

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique



# THÈSE

Présentée pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DU 8 MAI 1945 GUELMA**

**SPÉCIALITÉ : Génie mécanique**

Par :

**Salah AMROUNE**

---

## **Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier**

---

### JURY

Président :	Pr. GUENFOUD Salah	(Université de Guelma)
Rapporteur :	Pr. BEZAZI Abderrezak	(Université de Guelma)
Membres :	Pr. REDJEL Bachir	(Université d'Annaba)
	Pr. SEREIR Zouaoui	(Université d'Oran)
	Pr. ADDA BEDIA El Abbas	(Université de Sidi Bel Abbès)
	Pr. IMAD Abdelatif	(Université de Lille 1 France)

---

**Année : 2016**

---

## *Dédicace*

*Je dédie cette thèse de doctorat :*

*- à mon défunt beau père ( LADJAL Abdelkader) ;*

*- à mon père et ma mère que Dieu les protège ;*

*- à ma femme (Abla) qui n'a jamais cessé de me soutenir pour que je puisse terminer cette these.*

**Salah**

## Résumé :

Les composites à base de fibres végétales se trouvent de plus en plus dans des applications industrielles et leurs utilisations augmentent de jour en jour. Les principales raisons sont la disponibilité d'un grand éventail de fibres végétales, le respect de l'environnement et la recyclabilité quand ils sont combinés avec des polymères adéquats. L'incorporation des fibres végétales dans des matériaux thermo-plastiques ou thermodurcissables pour remplacement des fibres de verre est un concept qui commence à être industrialisé et commercialisé. Les matériaux composites renforcés par des fibres végétales trouvent leur applications dans la fabrication des habitacles de plusieurs marques de voitures, de petits bateaux, de kayaks et même dans la boiserie et les constructions en génie civil ou bien dans des structures secondaires de divers applications qui répondent au souci de préservation de l'environnement.

Dans ce contexte, ce travail de thèse s'intéresse dans un premier temps à la caractérisation physicochimique par (FTIR, DRX, DSC et MEB) et la caractérisation mécanique en traction des Fibres de Palmier Dattier (FPD) non traitées et traitées par différentes concentrations de NaOH pendant différents temps d'immersion. Des tests de fatigue cyclique ont été réalisés pour la première fois pour ce type de fibre. Ensuite les bio-composites FPD/polyester élaborés sont testés sous chargement monotone en flexion 3-points et en traction quasi statique. En raison des dispersions des résultats obtenus à partir des essais statiques de traction, une étude statistique basée sur la méthode de Weibull à deux et à trois paramètres a été utilisée dans le but d'évaluer correctement les caractéristiques mécaniques des FPD. Le choix de cette fibre est bien justifié du fait que très peu de travaux sur cette fibre existent dans la littérature et d'autre part de sa disponibilité en abondance car l'Algérie possède plus de dix huit millions d'arbres de palmier dattier. De plus, ces fibres sont soit jetées ou brûlées chaque année après l'entretien des palmiers ou pendant la récolte des dattes. Cette ressource naturelle renouvelable mérite d'être valorisée du fait qu'elle est très utile pour l'élaboration des matériaux écologiques.

*Mots Clés : Fibres naturelles, Palmier Dattier, Extraction, FTIR, traitement chimique, traction, fibre végétale/ fibre naturelle/ bio composite/ traction statique/ traction fatigue/ flexion 3-points.*

## **Abstract**

Composites based plant fibers be find more and more in industrial applications and their uses are increasing day by day. The main reasons are the wide range availability of plant fibers, eco-friendly and recyclability when they are combined with suitable polymers. The incorporation of plant fibers in thermoplastics or thermosetting materials to replace glass fibers is a concept that is beginning to be developed and marketed. Composite materials reinforced with plant fibers find their applications in the manufacturing such interiors cars mark, small boats and kayaks and even the woodwork and civil constructions engineering or in secondary structures for applications that concern the meet of the environment preservation.

In this context, this thesis is initially interested to the physico-chemical (FTIR, XRD, DSC and SEM) and mechanical characterization of tensile Date Palm fibers (FPD) untreated and treated with alkali treatment at different concentrations of NaOH for different times. Cyclic fatigue tests were carrying out for the first time of this fiber type. Then developed bio composites FPD / polyester are tested under three-point loading and static tensile. Due to the dispersion results in static tensile testing, a statistical study based on the two and three parameters Weibull were used in order to evaluate correctly the mechanical characteristics of FPD. The choice of this fiber is well justified as given the very few studies exist in the literature on this fiber and also its availability in abundance because Algeria has over eighteen million trees date palm. In more, these fibers are either thrown away or burned each year after the maintenance of palm trees or during the date harvest. This renewable natural resource deserves to be appreciated and it is very useful for the development of environmentally friendly materials.

Keywords: Natural fibers, Date Palm, Extraction, FTIR, Chemical treatment, Tensile, vegetable fiber / natural fiber / bio composite / Static tensile / Tiredness tensile / 3-point bending.

## ملخص :

تمثل دراسة المواد المركبة المعززة بألياف نباتية أهمية كبيرة لدى الباحثين والصناعيين واستعمالاتها تتزايد من يوم لأخر في جميع المجالات وذلك لأسباب بيئية واقتصادية ولكثرة تواجدها وتجدها كل سنة مع قابلية تحللها. يوجد الكثير من الألياف النباتية التي يمكن استخدامها لتعزيز المواد المركبة، وذلك لتعويض ألياف الزجاج. إن المواد المركبة المعززة بألياف نباتية يتم الآن استخدامها في تصنيع القطع المتواجدة بداخل السيارات وبعض القوارب وحتى في مجالات الهندسة المدنية والهياكل الثانوية التي لا تتطلب قوى كبيرة وتخضع لشرط المحافظة على البيئة.

تدرج هذه الدراسة ضمن هذا السياق، في بادئ الأمر نقوم بدراسة الخصائص الميكانيكية لشد ألياف النخيل الغير معالجة والمعالجة بمحلول هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) بتركيزات مختلفة وأوقات غمر متعددة. كما نقوم أيضا بدراسة الخصائص الفيزيائية والكيميائية لهذه الألياف باستخدام تقنيات (FTIR, DRX, DSC et MEB) كما ننوه بأنه تم استخدام تجارب التعب (fatigue) لأول مرة على هذا النوع من الألياف. بعد ذلك نقوم باختبارات الشد و الثني ثلاثي النقاط على عينات المواد المركبة المعززة بألياف النخيل وقد لوحظ التفرق الشديد في نتائج اختبار الشد للألياف مما ترتب عليه دراسة إحصائية لقياس درجة التغير باستخدام برامج حسابات (Matlab). ان اختيار هذا النوع من الألياف النباتية يرجع أساسا من جهة إلى العدد القليل للدراسات العلمية في هذا المجال ومن جهة أخرى إلى العدد الكبير الذي تتوفر عليه الجزائر، أكثر من 18 مليون نخلة هبالإضافة إلى ذلك يتم رمي و حرق هذه الألياف كل سنة عند جني الثمار وعند عملية الزبر. إن هذه المادة المتجددة والحيوية جديرة بالدراسة والاهتمام لصناعة مواد بيئية.

**الكلمات الأساسية:** ألياف نباتية، الخصائص الميكانيكية للشد، حيود الاشعة السينية

# Table des matières

---

Résumé	
Abstract	
Introduction générale .....	1
<b>Chapitre I. Etude Bibliographique</b>	
I.1. Introduction .....	3
I.2 Généralités sur le palmier dattier .....	4
I.2.1 Situation de la culture du palmier dattier en Algérie .....	4
I.2.2 Sous-produits de palmier dattier .....	5
I.2.2.1. Sous-produits de palmier dattier et leurs applications .....	5
I.2.2.2 Estimation du tonnage du palmier dattier et de leurs sous produits .....	6
I.2.3. Variétés de palmier dattier en Algérie .....	6
I.2.4 Etude morphologique du palmier dattier .....	8
I.2.4.1. Parties de palmier dattier .....	9
I.3. Les fibres utilisées dans des matériaux composites .....	10
I.3.1 Généralités .....	10
I.3.2. Composition chimique .....	12
I.3.2.1. Cellulose .....	12
I.3.2.2 Hémicellulose .....	12
I.3.2.3 Lignine .....	13
I.3.2.4. Pectine .....	14
I.3.2.5 Les extractibles .....	14
I.3.3 Structure .....	15
I.3.4 Processus d'extraction des fibres végétales .....	17
I.4 Traitement des surfaces des fibres.....	19
I.4.1 Introduction .....	19
I.4.1 Traitement à la soude .....	20
I.5 Matériaux composites .....	21

I.5.1 Définition .....	21
I.5.2 Notion de bio composites .....	22
I.5.3 Exemples d'utilisation des fibres naturelles .....	22
I.6 Synthèse des travaux réalisés sur les fibres végétales .....	25
I.7 Conclusion et position du problème.....	37

## **Chapitre II. Techniques expérimentales et préparation des échantillons**

II.1 Introduction .....	39
II.2 Matériaux .....	40
II.2.1 les fibres de palmier dattier .....	40
II.2.2 Extraction des fibres .....	40
II.2.3 Traitement chimique des fibres .....	42
II.3 La matrice (résine polyester) .....	42
II.4 Elaboration des bio composites .....	43
II.5 Appareillages et méthodes expérimentales .....	47
II.5.1 Microscopes .....	47
II.5.1.1 Microscopes optiques .....	47
II.5.1.2 Microscopes à balayage électronique (MEB) .....	50
II.5.2 Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) .....	52
II.5.3 Analyse calorimétrique différentielle (DSC) .....	52
II.5.4 Diffractomètre à RX .....	54
II.5.5 Préparation des échantillons .....	54
II.5.6 Machine d'essai mécanique .....	57
II.5.6.1 Essai de traction sur une fibre .....	58
II.5.6.2 Essai de fatigue sur une fibre .....	59
II.5.6.3 Essai de traction statique sur les bio composites .....	61
II.5.6.4 Essai de flexion trois points sur les bio composites .....	62
II.6 Conclusion .....	64

### **Chapitre III. Résultats et discussions des essais statiques**

III.1 Introduction .....	65
III.2 Caractérisation thermochimique .....	66
III.2.1 Spectrométrie Infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) .....	66
III.2.2 Analyse calorimétrique différentielle (DSC) .....	70
III.3 Analyse par microscopie optique et à balayage électronique (MEB) .....	73
III.4 Caractérisation physico-mécanique .....	75
III.4.1 Diffractomètre RX .....	75
III.4.2 Essai de traction sur une fibre unitaire .....	77
III.5 Caractérisation mécanique des bio composites .....	85
III.5.1 Caractérisation mécanique en traction de la résine polyester .....	85
III.5.2 Caractérisation mécanique en traction des bio composites .....	86
III.5.3 Essai de flexion 3-points de la résine polyester .....	89
III.5.4 Essai de flexion 3-points des bio composites .....	90
III.6 Mécanismes d'endommagement dans les matériaux composites.....	93
III.6.1 Processus d'endommagement des éprouvettes de traction.....	94
III.6.2 Processus d'endommagement des éprouvettes de flexion.....	97
III.7 Conclusion .....	100

### **Chapitre IV. Résultats et Discussions des essais de fatigue**

IV.1 Introduction .....	101
IV.2 Généralités .....	102
IV.3 Résultats et discussions .....	102
IV.3.1 Comportement en traction statique des fibres FPD .....	102
IV.3.2 Comportement en fatigue des fibres FPD .....	104
IV.3.2.1 Perte de charge $F/F_0$ .....	105
IV.3.2.2 Boucles d'hystérésis .....	106
IV.3.2.3 Energie dissipée .....	117
IV.3.2.4 Courbe de Wöhler (S-N) .....	120
IV.3.2.5 Observation au microscope à balayage électronique .....	122
IV.4 Conclusion .....	126



## **Chapitre V. Etude statistique du comportement en statique des fibres de palmier dattier**

V.1 Introduction .....	127
V.2 Généralités .....	128
V.3 Analyse statistique .....	128
V.4 Analyse Statistique de Weibull .....	128
V.5 Résultats et discussions.....	131
V.6 Analyse de variance ANOVA .....	140
V.7 Application de l'ANOVA sur les résultats expérimentaux des fibres de bras de grappe..	141
V.8 Conclusion .....	148
Conclusion & perspectives .....	150
Références bibliographiques .....	152
Annexes	

## Liste des figures

### Chapitre I

<b>Figure I.1</b> : Arbre de palmier dattier.....	8
<b>Figure I.2</b> : (a) Régime et hampe (b) Palme (feuille) de palmier dattier.....	10
<b>Figure I.3</b> : Classification des fibres naturelles en fonction de leur origine.....	11
<b>Figure I.4</b> : Molécule de la cellulose ( <i>n</i> répétitions du glucose).....	12
<b>Figure I.5</b> : Molécule de l'hémicellulose.....	13
<b>Figure I.6</b> : Formule chimique de la lignine.....	13
<b>Figure I.7</b> : Structure d'une chaîne d'acide uronique.....	14
<b>Figure I.8</b> : Examen de la fibre de palmier dattier par MEB, vue tangentielle.....	15
<b>Figure I.9</b> : Examen du MEB pour la fibre de palmier dattier coupe transversale et vue tangentielle.....	16
<b>Figure I.10</b> : Les éléments d'une fibre élémentaire.....	16
<b>Figure I.11</b> : Schéma de principe de la microstructure d'une fibre élémentaire (lin et chanvre).....	17
<b>Figure I.12</b> : Diagramme des techniques d'extraction des fibres végétales.....	17
<b>Figure I.13</b> : Matériau composite.....	21
<b>Figure I.14</b> : Classification schématique des différents types de composites.....	22
<b>Figure I.15</b> : Utilisation des fibres naturelles avec des bio Composites.....	23
<b>Figure I.16</b> : Des pièces renforcées par des fibres végétales (Flax/polypropylène) Mercedes Benz A-Class.....	24
<b>Figure I.17</b> : Réalisation des pièces renforcées par des fibres végétales.....	24
<b>Figure I.18</b> : Publications sur les fibres naturelles.....	25
<b>Figure I.19</b> : Propriétés mécaniques pour certaines fibres végétales.....	26
<b>Figure I.20</b> : : (a) courbe moyenne contrainte-déformation des DPF (b) Le module d'Young du DPF en fonction du diamètre de la fibre.....	27
<b>Figure I.21</b> : Effet de la durée de traitement de la soude sur la résistance à la traction de DPF (5% de solution de NaOH à 100 ° C).....	27
<b>Figure I.22</b> : Propriétés mécaniques (a) contraintes à la rupture (b) Module de Young .....	31
<b>Figure I.23</b> : Comportement en traction d'une fibre de sisal (a) charge-déplacement, (b) courbe type contrainte-déformation.....	32
<b>Figure I.24</b> : (a) Exemple des fibres Agave americana L. de la région de Guelma (Algerie), (b) section de la plante (c) Extraction après 90 jours; (d) fibres obtenus. (e) Fibres d'Agave par immersion à l'eau 10 à 13 jours; (f) fibres obtenus.....	33

<b>Figure I.25</b> : Traitement des fibres Alfa (a) fibres non traitées (b) fibres traitées pendant 48h (c) fibres traitées pendant 24h (d) échantillons testés.....	33
<b>Figure I.26</b> : Propriétés mécanique des différentes composites.....	34
<b>Figure I.27</b> : (a) processus de traitement (b) Modification des fibers. (c) Préparation pour mesurer le diametre, (d) Equipment MEB, (e) Machine de traction, à droite (a) Diametre des fibres, (b) Photo MEB dans le sens longitudinale d'une fibre.....	36
<b>Figure I.28</b> : Courbes contraintes-déformations: (a) fibres non traitées (b) fibres traitées.....	36

## Chapitre II

<b>Figure II.1</b> : (a) les bras de grappe (b) Les fibres extraites utilisées dans ce travail. ....	40
<b>Figure II.2</b> : différentes étapes de la méthode d'extraction des fibres des bras de grappe des palmiers dattiers.....	41
<b>Figure II.3</b> : Préparation des plis (300x300mm).....	43
<b>Figure II.4</b> : pesage des plis.....	44
<b>Figure II.5</b> : Les étapes de préparation du composite polyester/ fibres BPLD .....	46
<b>Figure II.6</b> : Plaques stratifiées bio composites fabriquées.....	47
<b>Figure II.7</b> : Elaboration des éprouvettes pour observation de la section droite des fibres (a) éprouvette dans le moule, (b) fibres plongé dans la résine après démoulage.....	48
<b>Figure II.8</b> : : (a) Microscope optique <i>ZEISS</i> utilisé pour la mesure du diamètre de la fibre et (b) Zoom de la fibre de palmier dattier.....	49
<b>Figure II.9</b> : (a) Microscope optique <i>Olympus AX 70</i> utilisé pour l'observation de la section droite des fibres et (b) Zoom de la section droite des fibres de palmier dattier.....	50
<b>Figure II.10</b> : Microscope MEB de type ESEM XL30.....	51
<b>Figure II.11</b> : Microscope MEB de type <i>ESEM QUANTA 200</i> .....	51
<b>Figure II.12</b> : Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier de type <i>Elmer Spectrum 100 Perkin</i> .....	52
<b>Figure II.13</b> : Equipement utilisé en DSC Q100 ( <i>Mettler TA 3000</i> ).....	53
<b>Figure II.14</b> : (a) Diffractomètre <i>PANalytical X'Pert</i> . (b) Porte échantillons.....	54
<b>Figure II.15</b> : Tronçonneuse à disque en diamant utilisée pour la découpe des plaques stratifiées.....	55
<b>Figure II.16</b> : Types des éprouvettes obtenus: (a) Traction résine polyester, (b) Traction composite stratifié FPD, (c) Flexion 3-points résine polyester et (d) Flexion 3-points composite stratifié FPD .....	56
<b>Figure II.17</b> : Etuve à commande digitale d'un model <i>memmert</i> .....	56

<b>Figure II.18</b> : Machine universelle de type <i>ZWICK ROELLE Z005</i> .....	57
<b>Figure II.19</b> : Essai de traction sur une fibre de bras de grappe de palmier dattier (FBGPD).....	58
<b>Figure II.20</b> : Différents paramètres pour l'étude en fatigue cyclique des fibres des bras de grappes des palmiers dattiers .....	60
<b>Figure II.21</b> : Essai de traction sur les bio composites.....	62
<b>Figure II.22</b> : Principe de l'essai de flexion 3-points.....	63

### **Chapitre III**

<b>Figure III.1</b> : Spectres FTIR des fibres non traitées et traitées par NaOH pendant 12h.....	67
<b>Figure III.2</b> : Spectres FTIR des fibres non traitées et traitées par 0,5% NaOH pendant (12, 24, 48, 72 et 96h).....	68
<b>Figure III.3</b> : Analyse DSC de la fibre des bras de grappe de palmier dattier non traitée.....	71
<b>Figure III.4</b> : Analyse DSC de la fibre des bras de grappe de palmier dattier traitée 0,5% NaOH 12h.....	71
<b>Figure III.5</b> : Analyse DSC des fibres des bras de grappe de palmier dattier traitée 0,5% NaOH 12h et non traitée.....	72
<b>Figure III.6</b> : Microscope optique (a) vue longitudinale (b) section de la FPD.....	73
<b>Figure III.7</b> : Images MEB (a, b) fibres traitées à 0,5% NaOH-12h et non traitée (c, d) fibres traitées à 1% et 3% NaOH-12h.....	74
<b>Figure III.8</b> : Images MEB (a) section de la FPD (b), (c) et (d) zoom de la section.....	75
<b>Figure III.9</b> : Courbes de diffraction des rayons X des fibres de Palmier Dattier non traitées et traitées à 0,5% de NaOH pendant 12h.....	76
<b>Figure III.10</b> : (a) Contrainte/déformation des trente essais effectués sur des fibres non traités (b) Comportement contrainte-déformation en escalier remarqué sur des fibres non traités. ....	78
<b>Figure III.11</b> : Courbe type des fibres brutes et traitées 0,5% NaOH pendant 12h.....	79
<b>Figure III.12</b> : Propriétés mécanique des fibres de bras de grappe de palmier dattier (a) contrainte à la rupture (b) déformation à la rupture (c) module de Young .....	82
<b>Figure III.13</b> : Nuage de points des propriétés mécaniques en fonction des diamètres des fibres non traitées et traitées par le NaOH aux différentes concentrations pour les durées de 12h et 24h.....	84
<b>Figure III.14</b> : Courbe contrainte-déformation de la résine polyester, sollicitée en traction.....	85
<b>Figure III.15</b> : Courbe contrainte-déformation des composites 1plis U.....	87

<b>Figure III.16</b> : Courbe contrainte-déformation des composites 2plis U.....	87
<b>Figure III.17</b> : Courbe contrainte-déformation des composites 3plis U.....	88
<b>Figure III.18</b> : Comparaison des courbes types contrainte-déformation des différents composites avec la résine seule.....	89
<b>Figure III.19</b> : Courbes contrainte-déformation de la résine en flexion 3-points.....	90
<b>Figure III.20</b> : Courbes contrainte-déformation des composites PD-2plis U en flexion 3-points.....	92
<b>Figure III.21</b> : Courbes contrainte-déformation des composites PD-4plis C en flexion 3-points.....	91
<b>Figure III.22</b> : Courbes contrainte-déformation des composites PD-4plis U en flexion 3-points.....	92
<b>Figure III.23</b> : Courbes types contrainte-déformation en flexion 3-points de la matrice seule et des composites de type Résine, 2 plis U, 4 plis C et 4 plis U.....	93
<b>Figure III.24</b> : Mécanismes d'endommagement dans les composites stratifiés.....	94
<b>Figure III.25</b> : Exemples de modes de rupture pouvant survenir lors d'un essai de traction.....	95
<b>Figure III.26</b> : (a) Rupture des éprouvettes de traction en résine (b) Rupture d'un composite stratifié 2 plis unidirectionnel.....	96
<b>Figure III.27</b> : Rupture d'un composite stratifié 3 plis unidirectionnel.....	97
<b>Figure III.28</b> : (a) Rupture des stratifiés 4 plis croisées (b) Rupture des stratifiés 2 plis unidirectionnel.....	98
<b>Figure III.29</b> : Facies de rupture en flexion.....	100

#### Chapitre IV

<b>Figure IV.1</b> : Comportement en traction d'une fibre de palmier dattier (a) charge-déplacement, (b) courbe type contrainte déformation.....	103
<b>Figure IV.2</b> : Evolution de la perte de charge $F/F_0$ en fonction du nombre de cycles $N$ pour différents niveaux de chargement $r$ .....	105
<b>Figure IV.3</b> : Evolution de la perte de charge $F/F_0$ en fonction du nombre de cycles $N$ pour le niveau de chargement $r = 0,85$ .....	106
<b>Figure IV.4</b> : Boucles d'hystérésis pour les différents niveaux de chargement.....	111
<b>Figure IV.5</b> : Forme des boucles d'hystérésis ( $N = 1$ cycle) de la fibre de FPD pour les différents niveaux de chargement $r$ étudiés.....	112
<b>Figure IV.6</b> : Courbes de charge de déplacement cycliques pour des nombres de cycles $N$ spécifique pour différents niveau de chargement.....	116

<b>Figure IV.7</b> : Comparaison de la force maximale pour différents niveaux de chargement...	116
<b>Figure IV.8</b> : Boucle d'hystérésis pour déterminer l'énergie dissipée en (mJ).....	117
<b>Figure IV.9</b> : Energie dissipée en (mJ) pour $r = 0,85$ en fonction du nombre de cycle N.....	118
<b>Figure IV.10</b> : Energie dissipée en (mJ) en fonction du nombre de cycle N.....	119
<b>Figure IV.11</b> : Energie dissipée en (mJ) pour différents niveau de chargement comparé à celle de Belaadi <i>et al</i> [BEL-13].....	120
<b>Figure IV.12</b> : Courbe $r - N$ de Wöhler de la fibre de bras de grappe de palmier dattier en utilisant le critère de rupture $NR$ .....	121
<b>Figure IV.13</b> : Examen de la fibre de bras de grappe de palmier dattier par MEB, vue longitudinale.....	122
<b>Figure IV.14</b> : Examen de par MEB de la section transversal de la fibre de bras de grappe de palmier dattier (a) Vue globale (b), (c) et (d) détail des cellules de fibre.....	124
<b>Figure IV.15</b> : Examen de la fibre rompue de bras de grappe de palmier dattier par MEB.....	125

## Chapitre V

<b>Figure V.1</b> : Distribution de Weibull pour les contraintes à la rupture des fibres de palmier dattier, non traitée et traitées à 0,5% NaOH pendant 12h.....	132
<b>Figure V.2</b> : Distribution de Weibull pour les modules de Young des fibres de palmier dattier, non traitée et traitées à 0,5% NaOH pendant 12h.....	134
<b>Figure V.3</b> : Distribution de Weibull pour les déformations à la rupture des fibres de palmier dattier, non traitée et traitées à 0,5% NaOH pendant 12h.....	135
<b>Figure V.4</b> : Diagrammes de valeurs individuelles de la contrainte à la rupture en fonction du type de traitement.....	142
<b>Figure V.5</b> : Diagrammes de valeurs individuelles de la déformation à la rupture en fonction du type de traitement.....	143
<b>Figure V.6</b> : Diagrammes de valeurs individuelles des Modules de Young en fonction du type de traitement.....	143
<b>Figure V.7</b> : Diagrammes de valeurs résiduelles des contraintes à la rupture en fonction de type de traitement.....	145
<b>Figure V.8</b> : Diagrammes de valeurs résiduelles des déformations à la rupture en fonction de type de traitement.....	146
<b>Figure V.9</b> : Diagrammes de valeurs résiduelles des déformations à la rupture en fonction de type de traitement.....	146

## Liste des tableaux

<b>Tableau I.1</b> : Différentes variétés de palmier dattier en Algérie.....	7
<b>Tableau I.2</b> : Composition chimique des fibres végétales.....	15
<b>Tableau I.3</b> : Les propriétés mécaniques de quelques variétés de bois de palmier.....	30
<b>Tableau I.4</b> : Les propriétés mécaniques des fibres traitées et non traitées.....	35
<b>Tableau II.1</b> : Codification et composition des plaques composites polyester/fibre de palmier dattier.....	45
<b>Tableau II.2</b> : Codification et composition des plaques composites polyester/fibre de palmier dattier.....	44
<b>Tableau III.1</b> : Attributions des principales bandes observées sur le spectre FTIR des fibres traitées pendant (24, 48, 72 and 96h) et des fibres non traitées.....	69
<b>Tableau III.2</b> : Principaux pics obtenus par l'analyse DSC des fibres végétales étudiées.....	72
<b>Tableau III.3</b> Propriétés mécanique de la fibre des bras de grappe de palmier dattier.....	80
<b>Tableau III.4</b> : Propriétés mécaniques moyennes des essais de traction des bio composites.....	88
<b>Tableau III.5</b> : Propriétés mécaniques moyennes des essais de flexion 3-points des bio composites.....	92
<b>Tableau IV.1</b> Comparaison des résultats des propriétés mécaniques obtenues avec celle de la littérature.....	104
<b>Table V.1</b> Résultats des probabilités de Weibull pour les contraintes à la rupture des fibres de bras de grappe des palmiers dattier non traités et traités.....	137
<b>Table V.2</b> Résultats des probabilités de Weibull pour les Modules de Young des fibres de bras de grappe des palmiers dattier.....	138
<b>Table V.3</b> Résultats des probabilités de Weibull pour les déformations à la rupture des fibres de bras de grappe des palmiers dattier.....	139
<b>Tableau V.4.</b> Analyse de variance à un facteur (ANOVA).....	147

## Liste des principaux symboles et abréviations

- $\varepsilon$  : Déformation à la rupture en traction (%).
- $\sigma$  : Contrainte à la rupture de traction (MPa).
- $E$  : Module de Young de traction (MPa) ou bien (GPa).
- $\varepsilon_f$  : Déformation à la rupture de flexion (%).
- $\sigma_f$  : Contrainte à la rupture de flexion (MPa).
- $E_f$  : Module de Young de flexion (MPa) au bien (GPa).
- $F$  : Force maximale (N).
- $Dép$  : Déplacement maximal (mm).
- $V$  : Vitesse d'essai (mm/min).
- $h$  : L'épaisseur des éprouvettes (mm).
- $L$  : Longueur totale des éprouvettes (mm).
- $l$  : La distance entre appuis des éprouvettes (mm).
- $b$  : Largeur des éprouvettes (mm).
- $S$  : Section des éprouvettes (mm<sup>2</sup>).
- $\Delta H_{FPD}$  : Enthalpie pour la fibre de palmier dattier.
- $rd$  : Le niveau de chargement.
- $d_{max}$  : Déplacement maximum pendant le chargement cyclique.
- $d_{rup}$  : Déplacement à la rupture en statique.
- $d_{moy}$  : Déplacement moyen.
- $d_{min}$  : Déplacement minimal.
- $A$  : Amplitude.
- $R$  : Rapport de chargement ou de sollicitation.
- $f$  : Fréquences de l'essai.
- $F/F_0$  : Perte de rigidité (perte de charge).
- $N$  : Nombre de cycles
- $E_d$  : Energie dissipée en  $mJ$ .
- $NR$  : Critère  $NR$  correspond au nombre de cycles final à la rupture.
- $m\sigma$  : Module de Weibull pour la contrainte à la rupture.
- $mE$  : Module de Weibull pour le module de Young.
- $\sigma_0$  : Contrainte caractéristique.
- $E_0$  : Module de Young caractéristique.



## **Abréviations**

*GL* : Longueur de mesure (distance entre les mors de la machine d'essai).

*MEB* : Microscope à balayage électronique.

*FPD* : Fibre de palmier dattier.

*DSC* : Analyse calorimétrique différentielle.

*FTIR* : Analyse par spectrométrie Infrarouge.

## **Introduction générale :**

L'utilisation croissante de fibres végétales comme renforts dans les composites à matrices thermodurcissables ou thermoplastiques fournit des avantages environnementaux très intéressants. Les caractéristiques marquantes de ces fibres sont leur faible coût, faible masse, haut module spécifique. Le défi majeur dans l'utilisation de ces fibres comme éléments de renforcement dans les matériaux composites est de réaliser une bonne liaison entre les fibres et la matrice polymère. Les fibres naturelles sont de nature hydrophile, car elles sont dérivées de la cellulose, qui contient des groupes hydroxyles fortement polarisés. La mauvaise adhérence interfaciale fibre/matrice et les difficultés dans le mélange en raison de mauvais mouillage de la fibre avec la matrice limitent l'utilisation de ces fibres comme matière de renforcement dans les matériaux bio-composites.

L'Algérie possède des ressources naturelles renouvelables très importantes et parmi ces ressources, les palmiers dattiers. Plus de 18 millions de palmiers dattiers qui produisent plus de 800 variétés de dattes existent dans les oasis du sud Algérien. Les palmiers dattiers ont une structure fibreuse, avec cinq types de fibres: fibres de feuilles dans le pédoncule, fibre de la tige de pédoncule, badigeonner fibres de la tige, les fibres de bois dans le tronc et les fibres de surface autour du tronc.

Dans ce travail de thèse on s'intéressera au développement de nouvelle génération de stratifié bio-composite constitué de fibre végétale de palmier et d'une résine polyester. Deux problèmes cruciaux sont à résoudre : à savoir l'extraction des fibres et l'amélioration de l'interface fibre/matrice par différents traitements chimiques appropriés. La caractérisation mécanique et l'endommagement, des résines polyesters, des fibres ainsi que des bio-composites seront étudiés sous chargement statique et/ou fatigue cyclique, sous différentes sollicitations à savoir la traction et la flexion 3-points.

Dans ce contexte notre travail est subdivisé en cinq chapitres:

Le premier chapitre présentera une synthèse bibliographique sur les fibres naturelles. La première partie sera consacrée à la présentation des palmiers dattiers et ses composantes, à savoir la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Les connaissances actuelles concernant les fibres cellulosiques, les différentes voies de modification chimique et les méthodes d'extraction des différentes fibres végétales seront également décrites. Pareillement les

matériaux composites renforcés par des fibres végétales seront présentés en donnant des exemples d'utilisation de ces matériaux dans différents domaines. Dans la deuxième partie, une synthèse des travaux réalisés sur les fibres de palmier dattier et d'autres fibres végétales parues dans la littérature sera ainsi présentée.

Le deuxième chapitre sera consacré à la description du matériel utilisé, à savoir les microscopes, optiques et à balayage électronique (MEB), le FTIR, le DSC, le DRX et la machine d'essais mécaniques. Nous exposerons également le matériau utilisé dans cette étude et la technique d'extraction de la fibre de palmier dattier, ainsi que les différentes techniques d'expérimentation.

Dans le troisième chapitre, les résultats obtenus des différents tests effectués (MEB, FTIR, DSC, DRX et essais mécaniques de flexion 3-points et de traction) seront présentés et discutés. L'analyse des différents résultats obtenus nous permettront de faire la comparaison avec des travaux publiés sur les stratifiés renforcés par des fibres végétales.

Dans le quatrième chapitre on présentera les résultats des essais de fatigue cyclique des fibres longues des bras de grappe de palmier dattier qui n'ont jamais été testées en fatigue. Aussi les courbes d'hystérésis charge-déplacement qui seront montrées permettront ainsi de voir l'influence du nombre de cycles et le niveau de chargement sur la forme et la taille des boucles d'hystérésis et le calcul de l'énergie dissipée par cycle des fibres de bras de grappe de palmier dattier.

- L'étude statistique par analyse de Weibull à deux et trois paramètres sera exposée dans le chapitre cinq. Nous présenterons la théorie de la distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres qui a été appliquée afin d'estimer les propriétés mécaniques à savoir la contrainte, la déformation à la rupture et le module de Young des fibres végétales. On vérifiera aussi l'influence des facteurs explicatifs (variable indépendante c'est à dire les concentrations), s'ils ont un impact significatif sur les variables dépendantes (contrainte et module de Young). L'analyse statistique des résultats sera réalisée en effectuant une analyse de la variance à un facteur (ANOVA) en utilisant le logiciel MINITAB version 17.

La thèse s'achèvera par une conclusion générale rassemblant une synthèse des résultats et une présentation des perspectives à envisager lors d'études complémentaires.

# **CHAPITRE I : Etude Bibliographique**

# CHAPITRE I

## Etude Bibliographique

### I.1 Introduction

Ce chapitre est divisé en deux parties, la première partie est consacrée à la présentation des palmiers dattiers et ses composants, à savoir la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Nous exposerons également les connaissances actuelles concernant les fibres végétales et les différentes voies de modification chimique et les méthodes d'extractions. On présente pareillement les matériaux composites renforcés par des fibres végétales et on donne des exemples d'utilisations de ces matériaux dans différentes domaines.

La deuxième partie représente une synthèse des travaux réalisés sur les fibres des palmiers dattiers et d'autres fibres végétales ainsi que ceux sur les bio composites parues dans la littérature.

## **I.2 Généralités sur le palmier dattier**

Le palmier-dattier, comme le précise son nom, appartient à une grande famille d'arbres à palmes et produit des dattes. Le palmier dattier est aussi *date palm* en anglais, *Nakhil* ou *Tamr* en arabe. Mais, dans tous les pays, il porte le même nom latin, *Phoenixdactylifera* [PEY-99], qui est un terme générique, utilisé par les grecs pour dénommer les plantes de ce genre. Celui-ci dérive de (*phoenix* = *phénicien*), car sa serait justement les phéniciens qui auraient diffusé cette plante. Le terme spécifique est composé de (*dactylus* = *dattes*) du grec *dactylo* et (*fero* = je porte), soit porteur de dattes [ANN-02].

Le palmier dattier est un grand palmier de la famille des *Arécacées*, largement cultivé pour ses fruits, les dattes. Le palmier dattier produit également de nombreux rejets, est un des *Phoenix* les plus résistants au froid et à la sécheresse. Le dattier cultivé est connu depuis la plus haute Antiquité. Son origine serait située dans l'ouest de l'Inde ou dans la région du golfe persique. Il est répandu dans toutes les zones chaudes d'Afrique du Nord, le Sahara, depuis l'Atlantique jusqu'à la mer Rouge, ainsi qu'au Moyen-Orient et vers l'est jusqu'à l'Indus. Sa zone de prédilection se situe entre le 15<sup>ème</sup> et 30<sup>ème</sup> degré de latitude nord. Plus au nord, il peut être cultivé, mais ne fructifie pas ou donne des fruits médiocres. Il a été introduit dans les cinq continents, en particulier en Amérique à partir du (16) XVI<sup>ème</sup> siècle et en Australie au (19) XIX<sup>ème</sup> siècle. Il est l'objet de cultures commerciales en Afrique du Nord (Algérie), au Moyen-Orient et aux États-Unis (Californie, Arizona) [ABE-10].

### ***I.2.1 Situation de la culture du palmier dattier en Algérie***

L'Algérie est un pays phoenicicole classé au septième rang mondial et au premier rang dans le Maghreb pour ses grandes étendues de culture sur plus 160 000 ha dans plus de 2 millions de jardins et sa production annuelle moyenne de dattes de 500 000 tonnes [ABE-10]. Le palmier dattier en Algérie est établi en plusieurs oasis réparties sur le sud du pays où le climat est chaud et sec (zone saharienne). Sa culture s'étend depuis la frontière Marocaine à l'ouest jusqu'à la frontière tuniso-libyenne à l'est et depuis l'Atlas Saharien au nord jusqu'à Reggane (sud-ouest), Tamanrasset (centre) et Djanet (sud-est).

Dans un passé lointain (début du XX<sup>e</sup> siècle), la culture du palmier dattier était une culture de subsistance mais diversifiée et basée sur l'économie de l'eau grâce au système des Foggaras. Il

n'en demeure pas moins que 4 500 000 palmiers étaient exploités. Puis durant la période coloniale, les superficies augmentent (6 700 000 palmiers). Au cours des années 1980, de nouveaux périmètres de culture saharienne sont créés et des actions de plantation de palmier sont menées en particulier à Tindouf, Bechar et Tamanrasset en même temps que ceux développés dans ces régions, un réseau électrique et des ressources hydriques sont mobilisées. Le nombre de palmiers qui était 8 000 000, est passé à 9 000 000 dans les années 1990 grâce à un soutien aux investisseurs qui permet la création de grands périmètres à Biskra, El Oued, Guerrara, El Meniaa, Adrar, Ain Salah. Les recherches en biotechnologie se développent et des vitro plants sont plantés à Adrar, Touggourt et El Meniaa. A partir de l'année 2000, on observe un rajeunissement de la palmeraie algérienne qui atteint d'abord 13 500 000 palmiers sur 120 830 ha en 2002 pour être en 2008 à 17 000 000 d'individus sur 160 000 ha [ABE-10].

Aujourd'hui, le nombre de palmier dattier est supérieur à 18 millions d'arbres [SID-15], avec plus de 800 variétés. Le tonnage de la partie consommable des palmes sèches est environ de 135 103 tonnes de palmes sèches / an, les pédicelles des dattes est environ de 5 103 tonnes de pédicelles / an, avec 67 500 tonnes de rebuts de dattes [KAR-14].

## ***1.2.2 Sous-produits de palmier dattier***

### *1.2.2.1. Sous-produits de palmier dattier et leurs applications*

En plus de sa production de dattes pour l'alimentation humaine, le palmier dattier offre une large gamme de sous produits exploités par la production saharienne, à savoir [CHE-01, ALK-15]:

- ✓ le vinaigre, l'alcool et les levures, par fermentation microbiologiques des dattes communes ;
- ✓ farine de dattes utilisées dans la panification ;
- ✓ jus de dattes, par extraction, utilisé comme sucrerie ;
- ✓ tronc d'arbre, utilisé dans l'ébénisterie traditionnelle, bois de chauffage et charpentes de bâtiments ;
- ✓ palmes sèches, utilisées comme clôtures, brises vent, dans la confection de couffins, de chapeau; etc., ils peuvent même servir en industrie du papier ;
- ✓ les régimes de dattes, comme balais traditionnels, et comme combustibles ;
- ✓ le *Liffe* pour la confection des semelles de sandales ;

- ✓ le *Lacmi*, boisson très recherchée par la population locale, représentant la sève qui s'écoule du stipe.

#### *1.2.2.2 Estimation du tonnage du palmier dattier et de leurs sous produits*

Selon la littérature [**ABD-90, ZAI-02**], il existe environ 100 millions de palmier dattier dans le monde. Les palmes sèches et fraîches sont découpées chaque année. Une estimation annuelle des palmes découpées est évaluée à 1 130 000 tonnes par Zaid en 2002. Ce chiffre doit être actuellement au moins 1 500 000 tonnes ceci est estimé par rapport au développement du nombre d'arbres de palmier dattier en Algérie qui a passé de 13 500 00 à 18 000 000 soit une augmentation de plus de 33 %.

#### *1.2.3. Variétés de palmier dattier en Algérie*

On distingue dans la littérature plusieurs variétés de palmier dattier [**KAR-14, BEN-11, SID-15**]; les variétés les plus connues en Algérie sont:

- ✓ Deglet Nour, qui est probablement la datte la plus réputée au monde
- ✓ Ghars
- ✓ Deglet Degla ou Garbaï
- ✓ Tafezouine

En dehors de Deglet Nour qui est classée comme une datte fine, les dattes sont classées en dattes molles (Ghars et analogues) et dattes sèches (Degla Beïda et analogues). La répartition des palmiers par variété se présente comme suit :

- ✓ Deglet Nour : 7 000 000
- ✓ Ghars et analogues : 2 700 000
- ✓ Degla Beida et analogues : 8 300 000

La production par variété de dattes est variable selon les années. Elles se situent à peu près de :

- ✓ 300 000 tonnes pour Deglet Nour
- ✓ 110 000 tonnes pour Ghars et analogues
- ✓ 220 000 tonnes pour Degla Beida et analogues



En termes d'exportation, le volume de dattes exportées est variable selon les années et se situe aux environs de 12 000 tonnes par an. La dattes Deglet Nour est exportée vers plus de 35 pays.

Au plan mondial, l'Algérie se classe à la 7<sup>ème</sup> position en termes de production derrière l'Egypte (1<sup>er</sup> producteur mondial), l'Iran, l'Arabie Saoudite, les EAU, l'Irak et le Pakistan. L'Algérie produit environ 10% de la production mondiale des dattes répartie dans les différentes régions de production (Tableau I.1).

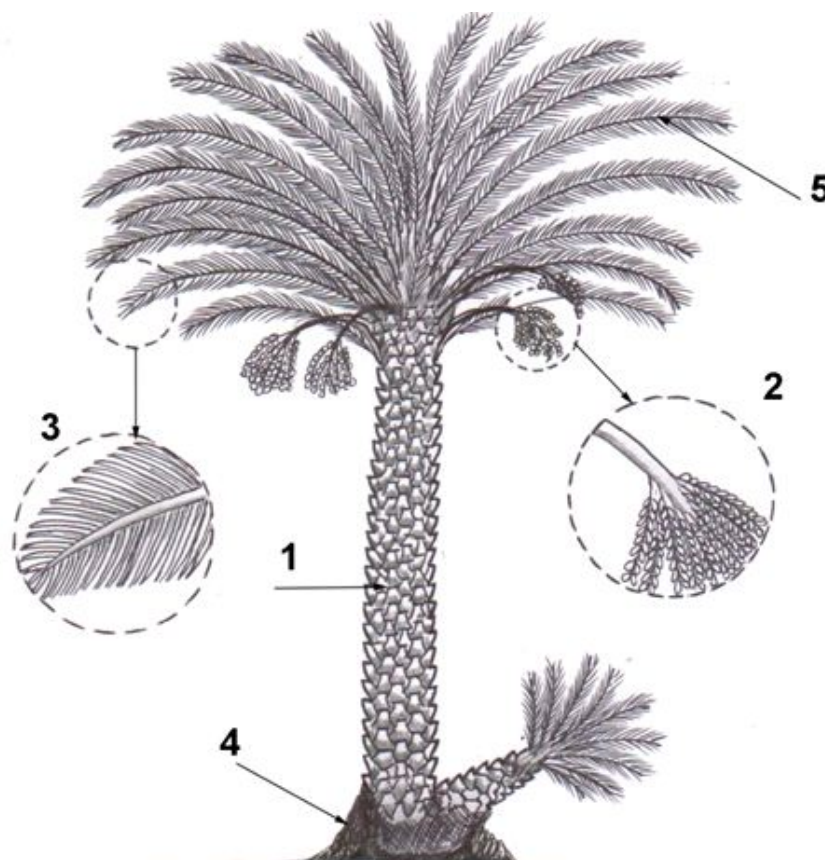
**Tableau I.1** Différentes variétés de palmier dattier en Algérie [SID-15].

<b>Wilaya</b>	<b>Superficie (hectare)</b>	<b>Nombre Palmiers dattiers</b>	<b>Production en quintal</b>
Biskra	42 000	4 213 000	2 917 180
El Oued	36 200	3 730 000	2 022 870
Adrar	27 700	3 705 000	865 080
Ouargla	21 400	2 507 000	1 131 300
Béchar	13 900	1 591 000	239 240
Ghardaïa	10 500	1 214 000	470 000
Tamanrasset	7 000	689 000	108 590
Illizi	1 200	126 000	15 580
El Bayadh	920	78 000	6 810
Tebessa	810	61 000	18 000
Khenchela	750	122 000	58 900
Naâma	500	51 000	8 800
Tindouf	430	45 000	6 080
Laghouat	310	33 000	10 860
Batna	190	29 000	12 790
Djelfa	100	9 000	1 500
<b>Total</b>	<b>163 910</b>	<b>18 203 000</b>	<b>7 893 580</b>

### *I.2.4 Etude morphologique du palmier dattier*

Le palmier dattier appartient à la classe des monocotylédones (une feuille embryonnaire dans la graine). Les monocotylédones ont une organisation différente, ils n'ont pas de cambium (une couche mince située entre le bois et l'écorce), alors que le bois de palmier présentant une structure et des propriétés bien différentes de celle des autres arbres [KAR-14, BEN-11]. En effet, le palmier est une herbe géante de 20 à 30 m de hauteur (figure I.1), au tronc cylindrique (le stipe), portant une couronne de feuilles pennées, divisées avec une longueur de 4 à 7 m. Il porte des inflorescences mâles ou femelles [ALA-05].

Le palmier dattier produit entre 5 à 15 bouquets de dattes par arbre. Chaque bouquet peut contenir jusqu'à 1000 dattes correspondant à un poids approximatif entre 6 à 8 Kg. un arbre de palmier commence à produire des dattes à partir de 3 ans, mais généralement entre 3 à 5 ans. Il peut rester vivant et productif pendant 150 ans environ [ALA-05]. La forme, la taille et la couleur des fruits varient selon la variété.



**Figure I.1** : Arbre de palmier dattier.

Le palmier dattier a une structure fibreuse, possédant cinq types de fibres [**KRI<sup>b</sup>-05**]:

- (1) fibres de bois du tronc ;
- (2) fibres de tige au niveau des tiges des pédoncules et du support dattier (grappe) ;
- (3) fibres de feuilles au niveau des pédoncules ;
- (4) fibres de surface autour de son tronc ou de base de palmes (pétiole) ;
- (5) fibres de liffe (entre les Kornaf, le tronc est recouvert d'une bourre fibreuse que l'on appelle le liffe).

#### ***1.2.4.1. Parties de palmier dattier***

##### *1.2.4.1.1 Le tronc*

Le palmier dattier a un tronc unique colonnaire sans branche appelé stipe. Le stipe se termine par un bourgeon terminal unique produisant des feuilles appelées palmes (frondes), il est généralement cylindrique. L'enveloppe extérieure, l'écorce, n'est qu'une expansion de la base des pétioles des feuilles [**PEY-99**]. Les fibres des pétioles ne forment point un tissu comme dans le bois ordinaire. Ce tissu présente des couches assez semblables à des toiles d'araignées (elles sont placés sans ordre, les unes à côté des autres). Le tronc n'est composé que des fibres pétiolaires superposées les unes sur les autres de l'intérieur à l'extérieur [**BEN-11**].

##### *1.2.4.1.2 La couronne*

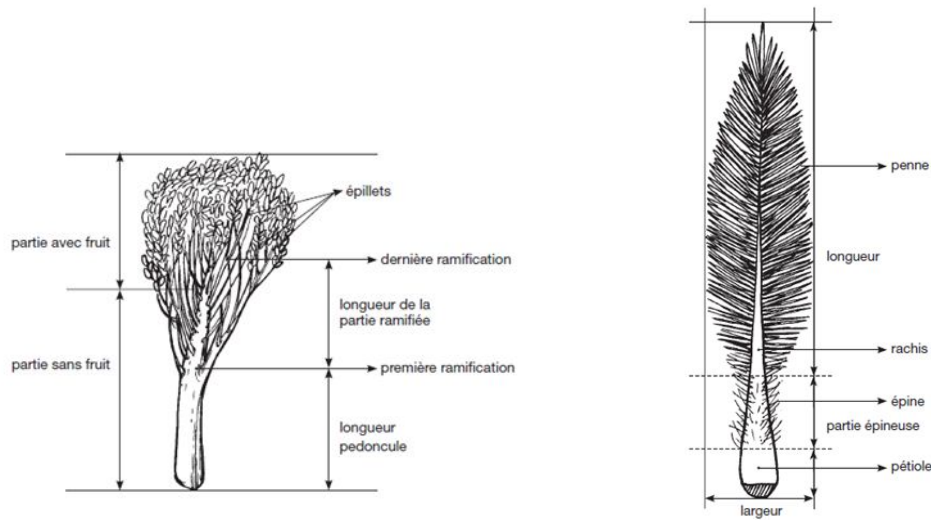
On appelle la couronne, l'ensemble des palmes vertes. Le nombre de palmes chez un palmier dattier adulte peut atteindre de 50 à 200 palmes. Elles sont émises par le bourgeon terminal ou phallophores.

##### *1.2.4.1.3 Palme*

La palme ou *Djérid* est une feuille pennée dont les folioles sont régulièrement disposées en position oblique le long du rachis qui s'étend au pétiole (Fig. I.2).

Les segments inférieurs sont transformés en épines, plus ou moins nombreuses, et plus ou moins longues. Le pétiole (Kornaf) est dur et relativement rigide [**PEY-99**].

Chaque année, le palmier dattier produit un certain nombre de palmes à partir de bourgeon et perd un nombre similaire de palmes par dessèchement [PEY-99].



**Figure I.2 :** (a) Régime et hampe (b) Palme (feuille) de palmier dattier [ROH-05]

### I.3. Les fibres utilisées dans des matériaux composites

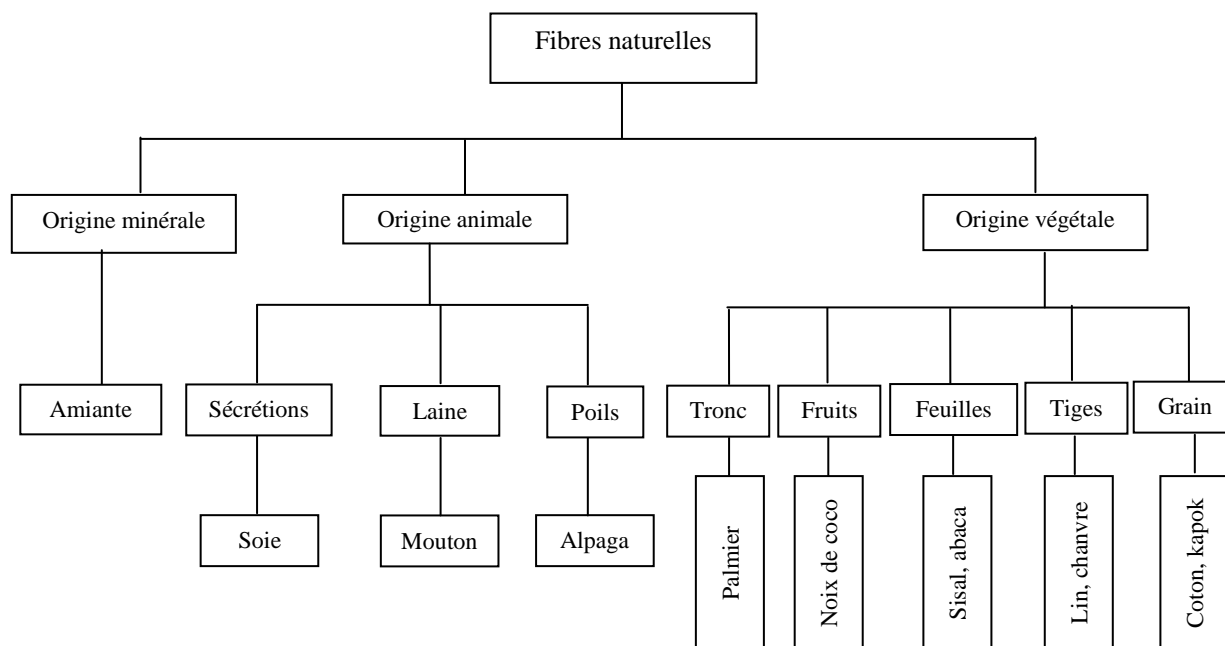
#### I.3.1 Généralités

Les matériaux de renfort confèrent aux composites leurs caractéristiques mécaniques: rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc. Ces renforts permettent également d'améliorer certaines propriétés physiques : comportement thermique, teneur en température, tenue au feu, résistance à l'abrasion, propriétés électriques, etc. Les caractéristiques recherchées pour les renforts sont: des caractéristiques mécaniques élevées, une masse volumique faible, une bonne compatibilité avec les résines, une bonne facilitée de mise en œuvre, un faible cout, etc. En fonction des utilisations, les renforts peuvent être d'origine diverses: végétale, minérale ou synthétique [BER-10].

Les fibres d'origine naturelle sont extraites de la nature (figure I.3). Il s'agit:

- des fibres végétales extraites de plantes, de fruits et d'arbres comme le coton, le lin, l'agave, le jute, le chanvre, etc ;
- des fibres animales extraites de poil d'animaux comme le mouton, la chèvre, le chameau, le lama, etc ;

- des fibres minérales comme l'amiante.



**Figure I.3** : Classification des fibres naturelles en fonction de leur origine [BAL-13].

Toutes les fibres naturelles sont biodégradables, ce qui veut dire que la nature peut les dégrader jusqu'à leurs composants de base sans intervention de l'homme. Autrefois, les fibres naturelles étaient dépassées par les fibres synthétiques qui étaient moins chères et plus faciles à produire et qui avaient des propriétés supérieures. A cause de la tendance actuelle de respect croissant pour la nature, la biodégradabilité des fibres devient de plus en plus importante. C'est pourquoi les fibres naturelles biodégradables ont de nouveau gagné de l'ampleur par rapport aux fibres synthétiques non biodégradables.

Une caractéristique des fibres naturelles est la variation des propriétés mécaniques et chimiques due à la variation de leur composition. L'origine de cette variation de composition est d'une part le fait qu'il existe plusieurs variétés de plantes (plusieurs espèces de coton) et des animaux (plusieurs espèces de laine) dont sont extraites les fibres et d'autre part le fait que même les fibres de coton d'une plante particulière et les fibres de laine d'un seul mouton varient en longueur, épaisseur, rigidité, couleur, etc.

Les fibres végétales elles-mêmes sont divisées en trois catégories [BAL-13]:

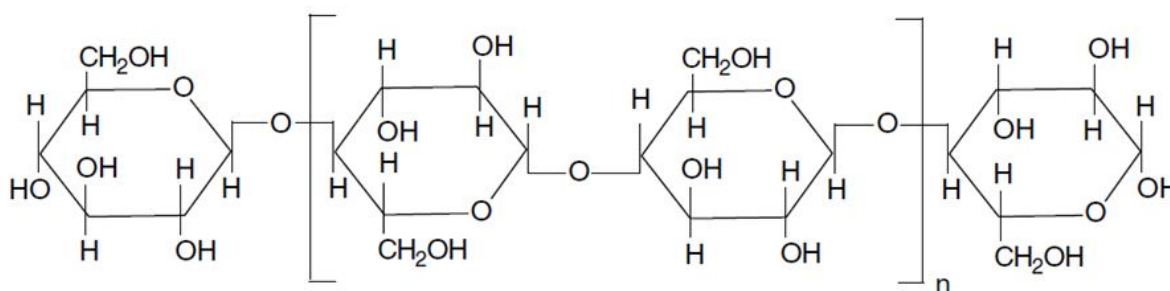
- les fibres de graines ou de fruits: le coton et le coco.

- les fibres de feuilles : le sisal, l'abaca et l'alfa ... etc
- les fibres libériennes ou fibres de tige: le lin, le jute, le chanvre et la ramie.

### ***1.3.2. Composition chimique***

#### *1.3.2.1. Cellulose*

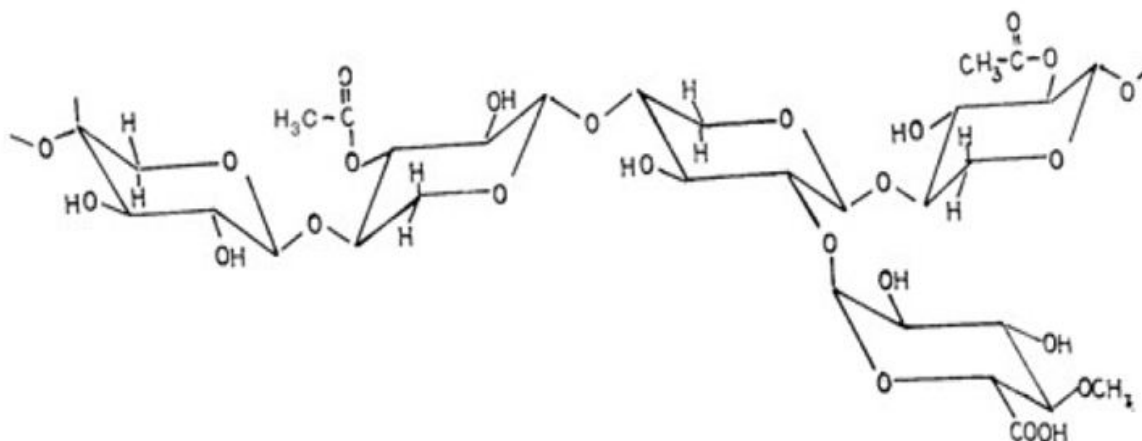
La cellulose est le constituant principal de la masse végétale d'un grand nombre des matériaux végétaux [MOH-05]. D'un point de vue chimique, la cellulose est un polymère linéaire, se compose seulement des unités de glucose (C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>O<sub>5</sub>) répétés, reliés entre elles par des liaisons hydrogène (Figure I.4). La cellulose contient des zones cristallines ordonnées et des zones amorphes désordonnées. Elle est fortement hydrophile (qui absorbe de l'eau) à cause de la présence de groupement hydroxyle (OH), résistant aux oxydants. Elle donne à la fibre sa rigidité [MOH-05].



**Figure I.4 :** Molécule de la cellulose ( $n$  répétitions du glucose) [MOH-05].

#### *1.3.2.2 Hémicellulose*

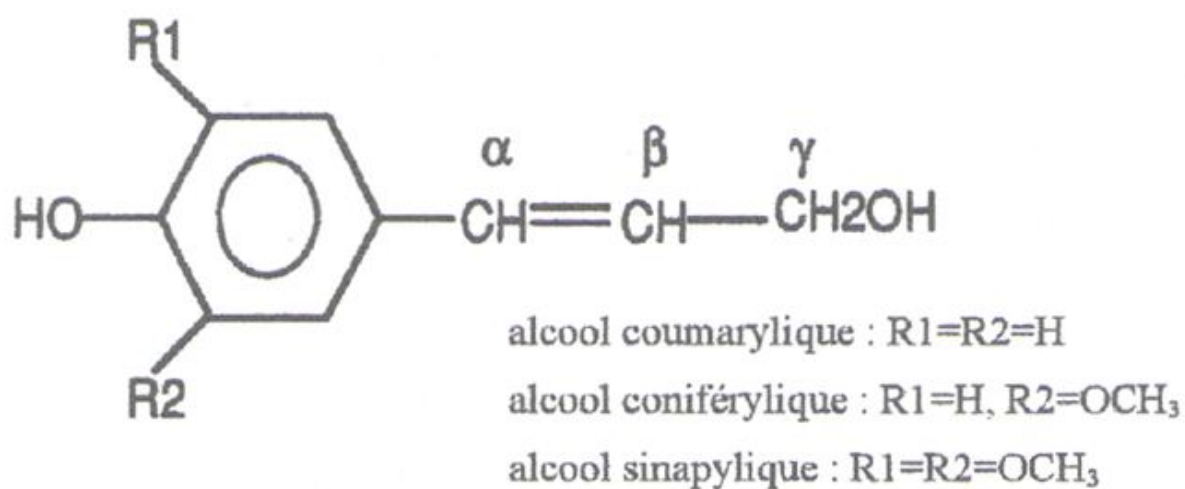
Les hémicelluloses sont des polymères solubles dans l'eau. Elles sont amorphes, de masse moléculaire plus faible que celle de la cellulose. Ils contiennent plusieurs unités de sucre (xylose, arabinose, galactose, glucose, ...) et plusieurs branchements différents (figure I.5). C'est le constituant responsable de l'élasticité des fibres [MOH-05].



**Figure I.5 :** Molécule de l'hémicellulose [MOH-05].

### 1.3.2.3 Lignine

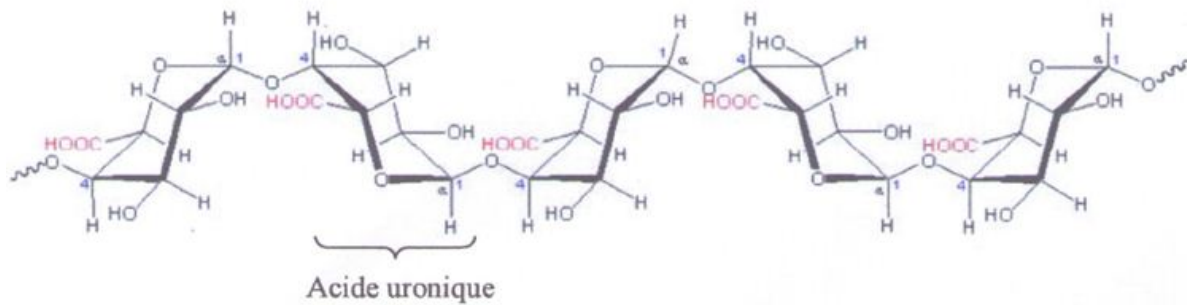
La lignine est un polymère hydrocarbure complexe, elle se compose de trois types d'alcools (Figure I.6). C'est l'élément qui donne la rigidité aux plantes [MOH-05]. Elle est totalement amorphe, hydrophobe (insoluble dans l'eau ou n'a pas la capacité de créer des liaisons hydrogène avec les molécules d'eau).



**Figure .I.6:** Formule chimique de la lignine [MOH-05].

#### 1.3.2.4. Pectine

La pectine est un polymère acide, composée d'une chaîne d'acide uronique (l'acide uronique est obtenu par oxydation du dernier carbone de sucre). Elle fournit la flexibilité à la plante (figure I.7).



**Figure I.7** : Structure d'une chaîne d'acide uronique [MOH-05].

#### 1.3.2.5 Les extractibles

Ils comprennent plusieurs substances chimiques différentes comme les graisses, qui sont insolubles dans l'eau et dans divers acides, elles peuvent être extraites par une solution organique. En effet, les polymères des parois cellulaires des matériaux naturels ont beaucoup de groupes hydroxyles responsables de l'absorption d'eau. Cependant, la cellulose, l'hémicellulose et la lignine absorbent l'humidité à différents degrés car le contenu en hydroxyles pour chaque polymère est différent [MOH-05]. Ainsi qu'ils sont responsables des propriétés mécaniques des matériaux. Le tableau I.2 montre les compositions chimiques des différents types des matériaux naturels.

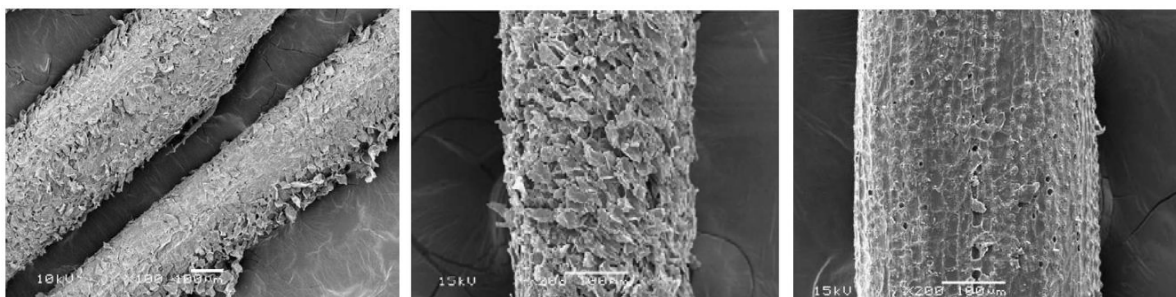


**Tableau 1.2** Composition chimique des fibres végétales

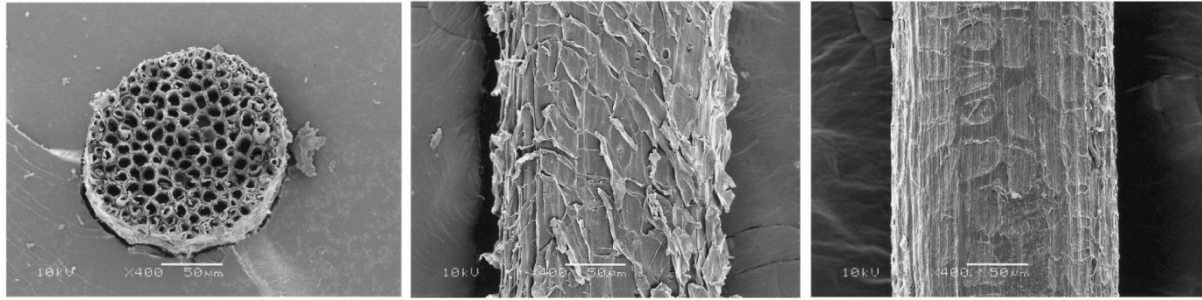
Fibre	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Pectine (%)	Graisses (%)	Référence
<b>Coton</b>	85-90	5,7	0,5 – 1,6	5,7	0,6	[MWA-06, BLE-99, JOH-08 ]
<b>Ramie</b>	68,6 -76,2	13,1 -16	0,6 -0,7	1,9 -2	0,3	
<b>Sisal</b>	65,8	12	9,9	0,8 -2	2	
<b>Jute</b>	64 ,4-84	12 -20	12 -13	0,2	0,5	
<b>Lin</b>	64,1 -81	16,7 -20,6	2 - 3	0,9 -1,8	1,5	
<b>Chanvre</b>	68 -92	15 -22	10	0,9	0,8	[MWA-06, JOH-08]
<b>Noix de Coco</b>	32 -46	0,15 -0,3	40-45	4	-	
<b>Palmier</b>	32 -35,8	24,4 -28,1	26,7 -28,1	-	7	[KAD-06, CHE-01]

### 1.3.3 Structure

Les techniques microscopiques comme la microscopie à balayage électronique (MEB) et la microscopie à transmission électronique (MET), sont généralement utilisés pour l'analyse de la microstructure des fibres. Les figures I.8 et I.9 présentent un exemple de l'examen des fibres de palmier dattier par MEB.

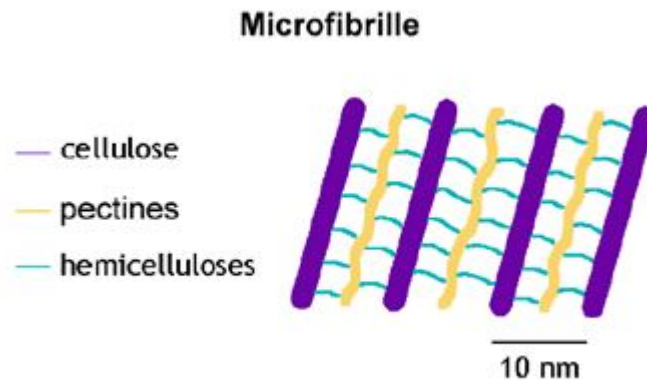


**Figure I.8** : Examen de la fibre de palmier dattier par MEB, vue tangentielle [ALA-09].



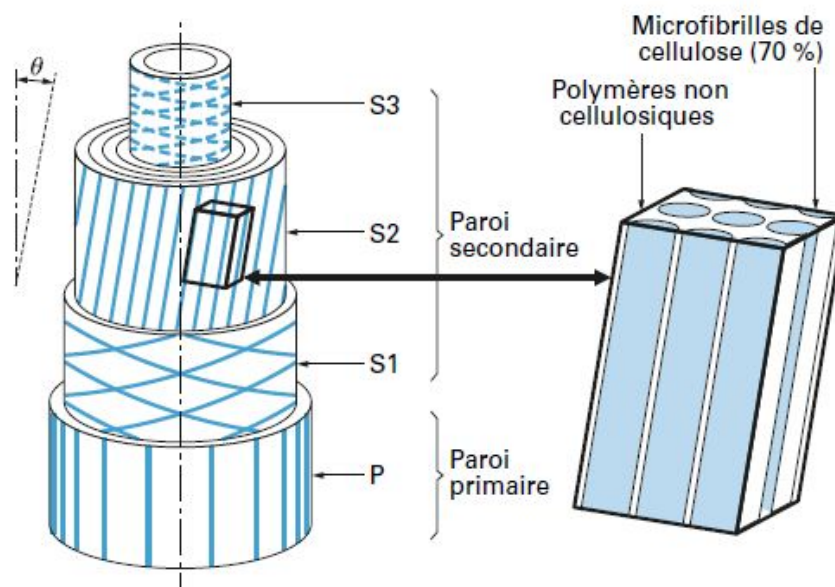
**Figure I.9** : Examen du MEB pour la fibre de palmier dattier coupe transversale et vue tangentielle [AKA<sup>a</sup>-05].

A l'échelle microscopique (figure I.10 et figure I.11), la fibre naturelle se compose d'une couche externe appelée mur primaire, ce mur encercle une autre couche, qui est le mur secondaire constitué de trois couches,  $s_1$ ,  $s_2$  et  $s_3$ , ces dernières relient ce mur au lumen. Chaque mur se compose des micros fibrilles cristallines à base de cellulose réunies entre elles par la lignine et l'hémicellulose qui sont amorphes [KAR-08].



**Figure I.10** : Les éléments d'une fibre élémentaire [KAR-08].

L'angle entre l'axe de fibre et les micros fibrilles s'appelle l'angle micro fibrillaire ou l'angle spiral (figure I.11), qui conditionne la rigidité de la fibre. Si les micros fibrilles sont orientées en spirale à l'axe de la fibre, ce dernier est plus malléable, par contre si les micros fibrilles sont parallèles à l'axe de la fibre, les fibres sont rigides, inflexibles, et ont une résistance à la traction élevée [BAL-13].

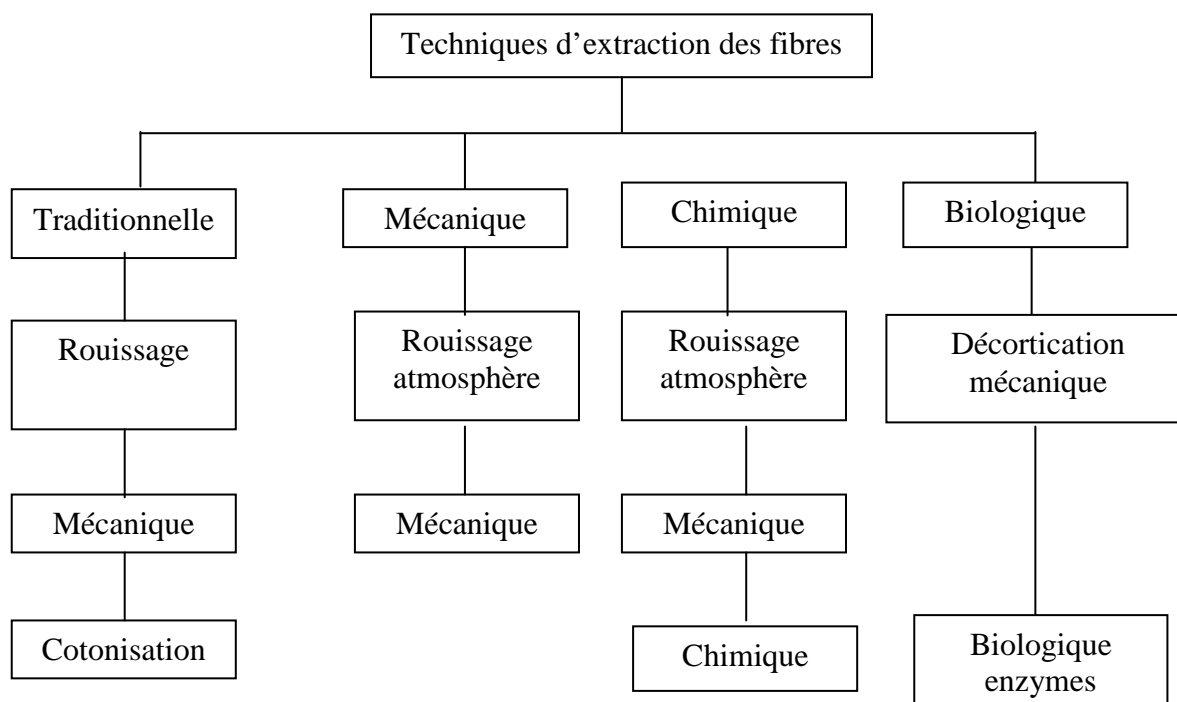


**Figure I.11** : Schéma de principe de la microstructure d'une fibre élémentaire (lin et chanvre).

[BAL-13].

### *I.3.4 Processus d'extraction des fibres végétales*

Parmi les sources de fibres végétales il y a peu de travaux effectués sur ceux du palmier dattier. Pour notre cas il est nécessaire de citer les méthodes d'extraction des différentes fibres végétales comme le Bambou et l'Alfa pour mieux comprendre les techniques d'extraction. Ces procédés de séparation des fibres généralement utilisés de nos jours sont schématisés dans le diagramme de la figure I.12.



**Figure I.12** : Diagramme des techniques d'extraction des fibres végétales [NTE-07].

✓ La décortication:

La décortication consiste à séparer mécaniquement à l'aide des machines spécifiques les fibres de tige ou de feuille en brisant ces dernières de telle sorte que seulement les fibres restent. La décortication est souvent utilisée pour l'extraction des fibres de banane, de sisal, de lin et de jute [SAT-09].

✓ La séparation par les bactéries et l'humidité:

Dans cette technique la récolte est soumise aux bactéries et l'humidité pour faciliter la séparation des faisceaux de fibres de tiges ou de feuilles par la décomposition des tiges et des feuilles. Elle est généralement utilisée pour le coco, l'ananas et aussi le jute et le lin [SAT-09].

✓ Processus d'égrenage (vibration):

Ce processus est utilisé pour les fibres de grain comme le coton.

✓ Processus de défibrage:

Ce procédé est utilisé pour les fibres de bois. La première étape consiste à couper et scier le tronc d'arbre à des copeaux ou morceaux de bois, puis le processus de base est mécanique (broyeur) et thermique (passage à une température de 110 à 160 °C). Cette cuisson permet d'affaiblir les liaisons entre les fibres avant le passage au défibreux, le défibrage peut se faire par un système à disques. Suivant le réglage des machines, on peut avoir des fibres plus ou moins grandes suivant l'usage [SHI-06, MOR-00].

✓ La méthode manuelle :

Tout d'abord, les zones contenant les nœuds et une très fine couche d'exoderme des fibres de bambou sont enlevés. Le reste est épluché pour avoir des morceaux de 0,5 à 1,5 mm d'épaisseur et 10 mm de largeur. Les morceaux sont conservés dans l'eau pendant trois jours afin de les ramollir. Ensuite, ils sont battus en douceur afin de détacher les fibres. Les amas de fibres résultant sont séparés à l'aide d'un couteau aiguisé et peigné. Ce processus est répété jusqu'à ce que les fibres soient le plus possible isolées les unes des autres. [RAO-07]

✓ Méthode par laminage ou pressage

Les fibres de bambou sont découpées en morceaux qui sont ensuite écrasés sous presse ou par laminage ou encore par combinaison des deux traitements. Ceci est effectué plusieurs fois de suite jusqu'à ce que les fibres soient le plus possible séparées [TOK-08].

✓ Explosion à la vapeur

Les fibres de bambou sont divisées en plusieurs morceaux de longueur environ 1m qui sont mis dans une enceinte en présence de vapeur surchauffée à 175°C. La pression de vapeur est d'environ 0,7 à 0,8 MPa. Au bout d'une heure, la pression est ramenée très rapidement à la pression atmosphérique. Des micro-explosions se produisent alors dans les cellules les plus fragiles du bambou. Ce cycle est répété une dizaine de fois (8 à 11 fois). Après le procédé d'explosion à la vapeur, les lamelles de la fibre de bambou explosées sont lavées à grande vitesse de jet d'eau de façon à finir de séparer les faisceaux de fibres qui comprennent plus de cent mono filaments [TOK-08, TUN-04, ASH-04].

## **I.4 Traitement des surfaces des fibres**

### ***I.4.1 Introduction***

Les fibres de cellulose sont hydrophile et donc incompatibles avec les polymères qui sont hydrophobes. Or, la qualité de l'interface fibre-matrice est importante pour l'utilisation des fibres naturelles comme renfort fibreux pour les polymères. Il est donc très souvent nécessaire de modifier la surface des fibres pour optimiser cette interface. Les méthodes de modification sont différemment efficaces en ce qui concerne l'adhésion entre la matrice et les fibres.

Dans la bibliographie on trouve plusieurs méthodes variées dont on cite à titre d'exemple : les traitements corona [RAG-10], le traitement avec des silanes [ABD-06], le traitement autoclave et plasma [GOU-06] et les traitements alcalins [ALA-09, ALK<sup>a</sup>-05, NUR-10]. Ou encore l'utilisation d'autres produits chimiques qui permettent d'améliorer l'adhésion des fibres avec la matrice. Cependant, certaines de ces méthodes posent les inconvénients tels que l'utilisation des équipements et/ou des produits chimiques onéreux.

On va présenter seulement les traitements alcalins car ce type de traitement est le plus utilisé pour les fibres naturelles. La modification importante apportée par un traitement alcalin est la diminution des liaisons hydrogène entre la cellulose et les deux autres principaux constituants : hémicellulose et lignine. La définition standard est la suivante: procédé qui consiste à soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse concentrée d'une base forte, dans le

but de provoquer un gonflement important résultant en des changements dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés mécaniques.

#### ***1.4.2 Traitement à la soude (NaOH)***

Le traitement par la soude change la topographie de la surface des fibres, supprime la cire, la pectine, une partie de la lignine, et l'hémicellulose ce qui est favorable à l'utilisation ultérieure des fibres comme renfort pour des matériaux polymères. En effet, l'élimination de ces composants est nécessaire car du fait de leur structure amorphe, ils conduisent à une résistance en traction plus faible. En plus, après le traitement à la soude, beaucoup de groupes OH sont présents sur la surface des fibres et on peut donc traiter les fibres facilement avec d'autres constituants chimiques comme les silanes ou l'acide acétique.

L'effet de la soude sur la fibre de cellulose est une réaction de gonflement, au cours de laquelle la structure cristalline naturelle de la cellulose relaxe. La cellulose native (telle qu'elle existe dans la nature) possède un réseau cristallin monoclinique de cellulose I, qui peut être transformé en différentes formes polymorphes par des traitements chimiques ou thermiques.

Le traitement d'alcalinisation influence les propriétés thermiques et physiques des fibres naturelles [DOA-05, SRE-97]. Loan *et al.* [LOA-05] ont étudié la modification de surface des fibres de jute. Ils ont montré que le traitement à la soude (NaOH 1%, 4 heures) améliore la résistance mécanique de la fibre. A cause du traitement alcalin, l'hémicellulose et la lignine sont supprimées, la région inter fibrillaire est moins dense et moins rigide, ce qui permet aux fibrilles de se réorganiser dans le sens de la traction. Lorsque les fibres sont étirées, de tels arrangements entre les fibrilles se traduiraient par un meilleur partage de la charge.

Des études sur la modification de surface des fibres du palmier à huile, réalisées par Sreekala *et al.* [SRE-97] montrent que le traitement avec la soude ou le silane améliore le module d'Young des fibres du palmier à huile.

Il est rapporté que le traitement alcalin a deux effets sur la fibre:

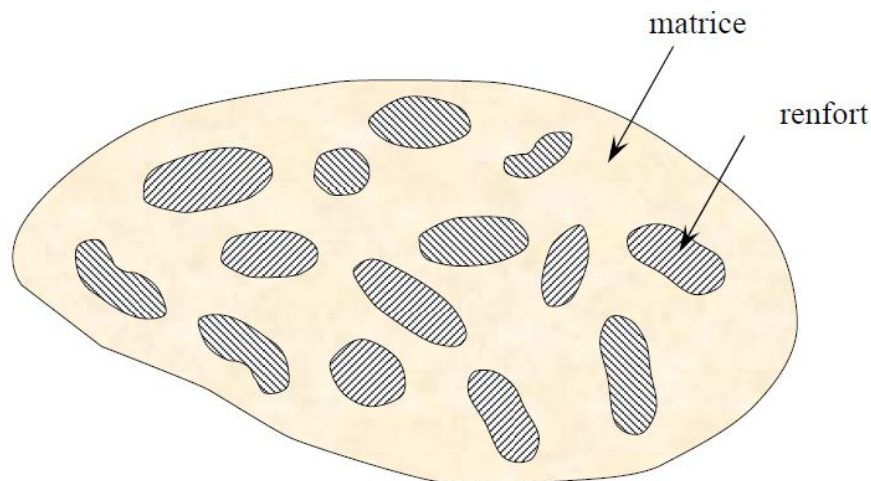
1. augmente la rugosité de surface ;
2. augmente la quantité de cellulose exposée sur la surface de la fibre, augmentant ainsi le nombre de sites de réaction possible (groupes -OH). Par conséquent, le traitement alcalin a un effet durable sur le comportement mécanique des fibres, en particulier sur la résistance et la rigidité des fibres.

Après le traitement avec la soude, les fibres sont souvent traitées par du silane, de l'acide acétique, afin de modifier la surface des fibres pour permettre aux fibres de mieux adhérer à la matrice de polymère.

## I.5 Matériaux composites

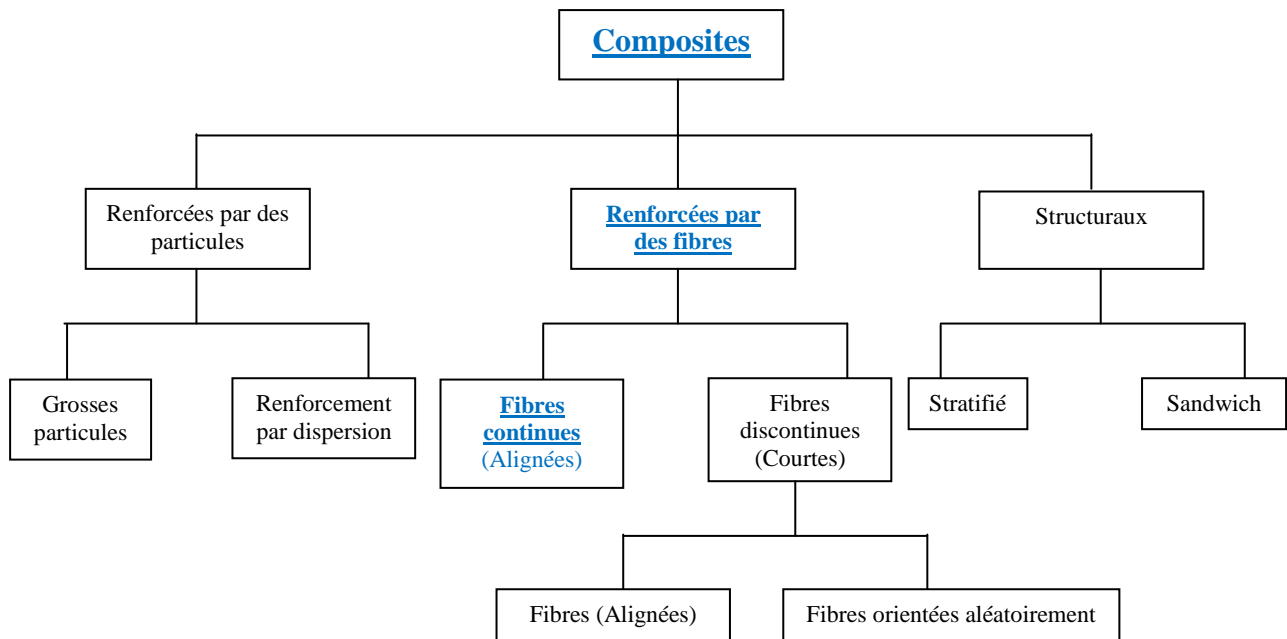
### I.5.1 Définition

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux, l'assemblage final ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. On appelle maintenant de façon courante "matériaux composites" des arrangements des fibres, des renforts qui sont noyés dans une matrice dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible. Le schéma général d'un matériau composite est donné sur la figure I.13. La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres, elle permet également de transmettre les sollicitations auxquelles sont soumises les pièces. Les matériaux ainsi obtenus sont très hétérogènes et anisotropes [ELA-11, BER-10].



**Figure I.13** : Matériau composite [BER-10]

Le domaine des matériaux composites est très vaste et peut être divisé en trois catégories principales (figure I.14) : les composites renforcés par des particules, les composites renforcés par des fibres et les composites structuraux. Chacune de ces catégories se divise en au moins deux sous catégories [CAL-13].



**Figure I.14** : Classification schématique des différents types de composites [CAL-13].

Le composite faisant l'objet de notre travail suit le chemin souligné en bleu, c'est-à-dire composites, renforcés par des fibres continues alignées.

### ***1.5.2 Notion de bio composites***

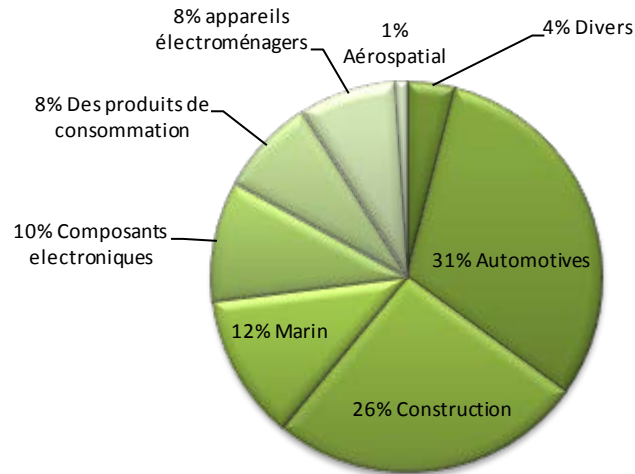
Les bio composites sont des matériaux composites comprenant une ou plusieurs phases dérivés d'une origine biologique. En termes de renforcement, cela pourrait inclure des fibres végétales telles que le coton, le lin, le chanvre ... etc, ou des fibres de bois recyclé ou de déchets de papier, ou même des sous-produits à partir de cultures vivrières. Fibres de cellulose (viscose/rayonne) régénéré sont également incluses dans cette définition, car, finalement, ils viennent d'une ressource renouvelable, comme les nanofibrilles naturelles de cellulose et de la chitine. Les matrices peuvent être aussi des polymères, idéalement issus de ressources renouvelables telles que des huiles végétales ou des amidons [FOW-06].

### ***1.5.3 Exemples d'utilisation des fibres naturelles***

Tout d'abord, l'utilisation des fibres végétales comme renfort dans les matériaux composites a pour but de : valoriser les ressources locales dans les pays industrialisés ou peu industrialisés et d'ouvrir ainsi de nouveaux débouchés aux produits agricoles, développer des matériaux et des technologies tenant compte de l'impact sur l'environnement [SAA-13].



La figure I.15 représente l'utilisation des fibres naturelles avec des bio composites dans différents domaines.



**Figure I.15** : Utilisation des fibres naturelles avec des bio composites [MOH-05].

Les composites à base de fibres végétales trouvent de plus en plus des applications industrielles et leurs utilisations augmentent de jour en jour. Les principales raisons sont la disponibilité d'un grand éventail de fibres végétales, le respect de l'environnement et la recyclabilité quand ils sont combinés avec des polymères adéquats. L'incorporation des fibres végétales à savoir le lin [BAL-14], le chanvre [GEO-14], le jute [MEM-13], le ramie [CHE-11], le sisal [BEL-13], le kenaf [MAH-14], le coco [MIZ-07], le abaca [LIU-14] et d'autres fibres, dans des matériaux thermo-plastiques ou thermodurcissables en remplacement des fibres de verre est un concept qui commence à être industrialisé et commercialisé. Les composites renforcés par des fibres végétales trouvent des applications dans la fabrication des habitacles (figure I.16) de plusieurs marques de voitures [SIV-09, ZAH-07, LOV-04], de petits bateaux et kayaks [TAB-09, MOV-08, BAL-13], et même dans la boiserie et les constructions en génie civil ou bien dans des structures secondaires (figure I.17) dans des applications qui répondent au souci de la préservation de l'environnement [TAA-14, ABD-13].



**Figure I-16** : Des pièces renforcées par des fibres végétales (Flax/polypropylène) Mercedes Benz A-Class. [GEO-03]

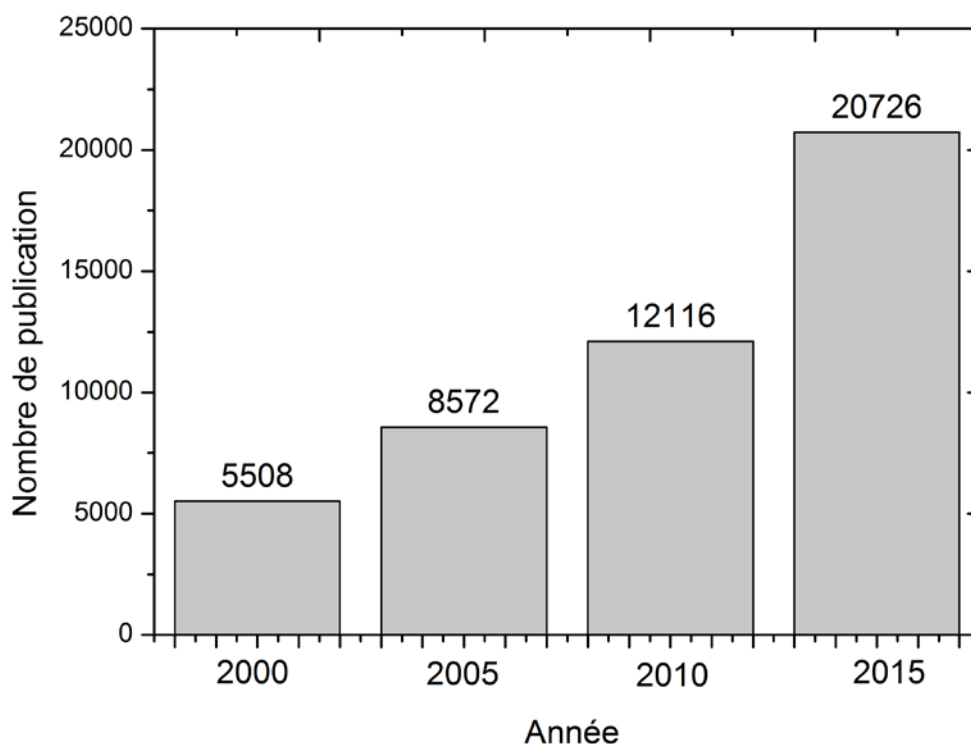


**Figure I-17** : Réalisation des pièces renforcées par des fibres végétales [BAL-13]

## I.6 Synthèse des travaux réalisés sur les fibres végétales

Les travaux de recherche sur le palmier dattier ont pris de l'importance à partir des années 70 du 19<sup>ème</sup> siècle. Ce sont les biotechnologiques qui ont prévalu ces recherches. Cependant, ces recherches ont nécessité le passage par des travaux sur la connaissance de la biologie du palmier. Ensuite d'autres approches se sont développées au sein des équipes de recherche qui se sont intéressées aux différentes fibres des palmiers dattiers. Ces dernières ont fait l'objet de nombreuses études permettant de caractériser ses propriétés mécaniques, physico-chimiques et thermiques et de chercher la possibilité de l'incorporation dans les matrices thermodurcissables ou thermoplastiques pour le domaine de la mécanique et les matrices de ciments ou argileuses dans les domaines de génie civil afin d'obtenir des composites adaptés aux applications de construction et de l'isolation. La majorité de ces travaux ont porté sur la caractérisation mécanique.

La figure I.18, établie par l'auteur de cette thèse de doctorat, présente le nombre de publications référencées sur le site web "Science Direct" géré par l'éditeur Elsevier. On constate que ce nombre s'accroît de façon extrêmement significative (exponentielle).



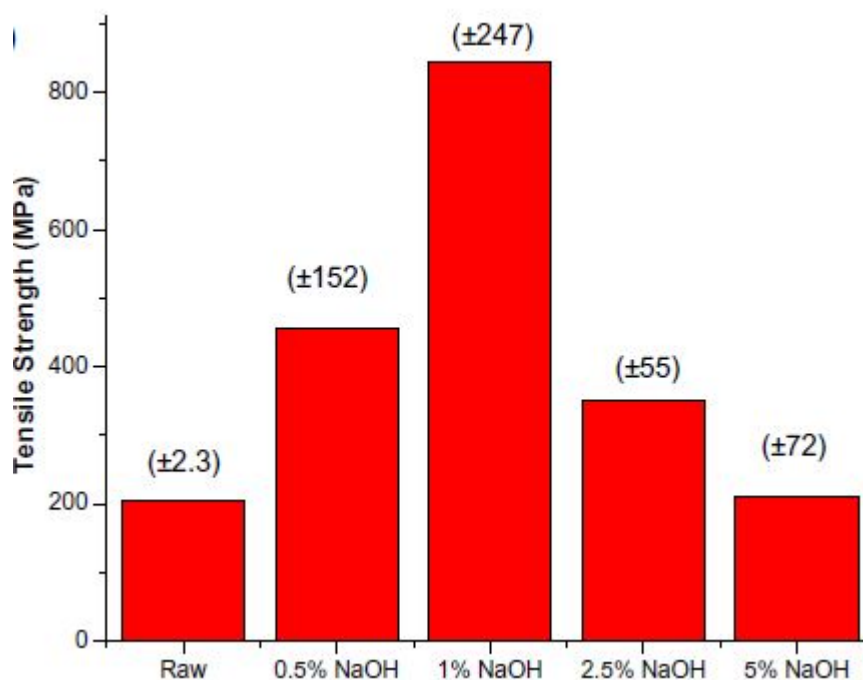
**Figure I.18** : Publications sur les fibres naturelles.

Le nombre de publications passant de 5508 au début des années 2000 à 8572 en 2005. Et de 12116 en 2010 à 20726 en 2015. La lecture de ce graphe montre clairement l'importance de l'étude des fibres naturelles dans le domaine de la recherche scientifique et technologique au

niveau mondial par les chercheurs et les industriels. A titre d'exemple on cite quelques travaux qui sont en relation étroite avec notre étude.

Alawar *et al.* [ALA-09] ont déterminé les propriétés mécaniques, des fibres de surface du tronc de palmier dattier, avant et après le traitement chimique avec différentes concentrations de NaOH soit : 0,5%, 1%, 1,5%, 2,5% et 5% pendant une durée d'une heure à une température de 100°C. Les résultats obtenus (Figure I.19) sont très positifs et montrent bien l'amélioration de la résistance à la traction des fibres du palmier dattier traitées chimiquement pour différentes concentrations de NaOH.

La résistance maximale en traction a été obtenue pour un traitement avec une concentration de 1% de NaOH où la contrainte maximale obtenue est de l'ordre de 4 fois plus importante que dans le cas des fibres non traitées mais avec une dispersion beaucoup plus importante.

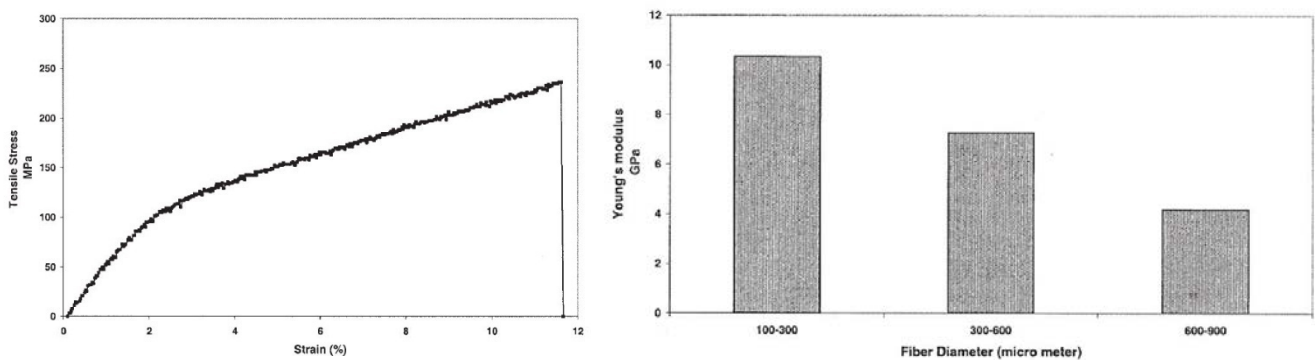


**Figure I.19** : Propriétés mécaniques pour certaines fibres végétales.

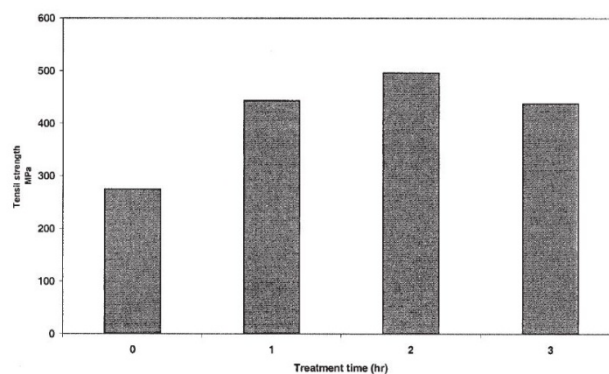
Al-Khanbashi *et al.* [ALK<sup>a</sup>-05] ont présenté une étude expérimentale des fibres de palmier dattier sollicitées en traction, les fibres ont été traitées avec une solution de NaOH ayant une concentration de 5% pendant les durées de (1, 2 et 3h) à une température de 100°C. Les résultats de ces travaux montrent que la résistance moyenne à la rupture est égale à 275MPa (figure I.20a).

La figure I.20b montre l'effet du diamètre de la fibre sur le module de Young, les valeurs trouvées varient entre 5 à 12 GPa.

Le traitement avec une concentration de 5% de NaOH à 100°C pour une durée de 2h a amélioré la contrainte à la rupture de 45% (figure I.21). Les résultats de ces travaux montrent que les fibres de palmier dattier sont comparables à d'autres fibres naturelles utilisées comme renfort à matrice polymère. Elles sont principalement constituées de 46% de cellulose, 20% de lignine et 18% de hémicelluloses.



**Figure I.20 :** (a) courbe moyenne contrainte-déformation des DPF (b) Le module d'Young du DPF en fonction du diamètre de la fibre.



**Figure I.21 :** Effet de la durée de traitement de la soude sur la résistance à la traction de DPF (5% de solution de NaOH à 100 ° C).

Abdel-Rahman *et al.* [ABD-88], ont déterminé les propriétés mécaniques des tiges de palmiers (rachis) (ou encore pétiole voir figure I.3). Les résultats de leur étude montrent que la résistance à la traction de la paroi de la tige varie entre 116 à 208 MPa, tandis que celle du cœur

est aux alentours de la moitié de ces valeurs. La valeur du module d'élasticité des tiges est comprise entre 10 à 30 GPa.

AlMaadeed *et al.* [ALM-12], ont étudié les propriétés mécaniques d'un composite hybride à base de palmier dattier farine/fibres de verre préparé pour différents rapports des deux renforts. Le procédé de mélange est réalisé dans une extrudeuse et les échantillons ont été préparés par la machine de moulage par injection. Les propriétés du polypropylène (PP) recyclé ont été améliorées par le renforcement de la farine de bois de palmier. La résistance à la traction et le module d'Young du polypropylène recyclé (RPP) renforcé par la farine de bois ont augmenté encore par l'addition des fibres de verre. Les auteurs ont montré que les composites renforcés de fibre de verre ont une dureté plus élevée que les autres composites. Des études morphologiques indiquent que la fibre de verre présente une bonne adhérence avec le PP recyclé, améliore les propriétés mécaniques des composites hybrides avec l'addition des fibres de verre. L'addition de 5% en poids de fibres de verre à la farine de bois renforcé RPA augmente la résistance à la traction d'environ 18% par rapport à l'armature de la farine de bois seul. Une augmentation de la teneur des particules de bois dans le PP conduit à une diminution du degré de cristallinité du polymère. La résistance à la traction des composites augmente avec l'augmentation du pourcentage de cristallinité en ajoutant la fibre de verre. L'amélioration des propriétés mécaniques avec l'augmentation du pourcentage de cristallinité (et avec la diminution de l'épaisseur lamellaire) peut être attribuée à la région limitée entre les lamelles car l'agglomération est absente dans ce cas.

Agoudjil *et al.* [AGO-11], présentent les résultats d'une étude expérimentale de trois variétés de bois de palmier dattier (*Phoenixdactylifera L.*). Cette étude a pour objectif la caractérisation de différents échantillons de parties renouvelables de bois de palmier provenant de l'oasis de Biskra (Algérie), en vue de l'utiliser dans des matériaux isolants. Les résultats de ce travail expérimental ont montré que les parties renouvelables du palmier dattier (pétiole et grappe) constituent un bon isolant thermique présentant une faible masse volumique.

Kaddami *et al.* [KAD-06], ont étudié l'utilisation des fibres courtes de palmier dattier (fibres de feuilles) comme renfort dans des matrices polyester et époxyde. La morphologie et les propriétés mécaniques des composites obtenues ont été caractérisées en flexion 3-points. Les

résultats montrent que l'adhésion interfaciale est meilleure dans le cas des composites à base de résine époxyde. Afin d'améliorer l'adhérence interfaciale de l'estérification de la matière de charge lignocellulosique en milieu alcalin, des traitements chimiques ont été effectués en utilisant les anhydrides acétiques et maléiques. Ce type de modification chimique, a conduit à un changement dans la composition chimique des renforts ce qui a amélioré les propriétés mécaniques des composites ayant une matrice époxyde.

Dans le travail de Al-Kaabi *et al* [**ALK<sup>b</sup>-05**], les fibres naturelles extraites du palmier dattier (mat naturel) ont été utilisées comme renfort pour des composites à matrice polymère. Des échantillons de polyester ont été soumis à de divers types de tests mécaniques (flexion 3-points, essai d'impact «Charpy») et physiques pour avoir l'effet de la longueur et l'état de la surface des fibres sur les propriétés mécaniques. Les résultats obtenus montrent que ces fibres peuvent donner des propriétés raisonnables et pourraient être utilisées pour des applications à faible coût qui exigent peu de force moyenne.

Taha *et al* [**TAH-07**], ont présenté une étude expérimentale qui permet de déterminer les propriétés mécaniques des fibres qui sont extraites de la tige spadice de palmier dattier DPSS de la région Ezbet El-Nakhl en Egypte. Ces tiges sont ensuite divisées en fibres longues de 50 cm avant de subir un traitement chimique par l'hydroxyde de sodium (NaOH) avec des concentrations de 2 et 5% avec des durées de traitement de 2, 4, 6 et 24 heures à une température de 23°C. Les meilleurs résultats sont obtenus avec une solution de NaOH de concentration de 2% pendant une durée de traitement de 2 heures. Les valeurs de la contrainte à la rupture des fibres traitées et non traitées sont respectivement de l'ordre de 400 et 600 MPa, ce qui représente une augmentation de 50%.

Kriker *et al* [**KRI-08**], ont étudié la possibilité d'incorporer des fibres de palmier dattier pour renforcer le béton en vue de l'utiliser dans des régions chaudes. Pour ce faire, les auteurs ont choisi quatre types de palmier dattier à savoir : (Paume Mâle, Deglette-Nour, Degla-Bida et Elguers Palmiers). Les fibres utilisées sont extraites de la surface du tronc (DPSF). Deux paramètres sont pris en compte: (i) la longueur d'essai de traction entre les mors (GL), (ii) l'état de la fibre (humide ou sèche). Les résultats (Tableau I.3) montrent que les fibres de Paume Mâle

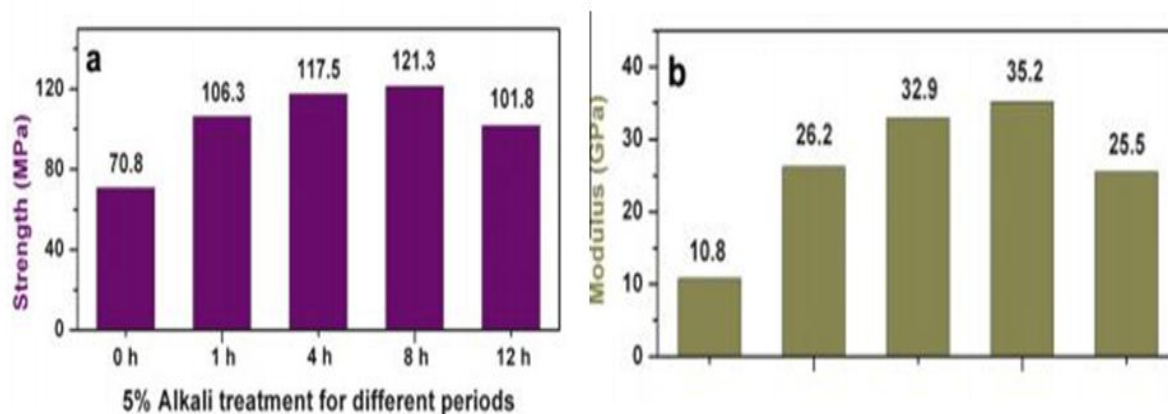
(Dokhar) sont les plus résistantes, possèdent les allongements importants avec les module de Young les plus élevés. En outre, l'humidité augmente légèrement la résistance et l'allongement à la rupture des fibres. Par contre à l'état sec, les fibres ont un module d'élasticité légèrement supérieur à celui de l'état humide.

**Tableau I.3.** Les propriétés mécaniques de quelques variétés de bois de palmier.

Variété	Sèche			Humide		
	Resistance à la traction (MPa)	Allongement à la rupture (%)	Module de Young (GPa)	Resistance à la traction (MPa)	Allongement à la rupture (%)	Module de Young (GPa)
Paume Mâle (Dokar)	290±20	11±2	5.2±3	300±20	12 ±2	3.55 ±2
Elgers	88,75 ±20	11.1 ±2.5	3.5 ±1.2	90.10±18	12 ±3	3.10 ±1.5
Deglet Nour	72.43 ±18	8.7 ±2.2	3.15 ±1.5	74.34±1.5	9.5 ±2.5	2.3 ±2
Degla Bida	71.15 ±16	7.5 ±2.3	2.5 ±1	73.11±13	8.5 ±2.7	2.10 ±1

Reddy *et al.* [RED-13] ont étudié l'influence du traitement chimique alcalin de la fibre de Borassus pour une concentration de 5% pour les durées de 1, 4, 8 et 12h et ceci pour une température de 30°C, après le traitement chimique, la fibre végétale a été rincée à l'eau douce ensuite à l'eau distillée pour neutraliser l'acide acétique ensuite, elle a été séchée à une température de 105 °C pour une durée de 24h. Les résultats (figure I.22) des propriétés mécaniques obtenus à partir de ce traitement sont de l'ordre de 121,3 MPa pour la contrainte à la rupture et de 35,2 GPa pour le module de Young, ces résultats représentent le meilleur comportement pour une durée de 8h, ensuite il y a une baisse des valeurs obtenues (contrainte à la rupture et module de Young) pour une durée de 12h. Il est important de signaler que le traitement à 5% de NaOH a amélioré les résultats des propriétés mécaniques pour toutes les durées par rapport aux fibres non traitées.





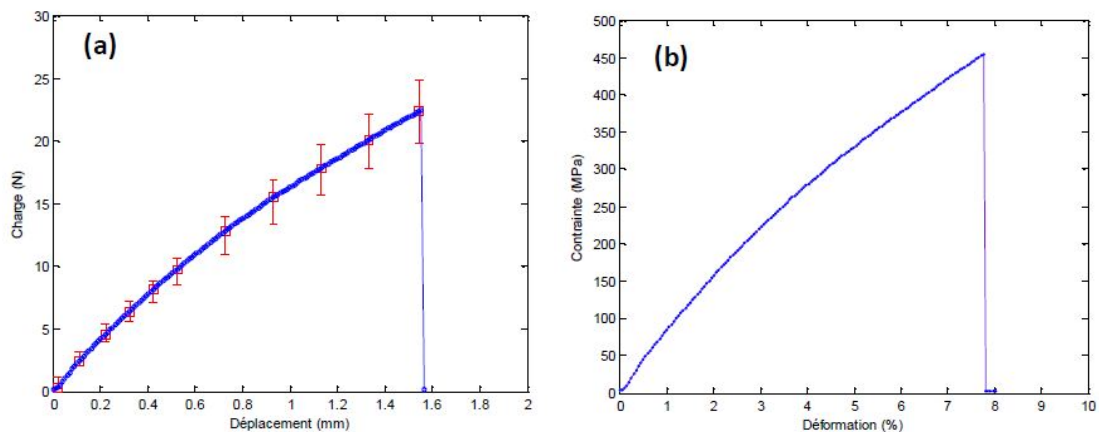
**Figure I.22** : Propriétés mécaniques (a) contraintes à la rupture (b) Module de Young.

Jacob *et al.*[JOH-08], ont étudié les effets de la modification chimique de surface des fibres de sisal-huile de palme utilisées pour renforcer des bio composites. Le traitement alcalin des fibres de Sisal et des fibres de palmier d'huile de longueurs de 10 mm et 6 mm a été pendant 1 heure dans des conditions ambiantes avec des solutions NaOH de concentrations : 0,5, 1, 2, 4%. Les fibres ont ensuite été lavées avec de l'eau contenant l'acide acétique. Enfin, les fibres ont été lavées de nouveau avec de l'eau et séchées dans une étuve à 70° C jusqu'à séchage complet. Les composites ont été préparés en utilisant des fibres traitées avec des concentrations de solution d'hydroxyde de sodium et de couplage de type silane variant différents agents. Les paramètres de vulcanisation, les conditions de transformation et les propriétés de traction et les caractéristiques de gonflement de ces composites ont été analysés. Les résultats montrent que le traitement alcalin augmente la résistance à la traction des composites par rapport aux composites non traités et la force de traction maximale a été observée pour les composites préparés avec 4% de fibres traitées NaOH.

Belaadi *et al* [BEL-13] ont récemment étudié le comportement en traction quasi-statique et en fatigue cyclique en contrôle déplacement des fibres de sisal. Les fibres utilisées ont été fournies par l'usine de fabrication des cordes de Bejaia (Algérie). Les faisceaux de fibres ont un diamètre approximativement de 250  $\mu\text{m}$  et une longueur de 0,8 à 1 mètre. Les échantillons choisis sont soumis à une charge de traction quasi-statique selon la norme ASTM D3822-07 à une longueur de mesure (GL) de 20 mm. Les valeurs moyennes de la contrainte à la rupture, de la déformation à la

rupture et du module de Young de 15 échantillons ont été trouvés respectivement égales à 462 (MPa), 7,83 (%) et 7,47 (GPa). Le chargement en fatigue cyclique en traction de huit niveaux de chargement (de 0,6 à 0,95) a été effectué en contrôle déplacement. Les forces maximales enregistrées, entre 9 N et 23 N, sont considérablement plus hautes que celle utilisées auparavant par d'autres auteurs et mènent à la dépendance significative des boucles d'hystérésis. La dissipation d'énergie des fibres de sisal a été évaluée pour les différents niveaux de chargement considéré en fonction du nombre de cycles.

Les résultats obtenus sont présentés dans la Figure I.23. La distribution de la barre d'erreur est calculée pour montrer les dispersions dans les résultats dans la force des fibres sous forme d'une courbe type charge-déplacement (figure I.23a). La courbe type contrainte-déformation (figure I.23b) obtenue à partir des essais de traction statiques de la fibre de sisal montre des ruptures fragiles avec une baisse soudaine de la charge.



**Figure I.23 :** Comportement en traction d'une fibre de sisal (a) charge-déplacement, (b) courbe type contrainte-déformation.

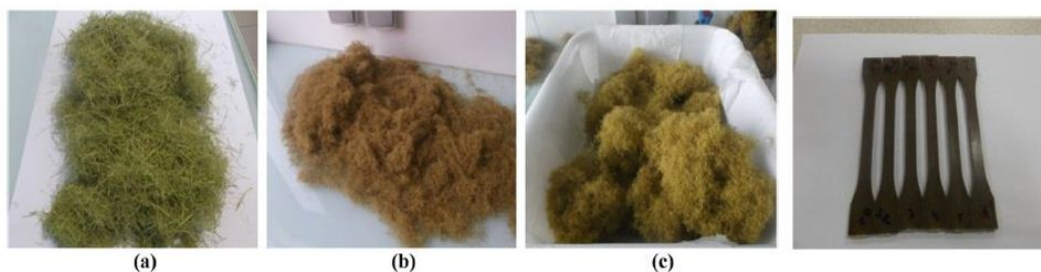
Bezazi *et al.* [BEZ-14] ont présentée une étude récente qui permet de déterminer les propriétés mécaniques des fibres d'Agave americana obtenues par deux techniques d'extraction : celles obtenues par rouissage dans l'eau pendant 10 à 13 jours et celles obtenues par enfouissement dans la terre pendant 90 jours (figure I.24).



**Figure I.24 :** (a) Exemple des fibres *Agave americana* L. de la région de Guelma (Algerie), (b) section de la plante (c) Extraction après 90 jours; (d) fibres obtenues.  
(e) Fibres d'Agave par immersion dans l'eau 10 à 13 jours; (f) fibres obtenues.

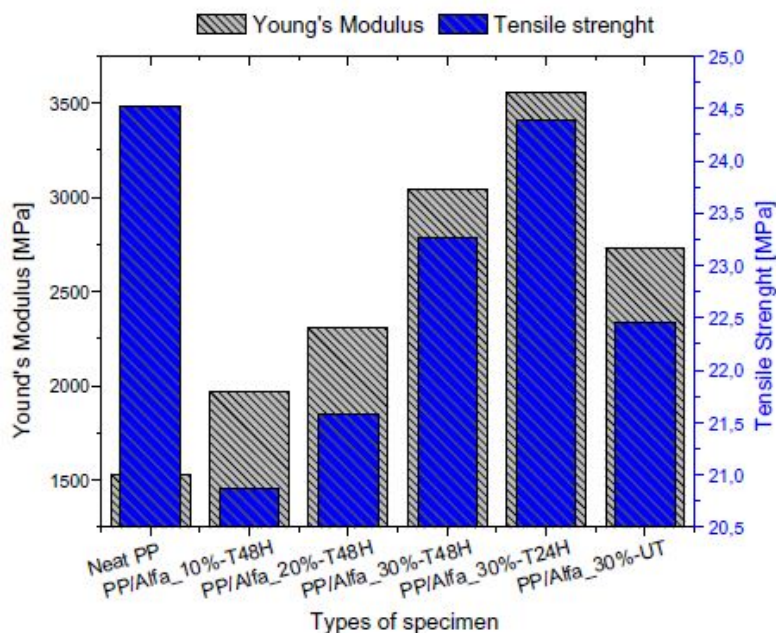
Les auteurs ont varié la longueur entre les mors (GL) de 10 à 40 mm. Les résultats obtenus montrent que la contrainte à la rupture et le module de Young sont influencés par la longueur GL.

Mechakra *et al* [MEC-15], ont présenté une étude expérimentale de caractérisation mécanique des matériaux composites, renforcé par des fibres végétales courtes et obtenues par une nouvelle mise en œuvre de leur extraction à partir des fibres Alfa (figure I.25). Une optimisation de la composition du traitement chimique alcalin sous différentes durées a été appliquée aux fibres.



**Figure I.25 :** Traitement des fibres Alfa (a) fibres non traitées (b) fibres traitées pendant 48h (c) fibres traitées pendant 24h (d) échantillons testés.

Les échantillons testés avant et après le traitement alcalin ont montré l'impact de ce traitement par l'augmentation importante du module d'Young de 28,67% à 132,22% par rapport au PP vierge et de la résistance à la traction de 11,34% à 30,14% (Figure I.26).



**Figure I.26 :** Propriétés mécanique des différentes composites.

Maheswari *et al* [MAH-12], Ont étudié l'effet du traitement des fibres naturelles ‘‘ fibres de fruits de tamarin ‘‘ sur les propriétés mécaniques et thermiques. Ils ont utilisé un protocole de traitement chimique qui peut être résumé en trois étapes :

**L'étape 1 :** Les fibres ont été traitées par l'hydroxyde de sodium avec une concentration de 5% pour une durée de 30 min à une température ambiante. Puis elles ont été lavées plusieurs fois avec de l'eau du robinet pour enlever un excès d'alcali, après ça elles ont été immergées dans l'acide acétique dilué pour enlever toute trace d'alcali sur la surface des fibres et enfin elles ont été lavées soigneusement avec de l'eau distillée. Ensuite, elles sont séchées à température ambiante pendant une semaine et finalement conservées dans un four à air chaud à 100° C jusqu'à ce que devient sec.

**L'étape 2 :** Une solution de 1% d'aminopropyltriéthoxysilane a été préparée dans l'acétone qui a été utilisée à l'eau pour favoriser l'hydrolyse avec l'humidité sur la surface des fibres. Le pH de la solution a été maintenu à une valeur de 4 et provoque l'hydrolyse complète du silane par addition

d'acide acétique, la solution est ensuite agitée en continu pendant 10 min. Les fibres traitées de la première étape ont été immergées dans la solution pendant 1 h. Après le traitement, les fibres sont séparées de la solution puis séchées à l'air chaud dans une étuve à 60° C jusqu'à ce qu'elles deviennent sèches.

**L'étape 3:** Une solution de 10% en poids de polycarbonate a été préparée en utilisant du dichlorométhane comme solvant, ensuite les fibres non traités et traitées à l'alcali sont revêtues avec la solution de polymère. Les fibres revêtues ont été suspendues à la verticale sur un cadre en bois, laissées séchées à température ambiante pendant 24 h, ensuite elles ont été séchées dans une étuve à l'air chaud à 60 °C pendant 2 h. L'épaisseur moyenne du revêtement sur la surface de la fibre s'est avérée être de 0,3 mm.

Les résultats obtenus se résument dans le tableau I.4 qui montre que les fibres traitées sont meilleurs en termes de propriétés mécaniques (la contrainte et la déformation à la rupture et le module de Young) par rapport aux fibres non traitées.

**Tableau I.4.** Les propriétés mécaniques des fibres traitées et non traitées [MAH-12].

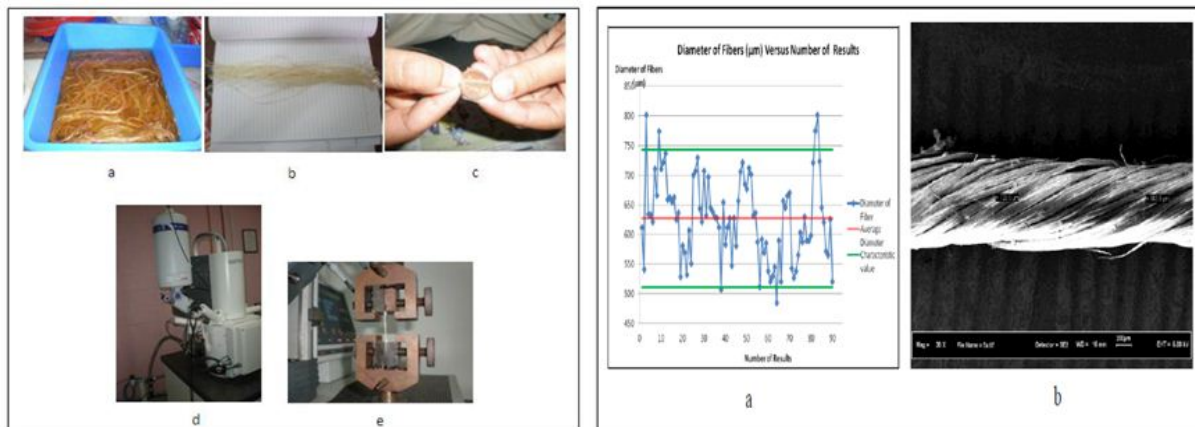
Tamrind fiber	Young's modulus MPa [SD]	Maximum stress MPa [SD]	Elongation at break % [SD]
Untreated	2165 [113]	60.5 [5.2]	5.8 [1.4]
Alkali treated	3073 [105]	65.2 [6.8]	7.6 [1.1]
Alkali and silane treated	3117 [109]	66.1 [4.2]	8.0 [1.3]
Untreated with PC coating	2325 [65]	64.7 [4.1]	6.1 [1.1]
Alkali treated with PC coating	3548 [53]	70.1 [4.3]	8.3 [0.8]
Alkali and silane treated with PC coating	5266 [48]	78.4 [3.8]	8.9 [0.9]

SD: standard deviation.

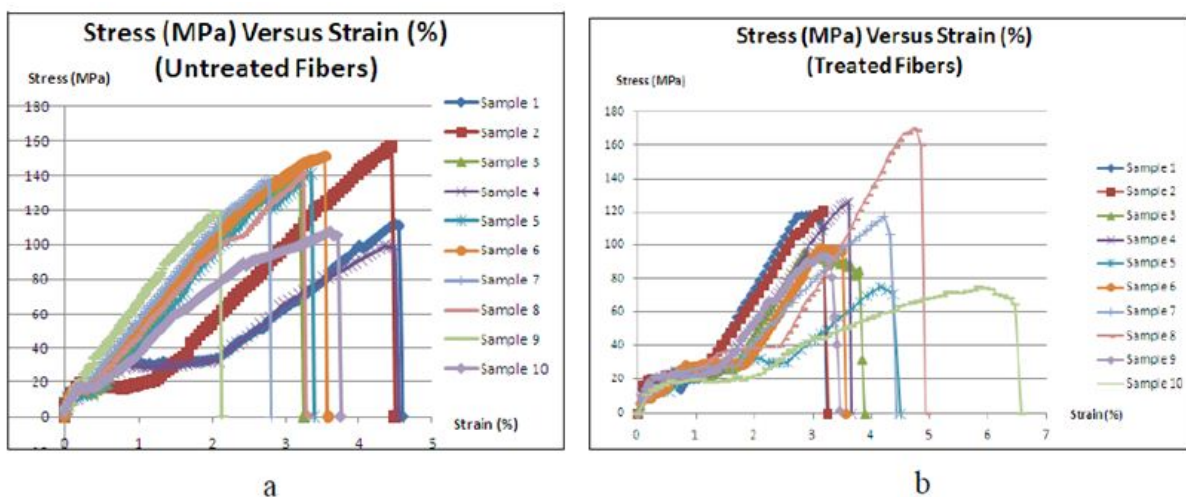
Nur *et al.* [NUR-10], présentent les résultats d'une étude expérimentale des fibres de Kenaf traitées et non traitées sollicitées en traction. Les fibres ont été extraites par un procédé classique appelé rouissage. Elles ont été traitées avec une solution de 5% d'hydroxyde de sodium pendant 1 heure à température ambiante, rincées avec de l'eau du robinet, puis neutralisées par un acide acétique glacial à 2% et une solution d'eau du robinet (figure I.27). Les fibres sont ensuite rincées

à l'eau déminéralisée et séchées à température ambiante pendant 24 heures. Le diamètre moyen a été calculé à partir de 45 échantillons.

Les contraintes moyennes des fibres non traitées et traitées sont respectivement de l'ordre de 129 et 108 MPa, et que les modules de Young sont égales respectivement à 12152 et 13281,36 MPa (figure I.28).



**Figure I.27:** à gauche la préparation du processus: (a) processus de traitement (b) Modification des fibres (c) Préparation pour mesurer le diamètre, (d) Equipment MEB, (e) Machine de traction, à droite (a) Diamètre des fibres, (b) Photo MEB dans le sens longitudinal d'une fibre.



**Figure I.28:** Courbes contraintes-déformations: (a) fibres non traitées (b) fibres traitées.

## **I.7 Conclusion et position du problème**

D'après l'étude bibliographique faite sur les fibres naturelles et plus particulièrement ceux issues des plantes (végétales) ainsi que sur les bio composites, les principales conclusions peuvent être dégagées :

- ✓ Les palmiers dattiers possèdent cinq types de fibres à savoir : fibres de bois du tronc ; fibres de tige au niveau des tiges des pédoncules et du support dattier (grappe) ; fibres de feuilles au niveau des pédoncules ; fibres de surface autour de son tronc ou de base de palmes (pétiole) et fibres de liffe (entre les Kornaf, le tronc est recouvert d'une bourre fibreuse que l'on appelle le liffe).
- ✓ Le choix du sujet sur les fibres des bras de grappe des palmiers dattiers est bien justifié du point de vue scientifique, ce sujet n'a pas été étudié ou abordé par d'autres chercheurs et du point de vue économique le nombre des palmiers dattiers en Algérie dépasse les dix huit millions de palmier. Le palmier dattier avec ses différentes variétés est plus abondant dans plusieurs régions en Algérie et provenant d'une source renouvelable ce qui permet sa mise en œuvre dans plusieurs domaines. Cette ressource naturelle renouvelable mérite bien d'être valorisée ;
- ✓ Les fibres des bras de grappe sont en abondance en Algérie, car elles sont soit jetées ou brûlées chaque année après l'entretien et la récolte des dattes. En effet, les travaux annuels de récolte des dattes et d'entretien des palmiers génèrent des quantités très importantes de déchets composés essentiellement de palmes et des bras de grappes qui peuvent être utilisés comme renfort fibreux dans des matériaux bio composites ou biodégradables ;
- ✓ Les fibres de palmier dattier ayant des propriétés mécaniques et thermiques significatifs et leurs propriétés varient selon la variété du palmier. En plus, les fibres végétales possèdent une structure poreuse capable d'absorber une grande quantité d'eau. L'incorporation de fibres de palmier dans les matrices thermoplastiques ou thermodurcissables peut améliorer les propriétés mécaniques du matériau.

Notre contribution s'intéresse à l'extraction des fibres des bras de grappes des palmiers dattiers, à leur caractérisation mécanique en traction ainsi que leur caractérisation physico chimique. L'utilisation des ces fibres comme renfort dans les composites stratifiés est aussi étudiée. Les fibres végétales sont hydrophobes alors que la résine est hydrophile ce qui peut provoquer des problèmes au niveau de l'interface fibre/matrice, ceci nous a conduit à une étude de traitement des fibres par des alcalins (NaOH) de différentes concentrations et temps d'immersion

afin d'améliorer les propriétés mécaniques des fibres et la qualité de l'interface c'est-à-dire d'adhésion fibre-matrice par des différents traitements chimiques appropriés.

Les objectifs visés par ce travail sont deux volets :

Le premier est réservé à la caractérisation expérimentale des fibres, traitées et non traitées, en traction sous sollicitations monotones et/ou fatigue cyclique. Des stratifiés des fibres de bras de grappe avec une matrice polyester sont également caractérisés en flexion et en traction monotone. De plus une caractérisation physico chimique a été également effectuée sur les fibres en utilisant différentes techniques à savoir : la calorimétrie à balayage différentiel (DSC), analyse par transformée de fourrier (FTIR), le diffractomètre à rayons X (DRX) et observation des surfaces droites et latérales par différents microscopes optiques et à balayage électronique (MEB).

Le deuxième volet de notre travail est consacré aux études statistiques par la méthode de Weibull à 2 et 3 paramètres et l'analyse de variance ANOVA à un paramètre. Ceci est dans le but d'estimer les propriétés mécaniques à savoir la contrainte, la déformation à la rupture et le module de Young des fibres végétales. On vérifiera aussi l'influence des facteurs explicatifs (variable indépendante c'est à dire les concentrations du NaOH), s'ils ont un impact significatif sur les variables dépendantes (contrainte et module de Young).





## **CHAPITRE II : Techniques expérimentales et préparation des échantillons**

# CHAPITRE II

## Techniques expérimentales et préparation des échantillons

### II.1 Introduction

Ce chapitre est structuré en deux parties : la première est consacrée à la technique de l'extraction des fibres des bras de grappe des palmiers dattiers et l'élaboration des plaques en bio composites constituées par les fibres extraites comme renfort et une résine polyester comme matrice. La caractérisation, physico chimique et mécanique de la fibre et des bio composites élaborés à été effectuée par plusieurs machines et appareils, à savoir : les microscopes optiques à balayage électronique (MEB), la machine de transformée de fourrier (FTIR), la calorimétrie à balayage différentiel (DSC), le diffractomètre à rayons X (DRX) et la machine universelle (Zwick Rokwell) utilisée pour la caractérisation mécanique en statique et en fatigue cyclique sont décrites dans la deuxième partie de ce chapitre. Il est à noter aussi qu'une étuve et une tronçonneuse à disque diamanté ont été utilisées respectivement pour le séchage des fibres et le tronçonnage des plaques bio composites en éprouvette de traction et de flexion suivant les normes ASTM. De plus, les différentes techniques de l'expérimentation et conditions d'essais sont aussi présentées de façon détaillée.

## II.2 Matériaux

### II.2.1 les fibres de palmier dattier

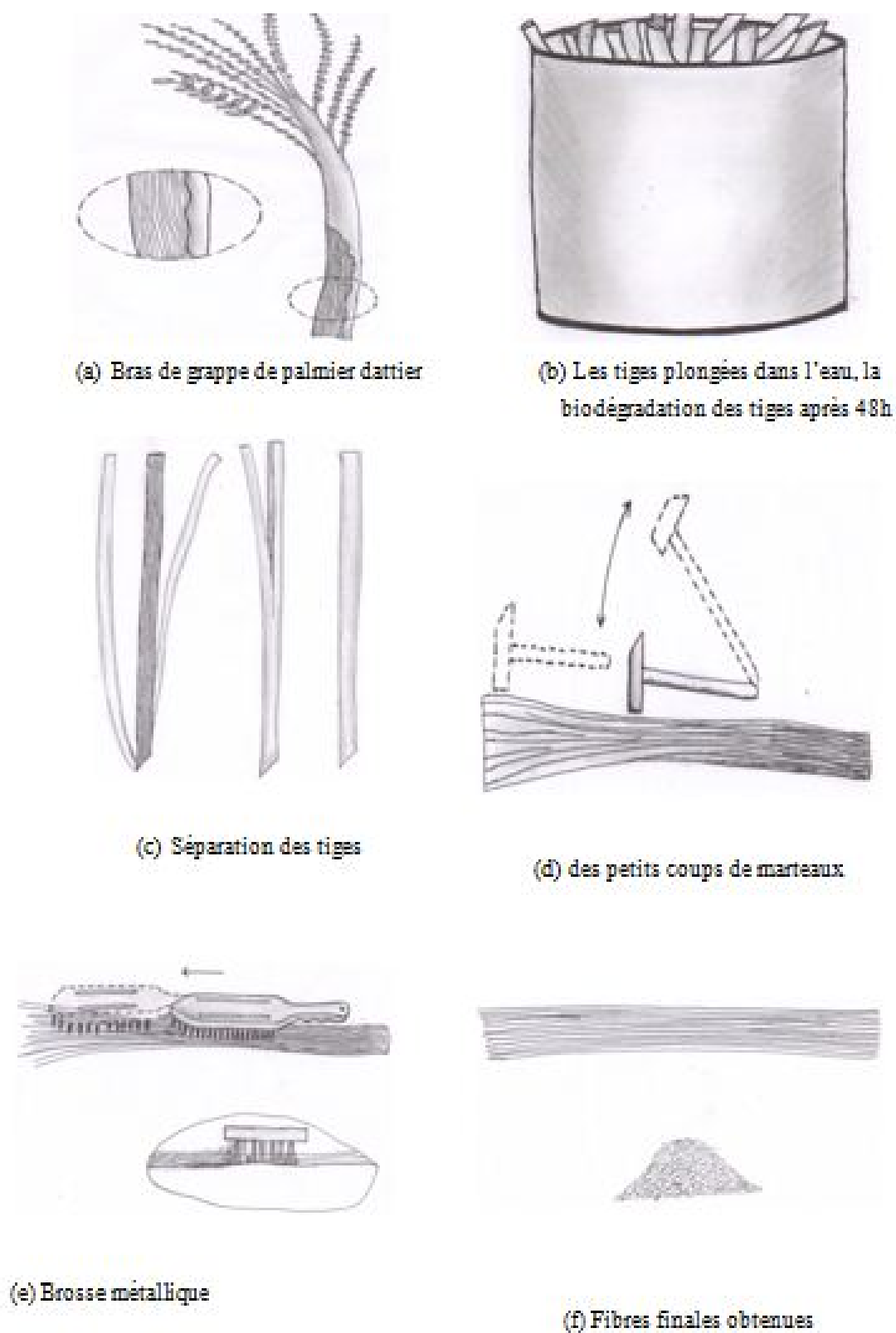
Dans un palmier dattier on trouve quatre types de fibres : les feuilles, rachis, les bras de grappe et les mats naturels. Les fibres utilisées dans ce travail proviennent des bras de grappe des palmiers dattier de la région Hodna M'sila, située au centre de l'Algérie. Les bras de grappe sont d'un coût négligeable car elles sont récupérées lors de la récolte des dattes générale au mois de décembre. Au vue que l'Algérie possède plus 18 millions de palmiers dattiers, ces tiges sont en abondance en Algérie, elles sont soit jetées ou brulées chaque année après l'entretien et la récolte des palmiers (Fig II-1). Cette ressource naturelle et renouvelable mérite bien d'être valorisée.



**Figure II.1:** (a) les bras de grappe (b) Les fibres extraites utilisées dans ce travail.

### II.2.2 Extraction des fibres

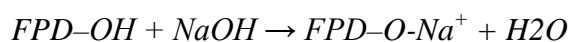
La méthode d'extraction des fibres utilisées dans ce travail est présentée dans les figures 2, elle consiste à plonger les bras de grappes des palmiers dattiers dans un bain d'eau pendant 48h pour faciliter l'extraction de la fibre. Ensuite, les tiges sont épluchées (enlèvement de la partie extérieure). L'opération suivante consistait à séparer les fibres, pour cela on frotte les surfaces des bras de grappe à l'aide d'une brosse métallique afin de séparer les fibres de la lignine qui les entoure. On prenait alors une partie de la tige que l'on tapait des coups par un petit marteau, sans endommager les fibres, et on tirait ces bandes vers soi pour que les dents séparent les bandes en fibres séparées. Puis on retournait la tige pour effectuer la même opération sur les autres bouts, avec 3 ou 4 passes à chaque fois. Et en fin on obtient des fibres, de longueur allant jusqu'à 1m (Fig. II.2).



**Figure II.2 :** différentes étapes de la méthode d'extraction des fibres des bras de grappe des palmiers dattiers.

### ***II.2.3 Traitement chimique des fibres***

Les fibres des bras de grappe de palmier dattier ont été traitées chimiquement dans le but de faire disparaître la lignine qui entoure la fibre et obtenir des surfaces rugueuses afin d'améliorer l'adhérence fibre/matrice. Pour ce faire, les fibres sont émergées dans une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) avec différentes concentrations (0,5% ; 1% ; 2% ; 3%) pour les durées de 12, 24, 48, 72 et 96 heures à la température ambiante. Ensuite, elles ont été rincées à l'eau avant d'être plongées dans l'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) pendant 5 minutes, puis elles sont émergées dans l'eau distillée pendant 15 min pour avoir un PH neutre, et enfin elles ont été séchées dans une étuve à une température de 70°C pendant une durée de 5 heures. La réaction de la fibre de palmier dattier avec le NaOH est décrite comme suit :



*FPD : fibres de palmier dattier*

### ***II.3 La matrice (résine polyester)***

La matrice utilisée dans ce travail lors de l'élaboration des différents types de bio composites est une résine polyester, ce choix est justifié du fait que cette résine est une des moins chères et convient bien pour le cas des composites de large consommation.

La résine polyester est un produit de synthèse principalement utilisé dans la fabrication de matériaux composites où les performances mécaniques ne sont pas très élevées. La résine polyester constitue la matrice, et les renforts peuvent être des matériaux synthétiques notamment des fibres de verre longues (sous forme d'unidirectionnelle ou tissu) ou fibres courtes (mat) comme ils peuvent être des fibres naturelles d'origine végétale ou animale. Une préparation est nécessaire pour utiliser la résine polyester dans la fabrication d'un matériau composite. Les polyesters insaturés sont des résines thermodurcissables liquides qui avec l'adjonction d'un catalyseur (peroxyde organique) avec la possibilité d'intégration de différentes charges minérales pour diminuer le coût et la masse volumique, provoquera une réaction chimique et permet de former les résines polyesters à l'état solide. Il est important de noter que cette réaction chimique est irréversible. La proportion du catalyseur varie selon les durées de polymérisation souhaitées, environ 1% à 2% en volume. Pour maintenir les résines à l'état liquide, on utilise du styrène, composé aromatique à odeur forte caractéristique, comme solvant. Les résines polyester sont conservées dans des containers métalliques à l'abri de la lumière et au frais. Dans ce travail la résine polyester utilisée est de type POLYESTER RESIN 716.09, elle est récupérée de l'usine Maghreb Pipe de M'sila-Algérie.

#### ***II.4 Elaboration des bio composites***

Les fibres extraites des bras de grappe des palmiers dattiers sont pesées avec une balance électronique avec une précision de 0,01 g puis regroupées sous forme de lots en forme de faisceaux bandés par des élastiques afin de maintenir les fibres alignées (Fig. II.3). Avant d'élaborer les bio composites, on passe par la préparation des renforts sous forme de plis, constitués par des fibres longues des bras de grappe de palmier dattier. Cette étape nécessite un soin particulier pour que les fibres longues soient alignées et adjacentes, ensuite elles sont couturées sous forme d'un pli. Afin d'assurer un pli homogène de longueur 30x30 mm.



**Figure II.3:** Préparation des plis (300x300mm)

L'étape suivante consiste à peser les plis pour que les plis utilisés dans une plaque bio composite, aient presque le même poids (Fig. II.4).



**Figure II.4:** pesage des plis.

Les matériaux étudiés sont des bio composites unidirectionnels et croisés à matrice polyesters renforcés par des fibres longues des bras de grappe de palmier dattier (FPD).

Huit configurations de bio composites sont fabriqués (Tableau II.1) soit : l'unidirectionnel et le croisé avec la variation du nombre de pli et de la fraction massique du taux de renfort de la fibre des bras de grappe de palmier dattier qui est de l'ordre de 0, 10, 15, 20 et 27%.

**Tableau II.1.** Codification et composition des plaques composites polyester/fibre de palmier dattier.

Les plaques composites	Code	Nombre de plis Et direction	Taux de fibres en %	Type d'éprouvettes	Nombre d'éprouvettes testées
Plaque1	RJN1	0	0	Flexion 3-points	05
Plaque2	RJN2	0	0	Traction	05
Plaque3	CPD1	3 plis U.D	20	Flexion 3-points	05
Plaque4	CPD2	4 plis U.D	27	Flexion 3-points	05
Plaque5	CPD3	4 plis C	27	Flexion 3-points	05
Plaque6	CPD4	3 plis U.D	20	Traction	05
Plaque7	CPD6	1 pli	10	Traction	05
Plaque8	CPD6	2 plis U.D	15	Traction	05
Plaque9	CPD7	2 plis U.D	15	Flexion 3-points	05
Plaque10	CPD8	2 plis U.D	15	Traction	05

La mise en œuvre des plaques stratifiées en bio composites est réalisée par moulage sous vide, en utilisant la technique dite du « sac ». Pour ce faire, une vitre épaisse est utilisée comme un moule pour les plaques et étalée par une couche de cire afin de faciliter le démoulage de la plaque. Les étapes de préparation d'une plaque bio composite sont illustrées dans la figure II.5, ou une couche d'un tissu d'arrachage (de couleur bleu) est déposé sur le moule, suivi par le dépôt du premier pli de fibre, ensuite l'étalement par un pinceau de la résine sur toute la surface du pli en fibre, l'opération de dépôt de plis de fibre et son étalement de résine est répété pour tout les autres plis constituant la plaque et enfin un tissu d'arrachage est déposé. Avant de faire fonctionner la pompe à vide il faut tout d'abord fermer le moule par un contre moule en film plastique transparent qui est collé sur le pourtour de la plaque par une bande adhésive. La dépression de l'ordre 30 KPa pendant 6 heures (jusqu'à la polymérisation de la plaque) provoquée par le vide crée par la pompe permet d'exercer une force de compression sur la plaque, ce qui permet de densifier la plaque et de dégager les bulles d'airs. La plaque ainsi démoulée après 6 heures (Figure II.6) est laissée à température ambiante pendant 15 jours afin d'avoir une polymérisation totale, après quoi elle sera découpée en échantillon selon la norme ASTM désirée (de traction ou flexion) et enfin les éprouvettes seront testées.



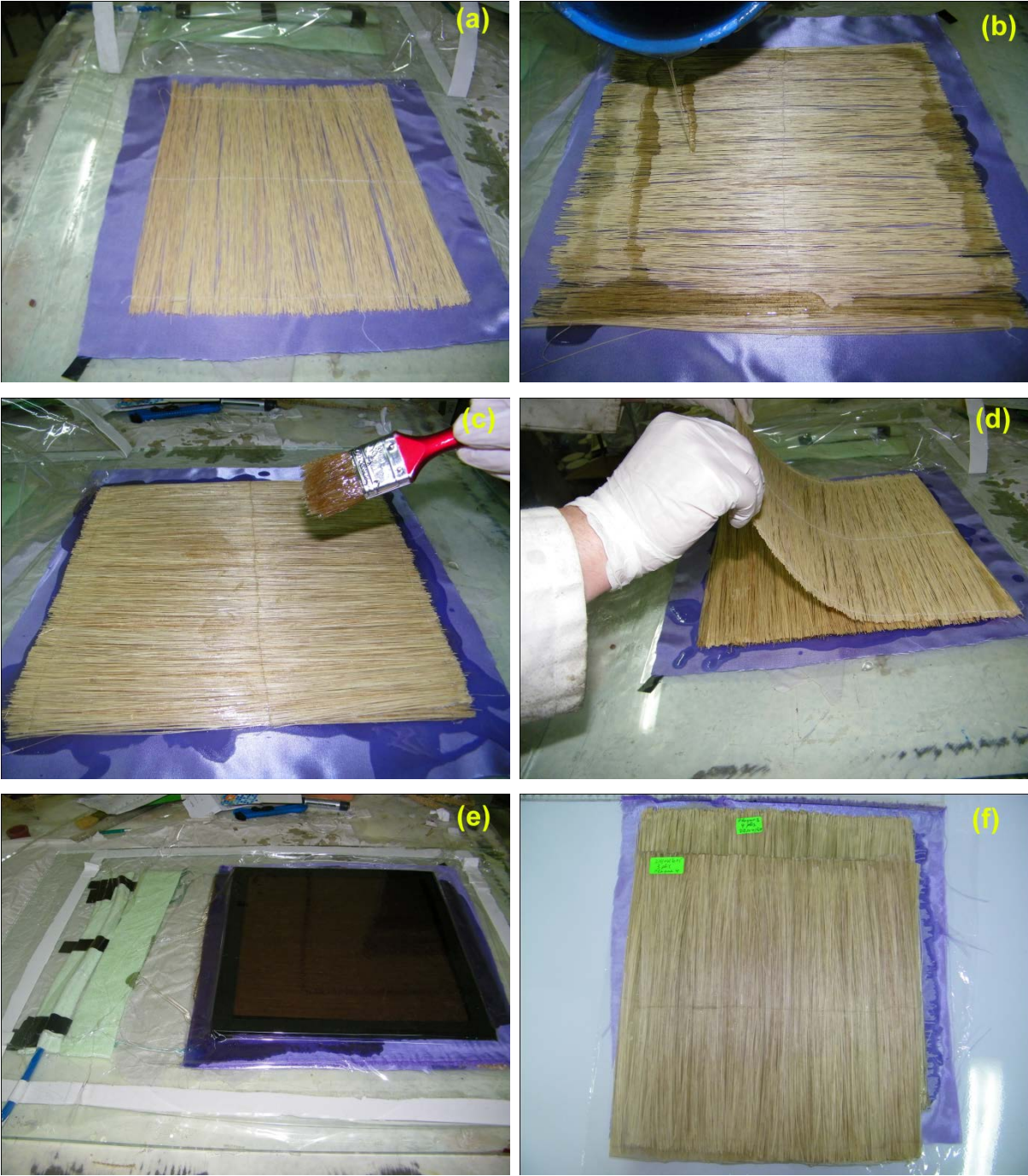


Figure II.5 : Les étapes de préparation du composite polyester/ fibres BPLD



**Figure II.6** : Plaques stratifiées bio-composites fabriquées.

## **II.5 Appareillages et méthodes expérimentales**

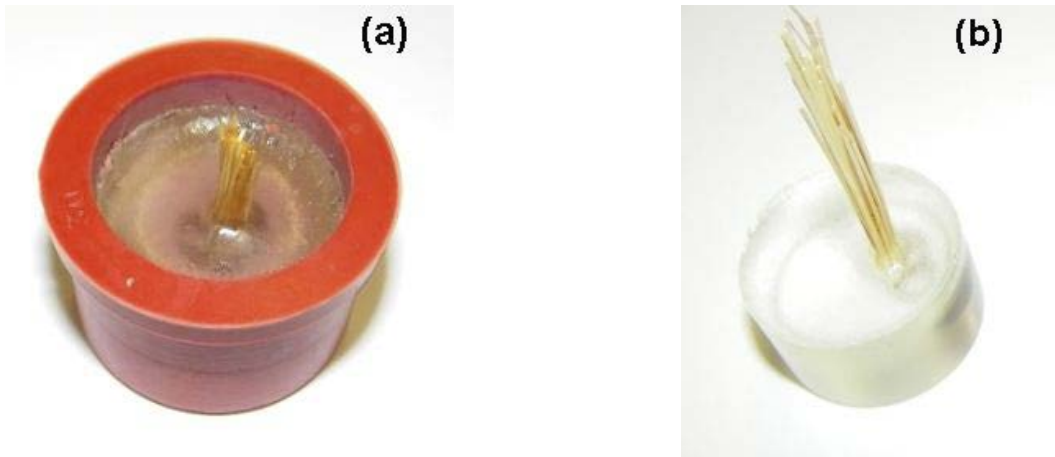
### **II.5.1 Microscopes**

#### *II.5.1.1 Microscopes optiques*

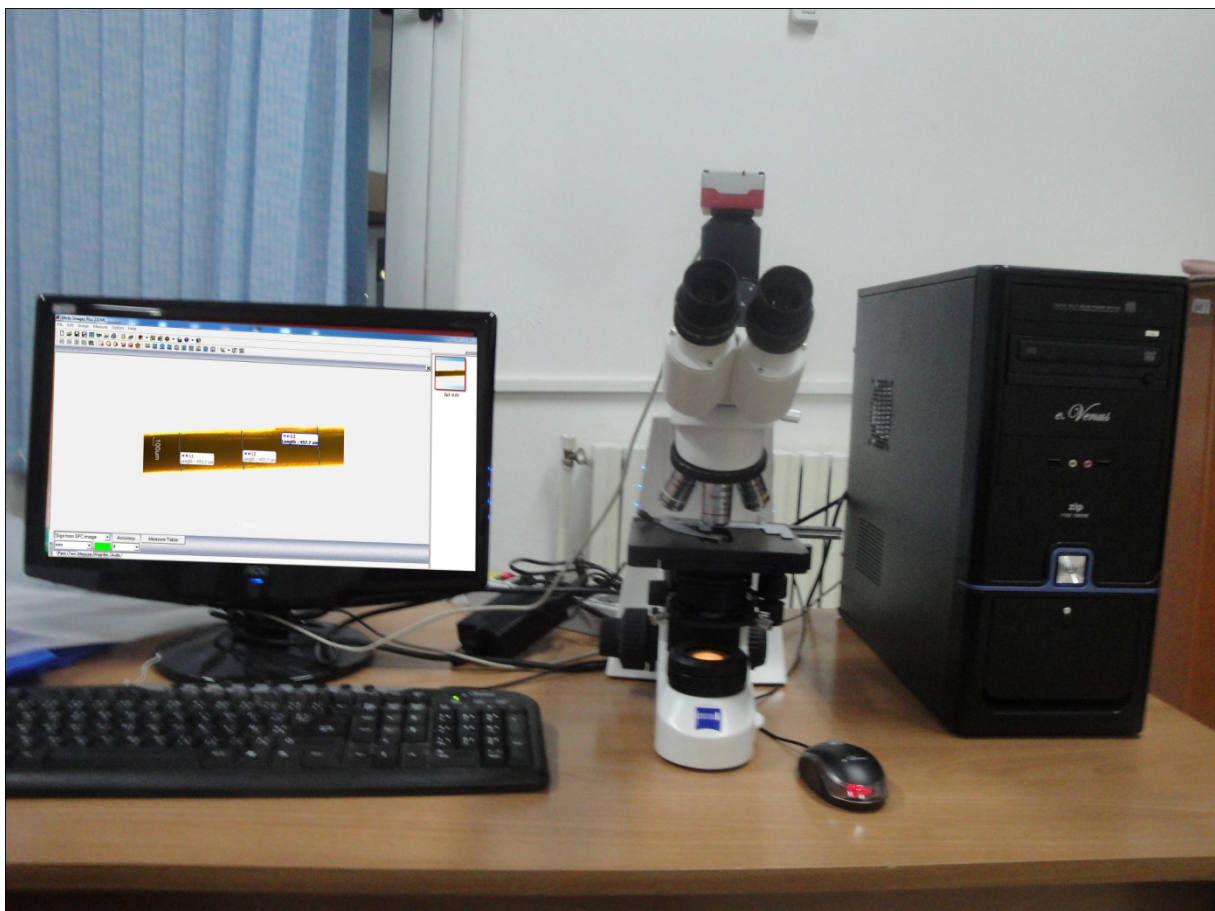
Dans ce travail deux types de microscopes optiques sont utilisés, le premier est de type **ZEISS** qui se trouve au niveau de l'université de 8 mai Guelma (Algérie) utilisé pour mesurer le diamètre des fibres et le deuxième de type **Olympus AX 70** qui se trouve au niveau du laboratoire de mécanique du polytechnique de Lille1 (France) employé pour mesurer le diamètre et la section droite des fibres.

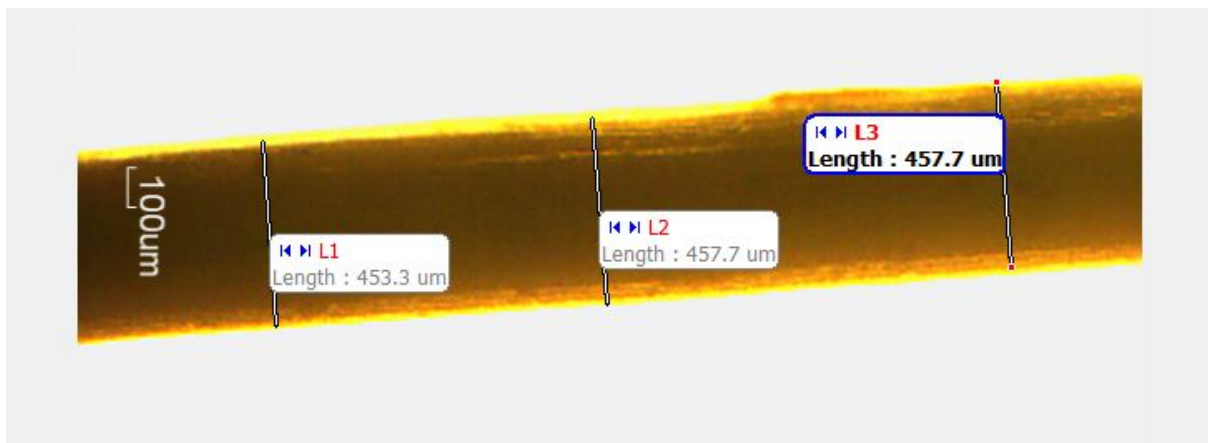
Les fibres extraites des bras de grappe de palmier dattier ont des diamètres qui varient entre 330 et 560  $\mu\text{m}$  et une longueur de 0,4 à 1,2 m. Les diamètres ont été mesurés avec un microscope optique **ZEISS** équipé d'un appareil photo numérique *Moticam 2500* et piloté par un programme de traitement d'images *MoticImages Plus V2.0* (Fig. II.8 et II.9). Pour pouvoir examiner les sections droites des fibres, ces dernières sont plongées dans une résine de type *EpoFix* moulé dans un moule en caoutchouc (Fig.II 7a et 7b). Après démoulage les

échantillons subissent une opération de polissage afin d'avoir une bonne surface. Enfin les échantillons préparés sont observés et photographiés sous microscope *Olympus AX 70* équipé d'un appareil photographique *Olympus Camedia C-2000 Z*.

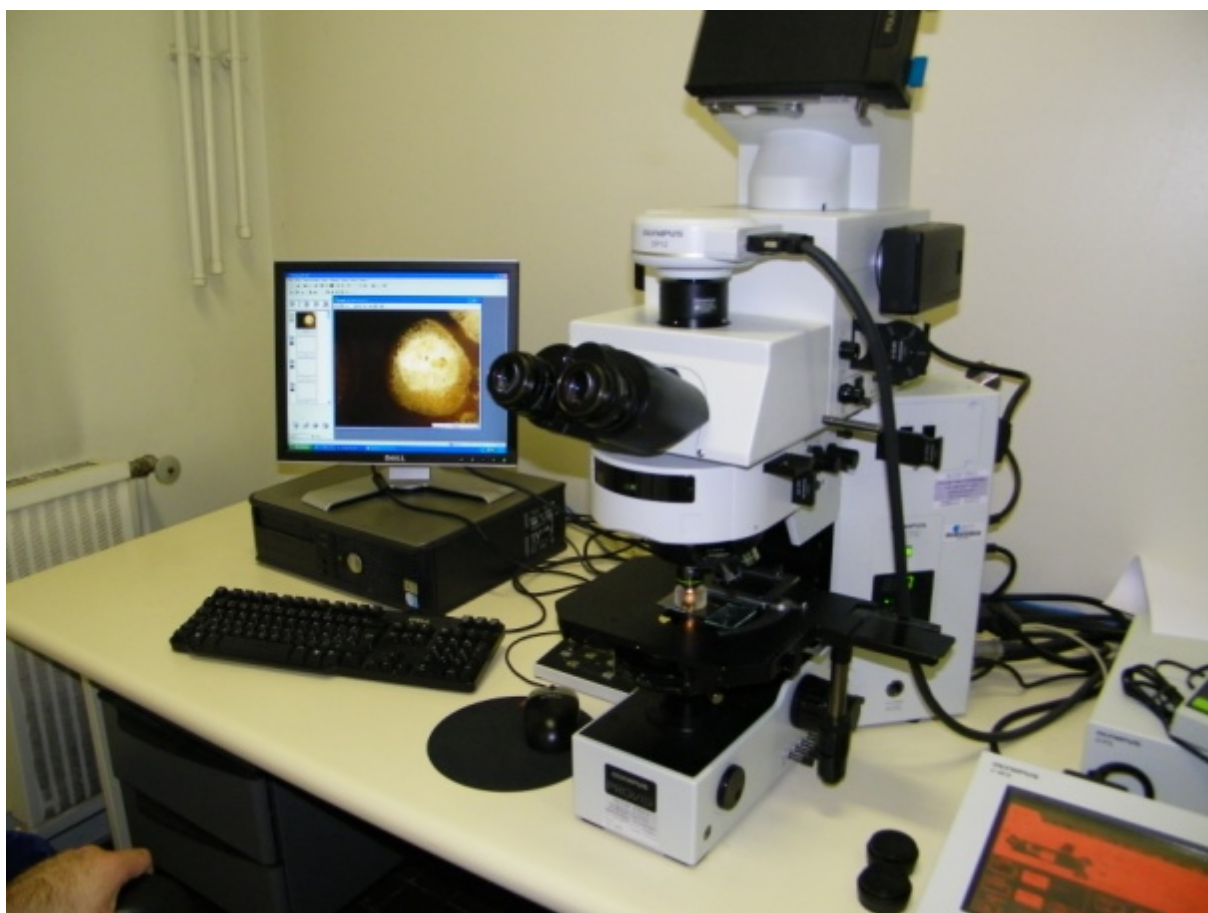


**Figure II.7:** Elaboration des éprouvettes pour observation de la section droite des fibres  
(a) éprouvette dans le moule, (b) fibres plongées dans la résine après démoulage.





**Figure II.8 :** (a) Microscope optique *ZEISS* utilisé pour la mesure du diamètre de la fibre et (b) Zoom de la fibre de palmier dattier.





**Figure II.9** : (a) Microscope optique *Olympus AX 70* utilisé pour l'observation de la section droite des fibres et (b) Zoom de la section droite des fibres de palmier dattier.

#### *II.5.1.2 Microscope à balayage électronique (MEB)*

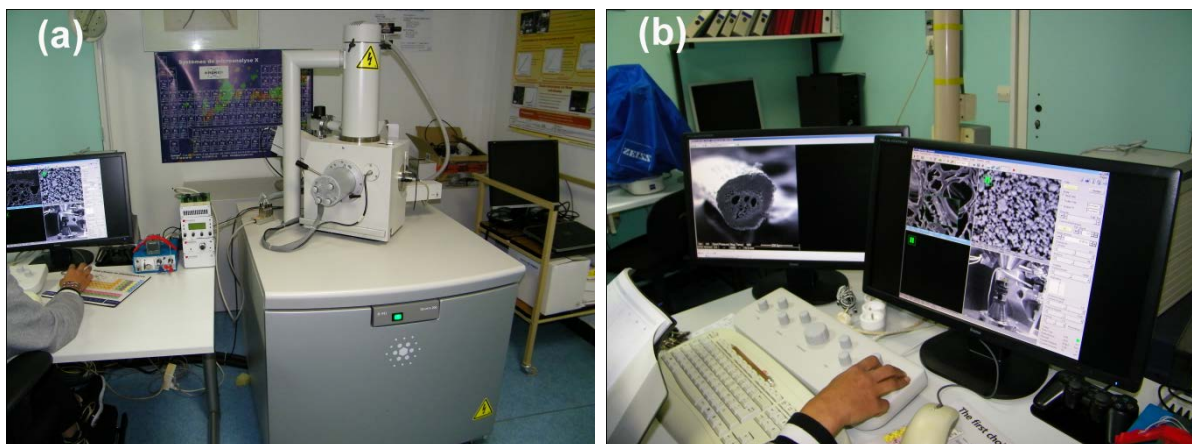
Le microscope à balayage électronique (MEB) est essentiellement composé d'un canon à électrons et d'une colonne électronique dont la fonction est de produire une sonde électronique fine sur l'échantillon, d'une platine porte-objet permettant de déplacer l'échantillon dans les 3 directions et de détecteurs permettant de détecter et d'analyser les rayonnements émis par l'échantillon. En outre l'appareil doit nécessairement être équipé d'un système de pompes à vide.

Nous avons utilisé, dans le cadre de ce travail, deux microscopes électroniques à balayage, le premier du type *ESEM XL30* (Université de Tizi Ouzou- Algérie, voir figure II.10), couplé à un spectromètre à dispersion d'énergie (EDX). Les observations sont réalisées sous des tensions allant de 10 à 25 kV. Les images sont obtenues en utilisant les électrons secondaires ou rétrodiffusées, collectées par un détecteur formé d'un scintillateur couplé à un photomultiplicateur.



**Figure II.10:** Microscope MEB de type ESEM XL30.

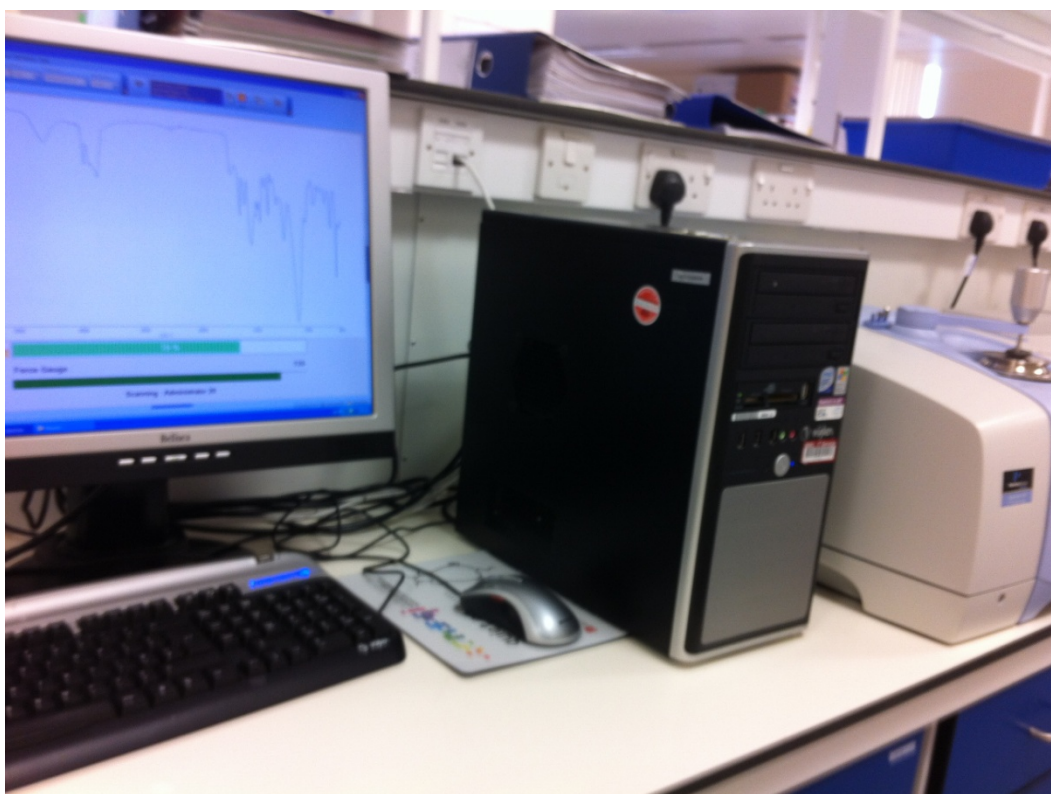
Le deuxième microscope à balayage électronique (MEB) utilisé dans ce travail est de type environnemental *ESEM QUANTA 200* (laboratoire LGP2- université de Grenoble- France, voir figure II.11), cet appareil est équipé avec une platine Peltier motorisée ( $-5^{\circ}\text{C} + 55^{\circ}\text{C}$ ), une caméra infra – rouge, un micro – injecteur et un micro – manipulateur. C’est un microscope électronique environnemental. La résolution des images peut aller jusqu’à  $3584 \times 3094$  pixels (16 bits). Il est aussi possible avec cet appareil de réaliser des tests en micro analyse X sur ces échantillons.



**Figure II.11:** Microscope MEB de type *ESEM QUANTA 200*.

### ***II.5.2 Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)***

La technique de spectrométrie Infrarouge permet de connaître la nature chimique d'un produit par identification de certaines bandes d'absorption présentes sur un spectre. Chaque bande d'absorption correspond à un mode de vibration d'une liaison chimique entre deux atomes. Elle permet d'avoir des informations sur la structure moléculaire d'un composé donné en détectant la présence de groupements fonctionnels dans ce composé. Nous avons obtenu des spectres infrarouges à l'aide d'un spectromètre de type *Perkin Elmer Spectrum 100* (du laboratoire NSQI de l'université de Bristol UK voir figure II.12) avec son propre logiciel d'analyse quantitative. Les échantillons des fibres des bras de grappe ont été mesurés sur cet appareil avec une vitesse de balayage de 32 acquisitions entre 500 et 4000  $\text{cm}^{-1}$  avec une résolution de 2  $\text{cm}^{-1}$ .



**Figure II.12:** Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier de type *Elmer Spectrum 100 Perkin*.

### ***II.5.3 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)***

Les essais de la calorimétrie à balayage différentielle (DSC) ont été réalisés au Laboratoire LGP2 Grenoble-France (Figure II.13). L'analyse par la technique DSC est une

technique qui permet d'étudier le comportement des polymères lorsqu'ils sont chauffés. Il s'agit d'enregistrer les effets exo ou endothermiques provoqués par des modifications physiques ou chimiques des matériaux. Cette technique nous a permis de caractériser les fibres traitées et non traitées afin de voir l'effet du traitement des éprouvettes par le NaOH.

L'analyse calorimétrique est réalisée à l'aide d'un appareil *Mettler TA 3000* en régime dynamique dans la gamme de température entre  $-100^{\circ}\text{C}$  et  $+300^{\circ}\text{C}$ . La mesure est réalisée avec une vitesse de montée en température de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  sous un balayage d'azote. Le flux de chaleur est détecté par une mesure différentielle par rapport à une référence.

La masse des échantillons doit être entre 15 et 50 mg environ et dépend de la taille des capsules DSC utilisées (petite capsule  $10\mu\text{l}$  et grande capsule  $40\mu\text{l}$ ). La température de transition vitreuse  $T_g$  est prise au point "ONSET" (température initiale extrapolée correspondant à l'intersection entre la ligne de base et la tangente au point d'inflexion). La chaleur exothermique ( $\Delta H$ ) de la réaction de polymérisation des fibres de palmier dattier est calculée à partir du pic d'exothermie limité par la ligne de base

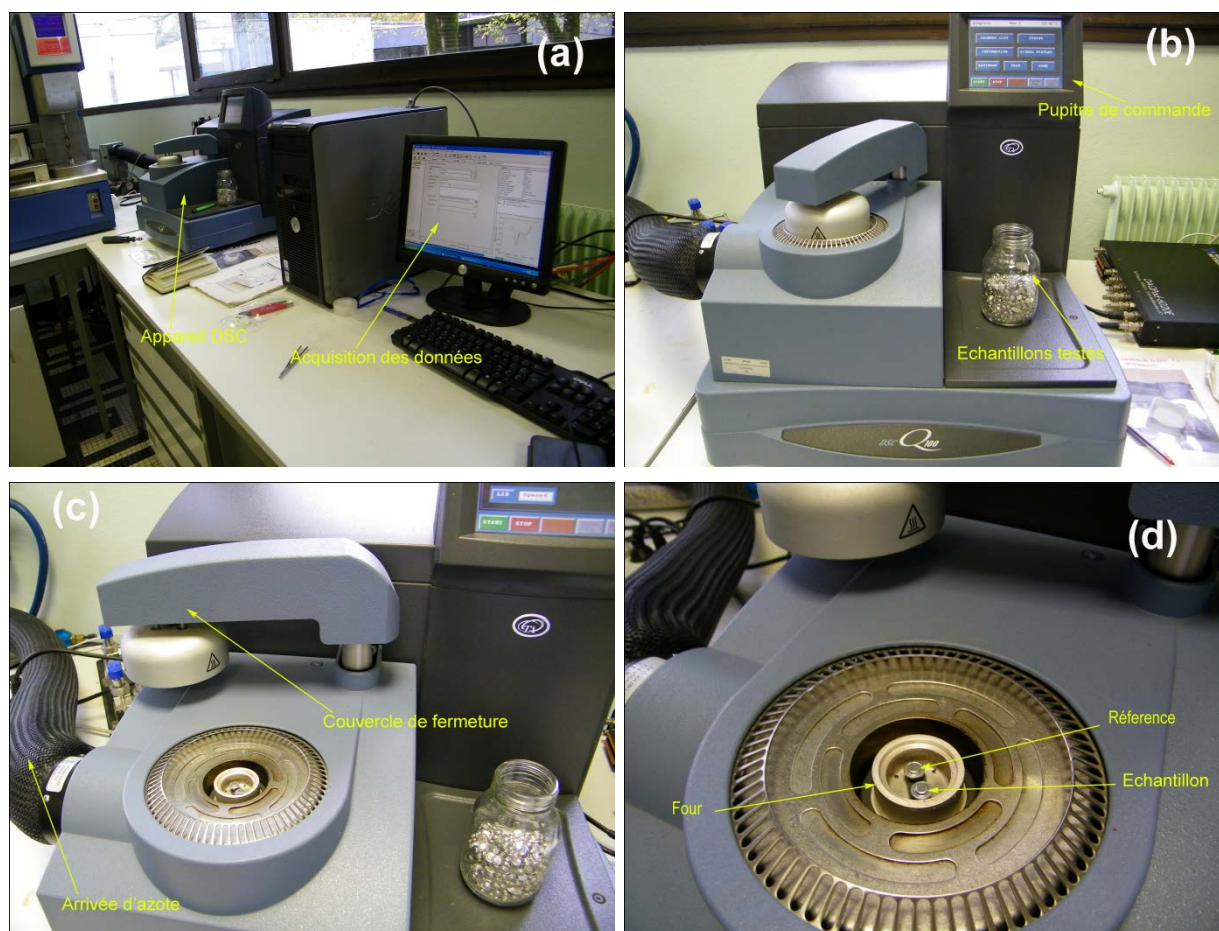
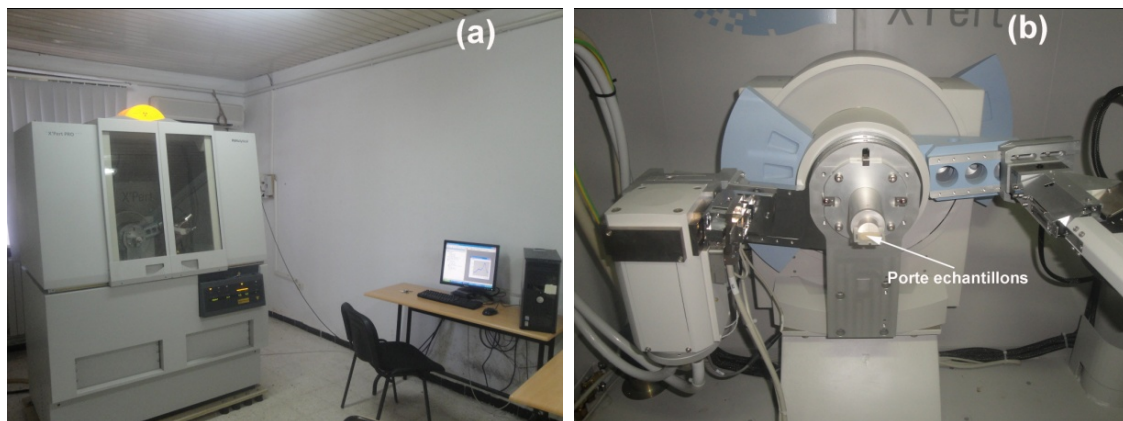


Figure II.13 : équipement utilisé en DSC Q100 (*Mettler TA 3000*).



#### II.5.4 Diffractomètre à RX

Le diffractomètre aux rayons X utilisé est le modèle **PANalytical X'Pert Pro PW3209**, (Université de M'sila- Algerie voir figure II.14). Il est constitué de différents éléments pouvant être classés en trois catégories suivant leur fonction : source, positionnement et acquisition des données. Les expériences ont été réalisées sous vide à l'aide d'un générateur de rayons X **PANalytical X'Pert**, avec une tension 40 kV et une intensité de 40 mA. L'échantillon analysé est mis dans un moule en acier rectangulaire (15 x 10 mm) sous forme de poudre. L'intensité diffractée du rayonnement de  $\text{CuK}\alpha$  (longueur d'onde de 0,1542 nm) a été enregistrée entre  $2\theta = 10^\circ$  et  $40^\circ$ .



**Figure II.14:** (a) Diffractomètre *PANalytical X'Pert*. (b) Porte échantillons.

#### II.5.5 Préparation des échantillons

Les échantillons sont découpés à partir des plaques bio-composites, selon la norme **AFNOR 57-101** (Figure II.15), à l'aide d'une tronçonneuse à disque diamant de diamètre 300 mm, et une vitesse de coupe de 2500 tr/min avec lubrification pour faciliter la découpe. Après la découpe on a obtenu les éprouvettes avec les dimensions suivantes:

Pour les essais en traction :

- ✓ les plaque de quatre plis :  $h = 5$  mm,  $L = 250$  mm,  $l = 25$  mm (Figure II.16).
- ✓ les plaque de deux plis :  $h = 3$  mm,  $L = 250$  mm,  $l = 25$  mm (Figure II.16).

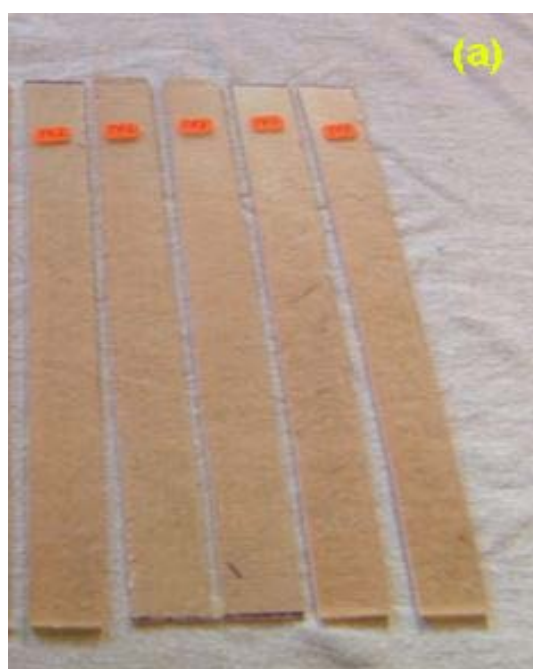
Pour les essais en flexion :

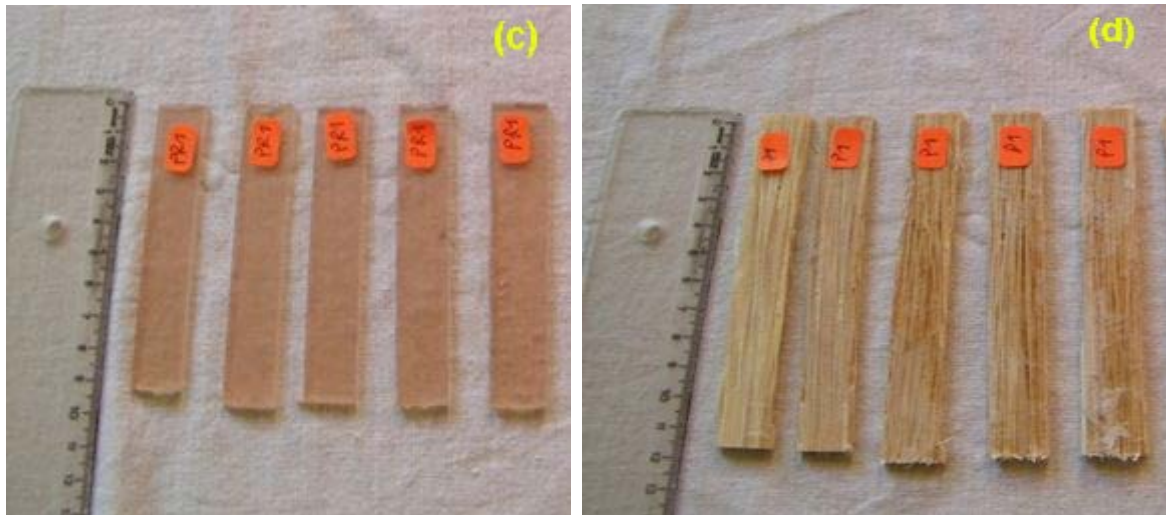
- ✓ Toutes les éprouvettes destinées pour les essais de flexion possèdent quatre plis :

$h = 5 \text{ mm}$ ;  $L = 130 \text{ mm}$ ,  $l = 13 \text{ mm}$  (Figure II.16).



Figure II.15 : Tronçonneuse à disque en diamant utilisée pour la découpe des plaques stratifiées.





**Figure II.16** : Types des éprouvettes obtenus: (a) Traction résine polyester, (b) Traction composite stratifié FPD, (c) Flexion 3-points résine polyester et (d) Flexion 3-points composite stratifié FPD

Avant de passer aux essais mécaniques (traction et flexion 3-points), les éprouvettes élaborées ont été mis dans une étuve à une température de 60° pendant 5 heures pour assurer une polymérisation complète des échantillons. (Figure II.17)



**Figure II.17** : Etuve à commande digitale d'un modèle *memmert*

### ***II.5.6 Machine d'essai mécanique***

Les essais mécaniques de traction statique et de fatigue cyclique des fibres des bras de grappe de palmier dattier sont réalisés sur une machine d'essai universel de type **ZWICK ROELLE Z005** (figure II.18). Des essais mécaniques de traction et de flexion 3-points statique des échantillons en bio composites ont été également réalisés sur cette même machine.

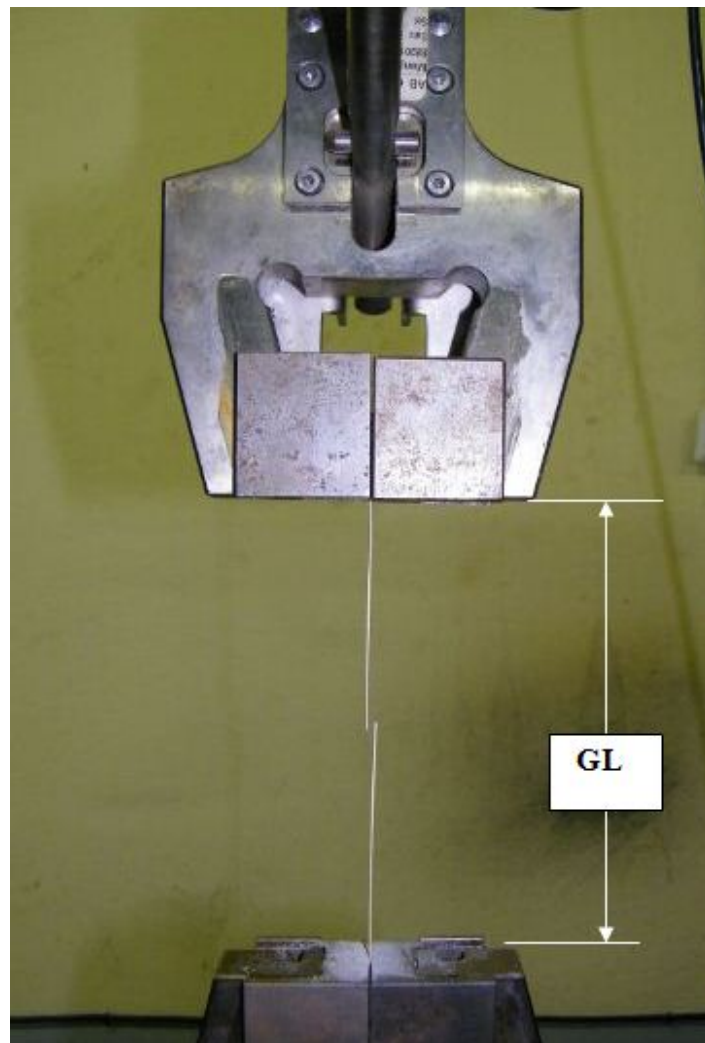
Ce type de machine est équipé d'une cellule de charge de 5 kN et d'un système d'entraînement de la traverse à l'aide d'un moteur électrique. La machine est pilotée par un logiciel *Testexpert V10.11* qui permet d'enregistrer les résultats sur un fichier texte sous forme d'un procès-verbal d'essais qu'on pourra exploiter par la suite sur un ordinateur personnel ou portable en utilisant un utilitaire (Microsoft Excel, Origine, Matlab, ...) qui permet de lire le fichier récupéré.



**Figure II.18** : Machine universelle de type **ZWICK ROELLE Z005**

### II.5.6.1 Essai de traction sur une fibre

Les propriétés mécaniques (contrainte et déformation à la rupture et module de Young) des fibres des bras de grappe des palmiers dattiers sont déterminées selon la norme ASTM D 3822-01 utilisant une longueur de mesure (GL) de 50 mm (Figure II.19). En raison de la variabilité des fibres naturelles, ces dernières sont organisées en 21 séries de 30 échantillons chacune donc au total 630 échantillons au moins sont testés. Les tests ont été conduits sur une machine de traction universelle de type ZWICK Z005 équipé d'une cellule de charge d'une capacité de 5 kN. Les essais de traction ont été effectués avec une vitesse de 1 mm/min. Les tests ont été effectués à température ambiante (environ 24 °C) et un taux d'humidité de l'ordre de 60 %.



**Figure II.19** : Essai de traction sur une fibre de bras de grappe de palmier dattier (FBGPD).

Les valeurs de la force et du déplacement de la traverse mobile sont enregistrées simultanément. Les contraintes à la rupture, les déformations et le module de Young, peuvent être estimées grâce aux relations de la RDM (équations II.1, II.2 et II.3) et selon la norme ASTM comme suit :

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{\pi r^2} \quad (\text{II.1})$$

$$\varepsilon = \frac{\delta l}{l_0} \quad (\text{II.2})$$

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (\text{II.3})$$

Où :

F: la force en (N) ;

S: la section de la fibre en (mm<sup>2</sup>) ;

$\delta l$ : la valeur obtenue par la machine en (mm) ;

$l_0$ : la longueur initiale (mm) ;

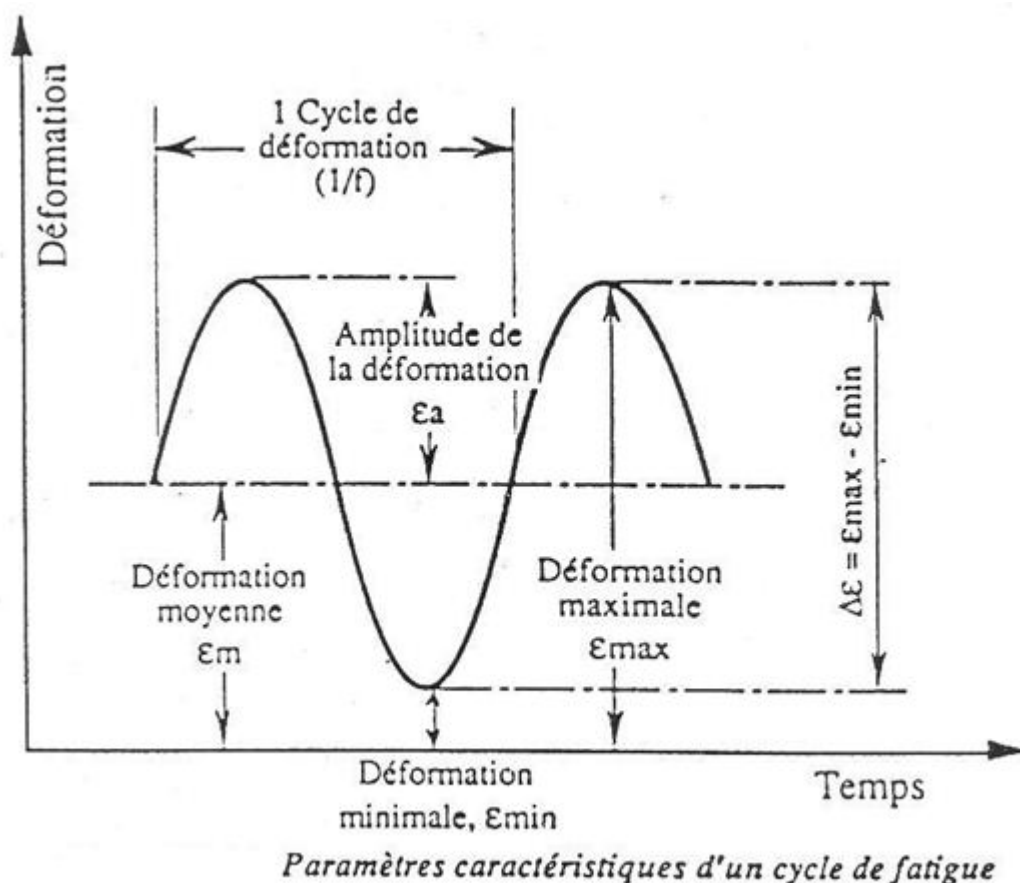
$\sigma$ : la contrainte à la rupture en (MPa) ;

$\varepsilon$  : la déformation en (%) ;

E: le module de Young en (GPa).

#### II.5.6.2 Essai de fatigue sur une fibre

Les essais de fatigue cyclique (figure II.20) sur les fibres de bras de grappe de palmier dattier sont menés en contrôle déplacement avec une forme d'onde sinusoïdale d'une fréquence de 2 Hz. Au cours de ces essais, le déplacement moyen ( $d_{moy}$ ) est maintenu constant est égal à 50% du déplacement à la rupture en statique ( $d_{rup}$ ).



**Figure II.20** : Différents paramètres pour l'étude en fatigue cyclique des fibres des bras de grappes des palmiers dattiers [BEZ-03].

Plusieurs niveaux de chargement  $r_d$  ( $r_d = d_{\max}/d_{\text{rup}}$ ) représentant le rapport du déplacement maximum au déplacement à la rupture statique sont considérés, variant de 0,95 à 0,60. Les paramètres d'essai sont calculés d'après les formules suivantes [BEZ-03a] [BEZ-03b] [BEZ-03c] :

$$d_{\max} = r_d \times d_{\text{rup}} \quad (\text{II.1})$$

$$d_{\text{moy}} = 50\% \times d_{\text{rup}} \quad (\text{II.2})$$

$$A = d_{\max} - d_{\text{moy}} \quad (\text{II.3})$$

$$d_{\min} = d_{\max} - A \quad (\text{II.4})$$

Où :

$r_d$ ,  $d_{rup}$ ,  $d_{max}$ ,  $d_{moy}$ ,  $A$ , et  $d_{min}$  sont respectivement le niveau de chargement, le déplacement à la rupture, le déplacement maximal, le déplacement moyen, l'amplitude et le déplacement minimal.

### II.5.6.3 Essai de traction statique sur les bio composites

L'essai de traction détermine l'aptitude d'un matériau à se déformer, soumis à un effort variable. Ce type d'essai est nécessaire pour prévoir le comportement du matériau dans des conditions réelles d'utilisation. L'essai de traction consiste à appliquer sur une éprouvette normalisée du matériau d'étude (Fig. II.21) un effort  $F$  et à mesurer l'allongement correspondant  $\delta l$ , ou inversement d'imposer l'allongement  $\delta l$  et à mesurer l'effort  $F$ . La distance entre les mâchoires est de l'ordre de 150 mm (selon la norme ASTM D638), la température de la salle d'essai est fixée à 22°C. Afin de caractériser le matériau, on introduit des variables relatives au matériau : la contrainte et la déformation.

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{a \times b} \quad (\text{II.5})$$

$$\varepsilon = \frac{l-l_0}{l_0} \quad (\text{II.6})$$

Où :

$F$ : la force (N) ;

$S$ : la section de l'éprouvette (mm<sup>2</sup>),

$a$  et  $b$  : l'épaisseur et la largeur de l'éprouvette (mm),

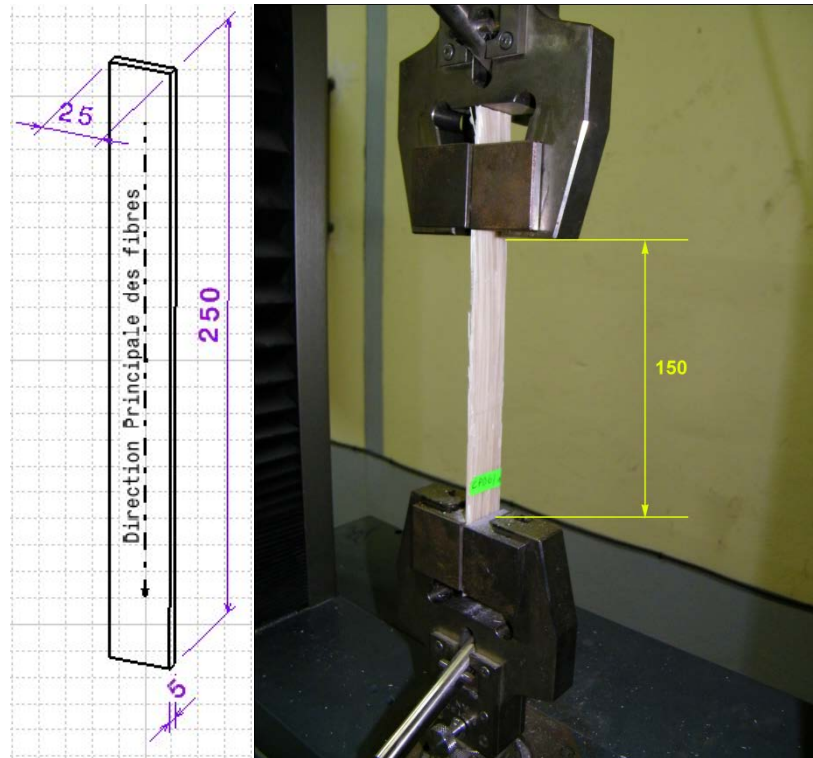
$l$ : la valeur obtenue par la machine (mm),

$l_0$ : la longueur initiale (mm),

$\sigma$  : la contrainte à la rupture (MPa),

$\varepsilon$  : la déformation (%).

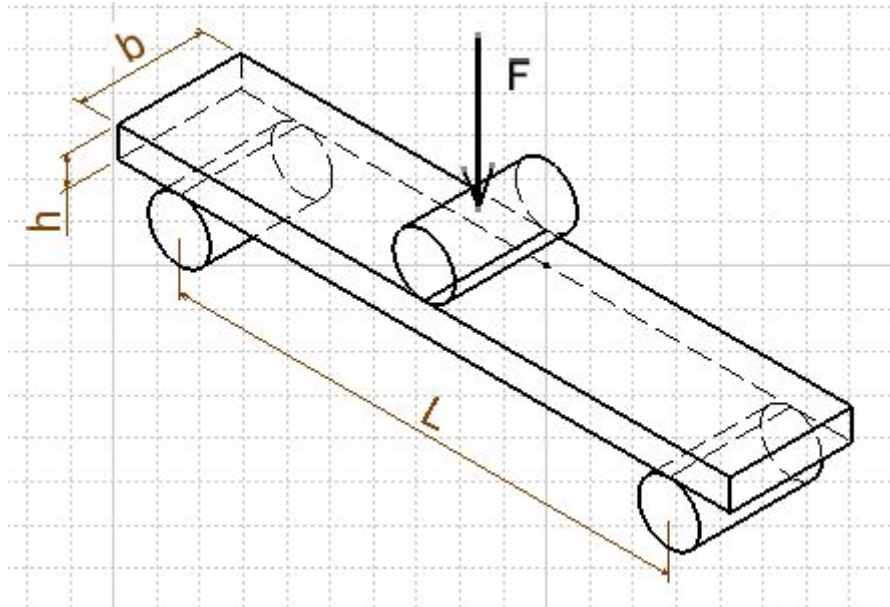




**Figure II.21** : Essai de traction sur les bio composites.

#### *II.5.6.4 Essai de flexion trois points sur les bio composites*

Le principe de la flexion 3-points consiste à poser l'éprouvette sur deux appuis et lui appliquer une force à vitesse constante perpendiculairement à sa surface (Fig. II.22). La distance entre appuis est de l'ordre de 70 mm (au moins  $16h$  pour avoir la flexion pure la norme ASTM D790), la température de la salle d'essai est environ à 22°C.



**Figure II.22** : Principe de l'essai de flexion 3-points.

L'étude se fait suivant la norme ASTM D790. Les propriétés mécaniques (la contrainte à la rupture et le module de Young en flexion) sont déterminées par les formules suivantes :

$$\sigma_f = \frac{3 F L}{2 b h^2} \quad (\text{II.7})$$

$$E_f = \frac{L^3 F}{4 w b h^3} \quad (\text{II.8})$$

$$\varepsilon_f = \frac{6 w F}{h^2} \quad (\text{II.9})$$

Où :

F: la force (N),

L: la longueur entre appuis (mm),

b et h sont respectivement la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette (mm),

$\sigma_f$ : la contrainte à la rupture (MPa),

$\varepsilon_f$  : la déformation (%),

$E_f$ : le module de Young (GPa).

## II.6 Conclusion

Ce chapitre est consacré à l'extraction des bras de grappe des palmiers dattiers et l'élaboration des stratifiés en bio composite ainsi que la description des différents appareillages et machines utilisées. Les principales conclusions de ce chapitre sont les suivantes :

- ✓ L'extraction des fibres des bras de grappe des palmiers dattiers est très difficile. La technique adoptée est présentée en détail, permet d'obtenir des fibres de longueur allant jusqu'à 1 m avec un diamètre qui varie entre 0,3 à 0,5  $\mu\text{m}$ .
- ✓ La préparation des stratifiés nécessite tout d'abord la fabrication des plis de renfort en fibres. La procédure de préparation des plis nécessite un soin particulier afin d'avoir des plis plus ou moins uniformes. L'opération consiste à un triage des fibres qui seront ensuite pesées par une balance d'une précision de 0,01 g, après quoi ces fibres seront étalées sous forme de plis avant d'être cousues par une machine à coudre. La procédure artisanale adoptée pour l'obtention des plis est une opération fastidieuse, délicate et nécessite beaucoup de temps.
- ✓ Les différentes plaques stratifiées (fibres FPD/polyester) sont élaborées par la technique sous vide pour la première fois au niveau du laboratoire (LMANM) de Guelma.
- ✓ Enfin, une description de la technique expérimentale et des normes utilisées pour les essais statiques et de fatigue cyclique ont été aussi décrites dans ce chapitre.



## **CHAPITRE III : Résultats et discussion des essais statiques**

# **CHAPITRE III**

## **Résultats et discussion**

### **des essais statiques**

#### **III.1 Introduction**

Les résultats obtenus des différents tests, physico chimique et caractérisation mécanique, effectués sont présentés et discutés dans ce chapitre. Les fibres des bras de grappe de palmier dattier ont été analysées par différentes techniques à savoir : spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), calorimétrie à balayage différentiel (DSC) et diffractomètre à rayons X (DRX). De plus, plusieurs images ont été prises, sur les différentes fibres, par des microscopes optiques et à balayage électronique (MEB). Les propriétés mécaniques (contraintes et déformations à la rupture et module de Young), des fibres non traitées et traitées par une solution de NaOH sont déterminées en traction statique. Les différents composites élaborés ont été également caractérisés en traction et en flexion suivant les normes ASTM et les résultats obtenus sont discutés afin de bien comprendre leur comportement mécanique.

## III.2 Caractérisation thermochimique

### III.2.1 Spectrométrie Infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La structure des fibres des bras de grappe de palmier dattier non traitées et traitées sont analysées en transmittance à l'université de Bristol UK. Les spectres Infrarouges à Transformée de Fourier (FTIR) des fibres non traitées et traitées par le NaOH à (0,5, 1, 2, 3%) pour une durée de 12h et à 0,5% de concentration pendant (12, 24, 48, 72 et 96h) sont montrés dans les figure III.1 et figure III.2. Les principales bandes IR correspondant aux vibrations des différents groupements sont reportées dans le tableau III.1.

La figure III.1 montre une large bande à  $3340\text{ cm}^{-1}$  qui est due principalement aux groupements OH existants dans la structure des fibres. On remarque que l'intensité en % dépend de la concentration du traitement chimique et l'analyse des résultats obtenus montre que le pic des fibres non traitées est le plus grand et celui de 3% de NaOH est le plus faible. Ceci confirme que le traitement chimique réduit les liaisons OH.

Le pic vers  $2920\text{ cm}^{-1}$  correspond aux vibrations des chaînes aliphatiques C-H. On note également la présence des pics à  $1590\text{ cm}^{-1}$  et à  $1030\text{ cm}^{-1}$ , ce qui traduit l'existence des liaisons double C=O et simple C—O respectivement.

La concentration du NaOH n'a pratiquement aucun effet sur la position des pics avec une très faible variation dans les intensités (Fig. III.2). En effet, il a été démontré par Taha *et al.* [TAH-07] que des fibres qui sont extraites de la tige spadice de palmier dattier (DPSS) traitées par une solution de soude (5% pendant 24h à  $23^{\circ}\text{C}$ ) présentent des spectres similaires à ceux trouvés dans ce travail. De même l'étude menée par Alawar *et al.* [ALA-09] sur des tissus en fibre naturelles des palmiers dattiers (ces fibres entourent les feuilles des palmiers dattiers) montre que le traitement des fibres par une solution de soude avec une concentration de 5%, 2,5 %, 1,5 %, 1% et 0,5 % à une température de  $100^{\circ}\text{C}$  pendant une 1h, n'a pas d'influence significative sur les bandes enregistrées en FTIR des fibres traitées par rapport à celles non traitées.

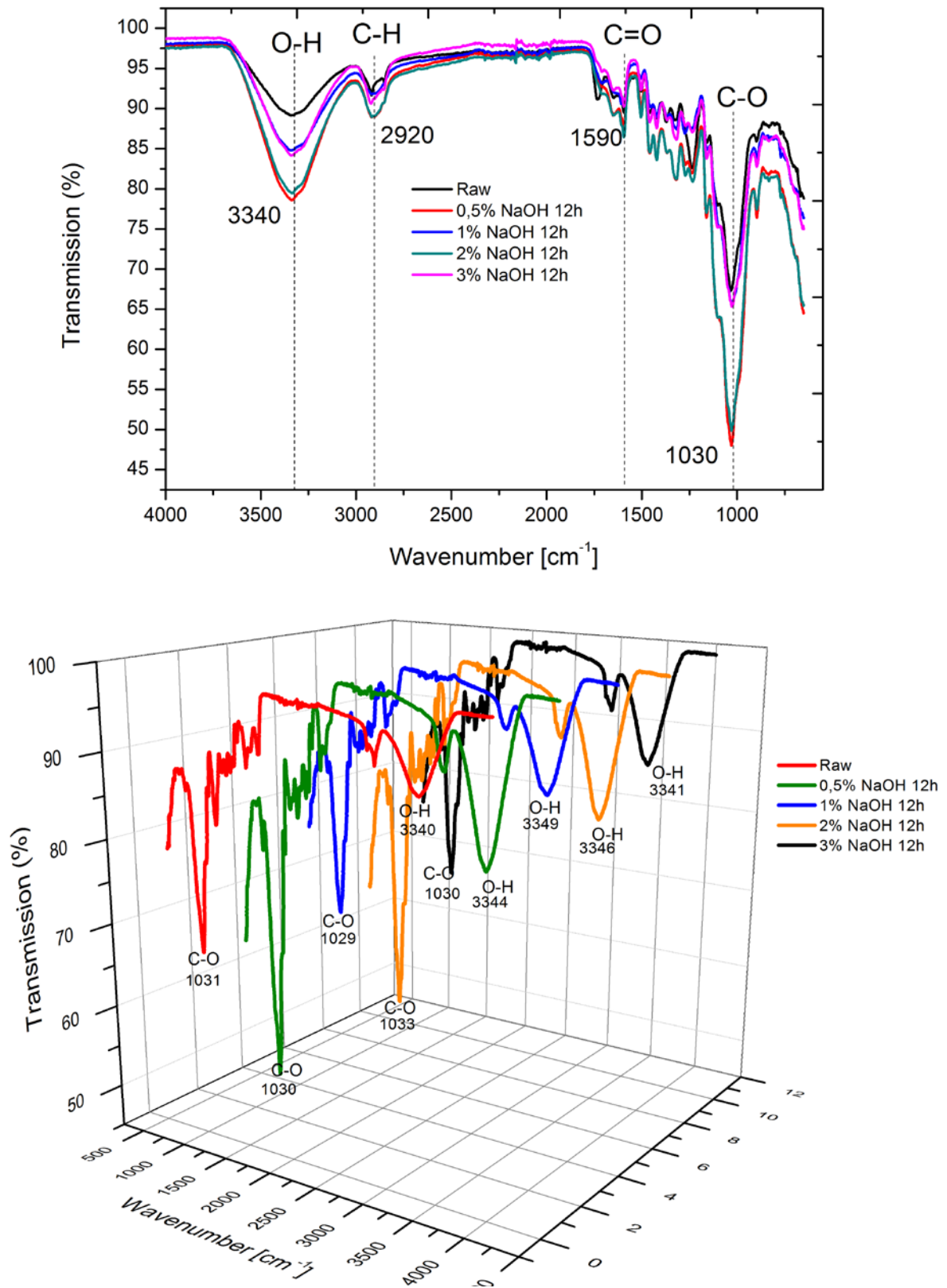


Figure III.1: Spectres FTIR des fibres non traitées et traitées par NaOH pendant 12h.

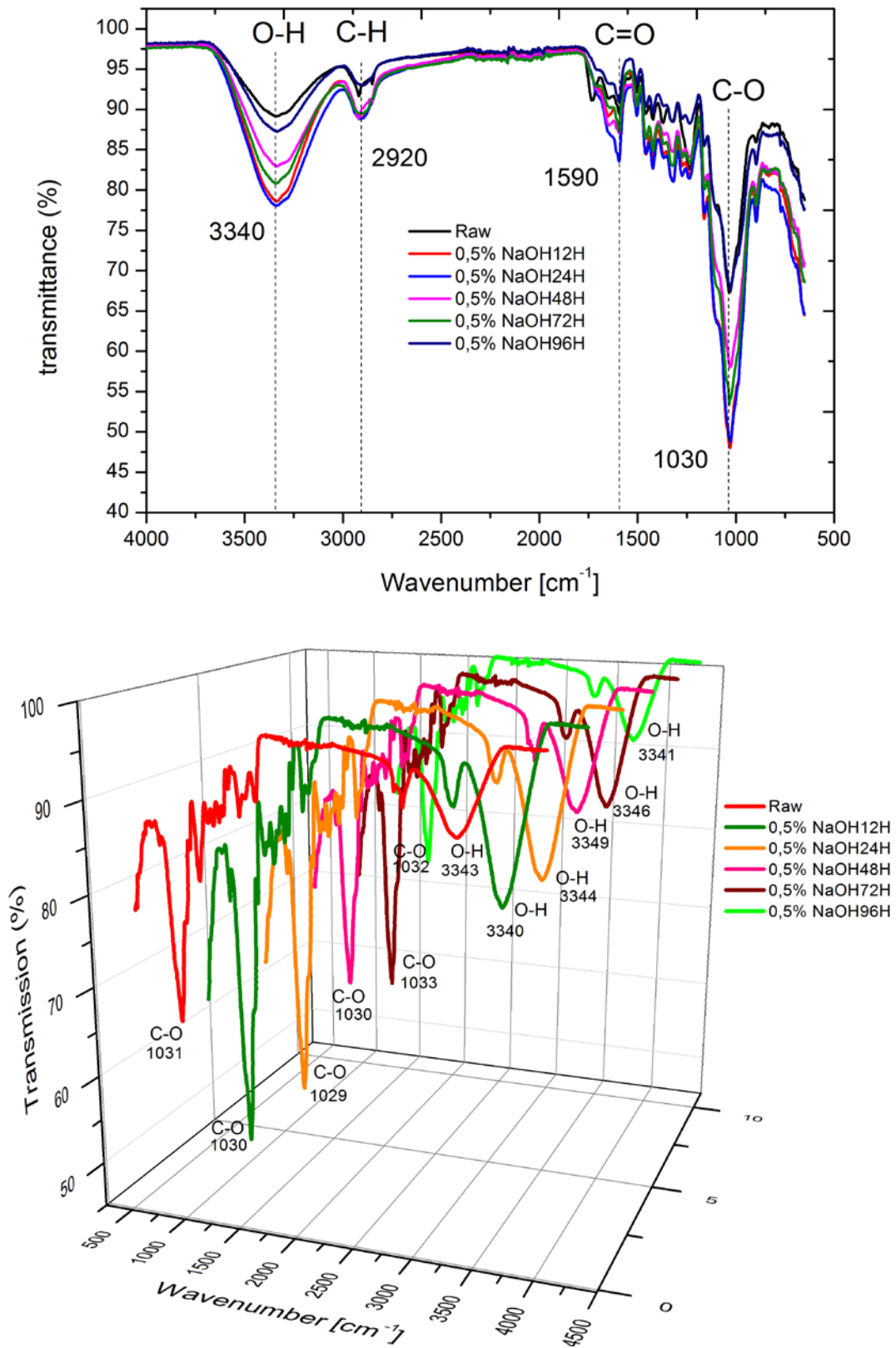


Figure III.2: Spectres FTIR des fibres non traitées et traitées par 0,5% NaOH pendant (12, 24, 48, 72 et 96h).



**Tableau III.1** Attributions des principales bandes observées sur le spectre FTIR des fibres traitées pendant (24, 48, 72 and 96h) et des fibres non traitées.

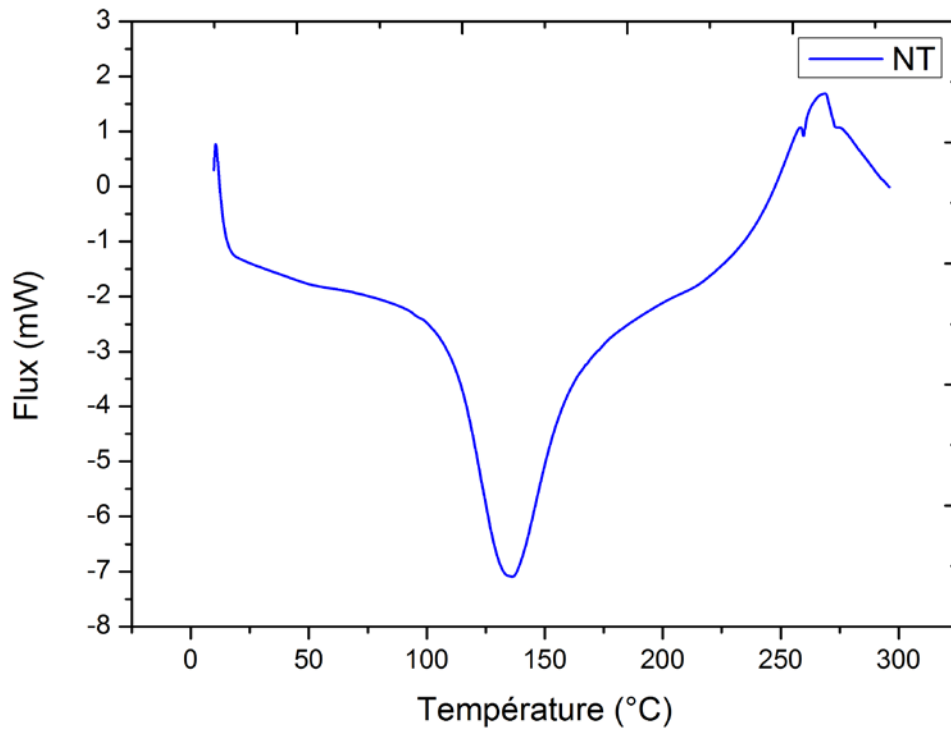
Non traitée	Transmittance [cm <sup>-1</sup> ]																		Affectations possibles
	24h				48h				72h				96h				Réf [14]	Réf [2]	
	0,5%	1%	2%	3%	0,5%	1%	2%	3%	0,5%	1%	2%	3%	0,5%	1%	2%	3%			
	NaOH				NaOH				NaOH				NaOH						
3343	3344	3349	3328	3338	3344	3344	3338	3347	3344	3344	3338	3347	3344	3344	3338	3347	3360	3500	Bande d'hydrogène O-H
2918	2904	2899	2910	2920	2915	2908	2915	2892	2915	2904	2915	2892	2915	2904	2915	2892	2920	2900	Extension des vibrations des groupes C-H
1536	1586	1594	1592	1592	1598	1586	1586	1594	1592	1586	1586	1594	1592	1586	1586	1594	1605	1740	Groupements carbonyles C=O
1031	1029	1030	1025	1027	1030	1029	1029	1027	1030	1029	1029	1027	1030	1029	1029	1027	1045	-	Groupes C-O aromatique dans les polysaccharides

### ***III.2.2 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)***

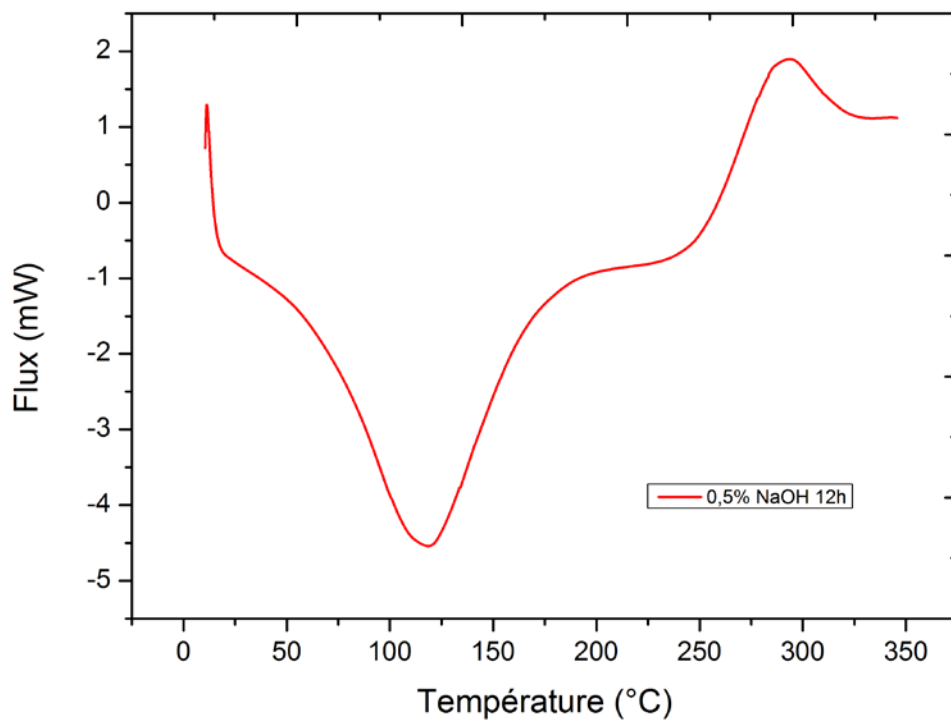
L'analyse des fibres des bras de grappe des palmiers dattiers est effectuée sur un appareil de type *DSC Q100*. Les essais ont été réalisés au Laboratoire de Génie des Procédés Papetiers (LGP2) à l'université de Grenoble (France). Une quantité de fibres (environ 6,5 mg) a été pesée, puis placée dans un creuset en aluminium que l'on a introduit dans le four de la DSC. Le cycle d'analyse complet comporte une première montée en température ambiante (environ 20 °C) jusqu'à 350 °C, avec un taux de chauffage de 10 °C/min, suivie d'un refroidissement, sous un débit d'azote de 35 ml/min, de 350 °C à la température ambiante avec un taux de 30 °C/min.

Les figures III.3 et III.4 présentent les thermo-grammes endothermiques et exothermiques des fibres étudiées. Pour mieux comparer les deux types de fibres, une courbe DSC comparative a été tracée et présentée dans la figure III.5. Les principaux pics sont analysés et regroupés dans le Tableau III.2.

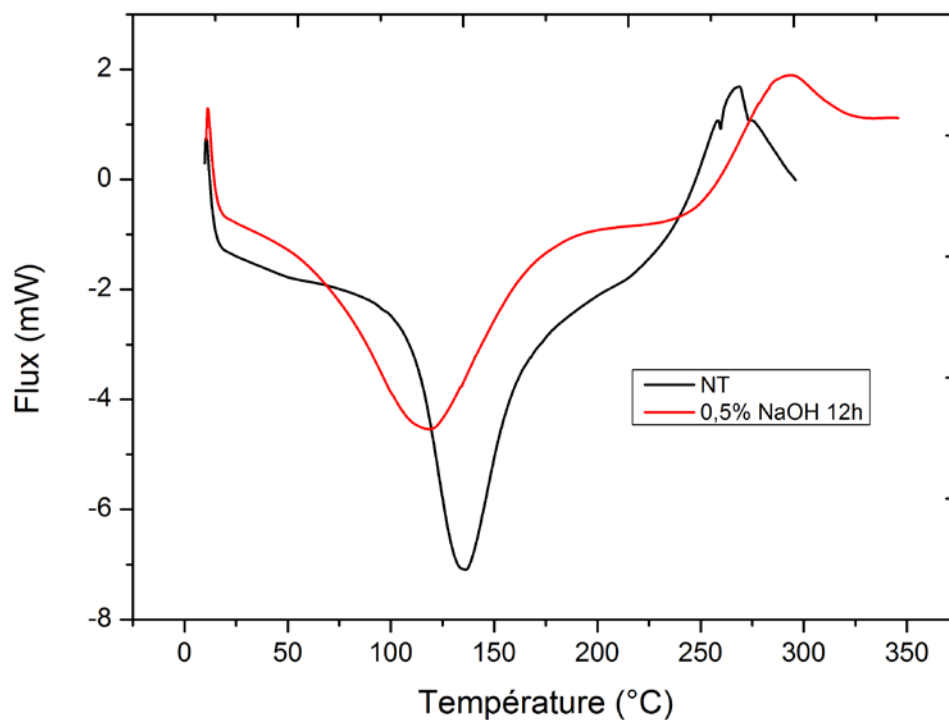
Les thermo-grammes endothermiques et exothermiques des deux fibres étudiées possèdent la même allure. Un grand pic est observé dans les courbes aux alentours de 114 à 160 °C qui correspond à l'évaporation de l'eau, l'énergie produite par cette évaporation est l'enthalpie qui varie d'une fibre à l'autre ; par exemple la fibre non traitée (NT) comporte une grande enthalpie qui est  $\Delta H_{NT} = 66,87 \text{ J/g}$  par rapport aux fibres de palmier dattier traitées à 0,5% de NaOH pendant 12h respectivement  $\Delta H_{0,5\% \text{ NaOH-12h}} = 57,98 \text{ J/g}$



**Figure III.3:** Analyse DSC de la fibre des bras de grappe de palmier dattier non traitée.



**Figure III.4 :** Analyse DSC des fibres des bras de grappe de palmier dattier traitée 0,5% NaOH 12h.



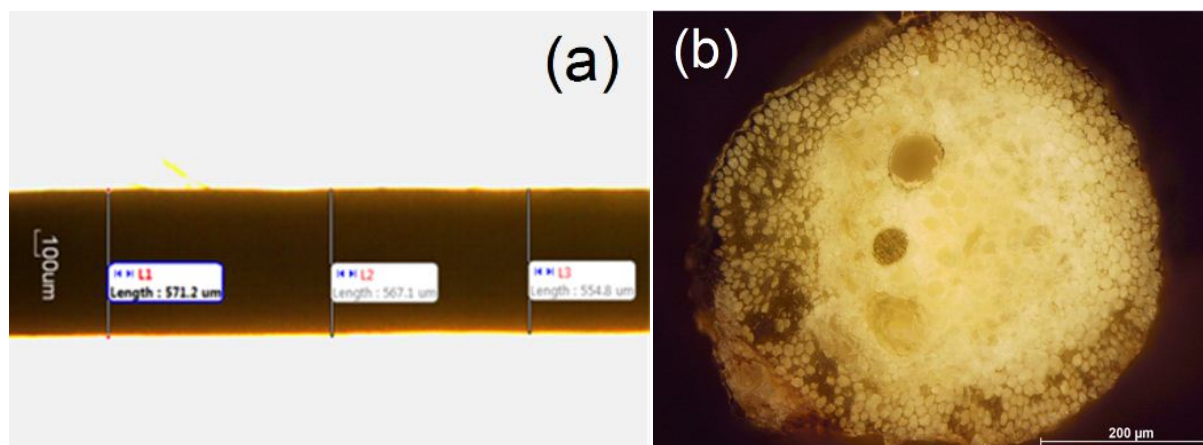
**Figure III.5** : Analyse DSC des fibres des bras de grappe de palmier dattier traitée 0,5% NaOH 12h et non traitée.

**Tableau III.2** Principaux pics obtenus par l'analyse DSC des fibres végétales étudiées.

Fibre	Pique	Pique de température (°C)	Correspond à :
Non traitée	1 <sup>er</sup>	94	évaporation d'eau absorbée par la fibre
	2 <sup>eme</sup>	184	décomposition des polysaccharides (lignine)
	3 <sup>eme</sup>	316	décomposition $\alpha$ -cellulose
	4 <sup>eme</sup>	350	oxydation et dégradation des résidus
0,5 % NaOH	1 <sup>er</sup>	94	évaporation de l'eau absorbée par la fibre
	2 <sup>eme</sup>	184	décomposition des polysaccharides (lignine)
	3 <sup>eme</sup>	316	décomposition $\alpha$ -cellulose
	4 <sup>eme</sup>	350	oxydation et dégradation des résidus

### III.3 Analyse par microscopie optique et à balayage électronique (MEB)

Les fibres du palmier dattier ont un diamètre approximatif de  $550\ \mu\text{m}$  et une longueur de 0,8 à 1,2 m. Les diamètres des fibres sont mesurés en utilisant un microscope optique ZEISS équipé d'un appareil photo Moticam 2500 à commande numérique piloté par un logiciel de traitement d'images MoticImages Plus V2.0 (Fig. III.6.a). Neuf mesures sont prises tout au long de l'éprouvette (fibre de longueur 120 mm) aux différents endroits et une valeur moyenne est calculée. La figure III.6.b montre bien que la section de la fibre est circulaire, ce qui permet de faire les calculs de la section pour obtenir les propriétés mécaniques (contrainte et module de Young).

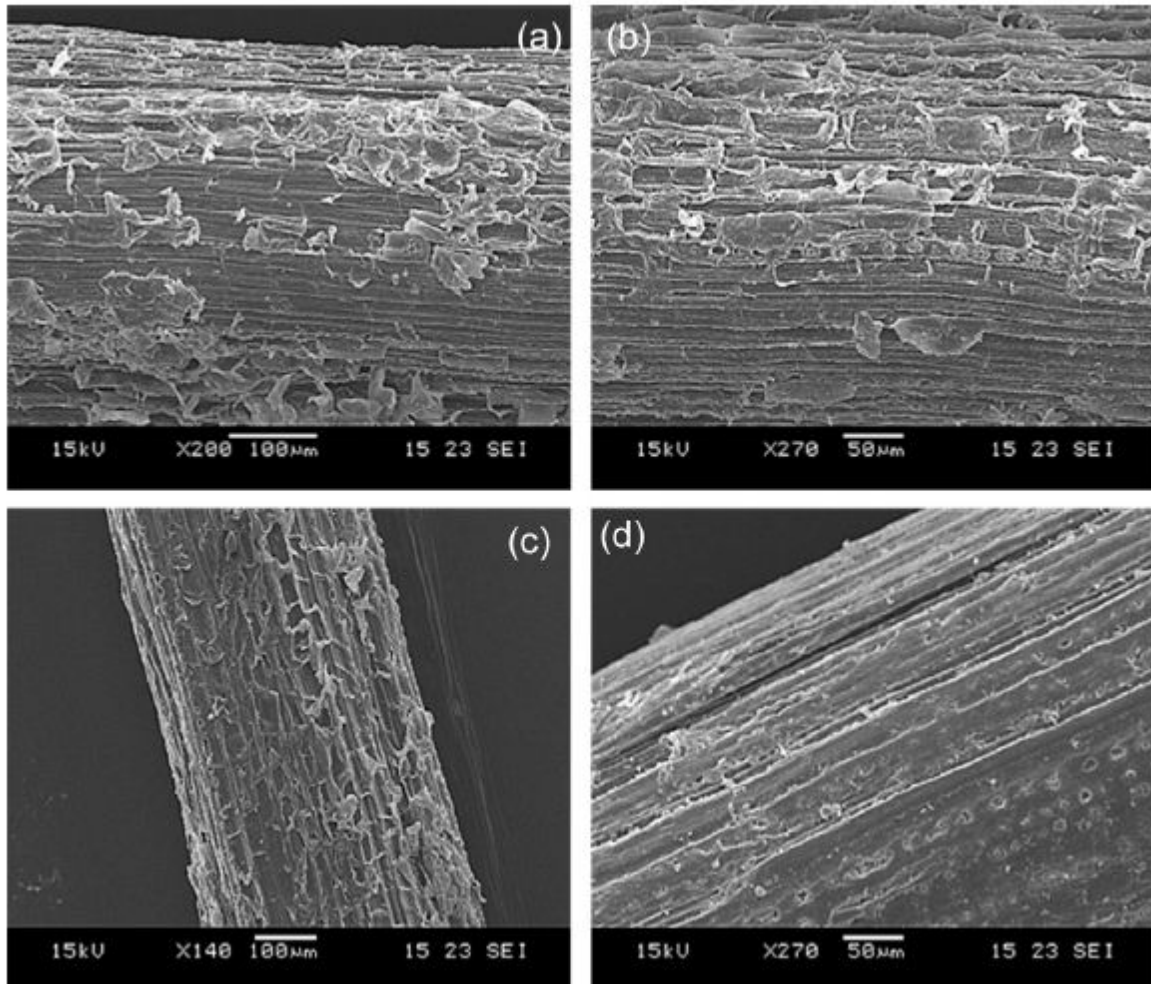


**Figure III.6 :** Microscopie optique (a) vue longitudinale (b) section de la FPD

Les images obtenues par microscope à balayage électronique (MEB) de la surface topographique longitudinale des fibres de palmier dattier avant et après le traitement alcalin sont représentées dans la figure III.7, où on remarque que la morphologie de la surface de la fibre n'est pas identique avant et après le traitement. La figure III.7a montre que la surface de la fibre non traitée est pratiquement recouverte d'une matière organique blanche (la lignine), ceci est dû principalement au procédé d'extraction.

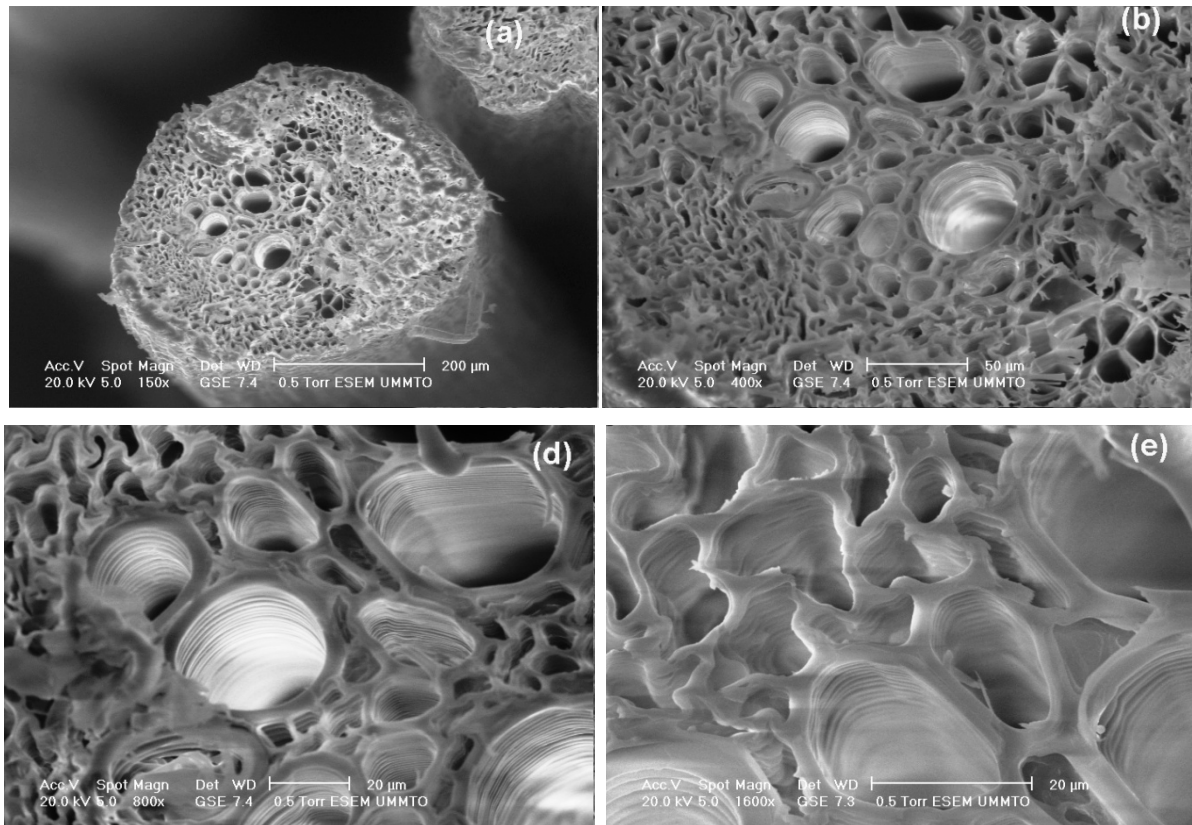
Les figures III.7b et III.7c présentent les fibres traitées à 0,5 % et 1 % de NaOH pendant 12h ou les surfaces moins rugueuses sont comparées à celles non traitées. Par contre, la figure III.7d présente la fibre traitée à 3% de NaOH pendant 12h, cette dernière montre bien

un excellent état de surface, ceci est en bonne concordance avec les observations données par Alawar *et al* [ALA-09] dans le cas des fibres de palmier dattier FPD traitées à 2,5% NaOH.



**Figure III.7** : Images MEB (a, b) fibres traitées à 0,5% NaOH-12h et non traitée (c, d) fibres traitées à 1% et 3% NaOH-12h.

La figure III.8 montre la section de la fibre, elle est circulaire, ce qui permet de faciliter le calcul des propriétés mécaniques. On remarque aussi que les fibres des bras de grappe contiennent des cellules vides et ondulées, cette structure est observée par Bendahou *et al*. [BEN-09] qui ont travaillé sur les fibres de feuilles et de rachis des palmiers dattiers.



**Figure III.8** : Images MEB (a) section de la FPD, (b), (c) et (d) zoom de la section.

### III.4 Caractérisation physico-mécanique

#### III.4.1 Diffractomètre RX

La diffraction par rayon X a été utilisée pour étudier les changements des structures physiques des fibres en fonction de l'indice de cristallinité (CrI). Segal *et al.* [SEG-57] ont développé une méthode empirique pour estimer le degré de cristallinité :

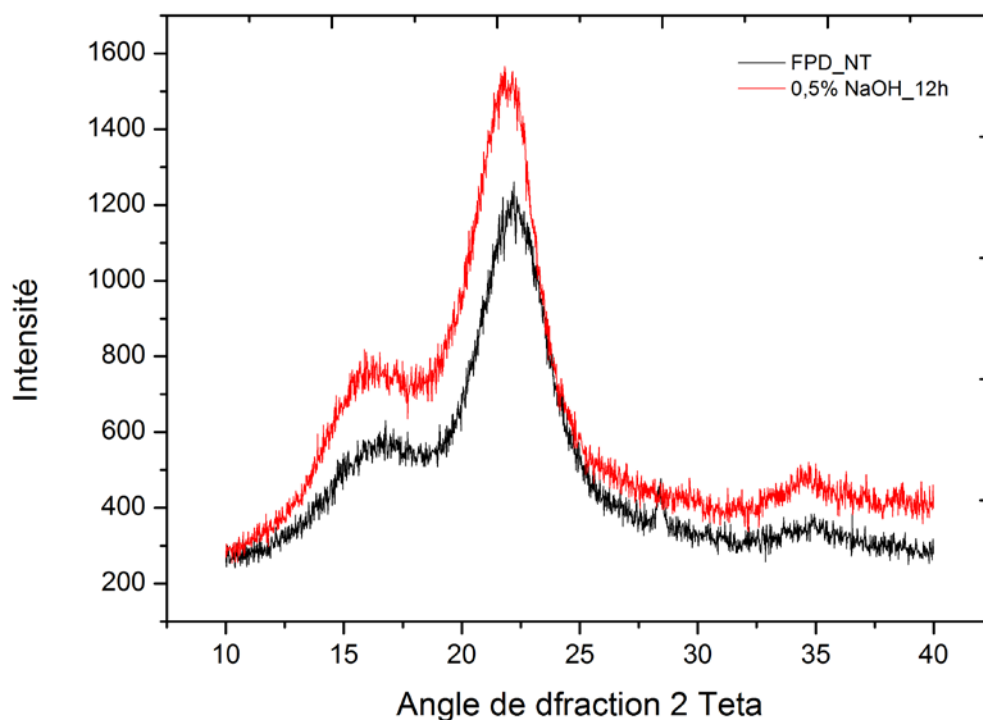
$$CrI\% = \frac{I_{002} - I_m}{I_{002}} \quad (III.1)$$

Où:  $I_{002}$  est l'intensité du capital de la cellulose du pic aux alentours de  $2\theta = 22,7^\circ$ ;

$I_m$  est l'intensité attribuée à la cellulose amorphe donnée aux environs de  $2\theta = 18,9^\circ$ .

Les courbes de diffraction des rayons X des fibres non traitées et traitées à 0,5% de concentration de NaOH pendant 12h sont représentées sur la figure III.9. L'indice de

crystallinité ( $C_H$ ) est déterminé en utilisant l'équation (III.1) donnée ci-dessus. La courbe de diffraction des rayons X montre que l'intensité des pics correspondant au cristallographique a augmenté de façon significative après un traitement alcalin des fibres.



**Figure III.9** : Courbes de diffraction des rayons X des fibres de Palmier Dattier non traitées et traitées à 0,5% de NaOH pendant 12h.

Les indices de cristallinité de la fibre non traitée et de la fibre traitée à 0,5% NaOH pendant 12 heures ont été calculés. Les valeurs trouvées sont respectivement égales à 42,76 et 51,28%, ce qui correspond à une augmentation du ( $C_H$ ) de 19,92%. L'augmentation de la cristallinité obtenue par le traitement alcalin des fibres est le principal facteur qui contribue à l'augmentation de la résistance de la fibre renforcée dans des matériaux composites.

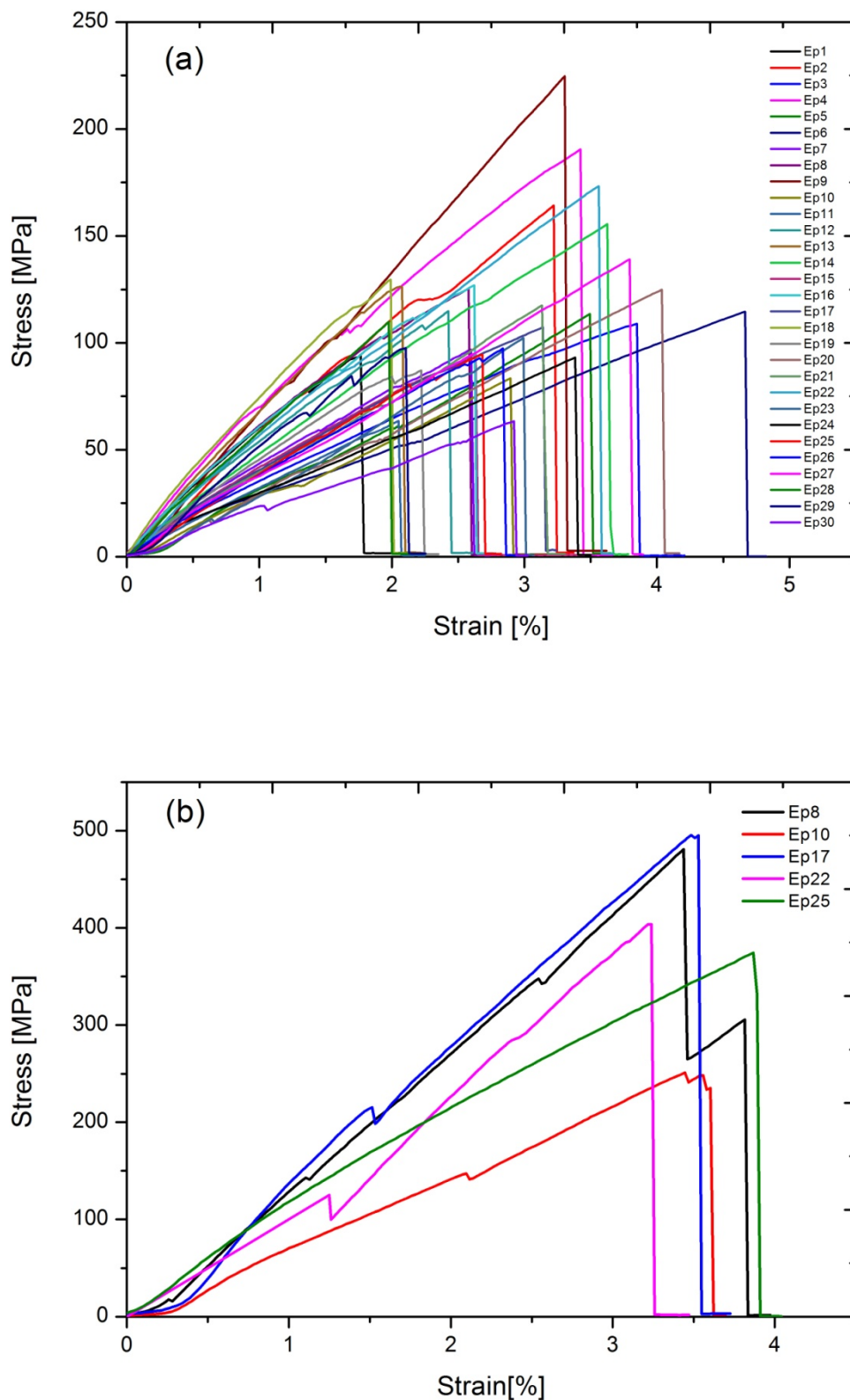
En effet, il a été démontré par Bendahou et *al.* [BEN-09] que des fibres de palmier dattier extraites de (rachis et leafs) présentent des spectres similaires à ceux trouvés dans ce travail avec un taux de cristallinité égal respectivement 50 et 55%.



### ***III.4.2 Essai de traction sur une fibre unitaire***

Les fibres de palmier testées en traction statique dans les mêmes conditions sont regroupées en 21 séries de trente spécimens chacune, donc un total de six cent trente (630) fibres ont été utilisées dans ce travail. La figure III.10a représente les courbes contrainte/déformation des trente tests effectués en traction statique sur une seule fibre (FBBDP) sans traitement chimique ; ces courbes se caractérisent par une grande dispersion dans les résultats. L'allure des courbes permet comme même d'enregistrer que la contrainte varie quasi-linéairement avec la déformation jusqu'à ce qu'elle atteigne sa valeur maximale ou une rupture brutale est obtenue.

Il est important aussi de noter que pour certaines fibres le comportement contrainte-déformation est sous forme d'escalier (Fig. III.10b). Ce phénomène est caractérisé par une brusque chute de la contrainte sans pour autant avoir une rupture totale de l'échantillon. De plus, ce phénomène peut se produire une ou plusieurs fois, pour un même échantillon, soit au début, au milieu ou encore à la fin juste avant la rupture totale. Silva *et al.* [28] ont expliqué ce comportement par un effondrement des murs faibles des cellules primaires et au délaminage entre les cellules de la fibre.



**Figure III.10 :** (a) Contrainte/déformation des trente essais effectués sur des fibres non traitées  
 (b) Comportement contrainte-déformation en escalier remarqué sur des fibres non traitées.

Les courbes types contrainte-déformation des fibres de palmier dattier non traitées et traitées avec une concentration de 0,5% de NaOH pendant 12h sont représentées dans la figure III.11. On constate que les fibres traitées possèdent des propriétés plus élevées (contrainte à la rupture et module de Young) par rapport à celles non traitées, alors que les déformations à la rupture sont pratiquement équivalentes.

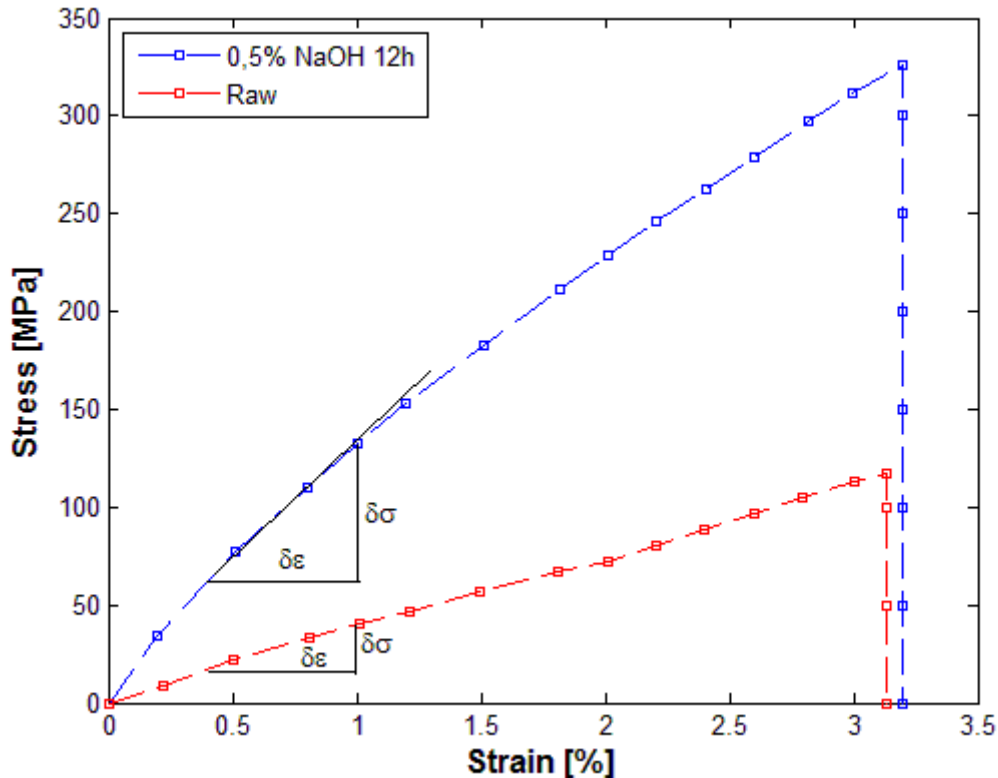


Figure III.11 : Courbe type des fibres brutes et traitées 0,5% NaOH pendant 12h.

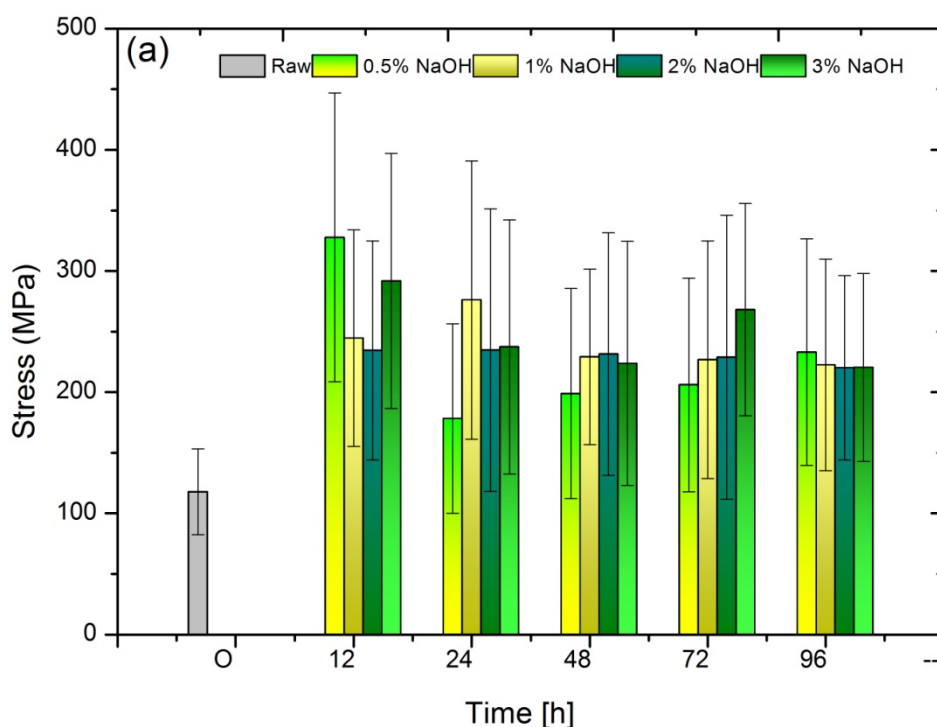
Les propriétés mécaniques, à savoir les contraintes et déformations à la rupture et les modules de Young qui résultent des essais des fibres de palmier dattier traitées et non traitées sont regroupées dans le tableau III.3. D'après la lecture de ce tableau on constate bien une dispersion assez significative des diamètres des fibres testées ainsi que des valeurs des propriétés mécaniques obtenues. Ces dispersions dans les valeurs obtenues peuvent être dues à trois facteurs principaux d'après Silva *et al.* [28]: (i) paramètres d'essais, (ii) caractéristiques de la fibre et (iii) la mesure de sa section. Les paramètres d'essais qui pourraient influencer les résultats peuvent être : précision de l'instrumentation, longueur de mesure, vitesse de déformation, type de mors (grips) de la machine, et conformité de la machine. Pour ce qui

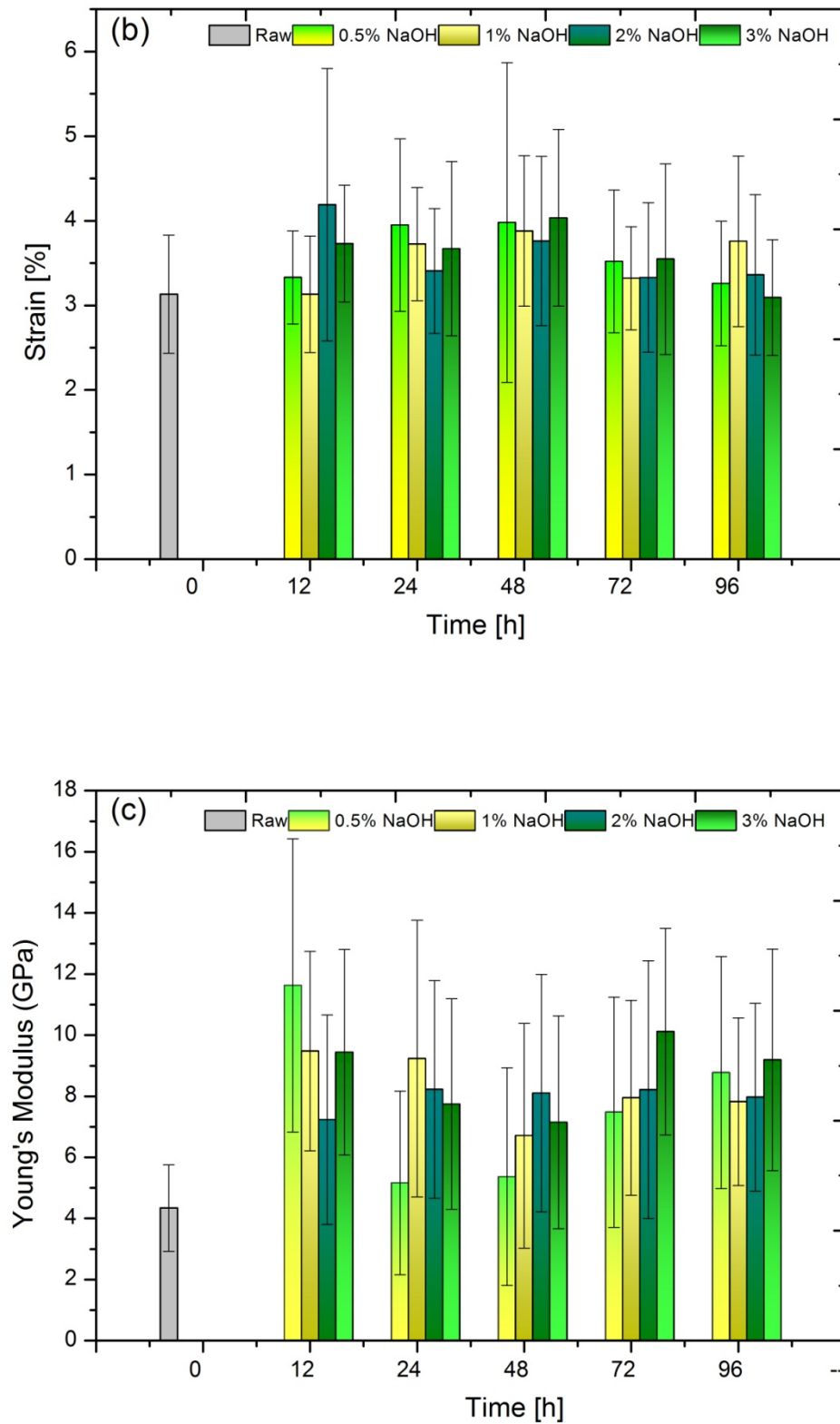
concerne les caractéristiques de la fibre : l'âge, type de traitement (mécanisme d'extraction de la fibre) et aussi bien la microstructure de la fibre. L'effet du traitement alcalin est bien visible (Tableau III.3) et permet l'augmentation des propriétés mécaniques pour toutes les éprouvettes traitées mais dépend fortement de la concentration du produit chimique utilisé (NaOH) et de la durée du traitement. La fibre non traitée possède les caractéristiques mécaniques moyennes à savoir la contrainte à la rupture et le module de Young respectivement de l'ordre de 117 MPa et 4,33 GPa. Par contre, les fibres traitées ayant les meilleures augmentations et caractéristiques mécaniques sont obtenues pour les fibres traitées avec 0,5 % du NaOH pendant 12h et les augmentations enregistrées pour la contrainte et le module de Young sont respectivement de l'ordre de 178,2 % et 169,8 %. Il est important de noter aussi que les dispersions sont plus importantes pour les fibres traitées.

**Tableau III.3** Propriétés mécaniques de la fibre des bras de grappes de palmier dattier.

Type de fibre	Résultats expérimentaux			
	$D_{\text{moy}}$	$\sigma$ (MPa)	$\varepsilon$ (%)	E (GPa)
Non traité	577 ±83	117 ±35	3,13±0,7	4,3±1,4
<b>0.5 NaOH 12h</b>	349 ±73	<b>328 ±119</b>	3,33±0,6	<b>11,6 ±4,8</b>
0.5 NaOH 24h	468 ±130	178 ±78	3,95±1,0	5,2±3,0
0.5 NaOH 48h	423 ±87	199 ±87	3,98 ±1,9	5,4±3,6
0.5 NaOH 72h	441 ±120	206 ±88	3,52±0,8	7,5±3,8
0.5 NaOH 96h	387 ±91	233 ±94	3,26 ±0,7	8,8±3,8
1 NaOH 12h	357 ±75	245±89	3,13±0,7	9,5±3,3
1 NaOH 24h	419±99	276±115	3,73±0,7	9,2±4,5
1 NaOH 48h	390±68	229±72	3,88±0,9	6,7±3,7
1 NaOH 72h	443±87	227±98	3,32±0,6	7,9±3,2
1 NaOH 96h	394±79	222±87	3,76±1,0	7,8±2,7
2 NaOH 12h	383±69	234±90	<b>4,19 ±1,6</b>	7,2±3,4
2 NaOH 24h	431±113	235±117	3,41±0,7	8,2±3,6
2 NaOH 48h	407±138	231±100	3,76±1,0	8,1±3,9
2 NaOH 72h	423±133	229±117	3,33±0,9	8,2±4,2
2 NaOH 96h	431±99	220±76	3,36±1,0	8,0±3,1
3 NaOH 12h	336±69	292±105	3,73±0,7	9,4±3,4
3 NaOH 24h	385±88	237±105	3,67±1,0	7,7±3,4
3 NaOH 48h	354±52	224±101	4,04±1,0	7,1±3,5
3 NaOH 72h	336±70	268±88	3,55±1,1	10,1±3,4
3 NaOH 96h	405±86	220±78	3,09±0,7	9,2±3,6

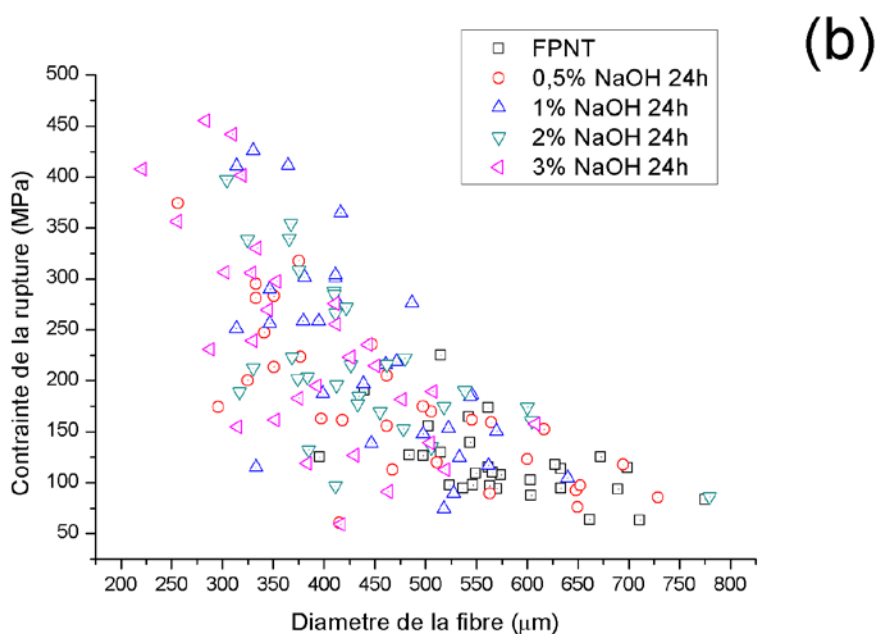
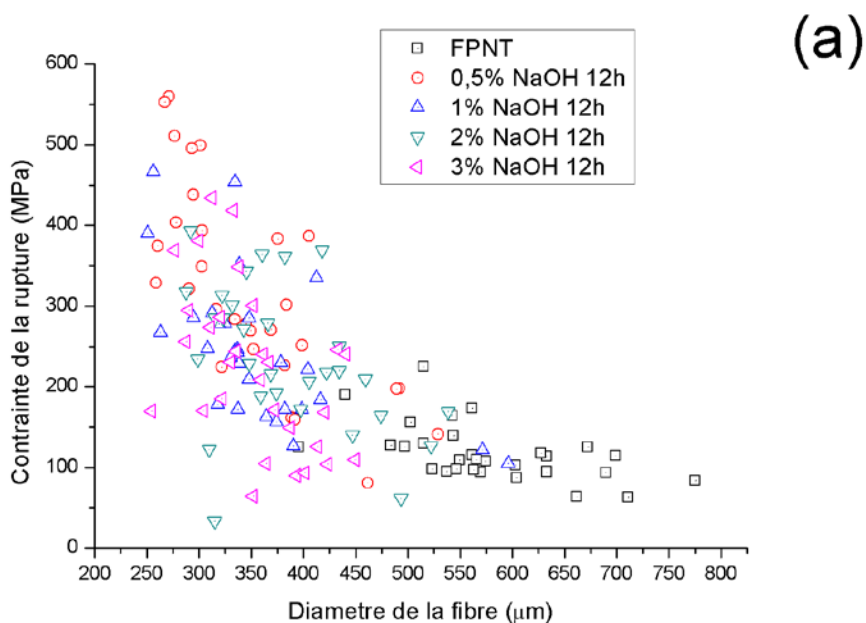
Les propriétés mécaniques des fibres enregistrées dans le tableau III.3 peuvent être aussi représentées par des figures sous forme d'histogrammes présentés dans les figures III.12. Les figures III.12 a-c représentent les variations des propriétés mécaniques (contraintes et déformation à la rupture et le module de Young) des fibres FBBDP, non traitées et traitées à différentes concentrations 0.5, 1, 2 et 3% de NaOH pour les durées de 12, 24, 48, 72, 96h. L'analyse des résultats obtenus permet de signaler que les fibres de palmier dattier traitées, pour une durée de 12h, à 0,5% de NaOH possèdent les meilleurs comportements avec une valeur moyenne de la contrainte de 327,71 MPa correspondant à une augmentation de 178,2 % et permet d'avoir une augmentation du module de Young de 4,33 GPa à 11,62 GPa, soit une augmentation de l'ordre de 168,4% par rapport aux non traitées. Il est à signaler que dans les travaux d'Al-Khanbashi *et al.* [ALK<sup>a</sup>-05], le traitement avec une concentration de 5% de NaOH à 100°C et pendant une durée de 2h des fibres qui entourent les feuilles des palmiers dattiers a amélioré la contrainte à la rupture de 45% (atteint une valeur de 496 MPa).

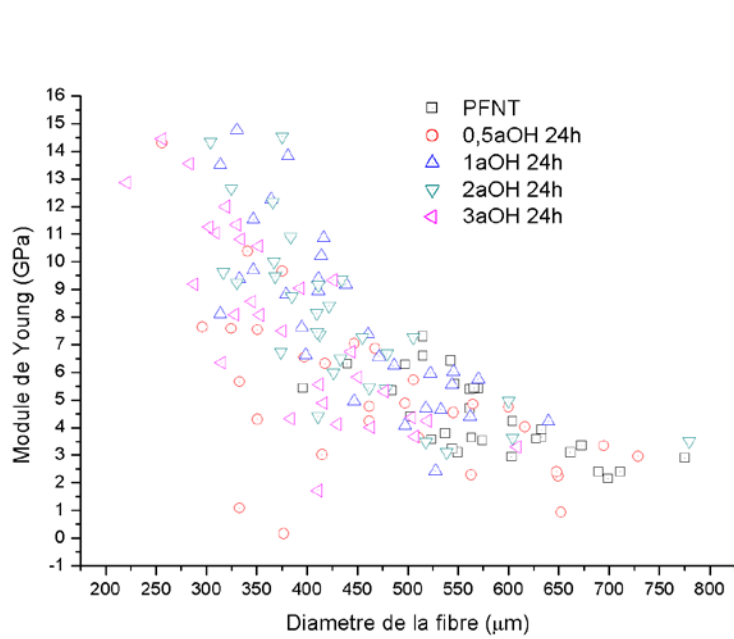
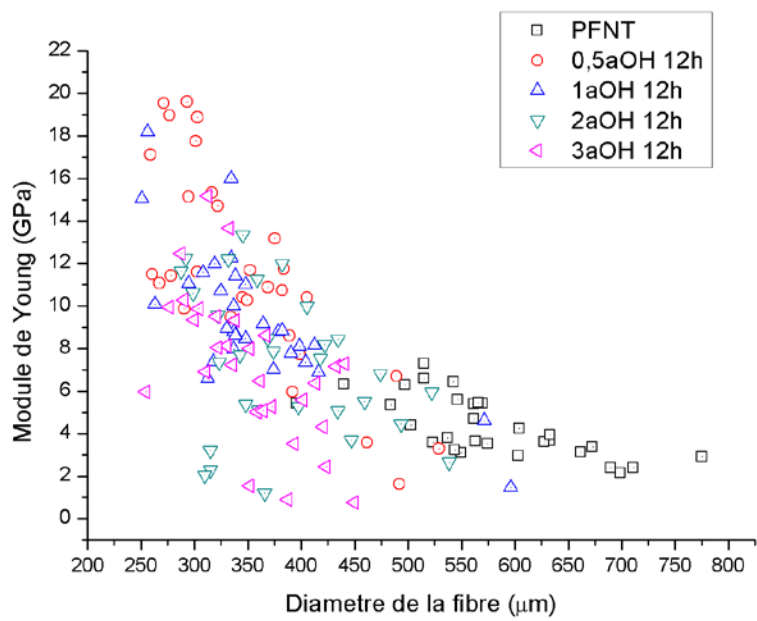




**Figure III.12:** Propriétés mécaniques des fibres de bras de grappe de palmier dattier (a) contrainte à la rupture (b) déformation à la rupture (c) module de Young

L'analyse des courbes des figures III.13a à III.13c représentant les variations des propriétés mécaniques (contraintes et module de Young) par rapport aux diamètres des fibres non traitées et traitées à différentes concentrations pendant les durées de 12h et 24h , permet de constater que la contrainte et le module d'Young des fibres sont fortement dépendants du diamètre dans le sens où ces deux paramètres diminuent avec l'augmentation du diamètre de la fibre. Il est important de noter aussi que les traitements chimiques permettent la diminution des diamètres des fibres, ce phénomène à été observé dans d'autres fibres naturelles telles que la fibre de chanvre [PLA-12], le lin [AND-05], coir [CHO-13].





**Figure III.13** : Nuage de points des propriétés mécaniques en fonction des diamètres des fibres non traitées et traitées par le NaOH aux différentes concentrations pour les durées de 12h et 24h.



### III.5 Caractérisation mécanique des bio composites

#### III.5.1 Caractérisation mécanique en traction de la résine polyester

Les essais de traction ont été effectués jusqu'à la rupture des éprouvettes, pour assurer une bonne reproductibilité des résultats, cinq éprouvettes au moins sont testées à une vitesse de 1 mm/min. Les dimensions des éprouvettes sont préparées selon la Norme ASTM 3039 M-08 où  $L = 250$  mm,  $b = 25$  mm et  $h = 2$  mm qui sont respectivement la longueur, la largeur et l'épaisseur des éprouvettes testées. Alors que la longueur entre les mors (GL) prise pour ces essais est de 150 mm et la longueur des étalons est égale à 50 mm.

La figure III.14 représente les cinq courbes de l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation de la résine polyester testée en traction. Cette évolution se déroule en trois phases : la première phase quasi linéaire suivie d'une deuxième phase linéaire avec une pente plus importante. Ces deux premières phases se caractérisent par une augmentation quasi-linéaire ou linéaire de la contrainte en fonction de la déformation atteignant une valeur moyenne (12,25 MPa) puis allant jusqu'à la rupture brutale de l'éprouvette. Les courbes sont un peu dispersées. Ceci est peut être due au processus d'élaboration des plaques. Le module de Young a été calculé selon la norme ASTM 3039 M-08 et les principales caractéristiques mécaniques obtenues sont regroupées dans le tableau III.4.

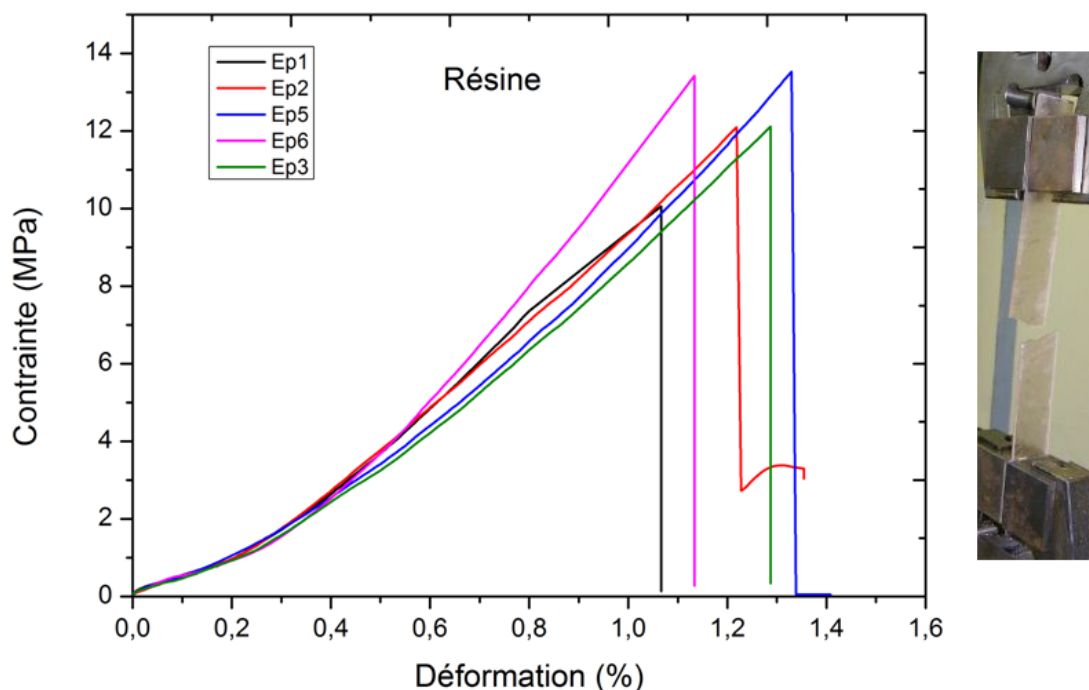


Figure III.14 : Courbe contrainte-déformation de la résine polyester, sollicitée en traction.

### ***III.5.2 Caractérisation mécanique en traction des bio composites***

Les éprouvettes testées obtenues à partir des bio composites élaborés sont caractérisées à différentes séquences d'empilements des plis (1 pli unidirectionnel, 2 plis unidirectionnels et 3 plis unidirectionnels), cinq éprouvettes au moins sont considérées par type de stratifié. Lors de cet essai, les éprouvettes ont été chargées en traction monotone jusqu'à la rupture.

Les figures III.15 à III.17 représentent respectivement les cinq courbes de l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation des bio composites (CPD6/1 pli unidirectionnel, CPD9/2 plis unidirectionnels et CPD5/3 plis unidirectionnels) testés en traction statique dans le sens des fibres. L'allure des courbes contrainte-déformation pour les cinq échantillons est presque identique. L'évolution se déroule en trois phases, on remarque au début une courbure jusqu'à une certaine valeur qui est de l'ordre de 0,5% de la déformation, puis une linéarité caractérisée par une augmentation jusqu'à la contrainte maximal, les valeurs des contraintes moyennes sont respectivement de l'ordre de 19,64 ; 25,40 et 35,57 pour les bio composites (CPD6, CPD9 et CPD5). Les modules de Young ont été calculés selon la norme ASTM 3039 M-08 et les principales caractéristiques mécaniques obtenues sont regroupées dans le tableau III.4.

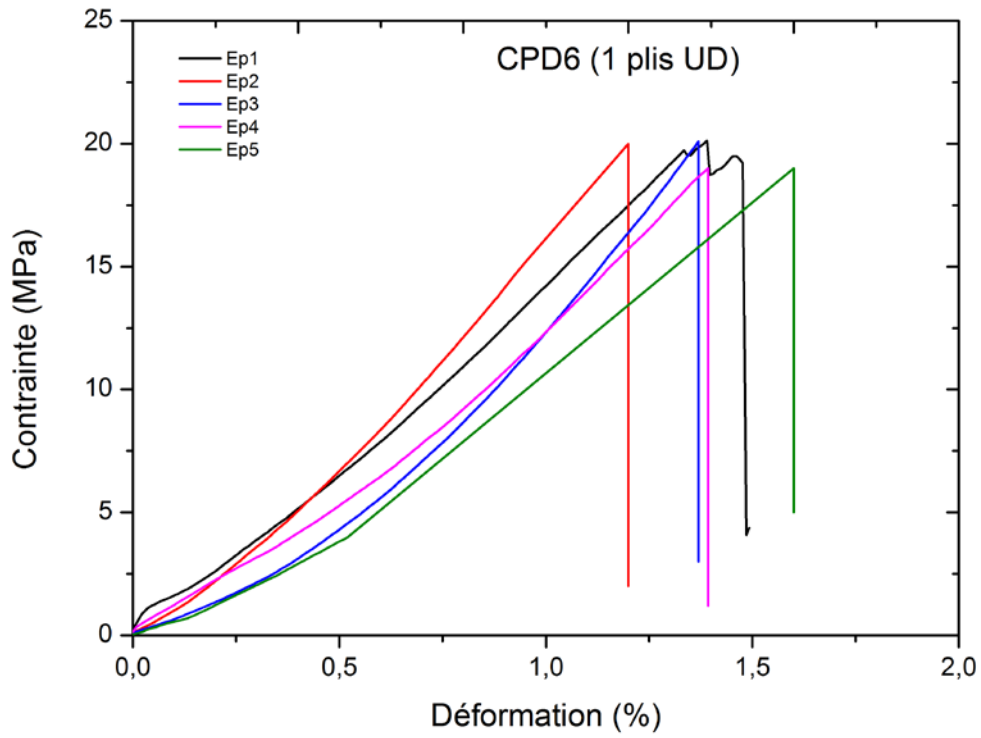


Figure III.15 : Courbe contrainte/déformation des composites 1plis U.

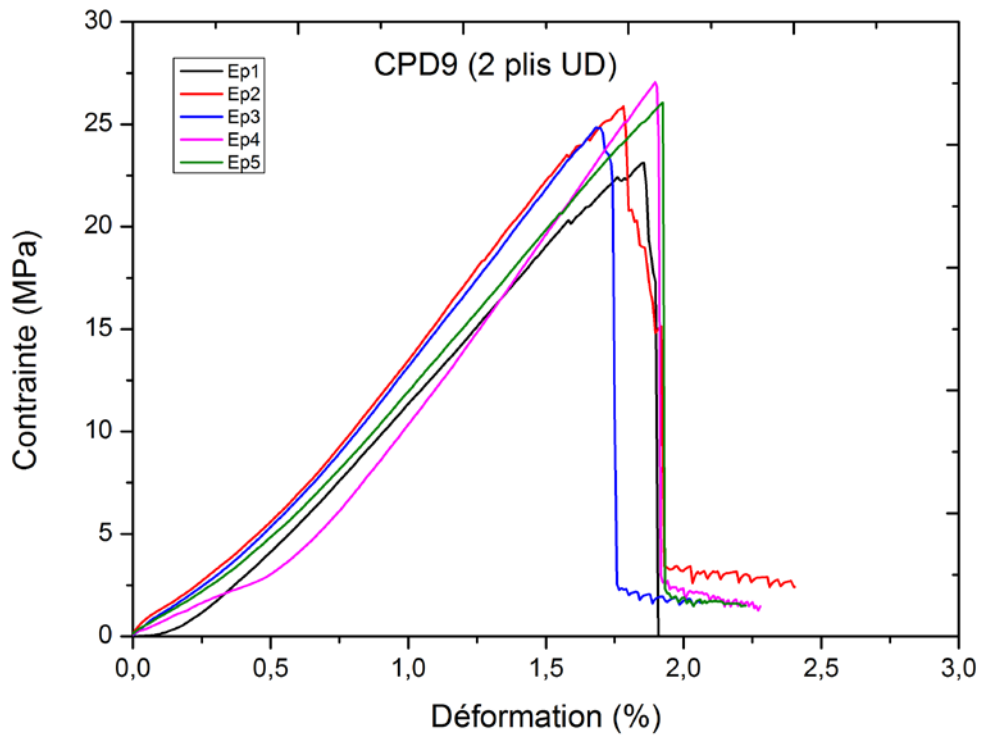
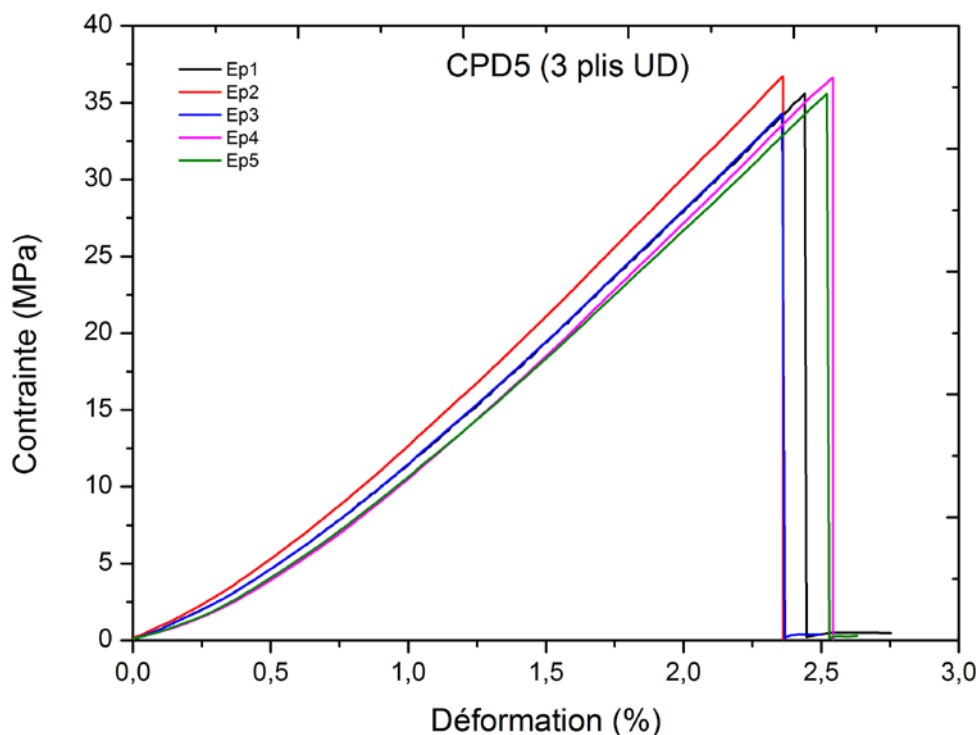


Figure III.16 : Courbe contrainte/déformation des composites 2plis U.



**Figure III.17** : Courbe contrainte/déformation des composites 3plis U.

Le tableau III.4 indique les valeurs moyennes, de la déformation et la contrainte à la rupture et le module de Young des éprouvettes testées. La lecture de ce tableau montre d'une part que les propriétés mécaniques des composites sont améliorées par rapport au résine seule et d'autre part, l'effet des plis sur les propriétés mécaniques est bien visible.

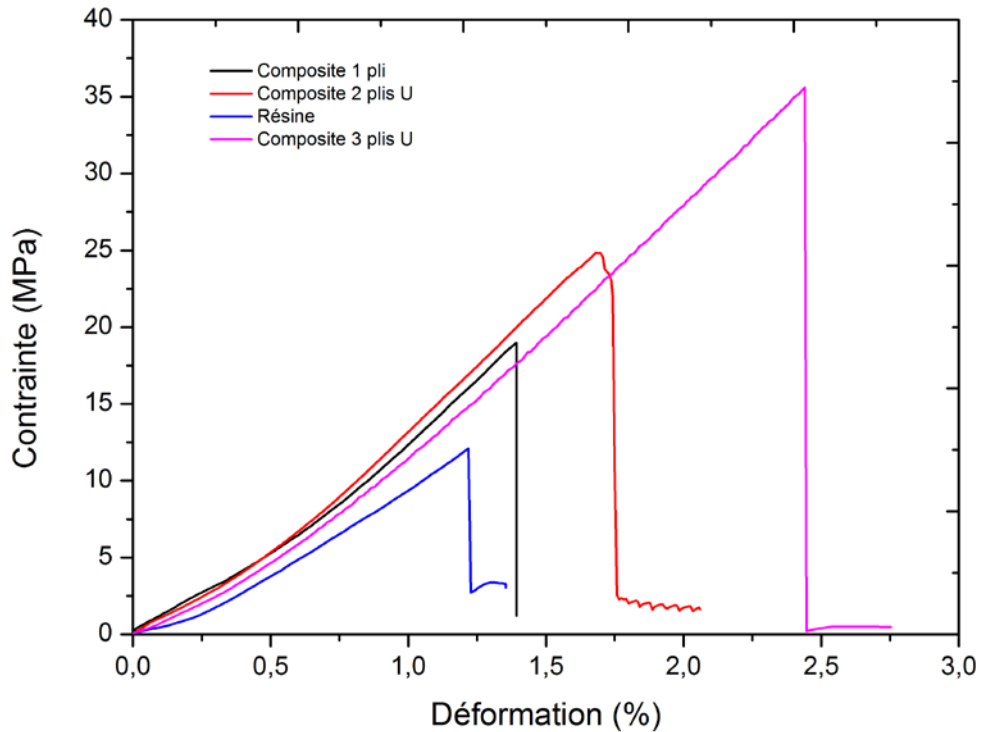
**Tableau III.4** : Propriétés mécaniques moyennes des essais de traction des bio composites.

Type	Déformation à la rupture (%)			Contrainte à la rupture (MPa)			Module de Young (GPa)		
	Moy	S.D	C.V	Moy	S.D	C.V	Moy	S.D	C.V
résine	1,21	0,11	0,09	12,25	1,40	0,11	10,34	2,08	0,54
1 plis	1,39	0,14	0,10	19,64	0,59	0,03	13,52	3,46	0,26
2 plis UD	1,82	0,10	0,05	25,40	1,50	0,06	14,21	2,08	0,15
3 plis UD	2,52	0,09	0,03	35,57	0,98	0,03	13,18	0,66	0,05

Moy : la moyenne, SD : l'écart type et CV : coefficient de variance.

La figure III.18 représente la comparaison des courbes types de la résine polyester avec les différents stratifiés. Le comportement contrainte - déformation des courbes types est presque le même. La contrainte varie quasi-linéairement avec l'augmentation de la déformation

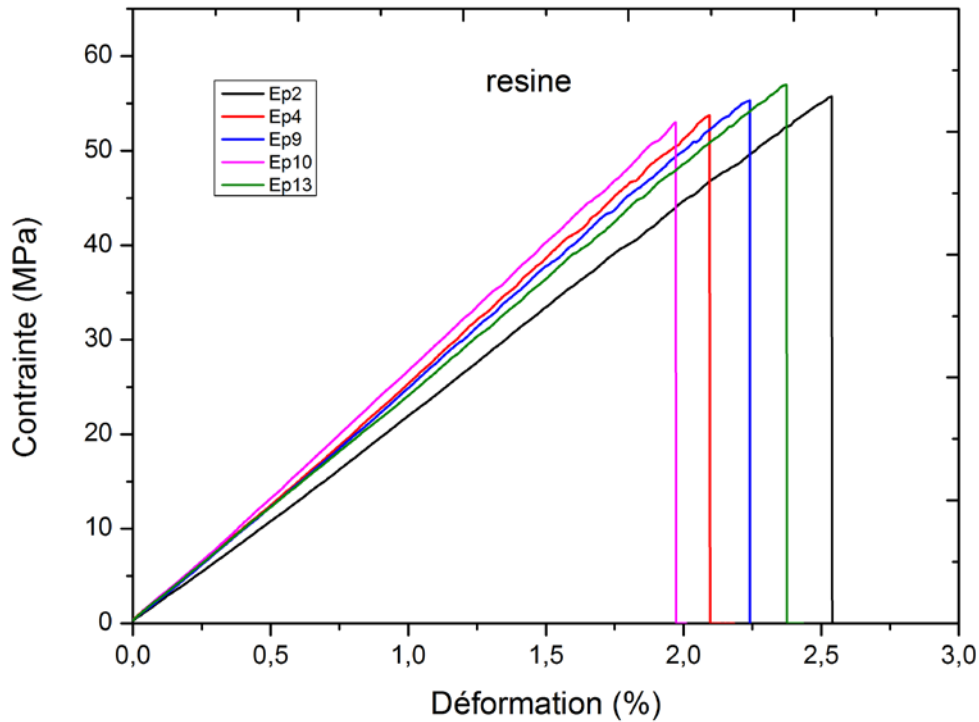
jusqu'à ce qu'elle atteigne sa valeur maximale où une rupture brutale est obtenue. L'effet de l'ajout des plis est bien visible.



**Figure III.18** : Comparaison des courbes types contrainte-déformation des différents composites avec la résine seule.

### III.5.3 Essai de flexion 3-points de la résine polyester

La figure III.19 représente les cinq courbes de l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation de la résine polyester testée en flexion statique, cette évolution se déroule en une phase quasi linéaire, caractérisée par une augmentation linéaire de la contrainte, atteignant une valeur moyenne de l'ordre 54,97 MPa, en fonction de la déformation puis allant jusqu'à la rupture brutale de l'éprouvette. Le module longitudinal a été calculé selon la norme ASTM 3039 M-08 et les principales caractéristiques mécaniques obtenues sont regroupées dans le tableau III.5.



**Figure III.19** : Courbes contrainte-déformation de la résine en flexion 3-points.

#### **III.5.4 Essai de flexion 3-points des bio composites**

Les figures III.20 à III.22 représentent les cinq courbes de l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation des bio composites (1pli, 2plis, 4plis U et 4plisC) en flexion statique, cette évolution se déroule en une phase quasi linéaire, caractérisée par une augmentation linéaire de la contrainte, jusqu'à une valeur moyenne, en fonction de la déformation jusqu'à la rupture brutale de l'éprouvette. Le module longitudinal a été calculé selon la norme ASTM 3039 M-08 et les principales caractéristiques mécaniques obtenues sont regroupées dans le tableau III.5.

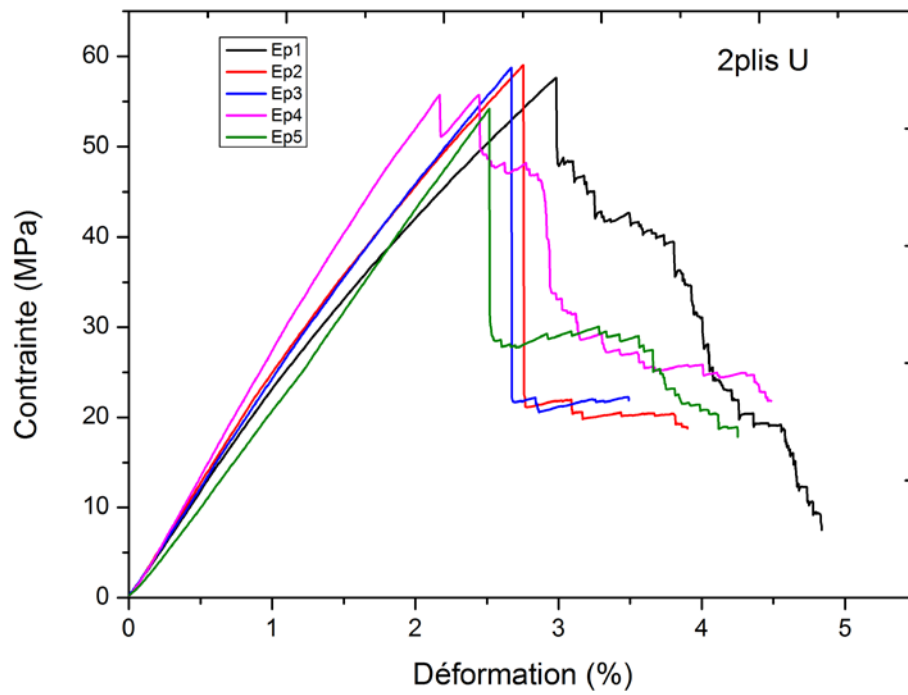


Figure III.20 : Courbes contrainte-déformation des composites PD-2ply U en flexion 3-points.

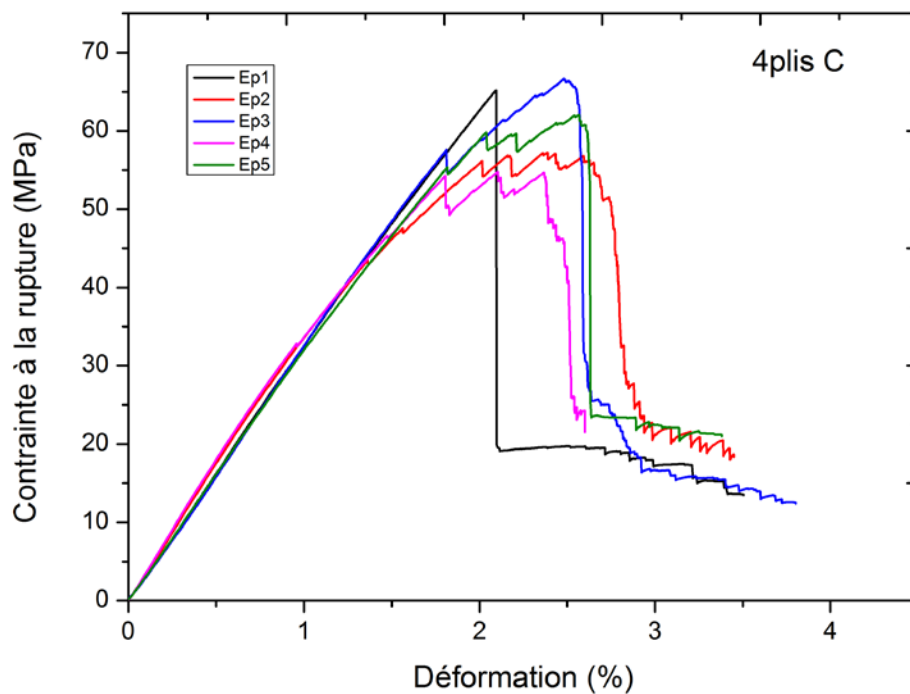
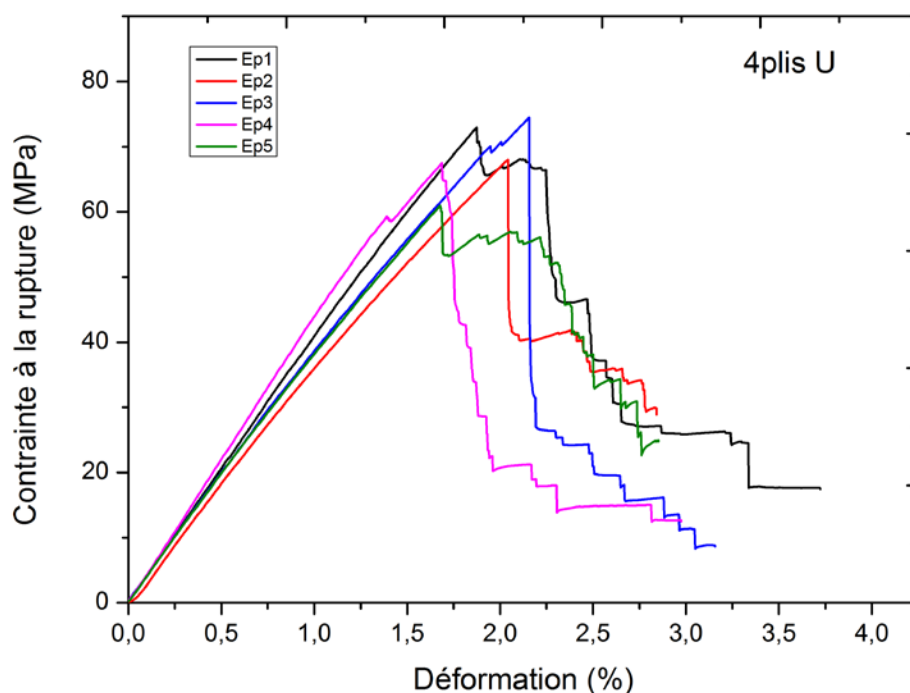


Figure III.21 : Courbes contrainte-déformation des composites PD-4ply C en flexion 3-points



**Figure III.22 :** Courbes contrainte-déformation des composites PD-4plis U en flexion 3-points

Les courbes présentent une faible dispersion surtout dans la première phase. Ceci montre que le processus d'élaboration des bio composites par la méthode sous vide est bien efficace.

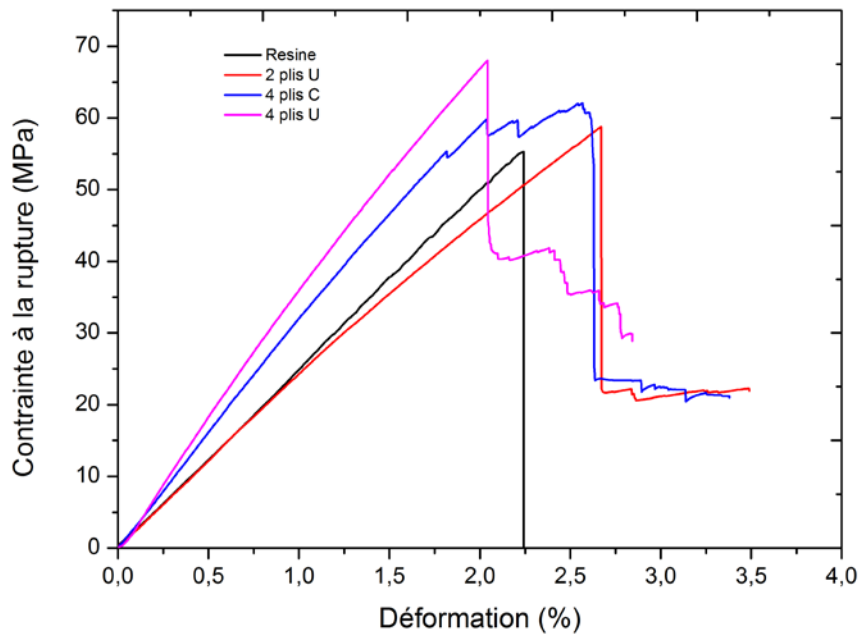
**Tableau III.5 :** Propriétés mécaniques moyennes des essais de flexion 3-points des bio composites

Type	La flèche à la rupture (%)			Contrainte à la rupture (MPa)			Module de Young (GPa)		
	Moy	S.D	C.V	Moy	S.D	C.V	Moy	S.D	C.V
résine	2,31	1,04	0,45	54,97	1,59	0,03	22,91	1,31	0,06
2 plis UD	2,67	0,21	0,08	57,09	2,06	0,04	24,27	2,73	0,11
4 plis C	2,27	0,32	0,14	61,20	5,10	0,08	33,43	2,28	0,07
4 plis UD	1,88	0,21	0,11	68,79	5,33	0,08	41,30	1,63	0,04

Moy : la moyenne, SD : l'écart type et CV : coefficient de variance.

La figure III.23 représente la comparaison des courbes types de la résine polyester avec les différents stratifiés. Le comportement contrainte - déformation des courbes types est presque le même. La contrainte varie quasi-linéairement avec l'augmentation de la déformation jusqu'à ce qu'elle atteigne sa valeur maximale où une rupture brutale est obtenue. L'effet de l'ajout des plis est bien visible.





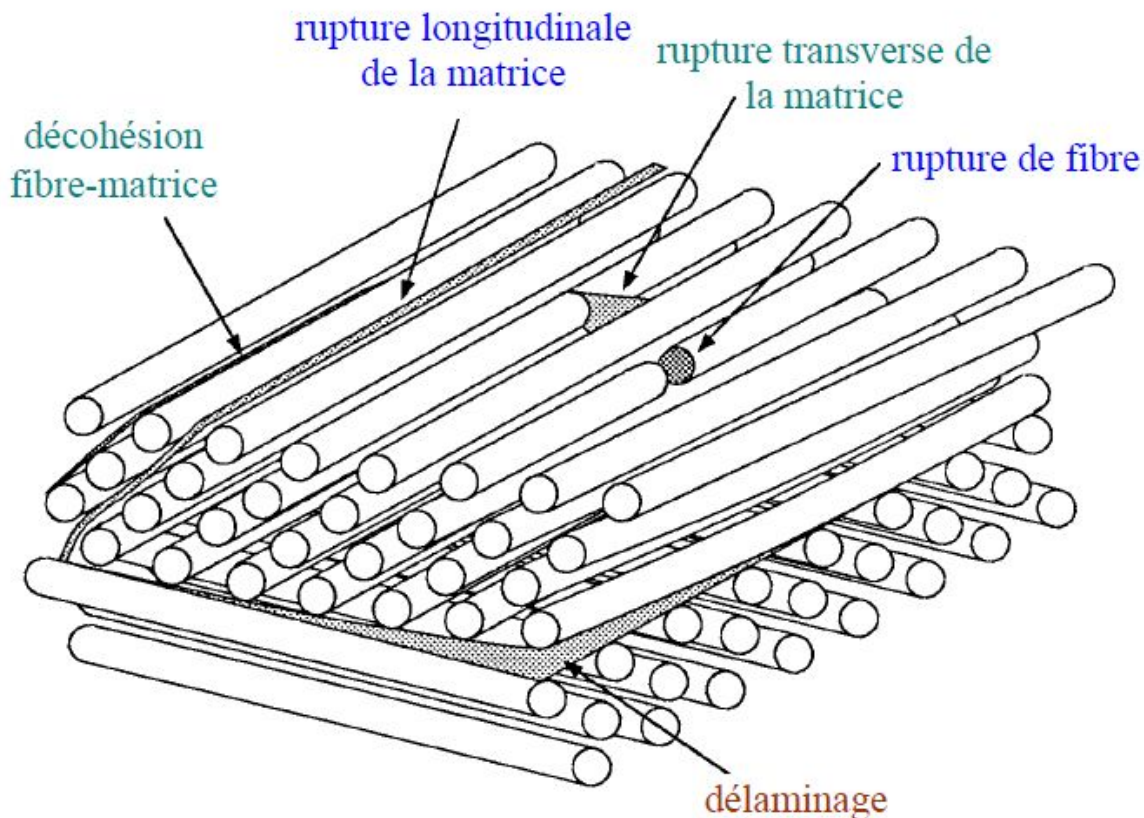
**Figure III.23** : Courbes types contrainte-déformation en flexion 3-points de la matrice seule et des composites de type Résine, 2 plis U, 4 plis C et 4 plis U.

### III.6 Mécanismes d'endommagement dans les matériaux composites

D'une manière générale, l'endommagement est défini comme un ensemble de changements microstructuraux au sein du matériau qui occasionnent une détérioration irréversible plus ou moins importante. Ce phénomène d'endommagement et de rupture dans les matériaux composites est caractérisé par une rupture précédée d'une dégradation progressive. Ces dégradations peuvent résulter de plusieurs mécanismes élémentaires (Figure III.24) :

- la rupture transverse de la matrice,
- la rupture longitudinale de la matrice,
- la rupture des fibres,
- la rupture de l'interface "fibre-matrice", auquel s'ajoute, dans le cas de stratifiés, un mécanisme de rupture entre couches, appelé rupture par délaminage.

Ces divers mécanismes coexistent et se développent suivant la nature des matériaux, l'orientation des fibres et les conditions de sollicitations mécaniques sont imposées.



**Figure III.24** : Mécanismes d'endommagement dans les composites stratifiés [BER-10].

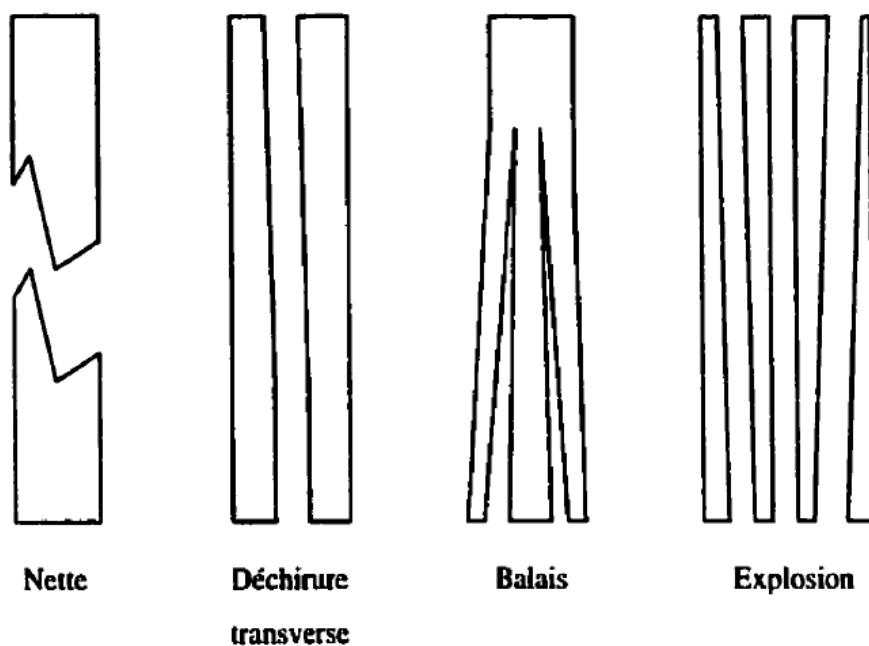
Il existe différentes échelles d'observation pour définir le type d'endommagement au sein d'une structure stratifiée à plis unidirectionnels ou tissés. Les plus significatifs sont les suivants [BER-10] :

- A l'échelle microscopique apparaissent les ruptures d'adhérence entre les fibres et la matrice : c'est le phénomène de décohésion fibre/matrice ;
- A l'échelle mésoscopique, on observe l'apparition de nombreuses fissures intralaminaires mais également la rupture de fibres intervient au stade ultime de la ruine du matériau ;
- A l'échelle macroscopique, on observe le phénomène de décollement inter pli ou encore le phénomène de délaminage.

### **III.6.1 Processus d'endommagement des éprouvettes de traction**

Une des difficultés majeures liée à l'essai de traction est de déterminer si la rupture est acceptable ou si elle a été causée par les contraintes parasites. En effet, pour un même

matériau testé dans les mêmes conditions, la rupture peut prendre l'allure de balais, de déchirure transverse ou même explosée (figure III.25). Il est donc possible que certaines éprouvettes soient rejetées alors qu'elles présentent un mode de rupture caractéristique de ce matériau. Toutefois, prédire le processus de rupture d'un matériau composite dans son ensemble est une tâche relativement complexe. En effet, étant donné la nature hétérogène de ce dernier, le processus de rupture de chacune des parties individuelles (chaque fibre) doit être connu pour prédire la rupture globale. Wang et Chung [WAN-99] ont montré expérimentalement que la rupture du composite se fait progressivement. En mesurant la variation de la résistance électrique d'un composite tout au long de l'essai, ils ont pu conclure qu'un certain nombre de fibres ont rompu avant la rupture complète de l'éprouvette. Alors, étant donné qu'une éprouvette est composée d'un grand nombre de fibres, recréer le processus de rupture analytiquement ou numériquement est pratiquement impossible. Cependant, plusieurs études visant à comprendre ou à estimer le processus de rupture sont disponibles. De plus, ces études abordent le problème d'un point de vue statistique et de la mécanique de la rupture.



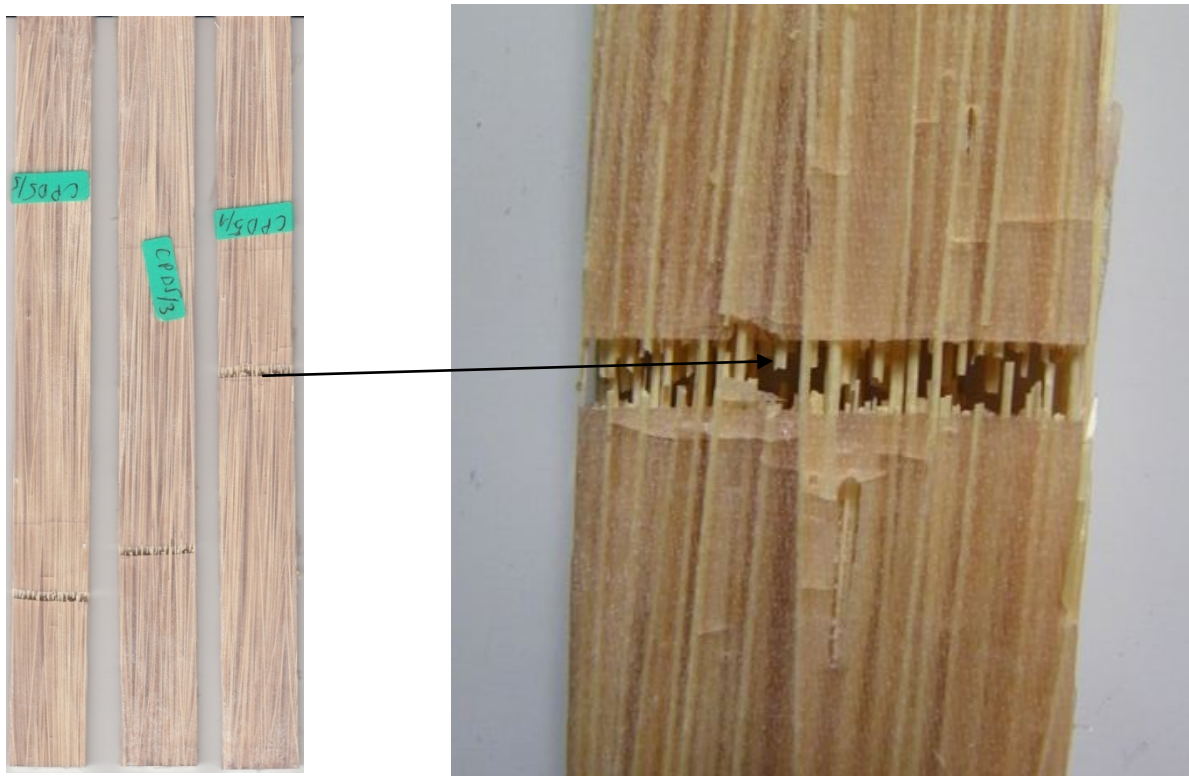
**Figure III.25** : Exemples de modes de rupture pouvant survenir lors d'un essai de traction [LEV-00].

Les observations des faciès de rupture des éprouvettes en résine et en stratifiées à 2 et à 3 plis unidirectionnels, testées en traction monotone, sont présentées dans les figures III.26 et III.27. L'analyse de ces figures montre que la rupture est nette en traction dans le cas de la résine (Figure III.26a), alors que dans le cas des stratifiés à 2 et à 3 plis unidirectionnels la

rupture des fibres n'est obtenue qu'après la rupture de la résine et on constate aussi que certaines fibres n'ont pas rompu (Figures III.26b et III.27). En d'autres termes, les fibres les plus faibles se rompent en premier par rapport aux autres fibres.



**Figure III.26** : Faciès de rupture des éprouvettes rompues sous sollicitation en traction monotone  
(a) éprouvettes en résine (b) composite stratifié 2 plis unidirectionnels.



**Figure III.27** : Faciès de rupture d'un composite stratifié contenant 3 plis unidirectionnels.

### ***III.6.2 Processus d'endommagement des éprouvettes de flexion***

Dans de nombreuses situations notamment lors d'un essai de flexion, la fissuration matricielle et le délaminage sont des phénomènes fortement couplés. Les figures III.28 et III.29 montrent les modes d'endommagement et les faciès de rupture obtenus des éprouvettes du stratifié à 2 et à 3 plis unidirectionnels et celui à 4 plis croisés testées en flexion.

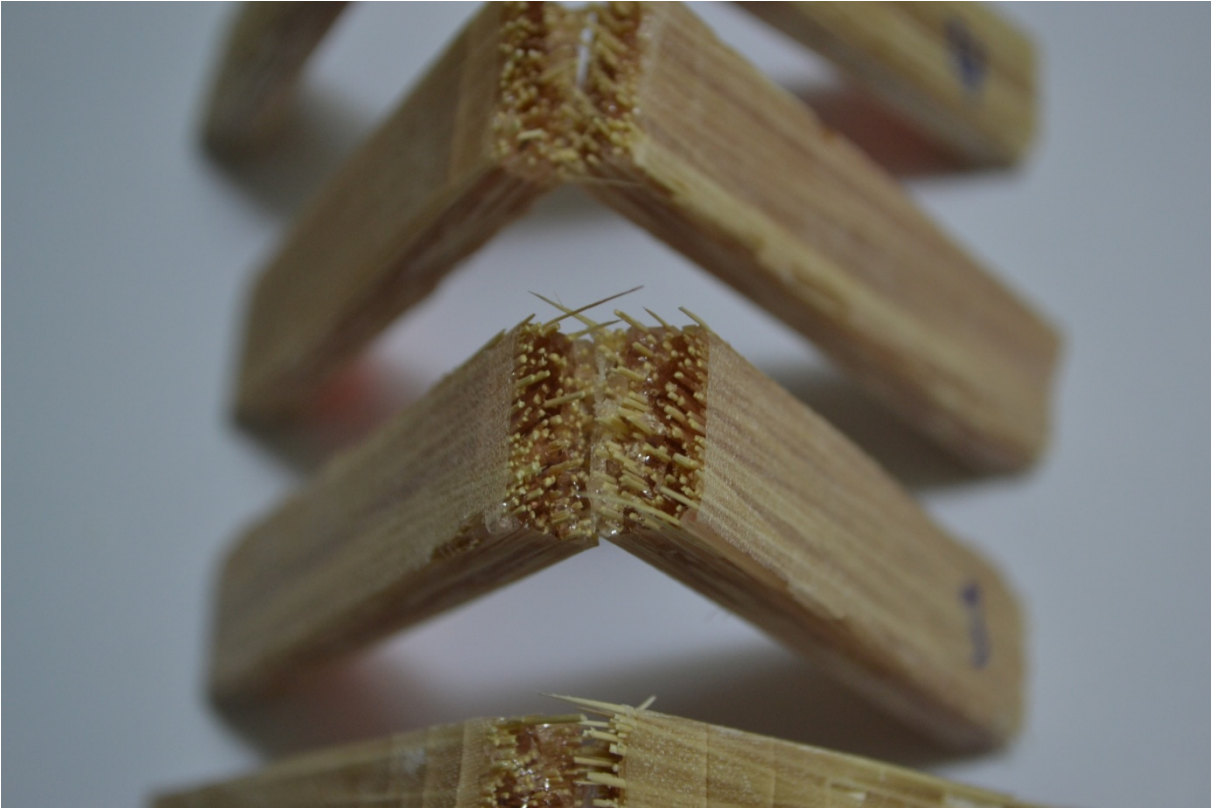
L'analyse de ces figures montre que le stratifié à 2 plis unidirectionnels endommagé sous sollicitation de flexion présente une rupture fragile où les fibres et la résine sont rompues totalement. Par contre, on constate que dans le cas des stratifiés par 4 plis croisés, la rupture se passe au niveau des plis extérieurs opposés aux points de chargement.

L'analyse de la figure III.29 montre une rupture par arrachement des fibres des bras de grappe des palmiers dattiers où on constate que la résine est absente des surfaces des fibres qui se traduit par une mauvaise liaison fibre matrice.



Figure III.28 : Rupture des stratifiés : (a) 2 plis unidirectionnels (b) 4 plis croisés.





**Figure III.29** : Faciès de rupture des stratifiés 3 plis unidirectionnels en flexion.

### III.7 Conclusions

A partir de l'analyse des différents résultats obtenus, les principales conclusions peuvent être récapitulées comme suit :

- ✓ Les traitements chimiques par le NaOH avec différentes concentrations pour différentes durées d'immersion à très peu d'influence sur les valeurs des bandes des spectres FTIR. Alors qu'une influence dans les intensités est enregistrée.
- ✓ Les résultats des essais de traction montrent clairement que les traitements chimiques par le NaOH, adoptés dans ce travail, permettent une augmentation significative des propriétés mécaniques à savoir les contraintes, les déformations à la rupture ainsi que le module de Young ;
- ✓ Les meilleures propriétés mécaniques sont obtenues suite à un traitement par le NaOH avec une concentration de 0,5% pendant une durée de 12h, ce qui a permis une augmentation de 178% de la contrainte à la rupture et 167% de la valeur du module de Young par rapport aux fibres non traitées ;
- ✓ le traitement chimique alcalin améliore la structure (les surfaces externes de la fibre deviennent plus rugueuses) ce qui améliore l'adhérence fibre/matrice. Les fibres des bras de grappes des palmiers dattiers peuvent être utilisées comme renfort pour des résines thermdurcissables ou thermoplastiques afin d'obtenir des bio-composites, c'est-à-dire avoir un matériau écologique.
- ✓ Les résultats obtenus des essais de traction et de flexion 3-points statique, réalisés sur les bio composites, montrent que le rajout des fibres des bras de grappe des palmiers dattiers dans une matrice polyester permet d'améliorer les caractéristiques mécaniques du composite : module de Young, résistance à la traction et à la flexion.



# **Chapitre IV : Résultats et Discussion des essais de fatigue**

# Chapitre IV

## Résultats et Discussion des essais de fatigue

### IV.1 Introduction

Les résultats obtenus des essais de fatigue sont présentés et discutés dans ce chapitre. Nous tenons à signaler que le comportement en fatigue cyclique des fibres longues des bras de grappes de palmier dattier, n'ont jamais été testées en fatigue. Les tests de fatigue cyclique ont été effectués à 2 Hz de fréquence avec une forme d'onde sinusoïdale pour différents niveaux de chargement  $r_d = 0,6$  à  $0,95$ . Les forces maximales enregistrées sont entre 15,36 N et 39,82 N. Le tracé des courbes d'hystérésis charge-déplacement permet de voir l'influence du nombre de cycles et le niveau de chargement sur la forme et la taille des boucles d'hystérésis permettant ainsi le calcul de l'énergie dissipée par cycle des fibres de bras de grappe de palmier dattier. La courbe de Wöhler (S-N) a été aussi déterminée et discutée.

## IV.2 Généralités

L'essai de fatigue est une méthode de caractérisation du comportement d'un matériau soumis à une charge répétée soit en traction, compression ou flexion. L'éprouvette est soumise à une charge moyenne donnée (qui peut être égale à zéro) puis à une charge alternée (de forme sinusoïdale, carrée ou autre), avec une amplitude constante ou variable dans le but de déterminer le nombre de cycle nécessaire provoquant la rupture ou la limite de fatigue. En d'autres termes, on effectue généralement plusieurs essais avec des charges variables différentes sur des éprouvettes identiques. La charge peut être uni-axiale ou multi-axiale, de torsion ou de flexion. Selon l'amplitude de la charge moyenne et de la charge cyclique, la contrainte résultante dans l'éprouvette peut s'exercer dans un seul sens ou s'inverser. Les résultats des essais de fatigue sont souvent présentés sous la forme d'un diagramme S-N (ou de Wöhler) qui représente le nombre de cycles nécessaires pour atteindre la rupture ou la limite de fatigue de l'éprouvette en fonction du niveau de chargement. Les essais de fatigue peuvent être effectués en contrôle force ou en contrôle déplacement.

Dans le but de déterminer les paramètres de l'essai de fatigue à savoir le niveau de chargement  $r$ , la détermination du déplacement à la rupture en traction statique s'impose. Les fibres des bras de grappe de palmier dattier sont soumises à une charge de traction quasi-statique selon la norme ASTM D3822-07 à une longueur de mesure (GL) de 50 mm, utilisant une machine universelle de type Zwick d'une capacité 5 kN. Les essais de traction ont été effectués avec une vitesse constante de 1 mm/min. En raison de la variabilité des fibres naturelles, dix huit échantillons ont été soumis à un chargement statique jusqu'à la rupture.

## IV.3 Résultats et discussions

### *IV.3.1 Comportement en traction statique des fibres FPD*

En raison de la variabilité des fibres naturelles, 18 spécimens validés ont été testés jusqu'à la rupture en traction statique, les résultats obtenus sont présentés dans la figure IV.1.a. La distribution de la barre d'erreur est calculées pour montrer les dispersions dans les résultats dans la force des fibres sous forme d'une courbe types charge-déplacement.

La courbe type contrainte-déformation (figure IV.1.b) obtenue à partir des essais en traction statiques des fibres des bras de grappe des palmiers dattier montre un comportement fragile avec une baisse soudaine de la charge.

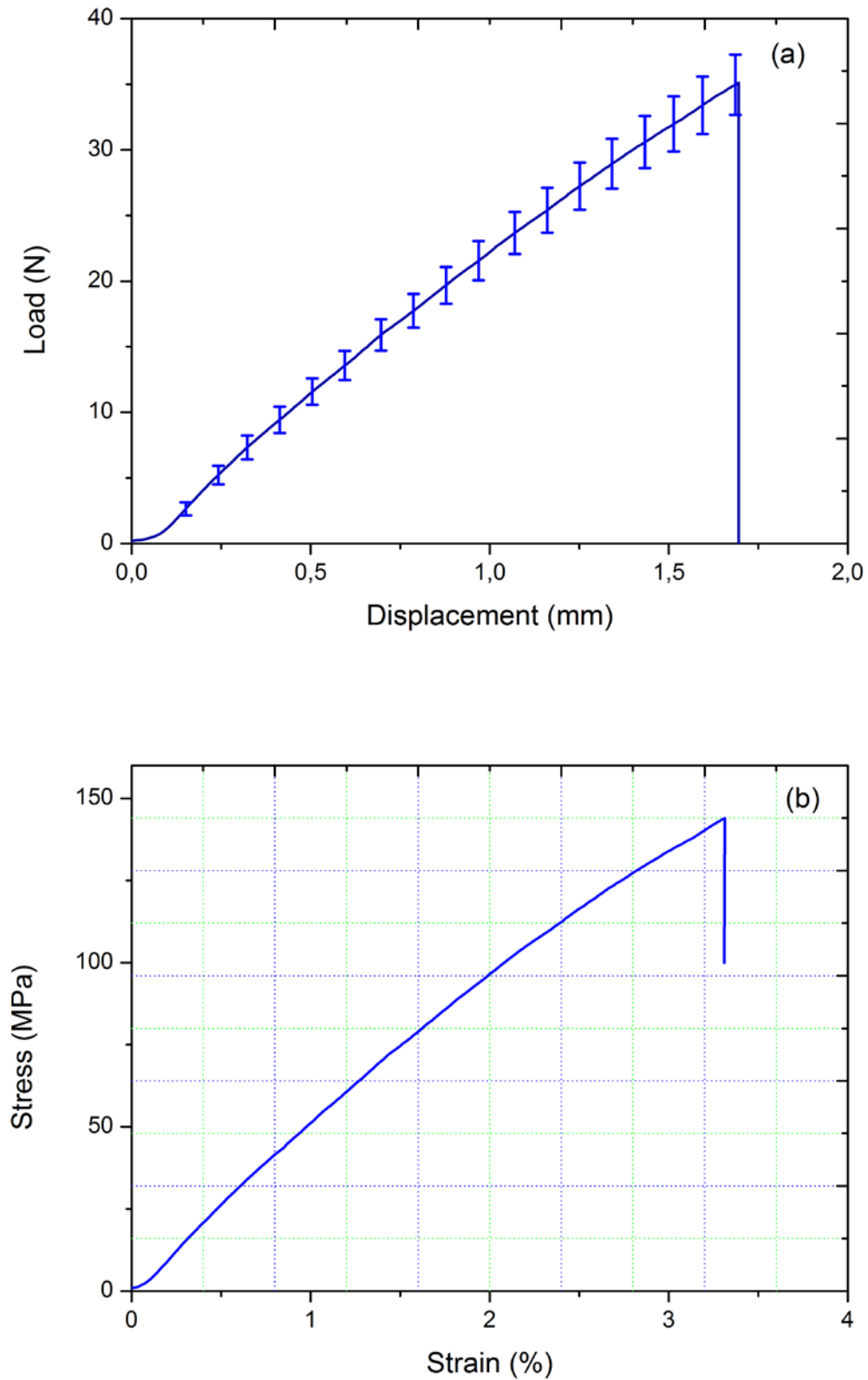


Figure IV.1 : Comportement en traction d'une fibre de palmier dattier (a) charge-déplacement, (b) courbe type contrainte déformation.

Les valeurs moyennes des propriétés mécaniques des 18 spécimens validés sont données dans le tableau IV.1. La contrainte moyenne à la traction pour une longueur de mesure égale à 50 mm des échantillons testés est de 141 MPa, la déformation moyenne à la rupture est égale à 3,31% alors que le module de Young est égale à 4,74 GPa. Les propriétés mécaniques (la contrainte et la déformation à la rupture et le module de Young) des fibres des bras de grappe des palmiers dattiers considérées dans ce travail sont supérieures respectivement de 17,79 %, 20,48% et 175% comparées avec les travaux de Rajeshkumar *et al* [RAJ-15] pour une même longueur (GL = 50 mm).

**Tableau IV.1** Comparaison des résultats des propriétés mécaniques obtenues avec ceux de la littérature.

GL (mm)	Diamètre moyen ( $\mu\text{m}$ )	Section de la fibre ( $\text{mm}^2$ )	Déformation à la rupture (%)	Contrainte à la rupture (MPa)	Module de Young (GPa)	Réf.
50	-	-	3,2 - 4,1	481	8,4	[17]
50	577	-	1,2	120	4,1	[RAJ-15]
50	150-400	-	6	75.66	3.14	[SAT-13]
30	200-400	-	7,84	283,5	5,24	[19]
20	240 $\pm$ 27	0,045 $\pm$ 0,009	7,83 $\pm$ 1,25	462 $\pm$ 91	9,23 $\pm$ 2,08	[Bel-13]
50	575 $\pm$ 60	0,26 $\pm$ 0,05	3,31 $\pm$ 0,73	141,35 $\pm$ 49	4,94 $\pm$ 1,37	Présent étude

### IV.3.2 Comportement en fatigue des fibres FPD

Des essais de fatigue en traction cyclique en contrôle déplacement avec une forme d'onde sinusoïdale d'une fréquence de 2 Hz ont été effectués sur les spécimens de fibres des bras de grappe de palmier dattier. Le déplacement moyen est maintenu constant est égal à 50% du déplacement à la rupture en statique. Le niveau de charge  $r$  imposé aux échantillons est défini par le rapport suivant [BEZ-09, BEZ-07] :

$$r = \frac{d_{max}}{d_{rup}} \quad (\text{IV.1})$$

Où :

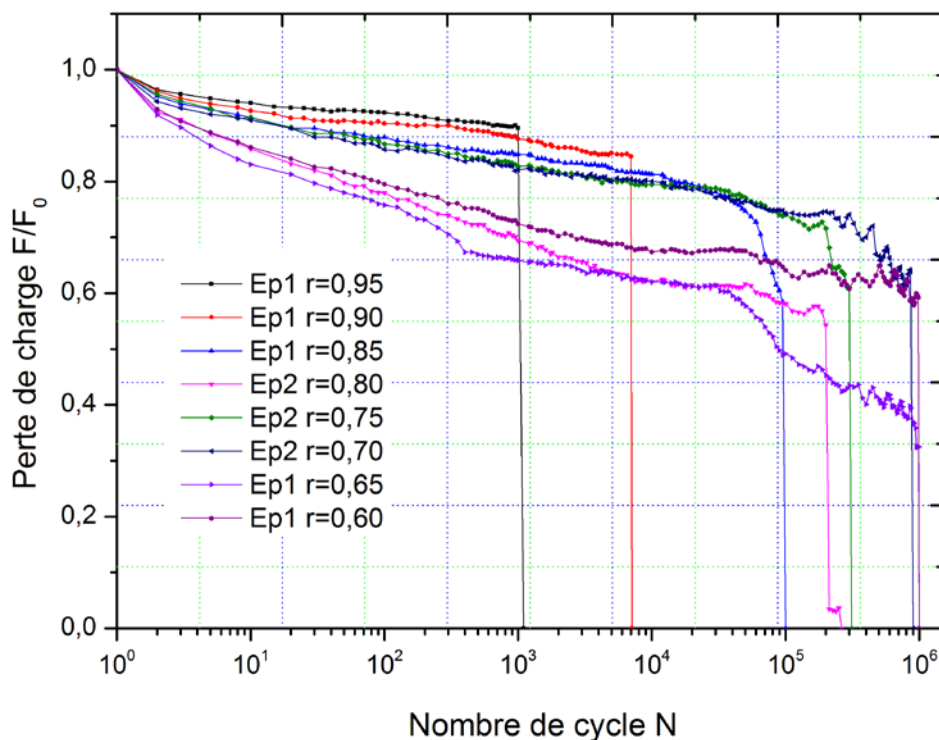
$d_{max}$  : déplacement maximum pendant le chargement cyclique ;

$d_{rup}$  : déplacement à la rupture en statique.

Les niveaux de chargements utilisés dans ces essais sont: 0,6 ; 0,65 ; 0,7 ; 0,75 ; 0,8 ; 0,85 ; 0,9 et 0,95. Ces essais ont été effectués à température ambiante (environ 24 °C) et un taux d'humidité de l'ordre de 60 %.

#### IV.3.2.1 Perte de charge $F/F_0$

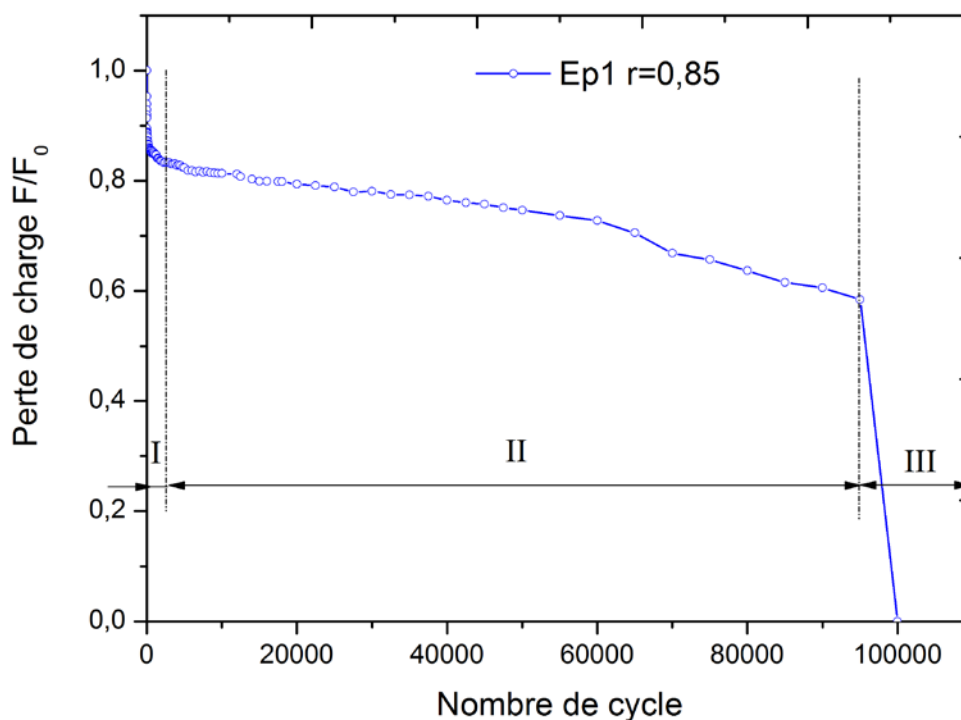
La détermination de la perte de rigidité  $F/F_0$ , ou encore perte de charge, constitue une des méthodes les plus utilisées pour suivre la progression de l'endommagement de différents matériaux sous chargement en fatigue cyclique. Au cours de ces essais, l'évolution de la force  $F$  en fonction du nombre de cycles  $N$  a été enregistrée. La force maximale  $F$  est rapportée à celle obtenue lors du premier cycle  $F_0$ . La perte de  $F/F_0$  en fonction du nombre de cycles  $N$  pour différents niveaux de chargement  $r$  est représentée à l'échelle semi-logarithmique dans la figure VI.2.



**Figure IV.2 :** Evolution de la perte de charge  $F/F_0$  en fonction du nombre de cycles  $N$  pour différents niveaux de chargement  $r$ .

Pour tous les niveaux de chargement, la perte de charge ( $F/F_0$ ) semble suivre trois étapes distinctes, à titre d'exemple pour le niveau de chargement  $r = 0,85$  (Figure IV.3), il y a

une diminution très rapide de la perte de charge d'environ 15% après les 600 premiers cycles (en moyenne), suivie d'une diminution assez lente de la perte de charge reflétant la majorité de la résistance à la fatigue des échantillons. La dernière phase est très courte, consiste à une chute brutale de  $F/F_0$ , correspondant à un accroissement soudain de l'endommagement se produisant dans la fibre, jusqu'à sa rupture totale. Le comportement en trois phases est similaire à celui trouvé par Belaadi *et al* [BEL-13] dans le cas des fibres végétales de sisal.

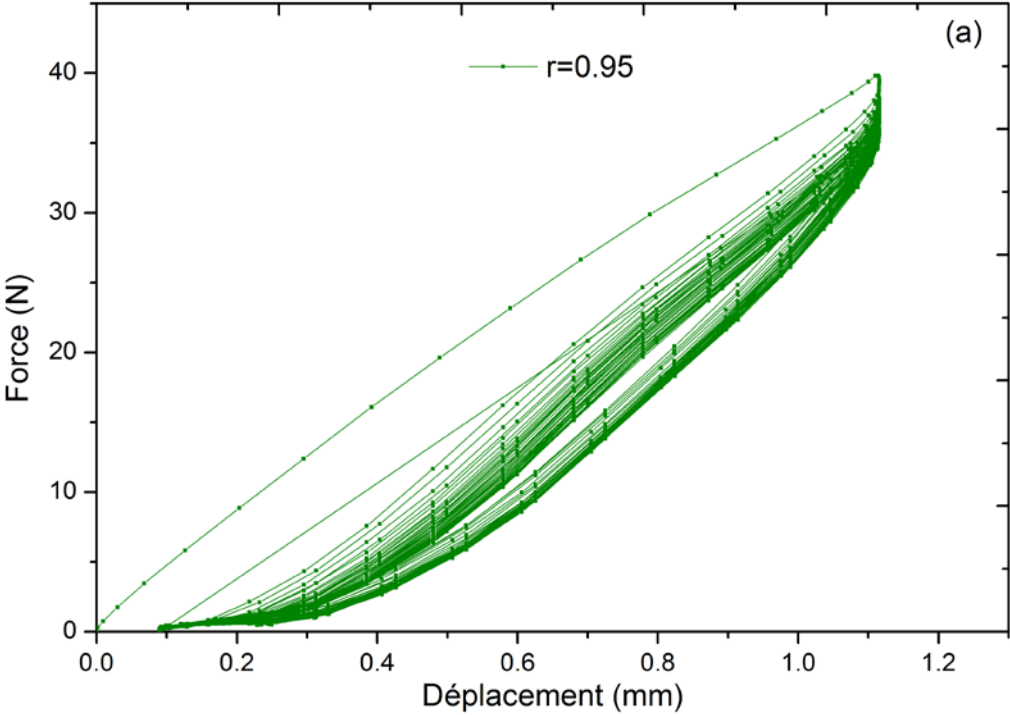


**Figure IV.3 :** Evolution de la perte de charge  $F/F_0$  en fonction du nombre de cycles  $N$  pour le niveau de chargement  $r = 0,85$ .

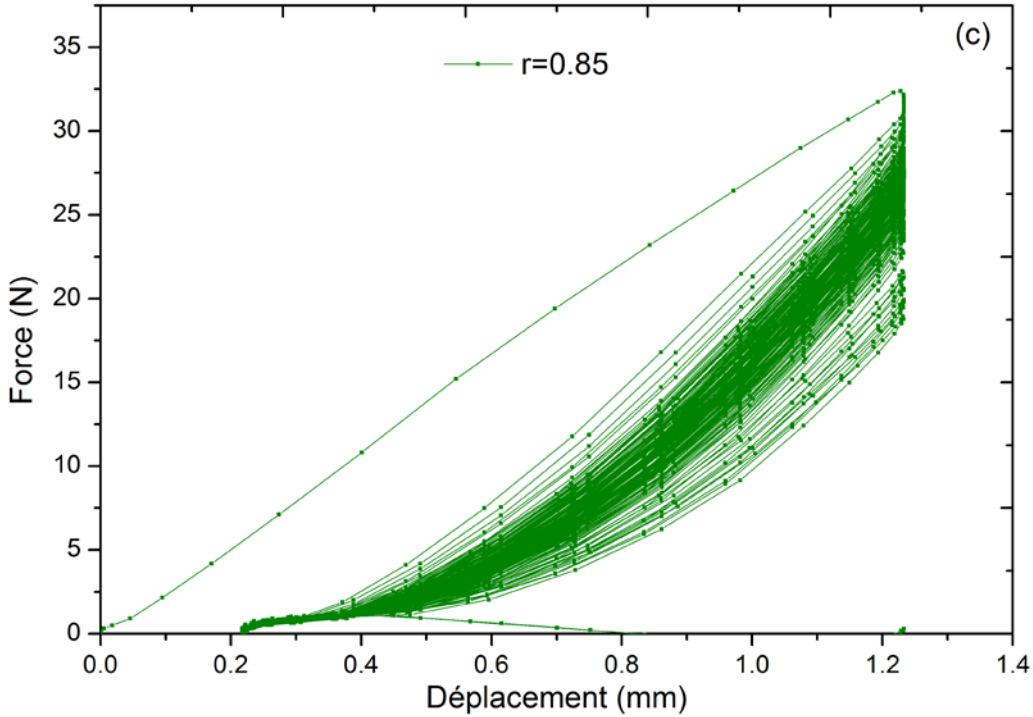
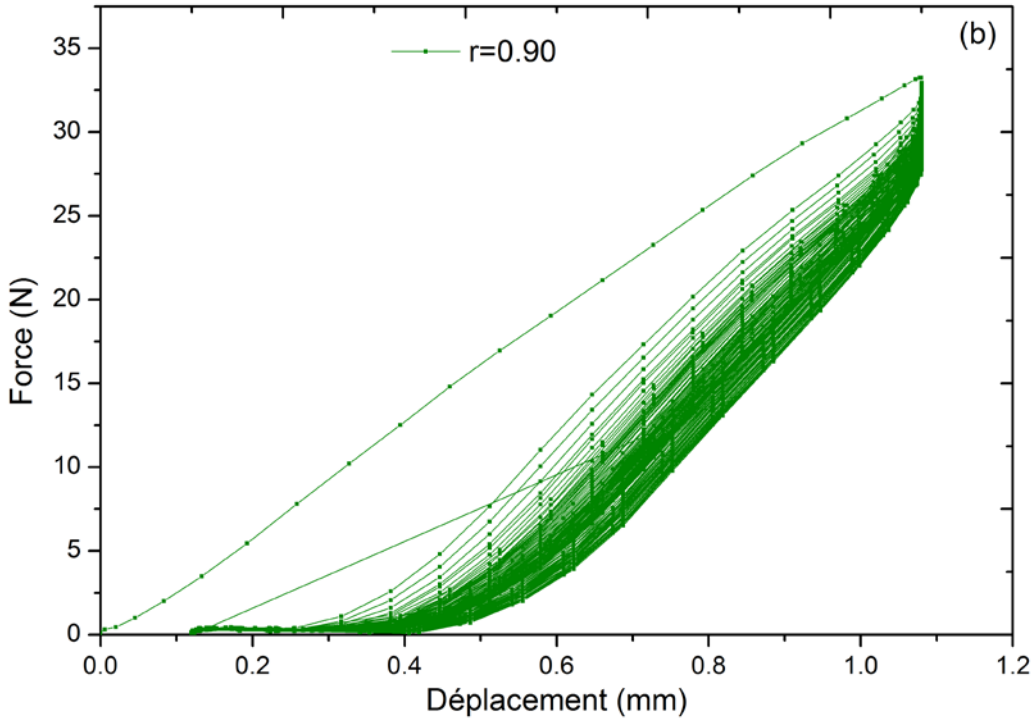
#### IV.3.2.2 Boucles d'hystérésis

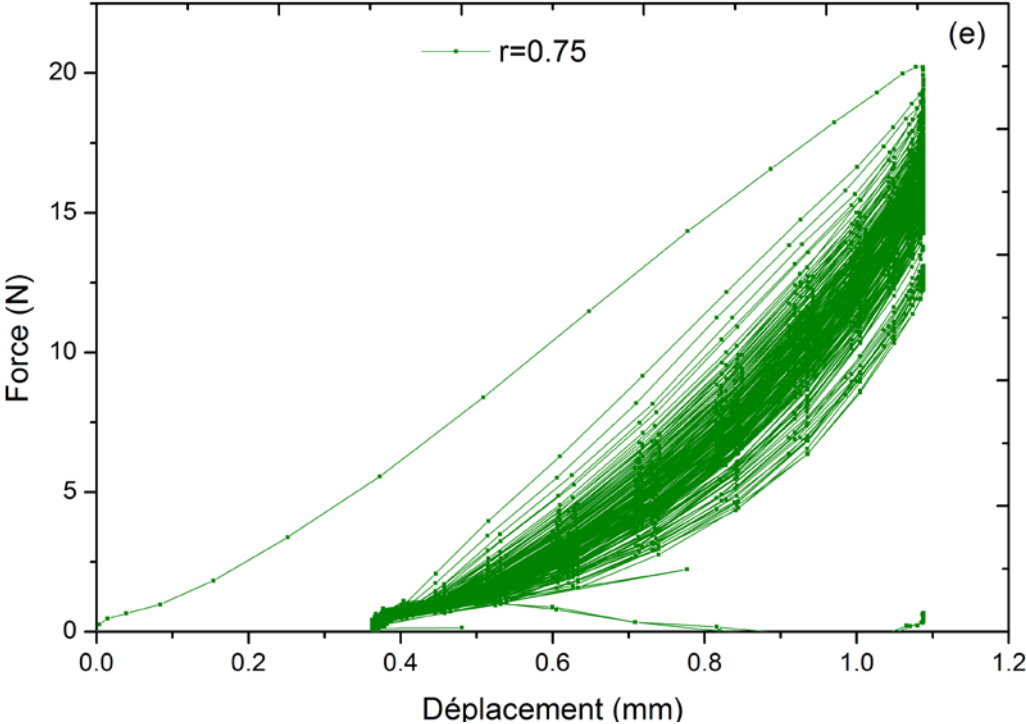
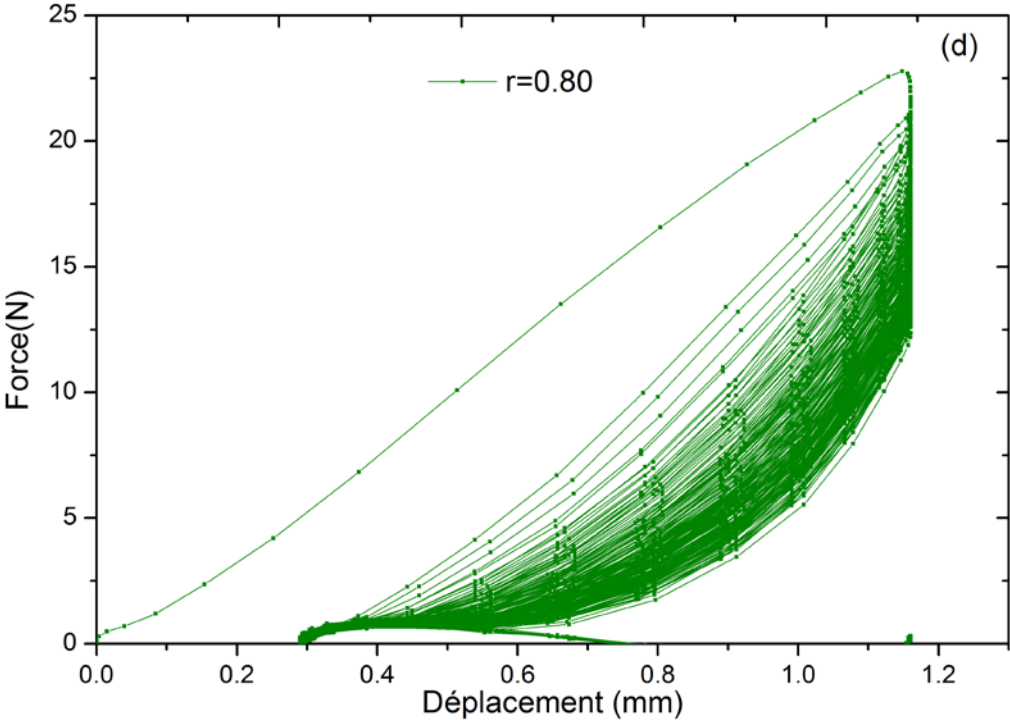
L'analyse et le suivi de la taille et de la forme des boucles d'hystérésis lors de l'essai de fatigue cyclique ont été effectués pour différents niveaux de chargement  $r$  (0,95 ; 0,90 ; 0,85 ; 0,80 ; 0,75 ; 0,70 ; 0,65 et 0,60). La figure IV.4 représente l'évolution des boucles d'hystérésis en fonction du nombre de cycles pour différents niveaux de chargement. Ces courbes sont tracées à partir des données expérimentales obtenues directement de la machine d'essai de traction. La lecture de ces courbes permet de donner des informations sur les déplacements maximales et minimales ainsi que les forces maximales (début du test) et minimales rupture des éprouvettes) pour différents échantillons et niveau de chargement. La

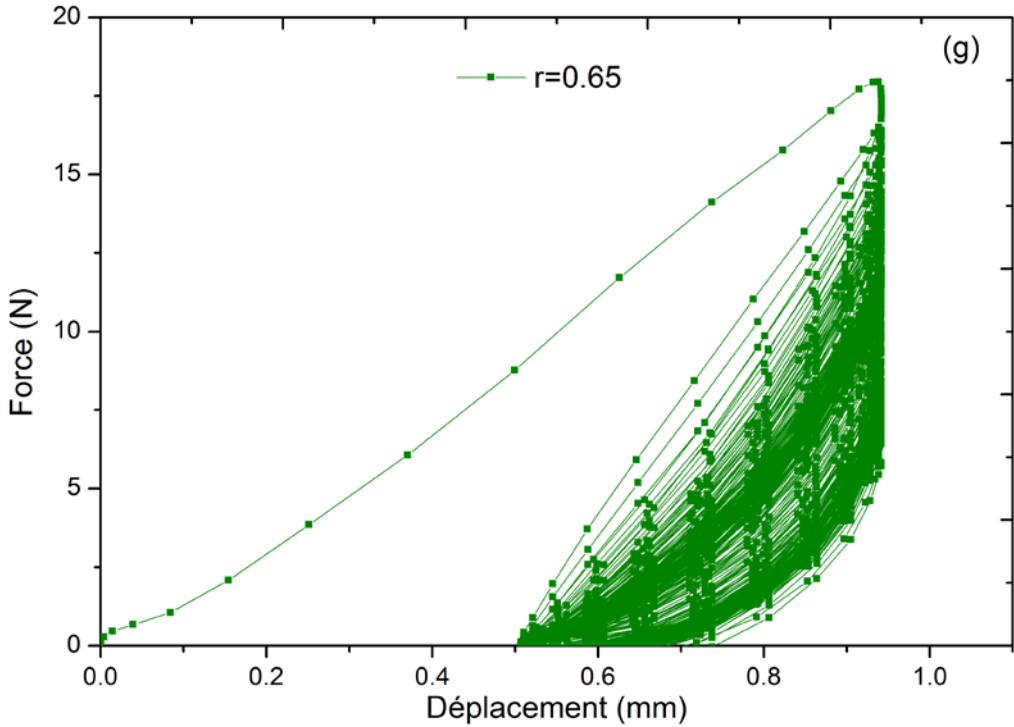
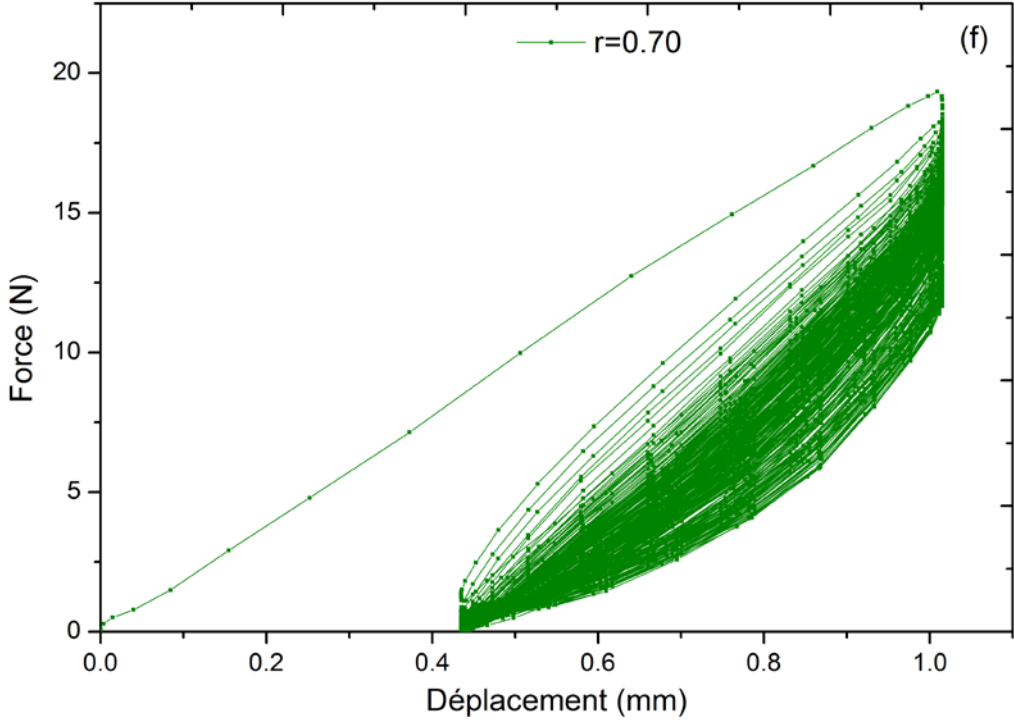
lecture de ces figures est difficile d'où la nécessité de représenter d'autres détails qui ne peuvent pas apparaître sur ces figures tel que : l'influence du niveau de chargement ainsi que le nombre de cycle sur la forme et la taille des boucles d'hystérésis.

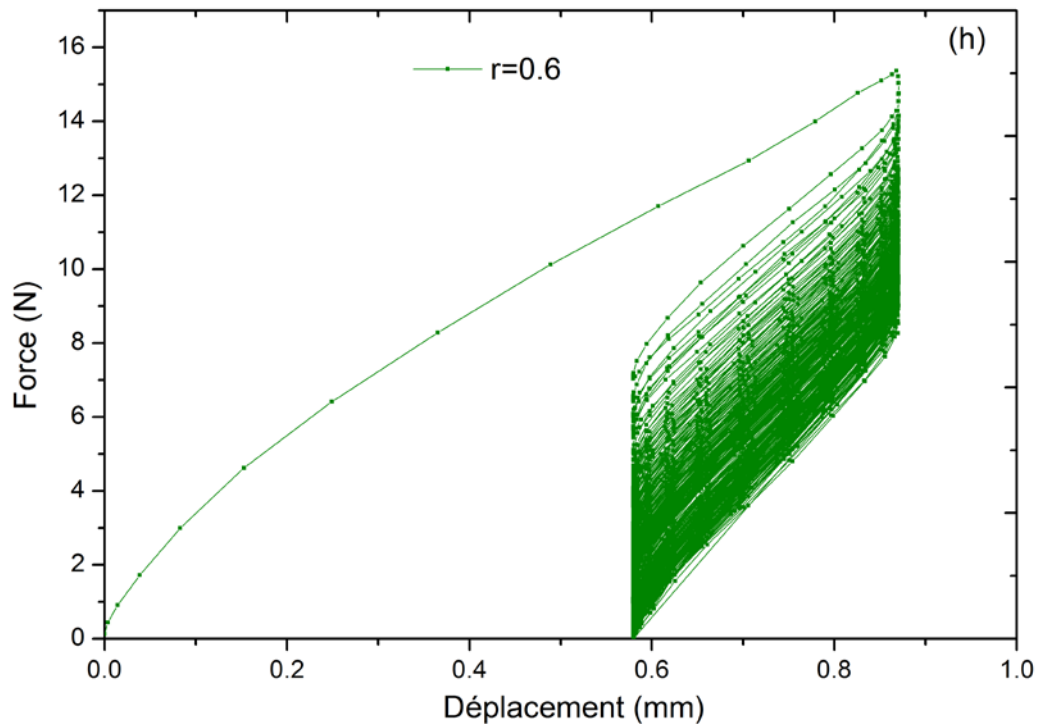








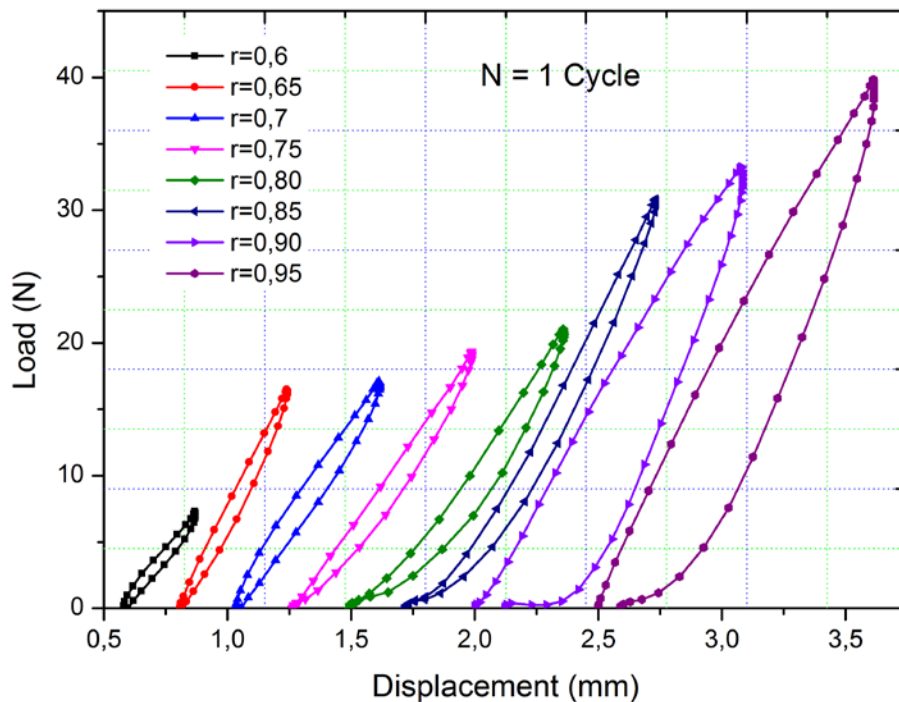




**Figure IV.4** : Boucles d'hystérésis pour les différents niveaux de chargement.

Les boucles d'hystérésis du premier cycle de fatigue ( $N = 1$ ), présentées pour les différents niveaux de chargement (figure IV.5), ont été extraites des figures VI.4 où les boucles sont déplacées le long de l'axe des abscisses pour améliorer leur visualisation. Plus le niveau de chargement  $r$  est élevé, plus la surface de la boucle d'hystérésis est grande et plus la limite exponentielle concernée est élevée. Les largeurs des différentes boucles d'hystérésis peuvent être considérées comme un indicateur d'endommagement non élastique ou énergétique pendant un cycle donné [BEZ-07]. Ce phénomène est observé aussi dans les travaux des fibres de sisal de Belaadi *et al* [BEL-13].

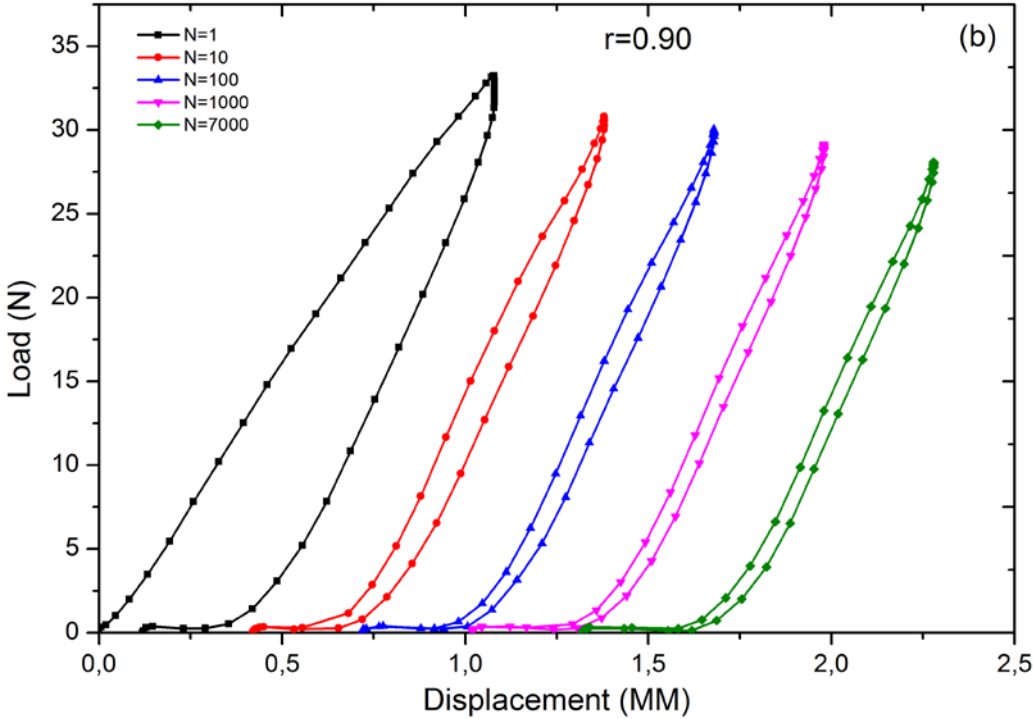
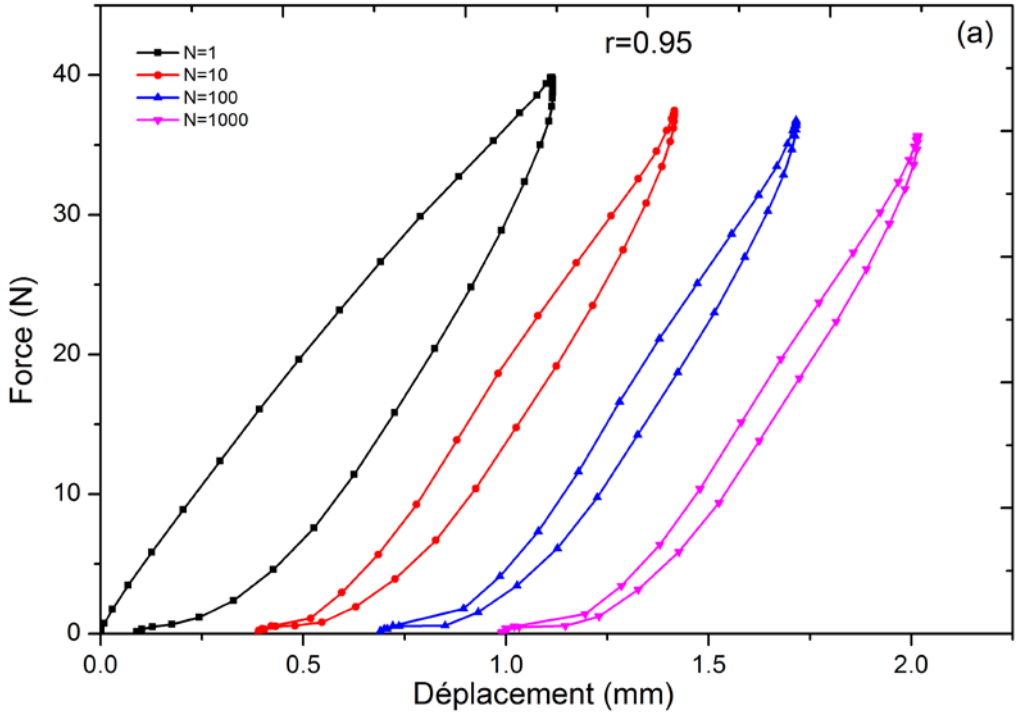
On remarque aussi que la force augmente avec l'augmentation du niveau de chargement ; les forces maximales obtenues au premier cycle sont : 15,4 ; 26,3 ; 32,4 et 39,8 N correspondant respectivement aux niveaux de chargements  $r$  : 0,60 ; 0,75 ; 0,85 et 0,95.

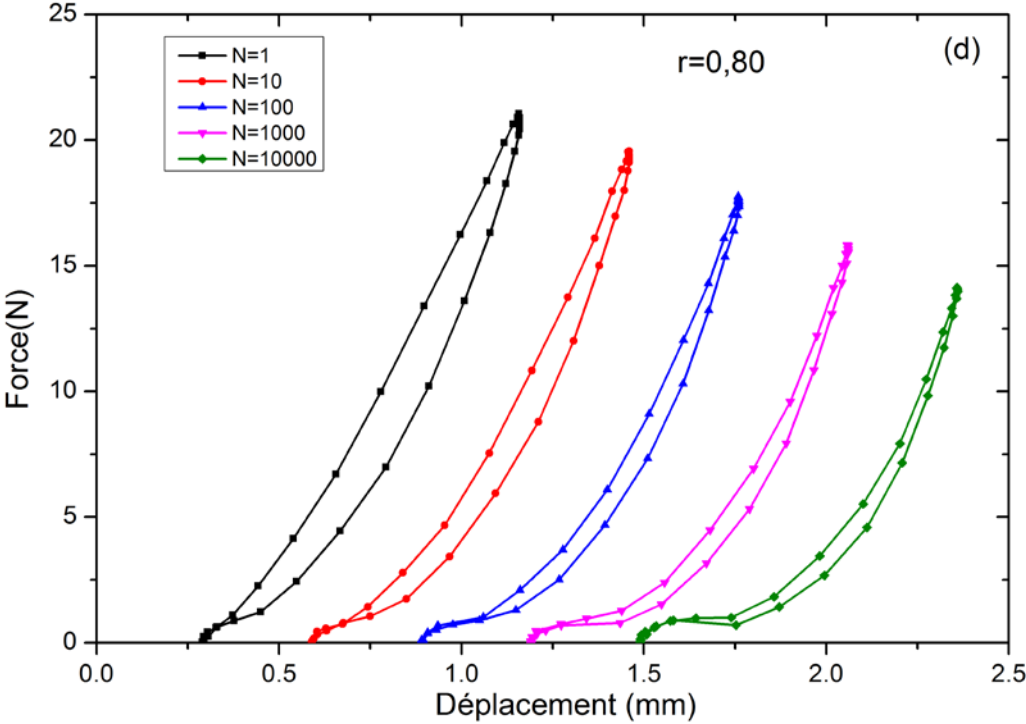
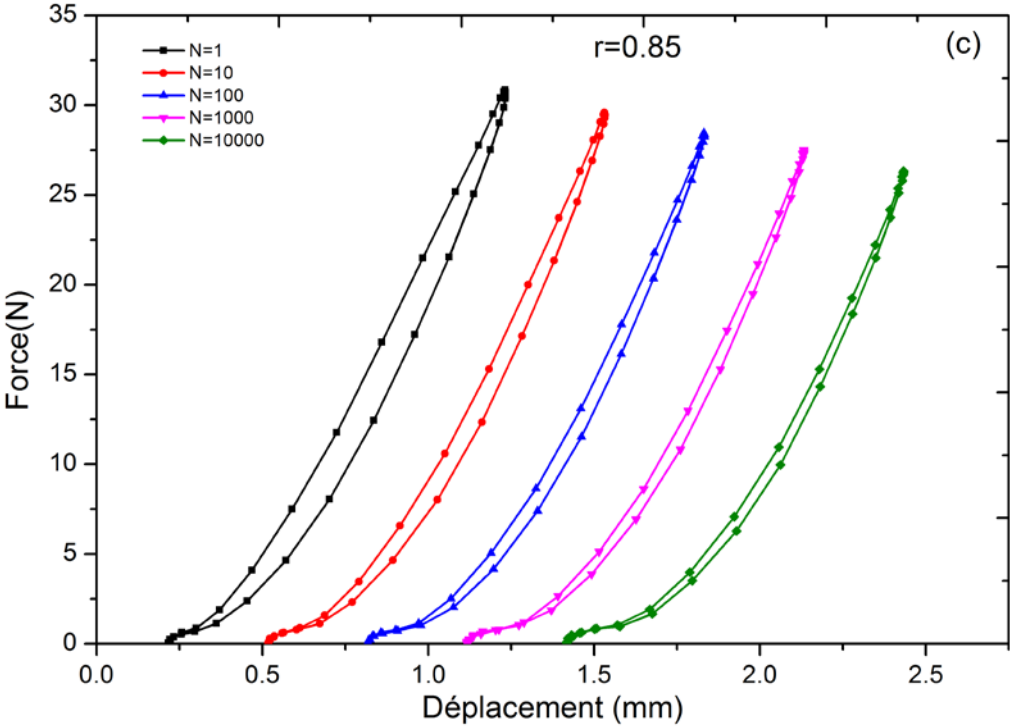


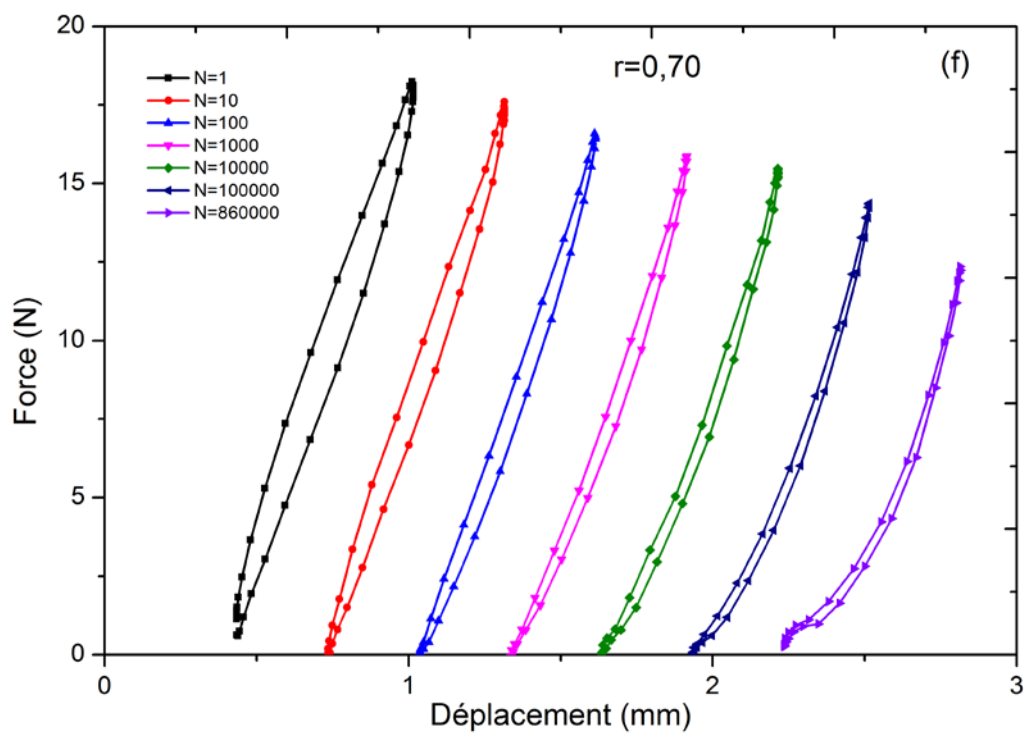
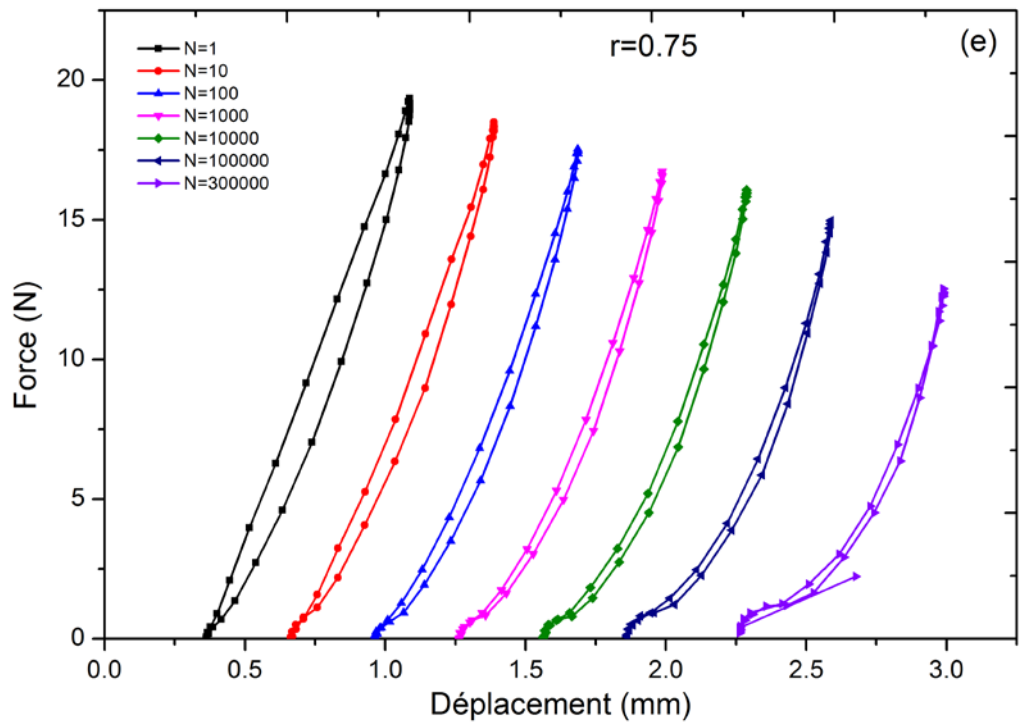
**Figure IV.5 :** Forme des boucles d'hystérésis ( $N = 1$  cycle) de la fibre de FPD pour les différents niveaux de chargement  $r$  étudiés.

La figure IV.6 a-g présente les courbes de charge-déplacement pour des nombres de cycles  $N$  spécifiques pour huit niveaux de chargement de  $r = 0,65$  jusqu'au  $r = 0,95$ . Ces courbes sont obtenues à partir des enveloppes de différents cycles d'hystérésis au cours d'un test de fatigue (elles sont extraites des données de la figure VI.4). La force maximale enregistrée est de 39,8 N pour le niveau de chargement le plus élevé  $r = 0,95$  (figure IV.6a), elle est supérieure de 74% à la force maximale utilisée par Belaadi *et al* [BEL-13] dans le cas des fibres de sisal.

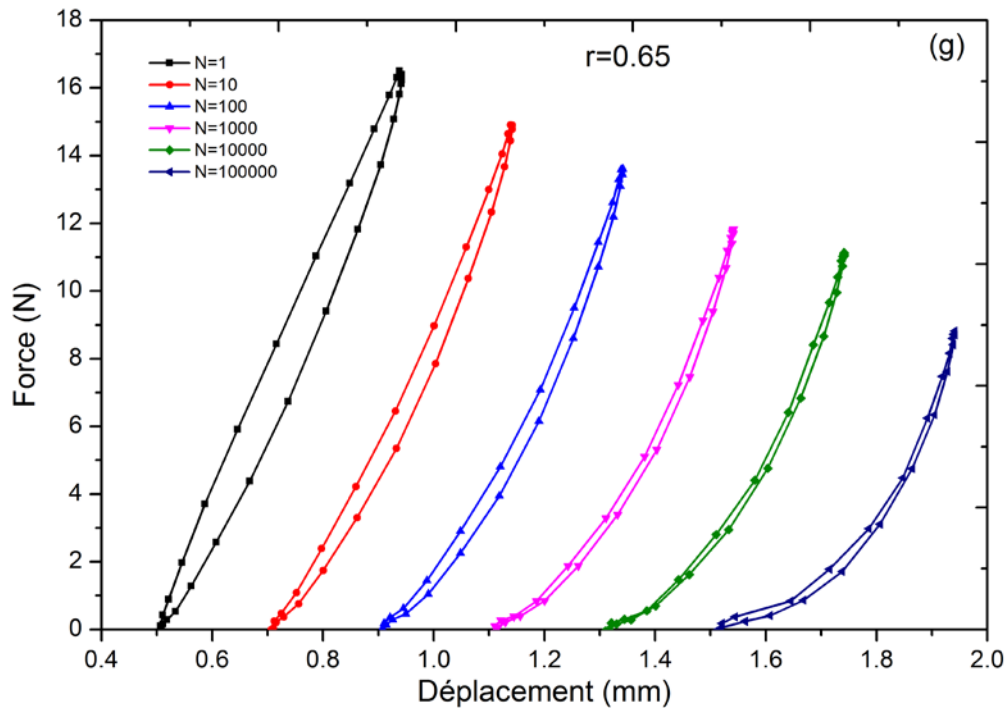
Les boucles d'hystérésis dans le présent travail montrent des ouvertures plus larges avec des surfaces plus grandes dépendant du niveau de chargement. De plus, pour un même niveau de chargement, les boucles d'hystérésis ont tendance à se fermer avec l'augmentation du nombre de cycles (figure IV.6), ceci est un signal clair de la présence de la dissipation d'énergie pendant le chargement cyclique. En d'autres termes, les dépendances entre les boucles d'hystérésis que ce soit en fonction du nombre de cycles ou du niveau de chargement ont été bien identifiées.





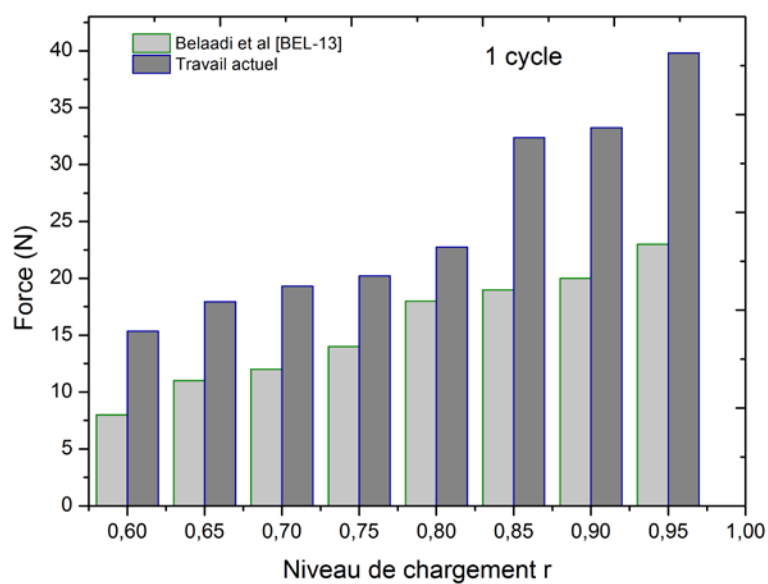






**Figure IV.6 :** Courbes de charge de déplacement cycliques pour des nombres de cycles N spécifique pour différents niveau de chargement.

D'ailleurs, même pour le niveau de chargement le plus faible ( $r = 0,65$ ), la force maximale considérée dans ce travail est égal à 15,4 N (figure IV.5h), elle est supérieure à la force maximale de l'ordre de 63% que celle utilisée dans la référence [BEL-13] et cela pour le même niveau de chargement (figure IV.7).



**Figure IV.7 :** Comparaison de la force maximale pour différents niveaux de chargement.

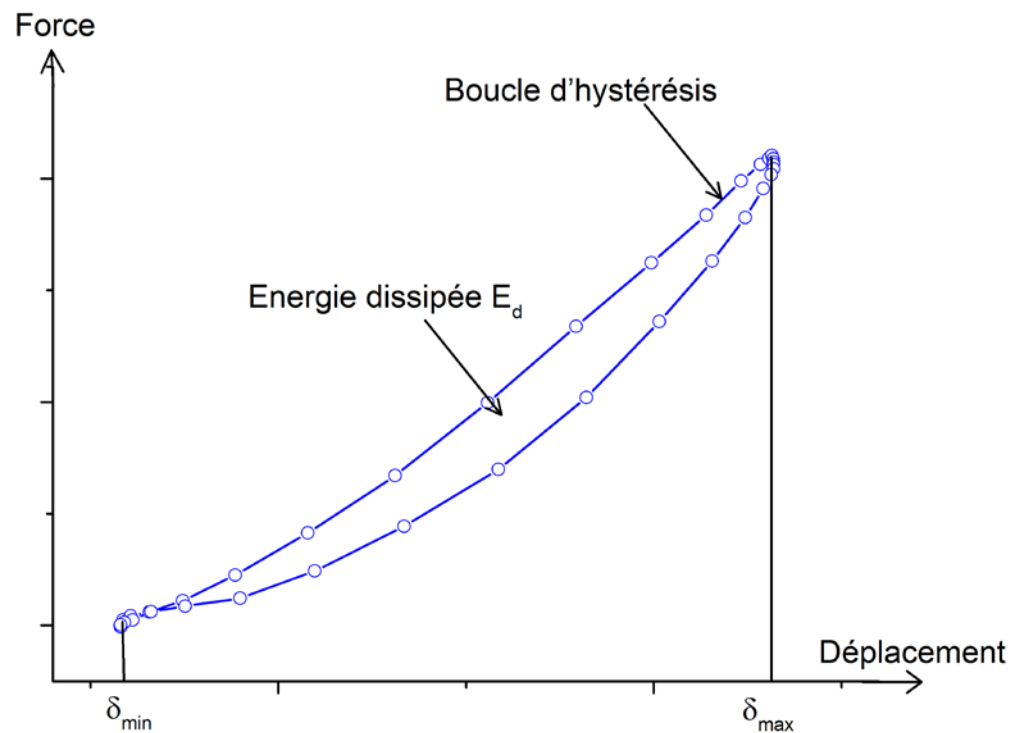
### VI.3.2.1.3 Énergie dissipée

L'aire de chaque boucle est proportionnelle à l'énergie dissipée  $E_d$  pendant le cycle correspondant [BEZ-11]. Elle peut être calculée numériquement par la méthode des trapèzes, en utilisant une simple sommation des aires. Une analyse quantitative de l'évolution de l'énergie dissipée ( $E_d$ ) en fonction du nombre de cycle  $N$  présenté sur la figure IV.8 avec  $E_d$  en (mJ) définis comme :

$$E_d = \int_{\delta_{min}}^{\delta_{max}} F d\delta$$

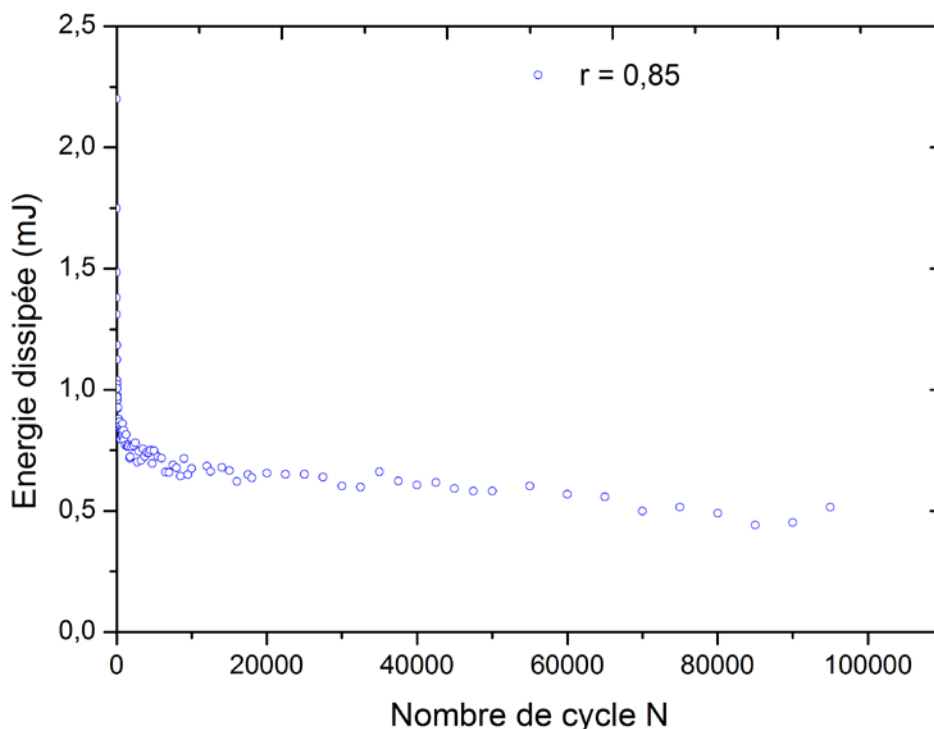
Où :

$\delta_{min}$  et  $\delta_{max}$  sont respectivement les déplacements minimale maximale pendant le chargement cyclique.



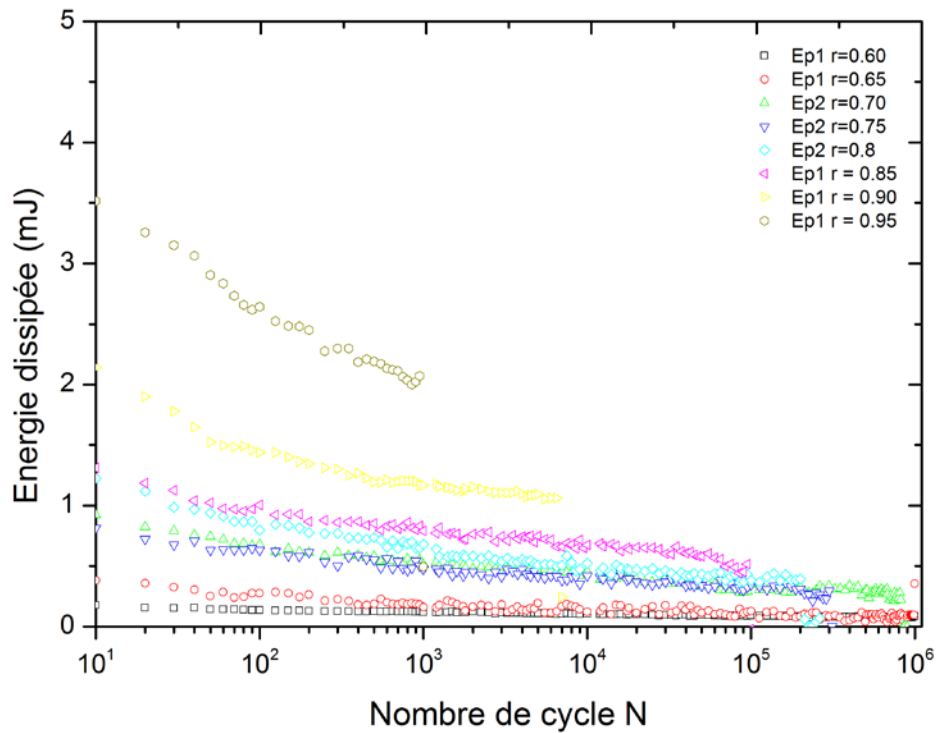
**Figure IV.8 :** Boucle d'hystérésis pour déterminer l'énergie dissipée en (mJ).

Il est possible d'identifier deux phases distinctes au sujet de l'évolution de l'énergie dissipée (figure IV.9). A titre d'exemple pour le niveau de chargement  $r = 0,70$ , la première phase consiste à une diminution très rapide dès les premiers cycles, suivis d'une région stable où l'énergie se stabilise et ne diminue presque plus (comportement plateau) où on n'observe pratiquement aucune dépendance significative de l'énergie dissipée en fonction du nombre de cycles.



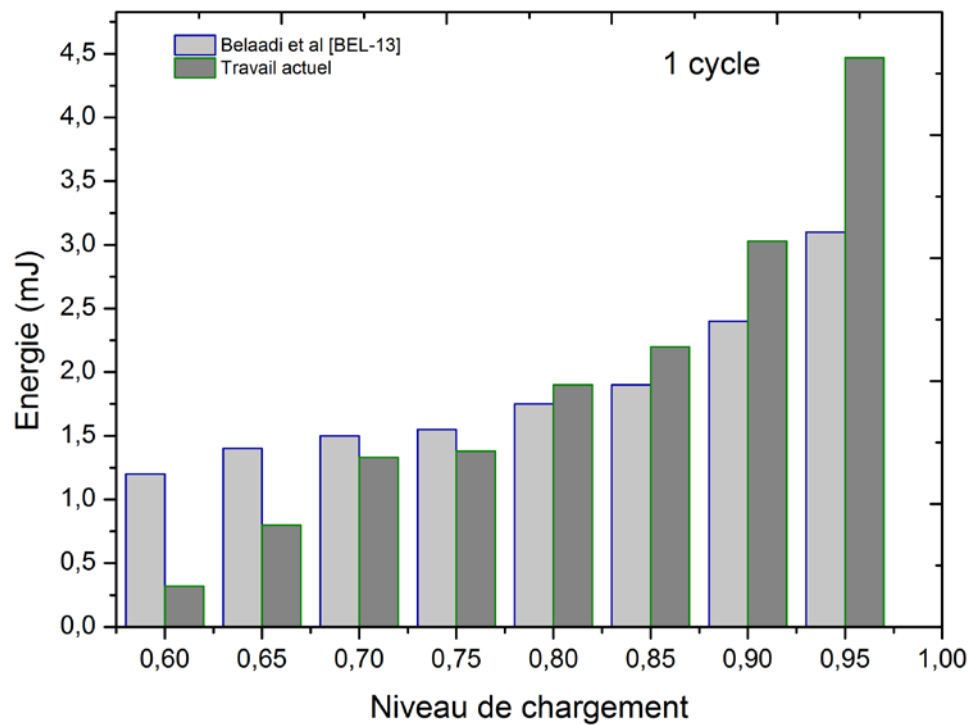
**Figure IV.9** : Energie dissipée en (mJ) pour  $r = 0,85$  en fonction du nombre de cycle N.

L'énergie dissipée ( $E_d$ ) en fonction du nombre de cycles dépend fortement du niveau de chargement appliqué. En effet, l'énergie est maximale au premier cycle ( $N = 1$ ) et elle a tendance à diminuer en fonction de l'augmentation du nombre de cycle et ceci est valable pour tous les niveaux de chargements (Figure IV.10). Pour les niveaux, le plus faible ( $r = 0,6$ ) et le plus grand ( $r = 0,95$ ) les énergies dissipées maximales, à  $N = 1$ , sont égales respectivement à 0,32 mJ et 4,47 mJ, alors que leurs valeurs minimales obtenues juste avant la rupture des éprouvettes sont égales respectivement à : 0,58 mJ à  $N = 850000$  cycles et 0,89 mJ à  $N = 1000$  cycles.



**Figure IV.10** : Energie dissipée en (mJ) en fonction du nombre de cycle N.

La figure IV.11 représente un histogramme permettant une comparaison quantitative des énergies dissipées en fatigue cyclique entre le travail actuel (fibres des bras de grappe des palmiers dattier) et le travail de Belaadi *et al* [BEL-13] pour les fibres végétales de sisal. On constate que pour les faibles niveaux ( $r = 0,6$  à  $0,75$ ), l'énergie dissipée des fibres de sisal est supérieure par rapport à celle des bras de grappe. Par contre, pour les niveaux élevés ( $r = 0,80$  à  $0,95$ ), l'énergie dissipée des fibres des bras de grappe est supérieure à celle des fibres de sisal. Ceci peut s'expliquer par la différence de rigidité entre les deux types des fibres.



**Figure IV.11** : Energie dissipée en (mJ) pour différents niveaux de chargement comparé à celle de Belaadi *et al* [BEL-13].

#### IV.2.1.4 Courbe de Wöhler ( $S-N$ )

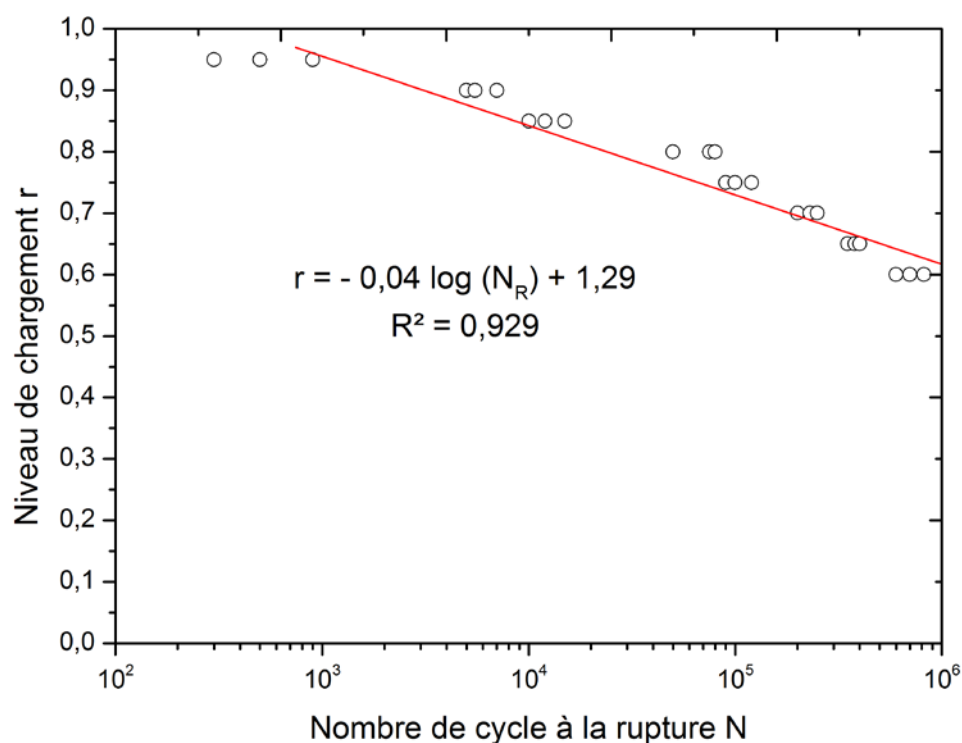
La courbe de Wöhler a pour but de caractériser la durée de vie des matériaux étudiés, une relation linéaire introduite par Mandell [MAN-82] dans le cas de traction à contrainte imposée sur des composites à matrice organique est décrite souvent par :

$$\sigma = UTS + b \cdot \log N_R \quad (IV.6)$$

Où les constantes  $UTS$  et  $B$  dépendent respectivement du type du matériau et des conditions de chargement, et  $N_R$  est le critère de rupture. Plus précisément,  $UTS$  indique le comportement monotone dictée par le chargement à vitesse de déformation, tandis que  $B$  est directement lié au phénomène de fatigue. La variation du niveau de chargement  $r$  en fonction du nombre de cycles  $N$  peut être décrite par l'équation suivante [BEZ-09, BEZ-03] :

$$r = a - b \cdot \log N_R \quad (\text{IV.8})$$

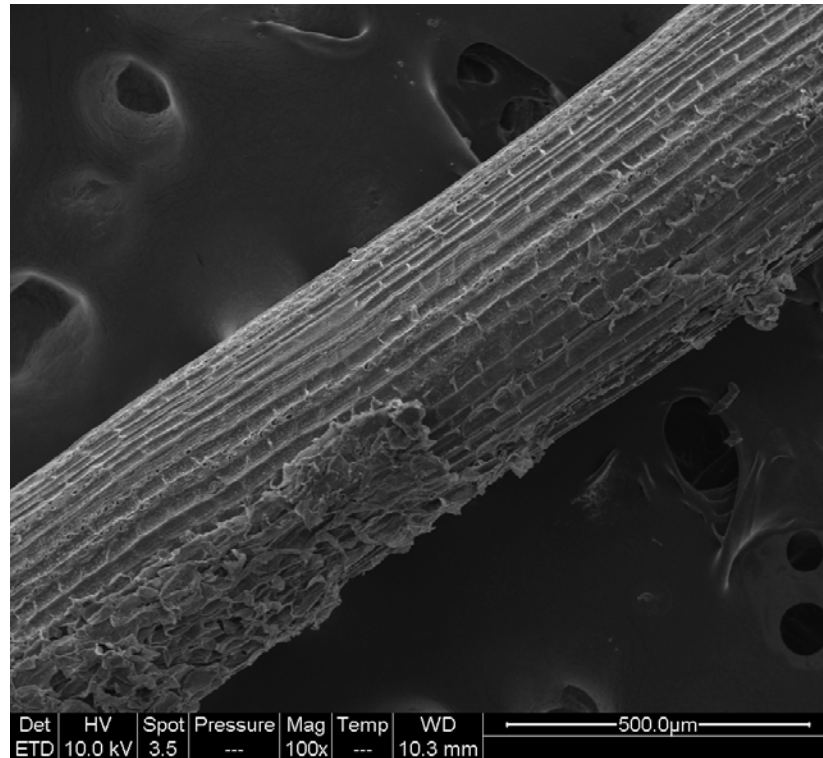
Une courbe  $S-N$  pour la fibre de bras de grappe de palmier dattier basée sur les critères de rupture  $N_R$  est présentée dans la figure IV.12. Pour ces fibres, les valeurs de  $a$  et  $b$  sont déterminées par la pente d'une droite linéaire (moindres carrés) dans l'équation (IV.8) et sont respectivement égale à 1,29 et 0,04 (avec un coefficient de corrélation  $R^2 = 0,929$ ). Belaadi *et al* [BEL-13] ont également trouvé des valeurs proches de nos valeurs dans le cas des fibres de sisal, ils ont trouvé les valeurs de  $a$  et  $b$  respectivement 0,162 et 0,046 (avec un coefficient de corrélation  $R^2 = 0,95$ ). Ces résultats prouvent clairement que le nombre de cycles à la rupture à un niveau de chargement donné  $r$  augmente avec la diminution du niveau de chargement des fibres des bras de grappes des palmiers dattiers.



**Figure IV.12** : Courbe  $r - N$  de Wöhler de la fibre de bras de grappe de palmier dattier en utilisant le critère de rupture  $N_R$ .

#### IV.2.1.5 Observation au microscope à balayage électronique

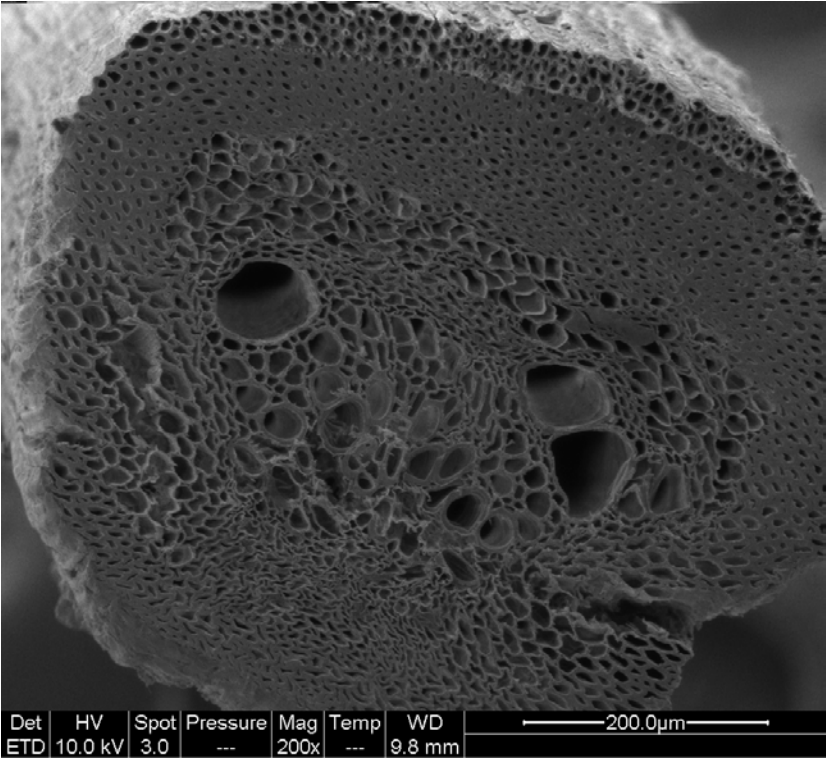
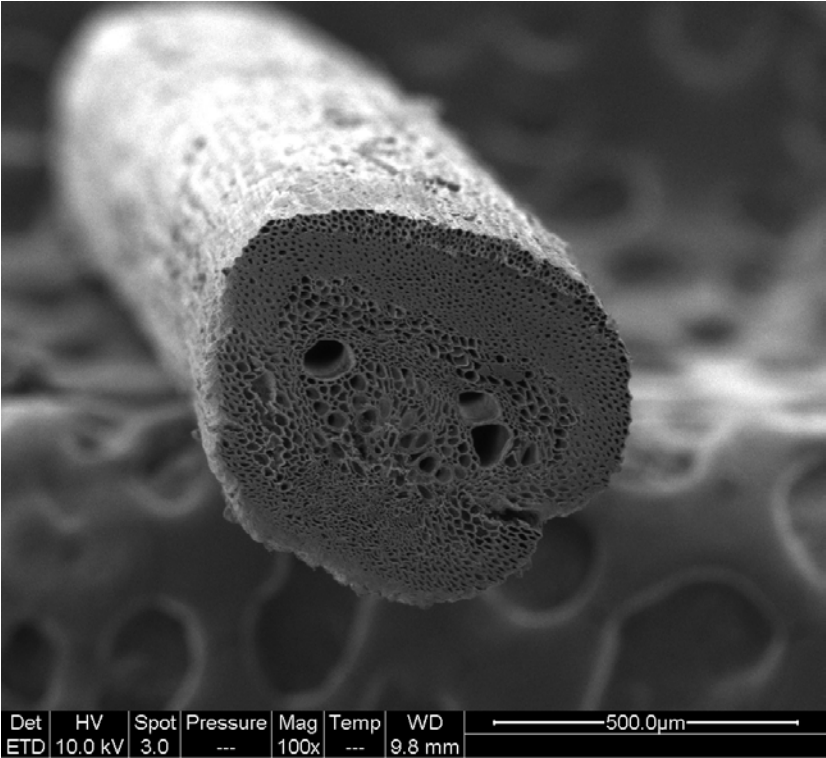
Les figures IV.13 à IV.13 montrent les micrographies prise par un microscope à balayage électronique (MEB) de la fibre des bras des palmiers dattier (faite à LGP2 de Grenoble). La figure IV.13 représente une vue longitudinale de la surface de la fibre où on remarque qu'elle est partiellement constituée par une couche rugueuse essentiellement de lignine, ceci est typique pour la plupart des surfaces des fibres végétales.



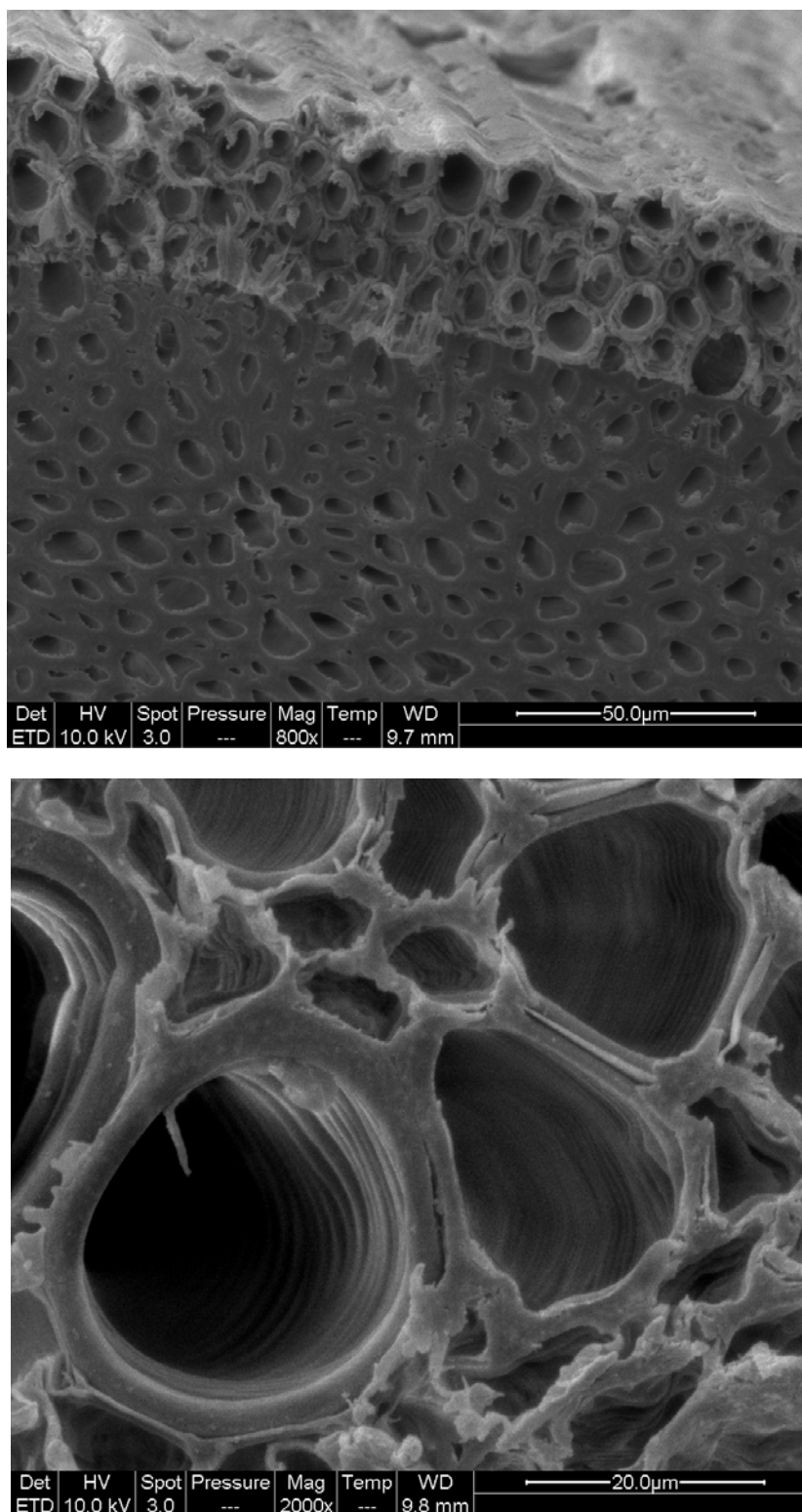
**Figure IV.13** : Examen de la fibre de bras de grappe de palmier dattier par MEB, vue longitudinale.

La figure IV.14 présente la section droite de la fibre de bras de grappe de palmier dattier avec une vue globale ainsi que le détail des cellules de la fibre avec des zooms différents. Cette image est prise pour analyser la morphologie de la fibre et de donner plus de détails à l'intérieure de la fibre elle-même, les fibres des bras de grappe ont une forme pratiquement circulaire. Certaines cellules ont tendance à se fermer, ceci est due à la coupe de la section de la fibre par un rasoir lors de la préparation de l'échantillon avant de le mettre à l'intérieure du MEB. On constate aussi que chaque fibre est constituée de cellules poreuses et que dans la partie centrale, quelques cellules sont de tailles beaucoup plus grandes que celles

qui les entourent. Ces grands trous servent probablement à la nutrition de la plante. La figure VI.14d montre que les cellules sont en forme de ressorts.

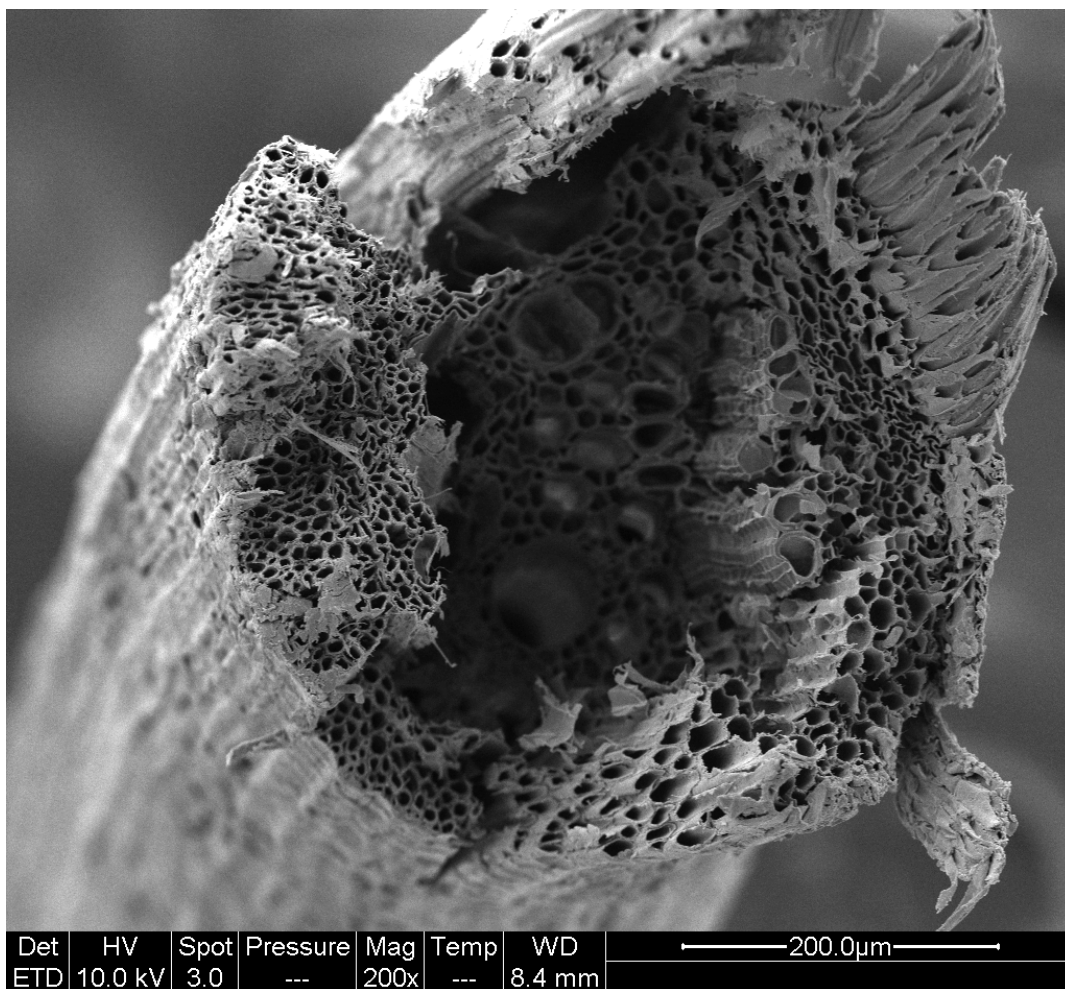






**Figure IV.14** : Examen par MEB de la section transversale de la fibre de bras de grappe de palmier dattier (a) Vue globale (b), (c) et (d) détails des cellules de fibre.

La figure IV.15 présente la vue transversale correspondant au faciès de rupture par fatigue cyclique d'une fibre de bras de grappe de palmier dattier. Le caractère fibrillaire de la fibre est notable et comparable à un matériau cellulaire poreux de forme quasi cylindrique. La rupture de la fibre est effectuée principalement à partir des fébriles qui se situent au centre, ceci peut être expliqué par le fait que les cellules sont plus grande et donc constitue une faiblesse mécanique.




**Figure IV.15** : Examen de la fibre rompue de bras de grappe de palmier dattier par MEB.

#### IV.4 Conclusion

Ce chapitre, réservé à l'essai de fatigue cyclique des fibres de bras de grappe de palmier dattier, nous a permis de conclure les points suivants :

- ✓ Les essais en fatigue cyclique sont réalisés pour la première fois pour les fibres des bras de grappe de palmier dattier ;
- ✓ Le suivi de l'endommagement en fatigue montre que la perte de charge  $F/F_0$  jusqu'à la rupture de l'éprouvette, se déroule en trois phases : dans la première, la diminution de  $F/F_0$  est brutale, elle est liée à la microstructure de la fibre, la deuxième phase est caractérisée par une diminution très lente, correspondant à la quasi-totalité de la durée de vie de l'éprouvette et enfin la perte de charge s'accélère brutalement dans la troisième phase jusqu'à la rupture totale de l'éprouvette ;
- ✓ L'énergie dissipée en fatigue cyclique des fibres des bras de grappe des palmiers dattiers pour de faibles niveaux de chargement (0,6 à 0,75) est supérieur à celle des fibres végétales de sisal, ceci peut s'expliquer par la différence de rigidité entre les deux types des fibres. Par contre, le phénomène inverse est enregistré pour des niveaux de chargements élevés (0,80 à 0,95).
- ✓ Les courbes  $S-N$  dérivées des données de traction en fatigue prouvent que les fibres de palmier dattier suivent une pente négative classique, avec une bonne valeur  $R^2$  obtenue pendant le traçage de la droite.



## **CHAPITRE V : Etude statistique du comportement en statique des fibres de palmier dattier**

## **CHAPITRE V**

# **Etude statistique du comportement en statique des fibres de palmier dattier**

### **V.1 Introduction**

Ce chapitre est subdivisé en deux parties. Dans la première partie, est présentée la théorie de la distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres qui a été appliquée pour estimer les propriétés mécaniques à savoir la contrainte, la déformation à la rupture et le module de Young des fibres de palmier dattier, qui ont montré une grande dispersion dans les résultats des essais de traction statique. On vérifie aussi l'influence des facteurs explicatifs (variable indépendante c'est à dire les concentrations), si elles ont un impact significatif sur les variables dépendantes (contrainte et module de Young). Dans la deuxième partie, les résultats des essais statiques de traction monotone ont été aussi analysés statistiquement par une analyse de variance (ANOVA) à un facteur en utilisant le logiciel MINITAB version 17.

## V.2 Généralités

Les caractéristiques mécaniques des fibres naturelles se caractérisent par de fortes dispersions, ceci est dû principalement au fait de l'âge des plantes, milieu de leur croissance, conditions climatiques, partie d'extraction (interne ou externe) ... etc. Pour estimer les caractéristiques mécaniques moyennes des fibres, une méthode largement utilisée par les spécialistes des matériaux qui consiste à l'application de la méthode statistique de Weibull a été utilisée par plusieurs auteurs, afin de quantifier le degré de variabilité de la résistance pour différents types de fibres naturelles [BEV-10, THO-13, ZAF-07, ZHA-00, BEL-14, BEZ-14].

## V.3 Analyse statistique

Les fibres reprennent presque la totalité de l'effort axial et, par conséquent, contrôlent la rupture du composite. Étant donné que ces dernières sont constituées de matériaux fragiles, la rupture s'initie habituellement à la racine d'une fissure ou d'un défaut. La fibre peut être idéalisée par une chaîne dont les différents maillons partagent la même charge mais ont des résistances ultimes différentes. Il y aura rupture de la chaîne ou de la fibre lorsque la contrainte axiale aura atteint la valeur de la contrainte ultime du lien le plus faible. Ce concept est souvent désigné par la Théorie du Lien Faible [LEV 00]. De plus, la répartition et la taille des défauts, ou plutôt la résistance ultime d'un lien, suit une certaine distribution statistique. En effet, les défauts sont généralement introduits par des causes inconnues ou hors contrôle dont la somme des effets peut être modélisée par une distribution statistique.

## V.4 Analyse Statistique de Weibull

L'analyse semi-empirique de Weibull est souvent utilisée dans le cas d'un état de contrainte uniaxial et pour les matériaux fragiles. Elle consiste à relier la probabilité d'une population d'échantillons survivants à un essai de chargement.

On divise la fibre en  $N$  segments dans lesquels la contrainte est supposée uniforme est égale à  $\sigma_i$ . La probabilité pour qu'un segment soit rompu à la contrainte  $\sigma_i$  est  $F(\sigma_i)$ .

Où  $F(\sigma_i)$  est la fonction de densité de probabilité définie par [CHA-05]:

$$F(\sigma_i) = \int_0^{\sigma_i} f(\sigma) d\sigma \quad (\text{V.1})$$

Si  $\sigma_R$  est la résistance théorique à la rupture du matériau :

$$F(\sigma_R) = \int_0^{\sigma_R} f(\sigma) d\sigma = 1 \quad (\text{V.2})$$

La probabilité pour qu'un maillon ne soit pas rompu à la contrainte  $\sigma_i$  est égale à  $(1 - F(\sigma_i))$  et la probabilité  $R$ , que toute la fibre ne soit pas rompue est donnée par :

$$R = \prod_{i=1}^N (1 - f(\sigma_i)) \quad (\text{V.3})$$

Si l'on suppose que la contrainte dans la fibre est uniforme et égale à  $\sigma$  :

$$R = (1 - F(\sigma))^N \quad (\text{V.4})$$

La probabilité pour que la fibre soit rompue est alors :

$$P_r(\sigma) = 1 - R = 1 - (1 - F(\sigma))^N \quad (\text{V.5})$$

En utilisant l'approximation de poisson,  $\lim_{N \rightarrow \infty} \left(1 + \frac{x}{N}\right)^N = \exp(x)$  on obtient :

$$(1 - F(\sigma))^N = \exp(-NF(\sigma)) \quad (\text{V.6})$$

Le nombre de maillons est supposé proportionnel à la longueur  $L$  de la fibre, ce qui permet d'écrire  $NF(\sigma) = L\Phi(\sigma)$  où la fonction  $\Phi$  reste à déterminer. Weibull a proposé pour cette fonction la forme empirique suivante :

$$\Phi(\sigma) = \frac{(\sigma - \sigma_u)^m}{\sigma_0}, \sigma > \sigma_u \quad (\text{V.7})$$

Ou :

$\sigma_u$  : Contrainte seuil (contrainte ultime) en dessous de laquelle il n'y a pas de rupture possible ;

$\sigma_0$  : Facteur d'échelle ;

$\sigma$  : La contrainte appliquée ;

$m$  : Paramètre rendant compte de la largeur de la distribution.

Le paramètre  $m$  caractérise la dispersion de la taille des défauts. Une valeur élevée du paramètre  $m$  indique que les défauts le long de la fibre ont une taille relativement similaire. Par contre, une faible valeur de  $m$  révèle que les défauts présents dans la fibre ont des dimensions diverses c'est ce qui entraînent la rupture pour des valeurs de contraintes très différentes [ZIN-99].

Dans la plupart des cas, le seuil de rupture est très faible et on peut le considérer  $\sigma_u \approx 0$ . La probabilité de rupture d'une fibre subissant une contrainte  $\sigma$  est alors donnée par [CHA-05] :

$$F_r(\sigma) = 1 - \exp\left[-L\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right] \quad (\text{V.8})$$

Plusieurs méthodes sont utilisées pour déterminer les paramètres de Weibull  $m$  et  $\sigma_0$  à partir des données expérimentales. Elles peuvent être en deux catégories :

- ✓ Linéarisation de l'équation (V.8) (*Linearized Methods*).
- ✓ Approximation des données expérimentales avec l'équation (V.8) (*Non Linear Equation Methods*) [DAV-11].



### V.5 Résultats et discussions :

Les propriétés mécaniques sont analysées par le logiciel commercial *Minitab 17* par l'utilisation des lois de Weibull à 2 et à 3 paramètres afin de déterminer la distribution la mieux adéquate. Dans les figures V.1 à V.3 sont respectivement représentés seulement les résultats de distribution de Weibull pour les contraintes et les déformations à la rupture et le module de Young des fibres de palmier non traitées et ceux traitées avec 0,5 % de NaOH pour une durée de 12h représentant les meilleures augmentations des propriétés mécaniques. Par contre, tout les résultats obtenus sont regroupés dans les tableaux V.1 et V.2.

Les modules  $m$  de Weibull à 2 et à 3 paramètres sont déterminés graphiquement par une équation linéarisée (la méthode des moindres carrés 'least square estimation LS'), qui représente la pente de la courbe. De même, on peut déterminer les facteurs de forme et d'échelle, cette méthode permet de déterminer les modules ( $m$ ), ainsi que la comparaison entre les différentes hypothèses liées à la nature des résultats expérimentaux obtenus.

La figure V.1 permet de comparer les deux types de probabilités (à deux est à trois paramètres) pour les contraintes à la rupture. A titre d'exemple, si on prend le module ( $m$ ) et la contrainte caractéristique ( $\sigma_0$ ) de Weibull à deux paramètres pour la fibre de palmier non traitée qui sont égales respectivement à 4,45 et 128,23 MPa, alors ceux obtenus par Weibull à trois paramètres sont de l'ordre de:  $m = 2,42$  et  $\sigma_0 = 80,73$  MPa. De la même manière, le  $m$  et  $\sigma_0$  déterminé par Weibull à deux paramètres pour la fibre de palmier traitée avec 0,5% NaOH pendant 12h, qui sont égales respectivement à 2,71 et 359,71 MPa et ceux obtenus par Weibull à trois paramètres, sont de l'ordre de:  $m = 2,85$  et  $\sigma_0 = 372,11$  MPa.

L'analyse des résultats obtenus, montre que la distribution de Weibull à deux paramètres est la plus adéquate dans notre cas car les estimations des contraintes moyennes obtenus pour les fibres non traitées (NT) et traitées (0,5% NaOH 12h) sont les plus proches de ceux obtenus expérimentalement. En d'autres termes, les valeurs de  $\sigma_0$  obtenues par Weibull à deux paramètres sont égales respectivement 128 MPa et 359 MPa pour les fibres non traités et traités sont proche de celles obtenues expérimentalement qui sont respectivement 117 MPa et 328 MPa.

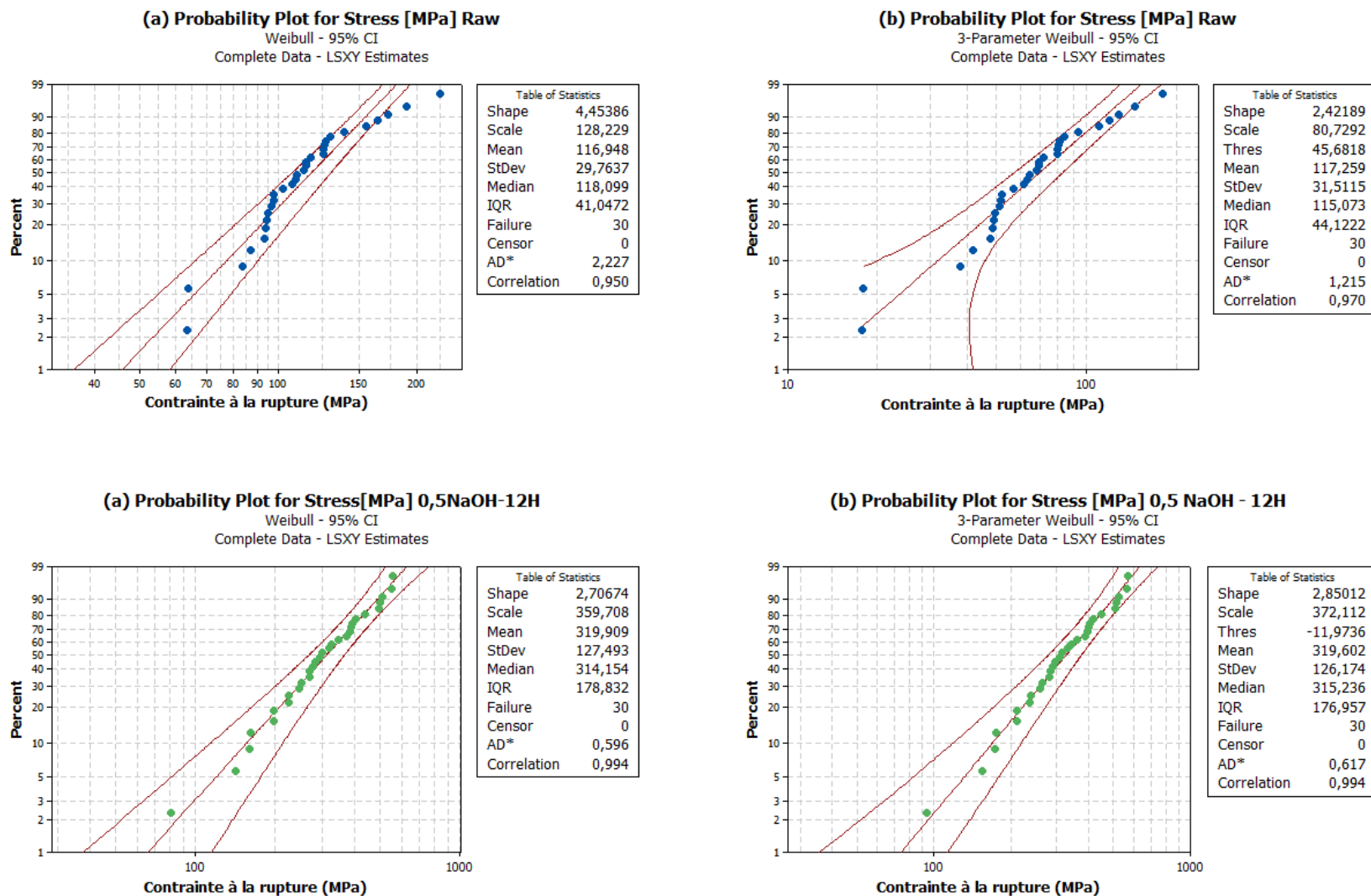


Figure V.1 : Distribution de Weibull pour les contraintes à la rupture des fibres de palmier dattier, non traitée et traitées à 0,5% NaOH pendant 12h.

La figure V.2 permet de comparer les valeurs obtenues des modules de Young ( $E_0$ ) et de Weibull ( $m$ ) obtenus par les deux types de probabilités à deux et à trois paramètres. Les paramètres  $m$  et  $E_0$  obtenus par Weibull à deux paramètres pour les fibres de palmier non traitées sont égales respectivement à 3,73 et 4,78 GPa et pour le module de Weibull à trois paramètres, les valeurs trouvées sont respectivement de l'ordre de: 1,76 et 2,85 GPa. Ainsi que le module ( $m$ ) et le module de Young caractéristique ( $E_0$ ) de Weibull à deux paramètres pour la fibre de palmier traitée avec 0,5% NaOH pendant 12h, qui sont égales respectivement à 2,21 et 13,28 GPa. Pour le module de Weibull à trois paramètres, on trouve que:  $m = 4,25$  et  $E_0 = 20,16$  GPa.

L'analyse des résultats obtenus, montre que la distribution de Weibull à deux paramètres est la plus adéquate dans notre cas car les estimations moyennes des modules de Young obtenus pour les fibres non traitées (NT) et traitées (0,5% NaOH 12h) sont les plus proches de celles obtenues expérimentalement. En d'autres termes, les valeurs de ( $E_0$ ) obtenues par Weibull à deux paramètres sont égales respectivement 4,78 GPa et 13,28 GPa pour les fibres non traitées et traitées sont proche de celles obtenues expérimentalement qui sont respectivement 4,31 GPa et 11,76 GPa.

La figure V.3 représente les deux types de probabilités pour les déformations à la rupture. On constate que le module ( $m$ ) et la déformation caractéristique ( $\mathcal{E}_0$ ) de Weibull à deux paramètres pour la fibre de palmier non traitée sont égaux respectivement à 3,37 et 5,54 % et pour le module de Weibull à trois paramètres :  $m = 1,3$  et  $\mathcal{E}_0 = 1,52$  %.

Le module ( $m$ ) et la déformation caractéristique ( $\mathcal{E}_0$ ) de Weibull à deux paramètres pour la fibre de palmier traitée avec 0,5% NaOH pendant 12h sont égaux respectivement à 3,5 et 7,06 % et pour le module de Weibull à trois paramètres:  $m = 1,74$  et  $\mathcal{E}_0 = 2,91$  MPa.

Il est à noter que la distribution de Weibull à deux paramètres est la plus adéquate pour l'estimation de la déformation à la rupture des fibres non traitées (NT) et traitées (0,5% NaOH 12h) car les résultats obtenus par cette méthode sont plus proche de ceux obtenus expérimentalement.

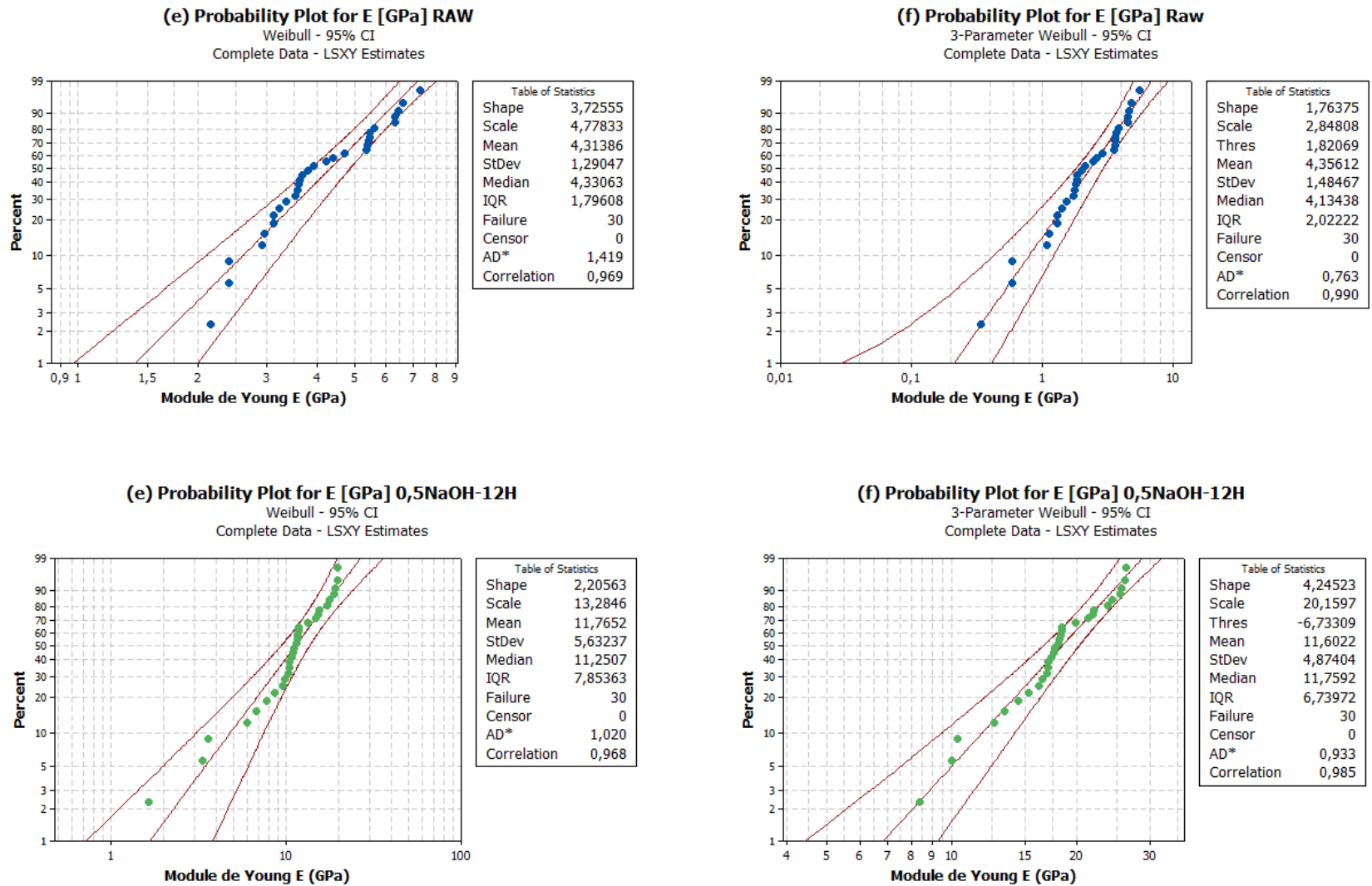


Figure V.2 : Distribution de Weibull pour les modules de Young des fibres de palmier dattier, non traitées et traitées à 0,5% NaOH pendant 12h.

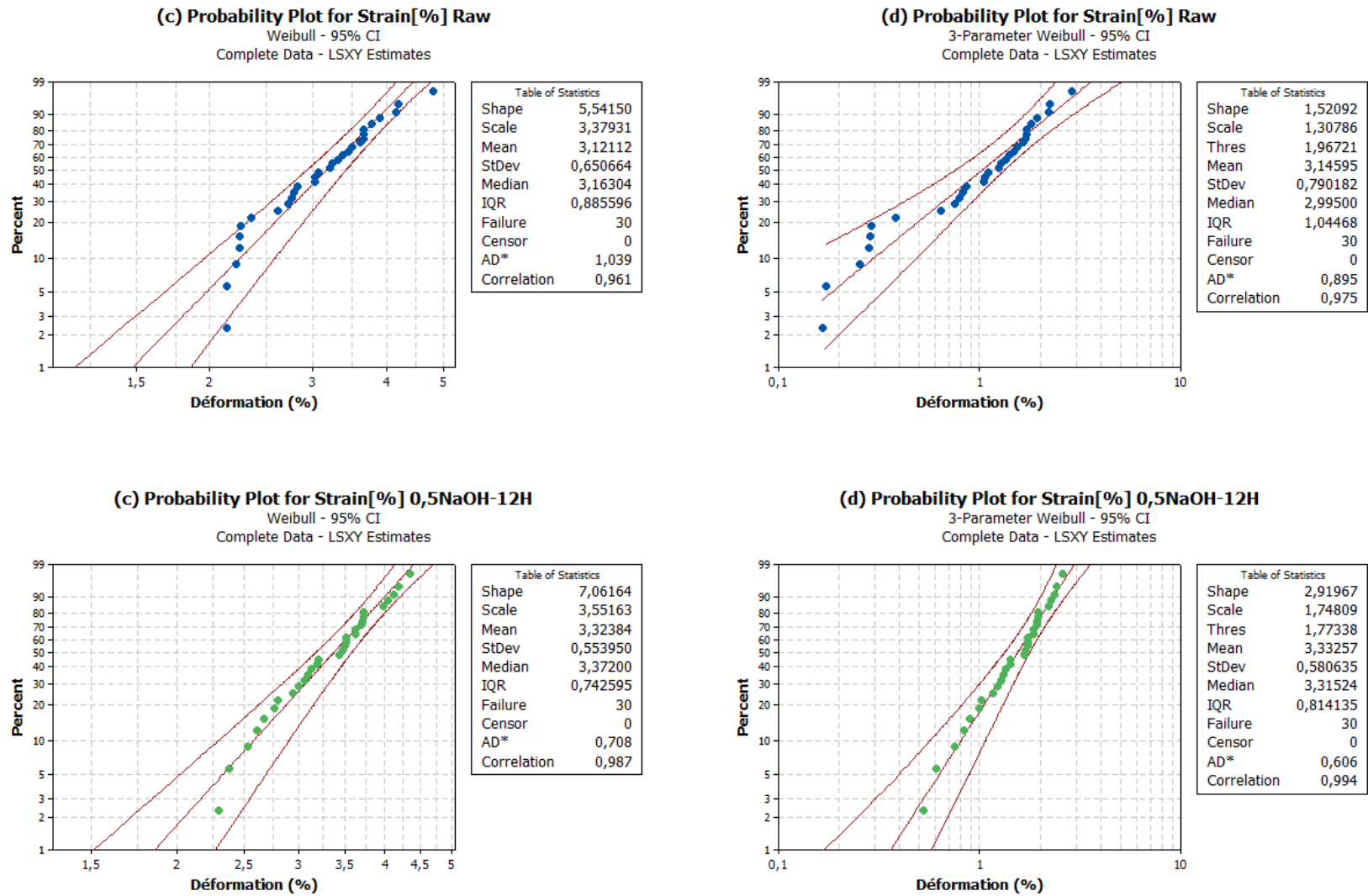


Figure V.3 : Distribution de Weibull pour les déformations à la rupture des fibres de palmier dattier, non traitées et traitées à 0,5% NaOH pendant 12h.

Les tableaux V.1 à V.3 regroupent tous les résultats obtenus des propriétés mécaniques (respectivement, contraintes, module de Young et déformation à la rupture) expérimentales et ceux estimés par la méthode de Weibull à deux et à trois paramètres pour les fibres des bras de grappe des palmiers dattiers traitées et non traitées. Il est important de signaler que le diamètre des fibres traitées par le NaOH sont plus petits d'environ 30% en moyenne par rapport à ceux non traitées, ceci peut être expliqué par le faite de la disparition partielle ou totale de la lignine qui était collée sur les surfaces externes conduisant à une réduction des diamètres des fibres.

L'analyse des résultats présentés dans les Tableau V.1 à V.4, révèle que les propriétés mécaniques estimées par la méthode de Weibull à deux paramètres sont plus proche des valeurs expérimentales avec un coefficient de corrélation  $R^2$  variant de 0,95 à 0,99. Alors que la méthode de Weibull à trois paramètres sous-estime ou surestime les valeurs obtenus expérimentalement.

A titre d'exemple si on prend les deux premières lignes du Tableau V.2, il ressort que les valeurs moyennes des contraintes caractéristiques ( $\sigma_0$ ), obtenues par Weibull à deux paramètres, pour les fibres de palmier non traitées et traitées avec 0,5% NaOH pendant 12h sont égales respectivement à 128,2 MPa et 359,7 MPa on constate qu'elles sont proche de celles obtenues expérimentalement et qui sont respectivement de l'ordre de à 117,4 MPa et 328,1 MPa. Par contre, la contrainte moyenne obtenue par Weibull à trois paramètres, pour les fibres non traitées, est de d'ordre de:  $\sigma_0 = 80,73$  MPa donc elle est sous estimée par rapport à la valeur obtenue expérimentalement, alors que la contrainte obtenues pour les fibres traitées avec 0,5% NaOH pendant 12h est alors égale à 372 MPa donc elle est sur estimée.

**Table V.1** Résultats des probabilités de Weibull pour les contraintes à la rupture des fibres de bras de grappe des palmiers dattiers non traitées et traitées.

	Expérimentales		Weibull 2P			Weibull 3P			
	$D_{moy}$ ( $\mu m$ )	$\sigma$ (MPa)	m	$\sigma_0$ (MPa)	$R^2$	m	$\sigma_0$ (MPa)	$\sigma_u$ (MPa)	$R^2$
<b>Non traitée</b>	<b>577±83</b>	<b>117±35</b>	4,45	<b>128,23</b>	0,95	2,42	<b>80,73</b>	45,68	0,97
<b>0.5 NaOH 12h</b>	349±73	<b>328±119</b>	2,71	<b>359,71</b>	0,99	2,85	<b>372,11</b>	11,97	0,99
<b>0.5 NaOH 24h</b>	<b>468±130</b>	178±78	2,67	198,16	0,98	1,70	149,30	45,20	1,00
<b>0.5 NaOH 48h</b>	423±87	199±87	2,83	220,93	0,97	1,97	174,03	43,87	0,98
<b>0.5 NaOH 72h</b>	441±120	206±88	2,65	230,74	0,98	2,49	221,73	8,58	0,98
<b>0.5 NaOH 96h</b>	387±91	233±94	3,00	258,49	0,96	1,35	155,14	93,32	0,99
<b>1 NaOH 12h</b>	357±75	245±89	3,36	270,77	0,98	1,99	189,80	76,79	0,99
<b>1 NaOH 24h</b>	419±99	276±115	2,44	312,40	0,98	3,10	366,03	51,57	0,99
<b>1 NaOH 48h</b>	390±68	229±72	3,47	254,67	0,98	4,11	287,69	32,45	0,98
<b>1 NaOH 72h</b>	443±87	227±98	2,60	253,71	0,99	1,72	196,83	52,72	1,00
<b>1 NaOH 96h</b>	394±79	222±87	3,07	246,89	0,97	1,50	154,89	84,49	0,99
<b>2 NaOH 12h</b>	383±69	234±90	2,41	261,70	0,98	1,55	200,40	55,37	0,99
<b>2 NaOH 24h</b>	431±113	235±117	3,38	242,45	0,98	2,56	199,60	41,23	0,99
<b>2 NaOH 48h</b>	407±138	231±100	2,37	260,84	0,97	2,15	244,57	15,05	0,97
<b>2 NaOH 72h</b>	423±133	229±117	2,55	252,73	0,96	1,22	158,20	82,02	0,99
<b>2 NaOH 96h</b>	431±99	220±76	2,34	267,74	0,97	5,47	476,73	106,11	0,99
<b>3 NaOH 12h</b>	336±69	292±105	3,66	320,02	0,95	1,94	201,67	111,36	0,98
<b>3 NaOH 24h</b>	385±88	237±105	2,48	267,41	1,00	2,22	250,22	16,30	1,00
<b>3 NaOH 48h</b>	354±52	224±101	2,44	251,54	0,99	1,81	209,96	38,52	0,99
<b>3 NaOH 72h</b>	<b>336±70</b>	268±88	4,08	293,02	0,96	1,66	152,80	131,47	0,98
<b>3 NaOH 96h</b>	405±86	220±78	3,46	243,76	0,97	3,14	227,26	16,01	0,97

**Table V.2** Résultats des probabilités de Weibull pour les modules de Young des fibres de bras de grappe des palmiers dattiers.

	Expérimentales		Weibull 2P			Weibull 3P			
	$D_{moy}$ ( $\mu m$ )	E	m	$E_0$ (GPa)	$R^2$	m	$E_0$ (GPa)	$E_u$ (GPa)	$R^2$
<b>Non traitée</b>	<b>577±83</b>	4,3±1,4	3,73	4,78	0,97	1,76	2,85	1,82	0,99
<b>0.5 NaOH 12h</b>	349±73	11,6±4,8	2,21	13,28	0,97	4,25	20,16	0,73	0,99
<b>0.5 NaOH 24h</b>	<b>468±130</b>	5,2±3,0	1,47	5,90	0,96	2,28	7,05	1,12	0,99
<b>0.5 NaOH 48h</b>	423±87	5,4±3,6	1,37	6,06	0,98	1,68	6,51	0,43	0,99
<b>0.5 NaOH 72h</b>	441±120	7,5±3,8	2,29	8,40	0,98	2,24	8,29	0,11	0,98
<b>0.5 NaOH 96h</b>	387±91	8,8±3,8	2,31	9,96	0,99	2,54	10,54	0,55	0,99
<b>1 NaOH 12h</b>	357±75	9,5±3,3	2,96	10,62	0,92	5,93	17,16	0,48	0,96
<b>1 NaOH 24h</b>	419±99	9,2±4,5	2,36	10,37	0,99	2,27	10,13	0,22	0,99
<b>1 NaOH 48h</b>	390±68	6,7±3,7	1,44	7,78	0,95	2,47	9,72	1,90	1,00
<b>1 NaOH 72h</b>	443±87	7,9±3,2	2,84	8,86	0,99	2,34	7,77	1,04	0,99
<b>1 NaOH 96h</b>	394±79	7,8±2,7	3,25	8,70	0,98	2,38	7,00	1,62	0,99
<b>2 NaOH 12h</b>	383±69	7,2±3,4	2,72	9,14	0,96	1,13	5,47	3,22	0,98
<b>2 NaOH 24h</b>	431±113	8,2±3,6	2,91	8,79	0,98	1,98	6,83	1,84	0,99
<b>2 NaOH 48h</b>	407±138	8,1±3,9	1,59	9,40	0,92	3,37	13,58	4,10	0,98
<b>2 NaOH 72h</b>	423±133	8,2±4,2	2,15	9,23	0,99	1,82	8,36	0,79	0,99
<b>2 NaOH 96h</b>	431±99	8,0±3,1	2,01	8,25	0,99	2,27	8,83	0,55	0,99
<b>3 NaOH 12h</b>	336±69	9,4±3,4	3,26	10,48	0,97	2,91	9,69	0,77	0,97
<b>3 NaOH 24h</b>	385±88	7,7±3,4	2,39	8,72	0,99	2,26	8,44	0,27	0,99
<b>3 NaOH 48h</b>	354±52	7,1±3,5	1,72	8,22	0,97	3,64	12,73	1,35	0,99
<b>3 NaOH 72h</b>	<b>336±70</b>	10,1±3,4	3,85	11,10	0,97	1,92	6,76	4,12	0,99
<b>3 NaOH 96h</b>	405±86	9,2±3,6	2,58	10,38	0,96	4,10	13,97	1,53	0,98



**Table V.3** Résultats des probabilités de Weibull pour les déformations à la rupture des fibres de bras de grappe des palmiers dattiers.

	Expérimentales		Weibull 2P			Weibull 3P			
	$D_{moy}$ ( $\mu m$ )	$\epsilon$	$m$	$\epsilon_0$ (GPa)	$R^2$	$m$	$\epsilon_0$ (GPa)	$\epsilon_u$ (GPa)	$R^2$
<b>Non traitée</b>	<b>577±83</b>	3,13±0,7	4,91	3,41	0,97	1,45	1,17	2,06	0,97
<b>0.5 NaOH 12h</b>	349±73	3,33±0,6	6,98	3,56	0,99	3,28	1,77	1,75	0,99
<b>0.5 NaOH 24h</b>	<b>468±130</b>	3,95±1,0	4,19	4,36	0,98	2,53	2,68	1,59	0,98
<b>0.5 NaOH 48h</b>	423±87	3,98±1,9	2,19	4,49	0,92	1,31	2,32	1,85	0,96
<b>0.5 NaOH 72h</b>	441±120	3,52±0,8	3,73	3,85	0,90	1,54	1,31	2,34	0,96
<b>0.5 NaOH 96h</b>	387±91	3,26±0,7	4,56	3,55	0,97	2,03	1,60	1,84	0,98
<b>1 NaOH 12h</b>	357±75	3,13±0,7	4,64	3,41	0,95	1,28	1,01	2,19	0,98
<b>1 NaOH 24h</b>	419±99	3,73±0,7	6,26	4,00	0,98	3,36	2,21	1,74	0,98
<b>1 NaOH 48h</b>	390±68	3,88±0,9	4,58	4,23	0,96	1,62	1,54	2,50	0,99
<b>1 NaOH 72h</b>	443±87	3,32±0,6	6,08	3,56	0,94	5,22	3,07	0,48	0,97
<b>1 NaOH 96h</b>	394±79	3,76±1,0	4,24	4,14	0,99	2,50	2,58	1,47	0,99
<b>2 NaOH 12h</b>	383±69	4,19±1,6	5,38	3,70	0,98	4,56	3,17	0,51	0,99
<b>2 NaOH 24h</b>	431±113	3,41±0,7	4,02	3,72	0,99	2,78	2,67	0,99	0,99
<b>2 NaOH 48h</b>	407±138	3,76±1,0	4,21	4,14	0,99	2,11	2,21	1,81	0,99
<b>2 NaOH 72h</b>	423±133	3,33±0,9	4,00	3,66	0,98	2,42	2,25	1,33	0,98
<b>2 NaOH 96h</b>	431±99	3,36±1,0	2,67	4,71	0,94	1,67	2,78	1,71	0,95
<b>3 NaOH 12h</b>	336±69	3,73±0,7	6,49	4,01	0,98	6,27	3,87	0,13	0,98
<b>3 NaOH 24h</b>	385±88	3,67±1,0	4,13	4,04	0,98	3,91	3,85	0,19	0,99
<b>3 NaOH 48h</b>	354±52	4,04±1,0	4,44	4,43	0,99	3,06	3,16	1,21	0,99
<b>3 NaOH 72h</b>	<b>336±70</b>	3,55±1,1	3,19	3,94	0,97	1,76	2,12	1,65	0,98
<b>3 NaOH 96h</b>	405±86	3,09±0,7	4,97	3,36	0,99	2,58	1,81	1,48	0,99

## V.6 ANALYSES DE VARIANCE (ANOVA)

### V.6.1 Définition

L'analyse de variance à un facteur, est un test statistique qui va permettre de comparer les moyennes de plusieurs échantillons et de se prononcer sur une différence ou une similarité entre ces moyennes. Il s'agit de savoir si une variable quantitative a des valeurs significativement différentes selon les modalités d'une variable qualitative. Autrement dit il s'agit d'apprécier l'effet de variables qualitatives sur une variable numérique et revient dans le cas de l'ANOVA à un facteur, à comparer plusieurs moyennes d'échantillons gaussiens. [SAP-06].

### V.6.2 Ecart type

L'écart-type d'une série statistique discrète est généralement noté  $\sigma$  et est défini par :

$$\sigma = \sqrt{V} \quad (V.9)$$

L'écart-type est la racine carrée de la variance  $V$ .

L'écart-type représente l'écart moyen des valeurs de la série par rapport à sa moyenne. Une série statistique très dispersée (dont les valeurs sont très éloignées de la moyenne) aura un écart-type important. A l'inverse, une série dont les valeurs sont très proches de la moyenne aura un écart-type faible.

### V.6.2 Moyenne d'une série statistique

La moyenne d'une série statistique discrète, généralement notée  $\bar{x}$ , est définie par :

$$\bar{x} = \frac{n_1x_1+n_2x_2+\dots+n_px_p}{n} \quad (V.10)$$

Où:

$n_i$  : est l'effectif total, est aussi appelé taille de la série ;

$x_i$ : est une valeur numérique.

Soit en plus condensé :

$$x = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^p n_i x_i \quad (\text{V.11})$$

Où:

$p$  : représente le nombre de valeurs différentes.

### ***V.6.3 Variance d'une série statistique***

La variance d'une série statistique discrète est généralement notée  $V$  et est définie par :

$$V = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^p n_i (x_i - x)^2 \quad (\text{V.12})$$

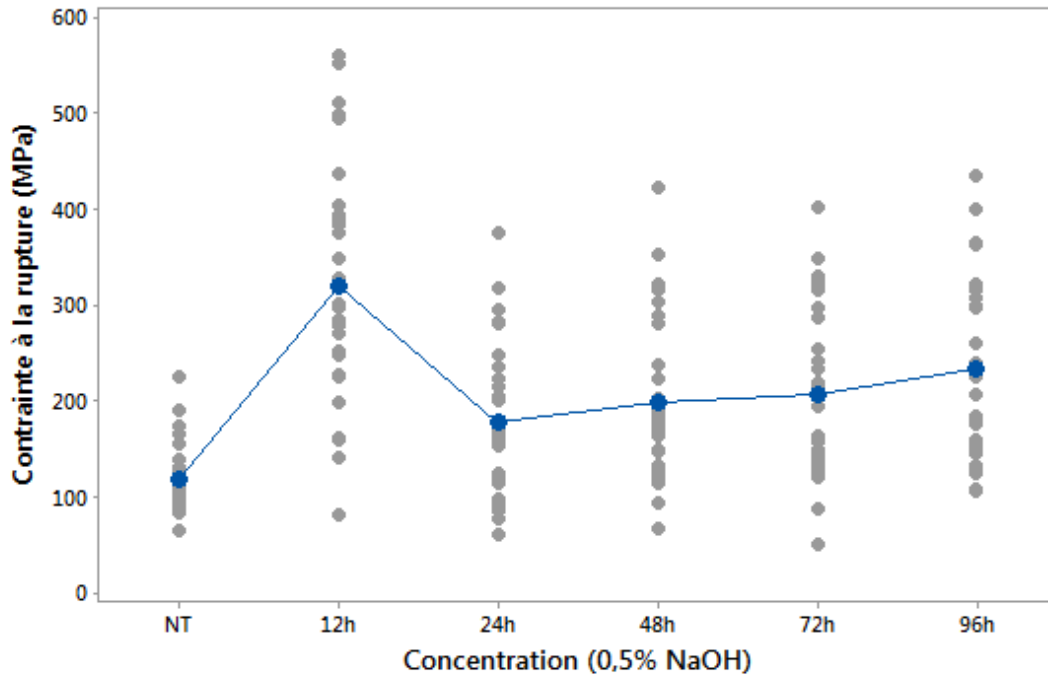
Ces paramètres sont très utiles pour le calcul de variance à un facteur ANOVA.

## **V.7 Application de l'ANOVA sur les résultats expérimentaux des fibres de bras de grappe**

Les résultats expérimentaux obtenus dans le chapitre III ont été organisés en 21 séries de 30 fibres, donc au total 630 échantillons. Ces résultats sont introduits dans le logiciel **Minitab** et après traitement des données on a aboutit aux résultats sous forme de graphiques (Figures V.4 à V.9) et d'un tableau (dans notre cas c'est le tableau V.4).

Les figures V.4, V.5 et V.6 représentent les diagrammes des valeurs individuelles en fonction du type de traitement chimique qui indiquent que les propriétés mécaniques (contraintes et déformation à la rupture et module de Young) varient en fonction des concentrations et des durées d'immersion. Ceci est cohérent avec les graphiques de la partie

expérimentale. Tous les traitements des fibres par le NaOH permettent des augmentations des contraintes et déformations à la rupture et des modules de Young, à des taux différents, en dépendance avec la concentration et la durée du traitement.



**Figure V.4 :** Diagrammes de valeurs individuelles de la contrainte à la rupture en fonction du type de traitement.

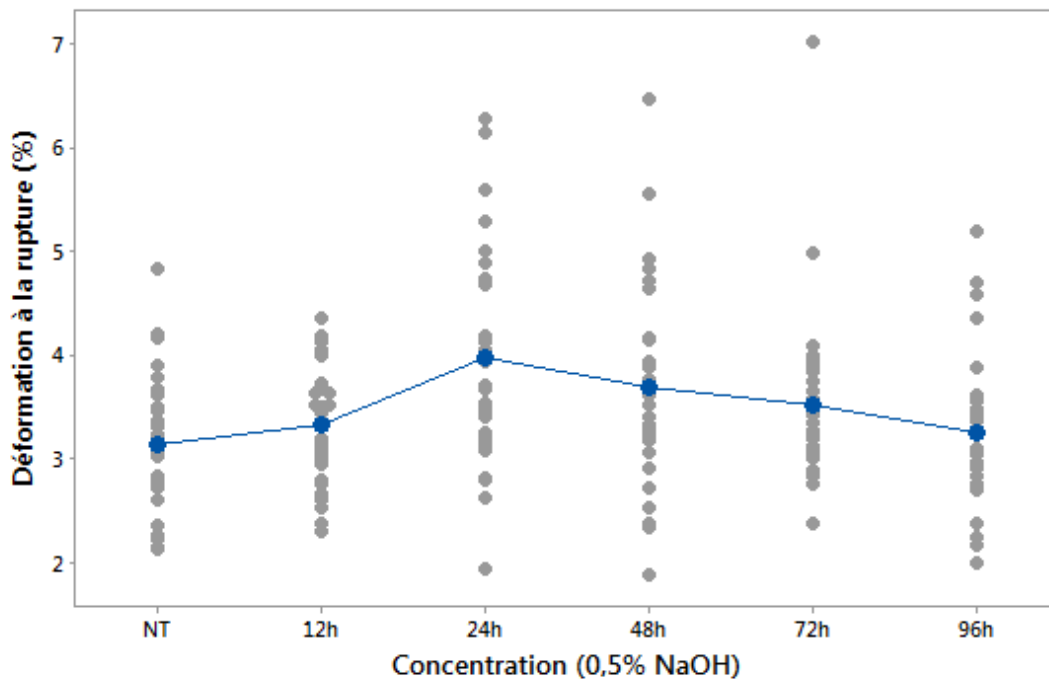


Figure V.5 : Diagramme de valeurs individuelles de la déformation à la rupture en fonction du type de traitement.

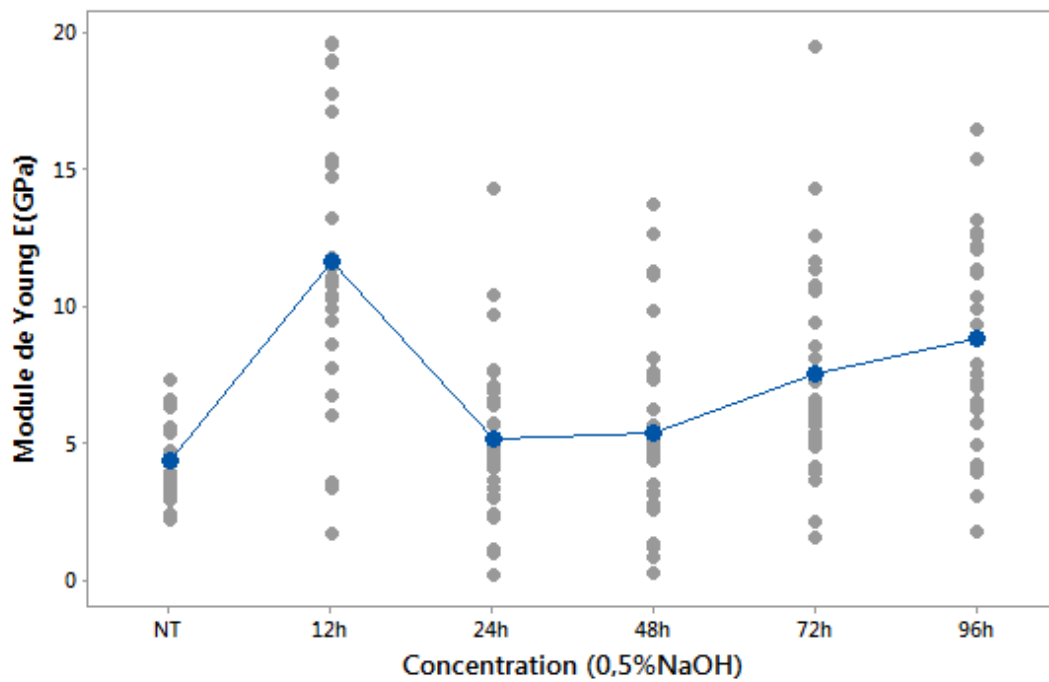


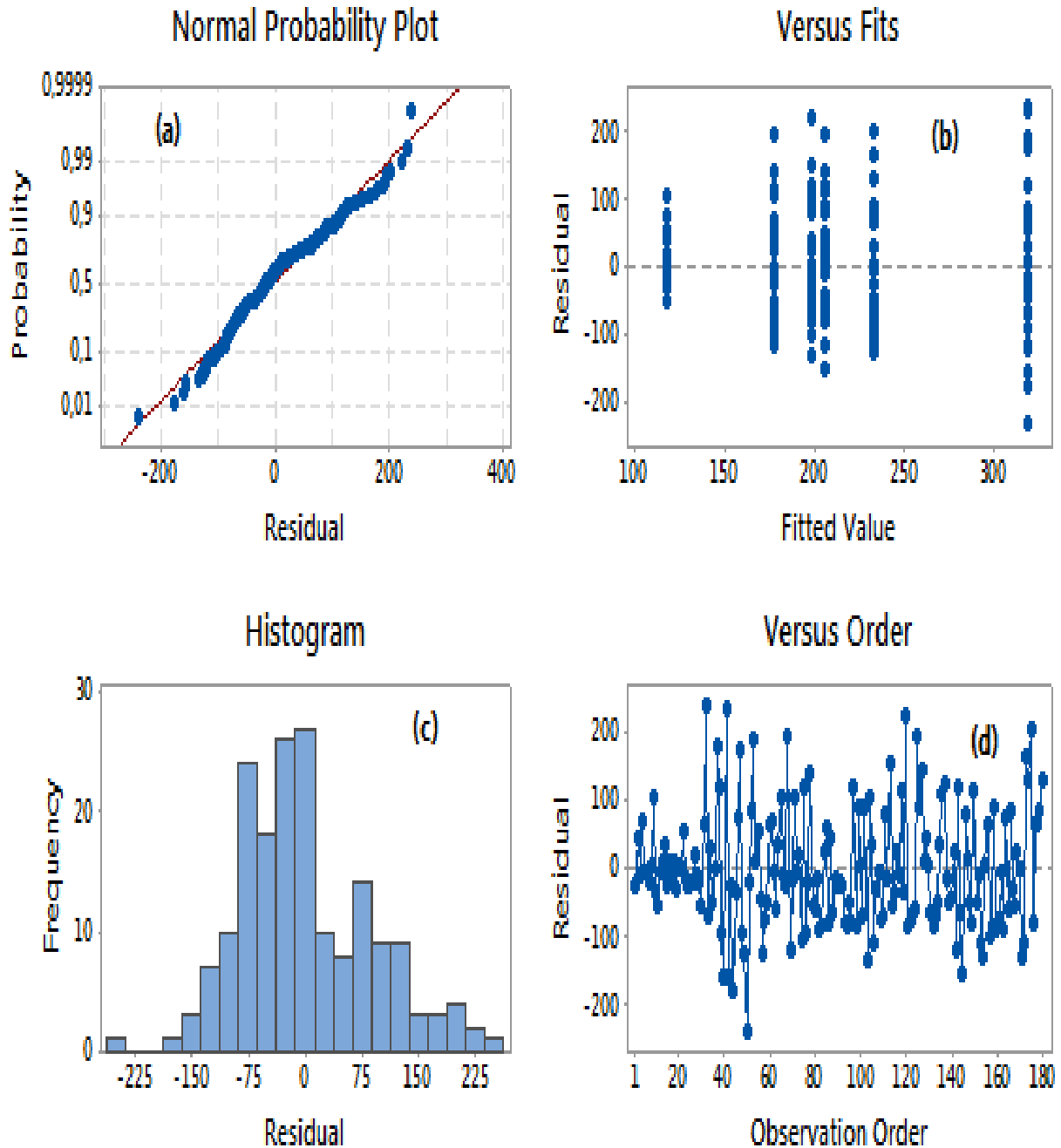
Figure V.6 : Diagramme de valeurs individuelles des modules de Young en fonction du type de traitement.

Les figures V.7 à V.9 représentent les diagrammes de valeurs résiduelles des propriétés mécaniques (contraintes et déformation à la rupture et module de Young) en fonction du type de traitement chimique, disponibles avec de nombreuses commandes statistiques, afin de vérifier les hypothèses statistiques. Les figures V.7a, V.8a et V.9a représentent les droites de Henry, diagramme destiné à repérer la non-normalité. On remarque une ligne à peu près droite ce que signifie que les valeurs résiduelles sont réparties normalement. Les figures V.7.b, V.8b et V.9b représentent les valeurs résiduelles en fonction des valeurs ajustées. Ce diagramme permet de repérer la variance non constante, les termes d'ordre supérieur manquants et les valeurs aberrantes. On remarque que les valeurs résiduelles sont réparties de manière aléatoire autour de zéro.

Les figures V.7c, V.8c et V.9c représentent l'histogramme des valeurs résiduelles, diagramme destiné à repérer les pics multiples, les valeurs aberrantes et la non-normalité. On remarque que l'histogramme est sensiblement symétrique.

Les figures V.7d, V.8d et V.9d représentent les valeurs résiduelles en fonction de l'ordre, diagramme permettant de repérer la dépendance chronologique des valeurs résiduelles. On remarque que les valeurs résiduelles ne présentent pas de structure bien définie.

## Valeur résiduelle des Contraintes



**Figure V.7 :** Diagrammes de valeurs résiduelles des contraintes à la rupture en fonction de type de traitement.

### Valeur résiduelle des Déformations

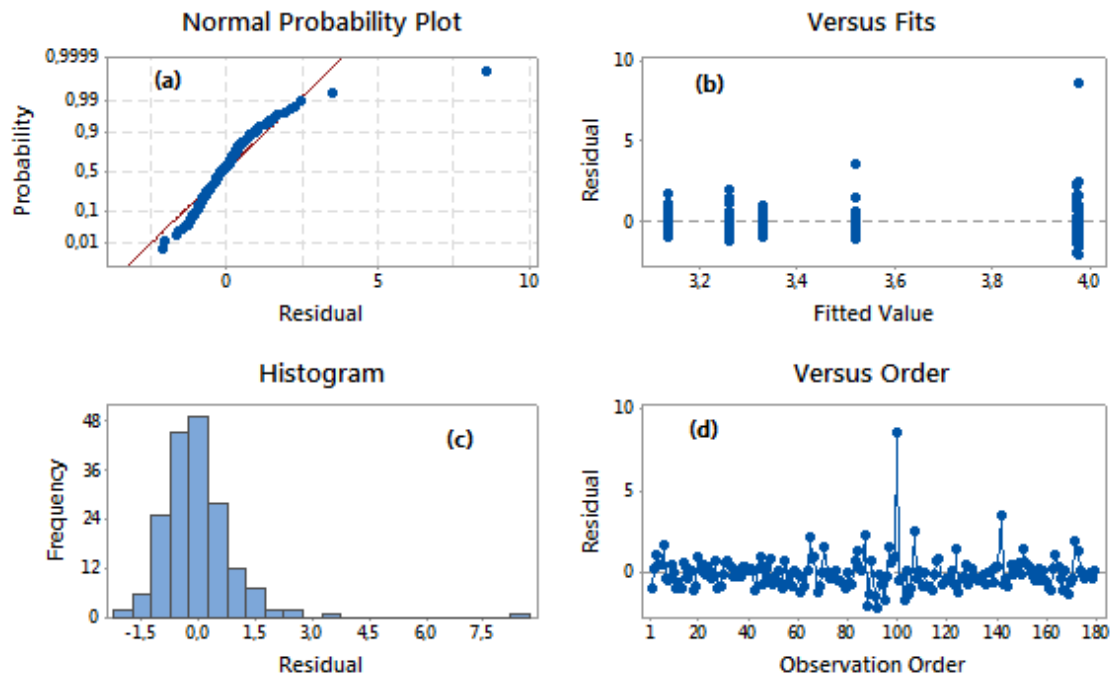


Figure V.8 : Diagrammes de valeurs résiduelles des déformations à la rupture en fonction de type de traitement.

### Valeur résiduelle du E(GPa)

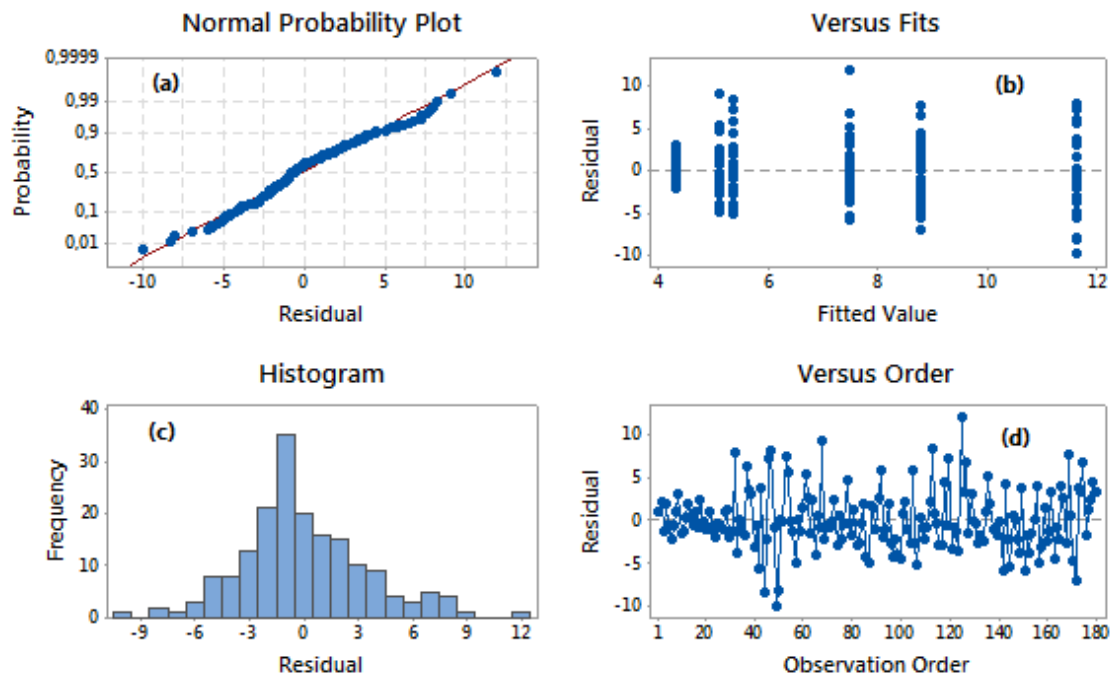


Figure V.9 : Diagrammes de valeurs résiduelles des modules de Young en fonction du type de traitement.



Le tableau V.4 regroupe les résultats de l'analyse de variation à un facteur ANOVA. L'utilisation de l'ANOVA a été réalisée avec un niveau de signification  $\alpha \leq 0,05$  correspondant à un niveau de confiance d'au moins 95% pour connaître les différences entre les groupes.

L'analyse du tableau V.4 montre que les coefficients F (Fisher) des contraintes à la rupture et du module de Young observés sont égaux respectivement à 5,51 et à 6,84. Cependant, F critique est égal à 1,58 alors dans ce cas la, les moyennes des différents groupes ne sont pas égaux. Ceci conduit à conclure que l'influence des facteurs explicatifs (variable indépendante c'est à dire les concentrations) sur les variables dépendantes (contrainte et module de Young) a un impact significatif sur les propriétés mécaniques.

**Tableau V.4.** Analyse de variance à un facteur (ANOVA).

Test d'ANOVA pour la contrainte à la rupture de 21series						
Source	S.C	D.L	M.C	F	P	F <sub>crit</sub>
BG	987831,448	20	49391,5724	5,51534953	3,8738E-13	1,58782606
WG	5453773,58	609	8955,29324			
Total	6441605,03	629				
Test d'ANOVA pour la déformation à la rupture de 21 séries						
Source	S.C	D.L	M.C	F	P	F <sub>crit</sub>
BG	63,3649207	20	3,16824604	3,33943226	1,5083E-06	1,58782606
WG	577,781397	609	0,94873793			
Total	641,146318	629				
Test d'ANOVA pour les modules de Young de 21 séries						
Source	S.C	D.L	M.C	F	P	F <sub>crit</sub>
BG	1723,76955	20	86,18847741	6,84434818	2,9937E-17	1,587826058
WG	7668,92352	609	12,59264947			
Total	9392,69307	629				

S.C : Somme des carrés – D.L : Degré de liberté – M.C : Moyenne des carrés – F : F-test d'Anova à un facteur – P : Probabilité – Fcrit : Valeur critique pour F

Nombre d'observations = 630, Nombre de série = 21

## V.8 Conclusion

L'étude expérimentale sous chargement statique menée en *chapitre III* présente une grande dispersion des résultats pour le module de Young, la contrainte et la déformation à la rupture en traction. Pour ce faire, on a eu recours aux méthodes statistiques pour apporter une estimation probable du comportement fragile des fibres végétales, à savoir la distribution de Weibull à 2 et à 3 paramètres et l'analyse statistique ANOVA. Les principales conclusions sont comme suit :

- la distribution de Weibull à deux paramètres a bien décrit les résultats expérimentaux par rapport à celle de Weibull à 3 paramètres.
- Le logiciel de statistique **MINITAB** a permis de réaliser une analyse de variance ANOVA qui montre bien que la valeur P du test F est inférieure à 0,05, donc il existe une différence statistiquement significative pour chaque caractéristique mécanique.



## **Conclusion générale et perspectives de recherche**

## Conclusion générale et perspectives de recherche

L'objectif de ce travail était la préparation et la caractérisation de nouveaux matériaux en bio composites à base des fibres des bras de grappe des palmiers dattiers.

Dans un premier temps, les fibres des bras de grappe des palmiers dattiers ont été caractérisées. A partir de l'analyse des différents résultats, on peut déduire les conclusions principales suivantes :

- L'extraction des fibres des bras de grappe est un travail difficile dans le but d'obtenir des fibres longues et non endommagées ;
- Les traitements chimiques par le NaOH avec différentes concentrations et pour différentes durées d'immersions à très peu d'influence sur les valeurs des bandes des spectres FTIR ;
- Les résultats des essais de traction montrent clairement que le traitement chimique par NaOH adopté dans ce travail permet une augmentation significative des propriétés mécaniques à savoir la contrainte à la rupture et le module de Young avec une faible influence sur les déformations.
- Les meilleures propriétés mécaniques sont obtenues suite à un traitement par le NaOH à une concentration de 0,5% de NaOH pendant 12h, qui permet une augmentation de 178% de la contrainte à la rupture et de 167% de la valeur du module de Young par rapport aux fibres non traitées.
- L'analyse de la fatigue en traction cyclique de la fibre des bras de grappe des palmiers dattiers montre que le suivi de l'endommagement au moyen de la perte de charge  $F/F_0$  jusqu'à la rupture de l'éprouvette, se déroule en trois phases :
  - ✓ pour les niveaux de chargement élevés par exemple  $r_d = 0,85$  à  $0,95$  la rupture totale est obtenue pour quelques centaines de cycles ;
  - ✓ pour les faibles niveaux de chargement comme  $r_d = 0,60$  la rupture n'est que partielle (fissuration des parois de la fibre) même pour des chargements jusqu'à 106 cycles.

- Les courbes S-N à l'échelle logarithmique des données de traction en fatigue prouvent que les fibres des bras de grappe des palmiers dattiers suivent une pente négative classique, avec une excellente valeur de  $R^2$

.

- Les fibres des bras de grappe des palmiers dattiers étudiées ont été observées en utilisant le microscope à balayage électronique MEB ainsi que leurs faciès de rupture, les images prises ont montré une structure poreuse et ondulée de la fibre.

- Vu la dispersion observée des résultats expérimentaux, nous avons entamé une étude statistique des propriétés mécaniques pour apporter une estimation probable du comportement fragile de ces fibres végétales, basée sur la théorie de Weibull. Les analyses sont faites sur la base de différentes distributions (Weibull à 2 et à 3 paramètres). La distribution de Weibull à deux paramètres a permis une approximation raisonnable des données expérimentales par rapport à celle de Weibull à 3 paramètres.

Ensuite nous avons élaboré les plaques en bio composites avec une méthode sous vide et les éprouvettes ont été testés en traction statique et en flexion 3-points. A partir de l'analyse des résultats, on peut déduire les conclusions principales suivantes :

- D'après les différents essais (traction, flexion 3-points statique), le rajout des fibres des bras de grappe dans une matrice polyester permet d'améliorer les caractéristiques mécaniques du composite qui sont le module de Young, la résistance à la traction et à la flexion.

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

- ✓ Le traitement chimique par acétylation.
- ✓ La réalisation des bio composites avec une résine bio pour assurer la biodégradabilité totale.
- ✓ L'élaboration des plaques en bio composites hybrides, c'est-à-dire de faire des plis avec des fibres végétales différentes.
- ✓ L'étude de l'effet des paramètres d'usinage sur les plaques élaborées.



## **Références bibliographiques**

- [ALA-09] Alawar, A., Hamed, A. M., & Al-Kaabi, K. (2009). Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement. *Composites Part B: Engineering*, 40(7), 601-606.
- [ABD-88] Abdel-Rahman, H. H., Al-Juruf, R., Ahmad, F., & Alam, I. (1988). Physical, mechanical and durability characteristics of date palm frond stalks as reinforcement in structural concrete. *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, 10(3), 175-181.
- [ABE-10] Aberlenc-Bertossi, F. (2010). *Biotechnologies du palmier dattier*. IRD Editions.
- [AGO-11] Agoudjil, B., Benchabane, A., Boudenne, A., Ibos, L., & Fois, M. (2011). Renewable materials to reduce building heat loss: Characterization of date palm wood. *Energy and buildings*, 43(2), 491-497.
- [ALA-05] Alaoui S. B., 2005. Référentiel pour la Conduite Technique du palmier dattier. In "Référentiel de Conduite Technique des Principales Cultures au Maroc". Éditeurs: Si Bennis Alaoui et Ajiro Yasuhei. 102-112.
- [ALK-15] Al-Khayri, J. M., Jain, S. M., & Johnson, D. V. (Eds.). (2015). *Date Palm Genetic Resources and Utilization: Volume 1: Africa and the Americas*. Springer.
- [ALKa-05] Al?Khanbashi, A., Al?Kaabi, K., & Hammami, A. (2005). Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: fiber characterization. *Polymer composites*, 26(4), 486-497.
- [ALKb-05] Al?Kaabi, K., Al?Khanbashi, A., & Hammami, A. (2005). Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: DPF/polyester composite properties. *polymer composites*, 26(5), 604-613.
- [ALM-12] AlMaadeed, M. A., Kahraman, R., Khanam, P. N., & Madi, N. (2012). Date palm wood flour/glass fibre reinforced hybrid composites of recycled polypropylene: Mechanical and thermal properties. *Materials & Design*, 42, 289-294.
- [AND-05] Andersons, J., Spārniņš, E., Joffe, R., & Wallström, L. (2005). Strength distribution of elementary flax fibres. *Composites science and technology*, 65(3), 693-702.
- [ANN-02] Anna Guglielmo, Pietro Pavone & Cristina Salmeri- traduit par Sophie Cadillon- Le palmier dattier *Phoenix dactylifera L.* (Jardin botanique de Catane. Photo P. Pavone), 2002, (en ligne) URL : <http://www.dipbot.unict.it/Les%20Palmiers/descr02.html>
- [ASH-04] Ashimori, M., Katayama, T., Aoyama, E., & Nagai, S. (2004). Study on splitting of bamboo fibers due to freezing and tensile strength of FRTP using bamboo fibers. *JSME International Journal Series A Solid Mechanics and Material Engineering*, 47(4), 566-569.

- [BAL-02] Baley, C. (2002). Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33(7), 939-948.
- [BAL-13] BALEY, C. (2013). Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. Ed. Techniques Ingénieur.
- [BEL-13] Belaadi, A., Bezazi, A., Bourchak, M., & Scarpa, F. (2013). Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres. *Materials & Design*, 46, 76-83.
- [BEN-11] Benmansour, N. (2011). Etude des performances de produits renouvelables et locaux adaptés aux applications de l'isolation thermique dans le bâtiment. Mémoire de magister, Faculté des sciences, Université El Hadj Lakhdar (Algérie).
- [BER-10] BERTHELOT Jean-Marie (2010) Matériaux composites (5<sup>o</sup> Éd.) : Comportement mécanique et analyse des structures. Edition Lavoisier.
- [BEV-10] Bevitori, A. B., Da Silva, I. L. A., Lopes, F. P. D., & Monteiro, S. N. (2010). Diameter dependence of tensile strength by Weibull analysis: Part II jute fiber. *Matéria (Rio de Janeiro)*, 15(2), 117-123.
- [BEZ-03] Bezazi, A. Etude théorique et expérimentale du comportement mécanique en statique et en fatigue des matériaux composites stratifiés et sandwiches en flexion 3-points, thèse de Doctorat d'Etat 2003.
- [BEZ-07] Bezazi, A., Pierce, S. G., Worden, K., & Harkati, E. H. (2007). Fatigue life prediction of sandwich composite materials under flexural tests using a Bayesian trained artificial neural network. *International Journal of Fatigue*, 29(4), 738-747.
- [BEZ-09] Bezazi, A., & Scarpa, F. (2009). Tensile fatigue of conventional and negative Poisson's ratio open cell PU foams. *International Journal of Fatigue*, 31(3), 488-494.
- [BEZ-14] Bezazi, A., Belaadi, A., Bourchak, M., Scarpa, F., & Boba, K. (2014). Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of Agave americana L. natural fibres. *Composites Part B: Engineering*, 66, 194-203.
- [BOU-04] Bourban, P. E. (2004). *Matériaux composites à matrice organique: constituants, procédés, propriétés* (Vol. 15). PPUR presses polytechniques.
- [BLE-99] Bledzki, A. K., & Gassan, J. (1999). Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in polymer science*, 24(2), 221-274.
- [CAL-13] Callister, W. D., & Rethwisch, D. G. (2013). *Fundamentals of materials science and engineering* (Vol. 471660817). Wiley.
- [CHA-05] Charmet, J. C. (2005). Mécanique du solide et des matériaux Elasticité-Plasticité-Rupture. *ESPCI-Laboratoire d'Hydrodynamique et Mécanique Physique*, 113-144.



- [CHE-01] Chehma, A., & Longo, H. F. (2001). Valorisation des sous-produits du palmier dattier en vue de leur utilisation en alimentation du bétail. *Rev. Energ. Ren.: Production et Valorisation-Biomasse*, 59-64.
- [CHO-13] Chollakup, R., Smitthipong, W., Kongtud, W., & Tantatherdtam, R. (2013). Polyethylene green composites reinforced with cellulose fibers (coir and palm fibers): effect of fiber surface treatment and fiber content. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 27(12), 1290-1300.
- [DAV-11] David-West, O. S., Banks, W. M., & Pethrick, R. A. (2011). A study of the effect of strain rate and temperature on the characteristics of quasi-unidirectional natural fibre-reinforced composites. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials Design and Applications*, 0954420711404635.
- [DOA-05] Doan, T. T. L. (2005). Investigation on jute fibres and their composites based on polypropylene and epoxy matrices.
- [ELA-11] Elouaer, A. (2011). *Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales* (Doctoral dissertation, Reims).
- [GOU-06] F.Gouanvé, S.Marais, M. Métayer, 'composites polyester insaturé renforcés par des fibres de lin'', *composites et matériaux avancées*, Vol.16,pp.117.128 ,2006.
- [HAR-03] Harris, B. (2003). *Fatigue in composites: science and technology of the fatigue response of fibre-reinforced plastics*. Woodhead Publishing.
- [IPG-05] IPGRI, I., INRAM, I., & FEM, P. (2005). Descripteurs du Palmier dattier (Phoenix dactyliferaL.).
- [JOH-08] John, M. J., Francis, B., Varughese, K. T., & Thomas, S. (2008). Effect of chemical modification on properties of hybrid fiber biocomposites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(2), 352-363.
- [KAD-06] Kaddami, H., Dufresne, A., Khelifi, B., Bendahou, A., Taourirte, M., Raihane, M., ... & Sami, N. (2006). Short palm tree fibers-Thermoset matrices composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(9), 1413-1422.
- [KAR-14] KARECHE Abdelhak (2014). Etude des matériaux à base de bois de palmier dattier-durabilité, dégradation et propriétés structurales et de transfert. Mémoire de magister, Faculté de Technologie, Université El Hadj Lakhdar (Algérie).

- [KHI-10] Khiari, R., Mhenni, M. F., Belgacem, M. N., & Mauret, E. (2010). Chemical composition and pulping of date palm rachis and *Posidonia oceanica*-A comparison with other wood and non-wood fibre sources. *Bioresource Technology*, 101(2), 775-780.
- [KHRA-05] Khristova, P., Kordsachia, O., & Khider, T. (2005). Alkaline pulping with additives of date palm rachis and leaves from Sudan. *Bioresource technology*, 96(1), 79-85.
- [KRI-05] Kriker, A., Debicki, G., Bali, A., Khenfer, M. M., & Chabannet, M. (2005). Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate. *Cement and Concrete Composites*, 27(5), 554-564.
- [KRI-08] Kriker, A., Bali, A., Debicki, G., Bouziane, M., & Chabannet, M. (2008). Durability of date palm fibres and their use as reinforcement in hot dry climates. *Cement and Concrete Composites*, 30(7), 639-648.
- [KRIB-05] Kriker, A. (2005). Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec (Doctoral dissertation, Ecole nationale supérieure polytechnique).
- [LEV-00] MARTIN LÉVESQUE ( 2000). L'essai de traction de matériaux composites unidirectionnels à fibres continues. Thèse de doctorat, école polytechnique de Montréal, Canada
- [MAH-12] Maheswari, C. U., Reddy, K. O., Muzenda, E., & Rajulu, A. V. (2012). Tensile and thermal properties of polycarbonate-coated tamarind fruit fibers. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 17(8), 578-589.
- [MAN-82] Mandell, J. F. (1982). Fatigue behaviour of fibre resin composites, *Developments in Reinforced Plastics. App. Sci. Pub., edit. Pinchard PG, London-New York, 67.*
- [MOH-05] Mohanty, A. K., Misra, M., & Drzal, L. T. (Eds.). (2005). Natural fibers, biopolymers, and biocomposites. CRC Press.
- [MOR-00] Morel, P., Poncet, L., & Rivière, L. M. (2000). *Les supports de culture horticoles: les matériaux complémentaires et alternatifs à la tourbe*. Editions Quae.
- [MWA-06] Mwaikambo, L. (2006). Review of the history, properties and application of plant fibres. *African Journal of Science and Technology*, 7(2), 121.
- [NTE-07] Ntenga, R. (2007). Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites (Doctoral dissertation, Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II; Université de Yaoundé).
- [NUR-10] H. Nur, A.B.D. Khalid, and M.Y. Jamaludin, Tensile Behavior Of The Treated And Untreated Kenaf Fibers, National Postgraduate Seminar (NAPAS 10'), 1-9,2010

- [PLA-12] Placet, V., Trivaudey, F., Cisse, O., Gucheret-Retel, V., & Boubakar, M. L. (2012). Diameter dependence of the apparent tensile modulus of hemp fibres: A morphological, structural or ultrastructural effect?. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43(2), 275-287.
- [RAG-10] Ragoubi, M., Bienaimé, D., Molina, S., George, B., & Merlin, A. (2010). Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof. *Industrial Crops and Products*, 31(2), 344-349.
- [RAJ-15] Rajeshkumar, G., Hariharan, V., & Sathishkumar, T. P. (2015). Characterization of Phoenix sp. natural fiber as potential reinforcement of polymer composites. *Journal of Industrial Textiles*, 1528083715591581.
- [RAO-07] Rao, K. M. M., & Rao, K. M. (2007). Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo. *Composite structures*, 77(3), 288-295.
- [RHO-05] Rhouma Abdelmadjid "Le palmier dattier en Tunisie " International Plant GeneticResources Institute, 2005
- [ROG-09] Rogge, E. (2009). Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'Alfa (Esparto grass) en vue d'applications textiles. Mémoire de maîtrise pour l'obtention du grade académique de master, Génie des matériaux, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud-Alsace (UHA, Mulhouse, France), Année universitaire, 2010.
- [ROW-96] Rowell, R. M., Jacobson, R., & O'Dell, J. L. (1996). Use of Natural Fibers in Resin Transfer Molding. *Carbon*, 1(1.71), 12-500.
- [SAP-06] Saporta, G. (2006). *Probabilités, analyse des données et statistique*. Editions Technip.
- [SAT-09] Satyanarayana, K. G., Ramos, L. P., & Wypych, F. (2009). Comparative study of Brazilian natural fibers and their composites with others. *Natural fibre reinforced polymer composites. Kottayam, Kerala (India)*, 473-522.
- [SBI-08] Sbiai, A., Kaddami, H., Fleury, E., Maazouz, A., Erchiqui, F., Koubaa, A., ... & Dufresne, A. (2008). Effect of the fiber size on the physicochemical and mechanical properties of composites of epoxy and date palm tree fibers. *Macromolecular Materials and Engineering*, 293(8), 684-691.
- [SBI-11] Sbiai, A., Kaddami, H., Sautereau, H., Maazouz, A., & Fleury, E. (2011). TEMPO-mediated oxidation of lignocellulosic fibers from date palm leaves. *Carbohydrate Polymers*, 86(4), 1445-1450.
- [SHI-06] Shi, J. L. (2006). *La relation entre les propriétés des panneaux de fibres de densité moyenne et les caractéristiques du bois* (Doctoral dissertation, Doctoral Thesis. Laval University. Dept of Wood science and Technology).

- [SID-15] SIDAB\_2015, e, ligne : [http://sidab.caci.dz/?page\\_id=427](http://sidab.caci.dz/?page_id=427)
- [SRE-97] Sreekala, M. S., Kumaran, M. G., & Thomas, S. (1997). Oil palm fibers: Morphology, chemical composition, surface modification, and mechanical properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 66(5), 821-835.
- [SYD-03] H. D. Sydenstricker, S. M. Sandro, C. Amico "Pull-out and other evaluations in sisal-reinforced polyester biocomposites" *Polymer Testing* 22, 375–380, 2003.
- [TAH-07] Taha, I., Steuernagel, L., & Ziegmann, G. (2007). Optimization of the alkali treatment process of date palm fibres for polymeric composites. *Composite Interfaces*, 14(7-9), 669-684.
- [THO-13] Thomason, J. L. (2013). On the application of Weibull analysis to experimentally determined single fibre strength distributions. *Composites Science and Technology*, 77, 74-80.
- [TOK-08] Tokoro, R., Vu, D. M., Okubo, K., Tanaka, T., Fujii, T., & Fujiura, T. (2008). How to improve mechanical properties of polylactic acid with bamboo fibers. *Journal of Materials Science*, 43(2), 775-787.
- [TUN-04] Tung, N. H., Yamamoto, H., Matsuoka, T., & Fujii, T. (2004). Effect of surface treatment on interfacial strength between bamboo fiber and PP resin. *JSME International Journal Series A Solid Mechanics and Material Engineering*, 47(4), 561-565.
- [WAN-99] Wang, X., & Chung, D. D. L. (1999). Fiber breakage in polymer-matrix composite during static and fatigue loading, observed by electrical resistance measurement. *Journal of materials research*, 14(11), 4224-4229.
- [WAZ-06] Wazzan, A. A. (2006). The effect of surface treatment on the strength and adhesion characteristics of phoenix dactylifera-L (date palm) fibers. *International Journal of Polymeric Materials*, 55(7), 485-499.
- [ZAF-07] Zafeiropoulos, N. E., & Baillie, C. A. (2007). A study of the effect of surface treatments on the tensile strength of flax fibres: Part II. Application of Weibull statistics. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38(2), 629-638.
- [ZHA-00] Zhao, F. M., Okabe, T., & Takeda, N. (2000). The estimation of statistical fiber strength by fragmentation tests of single-fiber composites. *Composites science and technology*, 60(10), 1965-1974.
- [ZIN-99] Zinck, P., Pay, M. F., Rezakhanlou, R., & Gerard, J. F. (1999). Mechanical characterisation of glass fibres as an indirect analysis of the effect of surface treatment. *Journal of materials science*, 34(9), 2121-2133.

# Travaux scientifiques

## Publications nationales et internationales

1. **Salah AMROUNE**, Abderrezak BEZAZI, Ahmed BELAADI, Chenchen Zhu, Fabrizio SCARPA, Sameer Rahatekar, Abdellatif Imad. Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (Phoenix dactylifera L.). *Elsevier, Composites: Part A* 71 (2015) 95–106.
2. Abderrezak BEZAZI, **Salah AMROUNE**, Fabrizio SCARPA. Analyse statistique et effet des traitements chimique sur le comportement physico-mécanique des fibres des bras de grappe des palmiers dattier. *Revue Synthèse* N°23, Octobre 2015.

## Communications nationales et internationales

1. **Salah AMROUNE**, Abderrezak BEZAZI, Fabrizio SCARPA. Estimation des propriétés mécaniques en traction monotone et du taux de cristallinité par DRX des fibres des bras de grappe des palmiers dattier. 3ème Conférence Internationale sur les Matériaux et les Structures en Composite, ORAN – ALGERIE 02-03 December 2014.
2. **Salah AMROUNE**, Abderrezak BEZAZI, Ahmed BELAADI, Fabrizio SCARPA, Chenchen Zhu. Influence des traitements par le NaOH sur les propriétés mécaniques et thermo-chimiques des Fibres de Palmier Dattier (Phoenix dactylifera L.). MATERIAUX 2014, 24-28 Novembre 2014 Colloque 01 Ecomatériaux. Montpellier-France.
3. **Salah Amroune**, AbderrezakBezazi, Ahmed Belaadi, Fabrizio Scarpa, Caractérisation mécanique des fibres de Palmier dattier et analyse des résultats par les lois de Weibull à 2 et à 3 paramètres, 5<sup>ème</sup> SNMPE'2014 Boumerdès, Algérie 12 et 13 Mai, 2014.
4. AbderrezakBezazi, Ahmed Belaadi, **Salah Amroune**, Fabrizio Scarpa, Extraction, caractérisation et effet du traitement chimique sur les propriétés mécaniques des fibres naturelles de Palmier Dattier, 28 ,29 et 30 avril 2014, Marrakech – Maroc JET 2014
5. **Salah Amroune**, AbderrezakBezazi, Fabrizio Scarpa, Etude du comportement en traction des fibres de Palmier Dattier traitées et non traitées afin d'être utilisées dans des matériaux composites, 1<sup>er</sup> Congrès International des Composites et des Matériaux Avancés Université de Khenchela Février 2014.