الجمـهوريــة الجزائريــة الديمقراطيــة الشعبيــة

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université 20 août 1955 – SKIKDA-

Faculté de Technologie

Département : Génie Mécanique

وزارة التعليـم العالـي والبحـث العلمـي

جامعة 20 أوت 1955 – سكيكدة

كلية التكنولوجيا

قسم: الهندسة الميكانيكية

Code : D012126022D

Thèse

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de
Doctorat LMD en Génie Mécanique
Spécialité : Génie des Matériaux

Présenté par

Lalaymia Imene

THEME

Étude et valorisation des performances mécaniques d'un agro composite issu de sources naturelles.

Soutenu le : 09/06/2026.

Devant le Jury :

DEMBRI Isma	**MCA**	**Président**	**Université de Skikda**
BEDJAOUI Azzeddine	**MCA**	**Rapporteur**	**Université de Skikda**
BELAADI Ahmed	**Professeur**	**Co-encadrant**	**Université de Skikda**
LEKRINE Abdelazziz	**MCA**	**Examinateur**	**Université de Skikda**
BOUMAAZA Messouda	**Professeur**	**Examinateur**	**Université 08 mai 1945 Guelma**
BOUYAYA Linda	**Professeur**	**Examinateur**	**Université de Constantine**

Année universitaire :

2025/2026

Remerciements

Avant tout, je remercie Dieu Tout-Puissant de m'avoir donné la force, la patience et la persévérance nécessaires pour mener à bien ce travail de recherche.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à mon encadrant Dr. **Azzeddine BEDJAOUI**, Maître de conférences au Département de Génie Mécanique de l'Université du 20 Août 1955 – Skikda pour sa disponibilité, son accompagnement constant et la confiance qu'il m'a accordée tout au long de ce travail. Ses remarques constructives et son encadrement rigoureux ont grandement contribué à la qualité de cette étude.

J'adresse également mes plus sincères remerciements au **Pr. Ahmed BELAADI**, Professeur au Département de Génie Mécanique de la même université, distingué en 2025 parmi les scientifiques les plus influents au monde. Par sa disponibilité constante, ses orientations avisées et ses encouragements empreints de bienveillance, il a contribué de manière déterminante à l'atteinte de ce niveau et à la réussite de ce travail.

J'adresse mes plus sincères remerciements aux membres du jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'évaluer ce travail de thèse

Mes sincères remerciements vont également à l'ensemble des enseignants et membres du laboratoire de Génie mécanique et matériaux (LGMM), pour leur aide, leur soutien scientifique et leur bienveillance.

Je n'oublie pas de remercier mes collègues et amis pour leurs encouragements, leur bonne humeur et les échanges fructueux qui ont rendu cette expérience plus agréable.

Enfin, je dédie ce travail à ma famille, à mon époux, à mes parents, leurs sacrifices et leur soutien indéfectible. Sans eux, rien de tout cela n'aurait été possible.

Table des matières

Introduction générale 1

Chapitre I

Introduction aux fibres naturelles et aux biocomposites biosourcés.

I.1. Introduction 2

I.2. Fibres naturelles pour matériaux composites 2

I.2.1. Définition et classification des fibres naturelles 2

I.2.1.1. Fibres animales 2

I.2.1.2. Fibres minérales 3

I.2.1.3. Fibres végétales 3

I.3. Généralités sur les fibres végétales 4

I.3.1. Structure et composition chimique d'une fibre végétale 4

I.3.1.1. La cellulose 4

I.3.1.2. L'hémicellulose 4

I.3.1.3. La lignine 4

I.3.1.4. La pectine 5

I.3.1.5. Les cires 5

I.4. Propriétés physico-chimiques des fibres végétales 6

I.5. Avantages et limites des fibres naturelles dans les composites 8

I.6. Agave : diversité biologique et potentiel économique 8

I.6.1. Généralités sur *l'Agave* 8

I.6.2. Description morphologique d'*Agave americana* 8

I.6.3. Espèces majeures du genre *Agave* et leurs usages 9

I.6.3.1. *Agave americana* 9

I.6.3.2. *Agave tequilana* 9

I.6.3.3. *Agave sisalana* 9
I.6.3.4. *Agave fourcroydes* 9
I.6.4. Intérêt de l'*Agave americana* dans les matériaux composites 9
I.7. Méthodes d'extraction des fibres végétales 10
I.7.1. Rouissage à l'eau 10
I.7.2. Méthode manuelle 11
I.7.3. Méthodes mécaniques 12
I.7.4. Méthodes chimiques 12
I.7.5. Rouissage enzymatique 12
I.7.6. Méthodes combinées 13
I.8. Matériaux composites 13
I.8.1. Les matrices dans les composites 13
I.8.1.1. Matrices polymères 13
I.8.1.2. Matrices métalliques 14
I.8.1.3. Matrices céramiques 14
I.9. Procédés de fabrication des composites à base de fibres naturelles 14
I.9.1. Moulage par compression 15
I.9.2. Moulage par infusion sous vide 15
I.9.3. Moulage par injection 16
I.9.4. Procédé de moulage par pultrusion 17
I.9.5. Impression 3D de biocomposites 18
I.10. Impact des procédés sur les performances des biocomposites 18
I.11. Définition et principes du procédé de perçage 20
I.12. Techniques de Perçage pour les Matériaux Composites 21
I.12.1. Perçage Conventionnel 21
I.12.2. Perçage Ultrasonique 21
I.12.3. Perçage par Jet d'Eau Abrasif (AWJ) 21
I.12.4. Perçage au Laser 21

I.13. Mécanisme de perçage 21

I.14. Délamination 22

I.15. Etat de l'art 23

I.15.1. Extraction, caractérisation physico-chimique et mécanique des fibres végétales 23

I.15.2. Élaboration et caractérisation physico-mécanique de biocomposites fibres végétales / matrice époxy 31

I.15.3. Étude du perçage des biocomposites renforcés par des fibres végétales 36

I.16.Conclusion 40

Chapitre II

Méthodes et Techniques Expérimentales

II.1. Introduction aux techniques expérimentales 41

II.1.1. Hypothèses fondamentales de l'étude 41

II.2. Matériaux et méthodes 42

II.2.1. Extraction des fibres 42

II.3. Techniques de caractérisation 45

II.3.1. Détermination de la densité 45

II.3.2. Densité linéique 46

II.3.3. Teneur en humidité et regain d'humidité 47

II.3.4. Diamètre des fibres 48

II.3.5. Analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) 48

II.3.6. Analyse spectroscopique infrarouge par transformée de Fourier (FTIR) 49

II.3.7. Analyse thermogravimétrique (ATG) 50

II.3.8. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) 51

II.3.9. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) 51

II.3.10. Absorption d'eau et modélisation de la diffusion 52

II.3.11. Essais de traction 54

II.3.11.1. Essai de traction sur fibres FSAA individuelles 54

II.3.11.2. Essai de traction sur biocomposites FSAA/Bio-Époxy 55

II.3.12. Essais de flexion des biocomposites 56

II.4. Usinage de biocomposites 56
II.4.1. Préparation des éprouvettes de biocomposites (FSAA-BioEP) 56
II.4.2. Méthodologie de perçage 57
II.4.3. Méthodologie de surface de réponse (RSM) 60
II.4.4. Modélisation mathématique par RSM 60
II.4.5. Approche par réseau de neurones artificiels (ANN) 61
II.5. Conclusion 62

Chapitre III :

Extraction et caractérisation des fibres de la hampe florale d'*Agave* pour des biocomposites renforcés

III.1. Introduction 64
III.2. Résultats et Discussion 64
III.2.1. Densité des fibres FSAA 64
III.2.2. Mesure de la densité linéique 65
III.2.3. Détermination du diamètre 66
III.2.4. Analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) des fibres FSAA 66
III.2.5. Analyse spectroscopique par transformée de Fourier infrarouge (FTIR) 68
III.2.6. Analyse thermogravimétrique (ATG) 70
III.2.7 Analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) 73
III.2.8. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) 73
III.2.9. Absorption d'eau 75
III.2.10. Essai de traction des fibres FSAA 76
III.3. Conclusions 81

Chapitre IV :

Élaboration et caractérisation du biocomposite BioEP-FSAA

IV.1. Introduction 84
IV.2. Résultats et Discussions 84
IV.2.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) 84

IV.2.2. Analyse thermogravimétrique (ATG) et dérivée thermogravimétrique (DTG) 87

IV.2.3. Diffraction des rayons X (DRX)..... 90

IV.2.4. Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) 92

IV.2.5. Images de microscopie électronique à balayage (MEB) de la hampe florale d'*Agave americana* (FSAA)/Bio-époxy (BioEP) avec différentes teneurs en fibres 94

IV.2.6. Absorption d'eau (WA) 96

IV.2.7. Essai de traction..... 99

IV.2.8. Essai de flexion..... 101

IV.3. Conclusion..... 103

Chapitre V :

Optimisation du perçage des biocomposites BioEP-FSAA par modélisation RSM et ANN

V.1. Introduction..... 105

V.2. Résultats et Discussions..... 105

V.2.1. Effet des paramètres de perçage sur le facteur de délaminage dans les matériaux composites 105

V.2.2 Méthodologie des surfaces de réponse (RSM) 109

V.2.3 Évaluation du modèle et tracés RSM..... 113

V.2.4. Contours de surface et graphiques de réponse tridimensionnels (3D) du facteur de délaminage (Fd) 115

V.2.5. Prédiction du facteur de délaminage (Fd) à l'aide d'un modèle de réseau de neurones artificiels (ANN)..... 118

V.2.6. Modélisation prédictive des résultats expérimentaux à l'aide de réseaux de neurones artificiels (ANN) et de la méthode des surfaces de réponse (RSM)..... 125

V.2.7. Conditions de perçage optimales 127

V.3. Conclusion 129

Références bibliographiques..... 126

Conclusion générale et perspectives..... 158

ANNEXES

Liste des figures

Figure I.1 Schéma illustrant la structure interne d'une fibre naturelle [18] 6

Figure I.2 Processus de rouissage à l'eau [38]. 11

Figure I.3 Extraction manuelle des fibres [41] 11

Figure I.4 Décortication mécanique [38]. 12

Figure I.5 Matériaux composites selon le type de matrice [48]..... 14

Figure I.6 Procédé de moulage par compression [52]..... 15

Figure I.7 Procédé de moulage par infusion sous vide [55]. 16

Figure I.8 Machine de moulage par injection plastique [59]..... 17

Figure I.9 procédé de moulage par pultrusion [63] 17

Figure I.10 Machine impression 3D de biocomposites [67] 18

Figure I.11 Méthodes d'évaluation de la délamination [(a) conventionnel, (b) dimension, (c) 2D, (d) ajusté, (e) minimal, (f) équivalent [84]. 22

Figure I.12 Spectre FTIR de la fibre de R. madagascariensis [85]. 24

Figure I.13 Étude ATG (a), DTG et DSC (b) de la fibre de R. madagascariensis [85]..... 24

Figure I.14 Images MEB des vues longitudinales (a) et des vues en coupe transversale (b) des RMFs [85] 25

Figure I.15 Spectre FTIR du SBF [86]..... 26

Figure I.16 Courbe de diffraction des rayons X du SBF [86]. 27

Figure I.17 Courbe ATG et DTG de SBF [86]..... 27

Figure I.18 Images MEB longitudinales et (c, d) Images MEB en coupe transversale du SBF [86].28

Figure I.19 Diagramme de diffractogramme des fibres de Yucca aloifolia L. et du Patron ajusté Rietveld [87]..... 29

Figure I.20 Courbes contrainte/déformation des fibres uniques de Yucca aloifolia L [87]. 30

Figure I.21 Images MEB de fibres de Yucca aloifolia L [87]..... 30

Figure I.22 Courbes ATG et DTA du composite EFR [88]. 31

Figure I.23 Essai de traction sur des échantillons de matériaux composites : (a) Modèle des courbes contrainte-déformation, (b) échantillons (EFR) après l'essai [88]. 32

Figure I.24 Micrographies MEB du matériau composite après l'essai de traction : (a) Rupture des fibres ; (b) Surface de fracture EFR ; (c) Matrice d'adhérence/Fibres [88]. 32

Figure I.25 Pourcentage en poids de fibres d'agave cantala (ACF) en fonction de la résistance à la traction et du module [89]. 33

Figure I.26 Pourcentage pondéral de fibres d'agave cantala (ACF) en fonction de la résistance à la flexion et du module 34

Figure I.27 Images de microscopie électronique à balayage (MEB) [89]. 34

Figure I.28 Courbes ATG pour des composites de fibres de banane de 20 mm de longueur [89]. 35

Figure I.29 Courbes spectrales FT-IR pour des composites de fibres de banane de 20 mm de longueur [89]. 36

Figure I.30 Exemples de trous percés dans un biocomposite jute/polyester (a) entrée, (b) sortie et dommages, (c) paramètres pour facteurs de délaminage via ImageJ [91]. 37

Figure I.31 (a–c) Distribution de probabilité normale et (d–f) valeurs prédites vs. valeurs réelles pour différentes méthodes Fd méthode évaluée [91]. 38

Figure I.32 Courbes de niveau des données prédites des différentes valeurs de Fd évaluées en fonction des paramètres de coupe des biocomposites produits : (a–c) données Fd1, (d–f) données Fd2 et (g–i) données Fd3 [91]. 38

Figure I.33 Schéma de validation par régression des données : (a–c) Fd1, (d–f) Fd2 et (g–i) Fd3[91] 39

Figure I.34 Diagramme de contour de la désirabilité pour différentes méthodes Fd évaluées [91].39

Figure I.35 Graphique de la fonction rampe de l'optimisation multiobjectif pour différentes méthodes Fd évaluées : (a) données Fd1, (b) données Fd2, (c) données Fd3, et (d) données combinées [91]. 40

Figure II.1 (a) Hampe florale de la plante *Agave americana*, (b–d) différentes étapes du procédé d'immersion des fibres FSAA, (e) biodégradation des fibres après 30 à 45 jours à des températures ambiantes, (f) fibre FSAA obtenue. 43

Figure II.2 Schéma illustrant le procédé de fabrication des biocomposites à partir de fibres de FSAA et de Bioepoxy 44

Figure II.3 Pycnomètre 46

Figure II.4 Balance 46

Figure II.5 Etuve 47

Figure II.6 Microscope optique ZEISS 48

Figure II.7 Microscope MEB-FEG de type Quattro S. 49

Figure II.8 Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier de type PerkinElmer Spectrum RX1. 49

Figure II.9 Analyseur thermique simultané (ATG / DSC) : 1600 °C, METTLER TOLEDO. 50

Figure II.10 Diffractomètre à rayons X de type D8 Advance Bruker. 52

Figure II.11 Essai de traction des échantillons FSAA (tige florale *d'Agave americana*) /bio-époxy (BioEP)..... 55

Figure II.12 Essai de flexion des échantillons FSAA (tige florale *d'Agave americana*) /bio-époxy (BioEP)..... 56

Figure II.13 Échantillons de biocomposites à base de la fibre FSAA (a) avant et (b) après perçage.57

Figure II.14 Machine de perçage CNC et système de commande 58

Figure II.15 (a) Forets utilisés pour le perçage du biocomposite, (b) Qualité des trous percés dans les biocomposites FSAA pour différents diamètres de foret. 58

Figure II.16 (a) Analyse par ImageJ, (b) Illustration des défauts de perçage et de la délamination dans les biocomposites FSAA. 59

Figure III.1 Exemple de micrographie d'une fibre FSAA individuelle. 66

Figure III.2 Micrographies MEB de la vue longitudinale de la fibre FSAA à différents grossissements..... 68

Figure III.3 Analyse FTIR des fibres FSAA : (a) spectres FTIR et (b) déconvolution des pics. ... 70

Figure III.4 (a) Courbes ATG (thermogravimétrie) et DTG (dérivée de la perte de masse) de l'analyse thermique de la fibre FSAA ; (b) courbe de Broido. 72

Figure III.5 Courbes DSC de la fibre FSAA. 73

Figure III.6 Spectre DRX de la fibre FSAA..... 74

Figure III.7 Courbes d'absorption d'eau des fibres FSAA : (a) comportement d'absorption d'eau des FSAA, (b) modélisation de Peleg pour l'eau distillée, et (c) modélisation de Peleg pour l'eau de mer. 76

Figure III.8 (a) contrainte/déformation, (b) résistance vs diamètre, (c) déformation à la rupture vs diamètre, (d) module de Young vs diamètre (GL = 100 mm). 78

Figure III.9 Distribution de Weibull à deux paramètres pour les propriétés mécaniques des fibres FSAA selon la méthode du maximum de vraisemblance (ML) :(a) résistance à la traction, (b) allongement à la rupture, et (c) module de Young 79

Figure III.10 Graphiques de la probabilité de survie des propriétés mécaniques des fibres FSAA, établis selon la loi de Weibull à deux paramètres en utilisant la méthode du maximum de vraisemblance (ML). 81

Figure IV.1 Analyse comparative par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) des biocomposites : (a) vue d'ensemble du spectre complet, (b) région agrandie entre 4000 et 3100 cm^{-1}. 85

Figure IV.2 Région agrandie entre 1400 et 1600 cm^{-1} 86

Figure IV.3 Courbes d'analyse thermogravimétrique (ATG) et dérivée thermogravimétrique (DTG) des composites à base de tige florale *d'Agave americana* (FSAA)/bio-époxy (BioEP) avec différentes teneurs en fibres. 88

Figure IV.4 Spectres de diffraction des rayons X (DRX) des composites tige florale *d'Agave americana* (FSAA)/bio-époxy (BioEP) avec différentes teneurs en fibres. 92

Figure IV.5 Thermogrammes de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) des composites tige florale *d'Agave americana* (FSAA)/bio-époxy (BioEP). 93

Figure IV.6 Micrographie en microscopie électronique à balayage (MEB) de la bio-époxy (BioEP). 94

Figure IV.7 Micrographies en microscopie électronique à balayage (MEB) des surfaces de rupture des biocomposites à base de tige florale d'Agave americana (FSAA)/bio-époxy (BioEP) avec différents taux de fibres : (a-b) 10 % en poids, (c-d) 20 % en poids, (e-f) 30% 95

Figure IV.8 Comportement d'absorption d'eau des composites bioépoxy–FSAA immergés dans l'eau distillée et l'eau de mer pour différentes teneurs en fibres (10 %, 20 % et 30 %), comparé à la bioépoxy pure. 97

Figure IV.9 Analyse de la résistance à la traction des composites FSAA (tige florale *d'Agave americana*) /bio-époxy (BioEP). 100

Figure IV.10 Analyse de la résistance en flexion des composites FSAA (tige florale *d'Agave americana*) /bio-époxy (BioEP). 102

Figure V.1 Effet de la vitesse d'avance (f), de la vitesse de broche (N) et du diamètre du foret (d) sur le facteur de délaminage (Fd) lors du perçage au foret en acier rapide revêtu de nitrure de titane (HSS-TiN) d'un biocomposite en fibres de hampe florale *d'Agave* 107

Figure V.2 Effet de la vitesse d'avance (f), de la vitesse de broche (N) et du diamètre du foret (d) sur le facteur de délaminage (Fd) d'un composite bio-époxy à fibres de hampe florale *d'Agave americana* (FSAA) : a–c nuages de points et d–f diagrammes en boîte. (HSS) 108

Figure V.3 Graphiques de diagnostic des facteurs de délaminage Fd (HSS-TiN) et Fd (HSS). a, b tracés de probabilité normale, c, d résidus 114

Figure V.4 Valeurs prévues vs. Réelles pour (a) HSS-TiN et (b) HSS 115

Figure V.5 Variation du facteur de délaminage Fd (HSS-TiN) du biocomposite pour différents paramètres : (a, b) N vs. f, (c, d) d vs. f et (e, f) d vs. N. 116

Figure V.6 Variation du facteur de délaminage Fd (HSS) du biocomposite pour différents paramètres : (a, b) N vs. f, (c, d) d vs. f et (e, f) d vs. N. 117

Figure V.7 Résultats de validation du réseau de neurones artificiels (ANN) et distribution des erreurs pour le facteur de délaminage (Fd) pour les forets en (a)-(b) acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN) et (c)-(d) acier rapide (HSS). 118

Figure V.8 Performances du modèle sur les jeux de données d'apprentissage, de validation, de test et l'ensemble des données pour les forets en (a) acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN) et (b) acier rapide (HSS). 119

Figure V.9 Évaluation des performances du modèle de réseau de neurones artificiels (ANN) pour la prédiction du facteur de délaminage (Fd) lors du perçage de biocomposites : (a) acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN) et (b) acier rapide (HSS). 120

Figure V.10 Graphiques de surface de réponse bidimensionnels (2D) et tridimensionnels (3D) du facteur de délaminage (Fd) en fonction des paramètres de coupe vitesse de rotation (N), vitesse d'avance (f) et diamètre du foret (d) obtenus à l'aide du modèle de réseau de neurones artificiels (ANN) pour un outil en acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN). 124

Figure V.11 Graphiques de surface de réponse bidimensionnels (2D) et tridimensionnels (3D) du facteur de délaminage (Fd) en fonction des paramètres de coupe vitesse de rotation (N), vitesse d'avance (f) et diamètre du foret (d) obtenus à l'aide du modèle de réseau de neurones artificiels (ANN) pour un outil en acier rapide (HSS). 125

Figure V.12 Comparaison des résultats expérimentaux et prédits du facteur de délaminage (Fd) à l'aide des modèles de la méthode des surfaces de réponse (RSM) et des réseaux de neurones artificiels (ANN) pour l'acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN). (a) Valeurs de Fd prédictes vs. Expérimentales, (b) Résidus des prédictions de Fd. 126

Figure V.13 Comparaison des résultats expérimentaux et prédits du facteur de délaminage (Fd) à l'aide des modèles de la méthode des surfaces de réponse (RSM) et des réseaux de neurones artificiels (ANN) pour l'acier rapide (HSS). (a) Valeurs de Fd prédictes vs. Expérimentales, (b) Résidus des prédictions de Fd. 127

Figure V.14 Graphique de la fonction de désirabilité (DF) pour l'optimisation combinée du facteur de délaminage (Fd) pour l'acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN) et l'acier rapide (HSS). 128

Figure V.15 Graphique de la fonction de désirabilité (DF) montrant les valeurs optimales : vitesse d'avance (f) = 50 mm/min, vitesse de broche (N) = 1800 tr/min et diamètre de perçage (d) = 5 mm. 129

Liste des tableaux

Tableau I.1 Composition chimique et densité de différentes fibres végétales naturelles [26]. 6

Tableau I.2 Propriétés mécaniques de quelques fibres naturelles ; les valeurs entre parenthèses indiquent les moyennes [21] 7

Tableau I.3 Fibres naturelles, matrices polymères et méthodes de fabrication des biocomposites [26,78,79] 19

Tableau II.1 Propriétés physiques et thermomécaniques typiques de la résine biosourcée (BioEP) 44

Tableau II.2 Plan d'expériences : matrice expérimentale présentant les niveaux codés et réels des paramètres de perçage 59

Tableau III.1 Comparaison des caractéristiques physiques de la hampe florale *d'Agave americana* avec d'autres fibres cellulosiques..... 65

Tableau III.2 Observation des pics FTIR pour la fibre FSAA 70

Tableau III.3 Comparaison des caractéristiques thermiques entre la fibre de tige florale *d'Agave americana* (FSAA) et d'autres fibres cellulosiques. 72

Tableau III.4 Comparaison des qualités cristallographiques de la fibre FSAA avec d'autres fibres cellulosiques. 75

Tableau IV.1 Étapes de dégradation thermique des composites à base de tige florale *d'Agave americana* (FSAA)/bio-époxy (BioEP). 89

Tableau IV.2 Effet de la teneur en fibres de la hampe florale *d'Agave americana* (FSAA) sur l'indice de cristallinité (CrI) et la taille des cristallites (CS) des biocomposites à base de bio-époxy (BioEP), selon l'analyse par diffraction des rayons X. 92

Tableau IV.3 Absorption d'eau et paramètres de diffusion des composites FSAA/BioEP en eau de mer (EM) et en eau distillée (ED) 99

Tableau IV.4 Absorption d'eau (WA) et comportement de diffusion des composites à base de fibres naturelles rapportés dans la littérature. (FSAA : tige florale *d'Agave americana*, EM : eau de mer, ED : eau distillée, Dc : coefficient de diffusion). 99

Tableau IV.5 Comparaison des propriétés de flexion de la hampe florale des composites *Agave americana* (FSAA)/Bio-époxy (BioEP) et d'autres composites de fibres naturelles 103

Tableau V.1 Facteurs de délaminage expérimentaux et prédits (Fd) pour les outils en acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN) et en acier rapide (HSS) sous différents paramètres de perçage. (RSM : Méthodologie des surfaces de réponse, ANN : Réseau de neurones artificiel f : Vitesse d'avance, N : Vitesse de rotation, d : Diamètre du foret). 110

Tableau V.2 Résumé de l'analyse de variance (ANOVA) concernant l'impact des paramètres de perçage sur le facteur de délaminage (Fd) à l'aide d'un outil en acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN). (R^2 : Coefficient de corrélation, S : Somme des carrés, MS Carré moyen, CV : Coefficient

de variation, SD : Écart-type, f : Vitesse d'avance, N : Vitesse de rotation, d : Diamètre du foret). 111

Tableau V.3 Résumé de l'analyse de variance (ANOVA) concernant l'effet des paramètres de perçage sur le facteur de délaminage (Fd) à l'aide d'un outil en acier rapide (HSS). (MS : Carré moyen, DF : Fonction de désirabilité, CV : Coefficient de variation, R^2 : Coefficient de corrélation, S : Somme des carrés, SD : Écart-type, f : Vitesse d'avance, N : Vitesse de rotation, d : Diamètre du foret). 111

Tableau V.4 Évaluation des performances des architectures de réseaux de neurones artificiels (ANN) pour le facteur de délaminage (Fd) des outils en acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN) et en (HSS) : valeurs de la racine de l'erreur quadratique moyenne (RMSE) et du coefficient de corrélation (R^2) pour les jeux de données d'apprentissage, de validation et de test. 121

Tableau V.5 Modèles mathématiques des facteurs de délaminage (Fd) pour le perçage des biocomposites de hampe florale *d'Agave americana* (FSAA) par une approche basée sur les réseaux de neurones artificiels (ANN). (HSS : Acier rapide, HSS-TiN : Acier rapide revêtu de titane 122

Tableau V.6 Données statistiques concernant le R^2, l'erreur quadratique moyenne (MSE) et la racine de l'erreur quadratique moyenne (RMSE) de Fd,HSS et Fd,HSS-TiN obtenus par RSM et ANN. 125

Acronymes et Abréviations

- ANN : Réseau de neurones artificiels
- ANOVA : Analyse de variance
- ASTM : American Society for Testing and Materials
- ATG : Analyse thermogravimétrique
- BioEP / Bio-Epoxy : Matrice / résine biosourcée de type époxy
- CCD : Central Composite Design (Plan factoriel composite centré)
- CrI : Indice de cristallinité
- CS : Taille des cristallites
- CV : Coefficient de variation
- DF : Degrés de liberté
- DRX : Diffraction des rayons X (X-Ray Diffraction)
- DSC : Calorimétrie différentielle à balayage
- DTG : Thermogravimétrie dérivée
- ED : Eau distillée
- EXP : Valeurs expérimentales / mesurées
- FSAA : hampe florale d'*Agave americana*
- FTIR : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
- FWHM : Largeur à mi-hauteur du pic
- GPa : Unité de module d'élasticité / rigidité
- HSS : Acier rapide
- HSS-TiN : Acier rapide revêtu de nitrure de titane
- MEB / SEM : Microscopie électronique à balayage (Scanning Electron Microscopy)
- MEB-FEG : Microscopie électronique à balayage à émission de champ (Field Emission Gun)
- MFA : Angle microfibrillaire
- ML / MV : Maximum de vraisemblance

- MPa : Mégapascal (Unité de résistance à la traction / flexion)
- MS : Mean Square (Carré moyen)
- MSE : Mean Squared Error (Erreur quadratique moyenne)
- R^2 : Coefficient de détermination / corrélation
- RMSE : Racine de l'erreur quadratique moyenne
- RSM: Méthodologie des surfaces de réponse
- SD : Écart-type
- SS : Somme des carrés
- EM : Eau de mer
- Tex : Unité de densité linéique du textile (g/km)
- TiN : Nitrure de titane
- WA : Water Absorption (Absorption d'eau)

Nomenclature et Symboles

- β: Largeur à mi-hauteur du pic de diffraction (FWHM, rad)
- λ: Longueur d'onde du rayonnement Cu-Kα 1,54184 Å
- θ: Angle de diffraction de Bragg (°)
- $\rho_{acétone}$: Masse volumique de l'acétone (g/cm^3)
- ρ_{FSAA} : Masse volumique / densité des fibres FSAA (g/cm^3)
- C(t) : Teneur en humidité au temps t (%)
- Cs : Teneur en humidité à saturation (%)
- *d* : Diamètre du foret (mm)
- *d/h* : Épaisseur de l'échantillon (mm)
- D_0 : Diamètre nominal du trou percé (mm)
- D_c : Coefficient de diffusion (mm^2 /s)
- D_{max} : Diamètre maximal de la zone délaminée (mm)
- Ea : Énergie d'activation de la dégradation thermique (kJ/mol)
- *f/F* : Vitesse d'avance (mm/min)
- F_d : Facteur de délaminage

- F_{dHSS}: Facteur de délaminage pour l'outil en acier rapide (HSS)
- $F_{dHSS\text{-}TiN}$: Facteur de délaminage pour l'outil en acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN)
- H_1 à H_{10} : Neurones de la couche cachée du réseau ANN
- I_{002} : Intensité maximale du pic cristallin principal
- I_{am} : Intensité minimale de la région amorphe
- K_1 : Constante de vitesse d'absorption du modèle de Peleg
- K_2 : Constante de capacité d'absorption du modèle de Peleg
- m_1 : Poids initial du pycnomètre vide (g)
- m_2 : Poids du pycnomètre rempli de fibres (g)
- m_3 : Poids du pycnomètre avec fibres et acétone (g)
- m_c : Masse totale du composite (g)
- m_f : Masse des fibres (g)
- m_m : Masse de la matrice (g)
- M_0 : Teneur en eau initiale (%)
- M_t / W_t : Masse ou teneur en eau à l'instant t (g ou %)
- n : Nombre d'essais / points de données
- N : Vitesse de rotation de la broche (tr/min ou rev/min)
- P_c : Coefficient de perméabilité
- R : Constante universelle des gaz parfaits (8,32 J/mol.K)
- S_c : Coefficient de sorption
- T : Température absolue (K)
- Tg : Température de transition vitreuse (°C)
- V_{py} : Volume du pycnomètre (mL)
- wi : Poids initial de l'échantillon (g)
- W_0 : Masse initiale de l'échantillon sec (g)
- W_f : Fraction massique des fibres (%)
- $W\infty$: Absorption d'eau à saturation (%)
- w_t : Poids de l'échantillon à un instant/température t (g)

- y : Poids normalisé (wt/wi)
- y_i : Valeur expérimentale / observée
- $\hat{y}_i$: Valeur prédite par le modèle
- $\bar{y}_i$: Moyenne des valeurs observées

- (Y) : Variable de réponse
- (X_1) : Variable indépendante codée correspondant à la vitesse d'avance
- (X_2) : Variable indépendante codée correspondant à la vitesse de rotation de la broche
- (X_3) ; Variable indépendante codée correspondant au diamètre du foret
- (β_0) : Terme constant du modèle
- (β_i) : Coefficients des effets linéaires
- (β_{ij}) : Coefficients des effets d'interaction
- (β_{ii}) : Coefficients des effets quadratiques
- (R^2) : Coefficient de détermination
- (R^2_{aj}) : Coefficient de détermination ajusté
- ($R^2_{préd}$): Coefficient de détermination prédit

Résumé

Cette étude apporte une démonstration complète du potentiel des fibres issues de la hampe florale d'*Agave americana* (FSAA) en tant que renfort lignocellulose biosourcé de choix pour l'élaboration de biocomposites écoresponsables à matrice bio-époxy. Les caractérisations fondamentales de la fibre brute ont d'abord révélé une faible densité de 0,98 g/cm^3, particulièrement avantageuse pour l'allègement structural, couplée à un indice de cristallinité de 58,4 % et une stabilité thermique remarquable jusqu'à 220 °C (associée à une énergie d'activation de dégradation Ea = 158,2 kJ/mol, garantissant sa parfaite compatibilité avec les températures de polymérisation des résines polymères. Les essais mécaniques uniaxiaux sur fibre unique ont quant à eux mis en évidence un module de Young de 77,61 ± 15,90 GPa et un allongement à la rupture de 3,8 %, dont la variabilité intrinsèque a été rigoureusement modélisée et validée par une analyse statistique de Weibull. Lors de l'incorporation de ces renforts dans la matrice bio-époxy à des taux de charge massique de 10 %, 20 % et 30 %, les résultats ont démontré une nette supériorité du composite chargé à 30 % wt, lequel affiche une résistance à la traction de 55,59 MPa marquant un bond spectaculaire de 120 % par rapport à la résine pure, un module d'élasticité de 3,07 GPa et une résistance en flexion élevée de 48,98 MPa, témoignant d'un transfert de charge efficace à l'interface fibre/matrice. L'évaluation de la durabilité environnementale par immersion a révélé un comportement hygrothermique de type Fickien, marqué par un taux de saturation à l'équilibre plus faible en eau de mer (6,9 %) qu'en eau douce (8,2 %) sous l'effet de la pression osmotique saline. Enfin, l'investigation de l'usinabilité du matériau par le procédé de perçage, modélisée comparativement par la méthodologie des surfaces de réponse (RSM) et par réseaux de neurones artificiels (ANN), a établi qu'une combinaison d'avance élevée (150 mm/min), de vitesse de broche soutenue (800 tr/min) et de diamètre d'outil (10 mm) permet de préserver l'intégrité de l'assemblage en minimisant l'endommagement interlaminaire jusqu'à un facteur de délaminage optimal de Fd = 1,020.

Mots-clés : *Agave americana* (FSAA), biocomposites, caractérisation mécanique, distribution de Weibull, absorption d'eau, perçage, facteur de délaminage, RSM, ANN.

Abstract

This study provides a complete demonstration of the potential of fibers from the *Agave americana* flower stalk (FSAA) as a bio-based lignocellulose reinforcement of choice for the development of eco-friendly biocomposites with a bio-epoxy matrix. The fundamental characterizations of the crude fiber first revealed a low density of 0.98 g/cm^3, particularly advantageous for structural lightening, coupled with a crystallinity index of 58.4% and a remarkable thermal stability up to 220 °C (associated with a degradation activation energy Ea = 158.2 kJ/mol, guaranteeing its perfect compatibility with polymer resin curing temperatures. Uniaxial mechanical tests on single fiber revealed a Young's modulus of 77,61 ± 15,90 GPaand a break elongation of 3.8%, the intrinsic variability of which was rigorously modeled and validated by a statistical Weibull analysis. When incorporating these reinforcements into the bio-epoxy matrix at mass loading rates of 10%, 20% and 30%, the results demonstrated a clear superiority of the 30% wt filled composite, which has a tensile strength of 55.59 MPa, marking a dramatic jump of 120% compared to pure resin. a modulus of elasticity of 3,07 GPa and a high flexural strength of 48.98 MPa, demonstrating efficient load transfer at the fiber/matrix interface. The assessment of environmental sustainability by immersion revealed a Fickian-type hygrothermal behaviour, marked by a lower equilibrium saturation rate in seawater (6.9%) than in fresh water (8.2%) under the effect of saline osmotic pressure. Finally, the investigation of the machinability of the material by the drilling process, modeled comparatively by the response surface methodology (RSM) and by artificial neural networks (ANN), established that a combination of high feed (150 mm/min), sustained spindle speed (800 rpm) and tool diameter (10 mm) preserves the integrity of the assembly by minimizing interlaminar damage up to an optimal delamination factor of Fd = 1.020.

Keywords : *Agave americana* fibers, biocomposites, mechanical characterization, Weibull analysis, water absorption, drilling, delamination, RSM, ANN.

الملخص

توفر هذه الدراسة عرضا كاملا لإمكانات ألياف ساق زهرة أغاف أمريكانا (FSAA) كأداة تقوية حيوية لليجنوسلولوز المفضلة لتطوير مركبات حيوية صديقة للبيئة مع مصفوفة إيبوكسي حيوية. كشفت التوصيفات الأساسية للألياف الخام أولا عن كثافة منخفضة تبلغ 0.98 جرام/سم^3، وهي ميزة خاصة للإضاءة الهيكلية، مع مؤشر تبلور 58.4٪ وثبات حراري ملحوظ يصل إلى 220 درجة مئوية (مرتبط بطاقة تفعيل التحلل Ea = 158.2 كيلوجول/مول)، مما يضمن توافقه التام مع درجات حرارة معالجة راتنج البوليمر. كشفت الاختبارات الميكانيكية أحادية المحور على ليف واحد عن معامل يونغ يبلغ 77,61 ± 15,90 جيجابوس أمبير وتمايل انقطاع بنسبة 3.8٪، وقد تم نمذجة وتقلبها الجوهري بدقة بواسطة تحليل إحصائي من ويبول. عند دمج هذه التعزيزات في مصفوفة الإيبوكسي الحيوي بمعدلات تحميل كتلية 10٪، 20٪ و30٪، أظهرت النتائج تفوقا واضحا على المركب المملوء بوزن 30٪، والذي يتمتع بقوة شد تبلغ55,59 ميجا باسكال، مما يمثل قفزة كبيرة بنسبة 120٪ مقارنة بالراتنج النقي. معامل مرونة 3,07 جيجاباكالو وقوة انحنائية عالية تبلغ48,98 . ميجا باسكال، مما يدل على انتقال حمل فعال عند واجهة الألياف/المصفوفة. كشف تقييم الاستدامة البيئية بالغمر عن سلوك حراري رطوبي من نوع فيكيان، يتميز بمعدل تشبع توازن أقل في مياه البحر (6.9٪) مقارنة بالمياه العذبة (8.2٪) تحت تأثير الضغط الأسموزي المالح. وأخيرا، أثبت التحقيق في قابلية التشغيل للمادة بواسطة عملية الحفر، والذي تم نمذجته بنفس الطريقة بواسطة منهجية سطح الاستجابة (RSM) وشبكات عصبية اصطناعية (ANN)، أن مزيجا من سرعة تغذية عالية (150 مم/دقيقة)، وسرعة المغزل المستمرة (800 دورة في الدقيقة) وقطر أداة (10 مم) يحافظ على سلامة التجميع من خلال تقليل الضرر بين الطبقات حتى عامل إزالة السطح الأمثل Fd = 1.020.

الكلمات المفتاحية: الأغاف الأمريكي (FSAA)، المركبات الحيوية، التوصيف الميكانيكي، توزيع ويبول، امتصاص الماء، الحفر، عامل التقطيع، ANN ،RSM.

Introduction générale

Face à l'urgence de la crise environnementale globale, à la raréfaction inéluctable des ressources d'origine fossile et au durcissement des réglementations internationales en matière de développement durable, la science des matériaux connaît aujourd'hui une transformation paradigmatique majeure vers l'élaboration de structures écoresponsables. Dans cette dynamique de transition écologique, le remplacement progressif des renforts synthétiques traditionnels très énergivores et difficiles à recycler par des alternatives végétales constitue un enjeu technologique et économique prioritaire. C'est dans ce cadre scientifique que s'inscrit cette thèse, qui vise à valoriser une ressource lignocellulosique locale particulièrement abondante et sous-exploitée : les fibres issues de la hampe florale d'*Agave americana* (FSAA). L'objectif majeur de cette étude est d'évaluer la faisabilité technique, d'analyser le comportement thermomécanique et de maîtriser l'usinabilité d'un nouveau biocomposite entièrement biosourcé, associant ces fibres végétales à une matrice bio-époxy (BioEP). Pour répondre à cette problématique complexe, la démarche scientifique adoptée s'articule autour d'une approche intégrée en trois volets indissociables. Le premier volet est consacré à l'exploration fondamentale de la fibre individuelle, combinant des caractérisations physiques, chimiques, cristallographiques par diffraction des rayons X (DRX) et thermiques (ATG/DSC), complétées par des essais mécaniques en traction accompagnés d'une modélisation statistique de Weibull afin d'appréhender la variabilité intrinsèque de ce renfort naturel. Le deuxième axe porte sur l'élaboration du biocomposite BioEP/FSAA et l'analyse systémique de l'influence du taux de charge massique sur les performances mécaniques en traction et flexion, tout en évaluant la durabilité du matériau face aux mécanismes d'absorption d'eau et de diffusion hygrothermique. Enfin, le troisième volet aborde le verrou technologique lié à l'assemblage et à la mise en œuvre industrielle par l'étude du procédé de perçage ; cette étape critique tire parti de la méthodologie des surfaces de réponse (RSM) et des réseaux de neurones artificiels (ANN) pour modéliser, prédire et optimiser les paramètres de coupe afin de minimiser le phénomène de délaminage. En établissant ainsi un lien direct entre la structure de la fibre, les propriétés globales du biocomposite et ses réponses à

l'usinage, ces travaux fournissent une grille de lecture scientifique indispensable pour promouvoir l'intégration efficace de ces matériaux renouvelables dans des applications structurales et semi-structurales de pointe.

Chapitre I

Introduction aux fibres naturelles et aux biocomposites biosourcés.

I.1. Introduction

Dans un contexte mondial de transition vers une économie plus verte et plus durable, la recherche des matériaux alternatifs aux composites synthétiques traditionnels est devenue un enjeu majeur. Les matériaux composites renforcés par des fibres naturelles représentent une solution prometteuse, combinant légèreté, bonnes propriétés mécaniques, faible coût, renouvelable, et biodégradabilité. Ces matériaux s'inscrivent dans une stratégie de valorisation de la biomasse et de réduction de l'empreinte environnementale des procédés industriels, en particulier dans les secteurs de l'automobile, du bâtiment, de l'emballage et de l'aéronautique.

I.2. Fibres naturelles pour matériaux composites

I.2.1. Définition et classification des fibres naturelles

Les fibres naturelles regroupent plusieurs types de fibres présentes dans la nature et couramment obtenues à partir de sources végétales (telles que les fibres cellulosiques), animales (telles que les fibres protéiques) et minérales (comme l'amiante) [1]. Les fibres végétales peuvent être extraites de différentes parties de la plante, ce qui influence leurs propriétés et leurs domaines d'application. Elles peuvent notamment provenir des graines, des fruits, du liber (bast), des feuilles, du bois, des tiges ou des graminées. Parmi les exemples les plus courants figurent le coton et le kapok, issus des graines ou des tissus reproducteurs, ainsi que plusieurs fibres extraites des tiges ou des feuilles de plantes, telles que le palmier, le lin, le jute, le chanvre, le kénaf, le ramie et l'ananas, entre autres [2].

I.2.1.1. Fibres animales

Les fibres animales sont des matériaux à base de protéines, principalement constitués de kératine, présente dans la laine et les poils, et de fibroïne, qui compose la soie [3] . Ces protéines confèrent aux fibres des propriétés mécaniques et thermiques distinctives. Les fibres animales sont obtenues à partir des poils, de la toison ou des sécrétions des mammifères et sont généralement classées selon l'espèce et l'origine anatomique. Les fibres à base de kératine, comme la laine provenant principalement des moutons, se caractérisent par leur frisure naturelle, leur élasticité et leur excellente isolation thermique, propriétés résultant de leur noyau hygroscopique et de leur structure capable de piéger l'air. Parmi les autres fibres kératiniques figurent l'alpaga, le cachemire, le mohair et le

poil de chameau, chacune présentant des variations de douceur, de finesse et de résistance mécanique selon l'espèce et la morphologie de la fibre [4].

I.2.1.2. Fibres minérales

Les fibres minérales constituent une catégorie particulière de fibres naturelles issues de ressources géologiques inorganiques, par opposition aux fibres d'origine biologique. Pendant longtemps, cette famille a été principalement représentée par l'amiante, un ensemble de minéraux silicatés reconnus pour leur résistance mécanique élevée, leur excellente tenue au feu et leur grande stabilité chimique [5]. Ces propriétés ont conduit à son utilisation massive dans les domaines de l'isolation, de la construction et des textiles industriels. Toutefois, en raison de ses effets sanitaires graves, notamment lorsqu'il est inhalé sous forme de particules fines, l'usage de l'amiante est aujourd'hui interdit dans la majorité des pays [6]. Les fibres de basalte, quant à elles, sont obtenues par fusion et extrusion contrôlées de roches basaltiques naturelles. Elles se caractérisent par une résistance mécanique élevée, une très bonne résistance thermique et chimique, ainsi que par leur caractère non toxique [7]. Leurs performances sont souvent comparables, voire supérieures, à celles des fibres de verre, tout en présentant un impact environnemental plus faible grâce à l'abondance de la matière première et à un procédé de fabrication relativement simple.

I.2.1.3. Fibres végétales

Les fibres végétales sont des fibres naturelles obtenues à partir de sources végétales et sont principalement constituées de cellulose, avec des proportions variables d'hémicellulose, de lignine, de pectine et de cires [7]. Selon leur origine botanique, elles sont couramment classées en fibres de liber (bast) telles que le lin, le chanvre, le jute et le kénaf ; fibres de feuilles, comme le sisal, l'agave et l'ananas ; fibres de graines, telles que le coton et le kapok ; fibres de fruits, comme la fibre de coco (coir) ; et fibres de graminées ou de roseaux [8]. Ces fibres sont particulièrement appréciées pour leur faible densité, leur biodégradabilité, leur caractère renouvelable et leurs bonnes propriétés mécaniques relatives, ce qui en fait des alternatives attractives aux fibres synthétiques. Les fibres végétales présentent une bonne résistance à la traction, une certaine flexibilité et une capacité d'isolation thermique, bien que leurs propriétés dépendent fortement de l'espèce végétale, des conditions de culture et des méthodes d'extraction. En raison de leur abondance, de leur faible coût et de leur caractère respectueux de l'environnement, les

fibres végétales sont largement utilisées dans le textile, la fabrication de cordages, l'emballage, les composants automobiles et, de plus en plus, comme matériaux de renfort dans les composites polymères et les matériaux biosourcés.

I.3. Généralités sur les fibres végétales

I.3.1. Structure et composition chimique d'une fibre végétale

I.3.1.1. La cellulose

La cellulose est un polymère linéaire constitué d'unités de glucose reliées par des liaisons β-(1→4), présentant un degré de cristallinité élevé. Elle joue un rôle fondamental dans les parois cellulaires végétales, où elle est principalement responsable de la résistance mécanique, de la rigidité et de la structure fibrillaire des plantes [9]. Bien que la cellulose soit de nature hydrophile en raison de la présence de nombreux groupements hydroxyles, elle demeure insoluble dans l'eau, grâce à la formation de liaisons hydrogène intra- et intermoléculaires très fortes qui confèrent une grande stabilité structurale et thermique au matériau [10].

I.3.1.2. L'hémicellulose

L'hémicellulose est un polymère ramifié et majoritairement amorphe, constitué de différents sucres tels que les pentoses (xylose, arabinose) et les hexoses (mannose, glucose, galactose). Comparée à la cellulose, elle présente une résistance mécanique plus faible et une stabilité thermique inférieure, ce qui la rend plus réactive et facilement hydrolysable. L'hémicellulose est généralement soluble dans les solutions alcalines, en raison de la présence de liaisons glycosidiques moins stables et d'une organisation structurale moins ordonnée [11].

I.3.1.3. La lignine

La lignine est un polymère aromatique très complexe et tridimensionnel, présent dans la paroi cellulaire des plantes. Elle joue un rôle crucial en agissant comme agent de cohésion et de protection, liant les fibres de cellulose et d'hémicellulose pour assurer l'intégrité structurelle des tissus végétaux. Sa nature hydrophobe et sa forte résistance chimique et thermique lui confèrent une grande stabilité, ce qui permet aux plantes de résister efficacement à la compression, à l'humidité, ainsi qu'aux attaques biologiques comme les champignons ou les bactéries. Cependant, cette rigidité et ce caractère hydrophobe présentent des défis dans le domaine des biocomposites. En effet, la lignine peut entraver l'adhésion entre les fibres naturelles et la matrice polymère, réduisant la

cohésion globale du composite et pouvant affecter ses propriétés mécaniques et sa durabilité [12].

I.3.1.4. La pectine

Les pectines sont des macromolécules glucidiques constituées principalement d'acide galacturonique. Il s'agit de polysaccharides complexes présents dans la lamelle moyenne et les parois primaires des tissus végétaux [4]. Elles représentent environ 30 % des parois primaires des fibres issues des plantes gymnospermes et angiospermes [13]. Bien qu'elles soient moins abondantes que la cellulose, la lignine ou l'hémicellulose, les pectines jouent un rôle essentiel dans la structure des fibres végétales. Elles forment de larges macromolécules qui lient les fibres élémentaires entre elles pour constituer la fibre finale, assurant ainsi la flexibilité, la cohésion et la stabilité de la structure [14]. Les pectines peuvent également relier les microfibrilles de cellulose à la matrice formée par l'hémicellulose. Leur caractère hydrophile, dû à la présence de groupes carboxyles, leur confère une capacité de rétention d'eau, influençant la douceur des fibres, leur comportement au gonflement et leur absorption d'eau. Lors des procédés d'extraction des fibres, les pectines figurent parmi les premiers constituants à être solubilisés, ce qui facilite la séparation des fibres individuelles [15]

I.3.1.5. Les cires

Les cires sont des substances hydrophobes constituées principalement de composés aliphatiques à longues chaînes, tels que les acides gras, les alcools et les esters [16]. Elles forment une fine couche protectrice à la surface externe des fibres végétales, notamment au niveau de la cuticule des cellules épidermiques [17]. Ce revêtement cireux joue un rôle clé dans la réduction des pertes d'eau, la protection contre les attaques microbiennes et la résistance mécanique face aux contraintes environnementales [9]. Toutefois, la présence de cires peut nuire à l'adhésion interfaciale entre les fibres végétales et les matrices polymères dans les matériaux composites [18]. C'est pourquoi des traitements chimiques ou physiques, tels que les traitements alcalins ou le plasma, sont couramment appliqués afin d'éliminer ou de modifier les cires, améliorant ainsi l'énergie de surface des fibres, leur mouillabilité et leur capacité d'adhésion lors de leur utilisation comme renforts dans les composites.

Tableau I.1 Composition chimique et densité de différentes fibres végétales naturelles [19].

Fibre	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Densité (g/cm³)
Abaca	56	20–25	7–13	1,5
Alfa	45,4	38,5	14,9	0,89
Bambou	26	30	5–31	0,91
Banane	62–64	19	5	0,8
Noix d'arec	53,2	32,98	7,2	1,34
Coton	82	5,7	< 2	1,5
Curaua	70,7	9,9	7,5–11,1	1,4
Lin	71	18,6	2,2	1,5
Chanvre	57–77	14–22,4	3,7–13	1,47
Jute	59–71	13,6	11,8–13	1,3
Kénaf	45–57	8–13	21,5	1,22
Palmier	20–65	14,2	11–29	1,03
Piassava	28,6	2,5–8	45	1,10
Ramie	68–91	5–16,7	0,6	1,5
Sisal	78	25,7	12,1	1,3

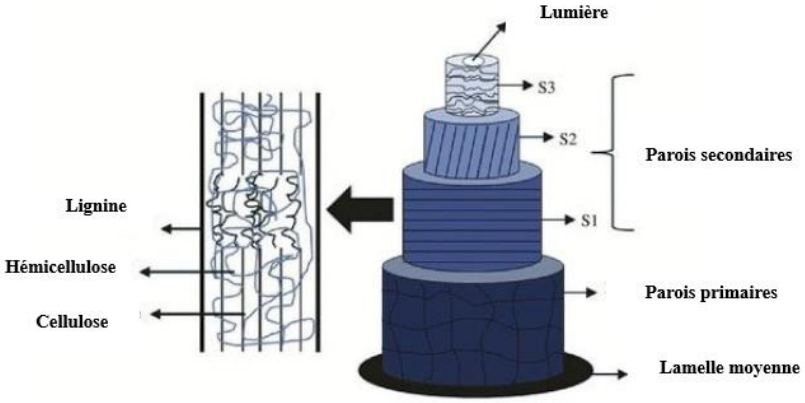


Figure I.1 Schéma illustrant la structure interne d'une fibre naturelle [18] .

I.4. Propriétés physico-chimiques des fibres végétales

Le jute, le lin, le chanvre, le sisal, le kénaf, les fibres issues du palmier à huile et du palmier dattier, la fibre de coco, la banane, l'abaca, la noix d'arec ainsi que le coton figurent parmi les principales fibres végétales exploitées pour leurs applications commerciales et technologiques. À l'origine, les premières recherches sur les matériaux composites renforcés par des fibres naturelles se concentraient principalement sur le jute et le lin, en raison de leur disponibilité et de leurs propriétés mécaniques intéressantes [20]. Toutefois, l'intérêt scientifique dans ce domaine s'est rapidement élargi pour englober une grande diversité d'espèces végétales, explorées pour leurs performances et leur adaptabilité à différents procédés de transformation [21].

Tableau I.2 Propriétés mécaniques de quelques fibres naturelles ; les valeurs entre parenthèses indiquent les moyennes [22].

Fibre	Densité (g/cm³)	Diamètre (µm)	Longueur (mm)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)	Teneur en humidité (%)
Coco	1,2	7–30	0,3–3	175	6	15–25	10
Bananier	1,35	12–30	0,4–0,9	529–914	27–32	5–6	10–11
Jute	1,23	5–25	0,8–6	187–773	20–55	1,5–3,1	12
Sisal	1,2	7–47	0,8–8	507–855	9–22	1,9–3	11
Kénaf	1,2	12–36	1,4–11	295–930	22–60	2,7–6,9	6,2–12
Bambou	0,6–1,1	25–88	1,5–4	270–862	18–89	1,6–8	11–17
Lin	1,38	5–38	10–65	343–1035	50–70	1,2–3	7
Coton	1,21	12–35	15–56	287–597	6–10	2–10	33–34
Ananas (PALF)	1,5	8–41	3–8	170–1627	60–82	1–3	14
Abaca	1,5	10–30	4,6–5,2	430–813	31,1	2,9	14
Ramie	1,44	18–80	40–250	400–938	61,4–128	2–4	12–17
Chanvre	1,47	10–51	5–55	580–1110	30–60	1,6–4,5	8

Le jute, largement cultivé au Bangladesh, en Inde, en Thaïlande et dans certaines régions d'Amérique latine, se distingue par ses propriétés mécaniques favorables pour les applications composites. Le lin, quant à lui, est la principale fibre libérienne utilisée en Europe, où il jouit d'une forte demande, bien que certaines variétés soient également cultivées en Chine. Sur le plan microscopique, les fibres végétales présentent une structure hiérarchisée et complexe, composée essentiellement de cellulose (50 à 70 %), de lignine, d'hémicelluloses, de cires et d'autres composés extractibles [22]. La cellulose apporte rigidité et résistance mécanique à la fibre, tandis que la lignine contribue à la cohésion structurale et à la résistance aux agents biologiques. La proportion de chacun de ces constituants influence directement des propriétés clés telles que la densité, l'absorption d'humidité, la résistance à la traction et le module d'élasticité [23]. En outre, la surface des fibres est naturellement recouverte de composés hydrophobes, ce qui peut limiter l'adhésion à la matrice polymère. Pour cette raison, divers traitements physiques et chimiques sont souvent nécessaires afin d'optimiser l'interface fibre-matrice [24]. Enfin, la variabilité intrinsèque des fibres naturelles, liée à leur origine botanique, aux conditions climatiques, à la maturité lors de la récolte et aux pratiques agricoles, constitue un paramètre non négligeable dans leur intégration industrielle, tant pour la standardisation des propriétés que pour le contrôle de la qualité [25].

I.5. Avantages et limites des fibres naturelles dans les composites

L'utilisation des fibres naturelles comme renfort dans les composites présente plusieurs avantages. Elles sont renouvelables, biodégradables, légères, économiques et disponibles en grande quantité, ce qui en fait une alternative écologique aux fibres synthétiques telles que le verre ou le carbone [26]. De plus, leur faible densité permet d'obtenir des matériaux composites plus légers, ce qui est un atout dans les secteurs automobile et aéronautique. Cependant, les fibres naturelles présentent aussi des limites. Leur forte sensibilité à l'humidité peut provoquer un gonflement, une dégradation ou une faible adhésion à la matrice. Leur hétérogénéité intrinsèque engendre une variabilité des propriétés mécaniques, rendant leur modélisation et leur contrôle plus complexes. Enfin, les fibres peuvent présenter une résistance thermique limitée, ce qui restreint certaines applications. Ces contraintes nécessitent souvent la mise en œuvre de traitements de surface ou de modifications chimiques pour améliorer la compatibilité fibre-matrice et la durabilité des composites.

I.6. Agave : diversité biologique et potentiel économique

I.6.1. Généralités sur *l'Agave*

Le genre *Agave* regroupe entre 200 et 300 espèces différentes, originaires principalement des régions arides et semi-arides du continent américain [19]. Cette diversité est particulièrement concentrée au Mexique et en Amérique centrale, où les espèces se sont adaptées à des environnements souvent difficiles. Morphologiquement, les *Agave* se distinguent par leurs feuilles succulentes épaisses et souvent épineuses, ainsi que par leur capacité à stocker de l'eau, ce qui leur permet de survivre dans des conditions de sécheresse prolongée. Du point de vue taxonomique, *l'agave* appartient au règne Plantae, division des Magnoliophyta (plantes à fleurs), classe des Liliopsida (monocotylédones), ordre des Asparagales. Traditionnellement, il est classé dans la famille des Agavaceae, bien que certaines classifications récentes l'intègrent dans la famille plus large des Asparagaceae [11].

I.6.2. Description morphologique d'*Agave americana*

Parmi les espèces du genre, *Agave americana* est la plus connue et la plus utilisée. Il s'agit d'une plante succulente robuste qui forme une large rosette de feuilles épaisses, longues et rigides pouvant mesurer entre un et deux mètres [18]. Ces feuilles sont charnues, recouvertes d'une couche cireuse qui limite la perte d'eau par évaporation, une

adaptation cruciale dans les milieux arides ou semi-arides où l'espèce prospère. Les bords des feuilles sont garnis d'épines acérées, et chaque feuille se termine par une épine pointue, ce qui protège la plante contre les herbivores. *Agave americana* est une plante vivace à croissance lente, capable de vivre plusieurs décennies [27]. Sa répartition naturelle s'étend du sud du Canada jusqu'au nord de l'Amérique du Sud, avec une présence marquée au Mexique et en Amérique centrale. Grâce à ses tissus succulents, cette plante peut stocker d'importantes quantités d'eau, lui permettant de survivre dans des sols pauvres, sous des températures élevées et lors de longues périodes de sécheresse [28].

I.6.3. Espèces majeures du genre *Agave* et leurs usages

Plusieurs espèces du genre *Agave* présentent un intérêt économique et industriel important, notamment :

I.6.3.1. *Agave americana*

Souvent appelée *agave* bleu ou agave *américain,* cette espèce est exploitée pour la production de fibres, de boissons alcoolisées comme la tequila, ainsi que pour des usages ornementaux.

I.6.3.2. *Agave tequilana*

Appelée aussi *agave* bleu de tequila, elle est principalement cultivée dans la région de Jalisco au Mexique. Elle se caractérise par des feuilles plus fines et moins épineuses que celles d'*Agave americana*, ainsi que par une teneur élevée en sucres fermentescibles, ce qui en fait la matière première principale pour la production de tequila [29].

I.6.3.3. *Agave sisalana*

Cette espèce est très importante dans la production industrielle de fibres de sisal, utilisées dans la fabrication de cordages, tapis et matériaux composites. Elle est reconnue pour sa robustesse et sa capacité à pousser dans des sols pauvres et difficiles [30].

I.6.3.4. *Agave fourcroydes*

Aussi appelée henequen, elle est cultivée localement pour ses fibres, similaires à celles du sisal mais généralement de moindre qualité. Ces fibres sont utilisées pour la fabrication de cordes et de textiles [31].

I.6.4. Intérêt de l'*Agave americana* dans les matériaux composites

Agave americana constitue une ressource végétale prometteuse pour la production de matériaux composites. En effet, cette plante est largement disponible, facile à cultiver dans les zones arides et semi-arides, et permet la valorisation de ses déchets agricoles, contribuant ainsi à une économie circulaire [32]. Les fibres extraites des feuilles d'*agave*

sont riches en cellulose, présentent une faible densité et possèdent de bonnes propriétés mécaniques, ce qui les rend particulièrement adaptées comme renforts dans des matrices polymères. L'utilisation de ces fibres naturelles dans les composites permet de réduire l'impact environnemental par rapport aux fibres synthétiques classiques, tout en offrant une alternative durable et renouvelable [33]. Ainsi, l'*agave*, et plus particulièrement *Agave americana*, est une plante à fort potentiel dans le domaine des matériaux composites, combinant performances techniques et respect de l'environnement [34].

I.7. Méthodes d'extraction des fibres végétales

L'extraction des fibres végétales est essentielle pour séparer les fibres des composants environnants, influençant directement leur qualité pour les composites. Les méthodes principales sont mécaniques, chimiques, biologiques ou combinées [35].

I.7.1. Rouissage à l'eau

La méthode la plus couramment utilisée pour produire des fibres naturelles est le rouissage à l'eau, qui consiste à immerger des faisceaux de tiges dans l'eau. Au cours de ce processus, l'eau pénètre dans les tiges, atteignant les racines et augmentant la teneur en humidité des tiges. Cela provoque la rupture de l'enveloppe externe, favorisant l'absorption de l'air humide et l'action des bactéries responsables de la décomposition [35]. Lorsqu'on utilise de la levure pour la fabrication textile, il est nécessaire de récolter au moment optimal afin d'assurer la qualité des fibres pour le fabricant de tissus. Comme indiqué précédemment, les fibres de l'écorce sont délicatement immergées et ratissées dans l'eau, où elles subissent un rouissage en environnement anaérobie pendant plusieurs mois avant leur utilisation. Le rouissage naturel à l'eau se fait généralement dans des eaux stagnantes ou à faible courant, telles que des étangs, des ruisseaux lents, des tourbières ou des rivières [4].



Figure I.2 Processus de rouissage à l'eau [36].

I.7.2. Méthode manuelle

Dans la fabrication manuelle des fibres, celles-ci sont d'abord collectées sur les berges des rivières, puis traitées avec de l'eau, dans laquelle elles restent environ 168 heures. Après ce trempage, les fibres sont séchées à température ambiante afin de réduire leur teneur en humidité et de les préparer pour un usage textile. Les fibres sont ensuite séparées des tissus végétaux en les pelant manuellement. Cela permet de détacher les faisceaux de tiges de l'eau qu'ils contiennent. Les tiges sont ensuite écorcées individuellement. Une fois que les fibres sont regroupées en poignées, elles sont nettoyées. Les tiges sont prises à la main et battues sur des surfaces dures jusqu'à ce que les extrémités des racines soient suffisamment écrasées, puis elles sont détachées [37]. Les fibres qui sont légèrement nouées peuvent alors être séparées du reste des tiges. Elles sont ensuite triées et nettoyées. La peau de la plante est frottée délicatement jusqu'à ce que l'enveloppe externe soit retirée, révélant la fibre végétale, qui doit être séchée avec soin [38].



Figure I.3 Extraction manuelle des fibres [39] .

I.7.3. Méthodes mécaniques

Les méthodes mécaniques utilisent des machines pour faciliter l'extraction des fibres, en particulier lorsque la méthode traditionnelle est trop longue ou laborieuse. Les tiges sont broyées, écrasées ou passées dans des équipements spécialisés pour séparer les fibres des parties ligneuses. Le cardage et le peignage permettent d'aligner les fibres, d'éliminer les impuretés et de produire des mèches ou fils utilisables dans le textile. Ces procédés sont rapides et adaptés aux fibres résistantes comme le sisal, le jute ou l'*agave* [38].

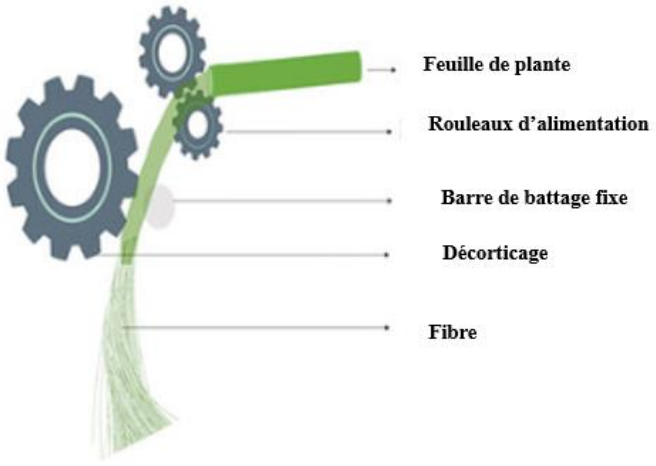


Figure I.4 Décortication mécanique [36].

I.7.4. Méthodes chimiques

Les méthodes chimiques font appel à des solutions alcalines ou acides, parfois combinées à des enzymes spécifiques, pour décomposer la lignine et d'autres composants non fibreux. Ce procédé facilite la libération des fibres et réduit considérablement le temps d'extraction par rapport aux méthodes traditionnelles. Les fibres obtenues sont souvent plus fines, uniformes et adaptées aux applications industrielles, notamment dans le textile et les composites [40].

I.7.5. Rouissage enzymatique

Le rouissage enzymatique consiste à éliminer les substances pectiques qui entourent les faisceaux de fibres végétales par l'action d'enzymes d'origine industrielle. Comparé au rouissage traditionnel par fermentation naturelle, ce procédé est plus rapide et permet d'obtenir des fibres plus souples et plus homogènes. Il contribue également à la simplification des opérations d'extraction et à la réduction des coûts de production. En outre, le rouissage enzymatique se distingue par un meilleur contrôle des paramètres du procédé, un rendement en fibres amélioré et une durée de traitement considérablement réduite. La possibilité de recycler plusieurs fois la solution enzymatique rend ce procédé

respectueux de l'environnement et économiquement viable [21]. Les enzymes les plus couramment utilisées pour le rouissage des parties végétales sont les pectinases et les xylanases, qui favorisent la libération des fibres en dégradant les composants non cellulosiques.

I.7.6. Méthodes combinées

Pour maximiser la qualité et le rendement des fibres extraites, il est courant de combiner plusieurs méthodes. Par exemple, une étape mécanique initiale telle que la décortication peut être suivie d'un traitement chimique doux ou enzymatique. Cette approche hybride vise à allier la rapidité et l'efficacité des procédés mécaniques avec la pureté et la qualité obtenues par les traitements chimiques ou biologiques, particulièrement adaptée aux fibres robustes comme celles de l'*agave* [4].

I.8. Matériaux composites

Les matériaux composites jouent un rôle central dans la recherche et le développement de matériaux à hautes performances [41]. Ils sont définis comme l'association d'au moins deux constituants de nature différente, dont les propriétés se complètent pour créer un matériau final possédant des caractéristiques mécaniques, thermiques, ou chimiques supérieures à celles des constituants pris isolément. Généralement, un composite est constitué d'une matrice (phase continue) et d'un renfort (phase dispersée). L'intérêt croissant pour les biocomposites, qui intègrent des fibres naturelles comme renforts et des matrices bio-sourcées, résulte de la recherche de matériaux durables, renouvelables et respectueux de l'environnement [39].

I.8.1. Les matrices dans les composites

La matrice joue un rôle essentiel en maintenant les fibres ensemble, en assurant la forme du composite, et en transférant les charges appliquées au matériau vers les renforts. Elle influence aussi la résistance à l'humidité, la durabilité chimique, et le comportement thermique du composite [42].

I.8.1.1. Matrices polymères

Les matrices polymères sont les plus répandues dans les matériaux composites, en particulier dans les biocomposites. Elles se divisent en deux grandes catégories [43] :

Matrices polymères synthétiques : telles que le polypropylène (PP), le polyéthylène (PE), le polystyrène (PS), et la résine époxy. Elles offrent de bonnes performances mécaniques, mais sont issues de ressources fossiles et posent des problèmes de recyclabilité [44].

- **Matrices polymères bio-sourcées** : à base de ressources renouvelables comme le PLA (acide polylactique), le PHA, ou les bio-résines époxy dérivées d'huiles végétales. Ces matrices permettent de réduire l'empreinte carbone des composites tout en maintenant des performances acceptables pour de nombreuses applications [45].

I.8.1.2. Matrices métalliques

La matrice métallique est la phase continue d'un composite à matrice métallique (CMM), constituée d'un métal ou d'un alliage, dont le rôle principal est d'assurer la cohésion du matériau, de maintenir et protéger les éléments de renfort (fibres, particules ou whiskers), et de transférer efficacement les charges mécaniques vers ces renforts. Elle contribue également à améliorer les propriétés mécaniques, thermiques et la stabilité structurelle du composite par rapport aux métaux conventionnels [46].

I.8.1.3. Matrices céramiques

La matrice céramique est la phase continue d'un composite à matrice céramique (CMC), constituée d'un matériau céramique oxydé ou non oxydé. Elle a pour rôle principal d'assurer l'intégrité structurale du composite, de maintenir et protéger les fibres de renfort, et de transférer efficacement les charges mécaniques vers ces renforts. La matrice céramique contribue également aux performances thermiques et chimiques du composite, notamment par sa stabilité à haute température, sa résistance à l'oxydation, à la corrosion et à l'usure, permettant ainsi l'utilisation des CMCs dans des environnements sévères [47].

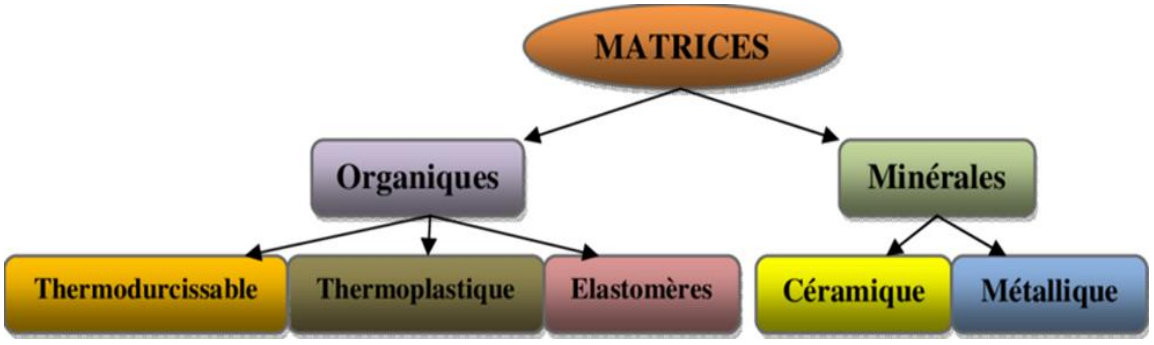


Figure I.5 Matériaux composites selon le type de matrice [48]

I.9. Procédés de fabrication des composites à base de fibres naturelles

Les procédés de fabrication jouent un rôle central dans le développement des matériaux composites, en influençant directement leurs performances mécaniques, thermiques, et leur durabilité [49]. Lorsqu'il s'agit de composites à base de fibres naturelles, le choix du

procédé dépend non seulement des propriétés de la matrice et des fibres, mais aussi de leur compatibilité, de la forme de la pièce à fabriquer, et des exigences environnementales. Dans le cas des biocomposites, il est essentiel d'adapter les procédés traditionnels pour préserver l'intégrité des fibres végétales, qui sont généralement sensibles à la température et à l'humidité. Cette section présente les principales techniques de transformation utilisées pour élaborer des matériaux composites à base de fibres naturelles [50].

I.9.1. Moulage par compression

Le moulage par compression est un procédé de fabrication fiable, caractérisé par un temps de cycle court et un taux de production élevé, ce qui le rend particulièrement adapté à la production en série, notamment dans l'industrie automobile. Ce procédé consiste à disposer les fibres entre des couches de matrice, puis à appliquer simultanément une pression et de la chaleur afin d'assurer l'écoulement, l'imprégnation et la consolidation du matériau dans le moule. Le moulage par compression comprend plusieurs variantes, telles que le pressage à chaud et le moulage en autoclave, et utilise des matériaux de départ sous forme de feuilles ou de masses, occupant généralement 30 à 70 % de la cavité du moule. Toutefois, les paramètres de mise en œuvre (température, pression, viscosité de la matrice) ainsi que l'incompatibilité fibre–matrice peuvent entraîner une dégradation des fibres naturelles et une diminution des propriétés mécaniques des biocomposites [51].

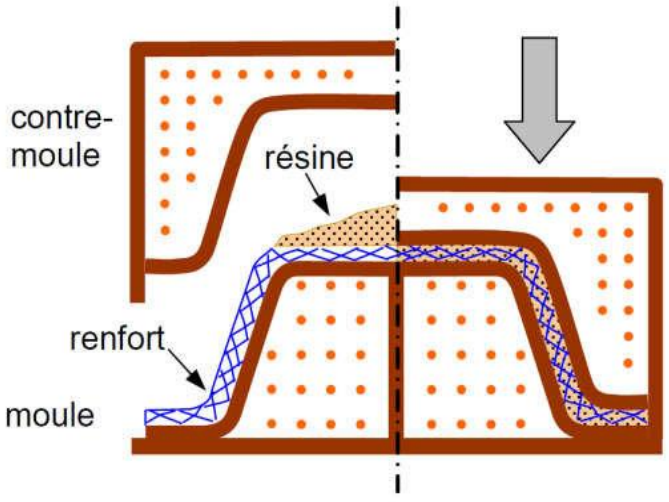


Figure I.6 Procédé de moulage par compression [52].

I.9.2. Moulage par infusion sous vide

Le moulage par infusion sous vide est un procédé de fabrication de composites à matrice polymère appartenant à la famille des techniques de moulage en milieu fermé, dans lequel une résine liquide à faible viscosité est aspirée par dépression à travers un renfort fibreux sec préalablement disposé dans un moule rigide ou semi-rigide [53]. Le renfort est recouvert d'un film étanche et l'ensemble est mis sous vide afin d'éliminer

l'air emprisonné, de compacter les fibres et de favoriser une imprégnation homogène de la résine. Sous l'effet de la différence de pression entre l'entrée de résine et le vide appliqué, la résine s'écoule progressivement à travers la préforme fibreuse jusqu'à imprégnation complète, avant d'être polymérisée à température ambiante ou sous chauffage contrôlé. Ce procédé permet d'obtenir des composites présentant un faible taux de porosité, une bonne fraction volumique de fibres et une qualité de surface améliorée, tout en réduisant les émissions de composés organiques volatils et la consommation de résine, ce qui en fait une technique particulièrement adaptée à la fabrication de composites à fibres naturelles et de structures composites de grande dimension [54].

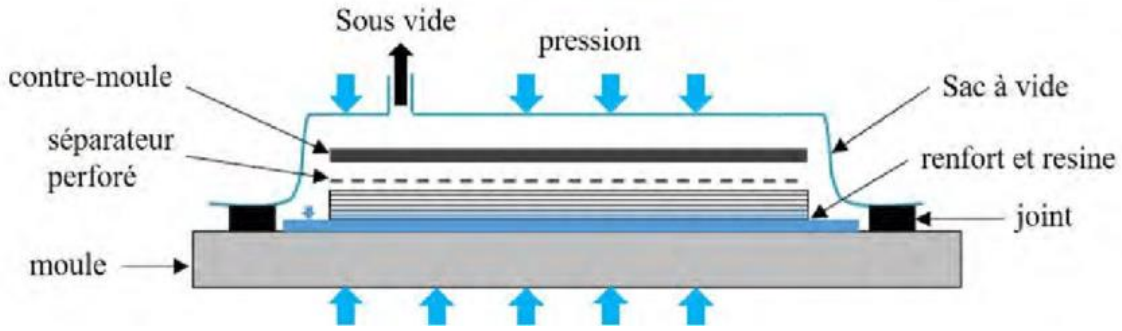


Figure I.7 Procédé de moulage par infusion sous vide [55].

I.9.3 Moulage par injection

La technologie du moulage par injection est largement utilisée pour la fabrication de composants polymères multifonctionnels ou de pièces structurelles dans de nombreux secteurs tels que l'automobile, l'électronique, l'emballage, l'aéronautique et bien d'autres [56]. Les propriétés des pièces moulées par injection sont fortement influencées par le développement de la structure cristalline, ainsi que par la distribution et l'orientation des charges fonctionnelles, induites par les champs d'écoulement en cisaillement et en extension et par les conditions de refroidissement au cours du procédé [57]. En outre, les propriétés finales des pièces polymères dépendent du type de charges et de matrices polymères utilisées, de la géométrie de la pièce et des paramètres de mise en œuvre. Par conséquent, la compréhension des relations entre les conditions de transformation, l'évolution de la structure et les propriétés finales des matériaux est d'une importance capitale tant pour la recherche académique que pour les applications industrielles [58].

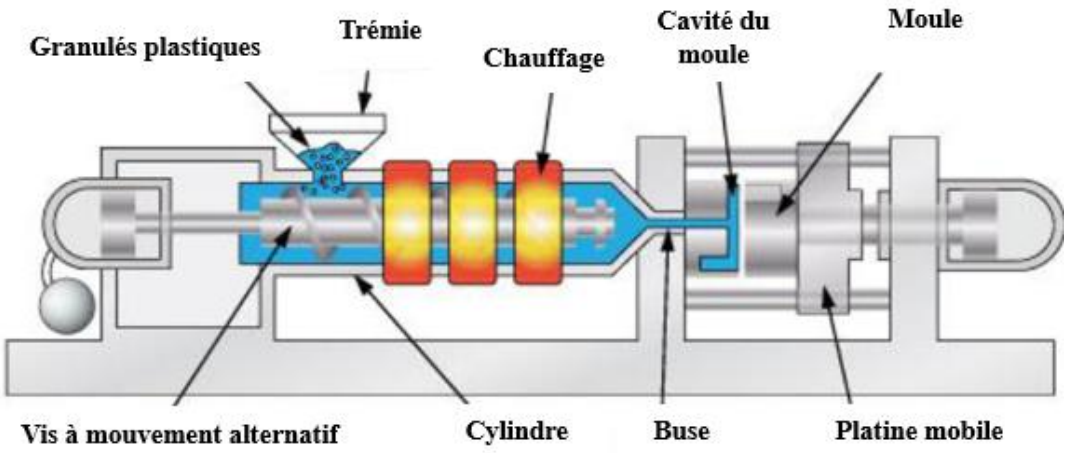


Figure I.8 Machine de moulage par injection plastique [59].

I.9.4. Procédé de moulage par pultrusion

La pultrusion est un procédé de fabrication continu destiné à produire des composites polymères renforcés de fibres (FRP) à section constante. Ce procédé, largement utilisé dans l'automobile, l'aéronautique, la construction et le génie civil, permet d'obtenir des profilés et des tubes légers, durables et résistants à la corrosion [60]. Les composites pultrudés reposent sur l'imprégnation de fibres continues par une matrice polymère, le plus souvent thermodurcissable, bien que des matrices thermoplastiques soient également employées. Malgré leurs avantages, les composites thermoplastiques pultrudés sont encore peu développés en raison des difficultés d'imprégnation et de contrôle du procédé [61]. L'émergence des vitrimères, des thermodurcissables recyclables à réseaux covalents dynamiques, ouvre de nouvelles perspectives pour la pultrusion de composites à hautes performances, combinant solidité mécanique et reprocessabilité [62].

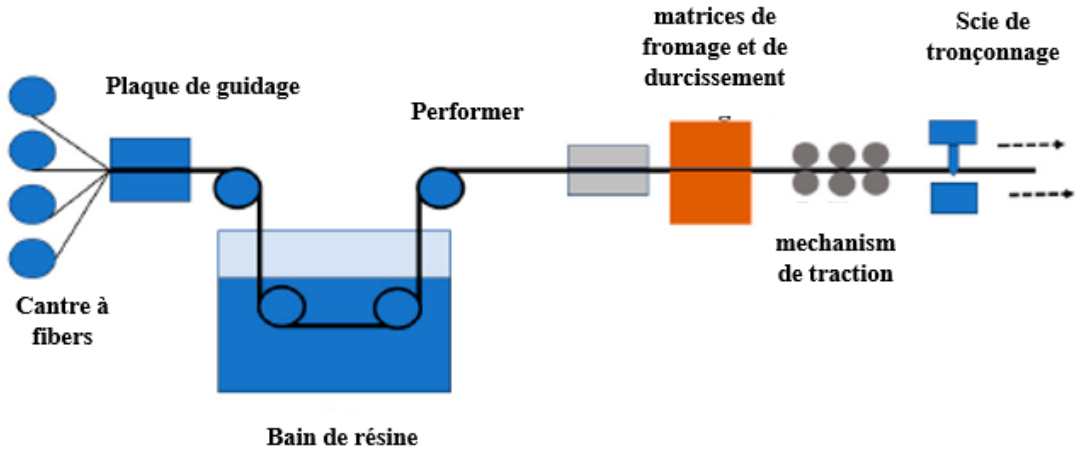


Figure I.9 procédé de moulage par pultrusion [63]

I.9.5. Impression 3D de biocomposites

Le procédé d'impression 3D, également appelé fabrication additive, est une technique de fabrication qui consiste à créer un objet tridimensionnel par l'ajout successif de couches de matière à partir d'un modèle numérique [64]. Contrairement aux procédés de fabrication conventionnels soustractifs, l'impression 3D permet de produire des pièces de géométries complexes avec une grande précision, une réduction des pertes de matière et une flexibilité accrue dans la conception [65]. Ce procédé repose sur différentes technologies (telles que le dépôt de fil fondu, la stéréolithographie ou le frittage laser), et il est largement utilisé pour la fabrication de polymères, de composites et de biocomposites destinés à diverses applications industrielles et scientifiques [66].

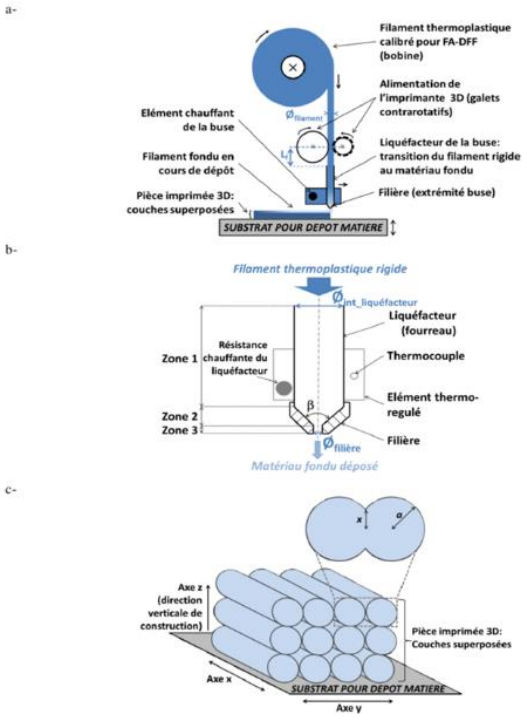


Figure I.10 Machine impression 3D de biocomposites [67]

I.10. Impact des procédés sur les performances des biocomposites

Les performances finales des biocomposites dépendent fortement des procédés de fabrication utilisés pour leur élaboration. En effet, la méthode d'extraction des fibres, le type de traitement appliqué, le choix de la matrice, ainsi que les conditions de mise en forme (température, pression, temps de cuisson, etc.) influencent directement les propriétés mécaniques, thermiques et physico-chimiques du matériau composite [68]. Par exemple, les procédés thermomécaniques tels que le moulage par compression ou l'extrusion permettent un bon contrôle de l'orientation des fibres, de leur dispersion dans la matrice, ainsi qu'un meilleur compactage, ce qui améliore l'adhésion interfaciale entre

les deux phases. Une bonne interface est essentielle pour assurer une bonne transmission des efforts entre les fibres (élément de renfort) et la matrice (élément de liaison). De plus, les traitements chimiques ou physiques préalables des fibres naturelles (comme l'alcalinisation, la mercerisation ou le traitement au plasma) peuvent renforcer l'adhésion fibre-matrice en augmentant la rugosité des fibres et en éliminant les impuretés (lignine, hémicellulose, cires) [69].

Tableau I.3 Fibres naturelles, matrices polymères et méthodes de fabrication des biocomposites [70]

Fibres	Matrice	Méthode de fabrication
Bambou et abaca	Époxy	Moulage par transfert de résine (RTM)
Fibre de bambou	Acide polylactique (PLA)	Dépôt de filament fondu (FDM)
Calotropis gigantea et palmier palmyra	Phénol-formaldéhyde	Stratification manuelle
Coco et bagasse de canne à sucre	Polyuréthane	Extrusion
Lin, chanvre et sisal	Polyuréthane	Moulage par injection
Lin / basalte	Époxy	Mise sous vide (vacuum bagging)
Chanvre et laine	Polyester, ester vinylique et polyuréthane	Pultrusion
Jute	Polyester	Stratification manuelle
Jute	Polyuréthane	Moulage par injection et extrusion
Jute / verre	Époxy	Moulage par compression à chaud
Kénaf	Polyester	Moulage par transfert de résine assisté par vide (VARTM)
Verre et kénaf	Époxy	Enroulement filamentaire
Némé, verre et kénaf	Époxy	Moulage par compression assistée par vide
Tige de feuille de palmier, verre et jute	Polyester	Moulage par compression
Ananas	Époxy	Stratification manuelle
Sisal et *Grewia optiva*	Acide polylactique (PLA)	Compression à chaud
Sisal / boue	Polyester	Moulage par compression
Fibre de cosse de soja	Copolymère thermoplastique	Fabrication par filament fondu
Fibre de bois	Polyhydroxyalcanoate et acide polylactique	Dépôt de filament fondu (FDM)
Farine de bois	Polyéthylène haute densité (PEHD)	Extrusion

Cela se traduit par une amélioration des propriétés mécaniques globales (résistance à la traction, module d'élasticité, ténacité, etc.). Cependant, un mauvais choix ou un

mauvais contrôle des paramètres de procédé peut avoir l'effet inverse : dégradation thermique des fibres, mauvaise mouillabilité par la matrice, création de vides ou de défauts internes, entraînant une baisse des performances du matériau final. Ainsi, l'optimisation des procédés de fabrication est un levier majeur pour améliorer la qualité et la durabilité des biocomposites, en garantissant une meilleure homogénéité, une interface solide, et une réduction des défauts structuraux. Cela permet de développer des matériaux plus performants et compétitifs, notamment dans les secteurs de l'automobile, du bâtiment ou de l'emballage durable [71].

I.11. Définition et principes du procédé de perçage

Le perçage est un procédé d'usinage par enlèvement de matière largement utilisé dans les secteurs industriels pour la réalisation de trous cylindriques destinés aux opérations d'assemblage mécanique, telles que le boulonnage, le rivetage ou le visage. Il consiste à faire pénétrer un outil de coupe rotatif, appelé foret, dans la pièce à usiner, en combinant un mouvement de rotation et une avance axiale contrôlée. Le matériau est progressivement retiré sous forme de copeaux, permettant d'obtenir des trous de dimensions et de géométrie définies. La qualité du perçage dépend de plusieurs facteurs, notamment la vitesse de coupe, la vitesse d'avance, la géométrie et le matériau de l'outil, ainsi que les conditions de lubrification et de refroidissement [72]. Un perçage maîtrisé permet d'assurer une bonne précision dimensionnelle, une faible rugosité de surface et une résistance mécanique adéquate des zones percées. Dans le cas des matériaux composites, et en particulier des composites à matrice polymère renforcée de fibres, le perçage constitue une opération critique en raison de la nature hétérogène et anisotrope du matériau [73]. La coexistence de la matrice et des renforts fibreux, aux propriétés mécaniques différentes, peut entraîner l'apparition de défauts tels que le délaminage, la rupture ou l'arrachement des fibres, le décollement fibre–matrice et une dégradation de la qualité de surface du trou. Ces défauts peuvent affecter la précision dimensionnelle et réduire la résistance résiduelle du composite. Ainsi, le contrôle des paramètres de perçage et le choix approprié des outils sont essentiels pour garantir la qualité des trous et la fiabilité des assemblages, en particulier dans les applications structurelles où les performances mécaniques et la durabilité des composants sont primordiales [74].

I.12. Techniques de Perçage pour les Matériaux Composites

I.12.1. Perçage Conventionnel

Le perçage conventionnel est la méthode la plus courante pour réaliser des trous dans les composites [75]. Le type d'outil, sa géométrie et son revêtement influencent l'usure, les forces de coupe, la chaleur, la formation de copeaux et la qualité du trou. Les paramètres de perçage (vitesse de rotation, avance) et le diamètre du foret affectent la délamination, l'usure de l'outil et la précision. Les propriétés des composites (type de fibre, orientation, fraction volumique, matrice, empilement des couches) et la stratégie de perçage jouent également un rôle important [70].

I.12.2. Perçage Ultrasonique

Le perçage ultrasonique utilise des vibrations haute fréquence pour réduire la délamination et les dommages. Il améliore la précision et la qualité des trous tout en réduisant l'usure de l'outil. Les systèmes de surveillance en temps réel permettent de détecter rapidement les défauts [76]. Les défis incluent le choix des matériaux d'outil et la complexité des composites. Les recherches futures visent à développer des systèmes multi-axes, des outils optimisés et l'intégration de l'IA pour améliorer le processus [77].

I.12.3. Perçage par Jet d'Eau Abrasif (AWJ)

Le perçage à jet d'eau abrasif est une technique sans contact mécanique, éliminant les dommages thermiques et produisant des trous sans bavures. La performance dépend du type et de la concentration des abrasifs, de la vitesse, de la pression et de la distance [78]. Les défis incluent le biseau des trous, la qualité des bords et la délamination. Les modèles prédictifs et l'optimisation des buses et du contrôle adaptatif sont des axes de recherche futurs [79].

I.12.4. Perçage au Laser

Le perçage au laser permet un enlèvement de matière précis sans contact mécanique, avec une grande précision dimensionnelle et adapté aux géométries complexes [80]. Les lasers à impulsions ultracourtes améliorent la qualité et réduisent les zones affectées par la chaleur. Les défis incluent le coût élevé, le temps de traitement et la qualité des bords. Des techniques innovantes, comme le laser double faisceau, permettent de réduire la délamination [81].

I.13. Mécanisme de perçage

Le mécanisme de perçage correspond à l'ensemble des phénomènes physiques et mécaniques qui interviennent lorsqu'un outil de coupe perce un matériau pour créer un trou [82]. Il englobe plusieurs aspects : la pénétration de l'outil dans le matériau, la

formation et l'évacuation des copeaux, la génération de chaleur due au frottement et à la coupe, ainsi que la distribution des forces de coupe. Selon la nature du matériau, le mécanisme de perçage peut également inclure des dommages locaux tels que fissures, délaminage ou éclats, mais le principe reste le même : transformer le matériau de manière contrôlée pour obtenir un trou avec la géométrie et la qualité souhaitées [77]. Ce mécanisme est influencé par différents paramètres, tels que la géométrie et la vitesse de l'outil, les propriétés mécaniques et thermiques du matériau, et la lubrification ou le refroidissement utilisés pendant le perçage.

I.14. Délamination

La délamination est un phénomène par lequel les différentes couches d'un matériau stratifié ou composite se séparent ou se détachent les unes des autres sous l'effet de contraintes mécaniques, thermiques ou de processus de fabrication comme le perçage ou l'usinage [83]. Ce phénomène peut survenir lorsque les forces appliquées dépassent la résistance interlaminaire du matériau, ou lorsque les interfaces entre les couches sont fragiles. La délamination entraîne une réduction de l'intégrité structurelle, une perte de résistance et de rigidité, ainsi qu'une détérioration de la précision dimensionnelle et de la qualité de surface. Elle peut également compromettre la durabilité et la performance globale du composant, quel que soit le type de matériau composite ou stratifié concerné [84].

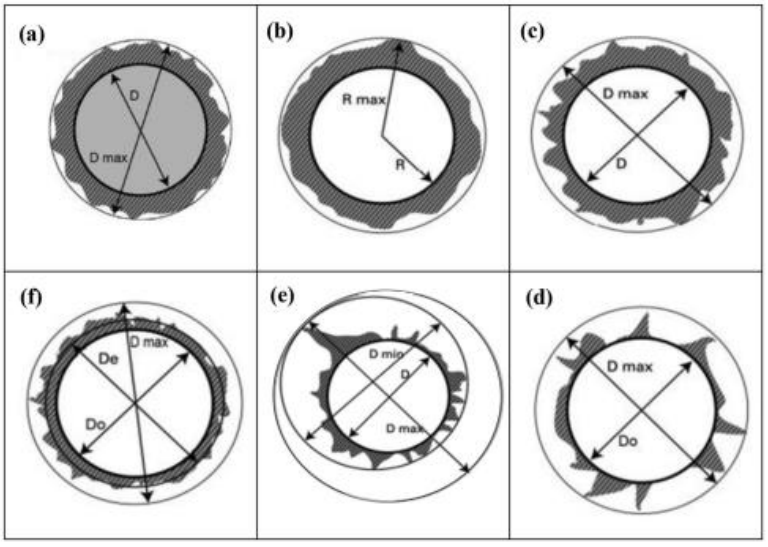


Figure I.11 Méthodes d'évaluation de la délamination [(a) conventionnel, (b) dimension, (c) 2D, (d) ajusté, (e) minimal, (f) équivalent [84].

I.15. Etat de l'art

La recherche scientifique, tout comme le secteur industriel, accorde un intérêt croissant au développement des biocomposites, matériaux innovants constitués d'une matrice polymérique renforcée par des fibres d'origine naturelle. Cette orientation s'inscrit dans une démarche de transition vers des matériaux plus durables, visant à substituer les composites conventionnels à fibres de verre par des alternatives fondées sur l'utilisation de ressources renouvelables telles que le lin, le chanvre, le jute, la fibre de bananier, le sisal ou le bois.

Toutefois, malgré l'abondance des travaux consacrés aux fibres végétales, une hétérogénéité notable subsiste dans la littérature scientifique. En effet, certaines catégories de fibres demeurent insuffisamment explorées et ne font l'objet que d'un nombre restreint d'études, révélant ainsi l'existence d'un potentiel scientifique et technologique encore largement inexploité.

I.15.1. Extraction, caractérisation physico-chimique et mécanique des fibres végétales

Dans le cadre du développement de renforts naturels pour les composites polymères, Hasan Shibly et al. [85] ont étudié des fibres extraites des pétioles foliaires de Ravenala madagascariensis (RMFs). Les auteurs ont procédé à une caractérisation approfondie des fibres, portant notamment sur leurs propriétés chimiques, thermiques et morphologiques. L'analyse de la composition chimique a mis en évidence une teneur élevée en cellulose (54,25 % en masse), ainsi que des proportions significatives d'hémicellulose (20,12 %) et de lignine (15,17 %), contribuant aux performances mécaniques du matériau. La morphologie de surface, les liaisons chimiques et le comportement thermique ont été analysés respectivement par microscopie électronique à balayage (MEB), spectroscopie FTIR et analyse thermogravimétrique (ATG).

Le spectre FTIR des fibres (Figure I.12) révèle plusieurs bandes d'absorption caractéristiques de groupes fonctionnels spécifiques. Le pic majeur à ~3390 cm^{-1} correspond aux vibrations d'étirement O–H, indiquant la présence de groupes hydroxyles ou d'eau. D'autres pics significatifs apparaissent à 2914, 1728, 1600, 1507, 1370, 1238, 1034 et 892 cm^{-1}, correspondant à divers groupes chimiques des fibres.

La Figure I.13 illustre le comportement thermique du RMF par ATG et DSC. Une perte de masse initiale due à l'évaporation de l'eau est observée à ~85 °C, suivie d'une

décomposition principale à 275 °C. Un pic exothermique à 380 °C indique une dégradation significative, et le matériau continue à se transformer jusqu'à 550 °C. Ces données confirment la bonne stabilité thermique du matériau avant sa dégradation majeure.

La SEM (Figure I.14a) révèle que les fibres de Ravenala madagascariensis non traitées possèdent une surface irrégulière et texturée due à la lignine, l'hémicellulose et d'autres impuretés, ce qui limite l'adhésion fibre–matrice. Un traitement chimique est nécessaire pour améliorer l'interaction avec la matrice. L'analyse en coupe transversale (Figure I.14b) montre des fibres creuses enveloppées de microfibrilles, contribuant à leur durabilité et à leur potentiel pour les composites ou textiles.

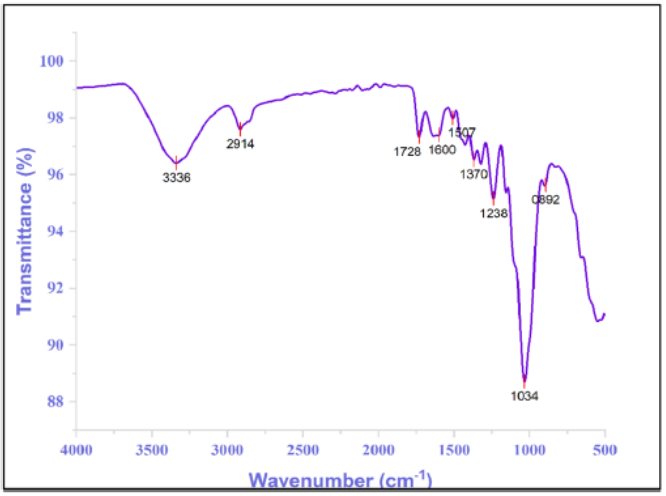


Figure I.12 Spectre FTIR de la fibre de R. madagascariensis [85].

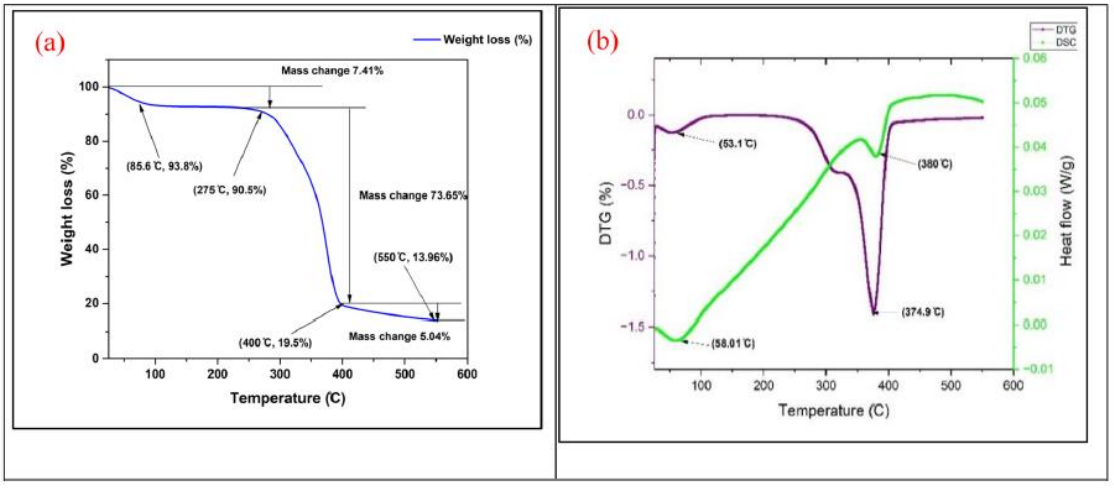


Figure I.13 Étude ATG (a), DTG et DSC (b) de la fibre de R. madagascariensis [85].

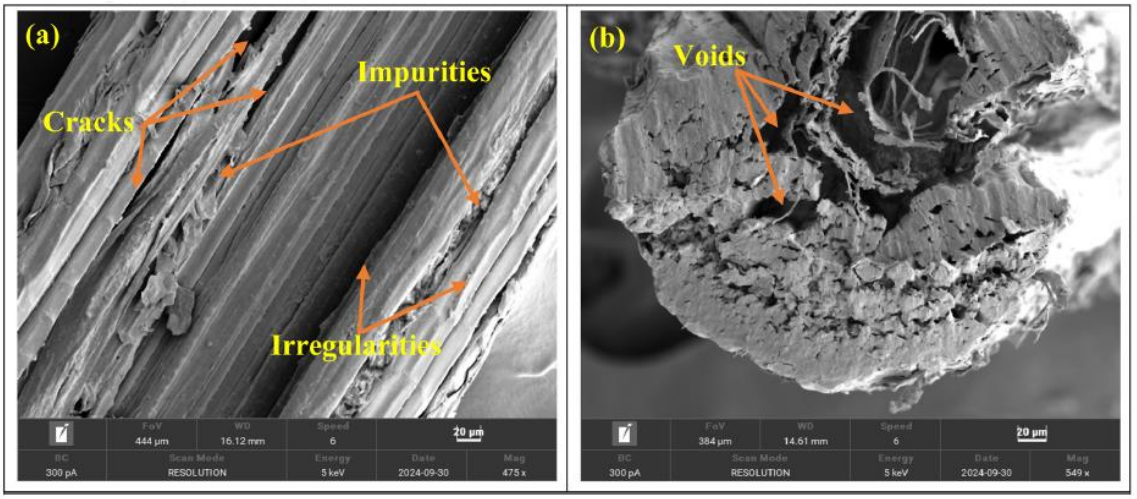


Figure I.14 Images MEB des vues longitudinales (a) et des vues en coupe transversale (b) des RMFs [85] .

Une autre étude, menée par Ovalı et al.[86], a examiné l'utilisation des fibres à base de cellulose extraites de la tige de Sorghum bicolor comme fibres de renforcement dans les composites et les textiles. Les fibres de Sorghum bicolor (SBF) ont été caractérisées par des analyses de leur structure chimique, FTIR, DRX et ATG. Il en ressort que les SBF présentent un indice de cristallinité de 59,34 % et une température maximale de dégradation de 364,22 °C. Grâce à cette caractérisation détaillée, les fibres de Sorghum bicolor apparaissent comme de prometteuses candidates pour le renforcement dans l'industrie des composites.

Le spectre FTIR des fibres de Sorghum bicolor (SBF) (Figure I.15) montre la présence de cellulose, hémicellulose et lignine, avec des pics caractéristiques correspondant aux groupes –OH (3336 cm^{-1}), C–H (2924–1326 cm^{-1}), C=O (1736 cm^{-1}), C=C aromatiques (1510 cm^{-1}) et aux liaisons β-glycosidiques (899 cm^{-1}), confirmant la structure chimique des fibres et leurs propriétés mécaniques et thermiques.

Le schéma DRX des fibres de Sorghum bicolor (SBF) (Figure I.16) montre les pics caractéristiques de la cellulose I à $2\theta = 16{,}34°$ ((1 −1 0) et (1 1 0)) et 22,13° ((2 0 0)), avec un indice de cristallinité (CI) de 59,34 %, supérieur à de nombreuses autres fibres naturelles. Cette cristallinité élevée reflète une structure cellulosique plus régulière, améliorant les propriétés mécaniques et la résistance thermique des fibres.

L'ATG/DTG des fibres de Sorghum bicolor (SBF) (Figure I.17) révèle une perte d'eau à 63,17 °C, le début de la dégradation de la cellulose (Tonset) à 297,38 °C, et la dégradation maximale de la cellulose (T_{max}) à 364,22 °C, soulignant la stabilité thermique des fibres pour des applications en composites. Les images SEM des fibres de Sorghum bicolor (SBF) (Figure I.18) révèlent un diamètre moyen de 267,52 ± 3,94 µm, la présence d'impuretés et de cavités dans la section transversale, générant une rugosité de surface qui favorise la pénétration de la résine et l'adhésion fibre/matrice, améliorant ainsi la résistance mécanique des composites.

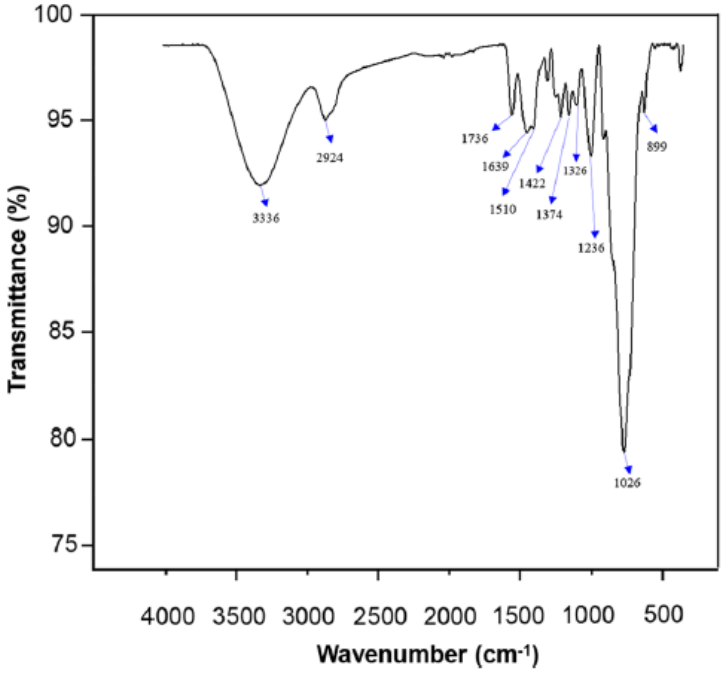


Figure I.15 Spectre FTIR du SBF [86].

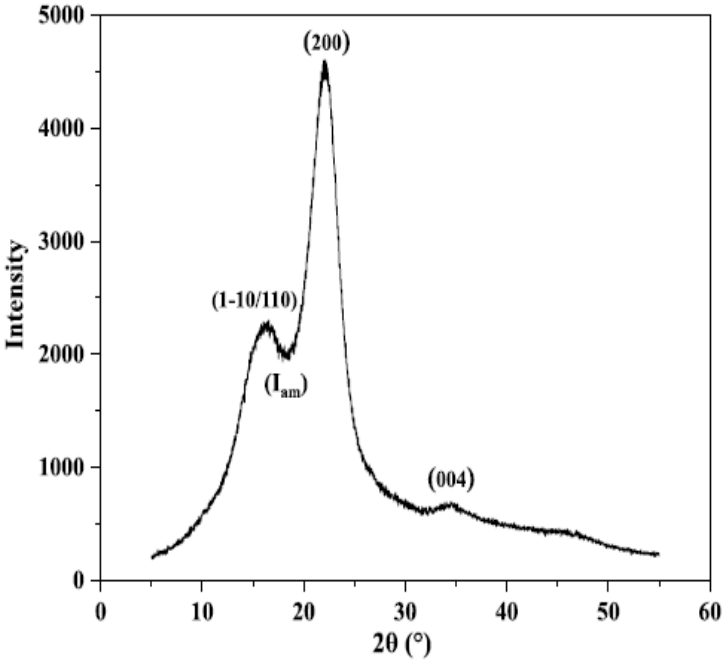


Figure I.16 Courbe de diffraction des rayons X du SBF [86].

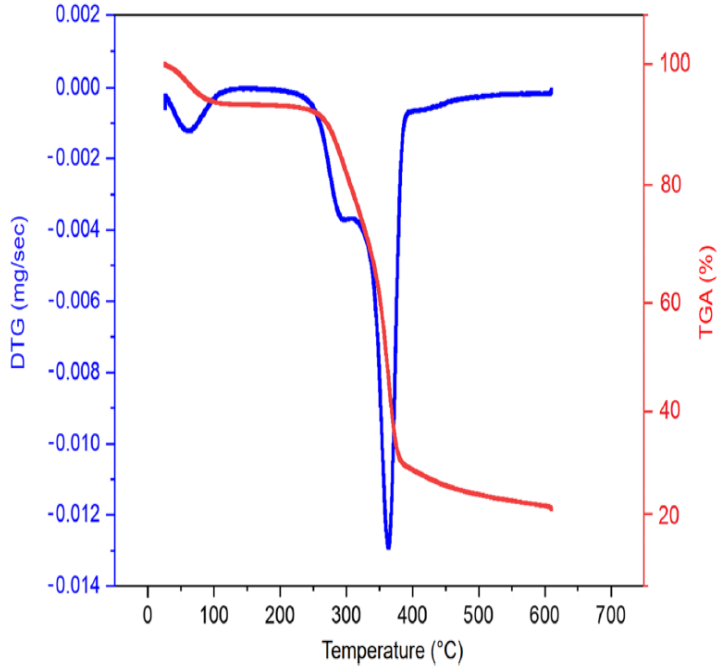


Figure I.17 Courbe ATG et DTG de SBF [86].

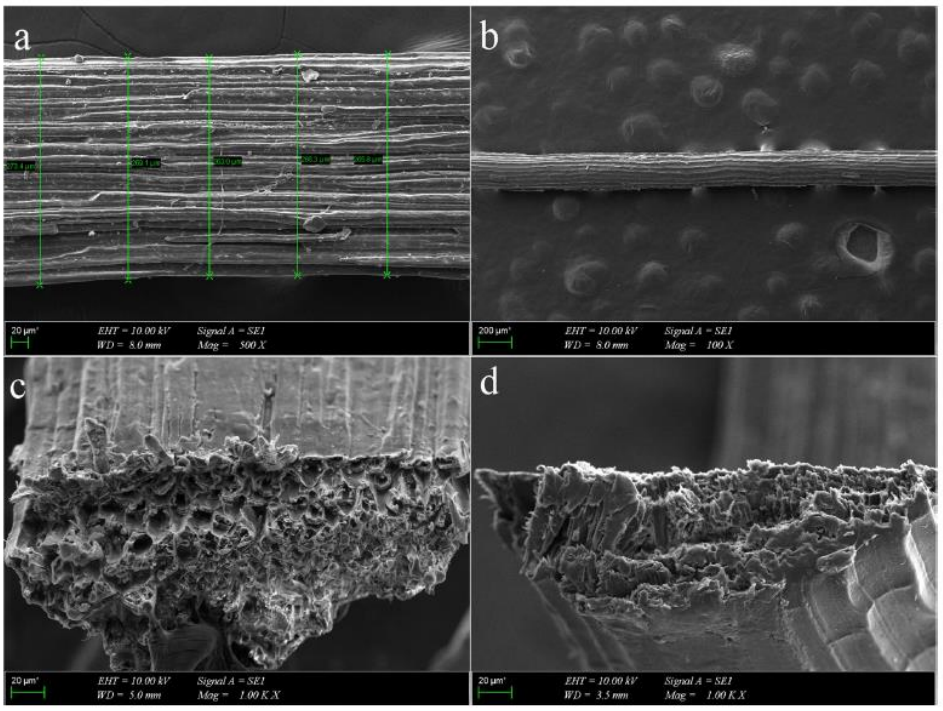


Figure I.18 Images MEB longitudinales et (c, d) Images MEB en coupe transversale du SBF [86].

Dans une autre étude, do Nascimento et al.[87] ont extrait des fibres lignocellulosiques à partir des feuilles de Yucca aloifolia L. et ont étudié leurs propriétés chimiques, morphologiques et mécaniques. Les fibres ont été extraites des feuilles puis caractérisées par diffraction des rayons X (DRX), tests de traction sur fibre unique et microscopie électronique à balayage (SEM). L'indice de cristallinité de la cellulose obtenu était de 69,43 %. Les tests de traction sur fibres uniques ont montré une résistance à la traction moyenne de 800 MPa, un module de Young de 39 GPa et un allongement à la rupture de 2 %. L'analyse morphologique a révélé la présence d'un grand nombre de cellules parenchymateuses ainsi que de constituants non cellulosiques à la surface des fibres.

Le diffractogramme DRX des fibres de Yucca aloifolia L. (Figure I.19) montre des pics caractéristiques de la cellulose Iβ à 15,5°, 16,7°, 22,5° et 34,8°. Les pics chevauchés (1 1 0) et (110) ont été distingués grâce au raffinement des données. La cristallinité élevée (69,43 %) et la taille de cristallite (~24,6 Å) confèrent aux fibres de bonnes propriétés mécaniques, idéales comme renforts dans des composites.

Les courbes contrainte/déformation des fibres sont présentées en Figure I.20, montrant un comportement mécanique très favorable pour les composites, avec une résistance à la

traction de 801 MPa, un module de Young de 39 GPa et un allongement à la rupture de 2 %.

Les fibres de Yucca aloifolia L. (Figure I.21) présentent des résidus de cellules parenchymateuses et des filaments liés par la lignine. Leur faible rugosité et la présence de composants non cellulosiques nécessitent un traitement de surface pour améliorer l'adhésion fibre/matrice. Ces traitements renforcent les propriétés mécaniques et thermiques, rendant les fibres adaptées aux composites.

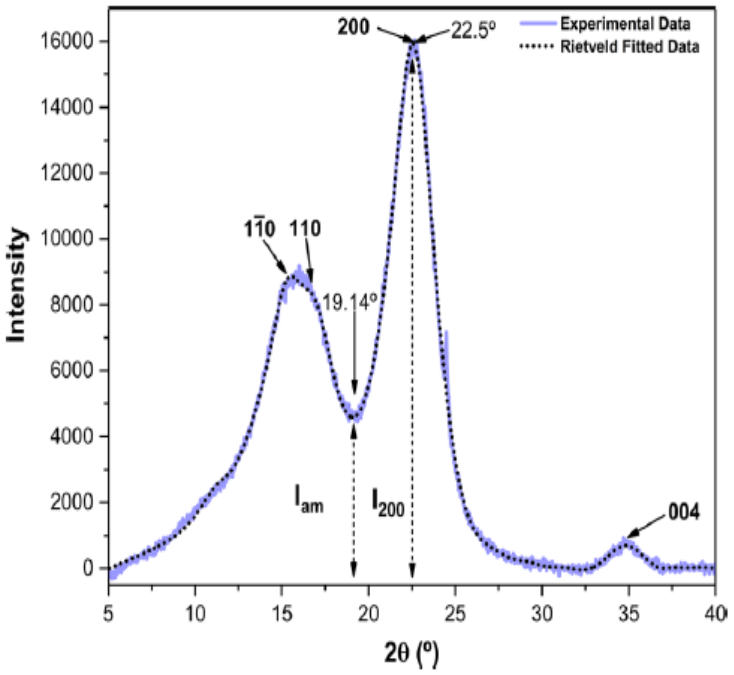


Figure I.19 Diagramme de diffractogramme des fibres de Yucca aloifolia L. et du Patron ajusté Rietveld [87].

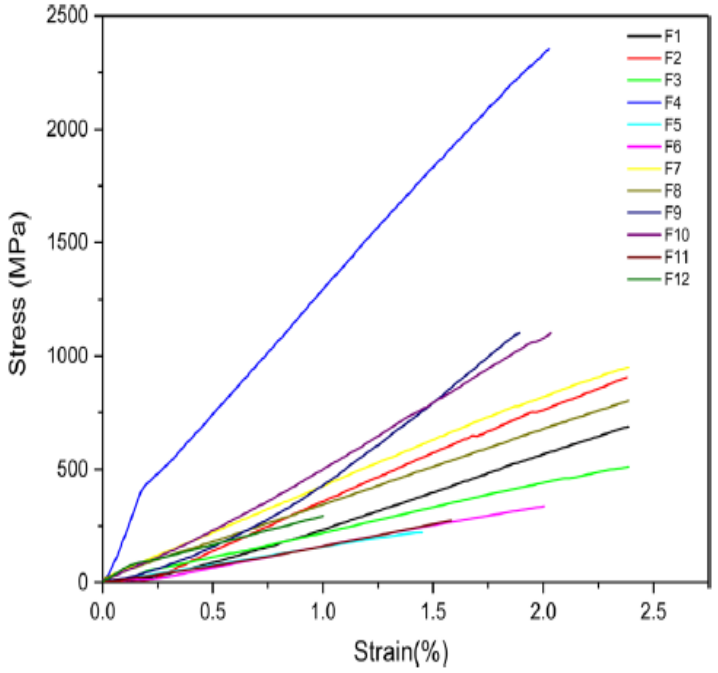


Figure I.20 Courbes contrainte/déformation des fibres uniques de Yucca aloifolia L [87].

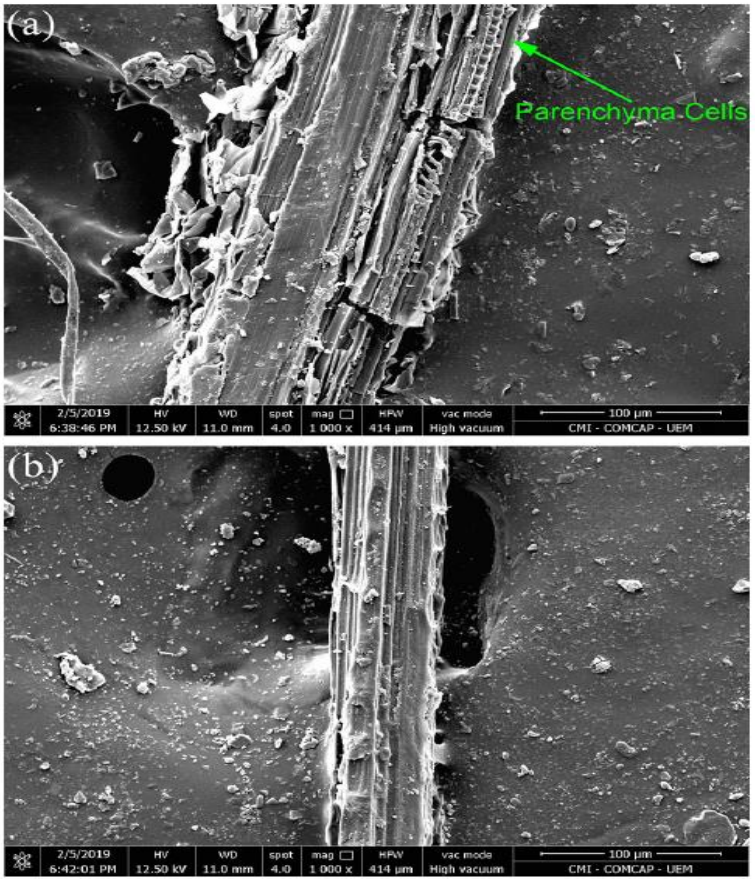


Figure I.21 Images MEB de fibres de Yucca aloifolia L [87].

I.15.2 Élaboration et caractérisation physico-mécanique de biocomposites fibres végétales / matrice époxy

Le travail de Djoudi et al. [88] a porté sur la caractérisation de composites époxy renforcés par des fibres de palmier dattier. L'étude a systématiquement varié les paramètres du renfort : la teneur en fibres (4, 7, 10 et 15 % poids). Les méthodes de caractérisation ont inclus la thermogravimétrie (ATG), la microscopie électronique à balayage (MEB) et des essais de traction.

L'analyse thermogravimétrique (Figure I.22) montre que les composites EPR contenant plus de 4 % de fibres présentent une meilleure stabilité thermique que l'époxy vierge, grâce à la présence de cellulose, avec une dégradation significative uniquement au-delà de 210 °C.

Les essais de traction montrent, à travers les courbes contrainte–déformation (Figure I.23), un comportement majoritairement linéaire des composites à fibres de rachis, avec une faible non-linéarité, et une rupture centrale des éprouvettes confirmant la validité de l'essai.

La Figure I.24 montre des micrographies MEB des surfaces de fracture de matériaux composites à base d'époxy renforcés par des fibres courtes, après l'essai de traction.

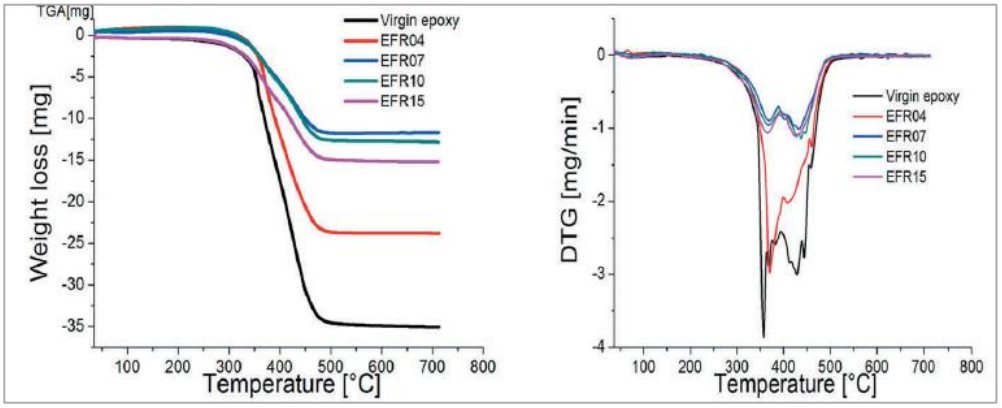


Figure I.22 Courbes ATG et DTA du composite EFR [88].

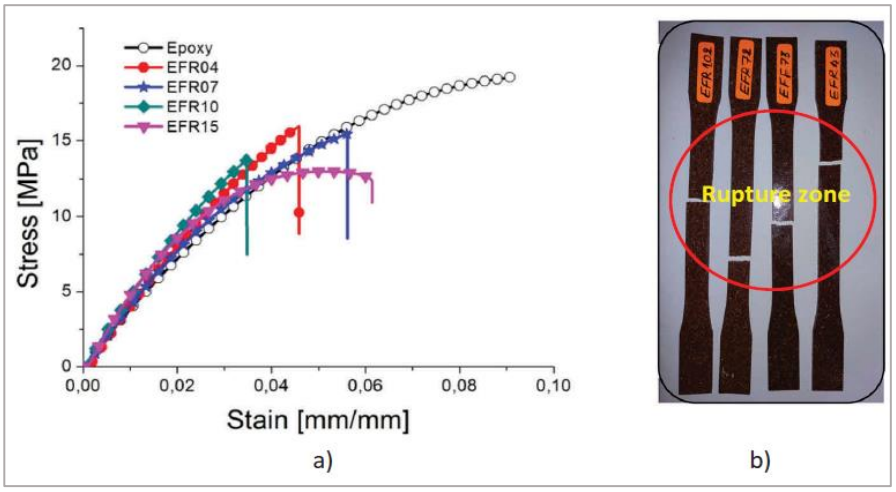


Figure I.23 Essai de traction sur des échantillons de matériaux composites : (a) Modèle des courbes contrainte-déformation, (b) échantillons (EFR) après l'essai [88].

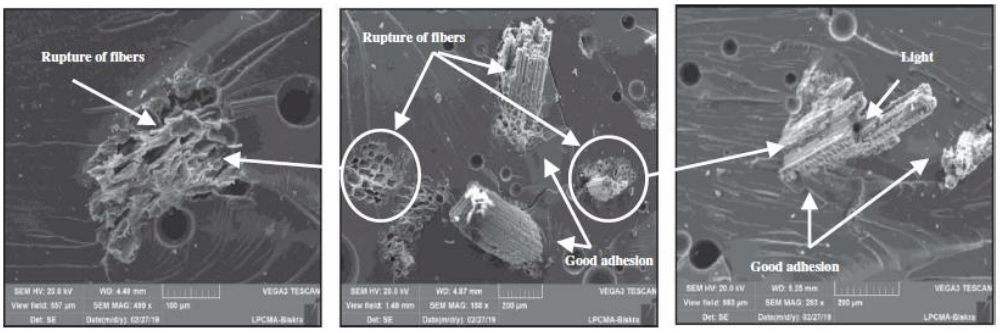


Figure I.24 Micrographies MEB du matériau composite après l'essai de traction : (a) Rupture des fibres ; (b) Surface de fracture EFR ; (c) Matrice d'adhérence/Fibres [88].

Dans une autre étude, Ramesh et al.[89] ont développé un matériau composite écologique à base de fibres d'*Agave* cantala (ACF) et d'une matrice époxy, avec des fractions massiques de fibres comprises entre 30 % et 60 %. Les stratifiés ont été fabriqués par moulage par compression, en alternant des couches de résine et de fibres sur un moule plat.

Quatre formulations ont été réalisées en faisant varier les proportions de fibres et de résine : ACF30 (30 % de fibres et 70 % de résine), ACF40 (40 % de fibres et 60 % de résine), ACF50 (50 % de fibres et 50 % de résine) et ACF60 (60 % de fibres et 40 % de résine). Les composites obtenus ont été caractérisés afin d'évaluer leurs propriétés mécaniques en traction et en flexion, ainsi que leur morphologie à l'aide de la microscopie électronique à balayage (MEB).

Les essais de traction montrent que l'augmentation de la teneur en fibres améliore la résistance à la traction et le module de Young, avec des valeurs maximales pour les composites ACF40 (Figure I.25). Les composites ACF renforcés présentent de meilleures performances que d'autres fibres naturelles et un comportement élastique linéaire suivi d'un durcissement par déformation.

Les essais en flexion montrent que l'augmentation de la teneur en fibres améliore la résistance et le module de flexion, avec des valeurs maximales pour les composites ACF40 (136 MPa et 12,91 GPa) (Figure I.26). Au-delà de 40 % de fibres, les performances diminuent à cause d'un mauvais collage fibre/matrice ou d'un regroupement des fibres. Ainsi, 40 % de fibres ACF représentent la teneur optimale pour obtenir la meilleure rigidité et résistance en flexion.

L'analyse MEB (Figure I.27) montre que la morphologie des composites varie avec la teneur en fibres : les ACF30 présentent une rupture progressive, les ACF40 une bonne adhésion fibre/matrice et un comportement équilibré, les ACF50 une rigidité plus élevée, tandis que les ACF60 présentent des défauts d'inclusion dus à un manque de résine. Globalement, les composites ACF40 et ACF50 offrent les meilleures performances morphologiques

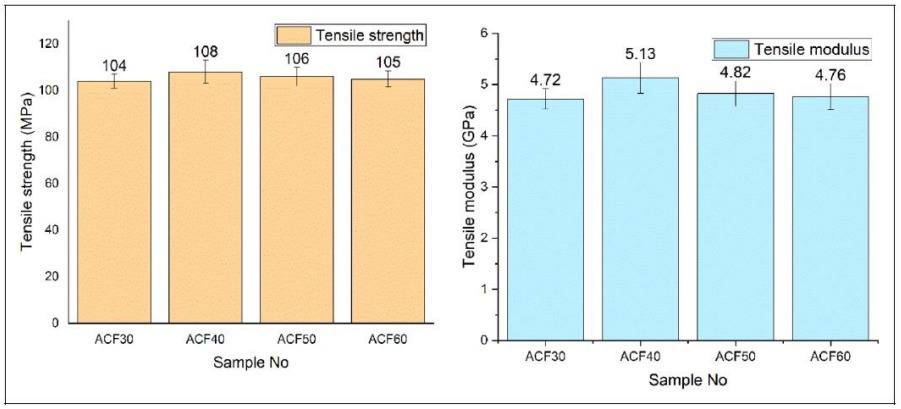


Figure I.25 Pourcentage en poids de fibres d'agave cantala (ACF) en fonction de la résistance à la traction et du module [89].

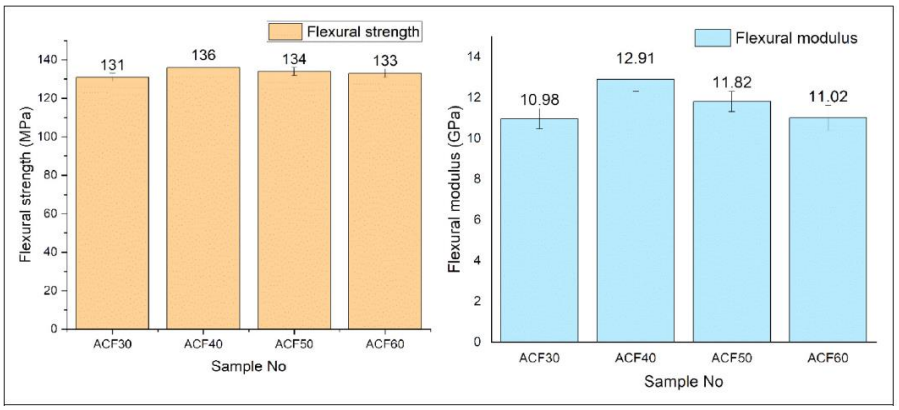


Figure I.26 Pourcentage pondéral de fibres d'agave cantala (ACF) en fonction de la résistance à la flexion et du module

[89].

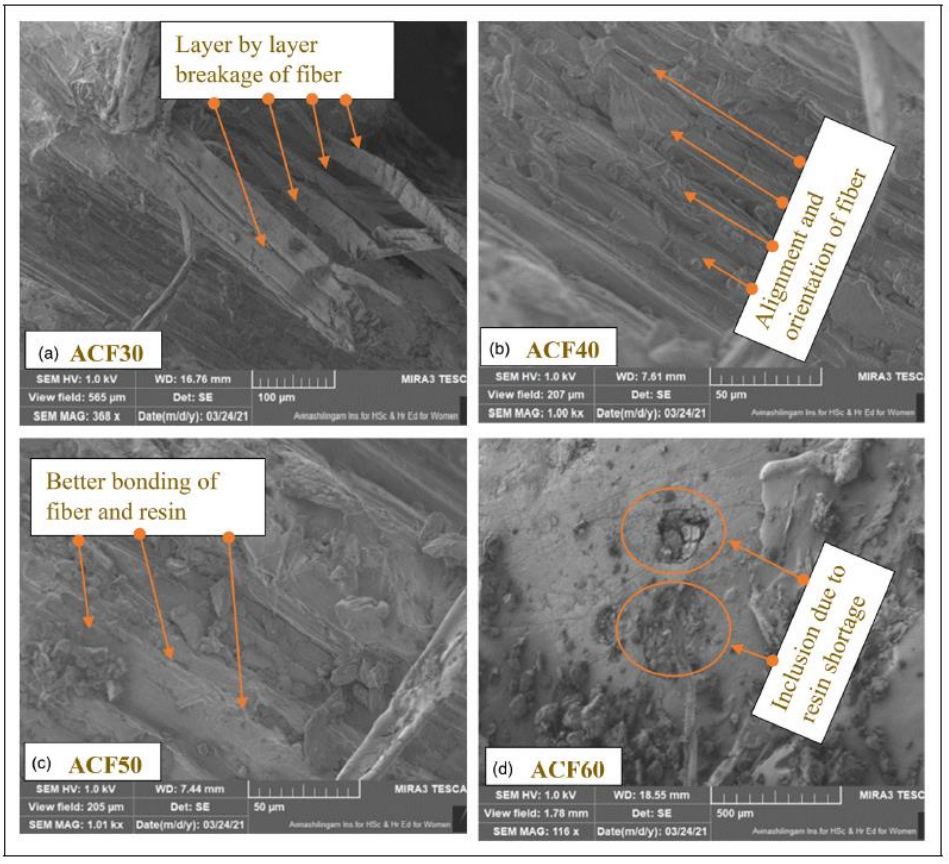


Figure I.27 Images de microscopie électronique à balayage (MEB) [89].

Une autre étude de Balaji et al. [90] a porté sur des composites renforcés par jusqu'à 20 % en poids de fibres de bananier, une fibre naturelle relativement connue en Inde. Les fibres de bananier ont été coupées en longueurs moyennes de 10 et 20 mm, et deux séries de biocomposites ont été fabriquées par moulage par compression, en faisant varier la fraction massique de résine époxy de 0 à 20 % (0, 5, 10, 15 et 20 %). Les composites ont

été caractérisés par analyse thermogravimétrique (ATG) et spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).

Le test ATG des composites à fibres de bananier (20 mm) montre une stabilité thermique similaire jusqu'à 70 °C, avec une perte de poids initiale liée à l'humidité (Figure I.28). La décomposition principale des fibres et des composants celluloses, hémicelluloses et lignine se produit entre 220 et 420 °C. Les résultats permettent d'évaluer la résistance thermique et le résidu à 600 °C.

La Figure I.29 montre les spectres FT-IR des composites à fibres de bananier (20 mm) avec des fractions massiques de 0 à 20 %. Les spectres sont très similaires, indiquant des structures chimiques cohérentes entre tous les composites.

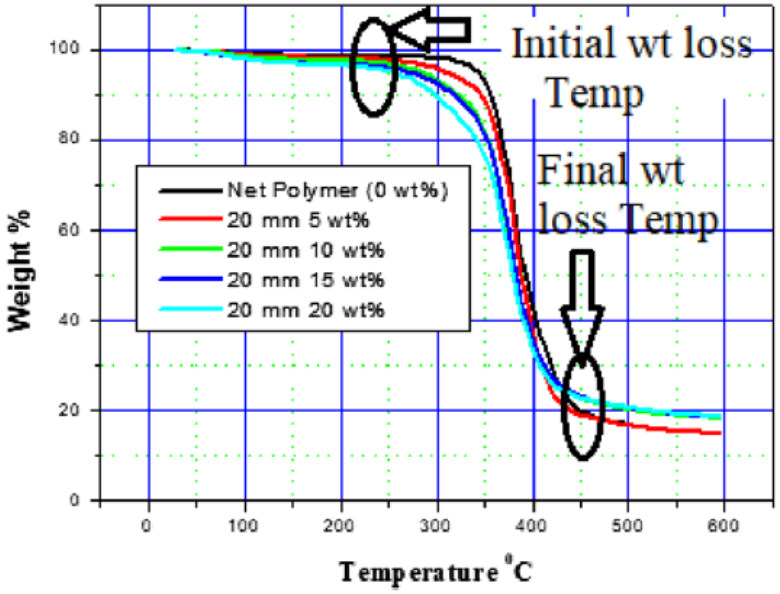


Figure I.28 Courbes ATG pour des composites de fibres de banane de 20 mm de longueur [89].

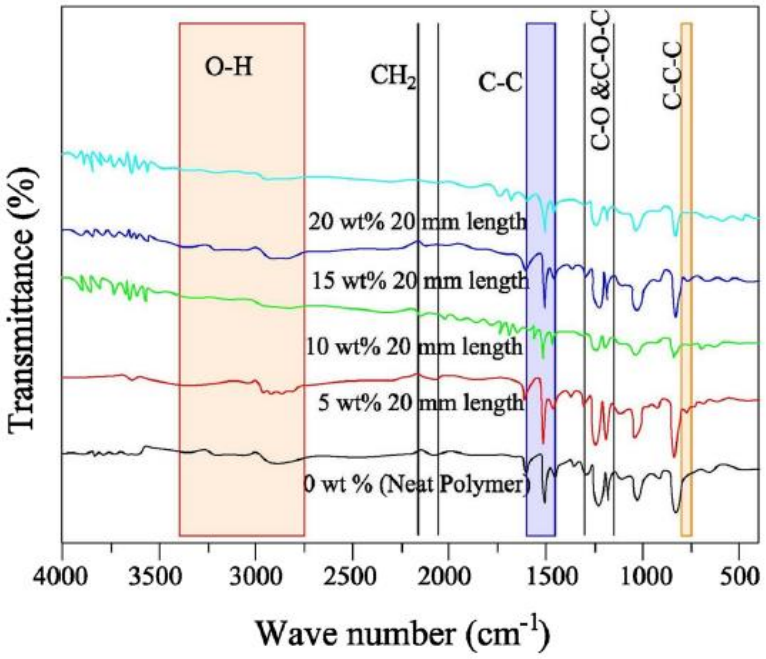


Figure I.29 Courbes spectrales FT-IR pour des composites de fibres de banane de 20 mm de longueur [89].

I.15.3. Étude du perçage des biocomposites renforcés par des fibres végétales

L'étude d'Adda et al. [91] compare les trois méthodes d'évaluation de F_d les plus fréquemment utilisées dans les recherches précédentes. À cette fin, trois vitesses de broche et d'avance ainsi que trois diamètres d'outils Brad et Spur (BSD) ont été sélectionnés selon un plan L27 pour le perçage de biocomposites en polyester renforcé de fibres de jute d'une densité de 155 g/m². La fonction de désirabilité (DF) a été utilisée pour optimiser les paramètres de perçage. La méthodologie de surfaces de réponse (MSRDW) et les réseaux de neurones artificiels (ANN) ont été appliqués pour valider les résultats expérimentaux et prédire le comportement de la structure en fonction des conditions de coupe.

Le protocole expérimental et le mode de mesure du facteur de délaminage (F_d) sont détaillés en Figure I.30.

La méthodologie de surfaces de réponse (RSM) a été utilisée pour modéliser la corrélation entre le délaminage (F_d) et les paramètres de perçage des biocomposites. Les modèles quadratiques proposés montrent un excellent ajustement entre valeurs expérimentales et prédites (Figure I. 31), avec un coefficient R^2 jusqu'à 96,65 %. L'analyse ANOVA révèle que le diamètre du foret est le paramètre le plus influent sur le

délaminage, suivi de l'avance, tandis que la vitesse de broche n'affecte significativement que Fd_3.

La Figure I.32 montre que le délaminage (Fd_1, Fd_2, Fd_3) augmente avec l'avance et le diamètre du foret, tandis que la vitesse de broche exerce un effet moindre. Les plages optimales de F_d faible dépendent du type de foret, de l'avance et du diamètre, ce qui confirme que Fd_2 est généralement le plus élevé et Fd_1 le plus faible.

La Figure I.33 montre que le modèle de réseaux de neurones artificiels (ANN) prédit avec précision le facteur de délaminage Fd_1, Fd_2, et Fd_3 en comparant les données expérimentales et simulées pour l'entraînement, le test et la validation. L'architecture ANN, basée sur l'algorithme Levenberg–Marquardt, démontre une excellente capacité à modéliser et prédire le comportement non linéaire des composites jute/polyester.

Les Figures I.34 et I.35 montrent que l'optimisation des paramètres de perçage (avance, vitesse de broche, diamètre de foret) réduit le délaminage Fd_1, Fd_2, et Fd_3, avec des facteurs de désirabilité proches de 1.0. Les résultats optimaux obtenus via RSM, ANN et les algorithmes GA et f min confirment la cohérence des modèles et la minimisation efficace du délaminage.

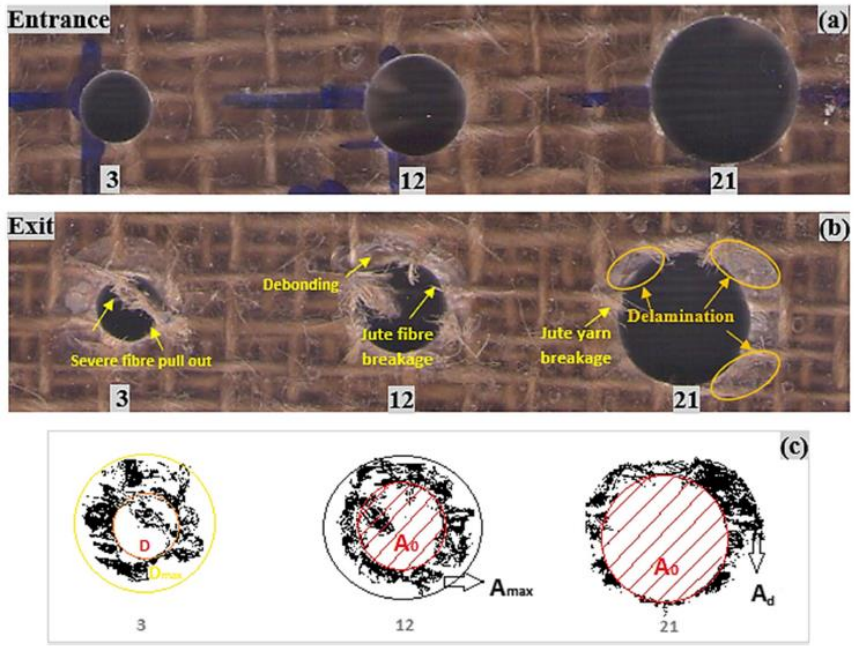


Figure I.30 Exemples de trous percés dans un biocomposite jute/polyester (a) entrée, (b) sortie et dommages, (c) paramètres pour facteurs de délaminage via ImageJ [91].

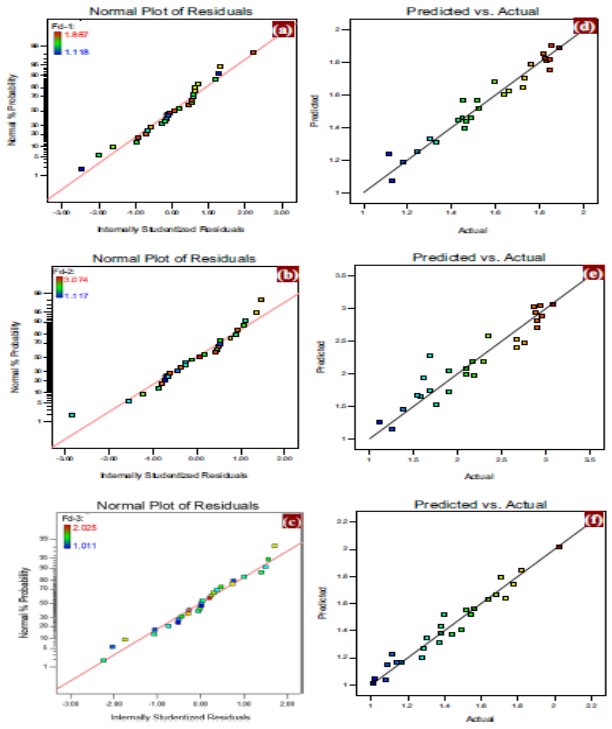


Figure I.31 (a–c) Distribution de probabilité normale et (d–f) valeurs prédites vs. valeurs réelles pour différentes méthodes Fd méthode évaluée [91].

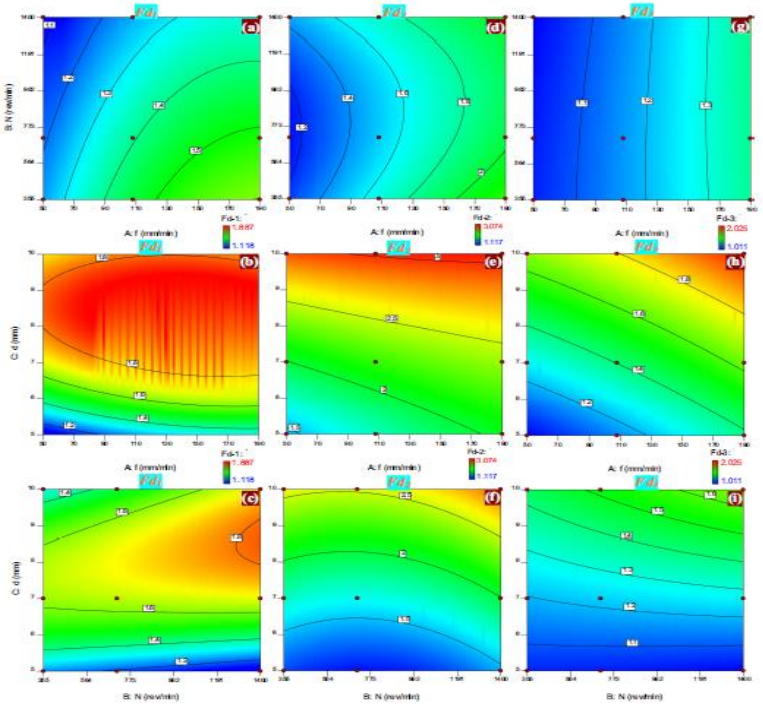


Figure I.32 Courbes de niveau des données prédites des différentes valeurs de Fd évaluées en fonction des paramètres de coupe des biocomposites produits : (a–c) données Fd1, (d–f) données Fd2 et (g–i) données Fd3 [91].

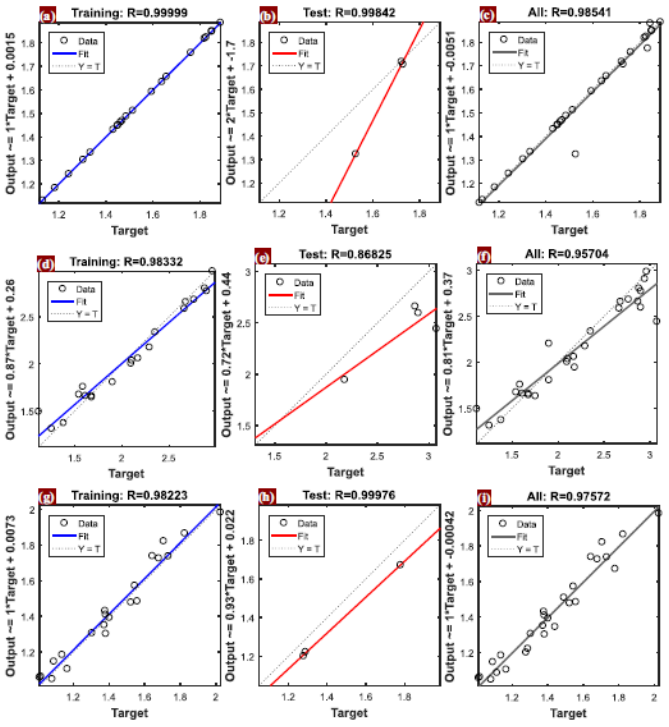


Figure I.33 Schéma de validation par régression des données : (a–c) Fd1, (d–f) Fd2 et (g–i) Fd3 [91].

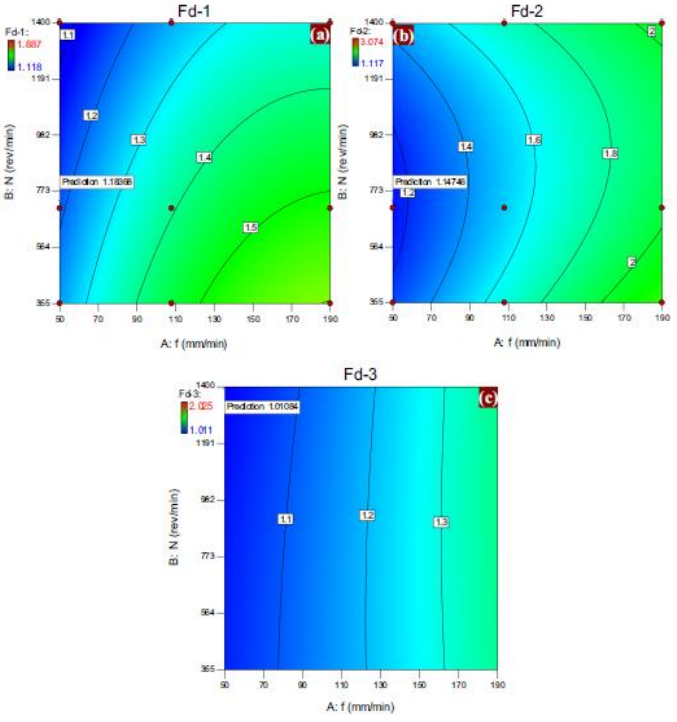


Figure I.34 Diagramme de contour de la désirabilité pour différentes méthodes Fd évaluées [91].

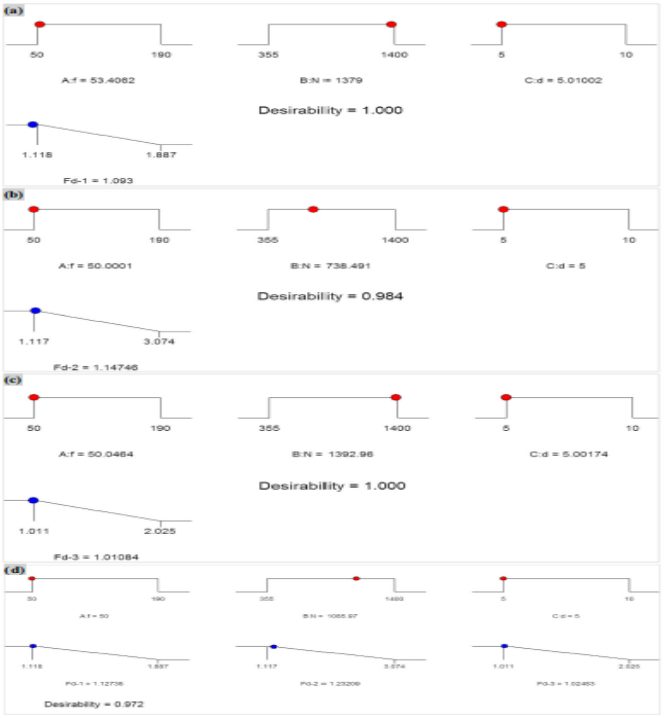


Figure I.35 Graphique de la fonction rampe de l'optimisation multiobjectif pour différentes méthodes Fd évaluées : (a) données Fd1, (b) données Fd2, (c) données Fd3, et (d) données combinées [91].

I.16.Conclusion

L'étude de la littérature sur les fibres naturelles met en évidence leur rôle croissant dans le domaine des matériaux composites et leur potentiel pour des applications durables. Les fibres lignocellulosiques, issues de différentes sources végétales, présentent des caractéristiques intrinsèques intéressantes, telles que légèreté, biodégradabilité, résistance mécanique et faible empreinte carbone. Ces propriétés les rendent particulièrement attractives pour des secteurs variés, allant de l'automobile et l'aéronautique au bâtiment et aux emballages. Cependant, l'analyse bibliographique souligne également les principales limitations des fibres naturelles. Leur hétérogénéité, leur sensibilité à l'humidité et les interactions complexes avec les matrices polymères représentent des défis majeurs pour l'élaboration de composites performants et durables.

Chapitre II

Méthodes et Techniques Expérimentales

II.1. Introduction aux techniques expérimentales

L'étude des fibres naturelles et des bio composites à matrice polymère requiert une compréhension approfondie de leurs propriétés physiques, chimiques, thermiques et mécaniques. Ces caractéristiques déterminent la performance finale du composite, notamment sa stabilité thermique, sa résistance mécanique, sa durabilité face à l'humidité et ses interactions fibre-matrice. Pour obtenir une évaluation complète, une approche multidisciplinaire a été adoptée, combinant des techniques avancées de caractérisation morphologique, chimique et structurale, ainsi que des tests de propriétés thermiques, mécaniques et d'absorption d'eau. Chaque méthode fournit des informations complémentaires

II.1.1. Hypothèses fondamentales de l'étude

Afin d'établir le cadre théorique et d'assurer la rigueur méthodologique des modèles physiques, analytiques et statistiques développés dans ce chapitre, les hypothèses fondamentales suivantes ont été adoptées :

- **Extraction des fibres :** Le procédé d'extraction par macération anaérobie dissout de manière uniforme le ciment pectique et hémicellulosique sans altérer la structure cristalline fondamentale de la cellulose. L'activité bactérienne et la température de l'eau sont supposées homogènes sur l'ensemble du volume des bacs de traitement.

- **Propriétés physiques et morphologiques des renforts :** Les fibres de la hampe florale d'*Agave americana* (FSAA) sont considérées comme des cylindres de section circulaire uniforme et constante sur toute leur longueur de jauge pour le calcul de la densité, du diamètre et des contraintes mécaniques.

- **Fabrication et comportement mécanique des biocomposites (Traction et Flexion) :**

  Les fibres de courte longueur sont dispersées de manière homogène au sein de la matrice bio-époxy, garantissant un comportement macroscopiquement isotrope dans le plan de l'éprouvette. Le dégazage sous vide réduit le taux de porosité à un niveau négligeable, supposé sans effet significatif sur la concentration des contraintes lors de la mise en charge. Les sollicitations appliquées sont pures : l'alignement des

éprouvettes altères exclut tout effort de torsion ou de flexion parasite lors de la traction, et l'essai de flexion trois points est réalisé sans glissement aux appuis.

- **Cinétique d'absorption d'eau :** Le transfert d'humidité au sein des biocomposites suit un comportement Fickien unidimensionnel prédominant à travers l'épaisseur de l'échantillon, la diffusion par les bords latéraux étant jugée négligeable.

- **Usinage et perçage :** L'usure des outils de coupe (HSS et HSS-TiN) est considérée comme négligeable sur la durée totale des essais du plan d'expérience. La rigidité du support sous-jacent élimine la déflexion de la plaque composite sous l'effet de l'effort d'avance.

- **Modélisation statistique et artificielle (RSM et ANN) :** Les variations expérimentales observées sur le facteur de délaminag suivent une distribution normale de résidus indépendants, le procédé de perçage répondant à un comportement continu et déterministe dans le domaine d'étude.

II.2. Matériaux et méthodes

II.2.1. Extraction des fibres

Après épluchage, les hampes florales *d'Agave americana* (FSAA) (Figure II.1a) ont été coupées en longueurs de 50 centimètres (Figure II.1b, c) et trempées dans l'eau (Figure II.1d) pendant 30 à 45 jours à température ambiante pour extraire les fibres (Figure II.1e). La décomposition biologique de la hampe florale est considérablement accélérée par l'activité bactérienne anaérobie, ce qui permet l'extraction des fibres au cours du processus. Les fibres ont été séparées de leurs tiges par récolte manuelle, lavage et séchage à l'air, comme indiqué (Figure. II.1 f).

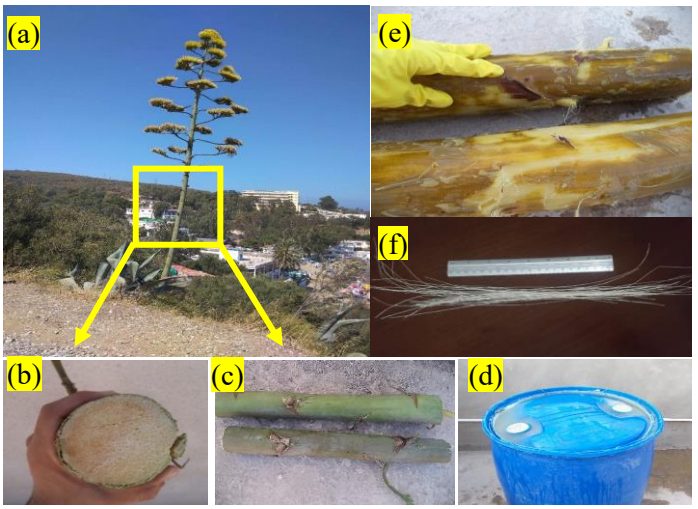


Figure II.1 (a) Hampe florale de la plante *Agave americana*, (b–d) différentes étapes du procédé d'immersion des fibres FSAA, (e) biodégradation des fibres après 30 à 45 jours à des températures ambiantes, (f) fibre FSAA obtenue**.**

II.2.2. Préparation des matériaux et fabrication des biocomposites

Les fibres de hampe florale *d'Agave americana* (FSAA) ont été lavées à l'eau distillée, séchées à température ambiante pendant 48 h, puis découpées à une longueur uniforme de 1 cm [92]. La matrice utilisée est une résine biosourcée à base d'Aloe Vera, combinée au durcisseur bio-époxy. Cette résine a été retenue pour son origine renouvelable, son faible impact environnemental et sa faible viscosité favorisant l'imprégnation du renfort. Trois fractions massiques de fibres (W_f) ont été retenues pour l'élaboration des biocomposites BioEP/FSAA : 10 %, 20 % et 30 % en poids (wt). À titre d'exemple, un taux de 10 % signifie que pour la préparation d'un échantillon de masse totale égale à 100 g, 10 g de fibres FSAA sont incorporés dans 90 g de matrice bio-époxy. La masse de fibres (m_f) et de matrice (m_m) nécessaires à la fabrication d'un échantillon de masse totale m_c ont été déterminées selon l'Équation (II.1)

$$W_f = \frac{m_f}{m_c} \times 100 = \frac{m_f}{m_{f+m_m}} \times 100 \qquad \text{(II.1)}$$

À titre d'exemple, pour la confection d'un échantillon de biocomposite de m_c = 50g à un taux de W_f= 30%, la formulation requiert 15,0 g de fibres de FSAA et 35,0g de système matriciel (soit 24,5g de résine et 10,5g de durcisseur). Les propriétés de la résine Bio-epoxy sont regroupées dans le Tableau II.1. Le mélange fibres/matrice a été homogénéisé mécaniquement, coulé dans un moule en silicone, puis polymérisé à température

ambiante. Après démoulage, les échantillons biocomposites ont été découpés sous forme d'éprouvettes normalisées de traction et de flexion (quatre répétitions par condition de test). Le procédé global de fabrication est illustré sur la Figure II.2.

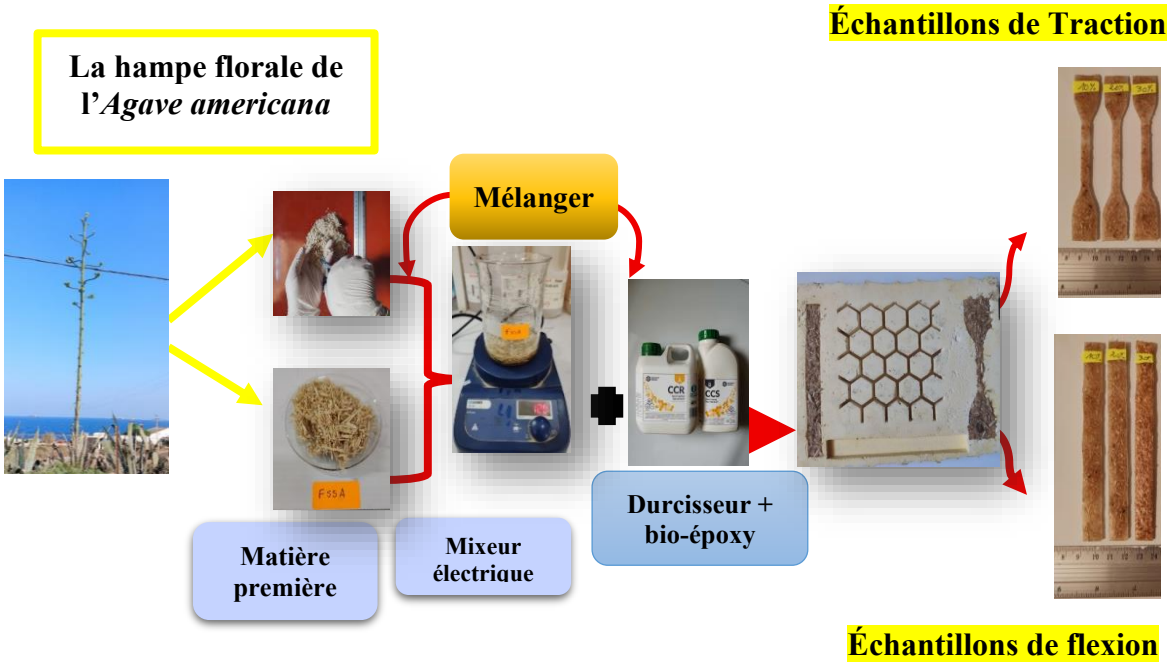


Figure II.2 Schéma illustrant le procédé de fabrication des biocomposites à partir de fibres de FSAA et de Bioepoxy.

Tableau II.1 Propriétés physiques et thermomécaniques typiques de la résine biosourcée (BioEP)

Propriété	**Valeur typique / Intervalle**	**Unité**
Densité	1,10 – 1,20	g/cm³
Température de transition vitreuse (Tg)	50 – 70	°C
Température de dégradation thermique (ATG)	300 – 370	°C
Module d'élasticité (module de Young)	800 – 1500	MPa
Résistance à la traction	20 – 40	MPa
Allongement à la rupture	1 – 5	%
Résistance en flexion	30 – 60	MPa
Température de fusion (si applicable)	Non applicable	–
Indice de cristallinité (DRX)	Faible à modéré (10–25 %)	%
Comportement thermique (DSC)	Pic exothermique ~200 – 250	°C

(DSC : Calorimétrie Différentielle à Balayage, DRX : Diffraction des Rayons X, ATG : Analyse Thermogravimétrique, Tg : Température de Transition Vitreuse, CrI : Indice de Cristallinité)

II.3. Techniques de caractérisation

II.3.1. Détermination de la densité

La méthode du pycnomètre a été largement utilisée pour déterminer la densité des fibres naturelles. Elle consistait à mesurer le volume des fibres immergées à l'aide d'un récipient rempli d'eau de volume connu. Le pycnomètre était la pratique acceptée lors de l'utilisation de la méthode des différences de masse pour calculer la densité des fibres naturelles. L'analyse de densité a été effectuée en utilisant de l'acétone liquide, de densité connue (0,790 à 0,792 g/cm³) à température ambiante. Des segments courts des fibres naturelles ont été séparés et placés à l'intérieur d'un pycnomètre de volume 25 ml (Vpy = 25 ml). Le poids initial du pycnomètre a été noté comme m_1, tandis que le poids après l'ajout des fibres a été noté comme m_2. Par conséquent, m_3 représente le poids des fibres FSAA combinées à l'acétone. L'évaluation a été menée cinq fois, et la valeur moyenne de chaque répétition a été enregistrée comme la densité des fibres FSAA, puis l'équation (II.2) a été utilisée pour obtenir la densité [93]:

$$\rho_{FSAA} = \left[\frac{m_2 - m_1}{V_{py} - \frac{(m_3 - m_2)}{\rho_{acéton}}} \right] \qquad \text{(II.2)}$$

ρ_{FSAA}: Masse volumique (ou densité) de la fibre de la hampe florale d'*Agave americana* (g/cm^3 ou kg/m^3).

m_1 : Masse du pycnomètre vide et propre (g).

m_2 : Masse du pycnomètre contenant l'échantillon de fibres séchées (g).

m_3 : Masse du pycnomètre rempli de l'échantillon de fibres et complété jusqu'au trait de jauge par l'acétone (g).

v_{py}: Volume total étalonné du pycnomètre (cm^3 ou mL).

$p_{acéton}$: Masse volumique du solvant d'immersion (acétone) mesurée à la température de l'essai (g/cm^3).

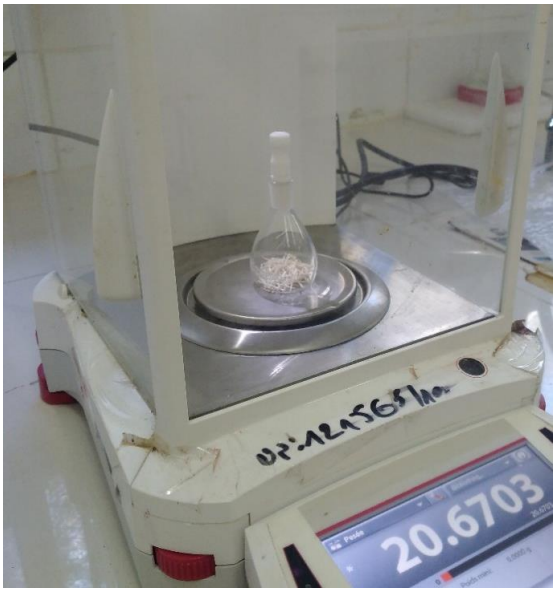


Figure II.3 Pycnomètre

II.3.2. Densité linéique

La longueur de chaque fibre a été mesurée, puis pesée en utilisant la méthode de pesée de fibre unique. Elle répond aux exigences de la norme ASTM D 2257, avec la quantité de fibre retirée mesurée en unités Tex. Cette méthode était largement utilisée dans l'industrie textile en raison de sa fiabilité pour déterminer la qualité des fibres. La densité linéique a été calculée à partir de ces données [93]. L'équation suivante (II.3) a été utilisée pour comparer la finesse de la fibre extraite à celle d'autres fibres végétales :

$$\text{Tex}=\frac{\text{Masse (g)}}{\text{longeur(m)}}\times 1000 \qquad \text{(II.3)}$$

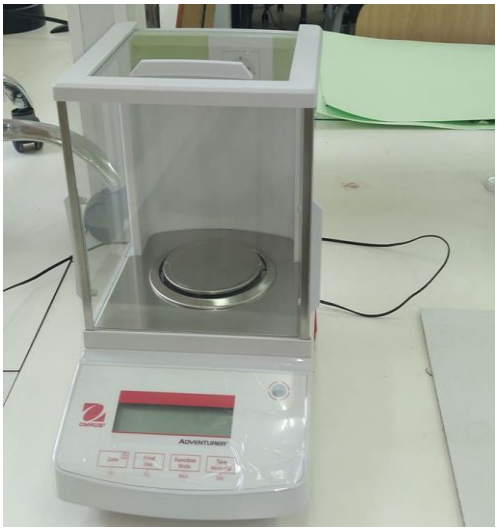


Figure II.4 Balance

II.3.3. Teneur en humidité et regain d'humidité

Travailler avec des fibres naturelles comme le coton, la laine et le lin nécessite une considération attentive de plusieurs facteurs, y compris la teneur en humidité. Ces fibres avaient une tendance à absorber l'humidité de l'environnement, ce qui pouvait avoir un impact substantiel sur leurs caractéristiques physiques et mécaniques. Pour cette étude, la teneur en humidité et le regain d'humidité ont été déterminés conformément à la norme de test ASTM 2654 [94]. La méthode habituelle de perte de poids a servi d'instrument pour déterminer le niveau d'humidité et la récupération des fibres FSAA. Les échantillons ont été pesés à l'extérieur du four avant de les sécher à 100 ± 5 °C pendant deux heures.

Pour obtenir un résultat précis, trois échantillons ont été examinés et calculés [93] en utilisant les équations (II.4) et (II.5) :

$$\text{Taux de reprise d'humidite (\%)} = \frac{\text{Poids initial-Poids apres séchage a` l'etuve}}{\text{Poids des fibres seches apres sechage a` l'etuve Poids initial}} \times 100 \quad \text{(II.4)}$$

$$\text{Teneur en humidité (\%)} = \frac{\text{Poids initial- Poids apres sechage a` l'etuve}}{\text{original weight}} \times 100 \quad \text{(II.5)}$$



Figure II.5 Etuve

II.3.4. Diamètre des fibres

La largeur de chaque fibre a été évaluée en utilisant un grossissement optique de ZEISS avec une lentille Plan-Achromat x400. Trois emplacements aléatoires sur la longueur de la fibre ont été mesurés pour chacun des 30 échantillons, et le diamètre typique de la fibre unique a été identifié [93]. Sur la base de ces mesures, un calcul a été effectué pour déterminer le diamètre typique des fibres individuelles avec le logiciel ZEN (logiciel Zeiss). Cette méthodologie assurait une analyse précise et équitable du diamètre des fibres pour tous les échantillons.

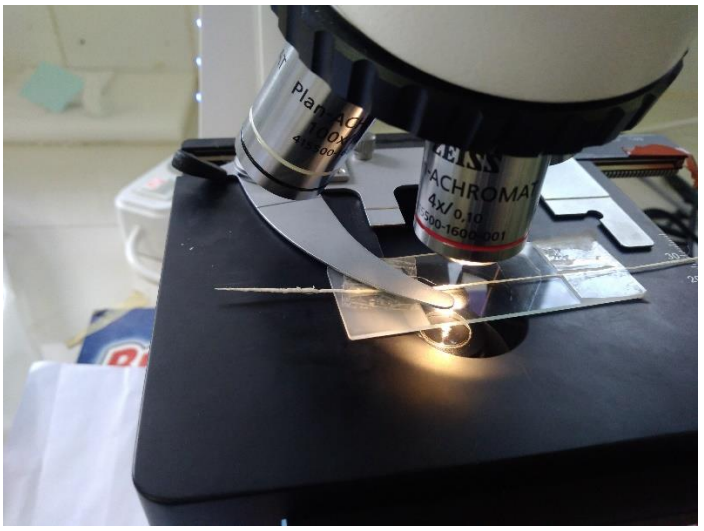


Figure II.6 Microscope optique ZEISS

II.3.5. Analyse par microscopie électronique à balayage (MEB)

L'analyse morphologique des fibres FSAA et des biocomposites CCR/FSAA a été réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage à émission de champ, utilisé en mode topographique. Les micrographies ont été obtenues sous différentes valeurs de grossissement, avec des tensions d'accélération d'électrons comprises entre 3 et 5 kV[95]. Afin d'améliorer la conductivité électrique, réduire les effets de charge de surface et obtenir des images de haute résolution, les échantillons (fibres et composites) ont été préalablement recouverts d'une fine couche d'or [96]. Le MEB a permis d'examiner la morphologie des fibres FSAA (rugosité, forme, diamètre, structures superficielles) ainsi que l'interface fibre–matrice au sein des composites. Ces observations fournissent des informations essentielles sur l'adhésion interfaciale, la dispersion des fibres et la qualité de l'imprégnation, paramètres déterminants pour les performances mécaniques finales des biocomposites

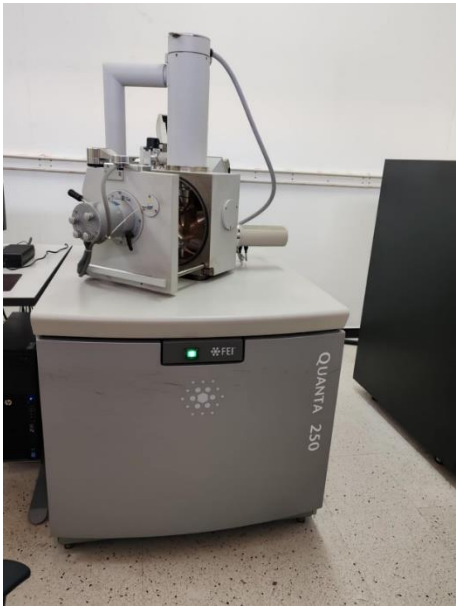


Figure II.7 Microscope MEB-FEG de type Quattro S.

II.3.6. Analyse spectroscopique infrarouge par transformée de Fourier (FTIR)

L'analyse chimique des fibres FSAA et des biocomposites CCR/FSAA a été réalisée à l'aide d'un spectromètre FTIR (PerkinElmer Spectrum RX1). Les spectres infrarouges ont été obtenus en mode transmission sur une plage spectrale de 500 à 4000 cm^{-1}, avec 32 scans et une résolution de 4 cm^{-1}[97]. Cette technique permet d'identifier les groupes fonctionnels présents dans les fibres ainsi que les interactions éventuelles entre la matrice bio-époxy et les renforts FSAA au sein des composites. Les données spectrales ont été traitées et déconvoluées à l'aide du logiciel OriginPro 10.0 afin d'améliorer l'interprétation des bandes caractéristiques et d'obtenir une analyse plus précise des modifications chimiques associées au renforcement [98].



Figure II.8 Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier de type PerkinElmer Spectrum RX1.

II.3.7. Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) a été réalisée afin d'évaluer la stabilité thermique des fibres FSAA ainsi que des biocomposites CCR/FSAA. Les essais ont été effectués à l'aide d'un analyseur ATG/DSC 3+ 1600 °C (METTLER TOLEDO). Les échantillons (fibres et composites) ont été placés dans des creusets en alumine puis chauffés de la température ambiante jusqu'à 800 °C, à un taux de chauffage constant de 10 °C/min, sous atmosphère d'azote. Les courbes ATG et DTG obtenues ont permis de suivre les variations de masse en fonction de la température, d'identifier les étapes de dégradation thermique et d'évaluer la résistance calorifique des matériaux [99]. Pour les fibres FSAA, l'analyse ATG a également été utilisée pour déterminer l'énergie d'activation de la dégradation thermique. Celle-ci a été calculée à partir de la méthode de Broido (II.6), exprimée par la relation suivante [100] :

$$\ln\left[\ln\left(\frac{1}{y}\right)\right] = -\left(\frac{E_a}{R}\right)\left[\left(\frac{1}{T}\right) + K\right] \qquad \text{(II.6)}$$

où :

R représente la constante des gaz standards (8,32 J/mol K) ; T représente la température en Kelvin ; y est le poids normalisé (w_t/w_i), et w_t et w_i représentent le poids de l'échantillon à différents moments et températures, respectivement.



Figure II.9 Analyseur thermique simultané (ATG / DSC) : 1600 °C, METTLER TOLEDO.

II.3.8. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) a été utilisée pour analyser le comportement thermique des fibres FSAA. Cette technique permet d'identifier les transitions thermiques caractéristiques telles que la température de transition vitreuse (Tg), le degré de cristallinité et le point de fusion, ainsi que les phénomènes liés à la dégradation des constituants principaux des fibres, notamment la cellulose et la lignine. Les fibres ont été soumises à des cycles contrôlés de chauffage et de refroidissement afin de déterminer leurs propriétés thermiques et d'évaluer leur stabilité vis-à-vis des conditions de transformation. Les mesures ont été réalisées à l'aide d'un appareil METTLER TOLEDO, capable de détecter avec précision les événements thermiques se produisant lors de l'augmentation de la température. L'analyse DSC fournit ainsi des informations essentielles sur la composition et la structure interne des fibres FSAA, permettant d'interpréter leur comportement thermique et d'anticiper leur compatibilité avec les matrices polymères dans les biocomposites.

II.3.9. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) a été réalisée afin de déterminer les propriétés cristallines des fibres FSAA ainsi que celles des biocomposites CCR/FSAA. Cette technique permet notamment d'évaluer l'indice de cristallinité (CrI) et la taille des cristallites (CS), paramètres essentiels pour comprendre la structure interne des fibres et leur influence sur les performances mécaniques des composites [101].

Les analyses ont été effectuées à l'aide d'un diffractomètre Bruker D8 ADVANCE, équipé d'une source Cu-Kα (λ = 1,54184 Å). Les mesures ont été réalisées à température ambiante, avec une tension de 40 kV et un courant de 20 mA. Les échantillons, généralement sous forme de poudre, ont été scannés dans une plage de 2θ allant de 10° à 70°, avec une vitesse de balayage de 2°/min.

La taille des cristallites (CS) a été calculée à l'aide de l'équation de Scherrer (II.7) [102] :

$$CS=\frac{K.\lambda}{\beta.\cos(\theta)} \qquad \text{(II.7)}$$

où :

- K=0,9 est la constante de Scherrer,
- λ est la longueur d'onde du rayonnement Cu-Kα,

- β la largeur du pic à mi-hauteur (FWHM),
- θ l'angle de diffraction correspondant.

L'indice de cristallinité (CrI) a été déterminé selon l'équation (II.8) [103]:

$$CrI=\left[\frac{I_{002}-I_{am}}{I_{002}}\right]\times 100 \qquad (II.8)$$

- I002 représente l'intensité maximale du pic cristallin principal,
- Iam l'intensité minimale de la région amorphe.



Figure II.10 Diffractomètre à rayons X de type D8 Advance Bruker.

II.3.10. Absorption d'eau et modélisation de la diffusion

L'absorption d'eau des fibres FSAA et des biocomposites BioEP/FSAA a été étudiée afin d'évaluer leur comportement vis-à-vis de l'humidité et leur durabilité en environnement aquatique. Les essais ont été réalisés dans de l'eau distillée (ED), qui sert de milieu de référence, et de l'eau de mer (EM), qui sert à évaluer l'effet des sels, à température ambiante (23 ± 1 °C)[104]. Les échantillons ont été préalablement séchés au four à 50 °C pendant 24 h, puis pesés à l'aide d'une balance électronique de précision (0,001–0,0001 g) [105]. Les mesures de masse ont été effectuées à intervalles spécifiques pour les composites (2 h, 7 j, 15 j, 28 j, 45 j, 60 j et 90 j), et de façon plus générale pour

les fibres sur une période cumulative allant jusqu'à 720 h (30 jours). Avant chaque pesée, les échantillons ont été essuyés pour éliminer l'eau superficielle (II.9) [106].

L'absorption d'eau (WA, en %) a été calculée selon l'équation :

$$\text{Absorption d'eau (\%)} = \frac{W_t - W_0}{W_0} \times 100 \qquad \text{(II.9)}$$

où W_0 est le poids initial de l'échantillon et W_t le poids après immersion à un temps t. Pour les fibres FSAA, les courbes d'absorption ont été ajustées selon le modèle de Peleg qui a utilisé pour modéliser la cinétique d'absorption d'eau.

Il permet de déterminer la vitesse initiale d'absorption ainsi que la capacité max d'absorption du matériau a partir des constant (II.10) :

$$M_t = M_0 + \left(\frac{t}{K_1 + K_2.t}\right) \qquad \text{(II.10)}$$

Ou:

M_t: teneur en eau a l'instant t

M_0: teneur en eau initiale

K_1: constant de Vitesse d'absorption (liée a la Vitesse initiale)

K_2: constant de capacité d'absorption (liée a l'absorption maximale)

t: temps d'immersion

Le transport de l'eau dans les composites a été étudié à l'aide de la seconde loi de Fick, qui décrit l'évolution de la teneur en humidité C(t) en fonction du temps (II.11) [107] :

$$C(t) = C_s - \frac{8C_s}{\pi^2} \sum_{K=0}^{\infty} \frac{1}{(2K+1)^2} \exp\left(-\frac{(2K+1)^2 D\pi^2}{d^2} t\right) \qquad \text{(II.11)}$$

où :

- C(t) : teneur en humidité à l'instant *t*
- Cs : teneur en humidité à saturation
- D_c : coefficient de diffusion
- d : épaisseur de l'échantillon
- k : constante de série

Le coefficient de diffusion (D_c) a été estimé à partir de la pente m de la portion initiale linéaire de la courbe d'absorption (II.12) [108] :

$$\text{coefficient du diffusion } (D_c) = \pi \left(\frac{mh}{5W_\infty} \right)^2 \qquad \text{(II.12)}$$

où h est l'épaisseur et W∞ l'absorption à saturation [109].

D'autres paramètres liés au transport de l'eau ont été calculés (II.13) [110]:

- Coefficient de sorption (Sc) **:**

$$\text{coefficient de Sorption } (Sc) = \frac{W_\infty}{W_t} \qquad \text{(II.13)}$$

- Coefficient de perméabilité (Pc) (II.14) **:**

$$\text{cofficient de permeabilité } (Pc) = S_c \times D \qquad \text{(II.14)}$$

Ces paramètres permettent de quantifier la durabilité des composites et leur résistance à l'humidité, en distinguant le comportement en eau douce et en eau de mer [111].

II.3.11. Essais de traction

Toutes les expériences ont été réalisées à une température contrôlée de 25 °C avec une humidité relative d'environ 62 %.

II.3.11.1. Essai de traction sur fibres FSAA individuelles

Les essais de traction sur fibres individuelles ont été effectués à l'aide de l'équipement Test112, après fixation des fibres sur du carton pour garantir leur stabilité [106]. La barre transversale s'est déplacée à une vitesse de 1 mm/min, et chaque fibre a été mesurée sur une longueur de jauge de 100 mm. Un total de 30 fibres FSAA a été testé afin d'évaluer leurs propriétés mécaniques dans la zone élastique :

- Résistance à la traction
- Allongement à la rupture
- Module de Young

Les essais ont été réalisés conformément à la norme ASTM D3822-07. Pour analyser la variabilité des résultats, une distribution de Weibull à deux paramètres a été utilisée, et

la méthode du maximum de vraisemblance (MV) a permis de déterminer des intervalles de confiance à 95 % pour les propriétés mécaniques. L'analyse statistique a été réalisée avec Minitab 19 [100].

II.3.11.2. Essai de traction sur biocomposites FSAA/Bio-Époxy

Les biocomposites renforcés par des fibres FSAA ont été testés à l'aide de la machine universelle Test112, en utilisant des échantillons standard en forme de « dog-bone ». La vitesse de déplacement de la traverse était de 2 mm/min. Les propriétés mécaniques évaluées comprenaient [112] :

- Résistance à la traction
- Allongement à la rupture
- Module d'élasticité (Young)

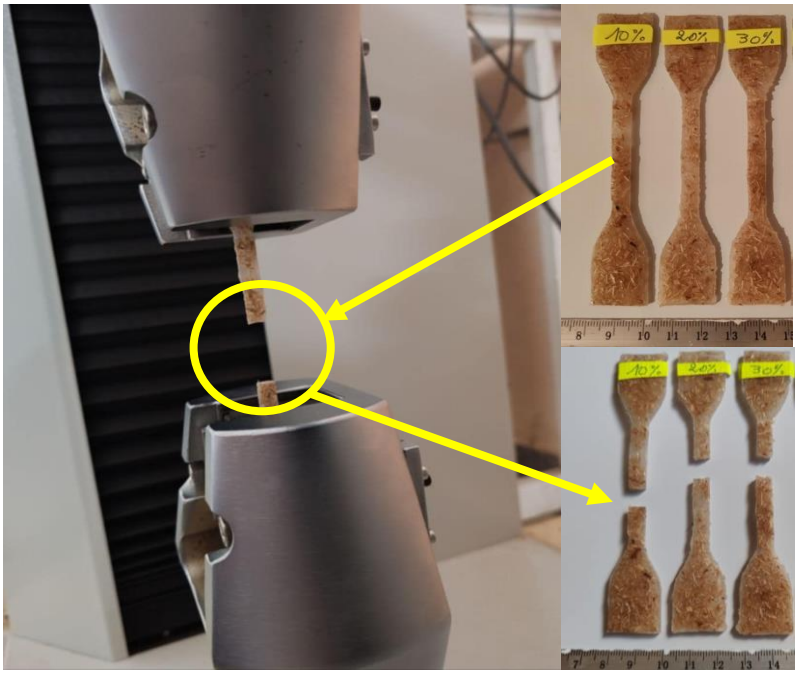


Figure II.11 Essai de traction des échantillons FSAA (tige florale *d'Agave americana*) /bio-époxy (BioEP).

Les essais ont été effectués conformément à la norme ASTM D3039, spécifique à l'évaluation des composites à matrice polymère. La variabilité des résultats a été analysée à l'aide d'une distribution de Weibull à deux paramètres, et la méthode du maximum de vraisemblance a été utilisée pour déterminer les intervalles de confiance à 95 % pour le module de Young, la déformation et la ténacité du composite. L'analyse statistique a été réalisée avec Minitab 19 [113].

II.3.12. Essais de flexion des biocomposites

Les essais de flexion ont été réalisés à une température contrôlée de 25 °C et à une humidité relative d'environ 62 % en utilisant la machine universelle Test112. Les échantillons de biocomposite ont été préparés conformément à la norme ASTM D790, qui vise à déterminer les propriétés en flexion des matériaux composites renforcés [114]. Un montage en flexion trois points a été utilisé, et la vitesse de la traverse a été ajustée en fonction de l'épaisseur de l'échantillon, comme spécifié dans la norme [115].

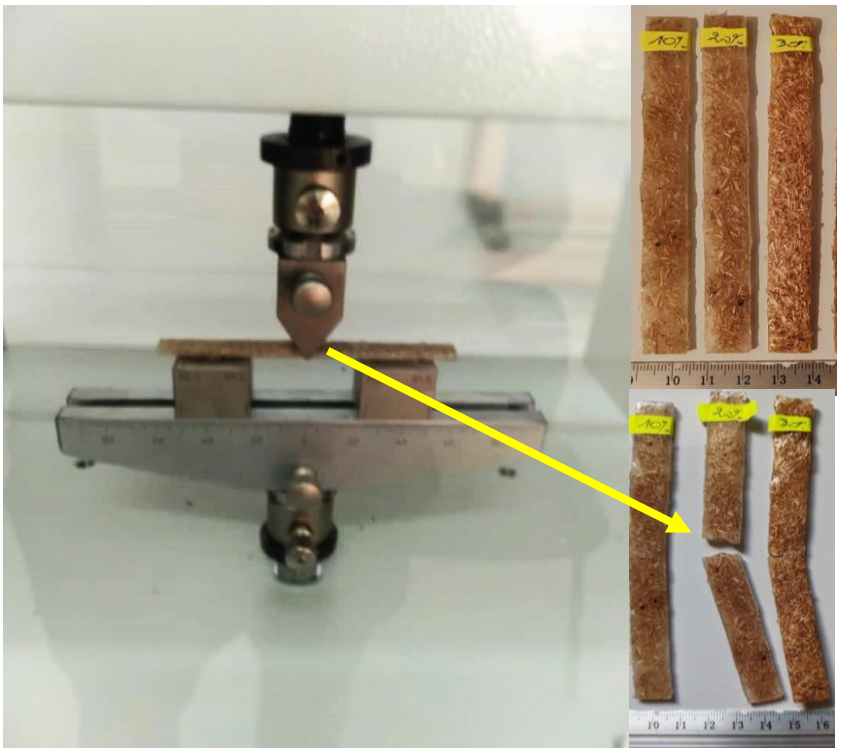


Figure II.12 Essai de flexion des échantillons FSAA (tige florale *d'Agave americana*) /bio-époxy (BioEP).

II.4. Usinage de biocomposites

II.4.1. Préparation des éprouvettes de biocomposites (FSAA-BioEP)

Les éprouvettes de biocomposites ont été fabriquées en mélangeant la résine bio-époxy de coulée transparente (CCR) avec les fibres de la hampe florale d'*Agave americana* (FSAA) [116]. Seule la fraction massique de 30 % de fibres (W_f = 30%) a été retenue pour la confection des plaques, ce taux assurant un compromis optimal entre le renforcement mécanique et l'imprégnation de la matrice. Pour chaque plaque

confectionnée dans un moule de dimensions internes 150 × 150 ×3mm^3, une masse totale de mélange de 100 g a été préparée. La formulation exacte comprenait 30g de fibres FSAA et 70g de système matriciel (soit 48,9g de bio-epoxy et 21,1 g de durcisseur). Le mélange résine–fibres a été agité mécaniquement à température ambiante pendant 10 à 15 minutes afin d'assurer une dispersion uniforme des fibres. Pour éliminer les bulles d'air emprisonnées lors du brassage et optimiser la qualité structurale du composite, le mélange a été soumis à un dégazage sous vide avant le moulage [117] . La préparation dégazée a ensuite été coulée dans le moule en silicone, préalablement enduit d'un agent de démoulage à base de cire [118]. Le tout a été laissé à polymériser à température ambiante pendant 24 heures. Après durcissement, la plaque composite de 100 g a été soigneusement démoulée puis conditionnée pour l'usinage des éprouvettes et la caractérisation mécanique (Figure II.13 a–b)

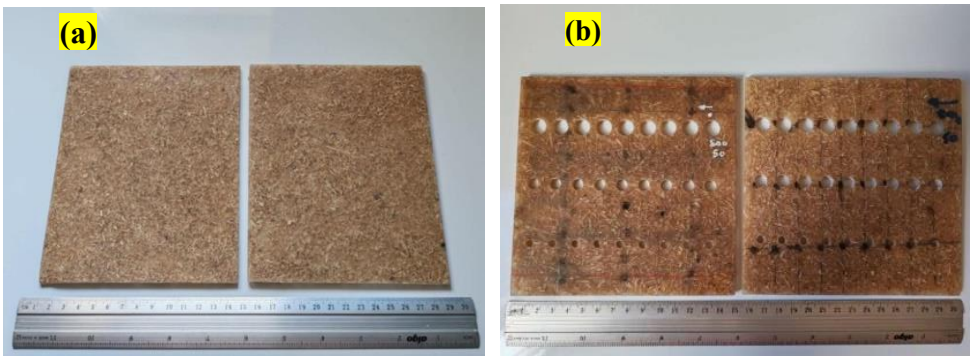


Figure II.13 Échantillons de biocomposites à base de la fibre FSAA (a) avant et (b) après perçage.

II.4.2. Méthodologie de perçage

Les essais de perçage ont été réalisés sur une fraiseuse universelle EMCO Concept Mill 55**,** initialement réglée à une avance de 3000 mm/min et une vitesse de broche de 5000 tr/min, comme illustré à la Figure II.14 Afin de réduire la déflexion de l'éprouvette pendant le perçage et d'éviter la propagation de défauts à la sortie du trou, un support en bois a été placé sous les échantillons de biocomposite [73]. Le perçage a été effectué en une seule passe et réalisé à sec (sans lubrifiant) sur les échantillons. Deux types de forets ont été utilisés dans cette étude : acier rapide (HSS) et acier rapide allié au Titane (HSS-TiN) (Figure II.15a), avec des diamètres de 5 mm, 8 mm et 10 mm (Figure II.15b). De plus, des vitesses de broche de 800, 1200 et 1600 tr/min**,** ainsi que des avances de 50, 100

et 150 mm/min, ont été appliquées afin d'étudier l'influence des paramètres de coupe, comme détaillé dans le Tableau II.2.

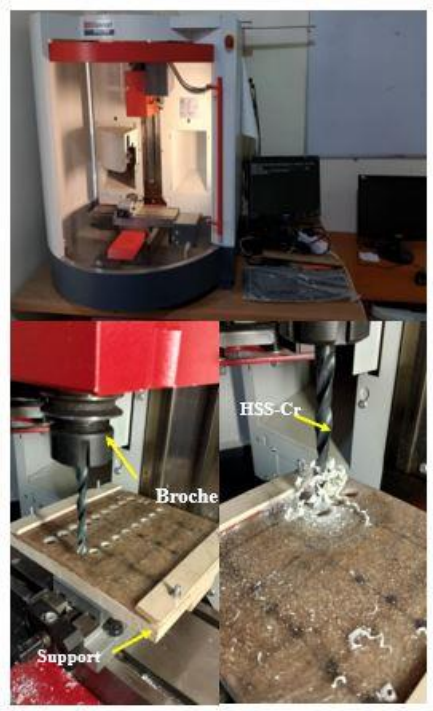


Figure II.14 Machine de perçage CNC et système de commande

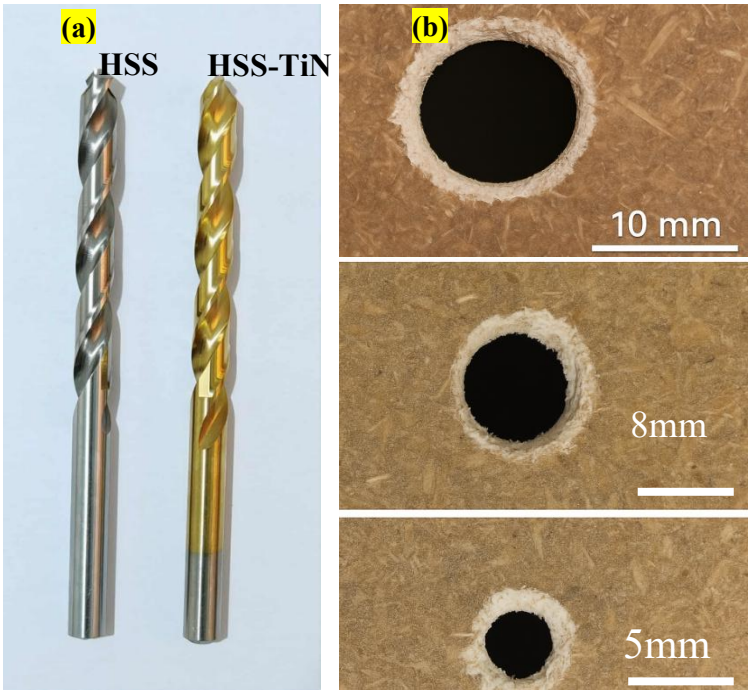


Figure II.15 (a) Forets utilisés pour le perçage du biocomposite, (b) Qualité des trous percés dans les biocomposites FSAA pour différents diamètres de foret.

Tableau II.2 Plan d'expériences : matrice expérimentale présentant les niveaux codés et réels des paramètres de perçage

No.	Facteurs	Notation	Unités	Niveaux		
				−1	**0**	**1**
1	Vitesse de rotation de la broche	N	tr/min	800	1200	1600
2	Vitesse d'avance	F	mm/min	50	100	150
3	Diamètre du foret	d	mm	5	8	10

Après le perçage, les éprouvettes ont été scannées et les images ont été traitées et analysées à l'aide du logiciel ImageJ (Figure II.16a-b). Cette analyse a permis de mesurer la zone endommagée autour des trous percés, définie comme le facteur de délaminage (Fd), qui caractérise l'ampleur de la séparation du matériau en sortie de perçage [83].

Le facteur de délaminage en sortie a été calculé à l'aide de l'équation suivante (II.15) [119]:

$$F_d = \frac{D_{max}}{D_0} \qquad \text{(II.15)}$$

Où :

D_0 : diamètre nominal du trou percé.

Dmax : diamètre maximum de la zone délaminée.

Fd : facteur de délaminage conventionnel.

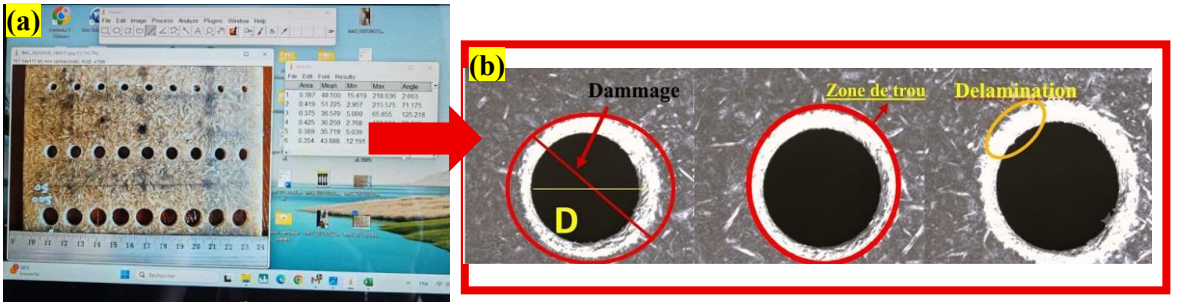


Figure II.16 (a) Analyse par ImageJ, (b) Illustration des défauts de perçage et de la délamination dans les biocomposites FSAA.

II.4.3. Méthodologie des surfaces de réponse (RSM)

La méthodologie des surfaces de réponse (RSM) est une approche statistique et mathématique utilisée pour modéliser et analyser des problèmes complexes où une variable de réponse est influencée par plusieurs facteurs. L'objectif principal de la RSM est d'optimiser cette réponse en identifiant la meilleure combinaison des variables d'entrée [120]. Cela implique la conception expérimentale, l'ajustement de modèles polynomiaux et l'analyse des relations entre les variables et la réponse [121]. La RSM est largement appliquée en ingénierie, en production et en recherche pour améliorer les procédés et la qualité des produits de manière efficace [122]. Dans cette étude, le plan central composite (CCD), un composant clé de la RSM, a été utilisé pour étudier le perçage des échantillons de biocomposites FSAA à l'aide du logiciel Design Expert 13. Trois variables indépendantes ont été considérées : avance (feed rate), vitesse de broche (spindle speed) et diamètre du foret (drill diameter), chacune évaluée à trois niveaux : avances de 50, 100 et 150 mm/min ; vitesses de broche de 800, 1200 et 1600 tr/min ; diamètres de foret de 5, 8 et 10 mm. Après codage des variables et mise en place du plan expérimental, 27 essais de perçage ont été réalisés selon l'ordre d'exécution spécifié, les réponses ayant été enregistrées pour évaluer l'influence de ces paramètres sur la performance du perçage [123].

II.4.4. Modélisation mathématique par RSM

La relation entre les facteurs expérimentaux et la réponse étudiée a été représentée par un modèle polynomial de second ordre [124]. Pour les trois facteurs considérés, le modèle général s'écrit comme suit :

$$y=\beta_0+\beta_1X_1+\beta_2X_2+\beta_3X_3+\beta_{12}X_1X_2+\beta_{13}X_1X_3+\beta_{23}X_2X_3+\beta_{11}X_1^2+\beta_{22}X_2^2+\beta_{33}X_3^2 \quad \text{(II.16)}$$

Où Y représente la réponse étudiée, X_1, X_2, X_3, et représentent respectivement les variables indépendantes codées correspondant à l'avance (*f*), à la vitesse de rotation de la broche (N) et au diamètre du foret (d). Le terme β_0 représente la constante du modèle. Les coefficients β_1, β_2, β_3, et correspondent aux effets linéaires, tandis que β_{12}, β_{13}, β_{23}, et représentent les effets d'interaction. Les coefficients β_{11}, β_{22} et β_{23}, et correspondent aux effets quadratiques. L'adéquation du modèle a été évaluée à l'aide de l'analyse de la variance (ANOVA) et des coefficients de détermination R^2,R_{aj}^2 et R_{pred}^2 [125]. La

significativité des différents termes du modèle a également été examinée afin d'identifier les facteurs et les interactions ayant une influence significative sur les réponses étudiées.

II.4.5. Approche par réseau de neurones artificiels (ANN)

Dans cette étude, un réseau de neurones artificiels (ANN) a été mis en œuvre, constitué de trois couches principales : la couche d'entrée, une couche cachée et la couche de sortie. La couche d'entrée comprenait des neurones représentant les variables indépendantes (vitesse de broche, avance, diamètre du foret), tandis que la couche de sortie fournissait le facteur de délaminage prédite (Fd) [126]. La couche cachée est essentielle pour apprendre les interactions non linéaires entre les entrées et les sorties. Pour déterminer le nombre optimal de neurones dans cette couche, différentes configurations ont été testées afin d'atteindre un compromis entre minimisation de l'erreur de prédiction et simplicité du modèle [122]. En général, une fonction d'activation non linéaire, le plus souvent la tangente hyperbolique, est appliquée dans la couche cachée pour gérer les relations complexes des données [124]. Le modèle ANN a été entraîné avec diverses configurations, variant le nombre de neurones et de couches cachées [125]. La configuration la plus efficace a été sélectionnée sur la base de critères de performance, notamment le coefficient de détermination (R^2) et l'erreur quadratique moyenne (RMSE), calculés selon les Eqs. (II.16) et (II.17) [119]. Une valeur élevée de R^2 associée à une RMSE faible indique une forte capacité prédictive. Ces indicateurs confirment que le modèle représente fidèlement le comportement du système et explore efficacement l'espace des variables d'entrée. Le ANN fonctionne en traitant les signaux d'entrée pondérés à travers des fonctions d'activation, généralement non linéaires, pour générer les valeurs de sortie, ce qui en fait une approche adaptée à la modélisation des réponses complexes lors du perçage de matériaux composites.

$$R^2=1-\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(y_i-\hat{y}_i\right)^2}{\sum_{i=1}^{n}\left(y_i-\bar{y}_i\right)^2} \qquad \text{(II.17)}$$

Où :

- yi= valeur observée (expérimentale),
- $\hat{y}_i$= valeur prédite par le réseau de neurones artificiels (ANN),
- $\bar{y}_i$= moyenne des valeurs observées,
- n = nombre de points de données.

$$RMSE=\sqrt{\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}(y_i-\hat{y}_i)^2} \qquad (II.18)$$

II.5. Conclusion

Ce chapitre a présenté de manière détaillée l'ensemble des méthodes expérimentales, techniques de caractérisation et approches analytiques mises en œuvre pour l'étude des fibres extraites de la hampe florale d'*Agave americana* (FSAA) et des biocomposites biosourcés renforcés par ces fibres. L'approche adoptée repose sur une méthodologie rigoureuse et multidisciplinaire, permettant d'explorer de façon exhaustive les propriétés physiques, morphologiques, chimiques, thermiques, mécaniques et le comportement d'absorption d'eau des matériaux étudiés. Le procédé d'extraction des fibres, basé sur un retting par immersion contrôlée, a permis d'obtenir des fibres naturelles de bonne qualité, adaptées au renforcement de matrices bio-époxy. Les techniques de caractérisation telles que la MEB, FTIR, DRX, ATG et DSC ont fourni des informations complémentaires essentielles sur la structure interne, la composition chimique, la cristallinité et la stabilité thermique des fibres et des biocomposites. Par ailleurs, les essais de densité, de finesse, de teneur en humidité et de diamètre ont permis de caractériser précisément les propriétés physiques des fibres FSAA. Les essais mécaniques de traction et de flexion, réalisés conformément aux normes ASTM, ont permis d'évaluer les performances mécaniques des fibres individuelles et des biocomposites, tout en intégrant une analyse statistique avancée basée sur la loi de Weibull afin de prendre en compte la variabilité intrinsèque des fibres naturelles. L'étude de l'absorption d'eau, combinée à la modélisation par les lois de Peleg et de Fick, a permis de mieux comprendre le comportement d'absorption et la durabilité des matériaux en milieux aqueux distincts.

Enfin, l'intégration des techniques d'usinage par perçage, associée à des outils d'optimisation et de modélisation avancés tels que la méthodologie de surface de réponse (RSM) et les réseaux de neurones artificiels (ANN), a permis d'analyser et de prédire efficacement les phénomènes de délamination, mettant en évidence l'influence des paramètres de coupe sur la qualité des trous percés. L'ensemble de ces méthodes constitue ainsi une base expérimentale solide pour l'interprétation des résultats présentés dans les chapitres suivants, et permet d'établir des corrélations fiables entre la structure, les

propriétés et les performances des biocomposites FSAA/Bio-époxy, en vue de leur valorisation comme matériaux composites écologiques et durables.

Chapitre III :

Extraction et caractérisation des fibres de la hampe florale d'*Agave* pour des biocomposites renforcés

III.1. Introduction

La caractérisation approfondie des fibres naturelles constitue une étape essentielle pour évaluer leur potentiel d'utilisation comme renforts dans les matériaux composites et autres applications industrielles. Les propriétés physiques, morphologiques, chimiques, thermiques et mécaniques des fibres influencent directement leurs performances, leur durabilité ainsi que leur compatibilité avec les matrices polymériques. Dans ce contexte, la présente section est consacrée à l'étude détaillée des fibres extraites de la hampe florale d'*Agave americana* (FSAA). Plusieurs techniques expérimentales ont été mises en œuvre afin de déterminer leurs principales caractéristiques, notamment la densité volumique et linéique, le diamètre, la morphologie de surface, la composition chimique, le comportement thermique, la structure cristalline, l'absorption d'eau ainsi que les propriétés mécaniques en traction. L'analyse de ces paramètres permet non seulement de mieux comprendre le comportement intrinsèque des fibres FSAA, mais également de les comparer à d'autres fibres lignocellulosiques rapportées dans la littérature. Cette approche comparative vise à positionner les fibres FSAA parmi les fibres naturelles existantes et à évaluer leur aptitude à être utilisées comme renfort écologique et durable dans le développement de nouveaux biocomposites.

III.2. Résultats et Discussion

III.2.1. Densité des fibres FSAA

Un instrument important pour évaluer la résistance, la fonctionnalité et l'état des fibres et des tissus est l'analyse de la densité des fibres. La densité des fibres naturelles est influencée par une multitude de facteurs environnementaux et culturels, y compris l'âge de la plante, la méthode d'extraction des fibres, la qualité du sol, la zone géographique et l'espacement des plantes. La densité des fibres FSAA était de 980 kg/m³ est inférieure à celle d'autres fibres telles que *Yucca treculeana* (1330 ± 39 kg/m³) [127], *Eleusine indica* (1143 kg/m³) [128], *Trachelospermum jasminoides* (1398 kg/m³) [129] , *Acacia concinna* (1365 kg/m³) [130], herbe *Typha augustata* (1015 kg/m³) [131], *Cocos nucifera* (1360 kg/m³) [132], *Cyperus dichrostachus* (1010 kg/m³) [133], *pandanus odorant* (13852 kg/m³) [134] , plante grimpante *Citrullus lanatus* (1227 ± 371 kg/m³) [135], fibres de racines *Ficus religiosa* (1246 kg/m³) [136], *Albizia amara* (1043 kg/m³) [137], et les fibres FSAA ont une densité supérieure à celle d'autres fibres comme les faisceaux

vasculaires de *Phoenix dactylifera* (914 kg/m³) [138], plante *Cyperus* papyrus (950 kg/m³) [93] , plante *Furcraea selloa k.koch* (810 kg/m³) [139], fruit *Catalpa bignonioides* (713 kg/m³) [14]. Cela peut être dû aux qualités distinctives de la hampe florale *d'Agave americana* et aux circonstances environnementales dans lesquelles elle est cultivée. Les caractéristiques physiques des fibres naturelles récemment inventées sont reproduites dans le Tableau III.1.

Tableau III.1 Comparaison des caractéristiques physiques de la hampe florale *d'Agave americana* avec d'autres fibres cellulosiques

Nom de la fibre	Densité (kg/m^3)	Diamètre (µm)	Référence
Tige florale *d'Agave americana*	980	208±35	Ce travail
Faisceaux vasculaires de *Phoenix* dactylifera	914	-	[138]
Cocos nucifera	1360	-	[132]
Pandanus odoratissimus	1385,2	280± 27	[134]
Myriostachya wightiana	1372–1510	102- 278	[100]
Albizia amara	1043	-	[137]
Yucca treculeana	1330 ±39	171 ±36	[127]
Eleusine indica	1143	315,4 ±10	[128]
Trachelospermum jasminoides	1398	-	[129]
Cyperus papyrus	950	32,37 ±0,81	[93]
Furcraea selloa K. Koch	810	11,5	[139]
Fruit de *Catalpa bignonioides*	713	299	[140]
Acacia concinna	1365	-	[130]
Herbe *Typha angustata*	1015	105 ±10,15	[131]
Cyperus dichrostachus	1010	9,85 ±7,16	[133]
Pétiole de feuille de *palmier Areca*	1090 ±24	285-330	[141]
Cyperus pangorei	1102	133,3	[142]
Catharanthus roseus	1343	290,2	[143]
Tige grimpante de *Citrullus lanatus*	1227 ±371	210 ±4,85	[135]
Fibre racinaire de *Ficus religiosa*	1246	25,62 ±0,951	[136]

III.2.2. Mesure de la densité linéique

La densité linéique des fibres de la hampe florale d'*Agave americana* (FSAA) est influencée par plusieurs facteurs, notamment le degré de maturité des fibres, les conditions de croissance et les méthodes d'extraction. Ces éléments déterminent la finesse globale des fibres, ce qui impacte directement la qualité du matériau ainsi que ses applications potentielles. Le calcul de la densité linéique constitue donc une mesure essentielle pour évaluer la qualité et les propriétés des fibres. La densité linéique des fibres de la hampe florale d'*Agave americana* est exprimée en unités Tex et calculée à l'aide de l'équation (II.3). La finesse moyenne des fibres extraites est de 3,06 Tex. Cette valeur est supérieure à celle des fibres de *Cyperus dichrostachus* (0,51 ± 0,244 Tex) [133], mais inférieure à celle des fibres de la plante *Cyperus papyrus* (8,38 ± 0,6 Tex) [93].

III.2.3. Détermination du diamètre

Les résultats de l'analyse au microscope optique visant à déterminer la taille des fibres, la microstructure et la distribution des diamètres de la fibre FSAA sont présentés à la figure III.2. La micrographie de la fibre, grossie 400 ×, montre également le diamètre de la fibre. Le diamètre de la fibre a été calculé à trois endroits sur la fibre FSAA, et le diamètre moyen était de 208 ± 35 µm. Cette mesure fournit des informations cruciales sur la taille et la morphologie des fibres. La distribution du diamètre des fibres observées est représentée par des micrographies à la Figure III.2. D'autres fibres, comme la plante grimpante Citrullus lanatus (210 ± 4,85 µm), présentent un diamètre inférieur ou supérieur à celui de la fibre FSAA [135]. *Myriostachya wightiana* (102 ± 278 µm) [100], *Yucca treculeana* (171 ± 36 µm) [127], *Eleusine indica* (315.4 ± 10 µm) [128], *Cyperus dichrostachus* (9.85 ± 7.16 µm) [133]. Le tableau III.1 présente la comparaison avec d'autres fibres.

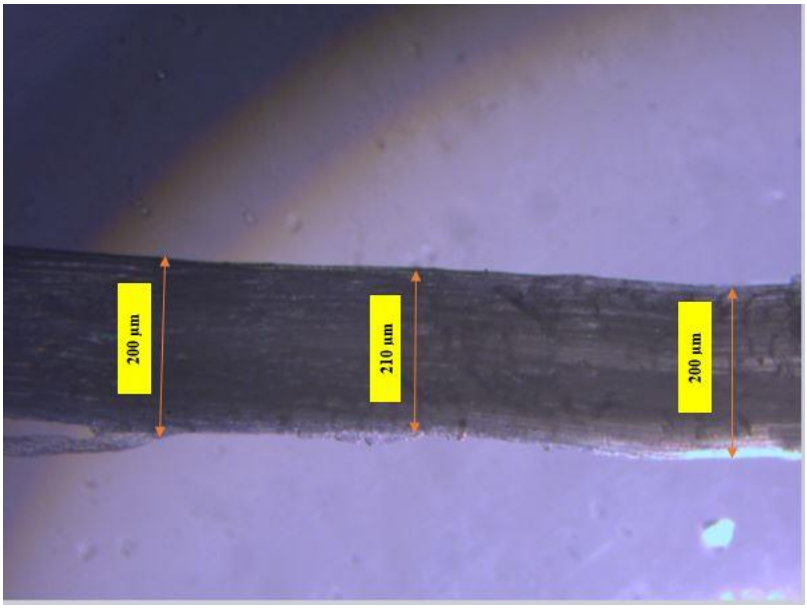


Figure III.1 Exemple de micrographie d'une fibre FSAA individuelle.

III.2.4. Analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) des fibres FSAA

La forme de la surface de la fibre FSAA présentait des imperfections apparentes, probablement dues à la présence de cire ou de lignine, comme l'ont révélé les examens longitudinaux et transversaux. En raison de la rugosité qu'elles ajoutent à la surface de la fibre, ces impuretés peuvent influencer les propriétés mécaniques et physiques du matériau ou du produit final. Une surface rugueuse entraîne une augmentation de la friction entre les fibres, et les contaminants peuvent également rendre la surface de la

fibre rugueuse, voire creuse. En comparant la fibre FSAA à d'autres fibres telles que *Yucca treculeana*, les faisceaux fibreux de *Phoenix dactylifera***,** *Myriostachya wightiana*, ainsi qu'aux fibres de *Juncus effusus*, il a été constaté qu'elles partagent des caractéristiques et des imperfections de surface similaires [127],[138],[100],[144]. Il a également été constaté que la résistance mécanique des matériaux composites renforcés par des fibres naturelles pouvait être réduite en raison de la porosité présente à la surface des fibres FSAA, ce qui les rend plus fragiles et susceptibles de se rompre. La durabilité du matériau est ainsi diminuée, car les pores agissent comme des zones de concentration de contraintes, pouvant entraîner la formation de fissures ou de ruptures. En plus de la largeur des stries visibles sur la surface des fibres, l'agencement des microstructures révèle un alignement selon l'axe longitudinal de la fibre, prenant la forme de motifs dispersés de manière régulière, de type carré ou semi-rectangulaire. La fibre FSAA présente une morphologie de surface distinctive, caractérisée par des micropores ou cavités irrégulièrement répartis, entrecoupés de microfibrilles. De plus, la forme de la section transversale de la fibre ressemble fortement à un contour elliptique avec une apparence presque circulaire [138]. Cette observation concorde avec les résultats d'études antérieures menées sur des fibres provenant de sources telles que les fruits de *Catalpa bignonioides*, *Washingtonia filifera* et l'herbe *Eleusine indica* [140],[145],[128]. Ces fibres présentaient également des caractéristiques similaires, notamment la présence de pores et de microfibrilles. Le diamètre de la fibre mesuré est de 200 µm. Comme on peut l'observer sur la photographie de la fibre (Figure III. 2a), la surface contient certaines substances qui pourraient être des contaminants, de la lignine ou de la cire, ainsi que des pores. La rugosité de la surface de la fibre peut être accentuée par ces contaminants et imperfections [127], comme le montre la Figure III.2

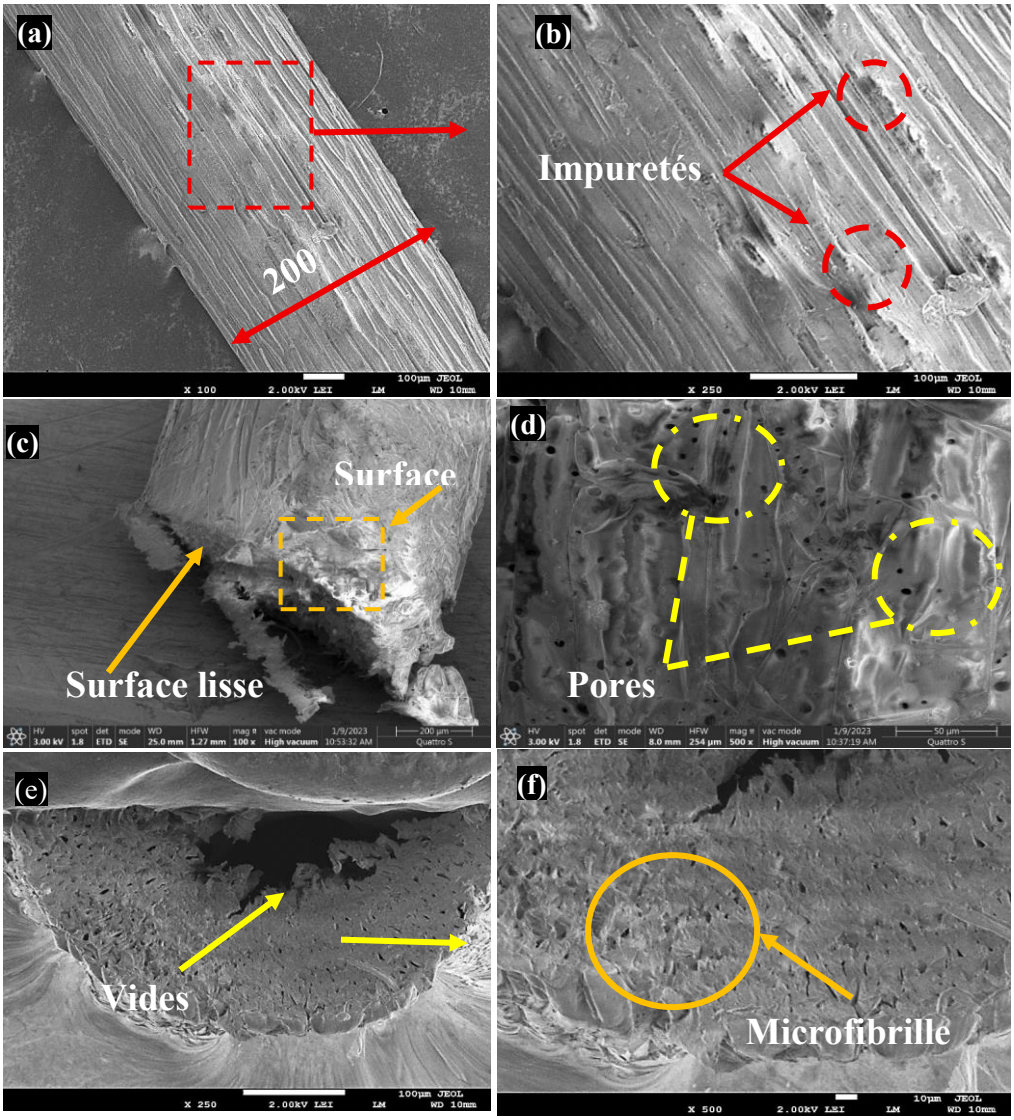
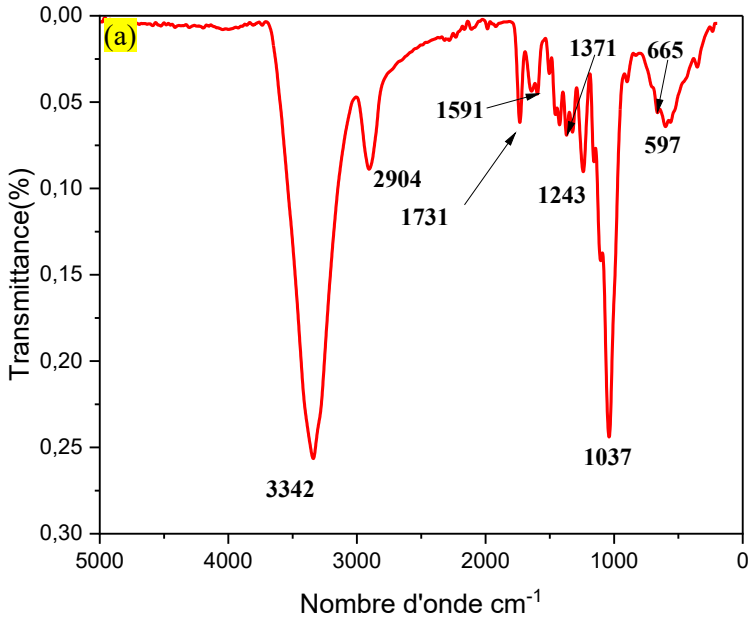


Figure III.2 Micrographies MEB de la vue longitudinale de la fibre FSAA à différents grossissements

III.2.5. Analyse spectroscopique par transformée de Fourier infrarouge (FTIR)

Les spectres FTIR des fibres FSAA sont présentés à la Figure III.3a. L'analyse par spectroscopie FTIR a été utilisée pour étudier les bandes d'absorption caractéristiques des familles chimiques fonctionnelles présentes dans les fibres FSAA, notamment la cellulose, les hémicelluloses et la lignine [146]. Pour résoudre le recouvrement des pics dans le spectre complexe, une déconvolution des pics a été appliquée spécifiquement dans la plage de 500 à 4000 cm^{-1} (Figure III.3b). Cette technique permet de séparer et d'analyser les pics individuels, offrant ainsi une compréhension plus détaillée des composants moléculaires et des groupes fonctionnels présents dans les fibres FSAA. Le pic à 3342 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation des groupes hydroxyles (O-H)

liés par des liaisons hydrogène provenant de la cellulose [100]. Alors que le maximum à 2904 cm^{-1}, caractéristique de la cellulose et des hémicelluloses, indique la vibration d'élongation des liaisons C-H des groupes CH et CH_2. [147]. Des pics apparaissent à la fréquence de 1731 cm^{-1} dans le spectre des fibres FSAA, correspondant à l'élongation de la liaison C=O, caractéristique des hémicelluloses [148]. Le pic à 1591 cm^{-1} est attribué à la vibration d'élongation de la liaison C=C de l'anneau aromatique du motif phénylpropane présent dans la lignine [143]. Les pics obtenus à partir de l'analyse spectrale ont été comparés à ceux rapportés dans d'autres travaux, présentés dans le Tableau III.2. La vibration de flexion (bending) de la liaison C–H est responsable du pic le plus intense observé à 1377 cm^{-1}[149]. On observe un pic à 1243 cm^{-1}, attribué à l'élongation vibratoire (stretching) de la liaison C–O du groupe acétyle présent dans la lignine [127]. Le spectre FTIR présente deux pics à 1034 cm^{-1}, correspondant aux liaisons C–O et O–H, ce qui indique la présence de lignine. Par ailleurs, la flexion (bending) du groupement C–OH génère un pic d'absorbance autour de 597 cm^{-1}[150], et il peut en être déduit que la flexion hors du plan du groupement CO–H est présente.



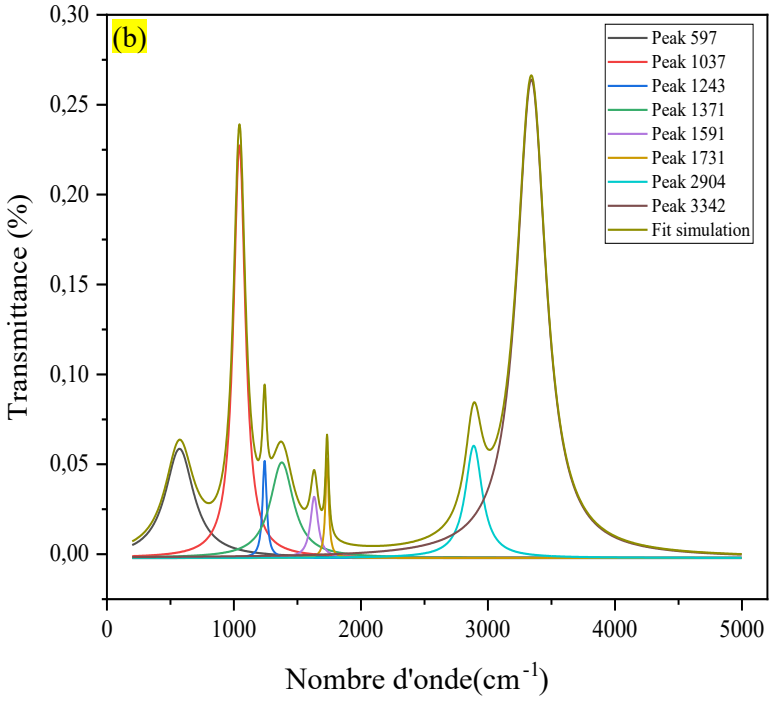


Figure III.3 Analyse FTIR des fibres FSAA : (a) spectres FTIR et (b) déconvolution des pics.

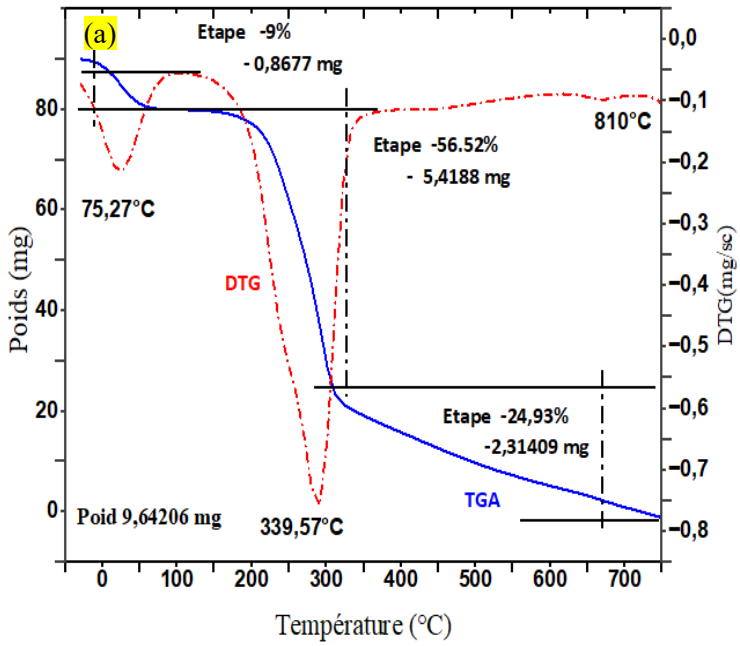
Tableau III.2 Observation des pics FTIR pour la fibre FSAA

Position du pic dans cette étude (cm^{-1})	**Plage de valeurs de référence des pics (cm^{-1})**	**Groupe fonctionnel et composition chimique**	**Référence**
3342	3449 - 2912,33	Elongation O-H lié par liaison hydrogène dans l'α-cellulose	[100]
2904	2909 - 2851	Présence de cellulose et hémicelluloses, vibration d'élongation C-H provenant de CH et CH_2	[147]
1731	1731 - 1636	Elongation C=O indiquant la présence d'hémicellulose	[148]
1591	1591 - 1629	Cycle aromatique de la molécule de phénylpropane C=C dans la lignine	[143]
1377	1379 - 2936	Vibration de flexion C-H	[149]
1243	1242	Elongation C-O du groupe acétyle dans la lignine	[127]
1034	1035	C-O et O-H indiquant la présence de lignine	[150]
597	598	Flexion C-OH	[150]

III.2.6. Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) et sa dérivée (DTG) sont présentées dans la Figure III.4a. La courbe ATG révèle deux phases distinctes de perte de masse. La première phase, correspondant à une réduction de poids de 9 % entre la température

ambiante et 100 °C, est associée à un pic DTG à 75,27 °C, attribuée à la déshydratation de la fibre [146]. La phase suivante de perte de masse, de 56,52 %, a eu lieu entre 200 °C et 359 °C, correspondant à la dégradation combinée de l'hémicellulose et de la cellulose. Les courbes DTG montrent des pics nets à une température de dégradation de 339,57 °C, qui correspond au point où les fibres commencent à se désintégrer. Le graphique de la Figure III.4b, représentant ln[ln(1/y)] en fonction de 1/T, donne une droite obtenue à partir des données expérimentales. Cette droite est utilisée pour déterminer l'énergie d'activation (Ea) selon l'équation (II.6), qui a été trouvée égale à 68,1 kJ/mol. Cette valeur est supérieure à celle de la fibre de l'arbre *Leucaena leucocephala* (64,22 kJ/mol) [99], et à l'herbe *Typha angustata* (67.99 kJ/mol) [131], (64.38 kJ/mol) pour *Phaseolus vulgaris* [151], et inférieure comparée à celle de *Banyan* tree's fibre des racines aériennes (72.65 kJ/mol) [152], et *Myriostachya wightiana* (72.84 kJ/mol) [100], *Fragrant screw pine* (83.9 kJ/mol) [134], *Acacia nilotica* (69.739 kJ/mol) [153]. Le tableau III.3 présente les caractéristiques thermiques de la fibre FSAA ainsi que l'énergie d'activation cinétique, en comparaison avec d'autres fibres cellulosiques.



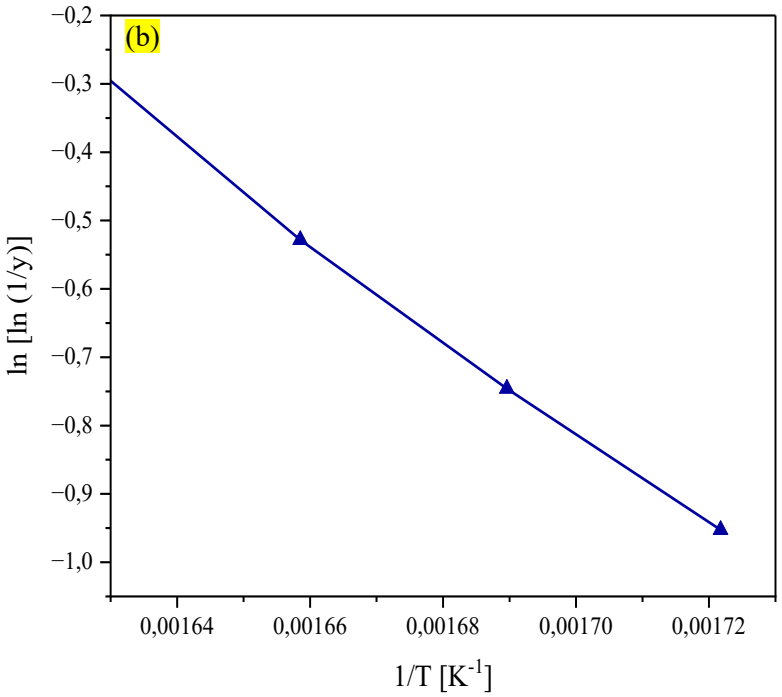


Figure III.4 (a) Courbes ATG (thermogravimétrie) et DTG (dérivée de la perte de masse) de l'analyse thermique de la fibre FSAA ; (b) courbe de Broido.

Tableau III.3 Comparaison des caractéristiques thermiques entre la fibre de tige florale *d'Agave americana* (FSAA) et d'autres fibres cellulosiques.

Fibre	**Énergie d'activation cinétique (kJ/mol)**	**Température Maximale de dégradation (°C)**	**Référence**
Tige florale *d'Agave americana*	68,15	339,57	Ce travail
Leucaena leucocephala	64,22	312,64	[99]
Fibre de racine de *Ficus religiosa*	68,02	400	[136]
Cissus vitiginea	68,72	304	[154]
Herbe *Typha augustata*	67,99	-	[131]
Myriostachya wightiana	72,84	-	[100]
Acacia nilotica	69,739	-	[153]
Lygeum spartum	68,77	338,7	[155]
Pédoncule de banane rouge	-	353	[156]
Pandanus odorant	83,9	321,4	[134]
Racines aériennes de figuier banian	72,65	358	[152]
Dracaena reflexa	68,784	348,78	[157]
Phaseolus vulgaris	64,38	328,5	[151]

III.2.7 Analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

L'analyse DSC permet d'identifier les transitions thermiques en étudiant les changements physiques liés à l'absorption ou à la libération d'énergie thermique lors du chauffage. La Figure III.5 présente l'analyse DSC des fibres de FSAA. Le premier pic, correspondant à un phénomène endothermique, a été observé à une température de 76 °C et est attribué à l'évaporation de l'humidité contenue dans les fibres. L'enthalpie intégrée associée à ce pic est de 2015,61 mJ. Le second pic, enregistré à 274 °C, indique la décomposition des polysaccharides autres que la lignine, notamment la cellulose α. Un pic endothermique supplémentaire est détecté à 318 °C sous atmosphère d'azote, correspondant à la dégradation de la cellulose α dans les fibres de FSAA [158]. Le contenu en cellulose de la surface a été entièrement dégradé, comme en témoigne le pic endothermique marqué suivant, observé à 362 °C [159].

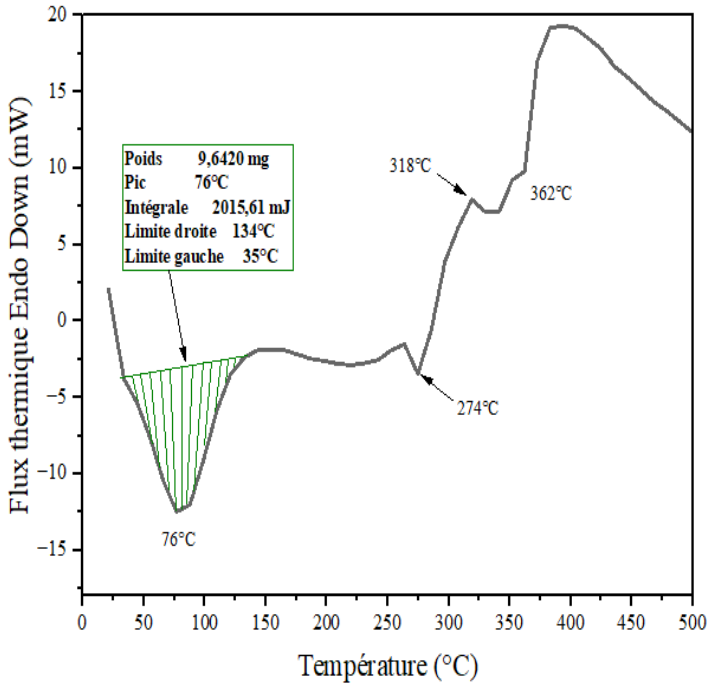


Figure III.5 Courbes DSC de la fibre FSAA.

III.2.8. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

Trois pics ont été observés après déconvolution des profils de diffraction des rayons X (Figure III.6). La phase cristalline de la cellulose est indiquée par les pics situés à 21,67° (002) et 30,12° (004), tandis que le premier pic à 15,57° (110) correspond à la phase amorphe de la fibre. En utilisant l'équation (II.7), l'indice de cristallinité (CrI) a été estimé à 29,15 %, soit nettement inférieur à celui de *Zingiber officinale* (78,81 %) [160]. *Cocos*

nucifera (52 %) [132] et le fruit de *Catalpa bignonioides* (94 %) [140]. Mais cet indice est plus élevé que celui de *Acacia concinna* (27,5 %) [130] . En utilisant l'équation de Scherrer (II.8) pour calculer la taille cristalline, le résultat obtenu est de 2,53 nm, ce qui est inférieur à celui d'autres fibres telles que *Tithonia diversifolia* (3 nm) [146], *Yucca treculeana* (3,02 nm) [127], *Cocos nucifera* (6,5 nm) [132], et supérieur à celui de *Leucaena leucocephala* (2,33 nm) [99]. Une comparaison avec les publications de référence est présentée dans le Tableau III.4. Il a été démontré que les fibres FSAA possèdent des propriétés cristallines. Les propriétés de la fibre sont suffisamment robustes pour permettre son utilisation comme renfort dans les matériaux composites.

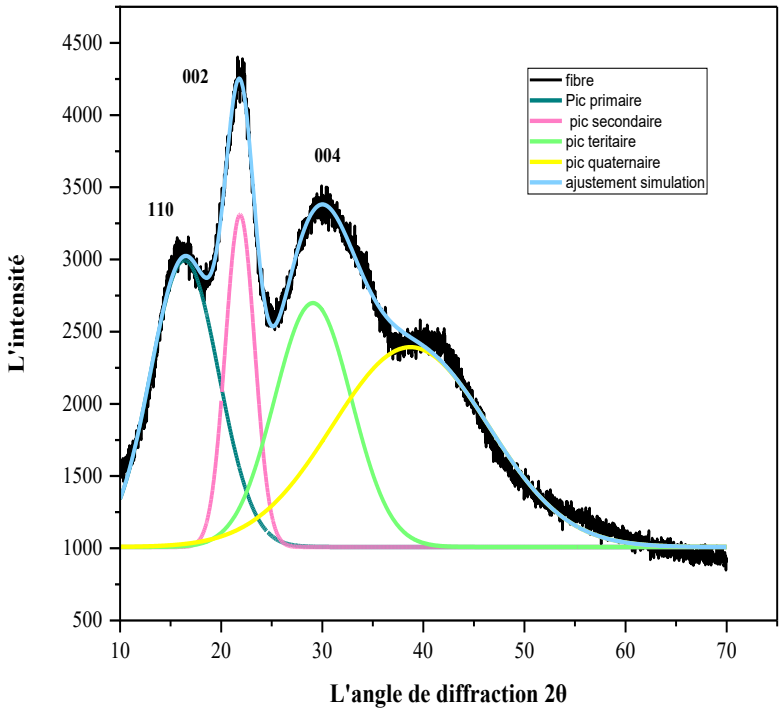


Figure III.6 Spectre DRX de la fibre FSAA.

Tableau III.4 Comparaison des qualités cristallographiques de la fibre FSAA avec d'autres fibres cellulosiques.

Fibre	Propriétés cristallines		Référence
	CrI (%)	Cs (nm)	
Tige fleurie *d'Agave americana*	29,15	2,53	Ce travail
Yucca treculeana	48,85	3,02	[127]
Eleusine indica	45	-	[128]
Leucaena leucocephala	63,10	2,33	[99]
Trachelospermum jasminoides	87,68	3,9	[129]
Cocos nucifera	53	6,5	[132]
Ageratina adenophora	68,98	16,28 ± 1,55	[161]
Fruit de *Catalpa bignonioides*	94	-	[140]
Herbe *Typha augustata*	65,16	6,40	[131]
Albizia amara	63,7	-	[137]
Grimpeur Citrullus lanatus	35,70	16,30	[135]
Acacia nilotica	44,82	3,21	[153]
Acacia concinna	27,5	4,17	[130]
Zingiber officinale	78,81	-	[160]
Tithonia diversifolia	45	3,00	[146]
Yucca gloriosa	37,74	-	[162]
Myriostachya wightiana	54,799	3,24	[100]

III.2.9. Absorption d'eau

D'après la Figure III.7, il apparaît que les fibres naturelles possèdent une capacité importante d'absorption d'eau, qu'elles soient immergées dans de l'eau distillée ou de l'eau de mer. Après 24 heures d'immersion (1440 minutes), elles peuvent adsorber jusqu'à 850 % et 868 % de leur poids sec respectif dans l'eau distillée et l'eau de mer, ce qui dépasse largement celui des fibres de *Washingtonia filifera* (220 % de leur masse initiale) [145]. Les fibres possèdent une forte capacité d'absorption en raison de la présence de cellulose et de leur structure poreuse [145]. Il est essentiel de rappeler que l'absorption d'eau par les fibres naturelles peut avoir des conséquences sur leurs propriétés, telles que la résistance, l'élasticité et la souplesse. Cela doit être pris en compte lors de leur utilisation dans la fabrication de textiles et d'autres produits [163]. Après 360 et 720 heures d'immersion dans l'eau, la valeur de l'absorption n'a pas changé. Il est possible d'affirmer que la formule mathématique permettant d'expliquer la cinétique d'absorption d'eau par les fibres FSAA est celle proposée dans la littérature, et qui a été utilisée pour étudier la cinétique d'absorption de l'eau distillée ainsi que de l'eau de mer par les fibres FSAA. De meilleurs paramètres statistiques pour les zones d'échantillonnage peuvent être obtenus avec le modèle de peleg [164]. On peut voir sur les Figure III.7(a) et III.7(b) que le modèle proposé ajuste au mieux le nombre de points expérimentaux, aussi précisément que possible physiquement [165].

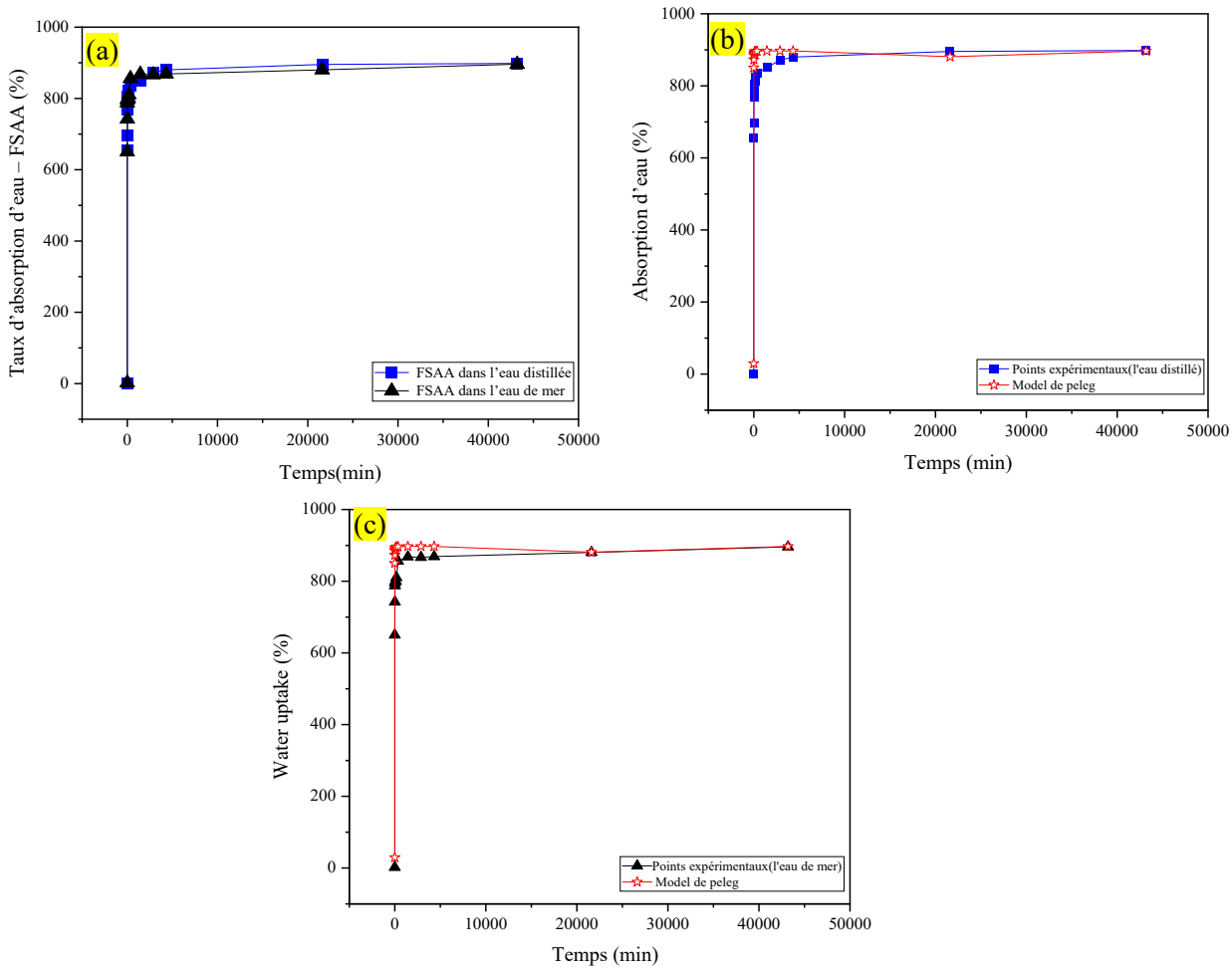
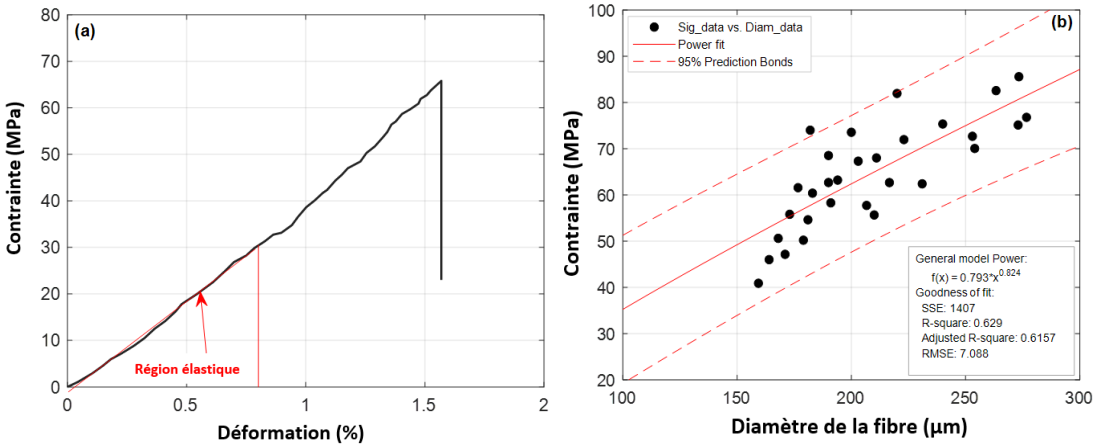


Figure III.7 Courbes d'absorption d'eau des fibres FSAA : (a) comportement d'absorption d'eau des FSAA, (b) modélisation de Peleg pour l'eau distillée, et (c) modélisation de Peleg pour l'eau de mer.

III.2.10. Essai de traction des fibres FSAA

Un essai de traction quasi-statique des fibres FSAA a été réalisé à une vitesse constante de 1 mm par minute, sur une longueur de 100 mm. Un ensemble de 30 échantillons soigneusement sélectionnés, composés de ces fibres, a été préparé. La Figure III.8a illustre la courbe contrainte-déformation typique d'une fibre FSAA individuelle. La fibre FSAA présente un comportement extrêmement fragile, avec une rupture rapide sous faible charge en cas de défaillance [127]. L'évaluation en traction d'une fibre FSAA unique montre une réponse en deux phases à la contrainte et à la déformation, présentant un comportement fragile semblable à celui du *Yucca treculeana* [127]. Ce comportement mécanique est directement gouverné par l'architecture amorphe et cristalline de la paroi cellulaire. La première phase est caractérisée par une zone linéaire allant de 0 % à 1,57 % de déformation. Le module de Young, pour des niveaux

de déformation compris entre 0 % et 0,8 %, a été calculé dans la zone élastique à forte pente de la courbe, donnant une valeur moyenne de 77,61 ± 15,90 GPa (voir Figure III.8a). Dans ce domaine d'allongement initial, la charge est principalement supportée par l'étirement axial des microfibrilles de cellulose cristalline. La valeur particulièrement élevée du module d'Young traduit un faible angle microfibrillaire (MFA) par rapport à l'axe de la fibre, tandis que la matrice amorphe d'hémicellulose et de lignine assure le transfert de charge par cisaillement. Les fibres FSAA présentent ainsi un module de Young nettement supérieur à celui d'autres types de fibres, notamment à celui de *Juncus effusus* (4,38 ± 1,37 GPa) [144] ,et de *Yucca treculeana* (16,85 ± 10,52 GPa) [130]. La phase suivante a été atteinte lorsque la fibre s'est rompue ou lorsque la résistance a brusquement diminué jusqu'à une valeur moyenne de 64,34 ± 11,43 MPa. Cette rupture soudaine s'explique par la décohésion de la matrice amorphe et la propagation instantanée de micro-fissures à travers la section transversale, sans phase de plastification préalable. La résistance à la traction de la fibre a dépassé celle de fibres couramment utilisées, notamment celle de Myriostachya wightiana (46,554 MPa) [103], bien qu'elle demeure inférieure à celle d'Ageratina. En raison de cette nature fragile, les valeurs de résistance restent très sensibles à l'hétérogénéité de section et aux micro-défauts de surface le long de la longueur d'essai de 100 mm. Le module de Young, la déformation à la rupture et la résistance à la traction sont présentés respectivement dans les Figures III.8b, III.8c et III.8d**.** Comme c'est généralement le cas pour les fibres lignocellulosiques**,** les données montrent un important degré de dispersion, et les conclusions doivent donc être interprétées avec précaution, en s'appuyant sur une analyse statistique rigoureuse des résultats.



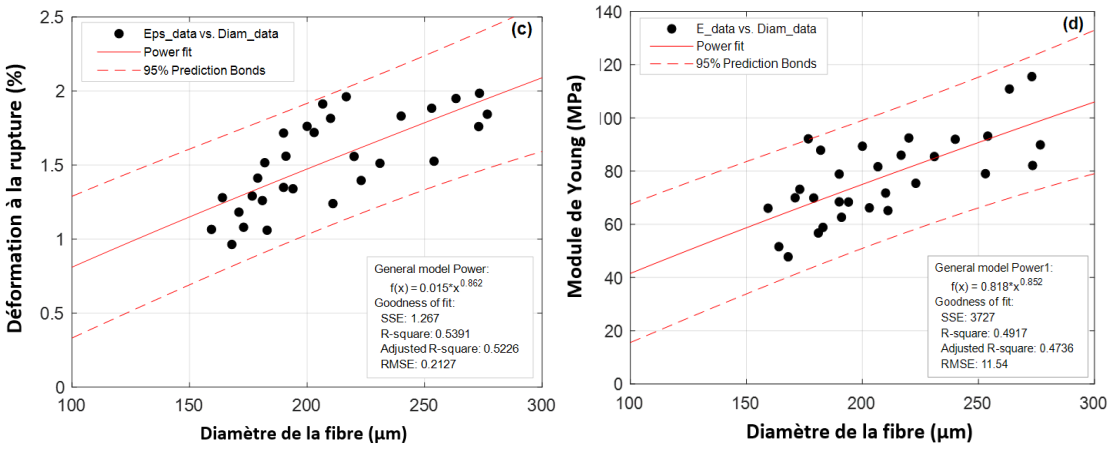


Figure III.8 (a) contrainte/déformation, (b) résistance vs diamètre, (c) déformation à la rupture vs diamètre, (d) module de Young vs diamètre (GL = 100 mm).

De plus, plusieurs facteurs peuvent influencer les essais expérimentaux, notamment les conditions de test et certaines caractéristiques spécifiques telles que la vitesse d'essai, la précision de la machine, le type de mors utilisé**,** ainsi que la méthode de mesure des sections transversales des fibres pour évaluer la résistance [145] . La fibre FSAA présente un comportement extrêmement fragile, avec une rupture rapide sous faible charge en cas de défaillance. Les Figures III.9a à III.9c montrent les courbes de la distribution de Weibull pour le module de Young**,** la résistance à la traction et la déformation à la rupture des fibres FSAA. Les valeurs de chaque fibre pour ces trois paramètres se situent dans des plages cohérentes et s'ajustent parfaitement à la distribution de Weibull. Les facteurs d'échelle et de forme extraits des graphes de Weibull ont été utilisés pour valider les résultats expérimentaux**.** La forme du facteur de Weibull employé dans cette étude confirme la bonne homogénéité de la distribution des données expérimentales [106] les paramètres de forme de Weibull sont : m_E=5,2 pour le module de Young, m_σ =6,5 pour la résistance a la traction , et m_ε=5,8 pour la déformation à la rupture. Les valeurs des facteurs d'échelle prévues pour la présente étude sont respectivement : 69,14 MPa pour la résistance à la traction, 1,64 % pour la déformation à la rupture, et 84,04 GPa pour le module de Young. Ces valeurs correspondent parfaitement aux moyennes observées lors des essais, soit 64,34 ± 11,43 MPa**,** 1,5 ± 0,31 %**,** et 77,61 ± 15,90 GPa**.**

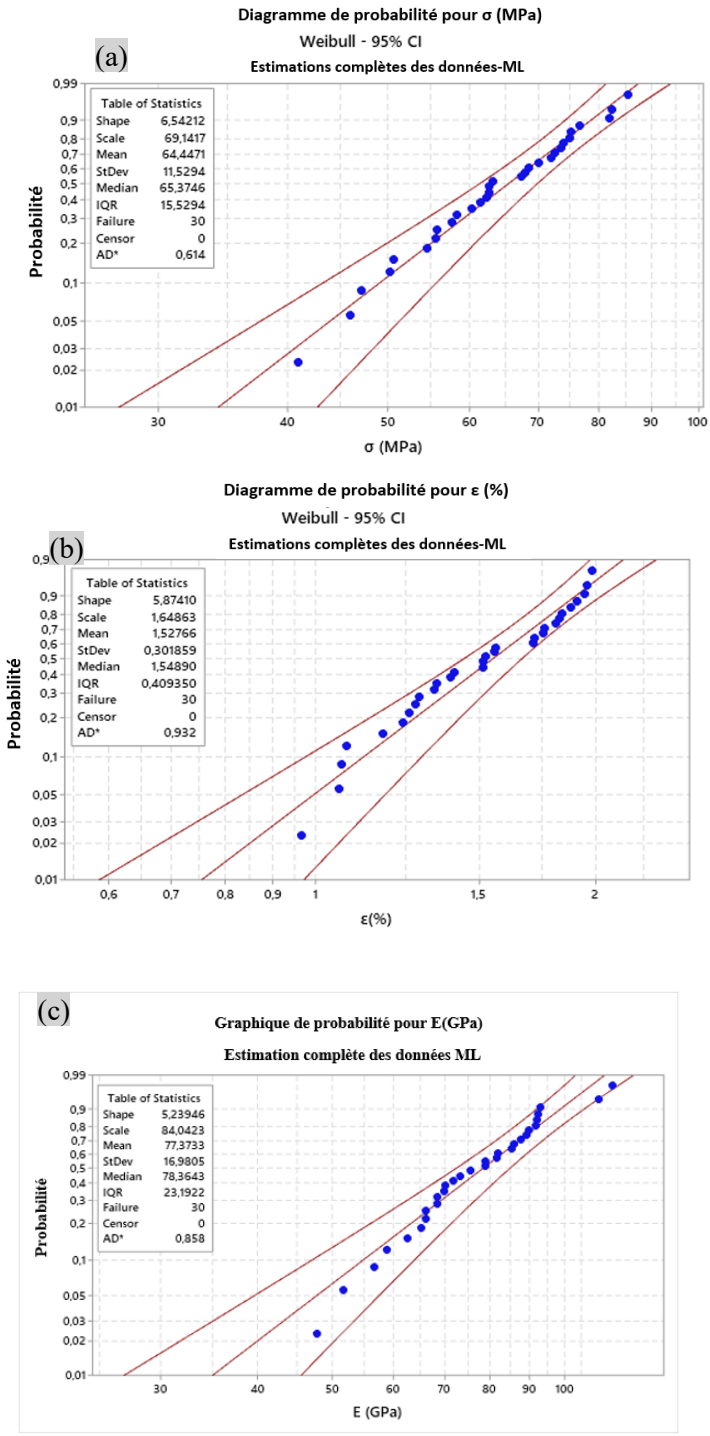
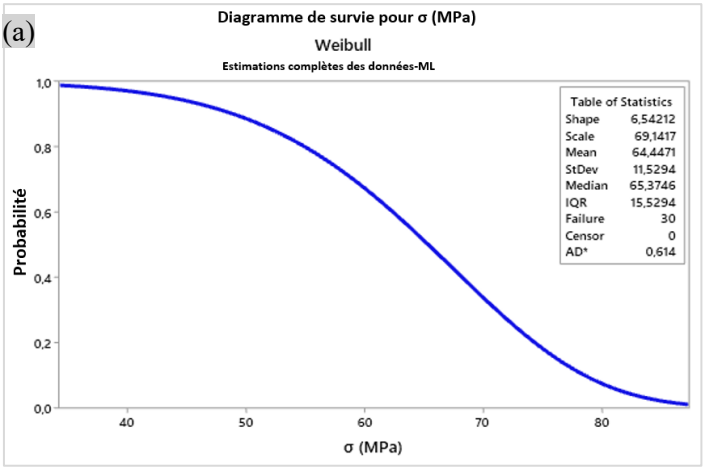


Figure III.9 Distribution de Weibull à deux paramètres pour les propriétés mécaniques des fibres FSAA selon la méthode du maximum de vraisemblance (ML) :(a) résistance à la traction, (b) allongement à la rupture, et (c) module de Young

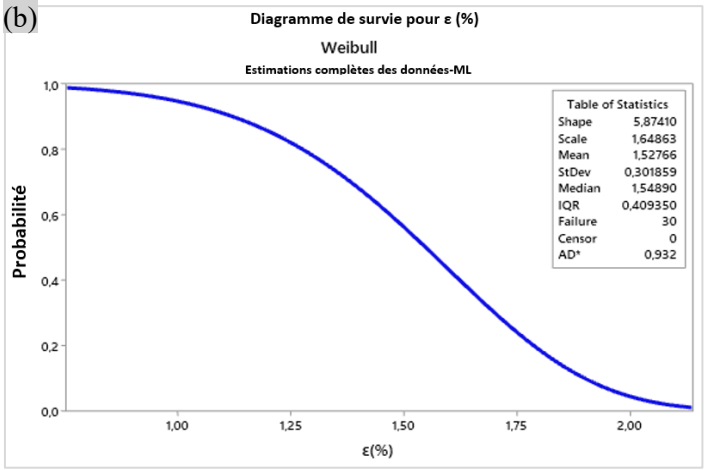
Les graphiques de la Figure III.10a-c représentent la probabilité de survie PPP selon la distribution de Weibull à deux paramètres, en fonction des caractéristiques mécaniques des fibres FSAA. Les résultats de l'étude montrent que l'approche par apprentissage automatique (ML) combinée à la distribution de Weibull à deux paramètres permet

d'obtenir des propriétés mécaniques comparables aux valeurs médianes observées expérimentalement. Le module de Young, la déformation à la rupture et la résistance à la traction sont respectivement présentés dans les Figures III.10a, III.10b et III.10c. Les faibles valeurs des propriétés mécaniques correspondent à une probabilité élevée de survie. Pour une longueur de jauge GL=100GL = 100GL=100, les valeurs de résistance à la traction, déformation et module de Young des fibres FSAA nécessaires pour assurer une survie de 50 % des fibres sont respectivement 54,13 MPa**,** 1,24 % et 63 GPa**,** ce qui correspond à une probabilité P(σ) = P(E) = P(Ɛ) = 0.5.

(a)



(b)



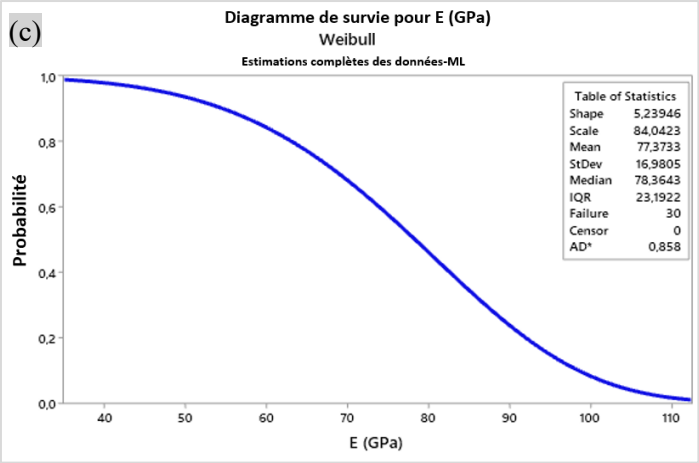


Figure III.10 Graphiques de la probabilité de survie des propriétés mécaniques des fibres FSAA, établis selon la loi de Weibull à deux paramètres en utilisant la méthode du maximum de vraisemblance (ML).

III.3. Conclusions

En conclusion, notre recherche avait pour objectif d'examiner et de comprendre les propriétés des fibres extraites de la hampe florale de *l'Agave*, avec une attention particulière portée à leur viabilité en tant qu'élément de renfort dans les matériaux bio composites. D'après nos résultats, ces fibres présentent des qualités prometteuses qui soulignent leur potentiel pour ce type d'applications. Ainsi, ce travail constitue une avancée vers une ère où les solutions respectueuses de l'environnement deviennent essentielles dans le domaine des matériaux. Dans cette étude, les caractéristiques morphologiques, mécaniques, chimiques, thermiques et physiques des fibres FSAA, dont la densité est de 980 kg/m³, ont été examinées.

- Le diamètre moyen des fibres FSAA est d'environ (208 ± 35 µm).
- Les fibres FSAA conviennent particulièrement aux applications en faible humidité en raison de leur teneur en humidité (8,92 %) et de leur forte capacité de reprise d'humidité (9,80 %). Cependant, leur caractère hydrophile peut influencer l'adhésion interfaciale dans les composites renforcés.
- L'analyse FTIR a confirmé la présence de cire (C–C), de lignine (C=C), d'hémicellulose (O–H) et de cellulose (O=C).
- L'analyse DRX a révélé un indice de cristallinité (CrI) de 29,15 % et une taille

cristalline (CS) de 2,53 nm. L'énergie d'activation cinétique des fibres a été déterminée à 68,15 kJ/mol à l'aide de la méthode de Broido. La température de dégradation, identifiée à 339,57 °C, correspond au seuil à partir duquel les fibres commencent à se désintégrer. La stabilité thermique des fibres est maintenue entre 200 et 250 °C. Au-delà, elles se dégradent, entraînant des modifications de leurs propriétés mécaniques et physiques.

- Les fibres présentent une capacité d'absorption atteignant huit fois leur poids sec après 72 heures, soit 880 % pour l'eau distillée et 868 % pour l'eau de mer. Le modèle de Peleg a été utilisé pour simuler la cinétique d'absorption de l'eau distillée et de l'eau de mer, fournissant de meilleurs paramètres statistiques en adéquation avec les données expérimentales.

- Les essais de traction quasi-statiques réalisés sur trente fibres FSAA ont montré un module de Young élevé (77,61 ± 15,90 GPa), une contrainte de rupture moyenne de σ = 64,34 ± 11,43 MPa, et une déformation à rupture de 1,5 ± 0,31 %.

- Les paramètres de Weibull ont été calculés par la méthode du maximum de vraisemblance (ML) à partir de la résistance (m_σ), du module de Young (m_E) et de la déformation à la rupture (m_ε).

Les résultats expérimentaux obtenus dans ce travail confirment la pertinence de l'utilisation des fibres issues de la hampe florale de l'Agave americana comme renfort dans de nouveaux matériaux composites. Ces fibres peuvent être exploitées dans la production de matériaux biodégradables et biocompatibles destinés notamment aux implants médicaux, pansements et systèmes d'administration de médicaments, mais aussi dans les matériaux renforcés utilisés dans l'automobile (pare-chocs, tableaux de bord, panneaux de portières).

Annexe A présente l'étude de la dégradation thermique des fibres extraites du pédoncule floral *d'Agave americana* (FSAA) à l'aide de l'analyse thermogravimétrique (ATG) combinée à la méthode de Coats–Redfern (CRM). L'objectif était d'explorer le comportement thermique des fibres à différents débits de chauffage et de comprendre les mécanismes réactionnels impliqués, en mettant en lumière les aspects cinétiques et thermodynamiques du processus.

Annexe B décrit l'étude des propriétés mécaniques des fibres extraites du pédoncule floral *d'Agave americana* (FSAA) sous conditions de traction quasi-statique. L'objectif était de caractériser les traits mécaniques fondamentaux des fibres, tels que la résistance à la traction et le module d'élasticité, et d'évaluer l'influence du nombre d'essais sur la dispersion des résultats. Des analyses statistiques rigoureuses, incluant la distribution de Weibull et l'ANOVA, ont été utilisées pour interpréter la variabilité typique des fibres naturelles, tandis que des modèles mathématiques et des réseaux de neurones artificiels (ANN) ont été mis en œuvre pour prédire et analyser le comportement des fibres.

Chapitre IV :
Élaboration et caractérisation du biocomposite BioEP-FSAA

IV.1. Introduction

La compréhension approfondie des relations structure–propriétés des biocomposites repose sur une caractérisation multi-échelle intégrant des analyses chimiques, thermiques, structurales, morphologiques et mécaniques. Dans le cas des composites à base de fibres naturelles, ces caractérisations sont indispensables pour évaluer l'efficacité du renforcement, la qualité des interactions fibre–matrice ainsi que l'impact de la teneur en fibres sur les performances globales du matériau. Dans cette section, les biocomposites élaborés à partir de fibres issues de la hampe florale d'*Agave americana* (FSAA) et d'une résine bio-époxy (BioEP) ont été étudiés de manière systématique pour différentes teneurs en fibres (10 %, 20 % et 30 % en masse). La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) a été utilisée afin d'identifier les groupes fonctionnels présents et d'analyser les interactions chimiques entre la matrice et les fibres. Le comportement thermique et la stabilité des composites ont été évalués par analyse thermogravimétrique (ATG/DTG) et calorimétrie différentielle à balayage (DSC), permettant de mettre en évidence les mécanismes de dégradation et l'évolution de la température de transition vitreuse.

La structure cristalline et le degré d'organisation moléculaire ont été examinés par diffraction des rayons X (DRX), tandis que la morphologie des surfaces de rupture et la qualité de l'interface fibre–matrice ont été analysées par microscopie électronique à balayage (MEB). En parallèle, le comportement hygroscopique des composites a été étudié à travers des essais d'absorption d'eau en milieux distillé et marin, afin d'évaluer leur durabilité en environnement humide. Enfin, les performances mécaniques en traction et en flexion ont été analysées pour établir l'influence de la teneur en fibres sur la rigidité, la résistance et la ductilité des composites.

IV.2. Résultats et Discussions

IV.2.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La figure IV.1a présente le spectre FTIR complet des échantillons. Dans le cas du BioEP pur, des bandes d'absorption marquantes apparaissent dans la plage 2800–3000 cm^{-1}, correspondant aux vibrations d'étirement C–H des chaînes aliphatique [166]. Elles sont attribuées aux vibrations C–H des groupes méthyle et méthylène, accompagnées d'une bande intense entre 3000 et 3800 cm^{-1} correspondant aux groupes hydroxyle (–OH) [167] (Figure IV.1b). Ces caractéristiques suggèrent une matrice

initialement hydrophile avec un environnement chimique stable, contenant des groupes fonctionnels capables d'interagir avec l'eau ou d'autres molécules polaires.

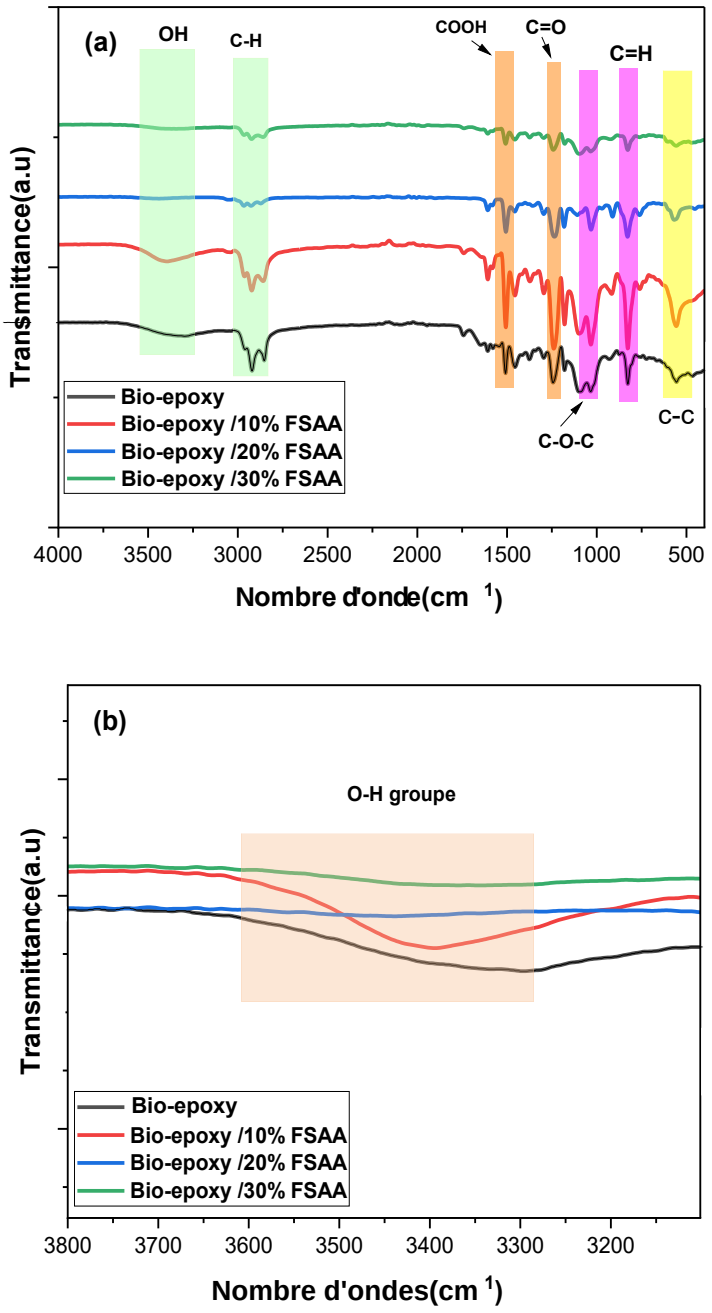


Figure IV.1 Analyse comparative par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) des biocomposites : (a) vue d'ensemble du spectre complet, (b) région agrandie entre 4000 et 3100 cm^{-1}.

L'ajout de 10 % de fibres FSAA entraîne une légère diminution de l'intensité des pics –OH, indiquant une réduction précoce de la polarité et de possibles modifications chimiques [168]. Cette diminution pourrait résulter d'interactions physiques, comme

l'augmentation des liaisons hydrogène entre la surface modifiée des fibres et la matrice, ou de réactions chimiques initiales impliquant les groupes hydroxyle. Par ailleurs, les pics carbonyle (C=O) entre 1650 et 1760 cm^{-1} restent globalement inchangés, suggérant que la matrice conserve ses fonctionnalités carbonyle à ce stade (Figure IV.2).

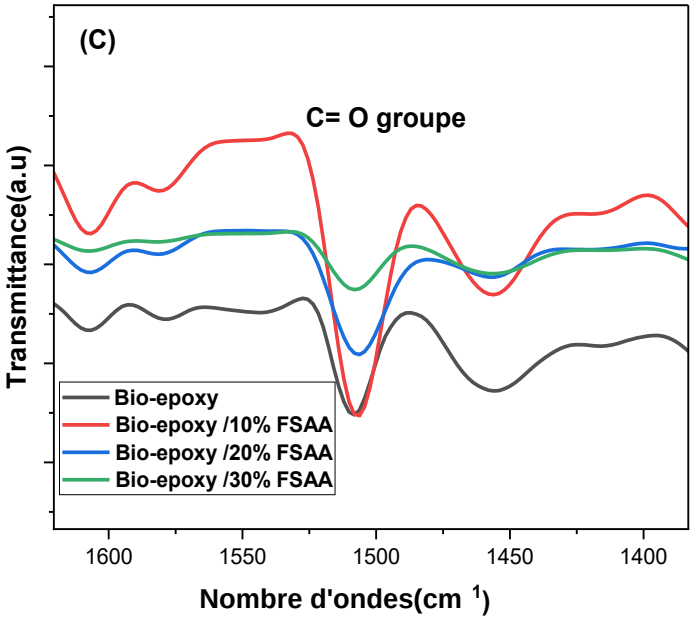


Figure IV.2 Région agrandie entre 1400 et 1600 cm^{-1}

À 20 % de FSAA, une réduction plus marquée des bandes –OH et C=O est observée, indiquant des interactions chimiques plus fortes entre la matrice BioEP et les fibres fonctionnalisées [151]. Cela implique probablement la formation de liaisons covalentes, telles que des liaisons ester ou amide, résultant de réactions entre les groupes carboxyle ou hydroxyle des fibres FSAA et les sites réactifs de la résine. La diminution de la bande liée à la lignine (LG) à 1450 cm^{-1} indique également une suppression ou une modification partielle des composants lignocellulosiques, contribuant à améliorer l'uniformité et la compatibilité du composite [169]. Cette tendance s'intensifie à 30 % de FSAA, avec des diminutions supplémentaires des intensités des bandes –OH et C=O, indiquant une perte progressive des groupes hydrophiles et une restructuration chimique plus étendue de la matrice. Ces modifications devraient améliorer la résistance à l'eau et la stabilité dimensionnelle [170]. Parallèlement, la réduction continue du pic LG suggère une meilleure dispersion des fibres et moins de défauts dus aux composés non réactifs. À des teneurs en FSAA plus élevées, les spectres montrent des changements significatifs, incluant une forte réduction des groupes hydroxyle et carbonyle et une divergence accrue

entre les courbes spectrales. Ces transformations indiquent des modifications chimiques importantes, comme le montre le comportement de la bande à 1080 cm^{-1}, associée aux vibrations C–O–C (éther) ou C–O (alcool, ester). La modification ou l'augmentation de l'intensité de ce pic suggère la formation de nouvelles liaisons chimiques entre la matrice et les fibres, contribuant à une meilleure cohésion interfaciale. De plus, la diminution simultanée des groupes carboxyle (–COOH), indiquée par la réduction des bandes O–H et C=O, pointe vers la formation possible de liaisons ester ou de réactions de décarboxylation thermique, renforçant la stabilité chimique. Ces observations sont cohérentes avec des études précédentes sur les composites fibres naturelles–époxy. Par exemple, Yu et al. [171] ont observé une augmentation des liaisons C–O–C et ester dans des composites à fibres de lin, améliorant l'adhésion et la stabilité thermique. De même, Yao et al. [172] ont rapporté que des traitements enzymatiques et chimiques des fibres de sisal et de ramie amélioraient la liaison interfaciale grâce à la réduction des groupes hydrophiles et à la formation de nouvelles liaisons covalentes. Les spectres FTIR des résines BioEP diffèrent notablement de ceux des époxys et polyesters traditionnels à base de pétrole en raison de leurs profils de groupes fonctionnels uniques. Le BioEP présente généralement des bandes larges –OH plus prononcées dans la région 3200–3600 cm^{-1}, indiquant sa nature hydrophile et la présence de groupes polaires (hydroxyles et éthers), favorisant les liaisons hydrogène et l'adhésion des fibres. En revanche, les résines époxy classiques montrent principalement des absorptions des cycles époxy près de 915 cm^{-1} et des étirements C=C aromatiques autour de 1600 cm^{-1}, avec des caractéristiques –OH moins prononcées, suggérant un réseau plus hydrophobe et fortement réticulé. Les polyesters, quant à eux, présentent un fort étirement du carbonyle ester (C=O) vers 1720 cm^{-1}, sans bandes étendues –OH ou liées à l'époxy, reflétant leur mécanisme de durcissement par polyestérification et leur inertie chimique. Cette signature FTIR distincte du BioEP souligne sa compatibilité chimique supérieure avec les fibres naturelles, soutenant les interactions accrues et l'amélioration des propriétés structurelles observées dans l'étude [173].

IV.2.2. Analyse thermogravimétrique (ATG) et dérivée thermogravimétrique (DTG)

Comme le montrent les Figures IV.3a et IV.3b, les courbes ATG et DTG mettent clairement en évidence l'amélioration de la stabilité thermique obtenue par l'ajout de FSAA dans une matrice BioEP à différentes concentrations (10 %, 20 % et 30 %).

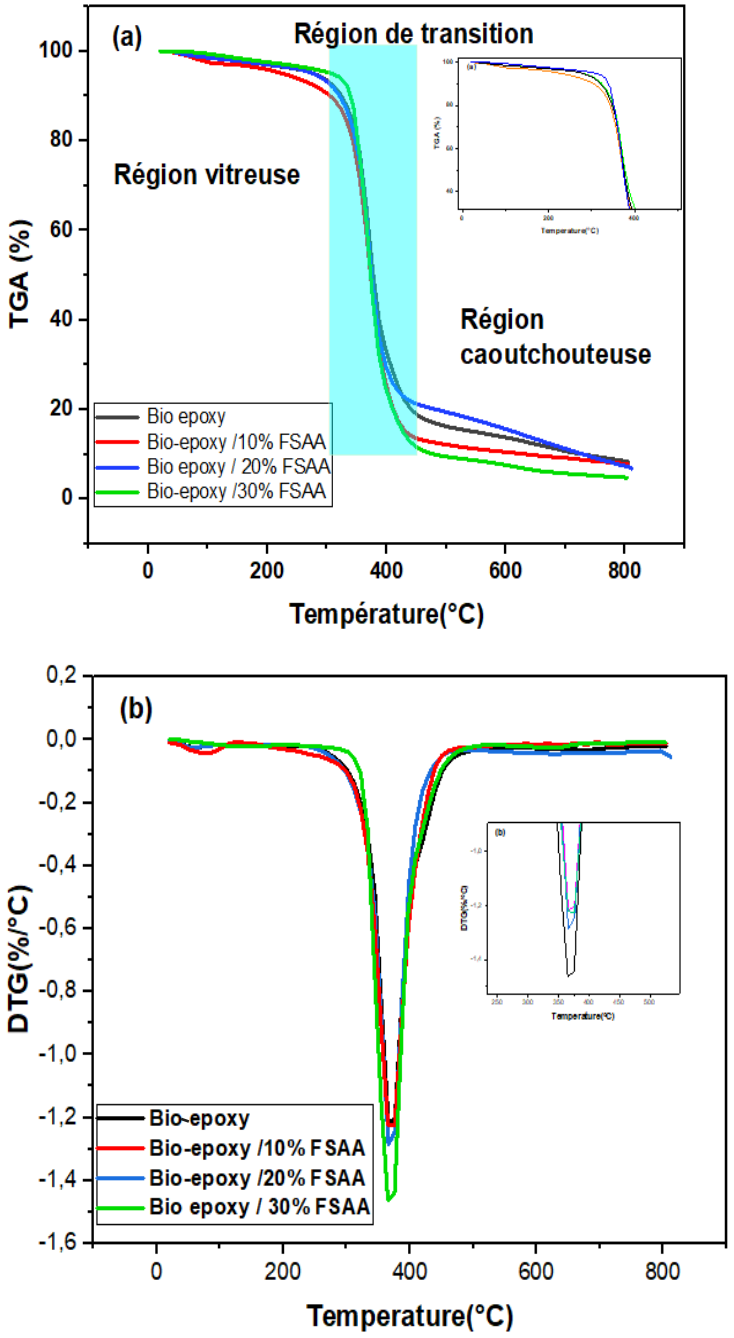


Figure IV.3 Courbes d'analyse thermogravimétrique (ATG) et dérivée thermogravimétrique (DTG) des composites à base de tige florale d' Agave americana (FSAA)/bio-époxy (BioEP) avec différentes teneurs en fibres.

La résine BioEP pure (0 % FSAA) présente une perte de masse rapide à partir d'environ 310 °C, avec un pic DTG marqué proche de 360 °C, ce qui indique un processus de dégradation rapide et concentré [174]. Avec l'ajout de FSAA, les températures de début et de pic de dégradation augmentent progressivement. La dégradation commence à des températures plus élevées à mesure que la teneur en fibres augmente : 318 °C pour 10

%, 321 °C pour 20 % et 328 °C pour 30 %. Des taux de fibres plus élevés entraînent une meilleure résistance thermique, avec une dégradation initiée autour de 330 °C et des pics DTG atteignant environ 372 °C. Cette tendance confirme que les fibres FSAA agissent comme barrières thermiques, réduisant le transfert de chaleur et ralentissant l'émission des produits volatils de dégradation [175]. Les résultats ATG montrent que l'ajout de fibres FSAA modifie significativement le profil de dégradation thermique des composites BioEP. Comme le montre le Tableau IV.1, la décomposition thermique se déroule en trois étapes principales : évaporation de l'humidité, pyrolyse active des composants organiques et formation de charbon. De plus, la teneur en résidus charbonneux augmente régulièrement avec la teneur en fibres, passant d'environ 8 % dans la matrice pure à environ 12 %, 14 % et 16 % pour 10 %, 20 % et 30 % de FSAA, respectivement. Cela indique un comportement de carbonisation amélioré, qui augmente à la fois la résistance au feu et la stabilité structurelle à haute température. La résine BioEP, qu'elle soit sous forme pure ou renforcée de FSAA (sciure fibreuse issue de cendres agricoles), présente de meilleures propriétés structurales et thermiques que les résines polyester et époxy traditionnelles.

Tableau IV.1 Étapes de dégradation thermique des composites à base de tige florale *d'Agave americana* (FSAA)/bio-époxy (BioEP).

Matériau	Étape I : Évaporation de l'humidité (°C)	Étape II : Pyrolyse active – Décomposition de la matrice et des fibres (°C)	Étape III : Formation et stabilisation du charbon (°C)
BioEP	20–270	270–390	390–800
BioEP/**10%** FSAA	20–260	260–385	385–800
BioEP/**20%** FSAA	20–250	250–380	380–800
BioEP/**30%** FSAA	20–240	240–375	375–800

Les résultats ATG montrent que les composites BioEP renforcés par FSAA commencent à se dégrader thermiquement vers 285–295 °C, ce qui est similaire à l'époxy commercial (Tonset ~290–300 °C), mais nettement supérieur à celui du polyester (Tonset ~250–270 °C). De plus, le résidu charbonneux augmente de 14 % (BioEP) à environ 21 % (30 % FSAA), contre environ 10–15 % pour l'époxy et seulement 5–10 % pour le polyester. Cette teneur plus élevée en résidus reflète les meilleures propriétés ignifuges et la stabilité thermique accrue des composites FSAA-BioEP. Les profils DTG confirment ces observations : une teneur plus élevée en FSAA entraîne des pics de dégradation plus larges et moins intenses, notamment à forte charge en fibres, où les pics se déplacent vers

des températures plus élevées et deviennent nettement plus aplatis. Cela suggère une décomposition plus progressive et étalée, probablement due à de meilleures interactions fibre–matrice, un renforcement microstructural et une mobilité limitée des chaînes polymériques. Cependant, bien que la stabilité thermique s'améliore avec une teneur croissante en fibres, le profil DTG plus large peut indiquer une hétérogénéité accrue de la matrice ou une agglomération des fibres, conduisant potentiellement à des zones de dégradation non uniformes. Cela suggère un seuil critique au-delà duquel l'ajout de fibres pourrait affaiblir l'intégrité structurelle. Néanmoins, la tendance générale montre que les fibres FSAA retardent la décomposition, augmentent le résidu charbonneux et modifient les mécanismes de dégradation, rendant les composites à forte teneur en FSAA particulièrement adaptés aux applications à haute température, telles que l'isolation automobile, les matériaux ignifuges durables et les pièces structurelles exposées à la chaleur [158]. La plage autour de 30 % de FSAA semble particulièrement efficace pour optimiser la performance thermique sans affecter significativement l'uniformité du matériau. Ces résultats sont cohérents avec des recherches antérieures sur les biocomposites. Par exemple, Zhang et al. [176] ont rapporté une augmentation similaire de la résistance thermique lorsqu'ils ont ajouté 40 % de fibres de bambou dans une matrice époxy, faisant passer la température initiale de dégradation de 310 °C (résine pure) à environ 355 °C, ce qui reflète le comportement du composite FSAA. De même, Jawaid et al. [177] ont observé un déplacement du pic DTG de 325 °C à environ 360 °C avec un renfort en fibres de jute de 35 %, accompagné d'une augmentation du résidu charbonneux de 7 % à près de 17 %. En revanche, les composites époxy renforcés de fibres de carbone, étudiés par Xiao et al. [178], ont montré une meilleure stabilité thermique avec une dégradation commençant au-dessus de 370 °C et des rendements en charbon supérieurs à 25 %. Cependant, contrairement aux fibres FSAA, les fibres de carbone sont synthétiques, énergivores et moins respectueuses de l'environnement. Ainsi, les composites à base de FSAA offrent un bon compromis entre protection thermique et durabilité environnementale.

IV.2.3. Diffraction des rayons X (DRX)

Comme le montre la Figure IV.4, l'analyse DRX des composites BioEP/FSAA révèle des pics de diffraction nets à 12,47°, 19,97° et 43,33° (2θ), correspondant aux plans cristallographiques (001), (002) et (004), confirmant une structure semi-cristalline. L'indice de cristallinité (CrI) passe d'environ 59,8 % pour le BioEP pur à 65,75 % avec

une charge en FSAA de 30 %, indiquant une meilleure organisation moléculaire et une croissance des cristallites à mesure que la teneur en fibres augmente [179]. Cette augmentation peut être attribuée à l'effet nucléant des fibres FSAA, qui favorisent l'alignement des chaînes polymères et la formation de régions cristallines ordonnées, réduisant les zones amorphes dans la matrice. Cette hausse de cristallinité entraîne généralement une meilleure rigidité mécanique, résistance à la traction et stabilité thermique, les zones cristallines offrant une plus grande résistance à la déformation et à la dégradation thermique comparé aux phases amorphes [180]. Cette tendance est cohérente avec les résultats de da Silva et al. [181], qui ont observé une augmentation du CrI d'environ 55 % à 70 % dans des composites époxy renforcés de fibres de chanvre. Ogunleye et al. [182] ont également constaté un-CrI d'environ 68 % dans des composites époxy à fibres de kenaf, reliant l'amélioration de la cristallinité à de meilleures performances thermomécaniques. De plus, Mahmud et al. [183] soulignent que les fibres naturelles agissent couramment comme agents nucléants, avec des CI typiques compris entre 60 % et 75 % dans les composites NF/époxy, ce qui est cohérent avec les valeurs obtenues ici. Cependant, ils notent aussi qu'un excès de fibres ou une mauvaise dispersion peut provoquer une agglomération et une hétérogénéité microstructurale, limitant les gains supplémentaires de CrI, voire provoquant une diminution. Ainsi, l'augmentation progressive du CrI avec l'ajout de fibres FSAA reflète une amélioration structurelle significative au niveau moléculaire. Ces changements renforcent les propriétés thermomécaniques des composites BioEP/FSAA, mettant en évidence leur potentiel pour des applications structurelles durables et à haute température. En comparaison, les résines époxy traditionnelles à base de pétrole présentent des caractéristiques amorphes similaires, avec un large pic autour de 19–22°, et de faibles domaines cristallins lorsque durcies avec certains durcisseurs [173].

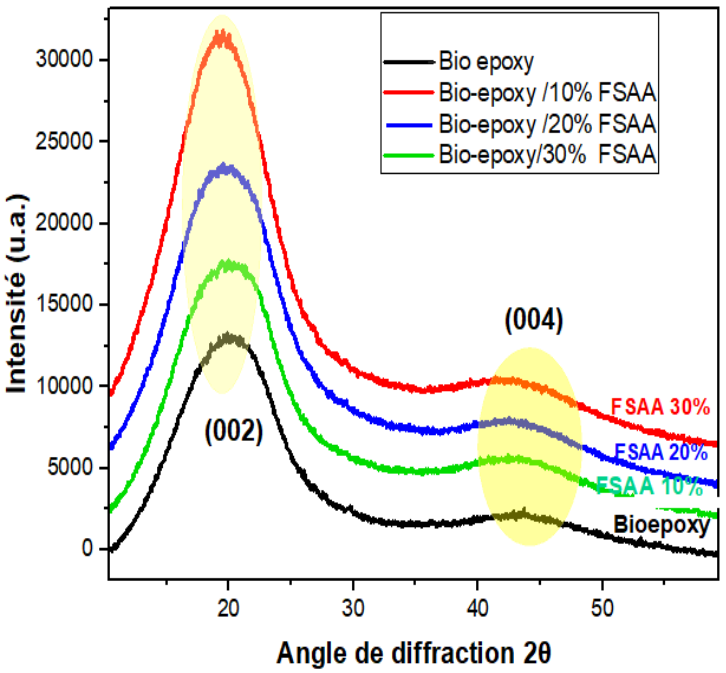


Figure IV.4 Spectres de diffraction des rayons X (DRX) des composites tige florale *d'Agave americana* (FSAA)/bio-époxy (BioEP) avec différentes teneurs en fibres.

Tableau IV.2 Effet de la teneur en fibres de la hampe florale *d'Agave americana* (FSAA) sur l'indice de cristallinité (CrI) et la taille des cristallites (CS) des biocomposites à base de bio-époxy (BioEP), selon l'analyse par diffraction des rayons X.

Spécimen	001	002	004	CrI (%)	CS (nm)
BioEP	14,43	20,13	43,29	59,76	0,65
FSAA–BioEP 10%	14,53	19,63	43,40	62,52	0,49
FSAA–BioEP 20%	14,29	19,82	43,33	64,16	0,85
FSAA–BioEP 30%	14,55	20,03	43,39	65,75	0,98

IV.2.4. Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)

L'analyse DSC a montré une amélioration nette du comportement thermique des composites BioEP renforcés par les fibres FSAA (Figure IV.5). La résine BioEP pure présentait une Tg d'environ 61,2 °C. Avec l'augmentation de la teneur en fibres, la Tg a progressivement augmenté pour atteindre 64,8 °C avec 10 % de FSAA, 68,1 °C avec 20 %, et 73,5 °C pour le composite contenant 30 % de fibres. Cette amélioration est attribuée à la mobilité restreinte des chaînes polymériques causée par de fortes interactions interfaciales entre la matrice et les fibres [184]. De même, la variation de la capacité calorifique spécifique (ΔCp) a diminué de 0,28 J/g·K pour la résine pure à 0,24, 0,21 et 0,18 J/g·K respectivement pour les composites à 10 %, 20 % et 30 %, confirmant que le matériau devient plus rigide avec l'augmentation de la charge en fibres. Aucun pic de

fusion significatif n'a été observé, confirmant la nature amorphe du système, bien que de légers signaux exothermiques entre 220–240 °C dans les composites à forte teneur en fibres puissent suggérer des réorganisations structurales locales. Le BioEP a présenté une Tg d'environ 70,2 °C, telle que déterminée par DSC. L'analyse a révélé une Tg comprise entre 67 et 72 °C, indiquant une stabilité thermique modérée. Comparé aux résines époxy pétrolières traditionnelles, qui présentent généralement des valeurs de Tg avoisinant 120 °C, le BioEP montre une résistance thermique plus faible. Toutefois, il surpasse les résines polyester insaturées, dont la Tg se situe typiquement entre 50 et 65 °C. Cela suggère que le BioEP offre de meilleures propriétés thermiques que le polyester, mais demeure moins stable thermiquement que les résines époxy conventionnelles. Des études récentes sur les systèmes époxy biosourcés confirment ces résultats, montrant que les premières formulations de BioEP affichaient souvent une Tg proche de 50 °C, tandis que les nouvelles formulations issues de sources renouvelables atteignent des valeurs de Tg similaires ou supérieures à celles des époxys pétroliers. Ainsi, la résine BioEP étudiée ici constitue un matériau intermédiaire prometteur, offrant une meilleure stabilité thermique que le polyester ; toutefois, elle nécessite encore des améliorations pour concurrencer pleinement les résines époxy conventionnelles [185].

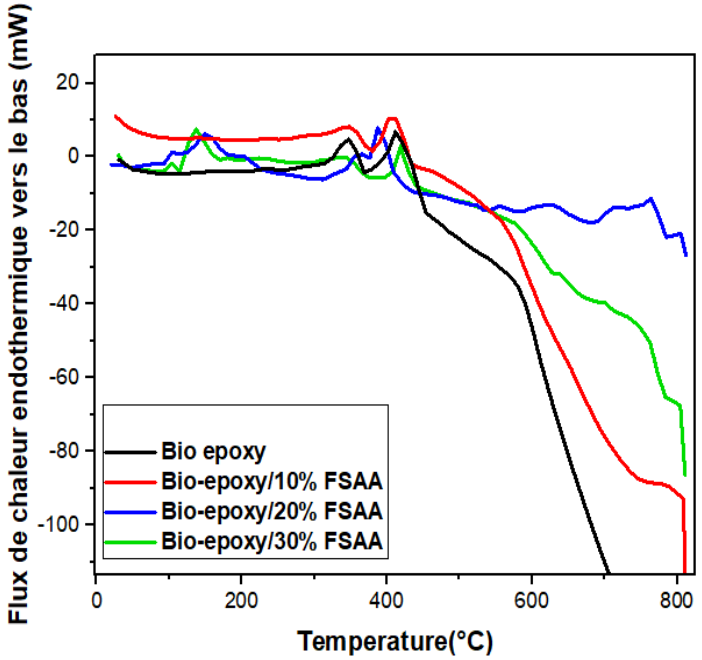


Figure IV.5 Thermogrammes de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) des composites tige florale *d'Agave americana* (FSAA)/bio-époxy (BioEP).

IV.2.5. Images de microscopie électronique à balayage (MEB) de la hampe florale d'*Agave americana* (FSAA)/Bio-époxy (BioEP) avec différentes teneurs en fibres

Les Figures IV .6a et IV.6b montrent comment la morphologie du composite évolue avec l'augmentation de la teneur en fibres. La surface présente une topographie relativement rugueuse et tourmentée, caractérisée par la présence de micro-cavités et de petites inclusions globulaires dispersées au sein du réseau polymérique.

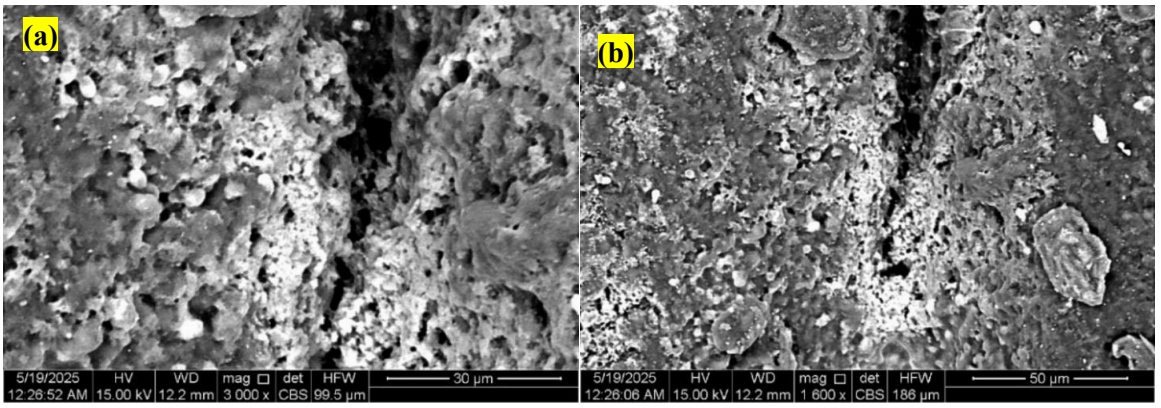


Figure IV.6 Micrographie en microscopie électronique à balayage (MEB) de la bio-époxy (BioEP).

Avec l'ajout de 10 % de fibres FSAA, la matrice recouvre encore correctement les fibres, bien que quelques impuretés fibreuses soient visibles. L'interface fibre–matrice montre une adhésion modérée, ce qui suggère un mouillage partiellement efficace. À 20 % de fibres, des signes de rupture de fibres et de décohésion interfaciale apparaissent, traduisant un transfert de contraintes limité et un mouillage moins efficace [186].

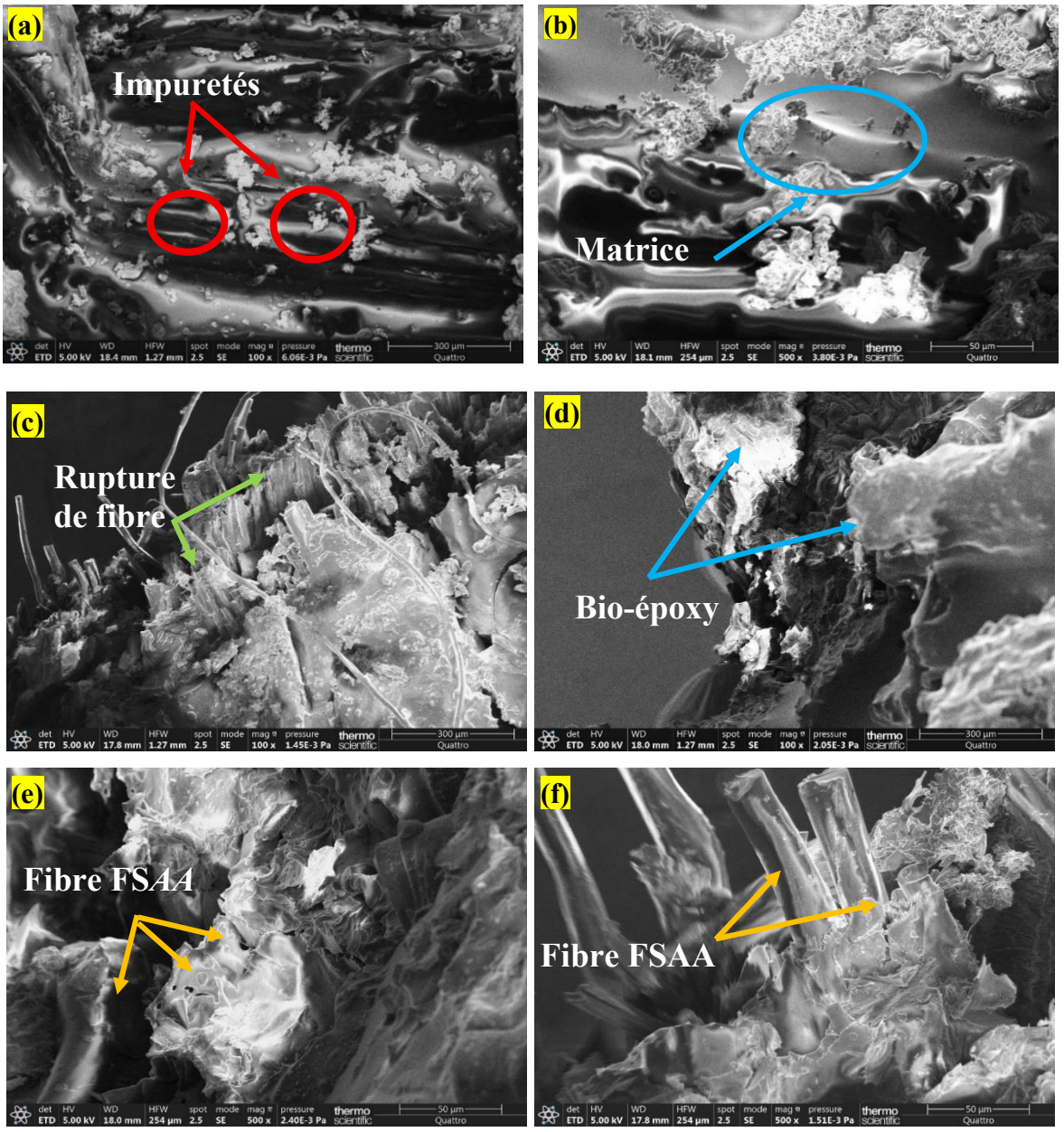


Figure IV.7 Micrographies en microscopie électronique à balayage (MEB) des surfaces de rupture des biocomposites à base de tige florale *d'Agave americana* (FSAA)/bio-époxy (BioEP) avec différents taux de fibres : (a-b) 10 % en poids, (c-d) 20 % en poids, (e-f) 30%

La matrice peine alors à recouvrir complètement les fibres, entraînant la formation de vides et de zones de séparation à l'interface. À 30 %, bien que la structure paraisse plus dense et que les fibres soient davantage entremêlées, la résine pénètre mal, ce qui conduit à une dispersion insuffisante des fibres et à la formation possible de zones localisées de concentration de contraintes (Figures IV.7a–f). Ces défauts affaiblissent la cohésion et la résistance mécanique globale du composite [187]. Ces observations sont en accord avec plusieurs études récentes sur les systèmes fibres naturelles–époxy. Par exemple, Suherman et al. [188] ont rapporté une morphologie optimale dans les composites

kenaf/époxy pour une teneur de seulement 5 % en fibres, au-delà de laquelle la formation de vides augmentait en raison d'une pénétration insuffisante de la résine bio-epoxy dans les conditions classiques de moulage. De même, Ismail et al. [189] ont montré que même à 40 % de fibres dans les hybrides kenaf–bambou/époxy, des vides et des zones riches en résine apparaissaient lorsque le mouillage n'était pas homogène. Par ailleurs, Huang et al. [190] ont démontré que les composites lin/BioEP, fabriqués par la technique du sac sous vide, présentaient un mouillage nettement amélioré des fibres et une porosité minimale jusqu'à 25 % vol., mettant en évidence l'impact de la méthode de fabrication. Dans une autre étude, Torres-Arellano et al. [191] ont constaté que les fibres de jute et d'henequen pouvaient être utilisées efficacement jusqu'à environ 30 % en masse lorsque des techniques d'infusion de résine étaient appliquées, limitant ainsi la formation de vides et améliorant l'adhésion matrice–fibre. Ces comparaisons confirment que la dégradation morphologique observée à forte teneur en FSAA dans cette étude est cohérente avec les tendances générales des recherches sur les biocomposites : une charge excessive en fibres, sans amélioration des stratégies de mouillage ou des méthodes de mise en forme, conduit à une discontinuité de la matrice, à une séparation interfaciale et à un affaiblissement structurel. En conclusion, bien que la résine BioEP seule fournisse une base morphologique stable et prometteuse, son efficacité dans le renforcement des composites dépend fortement de la teneur en fibres et de la qualité du mouillage [192]. Une charge trop élevée en fibres, comme confirmé par d'autres études, réduit l'homogénéité et l'intégrité structurelle, soulignant l'importance d'une interaction optimisée fibre–matrice et de techniques de mise en œuvre avancées pour exploiter pleinement le potentiel du composite.

IV.2.6. Absorption d'eau (WA)

Le comportement d'absorption d'eau (WA) des composites FSAA–BioEP immergés à la fois dans l'eau distillée (ED) et l'eau de mer (EM) montre une nette dépendance vis-à-vis de la teneur en fibres et du type d'eau, comme illustré dans les Figures IV.8a et IV.8b.

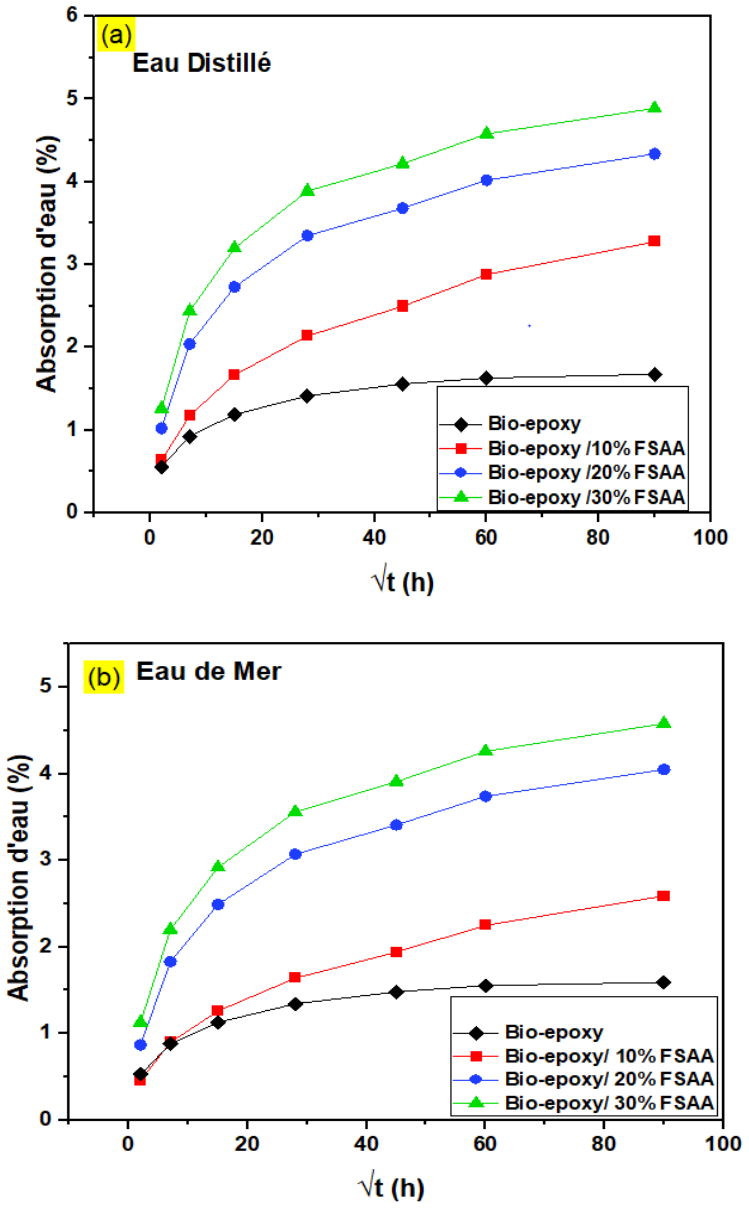


Figure IV.8 Comportement d'absorption d'eau des composites bioépoxy–FSAA immergés dans l'eau distillée et l'eau de mer pour différentes teneurs en fibres (10 %, 20 % et 30 %), comparé à la bioépoxy pure.

Dans l'eau distillée, la WA maximale est passée d'environ 1,6 % pour la BioEP pure à près de 5,2 % pour les composites à forte teneur en FSAA. De même, dans l'eau de mer, l'absorption a varié de 1,3 % (BioEP pure) à environ 4,6 % avec l'augmentation de la charge en fibres. Cette augmentation marquée de la WA avec une teneur croissante en fibres (10 % à 30 %) est principalement attribuée à la nature hydrophile des fibres FSAA, riches en groupes hydroxyles (–OH) capables d'attirer et de retenir l'humidité, facilitant ainsi la pénétration des molécules d'eau dans la matrice composite [193]. La matrice BioEP pure présente les plus faibles valeurs de WA, confirmant sa nature intrinsèquement

hydrophobe et sa résistance relative à l'absorption d'humidité. Il est intéressant de noter que la WA a toujours été plus faible dans l'eau de mer que dans l'eau distillée pour toutes les formulations composites. Ce comportement peut s'expliquer par la présence de sels dissous dans l'eau de mer, qui réduisent l'activité de l'eau en créant des gradients osmotiques et des interactions ioniques limitant le mouvement des molécules d'eau. Ces phénomènes ralentissent ainsi le processus de diffusion, entraînant des niveaux d'absorption à l'équilibre plus faibles [194]. La cinétique d'absorption, dans les deux milieux, suit un modèle de diffusion de type Fickien, caractérisé par une absorption rapide initiale des molécules d'eau suivie d'une progression lente vers la saturation, comme le montrent les plateaux atteints par les courbes au cours du temps [195]. Ceci confirme que le mécanisme principal d'absorption d'humidité est contrôlé par la diffusion, induite par les différences de concentration au sein du composite. Les coefficients de diffusion (D_c) calculés fournissent des informations complémentaires sur la mobilité des molécules d'eau dans la BioEP et ses composites renforcés de fibres. Comme indiqué dans le Tableau IV.3, D_c est passé d'environ $5{,}0 \times 10^{-10}$ m²/s pour la BioEP pure à environ $6{,}0 \times 10^{-10}$ m²/s à 30 % de fibres FSAA, montrant une augmentation progressive de la diffusivité de l'eau avec l'accroissement de la teneur en fibres. Cette augmentation significative met en évidence que l'incorporation de fibres naturelles hydrophiles génère des micro-porosités, des vides et des canaux interfaciaux dans la matrice, offrant des chemins supplémentaires qui favorisent une pénétration et une diffusion plus rapides de l'eau. Ces résultats sont cohérents avec les observations d'études récentes. Par exemple, Flores et al. [196] ont rapporté un comportement similaire dans des composites jute/polyester, avec une WA supérieure à 4 % et un D_c de l'ordre de 10^{-9} m²/s. De même, Oun et al. [197] ont montré que dans des composites hybrides lin–graphène, l'ajout de graphène réduisait la diffusion d'eau, mais que les valeurs de base (sans charges) restaient proches de nos résultats (~$1{,}0 \times 10^{-9}$ m²/s). Par ailleurs, Aranha et al. [198] ont confirmé que la WA et la diffusion dans des hybrides jute–verre variaient entre $3{,}2 \times 10^{-9}$ et $3{,}5 \times 10^{-9}$ m²/s, ce qui rejoint les valeurs élevées observées dans nos composites à forte teneur en FSAA. En conclusion, si les fibres améliorent indéniablement la résistance mécanique et la rigidité des composites, elles accroissent en parallèle la diffusivité de l'eau et la prise d'humidité, ce qui peut affecter négativement la durabilité à long terme, la stabilité dimensionnelle et l'intégrité mécanique du matériau. Le Tableau IV.4 synthétise certaines études antérieures.

Tableau IV.3 Absorption d'eau et paramètres de diffusion des composites FSAA/BioEP en eau de mer (EM) et en eau distillée (ED)

Teneur en fibres (wt. %)	Absorption Max (%) EM	m (EM)	k	R^2 (EM)	D_c $\times10^{-10}$ (m^2/s) EM	Absorption Max (%) ED	m (ED)	k (ED)	R^2	D_c $\times10^{-10}$ (m^2/s) ED
0 (BioEP)	1.674	0.429	0.152	0.995	4.91	1.590	0.244	0.0178	0.931	3.43
10	3.276	0.409	0.205	0.918	6.90	2.590	0.223	0.229	0.974	4.00
20	4.340	0.354	0.229	0.961	5.30	4.050	0.203	0.205	0.971	5.63
30	4.890	0.304	0.277	0.957	6.15	4.580	0.172	0.152	0.968	6.00

Tableau IV.4 Absorption d'eau (WA) et comportement de diffusion des composites à base de fibres naturelles rapportés dans la littérature. (FSAA : tige florale *d'Agave americana*, EM : eau de mer, ED : eau distillée, Dc : coefficient de diffusion).

Type de fibre	Absorption maximale d'eau (WA) (%)	D_c (m^2/s)	Type d'eau	Référence
FSAA	1,6 – 5,6	$5,0\times10^{-10}$ - $3,6\times10^{-9}$	Eau de mer & Eau distillée	**Ce Travail**
Jute	~4,0	$1,0\times10^{-9}$ – $2,0\times10^{-9}$	Eau distillée	[196]
Jute + Verre	~4,5	$\sim3,2\times10^{-9}$	Eau distillée	[198]
Lin (avec graphène)	4,2 – 5,1	$0,7\times10^{-9}$ – $1,2\times10^{-9}$	Eau distillée	[197]
Chanvre, Lin	~6,0	$\sim10^{-9}$	Eau distillée	[199]
Jute + Verre	4,0 – 5,0	$2,5\times10^{-9}$ – $3,5\times10^{-9}$	Eau distillée	[200]

IV.2.7. Essai de traction

Le comportement en traction des composites BioEP renforcés par des fibres *d'Agave americana* montre une relation claire entre structure et propriétés, comme l'illustrent la Figures IV.9, en fonction de la teneur en fibres. La résine BioEP pure présente une résistance à la traction de 40,31 MPa et un allongement à la rupture de 2,9 %, démontrant la nature fragile des résines thermodurcissables [192]. Cette faible ductilité résulte de l'absence de renforts capables de ralentir la propagation des fissures ou d'améliorer la dissipation d'énergie lors de la déformation. Le module de Young est de 1,39 GPa, indiquant une rigidité modérée dans la matrice non renforcée. Après l'ajout de 10 % de fibres FSAA, le composite s'améliore nettement, avec une résistance à la traction de 45

MPa et un allongement de 1,5 %, tandis que le module de Young augmente à 3,00 GPa. Cette augmentation traduit une rigidité améliorée et un transfert de contrainte plus efficace à l'interface fibre–matrice, bien que la faible teneur en fibres limite encore le potentiel complet de renforcement [201]. À 20 % de fibres, la résistance à la traction s'élève à 51 MPa avec un allongement de 1,70 %, et le module de Young reste élevé à 3,00 GPa, reflétant une meilleure dispersion des fibres et une plus grande capacité de charge. Le composite contenant 30 % de fibres présente des performances en traction optimales, atteignant une résistance maximale de 55,59 MPa, un allongement de 2,5 % et un module de Young de 2,22 GPa. Cet équilibre entre résistance et ductilité, accompagné d'une rigidité légèrement réduite, suggère que les fibres supportent efficacement les charges en traction tout en permettant à la matrice d'absorber de l'énergie avant rupture [202]. Un tel profil est bénéfique pour des applications semi-structurales nécessitant à la fois rigidité et ténacité.

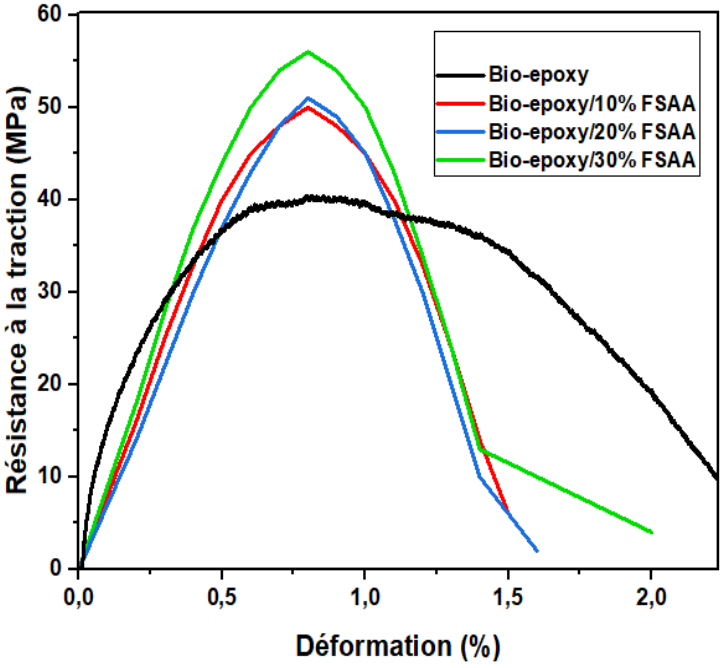


Figure IV.9 Analyse de la résistance à la traction des composites FSAA (tige florale *d'Agave americana*) /bio-époxy (BioEP).

À des teneurs en fibres plus élevées, une diminution de la résistance à la traction est observée, ainsi qu'une réduction de l'allongement à la rupture. Parallèlement, le module de Young continue d'augmenter, atteignant jusqu'à 3,07 GPa. Cette hausse de rigidité, malgré une résistance et une ductilité faible, est probablement due à l'agglomération des fibres, au mauvais mouillage de la résine et à la formation de vides, ce qui accroît la

rigidité mais affaiblit l'intégrité interfaciale et la tolérance aux dommages. Ces résultats confirment qu'une teneur de 30 % en fibres FSAA offre le meilleur compromis mécanique. L'évolution observée du module de Young, de 1,39 à 3,07 GPa, est directement liée à la teneur et à la dispersion des fibres, confirmant que la performance mécanique dépend de l'interaction entre la distribution du renfort, le mouillage de la matrice et la continuité structurale. Suherman et al. [203] ont rapporté des valeurs de module de Young comprises entre 1,2 et 2,8 GPa pour des composites à base de fibres de kénaf et d'époxy, avec une rigidité optimale obtenue pour des charges de fibres de 20 à 30 %, ce qui correspond étroitement aux résultats de la présente étude. Pont et al. [188] ont trouvé que les composites lin–époxy atteignaient environ 3,0 GPa avec une teneur en fibres de 30 à 35 %, bien que leurs composites présentent une ductilité plus faible, indiquant un compromis entre rigidité et ténacité. Dans des composites hybrides étudiés par Huzaifa et al. [204] intégrant du sisal, du chanvre et des fibres de verre, le module de Young a dépassé 4,0 GPa, principalement en raison de la présence de fibres de verre qui, tout en augmentant la rigidité, réduisaient la durabilité et la ductilité du composite.

IV.2.8. Essai de flexion

Les Figures IV.10 illustrent l'effet significatif du renforcement par les fibres FSAA sur le comportement en flexion de la matrice BioEP, comme le montrent les courbes contrainte–déformation. La résine BioEP pure présente une résistance en flexion relativement faible de 33,22 MPa et une déformation limitée, reflétant sa nature intrinsèquement fragile, typique des résines thermodurcissables non renforcées [205]. L'ajout de 10 % de fibres FSAA entraîne une amélioration nette des performances en flexion, avec une contrainte maximale atteignant environ 39,45 MPa. Cette augmentation traduit la contribution initiale des fibres au support de charge et à l'amélioration de la rigidité. Une amélioration supplémentaire est observée à 20 % de fibres, où la résistance en flexion atteint environ 43,71 MPa, grâce à une meilleure adhésion interfaciale et un transfert de contrainte plus efficace entre la matrice et les fibres [206].

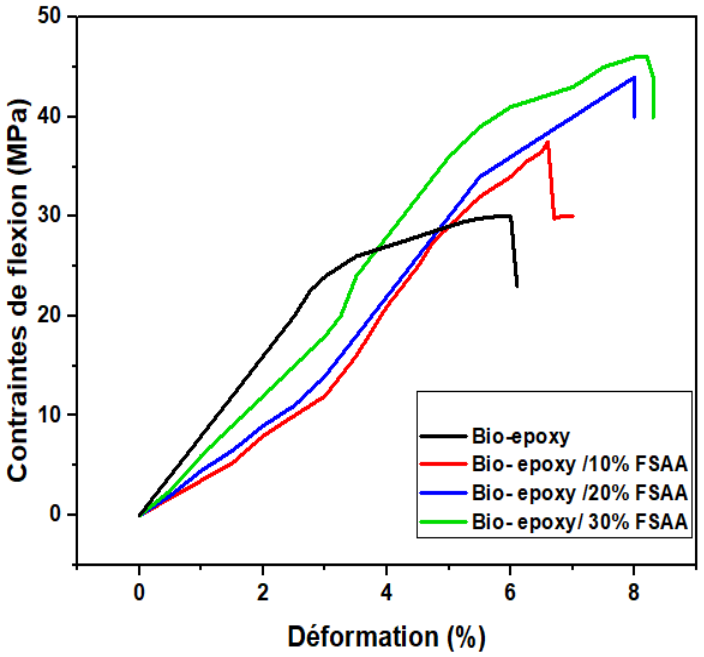


Figure IV.10 Analyse de la résistance en flexion des composites FSAA (tige florale *d'Agave americana*) /bio-époxy (BioEP).

Les performances optimales sont obtenues à 30 % de fibres, le composite atteignant une résistance en flexion maximale d'environ 48,98 MPa. Cela indique une interaction idéale fibre–matrice, caractérisée par une dispersion uniforme des fibres et une forte liaison interfaciale. À ce niveau, le composite présente une résistance accrue au chargement en flexion et une plus grande capacité d'absorption d'énergie. La résine BioEP pure (0 % de fibres) présente un module relativement faible d'environ 0,55 GPa, reflétant sa nature fragile de thermodurcissable. Avec l'augmentation de la teneur en fibres, le module s'améliore progressivement, atteignant 0,65 GPa à 10 % et 0,80 GPa à 20 %, en raison d'un transfert de contrainte plus efficace de la matrice vers les fibres. Le module le plus élevé, 1,5 GPa, est atteint à 30 % de fibres, indiquant une interaction optimale fibre–matrice et une dispersion homogène des fibres. Au-delà de ce point, une légère diminution du module suggère que l'agglomération ou une imprégnation insuffisante entrave le transfert de charge, réduisant ainsi la rigidité. Ces résultats concordent avec les tendances rapportées pour d'autres composites BioEP renforcés par des fibres naturelles [207]. Par exemple, Hughes et al. [208] ont observé un comportement similaire avec des composites à fibres de chanvre, montrant une augmentation de la résistance et du module en flexion jusqu'à une teneur optimale en fibres proche de 30 %, après quoi l'agglomération a eu un effet négatif sur les propriétés mécaniques. Seid et al. [209] ont rapporté des améliorations comparables en flexion dans des composites époxy

renforcés par des fibres de lin, avec des performances maximales à des teneurs intermédiaires en fibres. Patel et al. [210] ont également montré que les composites BioEP renforcés par différentes fibres naturelles atteignent un maximum de bénéfices mécaniques jusqu'à une fraction volumique de fibres donnée, au-delà de laquelle l'excès de fibres provoque des problèmes tels qu'un mauvais mouillage et la formation de vides. Lokesh et al. [211] ont constaté que les composites BioEP renforcés par des fibres de bambou atteignaient leur résistance et leur module en flexion les plus élevés à une teneur en fibres proche de 30 %, confirmant l'idée qu'il existe une teneur optimale en fibres pour améliorer les performances. Le Tableau IV.5 compare les composites FSAA–BioEP avec d'autres biocomposites renforcés de fibres.

Tableau IV.5 Comparaison des propriétés de flexion de la hampe florale des composites *Agave americana* (FSAA)/Bio-époxy (BioEP) et d'autres composites de fibres naturelles

Fibre	Teneur en fibres (%)	Résistance en flexion (MPa)	Module de flexion (GPa)	Référence
FSAA (*Agave americana*)	0 (Neat)	33,22	0,55	Cette étude
	10	39,45	0,65	Cette étude
	20	43,71	0,80	Cette étude
	30	48,98	1,50	Cette étude
Chanvre (Hemp)	~30	~45–50	~1,4–1,6	[208]
Lin (Flax)	25–35	~40–48	~1,2–1,5	[209]
Bambou (Bamboo)	~30	~46–50	~1,3–1,5	[211]
Kenaf	30	~42–48	~1,3–1,5	[188]

IV.3. Conclusion

La présente étude a examiné les propriétés physico-chimiques, thermo-mécaniques et liées à l'humidité de composites bio-époxy (BioEP) renforcés par des fibres issues de la hampe florale d'*Agave americana* (FSAA), avec différentes teneurs en fibres (0–30 % en poids). Les résultats confirment que la FSAA constitue un renfort naturel viable pour l'élaboration de composites performants et durables.

- Interactions chimiques (spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier, FTIR) : la diminution progressive des groupes hydroxyles et carbonyles et l'apparition de liaisons C–O–C/ester indiquent une meilleure compatibilité fibre–matrice et une polarité réduite.

- Cristallinité (diffraction des rayons X, DRX) : l'indice de cristallinité est passé de 59,8 % à 69,3 % avec l'ajout de FSAA, suggérant un meilleur alignement moléculaire et une rigidité accrue.

- Stabilité thermique (analyse thermogravimétrique/DTG & calorimétrie différentielle à balayage, DSC) : le début de la dégradation thermique et la température de transition vitreuse ont augmenté, atteignant un maximum à 30 % de FSAA, traduisant une résistance accrue à la chaleur et une mobilité réduite des chaînes.

- Performance mécanique : l'incorporation de 30 % de FSAA a conduit à des résistances optimales en traction (55,59 MPa) et en flexion (48,98 MPa), démontrant un bon compromis entre rigidité et ductilité.

- Morphologie (microscopie électronique à balayage, MEB) : une bonne dispersion des fibres et une qualité interfaciale satisfaisante ont été observées à 30 % de charge.

- Absorption d'eau : la prise d'humidité a augmenté avec la teneur en fibres, mais est restée plus faible en eau de mer.

Le composite contenant 30 % de FSAA présente les meilleures performances globales, bien que des teneurs plus élevées en fibres aient engendré des problèmes tels que la formation de vides et l'agglomération, soulignant la nécessité de traitements de surface ou de compatibilisants. Ces composites offrent une alternative écologique aux fibres synthétiques, avec des propriétés thermo-mécaniques intéressantes.

Chapitre V :
Optimisation du perçage des biocomposites BioEP-FSAA par modélisation RSM et ANN

V.1. Introduction

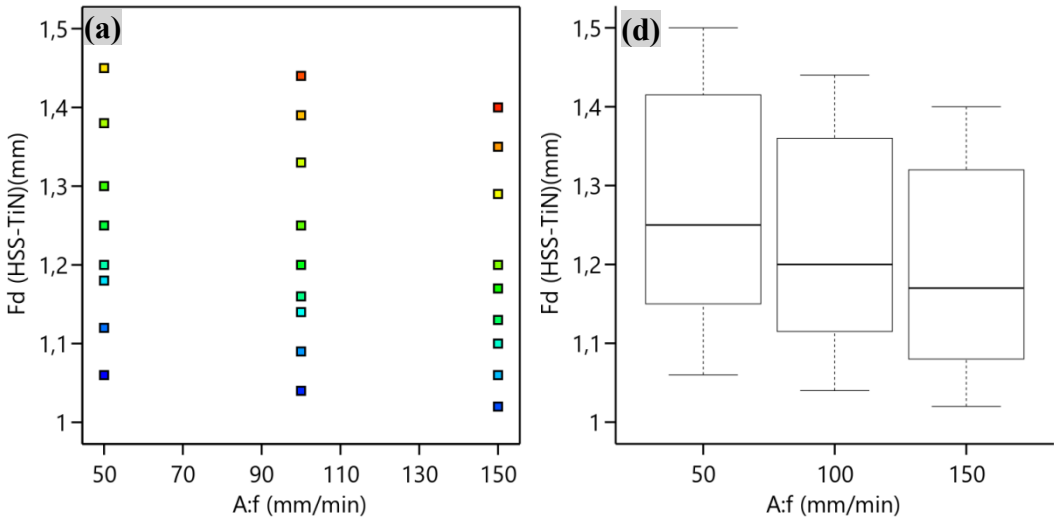
L'élaboration et l'évaluation de biocomposites renforcés par des fibres naturelles requièrent une démarche expérimentale rigoureuse afin d'établir les relations entre la structure des matériaux, leurs propriétés intrinsèques et leurs performances finales. Dans ce cadre, le choix des méthodes d'extraction des fibres, des procédés de fabrication des composites ainsi que des techniques de caractérisation revêt une importance déterminante pour garantir la fiabilité et la pertinence des résultats obtenus. Ce chapitre décrit la fabrication de biocomposites à matrice bio-époxy ainsi que leur caractérisation physique, chimique, thermique, mécanique et hydrique. Les procédés de mise en forme et d'usinage, en particulier le perçage des biocomposites, sont également présentés afin d'évaluer leur comportement dans des conditions proches des applications industrielles. Par ailleurs, des approches analytiques et numériques avancées, telles que la méthodologie des surfaces de réponse (RSM) et les réseaux de neurones artificiels (ANN), ont été mises en œuvre pour modéliser, analyser et optimiser les paramètres de perçage ainsi que le facteur de délaminage. L'ensemble de ces méthodes permet d'acquérir une compréhension globale du comportement des fibres FSAA et des biocomposites développés, en mettant en évidence l'influence des paramètres microstructuraux et des procédés de fabrication sur leurs performances finales.

V.2. Résultats et Discussions

V.2.1. Effet des paramètres de perçage sur le facteur de délaminage dans les matériaux composites

Les Figures V.1 et V.2 illustrent l'effet de *f, N* et *d* sur le facteur de délaminage lors de l'usinage des composites renforcés de fibres de FSAA, en utilisant deux outils HSS différents : l'un en acier rapide standard et l'autre doté d'un revêtement en nitrure de titane (HSS-TiN). La comparaison du facteur de délamination (Fd) lors du perçage avec les outils HSS-TiN et HSS met clairement en évidence l'impact significatif des paramètres d'usinage f, N et d sur la performance de perçage et la qualité des biocomposites renforcés par des fibres de FSAA. Pour les deux outils, l'augmentation de la vitesse d'avance f de 50 à 150 mm/min entraîne globalement une diminution de Fd, indiquant une réduction de la délamination et des dommages au niveau des plis du composite [212]. Plus précisément, lors du perçage avec l'outil HSS-TiN, à N = 800 tr/min et d = 5 mm, Fd diminue de 1.127 à f = 50 mm/min à 1.075 à f = 150 mm/min. De même, pour l'outil HSS standard, Fd

diminue de 1.244 à 1.234 dans la même gamme de *f*. Cette diminution montre que, dans les conditions étudiées, l'augmentation de f conduit à une réduction du facteur de délaminage [213]. L'effet de *N* est également clairement observable dans le Tableau V.1. Pour une vitesse d'avance *f* = 150 mm/min et un diamètre *d* = 10 mm, l'augmentation de *N* de 800 à 1600 tr/min entraîne une augmentation de Fd pour l'outil HSS-TiN, passant de 1.020 à 1.093 selon les valeurs expérimentales. Pour l'outil HSS, Fd passe de 1.074 à 1.083. Ainsi, une augmentation de la vitesse de rotation *N* tend globalement à accroître le facteur de délaminage, particulièrement pour l'outil HSS-TiN [214]. Les valeurs obtenues par les modèles RSM et ANN confirment globalement les tendances observées expérimentalement. La valeur minimale de Fd prédite par le modèle RSM pour l'outil HSS-TiN est de 1.011, correspondant à *f* = 150 mm/min, *N* = 800 tr/min et *d* = 10 mm. Le modèle ANNdonne une valeur de 1.018 dans les mêmes conditions, tandis que la valeur expérimentale correspondante est de 1.020. Pour l'outil HSS, la valeur expérimentale minimale est de 1.074, la valeur RSM est de 1.070 et la valeur ANN est de 1.072, également pour f = 150 mm/min, *N* = 800 tr/min et *d* = 10 mm. Ces résultats montrent donc que la combinaison *f* = 150 mm/min, *N* = 800 tr/min et *d* = 10 mm constitue la condition de perçage la plus favorable pour minimiser le facteur de délaminage dans les conditions étudiées. Le modèle RSM fournit la plus faible valeur prédite de Fd pour l'outil HSS-TiN (Fd = 1.011), tandis que l'outil HSS présente une valeur minimale de 1.070 selon le modèle RSM. L'utilisation de l'outil HSS-TiN permet ainsi d'obtenir un facteur de délaminage inférieur à celui obtenu avec l'outil HSS dans la condition optimale.



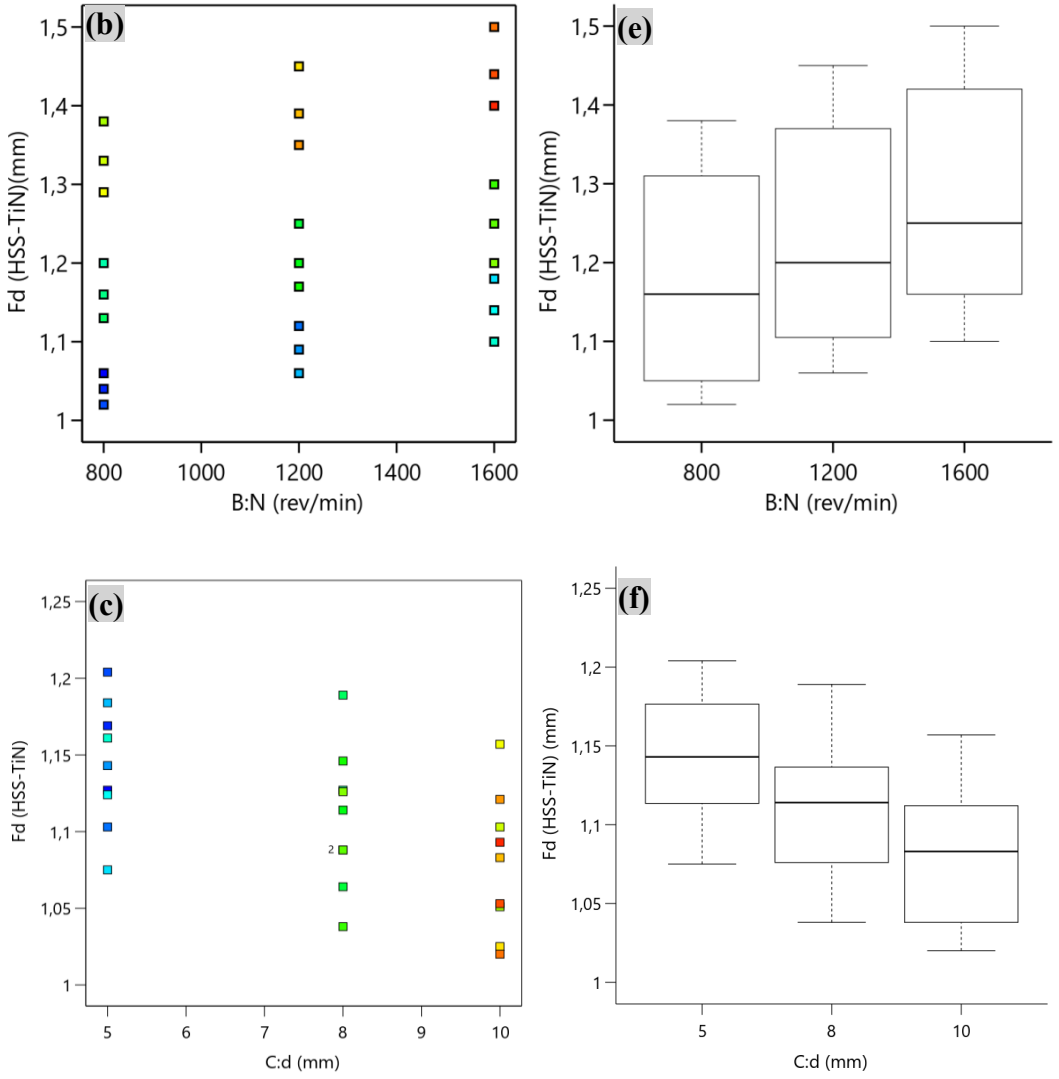


Figure V.1 Effet de la vitesse d'avance (f), de la vitesse de broche (N) et du diamètre du foret (d) sur le facteur de délaminage (Fd) lors du perçage au foret en acier rapide revêtu de nitrure de titane (HSS-TiN) d'un biocomposite en fibres de hampe florale *d'Agave*

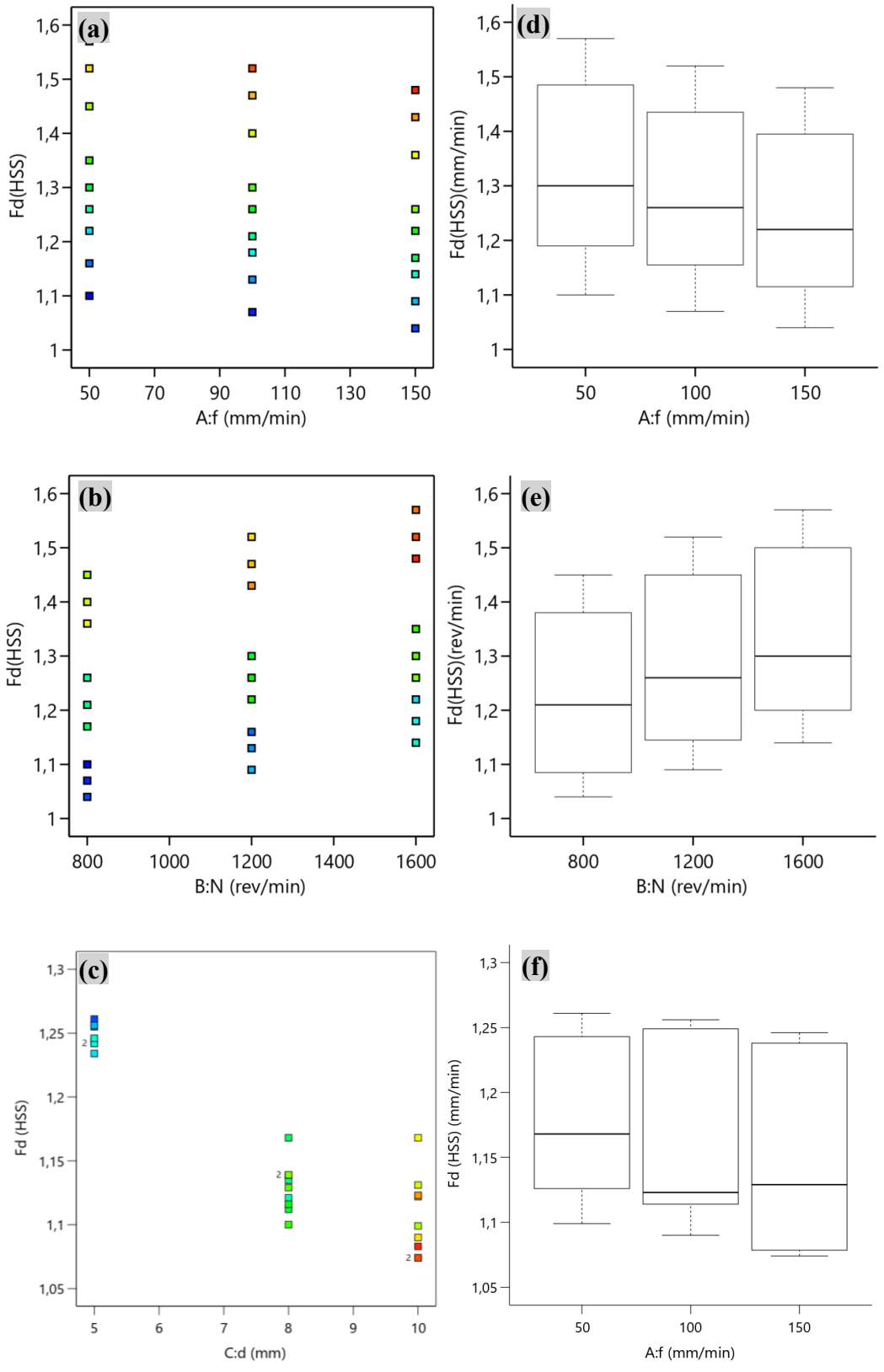


Figure V.2 Effet de la vitesse d'avance (f), de la vitesse de broche (N) et du diamètre du foret (d) sur le facteur de délaminage (Fd) d'un composite bio-époxy à fibres de hampe florale *d'Agave americana* (FSAA) : a–c nuages de points et d–f diagrammes en boîte. (HSS)

V.2.2 Méthodologie des surfaces de réponse (RSM)

La RSM (Méthodologie des Surfaces de Réponse) a été utilisée de manière systématique en tant qu'outil statistique et mathématique complet pour examiner et optimiser le procédé de perçage des matériaux biocomposites en analysant les effets combinés des principaux paramètres du procédé. Les facteurs sélectionnés, à savoir la vitesse de rotation (*N*), la vitesse d'avance (*f*) et le diamètre du foret (*d*), ont été choisis en raison de leur influence connue sur les performances d'usinage, en particulier sur l'effort de poussée, qui est un facteur clé impactant la qualité du trou, l'usure de l'outil et l'efficacité globale de l'usinage. En utilisant le plan factoriel composite centré (CCD), ces facteurs ont été variés à trois niveaux différents, créant un plan d'expérience structuré qui équilibre l'efficacité et la collecte rigoureuse de données, réduisant ainsi le nombre total d'essais tout en couvrant adéquatement le domaine d'étude. L'analyse de variance (ANOVA) qui a suivi a permis une évaluation statistique approfondie des effets individuels et combinés de ces paramètres sur l'effort de poussée [214].

Les résultats, résumés dans le Tableau V.1, montrent clairement que les paramètres de perçage affectent de manière significative le facteur de délaminage (Fd) des biocomposites à fibres FSAA [215]. L'augmentation de f entraîne une diminution de Fd, et généralement, un diamètre *d* plus grand conduit à des valeurs de Fd plus faibles, ce qui indique un endommagement par délaminage moins important. Par exemple, à une vitesse *N* constante de 800 tr/min et une avance *f* de 50 mm/min, Fd diminue de 1,127 à 1,051 pour les outils HSS-TiN lorsque d passe de 5 mm à 10 mm, tandis que pour les outils HSS non revêtus, Fd diminue de 1,244 à 1,099 dans les mêmes conditions.

D'un autre côté, l'augmentation de *N* entraîne généralement une augmentation de Fd. À un diamètre d de 10 mm et une avance f de 50 mm/min, le Fd pour le HSS-TiN augmente de 1,051 à 1,157 lorsque *N* passe de 800 à 1600 tr/min, alors que pour le HSS, Fd varie de 1,099 à 1,168 [216]. Dans l'ensemble, l'outil HSS-TiN présente systématiquement un Fd plus faible par rapport à l'outil HSS non revêtu pour toutes les combinaisons de paramètres, ce qui confirme les avantages du revêtement en titane pour réduire le frottement, améliorer l'efficacité de coupe et minimiser l'endommagement du composite [217].

Tableau V.1 Facteurs de délaminage expérimentaux et prédits (Fd) pour les outils en acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN) et en acier rapide (HSS) sous différents paramètres de perçage. (RSM : Méthodologie des surfaces de réponse, ANN : Réseau de neurones artificiel f : Vitesse d'avance, N : Vitesse de rotation, d : Diamètre du foret).

No,	*f*(mm/min)	*N* (tr/min)	*d* (mm)	F_d (EXP) HSS-TiN	F_d (RSM) HSS-TiN	F_d (ANN) HSS-TiN	F_d (EXP) HSS	F_d (RSM) HSS	F_d (ANN) HSS
1	50	800	5	1,127	1,122	1,125	1,244	1,233	1,241
2	50	1200	5	1,169	1,176	1,165	1,242	1,251	1,244
3	50	1600	5	1,204	1,210	1,207	1,261	1,260	1,260
4	100	800	5	1,103	1,100	1,101	1,243	1,241	1,241
5	100	1200	5	1,143	1,141	1,144	1,255	1,253	1,254
6	100	1600	5	1,184	1,190	1,185	1,256	1,260	1,258
7	150	800	5	1,075	1,081	1,074	1,234	1,241	1,236
8	150	1200	5	1,124	1,121	1,122	1,242	1,240	1,241
9	150	1600	5	1,161	1,163	1,161	1,246	1,252	1,247
10	50	800	8	1,088	1,090	1,088	1,121	1,120	1,121
11	50	1200	8	1,127	1,131	1,126	1,135	1,143	1,137
12	50	1600	8	1,189	1,172	1,174	1,168	1,172	1,169
13	100	800	8	1,064	1,068	1,074	1,112	1,118	1,110
14	100	1200	8	1,114	1,112	1,114	1,116	1,131	1,120
15	100	1600	8	1,146	1,151	1,148	1,139	1,150	1,141
16	150	800	8	1,038	1,041	1,036	1,1	1,103	1,101
17	150	1200	8	1,088	1,081	1,094	1,129	1,118	1,127
18	150	1600	8	1,126	1,132	1,119	1,139	1,123	1,135
19	50	800	10	1,051	1,061	1,055	1,099	1,100	1,097
20	50	1200	10	1,103	1,100	1,101	1,131	1,133	1,130
21	50	1600	10	1,157	1,152	1,155	1,168	1,164	1,166
22	100	800	10	1,025	1,041	1,030	1,092	1,090	1,091
23	100	1200	10	1,083	1,081	1,082	1,122	1,110	1,118
24	100	1600	10	1,121	1,123	1,121	1,123	1,131	1,125
25	150	800	10	1,02	1,011	1,018	1,074	1,070	1,072
26	150	1200	10	1,053	1,060	1,051	1,074	1,081	1,076
27	150	1600	10	1,093	1,101	1,096	1,083	1,101	1,088

Les analyses ANOVA présentées dans les Tableaux V.2 et V.3 pour les outils HSS-TiN et HSS confirment que les modèles de régression développés sont hautement significatifs et fiables pour prédire Fd dans les composites de fibres FSAA (Équations V.1 et V.2).

Tableau V.2 Résumé de l'analyse de variance (ANOVA) concernant l'impact des paramètres de perçage sur le facteur de délaminage (Fd) à l'aide d'un outil en acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN). (R^2 : Coefficient de corrélation, S : Somme des carrés, MS Carré moyen, CV : Coefficient de variation, SD : Écart-type, f : Vitesse d'avance, N : Vitesse de rotation, d : Diamètre du foret).

Source	**SS**	**DF**	**MS**	***Valeur F***	***Valeur p***	**Contribution (%)**	**Remarque**
Modèle	0,0698	9	0,0078	132,67	< 0,0001		**Significatif**
f	0,0131	1	0,0131	223,90	< 0,0001	18,50	**Significatif**
N	0,0333	1	0,0333	568,71	< 0,0001	47,03	**Significatif**
d	0,0230	1	0,0230	393,93	< 0,0001	31,49	**Significatif**
f × *N*	0,0002	1	0,0002	3,85	0,0662	0,28	**Insignificatif**
f × *d*	0,0002	1	0,0002	3,76	0,0092	0,28	**Significatif**
N × *d*	0,0000	1	0,0000	0,2550	0,6201	0,00	**Insignificatif**
f × *f*	2,667E-06	1	2,667E-06	0,0456	0,8335	0,00	**Insignificatif**
N × *N*	0,0000	1	0,0000	0,8235	0,3768	0,00	**Insignificatif**
d × *d*	0,0002	1	0,0002	3,43	0,0114	0,28	**Significatif**
Residu	0,0010	17	0,0001				
Total cor	0,0708	26					
SD	0,0063		*R*²	0,9811			
Mean	1,11		Adjusté *R*²	0,9839			
CV	0,5712		Predit *R*²	0,9799			
			Précision Adeq	82,203 2			

Tableau V.3 Résumé de l'analyse de variance (ANOVA) concernant l'effet des paramètres de perçage sur le facteur de délaminage (Fd) à l'aide d'un outil en acier rapide (HSS). (MS : Carré moyen, DF : Fonction de désirabilité, CV : Coefficient de variation, R^2 : Coefficient de corrélation, S : Somme des carrés, SD : Écart-type, f : Vitesse d'avance, N : Vitesse de rotation, d : Diamètre du foret).

Source	**SS**	**DF**	**MS**	***Valeur-F***	***Valeur-p***	**Contribution (%)**	**Remarque**
Modéle	0,1118	9	0,0124	117,11	< 0,0001		**Significatif**
f	0,0030	1	0,0030	28,61	< 0,0001	2,6	**Significatif**
N	0,0037	1	0,0037	34,82	< 0,0001	3,26	**Significatif**
d	0,0881	1	0,0881	829,96	< 0,0001	77,55	**Significatif**
f × *N*	0,0004	1	0,0004	4,19	0,0566	0,35	**Insignificatif**
f × *d*	0,0015	1	0,0015	14,48	0,0014	1,32	**Significatif**
N × *d*	0,0004	1	0,0004	4,23	0,0554	0,35	**Insignificatif**
f × *f*	8,963E-06	1	8,963E-06	0,0845	0,7748	0,00-	**Insignificatif**
N × *N*	1,185E-06	1	1,185E-06	0,0112	0,9171	0,00	**Insignificatif**
d × *d*	0,0070	1	0,0070	65,61	< 0,0001	6,2	**Significatif**
Résidu	0,0018	17	0,0001				
Total Cor	0,1136	26					
SD	0,0103		*R*²	0,9804			
Mean	1,16		Adjusté *R*²	0,9757			
CV	0,8872		Predit *R*²	0,9586			
			Précision Adeq	31,057 6			

Pour l'outil HSS-TiN, le modèle affiche une valeur de F élevée de 132,67 et une valeur de p inférieure à 0,0001, avec un R^2 de 0,9811, ce qui signifie que 98,11 de la variation de Fd est expliquée par le modèle. Le R^2 ajusté (0,9839) et le R^2 prédit 0,9799 confirment davantage sa précision et sa robustesse. Parmi les paramètres d'entrée, *N* est le facteur le plus influent (F = 568,71, suivi par d et f, tous étant statistiquement significatifs. Les termes d'interaction $f \times d$ montrent également des effets significatifs, tandis que $N \times d$ et $f \times N$ ne le sont pas. Parmi les termes quadratiques, seul d^2 est significatif, ce qui indique un effet non linéaire de d sur le délaminage, confirmant ainsi les résultats rapportés dans la littérature sur l'usinage des composites. L'écart-type faible du modèle (SD = 0,0063), son coefficient de variation (CV = 0,5712) et sa précision adéquate élevée (82,2032) confirment sa stabilité et sa précision. De même, l'ANOVA pour l'outil HSS indique une valeur de F de 117,11 et p < 0,0001, avec un R^2 de 0,9804, un R^2 ajusté de 0,9757 et un R^2 prédit de 0,9586, traduisant un fort pouvoir prédictif. À nouveau, d s'impose comme le facteur le plus significatif (F =829,96), suivi de N et f. Seule l'interaction f ×d est statistiquement significative (p = 0,0014), tandis que les autres termes d'interaction et quadratiques tels que $f \times N$, $N \times d$, f^2 et N^2 ne le sont pas. Le modèle présente un SD de 0,0103, un CV de 0,8872 et une précision adéquate de 31,0576$, ce qui témoigne d'une excellente cohérence expérimentale et d'une grande robustesse dans l'exploration du domaine d'étude. Le diamètre du foret est le facteur le plus important pour l'outil HSS, contribuant à hauteur de 77,55 au facteur de délaminage, tandis que la vitesse de rotation et la vitesse d'avance ne contribuent respectivement qu'à hauteur de 3,26 et 2,60. En revanche, avec l'outil HSS-TiN, la répartition des contributions est plus équilibrée : vitesse d'avance (18,50), diamètre (31,49) et vitesse de rotation (47,03). Cette approche s'inspire de l'étude comparative sur les plaquettes en carbure revêtu lors du tournage de l'alliage Ti-6Al-4V ELI sous différentes conditions de coupe.

$$F_{d,HSS-TiN} = 1{,}1807 - 0{,}00019 \times f + 0{,}00017 \times N - 0{,}097 \times d - 7{,}37 \times 10^{-5} \times f \times d + 0{,}01078 \times d^2 \qquad (V,1)$$

$$F_{d,HSS} = 1{,}2450 - 0{,}000584 \times f + 0{,}000196 \times N - 0{,}108 \times d - 4{,}12 \times 10^{-5} \times f \times d + 0{,}01189 \times d^2 \qquad (V.2)$$

V.2.3 Évaluation du modèle et tracés RSM

Les graphiques de diagnostic présentés dans les Figures V.3 (a–d) évaluent la robustesse statistique des modèles de régression développés pour prédire le facteur de délaminage (Fd) lors du perçage de la fibre FSAA à l'aide des forêts HSS–acier inoxydable et HSS–TiN. Les tracés de probabilité normale (Figures V.3a et V.3b) montrent que les résidus normalisés hors échantillon s'alignent étroitement le long de la ligne de référence, ce qui indique que les résidus suivent une distribution normale condition essentielle pour une analyse de régression valide. De plus, les tracés des résidus en fonction des valeurs prédites (Figures V.3c et V.3d) révèlent une dispersion aléatoire des points autour de zéro, sans tendances ni motifs apparents [218].

Cette apparente randomisation confirme que l'hypothèse d'homoscédasticité est respectée et que les modèles sont exempts de biais systématique. Il est à noter que le modèle avec foret HSS–TiN présente une distribution des résidus légèrement plus resserrée, suggérant une meilleure cohérence prédictive. Dans l'ensemble, ces résultats confirment que les modèles de surfaces de réponse développés sont statistiquement fiables et adaptés pour la prédiction et l'optimisation du processus de perçage. La Figure V.4 présente la comparaison entre les valeurs prédites par les modèles de surface de réponse et les valeurs réellement mesurées du facteur de délaminage (Fd) pour le foret HSS (a) et HSS–TiN (b). Dans les deux cas, les points expérimentaux se situent très près de la ligne d'identité, indiquant un excellent accord entre les observations expérimentales, les résultats analytiques et les sorties du modèle [223]. Cette forte corrélation met en évidence la capacité des modèles à représenter avec précision l'influence des paramètres de coupe sur le facteur de délaminage. Il est particulièrement notable que le modèle associé au foret HSS–TiN offre des prédictions très précises, confirmant la robustesse et la fiabilité des équations ajustées pour l'optimisation du perçage des fibres FSAA.

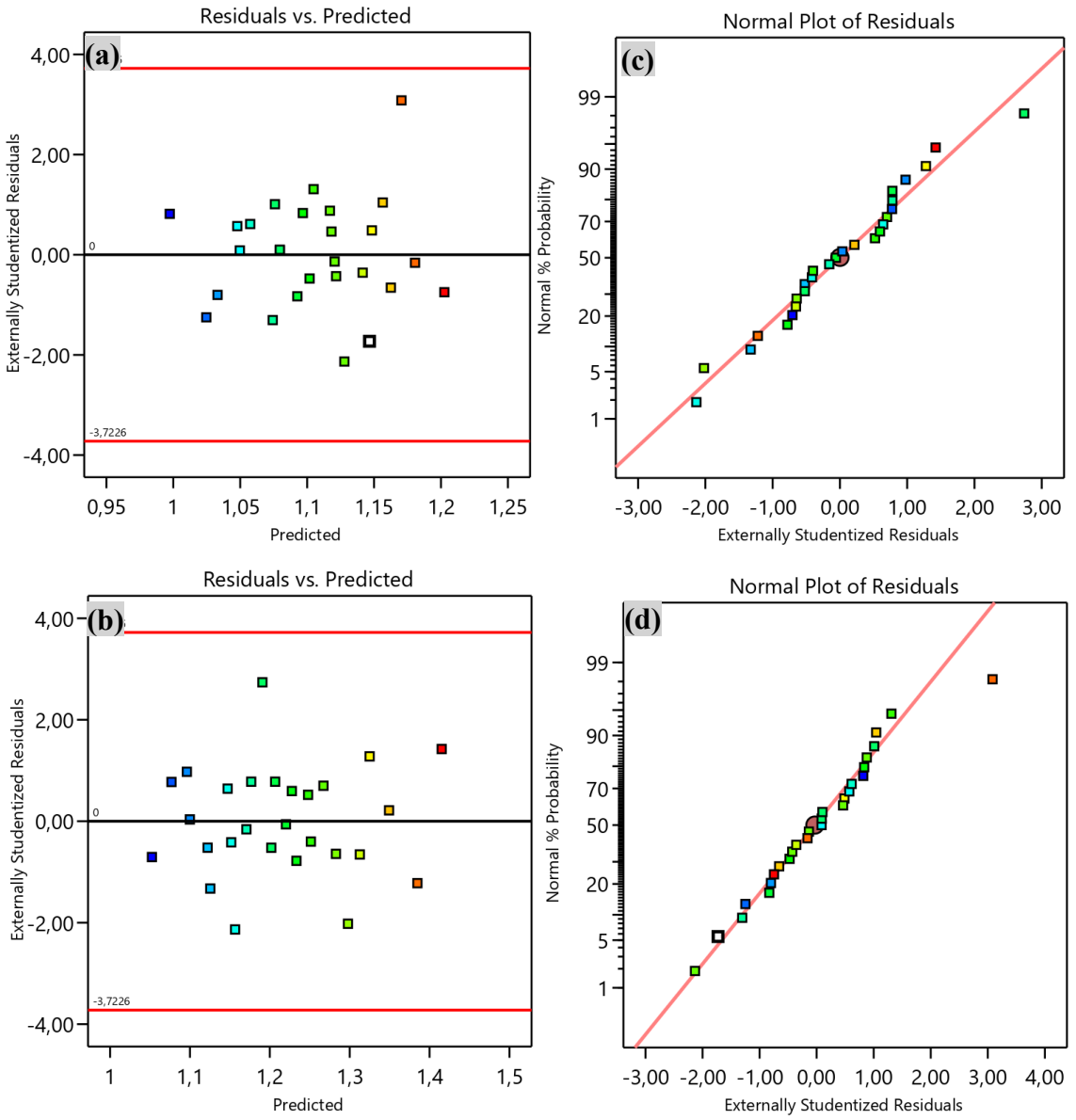


Figure V.3 Graphiques de diagnostic des facteurs de délaminage Fd (HSS-TiN) et Fd (HSS). a, b tracés de probabilité normale, c, d résidus

La Figure V.4 illustre la comparaison entre les valeurs prédites par les modèles de surface de réponse et les valeurs réelles mesurées de Fd pour le HSS (a) et le HSS-TiN (b). Dans les deux cas, les points expérimentaux se situent très près de la droite d'identité, ce qui indique un excellent accord entre les observations expérimentales, les prédictions analytiques et les résultats des modèles [219]. Cette forte corrélation met en évidence la capacité des modèles à représenter avec précision l'influence des paramètres de coupe sur Fd. En particulier, le modèle pour foret HSS-TiN fournit des prédictions précises, confirmant ainsi la fiabilité des équations ajustées pour l'optimisation du procédé de perçage des fibres FSAA [220].

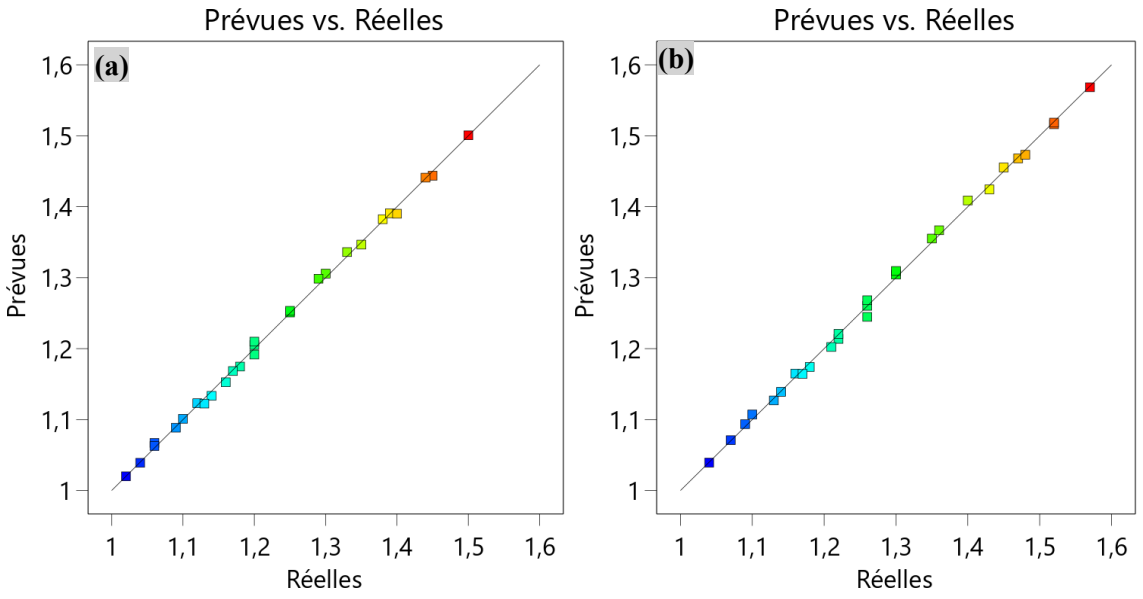


Figure V.4 Valeurs prévues vs. Réelles pour (a) HSS-TiN et (b) HSS

V.2.4. Contours de surface et graphiques de réponse tridimensionnels (3D) du facteur de délaminage (Fd)

L'analyse des graphiques de réponse montre clairement comment les paramètres d'usinage affectent de manière significative Fd, qui est étroitement lié aux efforts de coupe ou aux contraintes mécaniques appliquées sur l'outil, comme le montrent les Figures V.5 et V.6. Trois paramètres principaux ont été étudiés : la vitesse d'avance (*f*), la vitesse de rotation (*N*) et le diamètre du foret (*d*). Les graphiques de surface et de contours illustrent clairement l'influence des paramètres de perçage sur Fd pour les biocomposites FSAA percés avec des outils HSS-TiN et HSS. Dans les deux cas, Fd diminue avec l'augmentation de *f* et augmente avec *N*, confirmant le fort impact de ces paramètres. Cela démontre que l'outil HSS-TiN affiche de meilleures performances que l'outil HSS en maintenant des valeurs de Fd plus faibles dans des conditions identiques, grâce à sa meilleure résistance à l'usure et à son faible coefficient de frottement [218]. L'effet de *N* est relativement faible ; l'augmentation de *N* de 800 à 1600 tr/min ne diminue que très légèrement Fd. L'influence de l'interaction des paramètres de perçage ($f \times d$) sur Fd est plus significative que les autres interactions, en particulier pour le HSS, où la surface de réponse est plus prononcée, ce qui indique une sensibilité plus élevée [221]. Ces résultats soulignent l'importance de l'optimisation de *f* et de *d* en particulier avec des outils moins performants comme le HSS, afin de réduire le délaminage et d'améliorer la qualité du perçage [222].

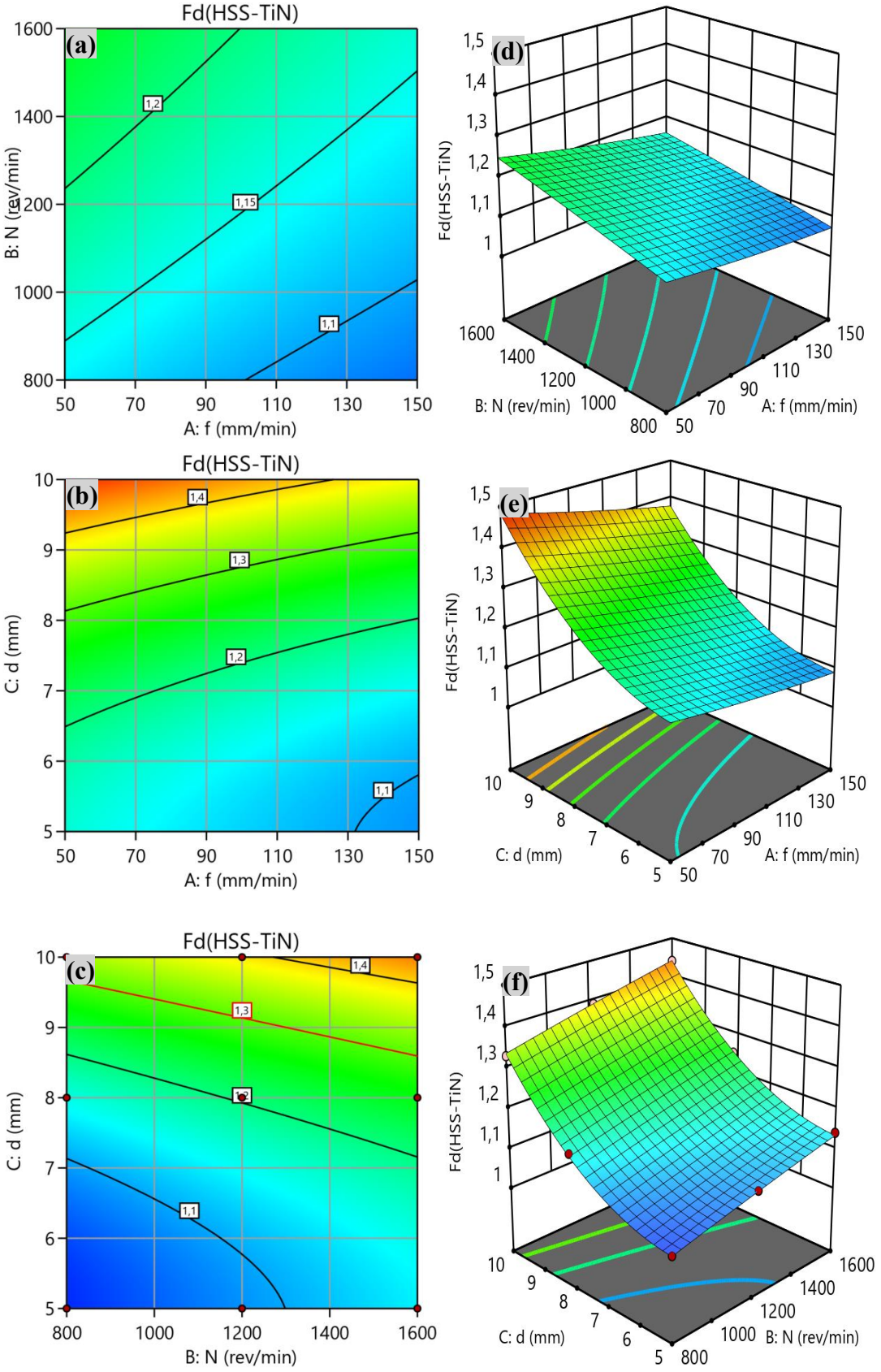


Figure V.5 Variation du facteur de délaminage Fd (HSS-TiN) du biocomposite pour différents paramètres : (a, b) N vs. f, (c, d) d vs. f et (e, f) d vs. N.

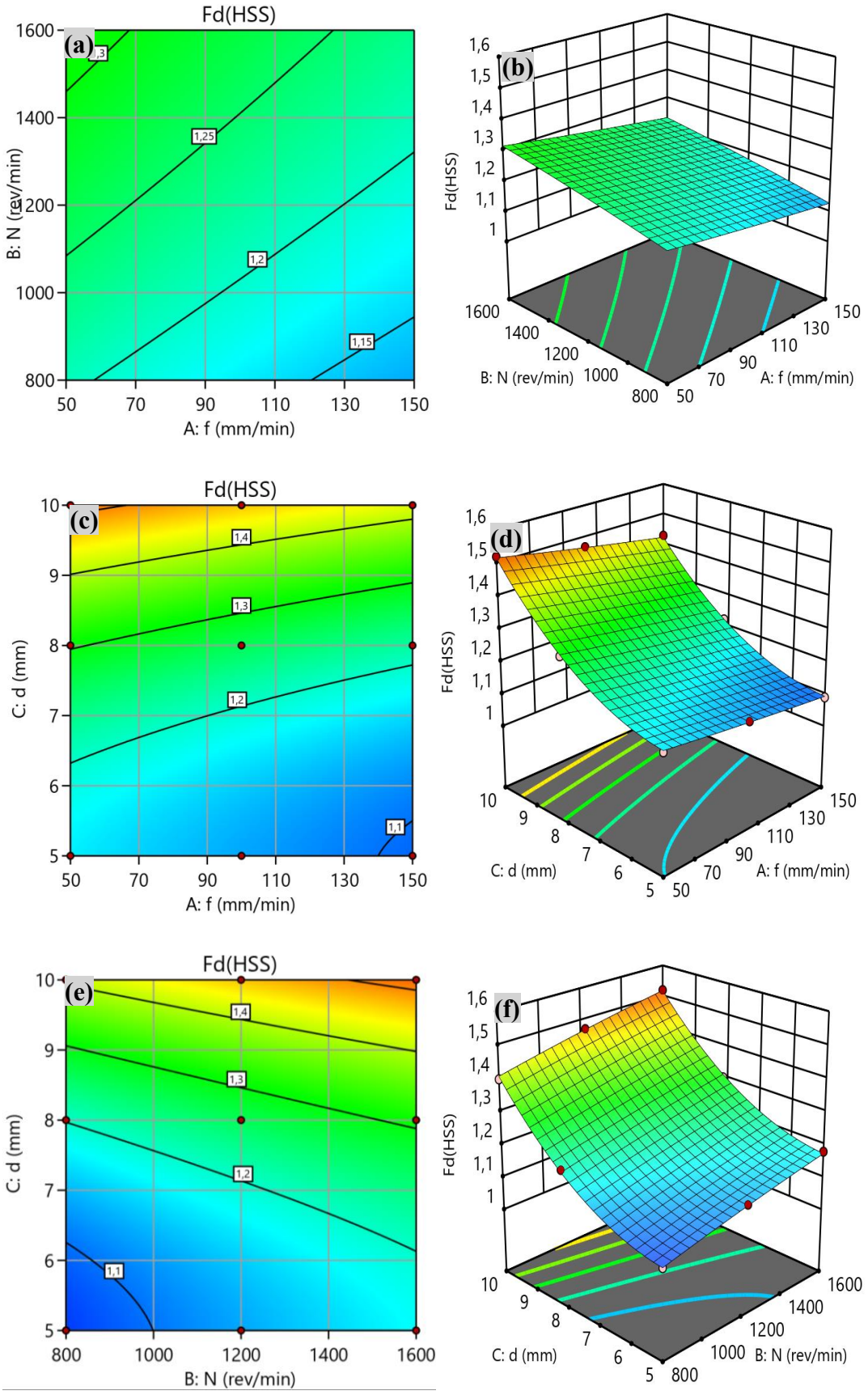


Figure V.6 Variation du facteur de délaminage Fd (HSS) du biocomposite pour différents paramètres : (a, b) N vs. f, (c, d) d vs. f et (e, f) d vs. N.

V.2.5. Prédiction du facteur de délaminage (Fd) à l'aide d'un modèle de réseau de neurones artificiels (ANN)

Les Figures V.7, V.8 et V.9 présentent l'évaluation des performances du modèle ANN pour la prédiction du facteur de délaminage (Fd) lors du perçage de biocomposites avec des forets en HSS-TiN et HSS. Les histogrammes d'erreur présentés dans les Figures V.7a et V.7c révèlent que la majorité des erreurs de prédiction sont centrées autour de zéro, ce qui indique une bonne précision du modèle pour les deux types d'outils, le HSS-TiN présentant une distribution des erreurs légèrement plus resserrée. Les graphiques de régression présentés dans les Figures V.8a et V.8b affichent de forts coefficients de détermination ($R^2 \approx 0.97–0.99$) sur l'ensemble des jeux de données d'apprentissage, de validation et de test, confirmant ainsi la capacité prédictive élevée du modèle.

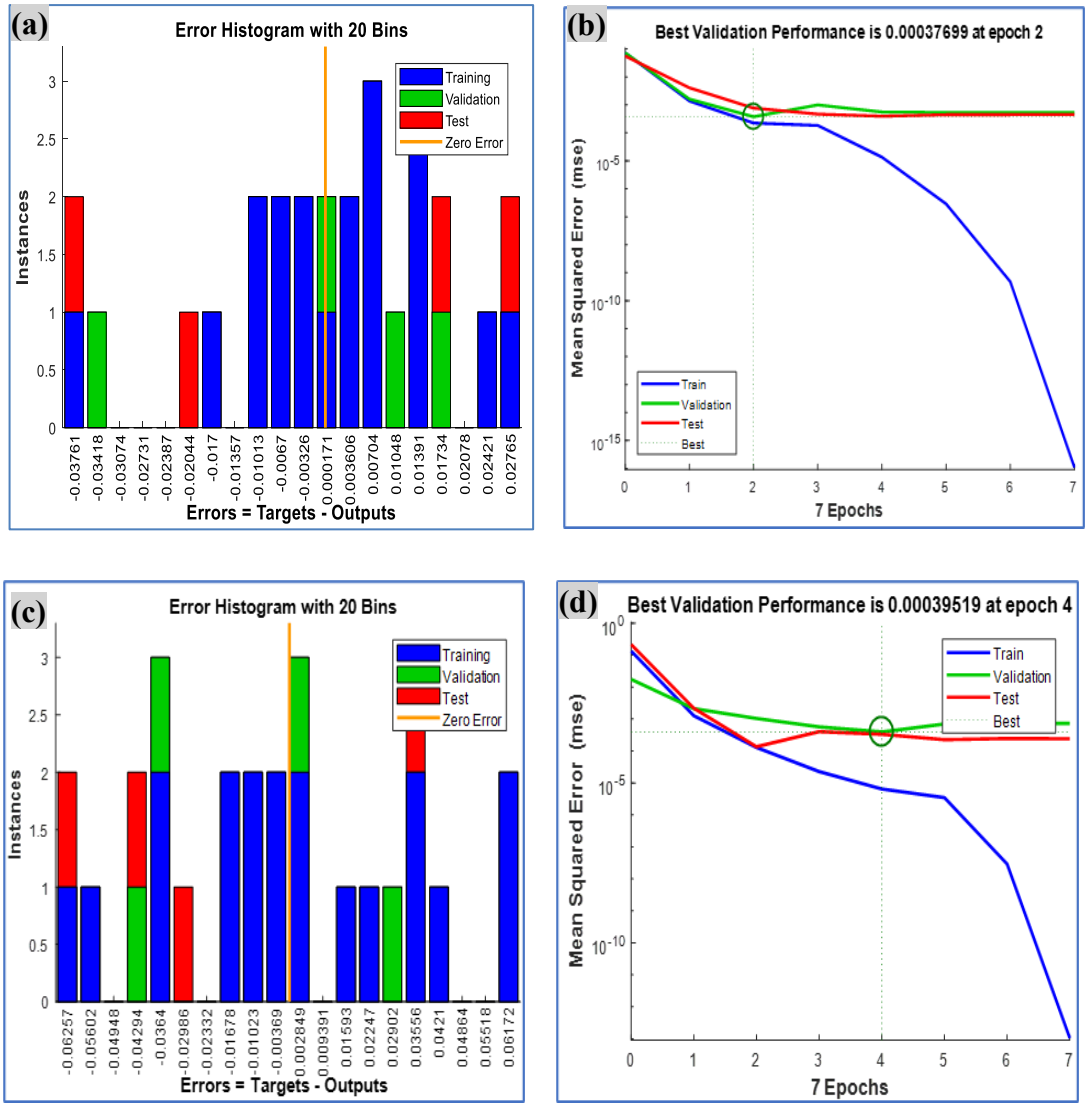


Figure V.7 Résultats de validation du réseau de neurones artificiels (ANN) et distribution des erreurs pour le facteur de délaminage (Fd) pour les forets en (a)-(b) acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN) et (c)-(d) acier rapide (HSS).

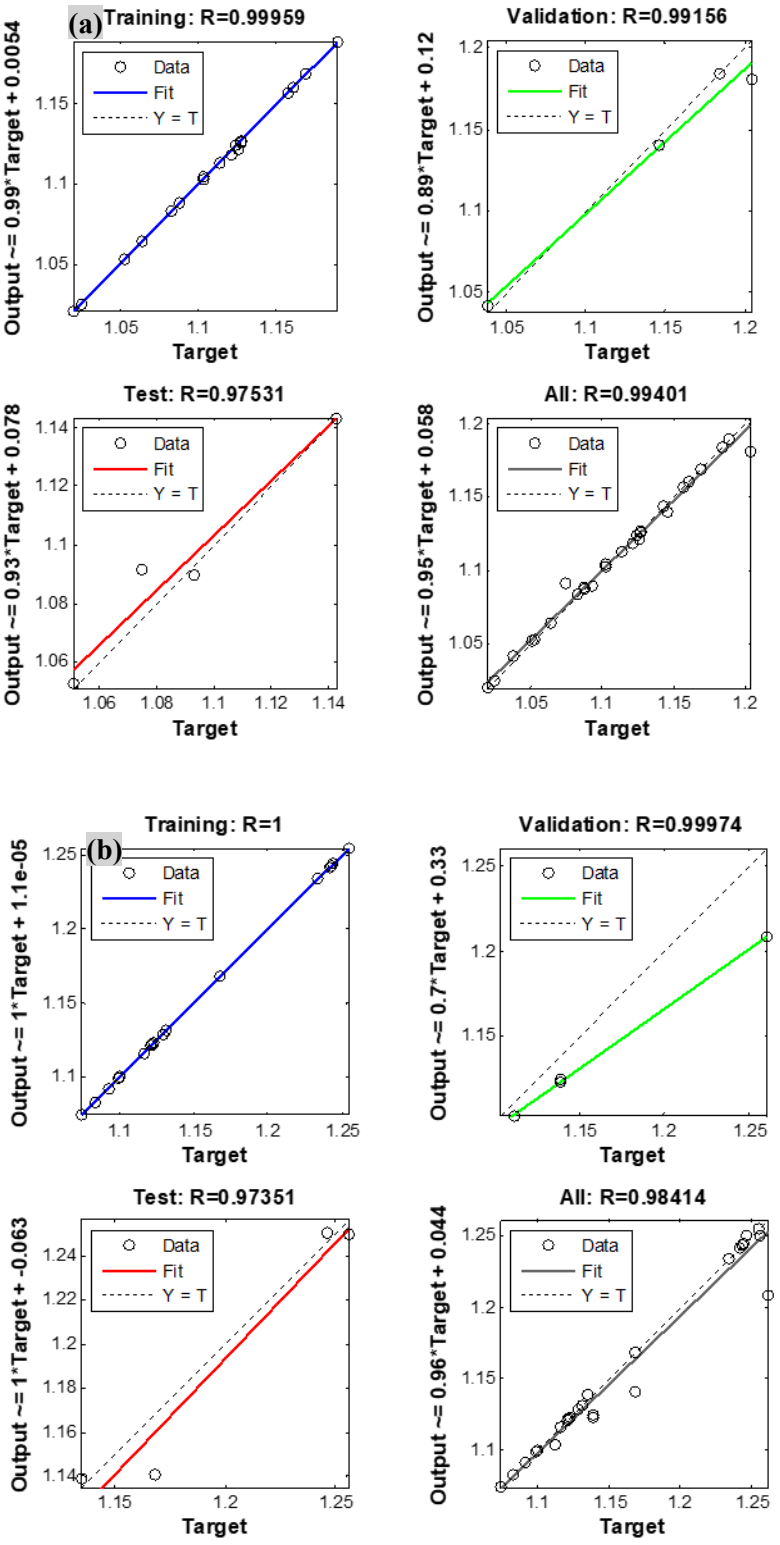


Figure V.8 Performances du modèle sur les jeux de données d'apprentissage, de validation, de test et l'ensemble des données pour les forets en (a) acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN) et (b) acier rapide (HSS).

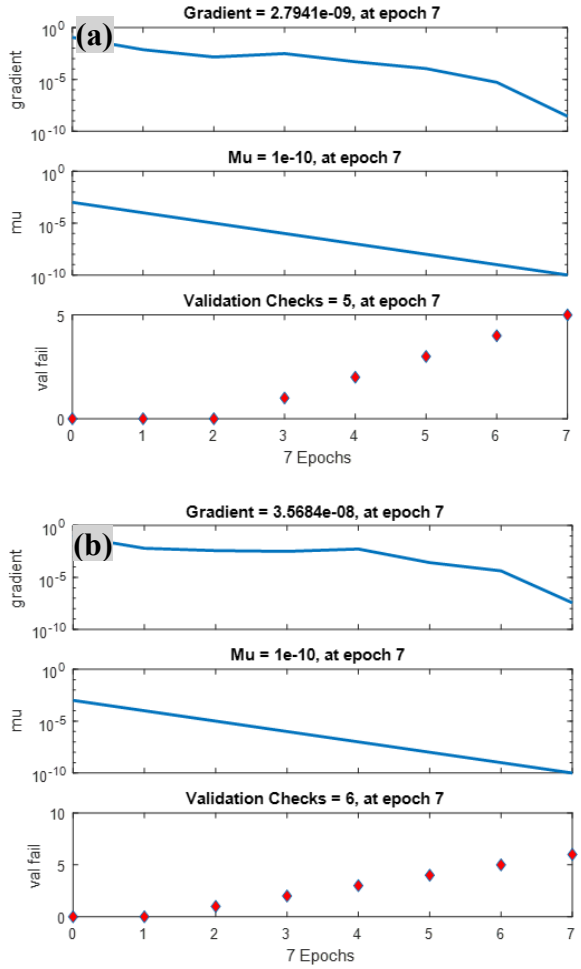


Figure V.9 Évaluation des performances du modèle de réseau de neurones artificiels (ANN) pour la prédiction du facteur de délaminage (Fd) lors du perçage de biocomposites : (a) acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN) et (b) acier rapide (HSS).

Le Tableau V.4 répertorie les jeux de données utilisés pour l'apprentissage et le test lors du développement des modèles. Pour les données prédites par rapport aux valeurs réelles de $\mathbf{F_{d,HSS\text{-}TiN}}$ et $\mathbf{F_{d,HSS}}$, les coefficients de corrélation correspondants pour les jeux de données d'apprentissage, de validation, de test et l'ensemble des données sont respectivement de 0,9955, 0,9294, 0,9811 et 0,9912 d'une part, et de 0,9999, 0,9997, 0,9735 et 0,984 d'autre part. La plupart des valeurs prédites concordent étroitement avec les résultats expérimentaux, ce qui valide davantage la précision des modèles [223].

Tableau V.4 Évaluation des performances des architectures de réseaux de neurones artificiels (ANN) pour le facteur de délaminage (Fd) des outils en acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN) et en (HSS) : valeurs de la racine de l'erreur quadratique moyenne (RMSE) et du coefficient de corrélation (R^2) pour les jeux de données d'apprentissage, de validation et de test.

Modèle	***Architecture du réseau***	***Jeu de données***	***Échantillon***	***RMSE***	***Valeur R^2***
F_d (HSS-TiN)	*3–10–1*	*Apprentissage*	*70%*	*$1{,}24356 \times 10^{-5}$*	*0,9996*
		Test	*15%*	*$2{,}77854 \times 10^{-5}$*	*0,9753*
		Global	*15%*	*$4{,}25467 \times 10^{-3}$*	*0,9940*
F_d (HSS)	*3–10–1*	*Apprentissage*	*70%*	*$3{,}15634 \times 10^{-4}$*	*0,9999*
		Test	*15%*	*$5{,}85364 \times 10^{-4}$*	*0,9735*
		Global	*15%*	*$9{,}91750 \times 10^{-2}$*	*0,9841*

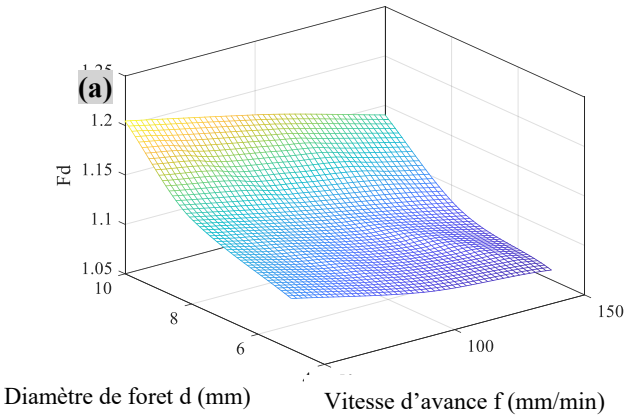
De plus, les équations du Tableau V.5 définissent les relations entre les réponses mesurées et les neurones de la couche cachée au sein de l'architecture du ANN [224]. Les courbes de performance d'apprentissage (Figures V.7b et V.7d) et les états d'apprentissage (Figures V.8c et V.8d) indiquent un surajustement minimal, avec de faibles valeurs d'erreur quadratique moyenne (MSE) atteintes dès le début de l'apprentissage — 0,00269 à l'époque 2 pour l'outil HSS-TiN et 0,00089 à l'époque 4 pour l'outil HSS. Dans l'ensemble, les deux modèles présentent d'excellentes performances prédictives ; cependant, le modèle basé sur l'outil HSS affiche une capacité de généralisation légèrement meilleure et une erreur de validation plus faible, ce qui suggère une plus grande fiabilité pour la prédiction du délaminage dans les applications de perçage de biocomposites [225].

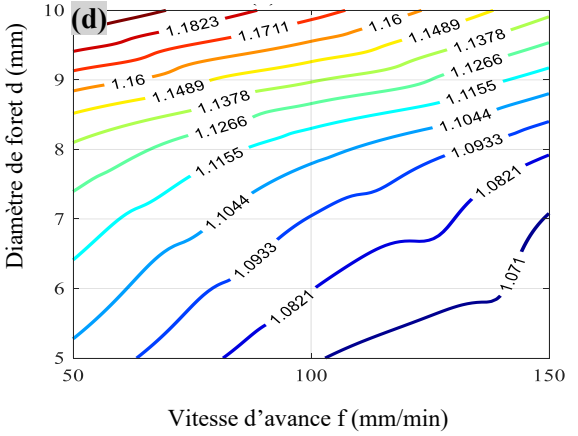
Tableau V.5 Modèles mathématiques des facteurs de délaminage (Fd) pour le perçage des biocomposites de hampe florale *d'Agave americana* (FSAA) par une approche basée sur les réseaux de neurones artificiels (ANN). (HSS : Acier rapide, HSS-TiN : Acier rapide revêtu de titane

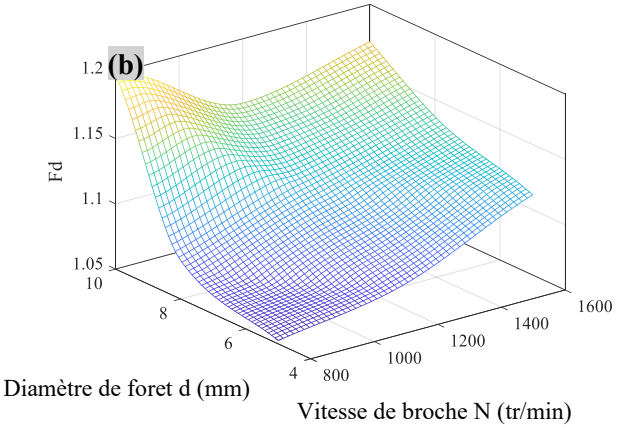
$F_{d,HSS}$ = -0,1466×H1 + 0,2242×H2 + 0,0841×H3 - 0,0667×H4 - 0,1216×H5 + 0,0778×H6 -0,0398×H7 - 0,0904×H8 - 0,0609×H9 + 0,0553×H10 + 1,0291
$H1 = \tanh\left(0{,}5 \times (0{,}0037 \times f - 0{,}0009 \times N + 0{,}3269 \times d - 2{,}2089)\right)$
$H2 = \tanh(0{,}5 \times (0{,}0085 \times f + 0{,}0005 \times N + 0{,}1828 \times d + 2{,}4311))$
$H3 = \tanh(0{,}5 \times (-0{,}0160 \times f - 0{,}0016 \times N + 0{,}3081 \times d + 1{,}1739))$
$H4 = \tanh(0{,}5 \times (-0{,}0203 \times f - 0{,}0018 \times N + 0{,}0245 \times d + 3{,}1773))$
$H5 = \tanh(0{,}5 \times (0{,}0233 \times f + 0{,}0007 \times N + 0{,}2056 \times d - 4{,}2426))$
$H6 = \tanh(0{,}5 \times (0{,}0010 \times f + 0{,}0003 \times N + 0{,}1539 \times d - 1{,}9778))$
$H7 = \tanh(0{,}5 \times (0{,}0024 \times f - 0{,}0005 \times N + 0{,}0299 \times d + 0{,}0150))$
$H8 = \tanh(0{,}5 \times (0{,}0021 \times f - 0{,}0003 \times N + 0{,}1269 \times d - 0{,}7019))$
$H9 = \tanh(0{,}5 \times (-0{,}0072 \times f - 0{,}0003 \times N - 0{,}0486 \times d + 0{,}9814))$
$H10 = \tanh(0{,}5 \times (0{,}0019 \times f - 0{,}0007 \times N - 0{,}0408 \times d + 1{,}2668))$
$F_{d,HSS\text{-}TiN}$ =-0,0021×H1 + -0,1608×H2 + -0,0253×H3 + -0,0853×H4 + -0,0157×H5 + 0,0379×H6 + 0,0187×H7 + 0,1498×H8 + 0,0009×H9 + 0,0102×H10 + 1,1977
$H1 = \tanh(0{,}5 \times (-0{,}0116 \times f + 0{,}0038 \times N + 0{,}1580 \times d - 5{,}6007))$
$H2 = \tanh(0{,}5 \times (0{,}0185 \times f - 0{,}0005 \times N + 0{,}4297 \times d - 5{,}1283))$
$H3 = \tanh(0{,}5 \times (-0{,}0222 \times f - 0{,}0029 \times N + 0{,}0463 \times d + 4{,}4860))$
$H4 = \tanh(0{,}5 \times (-0{,}0198 \times f - 0{,}0024 \times N - 0{,}8834 \times d + 12{,}904))$
$H5 = \tanh(0{,}5 \times (0{,}0409 \times f + 0{,}0017 \times N - 0{,}4921 \times d - 0{,}6391))$
$H6 = \tanh(0{,}5 \times (-0{,}0226 \times f - 0{,}0027 \times N - 0{,}1439 \times d + 7{,}8117))$
$H7 = \tanh(0{,}5 \times (0{,}0465 \times f - 0{,}0067 \times N + 1{,}6580 \times d - 10{,}946))$
$H8 = \tanh(0{,}5 \times (0{,}0082 \times f - 0{,}0001 \times N - 0{,}5455 \times d + 2{,}1240))$
$H9 = \tanh(0{,}5 \times (0{,}0034 \times f + 0{,}0027 \times N - 0{,}8164 \times d + 2{,}2428))$
$H10 = \tanh(0{,}5 \times (0{,}0378 \times f - 0{,}0043 \times N + 0{,}0685 \times d + 1{,}8240))$

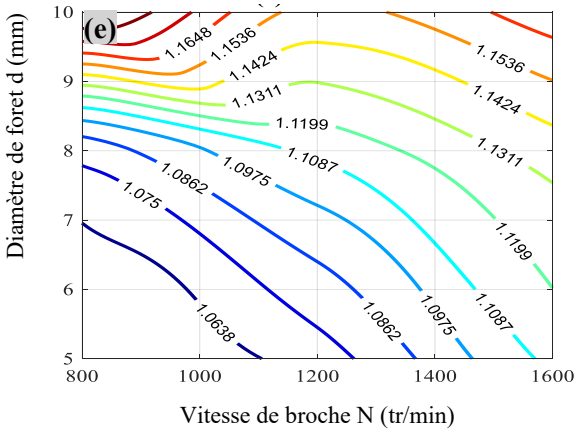
Les Figures V.10 et V.11 illustrent les graphiques de surface de réponse bidimensionnels (2D) et tridimensionnels (3D) générés à l'aide du modèle ANN pour la prédiction de l'effort de perçage sous différentes conditions de coupe avec des outils en HSS-TiN et HSS. Ces surfaces représentent l'influence des principaux paramètres du procédé vitesse de rotation (*N*), vitesse d'avance (*f*) et diamètre du foret (*d*) sur l'effort de perçage résultant. Dans le cas des deux outils, les graphiques révèlent que d exerce l'effet le plus prépondérant sur Fd. À mesure que d augmente, une hausse significative de l'effort de coupe est observée en raison de l'augmentation de la surface de contact et de l'engagement de matière pendant le perçage. De plus, f présente une nette corrélation positive avec Fd. Une valeur de f plus élevée entraîne des copeaux plus épais et un

enlèvement de matière accru, nécessitant ainsi un effort plus important [226]. D'un autre côté, *N* présente un effet plus subtil. Bien que son impact soit moins prononcé, une tendance à une légère diminution des valeurs de Fd à des valeurs de *N* plus élevées est observée, vraisemblablement en raison de l'adoucissement thermique de la pièce et d'une meilleure évacuation des copeaux. Les graphiques de contours 2D sont particulièrement utiles pour identifier les zones de conditions de coupe stables ou critiques. Ces graphiques démontrent comment Fd varie de manière progressive ou abrupte selon les combinaisons de paramètres, permettant ainsi de cibler les zones optimales pour minimiser les contraintes sur l'outil. Les graphiques de surface 3D illustrent en outre les effets d'interaction non linéaires entre les paramètres, mettant en évidence la manière dont les variations de *f* et *d*, ou de *N* et *d*, influencent conjointement l'effort de perçage. Ces résultats sont également en accord avec les résultats de la RSM et confirment la robustesse ainsi que la précision du modèle ANN à saisir des comportements complexes dans les procédés d'usinage, tout comme son utilité pour l'optimisation des opérations de perçage avec les outils HSS et HSS-TiN [227].









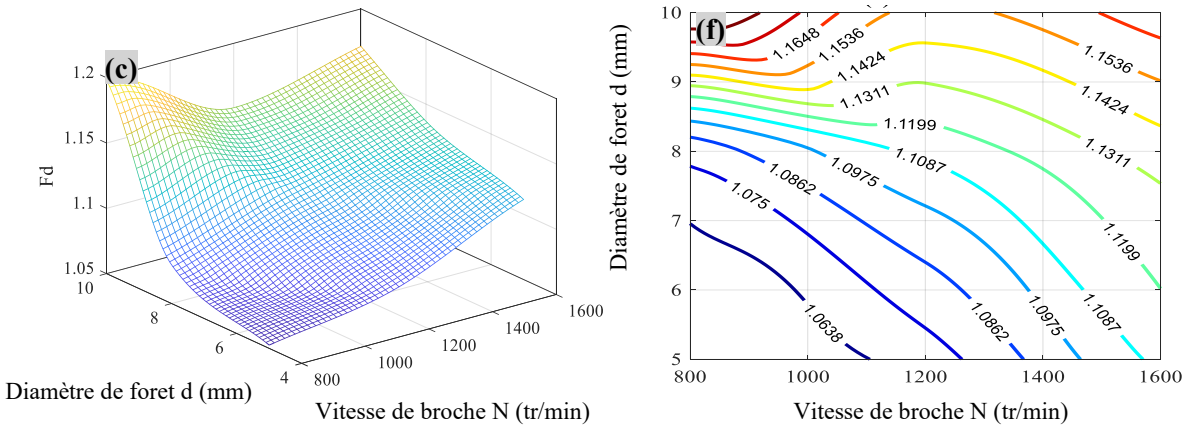
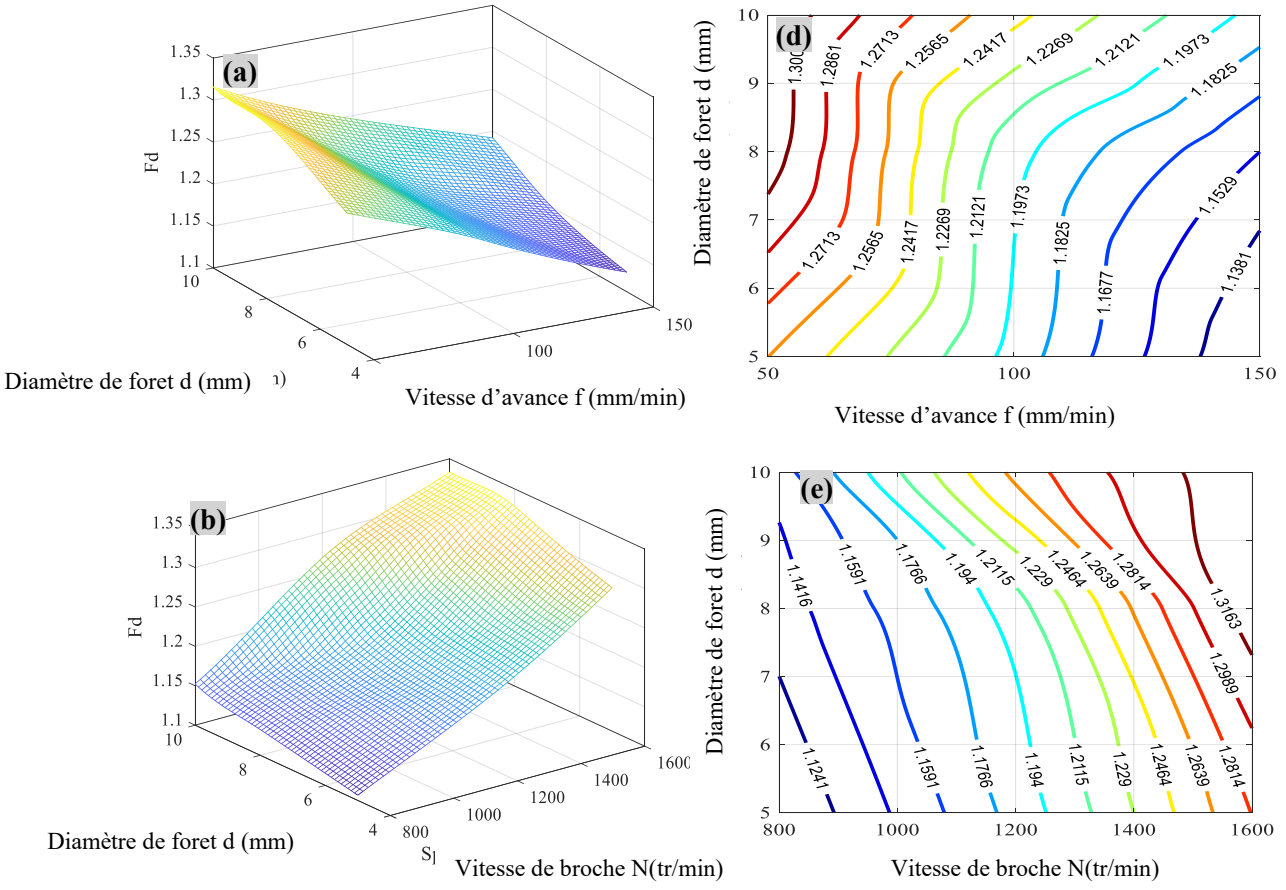


Figure V.10 Graphiques de surface de réponse bidimensionnels (2D) et tridimensionnels (3D) du facteur de délaminage (Fd) en fonction des paramètres de coupe vitesse de rotation (N), vitesse d'avance (f) et diamètre du foret (d) obtenus à l'aide du modèle de réseau de neurones artificiels (ANN) pour un outil en acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN).



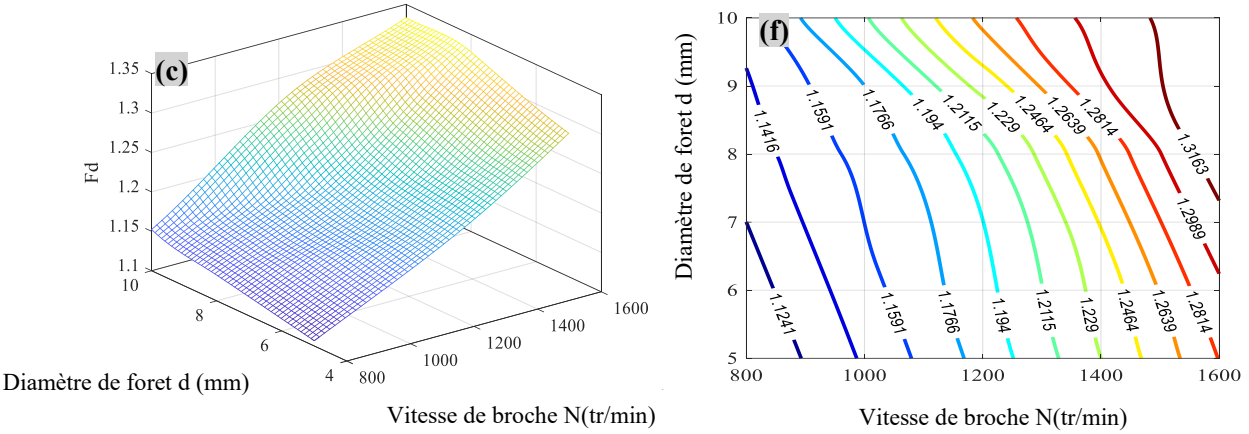


Figure V.11 Graphiques de surface de réponse bidimensionnels (2D) et tridimensionnels (3D) du facteur de délaminage (Fd) en fonction des paramètres de coupe vitesse de rotation (N), vitesse d'avance (f) et diamètre du foret (d) obtenus à l'aide du modèle de réseau de neurones artificiels (ANN) pour un outil en acier rapide (HSS).

V.2.6. Modélisation prédictive des résultats expérimentaux à l'aide de réseaux de neurones artificiels (ANN) et de la méthode des surfaces de réponse (RSM)

Le degré de significativité statistique et les résultats encourageants issus des techniques ANN et RSM en lien avec les données observées sont présentés dans le Tableau V.6.

Tableau V.6 Données statistiques concernant le R^2, l'erreur quadratique moyenne (MSE) et la racine de l'erreur quadratique moyenne (RMSE) de Fd,HSS et Fd,HSS-TiN obtenus par RSM et ANN.

Responses	R^2		MSE		RMSE	
	RSM	ANN	RSM	ANN	RSM	ANN
$F_{d,HSS-TiN}$	0,9811	0,9940	0,1263	0,1032	0,2534	0,1253
$F_{d,HSS}$	0,9804	0,9841	0,2412	0,0432	0,0864	0,0453

Les valeurs de R^2 du modèle ANN sont supérieures à celles du modèle RSM. La méthode RSM donne un R^2 de 0,9811 et une MSE de 0,1263 pour l'outil HSS-TiN, tandis que l'ANN donne un R^2 de 0,9940 et une MSE de 0,1032. Les erreurs RMSE de chaque modèle ont également été examinées. Les valeurs prédictes par le modèle ANN ont montré des valeurs de RMSE plus faibles que celles du modèle RSM lorsqu'elles ont été comparées aux réponses réelles. Les Figures V.12 et V.13 présentent une comparaison entre les valeurs mesurées et prédictes de facteur de délaminage obtenues

à l'aide des modèles RSM et ANN pour les forets en HSS et en HSS-TiN. Les graphiques en radar illustrent la qualité de l'ajustement entre les prédictions des modèles et les mesures expérimentales à travers différentes conditions, tandis que les graphiques de résidus offrent une vue quantitative des erreurs des modèles via la distribution des erreurs de prédiction. Pour l'outil HSS-TiN, le modèle ANN fait preuve d'une grande précision pour reproduire les données expérimentales, avec des valeurs prédictes étroitement alignées sur l'ensemble de la matrice d'essais. Les résidus associés aux prédictions de l'ANN sont à la fois faibles et répartis symétriquement autour de zéro, ce qui indique un biais limité et une forte capacité de généralisation. Cela montre que le modèle ANN capture efficacement les non-linéarités inhérentes à la relation entre les paramètres de coupe (*N, f* et *d*) [228]. Pour l'outil HSS, les deux méthodes de modélisation affichent des performances prédictives satisfaisantes. Cependant, le modèle ANN surpasse toujours le modèle RSM, en particulier dans des conditions présentant une plus grande variabilité ou des interactions complexes entre les paramètres [229]. Bien que la méthode RSM ait tendance à produire des approximations plus lisses, sa capacité limitée à modéliser les effets non linéaires se traduit par des résidus légèrement plus élevés et moins constants.

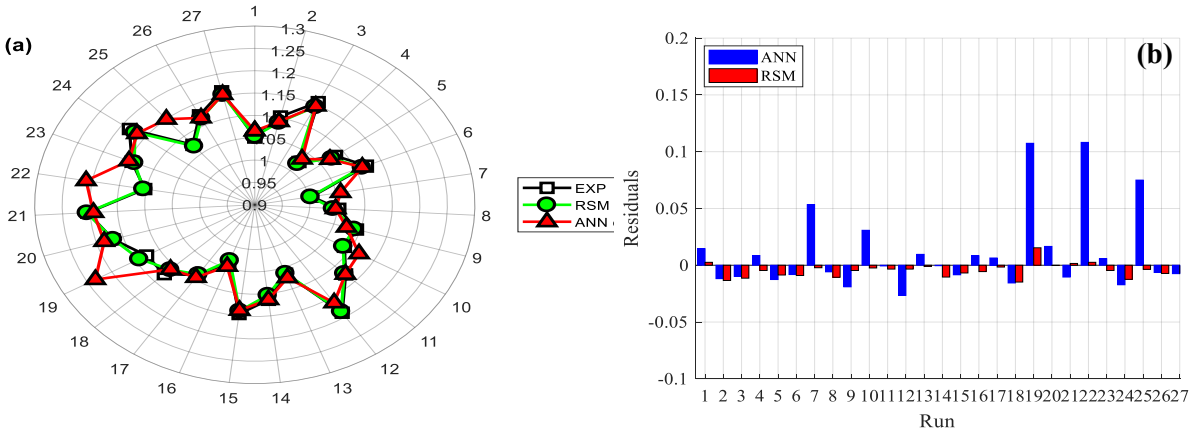


Figure V.12 Comparaison des résultats expérimentaux et prédits du facteur de délaminage (Fd) à l'aide des modèles de la méthode des surfaces de réponse (RSM) et des réseaux de neurones artificiels (ANN) pour l'acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN). (a) Valeurs de Fd prédictes vs. Expérimentales, (b) Résidus des prédictions de Fd.

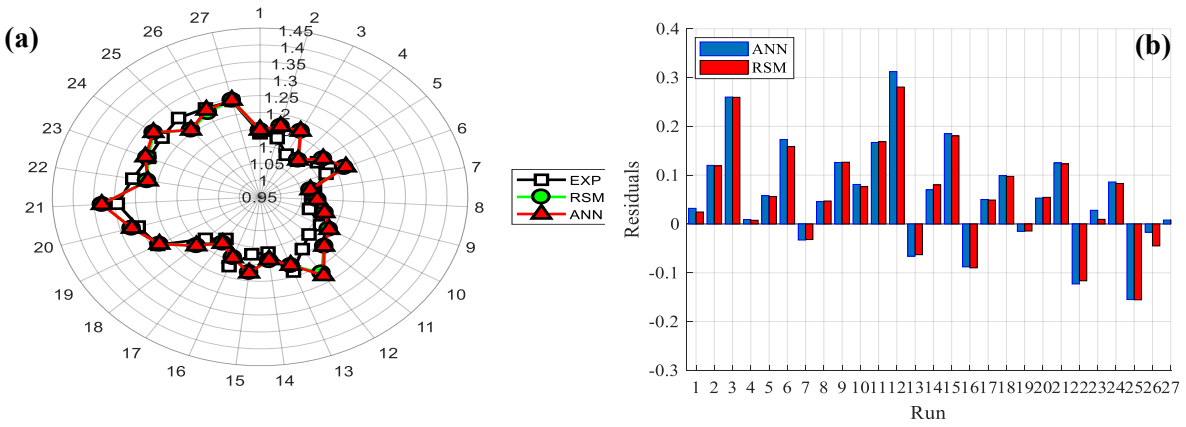


Figure V.13 Comparaison des résultats expérimentaux et prédits du facteur de délaminage (Fd) à l'aide des modèles de la méthode des surfaces de réponse (RSM) et des réseaux de neurones artificiels (ANN) pour l'acier rapide (HSS). (a) Valeurs de Fd prédictes vs. Expérimentales, (b) Résidus des prédictions de Fd.

V.2.7. Conditions de perçage optimales

Les graphiques de désirabilité fournissent une évaluation globale de la manière dont les principaux paramètres du procédé, tels que l'avance (*f*), la vitesse de broche (*N*) et le diamètre du foret (*d*), influencent de façon significative le résultat de l'usinage et l'objectif global d'optimisation dans un système multi-réponses. Ces graphiques en surface et en contours combinent plusieurs critères de performance en une seule fonction de désirabilité composite (DF), variant de 0 (le moins désirable) à 1 (le plus désirable), permettant ainsi de sélectionner les paramètres de procédé optimaux au sein du plan d'expériences. Les graphiques en contours des Figures V.14 (a-c) qu'une augmentation de l'avance *f* diminue le délaminage, ce qui correspond à une augmentation de la désirabilité. Le deuxième paragraphe a été corrigé pour rétablir la cohérence physique globale du mémoire [230].

De même, l'interaction entre *f* et *d* présente une augmentation constante de la désirabilité sur l'ensemble de l'espace d'expérimentation, et le graphique de *N* confirme que des niveaux plus élevés pour ces deux variables favorisent des conditions quasi-optimales. Les paramètres optimaux obtenus sont : une vitesse d'avance de 138,59 mm/min, une vitesse de rotation de 817,04 tr/min et un diamètre d'outil de 9,97 mm. Ces conditions minimisent le délaminage, avec Fd = 1,019 pour l'outil HSS-TiN et Fd = 1,074 pour l'outil HSS, où l'outil HSS-TiN s'est également révélé plus efficace que l'outil HSS pour réduire le facteur de délaminage. Cette convergence confirme l'efficacité du revêtement TiN pour améliorer la qualité du perçage des biocomposites naturels [231].

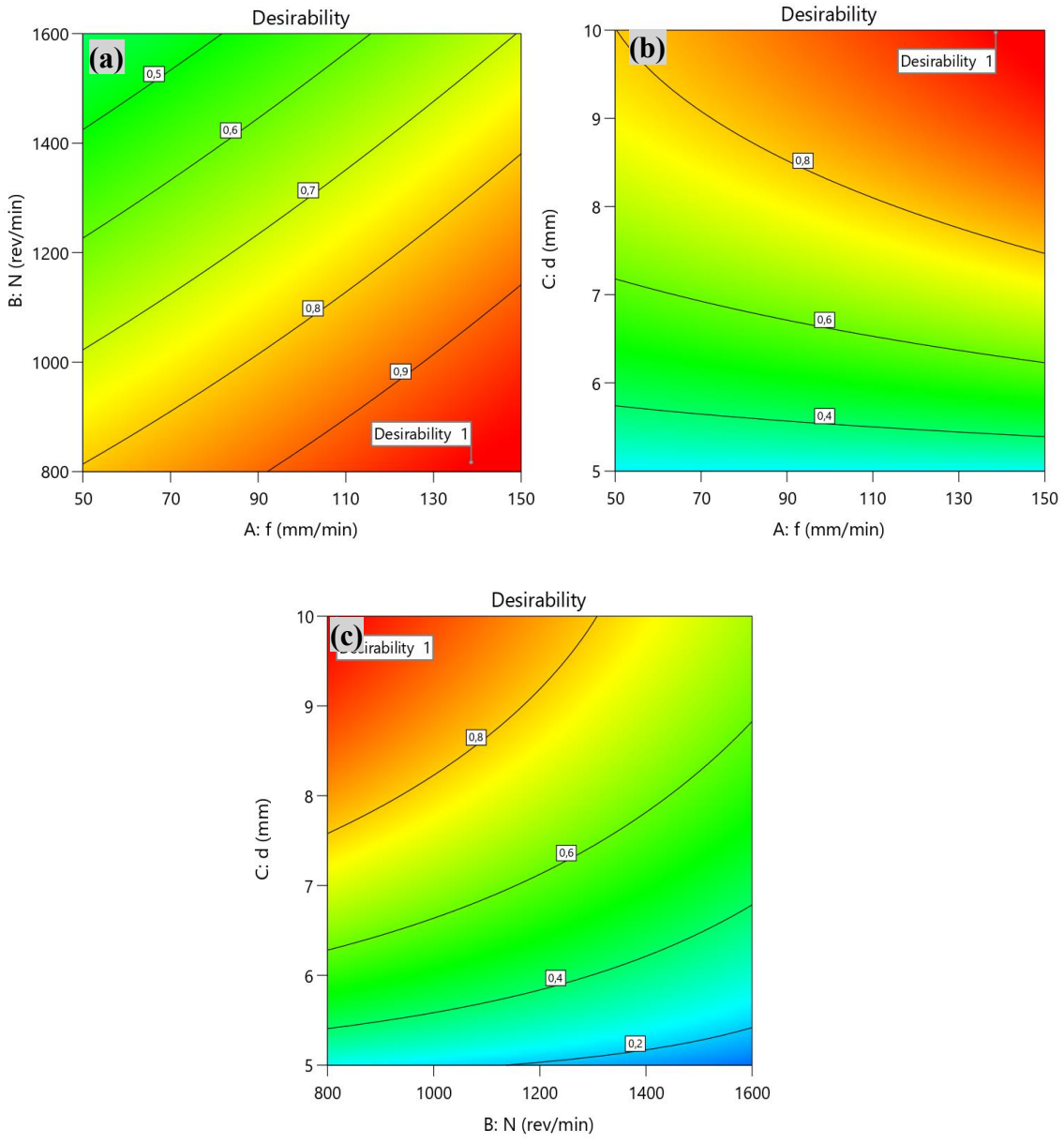


Figure V.14 Graphique de la fonction de désirabilité (DF) pour l'optimisation combinée du facteur de délaminage (Fd) pour l'acier rapide revêtu de titane (HSS-TiN) et l'acier rapide (HSS).

L'analyse de désirabilité révèle des tendances distinctes quant à l'influence des paramètres de perçage sur les métriques de performance prédites [232] . Comme le montre le premier graphique de la Figure V.15a, la désirabilité diminue modérément lorsque *f* augmente, ce qui indique que des valeurs de *f* plus faibles conduisent à de meilleurs résultats de perçage, probablement en réduisant les mécanismes d'endommagement tels que le délaminage. À l'inverse, le deuxième graphique montre une corrélation linéaire positive entre *N* et la désirabilité, ce qui suggère que des vitesses de rotation plus élevées améliorent la qualité du perçage et réduisent les défauts dans la plage testée (Figure

V.15b). Le troisième graphique met en évidence une augmentation non linéaire de la désirabilité avec *d*, où des valeurs de d plus grandes améliorent significativement la réponse, possiblement en raison d'une rigidité accrue de l'outil et d'une réduction des contraintes autour du trou (Figure V.15c) [233] .

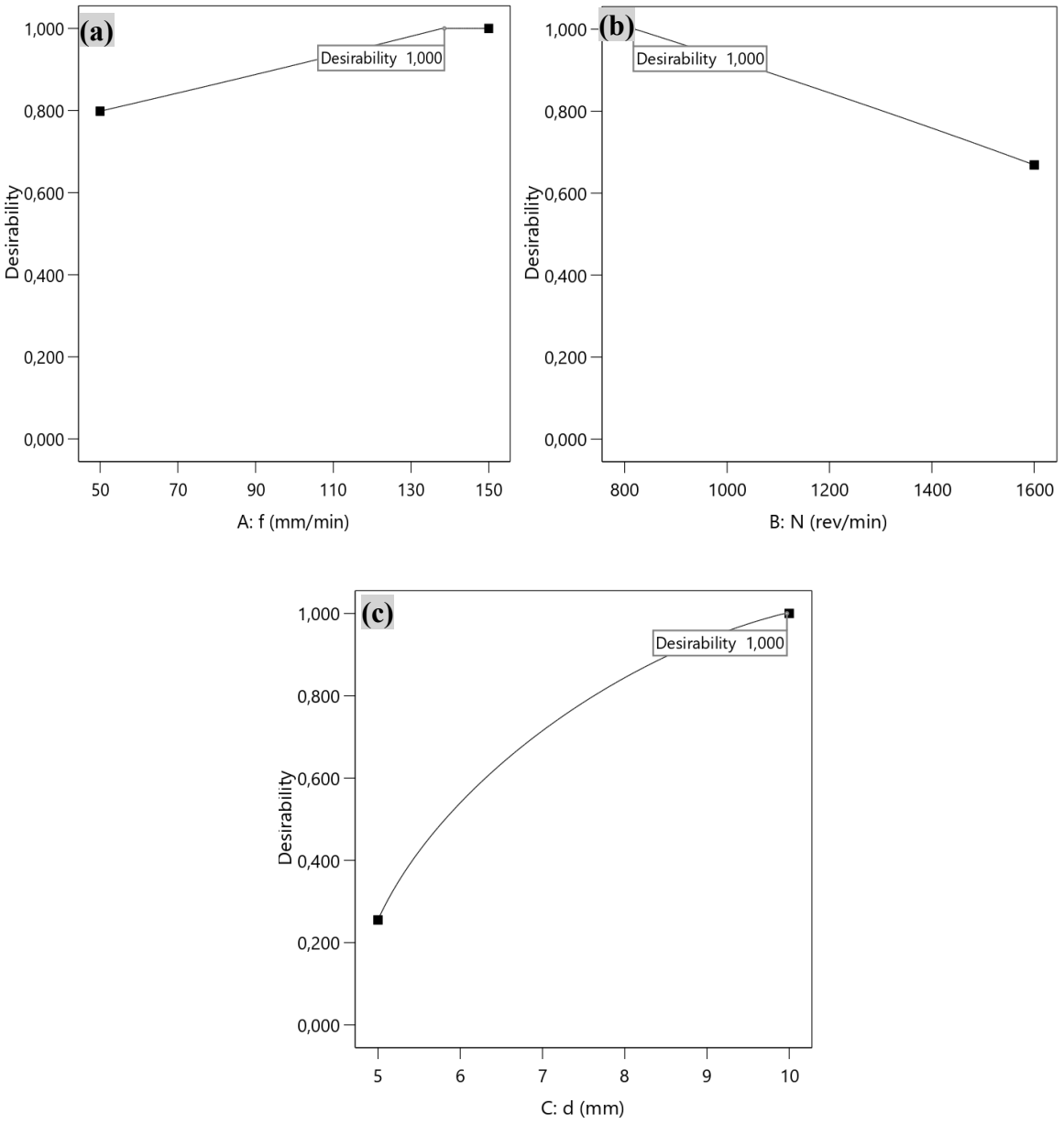


Figure V.15 Graphique de la fonction de désirabilité (DF) montrant les valeurs optimales : vitesse d'avance (f) = 50 mm/min, vitesse de broche (N) = 1800 tr/min et diamètre de perçage (d) = 5 mm.

V.3. Conclusion

Cette étude a évalué de manière approfondie l'influence de l'avance par tour (f), de la vitesse de rotation de la broche (N) et du diamètre du foret (d) sur le facteur de délaminage

(Fd) lors du perçage de biocomposites renforcés par des fibres de tige florale *d'Agave americana* (FSAA), en utilisant deux types d'outils : un foret en acier rapide non revêtu (HSS) et un foret en acier rapide revêtu de nitrure de titane (HSS-TiN). Les principaux résultats établis sont les suivants : Performances des outils : Le foret HSS-TiN a systématiquement surpassé le foret HSS non revêtu, obtenant une réduction du délaminage allant jusqu'à 19 % dans des conditions identiques (par exemple, Fd = 1,020 pour l'outil HSS-TiN contre 1,074 pour l'outil HSS à N = 800tr/min, f = 150 mm/minet d = 5mm. Cette amélioration est attribuée à une meilleure résistance à l'usure et à la réduction du frottement apportées par le revêtement en TiN. Effet de l'avance et du diamètre : L'augmentation de l'avance par tour (f) et du diamètre du foret (d) a généralement conduit à une diminution du facteur Fd, contrairement aux tendances habituellement observées dans les composites conventionnels. Cela suggère une interaction particulière entre la géométrie de l'outil et la structure du biocomposite à base de FSAA. Effet de la vitesse de rotation : Des vitesses de broche (N) plus élevées ont légèrement réduit le délaminage ; le facteur Fd maximal a été réduit d'environ 4,5 % lors de l'utilisation du foret HSS-TiN par rapport au foret HSS pour N = 1600tr/mi, f = 50 mm/min d = 10 mm. Modélisation prédictive : Les modèles basés sur la méthodologie des surfaces de réponse (RSM) et sur les réseaux de neurones artificiels (ANN) ont tous deux prédit avec précision les valeurs de Fd, l'approche par ANN se montrant supérieure à la RSM en termes de précision prédictive et de robustesse. Conditions optimales : Le facteur de délaminage le plus faible Fd = 1,019 a été prédit pour le foret HSS-TiN aux conditions optimales suivantes : d = 9,97mm, f = 138,59 mm/min et N = 817,04 tr/min, soulignant ainsi l'importance d'une optimisation multiparamétrique. Bien que l'impact des paramètres de perçage sur le délaminage des biocomposites à base de FSAA ait été démontré avec succès dans cette étude, l'effort de coupe en particulier l'effort d'avance (ou force de poussée), qui joue un rôle crucial dans l'amorçage et la propagation du délaminage n'a été ni mesuré directement ni modélisé. L'effort d'avance étant la cause mécanique principale de l'endommagement interlaminaire lors du perçage, cette omission constitue une limitation importante. Afin de développer des modèles prédictifs plus fiables, les travaux futurs devront se concentrer sur la mesure expérimentale de cet effort d'avance sous différentes conditions de perçage et types d'outils, ainsi que sur sa corrélation directe avec le comportement au délaminage.

Références bibliographiques

Références

[1] D. Y. Thimmegowda and J. Hindi, “Enhancement of Mechanical Properties of Natural Fiber Reinforced Polymer Composites Using Different Approaches — A Review,” *Compos. Sci.*, vol. 9, p. 220, 2025, doi: https://doi.org/10.3390/jcs9050220.

[2] Y. Gangurde, K. Deshmukh, S. Dhutre, and D. Jangam, “A Comprehensive Review Article on Natural Fiber Polymer Composites,” *Int. J. Res. Publ. Rev.*, vol. 3, no. 7, pp. 2781–2786, 2022, doi: https://doi.org/10.36664/bt/2022/v69i1/172533.

[3] I. Elfaleh *et al.*, “A comprehensive review of natural fibers and their composites: An eco-friendly alternative to conventional materials,” *Results Eng.*, vol. 19, no. July, p. 101271, 2023, doi: 10.1016/j.rineng.2023.101271.

[4] T. Eleutério, M. Jo, and M. G. Meirelles, “A Review of Natural Fibers : Classification , Composition , Extraction , Treatments , and Applications,” *fibers*, vol. 13, no. 1, pp. 1–39, 2025, doi: https://doi.org/10.3390/fib13090119.

[5] D. Ren, C. Yan, P. Duan, Z. Zhang, L. Li, and Z. Yan, “Durability performances of wollastonite, tremolite and basalt fiber-reinforced metakaolin geopolymer composites under sulfate and chloride attack,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 134, no. x, pp. 56–66, 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.12.103.

[6] Y. T. and M. Z. R. 1College Deju Zhu1, “Basalt fiber: composites and applications 12,” *Materials (Basel).*, vol. 17, no. 12, pp. 1–24, 2024, doi: 10.3390/ma17123623.

[7] S. Doner, G. A. Lyngdoh, S. Nayak, and S. Das, “Fracture response of wollastonite fiber-reinforced cementitious composites: Evaluation using micro-indentation and finite element simulation,” *Ceram. Int.*, vol. 48, no. 11, pp. 15493–15503, 2022, doi: 10.1016/j.ceramint.2022.02.083.

[8] M. Syduzzaman, M. A. Al Faruque, K. Bilisik, and M. Naebe, “Plant-based natural fibre reinforced composites: A review on fabrication, properties and applications,” *Coatings*, vol. 10, no. 10, pp. 1–34, 2020, doi: 10.3390/coatings10100973.

[9] S. Eyupoglu, C. Eyupoglu, and N. Merdan, “Extraction and characterization of novel cellulosic fiber from Phytolacca americana plant stem,” *Biomass Convers. Biorefinery*,

vol. 15, no. 18, pp. 24951–24964, 2025, doi: 10.1007/s13399-025-06748-6.

[10] M. Meddah, M. Rokbi, and M. Zaoui, “Extraction and characterization of novel natural lignocellulosic fibers from Malva sylvestris L.,” *J. Compos. Mater.*, vol. 57, no. 5, pp. 897–912, 2023, doi: 10.1177/00219983221146355.

[11] J. Hindi, A. A. Abdul Salam, K. Muralishwara, B. M. Gurumurthy, Y. M. Shivaprakash, and A. Ibrahim, “Characterization of Novel Cellulosic Salvadora Persica Fiber for Potentiality in Polymer Matrix Composites,” *J. Nat. Fibers*, vol. 21, no. 1, 2024, doi: 10.1080/15440478.2024.2409874.

[12] S. Ahmima, N. Naar, J. Patryk, I. Klapiszewska, and Ł. Klapiszewski, “Isolation and Characterization of Novel Cellulose Micro / Nanofibers from Lygeum spartum Through a Chemo-Mechanical Process,” *Polymers (Basel).*, vol. 16, 2024, doi: . https://doi.org/10.3390/polym16213001.

[13] E. R. Lozada, C. M. Gutiérrez Aguilar, J. A. Jaramillo Carvalho, J. C. Sánchez, and G. Barrera Torres, “Vegetable Cellulose Fibers in Natural Rubber Composites,” *Polymers (Basel).*, vol. 15, no. 13, pp. 1–18, 2023, doi: 10.3390/polym15132914.

[14] S. F. Santos, *Characterization of vegetable fibers and their application in cementitious composites*, vol. 262. 2016.

[15] N. Ehiosu, S. Rusnakova, A. Ebele, R. Olabanji, S. Onyedekachi, and A. Nosakhare, “A comprehensive review of natural fiber reinforced Polymer composites as emerging materials for sustainable applications,” *Appl. Mater. Today*, vol. 43, no. February, p. 102666, 2025, doi: 10.1016/j.apmt.2025.102666.

[16] M. A. Azman *et al.*, “Natural fiber reinforced composite material for product design: A short review,” *Polymers (Basel).*, vol. 13, no. 12, pp. 9172 (1–12), 2021, doi: 10.3390/polym13121917.

[17] N. Kaliappan *et al.*, “Extraction and characterization of natural fibers from Muntingia calabura twigs for sustainable applications,” *Sci. Rep.*, vol. 15, pp. 1–12, 2025, doi: https://doi.org/10.1038/s41598-025-09172-y.

[18] S. Eyupoglu, C. Eyupoglu, and N. Merdan, “Characterization of a novel natural plant - based fiber from reddish shell bean as a potential reinforcement in bio - composites,”

Biomass Convers. Biorefinery, vol. 15, pp. 4259–4268, 2025, doi: 10.1007/s13399-024-05269-y.

[19] T. T. Gebretsadik *et al.*, "Characterization and Comparative Insights on Agave Americana and Agave Sisalana Leaf Fibers for High-Performance Applications," *J. Nat. Fibers*, vol. 20, no. 2, 2023, doi: 10.1080/15440478.2023.2246648.

[20] R. Koundal, R. Khanduja, A. Sharma, and K. Singh, "Journal of Fibers and Polymer Composites," *J. Fibers Polym. Compos.*, vol. 2, no. 2, pp. 67–80, 2023, doi: https://doi.org/10.55043/jfpc.v2i2.73.

[21] Y. Tasgin, G. Demircan, S. Kandemir, and A. Acikgoz, "Mechanical , wear and thermal properties of natural fiber - reinforced epoxy composite : cotton , sisal , coir and wool fibers," *J. Mater. Sci.*, vol. 59, no. 24, pp. 10844–10857, 2024, doi: 10.1007/s10853-024-09810-2.

[22] B. Pradeepa, M. Malathi, and A. V Kiruthika, "Properties of Jute Fibre Reinforced Polymer Composites – A Review," *Eur. J. Eng. Sci. Technol.*, vol. 6, pp. 10–29, 2023, doi: . https://doi.org/10.33422/ejest.v6i1.1052.

[23] M. Fan and F. Fu, *Advanced High Strength Natural Fibre Composites in Construction*. 2016. doi: 10.1016/c2014-0-03942-1.

[24] R. M. Iqbal, R. Ahammad, M. Arifuzzaman, M. S. Islam, and M. M. Islam, "Manufacturing and Properties of Jute Fiber-Reinforced Polymer Composites—A Comprehensive Review," *Materials (Basel).*, vol. 18, no. 5, pp. 1016 (1–22), 2025, doi: 10.3390/ma18051016.

[25] N. B. Chanu, B. B. Kalita, and S. Boruah, "A Comprehensive Study on Physicochemical , Mechanical Properties , and Characterization of Jute Fiber," *Int. J. Curr. Microbiol. Appl. Sci. ISSN*, vol. 13, no. 9, pp. 138–148, 2024, doi: https://doi.org/10.20546/ijcmas.2024.1309.015.

[26] N. K. Faheed, "Advantages of natural fiber composites for biomedical applications : a review of recent advances," *Emergent Mater.*, vol. 7, no. 1, pp. 63–75, 2024, doi: 10.1007/s42247-023-00620-x.

[27] A. Jorddy *et al.*, "Sustainable Blocks Reinforced with Agave americana L . Fiber and

Its Mechanical Properties," *Civ. Eng. Archit.*, vol. 11, no. 4, pp. 2072–2086, 2023, doi: 10.13189/cea.2023.110428.

[28] S. C. Davis, "Agave americana : Characteristics and Potential Breeding Priorities," *Plants*, vol. 11, no. 17, pp. 2305 (1–12), 2022, doi: https://doi.org/10.3390/plants11172305.

[29] M. Johannes, S. Rachel, and A. Burton, "Exploring arbuscular mycorrhizal colonization in Agave tequilana : Insights into mycorrhizal partnerships of an emerging crop," *Mycorrhiza*, vol. 35, no. 1, p. 35:52, 2025, doi: https://doi.org/10.1007/s00572-025-01225-4.

[30] I. Onakpoma, A. O. Oluwadare, N. B. Ndulue, and T. A. Amusan, "Relationship between Leaf and Fibre Characteristics of Agave sisalana," *Asian J. Res. Agric. For.*, vol. 6, no. 1, pp. 25–32, 2020, doi: 10.9734/AJRAF/2020/v6i130096.

[31] D. Trujillo-ramírez, M. G. Bustos-vázquez, A. Martínez-velasco, and R. T. L. Santos, "Chemical, physical, and anatomical characterization of Agave americana L. fibers," *Trop. Subtrop. Agroecosystems*, vol. 26, pp. 1–18, 2023, doi: http://doi.org/10.56369/tsaes.4619 Copyright.

[32] H. Laouici, A. Benkhelladi, F. Drouiche, L. Sahli, and L. Bouchelouh, "Study of thermal and mechanical properties of fibers extracted from Algerian Agave americana L . and their polymer composites," *Int. J. Mech. Sci. Adv. Mater.*, vol. 1, pp. 1–7, 2024, doi: 10.3390/ijmsam2401006.

[33] M. Bermúdez-Bazán *et al.*, "Agave angustifolia Haw. Leaves as a Potential Source of Bioactive Compounds: Extraction Optimization and Extract Characterization," *Molecules*, vol. 29, no. 5, 2024, doi: 10.3390/molecules29051137.

[34] Z. Ortega *et al.*, "Characterization of Agave americana L. plant as potential source of fibres for composites obtaining," *SN Appl. Sci.*, vol. 1, no. 9, pp. 1–9, 2019, doi: 10.1007/s42452-019-1022-2.

[35] T. H. Ghadeer Y. Farag, a, b Eman M. A. Abou Taleb, b Tamer Hamoudac, DG. Y. Farag, E. M. A. Abou Taleb, "Natural Fibers Extraction Methods and Properties: A Review," *Egypt. J. Chem.*, vol. 68, no. 3, pp. 445–464, 2025, doi: 10.21608/EJCHEM.2024.296725.9842.

[36] M. Mohammadi and M. R. Ishak, “Exploring Chemical and Physical Advancements in Surface Modification Techniques of Natural Fiber Reinforced Composite : A Comprehensive Review,” *J. Nat. Fibers*, vol. 21, no. 1, pp. 1–45, 2024, doi: 10.1080/15440478.2024.2408633.

[37] A. C. Vale, L. Leite, V. Pais, J. Bessa, F. Cunha, and R. Fangueiro, “Extraction of Natural-Based Raw Materials Towards the Production of Sustainable Man-Made Organic Fibres,” *Polymers (Basel).*, vol. 16, no. 24, 2024, doi: 10.3390/polym16243602.

[38] T. A. Kinjawadekar and S. Patil, “Structural Performance of Columns with Glass Fiber-Reinforced Polymer Bars Under Axial Compression,” *Fibers*, vol. 13, no. 11, pp. 1–24, 2025, doi: https://doi.org/10.3390/fib13110156.

[39] T. Manu, A. Reza, B. Shahri, N. Emerson, and T. Huber, “Biocomposites : A review of materials and perception,” *Mater. Today Commun.*, vol. 31, no. November 2021, p. 103308, 2022, doi: https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.103308.

[40] D. Mohankumar *et al.*, “Extraction of plant based natural fibers – A mini review,” *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 1145, no. 1, p. 012023, 2021, doi: 10.1088/1757-899x/1145/1/012023.

[41] R. K. Dahal, B. Acharya, and A. Dutta, “Mechanical , Thermal , and Acoustic Properties of Hemp and Biocomposite Materials : A Review,” *J. Compos. Sci.*, vol. 6, no. 12, pp. 1–25, 2022, doi: https://doi.org/10.3390/jcs6120373.

[42] O. Fibers *et al.*, “Review on Hybrid Reinforced Polymer Matrix Composites with Natural and Synthetic Fibers,” *Polymers (Basel).*, vol. 15, no. 4, pp. 1–26, 2023, doi: https://doi.org/10.3390/polym15040984.

[43] Z. Soydan, F. İ. Şahin, and N. Acaral, “Advancements in polymeric matrix composite production : A review on methods and approaches,” *Turkish J. Eng.*, vol. 8, no. 4, pp. 677–686, 2024, doi: https://doi.org/10.31127/tuje.1468998.

[44] S. Laz and D. Dobrot, “Eco-Design of Polymer Matrix Composite Parts : A Review,” *Polymers (Basel).*, vol. 15, no. 17, pp. 1–22, 2023, doi: https://doi.org/10.3390/polym15173634.

[45] A. Pokharel, K. J. Falua, and A. Babaei-ghazvini, “Biobased Polymer Composites : A Review,” *J. Compos. Sci.*, vol. 6, no. 9, pp. 1–25, 2022, doi: https://doi.org/10.3390/jcs6090255.

[46] K. Pooja, N. Tarannum, and P. Chaudhary, “Metal matrix composites : revolutionary materials for shaping the future,” *Discov. Mater.*, vol. 5, pp. 1–18, 2025, doi: 10.1007/s43939-025-00226-6.

[47] S. Shrivastava, D. K. Rajak, T. Joshi, D. K. Singh, and D. P. Mondal, “Ceramic Matrix Composites: Classifications, Manufacturing, Properties, and Applications,” *ceramics*, vol. 7, pp. 652–679, 2024, doi: https://doi.org/10.3390/ceramics7020043.

[48] T. Hassane, K. Tarek, and D. Samir, “Étude du comportement mécanique des structures composites sollicitées en traction en présence de trous,” 2016.

[49] J. Kaufmann, A. G. Temesgen, and H. Cebulla, “A comprehensive review on natural fiber reinforced hybrid composites processing techniques , material properties and emerging applications,” *Discov. Mater.*, vol. 5, pp. 1–20, 2025, doi: https://doi.org/10.1007/s43939-025-00419-z.

[50] A. Gondaliya, N. Alipoormazandarani, M. Kleiman, and E. J. Foster, “Sustainable compressed biocomposite : Review on development and novel approaches,” *Mater. Today Commun.*, vol. 35, p. 105846, 2023, doi: 10.1016/j.mtcomm.2023.105846.

[51] W. Li, T. Feng, T. Lu, F. Zhao, J. Zhao, and W. Guo, “Optimization of Compression Molding Parameters and Lifecycle Carbon Impact Assessment of Bamboo Fiber-Reinforced Polypropylene Composites,” *Polymers (Basel).*, vol. 16, no. 23, pp. 1–19, 2024, doi: https://doi.org/10.3390/polym16233435.

[52] C. Sous, C. Mecanique, and E. T. Thermomecanique, “THÈSE EN CO-TUTELLE,” no. July, 2020, doi: 10.13140/RG.2.2.13357.51687.

[53] U. S. Pawar, S. S. Chavan, D. D. Mohite, and Y. V. Thorat, “Development of lightweight and high-strength natural fiber hybrid composites using Vacuum-Assisted Resin Transfer Molding process,” *Mater. Today Proc.*, no. February, p. 7853, 2024, doi: 10.1016/j.matpr.2024.05.096.

[54] M. L. et al. Y. Jiang, J. Xu, “Simulation Study and Optimization Strategies for Vacuum

Infusion of GFRP Hoses Based on Resin," *Polymers (Basel).*, vol. 16, pp. 1–20, 2024, doi: https://doi.org/10.3390/polym16101328.

[55] M. Berges and E. Group, "Mécanismes de dégradation sous sollicitations hydrothermomécaniques de biocomposites et renforts en fibres végétales : application au développement de mobiliers urbains ultralégers ... Ecole Doctorale Sciences Pour l ' Ingénieur et Microtechniques (ED SP," 2020.

[56] S. Zhou, "Injection Molding of Polymers and Polymer Composites," *Polymers (Basel).*, vol. 16, no. 13, pp. 1–20, 2024, doi: https://doi.org/10.3390/polym16131796.

[57] R. Caban, A. Dudek, and J. Pietraszek, "Work Safety During the Injection Molding Process of Polymer Materials," *Syst. Saf. Hum. - Tech. Facil. - Environ.*, vol. 6, no. 1, pp. 320–329, 2024, doi: 10.2478/czoto-2024-0034.

[58] K. KARTHIK *et al.*, "State of the Art: Natural fibre-reinforced composites in advanced development and their physical/chemical/mechanical properties," *Chinese J. Anal. Chem.*, vol. 52, no. 7, p. 100415, 2024, doi: 10.1016/j.cjac.2024.100415.

[59] Anil R. Saradva, "An Injection Molding Process in Plastic- A review," *Int. J. Sci. Res. Sci. Technol.*, vol. 12, no. 1, pp. 334–337, 2025, doi: 10.32628/ijsrst2310176.

[60] K. Minchenkov, A. Vedernikov, and A. Safonov, "Thermoplastic Pultrusion : A Review," *Polymers (Basel).*, vol. 13, no. 2, pp. 1–25, 2021, doi: https://doi.org/10.3390/polym13020180.

[61] E. Spyridonos, M. Witt, K. Dippon, and M. Milwich, "Illustration of optimisation processes to develop high-performance biocomposites for architectural and structural applications," *Compos. Part C Open Access*, vol. 14, no. July, pp. 1–15, 2024, doi: 10.1016/j.jcomc.2024.100492.

[62] V. Kumar, K. W. Shahwan, W. Kuang, K. L. Simmons, P. Taynton, and E. R. Cieslinski, "Pultrusion and Vitrimer Composites : Emerging Pathways for Sustainable Structural Materials," *J. Compos. Sci.*, vol. 9, no. 10, pp. 1–40, 2025, doi: https://doi.org/10.3390/jcs9100559.

[63] N. Allanic, "Analyse thermocinétique de la cristallisation en milieu confiné d'un composite à base d'une résine thermoplastique (Polyamide 66) Rapporteurs," 2016.

[64] X. Bi and R. Huang, “Materials & Design 3D printing of natural fiber and composites : A state-of-the-art review,” *Mater. Des.*, vol. 222, pp. 1–16, 2022, doi: 10.1016/j.matdes.2022.111065.

[65] E. Celik, M. Uysal, O. Y. Gumus, and C. Tasdemir, “3D-Printed Biocomposites from Hemp Fibers Reinforced Polylactic Acid: Thermal, Morphology, and Mechanical Performance,” *Bioresour.* , vol. 20, no. 1, pp. 331–356, 2025, doi: 10.15376/biores.20.1.331-356.

[66] A. Soni, S. Kumar, G. Dhinakaran, V. Jitendra, and K. Katiyar, *3D - printed sustainable biocomposites via valorization of biomass : focus on challenges and their future perspectives*, vol. 32, no. 50. Springer Berlin Heidelberg, 2025. doi: 10.1007/s11356-025-37109-5.

[67] L. Chaunier, “Matériaux thermoplastiques à base de biopolymère pour leur impression 3D par dépôt de fil fondu,” 2020.

[68] E. Aigaje, A. Riofrio, and H. Baykara, “Processing, Properties, Modifications, and Environmental Impact of Nanocellulose/Biopolymer Composites: A Review,” *Polymers (Basel).*, vol. 15, no. 5, pp. 1–36, 2023, doi: 10.3390/polym15051219.

[69] B. Haruna, I. Abdullahi, and U. Abdullahi, “A comprehensive review of performance enhancement of hybrid rice husk polymer resin biocomposite,” *J. Umm Al-Qura Univ. Eng. Archit.*, vol. 16, no. 4, pp. 1309–1321, 2025, doi: 10.1007/s43995-025-00167-4.

[70] Y. Fedai, “Optimization of Drilling Parameters in Drilling of MWCNT-Reinforced GFRP Nanocomposites Using Fuzzy AHP-Weighted Taguchi-Based MCDM Methods,” *Processes*, vol. 11, no. 10, 2023, doi: 10.3390/pr11102872.

[71] J. P. Correa-aguirre, F. Luna-vera, C. Caicedo, B. Vera-mondrag, and M. A. Hidalgo-salazar, “The Effects of Reprocessing and Fiber Treatments on the Properties of Polypropylene-Sugarcane Bagasse Biocomposites,” *Polymers (Basel).*, vol. 12, no. 7, pp. 1–17, 2020, doi: 10.3390/polym12071440.

[72] P. Jagadeesh, S. Mavinkere, J. Selvi, S. Gorbatyuk, A. Khan, and M. Doddamani, “Drilling characteristics and properties analysis of fiber reinforced polymer composites : A comprehensive review,” *Heliyon*, vol. 9, no. 3, pp. 1–22, 2023, doi: 10.1016/j.heliyon.2023.e14428.

[73] B. Yalçın and Y. Öz, “Effect of Drilling Parameters and Tool Diameter on Delamination and Thrust Force in the Drilling of High-Performance Glass / Epoxy Composites for Aerospace Structures with a New Design Drill,” *Polymers (Basel).*, vol. 16, no. 1, pp. 1–18, 2024, doi: https://doi.org/10.3390/polym16213011.

[74] I. M. Naemah, “Analysis of the Influents of Cutting Parameters in Drilling GFRP Composites Using Taguchi Method,” *Diyala J. Eng. Sci. J.*, vol. 16, no. 1, pp. 78–92, 2023, doi: 10.24237/djes.2023.16108.

[75] N. Mahadevappa, V. K. Shankar, S. Sehgal, and R. Upadhya, “Study the Impact of Drilling Process Parameters on Natural Fiber Reinforced Herringbone Epoxy Composites,” *Ann. Chim. - Sci. des Matériaux*, vol. 44, no. 5, pp. 339–345, 2020, doi: https://doi.org/10.18280/acsm.440506.

[76] P. Ji and C. Wang, “Research on drilling method for carbon fiber-reinforced plastic based on ultrasonic vibration-assisted drilling,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 136, no. 11–12, pp. 5321–5337, 2025, doi: 10.1007/s00170-025-15421-1.

[77] C. Peng, J. Macher, P. Fuchs, Q. Tao, T. Krivec, and T. Antretter, “Femtosecond laser drilling of epoxy composites: a review of mechanisms, modeling, and adaptive control,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 141, no. 7–8, pp. 3493–3513, 2025, doi: 10.1007/s00170-025-16896-8.

[78] X. Xue, O. Salenko, A. Gavrushkevych, and H. Habuzian, “A Review of Abrasive Water Jet Cutting Technology for Composite Materials,” *Mech. Adv. Technol.*, vol. 9, no. 3, pp. 372–385, 2025, doi: 10.20535/2521-1943.2025.9.3(106).315941.

[79] M. S. S. et al. D. Rajendra, “‘Study on abrasive water jet drilling for graphite filled glass/epoxy laminates,’” *J. Mech. Eng. Sci.*, vol. 13, no. 2, pp. 5126–5136, 2019, doi: //doi.org/10.15282/jmes.13.2.2019.24.0421 Study.

[80] A. Bahei, E. Deen, M. R. A. Elsad, and M. El, “Multi optimization of laser drilling of GFRP composites via TOPSIS approach,” *Discov. Appl. Sci. Res.*, vol. 7, pp. 1–16, 2025, doi: https://doi.org/10.1007/s42452-025-07281-x.

[81] L. Sheng, X. Cheng, S. Jiang, C. Zhao, J. Liu, and C. Jing, “Investigation on cutting of CFRP composite by nanosecond short-pulsed laser with rotary drilling method,” *Sci. Eng. Compos. Mater.*, vol. 32, pp. 20240047 (1–12), 2025, doi:

https://doi.org/10.1515/secm-2024-0047.

[82] A. Elhadi, S. Amroune, M. Slamani, M. Jawaid, U. Koklu, and T. Bidi, “Evaluation of drilling by induced delamination of hybrid biocomposites reinforced with natural fibers : A statistical analysis by RSM,” *J. Compos. Mater.*, vol. 58, no. 25, pp. 3520–3535, 2024, doi: 10.1177/00219983241271035.

[83] H. R. C. Cerqueira, E. Matos, J. L. Esteves, S. C. F. Fernandes, and L. M. P. Dur, “A Statistical Study on the Influence of Drilling Process in Delamination Observed in Composite Plates,” *Materials (Basel).*, vol. 18, no. 7, pp. 1–16, 2025, doi: https://doi.org/10.3390/ma18071595.

[84] J. Xu, N. Geier, J. Shen, and V. Krishnaraj, “A review on CFRP drilling : fundamental mechanisms , damage issues , and approaches toward high-quality drilling,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 24, pp. 9677–9707, 2023, doi: 10.1016/j.jmrt.2023.05.023.

[85] M. Abul, H. Shibly, M. Ul, and P. Sen, “Investigation of the physical, chemical and thermal properties of natural fiber from the Ravenala madagascariensis leaf stalk,” *R. Soc. Chem.*, vol. 15, pp. 25150–25163, 2025, doi: 10.1039/d5ra00644a.

[86] S. Ovalı, O. Eryılmaz, and S. Uyanık, “Exploring the potential of sustainable natural cellulosic fiber from Sorghum bicolor (Sorghum vulgare var . technicus) stem for textile and composite applications,” *Cellulose*, vol. 31, no. 5, pp. 3289–3302, 2024, doi: 10.1007/s10570-024-05800-4.

[87] E. R. S. L. F. A. Nascimento, H. M. Nascimento, D. C. T. Granzotto, “Obtention and characterization of polypropylene composites reinforced with new natural fibers from Yucca aloifolia L .,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 227, no. July, p. 109414, 2021, doi: https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.109414.

[88] T. Djoudi, M. Hecini, D. Scida, Y. Djebloun, and H. Djemai, “Physico-Mechanical Characterization of Composite Materials Based on Date Palm Tree Fibers,” *J. Nat. Fibers*, vol. 18, no. 6, pp. 789–802, 2021, doi: 10.1080/15440478.2019.1658251.

[89] M. Ramesh, M. Tamil Selvan, A. Felix Sahayaraj, I. Jenish, P. Balakrishnan, and A. Ravanan, “Investigation of mechanical and viscoelastic properties of Agave cantala fiber-reinforced green composites for structural applications,” *Proc. Inst. Mech. Eng. Part E J. Process Mech. Eng.*, vol. 237, no. 6, pp. 2145–2156, 2023, doi:

10.1177/09544089231191024.

[90] A. Balaji, R. Purushothaman, R. Udhayasankar, S. Vijayaraj, and B. Karthikeyan, “Study on Mechanical, Thermal and Morphological Properties of Banana Fiber-Reinforced Epoxy Composites,” *J. Bio- Tribo-Corrosion*, vol. 6, no. 2, pp. 1–10, 2020, doi: 10.1007/s40735-020-00357-8.

[91] B. Adda, A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bourchak, “Experimental investigation and optimization of delamination factors in the drilling of jute fiber–reinforced polymer biocomposites with multiple estimators,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 116, no. 9–10, pp. 2885–2907, 2021, doi: 10.1007/s00170-021-07628-9.

[92] J. A. Lolo, S. Nikmatin, H. Alatas, D. D. Prastyo, and A. Syafiuddin, “Fabrication of biocomposites reinforced with natural fibers and evaluation of their physio-chemical properties,” *Biointerface Res. Appl. Chem.*, vol. 10, no. 4, pp. 5803–5808, 2020, doi: 10.33263/BRIAC104.803808.

[93] L. Sheferaw, R. K. Gideon, H. Ejegu, and Y. Gatew, “Extraction and Characterization of Fiber from the Stem of Cyperus Papyrus Plant,” *J. Nat. Fibers*, vol. 20, no. 1, 2023, doi: 10.1080/15440478.2022.2149661.

[94] J. G. Montalvo and T. M. Von Hoven, “Review of standard test methods for moisture in lint cotton,” *J. Cotton Sci.*, vol. 12, no. 1, pp. 33–47, 2008.

[95] S. Atoui, A. Belaadi, B. X. Chai, M. M. S. Abdullah, A. Al-Khawlani, and D. Ghernaout, “Extracting and characterizing novel cellulose fibers from Chamaerops humilis rachis for textiles’ sustainable and cleaner production as reinforcement for potential applications,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 276, no. May, p. 134029, 2024, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2024.134029.

[96] S. Atoui, A. Belaadi, M. Boumaaza, I. M. H. Alshaikh, and D. Ghernaout, “Weibull Statistics and ANOVA Analysis of the Tensile Mechanical Characteristics of Chamaerops humilis Cellulose Fibers and Sustainable Twisted Yarns,” *J. Nat. Fibers*, vol. 21, no. 1, 2024, doi: 10.1080/15440478.2024.2431677.

[97] A. Khelifi *et al.*, “Effects of alkaline treatment of Washingtonia mesh waste on the mechanical and physical properties of bio-mortar: experimental and prediction models,” *Biomass Convers. Biorefinery*, vol. 14, no. 9, pp. 10621–10650, 2024, doi:

10.1007/s13399-023-04221-w.

[98] H. Boumediri, A. Bezazi, G. G. Del Pino, A. Haddad, F. Scarpa, and A. Dufresne, “Extraction and characterization of vascular bundle and fiber strand from date palm rachis as potential bio-reinforcement in composite,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 222, Oct. 2019, doi: 10.1016/j.carbpol.2019.114997.

[99] R. Gopinath, P. Billigraham, and T. P. Sathishkumar, “Characterization Studies on New Cellulosic Fiber Extracted from Leucaena Leucocephala Tree,” *J. Nat. Fibers*, vol. 20, no. 1, 2023, doi: 10.1080/15440478.2022.2157922.

[100] P. K. Parida, A. K. Pradhan, and M. K. Pandit, “Characterization of Cellulose Fiber Extracted from Stems of Myriostachya wightiana (MW) Plants: A Viable Reinforcement for Polymer Composite,” *Fibers Polym.*, vol. 24, no. 2, pp. 489–503, Feb. 2023, doi: 10.1007/s12221-023-00020-2.

[101] A. Belaadi, S. Amroune, and M. Bourchak, “Effect of eco-friendly chemical sodium bicarbonate treatment on the mechanical properties of flax fibres: Weibull statistics,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 106, no. 5–6, pp. 1753–1774, 2020, doi: 10.1007/s00170-019-04628-8.

[102] S. Dutta, N. K. Kim, R. Das, and D. Bhattacharyya, “Effects of sample orientation on the fire reaction properties of natural fibre composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 157, pp. 195–206, 2019, doi: 10.1016/j.compositesb.2018.08.118.

[103] L. Segal, J. J. Creely, A. E. Martin, and C. M. Conrad, “An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer,” *Text. Res. J.*, vol. 29, no. 10, pp. 786–794, 1959, doi: 10.1177/004051755902901003.

[104] M. H. H. M. Rosdi, N. A. Ahad, and D. Shahdan, “Comparison on oil and water absorption ability of various natural fiber,” *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 2169, no. 1, 2022, doi: 10.1088/1742-6596/2169/1/012021.

[105] E. Mahdi, D. R. H. Ochoa, A. Vaziri, A. K. Bandaru, P. K. A. V Kumar, and A. Dean, “Effects of water absorption on the mechanical and morphological properties of date palm leaf fiber-reinforced polymer composites,” *Compos. Struct.*, vol. 368, no. January, p. 119286, 2025, doi: 10.1016/j.compstruct.2025.119286.

[106] W. Weibull, “Wide applicability,” *J. Appl. Mech.*, vol. 103, pp. 293–297, 1951.

[107] E. Manaila, G. Craciun, and D. Ighigeanu, “Water Absorption Kinetics in Natural Rubber Composites Reinforced with Natural Fibers Processed by Electron Beam Irradiation,” *Polymers (Basel).*, vol. 12, no. 2437, 2020, doi: 10.3390/polym12112437.

[108] A. Lekrine, A. Belaadi, M. Boumaaza, H. Alshahrani, and M. Bourchak, “Water absorption of industrial high-density polyethylene biocomposites reinforced with Washingtonia filifera fibers: optimization using Fick’s, RSM, and ANN models,” *Res. Sq.*, vol. 20, pp. 1–21, 2022, doi: 10.21203/rs.3.rs-1538795/v1.

[109] M. H. Palmiyanto, E. Surojo, D. Ariawan, and F. Imaduddin, “E - glass / kenaf fibre reinforced thermoset composites fiiled with MCC and immersion in a different fluid,” *Sci. Rep.*, vol. 12, no. 0123456789, pp. 1–19, 2022, doi: 10.1038/s41598-022-24506-w.

[110] R. Q. C. Melo, M. V. Lia Fook, and A. G. B. Lima, “Non-fickian moisture absorption in vegetable fiber reinforced polymer composites: The effect of the mass diffusivity,” *Polymers (Basel).*, vol. 13, no. 5, pp. 1–33, 2021, doi: 10.3390/polym13050761.

[111] N. Helya, I. Kamaludin, H. Ismail, A. Rusli, and S. Sung, “Thermal behavior and water absorption kinetics of polylactic acid / chitosan biocomposites,” *Iran. Polym. J.*, vol. 29, no. 0123456789, pp. 883–894, 2020, doi: 10.1007/s13726-020-00879-5.

[112] R. M. Fajar, M. Asrofi, D. Djumhariyanto, S. Junus, M. R. M. Asyraf, and L. Rajeshkumar, “Studies on Tensile Strength, Fracture Surface and Biodegradation of Biocomposite From Polyvinyl Alcohol (PVA) Filled by Sugarcane Bagasse Fiber,” *J. Fibers Polym. Compos.*, vol. 2, no. 1, pp. 46–55, 2023, doi: https://doi.org/10.55043/jfpc.v2i1.75.

[113] S. A. Awad, M. Jawaid, A. Safwan, and E. M. Khalaf, “Dimension stability , tensile and thermomechanical properties of bamboo / oil palm fibre reinforced bio-epoxy hybrid biocomposites,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 30, no. May, pp. 7440–7446, 2024, doi: 10.1016/j.jmrt.2024.05.130.

[114] A. Pisupati, M. Curto, T. Laurent, B. Cosson, C. H. Park, and H. N. Dhakal, “Influence of Cooling Rate on the Flexural and Impact Properties of Compression Molded Non-Woven Flax / PLA Biocomposites,” *Polymers (Basel).*, vol. 17, pp. 1–17, 2025, doi:

https://doi.org/10.3390/polym17040493.

[115] L. Ravikumar and D. Chandramohan, “Flexural Test on Hybrid Biocomposite Materials,” *Indian J. Sci. Technol.*, vol. 10, no. 7, pp. 1–5, 2017, doi: 10.17485/ijst/2017/v10i7/108478.

[116] I. Lalaymia, A. Belaadi, A. Bedjaoui, H. Alshahrani, and M. K. A. Khan, “Extraction and characterization of fiber from the flower stalk of the Agave plant for alternative reinforcing biocomposite materials,” *Biomass Convers. Biorefinery*, vol. 14, pp. 14321–14335, 2023, doi: 10.1007/s13399-023-04782-w.

[117] S. Lakshmipriya and N. M. Imayathamizhan, “Development of silk/polycaprolactone biocomposite for internal bone plate application,” *J. Ind. Text.*, vol. 51, no. 1, pp. 3–23, 2021, doi: 10.1177/1528083719886052.

[118] P. S. R. Senthil Maharaj and A. Vasanthanathan, “An insight into the mechanical and tribological behavior of carbon-flax reinforced bioepoxy hybrid composite bone plates for orthopedic applications,” *Polym. Polym. Compos.*, vol. 31, pp. 1–11, 2023, doi: 10.1177/09673911231178444.

[119] A. Belaadi, M. Boumaaza, H. Alshahrani, and M. Bourchak, “Delamination in drilling of jute/cork-reinforced polymer biosandwich materials: optimization by response surface methodology and genetic algorithm,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 122, no. 3–4, pp. 2095–2111, 2022, doi: 10.1007/s00170-022-10001-z.

[120] L. M. P. Durão, J. E. Matos, N. C. Loureiro, J. L. Esteves, and S. C. F. Fernandes, “Damage Propagation by Cyclic Loading in Drilled Carbon/Epoxy Plates,” *Materials (Basel).*, vol. 16, no. 7, 2023, doi: 10.3390/ma16072688.

[121] G. Franz, P. Vantomme, and M. H. Hassan, “A Review on Drilling of Multilayer Fiber-Reinforced Polymer Composites and Aluminum Stacks: Optimization of Strategies for Improving the Drilling Performance of Aerospace Assemblies,” *Fibers*, vol. 10, no. 9, 2022, doi: 10.3390/fib10090078.

[122] Y. Karpat, U. Karagüzel, and O. Bahtiyar, “A thermo-mechanical model of drill margin-borehole surface interface contact conditions in dry drilling of thick CFRP laminates,” *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 154, no. October 2019, 2020, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2020.103565.

[123] M. Slamani *et al.*, “Investigating the impact of drill material on hole quality in jute/palm fiber reinforced hybrid composite drilling with uncertainty analysis,” *Heliyon*, vol. 10, no. 17, p. 36925, 2024, doi: 10.1016/j.heliyon.2024.e36925.

[124] I. Dembri, A. Belaadi, M. Boumaaza, H. Alshahrani, and M. Bourchak, “Drilling performance of short Washingtonia filifera fiber–reinforced epoxy biocomposites: RSM modeling,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 121, no. 11–12, pp. 7833–7850, 2022, doi: 10.1007/s00170-022-09849-y.

[125] M. Atagur *et al.*, “Evaluating of reinforcing effect of Ceratonia Siliqua for polypropylene: Tensile, flexural and other properties,” *Polym. Test.*, vol. 89, p. 106607, 2020, doi: 10.1016/j.polymertesting.2020.106607.

[126] R. Benyettou, S. Amroune, M. Slamani, and A. Kiliç, “Investigation of Machinability of Biocomposites: Modeling and Ann Optimization,” *Acad. J. Manuf. Eng.*, vol. 21, no. 1, pp. 97–104, 2023.

[127] A. Belaadi *et al.*, “Extraction and Characterization of a New Lignocellulosic Fiber from Yucca Treculeana L. Leaf as Potential Reinforcement for Industrial Biocomposites,” *J. Nat. Fibers*, vol. 19, no. 15, pp. 12235–12250, 2022, doi: 10.1080/15440478.2022.2054895.

[128] A. Khan *et al.*, “Extraction and characterization of natural fiber from Eleusine indica grass as reinforcement of sustainable fiber reinforced polymer composites,” *J. Nat. Fibers*, vol. 18, no. 11, pp. 1742–1750, 2021, doi: 10.1080/15440478.2019.1697993.

[129] G. Gedik, “Extraction of new natural cellulosic fiber from Trachelospermum jasminoides (star jasmine) and its characterization for textile and composite uses,” *Cellulose*, vol. 28, no. 11, pp. 6899–6915, 2021, doi: 10.1007/s10570-021-03952-1.

[130] V. Amutha and B. Senthilkumar, “Physical, Chemical, Thermal, and Surface Morphological Properties of the Bark Fiber Extracted from Acacia Concinna Plant,” *J. Nat. Fibers*, vol. 18, no. 11, pp. 1661–1674, 2021, doi: 10.1080/15440478.2019.1697986.

[131] P. Manimaran *et al.*, “Extraction and characterization of natural lignocellulosic fibres from Typha angustata grass,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 222, pp. 1840–1851, Dec. 2022, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2022.09.273.

[132] B. M. Bright *et al.*, “Characterization of Natural Cellulosic Fiber from Cocos nucifera Peduncle for Sustainable Biocomposites,” *J. Nat. Fibers*, vol. 19, no. 14, pp. 9373–9383, 2022, doi: 10.1080/15440478.2021.1982827.

[133] B. Baye and T. Tesfaye, “Characterization of a New Fiber from Cyperus Dichrostachus A.Rich Plant,” *Adv. Mater. Sci. Eng.*, vol. 2022, 2022, doi: 10.1155/2022/4868809.

[134] M. T. G. A. Selvan *et al.*, “Extraction and characterization of natural cellulosic fiber from fragrant screw pine prop roots as potential reinforcement for polymer composites,” *Polym. Compos.*, vol. 43, no. 1, pp. 320–329, Jan. 2022, doi: 10.1002/pc.26376.

[135] A. Khan *et al.*, “Extraction and Characterization of Natural Fibers from Citrullus lanatus Climber,” *J. Nat. Fibers*, vol. 19, no. 2, pp. 621–629, 2022, doi: 10.1080/15440478.2020.1758281.

[136] A. A. M. Moshi, D. Ravindran, S. R. S. Bharathi, S. Indran, S. S. Saravanakumar, and Y. Liu, “Characterization of a new cellulosic natural fiber extracted from the root of Ficus religiosa tree,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 142, pp. 212–221, 2020, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2019.09.094.

[137] P. Senthamaraikannan, M. R. Sanjay, K. S. Bhat, N. H. Padmaraj, and M. Jawaid, “Characterization of natural cellulosic fiber from bark of Albizia amara,” *J. Nat. Fibers*, vol. 16, no. 8, pp. 1124–1131, 2019, doi: 10.1080/15440478.2018.1453432.

[138] H. Boumediri, A. Bezazi, G. G. Del Pino, A. Haddad, F. Scarpa, and A. Dufresne, “Extraction and characterization of vascular bundle and fiber strand from date palm rachis as potential bio-reinforcement in composite,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 222, no. April, p. 114997, 2019, doi: 10.1016/j.carbpol.2019.114997.

[139] S. Indran, D. Divya, S. Raja, M. R. Sanjay, and S. Siengchin, “Physico-Chemical, Mechanical and Morphological Characterization of Furcraea Selloa K.Koch Plant Leaf Fibers-An Exploratory Investigation,” *J. Nat. Fibers*, vol. 20, no. 1, pp. 1–17, 2023, doi: 10.1080/15440478.2022.2146829.

[140] E. Bozaci and A. Altınışık Tağaç, “Extraction and Characterization of New Cellulosic Fiber from Catalpa bignonioides Fruits for Potential Use in Sustainable Products,”

Polymers (Basel)., vol. 15, no. 1, 2023, doi: 10.3390/polym15010201.

[141] N. Shanmugasundaram, I. Rajendran, and T. Ramkumar, "Characterization of untreated and alkali treated new cellulosic fiber from an Areca palm leaf stalk as potential reinforcement in polymer composites," *Carbohydr. Polym.*, vol. 195, no. May, pp. 566–575, 2018, doi: 10.1016/j.carbpol.2018.04.127.

[142] K. Mayandi, N. Rajini, P. Pitchipoo, J. T. W. Jappes, and A. V. Rajulu, "Extraction and characterization of new natural lignocellulosic fiber Cyperus pangorei," *Int. J. Polym. Anal. Charact.*, vol. 21, no. 2, pp. 175–183, 2016, doi: 10.1080/1023666X.2016.1132064.

[143] A. Vinod, R. Vijay, D. L. Singaravelu, M. R. Sanjay, S. Siengchin, and M. M. Moure, "Characterization of untreated and alkali treated natural fibers extracted from the stem of Catharanthus roseus," *Mater. Res. Express*, vol. 6, no. 8, p. 8, 2019, doi: 10.1088/2053-1591/ab22d9.

[144] M. Maache, A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, and A. Dufresne, "Characterization of a novel natural cellulosic fiber from Juncus effusus L.," *Carbohydr. Polym.*, vol. 171, pp. 163–172, Sep. 2017, doi: 10.1016/j.carbpol.2017.04.096.

[145] A. Lekrine *et al.*, "Structural, thermal, mechanical and physical properties of Washingtonia filifera fibres reinforced thermoplastic biocomposites," *Mater. Today Commun.*, vol. 31, Jun. 2022, doi: 10.1016/j.mtcomm.2022.103574.

[146] M. Selvaraj, A. S, and B. Mylsamy, "Characterization of New Natural Fiber from the Stem of Tithonia Diversifolia Plant," *J. Nat. Fibers*, vol. 20, no. 1, 2023, doi: 10.1080/15440478.2023.2167144.

[147] V. Johny, A. Kuriakose Mani, S. Palanisamy, V. K. Rajan, M. Palaniappan, and C. Santulli, "Extraction and Physico-Chemical Characterization of Pineapple Crown Leaf Fibers (PCLF)," *Fibers*, vol. 11, no. 1, Jan. 2023, doi: 10.3390/fib11010005.

[148] K. Feleke, G. Thothadri, H. Beri Tufa, A. A. Rajhi, and G. M. S. Ahmed, "Extraction and Characterization of Fiber and Cellulose from Ethiopian Linseed Straw: Determination of Retting Period and Optimization of Multi-Step Alkaline Peroxide Process," *Polymers (Basel).*, vol. 15, no. 2, Jan. 2023, doi: 10.3390/polym15020469.

[149] A. Bezazi, A. Belaadi, M. Bourchak, F. Scarpa, and K. Boba, “Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of Agave americana L. natural fibres,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 66, pp. 194–203, 2014, doi: 10.1016/j.compositesb.2014.05.014.

[150] I. M. De Rosa *et al.*, “Effect of chemical treatments on the mechanical and thermal behaviour of okra (Abelmoschus esculentus) fibres,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 71, no. 2, pp. 246–254, 2011, doi: 10.1016/j.compscitech.2010.11.023.

[151] B. Gurukarthik Babu, D. Prince Winston, P. SenthamaraiKannan, S. S. Saravanakumar, and M. R. Sanjay, “Study on characterization and physicochemical properties of new natural fiber from Phaseolus vulgaris,” *J. Nat. Fibers*, vol. 16, no. 7, pp. 1035–1042, 2019, doi: 10.1080/15440478.2018.1448318.

[152] T. Ganapathy, R. Sathiskumar, P. Senthamaraikannan, S. S. Saravanakumar, and A. Khan, “Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fibres extracted from the aerial roots of banyan tree,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 138, pp. 573–581, 2019, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2019.07.136.

[153] R. Kumar *et al.*, “Characterization of New Cellulosic Fiber from the Bark of Acacia nilotica L. Plant,” *J. Nat. Fibers*, vol. 19, no. 1, pp. 199–208, 2022, doi: 10.1080/15440478.2020.1738305.

[154] S. Chakravarthy K, M. Madhu S, J. S. Naga Raju, and J. Shariff Md, “Characterization of novel natural cellulosic fiber extracted from the stem of Cissus vitiginea plant,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 161, pp. 1358–1370, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.07.230.

[155] Z. Belouadah, A. Ati, and M. Rokbi, “Characterization of new natural cellulosic fiber from Lygeum spartum L.,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 134, pp. 429–437, Aug. 2015, doi: 10.1016/j.carbpol.2015.08.024.

[156] P. Manimaran, M. R. Sanjay, P. Senthamaraikannan, M. Jawaid, S. S. Saravanakumar, and R. George, “Synthesis and characterization of cellulosic fiber from red banana peduncle as reinforcement for potential applications,” *J. Nat. Fibers*, vol. 16, no. 5, pp. 768–780, Jul. 2019, doi: 10.1080/15440478.2018.1434851.

[157] P. Manimaran, S. P. Saravanan, M. R. Sanjay, S. Siengchin, M. Jawaid, and A. Khan,

"Characterization of new cellulosic fiber: Dracaena reflexa as a reinforcement for polymer composite structures," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 8, no. 2, pp. 1952–1963, Apr. 2019, doi: 10.1016/j.jmrt.2018.12.015.

[158] C. Albano, J. González, M. Ichazo, and D. Kaiser, "Thermal stability of blends of polyolefins and sisal fiber," *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 66, no. 2, pp. 179–190, 1999, doi: 10.1016/S0141-3910(99)00064-6.

[159] M. Jabli, N. Tka, K. Ramzi, and T. A. Saleh, "Physicochemical characteristics and dyeing properties of lignin-cellulosic fibers derived from Nerium oleander," *J. Mol. Liq.*, vol. 249, pp. 1138–1144, 2018, doi: 10.1016/j.molliq.2017.11.126.

[160] S. Eyupoglu, "Characterization of New Cellulosic Fibers Obtained from Zingiber Officinale," *J. Nat. Fibers*, vol. 19, no. 4, pp. 1287–1296, 2022, doi: 10.1080/15440478.2020.1764452.

[161] M. Selvaraj, P. Chapagain, and B. Mylsamy, "Characterization Studies on New Natural Cellulosic Fiber Extracted from the Stem of Ageratina Adenophora Plant," *J. Nat. Fibers*, vol. 20, no. 1, 2023, doi: 10.1080/15440478.2022.2156019.

[162] P. Soltani, E. Taban, M. Faridan, S. E. Samaei, and S. Amininasab, "Experimental and computational investigation of sound absorption performance of sustainable porous material: Yucca Gloriosa fiber," *Appl. Acoust.*, vol. 157, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.apacoust.2019.106999.

[163] N. R. Sikame Tagne, E. Njeugna, M. Fogue, J. Y. Drean, A. Nzeukou, and D. Fokwa, "Study of water absorption in raffia vinifera fibres from Bandjoun, Cameroon," *Sci. World J.*, vol. 2014, 2014, doi: 10.1155/2014/912380.

[164] M. PELEG, "An Empirical Model for the Description of Moisture Sorption Curves," *J. Food Sci.*, vol. 53, no. 4, pp. 1216–1217, 1988, doi: 10.1111/j.1365-2621.1988.tb13565.x.

[165] E. T. Mbou, E. Njeugna, A. Kemajou, N. R. T. Sikame, and D. Ndapeu, "Modelling of the water absorption kinetics and determination of the water diffusion coefficient in the pith of raffia vinifera of Bandjoun, Cameroon," *Adv. Mater. Sci. Eng.*, vol. 2017, 2017, doi: 10.1155/2017/1953087.

[166] S. A. El-Sayed, T. M. Khass, and M. E. Mostafa, “Thermal degradation behaviour and chemical kinetic characteristics of biomass pyrolysis using TG/DTG/DTA techniques,” *Biomass Convers. Biorefinery*, vol. 14, no. 15, pp. 17779–17803, 2024, doi: 10.1007/s13399-023-03926-2.

[167] J. Lei, X. Ye, H. Wang, and D. Zhao, “Insights into Pyrolysis Kinetics, Thermodynamics, and the Reaction Mechanism of Wheat Straw for Its Resource Utilization,” *Sustain.*, vol. 15, no. 16, 2023, doi: 10.3390/su151612536.

[168] N. Agnihotri and M. K. Mondal, “Thermal analysis, kinetic behavior, reaction modeling, and comprehensive pyrolysis index of soybean stalk pyrolysis,” *Biomass Convers. Biorefinery*, vol. 14, no. 13, pp. 14977–14992, 2024, doi: 10.1007/s13399-023-03807-8.

[169] P. Badanayak, S. Jose, and G. Bose, “Banana pseudostem fiber: A critical review on fiber extraction, characterization, and surface modification,” *J. Nat. Fibers*, vol. 20, no. 1, 2023, doi: 10.1080/15440478.2023.2168821.

[170] A. Belaadi *et al.*, “Extraction and Characterization of a New Lignocellulosic Fiber from Yucca Treculeana L. Leaf as Potential Reinforcement for Industrial Biocomposites,” *J. Nat. Fibers*, vol. 19, no. 15, pp. 12235–12250, 2022, doi: 10.1080/15440478.2022.2054895.

[171] S. Xu *et al.*, “Essential oil-derived robust and heat-resistant polybenzoxazine-POSS composites as low dielectric matrixes,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 216, 2024, doi: 10.1016/j.indcrop.2024.118833.

[172] Y. Yao *et al.*, “Micro- and nano-scale mechanisms of enzymatic treatment on the interfacial behaviors of sisal fiber reinforced bio-based epoxy resin,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 194, p. 116319, 2023, doi: 10.1016/j.indcrop.2023.116319.

[173] S. S. Chee, M. Jawaid, and M. T. H. Sultan, “Thermal Stability and Dynamic Mechanical Properties of Kenaf / Bamboo Fibre Reinforced Epoxy Composites,” *Bioresource*, vol. 12, no. December 2015, pp. 7118–7132, 2020, doi: 10.15376/biores.12.4.7118-7132.

[174] A. Hadou, A. Belaadi, H. Alshahrani, and M. K. A. Khan, “Extraction and characterization of novel cellulose fibers from Dracaena draco plant,” *Mater. Chem.*

Phys., vol. 313, no. October 2023, p. 128790, 2024, doi: 10.1016/j.matchemphys.2023.128790.

[175] Z. Hameed, Z. Aman, S. R. Naqvi, R. Tariq, I. Ali, and A. A. Makki, "Kinetic and Thermodynamic Analyses of Sugar Cane Bagasse and Sewage Sludge Co-pyrolysis Process," *Energy and Fuels*, vol. 32, no. 9, pp. 9551–9558, 2018, doi: 10.1021/acs.energyfuels.8b01972.

[176] K. Zhang, F. Wang, W. Liang, Z. Wang, Z. Duan, and B. Yang, "Thermal and mechanical properties of bamboo fiber reinforced epoxy composites," *Polymers (Basel).*, vol. 8, no. 6, 2018, doi: 10.3390/polym10060608.

[177] M. Jawaid, H. P. S. Abdul Khalil, A. Hassan, R. Dungani, and A. Hadiyane, "Effect of jute fibre loading on tensile and dynamic mechanical properties of oil palm epoxy composites," *Compos. Part B Eng.*, vol. 45, no. 1, pp. 619–624, 2013, doi: 10.1016/j.compositesb.2012.04.068.

[178] P. Xiao, J. Zhang, H. Li, H. Mou, Z. Feng, and J. Xie, "Pyrolysis Kinetics Analysis and Prediction for Carbon Fiber-Reinforced Epoxy Composites," *Polymers (Basel).*, vol. 15, no. 23, 2023, doi: 10.3390/polym15234533.

[179] M. D. Hazrol, S. M. Sapuan, E. S. Zainudin, N. I. A. Wahab, and R. A. Ilyas, "Effect of Kenaf Fibre as Reinforcing Fillers in Corn Starch-Based Biocomposite Film," *Polymers (Basel).*, vol. 14, no. 8, pp. 1–16, 2022, doi: 10.3390/polym14081590.

[180] V. Srivastava, S. Singh, and D. Das, "Rice husk fiber-reinforced starch antimicrobial biocomposite film for active food packaging," *J. Clean. Prod.*, vol. 421, no. July, p. 138525, 2023, doi: 10.1016/j.jclepro.2023.138525.

[181] A. Palanivel, A. Veerabathiran, R. Duruvasalu, S. Iyyanar, and R. Velumayil, "Dynamic mechanical analysis and crystalline analysis of hemp fiber reinforced cellulose filled epoxy composite," *Polimeros*, vol. 27, no. 4, pp. 309–319, 2017, doi: 10.1590/0104-1428.00516.

[182] T. T. Da Silva *et al.*, "Thermal and chemical characterization of kenaf fiber (Hibiscus cannabinus) reinforced epoxy matrix composites," *Polymers (Basel).*, vol. 13, no. 12, pp. 309–319, 2021, doi: 10.3390/polym13122016.

[183] M. Z. Al Mahmud, S. M. F. Rabbi, M. D. Islam, and N. Hossain, “Synthesis and applications of natural fiber-reinforced epoxy composites: A comprehensive review,” *SPE Polym.*, vol. 6, no. 1, pp. 1–19, 2025, doi: 10.1002/pls2.10161.

[184] S. Awad *et al.*, “Evaluation of characterisation efficiency of natural fibre-reinforced polylactic acid biocomposites for 3D printing applications,” *Sustain. Mater. Technol.*, vol. 36, pp. 231–249, 2023, doi: 10.1016/j.susmat.2023.e00620.

[185] Y. Zhang, X. Liu, M. Wan, Y. Zhu, and K. Zhang, “Recent Development of Functional Bio-Based Epoxy Resins,” *Molecules*, vol. 29, no. 18, 2024, doi: 10.3390/molecules29184428.

[186] A. Bourmaud, G. Ausias, G. Lebrun, M. L. Tachon, and C. Baley, “Observation of the structure of a composite polypropylene/flax and damage mechanisms under stress,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 43, no. 1, pp. 225–236, May 2013, doi: 10.1016/j.indcrop.2012.07.030.

[187] A. Lekrine, A. Belaadi, I. Dembri, M. Jawaid, A. S. Ismail, and D. Ghernaout, “Fiber treatment impact on the thermal behavior of biomass/palm-fibers polylactic-acid hybrid biocomposites,” *Mater. Chem. Phys.*, vol. 338, no. March, p. 130651, 2025, doi: 10.1016/j.matchemphys.2025.130651.

[188] B. Dal Pont, V. Gigante, L. Panariello, I. Canesi, L. Aliotta, and A. Lazzeri, “Investigation of Novel Flax Fiber/Epoxy Composites with Increased Biobased Content,” *Polymers (Basel).*, vol. 15, no. 19, 2023, doi: 10.3390/polym15194030.

[189] A. S. Ismail, M. Jawaid, M. T. H. Sultan, and A. Hassan, “Physical and mechanical properties of woven kenaf/bamboo fiber mat reinforced epoxy hybrid composites,” *BioResources*, vol. 14, no. 1, pp. 1390–1404, 2019, doi: 10.15376/biores.14.1.1390-1404.

[190] Y. Huang, M. T. H. Sultan, F. S. Shahar, A. Łukaszewicz, Z. Oksiuta, and R. Grzejda, “Kenaf Fiber-Reinforced Biocomposites for Marine Applications: A Review,” *Materials (Basel).*, vol. 18, no. 5, pp. 1–32, 2025, doi: 10.3390/ma18050999.

[191] M. Torres-Arellano, V. Renteria-Rodríguez, and E. Franco-Urquiza, “Mechanical properties of natural-fiber-reinforced biobased epoxy resins manufactured by resin infusion process,” *Polymers (Basel).*, vol. 12, no. 12, pp. 1–17, 2020, doi:

10.3390/polym12122841.

[192] S. W. Ghori, G. S. Rao, A. A. Rajhi, A. A. Duhduh, and V. Tirth, “Enhanced Thermal and Flexural Properties of Alkalized Date Palm/Kenaf Fiber-Reinforced Epoxy Hybrid Composites: A Comparative Study of Untreated and Treated Fibers,” *J. Nat. Fibers*, vol. 21, no. 1, 2024, doi: 10.1080/15440478.2024.2421803.

[193] J. Rakowska, M. Węgrzyn, and E. Rudnik, “Impact of ionic liquids on absorption behaviour of natural fibers/biopolyethylene biocomposites,” *Sci. Rep.*, vol. 11, no. 1, pp. 1–12, 2021, doi: 10.1038/s41598-021-99956-9.

[194] L. Natrayan *et al.*, “Evaluating mechanical, thermal, and water absorption properties of biocomposites with Opuntia cladode fiber and palm flower biochar for industrial applications,” *Discov. Appl. Sci.*, vol. 6, no. 2, 2024, doi: 10.1007/s42452-024-05660-4.

[195] A. Saaidia, A. Belaadi, M. Boumaaza, H. Alshahrani, and M. Bourchak, “Effect of Water Absorption on the Behavior of Jute and Sisal Fiber Biocomposites at Different Lengths: ANN and RSM Modeling,” *J. Nat. Fibers*, vol. 20, no. 1, 2023, doi: 10.1080/15440478.2022.2140326.

[196] A. L. L. Flores *et al.*, “Effect of Chemical Treatments on the Mechanical Properties of Jute/Polyester Composites,” *Materials (Basel).*, vol. 17, no. 10, 2024, doi: 10.3390/ma17102320.

[197] A. Oun, A. Manalo, O. Alajarmeh, R. Abousnina, and A. Gerdes, “Long-Term Water Absorption of Hybrid Flax Fibre-Reinforced Epoxy Composites with Graphene and Its Influence on Mechanical Properties,” *Polymers (Basel).*, vol. 14, no. 17, 2022, doi: 10.3390/polym14173679.

[198] R. Aranha *et al.*, “Water Sorption in Hybrid Polyester/Glass/Jute Composites Processed via Compression Molding and Vacuum-Assisted Resin Transfer Molding,” *Polymers (Basel).*, vol. 15, no. 22, 2023, doi: 10.3390/polym15224438.

[199] S. P Subramaniyan, M. A. Imam, and P. Prabhakar, “Fiber packing and morphology driven moisture diffusion mechanics in reinforced composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 226, p. 109259, 2021, doi: 10.1016/j.compositesb.2021.109259.

[200] R. Aranha *et al.*, “Effect of Water Absorption and Stacking Sequences on the Tensile Properties and Damage Mechanisms of Hybrid Polyester/Glass/Jute Composites,” *Polymers (Basel).*, vol. 16, no. 7, 2024, doi: 10.3390/polym16070925.

[201] S. Amroune, A. Belaadi, R. Dalmis, Y. Seki, A. Makhlouf, and H. Satha, “Quantitatively Investigating the Effects of Fiber Parameters on Tensile and Flexural Response of Flax/Epoxy Biocomposites,” *J. Nat. Fibers*, vol. 19, no. 6, pp. 2366–2381, 2022, doi: 10.1080/15440478.2020.1817831.

[202] K. Mohan Kumar, V. Naik, V. Kaup, S. Waddar, N. Santhosh, and H. V. Harish, “Nontraditional Natural Filler-Based Biocomposites for Sustainable Structures,” *Adv. Polym. Technol.*, vol. 2023, 2023, doi: 10.1155/2023/8838766.

[203] H. Suherman, Y. Mahyoedin, A. Zaky, J. Raharjo, T. A. Suherman, and I. Irmayani, “Investigation of the mechanical properties of bio-composites based on loading kenaf fiber and molding process parameters,” *AIMS Mater. Sci.*, vol. 11, no. 6, pp. 1165–1178, 2024, doi: 10.3934/MATERSCI.2024057.

[204] M. Huzaifa *et al.*, “Exploring mechanical properties of eco-friendly hybrid epoxy composites reinforced with sisal, hemp, and glass fibers,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 33, no. September, pp. 2785–2793, 2024, doi: 10.1016/j.jmrt.2024.08.189.

[205] R. R. Cabrera, “Journal of Applied Research and Technology,” *J. Appl. Res.*, vol. 2, pp. 261–268, 2004.

[206] P. M. Waghmare, P. G. Bedmutha, and S. B. Sollapur, “Investigation of effect of hybridization and layering patterns on mechanical properties of banana and kenaf fibers reinforced epoxy biocomposite,” *Mater. Today Proc.*, vol. 46, pp. 3220–3224, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2020.11.194.

[207] C. Gourier, A. Le Duigou, A. Bourmaud, and C. Baley, “Mechanical analysis of elementary flax fibre tensile properties after different thermal cycles,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 64, pp. 159–166, 2014, doi: 10.1016/j.compositesa.2014.05.006.

[208] A. Hernandez-Estrada, J. Müssig, and M. Hughes, “The impact of fibre processing on the mechanical properties of epoxy matrix composites and wood-based particleboard reinforced with hemp (Cannabis sativa L.) fibre,” *J. Mater. Sci.*, vol. 57, no. 3, pp.

1738–1754, 2022, doi: 10.1007/s10853-021-06629-z.

[209] A. M. Seid and S. A. Adimass, “Review on the impact behavior of natural fiber epoxy based composites,” *Heliyon*, vol. 10, no. 20, p. e39116, 2024, doi: 10.1016/j.heliyon.2024.e39116.

[210] R. V. Patel, A. Yadav, and J. Winczek, “Physical, Mechanical, and Thermal Properties of Natural Fiber-Reinforced Epoxy Composites for Construction and Automotive Applications,” *Appl. Sci.*, vol. 13, no. 8, 2023, doi: 10.3390/app13085126.

[211] P. Lokesh, T. S. A. Surya Kumari, R. Gopi, and G. B. Loganathan, “A study on mechanical properties of bamboo fiber reinforced polymer composite,” *Mater. Today Proc.*, vol. 22, pp. 897–903, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2019.11.100.

[212] A. Díaz-Álvarez, J. Díaz-Álvarez, N. Feito, and C. Santiuste, “Drilling of biocomposite materials: Modelling and experimental validation,” *Simul. Model. Pract. Theory*, vol. 106, p. 102203, 2021, doi: 10.1016/j.simpat.2020.102203.

[213] C. Pachappareddy, C. P. Padhy, and S. Pendyala, “An experimental investigation on delamination factor and thrust force evaluation of kenaf fiber and acacia concinna filler reinforced epoxy hybrid composites,” *Green Technol. Sustain.*, vol. 3, no. 3, p. 100164, 2025, doi: 10.1016/j.grets.2024.100164.

[214] T. Mohammed, B. Mourad, A. Mourad, B. Abderrahim, and M. Mourad, “a Statistical Approach To the Mechanical Characteristics of Composite Drilling.,” *Acad. J. Manuf. Eng.*, vol. 23, no. 2, pp. 17–25, 2025, doi: https://doi.org/10.5281/zenodo.15864650 ABSTRACT:

[215] H. ŞAHAL and E. AYDOĞMUŞ, “Production and Characterization of Palm Oil Based Epoxy Biocomposite by RSM Design,” *Hittite J. Sci. Eng.*, vol. 8, no. 4, pp. 287–297, 2021, doi: 10.17350/hjse19030000241.

[216] N. Benzannache, A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bourchak, “Improving the mechanical performance of biocomposite plaster/ Washingtonian filifira fibres using the RSM method,” *J. Build. Eng.*, vol. 33, no. July 2020, p. 101840, 2021, doi: 10.1016/j.jobe.2020.101840.

[217] J. A. Solairaju, S. Rathinasamy, and S. Thanikodi, “Modeling for predicting and

optimizing of the flexural and hardness properties of jute/kenaf/glass fiber nano-composite through RSM," *Results Eng.*, vol. 24, no. July, p. 102977, 2024, doi: 10.1016/j.rineng.2024.102977.

[218] S. Pailoor, H. N. N. Murthy, and T. N. Sreenivasa, "Drilling of In-Line Compression Molded Jute / Polypropylene Composites," *J. Nat. Fibers*, vol. 18, no. 1, pp. 91–104, 2021, doi: 10.1080/15440478.2019.1612309.

[219] C. Anjinappa *et al.*, "Experimental Study and an RSM Modelling on Drilling Characteristics of the Sheep Horn Particle Reinforced Epoxy Composites for Structural Applications," *Processes*, vol. 10, no. 12, 2022, doi: 10.3390/pr10122735.

[220] S. Vigneshwaran, K. M. John, R. Deepak Joel Johnson, M. Uthayakumar, V. Arumugaprabu, and S. T. Kumaran, "Conventional and unconventional machining performance of natural fibre-reinforced polymer composites: A review," *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 40, no. 15–16, pp. 553–567, 2021, doi: 10.1177/0731684420958103.

[221] M. Mittal and K. Phutela, "Modeling and parameters optimization of biocomposite using box-Behnken response surface methodology," *J. Appl. Res. Technol.*, vol. 21, no. 6, pp. 991–1018, 2023, doi: 10.22201/icat.24486736e.2023.21.6.2012.

[222] R. Benyettou *et al.*, "Investigating the Impact of Drill Point Angles on the Drilling Behavior of Date Palm Biocomposites: Experimental, ANN, and Taguchi Modeling," *J. Nat. Fibers*, vol. 22, no. 1, 2025, doi: 10.1080/15440478.2025.2520843.

[223] J. J. Andrew and H. N. Dhakal, "Sustainable biobased composites for advanced applications: recent trends and future opportunities – A critical review," *Compos. Part C Open Access*, vol. 7, 2022, doi: 10.1016/j.jcomc.2021.100220.

[224] M. R. Karim *et al.*, "Machinability investigation of natural fibers reinforced polymer matrix composite under drilling: Leveraging machine learning in bioengineering applications," *AIP Adv.*, vol. 14, no. 4, 2024, doi: 10.1063/5.0200625.

[225] Y. S. Rao, N. S. Mohan, N. Shetty, and B. Shivamurthy, "Drilling and structural property study of multi-layered fiber and fabric reinforced polymer composite - a review," *Mater. Manuf. Process.*, vol. 34, no. 14, pp. 1549–1579, 2019, doi: 10.1080/10426914.2019.1686522.

[226] S. J. Arunachalam *et al.*, “Artificial Intelligence-Driven Prediction and Optimization of Tensile and Impact Strength in Natural Fiber/Aluminum Oxide Polymer Nanocomposites,” *Eng. Reports*, vol. 7, no. 4, pp. 1–20, 2025, doi: 10.1002/eng2.70093.

[227] N. Contuzzi, A. Morvayová, L. Fabbiano, and G. Casalino, “Comparison of the performances of Statistical and Artificial Neural Network models in the prediction of geometry and density of PLA/wood biocomposite cubes manufactured by FDM,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 133, no. 11–12, pp. 5849–5870, 2024, doi: 10.1007/s00170-024-14092-8.

[228] K. Saada *et al.*, “Exploring tensile properties of bio composites reinforced date palm fibers using experimental and Modelling Approaches,” *Mater. Chem. Phys.*, vol. 314, no. December 2023, p. 128810, 2024, doi: 10.1016/j.matchemphys.2023.128810.

[229] A. Belaadi, M. Boumaaza, H. Alshahrani, M. Bourchak, and H. Satha, “Improving the Mechanical Performance of Biocomposite Plaster/ Washingtonia filifera: Optimization Comparison Between ANN and RSM Approaches,” *J. Nat. Fibers*, vol. 20, no. 1, 2023, doi: 10.1080/15440478.2023.2170945.

[230] B. Suresh Kumar, N. Baskar, and K. Rajaguru, “Drilling operation: A review,” *Mater. Today Proc.*, vol. 21, pp. 926–933, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2019.08.160.

[231] M. Ş. Adin and H. Adin, “Machining Eco-Friendly Jute Fiber-Reinforced Epoxy Composites Using Specially Produced Cryo-Treated and Untreated Cutting Tools,” *Polymers (Basel).*, vol. 16, no. 23, 2024, doi: 10.3390/polym16233329.

[232] S. Ragunath, M. L. Rathod, K. G. Saravanan, N. Rakesh, and M. Kifetew, “Optimization of Machining Parameters of Natural/Glass Fiber with Nanoclay Polymer Composite Using Response Surface Methodology,” *J. Nanomater.*, vol. 2023, 2023, doi: 10.1155/2023/9485769.

[233] M. Slamani *et al.*, “Investigating the impact of drill material on hole quality in jute/palm fiber reinforced hybrid composite drilling with uncertainty analysis,” *Heliyon*, vol. 10, no. 17, 2024, doi: 10.1016/j.heliyon.2024.e36925.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale

La présente thèse a porté sur l'étude approfondie des fibres extraites de la hampe florale *d'Agave americana* (FSAA) et de leur intégration dans des composites bio-époxy (BioEP), dans le but d'évaluer leur potentiel en tant que renfort naturel pour le développement de matériaux durables et respectueux de l'environnement. Les travaux réalisés ont permis de caractériser de manière exhaustive les propriétés physico-chimiques, morphologiques, mécaniques, thermiques et hygroscopiques des fibres FSAA, ainsi que leur comportement lorsqu'elles sont incorporées dans une matrice biosourcée. Cette approche multidisciplinaire a offert une compréhension détaillée des interactions entre les fibres et la matrice, ainsi que des mécanismes influençant les performances globales des composites.

Les analyses physico-chimiques et spectroscopiques ont confirmé la présence des principaux constituants des fibres naturelles, notamment la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, et ont mis en évidence des interactions favorables avec la matrice époxy, traduisant une compatibilité chimique satisfaisante et une polarité réduite. Les observations morphologiques et microscopiques ont permis de vérifier la dispersion homogène des fibres et la qualité de l'interface fibre–matrice, deux facteurs essentiels pour assurer la résistance et la durabilité des composites. Les investigations thermiques ont révélé que l'intégration des fibres améliore la stabilité thermique et modifie la mobilité des chaînes polymériques, contribuant ainsi à la performance des matériaux dans des conditions d'utilisation variées.

Les essais mécaniques ont montré que l'incorporation de FSAA permet d'augmenter simultanément la rigidité et la résistance des composites, offrant un compromis intéressant entre ductilité et stabilité structurelle. L'étude de l'absorption d'eau a mis en évidence le comportement hygroscopique des matériaux, montrant que malgré leur nature hydrophile, les composites restent suffisamment stables pour des applications en environnement humide, avec des différences notables entre l'eau distillée et l'eau de mer.

Par ailleurs, l'analyse de l'usinage par perçage a souligné l'importance des paramètres de coupe sur la qualité des opérations et la prévention de la délamination. L'emploi de forets revêtus HSS-TiN, associé à des outils de modélisation avancés tels que la Méthodologie des Surfaces de Réponse (RSM) et les Réseaux de Neurones Artificiels (ANN), a permis de prédire et d'optimiser les conditions de perçage, garantissant à la fois efficacité, précision et reproductibilité industrielle.

L'ensemble des résultats obtenus met en évidence le potentiel significatif des fibres FSAA comme renforts dans des matériaux composites biosourcés, offrant à la fois performance mécanique, stabilité thermique et durabilité, tout en contribuant à la réduction de l'impact environnemental. Ces travaux constituent une base scientifique solide pour la valorisation des fibres *d'Agave* dans le développement de composites écologiques et ouvrent des perspectives pour des applications industrielles diversifiées, allant des secteurs structurels aux dispositifs médicaux biodégradables.

En définitive, cette recherche illustre l'importance de combiner caractérisation détaillée, analyse multi-échelle et optimisation des procédés pour concevoir des matériaux composites performants et durables, répondant aux besoins croissants d'innovation dans le domaine des matériaux respectueux de l'environnement.

Perspectives

Les travaux réalisés au cours de cette thèse ouvrent plusieurs perspectives intéressantes pour le développement futur des biocomposites biosourcés à base de fibres *d'Agave americana* :

1.Optimisation des traitements de surface des fibres : Bien que les fibres FSAA présentent une bonne compatibilité avec la matrice bio-époxy, des traitements chimiques ou physiques supplémentaires pourraient améliorer davantage l'adhésion interfaciale, réduire l'absorption d'eau et limiter l'agglomération des fibres dans les composites. L'exploration de compatibilisants biosourcés ou de revêtements fonctionnels pourrait permettre d'optimiser les propriétés mécaniques et la durabilité des matériaux.

2.Étude des composites à teneur plus élevée en fibres (40%) : Les composites étudiés se limitaient à 30 % de fibres en poids. L'exploration de fractions plus élevées, avec un contrôle précis de la dispersion et de l'interface, pourrait élargir la plage d'applications et augmenter la performance structurelle des biocomposites, tout en identifiant les limites liées à l'usinabilité et à la formation de défauts.

3.Caractérisation à long terme et durabilité environnementale : Des études sur le vieillissement, l'exposition aux UV, aux cycles thermiques et aux environnements humides ou corrosifs permettraient de mieux comprendre la durabilité à long terme des composites FSAA/BioEP et leur comportement dans des conditions réelles d'utilisation industrielle.

4.Développement de procédés industriels adaptés : L'optimisation de l'usinage et de la fabrication des composites à l'échelle industrielle reste un axe essentiel. L'intégration de

modèles prédictifs, tels que les réseaux de neurones artificiels, pourrait être étendue à d'autres opérations de mise en forme (découpe, moulage, collage) pour améliorer l'efficacité et la reproductibilité des procédés.

5.Applications élargies et fonctionnalisation : Les composites FSAA/BioEP présentent un fort potentiel pour des applications structurelles légères, mais aussi pour des dispositifs biodégradables, des emballages ou des matériaux médicaux. La fonctionnalisation des fibres ou de la matrice pour conférer des propriétés spécifiques (antimicrobiennes, conductives, ou thermiquement isolantes) constitue un axe prometteur pour de futures recherches.

6.Modélisation multi-échelle et prédiction des performances :La combinaison de techniques expérimentales et de modélisation multi-échelle pourrait permettre de prédire avec précision le comportement des composites en fonction de la structure des fibres, de leur orientation, de la teneur en fibres et des conditions de service, réduisant ainsi les essais expérimentaux nécessaires.

Annex A

Analyse cinétique et thermodynamique de la pyrolyse lente des fibres d'*Agave americana* L. par la méthode de Coats–Redfern

A.1. Dégradation thermique des fibres de la tige florale *d'Agave americana* (FSAA)

Tableau A.1. Paramètres de l'analyse thermogravimétrique (ATG) et thermogravimétrique différentielle (DTG) des fibres de la hampe florale d'*Agave americana* (FSAA) à des vitesses de chauffage de 5, 10 et 20 °C/min.

esse de chauffage (°C/mi	T_i (°C)	T_f (°C)	T_m (°C)	M_{loss} (%)
5	229	374	305	52.23
10	235	379	303	51.61
20	250	312	263	54.44

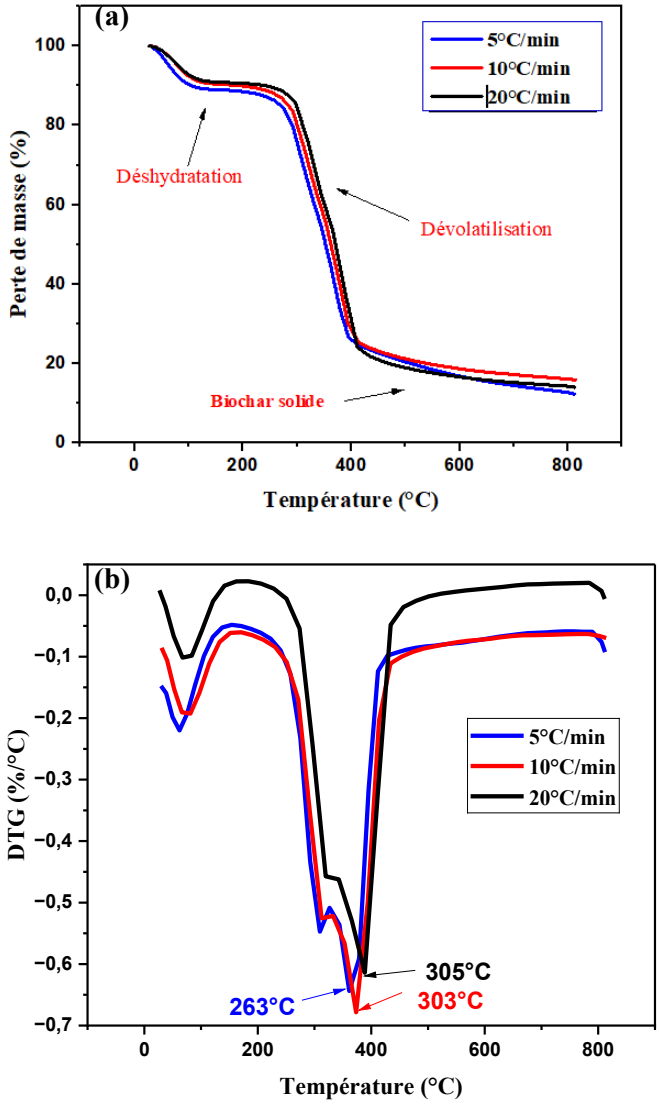


Figure A.1. (a) Profils d'analyse thermogravimétrique (ATG) et de dégradation thermique différentielle,(b) (DTG) des fibres de la tige florale d'*Agave americana* (FSAA) enregistrés à différentes vitesses de chauffage (5, 10 et 20 °C/min).

A.2. Analyse thermogravimétrique (ATG) des fibres *d'Agave americaine*

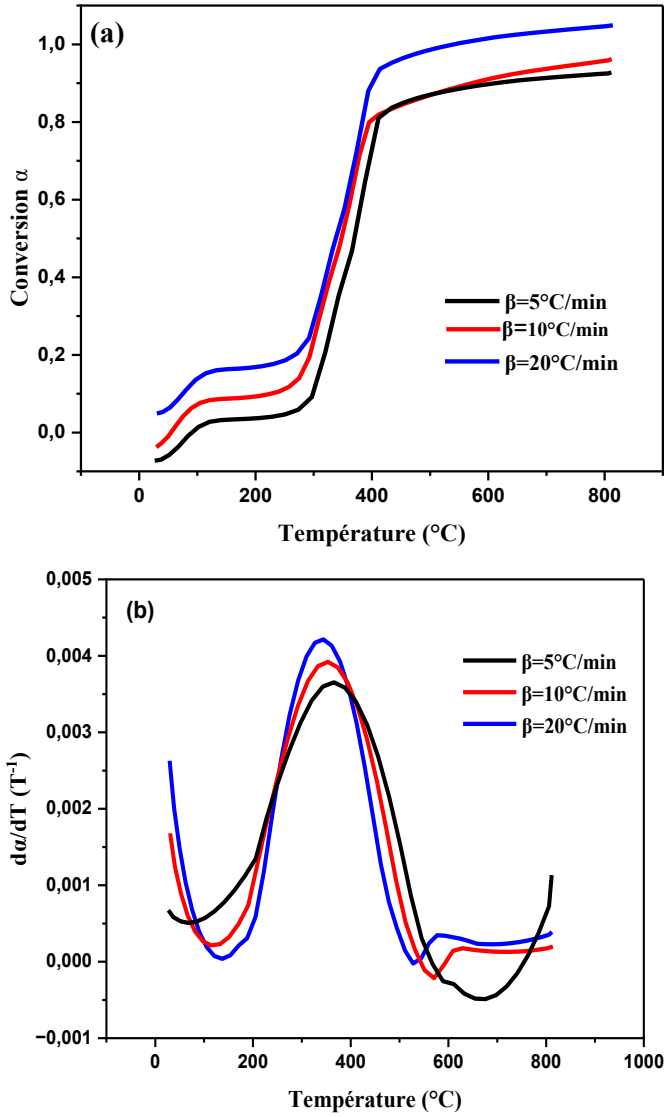


Figure A.2 (a) Degré d'avancement de la pyrolyse (α) de la hampe florale *d'Agave americana* (FSAA), et (b) taux de conversion (dα/dT) pour des vitesses de chauffage de 5, 10 et 20 °C/min.

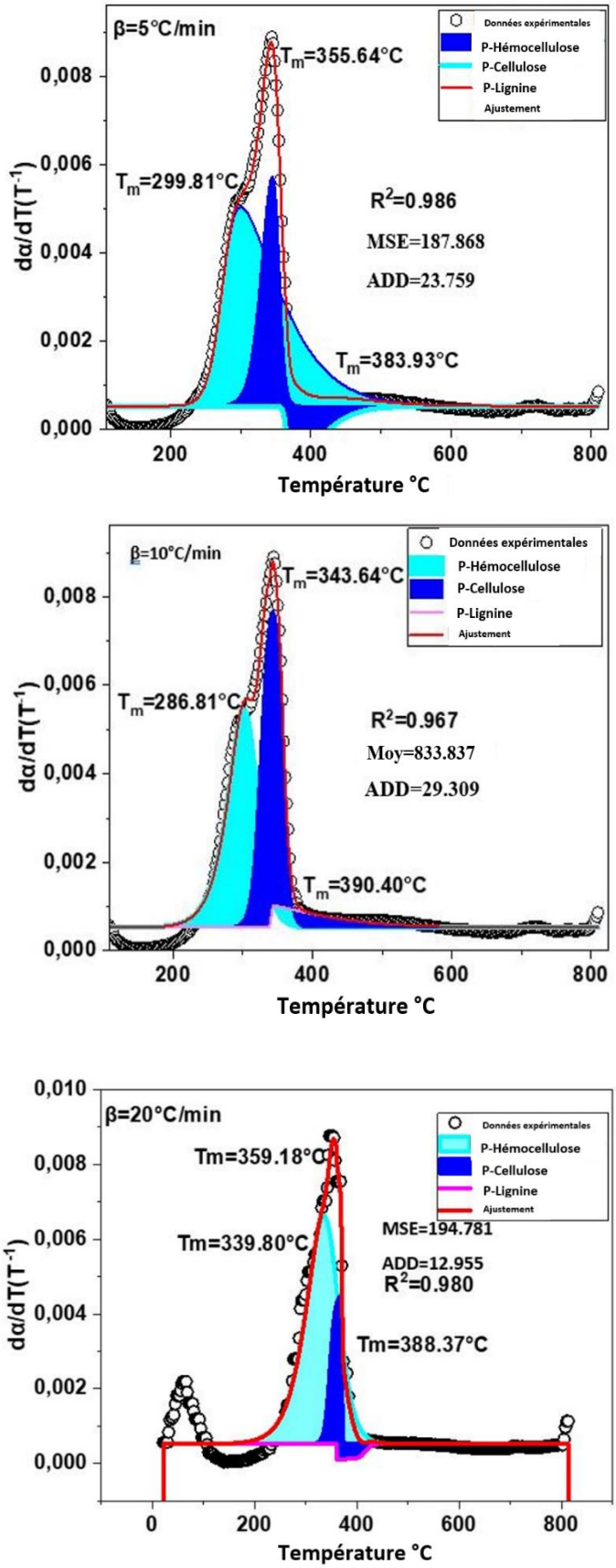


Figure A.3 Résultats de la pyrolyse de la hampe florale d'*Agave americana* (FSAA) déconvolués à l'aide de la fonction sigmoïdale double asymétrique (Asym2sig) pour différentes vitesses de chauffage (VC) (5, 10 et 20 °C/min).

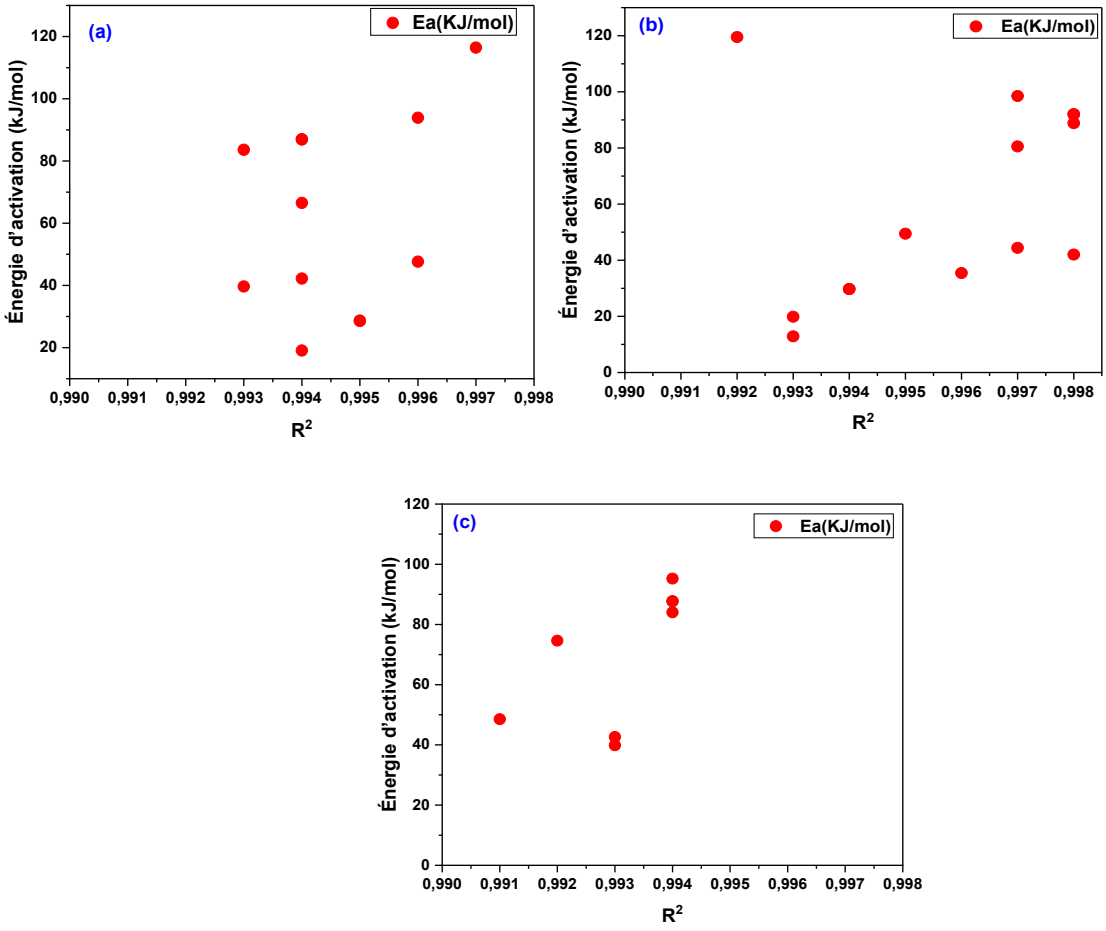
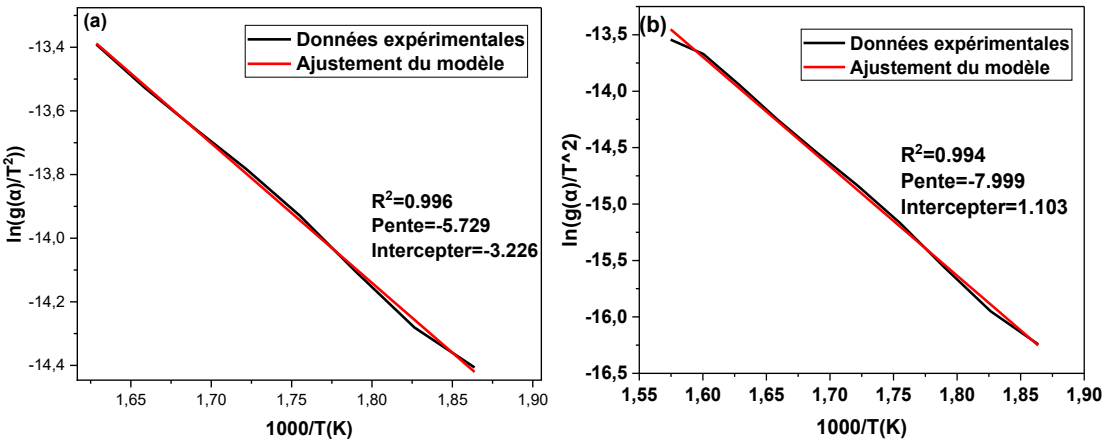


Figure A.4 Coefficient de détermination en fonction de l'énergie d'activation aux vitesses de chauffage : a) 5 °C/min, b) 10 °C/min, et c) 20 °C/min.



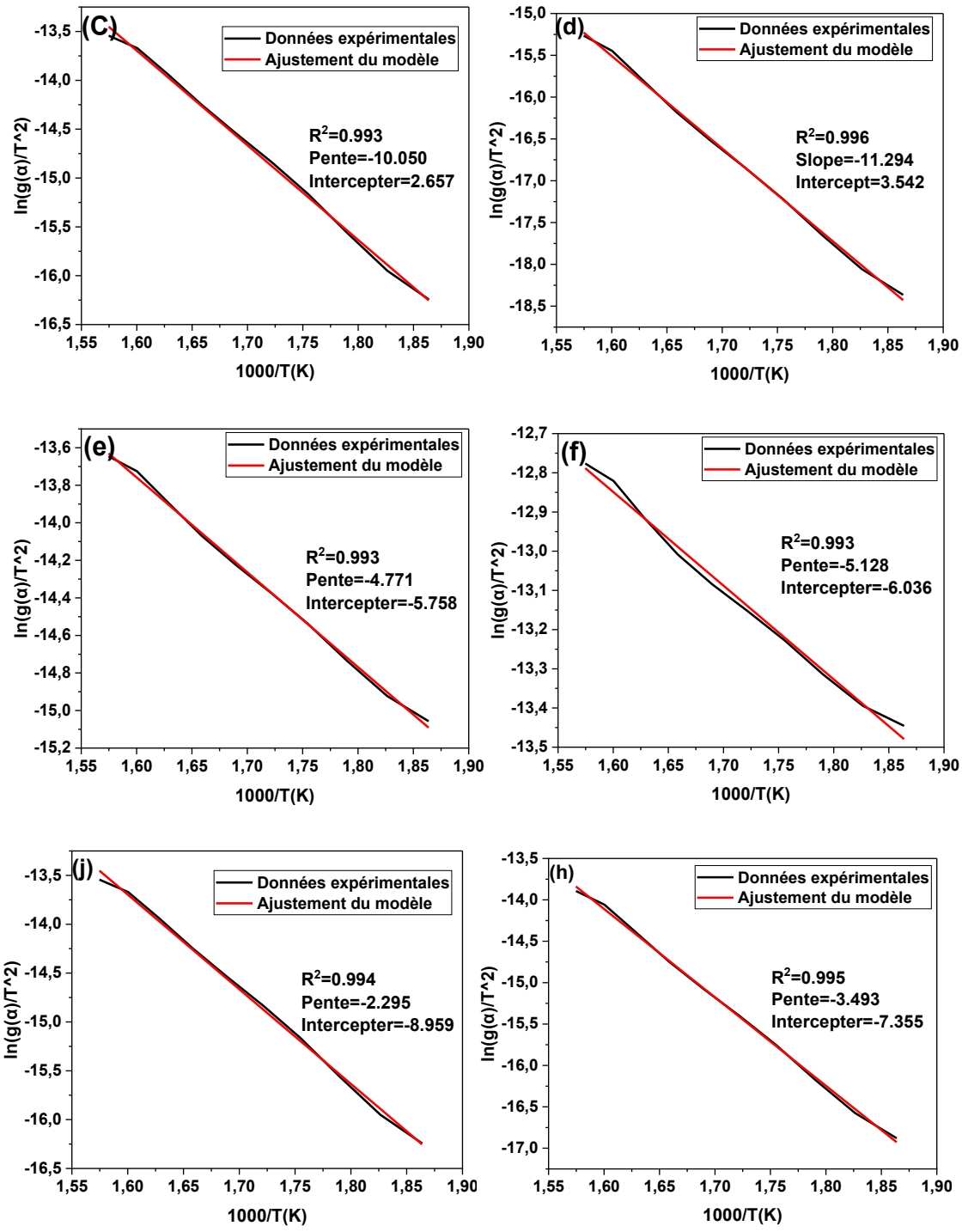
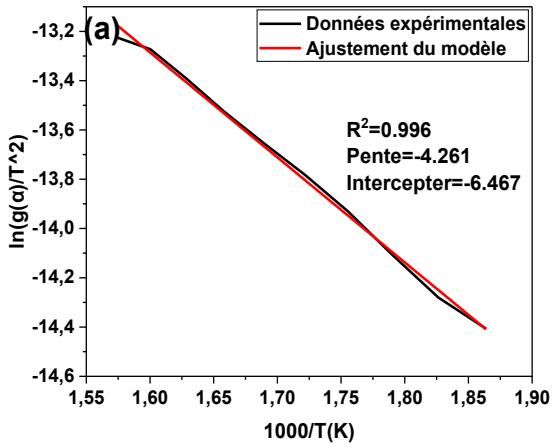
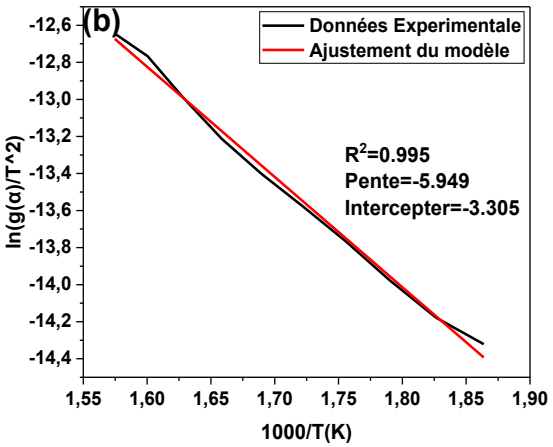
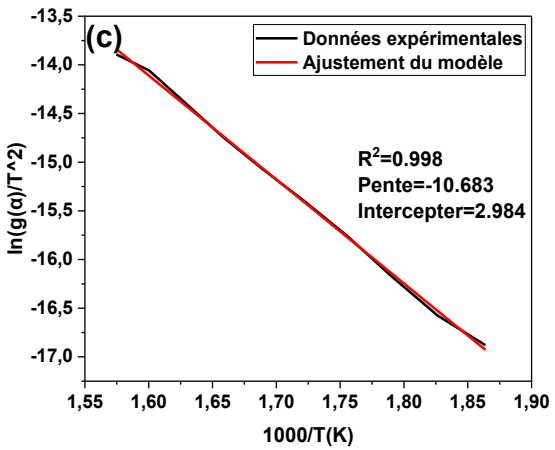
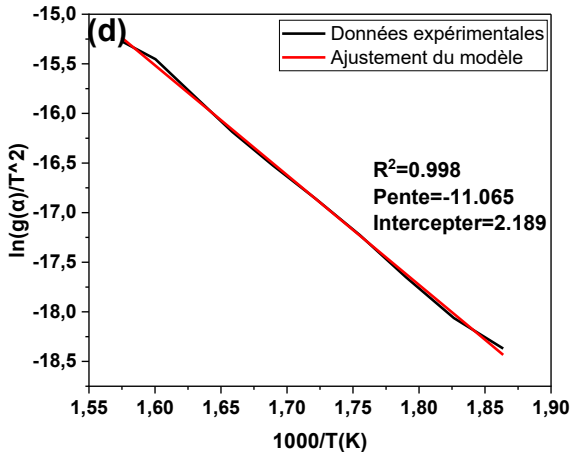


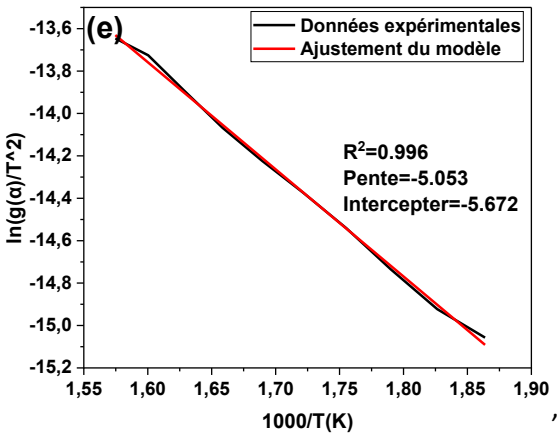
Figure A.5. Différents modèles cinétiques à l'état solide pour une vitesse de chauffage de 5 °C/min : a) ORC2 ; b) ORC4 ; c) modèle de diffusion (MD4) ; d) MD7 ; e) modèle géométrique (MG1) ; f) MG2 ; j) modèle de nucléation (MN4) ; h) MN6.

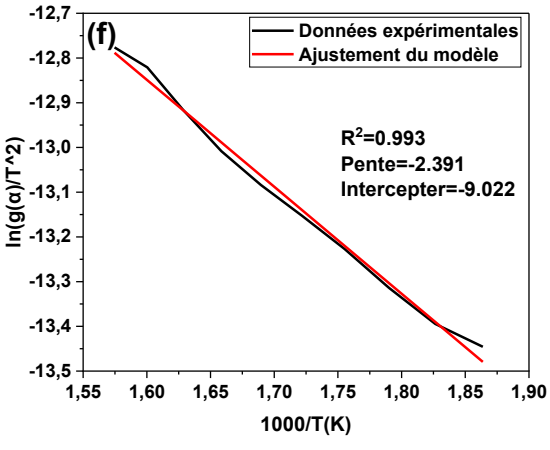

(a)
Données expérimentales
Ajustement du modèle
R²=0.996
Pente=-4.261
Intercepter=-6.467
ln(g(α)/T^2)
1000/T(K)


(b)
Données Experimentale
Ajustement du modèle
R²=0.995
Pente=-5.949
Intercepter=-3.305
ln(g(α)/T^2)
1000/T(K)


(c)
Données expérimentales
Ajustement du modèle
R²=0.998
Pente=-10.683
Intercepter=2.984
ln(g(α)/T^2)
1000/T(K)


(d)
Données expérimentales
Ajustement du modèle
R²=0.998
Pente=-11.065
Intercepter=2.189
ln(g(α)/T^2)
1000/T(K)


(e)
Données expérimentales
Ajustement du modèle
R²=0.996
Pente=-5.053
Intercepter=-5.672
ln(g(α)/T^2)
1000/T(K)


(f)
Données expérimentales
Ajustement du modèle
R²=0.993
Pente=-2.391
Intercepter=-9.022
ln(g(α)/T^2)
1000/T(K)

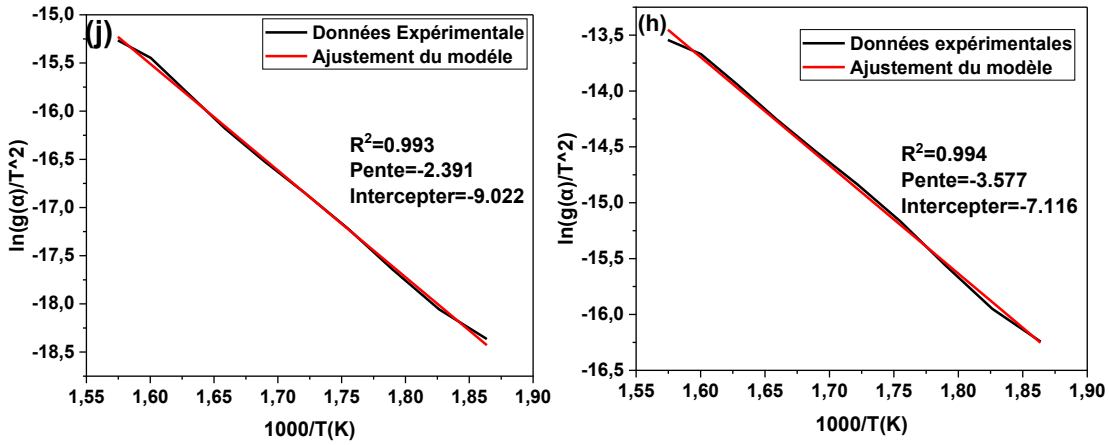
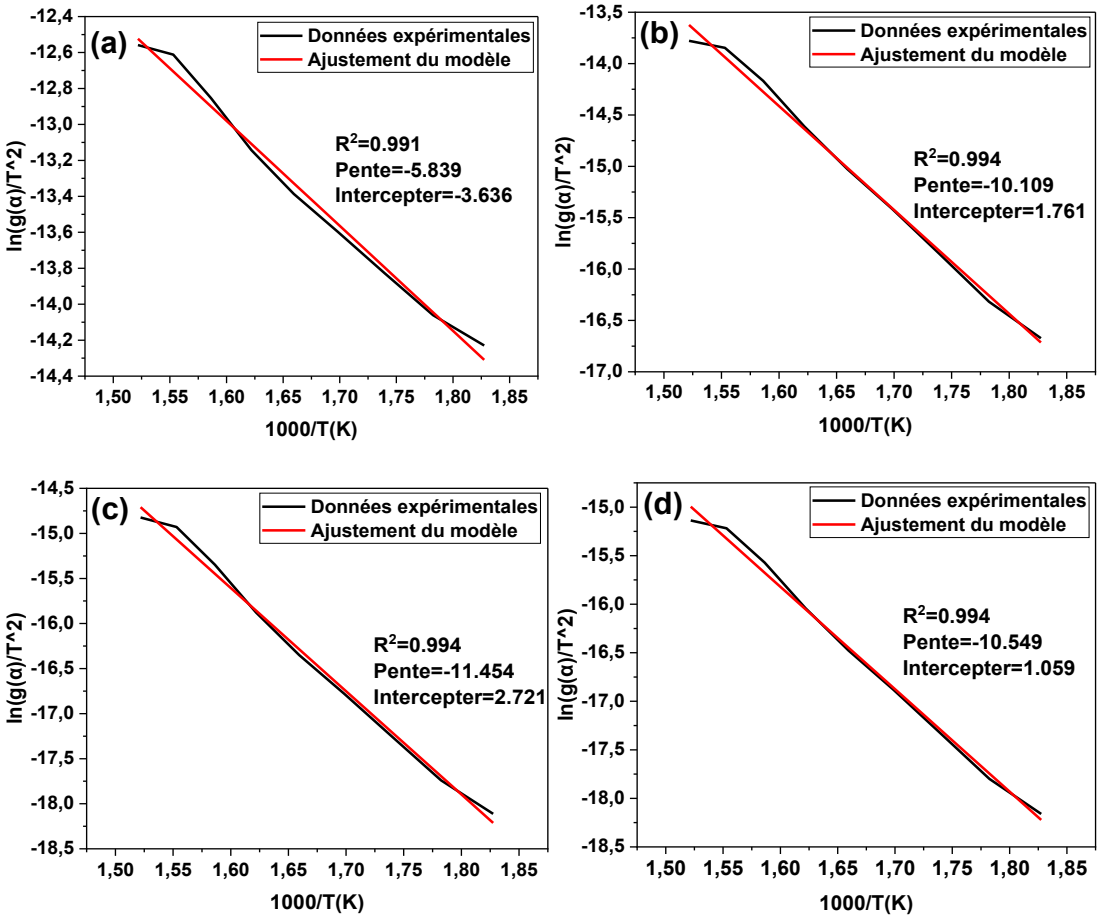


Figure A.6. Différents modèles cinétiques à l'état solide pour une vitesse de chauffage de 10 °C/min : a) ORC1 ; b) ORC2 ; c) modèle de diffusion (MD4) ; d) MD7 ; e) modèle géométrique (MG1) ; f) MG2 ; j) modèle de nucléation (MN4) ; h) MN6.



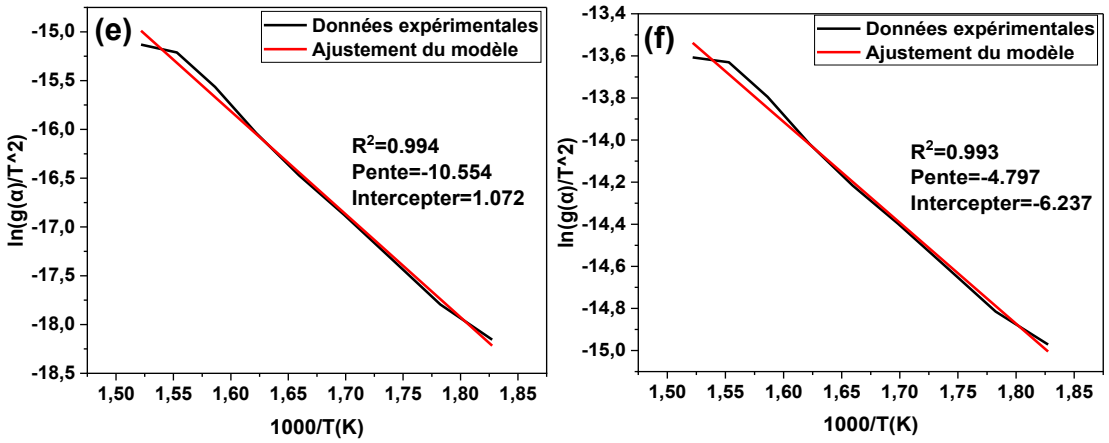


Figure A.7. Différents modèles cinétiques à l'état solide pour une vitesse de chauffage de 20 °C/min : a) ORC 2 ; b) modèle de diffusion (MD4) ; c) MD7 ; d) MD8 ; e) modèle géométrique (MG1) ; f) MG2.

Tableau A.2. Paramètres cinétiques de différentes biomasses évalués à l'aide de la méthode de Coats–Redfern (CRM). (CRO : ordre de réaction chimique ; DM : modèle de diffusion ; GM : modèle géométrique ; NM : modèle de nucléation ; Ea : énergie d'activation ; R^2 : coefficient de détermination ; A : facteur pré-exponentiel).

Vitesse de chauffage (°C/min)	**5**			**10**			**20**		
N°	R^2	E_a (kJ/mol)	A (min^{-1})	R^2	E_a (kJ/mol)	A (min^{-1})	R^2	E_a (kJ/mol)	A (min^{-1})
ORC1	0.985	32.59	8.473	0.996	35.425	122.95	0.989	32.416	46.33
ORC 2	0.996	47.63	23.009	0.995	49.459	39.63	0.991	48.545	40.58
ORC 3	0.99	77.345	130.464	0.971	76.962	42.33	O.966	81.784	133.25
ORC 4	0.994	66.503	2.725	0.98	66.960	1.14	0.976	69.554	37.06
ORC 5	0.986	89.02	193.784	0.962	87.712	155.84	0.957	95.020	193.12
MD 1	0.988	74.784	51.857	0.997	80.546	52.34	0.992	74.634	45.62
MD 2	0.939	10.941	583.613	0.828	9.777	575.86	0.855	11.423	177.22
MD 3	0.995	28.6	50.990	0.994	29.739	46.07	0.989	29.040	52.52
MD 4	0.993	83.605	157.094	0.998	88.818	179.56	0.994	84.046	134.83
MD 5	0.994	86.981	188.576	0.998	92.027	229.22	0.994	87.745	170.20
MD 6	0.997	116.462	416.049	0.992	119.522	429.80	0.989	119.987	449.16
MD 7	0.996	93.898	217.923	0.997	98.487	264.40	0.994	95.228	216.76
MD 8	0.994	86.947	186.981	0.998	91.994	210.52	0.994	87.704	168.12
MG 1	0.993	39.666	74.111	0.998	42.010	93.62	0.993	39.882	81.45
MG 2	0.994	42.21	77.090	0.997	44.396	97.45	0.993	42.634	90.65
MN 1	0.968	11.589	220.524	0.993	12.861	227.98	0.975	11.232	212.94
MN 2	0.907	4.564	392.268	0.98	5.337	380.63	0.918	4.165	372.91
MN 3	0.466	1.055	741.842	0.87	1.579	740.25	0.289	0.631	547.73
MN 4	0.994	19.08	293.664	0.993	19.878	319.85	0.987	19.28	303.95
MN 5	0.989	9.561	477.841	0.989	10.018	379.32	0.977	9.536	397.52
MN 6	0.995	28.6	50.990	0.994	29.739	46.07	0.989	29.040	52.52

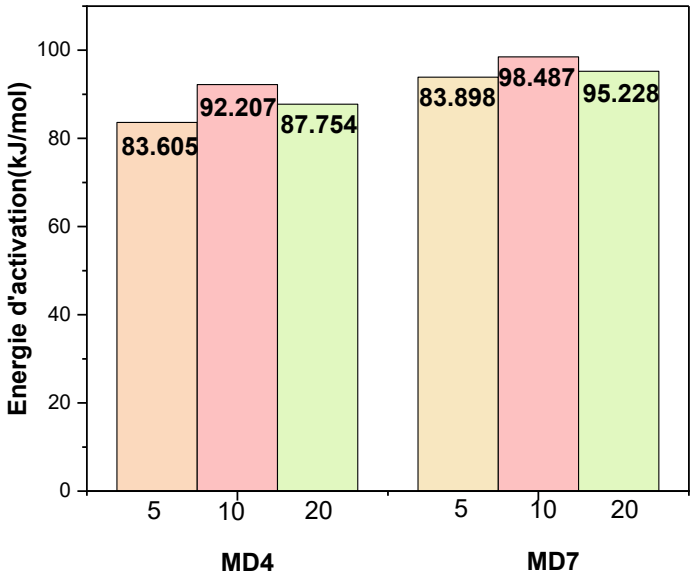


Figure A.8. Valeurs moyennes de l'énergie d'activation (Ea) obtenues à partir des deux modèles de diffusion (MDs) les mieux ajustés.

Annex B

Analyse Weibull et ANN des performances mécaniques des fibres de la hampe florale d'*Agave americaine*

B.1 Essais mécaniques et micrographies MEB

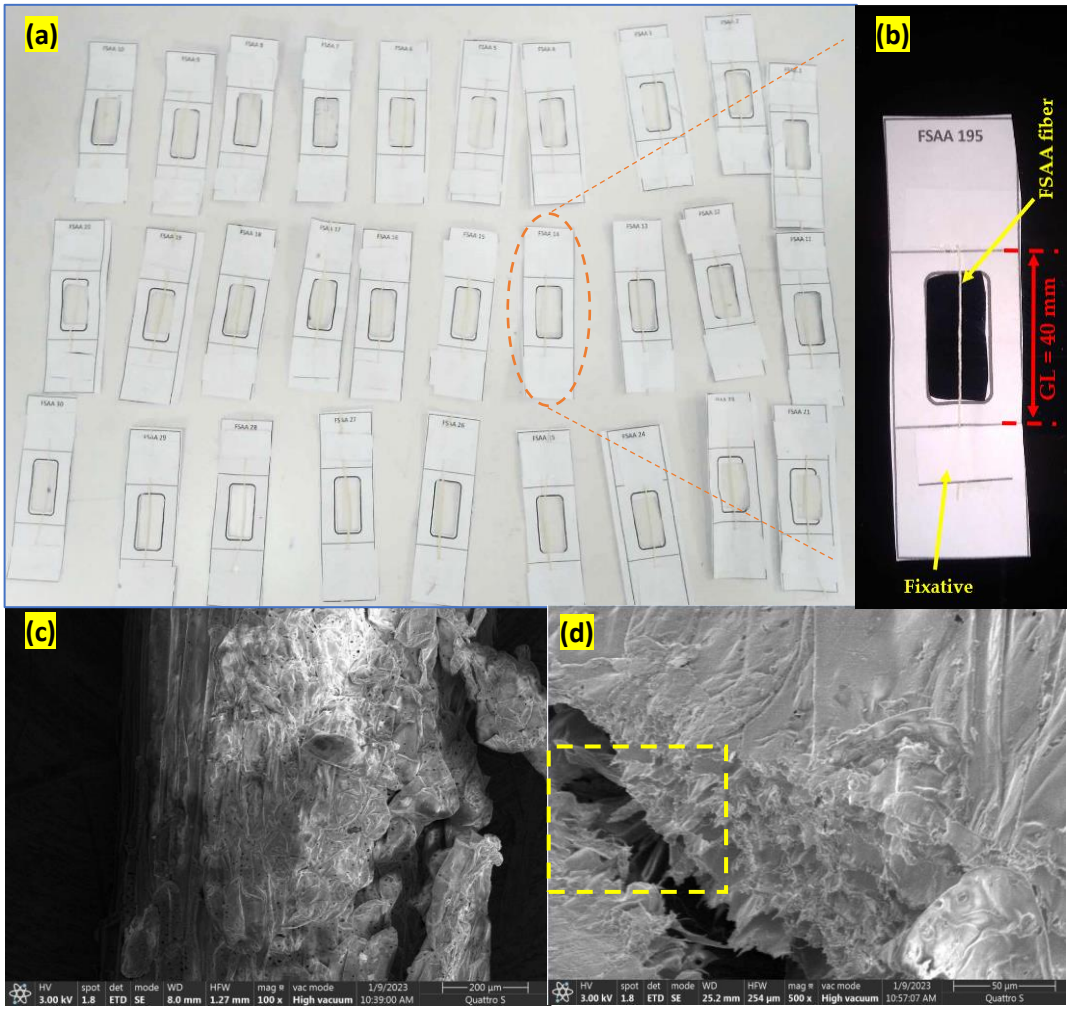
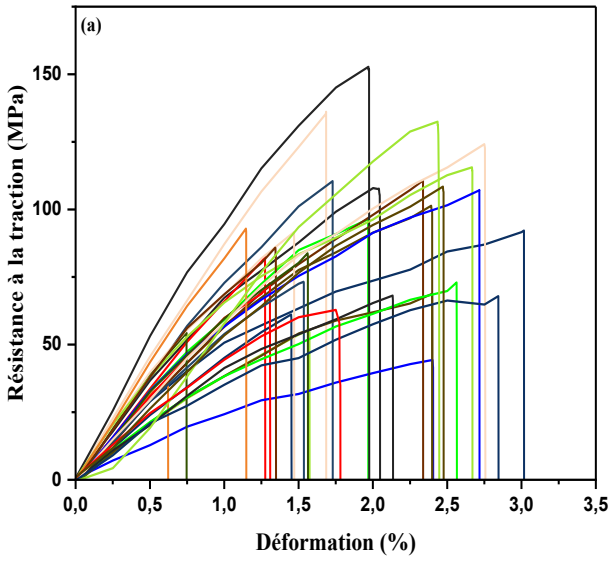


Figure B.1 (a) Préparation des fibres FSAA pour les essais de traction, (b) détail d'une fibre unique positionnée et collée sur support papier, (c) topographie de surface d'une fibre FSAA in dividuelle, et (d) microfibrilles de la fibre FSAA.

Tableau B.1. Valeurs moyennes, covariances et écarts-types des caractéristiques mécaniques des fibres FSAA obtenues lors des essais de traction statique dans cette étude.

	Strain (%)			**Stress (MPa)**			**Modulus of elasticity (MPa)**		
N	Average	**SD**	**CV**	Average	**SD**	**CV**	Average	**SD**	**CV**
30	1,652	0,779	47,15	53,52	12,07	22,55	4,161	1,903	45,73
60	1,6111	0,6469	40,15	54,31	18,43	33,93	4,079	2,018	49,47
90	1,5282	0,606	39,65	51,59	17,2	33,33	4,107	1,948	47,43
120	1,5642	0,6725	42,99	50,13	15,36	30,64	3,945	1,828	46,33
150	1,5575	0,655	42,05	52,72	18,26	34,63	4,203	2,176	51,77
180	1,5864	0,6761	42,61	53,94	21,75	40,32	4,268	2,36	55,29
200	1,5983	0,7006	43,83	53,73	20,85	38,80	4,252	2,313	54,39

B.2 Propriétés en traction de la fibre FSAA



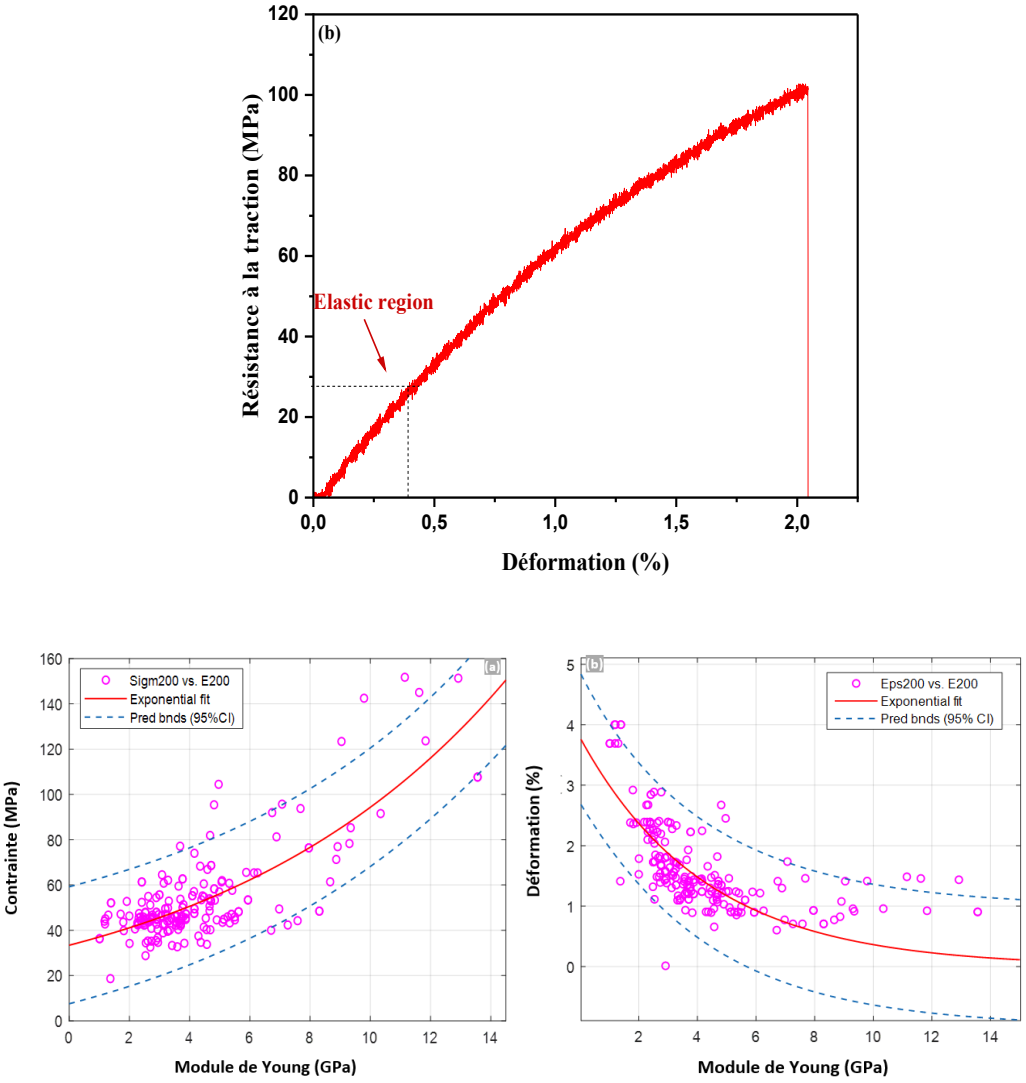


Figure B.2 Courbes contrainte–déformation (a) des 30 premières fibres FSAA et (b) comportement représentatif pour un essai de traction avec une longueur de jauge (GL) de 40 mm, (c) graphes de dispersion des essais de traction de 200 fibres FSAA illustrant la relation entre la déformation en traction et le module d'élasticité, et (d) la résistance à la traction en fonction du module d'élasticité.

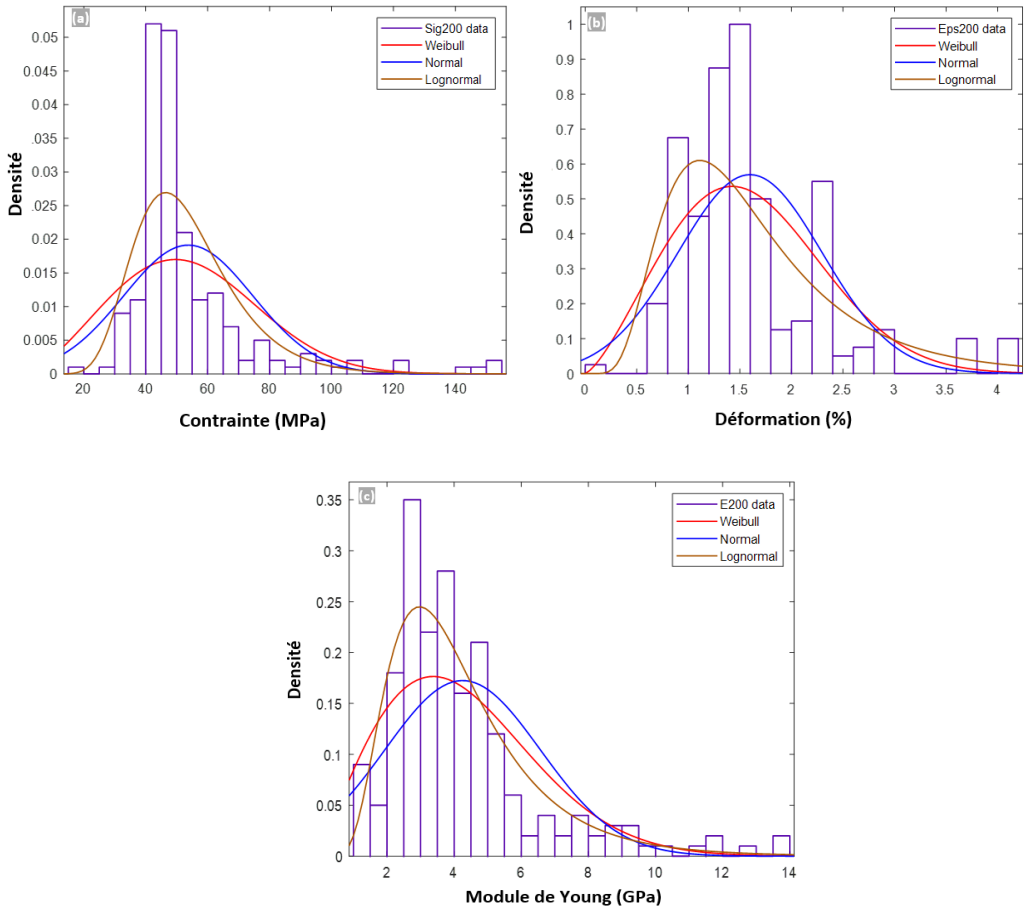
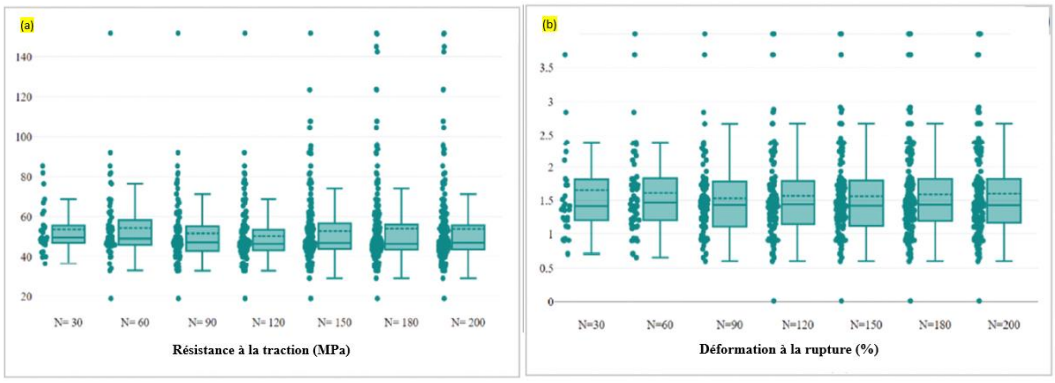


Figure B.3. (a–c) Histogrammes des données des propriétés en traction des fibresn FSAA avec les fonctions de densité estimées selon les lois de Weibull, normale et log-normale pour N = 200.



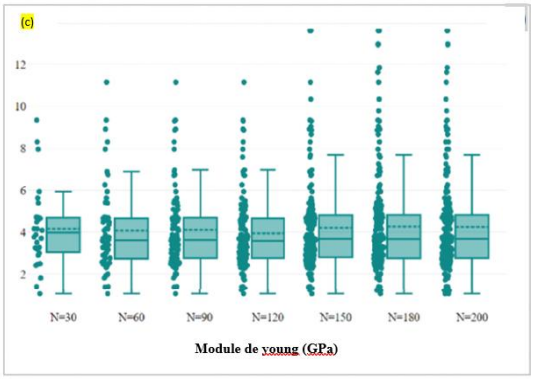


Figure.B.4 Fonctions de densité log-normales pour N = 200 et caractéristiques moyennes en traction (d–f) en fonction du nombre d'essais N.

Tableau B.2. Test de normalité pour N = 200 essais selon le critère de Kolmogorov–Smirnov, avec estimation des valeurs de *p* et de la statistique AD pour différentes lois de distribution à partir de 200 essais.

a – Valeurs du test de normalité

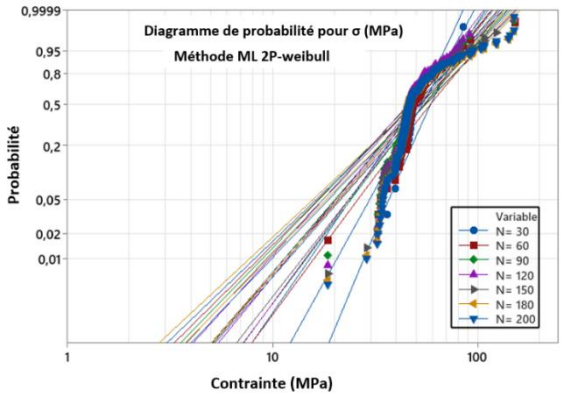
Paramètre	Résistance à la traction (MPa)	Allongement à la rupture (%)	Module de Young (GPa)
Paramètre d'asymétrie	0.010	0.010	0.010
p-value	2.62324	1.40709	1.79294

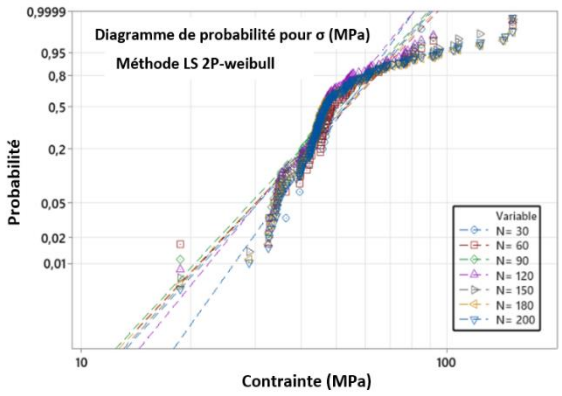
b – Estimation des valeurs de *p* et de la statistique AD pour différentes lois de distribution

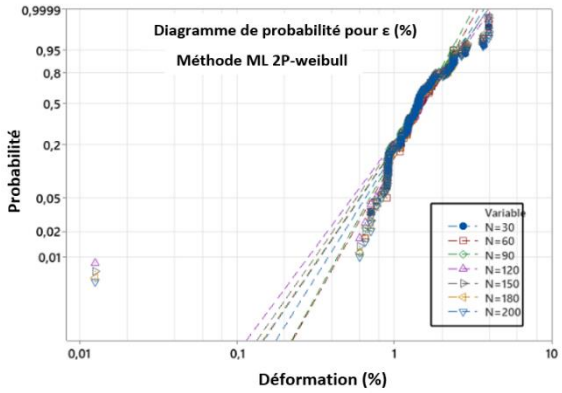
Distribution	**Résistance en traction (MPa)**		**Déformation à rupture (%)**		**Module d'Young (GPa)**	
	AD	***p***	***AD***	***p***	***AD***	***p***
Normale	17.038	0.005	6.855	0.005	9.454	0.005
Lognormale	8.350	0.005	4.581	0.005	1.347	0.005
Weibull (2 paramètres)	17.802	0.010	5.438	0.010	5.831	0.010
Weibull (3 paramètres)	13.311	0.005	5.541	0.005	3.386	0.005

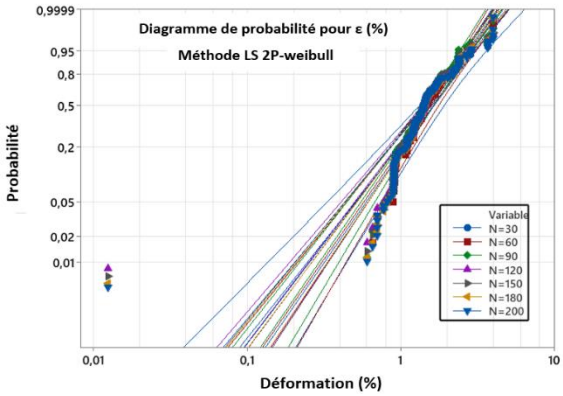
Tableau B.3. Moyenne, covariance et écart-type des propriétés mécaniques des fibres FSAA sous essais de traction statique.

	Résistance à la traction (σ, MPa)			Déformation à la rupture (ε, %)			Module de Young (E, GPa)		
N	Moyenne	SD	CV (%)	Moyenne	SD	CV (%)	Moyenne	SD	CV (%)
30	1.652	0.779	47.15	53.52	12.07	22.55	4.161	1.903	45.73
1.652	1.611	0.646	40.15	54.31	18.43	33.93	4.079	2.018	49.47
0.779	1.528	0.606	39.65	51.59	17.20	33.33	4.107	1.948	47.43
47.15	1.564	0.672	42.99	50.13	15.36	30.64	3.945	1.828	46.33
53.52	1.557	0.655	42.05	52.72	18.26	34.63	4.203	2.176	51.77
12.07	1.586	0.676	42.61	53.94	21.75	40.32	4.268	2.360	55.29
22.55	1.598	0.700	43.83	53.73	20.85	38.80	4.252	2.313	54.39









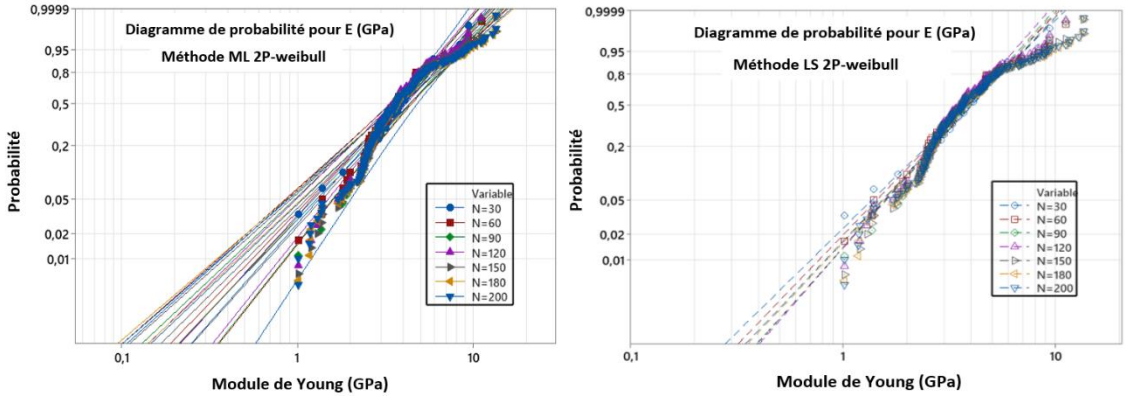
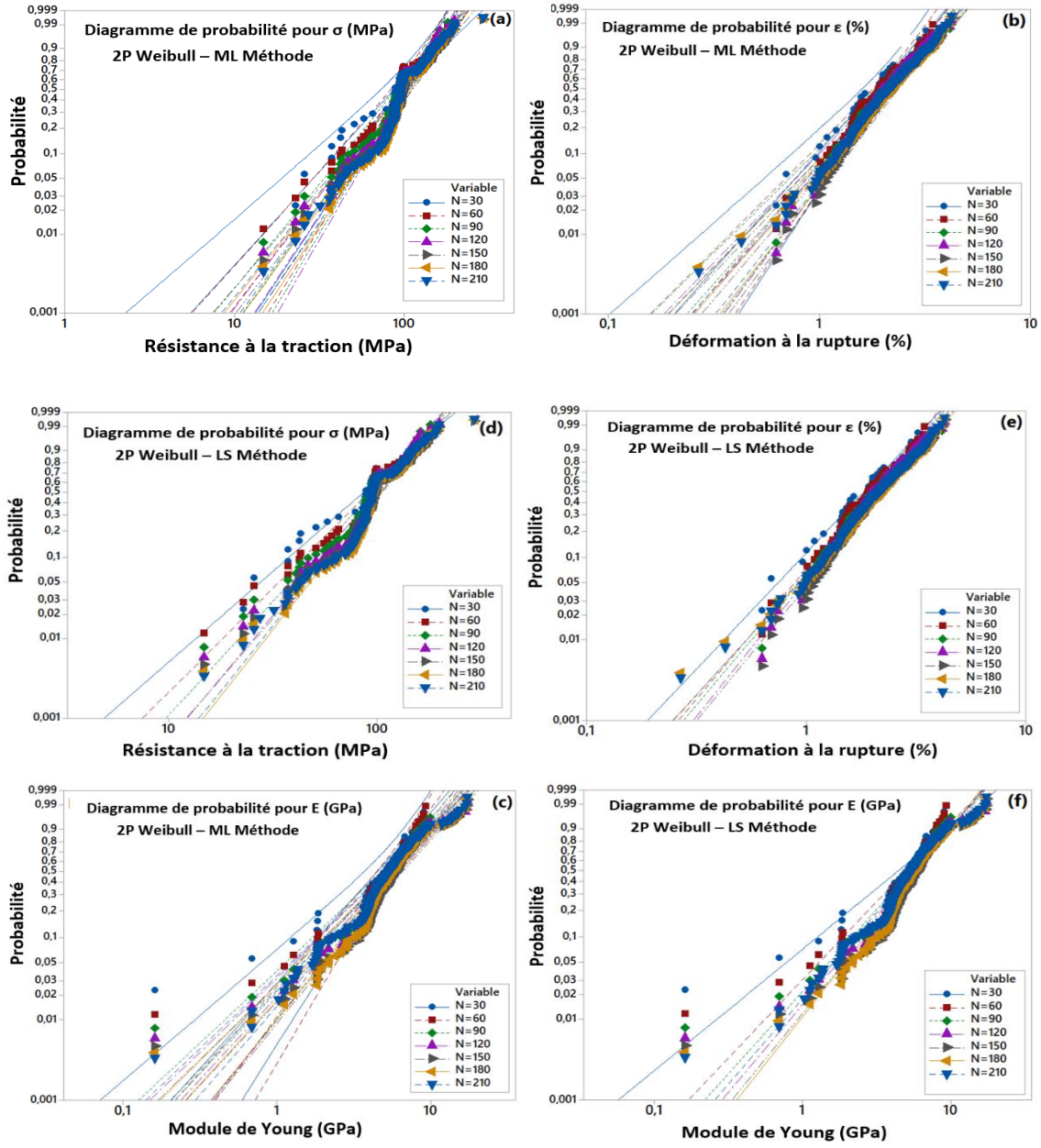
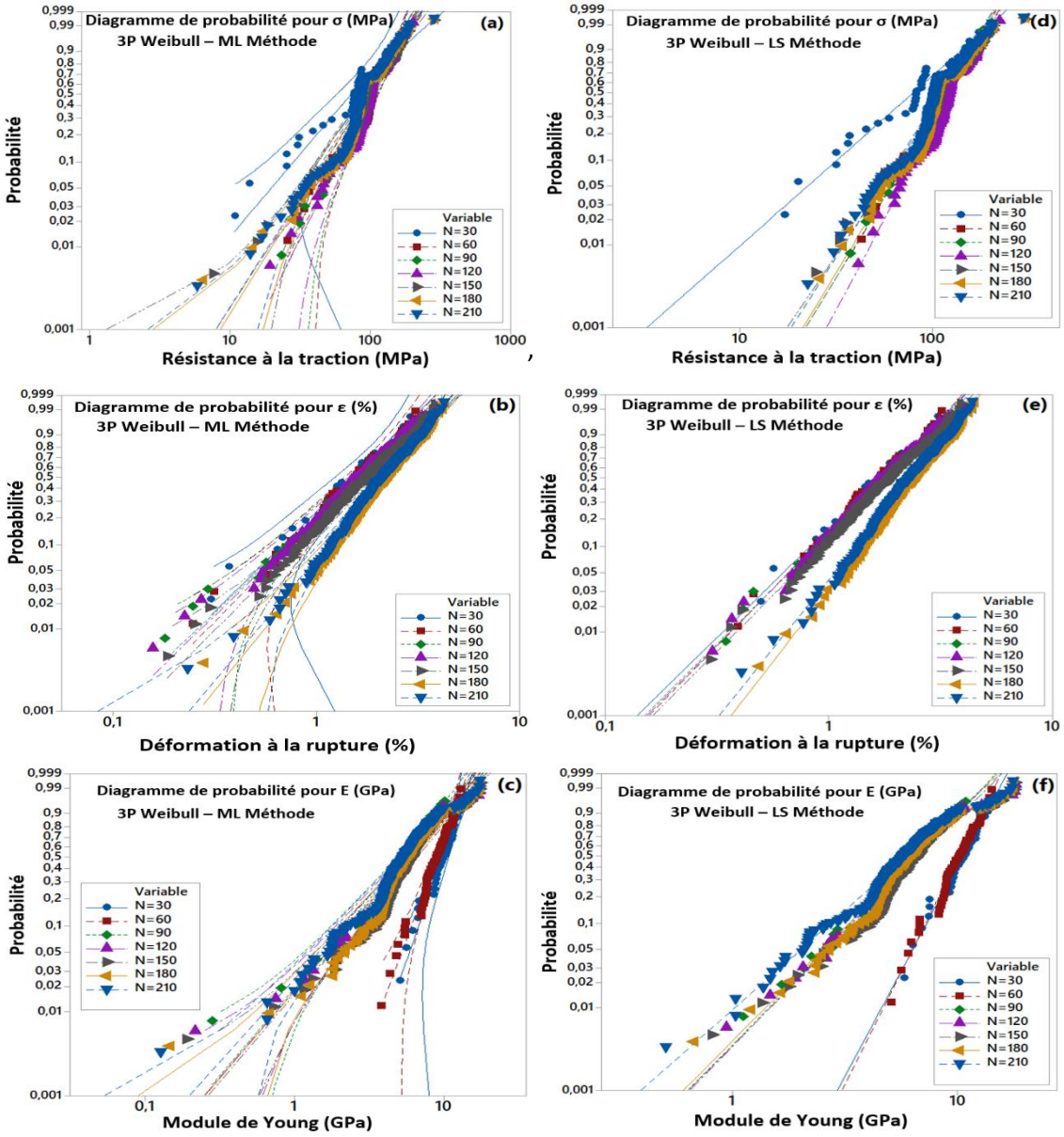


Figure B.5. Propriétés mécaniques des fibres FSAA: distribution de Weibull à 2 paramètres (2P-Weibull).



Figures B.6. Propriétés mécaniques des fibres de *l'Agave americaine*: distribution 2P-Weibull



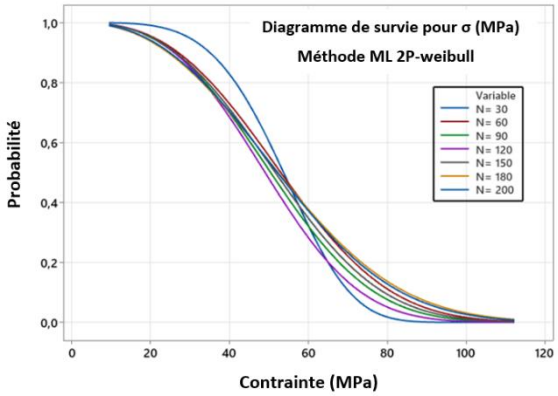
Figures B.7. Propriétés mécaniques des fibres de FSAA distribution 3P-Weibull.

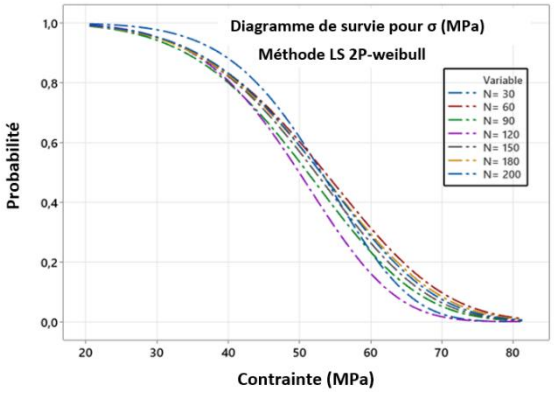
Tableau B.4. Estimation des paramètres de la distribution de Weibull à deux paramètres des fibres FSAA à l'aide de différents estimateurs LS.

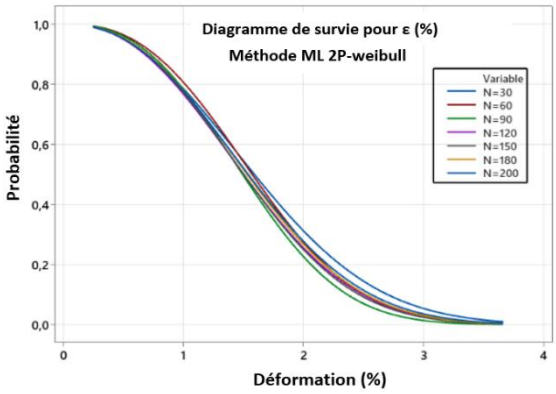
	Résistance à la traction (σ, MPa)			Déformation à la rupture (ε, %)			Module de Young (E, GPa)		
N	m_σ	σ_0	R^2	m_ε	ε_0	R^2	m_E	E_0	R^2
Rang médian (Bernard)									
30	6,234	57,21	0,919	3,097	1,81	0,936	2,507	4,67	0,985
60	4,657	58,65	0,908	3,448	1,77	0,959	2,670	4,52	0,975
90	4,735	5,70	0,918	3,498	1,68	0,96	2,884	4,53	0,967
120	5,382	53,78	0,902	2,540	1,76	0,851	2,950	4,35	0,969
150	4,811	56,69	0,896	2,699	1,74	0,859	2,846	4,60	0,958
180	4,659	57,60	0,856	2,776	1,77	0,869	2,722	4,66	0,952
210	4,814	57,39	0,86	2,789	1,78	0,876	2,697	4,65	0,958
Rang moyen (Herd-Johnson)									
30	5,865	57,36	0,923	2,914	1,82	0,941	2,374	4,70	0,983
60	4,507	58,74	0,904	3,315	1,77	0,962	2,572	4,53	0,976
90	4,607	55,78	0,918	3,391	1,68	0,963	2,801	4,54	0,968
120	5,264	53,83	0,901	2,510	1,76	0,841	2,879	4,36	0,971
150	4,715	56,75	0,897	2,671	1,74	0,851	2,787	4,61	0,959
180	4,575	57,67	0,857	2,750	1,77	0,862	2,670	4,67	0,954
210	4,733	57,45	0,861	2,764	1,78	0,87	2,650	4,66	0,96
Kaplan-Meier modifié (Hazen)									
30	6,565	57,08	0,914	3,261	1,80	0,931	2,623	4,65	0,986
60	4,783	58,57	0,91	3,565	1,76	0,956	2,754	4,50	0,973
90	4,843	55,63	0,918	3,589	1,67	0,957	2,954	4,52	0,966
120	5,481	53,73	0,902	2,562	1,76	0,859	3,010	4,34	0,968
150	4,891	56,63	0,896	2,719	1,74	0,867	2,897	4,60	0,956
180	4,730	57,55	0,855	2,794	1,77	0,876	2,765	4,65	0,95
210	4,881	57,34	0,859	2,807	1,78	0,882	2,737	4,65	0,957
Kaplan-Meier									
30	6,033	56,49	0,939	3,002	1,76	0,955	2,476	4,51	0,987
60	4,547	58,16	0,918	3,369	1,75	0,97	2,620	4,45	0,981
90	4,633	55,41	0,928	3,428	1,67	0,969	2,835	4,49	0,973
120	5,277	53,60	0,911	2,540	1,74	0,842	2,905	4,32	0,975
150	4,726	56,53	0,904	2,696	1,73	0,852	2,804	4,58	0,963
180	4,580	57,48	0,863	2,771	1,76	0,864	2,685	4,64	0,957
210	4,737	57,29	0,867	2,782	1,77	0,871	2,663	4,64	0,963

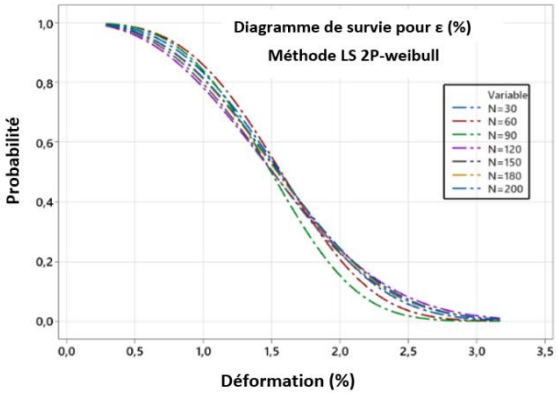
Tableau B.5. Valeurs statistiques de la distribution de Weibull à deux paramètres pour les fibres FSAA utilisant la méthode du Maximum de Vraisemblance (ML) pour N = 200.

N	Résistance à la traction (MPa)			Déformation à la rupture (%)			Module de Young (GPa)		
	2P – Weibull – ML method								
	m_σ	σ_0	σ_u	m_ε	ε_0	ε_u	m_E	E_0	E_u
30	4,419	58,39		2,274	1,87		2,348	4,70	
60	2,801	60,46		2,591	1,81		2,162	4,62	
90	2,846	57,40		2,612	1,72		2,243	4,65	
120	2,977	57,40		2,372	1,76		2,279	4,46	
150	2,808	58,87		2,435	1,75		2,061	4,76	
180	2,483	60,67		2,412	1,78		1,951	4,84	
200	2,547	60,32		2,357	1,80		1,976	4,82	









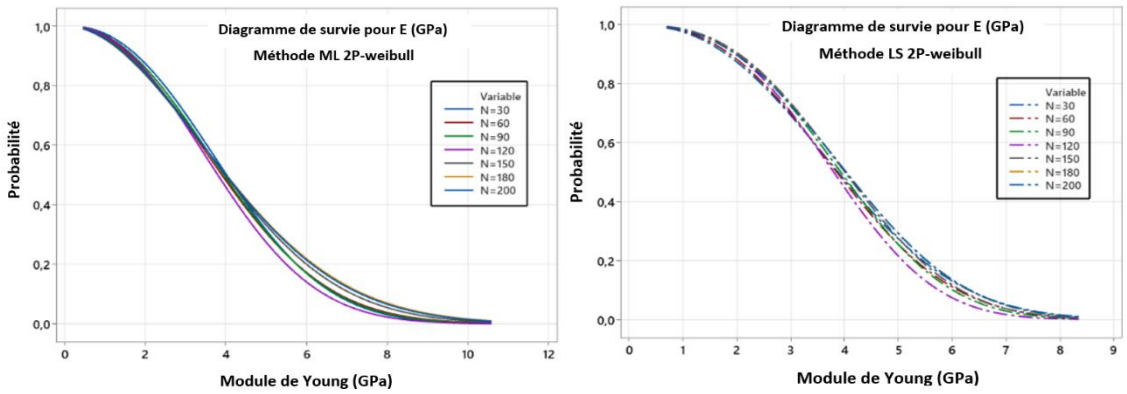


Figure B.8. Courbes de probabilité de survie (loi de Weibull à deux paramètres) des caractéristiques mécaniques des fibres FSAA obtenues par les méthodes ML et LS.

Tableau B.6. Analyse de la variance (ANOVA) de la résistance à la traction, de la déformation à la rupture et du module d'élasticité des fibres FSAA avec un intervalle de confiance de 95 %.

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	*Valeur-F*	*Valeur-P*
(A) Test ANOVA de la contrainte de traction (N = 30 à 210 tests)							
BG	6	1 541	0,51%	1 541	256,8	0,71	0,0000645
WG	823	299 543	99,49%	299 543	364		
Total	829	301 084	100%				
S 19.0779; R-sq =0.51%; R-sq (adj) = 0.00%; PRESS = 304083; R-sq (pred) = 0.00%.							
(B) Test ANOVA de la déformation à la rupture (ε, N = 30 à 200 tests)							
BG	6	0,632	0,17%	0,632	0,1054	0,23	0,000966
WG	823	372,227	99,83%	372,227	0,4523		
Total	829	372,859	100%				
S = 0.672518; R-sq =0.17%; R-sq (adj) = 0.00%; PRESS = 378.716; R-sq (pred) = 0.00%.							
(C) Test ANOVA du module de Young (E, N = 30 à 210 tests)							
BG	6	10,11	0,26%	10,11	1,685	0,36	0,0000904
WG	823	3 847,62	99,74%	3 847,62	4,675		
Total	829	3 857,73	100%				
S = 2.16220; R-sq =0.26%; R-sq (adj) = 0.00%; PRESS = 3908.93; R-sq (pred) = 0.00%.							
Les termes BG, WG, DF, MS, F et test F pour ANOVA à un facteur signifient respectivement « entre groupes », « à l'intérieur des groupes », « somme des carrés » et « carré moyen ».							

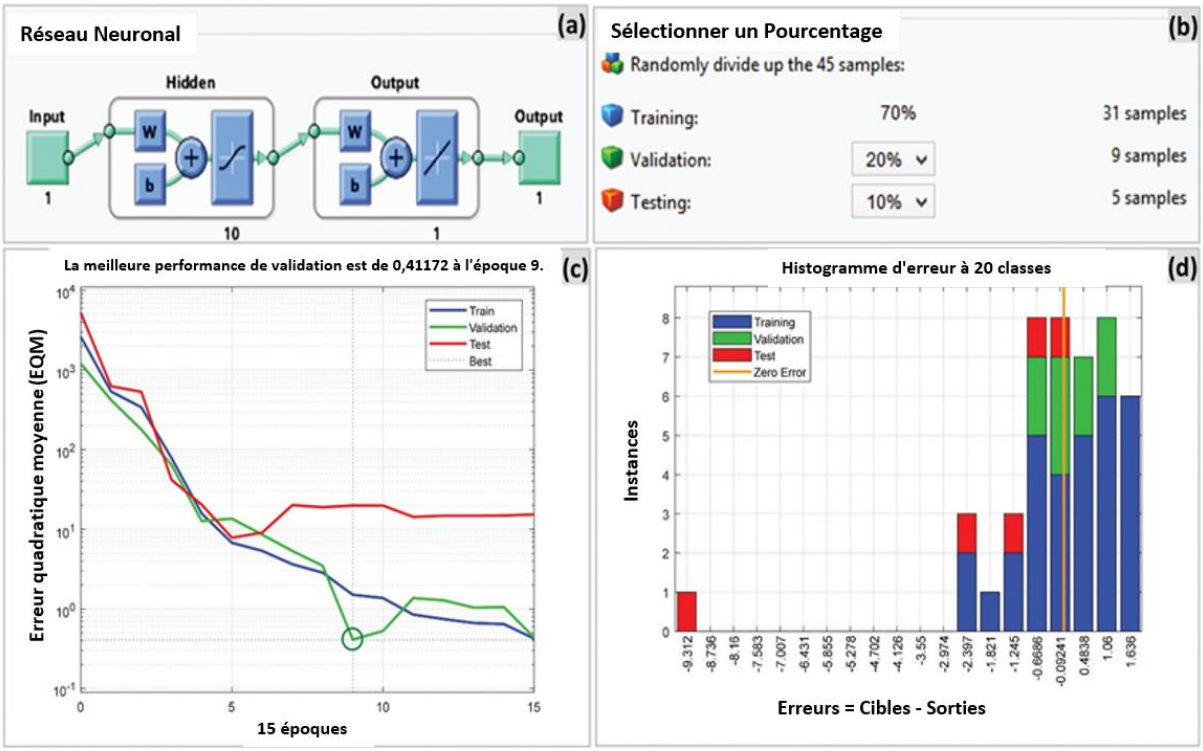
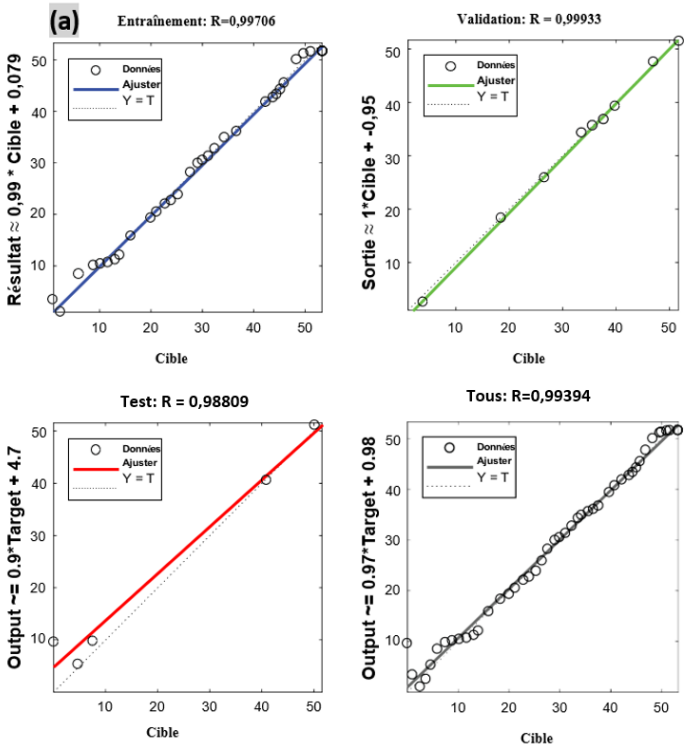


Figure B.9. Résultats du réseau de neurones artificiels (RNA) pour le comportement en traction des fibres FSAA : (a) données utilisées pour l'apprentissage, la validation et le test, (b) architecture du réseau de neurones artificiels, (c) graphes de performance du RNA pour la prédiction des conditions optimales, et (d) histogramme des erreurs.



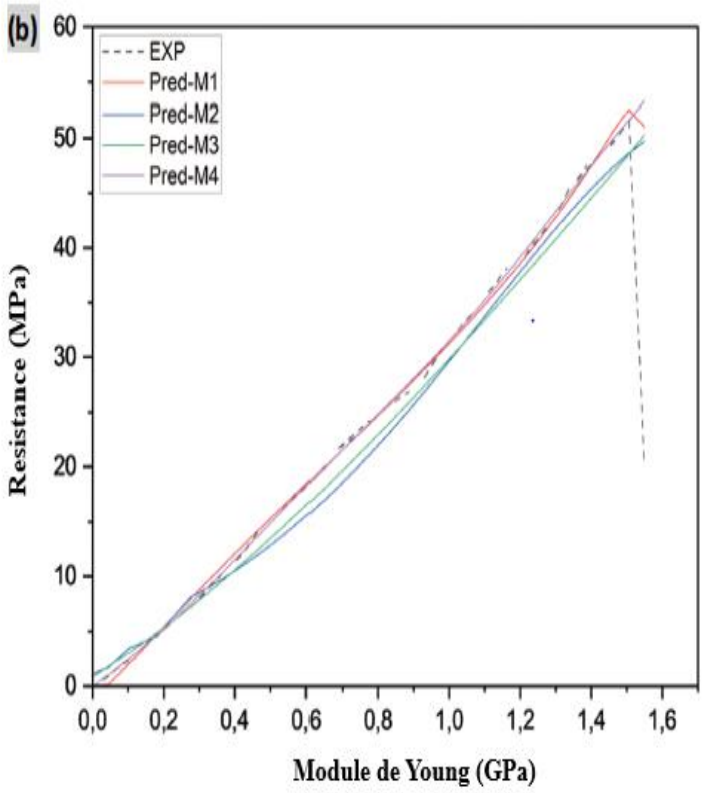


Figure B.10. (a) Analyse de régression pour la prévision en conditions idéales et (b) courbes de résistance à la traction des fibres FSAA issues de l'apprentissage par ANN.