuie-glaces, etc. (Figures I.15), comme indiqué dans le tableau I.2 [80].

Tableau I.2 Diverses pièces d'automobiles fabriquées en composites renforcés avec des fibres végétales [80].

N°	Automobile	Les pièces	Fibre naturelle utilisée
1	Brazilian Trucks	Garniture des coussins de siège	Jute/Coco
2	Mercedes Benz (E-Class)	Panneaux de porte	Sisal/Fax
3	Mercedes Benz (C-Class)	Tablette panneau arrière	Sisal, Coton
4	Mercedes Benz (S-Class)	Panneaux intérieurs de porte	Chanvre
5	Chevrolet Impala	Panneaux de garniture	Lin
6	Daimler Chrysler (M-B Travego Coach)	Panneaux de garniture	Sisal, Coco, Chanvre, Coton
7	General Motors (Opel Astra/Vectra)	Panneaux de porte intérieurs, dossiers de siège	Chanvre, Kenaf, Lin
8	Toyota	Étagères d'emballage	Kenaf

Les étudiants de l'Université de Technologie d'Eindhoven aux Pays-Bas ont fabriqué en 2017 un prototype d'une voiture biostructurale et biocomposite, pour la première fois au monde. La voiture "Lina" est un petit véhicule citadin électrique à quatre places, qui ne pèse que 310 kg, ce qui le rend extrêmement économe en énergie. La voiture est fabriquée uniquement avec des matériaux naturels, intégralement recyclables et biodégradables, l'ensemble du châssis de la carrosserie et l'habillage intérieur de la voiture en utilisant une combinaison de composites biosourcés constituée par un renfort en fibres de lin et une résine plastique biosourcés à base de sucre de betterave [81]. Lina peut atteindre une vitesse de 80 km/h pour une autonomie de 100 km.



Figure I.16 Différentes applications des fibres naturelles dans le secteur de l'automobile et des transports routiers [36,81–83].

En utilisant les mêmes matériaux biosourcés utilisés dans la fabrication de Lina, un autre groupe d'étudiants de la même université Eindhoven en 2018 ont fabriqué une nouvelle voiture "Noah" électrique à deux places, mais conçue selon les lois de l'économie circulaire pour faire de Noah la première voiture circulaire au monde. Le matériau utilisé dans le châssis de la voiture est fabriqué à partir de 97% de ressources renouvelables. L'un des avantages de ce matériau est qu'il peut être recyclé facilement pour fabriquer des nouveaux produits ou servir de matériau de base pour la fabrication d'autres voitures. La voiture Noah est entièrement électrique avec deux moteurs alimentant les roues arrière. La transmission optimisée permet à Noah, qui ne pèse que 350 kg, de conduire aussi efficacement que l'équivalent électrique d'un litre d'essence et elle peut atteindre une vitesse maximale de 100 km/h avec une autonomie estimée à 240 kilomètres [82].

L'utilisation des matériaux biosourcés se développe à un rythme assez élevé dans les constructeurs des moyens de transport du monde entier tel que l'aéronautique, maritimes et le secteur ferroviaire. Dans ce contexte, les polymères renforcés de fibres naturelles qu'on les trouve dans les applications dans les panneaux internes de la structure des avions, des garde-corps maritimes et les pièces semi-structurelles et d'habillage intérieur des trains à grande vitesse [83].

1.3.7.3 Électronique

En remplacement des fibres synthétiques, les fibres naturelles ont été utilisées dans les appareils électroniques tels que les ordinateurs portables, les téléphones portables, les haut-parleurs [84,85], les biens de consommation et les jouets (figure I.16).

Récemment, Gholampour et Ozbakkaloglu [68] ont reporté en 2020 que dans le secteur de la production d'énergie, une conception des pales d'éoliennes ou les fibres de verre ont été substituées par des fibres de lin. Jiva Materials Ltd [84] a augmenté ses investissements en recherche et développement de nouveaux composites renforcés avec des fibres naturelles pour réduire l'impact des déchets d'équipements électriques et électroniques qui est estimé à 45 millions de tonnes produits en 2018. Ses recherches et efforts ont conduit à fabriquer un nouveau matériau biocomposite à base de fibres de lin pour remplacer les cartes de circuits imprimés ordinaires (PCB), comme c'est présenté dans la figure I.16. Ce remplacement pourrait aider à augmenter les avantages environnementaux et aussi les rendements de récupération des métaux, car le nouveau matériau des cartes mères permet de récupérer 90% de ses composants, avec la possibilité de les recycler plusieurs fois [84].



Figure I.17 Applications des fibres naturelles dans le secteur électronique [84,85].

1.3.7.4 Sports et loisirs

L'utilisation des nouveaux matériaux biocomposite fabriqué à base de fibres naturelles peu coûteuses et respectueuses de l'environnement est utilisée pour fabriquer plusieurs équipements sportifs tels que les : canoës, kayaks, raquettes de tennis, cannes à pêche, cadres de vélos, casques de vélos, skis, planches à roulettes, surfs et les planches ...etc. (Figure 1.18) [86]. Les mêmes matériaux sont aussi utilisés dans la fabrication des équipements musicaux comme les guitares et les enceintes [86]. Les biocomposites ouvrent de nouvelles perspectives pour la conception et le développement de nouveaux produits sportifs avec plusieurs avantages notables tels que : le gain de masse, l'absorption des vibrations optimisée et le support des chocs ...etc [87].

1.3.7.5 Autres applications

Les biocomposites renforcés par des fibres naturelles sont actuellement utilisés dans diverses autres applications, notamment la fabrication de tissus, les textiles, les meubles et les biens de consommation : chaises, planches à repasser, étuis à urnes, casques et tables ...etc. (Figure I.19). Ainsi que d'autres applications comme l'emballage, la défense, la bio-ingénierie et les utilisations environnementales [80].

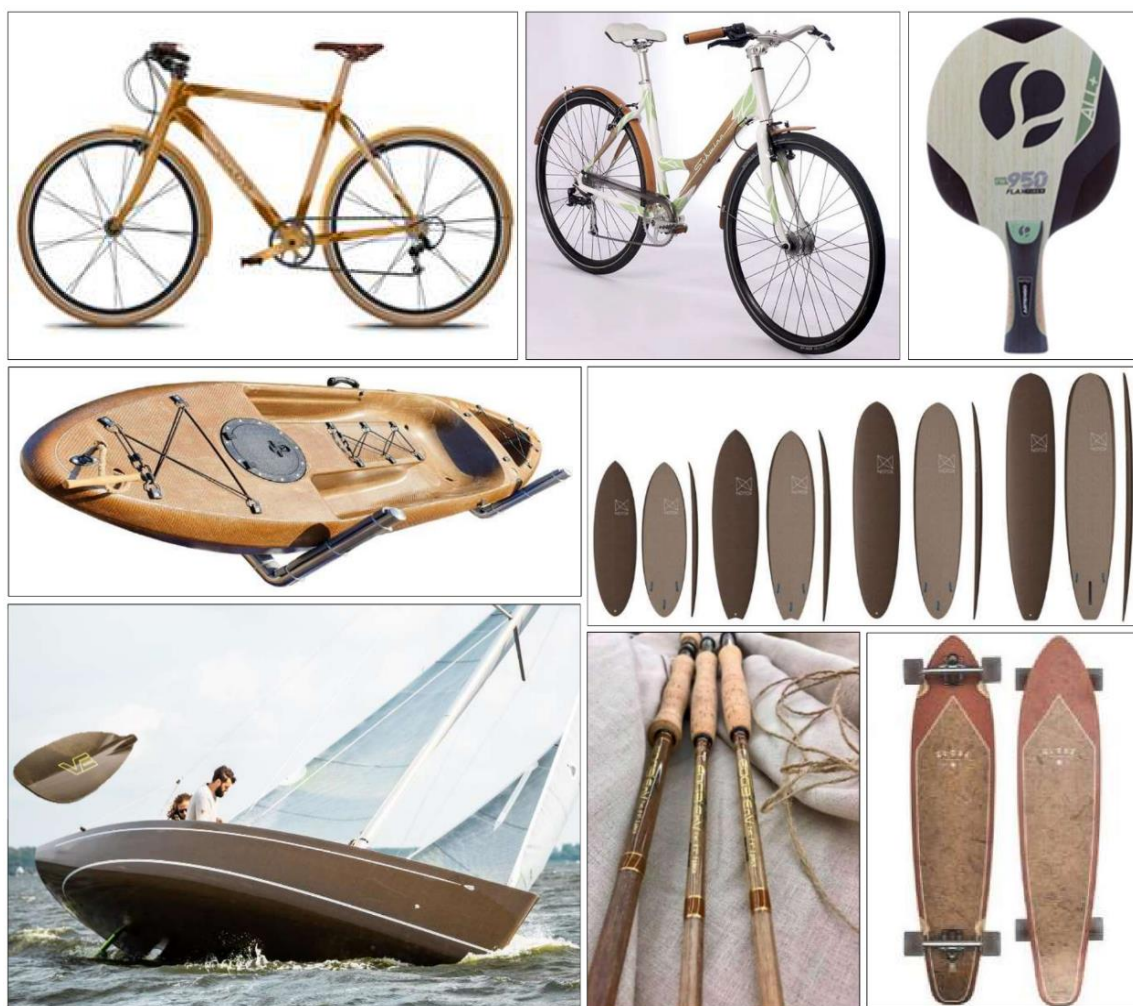


Figure I.18 Quelques produits sportifs fabriqués avec des matériaux biocomposites renforcés par des fibres naturelles [86,88].

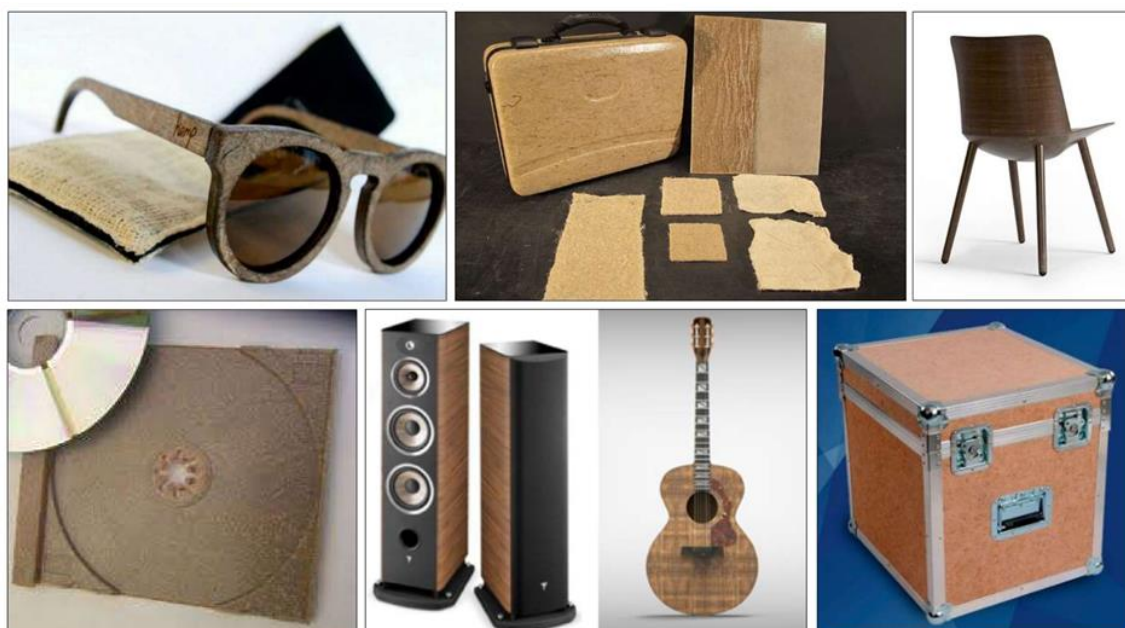


Figure I.19 Quelques applications commerciales des biocomposites à base de fibres naturelles [79,80,86,89].

I.3.8 Aperçu du marché des matériaux composites

Les biocomposites ont une perspective de marché intéressant car leur marché mondial en 2019 était de 23,97 millions de dollars, tandis que celui des matériaux composites classiques, de la même année, était de 90,6 millions de dollars [90,91]. Sans aucun doute, la demande des biocomposites augmente de jour en jour, car elle devient de plus en plus acceptable en tant que matériau industriel. Selon les attentes des experts, le marché mondial des biocomposites devrait atteindre plus de 41,5 millions de dollars d'ici la fin de 2025 à un taux de croissance annuel composé (TCAC) de 9,59% [90,91].

Les fibres naturelles sont une alternative acceptable aux fibres de verre et à diverses autres fibres synthétiques et même dans certaines applications spécifique les fibres de carbone. Dans ce contexte, il a été noté que la quantité de production de fibres naturelles a augmenté de plus de 54 % au cours de la période 2010 à 2018, tandis que le taux d'augmentation des fibres industrielles était estimé à environ 47 %, comme le montre la figure I.20 [92]. Le marché mondial des fibres naturelles devrait croître à un taux de croissance annuel de 6,4% au cours de la période prévue de 2020 à 2025, ce qui signifie que la taille du marché passera d'environ 5 milliards de dollars américains en 2019 à environ 6,42 milliards de Dollars Américains d'ici 2025 [93].

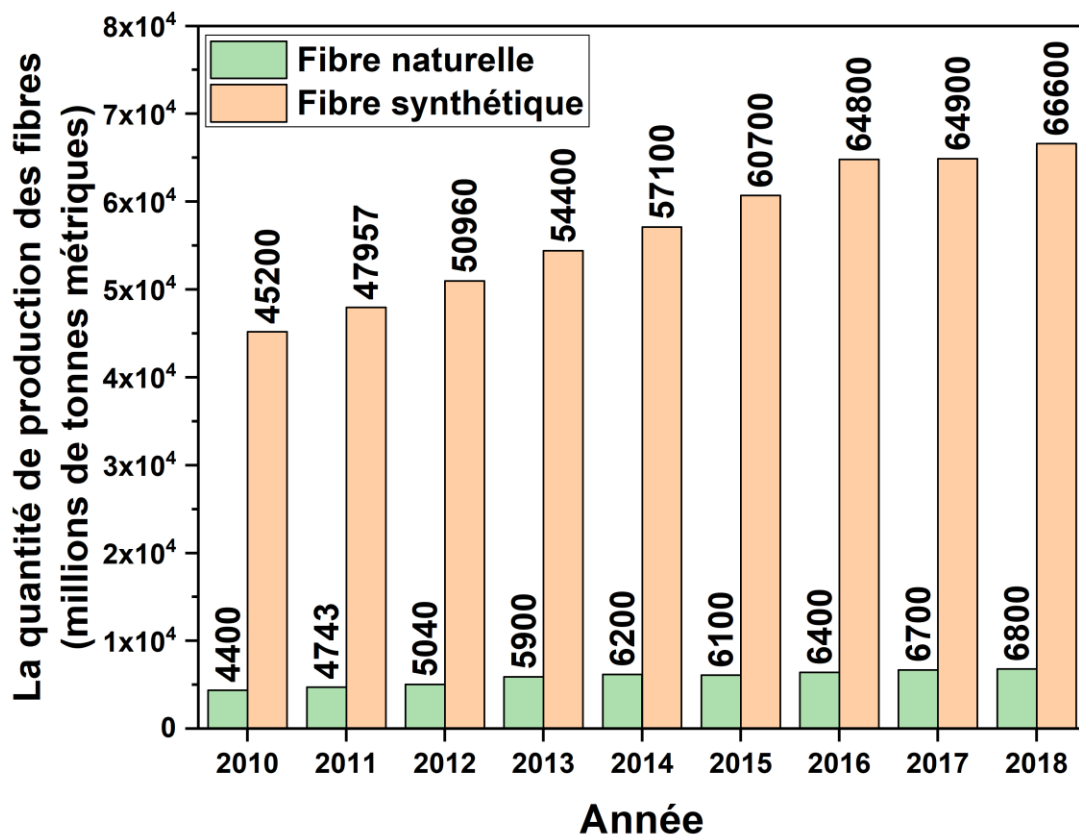


Figure I.20 Quantité de production des fibres naturelles et synthétiques dans le monde durant la période 2010-2018 [92].

I.4 Synthèse des travaux de recherches concernant les fibres de palmier dattier

Les travaux de recherches sur la valorisation des résidus agricoles des palmiers dattiers ont acquis une grande importance depuis la fin du siècle dernier. Plusieurs chercheurs considèrent ces résidus agricoles comme un choix essentiel pour sa rentabilité économique et environnementale en raison de ses multiples avantages tels que la disponibilité, l'abondance et la présence sous forme fibreuse, tirée d'une ressource renouvelable, biodégradable, et peu coûteuse, etc. Par conséquent, ces matières premières méritent bien d'être exploitées dans diverses applications industrielles.

Les objectifs de recherches nécessitent des travaux et des études pour connaître la biologie des différents types de fibres des palmiers dattiers, ainsi que leurs propriétés physico-chimiques, mécaniques et thermiques. De plus, rechercher les différentes possibilités pour incorporer ces fibres comme renfort dans des diverses matrices thermodurcissables, thermoplastiques, et cimentaires, etc. afin d'obtenir des composites adaptés aux différents secteurs industriels tels que : l'automobile, la construction, l'isolation ainsi que d'autres applications. Pour cela, une synthèse bibliographique a été élaborée à partir des travaux disponibles dans la littérature et les principaux résultants peuvent être structures comme suit :

1.4.1 La composition chimique des fibres des palmiers dattiers

Nasser et al. [94] ont déterminé la composition chimique des différentes parties du palmier dattier de la variété Sukkari de l'Arabie Saoudite. Dans l'ensemble, les contenus d'hémicellulose dans tous les échantillons étaient relativement similaires à celles des matériaux lignocellulosiques typiques en bois ou non-bois à une exception près pour les folioles et le fibrillum de palmier qui avaient respectivement 16,13% et 12,64 % d'hémicellulose, qui sont inférieurs aux autres parties comme indiqué dans le tableau I.3.

Tableau I.3 Composition chimique des résidus de différentes parties du palmier dattier.

Les échantillons	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Référence
Tronc	39,37	30,31	30,32	[94]
Pétiole	43,05	31,34	25,61	
Rachis	45,16	28,16	26,68	
Foliole	47,14	16,13	36,73	
Tige de fruits	43,05	27,48	29,47	
Bras de grappe	44,40	24,3	31,30	
Graine (noyau)	32,77	30,20	37,03	
Fibrillum	45,50	12,64	39,86	
Bois mou	45–50	20–32	25–34	[95]
Bois dure	45–50	15–35	23–30	

Almi et al. [96] ont effectué une étude expérimentale dont le but été de déterminer les éléments chimiques des échantillons de différentes parties du palmier dattier de la région de Biskra et les résultats sont résumés dans le tableau I.4. Il est à noter que le carbone et l'oxygène étaient les principaux composants de ces matériaux et que leurs valeurs maximale et minimale de 93,29% et 83,95 % ont été enregistrées respectivement pour le Fibrillium et le Rachis. Par rapport aux autres constituants, le Fibrillium se caractérise par la valeur maximale de la quantité du carbone de l'ordre de 62,24% et par une quantité minimale de 32,05 % d'oxygène.

D'autres traces de constituants (faible ou très faible pourcentage) ont été obtenues à partir de l'analyse comme le potassium, le sodium, le calcium, le magnésium ...etc. Les travaux de Bensidhoum et al. [97] ont été réalisés pour déterminer les éléments chimiques des rachis, folioles, bras de grappe de palmier dattier afin de bien comprendre leurs effets sur la caractérisation de leurs produits pyrolytiques.

Tableau I.4 Eléments chimiques des résidus de différentes parties du palmier dattier [96,97].

L'élément	Pétiole	Rachis	Foliole	Bras de grappe	Fibrillium	Référence
C	40,15 -	43,65 39,95	- 43,14	41,08 -	61,24 -	[96] [97]
O	49,80 -	40,30 52,70	- 52,71	50,30 -	32,05 52,73	[96] [97]
H	2,18 -	6,40 7,19	- 7,49	5,04 7,51	5,2 -	[96] [97]
Mg	0,342 -	0,290 -	- -	0,41 -	0,082 -	[96] [97]
Ca	0,526 -	1,469 -	- -	0,289 -	0,313 -	[96] [97]
K	0,168 -	0,442 -	- -	1,452 -	0,006 -	[96] [97]
P	0,095 -	0,195 -	- -	0,135 -	0,128 -	[96] [97]
N	- -	- 0,158	- 0,196	- 0,188	- -	[96] [97]
Na	0,020 -	0,029 -	- -	0,033 -	0,096 -	[96] [97]
Fe	0,0016 -	0,0016 -	- -	0,003 -	0,0107 -	[96] [97]
Zn	0,0006 -	0,0136 -	- -	0,004 -	0,0027 -	[96] [97]
Mn	0,0009 -	0,0007 -	- -	0,0003 -	0,0003 -	[96] [97]
Cu	0,0006 -	0,0006 -	- -	0,0004 -	0,0006 -	[96] [97]

1.4.2 Les caractéristiques mécaniques des fibres des palmiers dattiers

Plusieurs études ont été réalisées pour caractériser les propriétés mécaniques de différents types de fibres de palmiers dattiers en vue de les utiliser comme renfort dans les matériaux composites.

Almi et al. [98] ont conduit une recherche expérimentale pour déterminer les propriétés mécaniques, chimiques et physiques des fibres extraites de parties différentes de palmiers dattiers dans le but d'évaluer chaque variété de ces matériaux naturels à utiliser par la suite individuellement ou en mélange dans la fabrication de matériaux biocomposites. Les résultats ont montré que les fibres du rachis présentent les valeurs de résistance à la traction et du module de Young relativement élevés qui sont respectivement égales à 213 MPa et 8,5 GPa.

D'un autre côté et dans le cadre d'évaluation des composites stratifiés renforcées avec les fibres de rachis, Al-Sulaiman [99] a constaté que les propriétés mécaniques des fibres du rachis sont variables selon la variété de palmier, sa situation géographique et les conditions de son milieu de vie. Il a trouvé que la résistance à la traction était comprise entre 90 et 196 MPa avec un module de Young variant entre 2,5 et 5,4 GPa. Les résultats des propriétés mécaniques des huit variétés de palmiers dattiers testés sont résumés dans le tableau I.5.

Tableau I.5 Propriétés mécaniques de divers rachis de palmier dattier de la Péninsule Arabique (Riad, Arabie Saoudite) [99].

Propriétés mécaniques des fibres testées en traction	Variété de palmier dattier							
	Berhi	Ghurra	Khlas	Hojub	Khusab	Megnas	Shishi	Male
Contrainte ultime (MPa)	176	97	100	90	196	130	105	185
Allongement à la rupture (%)	4,5	3,1	3,0	2,5	4,7	3,5	3,2	4,1
Module de Young (GPa)	4,8	3,8	4,5	5,0	5,4	4,4	4,0	5,2

Dans le but d'améliorer les propriétés physico-chimiques et mécaniques des fibres naturelles, plusieurs études dans la littérature ont été menées afin de proposer de nouvelles solutions pour optimiser ses propriétés, ce qui représente l'un des défis majeurs à relever actuellement.

Bezazi et al. [65] ont étudié l'effet du traitement avec une solution de NaOH avec des concentrations de 1% et 2% pendant les temps d'immersion de 48 et 72 heures sur les fibres extraites des bras de grappe de palmier dattier. Ce traitement chimique améliore les propriétés mécaniques. L'optimum est trouvé pour les fibres traitées avec 2% de NaOH pendant 48 heures,

ce qui a permis une augmentation des propriétés mécaniques respectives de 131,72 %, 98,23 % et 19,19 % de la contrainte, du module de Young et de la déformation (Tableau I.6).

Tableau I.6 Propriétés mécaniques des fibres extraites de différentes parties des palmiers dattiers.

Partie de palmier dattier	Etat des fibres	Diamètre (µm)	Distance entre les deux mors (mm)	Contrainte ultime en traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)	Référence
Fibrillum	Non traité	500 – 800	10	90 ± 8,87	3,66 ± 2,33	4,59 ± 0,90	[98]
	Non traité	850 – 720	-	102 ± 8	5,5 ± 0,4	2,4 ± 0,0	[100]
	Non traité	181 ± 23	50	233 ± 27,1	7,15 ± 2,0	10,3 ± 1,57	[101]
	6 NaOH 3h	208 ± 22	50	366 ± 36,4	5,45 ± 1,4	12,8 ± 2,4	
	Non traité	-	-	62	-	3,1	[102]
	6 NaOH 24h	-	-	86	-	4,7	
Rachis	Non traité	600 – 750	10	213 ± 58	8,50 ± 2,23	4,38 ± 1,96	[98]
	Non traité	580 – 420	-	388 ± 8	20,4	8,2	[100]
	Non traité	150 – 500	10	248	3,2	14	[103]
	Non traité	-	-	110	-	1,35	[102]
	6 NaOH 24h	-	-	370	-	2,05	
	Non traité	-	50	32,43 ± 2,23	6,48 ± 0,89	4,33 ± 0,41	[104]
	5 NaOH 1h	-	50	33,33±3,49	9,70±1,26	5,03±0,75	
	0,3 Acrylic acid 15 min	-	50	70,27±5,64	16,34±1,72	5,84±0,89	
Foliolle	Non traité	350 – 900	10	100,12 ± 43,87	4,00 ± 1,33	2,68 ± 0,49	[98]
	Non traité	-	-	93,35	2,67	3,71	[105]
	6 NaOH 24h	-	-	244,02	3,7	6,59	
Bras de grappe	Non traité	300 – 500	10	113,95 ± 54	4,33 ± 2,67	3,37 ± 1,39	[98]
	Non traité	190 – 140	-	545 ± 11	5,0 ± 1,5	10,9 ± 0,0	[100]
	Non traité	-	-	119	-	4,2	[102]
	6 NaOH 24h	-	-	197	-	4,8	
	Non traité	577 ± 83	50	117 ± 35	4,3 ± 1,4	3,13 ± 0,7	[64]
	0.5 NaOH 12h	349 ± 73	50	328 ± 119	11,6 ± 4,8	3,33 ± 0,6	[65]
	Non traité	549	50	125,97	4,52	3,44	
	2 NaOH 48h	333	50	291,9	8,96	4,10	
Pétiolle	Non traité	400 – 1000	10	90 ± 8,87	7,00 ± 2,00	0,95 ± 0,42	[98]
	Non traité	710 – 530	-	212 ± 2	8,9 ± 0,8	2,4 ± 0,0	[100]
	Non traité	-	-	59	-	2,65	[102]
	6 NaOH 24h	-	-	163	-	5,35	

Récemment, Khakpour et al. [102] ont comparé les propriétés mécaniques des fibres extraites de différentes parties des palmiers dattiers à savoir : Fibrillium, bras de grappe, pétiole et rachis (Figure I.21) et ont ensuite étudié l'effet de traitement par NaOH sur la résistance à la traction des fibres obtenues. Ils ont démontré que l'effet du traitement varie pour les fibres de différentes parties du palmier en raison de leurs contenus chimiques différents et leur morphologie de surfaces. Selon les résultats des essais de traction obtenus, les fibres de rachis traitées avaient les propriétés mécaniques les plus importantes que les trois autres types de fibres. Les effets du type, de la longueur, du rapport pondéral et des conditions de traitement sur l'amélioration de la résistance à la traction de différents adhésifs ont été aussi étudiés. Ils ont démontré qu'avec des rajouts de fibres supérieurs à 1,6 wt% les effets négatifs tels que la concentration de contrainte devient plus importante d'où la nécessité de trouver des limites appropriées pour le rapport de poids des fibres aux adhésifs. Les résultats expérimentaux montrent également que l'augmentation de la longueur des fibres permet l'amélioration de la résistance à la traction de l'adhésif. Par exemple, l'accroissement de la longueur des fibres de 0,5 mm à 20 mm conduit à une augmentation de la force d'adhérence de 21% à 65%.

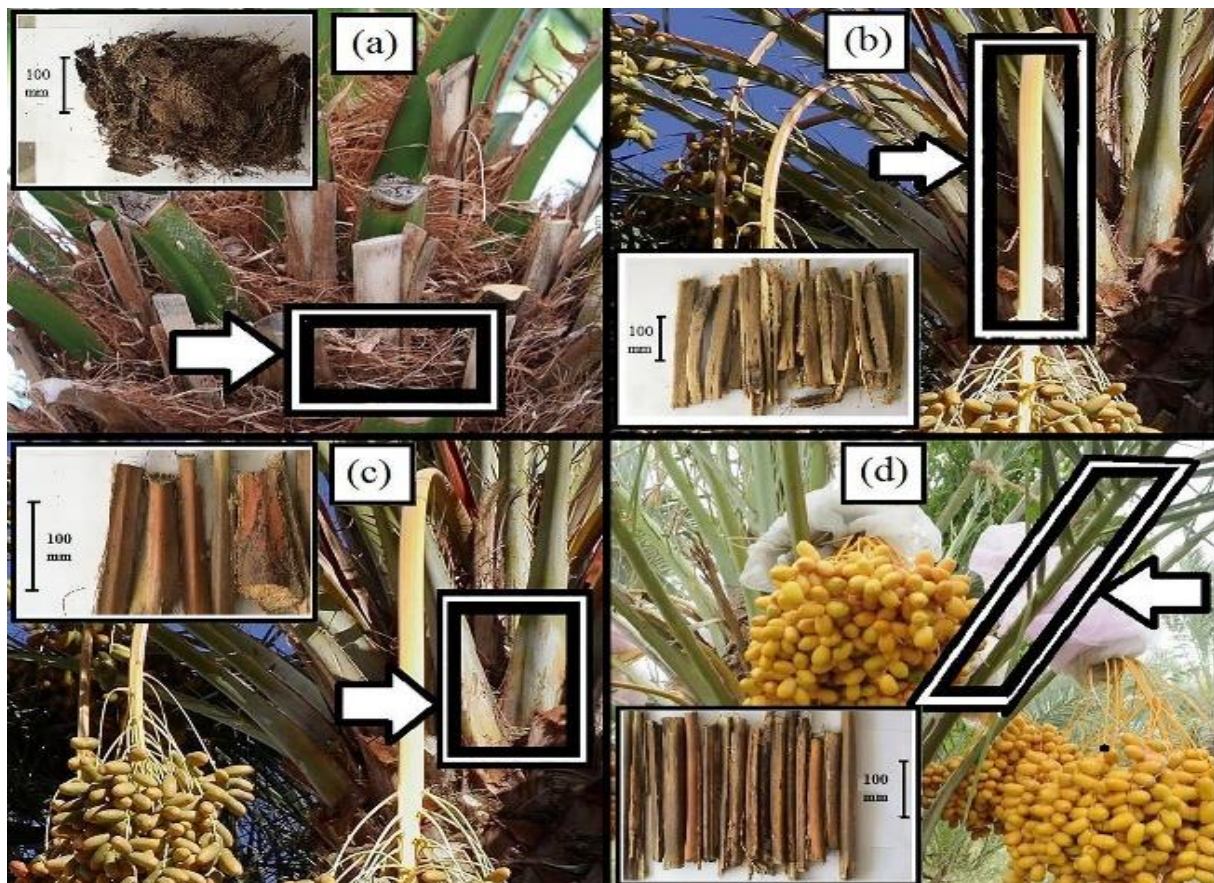
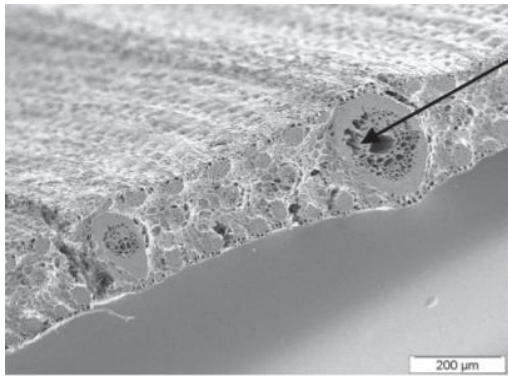
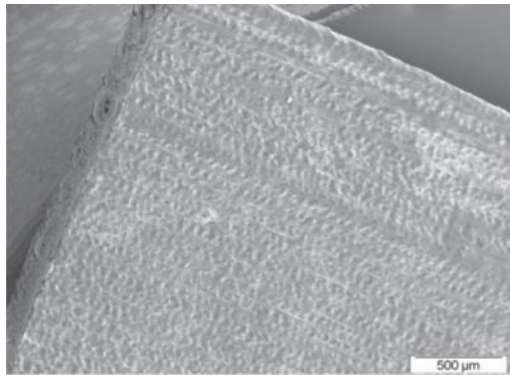
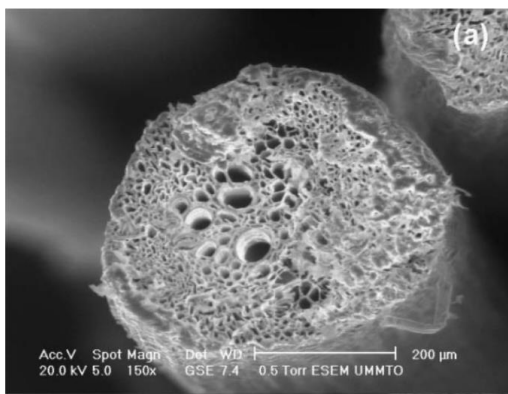
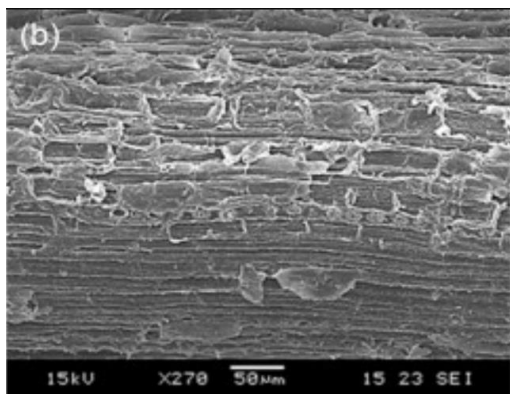


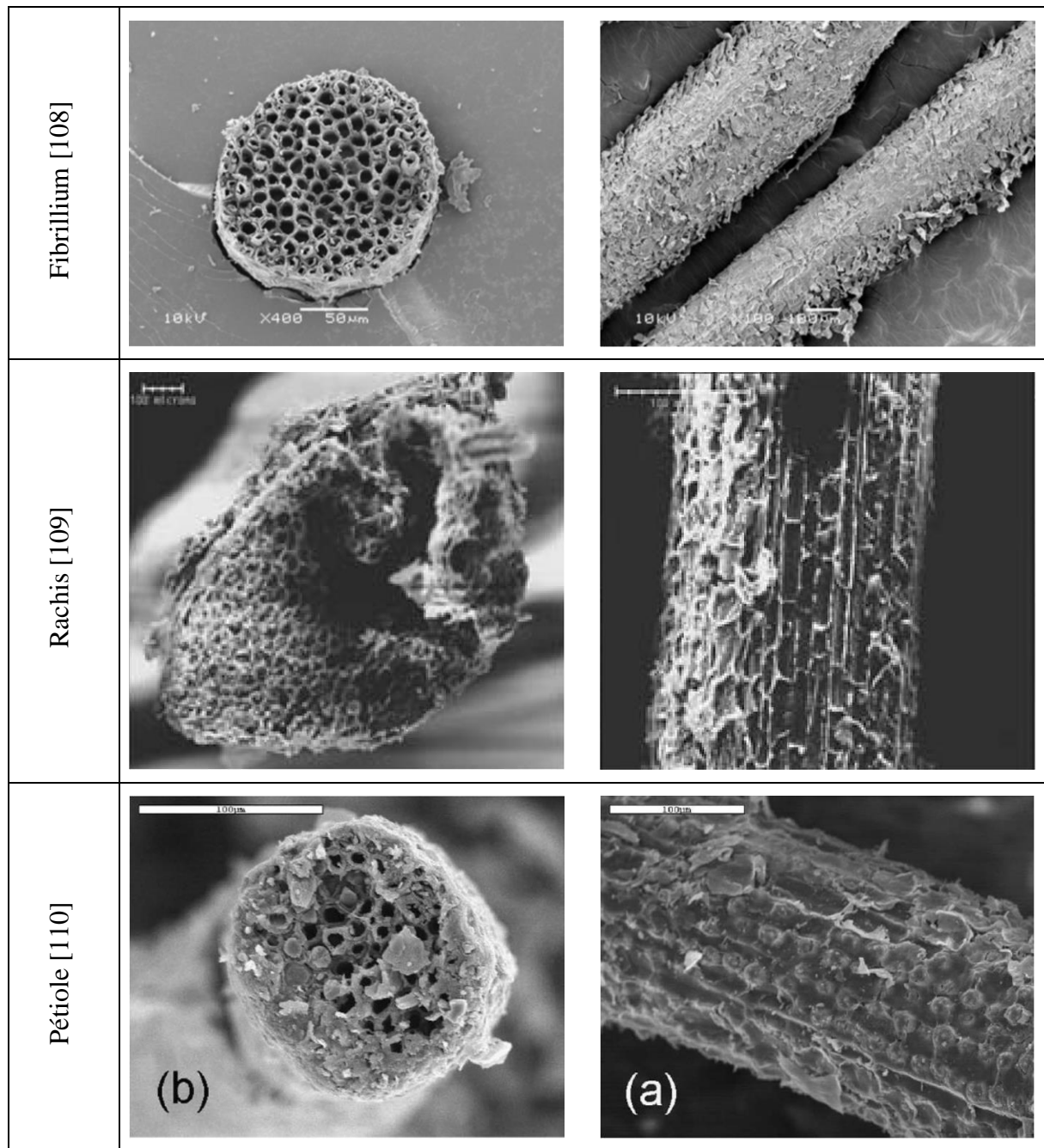
Figure I.21 Résistance à la traction des fibres traitées et non traitées extraites à partir de différentes parties du palmier dattier: (a) Fibrillium, (b) Bras en grappe, (c) Pétiole, (d) Rachis [102].

1.4.3 Morphologie des fibres des palmiers dattiers

Des nombreux scientifiques commencent à s'intéresser à la morphologie des différents types de fibres extraites des palmiers dattiers qui présentent généralement une morphologie similaire à travers des analyses microscopique en utilisant généralement un microscope électronique à balayage (MEB). Tandis qu'elles diffèrent les unes des autres en matière de divers paramètres, tels que le diamètre, la surface extérieure des fibres, la surface interne des lumières, le nombre de lumières, le nombre et la taille des cellules des fibres et l'épaisseur de paroi des cellules secondaires. La géométrie des fibres est donc un facteur très important influençant la micromécanique des composites renforcés par de telles type de fibres [106]. Quelques exemples de vue des surfaces et des coupes transversales des fibres des différentes parties du palmier dattier sont présentés dans le tableau I.7.

Tableau I.7 Morphologie de différents types de fibres extraites des palmiers dattiers obtenus à l'aide d'un MEB.

Partie de palmier dattier	Coupe transversale	Vue longitudinale
Foliolle [107]		
Bras de grappe [64]		



1.4.4 Caractéristiques thermiques des fibres de palmier dattier

Le comportement thermique des fibres naturelles est un paramètre important dans la conception des matériaux biocomposites. L'analyse thermique par TGA est une technique couramment utilisée qui permet d'identifier les changements des propriétés physiques et chimiques des fibres en fonction de l'augmentation de la température tout en maintenant une vitesse de chauffage constante. Ceci conduit aussi à trouver la stabilité thermique de la fibre et la température maximale à laquelle elle peut résister, ce qui permet de suggérer la fibre convenable pour une application spécifique.

Nasser et al. [94] ont présenté une étude sur la dégradation thermique des différentes parties du palmier dattier et ses changements structuraux (dans la structure chimique). L'hémicellulose, la cellulose et la lignine se sont décomposées dans des plages de température respectivement de 260–340 °C, 320–380 °C et 300–580 °C. La décomposition thermique a été achevée en dessous de 500°C sauf pour les folioles et les noyaux des dattes qui ont une résistance thermique plus élevée que les autres fibres comme c'est illustré à la figure I.22.

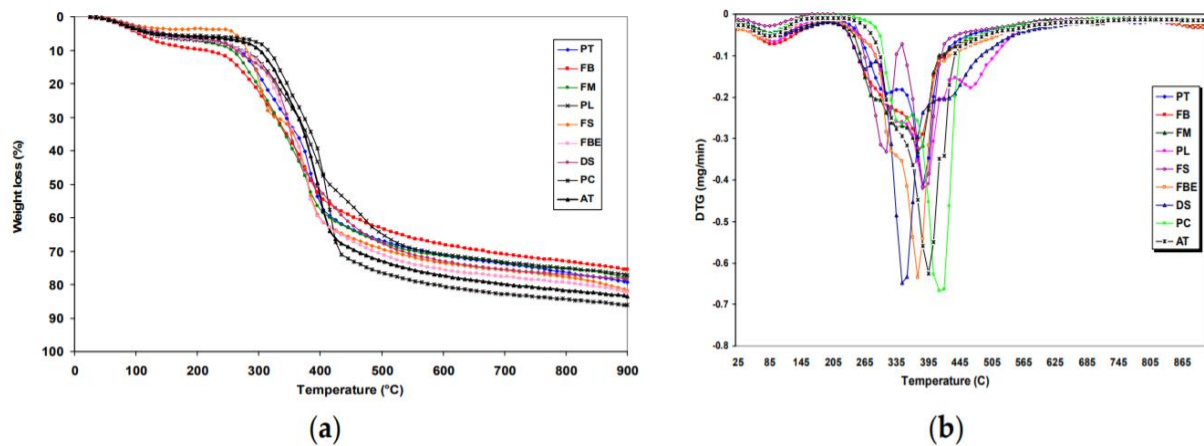


Figure I.22 (a) Courbes de TGA et (b) Courbes de DTG pour PT: Tronc; FB: Pétiole; FM: Rachis; PL: Foliole; PC: Fibrillium; FS: Tige de fruits; DS: Noyau de dattes; FEB: Bras de grappe; AT: Acacia tortilis [94].

1.4.5 Matériaux composites renforcés avec des fibres de palmiers dattiers

Récemment, il a été observé une augmentation du nombre de recherches sur l'exploitation des résidus agricole de palmiers dattiers comme bio-renforcement pour les matériaux composites dans le but de valoriser ces résidus. Plusieurs approches et techniques ont été développées par les chercheurs sur la possibilité d'incorporer des différentes fibres des palmiers dattiers dans des matrices thermodurcissables, thermoplastiques, ciment et argile afin d'obtenir des composites adaptés aux différentes applications de construction et d'isolation.

Alshammari et al. [111] ont élaboré des composites époxy renforcés avec 50% en poids de quatre différentes variétés de fibres de palmier dattier : Foliole, Bras de grappe, Fibrillium et Tronc (figure I.24) comme une charge par la technique de moulage à la main. Les composites développés ont été caractérisés et ont été comparés leurs propriétés mécaniques, physiques et morphologiques. Dans l'ensemble, les auteurs ont conclu que le renforcement de la matrice époxy avec une charge de tige de grappe de fruits améliore efficacement les propriétés des matériaux composites développés par rapport à d'autres parties du palmier dattier. Ainsi, les bras de grappe de palmier dattier peuvent être considérés comme un matériau de renforcement

durable et peut être utilisé pour diverses applications commerciales, structurelles et non structurelles nécessitant une résistance mécanique élevée.

Dans une autre contribution, Nagaraj et al. [112] ont mis en place une étude expérimentale de fabrication d'un matériau composite d'ester vinylique renforcé avec des graines de palmier dattier en utilisant une technique de moulage par compression conventionnelle avec des charges variables de 5% à 50% afin d'avoir de bonnes propriétés mécaniques et d'isolation thermique (figure I.25). D'après les résultats obtenus, les composites renforcés avec 30% en poids présentaient des propriétés mécaniques les plus élevées parmi les composites fabriqués avec d'autres pourcentages (Impact : 17,03 KJ/m², traction : 40,3 MPa, dureté : 51 et flexion : 149 MPa). De même, les températures de déviation thermique des composites ont augmenté de 58,49% par rapport à la résine d'ester vinylique pure. De plus, l'analyse thermogravimétrique a montré que ce composite possédait une stabilité thermique jusqu'à 400,2 °C. Les composites renforcés avec 30% en poids de graines de palmier dattier, a été utilisé avec succès pour diverses applications potentielles, tels que la fabrication d'une pale de ventilateur de table, d'un protecteur de moteur pour deux-roues et d'un protecteur d'automoteur pour quatre-roues.

Le tableau I.8 présente de nombreuses autres études combinant différentes variétés de déchets de palmier dattier avec différents types de matrice pour élaborer un matériau composite biodégradable et/ou recyclable pour diverses applications.

Tableau I.8 Divers exemples dans la littérature de composites fabriqués avec différents types de matrice et de déchets de palmier dattier.

Matrice utilisée	Partie de palmier dattier	Etat des fibres	Technique de fabrication	Référence
Résine époxy	Fibrillum	6 NaOH 24h	Moulage par compression	[102]
	Bras en grappe			
	Pétiole			
	Rachis			
	Foliolle	Non traité	La technique de "hand lay-up"	[111]
	Bras de grappe			
	Fibrillum			
	Tronc			
	Rachis	Non traité	Moulage par compression	[113]
	Graine (noyau)	Poudre Non traité	Moulage par compression	[112]

Résine de polyester	Fibrillium	Non traité	Moulage par compression	[114]
	Rachis	Non traité	Moulage par compression	[103]
	Graine (noyau)	Poudre Non traité	Moulage par compression	[115]
	Fibrillium	5 NaOH 20h	La technique de "hand lay-up"	[116]
Polyester biodégradable	Fibrillium	Non traité	Moulage par compression	[117]
	Graine (noyau)	Non traité	Moulage par injection	[118]
HDPE	Fibrillium	2 NaOH 24h	Presse à chaud	[119]
	Fibrillium	Non traité	Moulage par extrusion	[120]
	Graine (noyau)	Non traité	Moulage par extrusion	[121]
	Pétiole	Non traité	Moulage par extrusion	[122]
	Rachis			
	Tronc			
LDPE	Foliole	Non traité	Presse à chaud	[123]
	Rachis	Non traité		
	Tronc	Non traité	Presse à chaud	[124]
PP	Fibrillium	1 NaOH 1h	Moulage par extrusion	[125]
	Fibrillium	Non traité	Presse à chaud	[126]
PVC	Rachis	Non traité	Moulage par compression	[127]
Ciment	Fibrillium	Non traité	Moulage	[128]
	Foliole	5 NaOH 1h	Moulage	[105]
	Rachis	Non traité	Moulage	[129]
	Pétiole			
	Fibrillium	Non traité	Moulage	[130]
Plâtre	Foliole	Non traité	Moulage	[131]
	Tronc	Non traité	Moulage	[132]
	Fibrillium	Non traité	Moulage	[133]

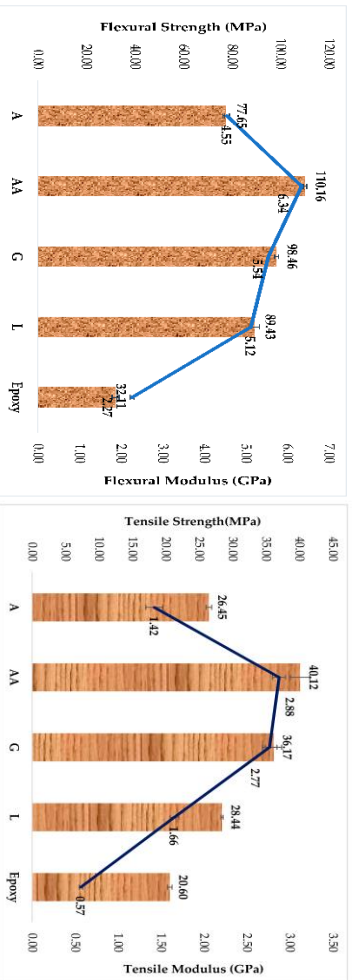


Figure I.23 Propriétés de flexion et traction des composites époxy renforcé par des différents types de fibre extraites des palmiers dattiers [111].

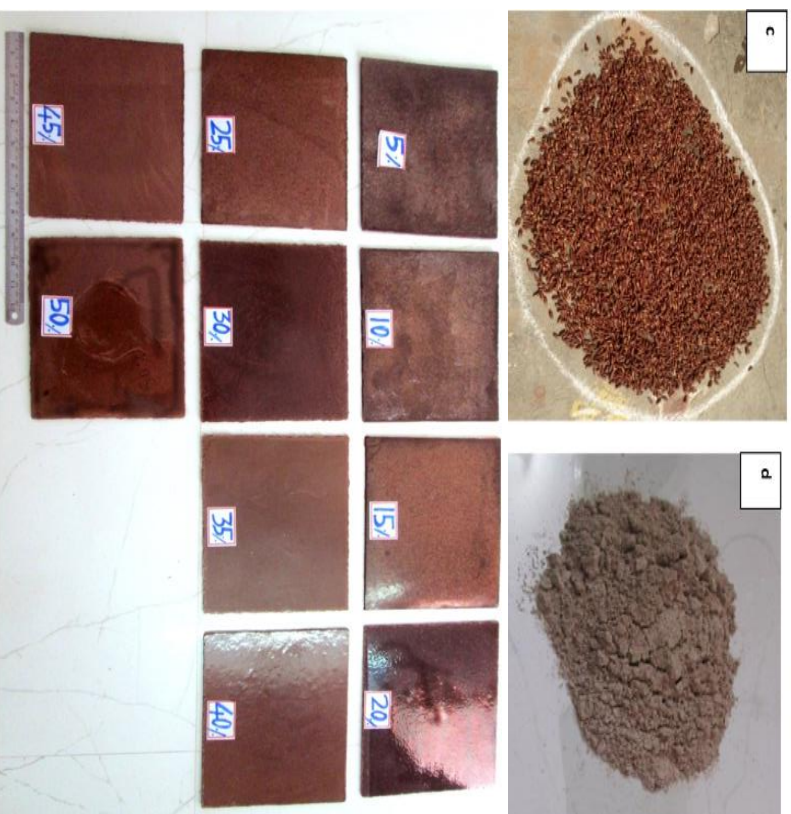
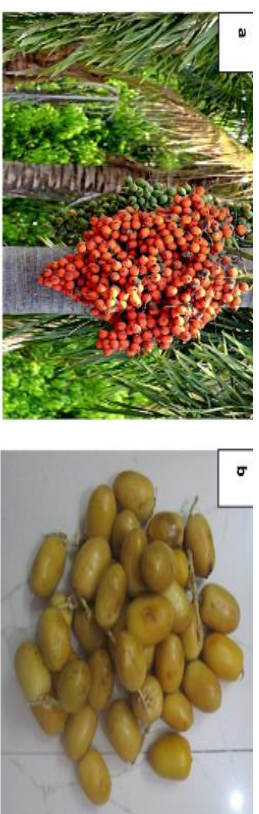


Figure I.24 Plaques composites renforcées avec des graines de dattes broyées [112].

I.5 Conclusion et position du problème

Il existe généralement un intérêt croissant pour la valorisation des déchets agricoles par l'utilisation comme fibres naturelles dans plusieurs applications. 130 millions de palmiers dattiers dans le monde produisent l'un des plus grands types de déchets solides lignocellulosiques sous plusieurs formes chaque année qui dépassent 14,85 millions de tonnes.

Dans ce chapitre, les connaissances générales sur les fibres naturelles, leur méthode d'extraction, leurs propriétés, leurs méthodes d'optimisation, leurs domaines d'application, leurs avantages et inconvénients par rapport aux fibres synthétiques sont présentés. Nous nous sommes concentrés sur la réalisation d'une synthèse bibliographique des travaux et des études de caractérisation de différentes fibres de palmier dattier, leur structure anatomique ainsi que leur utilisation comme renfort dans les matériaux composites. Il apparaît que les propriétés des fibres de palmier dattier varient d'un type à l'autre et d'une variété à l'autre, ainsi leur composition chimique et leur structure influente de manière importante leurs propriétés mécanique, physique et thermique.

Selon l'étude de la littérature menée, l'Algérie est le quatrième producteur mondial de dattes, ce qui signifie qu'une grande quantité de déchets agricoles et de biomasses sont produits chaque année. La partie qui fournit la grande quantité des déchets c'est le rachis. Il est à aussi noter dans la littérature qu'il existe une grande distribution dans les propriétés mécaniques des leurs fibres. Dans ce contexte, et dans le cadre de la valorisation de ces déchets agricoles, les objectifs détaillés à atteindre à l'issue de ce travail de recherche sont énoncés comme suit :

- Étudier la morphologie, structure et l'anatomie du rachis du palmier dattier ;
- Déterminer la méthode d'extraction des fibres du rachis la plus rendue et efficace ;
- Déterminer les propriétés mécaniques et physico-chimiques des fibres du rachis ;
- Étudier la relation entre la morphologie et les propriétés mécaniques et physico-chimique des fibres du rachis ;
- Améliorer les propriétés mécaniques et physico-chimique des fibres du rachis ;
- Développer les modèles mathématiques qui déterminent les propriétés mécaniques des fibres de rachis ;
- Améliorer les propriétés mécaniques est physico-chimique des fibres du rachis ;
- Développer les modèles mathématiques qui déterminent les paramètres d'amélioration des propriétés mécaniques des fibres de rachis ;
- Déterminer les propriétés mécaniques et physico-chimiques des biocomposites qui renforce avec des fibres du rachis ;
- Identifier les applications possibles des biocomposites développés.

Chapitre II

**Matériaux, méthodologie et
techniques expérimentales**

CHAPITRE II

Matériaux, méthodologie et techniques expérimentales

II.1 Introduction

L'objectif de cette recherche est l'étude des fibres de rachis des palmiers dattiers afin de les utiliser comme renfort pour développer des matériaux biocomposites. Ce chapitre résume l'approche générale de cette investigation et fournit les informations détaillées sur les fibres et les différentes techniques expérimentales adoptées permettant ainsi d'atteindre les objectifs généraux de cette recherche.

Les travaux expérimentaux commencent par l'extraction, le traitement chimique en utilisant le NaOH et la caractérisation physico-chimique et mécanique des fibres de palmier dattier. La technique de conception Taguchi a été appliquée pour améliorer les propriétés mécaniques en traction des fibres de rachis extraites par deux méthodes puis traitées chimiquement par le NaOH avec différentes concentrations et temps d'immersions.

La méthodologie d'élaboration des plaques stratifiées en biocomposites palmier dattier/polyester, leurs découpes selon les normes en éprouvettes ainsi que leurs caractérisations statiques en traction et en flexion ont été également décrites.

Les équipements, les machines et les conditions utilisées pour les caractérisations morphologique, mécanique, physico-chimique et thermique des fibres sont également démontrés. De plus, les analyses statistiques des données expérimentales, la modélisation de la régression, l'analyse de la variance, les tracés statistiques, la désirabilité et la distribution de Weibull sont aussi présentés dans ce chapitre.

II.2 Matériaux

II.2.1 Choix de la variété de palmier dattier

L'Algérie occupe la quatrième place du classement mondial des producteurs de dattes, avec une production d'environ 1,1 million de tonnes issue de plus de 20 millions de palmiers dattiers. Ces dernières produisent chaque année d'énormes quantités de biomasses et de résidus saisonniers sous forme de feuilles sèches, de tiges, de tronc, de fibrillium et de bras de grappe avec plus de 800 000 tonnes par an [26,110].

Il existe environ 1 000 espèces de palmiers algériens actuellement répertoriés, dans ce travail, nous avons utilisé les rachis des palmiers de Ghars, cette variété de palmier dattier (Figure II.1a) représente jusqu'à 10 % de la production totale en Algérie, à une très bonne valeur commerciale [134]. Elle est connue pour sa précocité de maturation, sa productivité et son adaptation d'irrigation avec l'eau saumâtre.

II.2.2 Extraction des fibres de rachis des palmiers dattiers

Le rachis Ghars utilisé a été collecté en novembre 2017 dans une ferme locale à El Oued située dans le sud de l'Algérie (les coordonnées géographiques : 33°31'42" de latitude N, 6°46'32" de longitude E), cette ferme utilisant de l'eau saumâtre pour l'irrigation. Les rachis prélevés sur le palmier (Figure II.1b) ont été obtenus en retirant les folioles, puis découpés par une scie en morceaux ayant des longueurs d'environ 40 cm. Il est techniquement difficile d'obtenir de grandes quantités de fibres longues de palmier dattier sans leur causer de graves dommages suite à leur extraction. C'est pourquoi, un grand effort a été consacré à l'extraction d'une bonne qualité de fibres de palmier dattier longues du rachis par deux méthodes : la première avec ébullition d'eau pendant 150 min (Figure II.1c) et la seconde avec rouissage dans l'eau pendant trois semaines (Figure II.1d). L'écorce avec le cortex du rachis du palmier dattier ont ensuite été dégommés pour faciliter le processus d'extraction, puis les fibres ont été séparées individuellement par un processus d'épluchage manuel. Il a été observé qu'il existe deux types de fibres : les faisceaux fibro-vasculaire (FFV) et les faisceaux de fibres (FF). Les FFV et les FF ressemblent à l'anatomie des feuilles d'ananas [135]. Ensuite, les fibres séparées ont été soigneusement lavées à l'eau puis séchées au soleil pendant une semaine pour assurer une élimination maximale de l'humidité.



Figure II.1 Processus d'extraction des fibres de rachis des palmiers dattiers.

II.2.3 Traitement chimique des fibres

Comme discuté dans le chapitre I, l'efficacité des fibres naturelles en tant que matériau de renforcement, dans les biocomposites, dépend en grande partie du transfert de charge entre la fibre et la matrice. Il était donc impératif de s'assurer que les impuretés de surface telles que les lignines, les huiles et la cire recouvrant la surface externe de la paroi cellulaire des fibres du rachis étaient éliminées, ce qui conduit à l'amélioration de l'encrage mécanique par l'augmentation de surface de contact fibre/matrice.

Les fibres extraites ont été traitées, à une température ambiante, dans des solutions alcalines préparées en dissolvant des pastilles de NaOH dans l'eau avec différentes concentrations de 1%, 3% et 5% (en poids) pendant différents temps d'immersion 1, 4, 8 et 12 heures. Après immersion, les fibres ont été essorées, puis immergées dans l'eau distillée contenant 1% d'acide sulfurique (H_2SO_4) pendant 5 minutes pour neutraliser le NaOH restant. Ensuite, elles ont été lavées plusieurs fois avec de l'eau du robinet, puis elles sont immergées pendant 15 min dans l'eau distillée pour avoir un PH neutre. Finalement, les fibres traitées ont été séchées à 80 °c dans une étuve pendant 4 heures et après refroidissement, elles ont été stockées dans des sacs hermétiques, jusqu'à leur caractérisation, afin de les protéger contre l'absorption de l'humidité.



Figure II.2 Processus de traitement chimique des fibres de rachis des palmiers dattiers.

II.2.4 Elaboration des biocomposites

II.2.4.1 Matrice

La matrice utilisée dans ce travail pour l'élaboration des biocomposites est une résine polyester avec du peroxyde comme durcisseur et le cobalt comme accélérateur. Le choix de ce type de matrice se justifie par le fait qu'elle est une des moins chère, largement disponible, et bien adaptée au cas des composites de grande consommation. La première étape de la fabrication des composites est le mélange de la résine polyester avec un 1,5 % durcisseur pour la formation du polymère. Le rôle du durcisseur est la connectivité des molécules de monomère et la formation d'une chaîne haute du polymère. Comme la polymérisation peut prendre du temps, 1,5 % de cobalt est utilisé pour accélérer le processus de la formation du polymère selon les recommandations du fabricant. Ensuite, le mélange est versé dans un moule préalablement nettoyé et grésé par de la cire, puis laissé 24h avant d'être démoulé. La figure II.3 représente le polyester monomère utilisé, le durcisseur et l'accélérateur de cobalt.



Figure II.3 Polyester monomère avec durcisseur et accélérateur.

II.2.4.2 Préparation du renfort

Avant l'élaboration des biocomposites, les fibres extraites des rachis des palmiers dattiers ayant au moins 35 mm de longueur sont préparées afin d'être utilisées pour la préparation des renforts unidirectionnels (UD). Cette étape nécessite un soin particulier où les fibres longues ont été alignées les unes avec les autres, liées par papier collant, puis cousues avec une machine à coudre pour assurer des plis unidirectionnels (DU) de bonne qualité (Figure II.4).

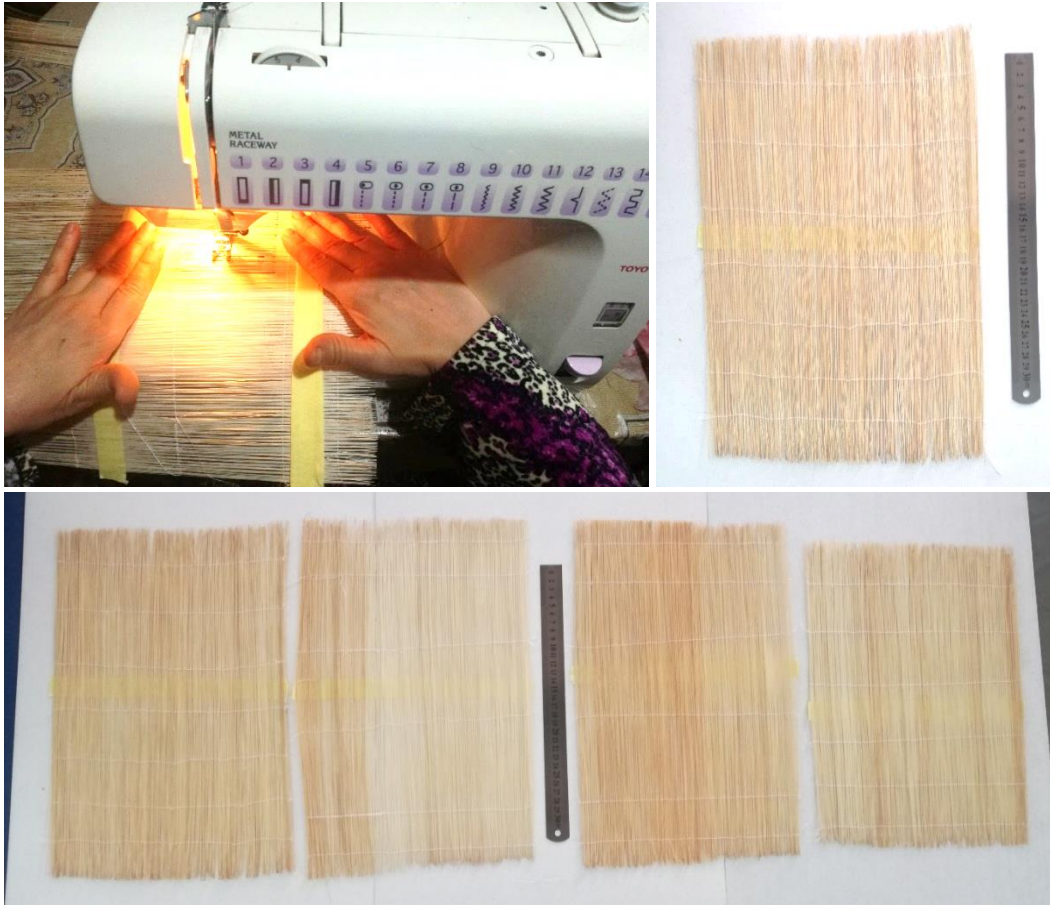


Figure II.4 Préparation des plis de fibre unidirectionnelle (UD).

II.2.4.3 Préparation des plaques composites

Les étapes de préparation d'une plaque biocomposite (stratifiée unidirectionnelle) sont illustrées dans la Figure II.5 dont les principales opérations sont comme suit :

- Nettoyage du moule et de dépôt sur ce dernier une couche de cire par un chiffon et de la laisser pendant 30 à 60 min dans le but de faciliter le démoulage après stratification ;
- Dépôt d'un tissu d'arrachage sur le moule ;
- Dépôt et l'étalement de la résine polyester sur le tissu d'arrachage ;
- Dépôt du premier pli unidirectionnel de fibres (UD) ;
- Etalement de la résine sur le UD ;
- Dépôt du deuxième UD, puis étalement de la résine ... etc, répétions de éptaes jusqu'à la terminaison de tous les plis ;
- Dépôt du tissu d'arrachage et d'un film plastique ;
- Fermeture du moule par un film plastique collé par un ruban adhésif sur le pourtour de la plaque ;

- Branchement de la pompe à vide à 0,5 bar de dépression pendant 6 heures, ceci permettra l'absorption des bulles d'air présentes dans la résine due à la réaction chimique provoquée par le mélange de résine et du durcisseur et accélérateur qui favorisent la solidification de la plaque ;
- Démoulage du moule ;
- Enlèvement des tissus d'arrachages des deux côtés de la plaque stratifié.



Figure II.5 Etapes de préparation des plaques biocomposites stratifiées par la technique du sac.

II.2.4.4 Découpe des échantillons

Les plaques biocomposites stratifiées sont découpées en éprouvettes pour les essais de traction et de flexion selon leurs normes respectives ASTM D3039 et ASTM D790 à l'aide d'une tronçonneuse à disque diamant (Figure II.6). Les éprouvettes sont ensuite séchées à une température de 70 °C dans une étuve à commande digitale, modèle Memmert, pendant une

durée de 6 heures pour assurer une polymérisation complète (Figure II.7). Il est important de noter que la couleur de la résine ou des stratifiés change après l'opération de séchage.



Figure II.6 Découpage des plaques biocomposites en éprouvettes utilisant une tronçonneuse à disque diamanté.



Figure II.7 Séchage des éprouvettes à une température de 70 °C dans une étuve.

II.3 Plan d'expériences et outils d'analyse statistiques

II.3.1 Plan d'expériences

II.3.1.1 Méthode Taguchi

La méthode Taguchi ou parfois appelée la méthode de conception robuste a été développée depuis les années 1950 par Genichi Taguchi pour évaluer et mettre en œuvre des améliorations dans les réponses souhaitées et en même temps réduire simultanément le nombre de défauts en étudiant les facteurs contrôlants et leurs niveaux pour obtenir les meilleurs résultats avec un nombre minimum d'expériences. Cette méthode a été largement utilisée dans plusieurs domaines, matériaux, processus et équipements pour améliorer les réponses souhaitées.

II.3.1.2 Sélection des paramètres du processus et de leurs plages

Il est toujours important avant le début de l'expérimentation, de déterminer les objectifs d'une expérience ou les objectifs de recherche. Dans ce cas, l'objectif est d'optimiser les concentrations du NaOH et le temps d'immersion des fibres permettant de maximiser les propriétés mécaniques des fibres du rachis (Contrainte et module de Young).

Une fois les objectifs établis, l'étape suivante consiste à sélectionner les paramètres de processus appropriés liés à la portée de l'étude. Les paramètres susceptibles d'affecter les propriétés mécaniques ont été sélectionnés sur la base de la revue de la littérature et des travaux précédents dans le domaine. Trois paramètres ont été adoptés dans cette étude : la concentration du NaOH (facteur A), le temps du traitement (facteur B) et la méthode extraction (facteur C), ensuite les niveaux de chaque facteur ont été déterminés en tenant compte de leur importance pour l'optimisation. Les facteurs A et B ont été définis par quatre niveaux, alors que le facteur C par deux niveaux seulement. Le tableau II.1 montre les facteurs et les niveaux utilisés dans la conception du plan d'expérience Taguchi.

Tableau II.1 Facteurs et niveaux utilisés dans la conception de Taguchi.

Facteurs	Symbole	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
Concentration de NaOH (%)	A	1	2	3	5
Temps de traitement (h)	B	1	4	8	12
Méthode d'extraction	C	1	2	-	-

Méthode d'extraction des fibres : (1) Bouillies dans l'eau, (2) Rouissage dans l'eau.

II.3.1.3 Conception de la matrice orthogonale

La partie la plus importante dans la conception des expériences est la sélection correcte de la conception expérimentale appropriée, parmi les plans d'expériences existants dans le logiciel Minitab, qui fournit le meilleur protocole expérimental qui donnera les informations les plus complètes pour modéliser et prédire les réponses souhaitées. Dans cette étude, la matrice orthogonale mixte L16 ($4^2 \times 2^1$) a été choisie. Elle se compose de 16 expériences et combinaisons de variables comme indiqué dans le tableau II.2.

Tableau II.2 Matrice de planification du plan d'expérience Taguchi mixte L16 ($4^2 \times 2^1$).

N° d'essais	Concentration de NaOH (%)	Temps de traitement (h)	Méthode d'extraction
1	1	1	1
2	1	4	1
3	1	8	2
4	1	12	2
5	2	1	1
6	2	4	1
7	2	8	2
8	2	12	2
9	3	1	2
10	3	4	2
11	3	8	1
12	3	12	1
13	5	1	2
14	5	4	2
15	5	8	1
16	5	12	1

Méthode d'extraction des fibres : (1) Bouillies dans l'eau, (2) Rouissage dans l'eau.

II.3.1.4 Rapport signal/bruit (S/B)

Signal-Bruit(S/B) ou Signal/Noise (S/N) est un outil majeur obligatoire dans la méthode Taguchi par rapport aux méthodes classiques des plans d'expériences. Le rapport S/B mesure les caractéristiques de la qualité de réponse qu'il soit le plus faible ou le plus élevé provenant des valeurs désirées.

Il est à noter que la réalisation des objectifs ciblés satisfait généralement bien l'utilisateur, mais lorsque les objectifs sont moins du champ d'acceptation, cela ne suffit pas et la maximisation du rapport S/B devient donc équivalente à la minimisation de la perte après l'ajustement. C'est pourquoi trouver la fonction objective correcte est important dans un problème de conception.

Selon le type de réponse, il y a trois catégories d'analyse des caractéristiques de la performance dans le rapport S/N qui sont les suivants : *Plus petit est le meilleur* ; *Plus grand est le meilleur* ; *Nominal est le meilleur*. Pour chacune de ces catégories, le meilleur niveau d'un paramètre de processus est celui qui se traduit par la plus grande valeur du rapport S/B. Le rapport S/B utilisé dans notre étude est calculé sur la base du "*plus grand est le meilleur* (équation 1)", car notre objectif est de trouver les paramètres de traitement optimaux qui conduisent à l'augmentation des propriétés mécaniques.

$$S / B = -10 \log_{10} \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{1}{Y_i^2} \right] \quad \text{Équation II.1}$$

Où : Y_i = valeur mesurée de la réponse, Avec : $i = 1, 2, \dots n$.

n = nombre de mesures effectuées.

II.3.2 Analyse statistique des résultats

II.3.2.1 Analyse de la variance (ANOVA)

L'analyse de la variance (ANOVA) est une technique statistique et une procédure associée, dans laquelle la variance observée dans les données expérimentales est regroupée en modules en raison de différentes variables explicatives, ce qui permet de déterminer les interactions individuelle et combinée de tous les paramètres contrôlés dans le plan d'expérience. Par conséquent, la méthode statistique d'analyse de la variance permet de vérifier si les paramètres de l'étude sont significatifs ou non-significatifs. Le tableau ANOVA est composé des degrés de liberté (DF), la somme des carrés (SS), la moyenne des carrés (MS), la valeur F (F -value), la valeur P (P -value), la contribution de chaque facteur ($Cont \%$) et d'évaluer la contribution de chacun d'eux.

La somme des carrés (*SS*) est une mesure des écarts entre les observations individuelles et la moyenne générale. Elle s'exprime à l'aide de la relation suivante :

$$SS = \frac{N}{N_{nf}} \sum_{i=1}^{N_{nf}} (\bar{y}_i - \bar{y})^2 \quad \text{Équation II.2}$$

Où, \bar{y} : la valeur moyenne de toutes les réponses. \bar{y}_i : la réponse observée à partir d'expériences où le facteur f prend son $i^{\text{ème}}$ niveau. N : le nombre total d'expérience. N_{nf} : le niveau de chaque facteur.

La moyenne des carrés (*MS*) est calculée en divisant une somme de carrés (*SS*) par ses degrés de liberté correspondants (*df*), comme indiqué dans l'équation ci-dessous :

$$MS = \frac{SS}{df} \quad \text{Équation II.3}$$

La valeur F (*F-value*) est la statistique de test utilisée pour déterminer si le terme est associé à la réponse. Elle est exprimée à l'aide de l'équation suivante :

$$F = \frac{MS}{MS_e} \quad \text{Équation II.4}$$

Dans lequel, MS_e : les carrés moyens des erreurs.

La valeur P (*P-value*) est une probabilité qui mesure la preuve par rapport à l'hypothèse nulle. Des probabilités plus faibles fournissent des preuves plus solides contre l'hypothèse nulle, en supposant que l'hypothèse nulle est vraie.

Le pourcentage de la contribution pour chaque facteur (*Cont %*) indique le pouvoir relatif d'un facteur pour réduire la variation. Si ce facteur est contrôlé avec précision, la variation totale peut être réduite à la valeur indiquée par le pourcentage de contribution. Le pourcentage de la contribution peut être exprimé par l'équation suivante :

$$Cont\% = \frac{SS}{SS_T} \times 100 \quad \text{Équation II.5}$$

Où, SS_T est la somme des carrés totale.

II.3.2.2 Modélisation mathématique des effets sur les réponses d'intérêt

Les études expérimentales cherchent à relier les réponses et les facteurs dépendants ou indépendants à des modèles mathématiques de prédiction, en utilisant la technique de régression, qui est l'une des méthodes les plus connues et les plus appliquées en statistiques pour analyser des données quantitatives. En fait, il existe plusieurs types de régressions, chacune avec ses avantages et ses inconvénients. Les plus couramment utilisées et fiables sont :

Linéaire : somme séquentielle des carrés des termes linéaires. *F-value* estime la signification de l'ajout de termes linéaires aux effets d'interception et de bloc. Une petite valeur P indique que l'ajout de termes linéaires a amélioré le modèle. Le modèle de régression linéaire de deux facteurs peut s'écrire sous la forme :

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \varepsilon \quad \text{Équation II.6}$$

2FI : Somme séquentielle des carrés pour les termes d'interaction à deux facteurs (X_1X_2 , X_1X_3 , X_2X_3 par exemple). La valeur F teste la signification de l'ajout de termes d'interaction au modèle linéaire. Une petite valeur P indique que l'addition de termes d'interaction a amélioré le modèle. Le modèle de régression 2FI de deux facteurs peut s'écrire comme suit :

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \varepsilon \quad \text{Équation II.7}$$

Quadratique : somme séquentielle des carrés pour les termes quadratiques (X_1^2, X_2^2). La valeur F test indique la signification de l'ajout de termes quadratiques au modèle 2FI. Une petite valeur P indique que l'addition de termes quadratiques a amélioré le modèle. Le modèle de régression quadratique de deux facteurs peut s'écrire comme suit :

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \varepsilon \quad \text{Équation II.8}$$

Cubique : somme séquentielle des carrés pour les termes cubiques. La valeur F évalue la signification de l'ajout de termes cubiques au modèle quadratique. Une petite valeur P indique que l'addition des termes cubiques a amélioré le modèle. Le modèle de régression cubique de deux facteurs peut s'écrire comme suit :

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{112} X_1^2 X_2 + \beta_{122} X_1 X_2^2 + \beta_{111} X_1^3 + \beta_{222} X_2^3 + \varepsilon \quad \text{Équation II.9}$$

Polynôme à Factoriel model : Les polynômes standard du point de vue des facteurs et des interceptions significatives qui peuvent être entrés. Ceux-ci prennent la forme d'interception.

II.3.2.3 Validation des modèles

Une fois la modélisation réalisée, les modèles obtenus doivent être validés. Pour cela, des mesures statistiques importantes sont à considérer telles que :

R² représente la variation en pourcentage de la réponse exprimée par le modèle. Cette valeur est calculée par l'équation suivante :

$$R^2 = \frac{SS_E}{SS_T} \quad \text{Équation II.10}$$

R² ajusté représente la variation en pourcentage de la réponse exprimée par le modèle, ajusté au nombre de prédicteurs du modèle par rapport au nombre d'observations. Le coefficient modifié R² fournit une pénalité liée au nombre de paramètres à estimer dans le calcul du R².

$$R_{adj}^2 = 1 - \frac{N-1}{N-p-1} (1 - R^2) \quad \text{Équation II.11}$$

R² prédite évalue systématiquement la capacité d'un modèle à prédire la quantité de variance dans les nouvelles données. La valeur de R² prévue est dans la plage de 0 à 100%.

$$R_{prédite}^2 = 1 - \frac{PRESS}{SS_T} \quad \text{Équation II.12}$$

Où, *PRESS* sont les erreurs résiduelles prédites « Somme des carrés ».

II.3.3 Représentations graphiques de données statistiques

Les graphiques statistiques jouent un rôle important dans les statistiques et l'analyse des données. Il existe également de nombreux outils statistiques généralement appelés techniques graphiques. Ceux-ci inclus :

- Graphique de Pareto
- Diagrammes de probabilité
- Tracés résiduels
- Tracés de surface de réponse et tracés de contour

Le graphique de Pareto est utilisé pour déterminer la taille des effets des facteurs et leurs importances. Il montre les valeurs absolues des effets normalisés, en les classant du plus élevé au plus bas. Le graphique comprend également une ligne de base (noté α) pour indiquer les effets statistiquement significatifs. Le diagramme de probabilité est une technique graphique permettant de savoir si les données expérimentales suivent une distribution normale. Un graphique résiduel est un graphique utilisé pour examiner la qualité de l'ajustement dans la régression et l'ANOVA.

Les tracés de surface 3D sont utilisés pour explorer la relation potentielle entre les variables. Un tracé de contour est comme une carte topographique dans laquelle les valeurs de coordonnées sont tracées pour comprendre la région réalisable pour l'optimisation des caractéristiques de sortie. Les tracés statistiques ne sont pas seulement utilisés pour accéder à la distribution des données expérimentales mais ils sont également utilisés pour observer les caractéristiques de performance pour les différents paramètres d'entrée.

II.3.4 Désirabilité des réponses

Dans la présente recherche, la méthode Taguchi couplée à une approche de fonction de désirabilité a été utilisée, l'optimisation des paramètres d'entrée pour maximiser l'ensemble de réponses. L'analyse d'optimisation est effectuée à l'aide du logiciel JMP, où chaque réponse est transformée en une valeur de désirabilité sans dimension (d) et se situe entre $d = 0$, ce qui suggère que la réponse est complètement inacceptable et $d = 1$, ce qui suggère que la réponse est plus souhaitable et cela au moyen d'une régression multilinéaire. Le but de l'utilisation de l'approche de la fonction de désirabilité est de maximiser les deux réponses en même temps.

II.3.5 Distributions de probabilité

Au vu de la dispersion des données expérimentales issues des essais de traction des fibres, ils s'avèrent nécessaire de réaliser une analyse en termes de distributions de probabilité des différentes propriétés mécaniques permettant d'ajuster les données de résistance à la loi de distribution afin d'estimer les propriétés mécaniques moyennes des fibres. Puisque les données expérimentales seront analysées en termes de distributions, nous décrivons brièvement les différents modèles de probabilités concurrents qui ont été utilisés dans cette thèse.

II.3.5.1 La distribution de Weibull à deux paramètres

L'analyse de Weibull à deux paramètres est un outil statistique largement utilisé pour décrire diverses propriétés importantes qui ont une distribution remarquable. La fonction de distribution cumulative F est représentée comme suit :

$$F(\sigma) = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m} \quad \text{Équation II.13}$$

où, $F(\sigma)$ est la probabilité cumulée de défaillance d'une fibre en fonction de σ , $m > 0$ sont les paramètres de forme et le module de Weibull (lié à la dispersion des données) et $\sigma_0 > 0$ est le paramètre d'échelle.

II.3.5.2 Distribution de Weibull à trois paramètres

La distribution de Weibull à trois paramètres est un modèle de distribution relativement parfaite. Sa théorie est basée sur la théorie du maillon le plus faible et sur une redistribution. La fonction de distribution cumulative F a la forme suivante :

$$F(\sigma) = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma-s}{\sigma_0}\right)^m} \quad \text{Équation II.14}$$

où, $F(\sigma)$ est la probabilité cumulée de défaillance d'une fibre en fonction de σ , s sont les paramètres de position de la distribution, $m > 0$ est le paramètre de forme et le module de Weibull (lié à la dispersion des données) et $\sigma_0 > 0$ est le paramètre d'échelle.

II.3.5.3 Distribution de la loi normale

La distribution normale est la distribution de probabilité la plus courante dans les statistiques, car la normalité peut être observée dans de nombreuses situations à partir de nombreuses zones. Elle est également connue sous le nom de distribution gaussienne et de courbe en cloche. Leur fonction de distribution cumulative F est représentée comme suit :

$$F(\sigma) = \frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma}} e^{\left[-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}\right]} \quad \text{Équation II.15}$$

où, σ est le paramètre de position et μ est le paramètre de forme.

II.3.5.4 Distribution de la loi log-normale

La distribution log-normale est utilisée si le logarithme des variables aléatoires est normalement distribué et supérieur à 0. Cette distribution est une distribution polyvalente qui peut être utilisée pour modéliser un large éventail d'applications. La fonction de distribution cumulative F a la forme suivante :

$$F(\sigma) = \frac{1}{\sigma x \sqrt{2\pi}} e^{\left[-\frac{(\ln(x)-\mu)^2}{2\sigma^2} \right]} \quad \text{Équation II.16}$$

où, σ et μ sont respectivement les paramètres de position et de forme.

II.3.5.5 Distribution de la loi log-logistique à trois paramètres

La distribution log-logistique à trois paramètres, également appelée distribution de Fisk, est une distribution de probabilité continue avec de nombreuses applications. Elle est utilisée lorsque le logarithme de la variable est distribué de manière logistique. La fonction de distribution cumulative F du modèle log-logistique est représentée comme suit :

$$F(\sigma) = \frac{1}{\sigma(x-\lambda)} \frac{e^{\left[\frac{(\ln(x-\lambda)-\mu)}{\sigma} \right]}}{\left(1 + e^{\left[\frac{(\ln(x-\lambda)-\mu)^2}{\sigma} \right]} \right)^2} \quad \text{Équation II.17}$$

où, σ , μ et λ sont respectivement les paramètres d'échelle, de forme et de position.

II.4 Équipements

II.4.1 Microscope optique

La structure du rachis de palmier dattier a été caractérisée, après avoir été découpée, à la main, transversalement dans plusieurs endroits différents, afin d'observer les sections transversales et identifier l'effet de la zone sur la distribution des fibres ainsi que leur morphologie à l'aide d'un microscope optique (Motic-BA310 Met). Il est équipé d'une caméra Moticam 5+ qui a une capacité de résolution en direct de 5 MP et contrôlée par le logiciel de traitement d'image Motic Images Plus V3.0 (Figure II.8). Le même microscope optique a été utilisé pour mesurer les diamètres moyens des fibres, utilisées dans les essais de traction, à partir de leur section transversale dans trois emplacements différents, le long de la longueur effective

de la fibre à chaque emplacement trois mesures ont été prises (c'est-à-dire un total de neuf mesures pour chaque fibre).

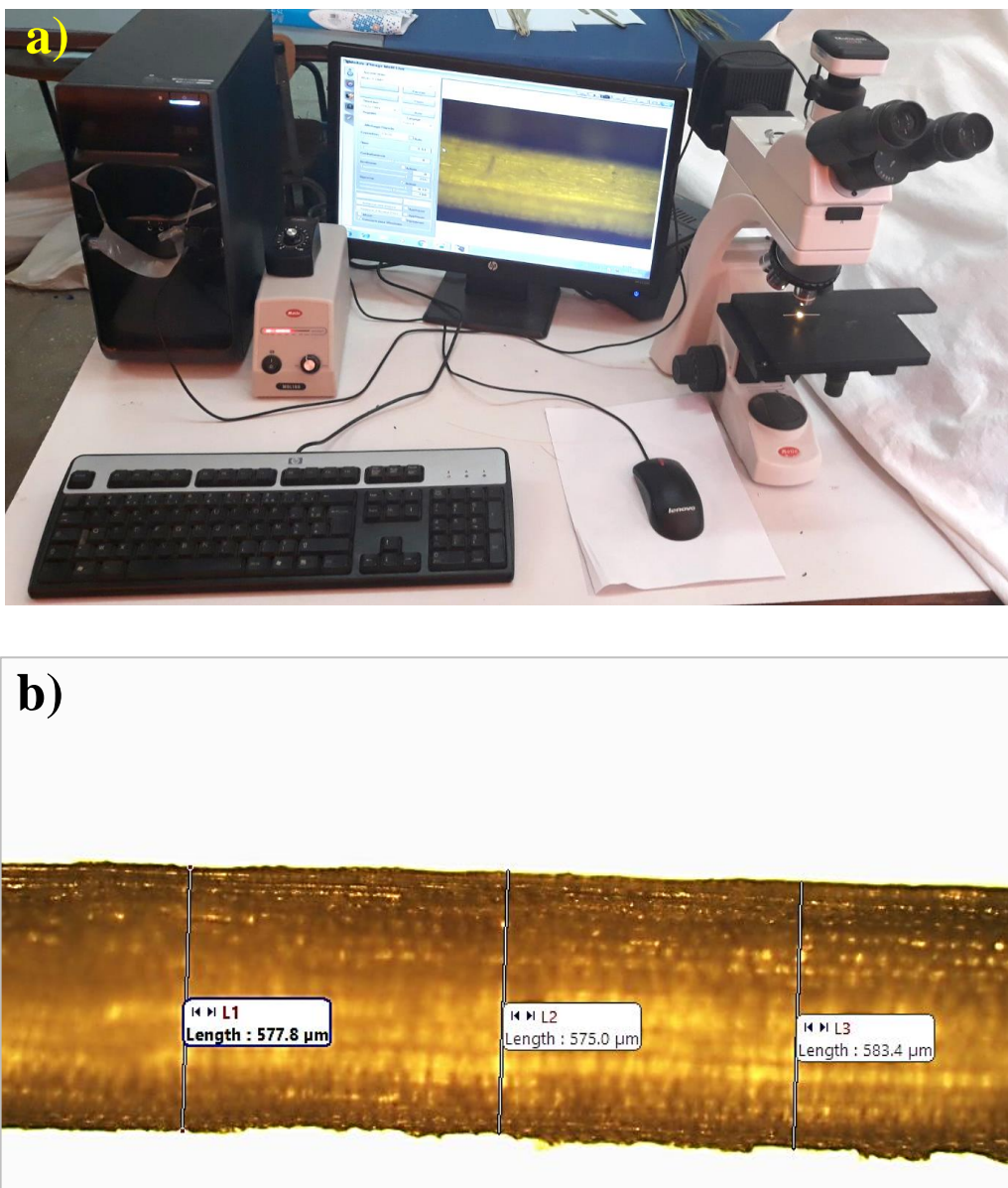


Figure II.8 a) Microscope optique de type Motic-BA310 Met, b) Mesure de la fibre du rachis.

II.4.2 Microscope Electronique à Balayage (MEB)

Les micrographies ont été obtenues par un microscope électronique à balayage en utilisant un MEB environnemental Quanta 250-FEI avec détecteur d'électrons secondaires Everhart-Thornley (ETD) avec le mode d'une faible pression par le vide à une pression de 0,3 Torr, fonctionnant à une tension d'accélération comprise entre 10 et 20 kV, avec une taille de spot de 3-5 nm et une distance de travail allant de 9 à 12 mm (Figure II.9).

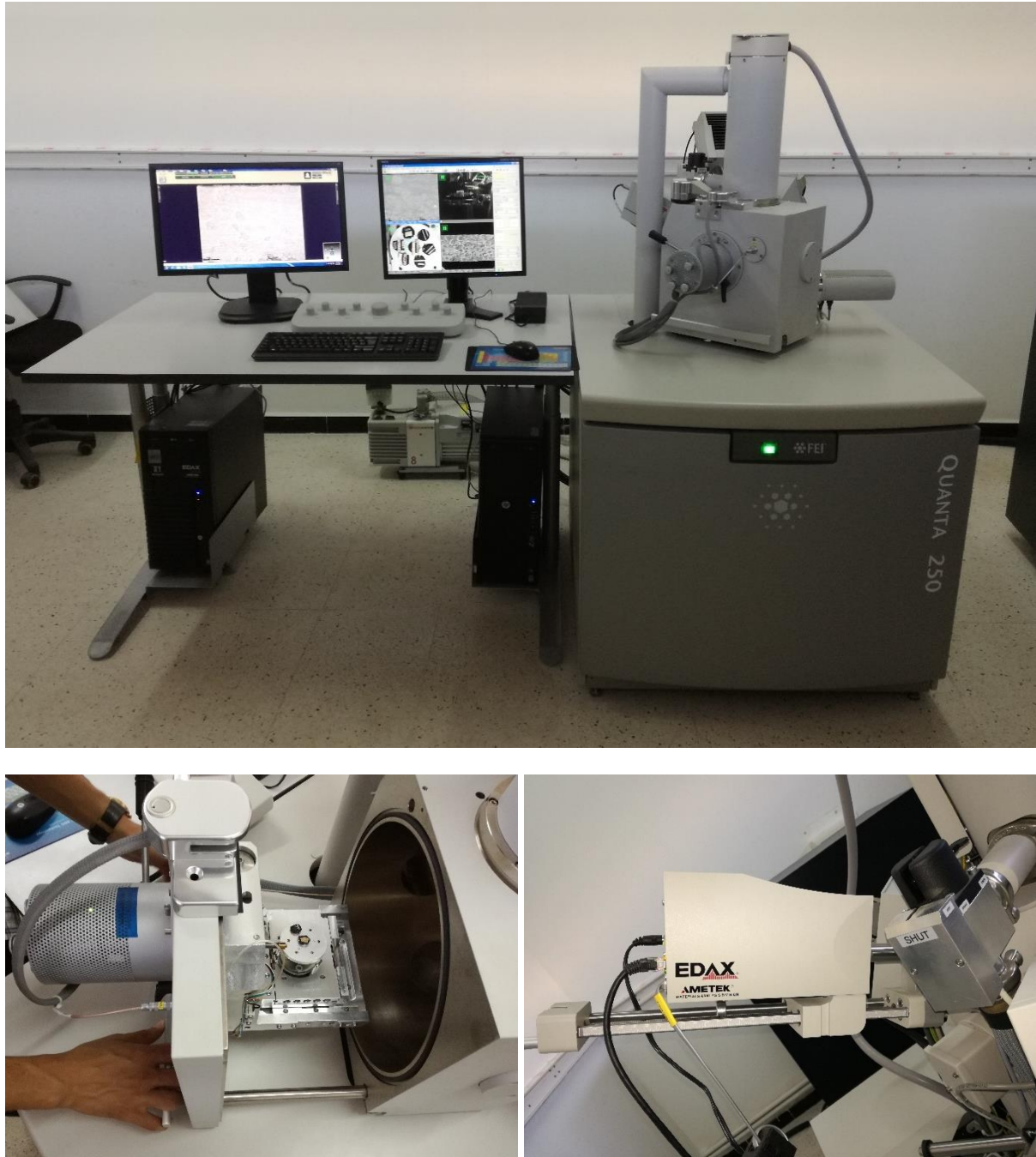


Figure II.9 Microscope Electronique à Balayage Environnemental de type 250-FEI.

II.4.3 Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EADX)

L'analyse élémentaire de la surface de la fibre a été réalisée par spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (modèle AMETEK TEAM-EADX joint dans le MEB) pour accéder à la quantité d'éléments existants et les résultats ont été exprimés en poids et en pourcentage atomique (Figure II.9).

II.4.4 Rugosimètre 3D

La caractérisation topographique des surfaces des fibres a été scannée optiquement en 3D à l'aide d'un profilomètre haute résolution équipée avec un capteur confocal à lumière blanche (Rugosimètre CT-100, Cyber Technologies). Les échantillons ont été scannés avec un pas de 5 μm pour un temps d'éclairage de 0,5 ms. Après numérisation, les graphes topographiques et les différentes caractéristiques de rugosité mesurées ont été analysées et traitées avec le logiciel SCAN-SUITE (Figure II.10).



Figure II.10 Plateforme de la rugosimètre 3D (Cyber Technologies CT-100).

II.4.5 Mesure de la densité

La densité des fibres (ρ_{fibre}) a été calculée par un test d'immersion dans un liquide à l'aide d'un pycnomètre avec de l'eau distillée (Figure II.11). Toutes les pesées sont effectuées à l'aide d'un pycnomètre de 50 ml de volume et une balance de 0,1 mg de précision, d'où la densité a été déterminée selon la norme ASTM D2320-98 (2003) par l'équation suivante :

$$\rho_{\text{fibre}} = \frac{(m_2 - m_1)}{[(m_3 - m_1) - (m_4 - m_2)]} \times \rho_{\text{eau}} \quad \text{Équation II.18}$$

où :

- m_1 : Masse du pycnomètre vide (g).
- m_2 : Masse du pycnomètre avec une quantité de fibres (g).
- m_3 : Masse du pycnomètre rempli avec de l'eau distillée (g).
- m_4 : Masse du pycnomètre avec fibres et eau distillée (g).
- ρ_{eau} : Densité de l'eau distillée (0,997 g/cm³).



Figure II.11 (a) Pycnomètre (b) Balance avec le pycnomètre (c) Balance remplie avec fibres et eau distillée.

II.4.6 Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Les bandes de vibration typiques de différents groupes fonctionnels chimiques de la lignine, de l'hémicellulose et de la cellulose ont été identifiées à l'aide de la technique FTIR. Les spectres ont été obtenus avec un spectromètre FTIR (Nicolet iS10 de Thermo Fisher

Scientific équipé d'un accessoire ATR à réflexion unique Golden Gate) dans la gamme de nombres d'onde $4000-500\text{ cm}^{-1}$ à une température de 25 °C et 55% d'humidité relative (Figure II.12). Tous les spectres ont été collectés avec une résolution en nombre d'onde de 4 cm^{-1} après 32 balayages continus. L'analyse du spectre a été réalisée avec l'accessoire Smart OMNI-Transmission (logiciel OMNIC 9.5).

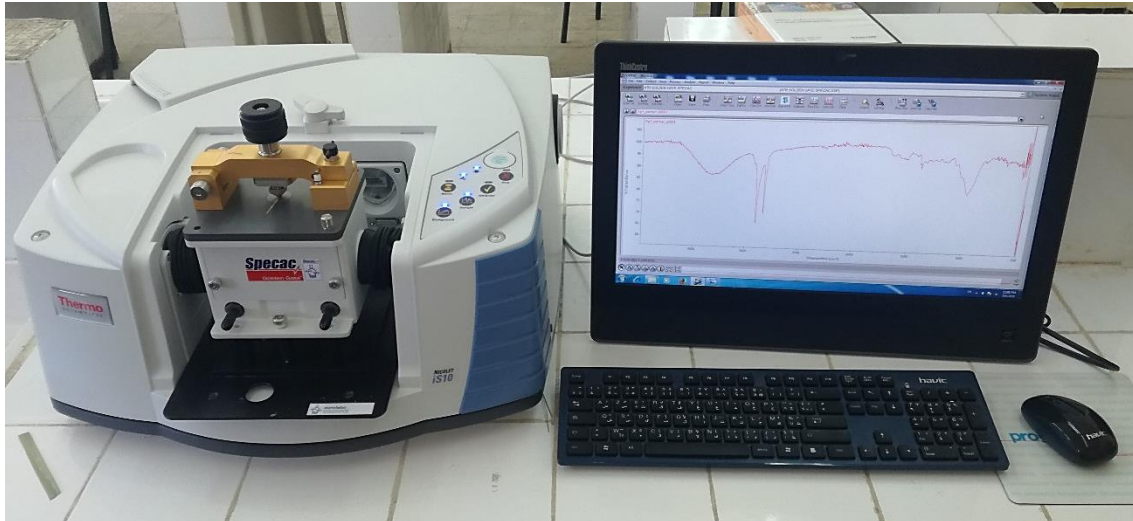


Figure II.12 Spectromètre FTIR Nicolet iS10 de Thermo Fisher Scientific.

II.4.7 *Diffraction à rayons X (DRX)*

Les diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) des fibres ont été obtenus en utilisant un diffractomètre Empyrean Panalytical X-ray (Figure II.13) équipé avec un détecteur PIXcel-3D et d'un rayonnement Cu-K α ($\lambda = 1,540598\text{Å}$). Le générateur fonctionnait à une tension de 45 kV et un courant de 40 mA. Les fibres en poudre ont été montées sur un porte-échantillon et balayées la plage d'angles 2θ de 10° à 40° à une vitesse de balayage de $5^\circ/\text{min}$.

L'indice de cristallinité ($Cr.I.$) et le degré de cristallinité ($Xc\%$) ont été déterminés en utilisant la méthode empirique développée par Segal et al. [136] en utilisant les équations suivantes :

$$Cr.I. = \frac{(I_{002} - I_{am})}{I_{002}} \times 100 \quad \text{Équation II.19}$$

$$Xc\% = \frac{I_{002}}{(I_{002} + I_{am})} \times 100 \quad \text{Équation II.20}$$

où :

- I_{002} : La plus haute intensité des pics cristallins a environ $2\theta = 22,2^\circ$.
- I_{am} : L'intensité de la petite réflexion amorphe a $2\theta = 18,6^\circ$.

Les tailles des cristallites (CS) ont été calculées à partir de la pleine largeur des pics de diffraction en utilisant l'équation de Scherrer qui est exprimée en (nm) :

$$CS = \frac{k \lambda}{\beta_{002} \cos\theta} \quad \text{Équation II.21}$$

où :

- λ : Longueur d'onde du rayonnement X ($\lambda = 1,5444 \text{ \AA}$).
- k : Constante de Scherrer (0,9).
- β : Largeur totale aux demi-pics maximum (FWHM) exprimée en radians.
- θ : Angle de diffraction de Bragg ($^\circ$).



Figure II.13 Diffractomètres à rayons X (Panalytical X-ray).

II.4.8 Analyse thermogravimétrique (TGA)

L'analyse thermogravimétrique ou analyse gravimétrique thermique (TGA) est une méthode d'analyse thermique utilisée pour mesurer la perte de poids d'une substance lorsqu'elle

est chauffée, ce qui permet d'accéder à sa stabilité thermique et de déterminer sa température de décomposition. L'analyse TGA et leur dérivée DTG des échantillons de fibres ont été réalisées à l'aide d'un TGA/DSC 3+ METTLER TOLEDO (Figure II.14). Environ 10 mg de masse d'échantillon ont été remplis dans un creuset en céramique d'alumine et chauffés de 30 °C à 700 °C à une vitesse de chauffage constante de 10 °C/min, sous atmosphère d'azote à un débit de 20 ml/min pour empêcher toute dégradation oxydative. Tandis que, le refroidissement est effectué avec une vitesse de 30 °C/min. Les données DTG ont également été obtenues à partir de l'analyse à l'aide du logiciel STARe-Evaluation Version 16.1.



Figure II.14 Thermogravimètre TGA/DSC 3+ (METTLER TOLEDO).

II.4.9 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) a été effectuée pour les fibres afin de déterminer leur comportement thermique. L'analyse DSC permet d'observer les changements physiques par l'absorption et la libération d'énergie thermique pendant le chauffage, ce qui permet l'identification des transitions thermiques. L'analyse DSC a été réalisée en utilisant DSC 3+ METTLER TOLEDO (Figure II.15). L'équipement a été étalonné avec de l'oxyde d'aluminium avant analyse.

L'échantillon (pesant environ 6 mg) a été encapsulé dans un plateau hermétique en aluminium avant analyse, et aussi un plateau vide a été utilisé comme référence. L'échantillon a ensuite été chauffé de 30 °C à 580 °C à une vitesse de chauffage de 10 °C/min. Alors que, le

refroidissement est effectué avec une vitesse de 30 °C/min. La source d'azote a été ajustée à un débit de 100 ml/min. Tous les thermogrammes ont été analysés à l'aide du logiciel STARE-Evaluation version 16.1.



Figure II.15 Analyseur calorimétrique différentiel DSC 3+ (METTLER TOLEDO).

II.4.10 Essai de traction des fibres

Les essais de traction ont été menés à l'aide de la machine d'essai universelle Zwick/Roell Z2.5 équipée d'une cellule de charge de 200 N attachée à un système d'acquisition automatique de données (Figure II.16). Vingt échantillons ont été analysés pour chaque groupe selon la norme ASTM D3822-07 pour cinq différentes longueurs de fibre (GL) : 10, 20, 30, 40 et 50 mm à une vitesse constante de 1 mm/min. Tous les tests ont été réalisés à une température de 23 °C et une humidité relative d'environ 45%. La contrainte et la déformation à la rupture et le module de Young, ont été calculés individuellement pour chaque fibre selon la norme ASTM en utilisant les relations suivantes :

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{\pi \times r^2} \quad \text{Équation II.22}$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad \text{Équation II.23}$$

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad \text{Équation II.24}$$

Dans laquelle :

- F : Force (N) ;
- S : Section de la fibre (mm^2) ;
- r : Rayon moyen de la fibre (mm) ;
- Δl : Valeur du déplacement enregistrée par la machine (mm) ;
- l_0 : Longueur initiale (mm) ;
- σ : Contrainte à la rupture (MPa) ;
- ϵ : Déformation à la rupture (%) ;
- E : Module de Young (GPa), déterminé à partir de la pente de la partie élastique des courbes contrainte/déformation entre la déformation 0,3% - 0,9%.

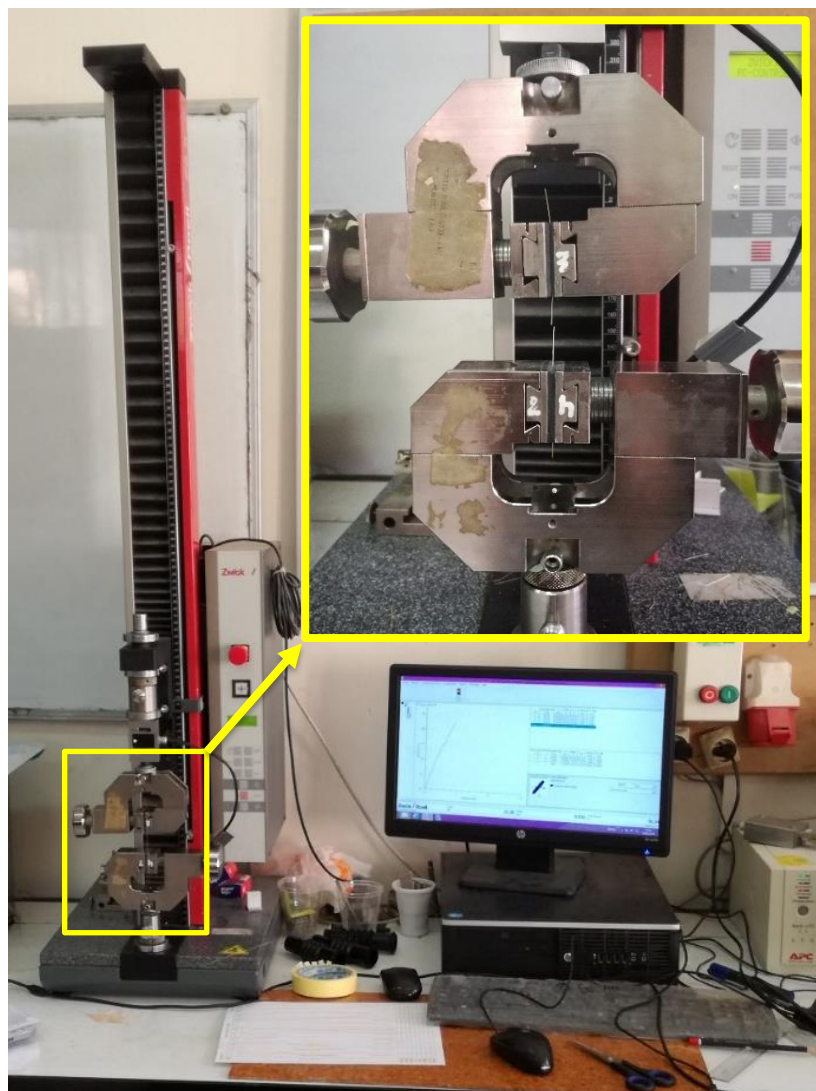


Figure II.16 Machine universelle de type ZWICK ROELLE Z2.5.

II.4.11 Essai mécanique des composites

Les tests mécaniques des composites ont été effectués à l'aide d'une machine d'essai hydraulique universelle à hautes performances Walter et Bai (Figure II.17) équipée d'une cellule de charge de 100 kN accompagnée de deux extensomètres enregistrant simultanément: le premier modèle Epsilon 3542 (extensomètre axial) avec une longueur de jauge de 10 à 80 mm sont utilisés pour mesurer la déformation et le deuxième modèle Epsilon 3575 (extensomètre transversal) d'une longueur de jauge de 25 mm est utilisé pour mesurer la déformation transversale sur des échantillons chargés axialement.

La machine de traction a été connectée à l'équipement de test électronique universel PCS 8000 pour l'enregistrement des données et analysée à l'aide du logiciel DION 7 Pro version 2.5. Les tests mécaniques ont également été enregistrés par des caméras vidéo 16 mégapixels (MCR125-S) montées sur un trépied à l'aide de deux réflecteurs LED et d'un ordinateur avec le logiciel Mercury RT® (Sobriety s.r.o.). Tous les tests ont été effectués, au moins quatre résultats ont été pris en considération à partir d'échantillons de la même configuration d'empilement et réalisés à température ambiante et humidité relative entre 40% et 50%.

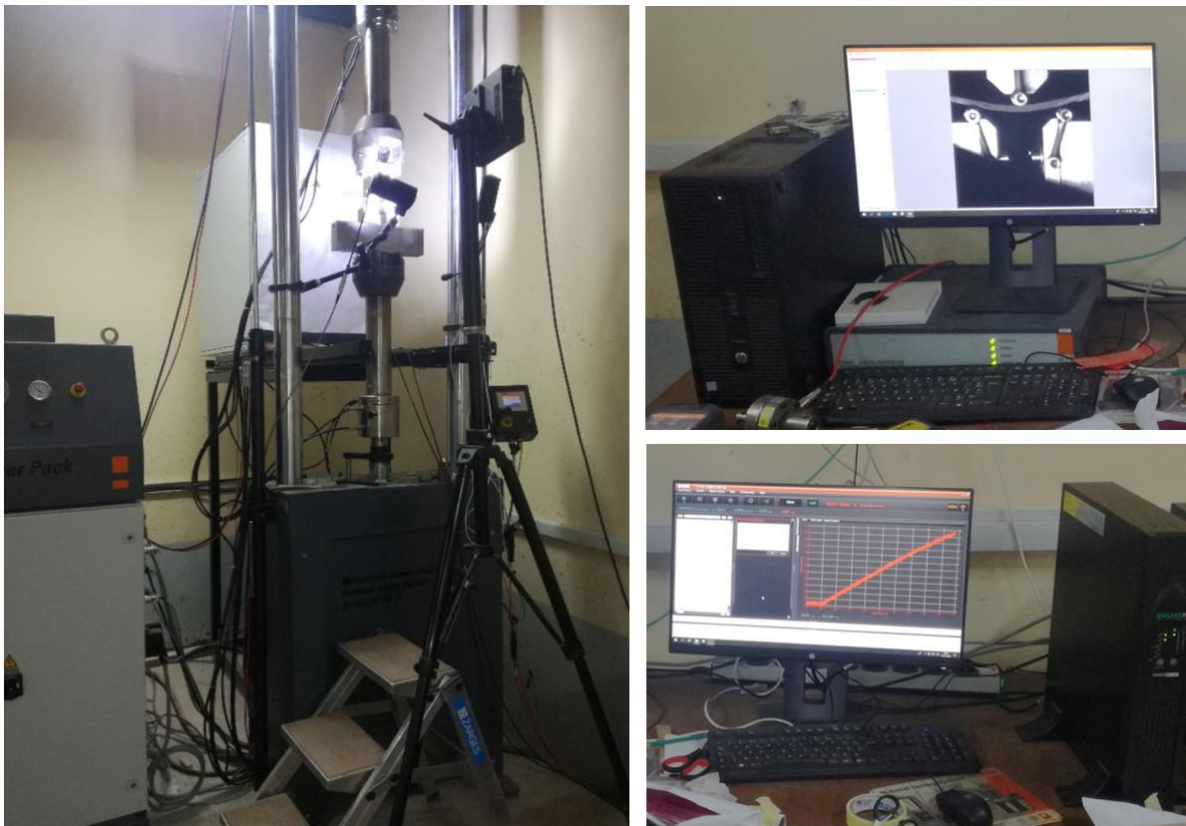


Figure II.17 Machine universelle de type Walter et Bai 100KN.

II.4.11.1 Essai de traction statique sur les biocomposites

La capacité de résister à la rupture sous une charge de traction est l'une des propriétés critiques et largement mesurées des matériaux composites utilisés dans les applications structurelles. La force de traction par unité de surface requise pour rompre un matériau de cette manière est appelée la résistance à la traction ultime et aussi appelée la contrainte ultime. Les propriétés de traction doivent donner une indication de la façon dont un matériau réagira aux forces appliquées en traction. Les tests sont préparés conformément aux normes ASTM D3039 d'où la distance entre les deux mors est 150 mm comme indiqué sur la figure II.18.

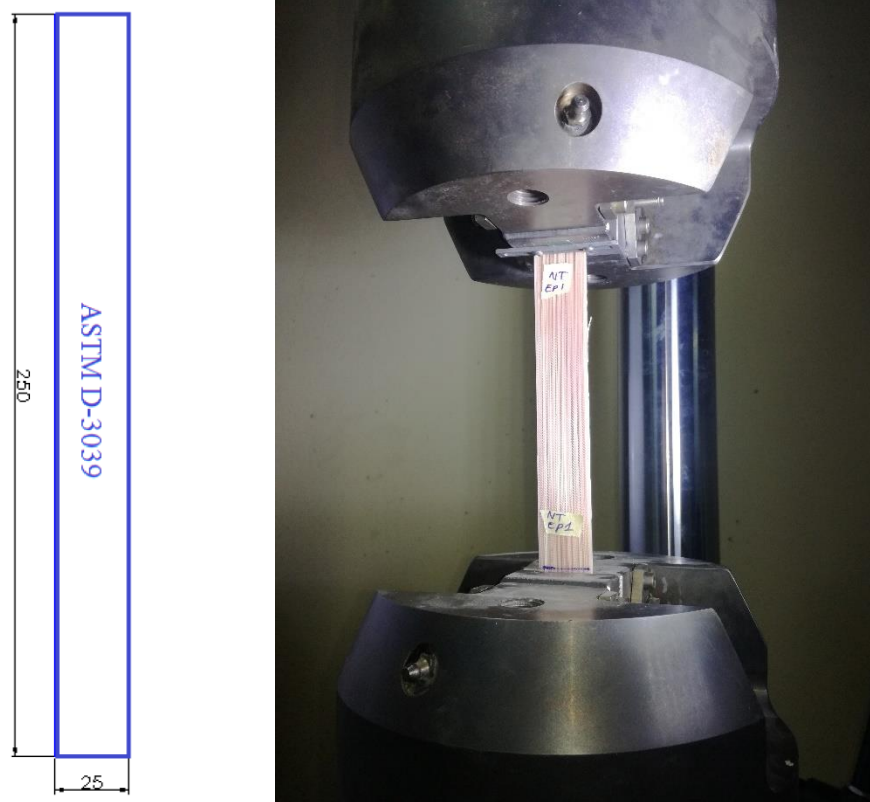


Figure II.18 (a) Dimensionnement des éprouvettes d'essai de résistance à la traction, (b) Epreuve en biocomposite soumise à la traction.

La contrainte, la déformation et le module de Young de traction ont été déterminés en utilisant les relations suivantes :

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{a \times b} \quad \text{Équation II.25}$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad \text{Équation II.26}$$

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad \text{Équation II.27}$$

Dans laquelle :

- F : Force (N) ;
- S : Section de l'éprouvette (mm²) ;
- a : Epaisseur de l'éprouvette (mm) ;
- b : Largeur de l'éprouvette (mm) ;
- Δl : Valeur du déplacement enregistrée par la machine (mm) ;
- l_0 : Longueur initiale (mm) ;
- σ : Contrainte à la rupture (MPa) ;
- ε : Déformation à la rupture (%) ;
- E : Module de Young (GPa).

II.4.11.2 Essai de flexion statique sur les biocomposites

La capacité d'un matériau à résister à la déformation sous une charge autrement appelée résistance à la flexion est l'une des propriétés largement mesurées des matériaux composites. La résistance à la flexion peut être appelée module de rupture ou résistance à la flexion ou la résistance à la rupture est un paramètre important pour un matériau fragile. Le test de flexion à trois points est le plus utilisé, il consiste à poser un échantillon sur deux supports (appuis simples) et de le charger, à vitesse constante, par une force transversale concentrée à son milieu jusqu'à sa rupture, conformément aux normes de test ASTM D790 (Figure II.19). La contrainte, la déformation et le module de Young de flexion ont été déterminés en utilisant les formules suivantes :

$$\sigma = \frac{3Fl}{2bh^2} \quad \text{Équation II.28}$$

$$\varepsilon = \frac{6Dh}{l^2} \quad \text{Équation II.29}$$

$$E = \frac{l^3 F}{4wbh^3} \quad \text{Équation II.30}$$

Dans laquelle :

- F : Force (N) ;
- D : Flèche (mm) ;
- l : Longueur entre appui (mm) ;
- b : Largeur de l'éprouvette (mm) ;
- h : Epaisseur de l'éprouvette (mm) ;
- σ : Contrainte à la rupture (MPa) ;
- ϵ : Déformation à la rupture (%) ;
- E : Module de Young (GPa).

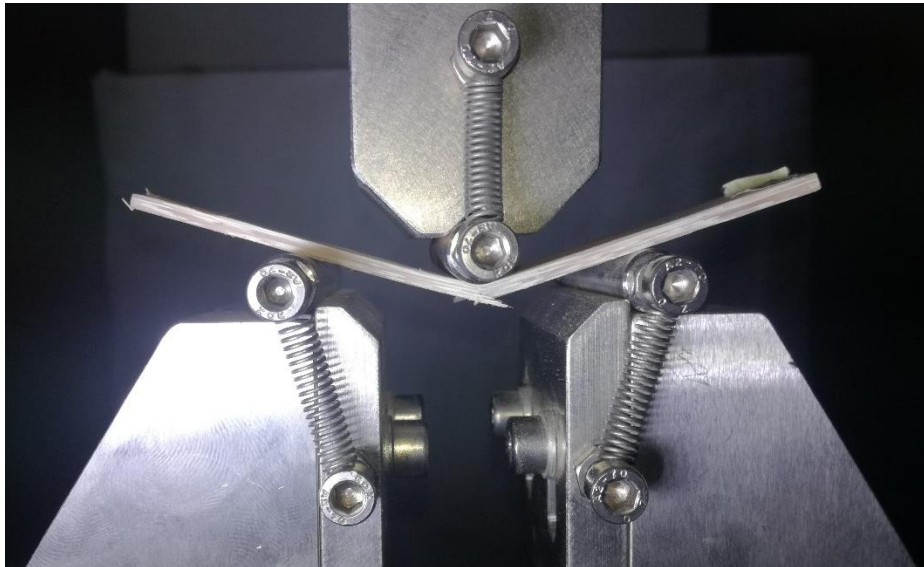
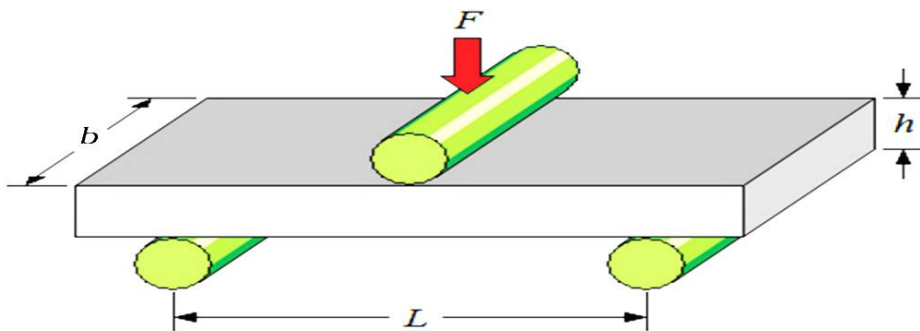


Figure II.19 (a) Dimensionnement des éprouvettes d'essai de résistance à la flexion. (b)

Eprouvette en biocomposite soumise à la flexion.

II.5 Conclusion

Ce chapitre présente les différentes techniques de l'extraction des fibres de rachis des palmiers dattiers en détail ainsi que leur méthode de traitement et d'optimisation de celles-ci dans les conditions que nous avons définies selon le plan d'expérience choisit "Taguchi L16 ($4^2 \times 2^1$)".

En outre, les méthodes expérimentales utilisées avec une description des différents dispositifs et machines utilisés et les normes appliquées pour la caractérisation morphologique, mécanique, physique et chimique des fibres et des composites sont présentées. Dans les chapitres suivants, nous présenterons les résultats et les analyses des travaux réalisés dans le cadre de cette thèse.

Chapitre III

**Morphologie et comportement
mécanique des fibres de rachis des
palmiers dattiers**

CHAPITRE III

Morphologie et comportement mécanique des fibres de rachis des palmiers dattiers

III.1 Introduction

Ce chapitre est divisé en trois parties principales :

- Dans la première partie une analyse par microscopie optique et électronique à balayage décrivant en détail l'anatomie et la morphologie des rachis des palmiers dattiers montrant les types de fibres et leur emplacement. De plus, une analyse de la rugosité des surfaces de ces fibres a été également effectuée en utilisant un rugosimètre (profilomètre) 3D sans contact.

- Une description détaillée des procédures et méthodologies des essais de traction des fibres extraites des rachis est présentée dans la deuxième partie de ce chapitre. Ceci permet de comprendre l'effet des diamètres des fibres et de faire ressortir l'influence de la distance entre les mors, lors des essais de traction, sur les propriétés mécaniques des fibres de rachis.

- La dernière partie concerne une analyse statistique des propriétés mécaniques (contrainte, module de Young et déformation) des fibres en utilisant différentes méthodes de distribution de probabilité pour ajuster les données et en choisissant la méthode qui donne les meilleurs résultats. Enfin, une modélisation des propriétés mécaniques des fibres en fonction du diamètre et de la distance entre les deux mors est aussi présentée.

III.2 Anatomie et morphologie des rachis des palmiers dattiers

III.2.1 Structure de la feuille de palmier (palme)

Les feuilles de palmiers dattiers (palme) de la variété du Ghars ont une forme pennée (plumes). Chaque palmier de cette variété contient généralement 40 à 60 feuilles disposées en spirale sur le tronc. La disposition des frondes sur le tronc réduit l'ombrage des frondes inférieures par ceux au-dessus de telle sorte que chacune d'elles partage la lumière du soleil et qu'aucune fronde ne soit complètement ombragée. Leurs feuilles mesurent de 4 à 5 mètres de long et la plus grande largeur pouvant atteindre environ 50 cm et se rétrécit rapidement de la base vers le haut (Figure 1). La durée de vie des feuilles normale est de 2 à 4 ans, en fonction de la longueur et l'âge du palmier et des conditions environnementales. Contrairement aux autres arbres fruitiers, les feuilles mortes ou anciennes ne tombent pas d'elles-mêmes, mais elles sont enlevées avec l'intervention de l'agriculteur.

Chaque feuille est composée d'un pétiole, la partie épineuse qui tient les épines et la partie foliolée qui tient les folioles. Les longueurs du pétiole, de la partie épineuse et celle foliolée sont respectivement égales à environ 0,3 m, 1,0 m et un minimum de 3,0 m. Le nombre moyen d'épines de palme est estimé à plus ou moins de 40. Alors que, le nombre de folioles est d'environ 200, disposées régulièrement deux à deux en oblique le long de la partie foliolée (Figure III.1).



Figure III.1 Feuille de palmier dattier de la variété de Ghars.

En coupe transversale, les folioles sont généralement en forme de V, ceci est une caractéristique des feuilles de tous les phœnix [137]. L'ensemble de l'axe central des parties épineuses et foliolées de palme appelée la nervure principale. L'analyse morphométrique géométrique des rachis du palmier dattier montre que leur forme générale ressemble à un phare, avec un seul plan de symétrie. La section transversale du rachis est relativement triangulaire

avec deux angles latéraux (droits et gauches) légèrement concaves et une dorsale arrondie en haut qui diminue progressivement vers le sommet de la palme, à mesure que le rachis devient graduellement plus étroit et plus dense vers leurs extrémités (Figure 1).

III.2.2 Analyse de la morphologie du rachis par microscope optique

Pour décrire la forme et l'anatomie des rachis de palmier dattier, des tranches d'environ 0,5 mm d'épaisseur ont été découpées en haut et en bas de ce rachis (Figure 1), puis les surfaces de ces tranches ont été poncées avec du papier verre pour améliorer et clarifier leur microstructure lors de l'imagerie au microscope optique. La figure III.2 montre une coupe transversale du sommet du rachis de la palme. L'analyse de cette coupe montre que le rachis est composé de parenchyme qui est la matrice renforcée par des fibres dispersées de manière aléatoire avec une orientation essentiellement unidirectionnelle. La surface et la densité des fibres varient le long de la ligne radiale du plus haut niveau (couverture périphérique) au plus bas (zone centrale). De plus, les formes et les dimensions des fibres ont changé avec leur position dans la section transversale. Dans la région intérieure, les fibres sont presque rondes, alors que celles qui se trouvent proches de la périphérie s'allongeaient et deviennent presque ovales de différentes tailles et disposées en alternance pour remplir parfaitement tous les espaces intermédiaires, ne laissant presque aucun tissu de parenchyme entre les deux.

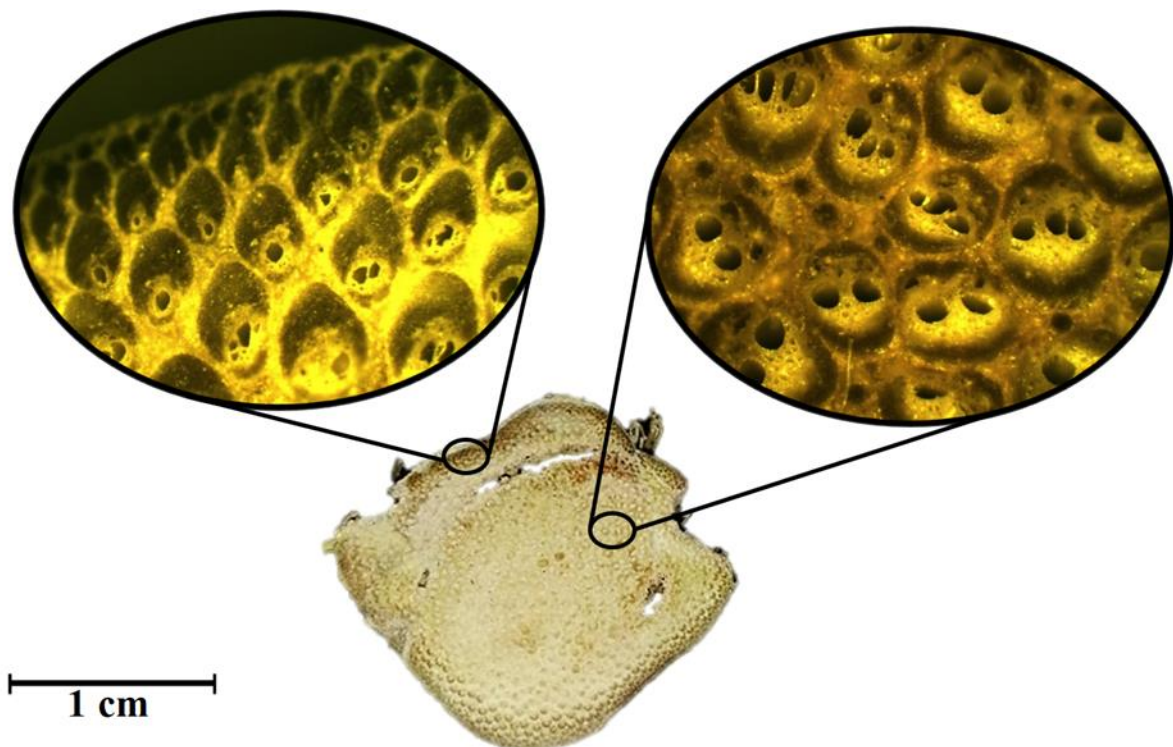


Figure III.2 Structure anatomique d'une coupe transversale du sommet du rachis de palme.

L'observation microscopique des coupes transversales des figure III.3a et III.3b de la zone centrale obtenue du sommet et du pied du rachis montre que la concentration de fibres augmente et que le pourcentage de parenchyme (matrice) diminue vers le sommet du rachis en fonction de la diminution de sa taille.

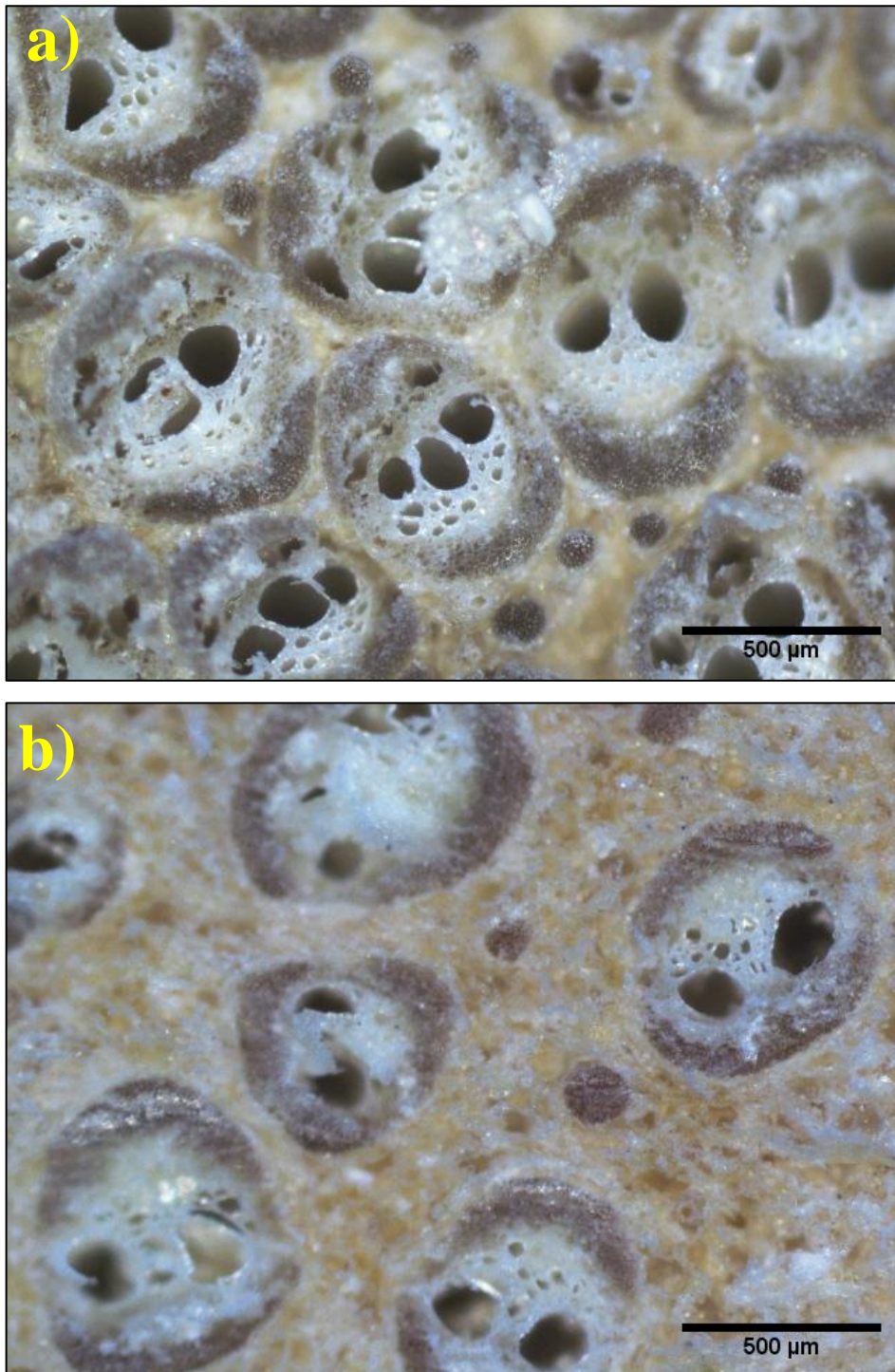


Figure III.3 Structure anatomique des coupes transversales dans la zone centrale au niveau du : a) sommet de rachis. b) pied de rachis.

III.2.3 Analyse de la morphologie du rachis par microscopie électronique à balayage (MEB)

Les figures III.4a et III.4b présentent des micrographies MEB de la section transversale au pied et à 20 cm avant le sommet du rachis du palmier dattier avec un grossissement de 100x.

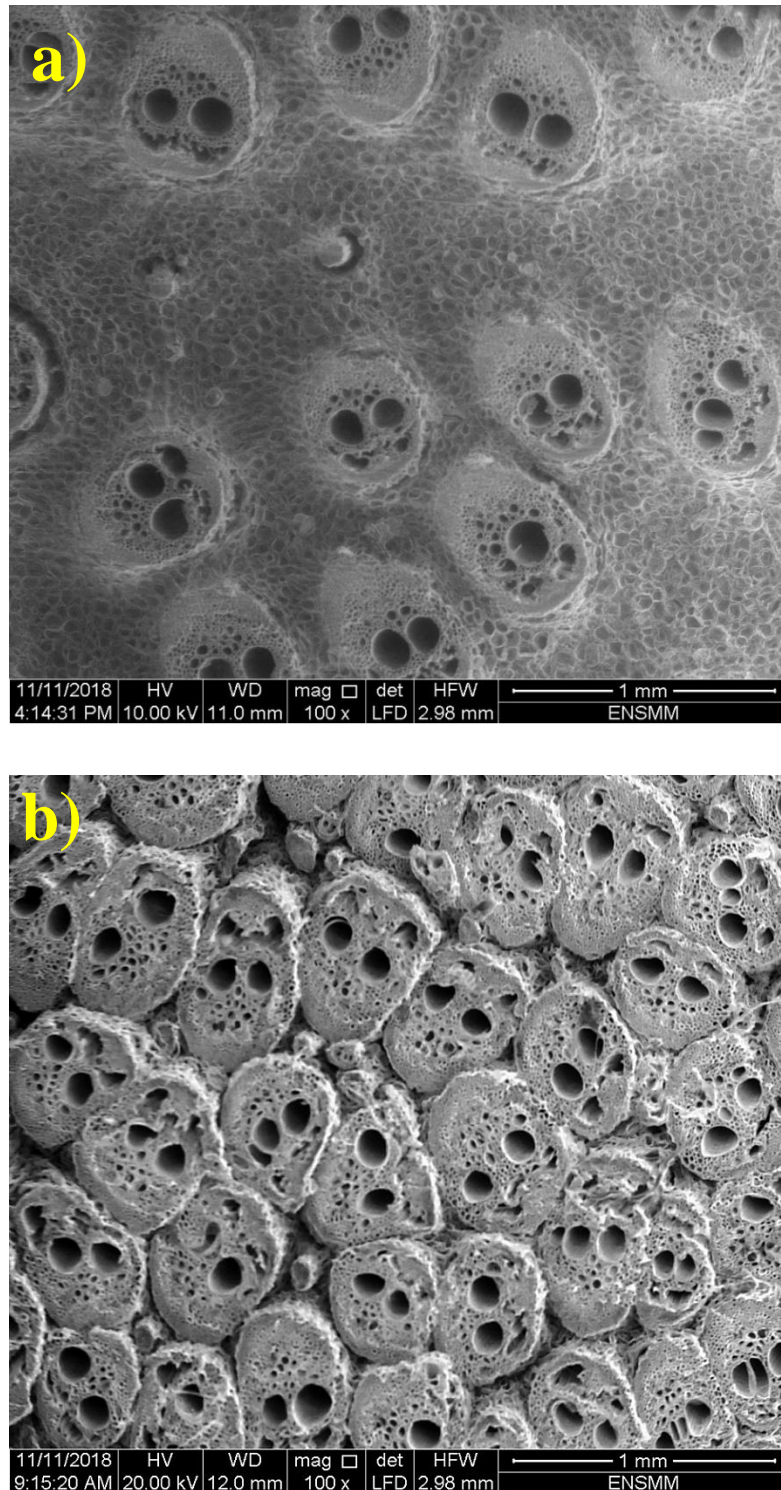


Figure III.4 Micrographies MEB de la coupe transversale au niveau du :
a) Pied du rachis, et b) 20 cm avant le sommet du rachis.

Les micrographies montrent clairement un rassemblement de plusieurs fibres dispersées et séparées par des cellules parenchyme. Cependant, il existe une nette différence dans la microstructure de ces fibres, qui ressemble à l'anatomie des fibres de feuilles d'ananas [135], et peuvent être classées en deux types : le premier appelé faisceau fibro-vasculaire (FFV) qui sont le plus épais et qui apparaissent au milieu des vides principaux, tandis que le second appelé faisceaux de fibres (FF), plus fin qui ne contient presque aucun vide principal. Il est à noter que les cellules du parenchyme du rachis de pied sont beaucoup plus denses par rapport à celui du sommet du rachis du palmier dattier car il devient plus étroit et diminue progressivement à partir de la base de la palme vers son sommet.

III.2.4 Analyse morphologique des fibres par microscopie électronique à balayage

Les figures III.5a, 5b et 5c montrent la coupe transversale d'une fibre FFV du rachis du palmier dattier (extraite par ébullition dans l'eau pendant 150 min) avec différentes magnifications. L'observation de la microstructure d'une fibre FFV a montré qu'elle a une forme presque circulaire et composée de deux vides principaux (lumen) de diamètre allant de 100 à 150 μm avec un grand nombre de microfibrille sphérique de plus petit diamètre de l'ordre de 6-22 μm , alignés et liés entre eux par de la lignine, la pectine et d'autres matériaux non celluloses [138].

L'analyse microstructurale d'une coupe transversale obtenue par MEB, avec différent agrandissement, d'une fibre FF est présentée dans les figures III.5d, 5e et 5f. Les micrographes montrent qu'elle est constituée de plusieurs microfibrilles individuelles de diamètre compris entre 4 et 12 μm , disposées de manière compacte pour former une fibre technique dont la forme est approximativement cylindrique et dont le diamètre se situe entre 80 et 120 μm .

Les micrographies MEB des surfaces externes des fibres FFV et FF prise dans leurs directions longitudinales présentées sur la figure III.6 révèle la présence de certaines impuretés (lignine, wax, etc.) réparties aléatoirement sur ces surfaces et leurs existences est due aux techniques d'extraction. La structure fibreuse présente un alignement dans le sens de l'axe des fibres, sous la forme d'un plateau semi-rectangulaire et carré régulièrement réparti, avec la longueur des lignes à la surface des fibres. En outre, les surfaces de ces fibres présentent des petits trous ou piqûres vides, non uniformément espacés, ayant la forme elliptique presque circulaire. En général, la structure des faisceaux fibro-vasculaires (FFV) est similaire aux autres fibres telle que les fibres arundo [139] et la structure des faisceaux de fibres (FF) est similaire aux fibres de bananier [140].

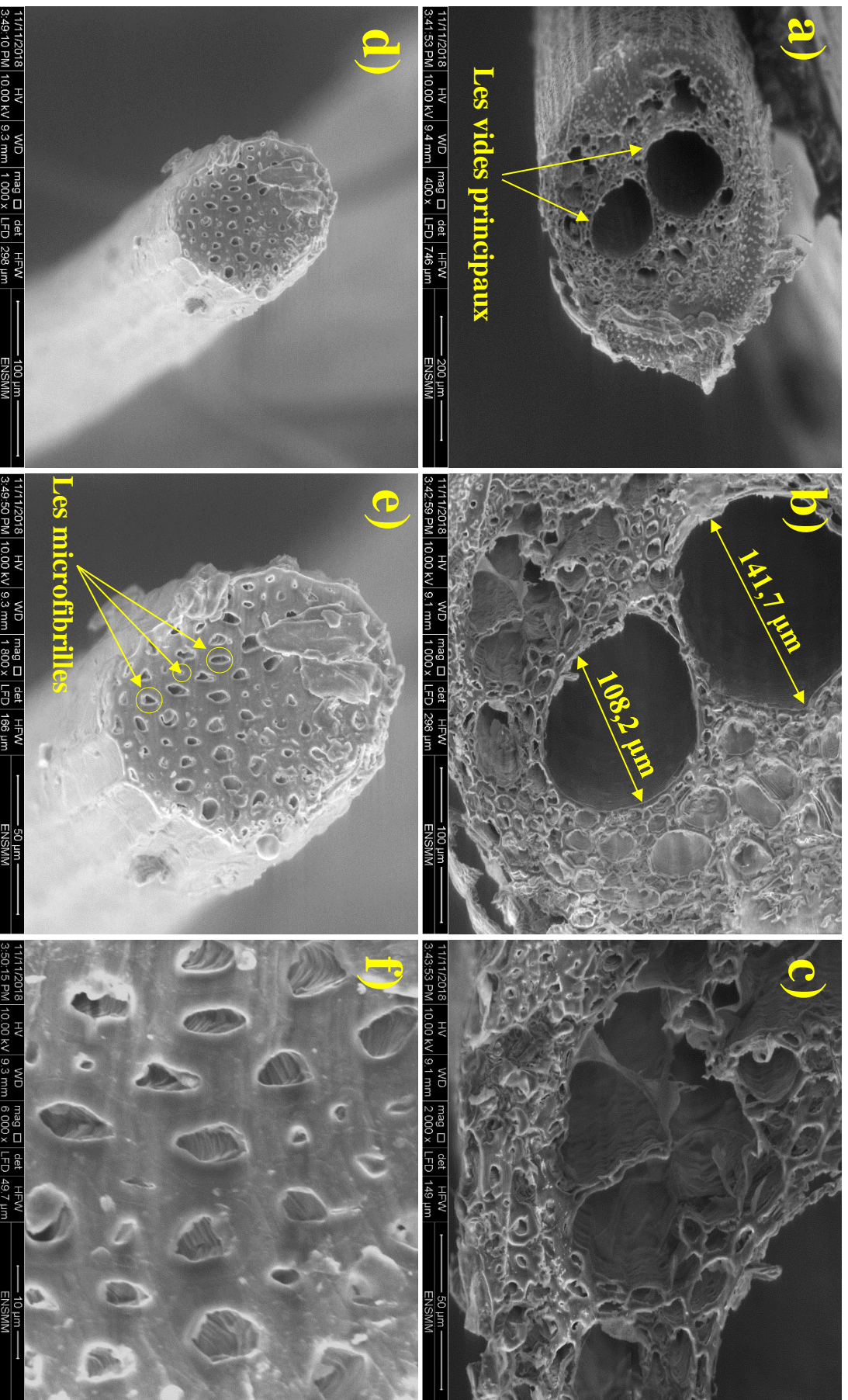


Figure III.5 Micrographies MEB de la coupe transversale pour : (a, b et c) Faisceau fibro-vasculaire et (d, e et f) Faisceaux de fibres.

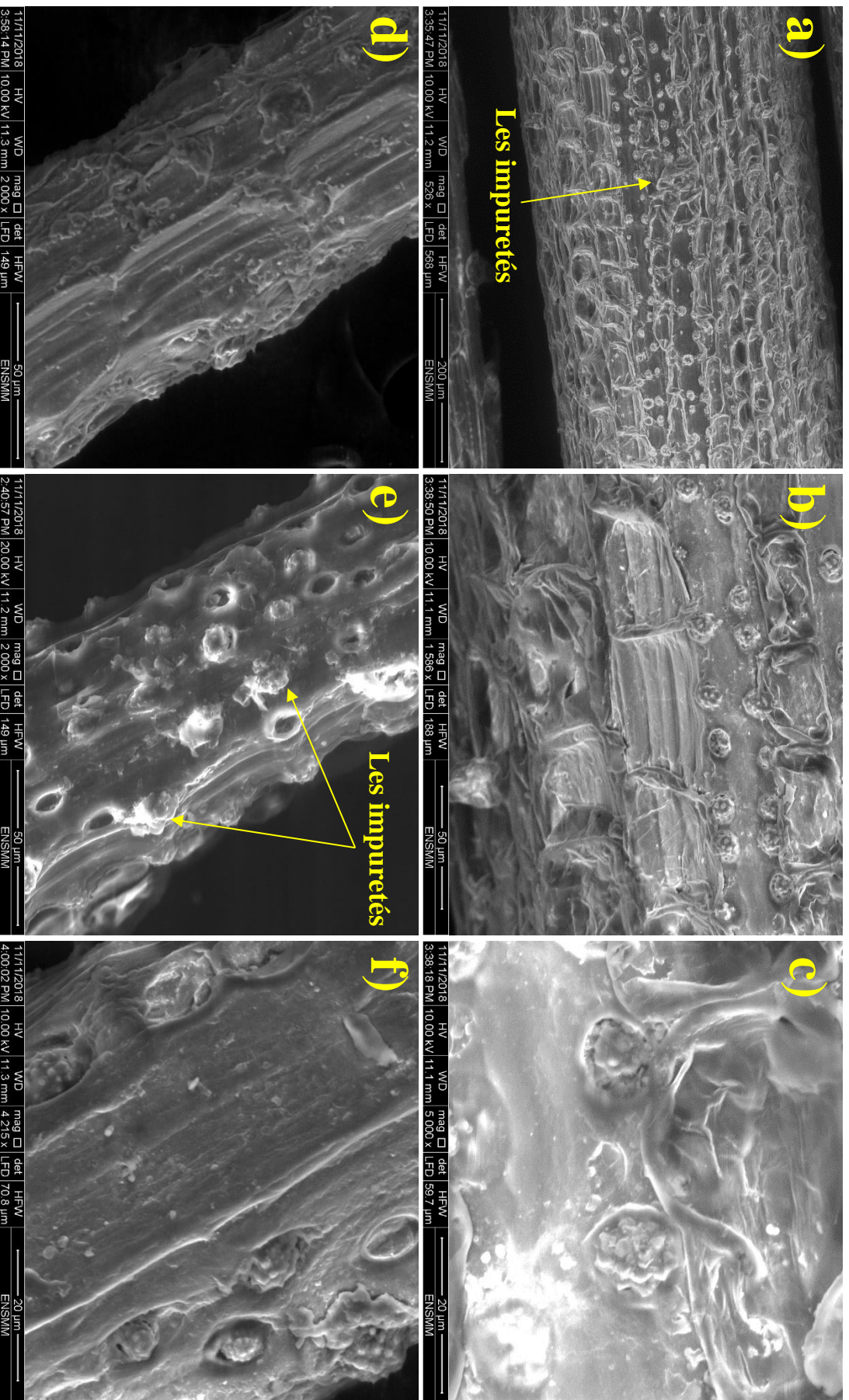


Figure III.6 Micrographies MEB de la vue longitudinale pour : (a, b et c) Faisceau fibro-vasculaire et (d, e et f) Faisceaux de fibres.

III.3 Analyse des rugosités des surfaces des fibres extraites des rachis

Afin d'évaluer les états des surfaces des fibres FFV et FF, elles ont été analysées par un rugosimètre 3D sans contact qui permet de montrer leurs topographies et leurs rugosités microscopiques de leurs surfaces externes. Les figures III.7a et III.7b montrent les textures des surfaces de rugosité 3D et les diagrammes des lignes 2D conduisant à la détermination des rugosités des fibres FFV et FF conformément à la norme ISO 4287.

L'analyse des images topographiques 3D permet de montrer la variation de valeur de crête sur les surfaces externes des fibres représentées par la couleur rouge en raison de la présence des impuretés, des substances inorganiques et de l'existence de la lignine [138]. Les surfaces des vallées de couleur bleue trouvée dans la texture de surface de rugosité 3D sont dues à la présence de vides dans les FFV et de trous ou de piqûres dans les FF.

Les diagrammes linéaires 2D pour les fibres FFV et FF montrent des rugosités des surfaces non uniformes le long de leurs longueurs. Les rugosités des fibres obtenues par le profilomètre sont les suivantes : pour les FFV ($R_a = 3,40 \mu\text{m}$, $R_z = 16,72 \mu\text{m}$, $R_q = 4,04 \mu\text{m}$, $R_t = 21,01 \mu\text{m}$) et ceux de FF étaient les plus faibles, est égale à : ($R_a = 0,251 \mu\text{m}$, $R_z = 1,87 \mu\text{m}$, $R_q = 0,346 \mu\text{m}$, $R_t = 3,25 \mu\text{m}$).

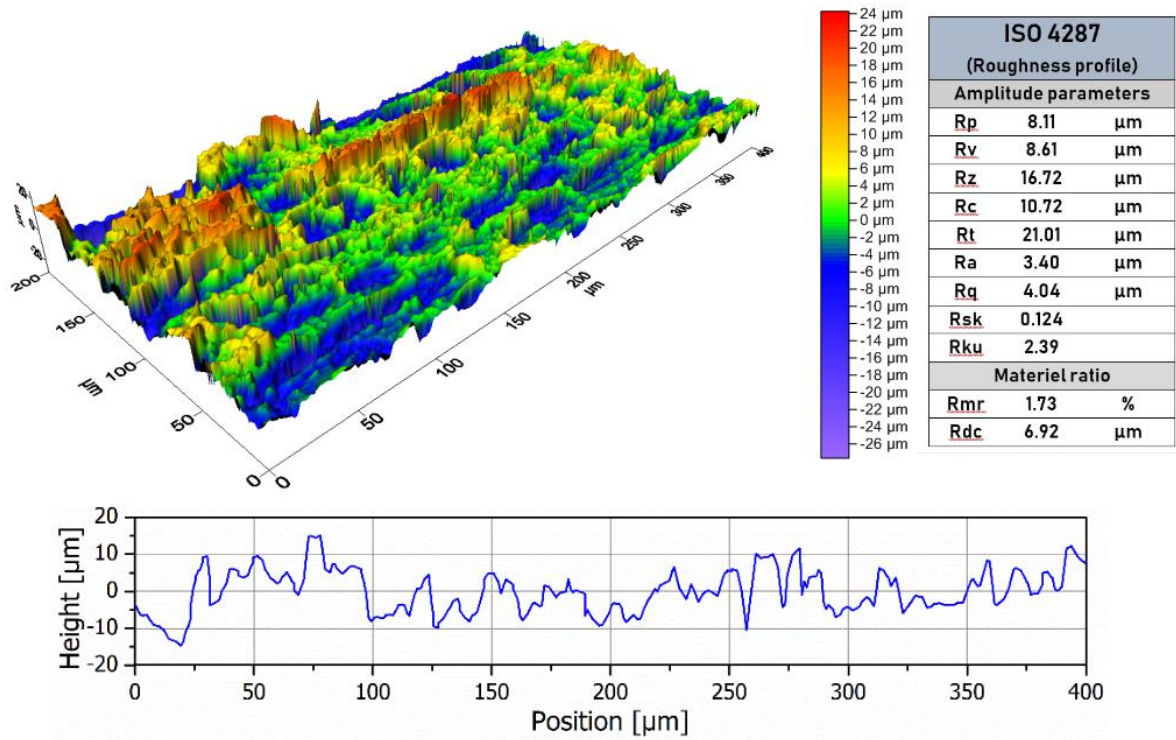
La rugosité de surface des FFV est beaucoup plus élevée, alors que celle de FF est nettement plus faible que celle obtenue pour d'autres fibres naturelles telles celles extraites des tiges de *Coccinia* et *Cissus quadrangularis grandis* ainsi que pour les fibres de *Cyperus pangore* trouvées respectivement égale à $R_a = 0,613 \mu\text{m}$, $R_a = 0,611 \mu\text{m}$ et $R_a = 0,625 \mu\text{m}$ [141–143]

Il a été rapporté que la rugosité de surface est une des propriétés importantes pour améliorer l'enchevêtrement mécanique et l'adhérence entre la fibre et la matrice lorsqu'elle est utilisée comme renforcement dans les matériaux composites [53].

III.4 Analyse des diamètres des fibres du rachis

Il a été démontré à partir des observations microstructurales des fibres des rachis par microscopie électronique à balayage qu'elles sont classées en deux types : les faisceaux fibro-vasculaires (FFV) et les faisceaux de fibres (FF). L'étude de la distribution normale des diamètres externes de ces fibres est importante et nécessaire car elle joue un rôle majeur dans la détermination des propriétés mécaniques de traction des fibres.

a)



b)

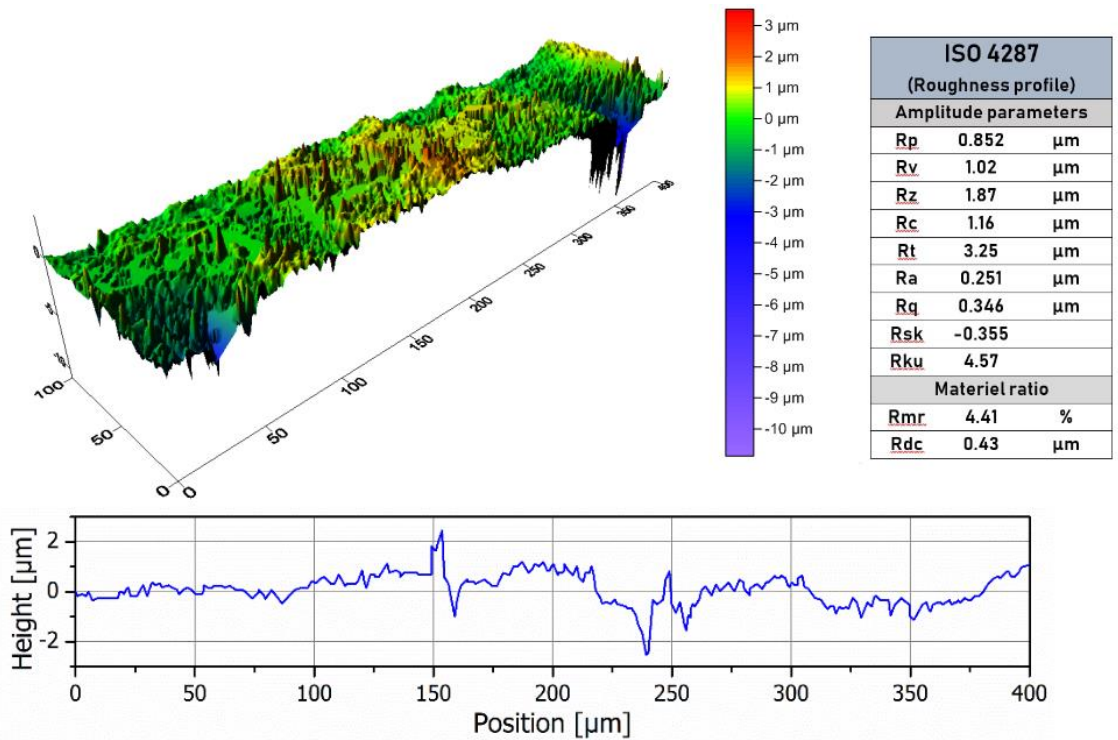


Figure III.7 Rugosité de surface 3D et diagramme linéaire 2D pour la rugosité des :

(a) Faisceaux fibro-vasculaires (FFV) et (b) Faisceaux de fibres (FF).

Cent échantillons pour chaque type de fibres FFV et FF ont été prélevés et leurs diamètres ont été mesurés par un microscope optique à leurs extrémités et leurs milieux trois fois dans chaque endroit, soit au total neuf mesures par fibre, et leurs valeurs moyennes ont été déterminées. En utilisant la distribution de la loi normale (Figure III.8), les diamètres moyens de FFV et FF respectivement sont égales à 511,70 μm et 87,52 μm avec leurs écarts types correspondant respectivement de 48,34 μm et 10,85 μm , ceci signifie que les dispersions respectives enregistrées sont faibles de l'ordre de 9,44% et 12,40%.

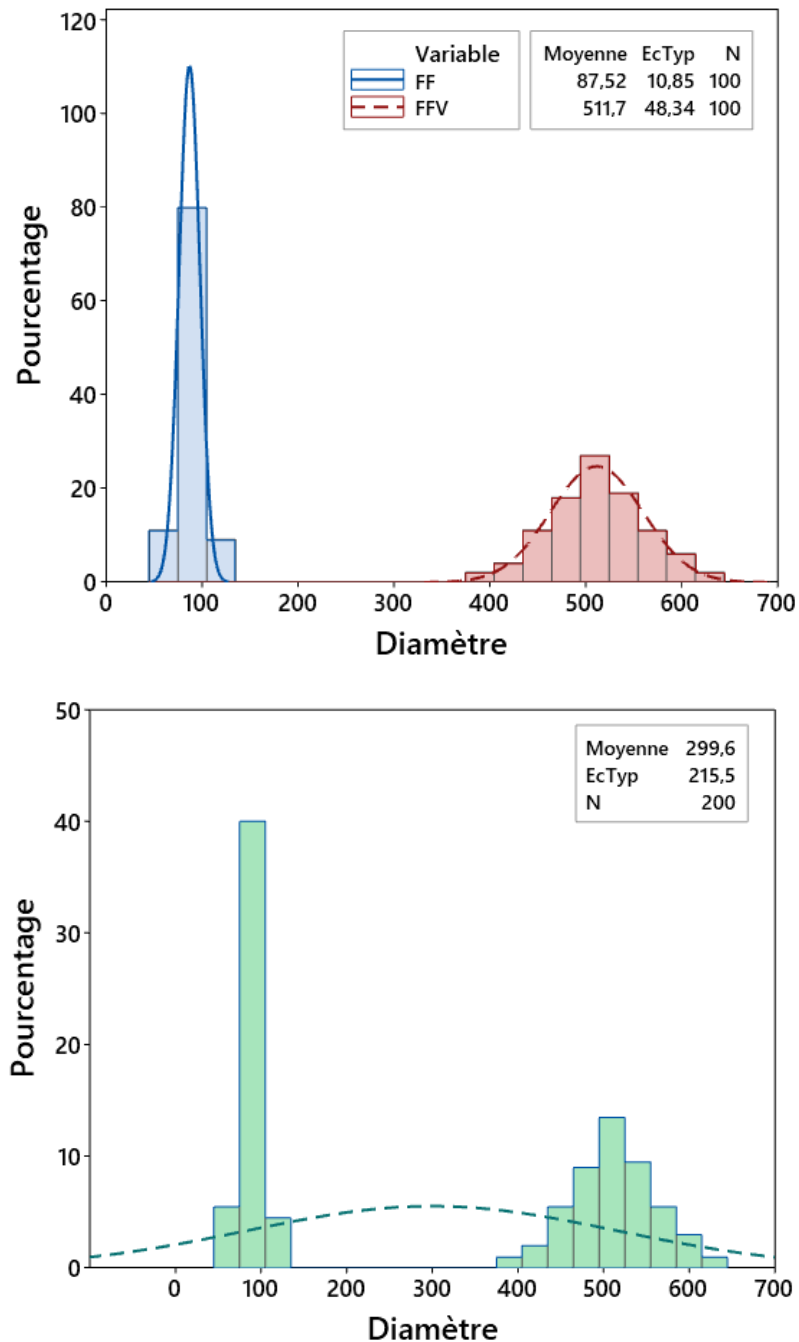


Figure III.8 Histogrammes des diamètres moyens des fibres et leurs courbes de distribution normale.

Cependant, l'analyse de l'ensemble des 200 diamètres (100 FFV + 100 FF) présente une moyenne de 299,60 μm et un écart type de 215,50 μm , montrant ainsi une dispersion significative de 71,93%. Ces résultats montrent l'importance de la classification des fibres selon leurs types pour réduire l'écart type et donc des dispersions plus faibles, ce qui conduit à avoir des caractéristiques mécaniques plus précises, et qui permet de définir le bon choix de leur utilisation.

III.5 Essais de traction sur les fibres FFV et FF

III.5.1 Propriétés mécaniques des fibres

Vingt éprouvettes de fibres de FFV et FF pour chaque type sont choisies au hasard parmi les cent dont leurs diamètres préalablement mesurés ont été testés à une distance entre les mors de 30 mm. Les résultats obtenus sont illustrés sur la Figure III.8 par des courbes de contraintes/déformations pour chaque type et leurs caractéristiques mécaniques moyennes avec leurs écarts types sont résumés dans le Tableau III.1. En général, ces courbes présentent un comportement quasiment identique malgré la forte dispersion des résultats, ce qui est attendu car les fibres naturelles sont connues par leurs propriétés hétérogènes dispersif.

Tableau III.1 Propriétés mécaniques moyennes des fibres FFV et FF testés à une distance de 30 mm entre les mors.

Type de fibre	Paramètre	Résultat
Faisceaux fibro-vasculaires	Diamètre moyen (μm)	510,88 \pm 61,23
	Contrainte ultime (MPa)	99,32 \pm 18,26
	Module de Young (GPa)	4,28 \pm 0,82
	Déformation à la rupture (%)	2,74 \pm 0,37
Faisceaux de fibres	Diamètre moyen (μm)	87,39 \pm 12,24
	Contrainte ultime (MPa)	532,94 \pm 112,29
	Module de Young (GPa)	21,97 \pm 3,54
	Déformation à la rupture (%)	3,60 \pm 0,95

Les courbes de contrainte-déformation types des FFV et FF, soumis aux essais de traction, se comportent de manière presque quasi-linéaire jusqu'à la rupture brutale comme le montre la figure III.10. D'où les résultats expérimentaux obtenus pour les FFV et FF sont respectivement 99,32 \pm 18,26 MPa et 532,94 \pm 112,29 MPa pour les contraintes ultimes, 4,28 \pm 0,82 GPa et 21,97 \pm 3,54 GPa pour les modules de Young et 2,74 \pm 0,37 % et 3,60 \pm 0,95 % pour les déformations à la rupture.

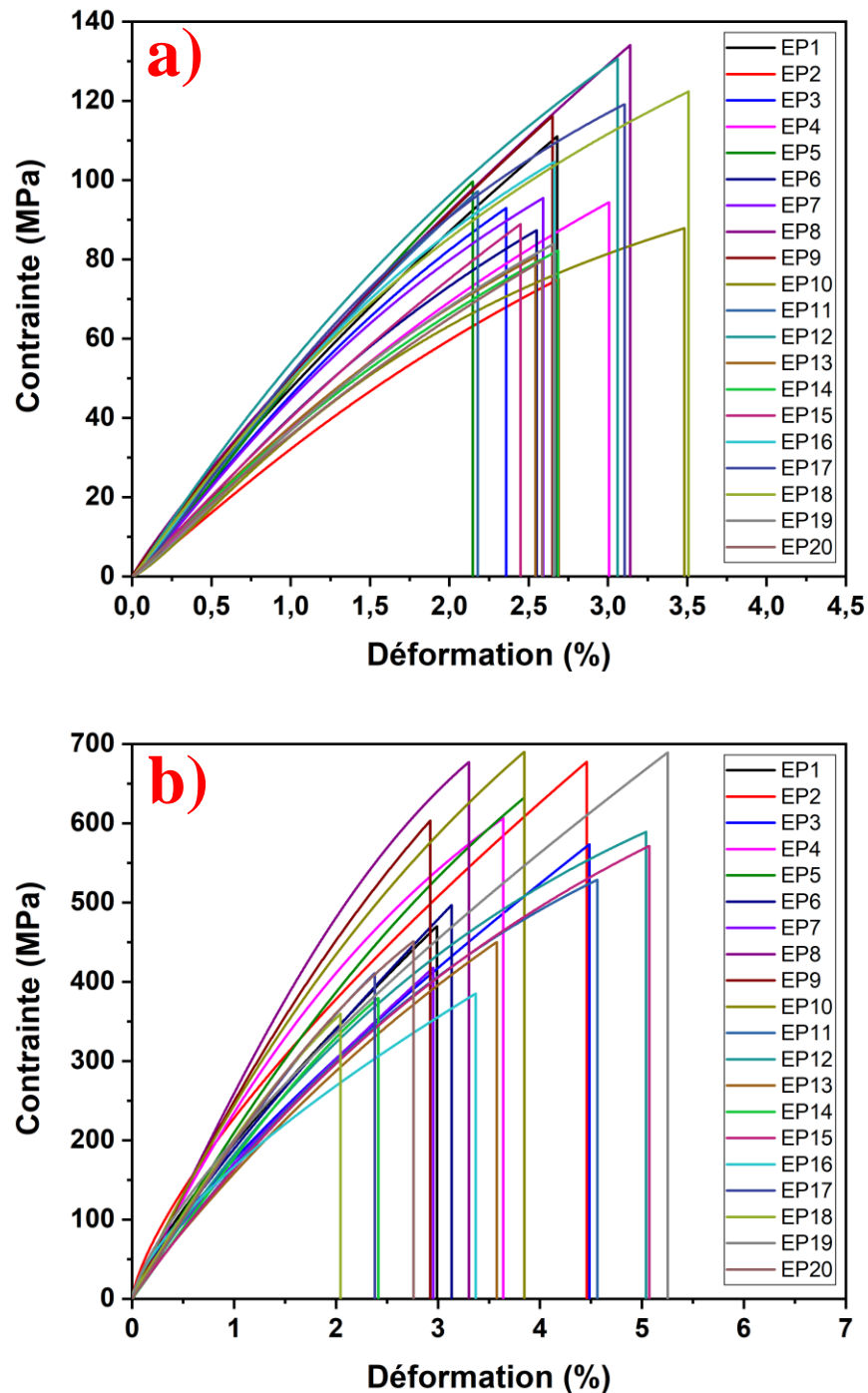


Figure III.9 Contrainte/déformation des vingt essais réalisés à une distance entre les mors de 30 mm sur : a) Faisceaux fibro-vasculaires et b) Faisceaux de fibres.

Ces résultats montrent que les propriétés mécaniques des fibres FF sont largement supérieures que celles de FFV, soit des augmentations de 536,59 % pour la contrainte ultime, 513,32 % pour le module de Young et 31,38 % pour la déformation à la rupture. De plus, elles ont montré que les propriétés de traction sont principalement influencées par la structure morphologique et que la présence des vides (trous) principaux diminue leurs propriétés.

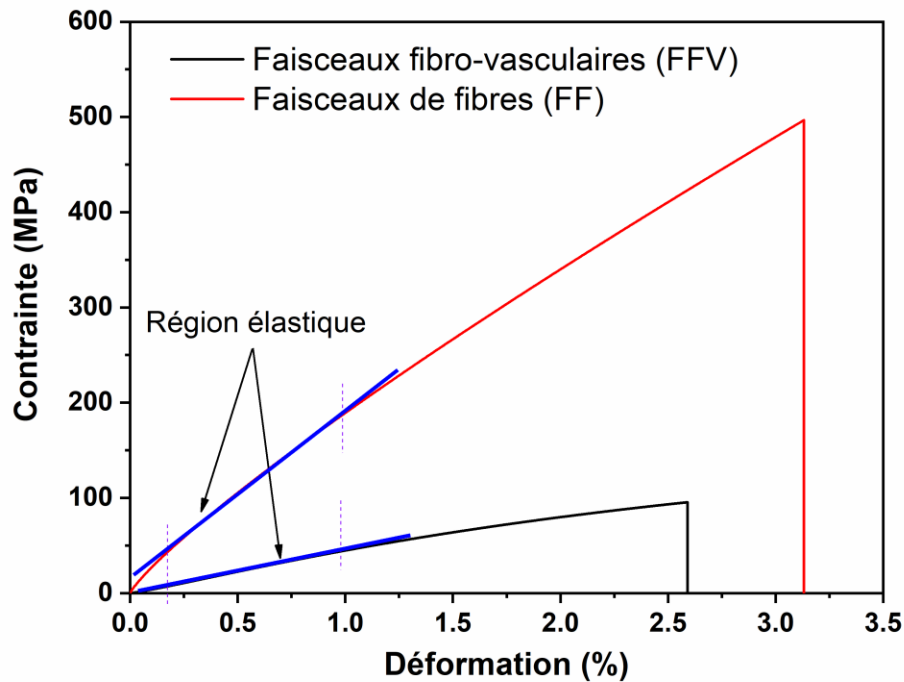


Figure III.10 Courbe type de contrainte/déformation de faisceaux fibro-vasculaires et faisceaux de fibres testées en traction avec une distance entre les mors de 30 mm.

III.5.2 Étude de l'effet de la distance entre les mors sur les propriétés mécaniques des fibres lors des essais de traction

Vingt éprouvettes de chaque type de fibres FFV et FF sont choisies au hasard parmi les ceux ayant leurs diamètres déjà été mesuré, au microscope optique, ont été tests en traction avec différentes distances entre les mors (10 mm, 20 mm, 30 mm, 40 mm and 50 mm) afin de montrer l'influence de ces distances sur la résistance à la traction. Les figures III.12 et III.13 montrent les propriétés mécaniques des fibres FFV et FF testées en fonction de la distance entre les mors et les valeurs moyennes obtenues sont récapitulées dans le tableau III.2.

Malgré l'apparente dispersion des résultats, leur analyse permet encore de montrer que la contrainte des FFV augmentait et les valeurs maximales sont enregistrées pour les distances entre les mors égale à 30 mm. Il est possible de lier ce comportement à la distribution des défauts sur la longueur de la fibre. En d'autres termes, statistiquement, le nombre de défauts augmente si la fibre est plus longue. Aussi, la différence de morphologie des fibres les unes des autres affecte leurs propriétés mécaniques. Pour le FF, l'augmentation de la longueur entre les mors à très peu d'effet sur la valeur de la contrainte moyenne qui est presque stable pour toutes les distances entre les mors. Tandis que, les déformations des deux types de fibres FFV et FF sont fortement affectées par la longueur de mesure car elles ont tendance à diminuer avec

l'augmentation de la distance entre les mors (DM). En effet, l'augmentation de DM de 10 mm à 50 mm conduit à des réductions des déformations des fibres FFV et FF respectives de 58,4 % et 60,1%. Les modules de Young les plus faibles pour les deux types de fibres sont enregistrés pour DM égale à 10 mm. L'augmentation de DM provoque l'accroissement des modules de Young des fibres FFV et FF qui atteignent leurs valeurs maximales respectivement à DM égale à 40 mm et 30 mm, enregistrant ainsi des augmentations respectives de 89,5% et 72,6%, au-delà de ces distances, des diminutions très faibles des modules sont notées sans effet significatif sur les résultats obtenus.

Tableau III.2 Propriétés mécaniques moyennes des fibres FFV et FF testées en traction à des différentes distances entre les mors.

Type	Paramètre	Distance entre les deux mors (DM)				
		10 mm	20 mm	30 mm	40 mm	50 mm
Faisceaux fibro-vasculaires	Diamètre moyen (µm)	523,27 ± 42,34	507,02 ± 42,43	510,88 ± 61,23	509,45 ± 37,64	507,95 ± 56,83
	Contrainte (MPa)	91,46 ± 13,44	94,61 ± 15,84	99,32 ± 18,26	82,72 ± 10,43	81,17 ± 14,97
	Module de Young (GPa)	2,58 ± 0,57	4,07 ± 0,59	4,28 ± 0,82	4,89 ± 0,69	4,83 ± 0,86
	Déformation (%)	4,23 ± 0,16	2,82 ± 0,45	2,74 ± 0,37	2,03 ± 0,29	1,76 ± 0,23
Faisceaux de fibres	Diamètre moyen (µm)	88,55 ± 10,39	86,50 ± 11,08	87,39 ± 12,24	89,29 ± 11,34	85,87 ± 9,79
	Contrainte (MPa)	526,93 ± 69,76	508,97 ± 79,33	532,94 ± 112,29	543,20 ± 99,61	499,35 ± 121,78
	Module de Young (GPa)	12,73 ± 2,36	17,62 ± 2,93	21,97 ± 3,54	21,81 ± 2,53	21,70 ± 3,43
	Déformation (%)	7,17 ± 1,41	3,91 ± 0,98	3,60 ± 0,95	3,14 ± 0,69	2,86 ± 0,57

Les figures III.14 et III.15 présentent les propriétés mécaniques des fibres FFV et FF et leurs diamètres correspondant des 200 fibres considérées dans cette étude. La contrainte ultime, la déformation à la rupture et le module de Young pour les deux types de fibres montrent de grande dispersion des données sans aucune influence apparente liés aux dimensions des fibres (les diamètres). Ce qui peut être lié à la distribution microstructurales des fibres et lié aussi à la distribution des défauts dans le volume des fibres [53]. Les mêmes figures montrent que la distance entre les mors à une influence significative sur la déformation à la rupture et le module de Young. Par contre, le diamètre des fibres n'a aucune influence notable sur la contrainte ultime pour les deux types de fibres FFV et FF.

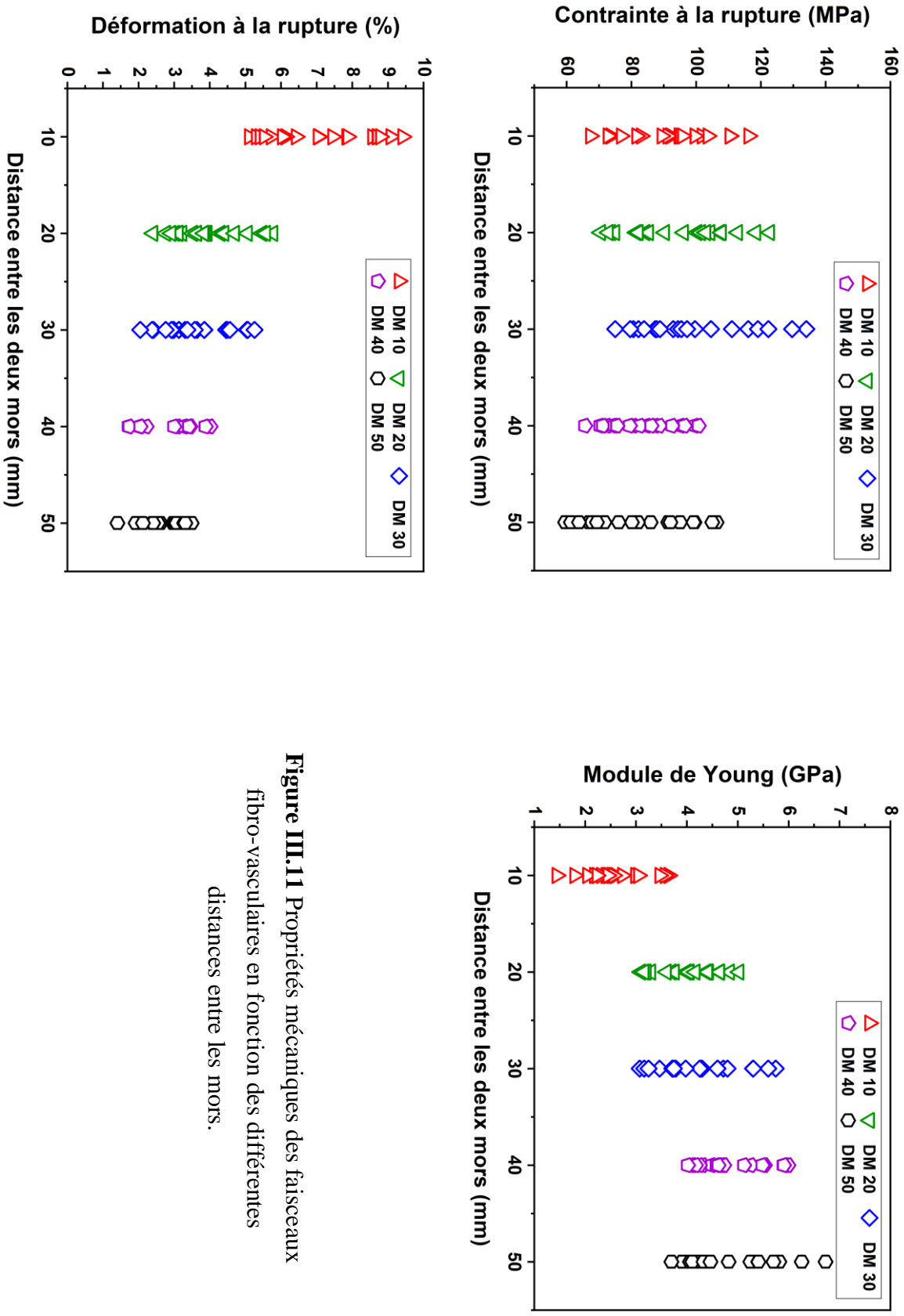


Figure III.11 Propriétés mécaniques des faisceaux fibro-vasculaires en fonction des différentes distances entre les mors.

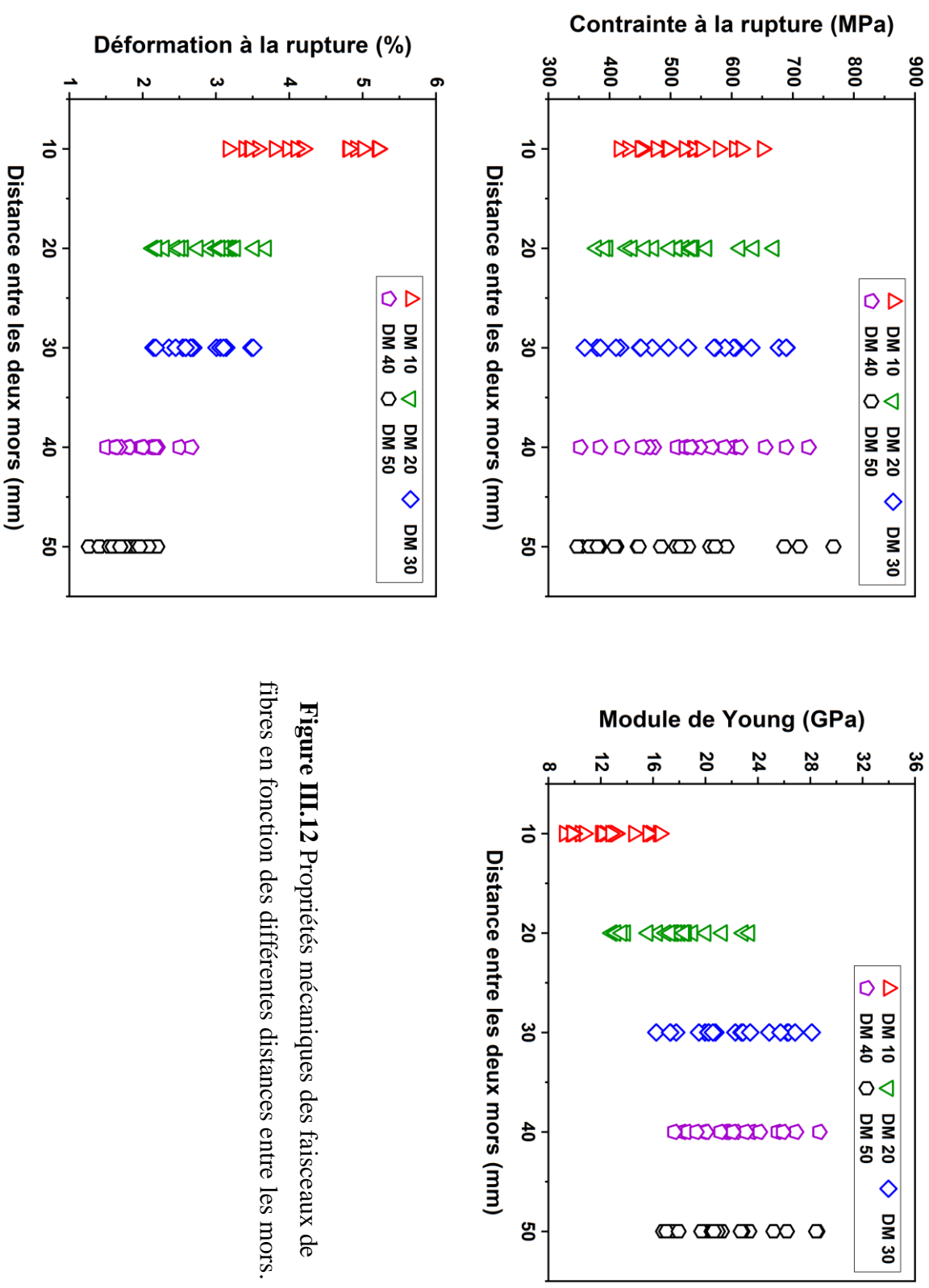


Figure III.12 Propriétés mécaniques des faisceaux de fibres en fonction des différentes distances entre les mors.

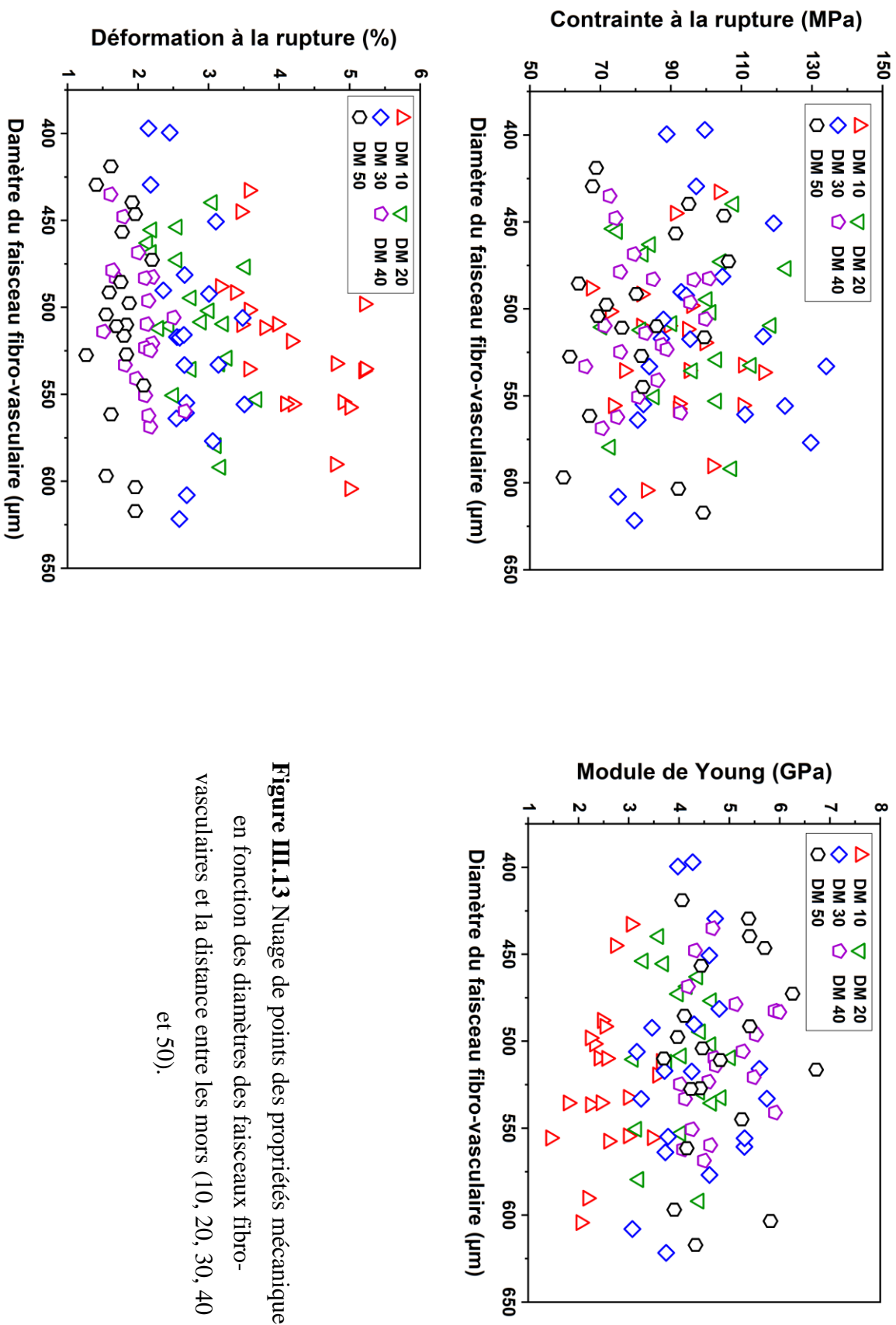


Figure III.13 Nuage de points des propriétés mécanique en fonction des diamètres des faisceaux fibro-vasculaires et la distance entre les mors (10, 20, 30, 40 et 50).

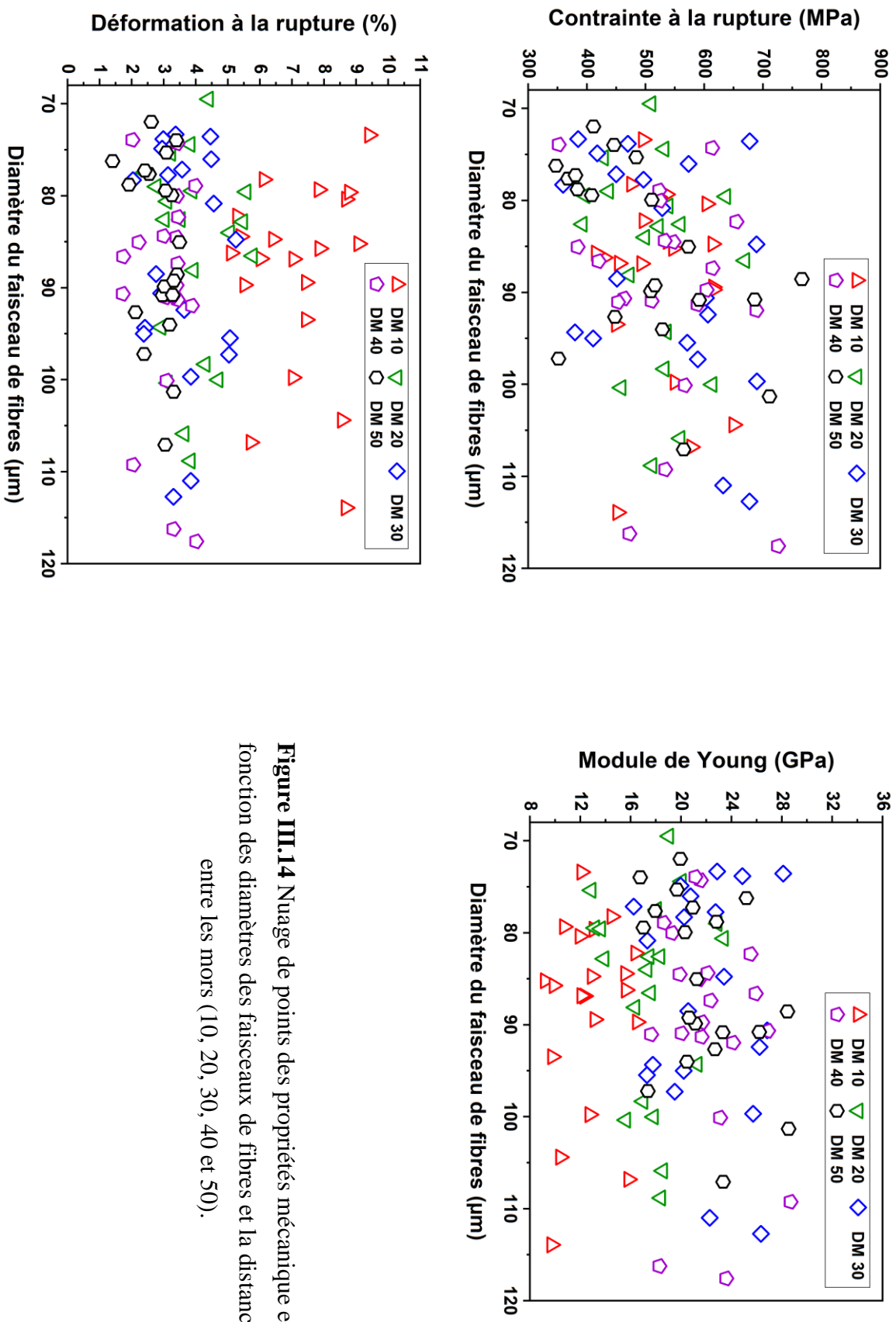


Figure III.14 Nuage de points des propriétés mécanique en fonction des diamètres des faisceaux de fibres et la distance entre les mors (10, 20, 30, 40 et 50).

III.5.3 Analyse statistique des propriétés mécaniques des fibres et leurs diamètres

Pour déterminer les meilleures distributions statistiques qui peuvent s'adapter aux diamètres des deux types de fibres ainsi que leurs caractéristiques mécaniques (contrainte ultime, module de Young et déformation à la rupture), plusieurs lois de distributions telles que celle de Weibull à deux et à trois paramètres, Normale, Log-normale et Log-logistique à trois paramètres ont été utilisées. Le paramètre de chaque distribution a été déterminé par la méthode des moindres carrés (MC). Puis les diagrammes des distributions ont été superposés aux données expérimentales et les valeurs des coefficients de corrélations R^2 ont été utilisées pour identifier les modèles qui correspondent le mieux.

III.5.3.1 Diamètres moyens des fibres

Les figures III.15 et III.16 représentent la superposition de la distribution de Weibull à deux et à trois paramètres, Normale, Log-normale et Log-logistique à trois paramètres avec les données des diamètres expérimentales et les résultats moyens obtenus sont récapitulés dans le tableau III.3. L'analyse de ces figures montre que les résultats expérimentaux des diamètres moyens du FFV sont pratiquement collés sur les lignes droites qui représentent les modèles de distributions. Les faibles et moyennes valeurs expérimentales des diamètres des fibres FF sont très proches aux différentes méthodes de distribution, tandis que les données de la partie supérieure (les diamètres les plus grands) sont assez éloignées de ces dernières à l'exception de la méthode Weibull et de la log-logistique à trois paramètres.

L'analyse des résultats du Tableau III.3 montre que les méthodes de distributions choisies permettent d'avoir des valeurs des coefficients de corrélations (R^2) supérieures à 90%. D'une manière générale, les valeurs de R^2 les plus faibles et les plus élevées sont enregistrées respectivement pour les méthodes de Weibull à deux et à trois paramètres comparativement aux autres méthodes et ceci pour les deux types de fibres. D'où les diamètres moyens des fibres FFV testées avec les distances entre les mors (DM) égale à 10 mm, 20 mm, 30 mm, 40 mm et 50 mm sont obtenues respectivement égales à : $522,60 \pm 43,92$, $507,75 \pm 45,13$, $514,28 \pm 64,91$, $509,23 \pm 39,21$ et $508,95 \pm 60,38$ et leurs valeurs de R^2 correspondant sont respectivement égales à : 98,27, 99,32, 98,72, 99,35 et 99,37. Alors que, les diamètres moyens des fibres FF obtenus pour les même DM sont respectivement égales à : $88,44 \pm 9,47$, $86,48 \pm 10,73$, $89,47 \pm 20,38$, $90,29 \pm 11,56$ et $86,16 \pm 10,85$ et leurs R^2 correspondant sont respectivement égales à : 97,47, 98,09, 98,27, 97,69 et 98,97 ce qui représente des estimations très représentative des résultats expérimentaux.

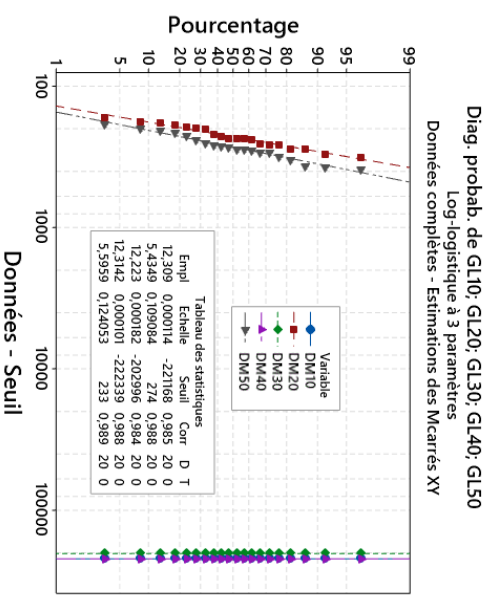
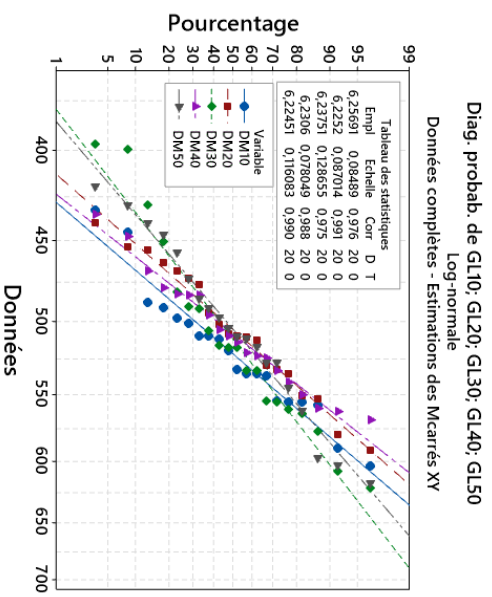
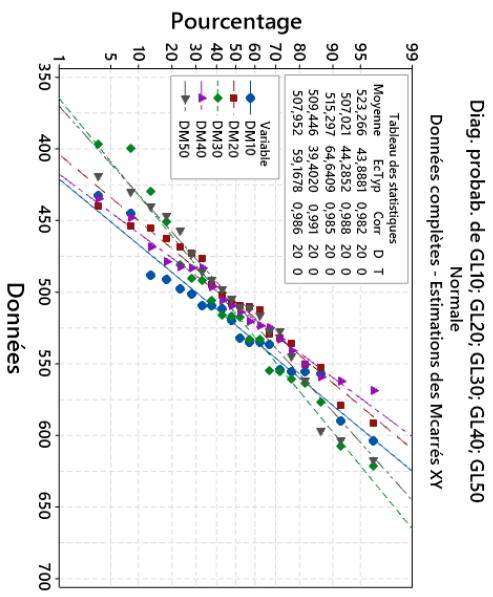
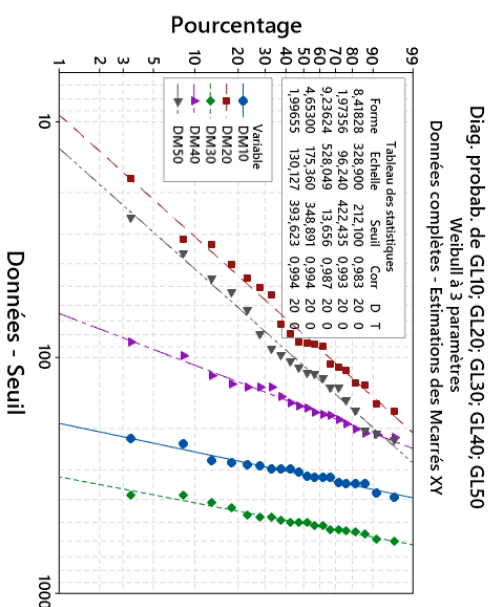
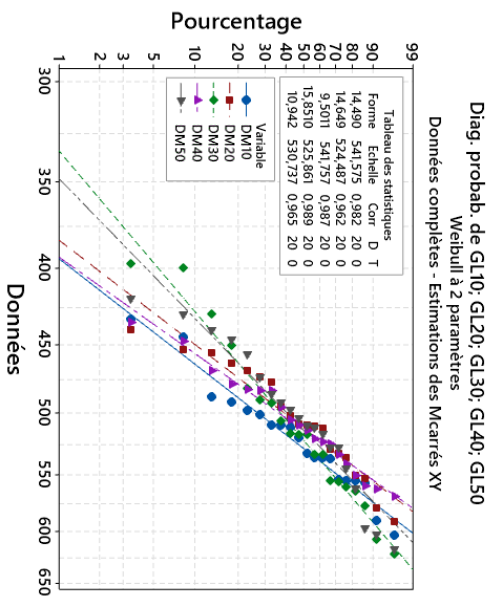


Figure III.15 Distributions des diamètres moyens des fibres FFV avec différentes méthodes statistiques.

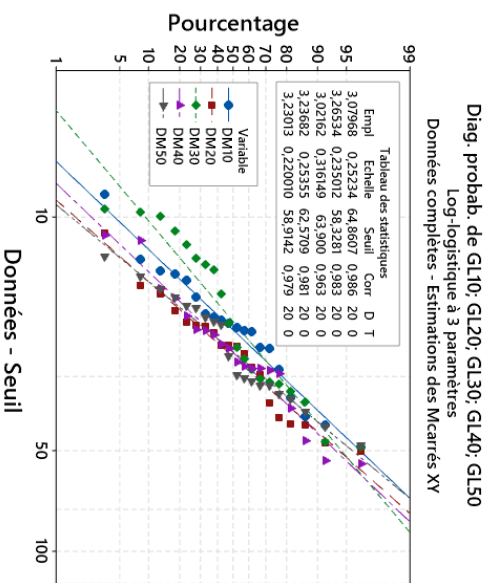
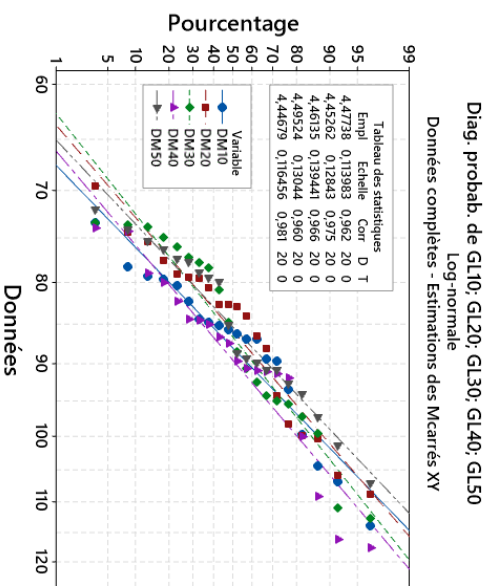
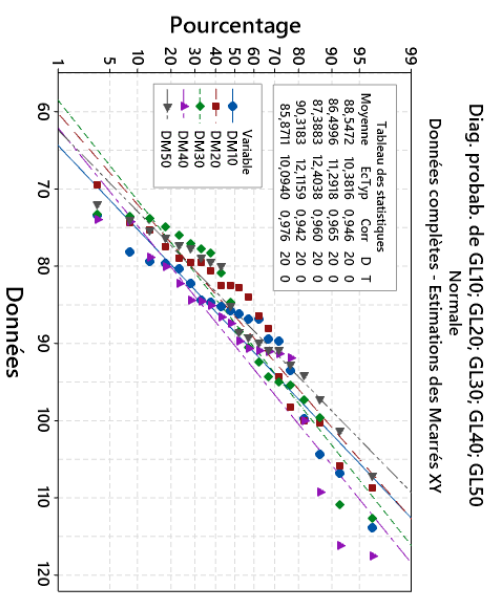
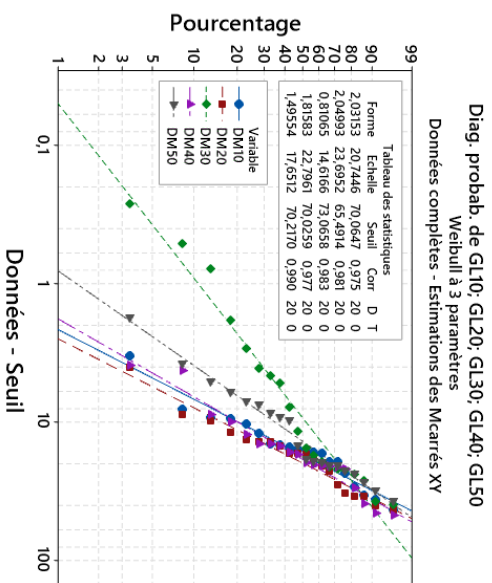
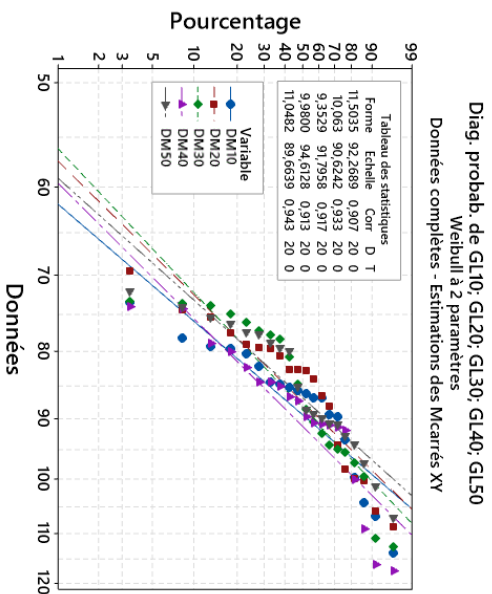


Figure III.16 Distributions des diamètres moyens des fibres FF avec différentes méthodes statistiques.

Tableau III.3 Diamètres moyens des fibres FFV et FF estimés avec des différentes lois statistiques.

Type	Loi de distribution	Résultat	Distance entre les deux mors					
			10 mm	20 mm	30 mm	40 mm	50 mm	
Faisceaux fibro-vasculaires (FFV)	Weibull à deux paramètres	Moyen (μm)	522,40 $\pm 44,16$	506,10 $\pm 42,34$	514,26 $\pm 64,93$	508,67 $\pm 39,45$	506,79 $\pm 55,99$	
		R ² (%)	98,18	96,20	98,72	98,86	96,49	
	Weibull à trois paramètres	Moyen (μm)	522,60 $\pm 43,92$	507,75 $\pm 45,13$	514,28 $\pm 64,91$	509,23 $\pm 39,21$	508,95 $\pm 60,38$	
		R ² (%)	98,27	99,32	98,72	99,35	99,37	
	Normale	Moyen (μm)	523,26 $\pm 43,88$	507,02 $\pm 44,29$	515,30 $\pm 64,64$	509,44 $\pm 39,40$	507,95 $\pm 59,16$	
		R ² (%)	98,17	98,83	98,53	99,12	98,56	
	Log-normale	Moyen (μm)	523,48 $\pm 44,52$	507,26 $\pm 44,22$	515,17 $\pm 66,64$	509,66 $\pm 39,84$	508,39 $\pm 59,21$	
		R ² (%)	97,59	99,09	97,52	98,84	99,05	
	Log-logistique à trois paramètres	Moyen (μm)	523,27 $\pm 45,80$	507,93 $\pm 47,39$	515,30 $\pm 67,18$	509,45 $\pm 40,84$	509,37 $\pm 64,14$	
		R ² (%)	98,49	98,83	98,45	98,78	98,88	
	Faisceaux de fibres (FF)	Weibull à deux paramètres	Moyen (μm)	88,28 $\pm 9,30$	86,23 $\pm 10,31$	87,08 $\pm 11,15$	90,00 $\pm 10,49$	94,32 $\pm 9,38$
			R ² (%)	90,75	93,31	91,70	91,25	94,32
Weibull à trois paramètres		Moyen (μm)	88,44 $\pm 9,47$	86,48 $\pm 10,73$	89,47 $\pm 20,38$	90,29 $\pm 11,56$	86,16 $\pm 10,85$	
		R ² (%)	97,47	98,09	98,27	97,69	98,97	
Normale		Moyen (μm)	88,55 $\pm 10,38$	86,50 $\pm 11,29$	87,39 $\pm 12,40$	90,32 $\pm 12,12$	85,87 $\pm 10,09$	
		R ² (%)	94,63	96,51	95,98	94,18	97,62	
Log-normale		Moyen (μm)	88,57 $\pm 10,12$	86,56 $\pm 11,16$	87,45 $\pm 12,25$	90,35 $\pm 11,83$	85,93 $\pm 10,04$	
		R ² (%)	96,16	97,46	96,64	96,00	98,07	
Log-logistique à trois paramètres		Moyen (μm)	89,06 $\pm 12,81$	87,05 $\pm 13,85$	88,23 $\pm 17,96$	90,92 $\pm 15,10$	86,82 $\pm 12,16$	
		R ² (%)	98,55	98,30	96,34	98,09	97,90	

III.5.3.2 Contrainte moyenne à la rupture des fibres

Les valeurs des contraintes expérimentales des fibres FFV et FF (Figures III.17 et III.18) testées en traction avec cinq distances entre les mors (10 mm, 20 mm, 30 mm, 40 mm and 50 mm) sont bien proches des différentes lignes droites représentant les méthodes de distributions utilisées.

Les méthodes de distributions choisies permettent d'estimer les différentes contraintes des fibres FFV et FF avec des coefficients de corrélations (R²) supérieures à 94% et les valeurs obtenues sont récapitulées dans le tableau III.4. La méthode de Weibull à trois paramètres donne

les meilleures valeurs de R^2 par rapport aux autres méthodes. Les contraintes moyennes de FFV obtenues sont les suivantes : $91,52 \pm 14,07$, $95,11 \pm 18,40$, $99,43 \pm 18,32$, $82,82 \pm 10,80$ et $81,76 \pm 17,29$ et leurs R^2 correspondant sont respectivement égales à : $99,35$, $98,12$, $99,40$, $99,07$ et $99,17$ indiquant ainsi un très bon ajustement avec les résultats expérimentaux. Tandis que, les contraintes moyennes de FF obtenues sont les suivantes : $528,38 \pm 76,02$, $509,33 \pm 82,38$, $537,18 \pm 132,69$, $538,37 \pm 101,33$ et $505,79 \pm 144,71$ et leurs R^2 correspondant sont respectivement égales à : $99,21$, $98,58$, $98,47$, $99,57$ et $99,16$ montrant la bonne concordance avec les résultats expérimentaux (Tableau III.4).

Tableau III.4 Contraintes moyennes expérimentalement obtenues des fibres FFV et FF pour différentes DM comparées à celles estimées avec différentes lois statistiques.

Type	Loi de distribution	Résultat	Distance entre les deux mors (DM)					
			10 mm	20 mm	30 mm	40 mm	50 mm	
Faisceaux fibro-vasculaires (FFV)	Weibull à deux paramètres	Moyen (MPa)	91,24 $\pm 13,62$	94,33 $\pm 15,63$	98,69 $\pm 16,05$	82,51 $\pm 10,22$	80,89 $\pm 14,34$	
		R^2 (%)	98,54	96,77	94,16	96,34	96,04	
	Weibull à trois paramètres	Moyen (MPa)	91,52 $\pm 14,07$	95,11 $\pm 18,40$	99,43 $\pm 18,32$	82,82 $\pm 10,80$	81,76 $\pm 17,29$	
		R^2 (%)	99,35	98,12	99,40	99,07	99,17	
	Normale	Moyen (MPa)	91,46 $\pm 14,10$	94,61 $\pm 16,43$	99,10 $\pm 17,96$	82,72 $\pm 10,85$	81,17 $\pm 15,49$	
		R^2 (%)	99,30	98,26	97,18	98,47	98,01	
	Log-normale	Moyen (MPa)	91,62 $\pm 14,42$	94,79 $\pm 16,84$	99,26 $\pm 17,83$	82,81 $\pm 10,90$	81,36 $\pm 15,75$	
		R^2 (%)	99,03	97,96	98,30	98,81	98,32	
	Log-logistique à trois paramètres	Moyen (MPa)	91,46 $\pm 14,62$	94,61 $\pm 16,98$	100,52 $\pm 25,80$	83,05 $\pm 12,12$	81,76 $\pm 18,02$	
		R^2 (%)	99,03	97,61	98,79	98,35	97,56	
	Faisceaux de fibres (FF)	Weibull à deux paramètres	Moyen (MPa)	525,61 $\pm 69,13$	507,62 $\pm 78,86$	531,14 $\pm 110,30$	537,43 $\pm 99,95$	496,45 $\pm 108,63$
			R^2 (%)	96,93	97,60	96,82	99,35	94,54
Weibull à trois paramètres		Moyen (MPa)	528,38 $\pm 76,02$	509,33 $\pm 82,38$	537,18 $\pm 132,69$	538,37 $\pm 101,33$	505,79 $\pm 144,71$	
		R^2 (%)	99,21	98,58	98,47	99,57	99,16	
Normale		Moyen (MPa)	526,94 $\pm 72,55$	508,97 $\pm 82,63$	532,94 $\pm 115,57$	538,57 $\pm 102,71$	499,35 $\pm 124,69$	
		R^2 (%)	98,48	98,64	97,46	99,57	96,95	
Log-normale		Moyen (MPa)	527,58 $\pm 73,38$	509,87 $\pm 84,24$	534,52 $\pm 120,92$	540,15 $\pm 107,04$	500,92 $\pm 124,73$	
		R^2 (%)	98,64	98,58	97,27	98,85	98,49	
Log-logistique à trois paramètres		Moyen (MPa)	528,20 $\pm 77,42$	509,44 $\pm 86,01$	533,03 $\pm 118,98$	538,58 $\pm 106,82$	507,36 $\pm 166,15$	
		R^2 (%)	97,99	98,59	96,43	99,56	98,39	

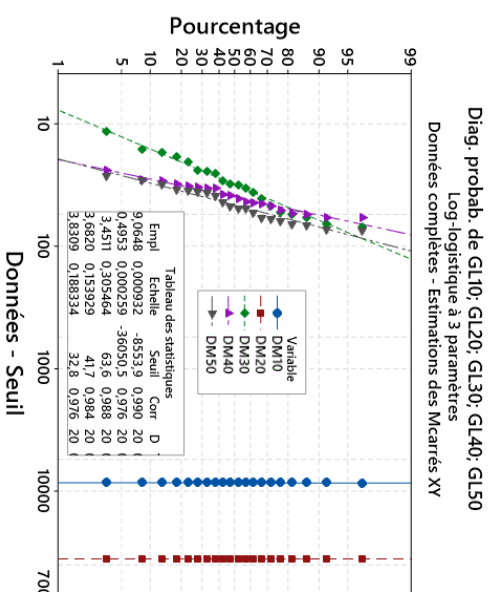
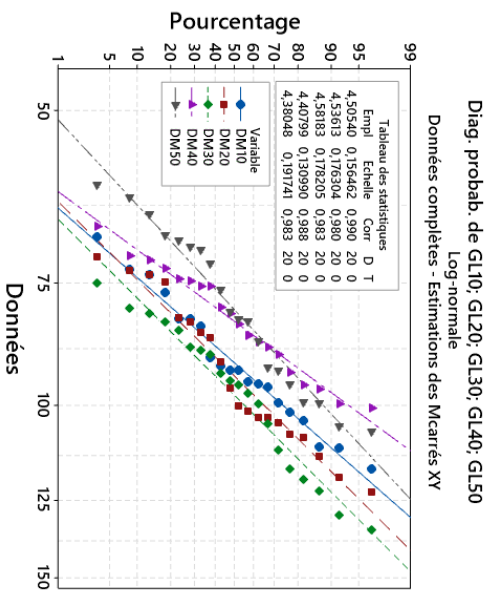
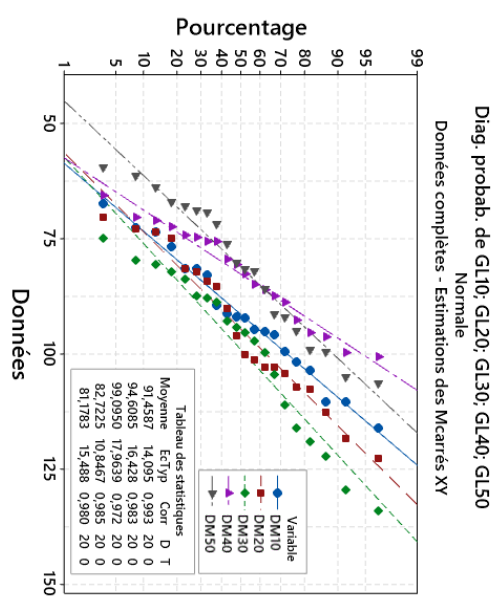
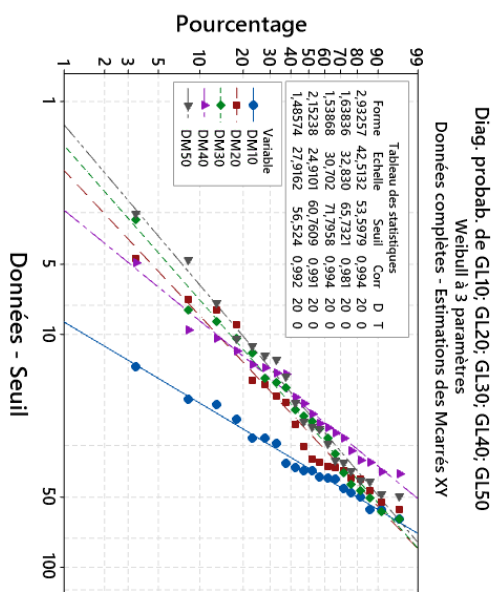
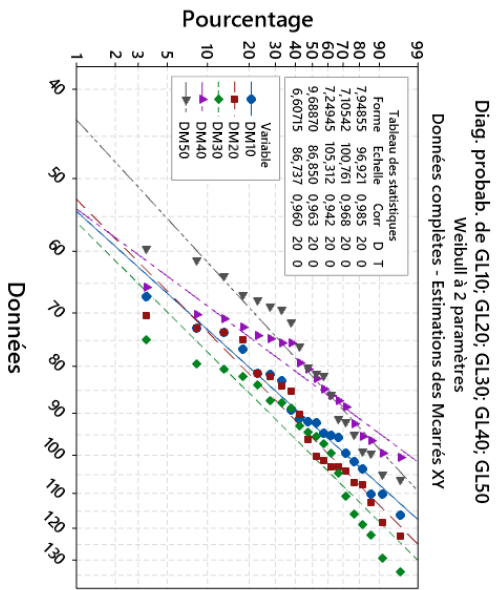


Figure III.17 Distributions des contraintes obtenues pour cinq DM des FFV avec différentes méthodes statistiques.

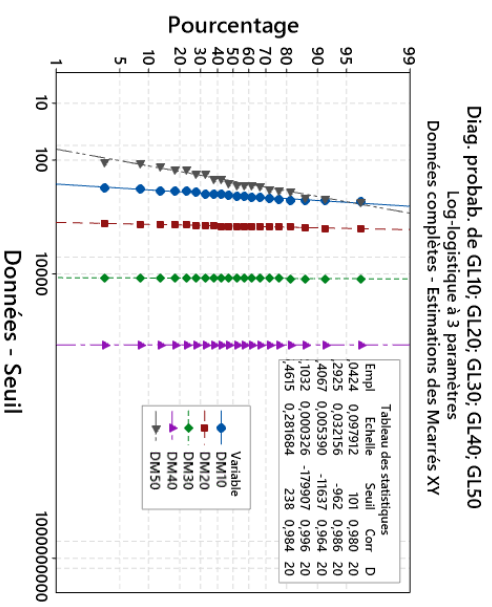
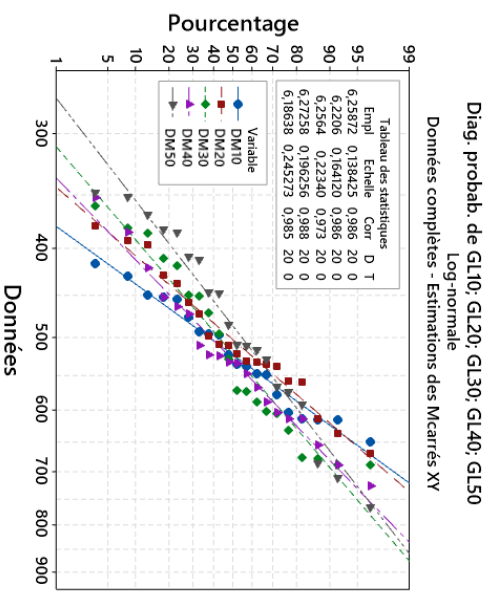
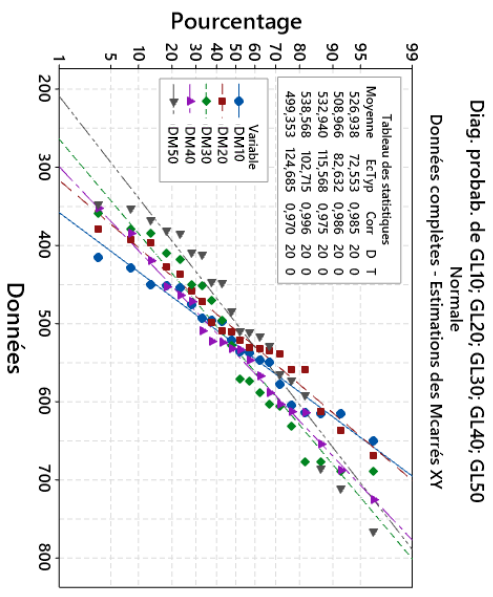
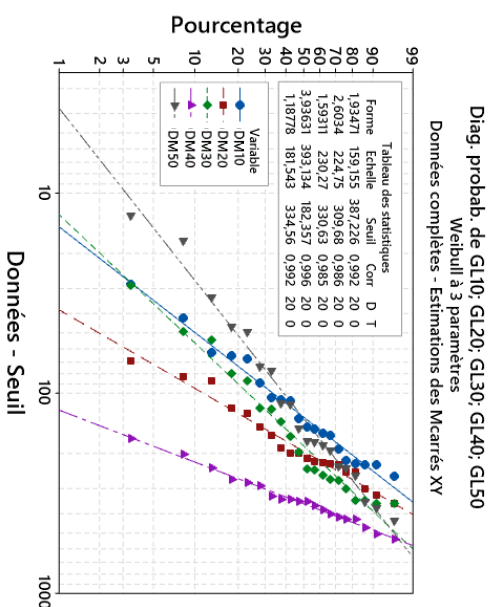
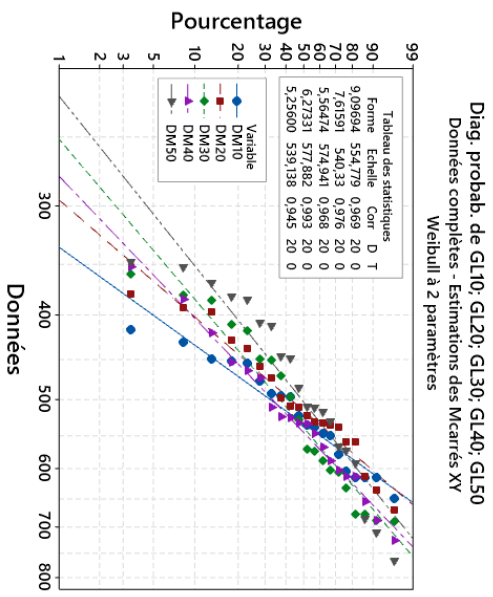


Figure III.18 Distributions des contraintes des FF avec différentes méthodes statistiques.

III.5.3.3 Modules de Young moyens des fibres

Les figures III.19 et III.20 représentent la superposition des valeurs expérimentales des modules de Young moyens respectivement des fibres FFV et FF testés avec différentes distances entre les mors (10 mm, 20 mm, 30mm, 40mm and 50mm) comparées à ceux obtenues avec les lois de distributions. Ces méthodes de distributions choisies permettent d'estimer les différentes valeurs du module de Young avec des valeurs de R² supérieures à 92% et les valeurs obtenues sont récapitulées dans le tableau III.5.

Tableau III.5 Les modules de Young moyens des fibres FFV et FF testés à différentes DM comparées à ceux obtenues avec différentes lois statistiques.

Type	Loi de distribution	Résultat	Distance entre les deux mors (DM)					
			10 mm	20 mm	30 mm	40 mm	50 mm	
Faisceaux fibro-vasculaires (FFV)	Weibull à deux paramètres	Moyen (GPa)	2,57 ± 0,57	4,06 ± 0,60	4,25 ± 0,77	4,88 ± 0,64	4,81 ± 0,77	
		R ² (%)	98,14	97,70	96,81	92,79	92,72	
	Weibull à trois paramètres	Moyen (GPa)	2,58 ± 0,57	4,07 ± 0,59	4,29 ± 0,88	4,94 ± 0,88	4,88 ± 0,90	
		R ² (%)	98,31	97,79	99,08	98,96	98,79	
	Normale	Moyen (GPa)	2,58 ± 0,59	4,07 ± 0,61	4,27 ± 0,84	4,89 ± 0,70	4,83 ± 0,87	
		R ² (%)	98,30	98,10	98,51	95,89	96,30	
	Log-normale	Moyen (GPa)	2,59 ± 0,62	4,08 ± 0,62	4,29 ± 0,91	4,90 ± 0,70	4,83 ± 0,86	
		R ² (%)	97,92	97,31	98,40	96,55	97,38	
	Log-logistique à trois paramètres	Moyen (GPa)	2,59 ± 0,62	4,07 ± 0,62	4,29 ± 0,88	4,97 ± 1,33	4,91 ± 1,48	
		R ² (%)	98,64	97,48	99,08	96,73	98,20	
	Faisceaux de fibres (FF)	Weibull à deux paramètres	Moyen (GPa)	12,69 ± 2,27	17,58 ± 2,88	21,91 ± 3,49	22,11 ± 2,85	21,63 ± 3,24
			R ² (%)	96,00	96,96	97,19	96,14	95,38
Weibull à trois paramètres		Moyen (GPa)	12,81 ± 2,71	17,62 ± 2,97	22,02 ± 3,80	22,22 ± 3,07	21,74 ± 3,56	
		R ² (%)	98,34	97,63	98,83	99,48	98,31	
Normale		Moyen (GPa)	12,73 ± 2,44	17,62 ± 3,03	21,97 ± 3,69	22,17 ± 3,07	21,70 ± 3,54	
		R ² (%)	97,48	97,97	98,51	98,46	97,55	
Log-normale		Moyen (GPa)	12,76 ± 2,49	17,65 ± 3,10	22,01 ± 3,75	22,19 ± 3,06	21,74 ± 3,54	
		R ² (%)	97,76	97,83	98,56	99,21	98,45	
Log-logistique à trois paramètres		Moyen (GPa)	12,79 ± 2,65	17,64 ± 3,16	22,01 ± 3,86	22,27 ± 3,41	21,81 ± 3,92	
		R ² (%)	97,00	98,02	97,97	99,32	98,38	

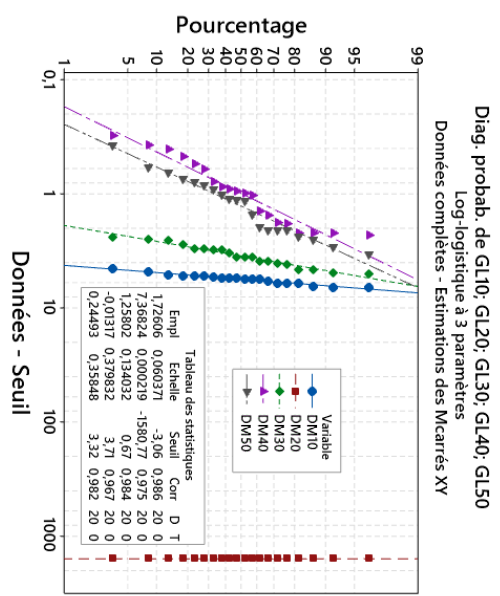
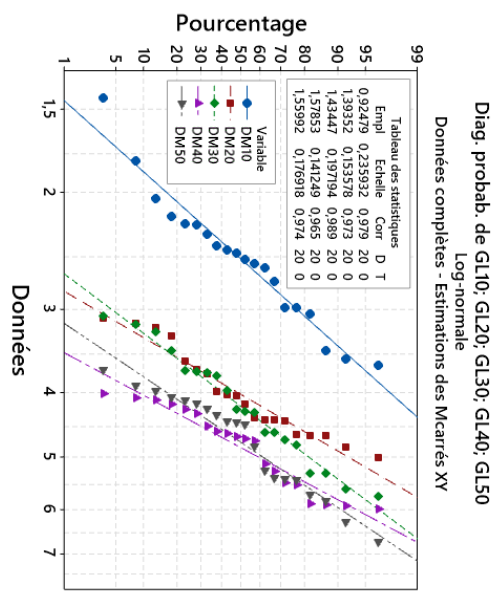
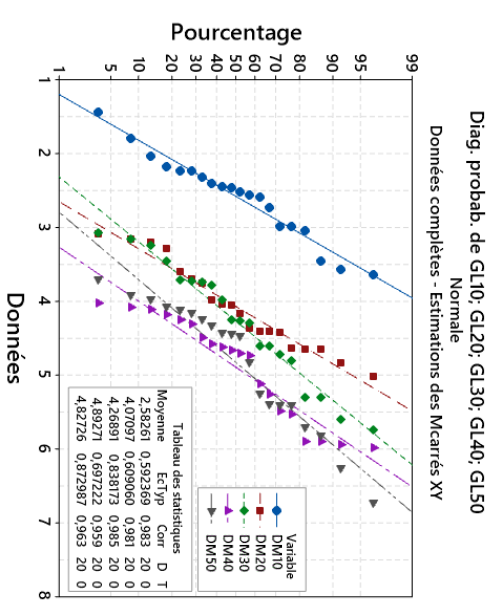
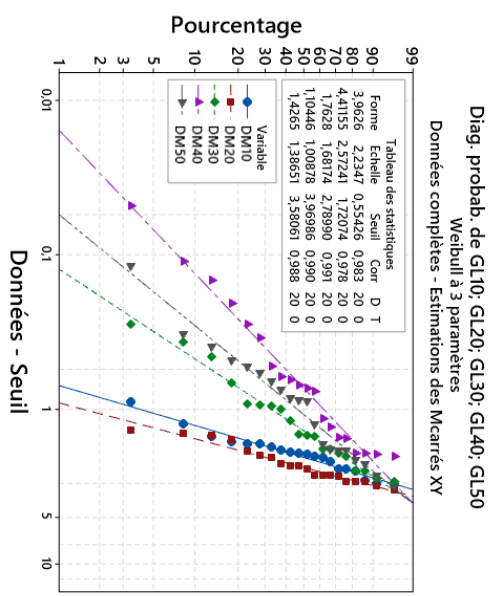
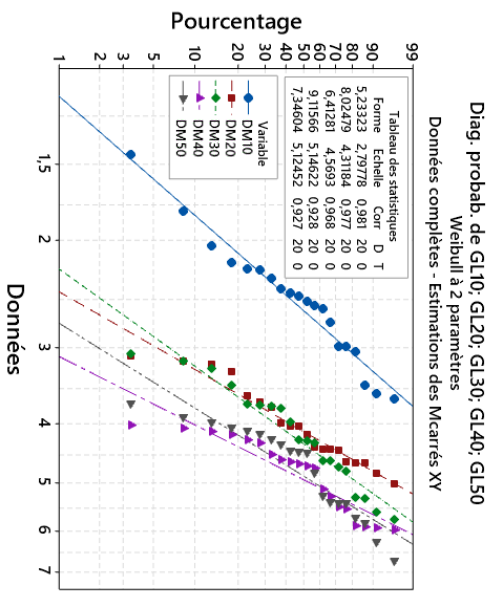


Figure III.19 Distributions des modules de Young obtenues avec différentes méthodes statistiques des FFV pour cinq valeurs de DM.

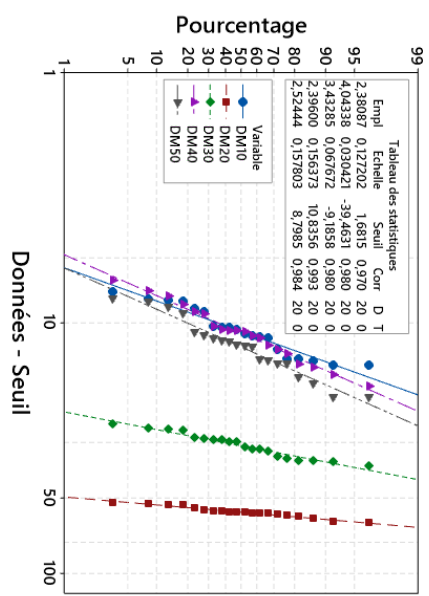
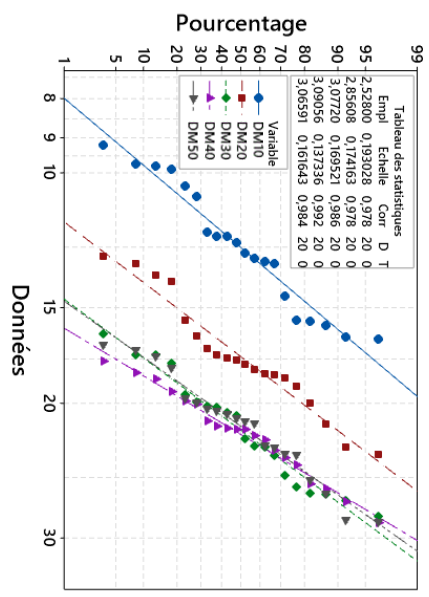
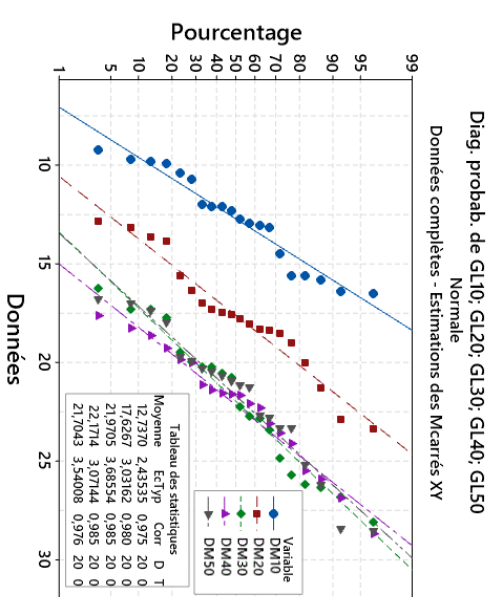
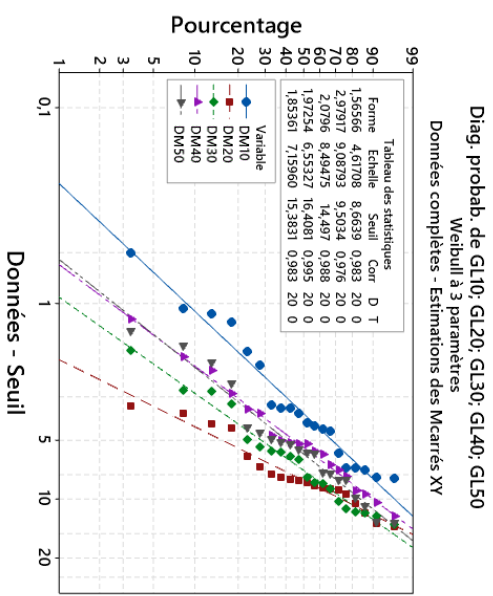
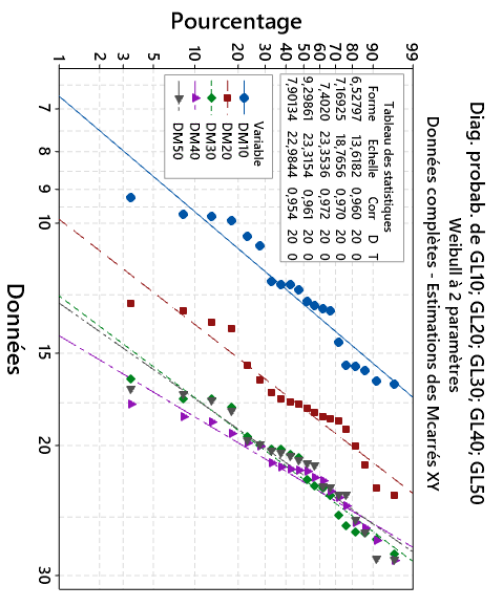


Figure III.20 Distributions des modules de Young obtenues avec différentes méthodes statistiques des FF pour cinq valeurs de DM.

L'analyse du Tableau III.5 confirme bien que c'est la méthode de Weibull à trois paramètres qui permet de donner les meilleures valeurs des R^2 comparativement aux autres méthodes. Les valeurs des modules de Young moyennes des fibres FFV obtenues pour des DM de 10 mm, 20 mm, 30 mm, 40 mm et 50 mm sont égales respectivement à : $2,58 \pm 0,57$, $4,07 \pm 0,59$, $4,29 \pm 0,88$, $4,94 \pm 0,88$ et $4,88 \pm 0,90$ et leurs R^2 respectivement : 98,31, 97,79, 99,08, 98,96 et 98,79 indiquant ainsi un bon ajustement avec les résultats expérimentaux. Les valeurs des modules de Young moyennes des fibres FF obtenues pour les mêmes DM sont largement supérieures à celles de FFV et sont égales à : $12,81 \pm 2,71$, $17,62 \pm 2,97$, $22,02 \pm 3,80$, $22,22 \pm 3,07$ et $21,74 \pm 3,56$ et leurs R^2 correspondant sont respectivement comme suit : 98,34, 97,63, 98,83, 99,48 et 98,31 montrant ainsi une bonne concordance avec les résultats expérimentaux.

III.5.3.4 Déformation moyenne à la rupture des fibres

Les figures III.20 et III.21 représentent les résultats expérimentaux des déformations moyennes à la rupture des fibres FFV et FF testées avec différentes DM (10 mm, 20 mm, 30 mm, 40 mm and 50 mm) comparées à celles obtenues par les différentes méthodes de distributions sélectionnées. Ces résultats d'ajustement obtenus sont récapitulés dans le tableau III.6.

D'une manière analogue aux analyses précédentes des contraintes et des modules de Young l'examen des déformations à la rupture des fibres FFV et FF montre que les points expérimentaux se trouvent bien très proche des différentes droites correspondant aux différentes lois de distributions (Figures III.20 et III.21) et que les plus grandes dispersions sont enregistrées pour DM égale à 10 mm. Là aussi les méthodes de Weibull à trois paramètres et la log-logistique à trois paramètres donnent les meilleures régressions par rapport aux autres méthodes.

Les déformations moyennes à la rupture des FFV obtenues avec les différentes DM (10 mm, 20 mm, 30 mm, 40mm et 50 mm) sont respectivement égales à : $4,24 \pm 0,80$, $2,83 \pm 0,50$, $2,74 \pm 0,37$, $2,03 \pm 0,30$ et $1,76 \pm 0,24$ et leurs valeurs de R^2 sont respectivement comme suit : 97,74, 98,21, 97,34, 97,58 et 99,26. Alors que, les déformations à la rupture moyennes des FF obtenues avec les mêmes DM sont les suivantes : $7,26 \pm 1,77$, $3,93 \pm 1,00$, $3,61 \pm 0,99$, $3,04 \pm 0,75$ et $2,85 \pm 0,61$ et leurs R^2 sont respectivement comme suit : 98,41, 99,16, 99,31, 95,40 et 98,21. Ceci prouve bien un très bon ajustement entre les résultats expérimentaux et ceux obtenus par les différentes lois statistiques.

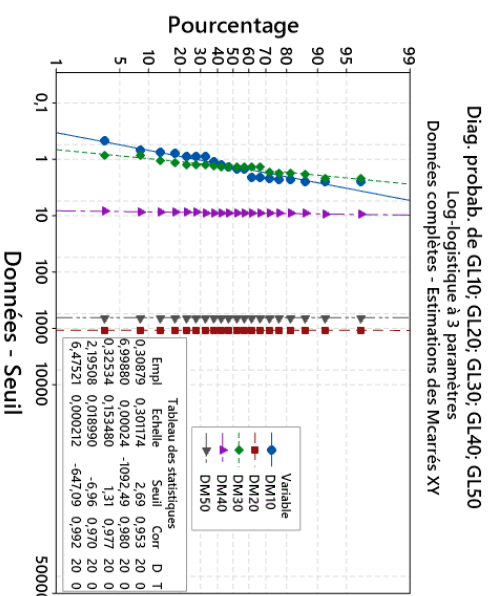
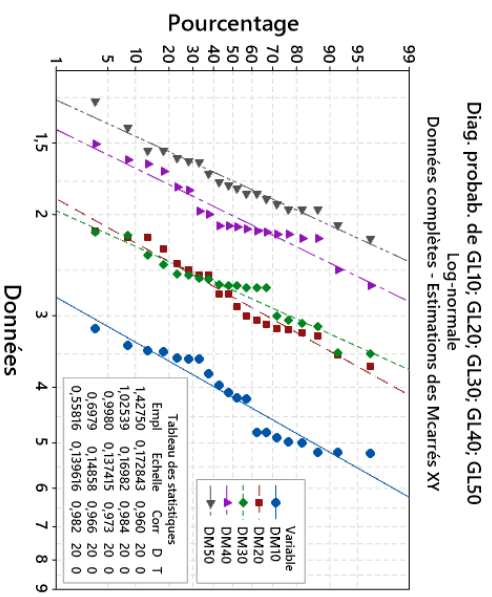
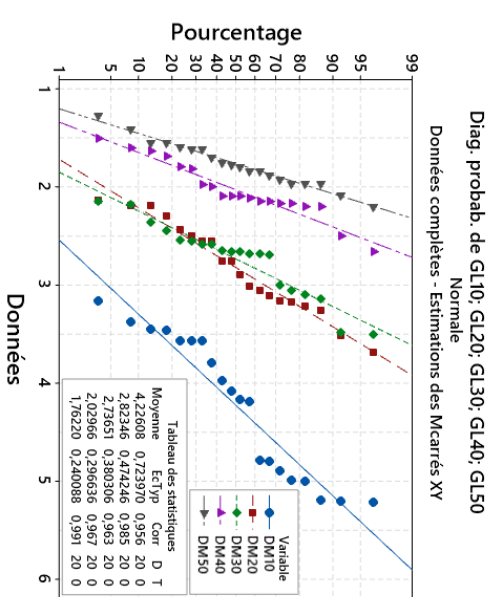
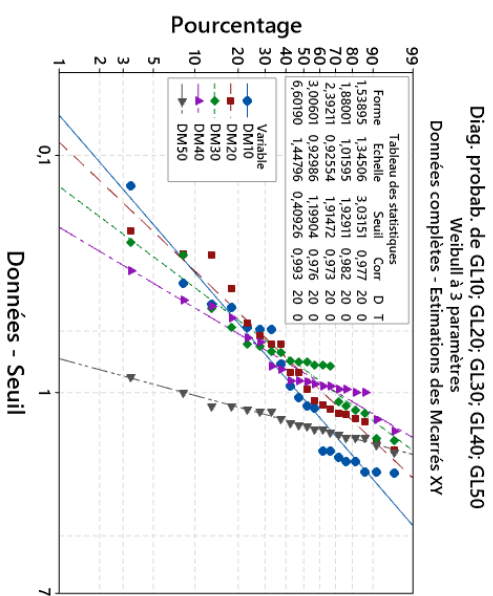
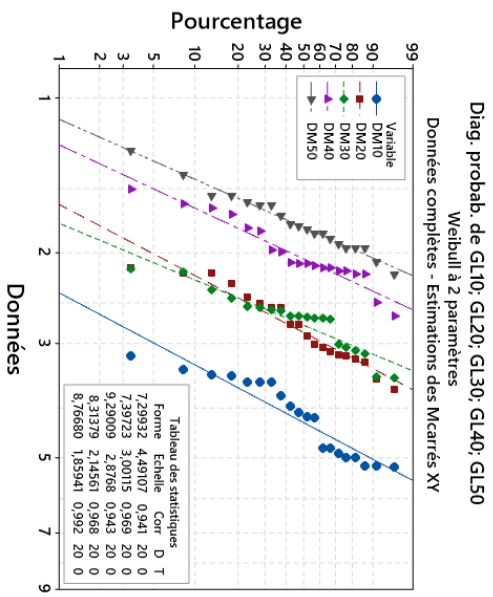


Figure III.21 Distributions des déformations à la rupture des FFV avec différentes méthodes statistiques.

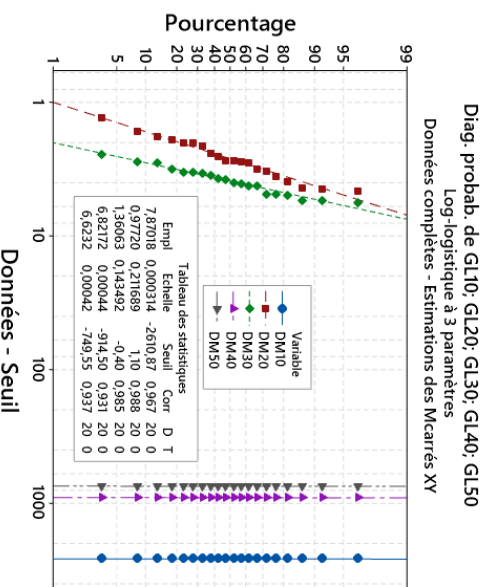
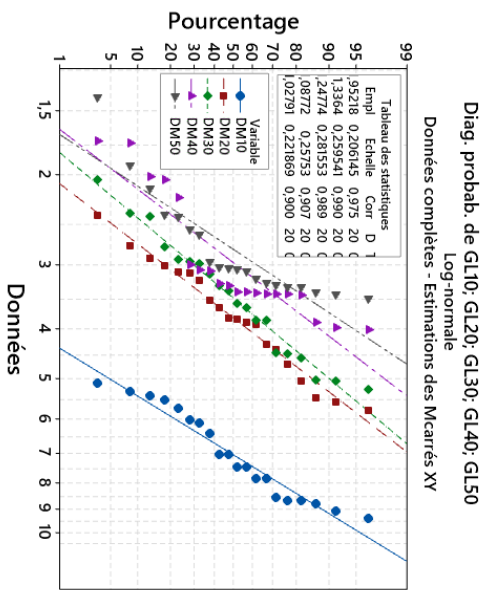
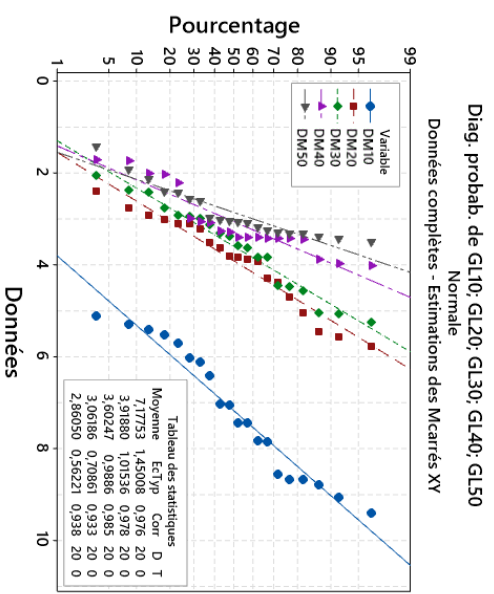
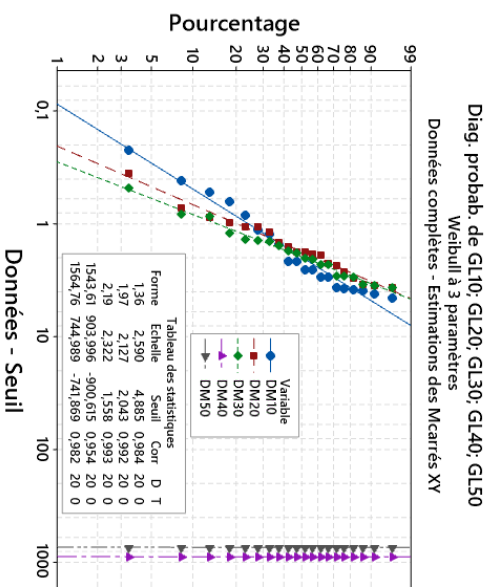
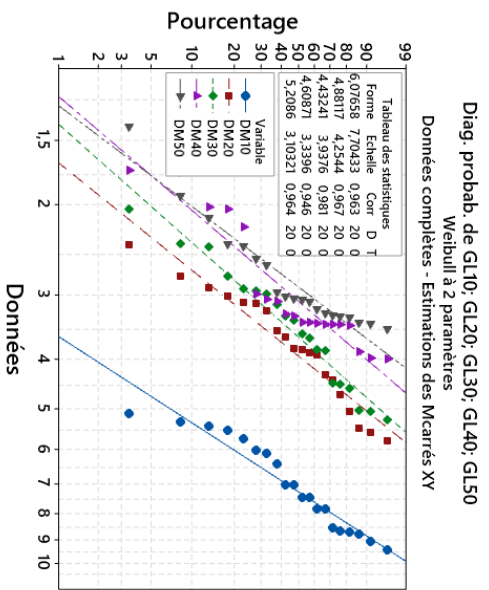


Figure III.22 Distributions des déformations à la rupture des FF avec différentes méthodes statistiques.

Tableau III.6 Déformations moyennes à la rupture des fibres FFV et FF testées à cinq distances entre les mors avec différentes lois statistiques.

Type	Loi de distribution	Résultat	Distance entre les deux mors (DM)					
			10 mm	20 mm	30 mm	40 mm	50 mm	
Faisceaux fibro-vasculaires (FFV)	Weibull à deux paramètres	Moyen (%)	4,21 ± 0,68	2,82 ± 0,45	2,73 ± 0,35	2,02 ± 0,29	1,76 ± 0,24	
		R ² (%)	94,11	96,92	94,29	96,77	99,25	
	Weibull à trois paramètres	Moyen (%)	4,24 ± 0,80	2,83 ± 0,50	2,74 ± 0,37	2,03 ± 0,30	1,76 ± 0,24	
		R ² (%)	97,74	98,21	97,34	97,58	99,26	
	Normale	Moyen (%)	4,23 ± 0,72	2,82 ± 0,47	2,74 ± 0,38	2,03 ± 0,30	1,76 ± 0,24	
		R ² (%)	95,61	98,54	96,33	96,74	99,09	
	Log-normale	Moyen (%)	4,23 ± 0,74	2,83 ± 0,50	2,74 ± 0,37	2,03 ± 0,30	1,76 ± 0,24	
		R ² (%)	95,95	98,21	97,34	97,58	99,09	
	Log-logistique à trois paramètres	Moyen (%)	4,24 ± 0,80	2,83 ± 0,48	2,74 ± 0,38	2,03 ± 0,30	1,76 ± 0,25	
		R ² (%)	97,74	98,39	97,27	96,60	98,17	
	Faisceaux de fibres (FF)	Weibull à deux paramètres	Moyen (%)	7,15 ± 1,37	3,90 ± 0,91	3,59 ± 0,92	3,05 ± 0,75	2,86 ± 0,63
			R ² (%)	96,27	96,72	98,08	94,60	96,40
Weibull à trois paramètres		Moyen (%)	7,26 ± 1,77	3,93 ± 1,00	3,61 ± 0,99	3,04 ± 0,75	2,85 ± 0,61	
		R ² (%)	98,41	99,16	99,31	95,40	98,21	
Normale		Moyen (%)	7,18 ± 1,45	3,92 ± 1,02	3,60 ± 0,99	3,06 ± 0,71	2,86 ± 0,56	
		R ² (%)	97,62	97,85	98,48	93,35	93,79	
Log-normale		Moyen (%)	7,20 ± 1,50	3,94 ± 1,04	3,62 ± 1,04	3,07 ± 0,80	2,86 ± 0,64	
		R ² (%)	97,46	99,02	98,92	93,35	90,02	
Log-logistique à trois paramètres		Moyen (%)	7,18 ± 1,50	3,97 ± 1,02	3,63 ± 1,09	3,06 ± 0,74	2,86 ± 0,58	
		R ² (%)	96,66	98,76	98,50	93,07	93,71	

III.6 Modélisation des propriétés mécaniques des fibres en fonction de la distance entre les deux mors

Les données expérimentales des propriétés mécaniques (contrainte, module de Young et déformation) des essais de traction de 100 fibres FFV et 100 FF exprimées par leurs valeurs moyennes ± écart type en fonction de la distance entre les deux mors (DM). La relation entre les propriétés mécaniques et DM peut être quantifiée par des modèles prédictifs sous forme d'équations de régression à l'aide du logiciel OriginLab V. 2018.

III.6.1 Modélisation de la contrainte ultime des fibres en fonction de DM

La relation entre la contrainte ultime des fibres FFV, FF et DM (Figure III.23) peut être exprimée par des modèles cubiques sous la forme suivante :

$$y_{\text{Contrainte à la rupture de FFV}} = 64,612 + 3,776x - 0,129x^2 + 0,001x^3$$

$$y_{\text{Contrainte à la rupture de FF}} = 630,412 - 16,312x + 0,674x^2 - 0,008x^3$$

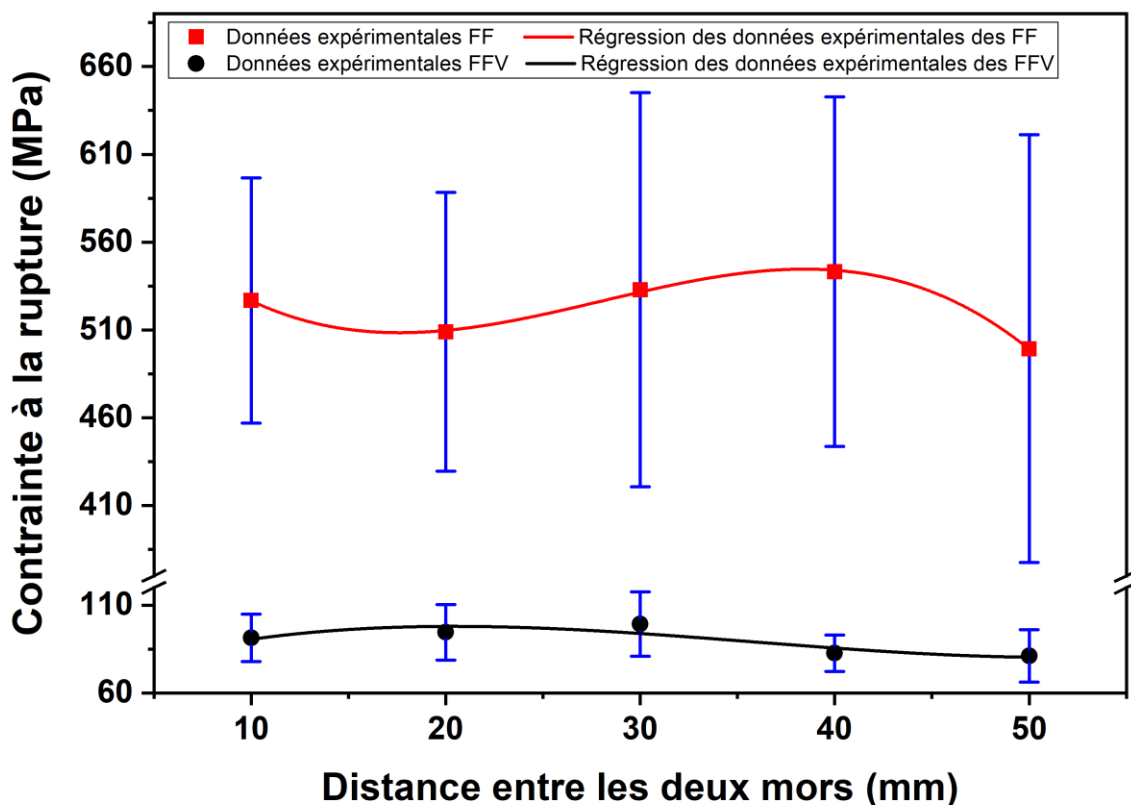


Figure III.23 Contrainte ultime des fibres FFV et FF en fonction de DM.

Le modèle de régression utilisé pour la contrainte ultime des fibres FF montre une précision très élevée avec un coefficient de corrélation très proche de 1 ($R^2 = 99,74 \%$), mais pour la contrainte ultime de FFV, on peut estimer que le coefficient est juste acceptable ($R^2 = 80,25 \%$) car ce type de fibres a une structure morphologique non identique qui a une influence sur la contrainte ultime (Figure III.23).

III.6.2 Modélisation du module de Young des fibres en fonction DM

La figure III.24 représente les évolutions des modules de Young en fonction de DM des fibres FFV et FF. Ces évolutions peuvent être exprimées sous forme de fonctions exponentielles par les équations suivantes :

$$y_{\text{Module de Young FFV}} = 4,9 - 5,617e^{-0,089x}$$

$$y_{\text{Module de Young FF}} = 22,546 - 23,323e^{-0,086x}$$

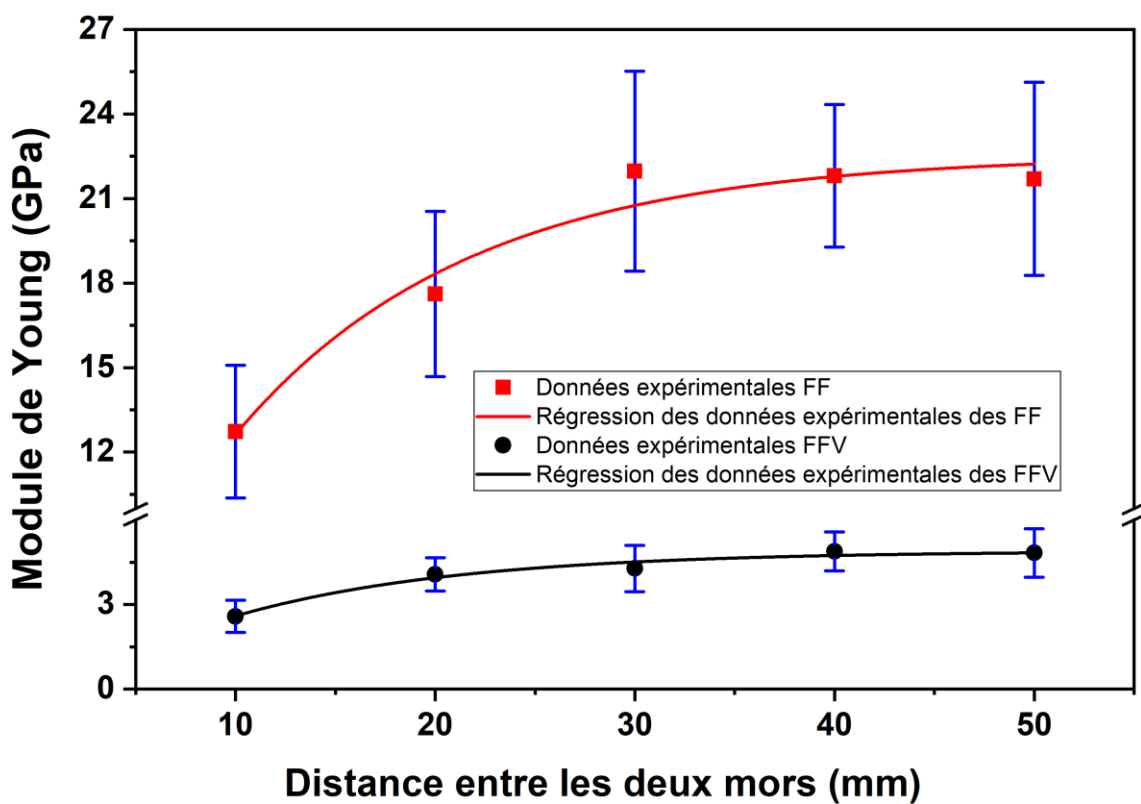


Figure III.24 Evolution des Modules de Young des fibres FFV et FF en fonction de DM.

L'analyse de la figure III.24 montre que les modules de Young augmentent avec l'accroissement de DM d'une manière exponentielle pour les deux types de fibres FFV et FF et que les modèles de régression permettent des coefficients de corrélations respectifs de 98,12 % et 97,38 %.

III.6.3 Modélisation de la déformation à la rupture des fibres en fonction de DM

L'évolution des déformations des fibres FFV et FF en fonction des distances entre les mors (DM) présentée en figure III.25 s'effectue sous la forme de LogNormale et leurs modèles peuvent s'écrire sous la forme de :

$$y_{\text{Déformation à la rupture de FFV}} = 2,691 + \frac{1,321E10}{\sqrt{2\pi} \times 8,192x \times e^{\left(\frac{-(\ln(x/3,723E20))^2}{134,218}\right)}}$$

$$y_{\text{Déformation à la rupture de FF}} = -1,786 + \frac{2,397E7}{\sqrt{2\pi} \times 6,398x \times e^{\left(\frac{-(\ln(x/3,213E13))^2}{81,869}\right)}}$$

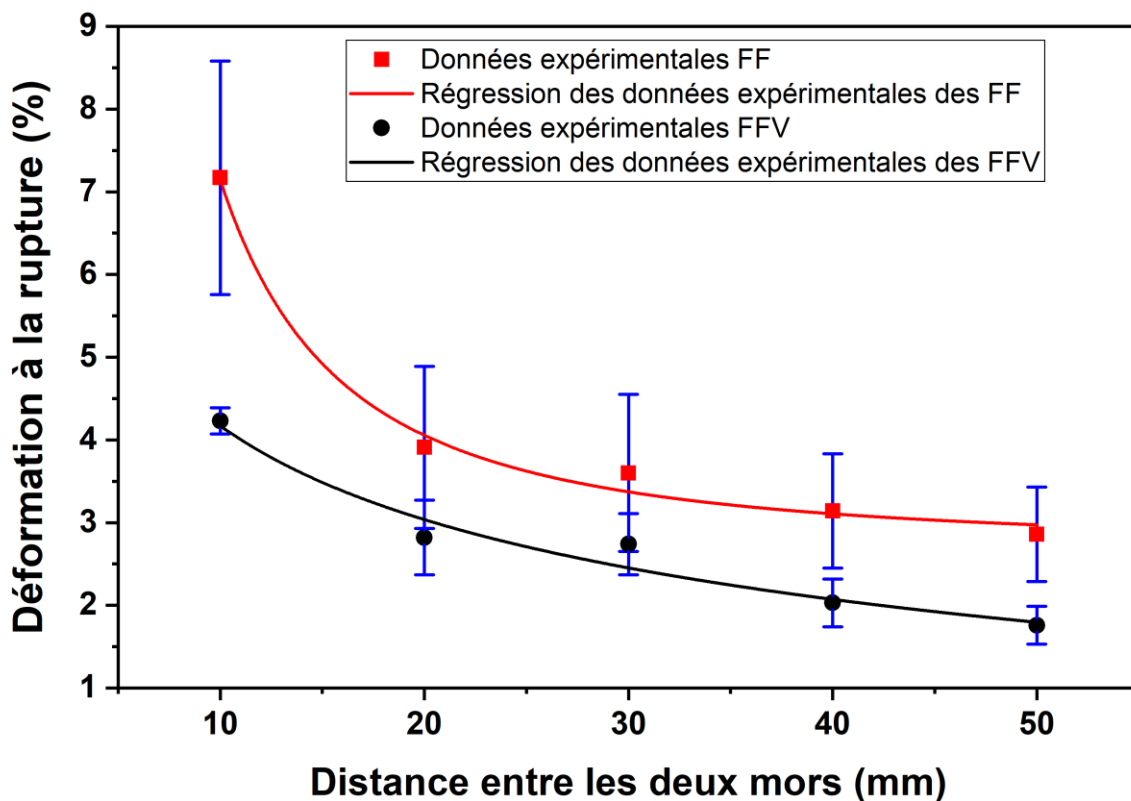


Figure III.25 Relation entre la déformation des fibres et la distance entre les deux mors.

L'analyse de la figure III.24 montre bien que les modules de Young diminuent avec l'augmentation de DM pour les deux types de fibres FFV et FF et que les modèles de régression proposés fit assez bien les valeurs expérimentales avec des coefficients de corrélation respectifs de 98,78 % et 95,84 %.

III.7 Modélisation des propriétés mécaniques des fibres en fonction de leurs diamètres et distance entre les mors (DM)

La relation entre les données expérimentales des propriétés mécaniques (contrainte et déformation à la rupture et Module de Young) des précédents essais de traction des 200 fibres, avec leurs diamètres et la distance entre les deux mors (DM) peut être quantifiée par des modèles prédictifs sous forme d'équations de régression à l'aide du logiciel Minitab V.19.0. Des modèles polynomiaux quadratiques du second ordre ont été sélectionnés pour modéliser les propriétés mécaniques moyennes en fonction du diamètre et de DM à la base des meilleurs coefficients de corrélations R^2 et ajustement R^2_{adj} . Les modèles sélectionnés peuvent s'écrire comme suit :

$$Y_{\text{Contrainte ultime}} = 665,3 - 1987D + 1,64DM + 1646D^2 - 0,0306DM^2 - 0,42 \times D \times DM$$

$$Y_{\text{Module de Young}} = 12,81 - 61,07D + 0,633DM + 62,92D^2 - 0,0061DM^2 - 0,407 \times D \times DM$$

$$Y_{\text{Déformation à la rupture}} = 9,836 - 12,40D - 0,258DM + 10,73D^2 + 0,0026DM^2 + 0,083 \times D \times DM$$

Où D représente le diamètre de fibre et DM représente la distance entre les deux mors.

Le tableau III.7 résume les valeurs des coefficients de corrélations (R^2 , R^2_{adj} et R^2_{pred}) des modèles statistiques correspondant aux propriétés mécaniques des fibres FFV et FF. L'analyse de ces valeurs montre que les modèles obtenus avaient une assez bonne précision que ce soit pour la contrainte ultime ($R^2 = 88,54\%$, $R^2_{adj} = 88,24\%$ et $R^2_{pred} = 87,93\%$) ou pour le module de Young ($R^2 = 90,42\%$, $R^2_{adj} = 90,18\%$ et $R^2_{pred} = 89,92\%$). Alors que, les valeurs du modèle de déformation à la rupture avaient des résultats moins précis que les précédents avec : $R^2 = 72,44\%$, $R^2_{adj} = 71,73\%$ et $R^2_{pred} = 70,77\%$.

Tableau III.7 Coefficients de corrélations (R^2 , R^2_{adj} et R^2_{pred}) des modèles statistiques correspondant aux propriétés mécaniques obtenus en fonction des diamètres des fibres et de DM.

Propriété mécanique	R^2	R^2_{adj}	R^2_{pred}
Contrainte ultime	88,54 %	88,24 %	87,93 %
Module de Young	90,42 %	90,18 %	89,92 %
Déformation à la rupture	72,44 %	71,73 %	70,77 %

III.8 Angle micro-fibrillaire des fibres

Les micro-fibrilles décrivent par rapport à l'axe longitudinal de la fibre (Figure III.26), un angle micro-fibrillaire (AMF) dont la valeur, à un grand rôle dans les propriétés mécaniques, varie d'une espèce à l'autre. L'angle de micro-fibrillaire α peut être déterminée comme suit :

$$\varepsilon = \ln \left[1 + \frac{\Delta L}{L_0} \right] = -\ln(\cos \alpha) \quad \text{Équation III.1}$$

D'où :

$$\Delta L = L_f - L_0 = L_0 \left(\frac{1}{\cos \alpha} - 1 \right) \quad \text{Équation III.2}$$

- ΔL : L'allongement de la fibre.

- L_0 : Longueur instantanée.

- L_f : L'augmentation causée par une augmentation de longueur.

L'angle de micro-fibrilles peut être donc calculée de la manière suivante :

$$\alpha = \arccos(\exp(-\varepsilon)) \quad \text{Équation III.3}$$

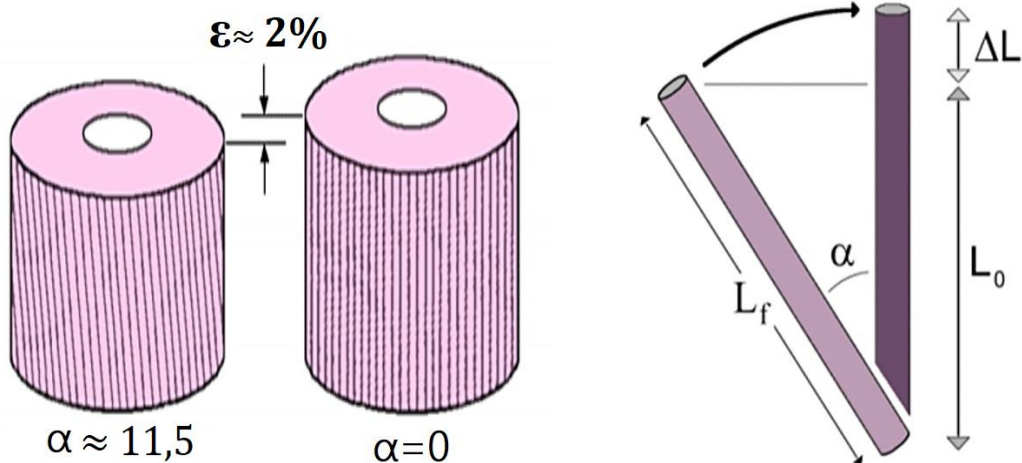


Figure III.26 Représentation schématique du réarrangement des micro-fibrilles.

La valeur de la déformation (ε) utilisée pour calculer l'AMF est celle qui correspond avant la zone de la partie linéaire de la courbe contrainte-déformation (Figure III.27), où les valeurs

des ϵ choisies pour les faisceaux fibro-vasculaires (FFV) et des faisceaux de fibres (FF) sont respectivement trouvées égales à 1,67% et 2,04%.

Les valeurs de l'angle micro-fibrillaires (α) sont égales à $10,44 \pm 0,89$ pour FFV et $11,53 \pm 2,01$ pour FF. Il est rapporté que plus α est grand, plus la déformation à la rupture est élevée, car les micro-fibrilles pourront se tordre lorsqu'elles sont étirées [144]. Ceci est en bonne concordance avec les résultats obtenus car FF ayant α le plus grand possèdent la déformation la plus élevée par rapport à FFV (Figure III.27). Sachant que les valeurs des angles des fibres naturelles varient entre 5° à 50° [10], les angles de FFV et FF sont similaires à d'autres fibres naturelles telles que : Banana, Cornstalk et Soybean straw qui possèdent des angles micro-fibrillaires respectivement égales à 11° , $10,9^\circ$ et 12° [145,146].

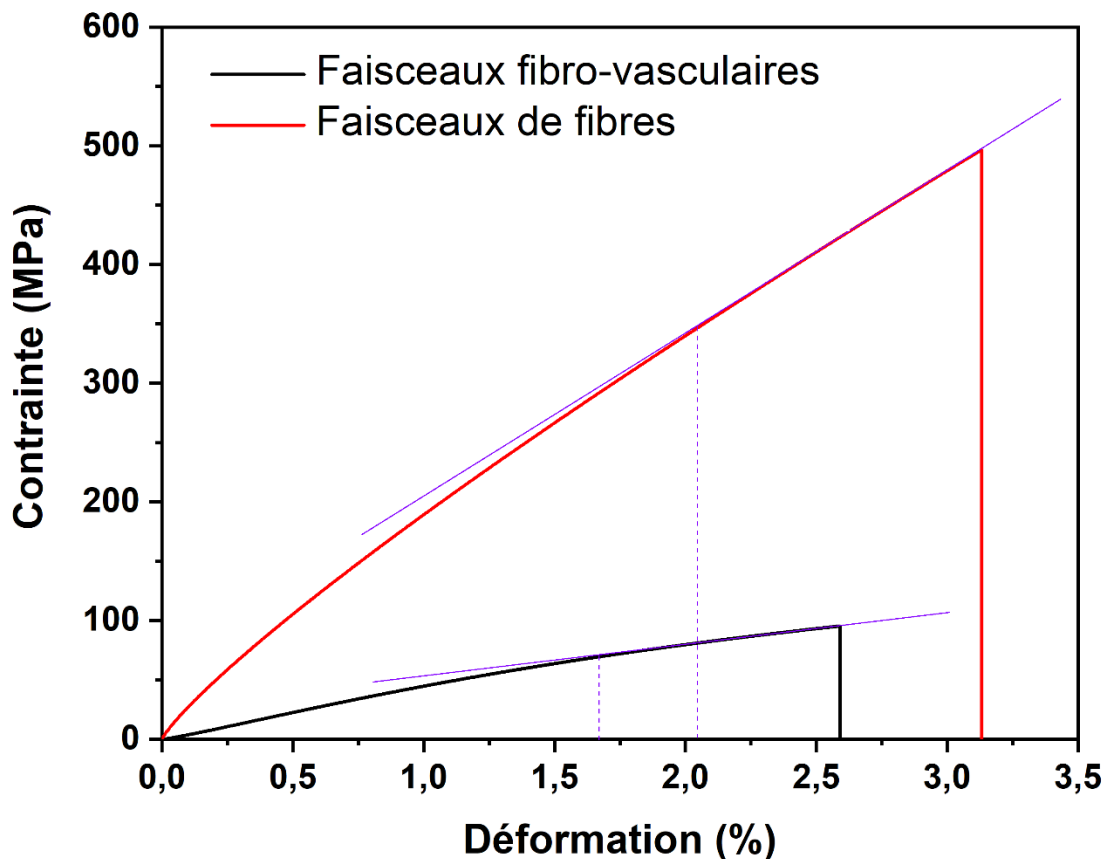


Figure III.27 Plage de déformation choisie parmi les courbes de contrainte/déformation types permettant les calculs des angles micro-fibrillaires des FFV et FF.

III.9 Conclusion

Ce chapitre a permis de :

- Clarifier en détail l'anatomie des rachis des palmiers dattiers, ainsi que la morphologie et la rugosité de leurs fibres, ce qui conduit de définir qu'il existe deux types de fibres (faisceau fibro-vasculaire et faisceaux de fibres) et aussi de montrer la différence entre eux.

- Identifier le comportement mécanique en traction des deux types de fibres en fonction du diamètre et de la distance entre les deux mors (10 mm, 20 mm, 30 mm, 40 mm and 50 mm) afin d'évaluer leurs : contraintes ultimes, module d'Young et déformations à la rupture. En général, les courbes des tests présentent un comportement quasi identique malgré la large dispersion des résultats, cependant aucune dépendance apparente avec les diamètres des fibres. Ce qui peut être lié aux distributions microstructurales des fibres et aussi aux distributions des défauts dans le volume de ce type de fibres.

- Montrer que les propriétés mécaniques des faisceaux de fibres (FF) sont largement supérieures que celles des faisceaux fibro-vasculaires (FFV) de 536,58 % pour la contrainte ultime, 513,32 % pour le module de Young et 31,38 % pour la déformation à la rupture.

- Noter également que la distance entre les mors (DM) à une influence significative sur la déformation à la rupture et le module de Young des fibres FF et FFV. Par contre, il n'a pas d'influence remarquable sur la contrainte ultime.

- Faire des analyses statistiques des propriétés mécaniques des fibres obtenues avec les différentes lois de distributions de probabilités, ce qui permet de confirmer que la méthode de Weibull à trois paramètres donne les meilleurs ajustements des propriétés mécaniques obtenues expérimentalement. Des différents modèles ont également été obtenus pour les propriétés mécaniques des fibres FF et FFV en fonction de leurs diamètres et de la distance entre les deux mors.

Chapitre IV

**Optimisation des propriétés mécaniques
des fibres de rachis des palmiers dattiers
et leurs composites**

CHAPITRE IV

Optimisation des propriétés mécaniques des fibres de rachis des palmiers dattiers et leurs composites

IV.1 Introduction

Ce chapitre vise l'optimisation des propriétés mécaniques des matériaux biocomposites renforcés par des fibres de rachis des palmiers dattiers. Afin d'atteindre cet objectif, un plan d'expérience Taguchi L16 a été élaboré pour optimiser les traitements chimiques des fibres FFV par un alcalin (NaOH) conduisant à des augmentations des propriétés mécaniques (contrainte ultime et module de Young) par rapport au fibres non traitées.

Une analyse de variance (ANOVA) a été utilisée pour déterminer l'influence des facteurs et de leurs interactions ayant un effet statistiquement significatif sur la contrainte ultime et le module de Young, permettant ainsi l'obtention des modèles mathématiques de ces derniers en utilisant le logiciel Minitab V19.1. Ensuite, une analyse de la normalité des résultats par des diagrammes graphiques complets pour les résidus des modèles à effets fixes. En outre, les conditions optimales ont été déterminées en utilisant l'approche de la fonction de désirabilité pour optimiser les propriétés mécaniques en traction des fibres.

Les propriétés mécaniques (contraintes ultimes, module de Young et déformation à la rupture) des biocomposites renforcés avec des fibres FFV non traitées et celles traitées, ayant données les meilleures propriétés, ont été déterminées par des essais de traction et de flexion trois points afin de bien comprendre leur comportement mécanique ainsi que l'identification de leurs types d'endommagement.

IV.2 Discussions des résultats obtenus par le plan Taguchi

Dans le cadre de la conception du plan d'expériences Taguchi ayant pour but l'optimisation des propriétés mécaniques des fibres FFV, trois facteurs ont été adoptés dans cette étude qui sont, la concentration du NaOH, le temps du traitement et la méthode d'extraction. Le tableau IV.1 montre les facteurs et les niveaux utilisés dans ce plan. Le tableau IV.2 présente les résultats expérimentaux avec leurs rapports S/N calculés pour la contrainte ultime (σ) et le module de Young (E) obtenus selon les différentes combinaisons du plan des expériences.

Tableau IV.1 Facteurs et niveaux utilisés dans la conception du plan des expériences Taguchi.

Facteur	Symbole	Niveaux 1	Niveaux 2	Niveaux 3	Niveaux 4
Concentration du NaOH (%)	A	1	2	3	5
Temps du traitement (h)	B	1	4	8	12
Méthode extraction	C	1	2	-	-

Tableau IV.2 Résultats expérimentaux détaillés du plan Taguchi L16.

N° d'essai	Facteurs			Contrainte ultime (MPa)	S/N (dB)	Module de Young (GPa)	S/N (dB)	Diamètre moyen (μm)
	A	B	C					
FEB-NT	-	-	1	116,06 \pm 32,70	-	5,64 \pm 1,95	-	529 \pm 74
FER-NT	-	-	2	103,63 \pm 24,88	-	4,38 \pm 1,14	-	508 \pm 64
1	1	1	1	165,27 \pm 78,93	44,36	6,17 \pm 1,92	15,80	439 \pm 51
2	1	4	1	189,01 \pm 90,94	45,53	7,32 \pm 2,21	17,29	431 \pm 44
3	1	8	2	167,29 \pm 50,87	44,47	7,06 \pm 1,45	16,97	417 \pm 52
4	1	12	2	161,81 \pm 24,82	44,18	6,93 \pm 1,57	16,81	384 \pm 37
5	2	1	1	181,18 \pm 88,13	45,16	6,41 \pm 2,40	16,14	443 \pm 49
6	2	4	1	206,13 \pm 96,12	46,28	7,34 \pm 2,30	17,31	463 \pm 64
7	2	8	2	188,63 \pm 65,85	45,51	7,67 \pm 2,63	17,70	387 \pm 41
8	2	12	2	188,10 \pm 88,16	45,49	7,63 \pm 2,01	17,65	390 \pm 33
9	3	1	2	175,87 \pm 54,91	44,90	7,54 \pm 2,27	17,55	387 \pm 45
10	3	4	2	192,70 \pm 46,58	45,70	7,89 \pm 1,42	17,94	375 \pm 27
11	3	8	1	227,04 \pm 95,24	47,65	8,41 \pm 2,67	19,01	413 \pm 39
12	3	12	1	223,59 \pm 80,28	46,99	8,66 \pm 2,66	18,75	421 \pm 56
13	5	1	2	161,36 \pm 29,57	44,16	7,33 \pm 1,48	17,30	366 \pm 57
14	5	4	2	182,36 \pm 63,51	45,22	7,73 \pm 2,07	17,76	373 \pm 39
15	5	8	1	190,61 \pm 106,9	45,60	6,65 \pm 2,10	16,46	439 \pm 57
16	5	12	1	185,37 \pm 86,25	45,36	6,99 \pm 1,73	16,90	424 \pm 51

Où, FEB-NT et FER-NT : sont respectivement les fibres non traitées extraites dans l'eau par ébullition et par rouissage.

Remarque : Tous les tests ont été effectués à une distance entre les deux mors de 30 mm.

IV.2.1 Analyse des essais de traction

Les résultats expérimentaux obtenus des contraintes ultimes des fibres non traitées extraites dans l'eau par ébullition (FEB-NT) et ceux par rouissage (FER-NT) étaient respectivement égales à $116,06 \pm 32,69$ et $103,63 \pm 24,87$ MPa, et leurs valeurs des modules de Young correspondant étaient respectivement $5,64 \pm 1,94$ et $4,38 \pm 1,14$ GPa. Les fibres FEB-NT semblent offrir des propriétés de traction améliorées par rapport à ceux FER-NT, ce qui est en bon accord avec les données analogues de la littérature [49].

La valeur de la contrainte ultime la plus élevée obtenue était de $227,04 \pm 95,24$ MPa enregistrée pour les fibres extraites par ébullition et traitées avec 3% de NaOH pendant 8h d'immersion (FEB-T3N8h) ce qui représente plus de 95% d'augmentation de la contrainte obtenue pour des échantillons non traités. Cependant, la valeur du module de Young la plus élevée était égale à $8,66 \pm 2,66$ GPa obtenue pour les fibres traitées avec 3% de NaOH pendant 12h d'immersion (FEB-T3N12h). Alors que, les valeurs de la contrainte ultime et du module de Young les plus élevés étaient respectivement égales à $192,70 \pm 46,58$ MPa et $7,89 \pm 1,42$ GPa obtenues pour les fibres extraites par rouissage puis traitées avec 3% de NaOH pendant 4h d'immersion (FER-T3N4h). Ce qui correspond à une augmentation d'environ 86% pour la contrainte ultime et 97% pour le module de Young par rapport aux fibres non traitées. De plus, l'augmentation de la concentration de NaOH et du temps d'immersion conduisent à une diminution de la contrainte ultime et du module de Young des fibres pour les deux méthodes d'extractions.

Les courbes de contrainte/déformation des fibres non traitées et traitées optimales pour les deux méthodes d'extraction effectuées à une distance entre les mors de 30 mm sont présentées dans la figure IV.1, et leurs courbes types sont représentées sur la figure IV.2.

Il convient de noter que les diamètres des fibres extraites dans l'eau par ébullition étaient plus grands que ceux extraites par rouissage, et ceci pour les fibres non traitées et traitées. Cela indique que la méthode d'extraction peut affecter le diamètre des fibres.

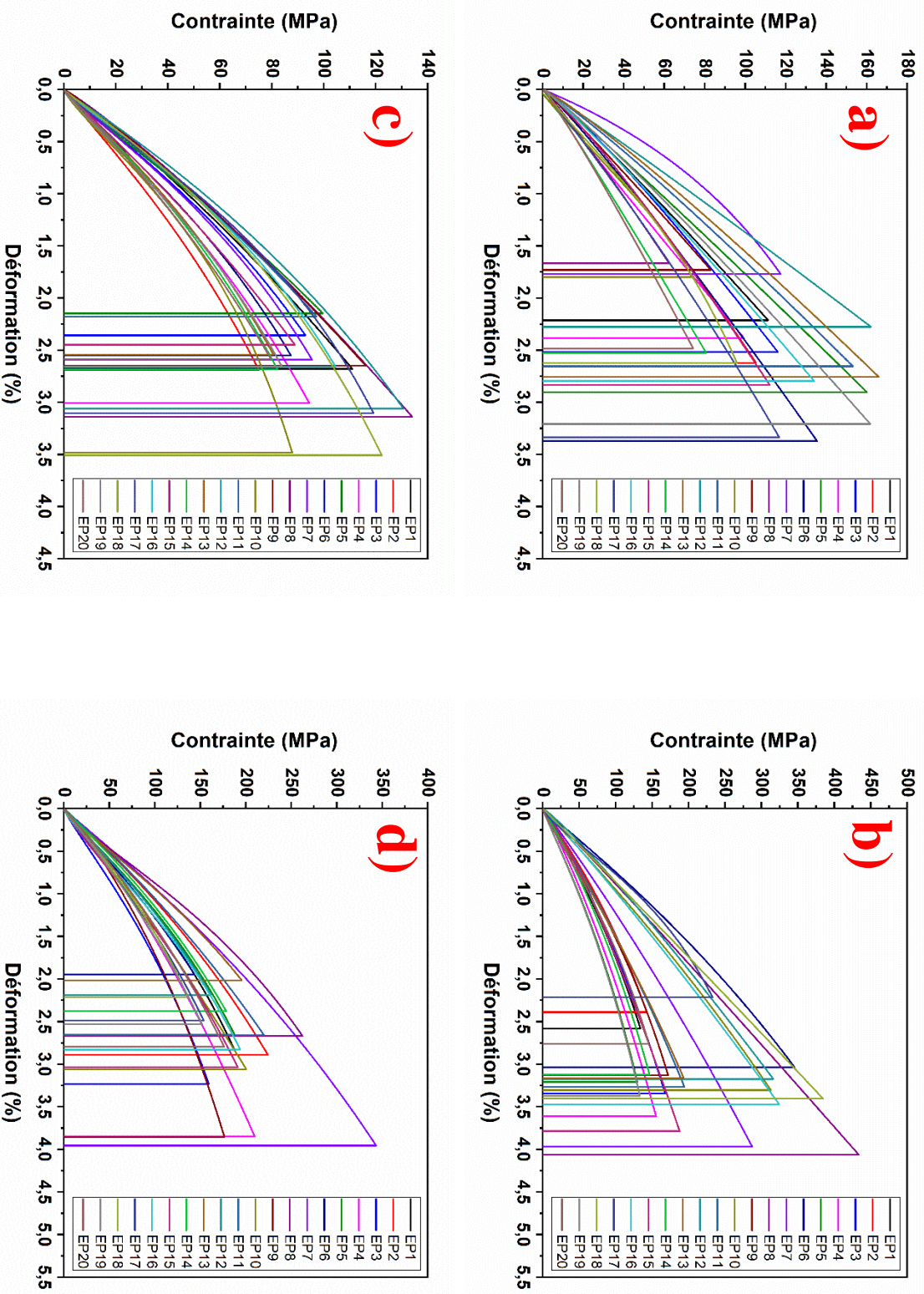


Figure IV.1 Contraite/déformation des vingt essais de : (a) FEB-NT, (b) FER-NT (c) FEB-T3N8h et (d) FER-T3N4h.

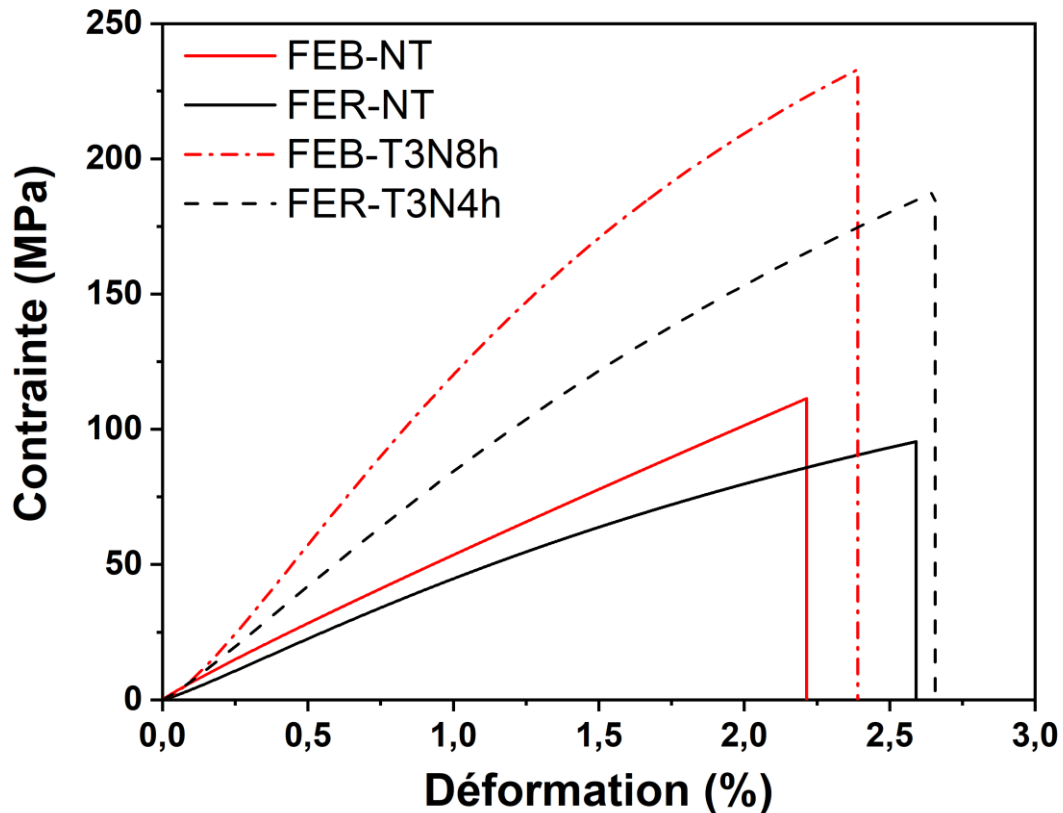
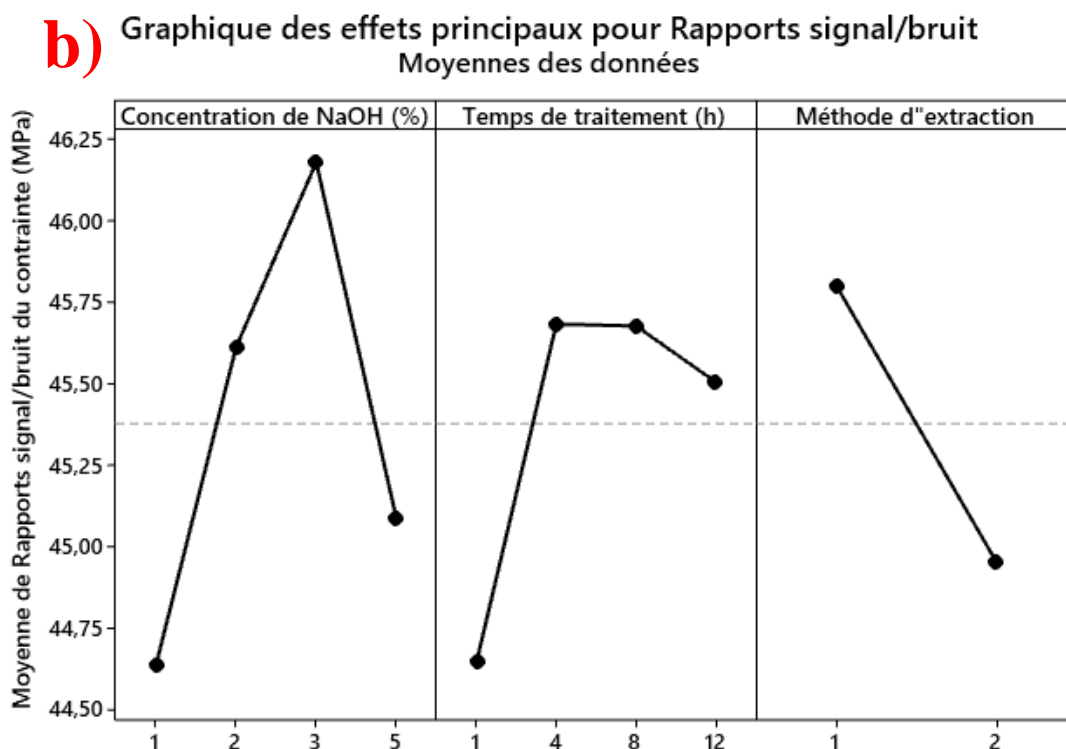
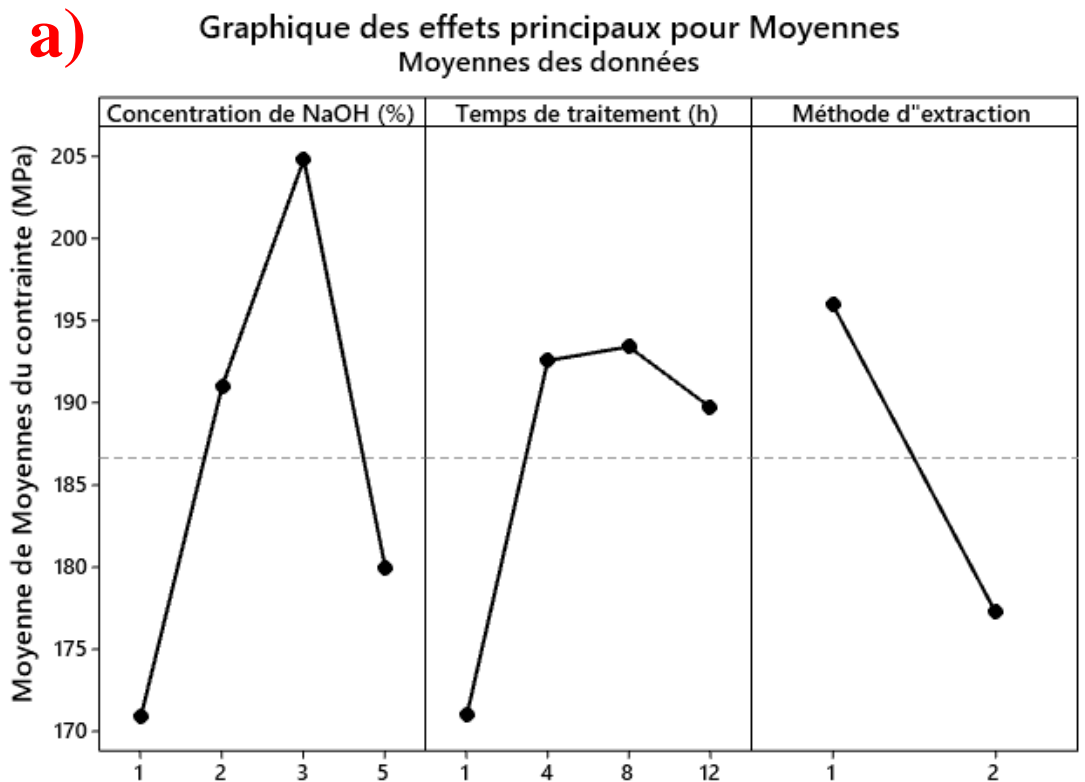


Figure IV.2 Courbes types de contrainte/déformation des fibres, extraites par les deux méthodes, non traitées et traitées permettant l'obtention des propriétés mécaniques les plus élevées.

IV.2.2 Analyse statistique et modélisation de la contrainte ultime

Les graphiques des principaux effets des résultats de l'analyse du plan Taguchi pour la contrainte ultime pour la moyenne de moyennes et rapports signal/bruit pour chaque facteur sont présentés dans la figure IV.3. Les courbes de ces figures permettent de visualiser et de comparer le degré d'influence des différents facteurs sur la contrainte ultime. Où la pente la plus raide (la plus élevée) de la courbe signifie que le facteur est le plus influent sur la contrainte ultime.

Il ressort clairement du graphique des effets moyens que la contrainte ultime des fibres est maximale au 3^{ème} niveau des facteurs A et B, et au 1^{er} niveau du paramètre C correspondant respectivement à un traitement avec une concentration de 3% de NaOH, un temps d'immersion de 8h pour des fibres extraites par ébullitions. D'une manière analogue, l'analyse des effets principaux pour le S/N montre également les mêmes tendances, où la contrainte maximale est obtenue pour A3, B3 et C1.



Signal/bruit : Préférer plus grand

Figure IV.3 Graphique des principaux effets des résultats de l'analyse du plan Taguchi pour la contrainte ultime : a) Moyennes et b) Rapport S/N.

IV.2.2.1 Analyse de la variance (ANOVA)

Le tableau IV.3 montre l'analyse ANOVA utilisée pour traiter statistiquement les résultats de la contrainte ultime obtenus par le plan Taguchi des fibres et d'identifier l'effet de chaque facteur à l'aide des valeurs de P-Value et F-Value. Des valeurs P-Value inférieures à 0,05 impliquent une signification statistique, tandis que des valeurs F-Value élevées indiquent que les modèles empiriques sélectionnés sont également significatifs. L'avant-dernière colonne du tableau IV.3 (Cont%) montre le pourcentage de contribution pour chaque paramètre indiquant son degré d'influence sur la performance du traitement.

De plus, le tableau IV.3 montre également que la concentration du NaOH (A), le temps du traitement (B), la méthode extraction (C), les valeurs quadratiques de la concentration du NaOH (A²) et du temps de traitement (B²) ainsi que les interactions entre : la concentration du NaOH et la méthode d'extraction (AC), le temps du traitement et la méthode extraction (BC) ont tous un effet significatif sur la contrainte ultime. Tandis que, l'interaction entre la concentration du NaOH et le temps du traitement (AB) n'a pas d'effet significatif sur la contrainte ultime des fibres.

Tableau IV.3 Résultats de l'ANOVA pour la contrainte ultime des fibres.

Termes	DF	Som des carrés	Moy des carrés	F-Value	P-Value	Cont%	Remarque
Model	8	5665,51	708,19	170,80	< 0,001	99,49	Significatif
A	1	359,18	359,18	86,63	< 0,001	7,56	Significatif
B	1	789,73	789,73	190,47	< 0,001	16,61	Significatif
C	1	446,28	446,28	107,64	< 0,001	9,39	Significatif
A²	1	1972,83	1972,83	475,82	< 0,001	41,50	Significatif
B²	1	786,22	786,22	189,62	< 0,001	16,54	Significatif
AB	1	18,78	18,78	4,53	0,071	0,40	Non significatif
AC	1	314,85	314,85	75,94	< 0,001	6,62	Significatif
BC	1	36,96	36,96	8,91	0,020	0,78	Significatif
Erreur	7	29,02	4,15			0,61	
Total	15	5694,53				100	
Régression		$R^2 = 99,49\%$;	$R^2_{adj} = 98,91\%$;	$R^2_{pred} = 97,19\%$			

Les effets des facteurs ainsi que leur ampleur sur la contrainte ultime des fibres sont indiqués dans le graphique de Pareto (Figure IV.4). Les facteurs qui ont un effet significatif ($P\text{-Value} < 0,05$) avec un niveau de signification de 95% sont ceux qui dépassent la ligne verticale de Pareto ayant la valeur de 2,36 comme effet normalisé. La longueur de chaque bande est proportionnelle à l'effet standard et est classée en conséquence sous forme décroissante. Les facteurs croisés (A^2 et B^2) n'ont pas de signification physique et sont utilisés pour améliorer l'ajustement mathématique du modèle statistique basé sur les données expérimentales [147].

Le diagramme de Pareto démontre que le terme quadratique de la concentration du NaOH (A^2) a la plus forte influence, suivi par le temps de traitement (B) et de son terme quadratique (B^2). Ensuite la méthode extraction (C), puis la concentration du NaOH (A), suivi de leur interaction (AC) et finalement le terme d'interaction entre le temps du traitement et la méthode extraction (BC). Alors que, le terme d'interaction entre la concentration du NaOH et le temps du traitement (AB) n'est pas significatif sur la contrainte ultime.

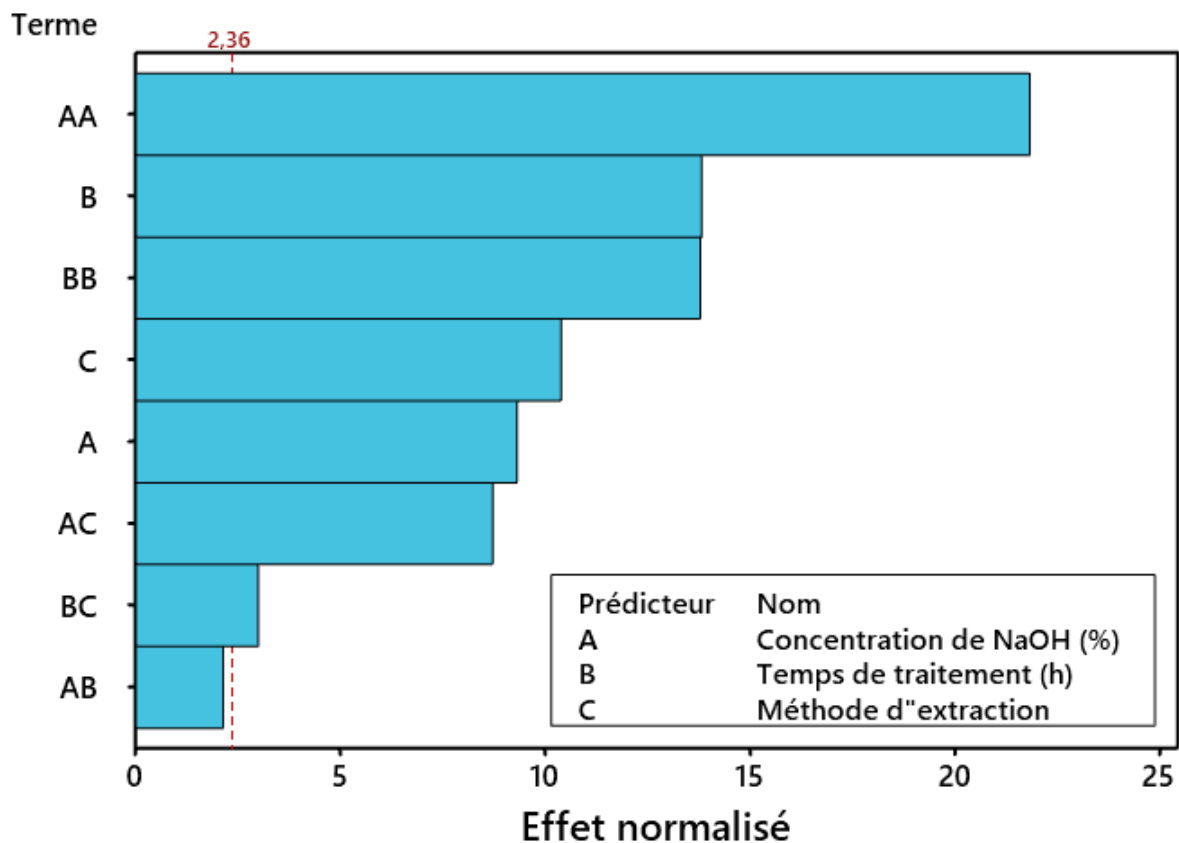


Figure IV.4 Diagramme de Pareto des effets sur la contrainte ultime des fibres.

IV.2.2.2 Analyse de régression

Les données expérimentales ont été analysées à l'aide du logiciel Minitab 19.1, où une équation polynomiale du second ordre a été obtenue. L'équation comprenait des termes linéaires, quadratiques et interactifs pour les variables testées. Ainsi l'équation mathématique globale donnant la contrainte ultime des fibres, s'écrit sous la forme suivante :

$$\sigma = 164,51 + 27,86A + 12,54B - 41,82C - 6,66A^2 - 0,54B^2 - 0,29AB + 10,14AC - 1,22BC$$

Pour affiner le modèle, seuls les facteurs ayant un effet significatif sont pris en compte, les coefficients linéaires (A, B, C), les termes interactifs (AC et BC) et les coefficients quadratiques (A^2 , B^2), d'où le modèle simplifié sera sous la forme de :

$$\sigma = 164,51 + 27,86A + 12,54B - 41,82C - 6,66A^2 - 0,54B^2 + 10,14AC - 1,22BC$$

Les valeurs expérimentales ont été comparées aux valeurs prédites et la figure IV.5 montre la bonne précision et la bonne concordance entre elles avec les coefficients de corrélations : $R^2 = 99,49\%$, $R^2_{adj} = 98,91\%$ et $R^2_{pred} = 97,19\%$.

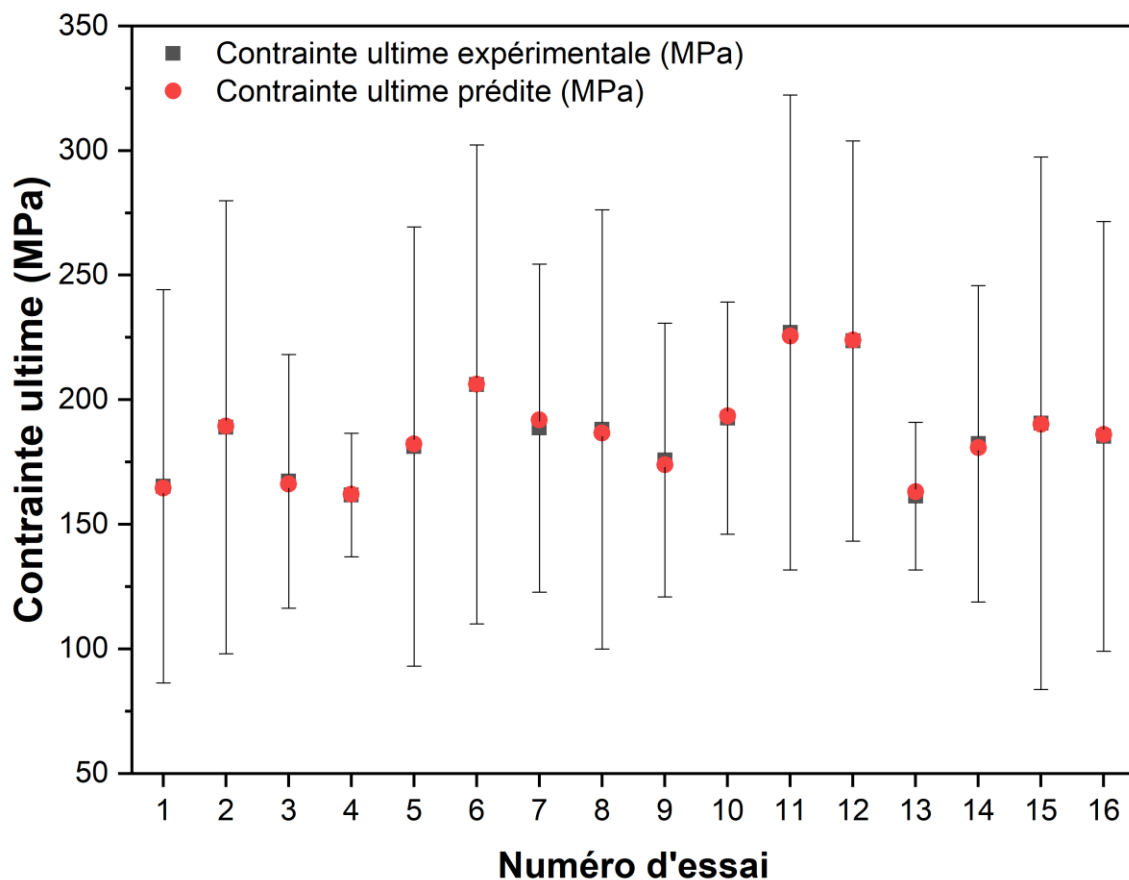


Figure IV.5 Comparaison entre les valeurs expérimentales et prédites de la contrainte ultime.

La droite de régression présentée dans la figure IV.6 permet une comparaison entre les valeurs expérimentales et celles prédites par le modèle obtenu. Plus les valeurs expérimentales seront proches de la droite plus le modèle sera pertinent. L'alignement des nuages des valeurs expérimentales est très proche de la droite, cela veut dire qu'il y a une très bonne concordance entre les valeurs expérimentales et celles obtenues par le modèle. En d'autres termes, cela témoigne de la robustesse du modèle avec $R^2 = 99,5\%$ et indique qu'il est établi et bien ajusté avec un coefficient de $R^2_{adj} = 99,5\%$.

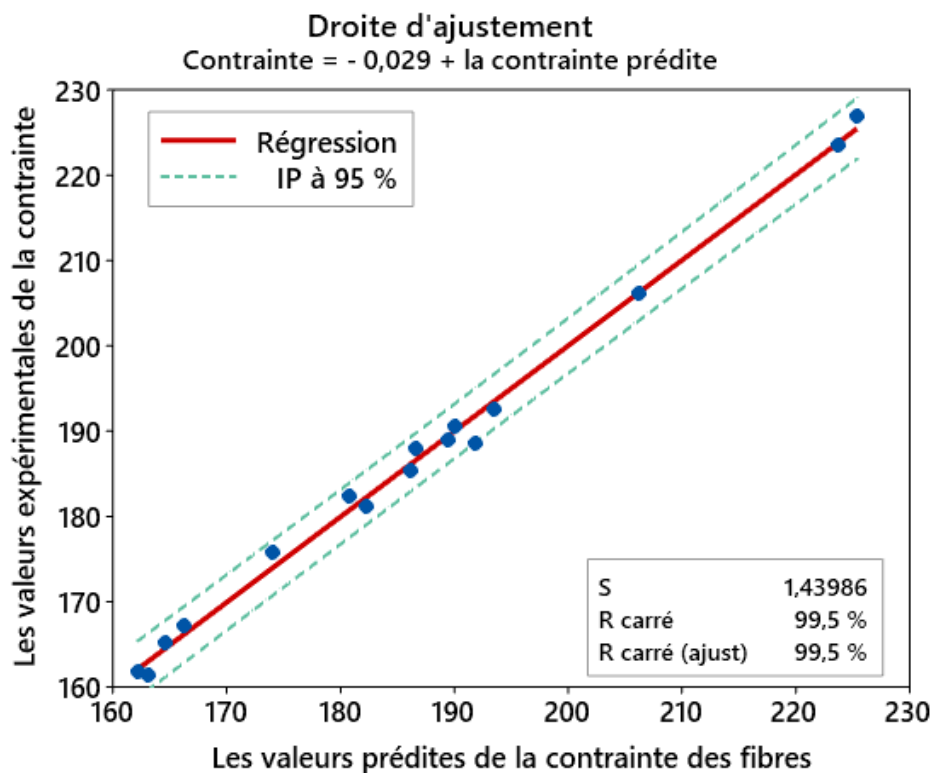


Figure IV.6 Courbe de régression linéaire relative au modèle de la contrainte des fibres.

Pour visualiser l'influence des facteurs choisis sur la contrainte ultime des fibres, les surfaces de réponse 3D et les courbes de contour 2D ont été tracées comme le montre la figure IV.7. L'évolution de la contrainte ultime est présentée en fonction de la concentration de NaOH et du temps d'immersion pour les méthodes d'extraction par ébullition et par rouissage sont présentées respectivement dans les Figures IV.7a et IV.7b. La tendance observée indique une augmentation de la contrainte ultime avec l'augmentation de la concentration de NaOH et du temps d'immersion respectivement jusqu'à 10% et 2,5h pour les fibres extraites par ébullition et jusqu'à 8% et 3,5h pour celles obtenues par rouissage. Au-delà de ces valeurs, les contraintes ultimes diminuent avec l'augmentation de la concentration de NaOH et du temps d'immersion.

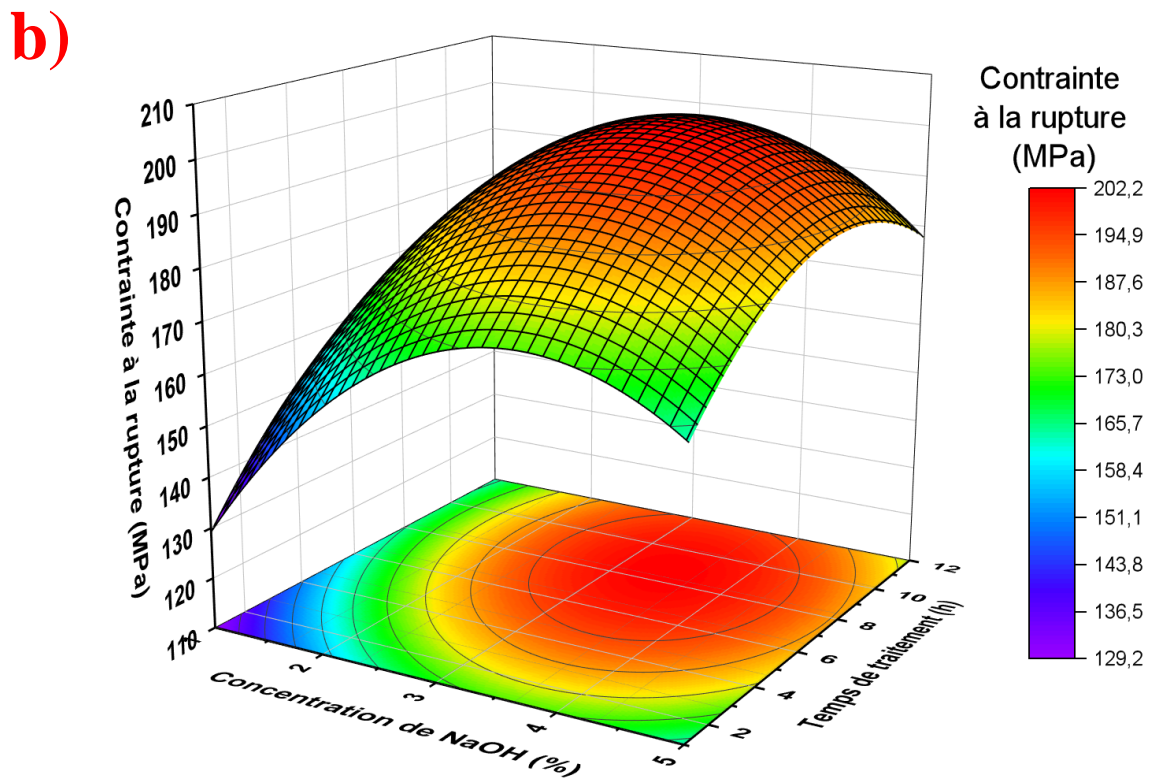
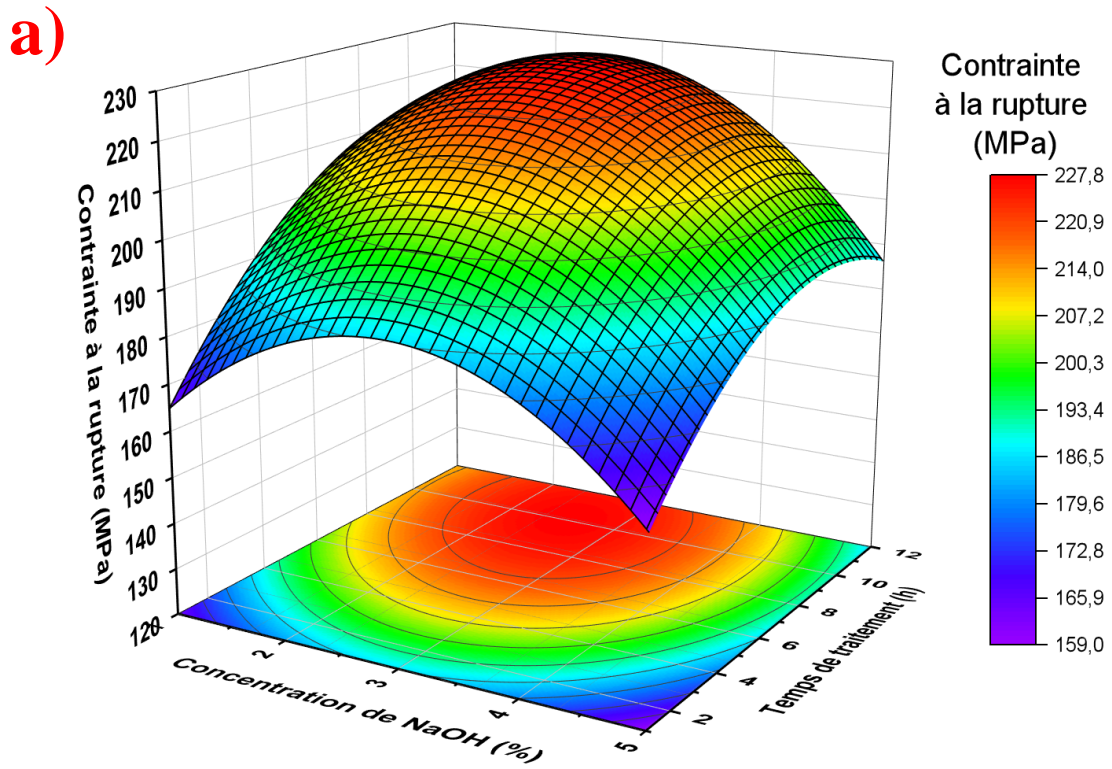


Figure IV.7 Surface de réponse 3D et courbes de contour 2D montrant l'effet de la concentration de NaOH et du temps d'immersion sur la contrainte ultime pour les fibres extraites par : a) ébullition et b) rouissage.

IV.2.2.3 Analyse de la normalité des résultats

Selon Montgomery [148], avant d'adopter les résultats de l'analyse de variance (ANOVA), le modèle sous-jacent doit être vérifié pour son adéquation et l'outil de diagnostic principal est l'analyse résiduelle. Les résidus sont les écarts des valeurs observées de la réponse par rapport aux valeurs prédites, compte tenu du modèle actuel. L'examen des résidus permet de vérifier l'adéquation du modèle. Les graphiques résiduels sont utilisés pour évaluer les données de non-normalité, de variation non aléatoire, de variance non constante et de valeurs aberrantes.

La figure IV.8 montre les diagrammes graphiques complets pour les résidus du modèle à effets fixes analysés par le logiciel Minitab V19.1 qui permet de fournir les tracés suivants :

- La figure IV.8a présente la droite de Henry pour les valeurs résiduelles de la contrainte ultime. Ce graphique de probabilité normale montre les répartitions des résidus disposés au voisinage de la ligne droite de Henry, ce qui signifie que les erreurs sont distribuées normalement, ce qui exclut la présence des valeurs aberrantes dans les données.

- La figure IV.8b montre l'histogramme des valeurs résiduelles qui permet d'étudier la distribution des résidus pour toutes les données prises pour l'analyse de la dispersion (variation) et des valeurs aberrantes dans les données. Cet histogramme montre un motif en forme de cloche presque symétrique indiquant l'absence d'asymétrie et de valeurs aberrantes, ce qui est cohérent avec un échantillon d'une distribution normale.

- La Figure IV.8c présente les valeurs résiduelles en fonction des valeurs ajustées. Le graphique montre des résidus dispersés au hasard autour des deux côtés de 0. Cela signifie qu'il n'y a aucune preuve de variance non constante et de valeur aberrante ce qui implique que tous les points de données sont ajustés dans les limites de contrôle.

- La figure IV.8d montre les résidus par rapport à l'ordre des données. Il s'agit d'un graphique de tous les résidus dans l'ordre dans lequel les données ont été collectées et peut-être utilisées pour trouver des erreurs non aléatoires. Les résidus par rapport à l'ordre fluctuent selon un modèle aléatoire autour de la ligne centrale. De plus, il n'y a aucune preuve des insuffisances du modèle en vérifiant le graphique de l'ordre résiduel par rapport à l'ordre d'observation ou de la valeur ajustée. L'hypothèse selon laquelle les erreurs sont des variables aléatoires non corrélées est confirmée.

Au terme de l'analyse présentée, on peut dire que le modèle satisfait aux hypothèses de l'analyse, indiquant que le modèle est approprié.

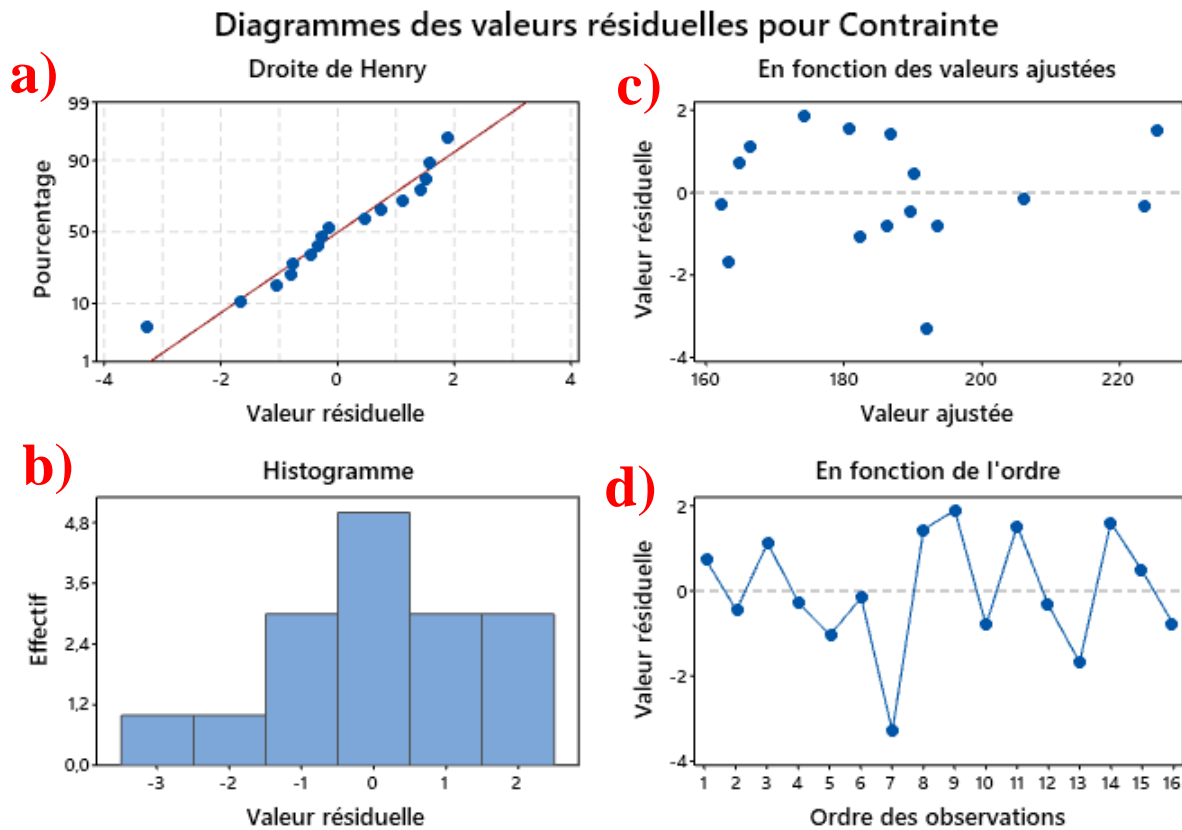


Figure IV.8 Diagrammes des valeurs résiduelles pour la contrainte ultime des fibres.

IV.2.2.4 Validation du modèle de prédiction obtenu

La fiabilité du modèle mathématique de la contrainte ultime développé a été validée en réalisant 4 nouveaux tests TV-1 à TV-4 (Tableau IV.4). Les conditions de ces tests de confirmation ont été choisies de manière à se situer dans les fourchettes des niveaux définies précédemment pour les facteurs étudiés. Le tableau IV.4 présente les valeurs des erreurs relatives entre les valeurs expérimentales et prédites obtenues à partir du modèle de prédiction réduite. La valeur de l'erreur relative est calculée comme suit :

$$\text{Erreur (\%)} = \left| \frac{\text{valeur expérimentale} - \text{valeurs prédite}}{\text{valeur expérimentale}} \right| \times 100 \quad \text{Équation IV.1}$$

Tableau IV.4 Comparaison des valeurs expérimentales et prédites de la contrainte ultime.

N° d'essai	Facteurs			Contrainte ultime expérimentale (MPa)	Contrainte ultime du modèle réduit (MPa)	Erreur relative (%)
	A	B	C			
1	1	1	1	165,27 ± 78,93	164,81	0,28
2	1	4	1	189,01 ± 90,94	190,67	0,88
3	1	8	2	167,29 ± 50,87	168,59	0,78
4	1	12	2	161,81 ± 24,82	165,79	2,46
5	2	1	1	181,18 ± 88,13	182,83	0,91
6	2	4	1	206,13 ± 96,12	208,69	1,24
7	2	8	2	188,63 ± 65,85	196,75	4,30
8	2	12	2	188,10 ± 88,16	193,95	3,11
9	3	1	2	175,87 ± 54,91	174,91	0,55
10	3	4	2	192,70 ± 46,58	197,11	2,29
11	3	8	1	227,04 ± 95,24	232,75	2,51
12	3	12	1	223,59 ± 80,28	234,83	5,03
13	5	1	2	161,36 ± 29,57	164,63	2,03
14	5	4	2	182,36 ± 63,51	186,83	2,45
15	5	8	1	190,61 ± 106,9	202,19	6,08
16	5	12	1	185,37 ± 86,25	204,27	10,20
T.V-1	1	1	2	138,70 ± 35,61	131,91	4,90
T.V-2	2	12	1	221,67 ± 67,96	230,13	3,82
T.V-3	3	8	2	204,17 ± 27,24	211,59	3,63
T.V-4	5	4	1	176,33 ± 47,85	182,83	3,67
L'erreur relative moyenne du plan Taguchi = 2,82%						
L'erreur relative moyenne des tests de validation = 4,01 %						

T.V : Tests de validation.

Les corrélations entre les valeurs prédites et les valeurs expérimentales de la contrainte ultime sont illustrées dans la figure IV.9. L'erreur relative moyenne entre la contrainte ultime expérimentale du plan Taguchi et celle prédite par le modèle obtenu est égale 2,82%. L'erreur relative moyenne entre la contrainte ultime expérimentale des tests de validation et celle prédite par le modèle de Taguchi est égale 4,01%. Cela signifie que les résultats expérimentaux sont très proches aux valeurs prédites donc le modèle est très fiable pour prédire la contrainte ultime.

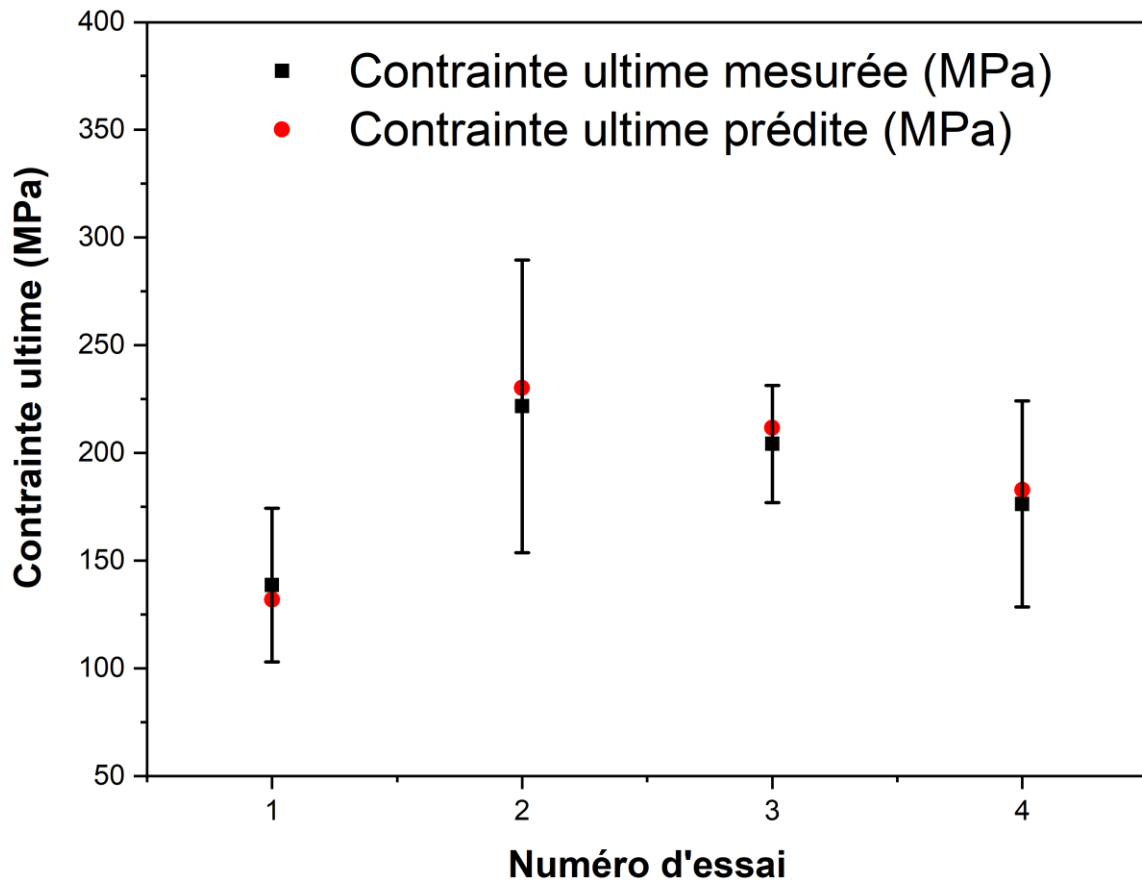


Figure IV.9 Corrélation entre les valeurs expérimentales, de la contrainte ultime, des quatre tests de validation, présentée avec leurs écarts types, et celles obtenues par le modèle de prédiction (points rouges sur la figure).

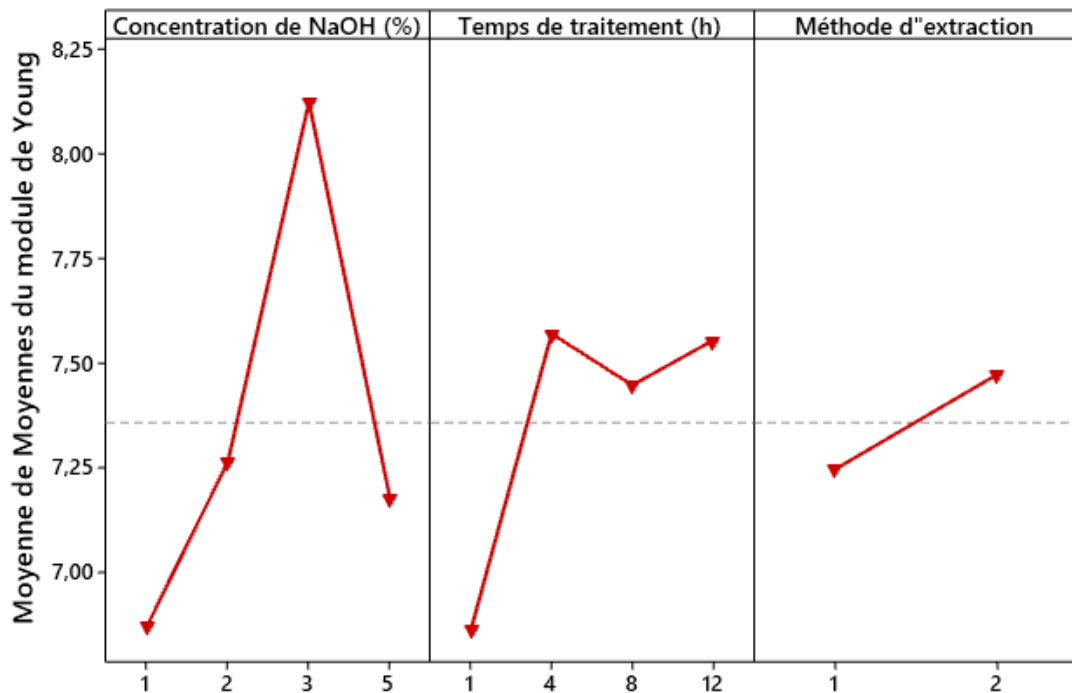
IV.2.3 Analyse statistique et modélisation du module de Young

Les graphiques des principaux effets des résultats de l'analyse de conception de Taguchi pour le module de Young pour les moyennes et rapports signal/bruit pour chaque paramètre sont présentés dans la figure IV.10. Le degré d'influence des différents facteurs sur le module de Young peut être identifié par l'analyse de ces courbes de ces figures, et le facteur le plus influent est celui qui a la pente la plus élevée.

Il ressort clairement d'indiquer du graphique des effets moyens que le module de Young des fibres est maximal au 3^{ème} niveau du paramètre A (3% de concentration du NaOH) et 2^{ème} niveau des paramètre B et C (temps du traitement 4h et méthode extraction par rouissage). L'analyse des effets principaux pour le S/N montre également les mêmes résultats précédents, où le module de Young des fibres est maximal en A3, B2 et C2.

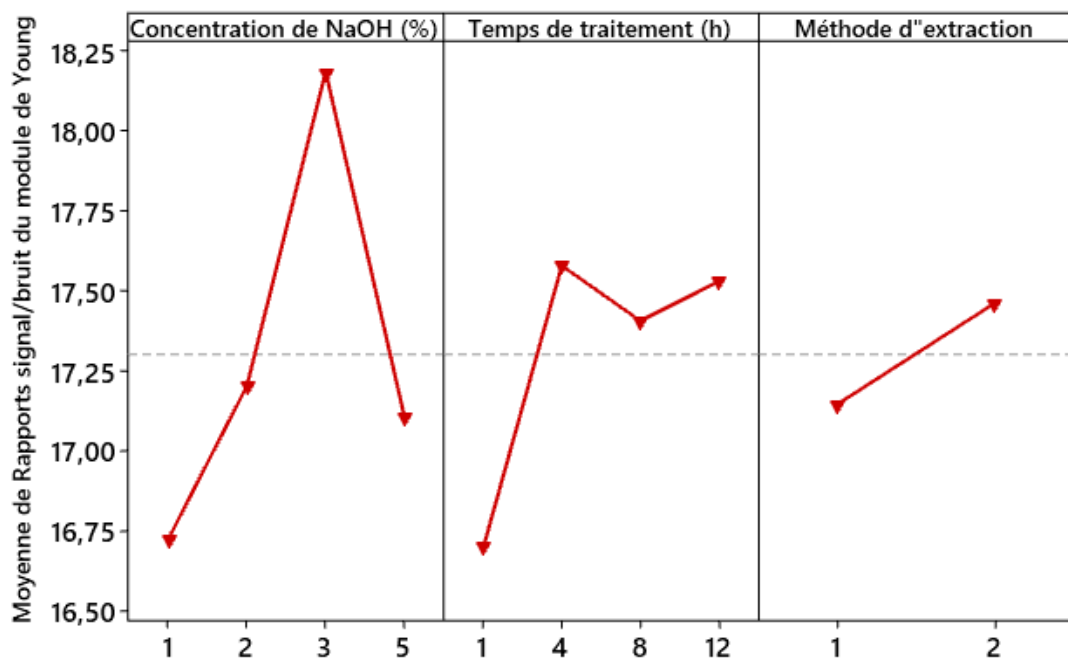
a)

Graphique des effets principaux pour Moyennes
Moyennes des données



b)

Graphique des effets principaux pour Rapports signal/bruit
Moyennes des données



Signal/bruit : Préférer plus grand

Figure IV.10 Graphique des principaux effets des résultats de l'analyse du plan de Taguchi pour le module de Young : a) Moyennes et b) Rapport S/N.

IV.2.3.1 Analyse de la variance (ANOVA)

Le tableau IV.5 montre l'analyse ANOVA utilisée pour traiter statistiquement les résultats des modules de Young des fibres obtenues par le plan de Taguchi et étudier leur signification, d'une manière analogue à celle de la contrainte, l'effet de chaque paramètre à l'aide des valeurs P-value et F-value. Le pourcentage de contribution pour chaque paramètre indiquant le degré d'influence sur la performance du traitement est présenté dans l'avant-dernière colonne du tableau (Cont%).

Le tableau IV.5 montre les effets significatifs du temps du traitement (B), des valeurs quadratiques de la concentration du NaOH (A²) et celle du temps de traitement (B²), des interactions entrent : la concentration du NaOH avec le temps du traitement et la méthode extraction respectivement (AB) et (AC) et le temps du traitement et la méthode d'extraction (BC). Par contre, la concentration du NaOH (A) et la méthode extraction (C) n'ont pas d'effet significatif sur les valeurs du module de Young des fibres.

Tableau IV.5 Résultats de l'ANOVA pour le module de Young des fibres.

Termes	DF	Som des carrés	Moy des carrés	F-Value	P-Value	Cont%	Remarque
Model	8	6,573	0,822	81,66	< 0,001	98,94	Significatif
A	1	0,020	0,020	2,00	0,200	0,32	Non significatif
B	1	2,112	2,112	209,91	< 0,001	33,41	Significatif
C	1	0,052	0,052	5,17	0,057	0,82	Non significatif
A²	1	1,468	1,468	145,93	< 0,001	23,22	Significatif
B²	1	0,544	0,544	54,05	< 0,001	8,60	Significatif
A×B	1	0,075	0,075	7,44	0,029	1,18	Significatif
A×C	1	1,121	1,121	111,37	< 0,001	17,72	Significatif
B×C	1	0,860	0,860	85,49	<0,001	13,61	Significatif
Erreur	7	0,070	0,010			1,11	
Total	15	6,644				100	
Régression		R ² = 98,94%;	R ² _{adj} = 97,73%;			R ² _{pred} = 95,99%	

Les effets des facteurs ainsi que leur ampleur sur le module de Young des fibres sont indiqués dans le graphique de Pareto (Figure IV.11). Les facteurs qui ont un effet significatif (valeurs $p < 0,05$) avec un niveau de signification de 95% sont ceux qui dépassent la ligne verticale ayant pour valeur d'effet normalisé de 2.36 (Figure IV.11). La longueur de chaque bande est proportionnelle à l'effet standard et est classée en conséquence sous forme décroissante. Les facteurs croisés (A^2 et B^2) n'ont pas de signification physique et sont utilisés pour améliorer l'ajustement mathématique du modèle statistique basé sur les données expérimentales.

Le diagramme de Pareto démontre que le temps du traitement (B) a la plus forte influence, suivi par le terme quadratique de la concentration du NaOH (A^2). Ensuite, les termes d'interactions entre la concentration du NaOH et la méthode d'extraction (AC), et le temps du traitement et la méthode d'extraction (BC). Suivi, par le terme quadratique du temps de traitement (B^2) et l'interaction entre la concentration du NaOH et le temps du traitement (AB). Tandis que, les facteurs de la méthode d'extraction (C) et la concentration du NaOH (A) se trouvent en dessous de la valeur de Pareto et donc ils ne sont pas significatifs et n'influencent pas les valeurs du module de Young.

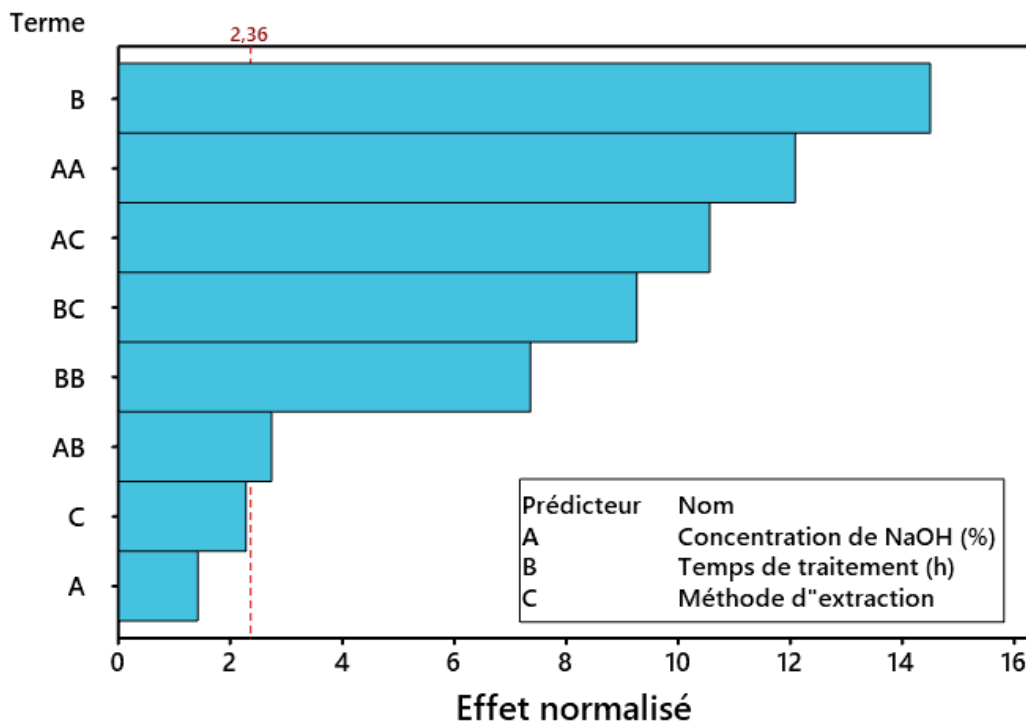


Figure IV.11 Diagramme de Pareto montrant les effets des facteurs sur le module de Young.

IV.2.3.2 Analyse de régression

Les données expérimentales ont été analysées à l'aide du logiciel Minitab V19.1 où une équation polynomiale du second ordre a été obtenue. L'équation comprenait des termes linéaires, quadratiques et interactifs pour les variables testées. Ainsi l'équation mathématique globale donnant le module de Young des fibres, s'écrit sous la forme suivante :

$$E = 5,552 + 0,209A + 0,648B - 0,451C - 0,182A^2 - 0,014B^2 - 0,019AB + 0,605AC - 0,186BC$$

Pour affiner le modèle, seuls les facteurs ayant des effets significatifs sont pris en compte, le coefficient linéaire (B), les termes interactifs (AB, AC, BC) et les coefficients quadratiques (A^2 , B^2), d'où le modèle simplifié sera :

$$E = 5,552 + 0,648B - 0,182A^2 - 0,014B^2 - 0,019AB + 0,605AC - 0,186BC$$

Les valeurs expérimentales ont été comparées aux valeurs prédites et la figure IV.12 montre la bonne précision et la bonne corrélation entre les valeurs moyenne obtenues expérimentalement (point noir) et les valeurs prédites (point rouge) avec les coefficients de corrélations $R^2 = 98,94\%$, $R^2_{adj} = 97,73\%$ et $R^2_{pred} = 95,99\%$.

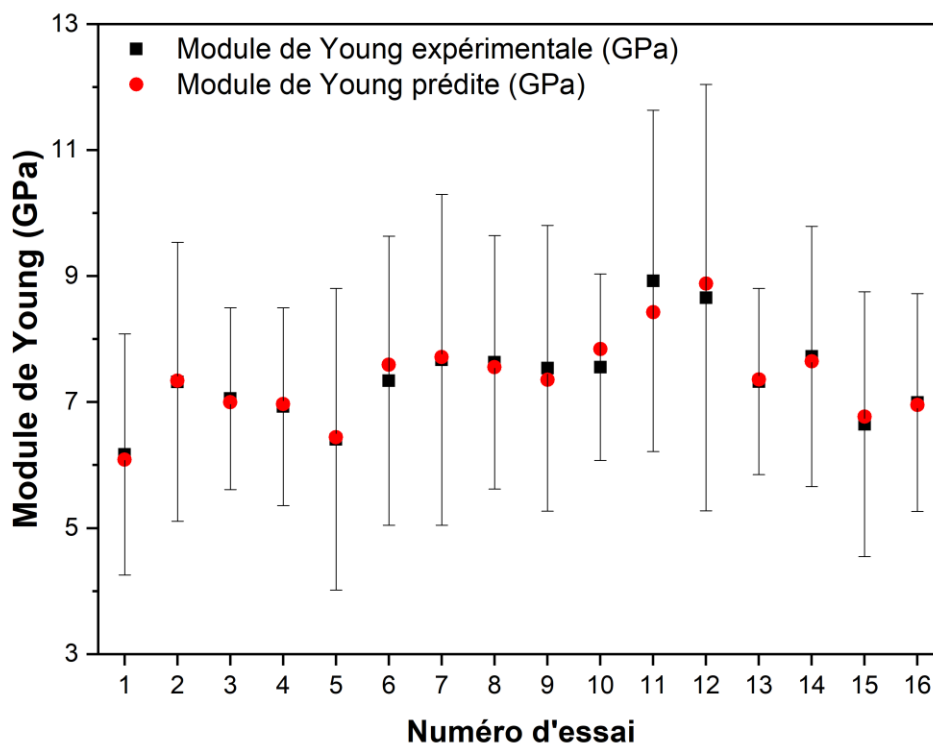


Figure IV.12 Comparaison entre les valeurs expérimentales et celles prédites du module de Young des fibres.

La droite de régression (figure IV.13) permet une comparaison entre les valeurs expérimentales et celles prédites par le modèle obtenu. Plus les valeurs expérimentales seront proches de la droite plus le modèle sera pertinent. L'alignement des nuages des valeurs expérimentales sont tous dans l'intervalle de IP à 95% et très proche de la droite, ce qui montre la fiabilité du modèle établi ayant les coefficients de corrélations : $R^2=98,9\%$ $R^2_{adj} = 98,9\%$.

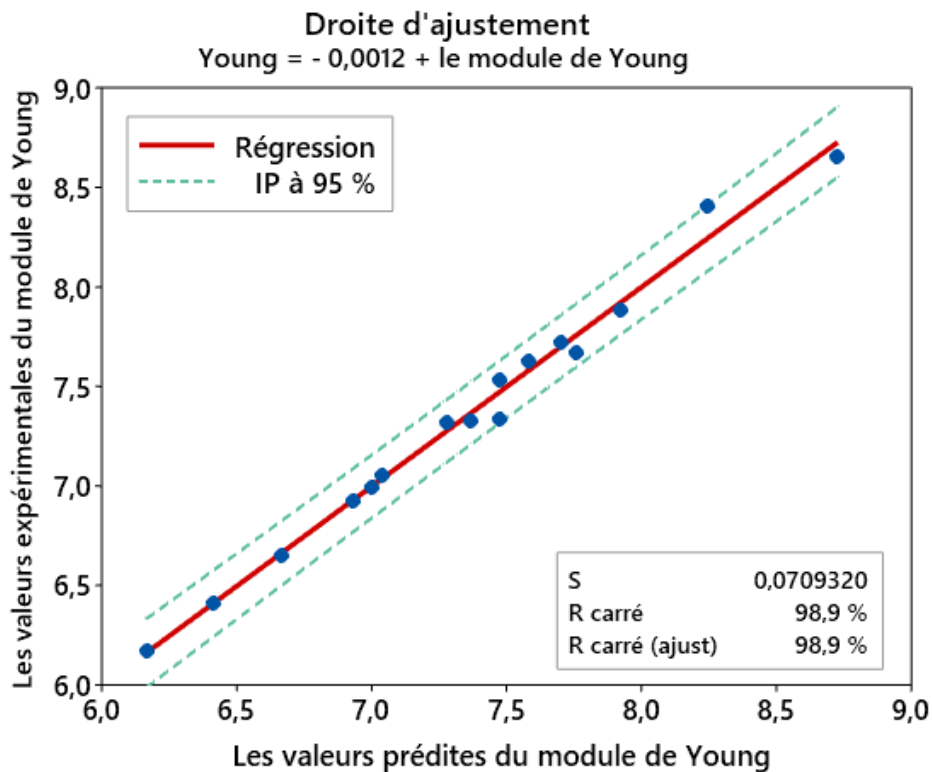


Figure IV.13 Courbe de régression linéaire relative au modèle du module de Young des fibres.

Les figures IV.14 représentent les surfaces de réponses 3D et les courbes de contours 2D de l'évolution des modules de Young en fonction de la concentration de NaOH et du temps d'immersion pour les deux méthodes d'extraction des fibres par ébullition et par rouissage.

Pour les fibres extraites par ébullition le module de Young augmente avec l'accroissement du temps d'immersion et la diminution de la concentration du NaOH. Les valeurs les plus grandes du module de Young sont situées pour des concentrations entre 1 et 2% de NaOH et des temps d'immersion entre 10 et 12h (Figure IV.14a). En revanche, le module de Young des fibres extraites par rouissage augmente avec l'accroissement de la concentration de NaOH et du temps d'immersion et il atteint son maximum au voisinage d'un traitement avec 3,5% de NaOH pour une durée de 6,5 h (Figure IV.14b).

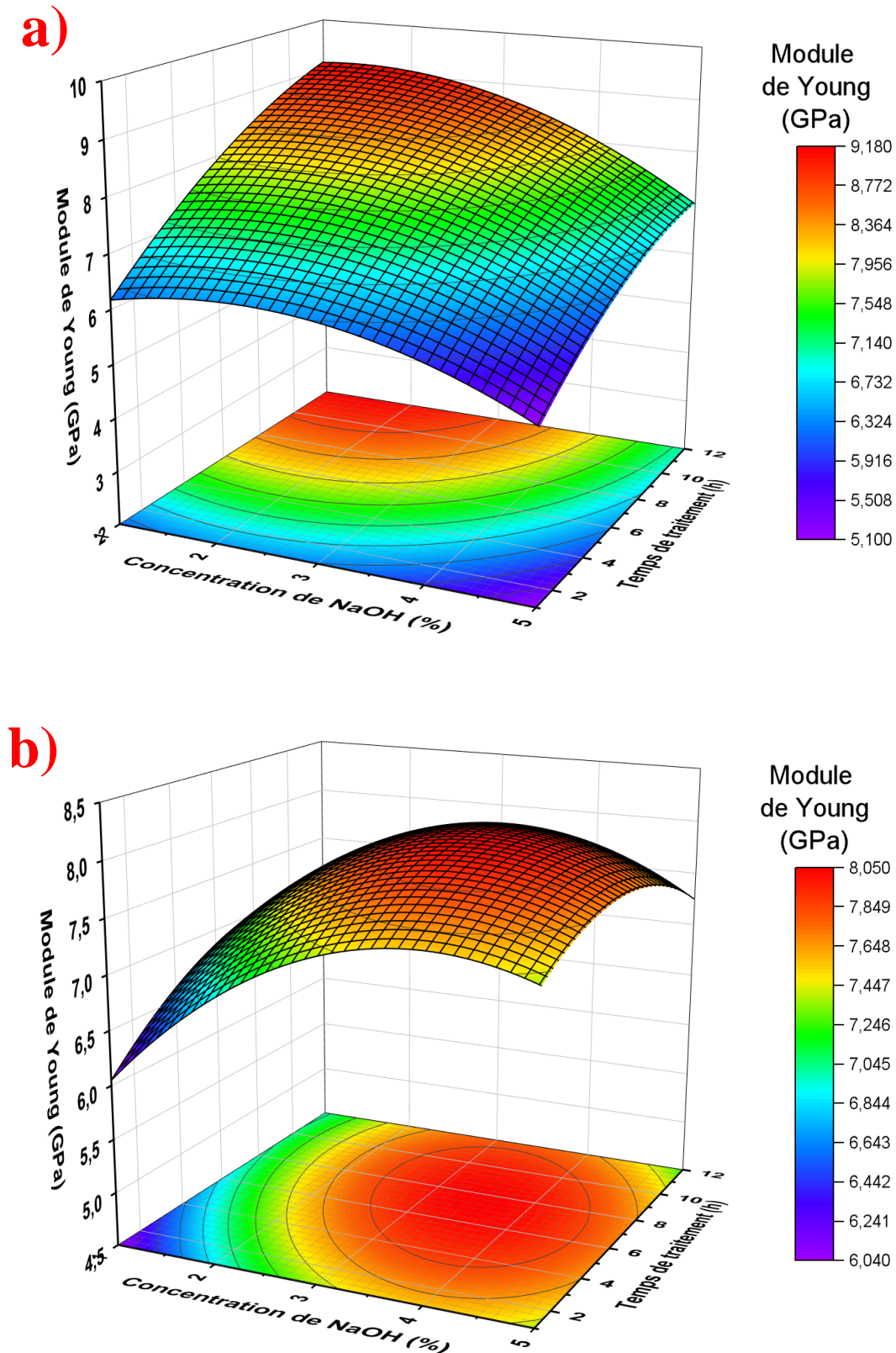


Figure IV.14 Surface de réponse 3D et courbes de contour 2D montrant l'effet de la concentration de NaOH et du temps d'immersion sur le module de Young des fibres extraites par : a) ébullition et b) rouissage.

IV.2.3.3 Analyse de la normalité des résultats

Les résidus des modules de Young, des fibres extraites par rouissage et ébullition, ont été évaluées pour adopter les résultats de l'analyse de variance (ANOVA) et valider le modèle actuel. Les figures IV.15 montrent les différences entre les données observées et les données d'ajustement prévues par les modèles de régression réduits pour évaluer les données de non-normalité, de variation non aléatoire, de variance non constante et de valeurs aberrantes.

Les diagrammes graphiques complets pour les résidus sont les suivants :

- Les valeurs résiduelles des modules de Young sont globalement très bien réparties au voisinage de la droite de Henry, sauf le point maximum qui est un peu éloigné (Figure IV.15a).

- La figure IV.15b montre l'histogramme des valeurs résiduelles. Ce graphique étudie la distribution résiduelle de toutes les données capturées pour analyser la dispersion et les valeurs aberrantes dans les données. La forme en cloche semi-symétrique de l'histogramme des résidus témoigne de l'absence d'écart important et de valeurs aberrantes, ce qui est cohérent avec une distribution normale.

- L'histogramme des valeurs résiduelles en fonction des valeurs ajustées montre que la totalité des points, dispersés au hasard, se situent entre -0,1 et 0,1 à l'exception d'un seul point (Figure IV.15c). En d'autres termes, tous les points de données sont ajustés dans les limites de contrôle, ce qui signifie qu'il n'y a aucune preuve de variance instable et de valeurs aberrantes.

- Les résidus de l'ordre fluctuent, en fonction de l'ordre des données, selon un modèle aléatoire autour de la ligne centrale sont présentés dans la Figure IV.15d. D'une manière similaire que pour la figure IV.15c De plus, les valeurs résiduelles sont très réduites montrant les performances. Dans ce cas, l'hypothèse selon laquelle les erreurs sont des variables aléatoires non corrélées est confirmée.

À la fin de l'analyse présentée, on peut dire que le modèle satisfait les hypothèses de l'analyse, indiquant que le modèle est adéquat.

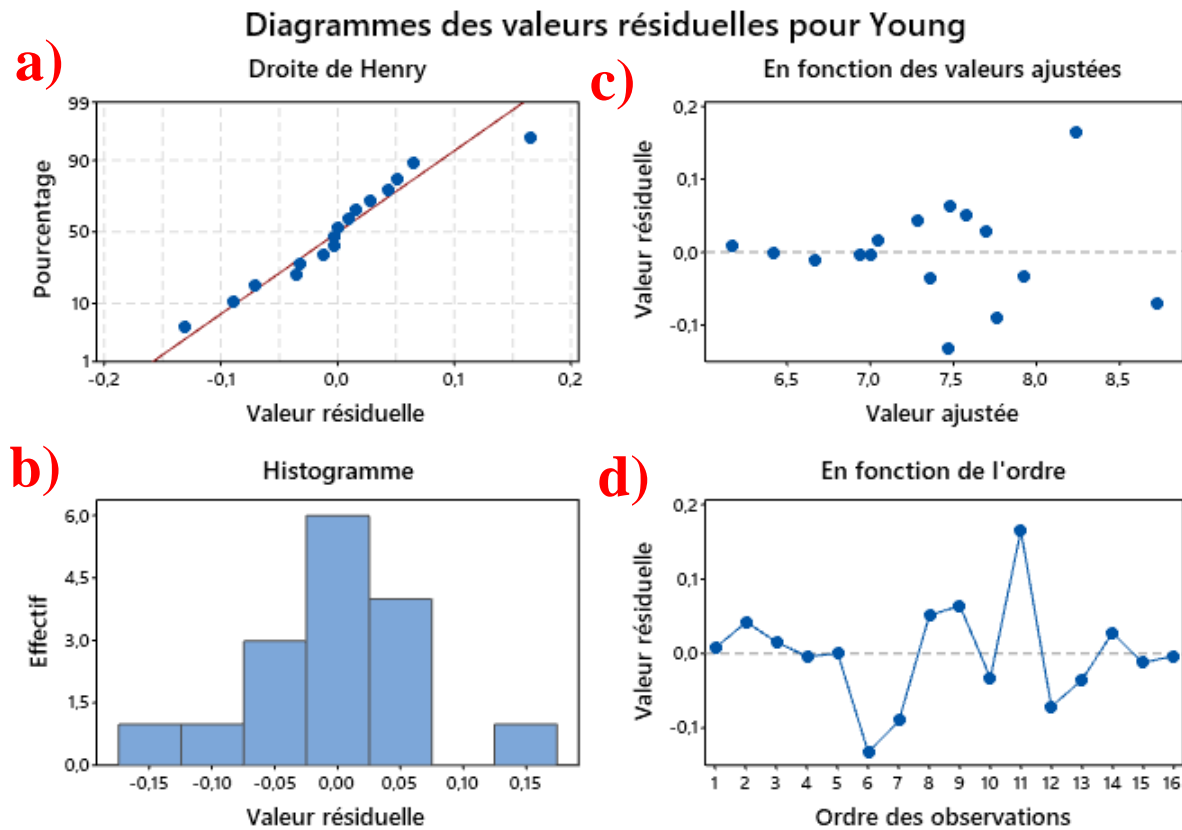


Figure IV.15 Diagrammes des valeurs résiduelles pour les modules de Young des fibres extraites par rouissage et ébullition.

IV.2.3.4 Validation du modèle de prédiction obtenu

Quatre nouveaux tests ont été effectués T-V 1 à T-V 4 (Tableau IV.6) afin de vérifier la fiabilité du modèle mathématique développé pour la prédiction des modules de Young des fibres extraites par ébullition et rouissage. Les conditions de ces tests de validation ont été choisies de manière à se situer dans les fourchettes des niveaux définis précédemment pour les facteurs étudiés.

Les erreurs relatives, des modules de Young des fibres, entre les valeurs expérimentales et celles prédites obtenues à partir du modèle de prédiction réduite, déterminés avec l'équation IV.1 sont récapitulés dans le tableau IV.6.

Tableau IV.6 Comparaison des valeurs expérimentales et celles prédites du module de Young.

N° d'essai	Facteurs			Module de Young expérimentale (GPa)	Module de Young du modèle réduit (GPa)	Erreur relative (%)
	A	B	C			
1	1	1	1	6,17 ± 1,92	6,40	3,73
2	1	4	1	7,32 ± 2,21	7,52	2,73
3	1	8	2	7,06 ± 1,45	7,74	9,63
4	1	12	2	6,93 ± 1,57	7,64	10,25
5	2	1	1	6,41 ± 2,40	6,44	0,47
6	2	4	1	7,34 ± 2,30	7,51	2,32
7	2	8	2	7,67 ± 2,63	8,25	7,56
8	2	12	2	7,63 ± 2,01	8,08	5,90
9	3	1	2	7,54 ± 2,27	7,50	0,53
10	3	4	2	7,89 ± 1,42	8,19	3,80
11	3	8	1	8,41 ± 2,67	8,08	3,92
12	3	12	1	8,66 ± 2,66	8,57	1,04
13	5	1	2	7,33 ± 1,48	7,22	1,50
14	5	4	2	7,73 ± 2,07	7,55	2,33
15	5	8	1	6,65 ± 2,10	6,07	8,72
16	5	12	1	6,99 ± 1,73	6,42	8,15
T.V-1	1	1	2	6,64 ± 1,16	6,82	2,71
T.V-2	2	12	1	9,06 ± 2,32	9,11	0,55
T.V-3	3	8	2	8,14 ± 2,13	8,40	3,19
T.V-4	5	4	1	5,88 ± 1,15	5,28	10,20
L'erreur relative moyenne de plan Taguchi = 4,54%						
L'erreur relative moyenne des tests de validation = 4,16 %						

T.V : Tests de validation.

Les corrélations entre les valeurs prédites et les valeurs expérimentales du module de Young sont également illustrées dans la figure IV.16.

Les erreurs relatives moyennes entre les modules de Young expérimentaux du plan Taguchi et celles des tests de validation par rapport aux valeurs prédites par le modèle obtenu sont respectivement égales à 4,54% et 4,16%. Cela signifie que les résultats expérimentaux sont très proches aux valeurs prédites donc le model est très fiable pour prédire le module de Young.

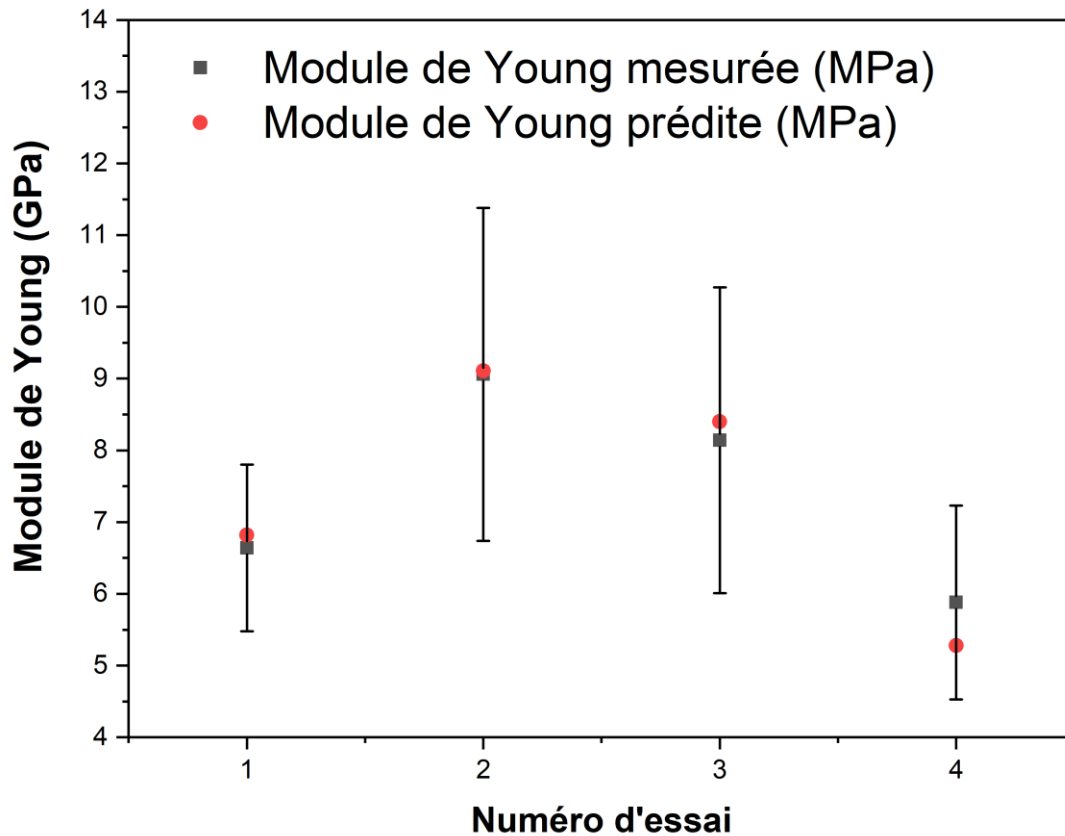


Figure IV.16 Corrélation entre les valeurs expérimentales de validation des modules de Young et celles prédites par le modèle développé.

IV.3 Optimisation multi objectif de la contrainte et du module de Young

La fonction de désirabilité est une technique récente largement utilisée pour l'optimisation simultanée de plusieurs réponses. Afin d'optimiser simultanément la contrainte et le module de Young, la fonction de désirabilité a été adoptée, et leurs résultats auxquels les conditions expérimentales sont optimales sont présentés dans la figure IV.17. La désirabilité de la prédiction de la réponse optimale s'est avérée être de 94,36%, donnant une contrainte ultime de $225,07 \pm 4,88$ MPa et un module de Young de $8,98 \pm 0,24$ GPa pour les fibres extraites par la méthode d'ébullition puis traitées avec 2,24% de NaOH pendant 11 h 38 min de temps d'immersion (Tableau IV.8).

Tableau IV.7 Solution optimale permettant l'optimisation de la contrainte ultime et du module de Young.

Solution	Concentration de NaOH (%)	Temps de traitement (h)	Méthode d'extraction	Contrainte ultime (MPa)	Module de Young (GPa)	Désirabilité composite
1	2,24	11,63	1	$225,06 \pm 4,88$	$8,98 \pm 0,24$	0,9436

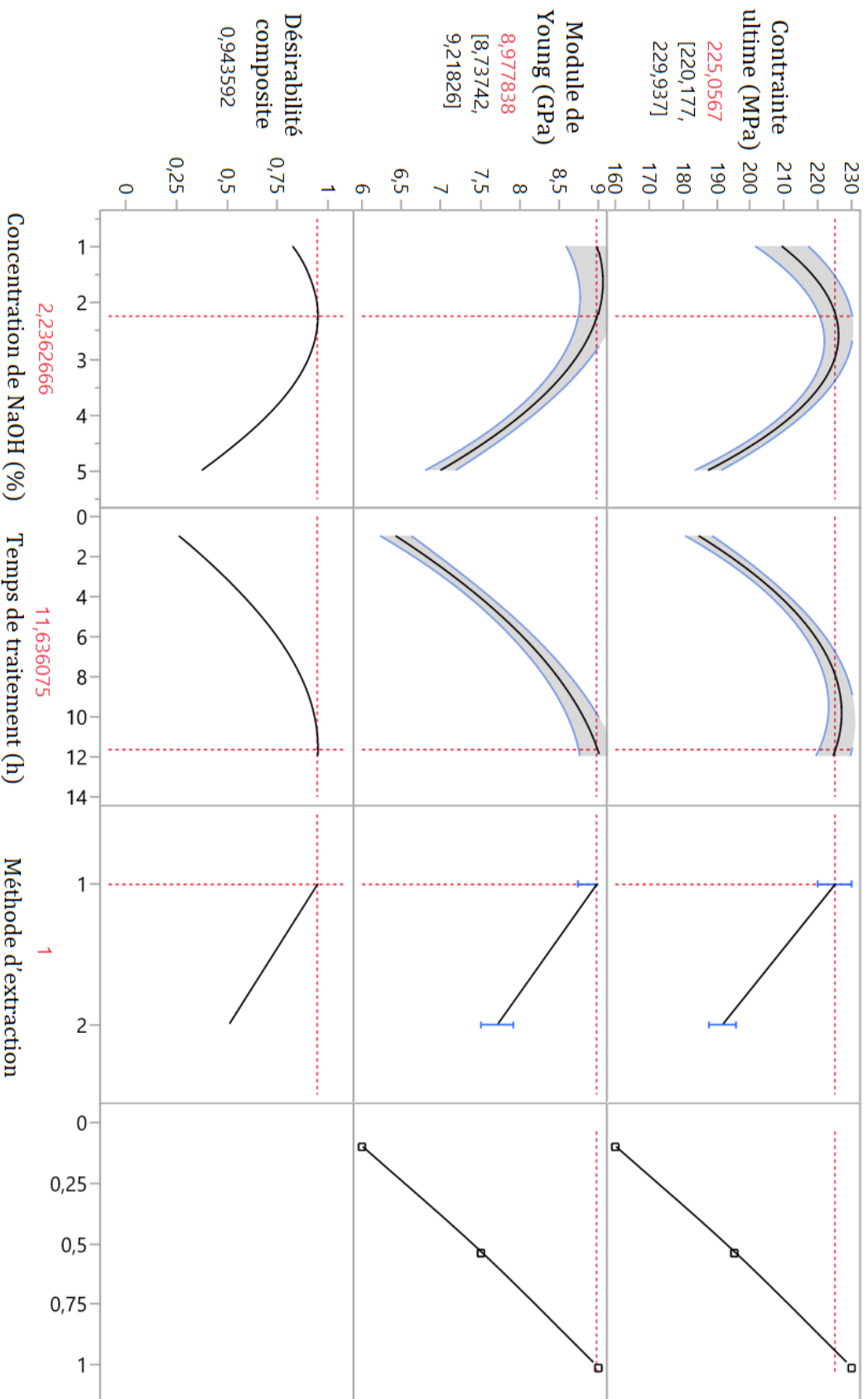


Figure IV.17 Profils de désirabilité de la contrainte et du module de Young.

IV.4 Analyse des distributions des propriétés mécaniques des fibres non traitées et traitées

Pour déterminer les meilleures distributions statistiques pouvant s'adapter aux données du diamètre, contrainte ultime, module de Young et la déformation à la rupture pour les fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h, plusieurs lois de distribution telles que : Weibull à deux et à trois paramètres, normale, log-normale et log-logistique à trois paramètres ont été utilisées, comme le montrent les figures IV.18, IV.19, IV.20 et IV.21. Le paramètre de chaque distribution a été déterminé par la méthode des moindres carrés (MC). Ensuite, les schémas des distributions ont été superposés aux données expérimentales et les valeurs des coefficients de corrélation R^2 ont été utilisées pour identifier les modèles qui correspondent le mieux. Les résultats expérimentaux et leurs résultats moyens obtenus par les différentes lois statistiques sont présentés dans le tableau IV.7.

L'analyse des figures IV.18, IV.19, IV.20 et IV.21 montre que les lignes droites des différentes méthodes de distribution correspondent bien à la distribution des données expérimentales des caractéristiques des fibres testées. L'analyse des résultats du tableau IV.7 montre que les méthodes de distributions choisies permettent d'avoir des valeurs des coefficients de corrélations R^2 supérieures à 90%. D'une manière générale, les valeurs de R^2 les plus faibles et les plus élevées sont enregistrées respectivement pour les méthodes de Weibull à deux paramètres et à trois paramètres comparativement aux autres méthodes. D'où les résultats obtenus pour FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h sont les suivants pour :

- Les diamètres moyens obtenus sont égaux à : $533,71 \pm 70,99$, $510,17 \pm 63,13$, $411,89 \pm 40,97$ et $372,53 \pm 30,01$ et leurs valeurs de R^2 sont respectivement comme suit : 98,10, 98,62, 97,18, 98,21.

- Les valeurs des contraintes ultimes moyennes obtenues sont les suivantes : $116,56 \pm 35,09$, $99,61 \pm 18,72$, $238,67 \pm 143,20$ et $192,78 \pm 42,25$ et leurs R^2 correspondant sont respectivement égales à : 98,91, 99,35, 99,12, 98,75.

- Les modules de Young moyens obtenus sont égaux à : $5,75 \pm 2,17$, $4,29 \pm 0,88$, $8,45 \pm 2,81$ et $7,90 \pm 1,45$ et leurs valeurs de R^2 sont respectivement : 98,17, 99,16, 98,59 et 99,62.

- Les valeurs des déformations à la rupture obtenues sont les suivantes : $2,54 \pm 0,50$, $2,73 \pm 0,36$, $3,21 \pm 0,49$ et $2,81 \pm 0,59$ et leurs R^2 correspondant sont respectivement égales à : 98,60, 97,34, 98,32 et 98,93.

Tous ces résultats obtenus par Weibull à trois paramètres indiquent bien un très bon ajustement avec les résultats expérimentaux.

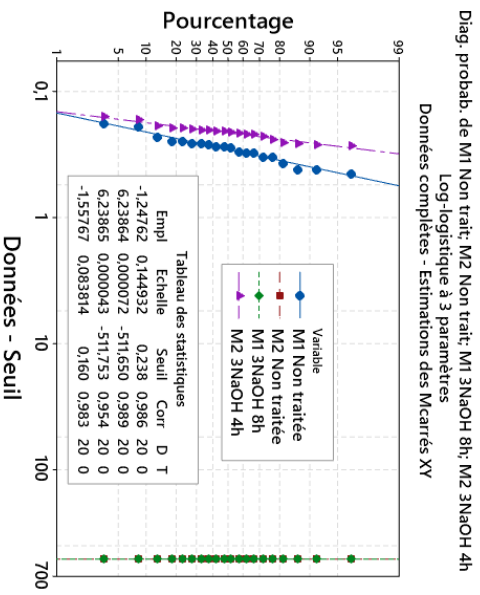
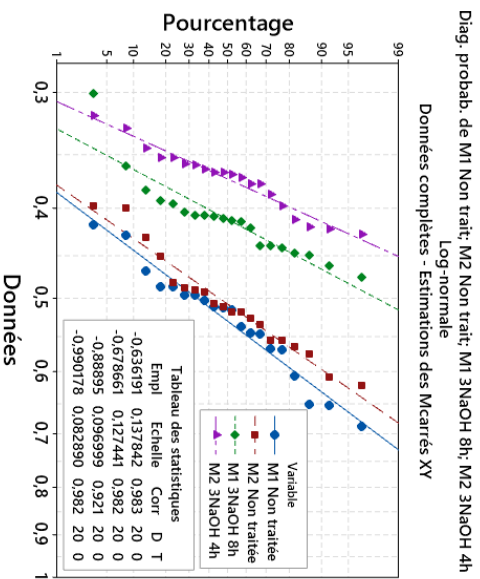
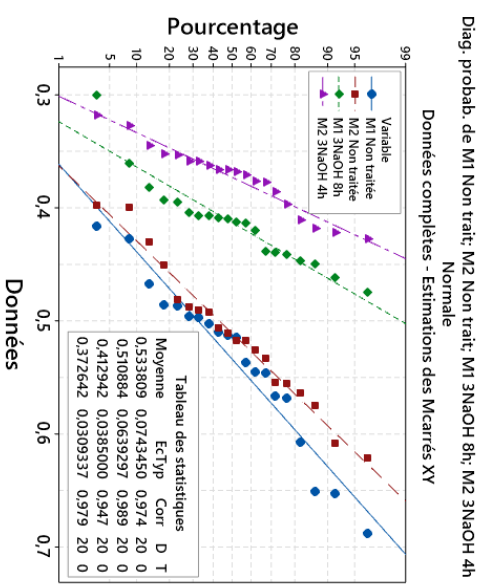
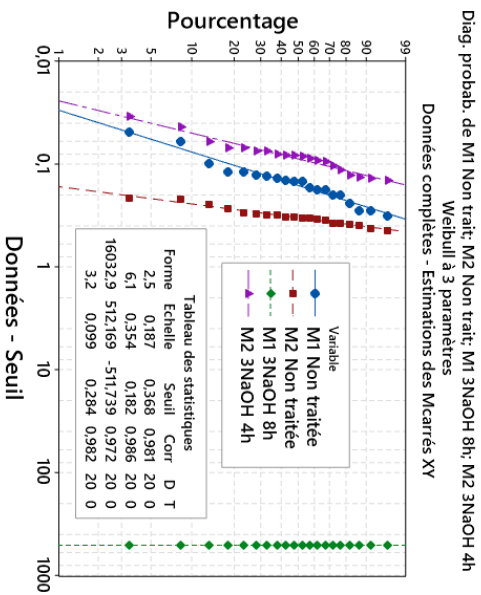
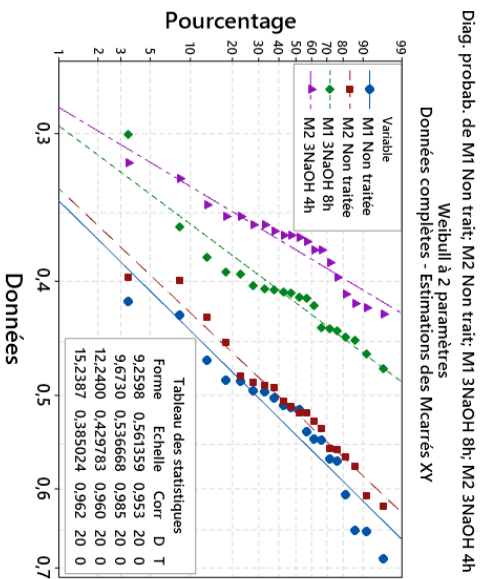


Figure IV.18 Distributions des diamètres des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h avec différentes lois statistiques.

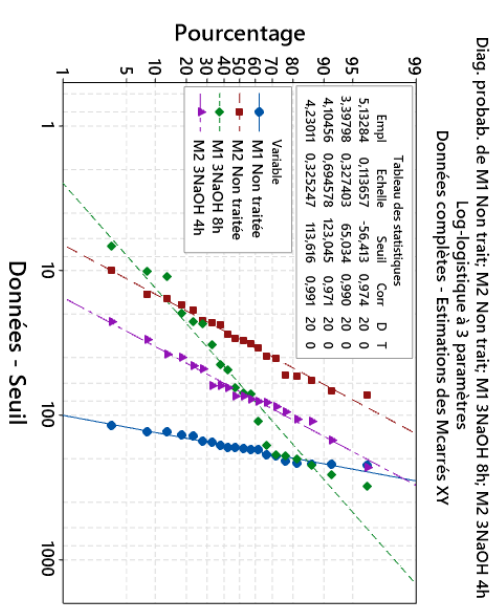
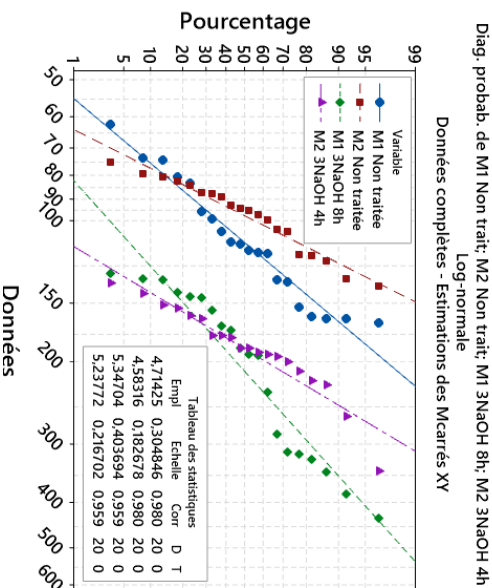
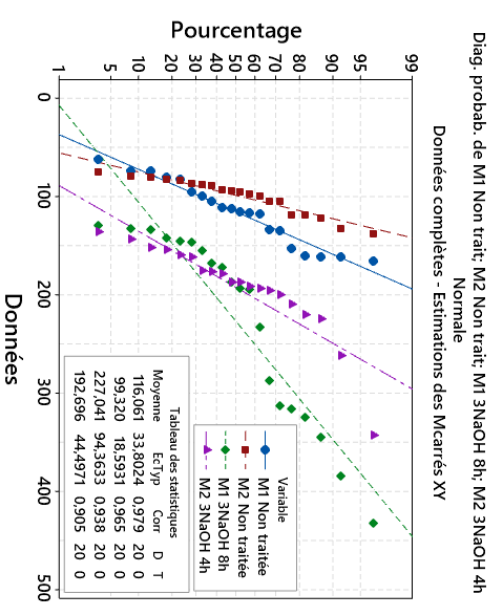
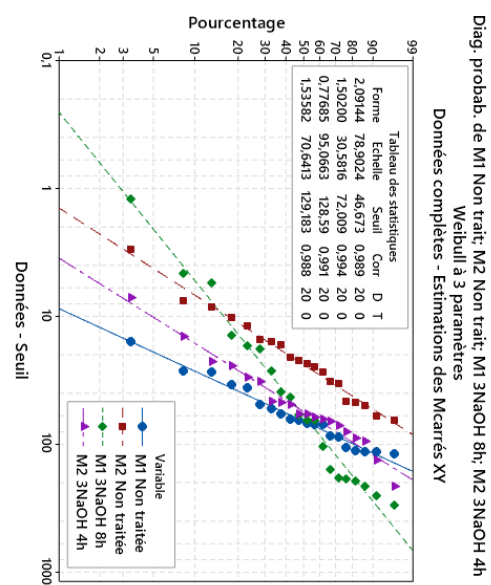
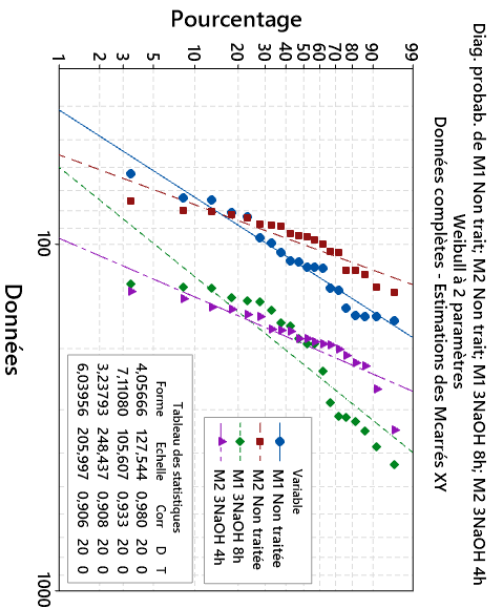


Figure IV.19 Distributions des contraintes des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h avec différentes lois statistiques.

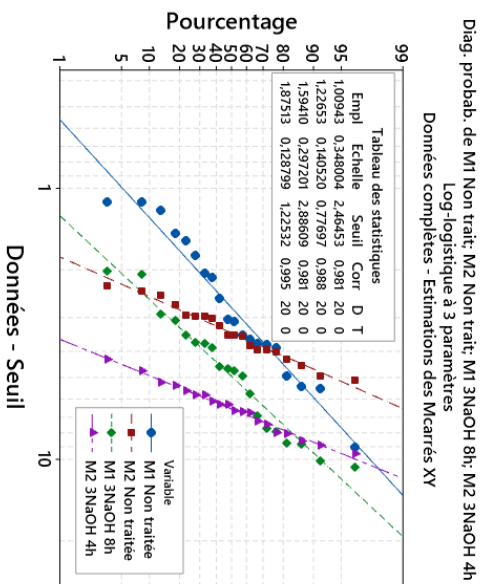
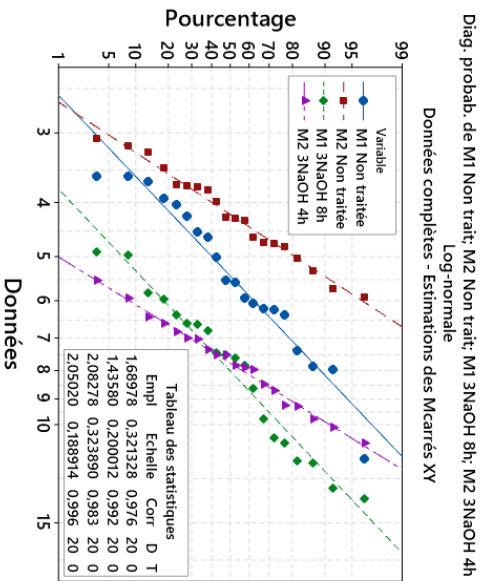
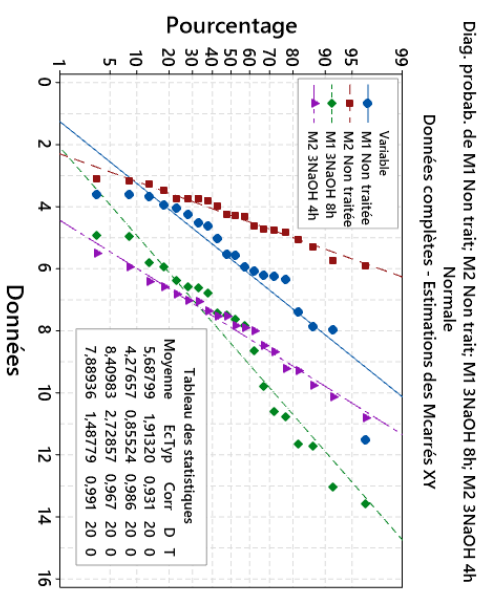
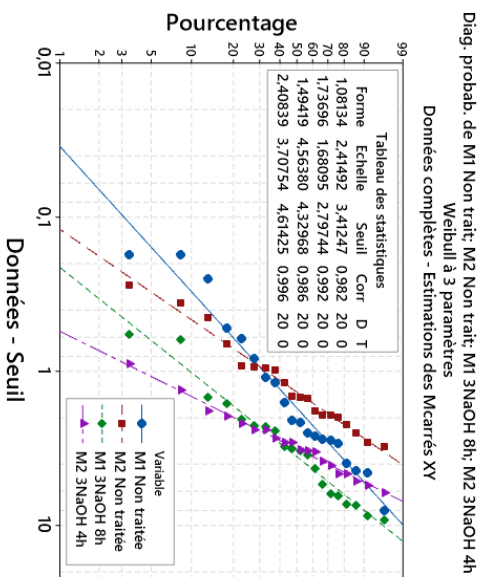
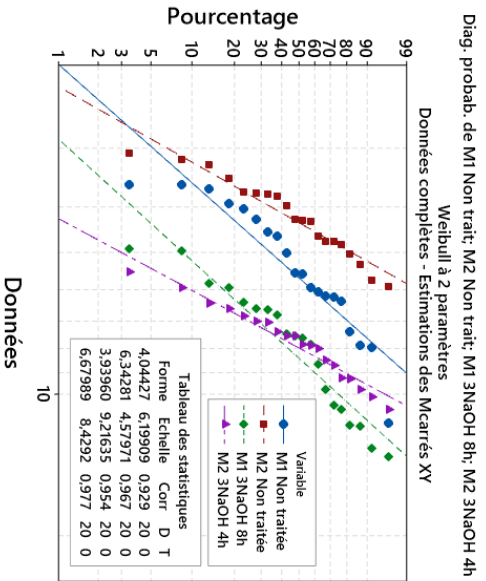


Figure IV.20 Distributions des modules de Young des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h avec différentes lois statistiques.

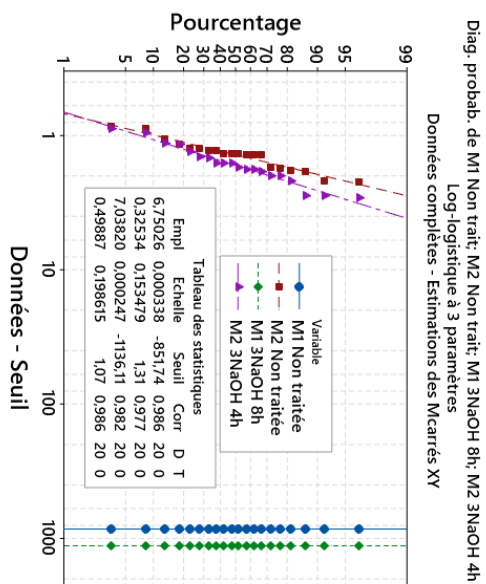
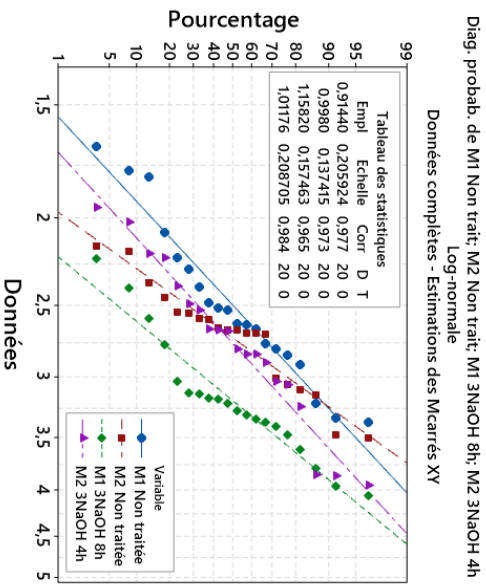
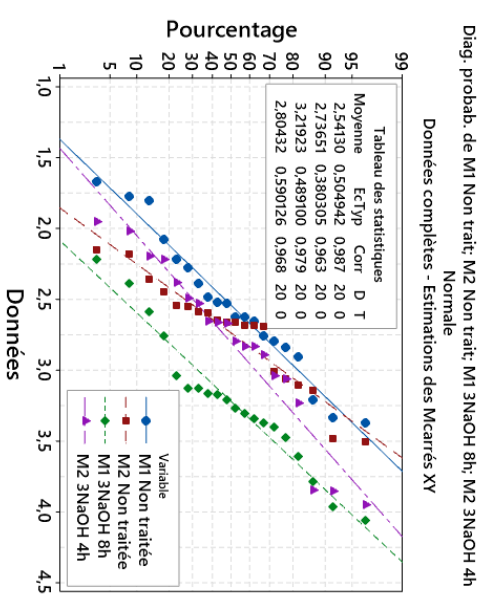
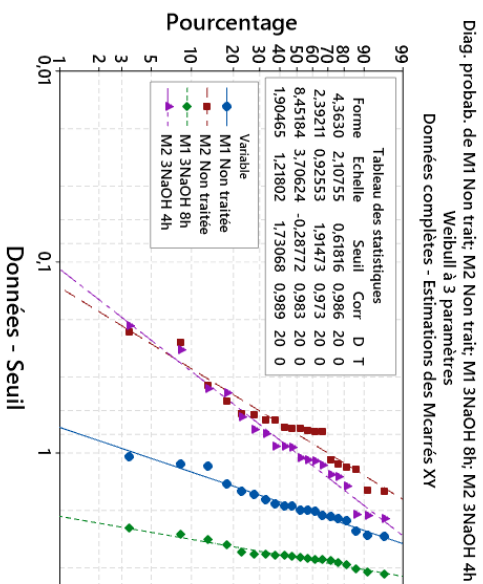
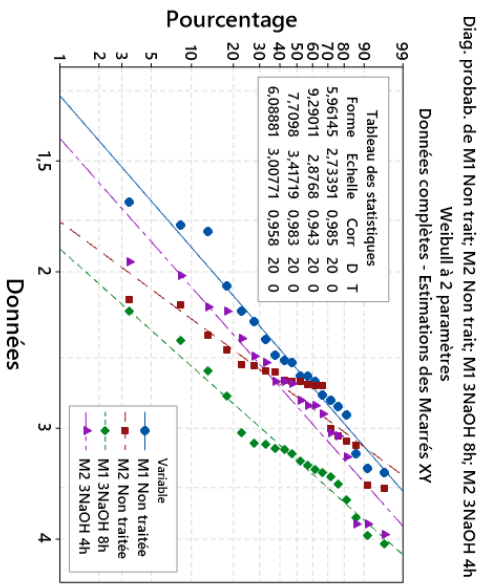


Figure IV.21 Distributions des déformations à la rupture des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h avec différentes lois statistiques.

Tableau IV.8 Propriétés mécaniques moyennes des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h obtenues avec différentes lois statistiques.

Paramètre	Loi de distribution	Résultat	Type de fibres			
			FEB-NT	FER-NT	FEB-T3N8h	FER-T3N4h
Diamètre	Weibull à deux paramètres	Moyen (μm)	532,26 \pm 68,85	509,83 \pm 63,29	412,15 \pm 40,93	371,99 \pm 68,85
		R ² (%)	95,27	98,52	95,97	96,19
	Weibull à trois paramètres	Moyen (μm)	533,71 \pm 70,99	510,17 \pm 63,13	411,89 \pm 40,97	372,53 \pm 30,01
		R ² (%)	98,10	98,62	97,18	98,21
	Normale	Moyen (μm)	533,81 \pm 74,34	510,84 \pm 63,93	412,94 \pm 38,50	372,64 \pm 30,93
		R ² (%)	97,37	98,87	94,66	97,93
	Log-normale	Moyen (μm)	534,35 \pm 74,01	511,43 \pm 65,44	413,02 \pm 40,15	372,79 \pm 30,95
		R ² (%)	98,27	98,15	92,08	98,19
	Log-logistique à trois paramètres	Moyen (μm)	535,83 \pm 81,63	510,88 \pm 66,49	412,94 \pm 40,37	373,10 \pm 32,85
		R ² (%)	98,61	98,86	95,43	98,26
Contrainte	Weibull à deux paramètres	Moyen (MPa)	115,70 \pm 32,05	98,87 \pm 16,37	222,64 \pm 75,56	191,17 \pm 36,82
		R ² (%)	98,01	93,32	90,76	90,64
	Weibull à trois paramètres	Moyen (MPa)	116,56 \pm 35,09	99,61 \pm 18,72	238,67 \pm 143,2	192,78 \pm 42,25
		R ² (%)	98,91	99,35	99,12	98,75
	Normale	Moyen (MPa)	116,06 \pm 33,80	99,32 \pm 18,59	227,04 \pm 94,6	192,70 \pm 44,50
		R ² (%)	97,90	96,45	93,83	90,47
	Log-normale	Moyen (MPa)	116,83 \pm 36,46	99,46 \pm 18,32	227,81 \pm 95,84	192,71 \pm 42,26
		R ² (%)	97,95	99,47	95,84	95,87
	Log-logistique à trois paramètres	Moyen (MPa)	116,74 \pm 36,64	100,94 \pm 28,13	284,56 \pm 83,66	195,93 \pm 63,76
		R ² (%)	97,44	99,00	97,08	99,14
Module de Young	Weibull à deux paramètres	Moyen (GPa)	5,62 \pm 1,56	4,26 \pm 0,78	8,34 \pm 2,37	7,86 \pm 1,38
		R ² (%)	92,90	96,73	97,36	97,71
	Weibull à trois paramètres	Moyen (GPa)	5,75 \pm 2,17	4,29 \pm 0,88	8,45 \pm 2,81	7,90 \pm 1,45
		R ² (%)	98,17	99,16	98,59	99,62
	Normale	Moyen (GPa)	5,67 \pm 1,91	4,27 \pm 0,86	8,41 \pm 2,73	7,89 \pm 1,49
		R ² (%)	93,06	98,60	96,74	99,06
	Log-normale	Moyen (GPa)	5,70 \pm 1,88	4,29 \pm 0,87	8,45 \pm 2,81	7,90 \pm 1,50
		R ² (%)	97,56	99,17	98,33	99,64
	Log-logistique à trois paramètres	Moyen (GPa)	5,84 \pm 2,95	4,29 \pm 0,93	8,60 \pm 3,82	7,93 \pm 1,62
		R ² (%)	98,12	98,76	98,07	99,50
Déformation	Weibull à deux paramètres	Moyen (%)	2,53 \pm 0,94	2,73 \pm 0,35	3,21 \pm 0,49	2,79 \pm 0,53
		R ² (%)	98,53	94,29	98,32	95,82
	Weibull à trois paramètres	Moyen (%)	2,54 \pm 0,50	2,73 \pm 0,36	3,21 \pm 0,49	2,81 \pm 0,59
		R ² (%)	98,60	97,34	98,32	98,93
	Normale	Moyen (%)	2,54 \pm 0,50	2,73 \pm 0,38	3,22 \pm 0,49	2,80 \pm 0,59
		R ² (%)	98,73	96,33	97,88	96,82
	Log-normale	Moyen (%)	2,55 \pm 0,53	2,74 \pm 0,38	3,22 \pm 0,51	2,81 \pm 0,59
		R ² (%)	97,75	97,27	96,46	98,40
	Log-logistique à trois paramètres	Moyen (%)	2,54 \pm 0,52	2,75 \pm 0,42	3,22 \pm 0,51	2,83 \pm 0,67
		R ² (%)	98,58	97,70	98,21	98,57

IV.5 Caractérisation mécanique des résines et des biocomposites

IV.5.1 Caractérisation en traction

Quatre éprouvettes de résine polyester ont été testées en traction jusqu'à la rupture avec une vitesse de 2 mm/min. Leurs courbes de réponse contraintes/déformations sont illustrées sur la Figure IV.22 et leurs caractéristiques mécaniques moyennes avec leurs écarts types sont résumés dans le Tableau IV.8. En général, ces courbes présentent un comportement quasi identique, dont la variation s'effectue en deux phases : la première phase linéaire suivie d'une deuxième phase quasi-linéaire jusqu'à la rupture brutale. D'où les caractéristiques mécaniques moyennes obtenues sont égales à $13,38 \pm 1,06$ MPa pour la contrainte ultime, $2,07 \pm 0,52$ GPa pour le module de Young et $0,85 \pm 0,05$ % pour la déformation à la rupture.

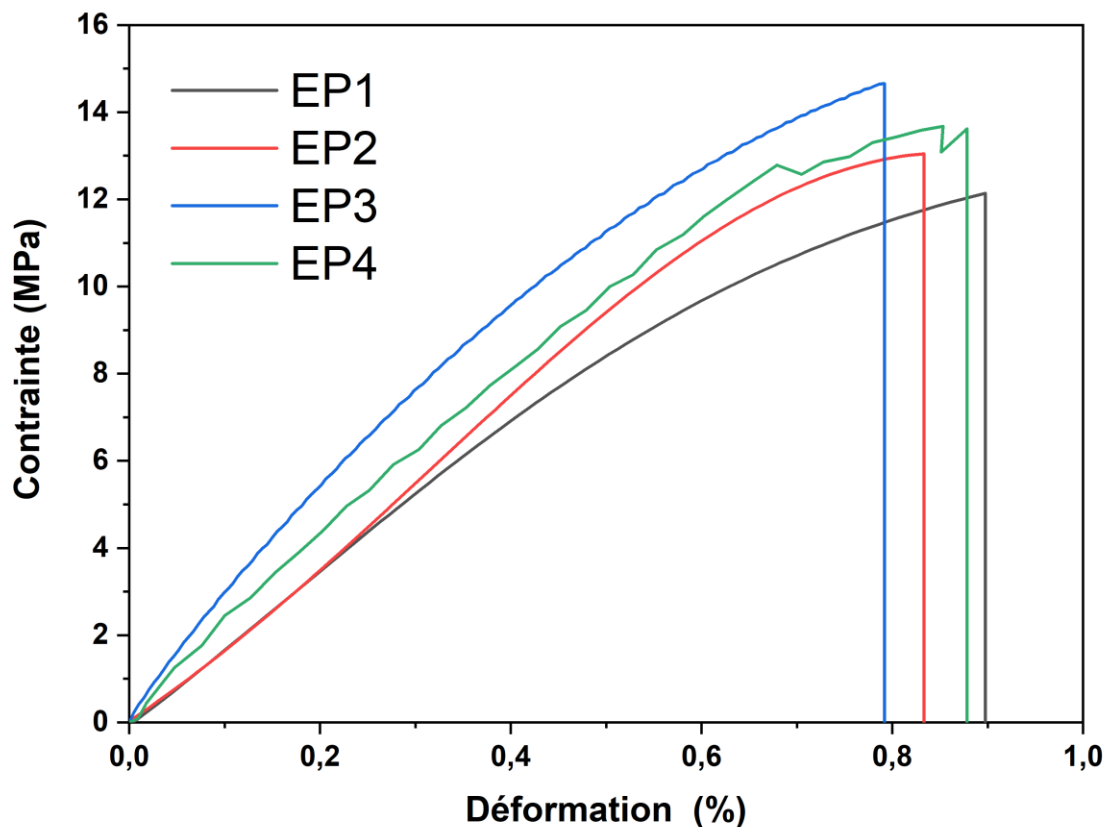


Figure IV.22 Contrainte/déformation de quatre éprouvettes en résine polyester sollicitées en traction.

La figure IV.23 représente les courbes contraintes/déformation des composites FFV non traités/polyester (Composites NT) et FFV traitée (meilleur cas : Composites T)/polyester élaborés avec 2 plis unidirectionnel.

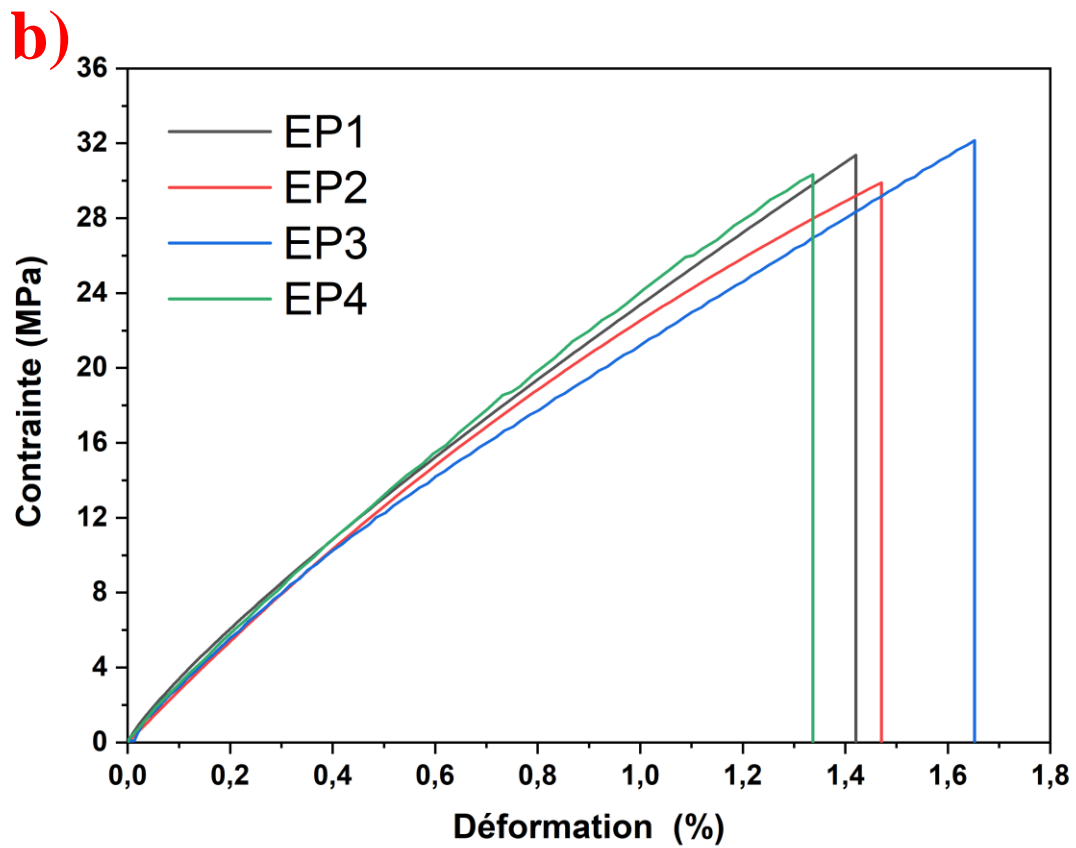
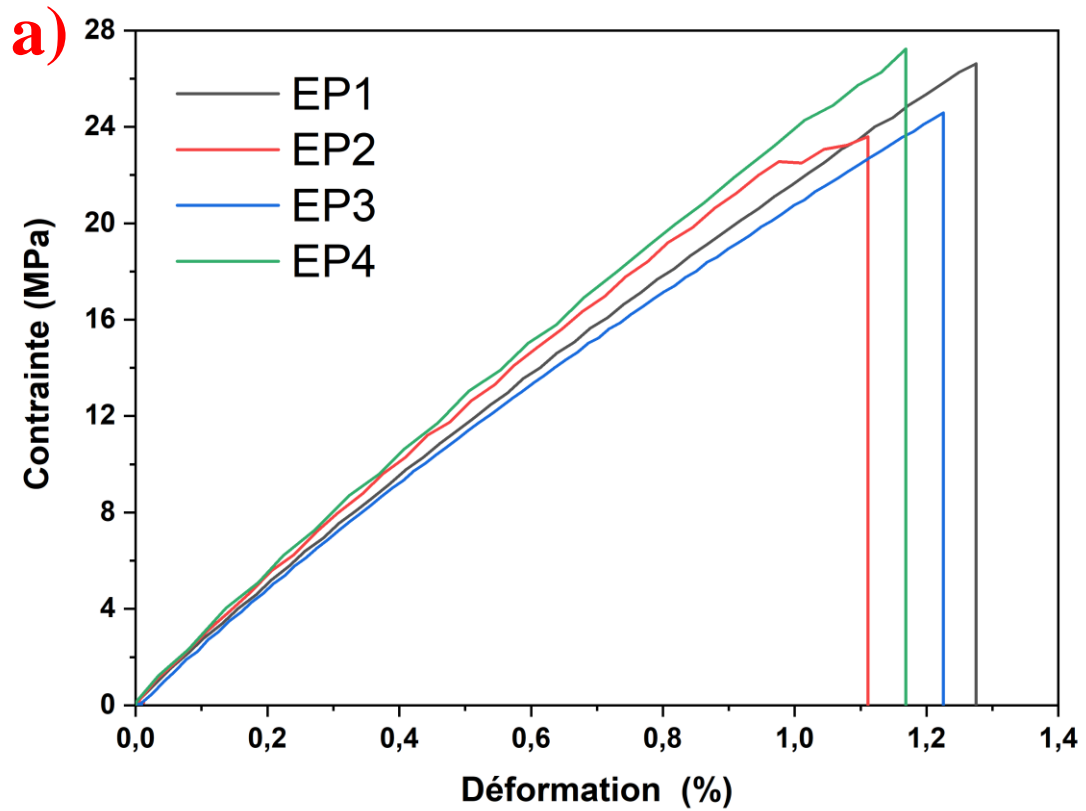


Figure IV.23 Contrainte/déformation de quatre éprouvettes sollicitées en traction pour les composites : a) FFV non traités/polyester et b) FFV traités/polyester.

L'allure générale des courbes montre un comportement quasi-linéaire jusqu'à la rupture brutale pour les composites NT et les composites T. D'où les propriétés mécaniques obtenues expérimentalement pour les composites NT et les composites T sont respectivement égales à $25,51 \pm 1,71$ MPa et $30,93 \pm 2,46$ MPa pour les contraintes ultimes, $2,31 \pm 0,03$ GPa et $2,46 \pm 0,12$ GPa pour les modules de Young et $1,19 \pm 0,07$ % et $1,47 \pm 0,13$ % pour les déformations à la rupture. Le traitement des fibres est bénéfique du fait qu'il permet d'avoir des augmentations respectives de la contrainte, du module de Young et de la déformation à la rupture de l'ordre de 21,25 %, 6,50 % et 23,53 %.

L'effet du renforcement de la résine par des fibres traitées et non traitées est clairement illustré à la figure IV.24. L'analyse des résultats obtenus montre que les propriétés mécaniques des composites (FFV non traités/polyester et FFV traitée/polyester) sont largement supérieures à celles de la résine polyester, enregistrant des augmentations respectives de 90,66% et 131,16% pour la contrainte ultime, 11,60 % et 18,84% pour le module de Young et 40,01% et 72,94% pour la déformation à la rupture.

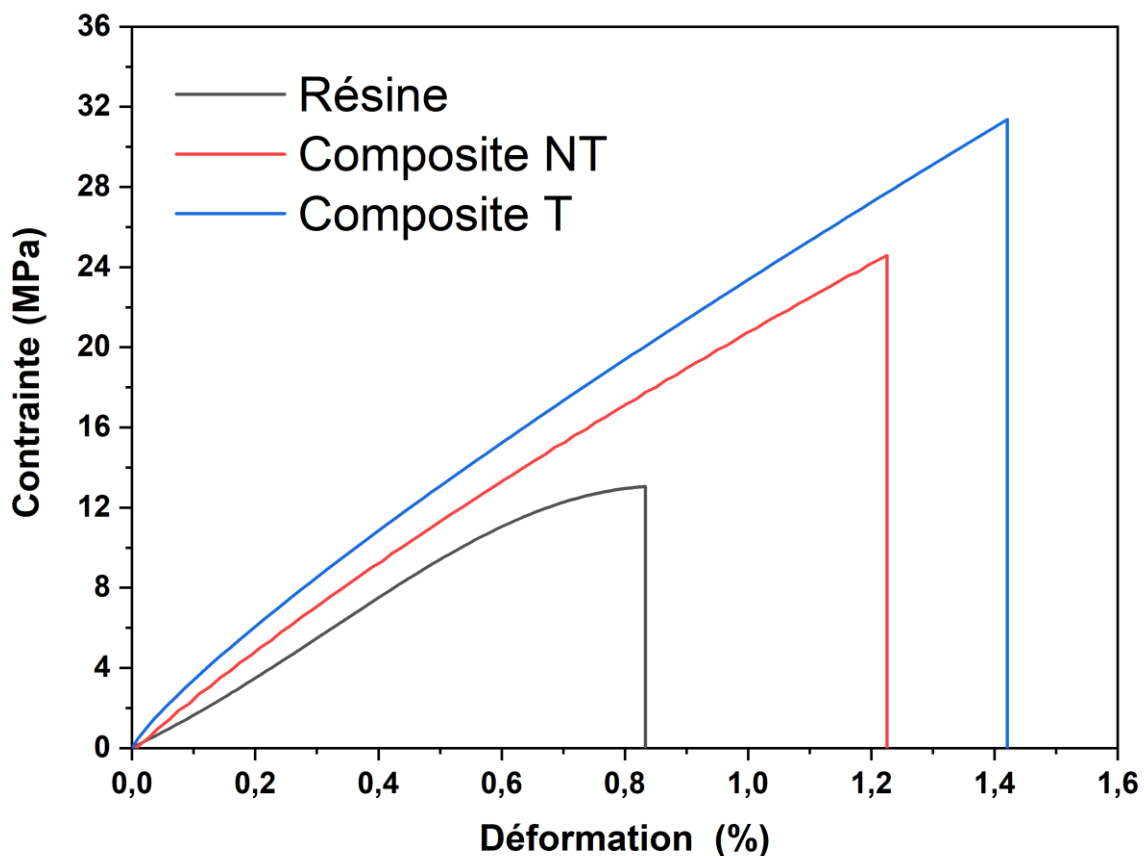


Figure IV.24 Comparaison des courbes types contrainte /déformation des composite NT et composite T avec la résine polyester sollicitées en traction.

Tableau IV.9 Propriétés mécaniques moyennes des essais de traction de la résine et des composites.

Type	Contrainte ultime (MPa)			Module de Young (GPa)			Déformation (%)		
	Moy	E.T	C.V	Moy	E.T	C.V	Moy	E.T	C.V
Résine	13,38	1,06	0,18	2,07	0,52	0,09	0,85	0,05	0,01
Composite NT	25,51	1,71	0,30	2,31	0,03	0,005	1,19	0,07	0,01
Composite T	30,93	2,46	1,47	2,46	0,12	0,17	1,47	0,13	0,02

Moy : la moyenne, E.T : l'écart type et C.V : le coefficient de variation.

Les modes d'endommagement et les faciès de rupture obtenus des éprouvettes de la résine polyester, composite NT et composite T, sollicitée en traction, sont présentés respectivement dans les figures IV.25a, IV.25b et IV.25c.

L'analyse de ces figures montre que le renforcement de la résine par des UD en fibres FFV joue un rôle important dans la défaillance des éprouvettes en composite. La rupture en traction de la résine polyester est très brutale de type fragile (Figure IV.25a).

Dans le cas du composite NT la rupture des fibres n'est obtenue qu'après la rupture de la résine et on observe également que certaines fibres ont été arrachées de la résine, ce phénomène est appelé « *pull out* » due au décollement fibre/matrice (Figures IV.25b). Alors que, dans le cas de composite T, on observe la formation de fissures longitudinales dans la résine et que les surfaces fracturées présentent une amélioration de l'adhérence fibre/résine et les éprouvettes ne se rompent qu'après la rupture des fibres (Figures IV.25c). La rupture est donc fortement influencée par le traitement des fibres FFV, ce qui permet de tarder la rupture du composite T et de le rendre moins fragile.

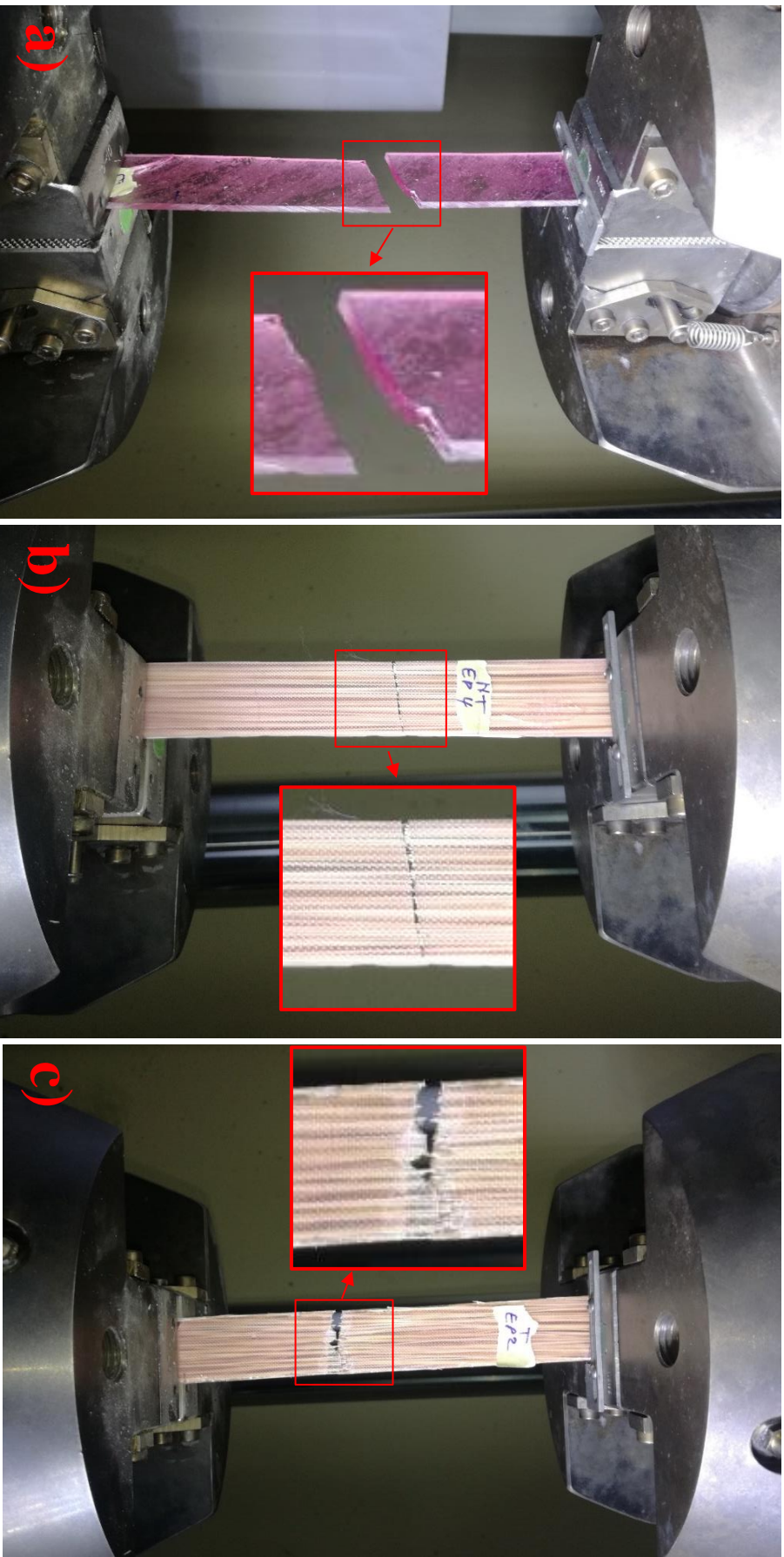


Figure IV.25 Faciès des éprouvettes rompus sous contrainte de traction pour : a) Résine polyester, b) Composite NT et c) Composite T.

IV.5.2 Caractérisation en flexion trois point

Les courbes de réponses de quatre éprouvettes de résine polyester, testées en flexion 3-points jusqu'à la rupture avec une vitesse de 2 mm/min, sont illustrées dans la Figure IV.26. Le comportement de ces courbes, est quasiment le même, et s'effectue en trois étapes : un comportement linéaire, puis non-linéaire jusqu'à l'atteinte de la contrainte maximale, avec une valeur moyenne de $61,06 \pm 3,03$ MPa, ensuite une inflexion de la courbe d'une manière non linéaire jusqu'à la rupture brutale des éprouvettes. Les propriétés mécaniques obtenues sont regroupées dans le tableau IV.10.

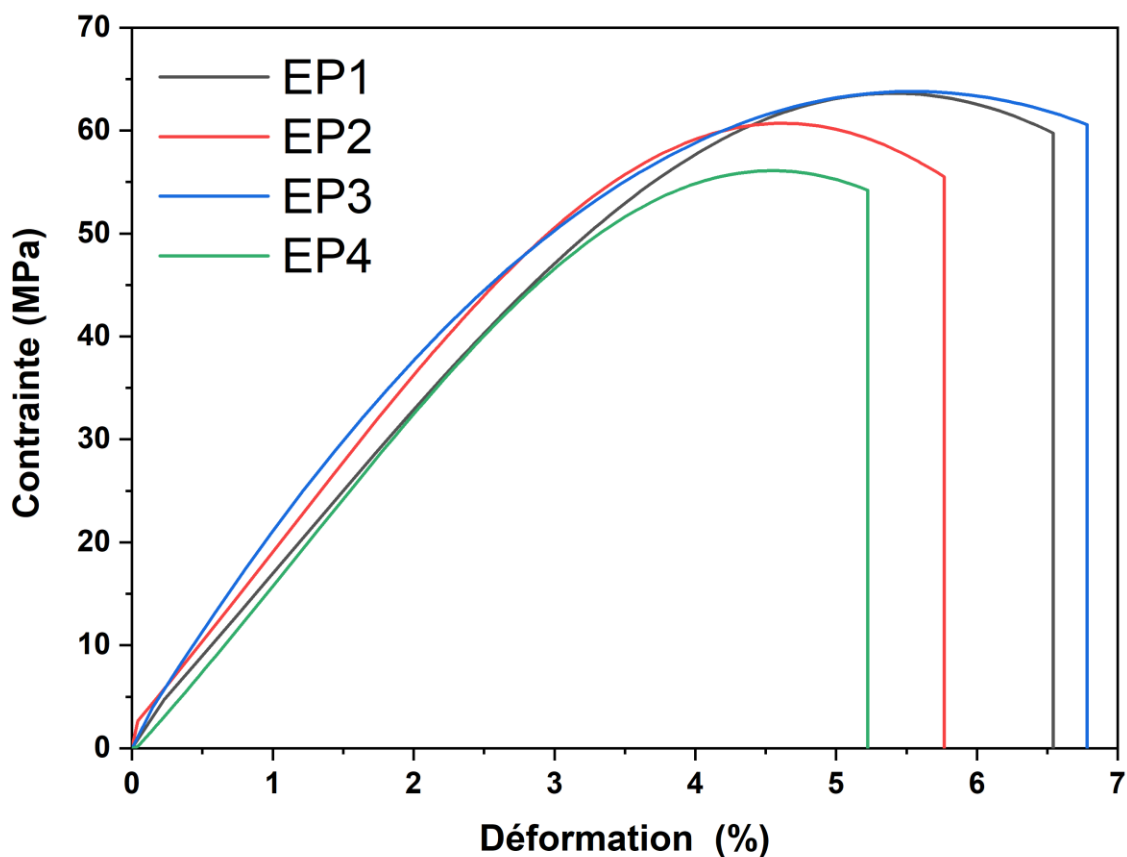


Figure IV.26 Contrainte/déformation de quatre éprouvettes en résine polyester sollicitées en flexion 3-points.

Les figures IV.27a et IV.27b représentent respectivement les courbes de réponses contrainte/déformation des composites NT et composites T, élaborées avec 4 plis unidirectionnel, testés en flexion 3-points.

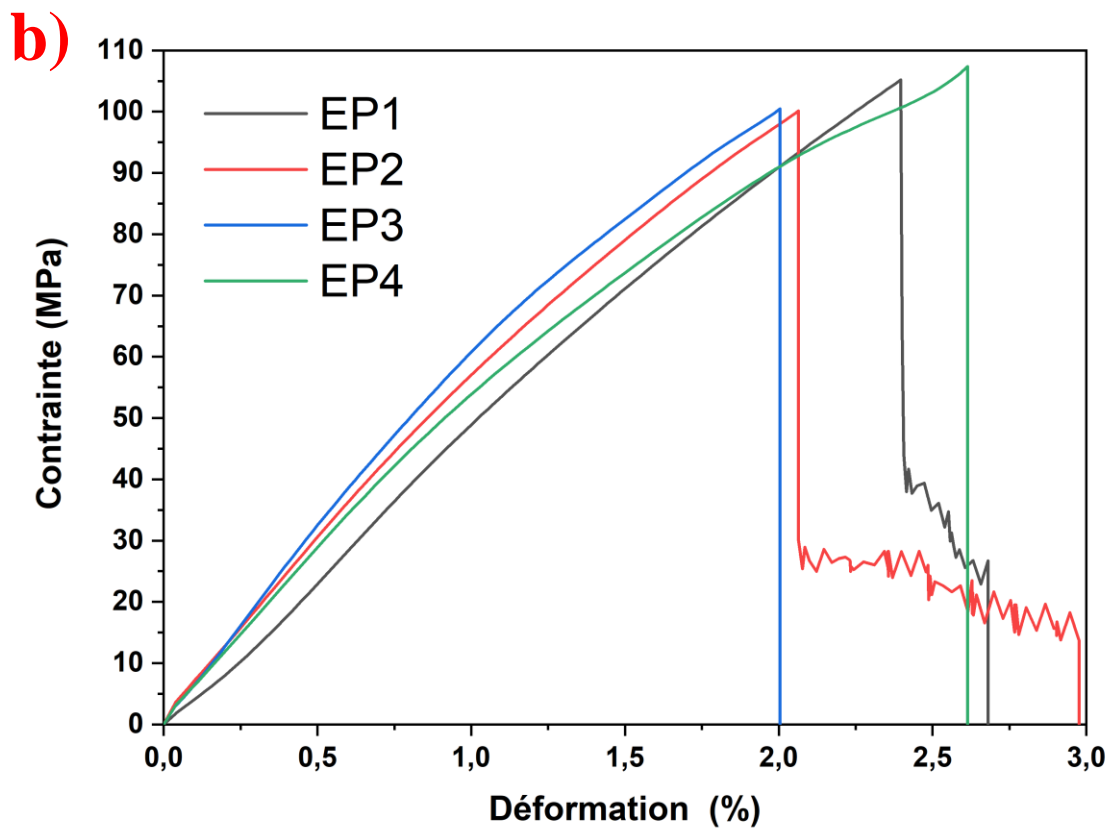
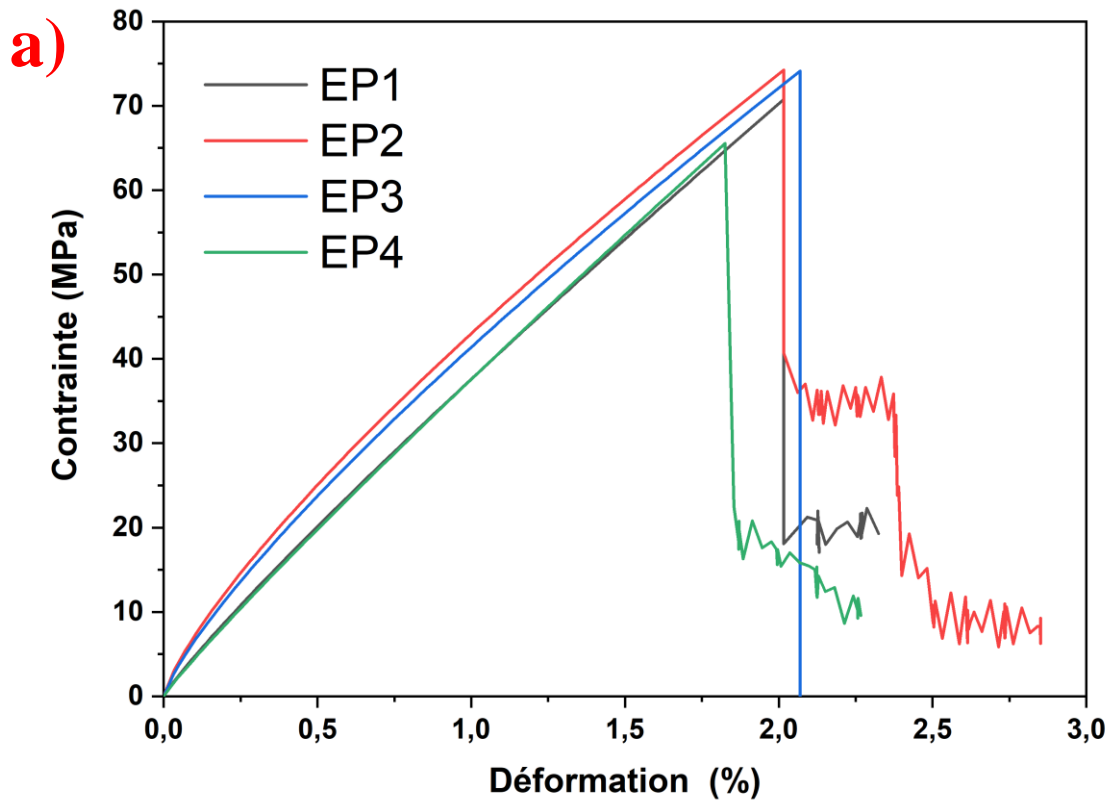


Figure IV.27 Contrainte/déformation des éprouvettes sollicitées en flexion 3-points pour les composites : a) FFV non traités/polyester et b) FFV traités/polyester.

Le comportement contrainte/déformation se caractérise par des dispersions notamment pour les composite T, par contre, les deux composites possèdent des courbes similaires. La contrainte varie quasi-linéairement avec l'augmentation de la déformation jusqu'à ce qu'elle atteigne sa valeur maximale, d'où une rupture soudaine est obtenue. D'une manière analogue à la traction, l'effet du traitement des fibres est bien visible, où les composites T ayant les fibres traitées donnent des propriétés mécaniques supérieures à celles du composite NT renforcés par des fibres non traitées.

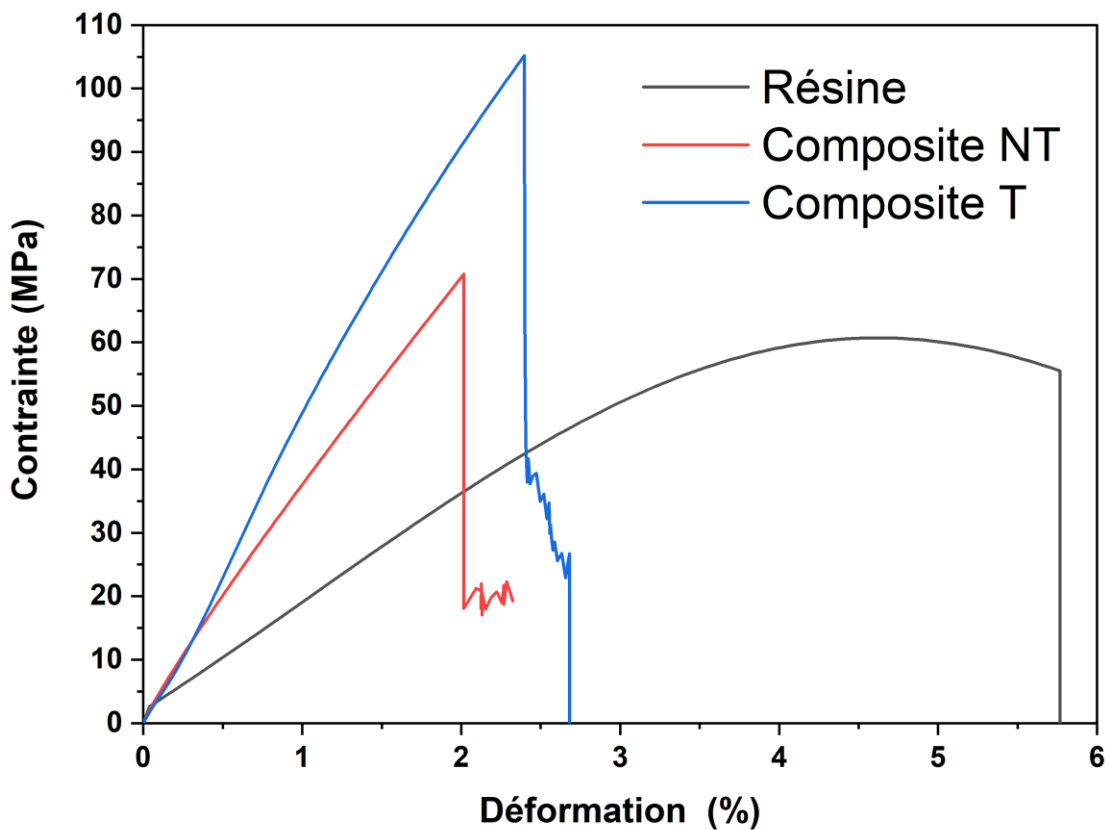


Figure IV.28 Comparaison des courbes types contrainte/déformation des composites avec la résine polyester sollicitées en flexion 3-points.

L'analyse de la figure IV. 28 et du tableau IV.10 montre que les valeurs moyennes des propriétés mécaniques des composites (FFV non traités/polyester) et (FFV traitée/polyester) sont largement supérieures comparativement à celles de la résine polyester avec des augmentations respectives de l'ordre de 16,54% et 69,13% pour la contrainte ultime, 155,41%

et 284,07% pour le module de Young, mais des diminutions respectives de 60,79% et 55,05% ont été enregistrées pour les déformations.

Tableau IV.10 Propriétés mécaniques moyennes des essais de flexion 3-points de la résine et des composites NT et composite T.

Type	Contrainte ultime (MPa)			Module de Young (GPa)			Déformation (%)		
	Moy	E.T	C.V	Moy	E.T	C.V	Moy	E.T	C.V
Résine polyester	61,06	3,03	0,63	1,57	0,12	0,02	5,05	0,52	0,09
Composite NT	71,16	4,07	0,07	4,01	0,26	0,14	1,98	0,11	0,01
Composite T	103,27	3,57	0,62	6,03	1,00	0,17	2,27	0,29	0,05

Moy : la moyenne, E.T : l'écart type et C.V : le coefficient de variation.

Les figures IV.29, IV.30 et IV.31 montrent les modes d'endommagement et les faciès de rupture obtenus des éprouvettes résine polyester, composite NT et composite T sollicitée en flexion 3-points. L'analyse de ces figures montre une rupture de type fragile de la résine (Figure IV.29).

La rupture des éprouvettes composite NT montre que l'endommagement s'amorce dans la matrice, une fois que la charge critique est atteinte, cette fissure se propage en entraînant des endommagements au niveau du pli inférieur, sollicité en traction, provoquant sa rupture. La présence de quatre types d'endommagements : fissuration matricielle, rupture d'interface fibre/matrice, décohésion fibre/matrice, et la rupture des fibres, ont été bien décelées sur les faciès de rupture des éprouvettes comme on peut le voir sur la figure IV.30.

L'analyse de la rupture des éprouvettes composite T montre que la propagation de la fissure se produit dans la matrice entre les plis de ce biocomposite (Figure IV.31). Le mécanisme de rupture de ce matériau se caractérise par les types d'évènements correspondant à : un délaminage entre les plis du stratifié, une rupture transversale et longitudinale de la matrice et finalement la rupture des fibres. L'amélioration de l'adhérence interfaciale fibre/résine par le traitement alcalin des fibres diminue le déchaussement fibre-matrice ce qui permet d'avoir moins de craquelures.

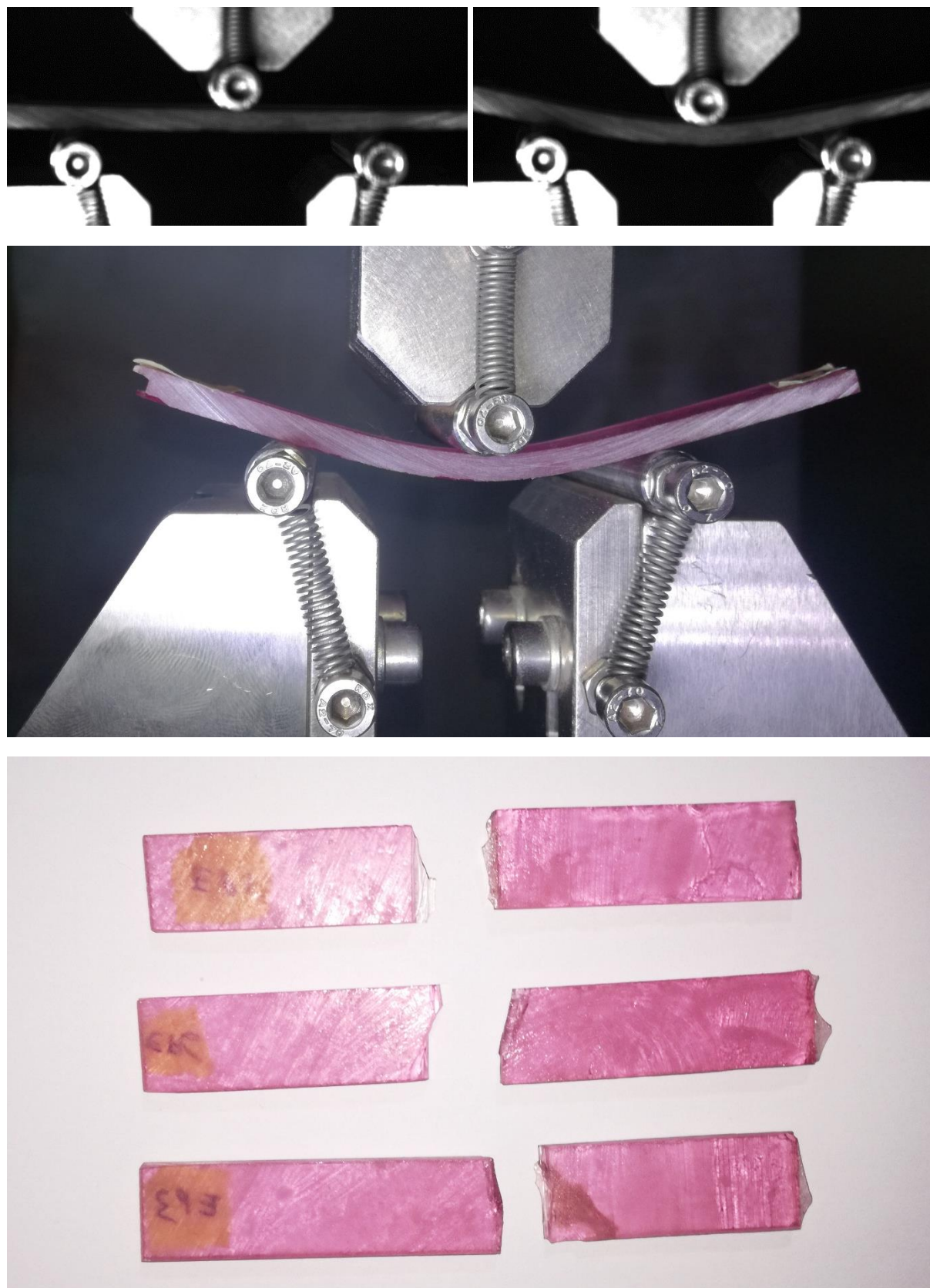


Figure IV.29 Étapes de chargement d'éprouvettes en résine polyester sollicitées en flexion 3-points et leur faciès de rupture.

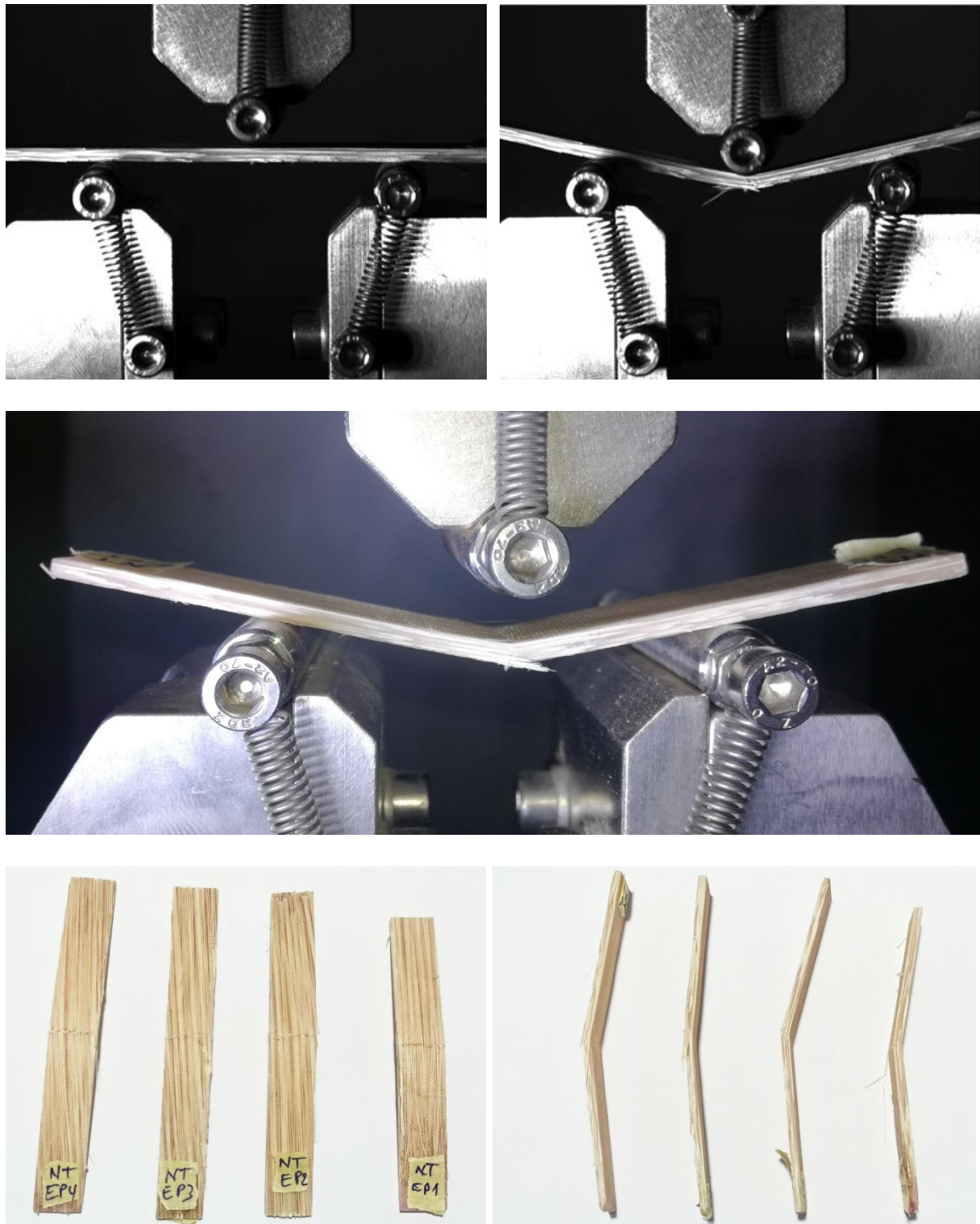


Figure IV.30 Étapes de chargement d'éprouvettes de composite NT ayant 4 plis unidirectionnels sollicités en flexion 3-points et leur faciès de rupture.

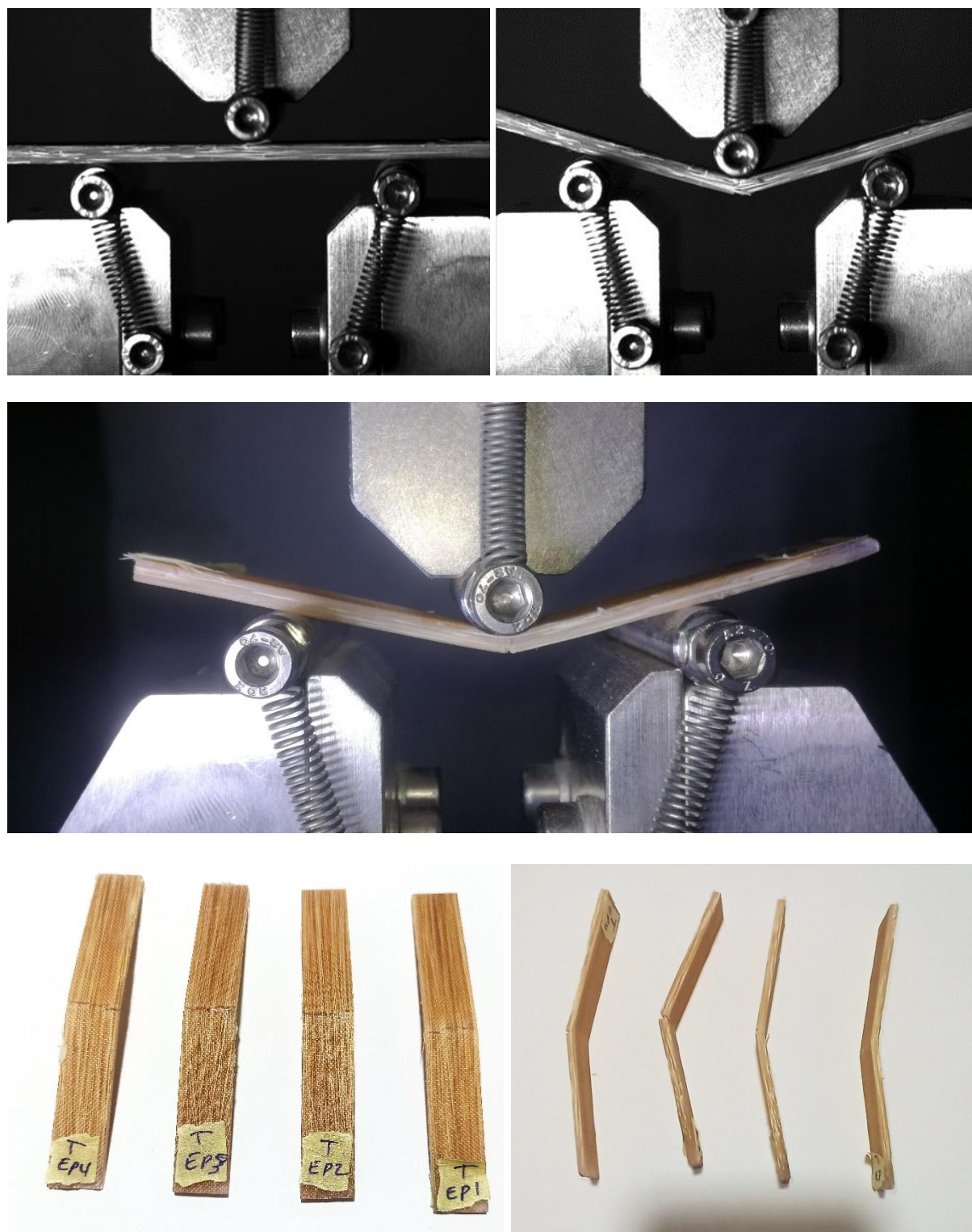


Figure IV.31 Étapes de chargement d'éprouvettes de composite T ayant 4 plis unidirectionnels sollicités en flexion 3-points et leur faciès de rupture.

IV.6 Conclusion

À partir de l'analyse des différents résultats obtenus de ce chapitre pour l'optimisation des fibres FFV et des biocomposites FFV/polyester élaborés, les principales conclusions peuvent être récapitulées comme suit :

- La technique de conception Taguchi est une méthode très fiable pour optimiser les proportions mécaniques des fibres FFV. Leur analyse de variance (ANOVA) a révélé que le temps d'immersion est le principal facteur affectant les propriétés de traction des fibres, suivi de la concentration de NaOH et, enfin, de la méthode d'extraction utilisée ;

- Par rapport aux fibres brutes, le traitement optimal a conduit à une amélioration de la contrainte ultime de plus de 95% pour une concentration de 3% de NaOH et un temps d'immersion de 8 heures pour les fibres extraites par ébullition ;

- Les modèles mathématiques développés, ayant un coefficient de corrélation R^2 supérieur à 98%, ont montré une bonne concordance avec les valeurs expérimentales, peuvent être utilisés pour prédire avec précision la contrainte ultime et le module de Young ;

- La fonction de désirabilité des réponses optimales s'est avérée être de 94,36%, donnant une contrainte ultime de $225,07 \pm 4,88$ MPa et un module de Young de $8,98 \pm 0,24$ GPa pour les fibres extraites par la méthode d'ébullition et traitées avec 2,24% de NaOH pendant 11 h 38 min d'immersion ;

- L'analyse statistique des propriétés mécaniques des fibres obtenues avec les différentes lois de distribution permet de conclure que la méthode de Weibull à trois paramètres donne le meilleur résultat d'ajustement des données expérimentales par rapport aux autres lois de distribution ;

- Les propriétés mécaniques des composites (FFV non traités/polyester) et (FFV traitée/polyester) en traction sont largement supérieures que celles de la résine polyester avec des augmentations respectives de 90,66% et 131,16% pour la contrainte ultime, 11,60 % et 18,84% pour le module de Young et 40,01% et 72,94% pour la déformation à la rupture. Alors que, dans le cas de la flexion 3 points, les augmentations respectives des contraintes ultimes sont de l'ordre de 16,54% et 69,13% et du module de Young sont égales à 155,41% et 284,07%, mais des réductions respectives dans les déformations de l'ordre 60,79% et 55,05% ont été enregistrées.

Chapitre V

**Caractérisation physico-chimique des
fibres de rachis des palmiers dattiers**

CHAPITRE V

Caractérisation physico-chimique des fibres de rachis des palmiers dattiers

V.1 Introduction

Ce chapitre présente et discute les résultats obtenus à partir des différentes caractérisations physico-chimiques et thermiques réalisées par les techniques les plus utilisées dans le domaine des biocomposites et des fibres naturelles tel que: la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier en mode réflexion totale atténuée (FTIR), la spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX), la diffractométrie à rayons X (DRX), l'analyse thermogravimétrique (ATG) et la calorimétrie à balayage différentiel (DSC). Ce chapitre est divisé en deux parties :

- La première partie concerne la comparaison et l'identification des différentes propriétés physico-chimiques et thermiques des faisceaux fibro-vasculaires (FFV) et faisceaux de fibres (FF).
- La deuxième partie est une étude de l'influence du traitement chimique par NaOH et la méthode d'extraction des fibre FFV par rouissage et par ébullition sur les différentes propriétés physico-chimiques et thermiques afin d'identifier les différences entre les fibres traitées et non traitées.

V.2 Caractérisation physico-chimique des faisceaux fibro-vasculaire et faisceaux de fibres

V.2.1 Caractérisation par spectrométrie Infrarouge à transformée de Fourier

Les spectres IRTF-ATR enregistrés pour les faisceaux fibro-vasculaires (FFV) et les faisceaux de fibres (FF) du rachis de palmier dattier sont représentés sur la figure V.1. Les deux fibres FFV et FF présentent des bandes de vibration typiques de différents groupes fonctionnels chimiques de la lignine, de l'hémicellulose et de la cellulose.

La bande large de 3346 cm^{-1} est associée à la vibration de l'élongation de O-H et à la liaison hydrogène des groupes hydroxyle [64]. Les doubles pics observés à 2925 cm^{-1} et 2854 cm^{-1} sont attribués respectivement à l'étirement asymétrique et symétrique du CH_2 . La bande d'absorption centrée à 1734 cm^{-1} peut être attribuée au groupe C=O et à la vibration d'étirement du groupe ester dans l'hémicellulose [51].

La petite bande à 1646 cm^{-1} correspond à la liaison O-H de l'eau absorbée. Les trois pics suivants sont caractéristiques de la lignine : 1604 cm^{-1} (vibration squelettique aromatique de la lignine plus étirement C=O), 1508 cm^{-1} (étirement C=C de la vibration squelettique aromatique de la lignine), 1456 cm^{-1} (déformation CH asymétrique et vibration aromatique dans la lignine) [64,78].

L'absorbance à 1423 cm^{-1} est attribuée à la présence de déformation C-H dans la lignine et d'élongation symétrique CH_2 dans la cellulose [53]. La bande d'absorption à 1373 cm^{-1} est attribuée à la vibration d'élongation du groupe C-H du cycle aromatique dans l'hémicellulose et la cellulose [51]. L'absorbance à 1319 cm^{-1} est attribuée à la vibration de bascule CH_2 dans la cellulose [78].

Le petit pic à 1241 cm^{-1} est attribué à l'étirement C-O du groupe acétyle dans la lignine [51]. Les deux pics observés à 1160 cm^{-1} et 1033 cm^{-1} sont attribués respectivement à la vibration d'étirement asymétrique C-O-C et à l'anneau d'étirement C-O dans la cellulose et l'hémicellulose [78]. Un petit pic à 897 cm^{-1} est attribué aux liaisons β -glycosidiques entre les monosaccharides. Le petit pic d'absorption à 605 cm^{-1} est associé à la flexion hors plan de groupement C-OH de la cellulose [139].

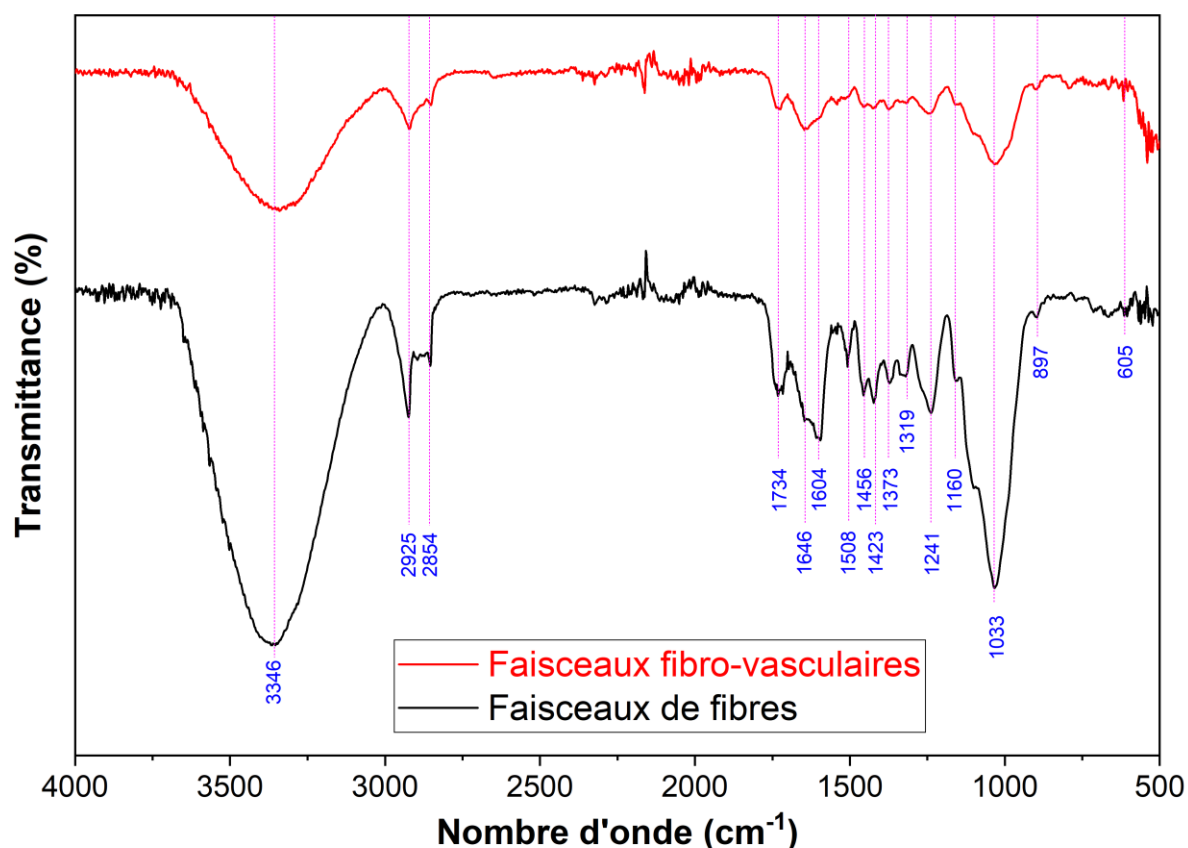


Figure V.1 Spectres IRTF-ATR des faisceaux fibro-vasculaires et faisceaux de fibres du rachis de palmier dattier.

V.2.2 Caractérisation par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie

Les figures V.2a et V.2b montrent les images spectrales générées par la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDX) respectivement pour les faisceaux fibro-vasculaires (FFV) et les faisceaux de fibres (FF) du rachis du palmier dattier. Les deux types de fibres sont constituées d'éléments telles que le carbone (C), l'oxygène (O), de petites quantités de sodium (Na), d'aluminium (Al), de silicium (Si) et des traces de chlore (Cl), de potassium (K), calcium (Ca) et l'existence de soufre (S) uniquement dans les fibres FF.

Le tableau V.1 reporte les résultats pour le contenu pondéral et le contenu atomique calculés à partir des aires des pics pour tous les éléments. Cela indique une composition similaire pour les deux fibres. Le carbone et l'oxygène sont les principaux constituants car ce sont les principaux composants des structures de fibres naturelles, ce qui correspond à la composition chimique connue des fibres lignocellulosiques [140].

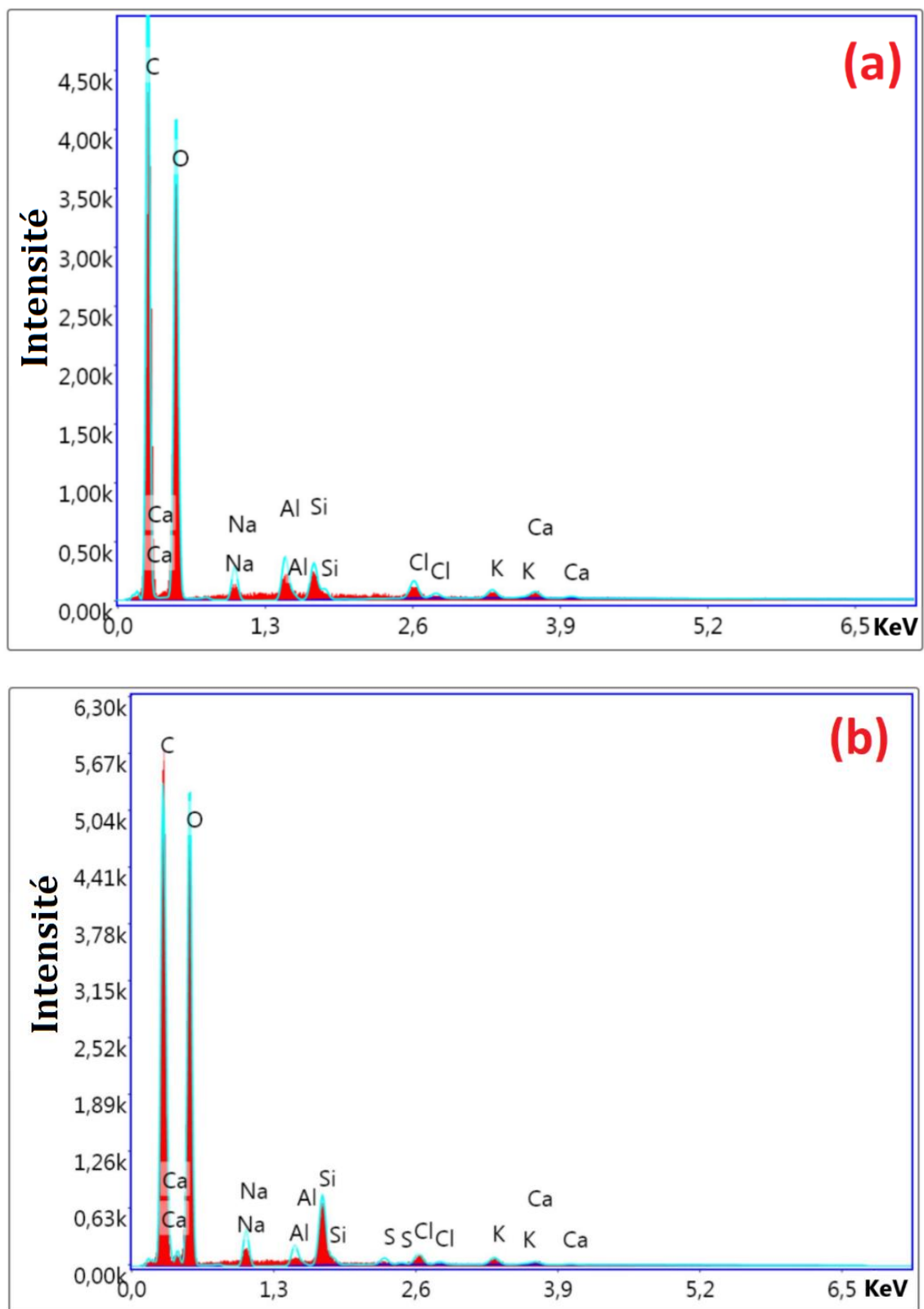


Figure V.2 Spectres EDX des fibres de rachis de palmier dattier :

a) faisceaux fibro-vasculaires (FFV) et b) faisceaux de fibres (FF).

Tableau V.1 Pourcentage en poids (W%) et pourcentage atomique (A%) des constituants des FFV, FF et autres fibres lignocellulosiques trouvées dans la littérature.

Fibre		Elément										Référence	
		C	O	Na	Al	Si	Cl	S	Mg	K	Ca		
FFV	W%	50,14	46,41	1,85	0,86	0,47	0,14	-	-	0,06	0,05	Présent travail	
	A%	57,88	40,22	1,12	0,44	0,23	0,06	-	-	0,02	0,02		
FF	W%	50,1	46,21	2,03	0,41	0,97	0,11	0,07	-	0,07	0,04		
	A%	57,89	40,09	1,22	0,21	0,48	0,04	0,03	-	0,03	0,01		
Furcraea foetida	W%	66,34	72,50	-	-	-	-	-	-	-	-		[138]
	A%	33,57	27,50	-	-	-	-	-	-	-	-		
Cornhusk	W%	62,54	36,80	-	-	0,20	-	-	0,13	-	0,33	[140]	
	A%	69,17	30,56	-	-	0,10	-	-	0,07	-	0,11		
Coton	W%	46,1	53,2	-	-	-	-	-	-	-	-		
	A%	53,9	46,8	-	-	-	-	-	-	-	-		
Jute	W%	55,68	43,89	-	-	0,11	-	0,18	-	-	-		
	A%	62,72	37,11	-	-	0,06	-	0,08	-	-	-		

V.2.3 Mesure de la densité

Les densités trouvées pour les fibres FFV et FF sont respectivement égales à 0,914 g/cm³ et 0,922 g/cm³, ces valeurs sont parmi les valeurs les plus faibles en comparaison avec d'autres fibres lignocellulosiques [53]. Les fibres naturelles ayant des faibles densités conduisent à l'allégement des structures en matériaux composites, ce qui les rendent attractives pour une utilisation comme renfort dans de nombreuses applications industrielles.

V.2.4 Caractérisation par diffraction des rayons X

Les diagrammes de diffraction obtenus pour les fibres FFV et FF entre 10 et 40° sont représentés respectivement sur les figures V.3a et V.3b. La déconstruction des profils de diffraction des rayons X (DRX) a montré la présence de trois pics et d'une bosse amorphe. Pour les deux types de fibres, le pic d'intensité le plus élevé a été observé à $2\theta = 22,2^\circ$, un pic d'intensité moyenne à $2\theta = 15,86^\circ$ et un pic de faible intensité à $2\theta = 35^\circ$, qui ont été attribués aux plans cristallographiques (002), (10 $\bar{1}$) et (040) [141].

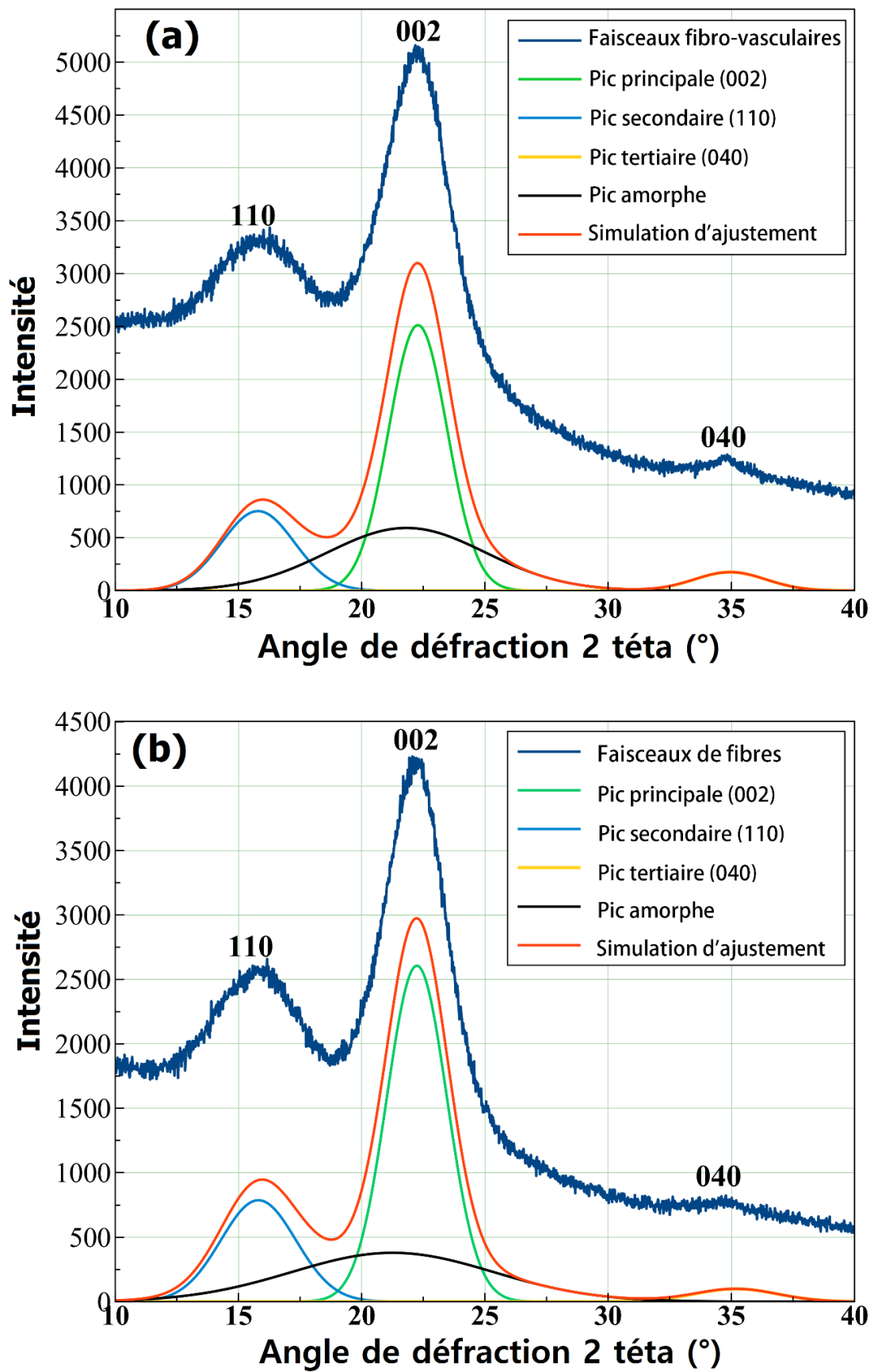


Figure V.3 Courbes DRX pour les fibres : a) FFV et b) FF.

L'indice de cristallinité (C.I.) s'est avéré être respectivement égal à 47,82% et 56,68% pour les échantillons de FFV et de FF, ce qui signifie que ce dernier présente un meilleur ordre de cristaux de cellulose au niveau de l'axe des fibres par rapport aux FFV. En revanche, les pourcentages de cristallinité (% Cr) pour les FFV et les FF ont été trouvés respectivement égaux à 65,71% et 69,77%. En outre, la taille des cristallites (CS) pour les FFV et les FF ont été calculées à l'aide de l'équation de Scherrer et la valeur s'est avérée être respectivement de 5,78 nm et 5,63 nm, ce qui est plus petit que les valeurs rapportées pour les fibres de *Furcraea foetida* (28,36 nm) et *Prosopis juliflora* écorce (15 nm), mais plus élevée que pour ceux du *Juncus effusus* L. (3,6 nm) et du Sisal (3,37 nm), comme indiqué dans la littérature [53,138,149–151]. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau V.2 et comparés à d'autres fibres trouvées dans la littérature.

Tableau V.2 Tableau récapitulatif des paramètres cristallins pour les fibres FFV, FF comparées à d'autres fibres lignocellulosiques.

Type de fibre	Position du pic (°)	FWHM (rad)	Area (%)	Degré de cristallinité (%)	Indice de cristallinité (%)	Taille cristallite (nm)	Référence	
FFV	15,79	1,74	2789,23	65,71	47,82	5,78	Présent travail	
	22,28	1,40	7487,62					
FF	15,81	1,79	3006,61	69,77	56,68	5,63		
	22,24	1,44	7980,62					
<i>Furcraea foetida</i>	15	-	-	-	52,6	28,36		[138]
	22,63	-	-					
<i>Prosopis juliflora</i>	18,12	-	-	-	46	15	[149]	
	22,67	-	-					
<i>Juncus effusus</i> L.	16,50	4,72	10078,21	-	42,84	3,6	[150]	
	22,00	3,85	23953,48					
Sisal	16,81	4,89	-	77,6	71,2	3,37	[151]	
	22,31	3,37	-					

V.2.5 Caractérisation par ATG

L'analyse thermogravimétrique (ATG) et la thermogravimétrie dérivée (DTG) sont des techniques d'analyse thermique utilisées pour mesurer la perte de masse d'un matériau lorsqu'il est chauffé, pour accéder à sa stabilité thermique et identifier les températures de décomposition de ses constituants. La Figure V.4 présente les courbes TG et DTG des fibres FFV et FF, effectuées sous un débit d'azote (N₂) de 50 ml/min, chauffés à partir de la température ambiante jusqu'à 600 °C, où quatre étapes de perte de poids sont identifiées.

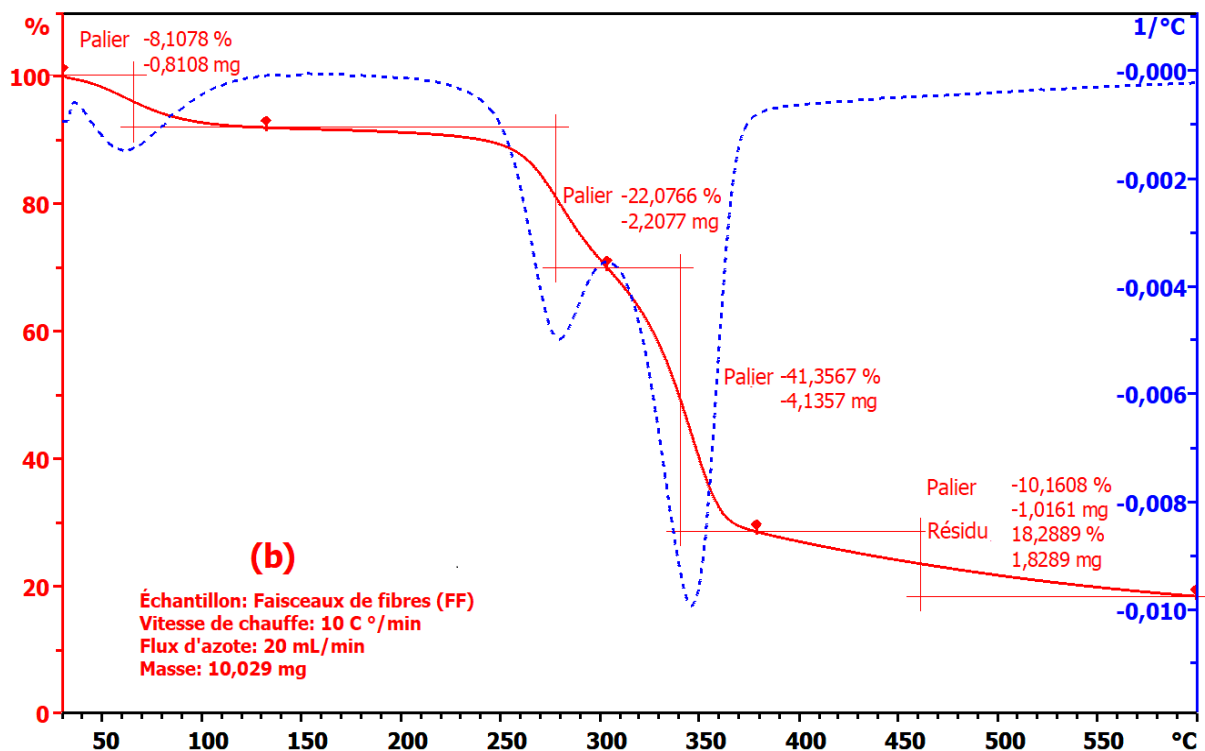
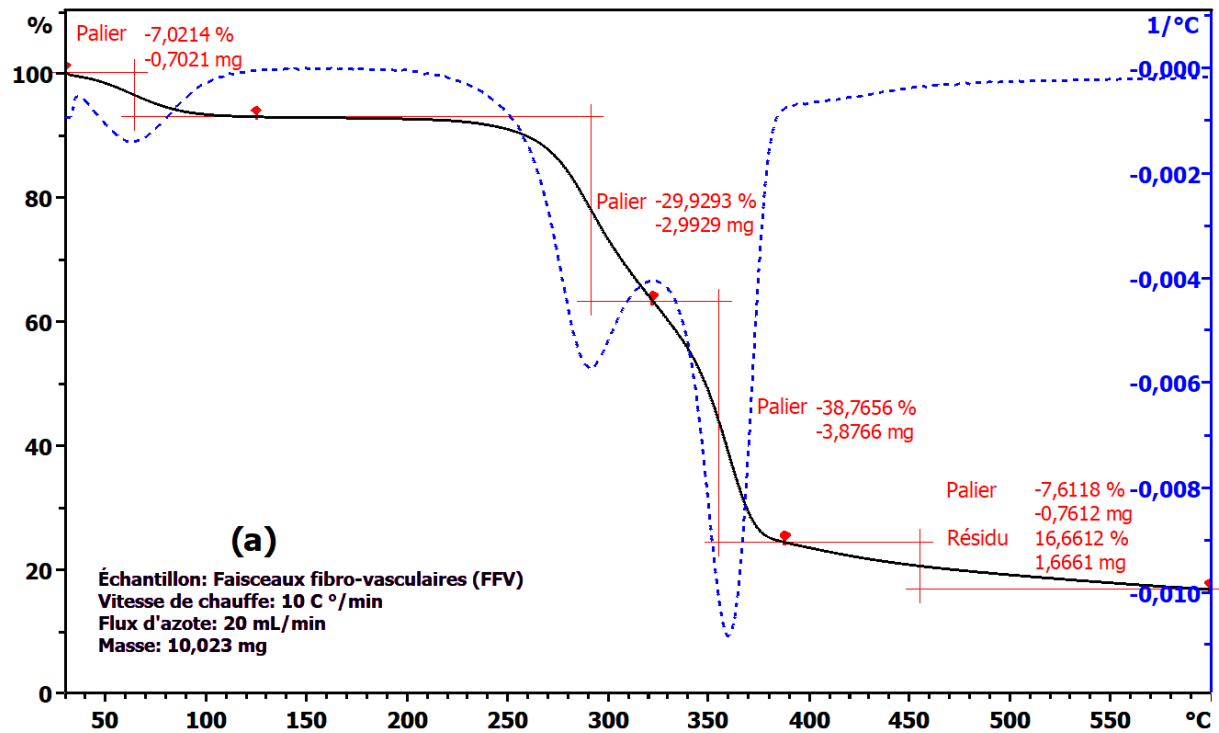


Figure V.4 Courbes ATG/DTG des fibres : a) FFV et b) FF.

La première étape associée à une faible perte de masse de 8,10% pour les FFV et de 7,00% pour les FF, correspond à la phase de déshydratation qui a été observée dans la plage de température 30-120 °C. Cette étape a été attribuée à l'évaporation de l'humidité adsorbée, qui est liée à la nature hydrophile des fibres naturelles lignocellulosiques [139]. Il est important de noter que les FFV et les FS peuvent être considérés comme thermiquement stables respectivement jusqu'à 230 °C et 220 °C.

Dans la deuxième étape, la dégradation de l'hémicellulose a été enregistrée dans la plage de température 220-325 °C avec une perte de masse de 29,93% pour les FFV et dans la plage de température de 220-300 °C avec une perte de masse de 22,08% pour les FF [149,152]. Elle est confirmée par l'observation d'un pic dans les courbes DTG à 296 °C pour les FFV et 280 °C pour les FF. Par la suite, la perte de masse majeure s'est produite rapidement dans la troisième étape de dégradation, correspondant à la décomposition de la cellulose dans la plage de température 325-490 °C associée à une perte de masse de 39,00% pour les FFV et dans la plage de température 300-480 °C avec une perte de masse plus élevée de 41,51% pour les FF. Les graphiques DTG ont montré des pics distincts à 360 °C et 345 °C respectivement pour les fibres FFV et FF [141].

Enfin, l'étape finale correspondant à la décomposition de la lignine qui a été observée dans la plage de température 400-485 °C avec une faible perte de masse de 10,16% pour les FFV et dans la plage de température 380-465 °C avec une perte de masse plus faible de 7,61% pour les FF [153]. De plus, des quantités de résidus carbonisés ont été quantifiés égales à 16,66% et à 18,28% respectivement pour les fibres FFV et FF.

V.2.6 Caractérisation par DSC

Une analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) a été réalisée pour déterminer les comportements thermiques des fibres FFV et FF testés dans la plage de température de 30 °C à 580 °C sous un débit d'azote (N₂) de 50 ml/min. L'analyse par DSC permet d'observer les changements physiques par l'absorption et la libération d'énergie thermique pendant le chauffage, ce qui permet d'identifier les phases de transitions thermiques. La figure V.5 montre les courbes DSC obtenues pour les fibres FFV et FF présentant les processus endothermiques et exothermiques où les différences notées sont comme suites :

- Les premiers pics endothermiques étaient centrés à 92,89 °C et 88,83 °C respectivement pour les FFV et les FF. Ils correspondent à la perte/évaporation de l'eau absorbée [154],

et leurs enthalpies correspondantes calculées en intégrant les pics étaient égales à 217,56 J/g et 209,94 J/g respectivement pour les FFV et les FF. Les pics exothermiques observés à 297,30 °C et 283,62 °C respectivement pour les FFV et les FF sont principalement dus à la dégradation des hémicelluloses présentes dans les échantillons qui est associé à une enthalpie de 42,08 J/g pour les FFV et 48,25 J/g pour FF [152].

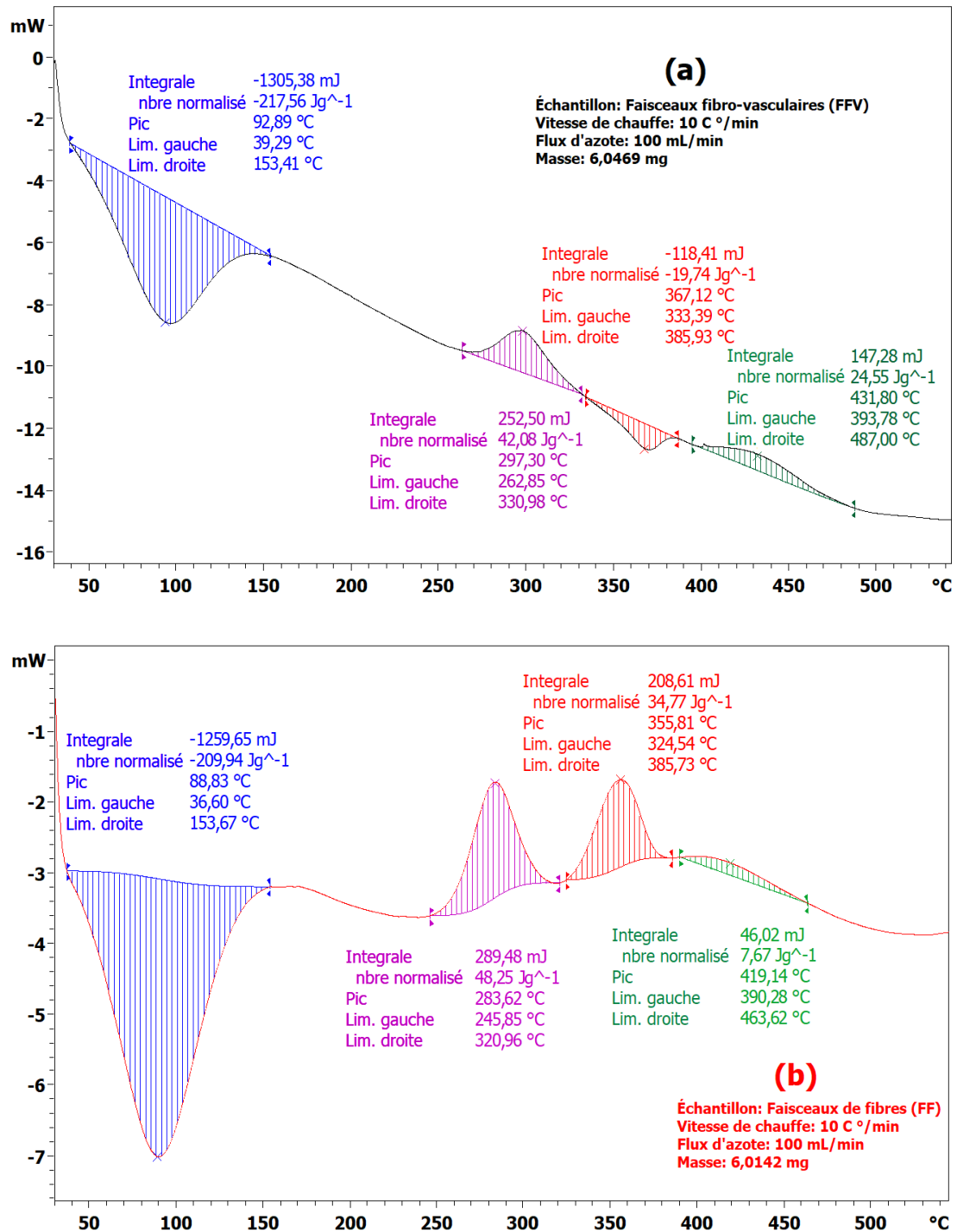


Figure V.5 Courbes DCS pour les fibres : a) FFV et b) FF.

- Ensuite, un comportement différent est observé entre FFV et FF avec un pic endothermique autour de 367,12 °C pour le premier et un pic exothermique autour de 355,81 °C pour le second. Selon les résultats du DTG, ce signal devrait correspondre à la dégradation de la cellulose et l'enthalpie associée est de 19,74 J/g pour les FFV alors qu'elle est de 34,77 J/g pour les FF [153].
- Enfin, des petits pics exothermiques observés à 431,80 °C pour les FFV et 419,14 °C pour les FF qui sont principalement dus à la décomposition thermique de la lignine, où une enthalpie beaucoup plus élevée (24,55 J/g) est rapportée pour les FFV que pour les FF (7,67 J/g).

V.3 Caractérisation morphologique et physico-chimique des FFV non traitées et traitées

Dans le but d'identifier et de comprendre l'influence de la méthode d'extraction et le traitement alcalin sur les caractéristiques morphologiques et physico-chimiques des faisceaux fibro-vasculaires non traités (FEB-NT et FER-NT) et ceux traités permettant de donner les meilleures propriétés mécaniques selon le plan de Taguchi (FEB-T3N8h et FER-T3N4h), en utilisant les différentes techniques de caractérisations suivantes :

V.3.1 Analyse par MEB

L'observation par microscope à balayage électronique (MEB) fournit un excellent moyen de compréhension de l'effet de la méthode d'extraction et des conditions de traitement alcalin sur les états des surfaces des fibres. Les figures V.6a V.6b montrent que les surfaces des fibres FEB-NT et FER-NT sont recouvertes d'hémicelluloses, de lignine, de pectine, de substances cireuses et d'autres matériaux organiques, dont la présence est principalement due à la méthode d'extraction. Cependant, lorsque ces fibres sont exposées à un traitement alcalin (Figures V.6c et V.6d), les matériaux non cellulosiques et les impuretés sont éliminés, et les pores apparaissent mieux en outre sur la surface sans aucun dommage visible. Néanmoins, il est à noter que les fibres FEB-NT sont plus propres et ont plus de pores que les fibres FER-NT. Enfin, les figures V.6e et V.6f montrent, avec différents grossissements $\times 800$ et $\times 3000$, la coupe longitudinale d'une fibre traitée. Il est possible d'observer un ensemble parallèle de microfibrilles interconnectées et plusieurs corps sphériques de forme épineuse appelés corps de silice, qui sont ancrés dans des cavités elliptiques dispersées à leurs surfaces. Les traitements alcalins ont affecté les structures des surfaces ce qui a entraîné des changements dans les propriétés mécaniques des fibres traitées [155–157].

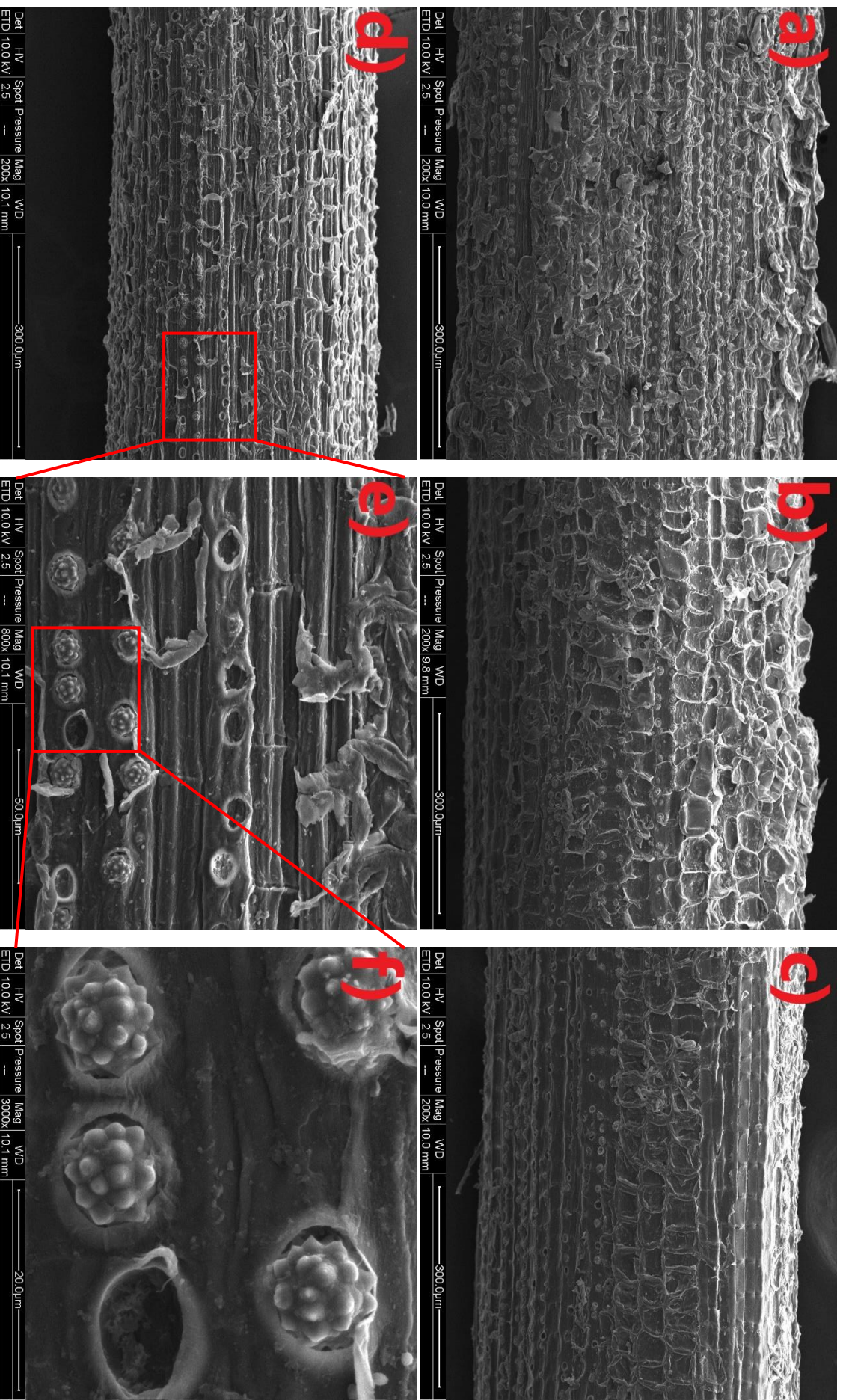


Figure V.6 Observation micrographiques par MEB des surfaces longitudinales des fibres: a) FEB-NT, b) FER-NT, c) FEB-T3N8h, d) FER-T3N4h, e, f) Corps de silice et leurs cavités avec des grossissements de: x800 et x3000.

V.3.2 Caractérisation par IRTF-ATR

La figure V.7 montre les spectres IRTF-ATR pour les fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h. Les principales bandes IRTF-ATR correspondant aux vibrations de leurs groupes fonctionnels sont reportées dans le tableau V.3.

Un pic large a été observé concentré à 3338 cm^{-1} lié aux vibrations d'étirement des groupes hydroxyle O-H trouvés dans la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Les deux pics aigus à 2919 cm^{-1} et 2852 cm^{-1} sont attribués respectivement à la vibration d'étirement C-H asymétrique et symétrique de CH et CH₂ dans la cellulose et l'hémicellulose. Le pic à 1735 cm^{-1} est attribué à l'étirement C=O des groupes acétyle des hémicelluloses. Les deux pics à 1646 cm^{-1} et 1597 cm^{-1} sont attribués respectivement aux vibrations de flexion O-H de l'eau absorbée par la cellulose et à l'étirement C=O de l'acide carboxylique et de l'ester.

Le pic à 1508 cm^{-1} confirme la présence d'un étirement C=C de la vibration squelettique aromatique de la lignine. Les minuscules pics situés à 1454 cm^{-1} , 1421 cm^{-1} , 1373 cm^{-1} et 1317 cm^{-1} sont attribués respectivement à la déformation C-H de la lignine, la flexion symétrique CH₂ de la cellulose, la vibration de flexion des groupes C-H et groupes C-O aromatique dans les polysaccharides.

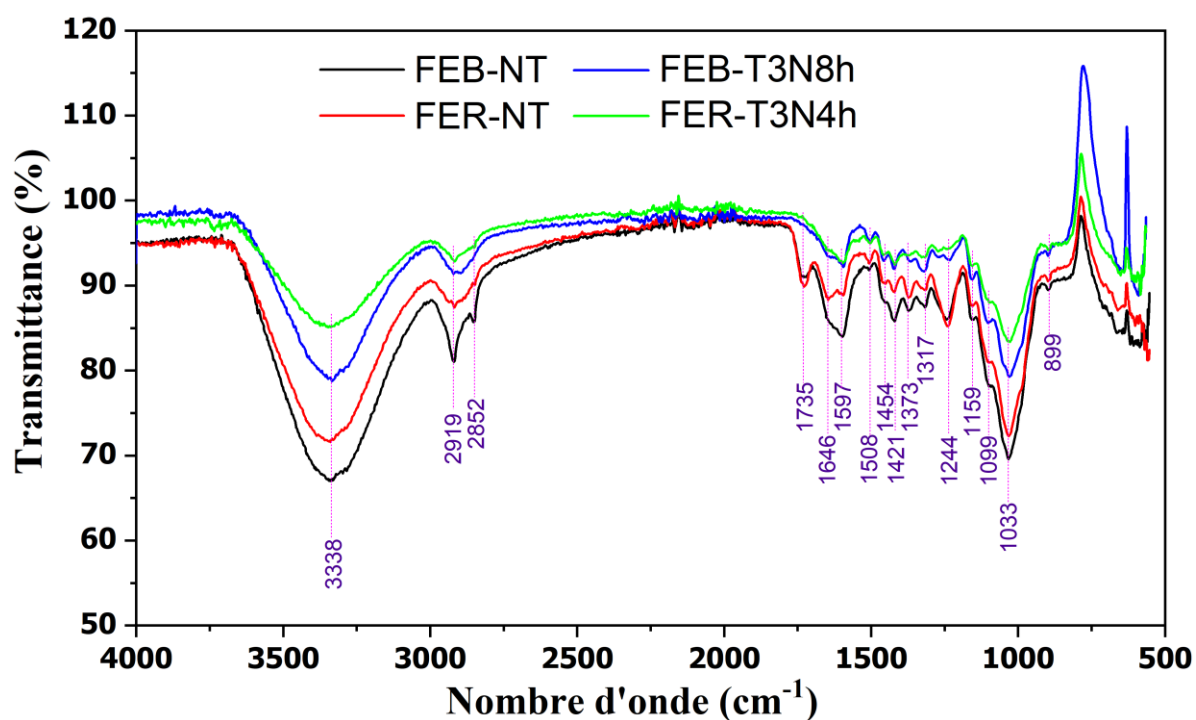


Figure V.7 Spectres IRTF-ATR des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h.

Tableau V.3 Vibration des principales bandes observées dans les spectres IRTF-ATR pour les FFV et autres fibres lignocellulosiques.

FFV du rachis de palmier dattier			Tossa/Daisee jute			Althea Officialis L.			Origines	Référence
Présent travail			Fiber [158]			Fiber [159]				
FEB-NT	FER-NT	FEB-T3N8h	FER-T3N4h	F-NT	T2N48h	F-NT	T5N2h			
3338	3340	3334	3347	3336	3335	3300	3300	Groupes Hydroxyle O-H étirant les vibrations de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine	[160]	
2919	2917	2921	2918	2915	2901	2920	2920	Vibration d'étirement C-H du CH et du CH ₂ dans la cellulose et l'hémicellulose	[51,64]	
2852	2848			2853		2850		C=O étirement des groupes acétyle de l'hémicellulose	[161,162]	
1735	1727	-	-	1738	-	1737	-			
1646	1646	1646	1646	1646		1636	1636	O-H l'eau absorbée par la cellulose	[155]	
1597	1595	1595	1595	1594	1592	1597	1597	C=O étirement de l'acide carboxylique et de l'ester	[163]	
1508	1506	1504	1504	1505	-	1506	1506	C=C étirement de la vibration squelettique aromatique de la lignine	[164]	
1454	1452	1454	1458	1456				Déformation C-H de la lignine	[161]	
1421	1421	1423	1419	1424	1424	1425	1425	Flexion symétrique CH ₂ de la cellulose	[153]	
1373	1373	1363	1373	-	-	1373	1373	Vibration de flexion des groupes C-H	[51]	
1317	1319	1321	1315	1316	1316	1320	1320	Groupes C-O aromatique dans les polysaccharides	[53]	
1244	1240	-	-	1242	-	1241	-	Vibration CH de l'anneau du squelette aromatique de la lignine	[165]	
1159	1155	1159	1157	1158	1159	1165	1165	Éirement asymétrique du C-O-C présent dans la cellulose et l'hémicellulose	[161]	
1099	1103	1103	1097	1103	1105	1106	1106	Vibration d'étirement C-O / C-C pour anneau	[158]	
1033	1033	1034	1028	1030	1029	1030	1030	Modes d'étirage C-O des groupes hydroxyle et éther dans la cellulose	[53]	
899	899	899	899	896	897	890	890	Liaisons β-glycosidiques entre les monosaccharides	[51]	

Le pic à 1244 cm^{-1} est attribué à l'étirement CH de la vibration de l'anneau du squelette aromatique de la lignine. Les pics à 1099 cm^{-1} et 1159 cm^{-1} sont dus respectivement à la vibration d'étirement C-O/C-C pour l'anneau et à l'étirement asymétrique du C-O-C présent dans la cellulose et l'hémicellulose. Le pic extensif à 1033 cm^{-1} correspond aux modes d'étirage C-O des groupes hydroxyle et éther dans la cellulose.

Le plus petit pic à 899 cm^{-1} est attribuable aux liaisons β -glycosidiques entre les monosaccharides. Après le traitement alcalin, la réduction d'intensité ou l'élimination des bandes de transmission dans le spectre IRTF-ATR pour les pics situés à environ 3338 cm^{-1} , 2852 cm^{-1} , 1735 cm^{-1} , 1373 cm^{-1} , 1244 cm^{-1} peut être clairement visible, indiquant l'élimination de la lignine et des hémicelluloses. Ceci est en bon accord avec la littérature (Tableau V.3) [159,162].

V.3.3 Caractérisation par EDX

L'analyse EMEB-EDX de la surface externe des fibres FEB-NT et FEB-T3N8h a indiqué des changements remarquables dans le contenu élémentaire ainsi que dans leur morphologie (Figure V.8). Les fibres sont essentiellement constituées d'éléments de carbone (C), d'oxygène (O), ainsi que d'autres éléments en petites quantités, comme le sodium (Na), l'aluminium (Al), la silice (Si), le chlore (Cl), le potassium (K), calcium (Ca) et soufre (S).

En général, les surfaces des différentes fibres lignocellulosiques sont comparées par leur rapport atomique théorique entre l'oxygène et le carbone (rapport O/C), qui est de 0,83 pour la cellulose pure, de 0,33 pour la lignine et le rapport le plus bas est de 0,1 pour les extraits [166].

Les rapports O/C mesurés pour les fibres FEB-NT et FEB-T3N8h sont respectivement égaux à 0,68 et 0,78. Cela prouve l'efficacité du traitement alcalin pour éliminer les impuretés, conduisant à une augmentation de 14,71% du rapport O/C et par conséquent un accroissement de la teneur en cellulose. L'élimination des corps en forme épineux (Figure V.8c) diminue de plus de quatre fois la teneur en silice de la fibre (Figure V.8a-b). Cette diminution est due à l'élimination de la lignine de la surface de la fibre, ce qui se traduit par une diminution des corps de silice laissant des trous (cavités de silice). Ceci est cohérent avec la fibre de grappe de fruits vide de palmier à huile qui a montré une diminution similaire des corps de silice après le traitement alcalin [167].

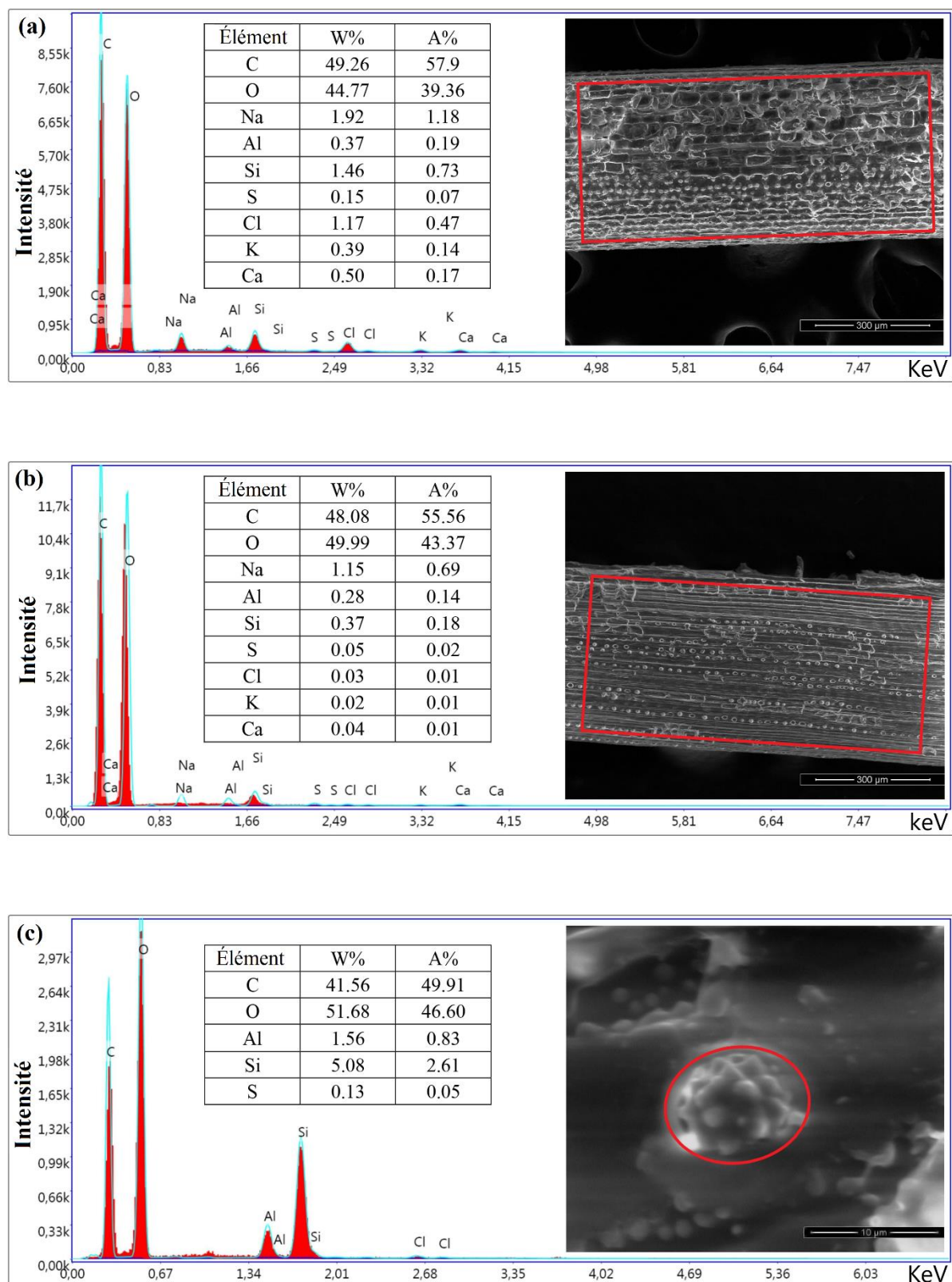


Figure V.8 Analyse EDX pour les fibres : a) FEB-NT, b) FEB-T3N8h et c) corps de silice dans FEB-NT.

V.3.4 Caractérisation par DRX

Les profils de diffraction obtenus pour les fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h entre 10 et 60° sont représentés sur la figure V.9 et leurs indices de cristallinité (Cr.I.), degré de cristallinité (Xc%) et taille des cristallites (CS) sont présentés dans le tableau V.4 qui contient également les résultats des autres fibres mentionnés dans la littérature à titre de comparaison. Pour les fibres non traitées FEB-NT, FER-NT, les spectres présentent des pics larges à $2\theta = 16,19^\circ$, des pics pointus marqués à $22,14^\circ$ et des petits pics définis à $34,57^\circ$ et leurs plans cristallographiques correspondants sont respectivement (110), (200) et (004) et sont typiques de la cellulose native.

La vallée située à $2\theta = 18,53^\circ$ correspond à la fraction amorphe (I_{am}). Pour les fibres traitées, les pics associés à (110) à $16,19^\circ$ et le pic aigu associé à (200) à $22,14^\circ$ ont été décalés respectivement à $15,9^\circ$ et $22,37^\circ$. En outre, ces pics deviennent plus nets et plus élevés que pour les fibres brutes, indiquant la transformation de la structure cristalline de la cellulose I α en cellulose I β après traitement alcalin de la fibre [158,168].

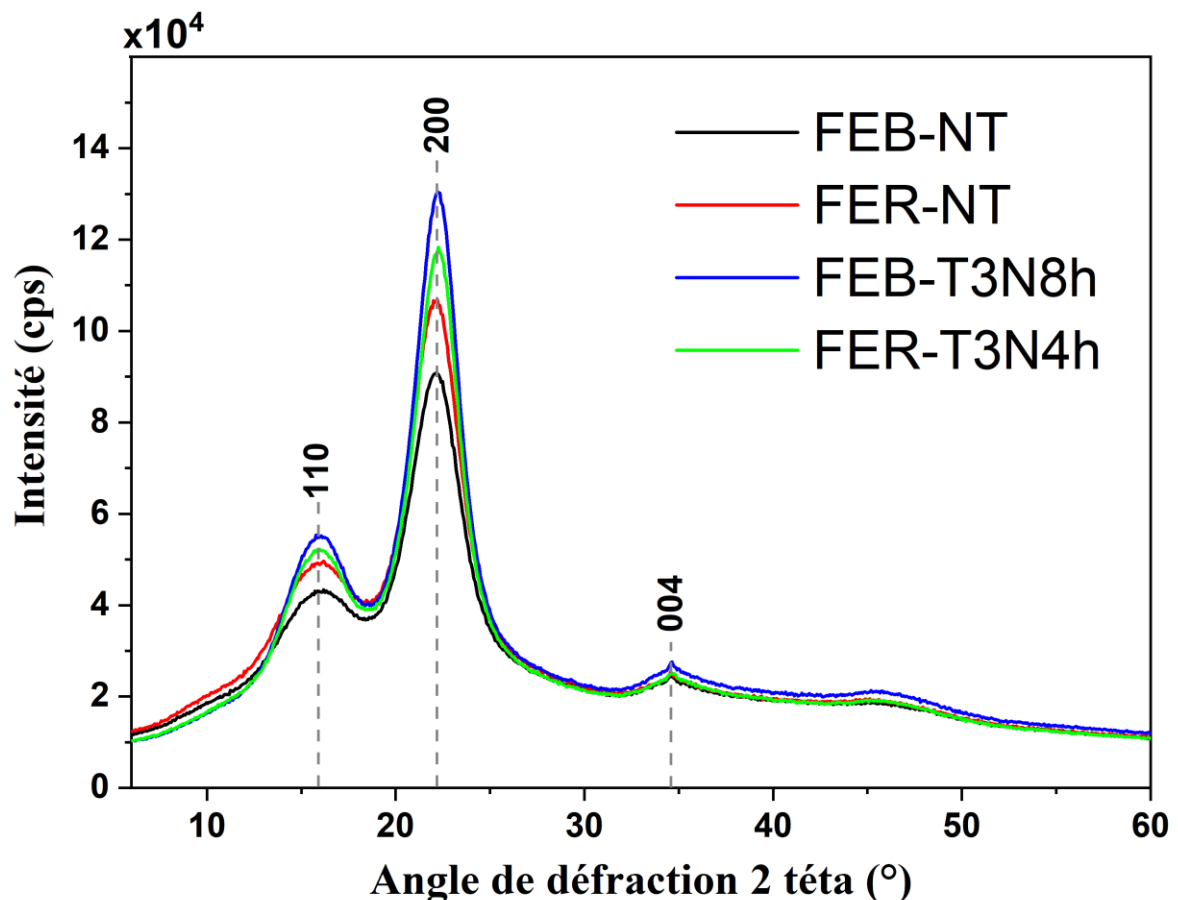


Figure V.9 Courbes DRX pour les fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h.

Tableau V.4 Propriétés cristallines pour les fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h comparées à d'autres fibres lignocellulosiques trouvées dans la littérature.

Type de fibre	2 θ (°)		Indice de cristallinité (%)	Degré de cristallinité (%)	Taille des cristallites (nm)	Référence
	110	Amorphe 002				
FEB-NT	16,19	18,40 22,14	57,04	69,95	2,83	
FER-NT	16,19	18,59 22,14	62,07	72,50	2,84	Présent travail
FEB-T3N8h	15,99	18,32 22,27	69,48	76,62	3,12	
FER-T3N4h	15,99	18,39 22,27	67,07	75,23	3,09	
Branches de fruits de palmier dattier NT	16,35	≈18,9 22,17	50,47	-	2,98	
Branches de fruits de palmier dattier 3% NaOH-2h	15,98	≈18,9 22,28	53,89	-	3,36	[163]
Palmier de Washingtonia NT	16,77	≈18,1 21,53	23	56,45	-	
Palmier de Washingtonia 0,7% NaOH-1,5 h	16,38	≈18,6 22,43	55	69,01	-	[155]
Herbe de Mendong NT	16,5	18,2 22,1	58,6	70,7	14,67	
Herbe de Mendong 7,5% NaOH-2h	16,1	18,2 22,5	67,3	75,4	8,45	[169]
Pseudo-tiges de banane NT	14,8	≈19,5 22,5	52,24	-	2,51	
Pseudo-tiges de banane 2% NaOH-1h	14,9	≈19,5 22,5	62,94	-	3,22	[161]
Fibre de jute NT	15,62	≈18,5 23,36	50,4	-	2,78	
Fibre de jute 0,5% NaOH-24h	15,67	≈18,5 22,35	62,6	-	3,43	[153]
Fibre de sisal NT	16,81	≈18,5 22,31	71,2	77,6	3,37	[151]

Les indices de cristallinité pour les fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h sont égales respectivement à 57,04%, 62,07%, 69,48% et 67,07%, tandis que leurs degrés de cristallinité étaient respectivement de 69,95%, 72,50%, 76,62% et 75,23%. Les valeurs maximales de Cr.I. et Xc% ont été observées pour la fibre FEB-T3N8h avec des augmentations respectives de 21,81% et 9,54% par rapport à la fibre non traitée, c'est-à-dire qu'une cristallisation plus élevée peut-être associée à une contrainte plus élevée des fibres. Cette augmentation est due à l'élimination et à la réduction des composés amorphes non cellulosiques, tels que les impuretés, la pectine, la lignine et l'hémicellulose, comme déjà observé par l'analyse aux MEB et IRTF-ATR.

De plus, les valeurs CS des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h sont trouvées respectivement égales à 2,83 nm, 2,84 nm, 3,12 nm et 3,09 nm. De plus, l'augmentation de la valeur CS de la fibre indique que son comportement d'absorption d'humidité et sa réactivité chimique ont été réduites, ce qui contribue à améliorer les propriétés mécaniques de la fibre [170]. Ces analyses sont en bon accord avec celles des résultats des essais de traction obtenus qui sont présentés au chapitre IV.

V.3.5 Caractérisation par ATG

Le comportement de stabilité thermique des fibres FFV extraites, dans l'eau, par ébullition et rouissage (FEB-NT et FER-NT) et celles traitées permettant les meilleures caractéristiques mécaniques à la traction (FEB-T3N8h et FER-T3N4h) ont été analysés à l'aide de ATG/DTG. Tous les tests sont effectués, sous un débit d'azote de 100 ml/min, à partir de la température ambiante jusqu'à 700 °C. Les courbes obtenues (Figure V.10) présentent les quatre étapes principales de perte de masses suivantes :

- La première étape montre une légère perte de masse d'environ 8,1 % obtenues entre 30 °C et 110° C pour les deux fibres non traitées (FEB-NT et FER-NT) et jusqu'à 125 °C pour les fibres traitées (FEB-T3N8h et FER-T3N4h), en raison de l'évaporation de l'eau contenue dans les fibres. Par la suite, une stabilité thermique jusqu'à 235°C a été observée pour toutes les fibres sauf le TER3N4h, qui reste stable jusqu'à 220 °C.
- La dégradation de l'hémicellulose, obtenue dans la deuxième étape à partir de la fin de la stabilité thermique jusqu'à environ 300 °C et 305 °C respectivement pour les fibres brutes et traitées avec des pertes de masses respectives estimées d'environ 26,2% et

23,1%. Cette différence de perte de masses est due à l'effet du traitement à l'alcalin qui réduit l'hémicellulose présente dans les fibres FFV [149,152].

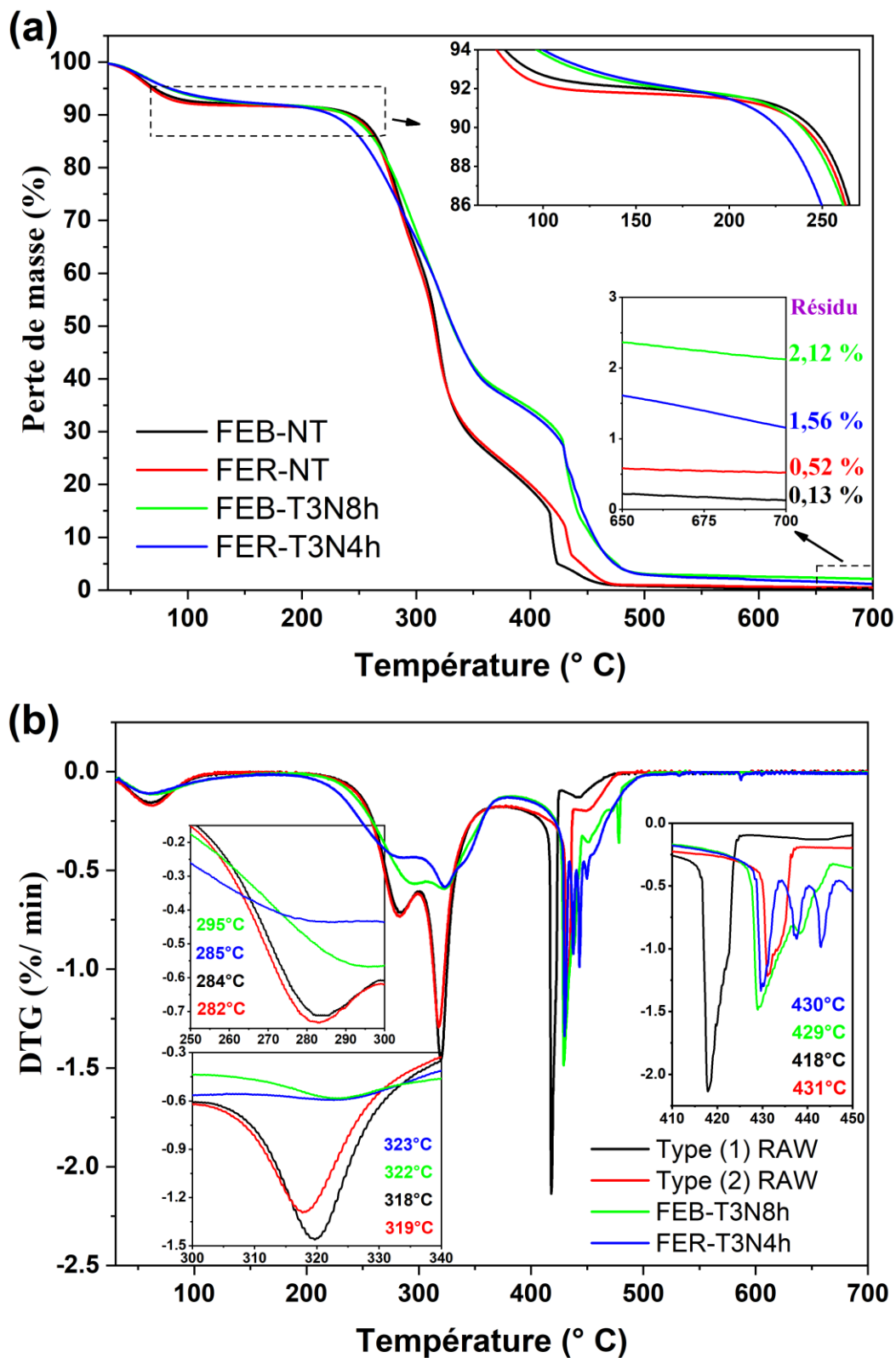


Figure V.10 Courbes des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h :
a) ATG et (b) DTG.

- Les troisièmes étapes situées respectivement entre 300 °C et 370 °C et 305 et 385 °C pour les fibres non traitées et traitées enregistrant respectivement des pertes de masses de 39,5% et d'environ 28,4%, qui sont attribuées aux dégradations de la cellulose et dégradation partielle de la lignine. La différence remarquable de perte de masses entre les fibres non traitées et traitées indique que le traitement alcalin a réduit sensiblement le pourcentage de la lignine dans les fibres traitées FEB-T3N8h et FER-T3N4h.
- Enfin, la dernière étape de dégradation se produit dans les plages de températures respectives de 370 °C à 475 °C et de 385 °C à 505 °C pour les fibres non traitées et les fibres traitées et leurs pertes de masses correspondantes étaient respectivement d'environ 24,7% et 33,1%. Cette étape est attribuée à la dégradation de la lignine et d'autres substances non cellulosiques [153,171]. La teneur en résidus à 700 °C s'est avérée être respectivement égales à 0,13%, 0,52%, 1,15% et 2,12% pour les fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h, comme le montre le tableau V.5.

Tableau V.5 Étape de perte de masse des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h.

Etape		FEB-NT		FER-NT		FEB-T3N8h		FER-T3N4h	
		Intervalle	Pic (°C)	Intervalle	Pic (°C)	Intervalle	Pic (°C)	Intervalle	Pic (°C)
Etape 1	Température (°C)	30-110	61,83	30-110	62,66	30-125	60,66	30-125	61,66
	Perte de masse (%)	8,2 %		8,2 %		8 %		8,1 %	
Etape 2	Température (°C)	235-300	284	235-300	282	220-305	295	235-305	285
	Perte de masse (%)	23,2 %		23,1 %		26,3 %		26,2 %	
Etape 3	Température (°C)	300-370	318	300-370	319	305-385	322	305-385	323
	Perte de masse (%)	39,6 %		39,5 %		28,4 %		28,3 %	
Etape 4	Température (°C)	370-475	418	370-475	431	385-505	429	385-505	430
	Perte de masse (%)	24,8 %		24,7 %		33,1 %		32,9 %	
Résidus à 700 °C (%)		0,13%		0,52%		1,15%		2,12%	

V.3.6 Caractérisation par DSC

Une analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h a été réalisée pour observer les changements physiques par absorption et libération d'énergie thermique pendant le chauffage, ce qui permet de déterminer et d'identifier les transitions et les comportements thermiques. Tous les tests sont effectués sous un débit d'azote (N₂) de 100 ml/min et sont démarrés à partir de la température ambiante jusqu'à 580 °C, comme le montre la Figure V.11.

Le premier pic endothermique qui correspond à l'évaporation de l'eau, absorbée par les fibres, a été trouvé à 90 °C, 91 °C, 87° C et 80° C respectivement pour les fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h. La région entre 150 °C et 250 °C ne présente aucun changement notable reflétant la stabilité thermique des fibres entre ces températures.

Ensuite, un deuxième pic endothermique a été observé à environ 290 °C pour les fibres non traitées qui sont en corrélation avec la dégradation de l'hémicellulose. Cependant, pour les fibres traitées, il n'y a pas de pic visible, ce qui confirme que le traitement alcalin a contribué à réduire l'hémicellulose présente dans ces fibres.

Puis, un comportement exothermique très fort représentant la décomposition de la cellulose dans l'intervalle de 320 °C à 400 °C pour les fibres non traitées ayant pour pic à 365 °C, qui s'est décalé vers une température légèrement inférieure à environ 340 °C pour les fibres traitées. Ce décalage de chaleur est dû à la réduction de la lignine des fibres traitées.

Enfin, un pic exothermique de la décomposition thermique de la lignine observé à 510 °C pour les fibres non traitées. Ce pic est déplacé à une température plus basse entre 480 °C et 500 °C pour les fibres traitées en raison de la réduction de la lignine après le traitement alcalin.

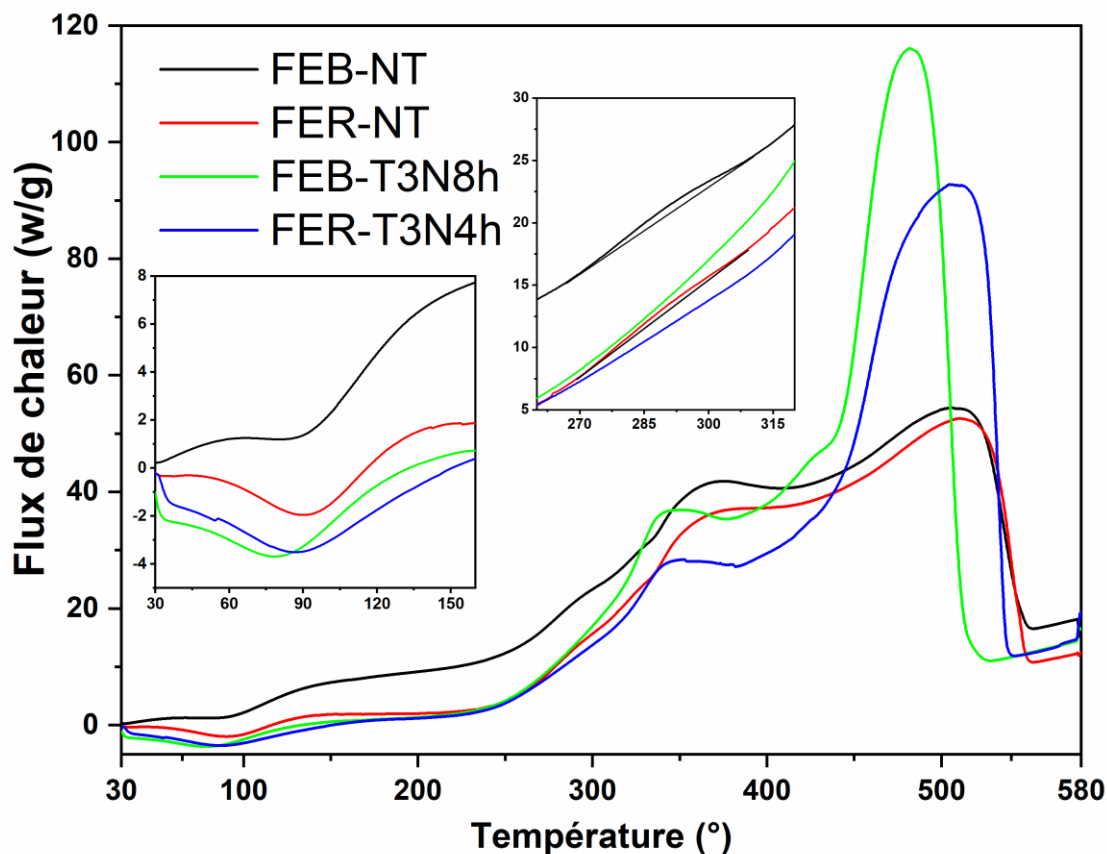


Figure V.11 Courbes DSC des fibres FEB-NT, FER-NT, FEB-T3N8h et FER-T3N4h.

V.4 Conclusion

La première partie consacrée à la compréhension des différences entre les propriétés physico-chimiques et thermiques des fibres FFV et FF permet de dégager que :

- Les principaux groupes de structure chimique et moléculaire identifiés par IRTF-ATR des fibres FFV et FF montrent des groupes fonctionnels similaires par rapport à d'autres fibres lignocellulosiques rapportées dans la littérature et l'EDX indique une composition similaire pour ces deux fibres.

- L'analyse par DRX a montré que les fibres FF ont un indice de cristallinité plus élevé (56,68%) que les FFV (47,82%). Alors que, la taille des cristallites et les densités des FFV et FF sont très proche et égales respectivement à 5,78 nm et 5,63 nm et à 0,914 g/cm³ et à 0,922 g/cm³.

- Les analyses par TGA et DSC des fibres FFV et FF montrent de bonne stabilité thermique allant respectivement jusqu'à 230 °C et 220 °C. Les événements thermiques associés à l'hémicellulose, à la cellulose et à la lignine ont été aussi déterminés.

La deuxième partie permet de comprendre l'influence du traitement chimique par NaOH et la méthode d'extraction par ébullition et rouissage des fibres FFV sur les propriétés physico-chimiques et thermiques et les principales conclusions sont :

- L'analyse par MEB-EDX a indiqué que le traitement alcalin a éliminé un grand pourcentage d'hémicellulose, de lignine, de cire et d'impuretés de la surface, entraînant une augmentation de 14,70% du rapport atomique O/C de la cellulose de 0,68 à 0,78.

- Les résultats obtenus par IRTF-ATR ont confirmé que la structure des fibres traitées a changé, où les pics à 1735 cm⁻¹ et 1244 cm⁻¹ correspondant respectivement aux liaisons de l'hémicellulose et de la lignine ont disparu après le traitement.

- Les valeurs Cr.I., Xc et CS plus élevées sont associées à la plus grande résistance à la traction des fibres, indiquant que la cristallinité contribue à améliorer les propriétés de traction des fibres.

- L'analyse TGA/DTG a permis d'identifier la température de dégradation des composants de fibres brutes et celles traitées par NaOH et de déterminer leurs températures de stabilités thermiques. De plus, il a été confirmé que les traitements alcalins améliorent le comportement thermique des fibres.

Conclusion générale

Conclusion générale

Ce travail de thèse s'inscrit dans l'objectif de valorisation des biomasses et des résidus agricoles des palmiers dattiers en Algérie, précisément leur rachis. Ceci à travers une étude sur les différentes propriétés des fibres longues extraites, par deux méthodes, des rachis des palmiers dattiers et l'optimisation de leurs traitements par NaOH afin obtenir des fibres de haute qualité pour développer des biocomposites stratifiés.

L'analyse des différents résultats réalisés dans ce travail de thèse a conduit à de nombreuses conclusions qui permettent d'envisager différentes perspectives de recherche sur les fibres de rachis des palmiers dattiers et leurs biocomposites, et se résumant comme suit :

- Clarification détaillée de l'anatomie des rachis des palmiers dattiers, ainsi que la morphologie et la rugosité de leurs fibres a conduit à définir l'existence deux types de fibres : les faisceaux fibro-vasculaire (FFV) et les faisceaux de fibres (FF) ;

- L'analyse des propriétés mécaniques moyennes en traction des fibres a montré que les fibres FF sont largement supérieures que celles des FFV de 536,58 % pour la contrainte ultime, 513,32 % pour le module de Young et 31,38 % pour la déformation à la rupture. Il est à noter aussi que la distance entre les mors (DM) a une influence significative sur la déformation à la rupture et le module de Young des fibres FF et FFV, par contre, elle n'a pas d'influence notable sur la contrainte ultime. Différents modèles ont été également développés pour prédire les propriétés mécaniques des fibres FF et FFV en fonction de leurs diamètres et de la distance entre les deux mors ;

- L'analyse statistique avec différentes lois de distribution de probabilité effectuée pour les propriétés mécaniques des fibres en raison des dispersions observées des résultats expérimentaux obtenus permet de montrer que la méthode de Weibull à trois paramètres donne leurs meilleurs ajustements ;

- Les techniques de caractérisation des propriétés physico-chimiques et thermiques ont dévoilé que les fibres FFV et FF ont les mêmes groupes de structure chimique et moléculaire qui ont été identifiés par IRTF-ATR et l'analyse par EDX a montré que les deux fibres ont des compositions chimiques similaires. L'analyse par DRX a prouvé que les fibres FF ont un indice de cristallinité plus élevé (56,68%) que les FFV (47,82%). Des densités similaires des fibres

FFV et FF ont été déterminées et elles sont respectivement égales à $0,914 \text{ g/cm}^3$ et $0,922 \text{ g/cm}^3$. Les analyses TGA et DSC des fibres FFV et FF montrent qu'elles peuvent être stable thermiquement respectivement jusqu'à $230 \text{ }^\circ\text{C}$ et $220 \text{ }^\circ\text{C}$. Les événements thermiques associés à l'hémicellulose, à la cellulose et à la lignine ont été aussi déterminés ;

- Par rapport aux fibres brutes, le traitement optimal obtenu avec 3% de NaOH et un temps d'immersion de 8 heures pour les fibres FFV extraite par ébullition a conduit à des améliorations importantes de la contrainte ultime et du module de Young respectivement de plus de 95% et 92% ;

- L'analyse de variance du plan Taguchi a révélé que le temps d'immersion est le principal facteur affectant les propriétés de traction de la fibre, suivi de la concentration de NaOH et, enfin, de la méthode d'extraction utilisée. Les modèles mathématiques développés, peuvent être utilisés pour prédire avec précision la contrainte ultime et le module de Young. Ces modèles ont montré de bonnes concordances avec les valeurs expérimentales avec un coefficient de corrélation R^2 supérieur à 98%. La fonction de désirabilité des réponses optimales s'est avérée être de 94,36%, donnant une contrainte ultime de $225,07 \pm 4,88 \text{ MPa}$ et un module de Young de $8,98 \pm 0,24 \text{ GPa}$ pour les fibres extraites par ébullition et traitées avec 2,24% de NaOH pendant 11 h 38 min d'immersion ;

- Les images prises par le MEB des fibres FFV ont montré que le traitement alcalin élimine les corps sphériques de forme épineuse, appelé corps de silice, qui se trouvent dans des cavités elliptiques dispersées sur la surface extérieure des fibres. Les traitements alcalins ont non seulement entraîné des changements dans les propriétés mécaniques des fibres traitées, mais ils ont affecté également leur structure de surface ;

- Les analyses par MEB-EDX ont permis de comprendre l'influence du traitement chimique par NaOH et la méthode d'extraction des fibres sur leurs différentes propriétés. Il a été démontré à travers ces analyses que le traitement alcalin élimine un grand pourcentage d'hémicellulose, de lignine, de cire et d'impuretés de la surface, entraînant une augmentation de 14,70% du rapport atomique O/C. De plus, la technique de IRTF-ATR confirme la disparition des pics à 1735 cm^{-1} et 1244 cm^{-1} correspondant respectivement à l'hémicellulose et à la lignine de la structure des fibres traitées ;

- Les valeurs de Cr.I., Xc et CS, obtenues par DRX, les plus élevées sont associées aux plus grandes résistances à la traction des fibres, indiquant que la cristallinité contribue à

améliorer les propriétés mécaniques des fibres. L'analyse TGA/DTG a permis d'identifier la température de dégradation des composants des fibres brutes et celles traitées par un alcalin et de déterminer leur stabilité thermique. De plus, il a été confirmé que les traitements alcalins améliorent le comportement thermique des fibres.

- Les analyses des différentes propriétés mécaniques en traction des composites élaborés FFV non traitées/polyester et FFV traitées/polyester ont montré que leurs propriétés mécaniques sont largement supérieures que la résine polyester avec des augmentations respectives de 90,66% et 131,16% pour la contrainte ultime, 11,60 % et 18,84% pour le module de Young et 40,01% et 72,94% pour la déformation à la rupture. Par rapport aux composites renforcés par des fibres FFV non traitées, ceux renforcés par des fibres traitées permettent des augmentations respectives de la contrainte, du module de Young et de la déformation à la rupture de l'ordre de 21,25 %, 6,50 % et 23,53 %.

- L'analyse des essais de flexion 3-points des composites à base de résine polyester renforcés par des fibres FFV traitées et non traitées ont montrés, par rapport à la résine, des augmentations respectives de l'ordre de 69,13 % et 16,54 % pour la contrainte ultime, 284,07% et 155,41% pour le module de Young, mais pour les déformations des réductions respectives égales à 55,05% et 60,79% ont été enregistrées.

- Tous ces résultats confirment bien que les fibres des rachis de palmier dattier étudiées présentent un grand potentiel d'utilisation en tant que renforcement dans les biocomposites pouvant être utilisés dans diverses applications d'ingénierie.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] A. Allaith, Antioxidants in Date Fruits and the Extent of the Variability of the Total Phenolic Content: Review and Analysis, in: Antioxidants, IntechOpen, 2019.
- [2] R.W. Nixon, The date palm—“Tree of Life” in the subtropical deserts, *Economic Botany*, 5 (1951) 274–301.
- [3] A. Manickavasagan, M.M. Essa, E. Sukumar, M.M. Essa, E. Sukumar, Dates: Production, Processing, Food, and Medicinal Values, CRC Press, 2012.
- [4] G. Sharma, V. Sharma, T. Mishra, A systematic review of the characteristics, phytonutritive, and therapeutic potential of the date palm fruit (*Phoenix dactylifera*), *Biotechnology*, 100 (2019) 121–131.
- [5] A. Soussa, Irrigation and Civilization in Oued Rafi din, in: A. Zaid, E.J. Arias-Jimenez (Eds.), Date Palm Cultivation. FAO, Rome., Adib, Firs, 1969.
- [6] W.H. Barreveld, Date palm products., FAO, 1993.
- [7] D. Rivera, C. Obón, F. Alcaraz, E. Laguna, D. Johnson, Date-palm (*Phoenix*, *Arecaceae*) iconography in coins from the Mediterranean and West Asia, *Journal of Cultural Heritage*, 37 (2019) 199–214.
- [8] David Gledhill, The Names of Plants, 3rd ed., Cambridge , 2002.
- [9] J. Janick, R.E. Paull, The Encyclopedia of Fruit & Nuts, CABI, 2008.
- [10] A.A. Jaradat, Genetic Erosion of *Phoenix dactylifera* L.: Perceptible, Probable, or Possible, in: A. M., J. S. (Eds.), Genetic, Springer, Cham, 2016: pp. 131–213.
- [11] S. Zhai, T. Imai, Y. Horikawa, J. Sugiyama, Anatomical and mechanical characteristics of leaf-sheath fibrovascular bundles in palmS, *IAWA Journal*, 34 (2013) 285–300.
- [12] S.M. Jain, J.M. Al-Khayri, D. V. Johnson, Date Palm Biotechnology, 2011.
- [13] G. Peyron, Cultiver le palmier-dattier, Quae, 2000.
- [14] C.C.T. Chao, R.R. Krueger, The date palm (*Phoenix dactylifera* L.): Overview of biology, uses, and cultivation, *HortScience*, 42 (2007) 1077–1082.
- [15] M.N. Shah, Exploration of Methods for Gainful Utilization of Phytomass Based Biowaste, Pondicherry, 2014. <http://hdl.handle.net/10603/160496> (accessed July 12, 2020).
- [16] A. Zaid, E.J. Arias-Jimenez, Date Palm Cultivation, FAO Plant Production and Protection Paper, *Rev. I*, 156 (2002).
- [17] E.M. Yahia, Fruit and vegetable phytochemicals: Chemistry and human health: Second edition, Wiley Blackwell, Chichester, UK, 2017.
- [18] M.Q. Al-Mssallem, R.M. Alqurashi, J.M. Al-Khayri, Bioactive Compounds of Date Palm (*Phoenix dactylifera* L.), in: N.M. Hosakatte, V.A. Bapat (Eds.), Bioactive Compounds in Underutilized Fruits and Nuts, Reference, Springer, Cham, 2020: pp. 91–105.
- [19] A. Adefemi, ; Muhammad, H. Nensok, ; Ephraim, T. Ka’ase, I.A. Wuna, Exploratory Study of Date Seed as Coarse Aggregate in Concrete Production, *Civil and Environmental Research*, 3 (2013).
- [20] M.Q. Al-Mssalle, Consumption of dates among saudi adults and its association with the prevalence of type 2 diabetes, *Asian Journal of Clinical Nutrition*, 10 (2018) 58–64.

- [21] FAOSTAT, Food and Agriculture Organization Corporate Statistical Database, (2018). <http://www.fao.org/faostat/fr/?#data/QC> (accessed September 29, 2020).
- [22] A.T.T. Al-Hameedi, H.H. Alkinani, H.W. Albazzaz, S. Dunn-Norman, M.M. Alkhamis, Insights into the applications of waste materials in the oil and gas industry: state of the art review, availability, cost analysis, and classification, *Journal of Petroleum Exploration and Production Technology*, 10 (2020) 2137–2151.
- [23] M.T. Azam, A. Ahmad, Date Palm Waste: An Efficient Source for Production of Glucose and Lactic Acid, in: M. Naushad, E. Lichtfouse (Eds.), *Sustainable Agriculture Reviews* 34, Springer, Cham, 2019: pp. 155–178.
- [24] Dattes: plus de 91 millions de DA pour la lutte contre le Boufaroua et le Myelois, *APS.DZ*, (2020). <http://www.aps.dz/regions/106356-dattes-plus-de-91-millions-de-da-pour-la-lutte-contre-le-boufaroua-et-le-myelois> (accessed June 22, 2020).
- [25] O. Bessaoud, J.-P. Pellissier, J.-P. Rolland, W. Khechimi, Rapport de synthèse sur l’agriculture en Algérie, 2019. <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-02137632> (accessed May 29, 2020).
- [26] O.K. Laghouiter, M. Benalia, N. Gourine, A. Djeridane, I. Bombarda, M. Yousfi, O. Kelthoum Laghouiter, Chemical characterization and in vitro antioxidant capacity of nine Algerian date palm cultivars (*Phoenix dactylifera* L.) seed oil, *Mediterranean Journal of Nutrition and Metabolism*, 11 (2018) 103–117.
- [27] F. Biglari, A.F.M. AlKarkhi, A.M. Easa, Antioxidant activity and phenolic content of various date palm (*Phoenix dactylifera*) fruits from Iran, *Food Chemistry*, 107 (2008) 1636–1641.
- [28] O.N. des F.A. et A. (ONFAA), Rapport sur le commerce extérieur des dattes, 2017.
- [29] E.A. Darwish, Y. Mansour, H. Elmously, A. Abdelrahman, A. Moustafa, Structural performance of arched space trusses using date palm midribs for light and cost-effective construction in Egypt, *Buildings*, 10 (2020).
- [30] M.M.A.A. Nassar, R. Arunachalam, K.I. Alzebdeh, Machinability of natural fiber reinforced composites: a review, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 88 (2017) 2985–3004.
- [31] M.S. Salit, Tropical Natural Fibres and Their Properties, in: *Tropical Natural Fibre Composites*, Springer, Singapore, 2014: pp. 15–38.
- [32] A.L.N. Inácio, R.C. Nonato, B.C. Bonse, Recycled PP/EPDM/talc reinforced with bamboo fiber: Assessment of fiber and compatibilizer content on properties using factorial design, *Polymer Testing*, 61 (2017) 214–222.
- [33] R. Siakeng, M. Jawaid, H. Ariffin, S.M. Sapuan, M. Asim, N. Saba, Natural fiber reinforced polylactic acid composites: A review, *Polymer Composites*, 40 (2019) 446–463.
- [34] P. Peças, H. Carvalho, H. Salman, M. Leite, Natural Fibre Composites and Their Applications: A Review, *Journal of Composites Science*, 2 (2018) 66.
- [35] T.P. Sathishkumar, P. Navaneethakrishnan, S. Shankar, R. Rajasekar, N. Rajini, Characterization of natural fiber and composites - A review, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 32 (2013) 1457–1476.
- [36] B.E. Fabien, N. Boris, A. Ateba, A literature review on natural fibers, its properties and influence of water absorption on mechanical properties of composites, *International Journal of Recent Advances in Multidisciplinary Research*, 6 (2019) 4790–4797.

- [37] F.T. Wallenberger, N.E. Weston, *Natural Fibers, Plastics and Composites*, 1st ed., KJwer Academic Publishers, 2004.
- [38] H. Sharma, U.K. Komal, I. Singh, J.P. Misra, P.K. Rakesh, *Introduction to Green Composites*, in: R. Pawan Kumar, S. Inderdeep (Eds.), *Processing of Green Composites*, Springer, Singapore, 2019: pp. 1–13.
- [39] S. Grace Annapoorani, *Sustainable Textile Fibers*, in: S.S. Muthu (Ed.), *Sustainable Innovations in Textile Fibres*, Springer, Singapore, 2018: pp. 1–30.
- [40] M. Ramesh, C. Deepa, *Processing of Green Composites*, in: Subramanian Senthilkannan Muthu (Ed.), *Green Composites Processing, Characterisation and Applications for Textiles*, Springer, Singapore, 2019: pp. 47–72.
- [41] M.R. Sanjay, S. Siengchin, J. Parameswaranpillai, M. Jawaid, C.I. Pruncu, A. Khan, A comprehensive review of techniques for natural fibers as reinforcement in composites: Preparation, processing and characterization, *Carbohydrate Polymers*, 207 (2019) 108–121.
- [42] S. Amroune, *Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier*, 2016.
- [43] A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, A. Dufresne, A. Imad, Investigation of the date palm fiber for green composites reinforcement: Quasi-static and fatigue characterization of the fiber, *Industrial Crops and Products*, 146 (2020) 112135.
- [44] I. Lokantara, N. Suardana, I. Surata, I. Winaya, A Review on Natural Fibers: Extraction Process and Properties of Grass Fibers, *International Journal of Mechanical Engineering and Technology*, 11 (2020) 84–91.
- [45] R. Tokoro, D.M. Vu, K. Okubo, T. Tanaka, T. Fujii, T. Fujiura, How to improve mechanical properties of polylactic acid with bamboo fibers, in: *Journal of Materials Science*, Springer, 2008: pp. 775–787.
- [46] FEDI BOUKHRIS, Effet du mode de défibrage du bois de bouleau blanc sur les propriétés des granules énergétiques et des composites bois-polymère, UNIVERSITÉ DU QUÉBEC EN ABITIBI-TÉMISCAMINGUE, 2018.
- [47] S.A. Sheikh, N.P. Awate, A REVIEW PAPER ON DESIGN AND DEVELOPMENT OF BANANA FIBER EXTRACTION MACHINE, *International Journal of Engineering Sciences & Research Technology*, 5 (2016) 841–847.
- [48] L. Sisti, G. Totaro, M. Vannini, A. Celli, Retting Process as a Pretreatment of Natural Fibers for the Development of Polymer Composites, in: Springer, Cham, 2018: pp. 97–135.
- [49] S. Chonsakorn, S. Srivorradatpaisan, R. Mongkholrattanasit, Effects of different extraction methods on some properties of water hyacinth fiber, *Journal of Natural Fibers*, 16 (2019) 1015–1025.
- [50] S.K. Ramamoorthy, M. Skrifvars, A. Persson, A review of natural fibers used in biocomposites: Plant, animal and regenerated cellulose fibers, *Polymer Reviews*, 55 (2015) 107–162.
- [51] A. Bezazi, A. Belaadi, M. Bouchak, F. Scarpa, K. Boba, Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of *Agave americana* L. natural fibres, *Composites Part B: Engineering*, 66 (2014) 194–203.
- [52] Nicolas DA SILVA, Etat de la connaissance scientifique sur les fibres végétales, frd, 2008. <https://www.f-r-d.fr/etudes/performances-des-fibres/> (accessed June 21, 2020).

- [53] M. Maache, A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, A. Dufresne, Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus* L., *Carbohydrate Polymers*, 171 (2017) 163–172.
- [54] T.-D. Ngo, and T. Ho, LIGNOCELLULOSIC BIOMASSES, SUSTAINABLE PLATFORM FOR BIO-BASED MATERIALS WITH POLYPROPYLENE, in: P. Garcia (Ed.), *Polypropylene: Properties, Uses and Benefits*, Nova Science Publishers, Inc., 2016: p. 239.
- [55] F.H. Isikgor, C.R. Becer, Lignocellulosic biomass: a sustainable platform for the production of bio-based chemicals and polymers, *Polymer Chemistry*, 6 (2015) 4497–4559.
- [56] H.V. Scheller, P. Ulvskov, Hemicelluloses, *Annual Review of Plant Biology*, 61 (2010) 263–289.
- [57] C. Somerville, H. Youngs, C. Taylor, S.C. Davis, S.P. Long, Feedstocks for lignocellulosic biofuels, *Science*, 329 (2010) 790–792.
- [58] F. Cherubini, A.H. Strømman, Chemicals from lignocellulosic biomass: opportunities, perspectives, and potential of biorefinery systems, *Biofuels, Bioproducts and Biorefining*, 5 (2011) 548–561.
- [59] V. Menon, M. Rao, Trends in bioconversion of lignocellulose: Biofuels, platform chemicals & biorefinery concept, *Progress in Energy and Combustion Science*, 38 (2012) 522–550.
- [60] K.G. Satyanarayana, G.G.C. Arizaga, F. Wypych, Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers-An overview, *Progress in Polymer Science (Oxford)*, 34 (2009) 982–1021.
- [61] M.A. Fuqua, S. Huo, C.A. Ulven, Natural fiber reinforced composites, *Polymer Reviews*, 52 (2012) 259–320.
- [62] S. Mukhopadhyay, R. Fanguero, Physical Modification of Natural Fibers and Thermoplastic Films for Composites — A Review, *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 22 (2009) 135–162.
- [63] K. Jha, R. Kataria, J. Verma, S. Pradhan, Potential biodegradable matrices and fiber treatment for green composites: A review, *AIMS Materials Science*, 6 (2019) 119–138.
- [64] S. Amroune, A. Bezazi, A. Belaadi, C. Zhu, F. Scarpa, S. Rahatekar, A. Imad, 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*, 71 (2015) 98–106.
- [65] B. Abderrezak, A. Salah, F. Scarpa, Analyse statistique et effet des traitements chimique sur le comportement physico-mécanique des fibres des bras de grappe des palmiers dattier., *Rev. Sci. Technol., Synthèse*, 31 (2016) 108–120.
- [66] A. Pietak, S. Korte, E. Tan, A. Downard, M.P. Staiger, Atomic force microscopy characterization of the surface wettability of natural fibres, *Applied Surface Science*, 253 (2007) 3627–3635.
- [67] A.B. Thomsen, A. Thygesen, V. Bohn, K.V. Nielsen, B. Pallesen, M.S. Jørgensen, Effects of chemical-physical pre-treatment processes on hemp fibres for reinforcement of composites and for textiles, *Industrial Crops and Products*, 24 (2006) 113–118.

- [68] A. Gholampour, T. Ozbakkaloglu, A review of natural fiber composites: properties, modification and processing techniques, characterization, applications, *Journal of Materials Science*, 55 (2020) 829–892.
- [69] T. Fatma, Surface Modification of Bast-Based Natural Fibers through Environment Friendly Methods, in: *Generation, Development and Modifications of Natural Fibers*, IntechOpen, 2020.
- [70] A. Rudin, P. Choi, Biopolymers, in: *The Elements of Polymer Science & Engineering*, 3rd ed., 2013: pp. 521–535.
- [71] S. HM, B. TA, Applications of Green Composites in Immobilization of Radioactive Wastes and Others- A Review, *Journal of Nuclear Energy Science & Power Generation Technology*, 6 (2017).
- [72] J. Sahari, S.M. Sapuan % _ Rev, NATURAL FIBRE REINFORCED BIODEGRADABLE POLYMER COMPOSITES, 2011.
- [73] Biocomposite Market Global Share, Size Estimation, Industry Analysis, Key Growth Drivers, Price Trends, Business Opportunity and Forecast 2019 to 2023 « MarketersMEDIA – Press Release Distribution Services – News Release Distribution Services, (n.d.). <https://marketersmedia.com/biocomposite-market-global-share-size-estimation-industry-analysis-key-growth-drivers-price-trends-business-opportunity-and-forecast-2019-to-2023/88899304> (accessed June 27, 2020).
- [74] H. Dahy, Biocomposite materials based on annual natural fibres and biopolymers – Design, fabrication and customized applications in architecture, *Construction and Building Materials*, 147 (2017) 212–220.
- [75] O. Faruk, A.K. Bledzki, H.P. Fink, M. Sain, Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010, *Progress in Polymer Science*, 37 (2012) 1552–1596.
- [76] Project in Morocco combines hemp and solar to go totally off grid, (n.d.). <https://hemptoday.net/moroco-hempcrete-project/> (accessed June 13, 2020).
- [77] Biocomposites Experimental Pavilion by BioMat Group at ITKE | Installations, (n.d.). <https://www.architonic.com/en/project/biomat-group-at-itke-biocomposites-experimental-pavilion/20013658> (accessed June 13, 2020).
- [78] S.S. Saravanakumar, A. Kumaravel, T. Nagarajan, I.G. Moorthy, Effect of Chemical Treatments on Physicochemical Properties of Prosopis juliflora Fibers, *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 19 (2014) 383–390.
- [79] Hemp Production eGuide » Fibre Processing, (n.d.). <http://www.hemptrade.ca/eguide/fibre-production/fibre-processing> (accessed June 15, 2020).
- [80] S. Kalia, I. Kaur, B.S. Kaith, Cellulose Fibers: Bio- and Nano-Polymer Composites, 2011.
- [81] World’s first bio-composite car comes to Geleen - Agro & Chemistry, (n.d.). <https://www.agro-chemistry.com/news/worlds-first-bio-composite-car-comes-to-life/> (accessed June 12, 2020).
- [82] World unveil: Noah world’s first circular car – TU/ecomotive, (n.d.). <https://www.tuecomotive.nl/world-unveil-noah-worlds-first-circular-car/> (accessed June 12, 2020).
- [83] N. Saba, M. Jawaid, M.T.H. Sultan, O.Y. Alothman, Green biocomposites for structural applications, *Green Energy and Technology*, (2017) 1–27.

- [84] Honour for Soluboard in Seoul, (n.d.). <https://www.insidecomposites.com/honour-for-soluboard-in-seoul/> (accessed June 12, 2020).
- [85] M.R. Nurul Fazita, K. Jayaraman, D. Bhattacharyya, M.K. Mohamad Haafiz, C.K. Saurabh, M. Hazwan Hussin, H.P.S. Abdul Khalil, Green composites made of bamboo fabric and poly (lactic) acid for packaging applications-a review, *Materials*, 9 (2016).
- [86] L. Pil, F. Bensadoun, J. Pariset, I. Verpoest, Why are designers fascinated by flax and hemp fibre composites?, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 83 (2016) 193–205.
- [87] B.M. Wood, S.R. Coles, S. Maggs, J. Meredith, K. Kirwan, Use of lignin as a compatibiliser in hemp/epoxy composites, *Composites Science and Technology*, 71 (2011) 1804–1810.
- [88] R. Campilho, *Natural Fiber Composites*, 2015.
- [89] Say Hello to Hemp Sunglasses | National Hemp Association, (n.d.). <https://nationalhempassociation.org/say-hello-to-hemp-sunglasses/> (accessed June 15, 2020).
- [90] Biocomposites Market Research Report by Material Type, by Fiber Type, by Application - Global Forecast to 2025 - Cumulative Impact of COVID-19, (n.d.). <https://www.reportlinker.com/p05913586/Biocomposites-Market-Research-Report-by-Material-Type-by-Fiber-Type-by-Application-Global-Forecast-to-Cumulative-Impact-of-COVID-19.html> (accessed June 27, 2020).
- [91] Composites Market worth \$131.6 billion by 2024 | Key Players inc - WBOC-TV 16, Delmarvas News Leader, FOX 21, (n.d.). <http://www.wboc.com/story/42297624/composites-market-worth-1316-billion-by-2024-key-players-include-owens-corning-toray-industries-inc-teijin-limited-mitsubishi-chemical-holdings> (accessed June 30, 2020).
- [92] Chemical fiber global production by type 2000-2018 | Statista, (n.d.). <https://www.statista.com/statistics/271651/global-production-of-the-chemical-fiber-industry/> (accessed June 30, 2020).
- [93] Global Natural Fiber Composites Market 2020 by Manufacturers, Regions, Type and Application, Forecast to 2025 - Market Study Report, 2020. <https://www.marketstudyreport.com/reports/global-natural-fiber-composites-market-2020-by-manufacturers-regions-type-and-application-forecast-to-2025> (accessed June 27, 2020).
- [94] R. Nasser, M. Salem, S. Hiziroglu, H. Al-Mefarrej, A. Mohareb, M. Alam, I. Aref, Chemical Analysis of Different Parts of Date Palm (*Phoenix dactylifera* L.) Using Ultimate, Proximate and Thermo-Gravimetric Techniques for Energy Production, *Energies*, 9 (2016) 374.
- [95] K. Games, Wood. Chemistry, Ultrastructure, Reactions. VonD. Fengel undG. Wegener. de Gruyter, Berlin 1984. X111, 613 S., geb. DM 245.00. – ISBN 3-11-008481-3, *Angewandte Chemie*, 97 (1985) 361–361.
- [96] K. Almi, S. Lakel, A. Benchabane, A. Kriker, Characterization of date palm wood used as composites reinforcement, in: *Acta Physica Polonica A*, Polish Academy of Sciences, 2015: pp. 1072–1074.
- [97] G. Bensidhom, A. Ben Hassen-Trabelsi, K. Alper, M. Sghairoun, K. Zaafouri, I. Trabelsi, Pyrolysis of Date palm waste in a fixed-bed reactor: Characterization of pyrolytic products, *Bioresource Technology*, 247 (2018) 363–369.

- [98] K. Almi, A. Benchabane, S. Lakel, A. Kriker, Potential utilization of date palm wood as composite reinforcement, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 34 (2015) 1231–1240.
- [99] F.A. Al-Sulaiman, Mechanical Properties of Date Palm Fiber Reinforced Composites, *Applied Composite Materials*, 9 (2002) 369–377.
- [100] F. Delzendehrooy, M.R. Ayatollahi, A. Akhavan-Safar, L.F.M. da Silva, Strength improvement of adhesively bonded single lap joints with date palm fibers: Effect of type, size, treatment method and density of fibers, *Composites Part B: Engineering*, 188 (2020) 107874.
- [101] A. Abdal-Hay, N.P.G. Suardana, D.Y. Jung, K.S. Choi, J.K. Lim, Effect of diameters and alkali treatment on the tensile properties of date palm fiber reinforced epoxy composites, *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, 13 (2012) 1199–1206.
- [102] H. Khakpour, M.R. Ayatollahi, A. Akhavan-Safar, L.F.M. da Silva, Mechanical properties of structural adhesives enhanced with natural date palm tree fibers: Effects of length, density and fiber type, *Composite Structures*, 237 (2020) 111950.
- [103] T. Sadik, N.M. Sivaram, P. Senthil, Evaluation of Mechanical Properties of Date Palm Fronds Polymer Composites, *International Journal of ChemTech Research*, 10 (2017) 558–564.
- [104] J.R. Mohanty, S.N. Das, H.C. Das, S.K. Swain, Effect of chemically modified date palm leaf fiber on mechanical, thermal and rheological properties of polyvinylpyrrolidone, *Fibers and Polymers*, 15 (2014) 1062–1070.
- [105] B. Hamid, H. Abdelmadjid, Influence of Treatments on the Date Palm Fiber and Cement Matrix Behavior: Tensile and Pull-Out Tests, *American Journal of Civil Engineering and Architecture*, 4 (2016) 211–215.
- [106] S.R. Ferreira, M. Pepe, E. Martinelli, F. de Andrade Silva, R.D. Toledo Filho, Influence of natural fibers characteristics on the interface mechanics with cement based matrices, Elsevier Ltd, 2018.
- [107] A. Bendahou, Y. Habibi, H. Kaddami, A. Dufresne, Physico-chemical characterization of palm from Phoenix Dactylifera-L, preparation of cellulose whiskers and natural rubber-based nanocomposites, *Journal of Biobased Materials and Bioenergy*, 3 (2009) 81–90.
- [108] K. Al-Kaabi, A. Al-Khanbashi, A. Hammami, Natural fiber reinforced composites from date palm fibers, in: ECCM16, 2016: pp. 1–8.
- [109] A. Dakhli, R. Benzidane, R. Zehaf, L.M. Bennegadi, Z. Sereir, Tensile Behavior of Bio-Composites: Date Palm Rachi/Epoxy, Date Palm Pits/Epoxy, in: Proceedings of the Third International Symposium on Materials and Sustainable Development, Springer International Publishing, 2018: pp. 288–295.
- [110] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, M. Fois, Renewable materials to reduce building heat loss: Characterization of date palm wood, *Energy and Buildings*, 43 (2011) 491–497.
- [111] B.A. Alshammari, N. Saba, M.D. Alotaibi, M.F. Alotibi, M. Jawaid, O.Y. Alothman, Evaluation of Mechanical, Physical, and Morphological Properties of Epoxy Composites Reinforced with Different Date Palm Fillers, *Materials*, 12 (2019) 2145.

- [112] N. Nagaraj, S. Balasubramaniam, V. Venkataraman, R. Manickam, R. Nagarajan, I. Sikiru Oluwarotimi, Effect of cellulosic filler loading on mechanical and thermal properties of date palm seed/vinyl ester composites, *International Journal of Biological Macromolecules*, 147 (2020) 53–66.
- [113] T. Djoudi, M. Hecini, D. Scida, Y. Djebbloun, H. Djemai, Physico-Mechanical Characterization of Composite Materials Based on Date Palm Tree Fibers, *Journal of Natural Fibers*, (2019) 1–14.
- [114] K. Al-Kaabi, A. Al-Khanbashi, A. Hammami, Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: DPF/Polyester Composite Properties, *POLYMER COMPOSITES*, 26 (2005) 604–613.
- [115] A. Opuada Ameh, M. Tijani Isa, I. Sanusi, A.O. Ameh, M.T. Isa, I. Sanusi, Effect of particle size and concentration on the mechanical properties of polyester / date palm seed particulate composites, *Journal of Practices and Technologies*, 26 (2015) 65–78. <http://lejpt.academicdirect.org> (accessed August 14, 2020).
- [116] A.S. Hammood, Effect of erosion on water absorption and morphology for treated date palm fiber-reinforced polyester composites, *International Journal of Mechanical and Mechatronics Engineering*, 15 (2015) 108–114. <https://www.researchgate.net/publication/292982556> (accessed August 14, 2020).
- [117] H. Dhakal, A. Bourmaud, F. Berzin, F. Almansour, Z. Zhang, D.U. Shah, J. Beaugrand, Mechanical properties of leaf sheath date palm fibre waste biomass reinforced polycaprolactone (PCL) biocomposites, *Industrial Crops and Products*, 126 (2018) 394–402.
- [118] V. Mittal, G.E. Luckachan, B. Chernev, N.B. Matsko, Bio-polyester-date seed powder composites: Morphology and component migration, *Polymer Engineering and Science*, 55 (2015) 877–888.
- [119] B. Aldousiri, M. Alajmi, A. Shalwan, Mechanical Properties of Palm Fibre Reinforced Recycled HDPE, *Advances in Materials Science and Engineering*, 2013 (2013).
- [120] A. Chafidz, M. Rizal, F. Rm, M. Kaavessina, D. Hartanto, S.M. Alzahrani, Processing and properties of high density polyethylene/date palm fiber composites prepared by a laboratory mixing extruder, *Journal of Mechanical Engineering and Sciences ISSN*, 12 (2018) 3771–3785.
- [121] F.D. Alsewailem, Y.A. Binkhder, Preparation and Characterization of Polymer/Date Pits Composites, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 29 (2010) 1743–1749.
- [122] S. Mahdavi, H. Kermanian, A. Varshoei, Comparison of mechanical properties of date palm fiber- polyethylene composite, *BioResources*, 5 (2010) 2391–2403.
- [123] S.M. Mirmehdi, F. Zeinaly, F. Dabbagh, Date palm wood flour as filler of linear low-density polyethylene, *Composites Part B: Engineering*, 56 (2014) 137–141.
- [124] M.A. AlMaadeed, Z. Nógellová, I. Janigová, I. Krupa, Improved mechanical properties of recycled linear low-density polyethylene composites filled with date palm wood powder, *Materials & Design*, 58 (2014) 209–216.
- [125] R. Eslami-Farsani, Effect of fiber treatment on the mechanical properties of date palm fiber reinforced PP/EPDM composites, *Advanced Composite Materials*, 24 (2015) 27–40.
- [126] N. Mahmoudi, N. Hebbbar, Study of mechanical properties of a composite-based plant fibre of the palm and thermoplastic matrices (PP), *Journal of Composite Materials*, 48

- (2014) 291–299.
- [127] M.A. Binhussain, M.M. El-Tonsy, Palm leave and plastic waste wood composite for outdoor structures, *Construction and Building Materials*, 47 (2013) 1431–1435.
- [128] O. Benaïmeche, A. Carpinteri, M. Mellas, C. Ronchei, D. Scorza, S. Vantadori, The influence of date palm mesh fibre reinforcement on flexural and fracture behaviour of a cement-based mortar, *Composites Part B: Engineering*, 152 (2018) 292–299.
- [129] A. Kareche, B. Agoudjil, · Bourhaneddine Haba, A. Boudenne, Study on the Durability of New Construction Materials Based on Mortar Reinforced with Date Palm Fibers Wastes, 11 (2020) 3801–3809.
- [130] A.A. Saleh, M.A. Saleh, M.H. Al Haron, M. Farag, Insights into the effect of moisture absorption and fiber content on the mechanical behavior of starch–date-palm fiber composites, *Starch/Stärke*, 69 (2017) 1600254.
- [131] S. Hamza, H. Saad, B. Charrier, N. Ayed, F. Charrier-El Bouhtoury, Physico-chemical characterization of Tunisian plant fibers and its utilization as reinforcement for plaster based composites, *Industrial Crops and Products*, 49 (2013) 357–365.
- [132] I. Amara, A. Mazioud, I. Boulaoued, A. Mhimid, Experimental study on thermal properties of bio-composite (gypsum plaster reinforced with palm tree fibers) for building insulation, *International Journal of Heat and Technology*, 35 (2017) 576–584.
- [133] A. Djoudi, M.M. Khenfer, A. Bali, E.H. Kadri, G. Debicki, Performance of date palm fibres reinforced plaster concrete, *International Journal of Physical Sciences*, 7 (2012) 2845–2853.
- [134] N. Bouguedoura, M. Bennaceur, S. Babahani, S.E. Benziouche, Date Palm Status and Perspective in Algeria, in: *Date Palm Genetic Resources and Utilization: Volume 1: Africa and the Americas*, 2015: pp. 1–546.
- [135] A.R. Mohamed, S.M. Sapuan, M. Shahjahan, A. Khalina, Effects of simple abrasive combing and pretreatments on the properties of pineapple leaf fibers (palf) and palf-vinyl ester composite adhesion, *Polymer - Plastics Technology and Engineering*, 49 (2010) 972–978.
- [136] L. Segal, J.J. Creely, A.E. Martin, C.M. Conrad, An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer, *Textile Research Journal*, 29 (1959) 786–794.
- [137] J.C. Pintaud, B. Ludeña, F. Aberlenc-Bertossi, M. Gros-Balthazard, S. Ivorra, J.F. Terral, M. Tengberg, I.S. Hernández, M.A. González-Pérez, P. Sosa, S. Moussouni, F. Si-Dehbi, N. Bouguedoura, S. Zehdi, C. Newton, S. Abdoukader, A. Daher, M. Nabil, S. Santoni, Biogeography of the date palm (*Phoenix dactylifera* L., *Arecaceae*): Insights on the origin and on the structure of modern diversity, *Acta Horticulturae*, 994 (2013) 19–38.
- [138] P. Manimaran, P. SenthamaraiKannan, M.R. Sanjay, M.K. Marichelvam, M. Jawaid, Study on characterization of *Furcraea foetida* new natural fiber as composite reinforcement for lightweight applications, *Carbohydrate Polymers* 181 (2018) 650–658.
- [139] V. Fiore, T. Scalici, A. Valenza, Characterization of a new natural fiber from *Arundo donax* L. as potential reinforcement of polymer composites, *Carbohydrate Polymers*, 106 (2014) 77–83.
- [140] N. Kambli, S. Basak, K.K. Samanta, R.R. Deshmukh, Extraction of Natural Cellulosic Fibers from Cornhusk and Its Physico-Chemical Properties, *Fibers and Polymers*, 17 (2016) 687–694.

- [141] S.G. Jebadurai, R.E. Raj, V.S. Sreenivasan, J.S. Binoj, Comprehensive characterization of natural cellulosic fiber from *Coccinia grandis* stem, *Carbohydrate Polymers*, 207 (2018) 675–683.
- [142] K. Mayandi, N. Rajini, P. Pitchipoo, V.S. Sreenivasan, J.W. Jappes, A. Alavudeen, A comparative study on characterisations of *Cissus quadrangularis* and *Phoenix reclinata* natural fibres, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 34 (2015) 269–280.
- [143] K. Mayandi, N. Rajini, P. Pitchipoo, J.T.W. Jappes, A.V. Rajulu, Analysis and Extraction and characterization of new natural lignocellulosic fiber *Cyperus pangorei*, *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 21 (2016) 175–183.
- [144] S.R. Djafari Petroudy, Physical and mechanical properties of natural fibers, in: *Advanced High Strength Natural Fibre Composites in Construction*, Elsevier Inc., 2017: pp. 59–83.
- [145] J. Gassan, A. Chate, A.K. Bledzki, Calculation of elastic properties of natural fibers, *Journal of Materials Science*, 36 (2001) 3715–3720.
- [146] M.J. John, S. Thomas, eds., *Natural Polymers*, Royal Society of Chemistry, Cambridge, 2012.
- [147] J. Montoya, P. Benjumea, V. Pashova, Optimization of the basic ethanolysis of ricin oil using the response surface methodology, *Medellín*, 78 (2011) 90–97.
- [148] Douglas C. Montgomery, *Design and Analysis of Experiments*, 9th ed., WILEY, Arizona State University., 2017.
- [149] S.S. Saravanakumar, A. Kumaravel, T. Nagarajan, P. Sudhakar, R. Baskaran, Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Prosopis juliflora* bark, *Carbohydrate Polymers*, 92 (2013) 1928–1933.
- [150] M. Mabrouk, Elaboration et caractérisation des composites à renfort en fibres naturelles des plantes sauvages, 8 MAI 1945 GUELMA, 2018.
- [151] J. Wei, C. Meyer, Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites, *Cement and Concrete Research*, 73 (2015) 1–16.
- [152] A.R. Martin, M.A. Martins, O.R.R.F. Da Silva, L.H.C. Mattoso, Studies on the thermal properties of sisal fiber and its constituents, *Thermochimica Acta*, 506 (2010) 14–19.
- [153] A. Roy, S. Chakraborty, S.P. Kundu, R.K. Basak, S. Basu Majumder, B. Adhikari, Improvement in mechanical properties of jute fibres through mild alkali treatment as demonstrated by utilisation of the Weibull distribution model, *Bioresource Technology*, 107 (2012) 222–228.
- [154] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bouchak, F. Scarpa, C. Zhu, Thermochemical and statistical mechanical properties of natural sisal fibres, *Composites Part B: Engineering*, 67 (2014) 481–489.
- [155] L. Sajid, O. Azmami, Z. El ahmadi, A. Benayada, S. Gmouh, Extraction and characterization of palm fibers and their use to produce wool- and polyester-blended nonwovens, *Journal of Industrial Textiles*, (2019) 152808371987700.
- [156] C.I. Abdullah, A.D. Azzahari, N.M.M.A. Rahman, A. Hassan, R. Yahya, Optimizing Treatment of Oil Palm-Empty Fruit Bunch (OP-EFB) Fiber: Chemical, Thermal and Physical Properties of Alkalized Fibers, *Fibers and Polymers*, 20 (2019) 527–537.
- [157] G. Garcia Del Pino, A. Bezazi, H. Boumediri, A.C. Kieling, J.L. Valin Rivera, J. Dehaini, F.R. Valenzuela Díaz, *Composite Materials in Epoxy Resin Matrix Using Curaua Fibers*, in: *Lecture Notes in Mechanical Engineering*, Springer, 2021: pp. 333–340.

- [158] N. Kasyapi, V. Chaudhary, A.K. Bhowmick, Bionanowhiskers from jute: Preparation and characterization, *Carbohydrate Polymers*, 92 (2013) 1116–1123.
- [159] A.Ç. Kılınç, S. Köktaş, M. Atagür, M.Ö. Seydibeyoglu, Effect of Extraction Methods on the Properties of *Althea Officinalis* L. Fibers, *Journal of Natural Fibers*, 15 (2018) 325–336.
- [160] G. García del Pino, A.C. Kieling, A. Bezazi, H. Boumediri, J.F. Rolim de Souza, F. Valenzuela Díaz, J.L. Valin Rivera, J. Dehaini, T.H. Panzera, Hybrid Polyester Composites Reinforced with Curauá Fibres and Nanoclays, *Fibers and Polymers*, 21 (2020) 399–406.
- [161] D. Das, S. Hussain, A. Kumar Ghosh, A. Kumar Pal, Studies on cellulose nanocrystals extracted from *Musa sapientum*: structural and bonding aspects, *Cellulose Chemistry & Technology*, 52 (2018) 729–739.
- [162] S. Mouhoubi, M.E.H. Bourahli, H. Osmani, S. Abdeslam, Effect of Alkali Treatment on Alfa Fibers Behavior, *Journal of Natural Fibers*, 14 (2017) 239–249.
- [163] S. Amroune, A. Bezazi, A. Dufresne, F. Scarpa, A. Imad, Investigation of the Date Palm Fiber for Green Composites Reinforcement: Thermo-physical and Mechanical Properties of the Fiber, *Journal of Natural Fibers*, (2019) 1–18.
- [164] D. Eddine Kari, A. Benmounah, H. Boumediri, A. Bezazi, A. Toufik Moussai, N. Bouhemame, B. Bezzazi, Evaluation of Chemical, Thermal Properties and Statistical Analysis of Tensile Properties of Jute Fibers Yarns, in: *Proceedings of the 4th International Symposium on Materials and Sustainable Development*, Springer International Publishing, 2020: pp. 140–151.
- [165] A. Saaidia, A. Bezazi, A. Belbeh, H. Bouchelaghem, F. Scarpa, S. Amirouche, Mechano-physical properties and statistical design of jute yarns, *Measurement: Journal of the International Measurement Confederation*, 111 (2017) 284–294.
- [166] P. Ma, J. Lan, Y. Feng, R. Liu, J. Qu, H. He, Effects of continuous steam explosion on the microstructure and properties of eucalyptus fibers, *BioResources*, 11 (2016) 1417–1431.
- [167] W.R.W. Daud, K.A. Wahid, K.N. Law, Cold soda pulping of oil palm empty fruit bunch (OPEFB), *BioResources*, 8 (2013) 6151–6160.
- [168] G. García Del Pino, A. Bezazi, H. Boumediri, A.C. Kieling, C.C. Silva, J. Dehaini, J.L.V. Rivera, M. das G. da S. Valenzuela, F.R.V. Díaz, T.H. Panzera, Hybrid epoxy composites made from treated curauá fibres and organophilic clay, *Journal of Composite Materials*, (2020) 002199832094578.
- [169] H. Suryanto, E.M. Yudy, S. Irawan, R. Soenoko, Effect of Alkali Treatment on Crystalline Structure of Cellulose Fiber from Mendong (*Fimbristylis globulosa*) Straw, *Key Engineering Materials.*, 594 (2014) 720–724.
- [170] P. Manimaran, K. Solai Senthil Kumar, M. Prithiviraj, Investigation of Physico Chemical, Mechanical and Thermal Properties of the *Albizia Lebbeck* Bark Fibers, *Journal of Natural Fibers*, (2019).
- [171] M. Haddar, A. Elloumi, A. Koubaa, C. Bradai, S. Migneault, F. Elhalouani, Synergetic effect of *Posidonia oceanica* fibres and deinking paper sludge on the thermo-mechanical properties of high density polyethylene composites, *Industrial Crops and Products*, 121 (2018) 26–35.

Travaux scientifiques

Deux publications internationales :

- 1- **Haithem BOUMEDIRI**, Abderrezak BEZAZI, Abdelkrim HADDAD, Gilberto GARCIA DEL PINO, Fabrizio SCARPA, Alain DUFRESNE, Extraction and characterization of vascular bundle and fiber strand from date palm rachis as potential bio-reinforcement in composite, *Carbohydrate Polymers*, Volume 222, 15 October 2019, 114997. (Facteur d'impact est 7,182).
- 2- Abderrezak BEZAZI, **Haithem BOUMEDIRI**, Gilberto GARCIA DEL PINO, Bezzazi BOUDJEMA, Paulo REIS, Fabrizio SCARPA, Alain DUFRESNE, Alkali treatment effect on physicochemical and tensile properties of date palm rachis fibers, *Journal of Natural Fibers*, September 2020. (Facteur d'impact est 2,662).

Chapitre d'un ouvrage (publié par Springer) :

- **Haithem BOUMEDIRI**, Abderrezak BEZAZI, Gilberto GARCIA DEL PINO, Boudjema BEZZAZI, Ahmed Toufik MOUSSAI, Fabrizio SCARPA, Alain DUFRESNE, A Statistical Analysis of Size, Shape and Tensile Properties of Fibres Extracted from Date Palm (Phoenix Dactylifera L.) Rachis, *Waste Recycling and Environment*, 16 October 2020.

Trois communications internationales comme suit :

- 1- **Haithem BOUMEDIRI**, Abderrezak BEZAZI, Abdelkrim HADDAD, Azize SAADIA, Fabrizio SCARPA, Alain DUFRESNE, Physico-chemical characterization of date palm leaves (Phoenix Dactylifera-L) of Algeria, *3rd International Conference on Mechanics of Composites MECHCOMP3*, 3-7 July 2017, *University of Bologna, Italy*.
- 2- **Haithem BOUMEDIRI**, Abderrezak BEZAZI, Abdelkrim HADDAD, Gilberto GARCIA DEL PINO, Fabrizio SCARPA, Alain DUFRESNE, Thermal behavior and structural analysis of date palm fiber, *4rd Conference on Advances in Mechanical Engineering Istanbul ICAME2018*, 19-21 December 2018, *Yildiz Technical University, Istanbul, Turkey*.
- 3- **Haithem BOUMEDIRI**, Abderrezak BEZAZI, Gilberto GARCIA DEL PINO, Boudjema BEZZAZI, Ahmed Toufik MOUSSAI, Fabrizio SCARPA, Alain DUFRESNE, Statistical analysis of the tensile properties of fiber strand and vascular bundle extracted from date palm rachis, *4 International Symposium on Materials and Sustainable Development ISMSD2019* November 12-14, 2019, *University of M'Hamed Bougara Boumerdes, Algeria*.