



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université 20 août 1955-SKIKDA-
Faculté de Technologie
Département de Génie Mécanique

N° d'ordre : D012123010D

THÈSE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de

Doctorat en Sciences

SPÉCIALITÉ : Génie Mécanique

Par :

Mme ISMA DEMBRI

**Elaboration et Caractérisation d'Agro-Composite à Base de
Constituants Naturels : Approche Statistique**

Soutenue le : 25 Juin 2023

Devant le Jury composé de :

Président :	Dr. Azzedine Bedjaoui	Maitre de conférences A	(Université de Skikda)
Encadreur :	Dr. Ahmed BELAADI	Maitre de conférences A	(Université de Skikda)
Co-Encadreur :	Dr. Messaouda Boumaaza	Maitre de conférences A	(Université de Guelma)
Examineur :	Dr Ammar Dib	Maitre de conférences A	(Université d'Annaba)
Examineur :	Dr Chawki Farsi	Maitre de conférences A	(Université de Msila)
Examineur :	Dr Azzedine Makhoulf	Maitre de conférences A	(Université de Khenchela)
Examinatrice :	Dr Samia Aouissi	Maitre de conférences A	(Université de Skikda)

Année universitaire

2022/2023

Dédicaces

Avant tout je remercie Allah le tout-puissant

Je dédie le fruit de mon travail

A mon défunt père

**A ma défunte mère MAHRI NAFISSA qui nous a quittés en septembre
2022**

Et qui m'a fortement encouragé pour ce travail de thèse

À tous les membres de ma famille

Maria, Djihane, Med chérif et Mouhamed

À tous mes proches

Merci infiniment.

Dembri Isma

Remerciements

Ce mémoire est le résultat de quatre ans de recherche dans le cadre d'un doctorat des sciences en génie mécanique à l'Université 20 août 1955 SKIKDA.

Je tiens particulièrement à remercier mon directeur de recherche Dr Belaadi Ahmed pour m'avoir proposé ce projet de recherche stimulant, pour m'avoir accompagné, conseillé et dirigé pendant ses quatre ans. Sa passion pour la recherche ainsi que ses très nombreuses connaissances ont été une grande source d'inspiration.

Dr Boumaaza Messaouda de l'université 8 Mai 1945 Guelma ma codirectrice a toujours été disponible et ses remarques m'ont permis de franchir d'importantes étapes dans mon cheminement de recherche.

Je remercie également Dr Azzeddine Bedjaoui de l'Université 20Aout 1955 Skikda président du jury devant lequel j'ai soutenu, ainsi que tous les membres examinateurs : Dr Aouici Samia de l'Université 20Aout 1955 Skikda, Dr Makhlouf Azzeddine de l'Université de Khenchela, Dr Farsi chawki de l'Université de Msila et Dr Dib Ammar de l'Université d'Annaba.

Je remercie l'équipe du laboratoire LSPN de l'Université 8 mai 1945 Guelma, Algérie de leurs sérieux et leurs aide pour avoir mis à notre disposition leur machine de traction, leurs cellules de charge et leur équipement de mesure.

Autant aussi je remercie Pr Jawaid Mohammad directeur du laboratoire de biocomposites de technologie INTROP de l'université PUTRA de Malaisie Leur collaboration m'a permis de réaliser les essais dans un environnement de travail très agréable et sans avoir à acquérir de nouveaux équipements.

Je remercie également l'équipe du laboratoire de technologie d' « Elaboration des Matériaux et Fabrication » à l'Ecole Nationale Polytechnique de Constantine – Malek Bennabi « *MEMP* » pour leur aide précieuse.

De même je remercie le directeur de la SOMEMI Mr Adel BENSACI ainsi Mr Ben Charif le responsable de l'atelier de la, la Société Maghrébine de

Mécanique de Précision et de Maintenance à JIJEL, Algérie, où ont été réalisés les essais de perçage à l'aide d'une fraiseuse DOOSAN DNM 650 HS CNC.

Je remercie les membres de l'unité de recherche de l'URASM d'EL Hadjar Annaba pour leur professionnalisme et la bonne ambiance de travail qui règne dans les bureaux et leurs précieux services et conseils.

Je tiens enfin à remercier sincèrement ma famille pour leur soutien constant et leur amour inconditionnel qui me donne la force d'aller au bout de mes projets.

Sommaire

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction générale

Chapitre I : Etat d'art : Matériaux Biocomposites à Matrice Polymère et Renfort de Fibres Végétales

I.1 Introduction.....	5
I.2 Les Fibres naturelles.....	6
I.3 Les fibres végétales du palmier du Washingtonia Filifera.....	8
I.3.1 Les palmiers du Washingtonia Filifera (Classification, Origine et Description).....	8
I.3.2 Morphologie du palmier WF.....	10
I.3.3. Structure des fibres du palmier Washingtonia filifera.....	11
I.3.4 Composition chimique des fibres du WF.....	11
I.3.5 Architecture des fibres du Washingtonia Filifera.....	15
I.4 Techniques d'extraction des fibres du WF.....	18
I.4.1 Procédé mécanique.....	18
I.4.2 Procédé chimique.....	19
I.5 Matériaux composites et biocomposites à matrice polymère et renfort de fibres végétales	20
I.5.1 Généralités sur les matériaux composites.....	20
I.5.2 La Matrice.....	22
I.5.3. Mise en œuvre du matériau bio-composite.....	27
I.5.4 Avantages et inconvénients des matériaux biocomposites.....	31
I.6. Conclusion.....	31
Références.....	32

Chapitre II : Techniques et Méthodes Expérimentales

II.1 Introduction.....	40
II.2 Palmier du Washingtonia filifera.....	41

II.3 Méthode d'extraction des fibres du palmier <i>Washingtonia Filifera</i>	41
II.4 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	43
II.5 Microscope Optique utilisé pour la mesure du diamètre de la fibre du WF.....	44
II.6 Microscope à balayage MEB.....	45
II.7 Elaboration du biocomposite.....	46
II.7.1 Résine époxy MEDAPOXY STR.....	46
II.7.2.Préparation du moule.....	48
II.7.3.Préparation du mélange.....	49
II.7.4 Malaxeur et Procédure.....	49
II.7.5 Mise en œuvre du moulage « moulage par compression ».....	51
II.7.6.Fabrication du biocomposite époxy /renfort fibres du PWF.....	52
II.9 Caractérisation mécanique des fibres végétales du PWF.....	53
II.10 Usinage du biocomposite élaboré (époxy/fibres WF).....	54
II.10.1 Mise en place de l'usinage.....	54
II.10.2. Les moyens de mesure.....	56
II.10.3 Méthodologie et procédure expérimentale.....	58
II.11 Conclusion.....	59
II.12 Références.....	60

Chapitre III : Comportement en Traction des Fibres de *Washingtonia Filifera*: Approche Statistique

III.1 Introduction.....	63
III.2 Matériaux et techniques expérimentales.....	65
III.3 Méthodes statistiques.....	67
III.4 Résultats et discussion.....	69
III.4.1 Analyse SEM.....	69
III.4.2 Comportement en traction quasi-statique de la fibre (WF).....	69
III.4.3 Application de l'essai de traction Anderson-Darling aux fibres WF.....	75
III.4.4 Distribution de Weibull.....	76
III.5 Conclusion.....	82

III.6 Références.....	83
-----------------------	----

Chapitre IV : Prédiction de la Performance des Biocomposites Polymères Renforcés de Fibres Courtes de Washingtonia Filifera, en Perçage, par la Modélisation RSM

IV.1. Introduction.....	89
IV.2 Fabrication du biocomposite.....	91
IV.3 Caractérisation chimique du biocomposite par FTIR.....	92
IV.4 Perçage du biocomposite.....	94
IV.5 Plan expérimental et analyse statistique.....	97
IV.6. Résultats et discussions.....	98
IV.6.1 L'influence des paramètres de perçage sur Fd.....	98
IV.6.2 Méthodologie de surface de réponse et ANOVA pour les facteurs de délamination Fd(NWF), Fd(T1WF), et Fd(T3WF).....	100
IV.6.3 Interaction entre les différents paramètres du processus RSM.....	106
IV.6.4 Optimisation des conditions de perçage pour Fd(NWF), Fd(T1WF), et Fd(T3WF)	108
IV.7 Conclusion.....	112
IV.8 Références.....	114

Conclusion générale et perspectives

ANNEXE

LISTE DES FIGURES :

Chapitre I

FIGURE I. 1 CLASSIFICATION DES FIBRES NATURELLES AVEC QUELQUES EXEMPLES	7
FIGURE I. 2 FIBRES DES PALMES	
FIGURE I. 3 NORME MONDIALE DE PROTECTION.....	8
FIGURE I. 4 WASHINGTONIA FILIFERA	
FIGURE I. 5 WASHINGTONIA ROBUSTA.....	9
FIGURE I. 6 CONSTITUANTS D'UN PALMIER ET D'UNE PALME.....	10
FIGURE I. 7 RÉPÉTITION DU GLUCOSE DANS LA STRUCTURE DE LA CELLULOSE	13
FIGURE I. 8 FORMULE CHIMIQUE DE L MOLECULE DE L'HÉMICELLULOSE	13
FIGURE I. 9 COMPOSITION CHIMIQUE DE LA LIGNINE	14
FIGURE I. 10 STRUCTURE D'UNE CHAÎNE D'ACIDE URONIQUE.....	14
FIGURE I. 11 LES LONGUES CHAINES DE CELLULOSE SONT RELIÉES ENTRE ELLES EN PAQUETS, APPELÉS MICRO-FIBRILLES.....	16
FIGURE I. 12 MICROSTRUCTURE DE LA FIBRE DE BAMBOU.....	16
FIGURE I. 13 MACROGRAPHIE SEM (A) VUE LONGITUDINALE DES FIBRES WF ET (B) DÉTAIL ZOOMÉ.....	17
FIGURE I. 14 DIAGRAMME DES TECHNIQUES D'EXTRACTION DES FIBRES VÉGÉTALES.....	18
FIGURE I. 15 VARIÉTÉS DES MATRICES.....	23
FIGURE I. 16 CLASSIFICATION DES RÉSINES THERMOPLASTIQUES.....	26
FIGURE I. 17 CLASSIFICATION DES BIO-COMPOSITES.....	27
FIGURE I. 18 CONCEPTION ET APPLICATIONS INNOVANTES DES BIO-COMPOSITES EN FIBRES DE BAMBOU.....	28
FIGURE I. 19 ÉLÉMENTS DÉCORATIFS DE CONSTRUCTION DES MAISONS À BASE DE BIOCOMPOSITES À RENFORT VÉGÉTAL.....	28
FIGURE I. 20 SECTEUR DE L'INGÉNIEURIE ET MILITAIRE.....	29
FIGURE I. 21 BRIQUE ET TUILE DE BIOCOMPOSITE À RENFORT VÉGÉTAL.....	29
FIGURE I. 22 PIÈCES D'AUTOMOBILES À BASE DE BIOCOMPOSITE DE RENFORT	29
FIGURE I. 23 DIFFÉRENTS TYPES DE MÉTHODES DE MOULAGE.....	30

Chapitre II

FIGURE II. 1 PALMIER WASHINGTONIA FILIFERA	
FIGURE II. 2 FIBRES DU WASHINGTONIA FILIFERA.....	41
FIGURE II. 3 FIBRES NATURELLES DES PALMES WF.....	42
FIGURE II. 4 FIBRES COURTES NEUTRES NON TRAITÉES.....	43
FIGURE II. 5 MATÉRIEL DE SPECTROSCOPIE INFRAROUGE À TRANSFORMÉE DE FOURIER (FTIR) "METTLER TOLEDO".....	44
FIGURE II. 6 MICROSCOPE OPTIQUE NIKON ECLIPSE.....	45
FIGURE II. 7 MICROSCOPE À BALAYAGE ÉLECTRONIQUE (MEB) MODEL ZEISS EVOMA 25.	46
FIGURE II. 8 RÉSINE ÉPOXY MEDAPOXY STR.....	48

FIGURE II. 9 PRÉPARATION DU MOULE D'ÉCHANTILLON.....	48
FIGURE II. 10 MALAXEUR MÉCANIQUE.....	50
FIGURE II. 11 MACHINE À PRESSION.....	51
FIGURE II. 12 PLAQUES DE BIOCOMPOSITE ÉPOXY/RENFORT FIBRES COURTES DU PWF AVANT	52
FIGURE II. 13DISPOSITIF DE TRACTION TYPE "ZWICKROEL".....	53
FIGURE II. 14 FRAISEUSE CNC DOOSAN DNM 650 HS.....	55
FIGURE II. 15 FORET DE PERÇAGE HSS_TIN.....	56
FIGURE II. 16 PIED À COULISSE NUMÉRIQUE	FIGURE II. 17 COMPARATEUR
NUMÉRIQUE.....	57
FIGURE II. 18 PALPEUR NUMÉRIQUE.....	58
FIGURE II. 19 PALPEUR OUTIL MÉCANIQUE.....	58
FIGURE II. 20 PLAQUE BIOCOMPOSITE ÉPOXY/FIBRES COURTES WF APRÈS PERÇAGE	58

Chapitre III

FIGURE III. 1TEST DE TRACTION POUR UNE SEULE FIBRE DE WF, (A) PLANTE DE WF, (B) FIBRES DE WF UTILISÉES DANS CE TRAVAIL ET (C) ÉQUIPEMENT.....	66
FIGURE III. 2 MICROGRAPHIE SEM D'UNE SEULE FIBRE WF.....	69
FIGURE III. 3 COURBE DE CONTRAINTE-DÉFORMATION : (A) ESSAIS SUR LES TRENTÉ PREMIERS ÉCHANTILLONS ET (B) COMPORTEMENT TYPIQUE D'UN WF DE 50 MM DE LONGUEUR SOUS ESSAI DE TRACTION.....	70
FIGURE III. 4 PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES EN FONCTION DU DIAMÈTRE DE LA FIBRE POUR TOUT LES TESTS DU WASHINGTONIA FILIFERA (A) RÉSISTANCE À LA TRACTION EN FONCTION DU DIAMÈTRE, (B) DÉFORMATION EN FONCTION DU DIAMÈTRE ET (C) MODULE D'YOUNG EN FONCTION DU DIAMÈTRE.....	71
FIGURE III. 5 VARIATION DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES EN TRACTION EN FONCTION DU NOMBRE D'ÉPROUVETTES	73
FIGURE III. 6 DISTRIBUTION DE WEIBULL À DEUX PARAMÈTRES POUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES FIBRES DU WF POUR LES MÉTHODES LS ET ML.....	77
Figure III. 7 Graphiques de probabilité de survie des propriétés mécanique.....	80

Chapitre IV

Figure IV. 1 Spectre FTIR des fibres de Washingtonia Filifera non traitées et traitées à 1% NaOH et 3% NaOH pendant 12 heures	93
FIGURE IV. 2 SPECTRES FTIR DE LA FIBRE WASHINGTONIA FILIFERA DU NWF, T1WF ET T3WF.....	94
FIGURE IV. 3 MONTAGE EXPÉRIMENTAL POUR L'ESSAI DE PERÇAGE DE LA MATRICE ÉPOXY RENFORCÉE PAR DES FIBRES WF.....	95
FIGURE IV. 4 REPRÉSENTATION SIMPLIFIÉE DU PROCÉDÉ EXPÉRIMENTAL ET ASPECT DU DÉLAMINAGE.....	98
FIGURE IV. 5 ASPECT DU DÉLAMINAGE.....	99

FIGURE IV. 6 DISTRIBUTION DE PROBABILITÉ NORMALE ET VALEURS PRÉDITES PAR RAPPORT AUX VALEURS RÉELLES POUR LES DÉLAMINAGES OBTENUS (A-B) Fd(NWF), (C-D) Fd(T1WF) ET (E-F) Fd(T3WF).....	104
FIGURE IV. 7 RÉSIDUS EN FONCTION DE L'ORDRE DE RÉALISATION ET RÉSIDUS EN FONCTION DES VALEURS PRÉDITES POUR LES DÉLAMINATIONS OBTENUES Fd(NWF), (C-D) Fd(T1WF) ET (E-F) Fd(T3WF).....	105
FIGURE IV. 8 COURBE DE NIVEAU POUR LES DONNÉES PRÉDITES DES DIFFÉRENTS Fd : (A-C) Fd(NWF), (D-F) Fd(T1WF) ET (G-I) Fd(T3WF) ÉVALUÉES EN FONCTION DES PARAMÈTRES DE COUPE DES BIOCOMPOSITES WASHINGTONIA FILIFERA/ÉPOXY PRODUITS (F, N ET D).	107
FIGURE IV. 9 GRAPHIQUE 3D POUR LES DONNÉES PRÉDITES DES DIFFÉRENTS Fd : (A-C) Fd(NWF), (D-F) Fd(T1WF) ET (G-I) Fd(T3WF) ÉVALUÉS EN FONCTION DES PARAMÈTRES DE COUPE DES BIOCOMPOSITES WASHINGTONIA FILIFERA/ÉPOXY PRODUITS (F, N ET D).....	108
FIGURE IV. 10 SOLUTIONS OPTIMALES POUR LE BIOCOMPOSITE ÉLABORÉ AVEC DES FIBRES TRAITÉES ET NON TRAITÉES.....	110
FIGURE IV. 11 COURBE DE LA FONCTION DE DÉSIRABILITÉ DES TROIS RÉPONSES EN FONCTION DES DEUX VARIABLES VITESSE D'AVANCE ET VITESSE DE LA BROCHE.....	111
FIGURE IV. 12 EFFET DES PARAMÈTRES DE PERÇAGE SUR LE FACTEUR DE DÉLAMINATION Fd(1WF).....	112

LISTE DES TABLEAUX :

CHAPITRE I

TABEAU I. 1 COMPOSITION CHIMIQUE DE QUELQUES VARIÉTÉS DE FIBRES DE PALMIER.....	12
TABEAU I. 2 PROPRIÉTÉS DE QUELQUES RÉSINE STHERMODURCISSABLES.....	25
TABEAU I. 3 PROPRIÉTÉS DES RÉSINES THERMODURCISSABLES.....	25

Chapitre III

TABEAU III. 1 PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES FIBRES WF TESTÉES SOUS UNE CHARGE DE TRACTION QUASI-STATIQUE ET UN NOMBRE D'ESSAIS.....	72
TABEAU III. 2 RÉSUMÉ DES ÉTUDES PRÉCÉDENTES SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES FIBRES NATURELLES.....	74
TABEAU III. 3 ESTIMATIONS AJUSTÉES DE QUALITÉ DE L'AJUSTEMENT D'ANDERSON-DARLING POUR DIFFÉRENTES MÉTHODES DE DISTRIBUTION (DISTRIBUTIONS DE WEIBULL 2P, DE WEIBULL 3P, NORMALE ET LOGNORMALE).....	75
TABEAU III. 4 VALEURS DES PARAMÈTRES DE LA DISTRIBUTION DE WEIBULL À DEUX PARAMÈTRES POUR WF EN UTILISANT DIFFÉRENTS ESTIMATEURS LS À DIFFÉRENTES LONGUEURS D'ÉCARTEMENT (GL).....	78
TABEAU III. 5 VALEURS DE LA STATISTIQUES DE WEIBULL À DEUX PARAMÈTRES POUR WF	79
TABEAU III. 6 ANALYSE ANOVA DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES FIBRES WF.....	81

CHAPITRE IV

TABEAU IV. 1 PARAMÈTRES DU PROCESSUS DE PERÇAGE DISPONIBLE DANS LA LITTÉRATURE POUR LES COMPOSITES POLYMÈRES CONSOLIDÉS PAR DES FIBRES DE WASHINGTONIA FILIFERA.....	96
TABEAU IV. 2 PLAN D'EXPÉRIENCES.....	100
TABEAU IV. 3 RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX POUR LE FACTEUR DE DÉLAMINATION DES TROUS PERCÉS À LA SORTIE.....	100
TABEAU IV. 4 RÉSUMÉ DES MODÈLES STATISTIQUES DES RÉPONSES DE Fd (NWF), Fd(T1WF) ET Fd (T3WF).....	102
TABEAU IV. 5 DIFFÉRENTS FACTEURS DE DÉLAMINATION PAR ANOVA POUR LE MODÈLE QUADRATIQUE DE SURFACE DE RÉPONSE.....	103
TABEAU IV. 6 OBJECTIFS ET PLAGES DES PARAMÈTRES POUR L'OPTIMISATION DES CONDITIONS DE COUPE POUR DIFFÉRENTS Fd.....	109
TABEAU IV. 7 OPTIMISATION DE LA RÉPONSE POUR LES PARAMÈTRES DE RÉPONSE EN UTILISANT RSM POUR DIFFÉRENTS Fd.....	109

NOMENCLATURE ET ABREVIATIONS

ANOVA : Analyse de variance (Analyze Of Variance)

CNC : Centre d'usinage vertical

Fd : Facteur de délaminage

IRTF : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

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

LS : la méthode d'estimation (Least Squares estimate)

MEB : Microscope à balayage électronique.

NaOH : Hydroxyde de sodium

RSM : Méthodologie de surface de réponse

RNA : Réseaux de neurones artificiels

RMSE : L'erreur RMS

RNA : Réseaux de neurones artificiels

RMSE : L'erreur RMS

WF: Fibres de *washingtonia filifera*

NWF : Fibres non traitées du Washingtonia Filifera

T1NW : Fibres du Washingtonia Filifera traitées à 1% de NaOH

T3NW : Fibres du Washingtonia Filifera traitées à 3% de NaOH

ε : Déformation à la rupture en traction (%).

σ : Contrainte à la rupture de traction (MPa).

E : Module de Young de traction (MPa) ou bien (GPa).

ε_f : Déformation à la rupture de flexion (%).

σ_f : Contrainte à la rupture de flexion (MPa).

E_f : Module de Young de flexion (MPa) au bien (GPa).

F : Force maximale (N).

GL : Longueur de jauge

HSS_TiN : Foret hélicoïdal de précision en acier rapide revêtu de Nitrure de Titane

Dép : Déplacement maximal (mm).

V : Vitesse d'essai (mm/min).

h : L'épaisseur des éprouvettes (mm).

L : Longueur totale des éprouvettes (mm).

l : La distance entre appuis des éprouvettes (mm).
b : Largeur des éprouvettes (mm).
S : Section des éprouvettes (mm²)
E: le module de Young en (GPa)
a: l'épaisseur de l'éprouvette (mm),
l₀: la longueur initiale (mm),
m_σ: Module de Weibull pour la contrainte à la rupture.
m_E : Module de Weibull pour le module de Young
x_i : Variables de prédiction codées appelées facteurs
β : Coefficient de régression
D_{max} : Diamètre maximal du trou
D : Diamètre initial du trou
W_{max} : Largeur maximale de la zone endommagée
W : Largeur initiale de la zone endommagée
A_{max} : Surface maximale du trou
A_{trou} : Surface initiale du trou
d : Diamètre du foret
N : Vitesse de coupe
f : Vitesse d'avance
CV% : Coefficient de variance
R² : Coefficient de détermination
EQM : Erreur quadratique moyenne (en anglais :MSE)
P : Probabilité de survie
F : coefficient de Fisher

Résumé

Plus de 50 ans après leur introduction dans les secteurs de la construction tels que l'aéronautique, l'automobile, la construction, les produits de consommation, etc., les fibres naturelles suscitent toujours l'intérêt des scientifiques et des chercheurs, car leur utilisation dans les composites polymères renforcés continue de permettre aux concepteurs industriels de trouver des solutions intelligentes pour surmonter les problèmes de vieillissement des infrastructures, qui ne cessent de s'aggraver. Ces fibres sont peu coûteuses, de faible densité et possèdent des qualités uniques comme la non-abrasivité et la biodégradabilité qui les rendent écologiques et à faible impact sur l'environnement. La *Washingtonia Filifera* (WF), l'une de ces fibres végétales, étant facilement accessible sur les quatre continents, attire l'attention des chercheurs en tant que substitut potentiel de fibres telles que le verre et les fibres synthétiques.

La détermination des caractéristiques mécaniques des fils végétaux de la WF soumis à une charge de traction constitue la première étape de cette recherche. En vue de vérifier le degré de divergence de ces fils naturels, des essais de traction ont été réalisés sur plus de 150 fibres pour cinq lots d'essai. Pour vérifier l'impact de la variation sur la contrainte de traction, la déformation à la rupture et le module d'Young des fibres végétales, près de 30 échantillons ont été prélevés et soumis à des essais de traction pour une longueur de jauge (GL) de 50 mm. Des distributions de Weibull à deux et trois paramètres ont été utilisées pour examiner les données. L'analyse de la variance réalisée à l'aide du logiciel Minitab a révélé une sensibilité considérable des caractéristiques mécaniques des fibres végétales.

La deuxième partie de cette étude a pour but d'examiner les effets des paramètres de forage sur le facteur de délamination (Fd) pour notre matériau biocomposite renforcé par des fibres de *Washingtonia Filifera*. Les vitesses de coupe (500, 1500 et 2500 tr/min) ont été choisies en fonction de la bibliographie sur le perçage à sec sans huile minérale de transfert de chaleur et une vitesse d'avance (50, 100 et 200 tr/min), qui varie à son tour en fonction du diamètre des forets. Trois forets en nitrure de titane (HSS_TiN) de différents diamètres (5, 7 et 10 mm) ont été utilisés pour les tests. Les techniques ANOVA ont été utilisées de différentes manières pour examiner les résultats. La technique ANOVA a été utilisée pour le biocomposite développé à base de fibres *Washingtonia Filifera* de 10 mm à base de matrice en résine époxy. Pour simuler les essais expérimentaux, l'approche RSM a été utilisée pour l'analyse statistique afin de prédire les facteurs de délaminage du biocomposite renforcé par des fibres de *Washingtonia Filifera* en fonction des paramètres de forage, les résultats des modèles numériques sont comparés aux résultats expérimentaux.

Mots-clés

Washingtonia Filifera, comportement en traction, distribution de Weibull, propriétés mécaniques.

Abstract

More than 50 years after their introduction into construction sectors such as aeronautics, automotive, construction, consumer products, etc., natural fibers continue to arouse the interest of scientists and researchers, as their use in reinforced polymer composites continues to enable industrial designers to find intelligent solutions to overcome the ever-increasing problems of aging infrastructures. These fibers are low-cost, low-density and possess unique qualities such as non-abrasiveness and biodegradability, making them ecological and low-impact on the environment. Washingtonia Filifera (WF), one of these plant fibers, is readily available on all four continents, attracting the attention of researchers as a potential substitute for fibers such as glass and synthetic fibers.

Determining the mechanical properties of WF plant yarns under tensile load is the first step in this research. In order to verify the degree of divergence of these natural yarns, tensile tests were carried out on over 150 fibers in five test batches. To verify the impact of variation on tensile stress, strain at break and Young's modulus of the plant fibers, nearly 30 samples were taken and subjected to tensile tests for a gauge length (GL) of 50 mm. Two- and three-parameter Weibull distributions were used to examine the data. Analysis of variance using Minitab software revealed considerable sensitivity in the mechanical characteristics of plant fibers.

The second part of this study aims to examine the effects of drilling parameters on the delamination factor (Fd) for our biocomposite material reinforced with Washingtonia Filifera fibers. Cutting speeds (500, 1500 and 2500 rpm) were chosen according to the bibliography on dry drilling without mineral heat transfer oil and a feed rate (50, 100 and 200 rpm), which in turn varied according to drill diameter. Three titanium nitride (HSS_TiN) drills of different diameters (5, 7 and 10 mm) were used for the tests. ANOVA techniques were used in different ways to examine the results. The ANOVA technique was used for the biocomposite developed from 10 mm Washingtonia Filifera fibers based on an epoxy resin matrix. To simulate the experimental tests, the RSM approach was used for statistical analysis to predict the delamination factor of the biocomposite reinforced with Washingtonia Filifera fibers as a function of drilling parameters, with the results of the numerical models compared with the experimental results.

Keywords

Washingtonia Filifera, tensile behaviour, Weibull distribution, mechanical properties.

ملخص

بعد مرور أكثر من 50 عامًا على إدخالها في قطاعات البناء مثل الطيران والسيارات والبناء والمنتجات الاستهلاكية وما إلى ذلك ، لا تزال الألياف الطبيعية تثير اهتمام العلماء والباحثين ، لأن استخدامها في مركبات البوليمر المعززة يستمر في تمكين المصممين الصناعيين من إيجاد أذكياء حلول للتغلب على مشاكل البنية التحتية المتقدمة ، والتي تزداد سوءًا. هذه الألياف غير مكلفة ومنخفضة الكثافة ولها صفات فريدة مثل عدم قابلية الكشط وقابلية التحلل البيولوجي مما يجعلها صديقة للبيئة وذات تأثير منخفض على البيئة. تجذب *Washingtonia Filifira* (WF) ، وهي إحدى هذه الألياف النباتية ، والتي تتوفر بسهولة في أربع قارات ، انتباه الباحثين كبديل محتمل للألياف مثل الألياف الزجاجية والاصطناعية.

يشكل تحديد الخصائص الميكانيكية للخيوط النباتية للقول السوداني المعرضة لحمل الشد المرحلة الأولى من هذا البحث. من أجل التحقق من درجة تباين هذه الخيوط الطبيعية ، تم إجراء اختبارات الشد على أكثر من 150 ليفًا لخمس دفعات اختبار. للتحقق من تأثير التباين على إجهاد الشد والضغط عند الكسر ومعامل يونج للألياف النباتية ، تم أخذ ما يقرب من 30 عينة واخضاعها لاختبارات الشد بطول مقياس واحد (GL) يبلغ 50 مم. تم استخدام توزيعات Weibull ثنائية وثلاثية المعلمات لفحص البيانات. كشف تحليل التباين الذي تم إجراؤه باستخدام برنامج Minitab عن حساسية كبيرة للخصائص الميكانيكية للألياف النباتية.

يهدف الجزء الثاني من هذه الدراسة إلى فحص آثار معاملات الحفر على عامل التفريغ (Fd) لموادنا المركبة الحيوية المقواة بألياف *Washingtonia Filifera*. تم اختيار سرعات القطع (500 و 1500 و 2500 دورة في الدقيقة) وفقًا للبيولوجيا الخاصة بالحفر الجاف بدون زيت معدني لنقل الحرارة ومعدل تغذية (50 ، 100 و 200 دورة في الدقيقة) ، والتي بدورها تختلف باختلاف قطر لقم الثقب. تم استخدام ثلاثة مثاقب من نيتريد التيتانيوم (HSS_TiN) بأقطار مختلفة (5 ، 7 و 10 مم) للاختبارات. تم استخدام تقنيات ANOVA بطرق مختلفة لفحص النتائج. تم استخدام تقنية ANOVA للمركب الحيوي الذي تم تطويره بناءً على ألياف *Washingtonia Filifera* مقاس 10 مم بناءً على مصفوفة راتنجات الأيبوكسي. لمحاكاة الاختبارات التجريبية ، تم استخدام منهج RSM للتحليل الإحصائي للتنبؤ بعوامل التفريغ للمركب الحيوي المقوى بألياف الواشنطون الفيليفيرا وفقًا لمعايير الحفر ، وتمت مقارنة نتائج النماذج العددية مع النتائج التجريبية.

الكلمات الدالة

واشنطنية فيليفيرا ، سلوك الشد ، توزيع ويبيل ، الخواص الميكانيكية.

Introduction générale

L'adoption des fibres naturelles sous forme de renforcement des matrices thermoplastiques dans les matières composites ne cesse d'augmenter à cause de leurs valeurs environnementales. Sur les marchés, les fibres végétales sont plus abondantes et moins chers, avec une haute diversité. L'objectif principal de l'adoption de ces fibres comme renfort dans les matériaux composites est d'atteindre une liaison adéquate entre la matrice thermodurcissable et les fibres. Le fait que les fibres végétales sont conçues essentiellement de cellulose les rends absorbantes à l'eau et l'humidité, pour cette cause il faut réaliser une meilleure cohésion pendant l'attachement des fibres sur la matrice lors de l'étape du mélange pendant l'élaboration du bio-composite afin d'élargir le domaine de l'utilisation de ce nouveau matériau.

L'Algérie possède des ressources naturelles renouvelables très importantes et parmi ces ressources, le palmier décoratif du *Washingtonia Filifera*.

Dans ce travail de thèse on s'intéressera au développement de nouvelle génération de bio-composite constitué de fibres végétales courtes du *Washingtonia Filifera* et d'une résine polyester. La première question à résoudre est : quelle est la manière d'extraire la fibre végétale sans l'abimer, et la seconde question est comment réaliser une bonne liaison entre les composants de notre jonction fibre-matrice, après l'application de différents traitements chimiques appropriés. La caractérisation mécanique et l'endommagement, des résines polyesters, des fibres ainsi que des bio-composites sous chargement statique et/ou fatigue cyclique, sous différentes sollicitations à savoir la traction, ainsi que de l'endommagement pendant l'usinage de ces matériaux biocomposites à renfort de fibres végétales.

Dans ce cadre notre travail est divisé en quatre chapitres:

A l'entête des chapitres, nous présentons une bibliographie récapitulative autour des fibres cellulosiques et les matériaux composites. Il sera consacré à la présentation des plantes des *Washingtonia Filifera* et ses composantes, à exposer en premier lieu la composition chimique de ces fibres tel que la cellulose qui est la composante dominante puis l'hémicellulose ainsi que la lignine et d'autres constituants. Nous abordons également les dernières connaissances scientifiques à propos des fibres cellulosiques avec de différentes méthodes de traitements chimiques des fibres et des diverses voies d'extraction de ces dernières seront également décrites. Ensuite, nous évoquons les matériaux

composites à matrice polymère et renfort à base de fibres cellulosiques, en donnant des exemples d'utilisation de ces matériaux dans différents domaines. Pareillement les polyéthylènes à haute densité seront aussi présentés ainsi que les résines thermo durcies et thermoplastiques et leurs caractéristiques et utilisations.

Le deuxième chapitre sera consacré à la description du matériel utilisé, à savoir les moules d'échantillons, les Machines a compression, Machine mélangeur à deux cylindres. Nous exposerons également le matériau utilisé dans cette recherche et la technique d'extraction de la fibre du *Washingtonia Filifera*, ainsi que les différentes techniques de traitement en NaOH, nous présenterons le matériel utilisés pour les essais mécaniques tel que les essais de traction, et essais chimiques comme le FTIR en passant par le microscope optique et le SEM, à la fin on présentera la machine de perçage utilisée (une fraiseuse universelle), avec les méthodes d'expérience proposées.

Dans le troisième chapitre on présentera et discutera les résultats du comportement en traction des fibres du WF tel que la contrainte, le module de Young et la déformation à la rupture, une approche statistique basée sur la méthode d'Anderson-Darling et la distribution de Weibull sera exposée.

Après avoir expliqué dans le quatrième chapitre le principe et la façon de l'arrachement de la matière pendant l'usinage des matériaux composites renforcés par des fibres végétales, nous somme passer à la prédiction de la performance de notre biocomposite en perçage, en passant par l'élaboration de trois différents biocomposites NWF, T1WF et T3WF. Ensuite la caractérisation chimique de nos matériaux polymères renforcés de fibres courtes du WF, traitées et non traitées par NaOH pendant 12 heures. Après nous avons démontré l'impact des grandeurs et des facteurs du perçage sur le coefficient de délaminage, pour valider ces résultats par les méthodes statistiques : l'analyse de variance ANOVA et l'optimisation des conditions de perçage des trois échantillons par la méthode RSM.

Ainsi nous aboutirons à la fin à des recommandations d'usinage mieux adaptées pour notre matériau biocomposite.

Chapitre I :
Etat d'art : Matériaux
Biocomposites à Matrice
Polymère et Renfort de
Fibres Végétales

Chapitre 1.

ETAT D'ART : MATERIAUX BIOCOMPOSITES A MATRICE POLYMERE ET RENFORT DE FIBRES VEGETALES

Contenu du chapitre	Page
I.1 Introduction	5
I. 2 Les Fibres naturelles	6
I.3 Les fibres végétales du palmier du Washingtonia Filifera	7
I.3.1 Les palmiers du Washingtonia Filifera (Classification, Origine et Description).....	7
I.3.2 Morphologie du palmier WF	9
I.3.3. Structure des fibres du palmier Washingtonia filifera	10
I.3.4 Composition chimique des fibres du WF	11
I.3.5 Architecture des fibres du Washingtonia Filifera	14
I.4 Techniques d'extraction des fibres du WF	17
I.4.1 Procédé mécanique	17
I.4.2 Procédé chimique.....	18
I.5 Matériaux composites et biocomposites à matrice polymère et renfort de fibres végétales	19
I.5.1 Généralités sur les matériaux composites	19
I.5.2 La Matrice.....	21
I.5.3. Mise en œuvre du matériau bio-composite.....	25
I.5.4 Avantages et inconvénients des matériaux biocomposites	29
I.6 Conclusion	30
I.7 Références	31

Chapitre I :

Etat d'art : Matériaux Biocomposites à Matrice Polymère et Renfort de Fibres Végétales

I.1 Introduction

L'application des fibres naturelles occupe une grande importance dans la valorisation de la biomasse, d'un côté l'exploitation industrielle des matières plastiques cherche à diminuer les ressources pétrolières et avertir les populations de l'impact négatif des matériaux plastiques sur notre environnement (émission du CO₂), et de l'autre côté les lois écologiques mondiales actuelles se basent sur trois principes : en premier lieu la préservation de l'environnement et des êtres vivants, en second lieu la diminution de la pollution par la réduction des déchets et des matières polluantes, et en dernier l'échange total ou partiel des produits pétrochimiques et leurs dérivés par des ressources renouvelables et recyclables, ces matériaux issus de la biomasse présentent plusieurs avantages notamment la diminution des rejets de gaz carbonique, ils sont le plus souvent biodégradables et/ou compostables et/ou biocompatibles en plus de leur image positive de matériaux biosourcés dans l'opinion publique [1], Ces fibres sont moins couteuses et moins denses et possèdent des propriétés spécifiques, par exemple elles sont non abrasives et biodégradables et écologiques et ayant un faible impact sur l'environnement.

L'utilisation des fibres naturelles dans les composites existe depuis des milliers de siècles. On la trouve chez les pharaons sous forme de produits de construction tels que le mélange de la paille à l'argile pour durcir la construction des murs de leurs maisons[2] [3]. Ces dernières dizaines d'années ; les industriels ou les chercheurs se sont intéressés à ces composites à renfort naturel ou comme charge.

Une grande partie de ces fibres est valorisée comme source de renforcement dans l'industrie d'automobile, maritime, du papier, d'emballage ou de panneaux de particules [4] . Les fibres naturelles se classent selon leurs origines en trois catégories principales, animales, minérales et végétales, cette dernière se divise en deux grandes familles, les fibres de bois et les fibres agricoles [5]. L'une des principales remarques que l'on peut faire entre les différentes fibres est de savoir s'il s'agit d'une fibre animale ou d'une fibre végétale. Les fibres animales comprennent plusieurs constituants, par exemple la laine naturelle qui provient la plupart du temps du mouton pour ses propriétés exceptionnelles, mais, elle peut aussi être issue de la chèvre pour le fameux cachemire ou le mohair, du yack et de l'alpaga (une sorte de lama), y a aussi la sublime laine angora produite par le lapin. La plus connue des fibres

végétales est celle du coton, une plante qui donne un tissu souple, confortable et absorbant. Aujourd'hui plusieurs fibres végétales sont développées telles que la fibre du bambou [6] qui est appréciée pour ses propriétés climatisantes et antistatiques.

Ce chapitre est dédié à la présentation des fibres végétales provenant de *Washingtonia Filifera*. Nous aborderons également les connaissances actuelles sur les fibres naturelles, en mettant l'accent sur les fibres végétales, ainsi que les différentes méthodes de modification chimique et d'extraction. Ensuite, nous examinerons les différentes définitions des matériaux composites fournies par plusieurs chercheurs en fonction de leurs études dans le domaine. Nous présenterons également la composition de quelques matériaux composites et les propriétés de la matrice polymère choisie, à savoir la résine époxy. Enfin, nous expliquerons la procédure de mise en œuvre des matériaux bio-composites renforcés par ces fibres traitées.

I. 2 Les Fibres naturelles

Les fibres naturelles se trouvent dans les plantes, les animaux et les minéraux ; elles apparaissent spontanément dans la nature et/ou sont cultivées dans le cadre d'activités agricoles [7]. Parmi ces fibres, on distingue trois grandes divisions (**Figure I-1**), à savoir :

- a) Les fibres végétales qui se différencient selon leurs sources, on distingue celles qui proviennent des tiges et des plantes tels que le jute, le lin, le ramie et le chanvre, on les appelle fibres libériennes ; et les fibres dures qui proviennent d'écorce de fruit, des troncs de la plante et des feuilles; la troisième catégorie est celle des fibres extraites des poils et des graines fondamentales comme le coton et le kapok.
- b) Les fibres animales sont regroupées en trois catégories principales : la laine, qui est un matériau d'origine animale composé de fibres kératiniques provenant de moutons, brebis ou agneaux ; les poils, issus de chèvres ou béliers ; et la soie naturelle, qui est produite depuis 3000 ans par les chenilles de papillons, comme le bombyx du mûrier.
- c) En ce qui concerne les fibres minérales, leur utilisation dans les textiles nécessite la production de fibres spéciales à base de minéraux. Après divers traitements tels que le concassage, le tamisage et la fusion, ces produits minéraux deviennent plus légers et stables. Les fibres minérales sont classées en deux catégories : les fibres traditionnelles, telles que l'amiante, la sépiolite et la wollastonite, extraites de la nature sous forme de roches ; et les fibres minérales synthétiques, produites en atelier à des températures élevées dépassant les 1300 degrés Celsius, telles que les fibres de verre, les fibres de zircon et les fibres d'alumine.

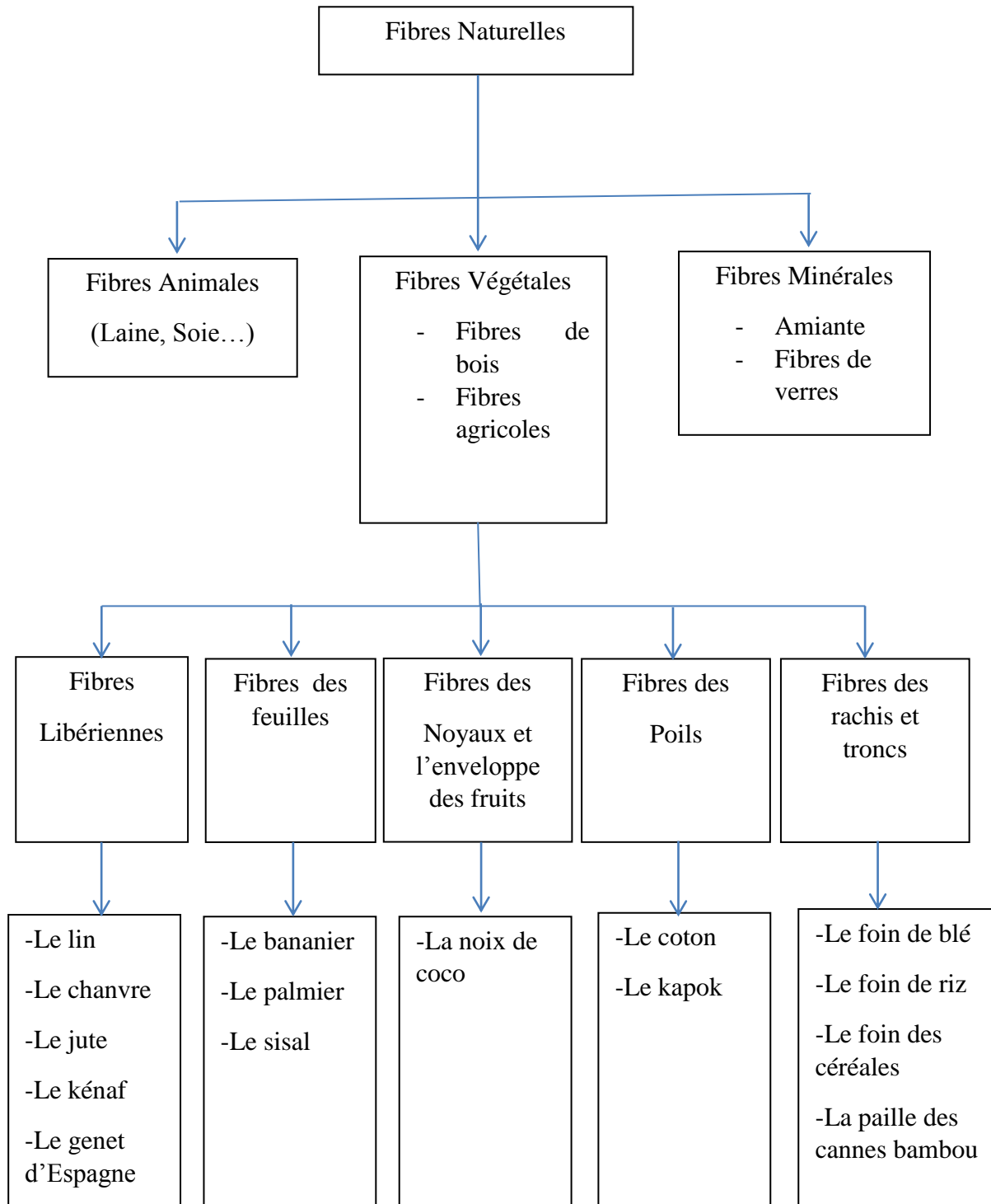


Figure I. 1 Classification des fibres naturelles avec quelques exemples [7]

I.3 Les fibres végétales du palmier du *Washingtonia Filifera*

I.3.1 Les palmiers du *Washingtonia Filifera* (Classification, Origine et Description)

Les chercheurs montrent un intérêt croissant pour les fibres du *Washingtonia Filifera* parmi les fibres lignocellulosiques utilisées dans la construction biologique fibrillaire. En effet, les fibres de WF présentent plusieurs avantages. Tout d'abord, elles proviennent d'une

ressource naturelle abondante et peu coûteuse, présente sur tous les continents, notamment en Amérique du Sud où elles sont originaires. On peut également les trouver en quantités modérées en Afrique et en Asie, car ce palmier est largement commercialisé comme arbre décoratif. Le palmier du *Washingtonia Filifera* est l'une des rares ressources végétales qui n'a pas été massivement exploitée [3] vu sa lente croissance. Les palmiers du WF sont répandus partout dans le monde, on les trouve sur les quatre continents (**Figure I.2**).

Washingtonia est une espèce de palmier qui fait partie de la famille **Arecaceae**, qui a été appelée ainsi en mémoire du président américain George Washington, il est classifié du règne Plantae, de la division Magnolophita, de la classe Liliopsida, d'ordre Arecales, de la famille Arecaceae et sous famille Coryphoideae, la tribu Corypheeae, sous-tribu Livistoninae, il partage sa sous-tribu avec 11 autres genres : *Acoelorrhaphe*, *Brahea*, *Pritchardia*, *Serenoa*, *Livistona*, *Colpothrinax*, *Copernicia*, *Pholidocarpus*, *Johannesteijmannia*, *Licuala*, *Pritchardiopsis*. Pour son statut de conservation, le palmier *Washingtonia* est quasi menacé (**Figure I.3**).



Figure I. 2 Fibres des palmes

Statut de conservation UICN

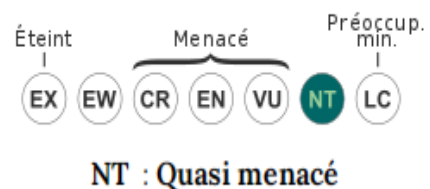


Figure I. 3 Norme mondiale de protection

Le genre de palmier *Washingtonia* comporte deux espèces :

- a) Le *Washingtonia Filifera* appelé aussi Palmier à jupon ou Palmier Californien ou même Palmier jupon de Californie (**Figure I.4**) caractérisé par un diamètre d'Adulte : 01.00 mètre, une rusticité de -10° / -12° c, bien exposé au soleil, implanté dans un sol drainant
- b) Le *Washingtonia Robusta*, se remarque du *washingtonia filifera* par sa forme très élancée (**Figure I.5**) caractérisé par ses stipes marrons cylindriques, rugueux, conservant les bases des feuilles, son feuillage est persistant, vert brillant, orbiculaire

(1 m de diamètre), segments piquants, pétioles épineux de plus d'un mètre avec une croissance lente et hauteur de 25 mètres

Une fois le palmier *Washingtonia* installé, il présente une adaptation parfaite à la sécheresse et peut tolérer des températures allant jusqu'à -8°C . Pour son entretien, il est important de le protéger du gel et d'arroser régulièrement les jeunes palmiers après leur plantation, tout en enlevant les palmes desséchées. Ce palmier peut être utilisé en groupes d'individus ou comme arbres d'alignement le long des rues et des avenues, et il peut également supporter une plantation sur de grandes distances.



Figure I. 4 *Washingtonia Filifera*



Figure I. 5 *Washingtonia robusta*

Il est originaire du sud-ouest des États-Unis, en particulier de la Californie et du sud-ouest de l'Arizona, ainsi que du nord-ouest du Mexique. Dans ces régions arides, on le trouve généralement sous forme de colonies dans les canyons et les gorges humides. Les deux espèces sont également largement cultivées en dehors de leur habitat naturel, notamment dans les pays à climat tempéré, en raison de leur bonne résistance au froid, pouvant supporter des températures allant jusqu'à $-10/-20^{\circ}\text{C}$. Elles sont plantées dans les jardins et les zones urbaines pour leur croissance rapide et leur aspect décoratif.

I.3.2 Morphologie du palmier WF

L'étude des interactions entre les fibres du *Washingtonia* et les composites demandent la connaissance de la structure et la composition du palmier même. Tout palmier est constitué de trois principales parties :

a) Le tronc

Appelé également « stipe », il a généralement le même diamètre de bas en haut, sauf aux périodes de manque de nutrition qui sont traduits par un rétrécissement de ce dernier.

b) La couronne

C'est l'ensemble des feuilles de pétioles très robustes et épineux, qui se trouvent au sommet du stipe.

c) Les palmes

Se sont de longues et grandes feuilles, leurs formes se diffèrent d'une espèce à une autre, sa croissance se fait en général par unique bourgeon terminal.



Figure I. 6 Constituants d'un palmier et d'une palme

I.3.3. Structure des fibres du palmier *Washingtonia filifera*

Le palmier du *Washingtonia filifera* a une structure fibreuse, on distingue cinq types de fibres (**Figure I.6**) :

- (1) Fibres du rachis et du tronc ;
- (2) Fibres de tige au niveau des pédoncules ou des grappes ;
- (3) Fibres de feuilles ;
- (4) Fibres des pétioles (la base des palmes sur le tronc) ;
- (5) Fibre de life (la bourre fibreuse qui recouvre le tronc).

Les fibres de *Washingtonia* utilisées ont l'aspect des fibres multicellulaires. En coupe transversale, les faisceaux de fibres sont constitués d'environ 100 à 200 cellules individuelles qui sont liées entre elles par des gommages naturelles. Les cellules individuelles sont constituées de parois épaisses avec une lumière centrale et la forme d'une cellule unique est polygonale. La section transversale des fibres du *washingtonia* n'est ni circulaire ni de dimension assez uniforme. La surface de la fibre présente de multiples nœuds et rayures, ce qui indique la présence de nombreuses cellules individuelles alignées en parallèle pour former le filament de la fibre.

I.3.4 Composition chimique des fibres du WF

Les constituants chimiques du *Washingtonia* ressemblent à celle du palmier dattier. Les composantes principales des tiges du *washingtonia* sont la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, qui représentent un grand pourcentage de la masse globale, seulement la teneur de ces éléments varie d'un palmier à un autre ou dans le même palmier suivant le membre soit le tronc, le bois du palmier, les palmes, les folioles ou les fruits [8][9][10][11], comme elle varie aussi suivant l'âge et les conditions environnementales de la croissance du palmier [10][11][12][13]. Le reste des constituants sont les extractibles, les hémicellulose et la lignine, toute fois les pourcentages de chaque constituant mentionné dans plusieurs études sont rapprochés pour le même organe. Le tronc du palmier est très riche en cellulose avec un taux moyen de 37%, puis vient l'hémicellulose d'ordre de 28% , enfin celui de la lignine avec un taux moyen de 27% [11]. Les taux moyens des composants chimiques de différents types de fibres du palmier du *Washingtonia Filifera* sont presque identiques à ceux du palmier dattier cités dans le **Tableau I.1**[14]

Tableau I. 1 Composition chimique de quelques variétés de fibres de palmier

Type de bois de palmier dattier	Foliole [15]	Foliole [13]	Foliole [16]	Rachis [10]	Rachis [12]	Rachis [17]	Rachis [13]	Fibrillum [18]	Fibrillum [9]	Pétiole [19]	Tronc [20]
Taux de Cellulose (%)	35	30.3	33.5	41.2	45	44	43.1	43	46	75.6	45
Taux de Hémicellulose (%)	28	/	26	28.5	29.8	28	/	8	186	75.6	23
Taux de Lignine (%)	27	31.2	27	27.3	27.2	14	23.8	35	20	16.8	/
Autres Taux (%)	10	/	13.5	3	5	2.5	5.6	14	16	7.6	/

Les principaux composants chimiques des fibres WF sont :

a) La cellulose

La cellulose représente la part prédominante des composants des matières végétales, se trouvant dans pratiquement toutes les structures végétales [21]. D'un point de vue chimique, ce polymère linéaire, appelé cellulose, est formé par l'agencement d'unités de glucose ($C_6H_{11}O_5$) qui se répètent et se lient entre elles par des liaisons hydrogène (**Figure I.7**). La cellulose présente une structure cristalline qui varie, alternant entre des moments de désordre qui lui confèrent un aspect amorphe, et des moments où elle adopte une structure cristalline ordonnée. La présence des groupements hydroxyle (OH) la rend capable d'absorber l'eau, lui donnant ainsi une caractéristique hydrophile. De plus, cette structure la rend rigide et résistante aux agents oxydants.

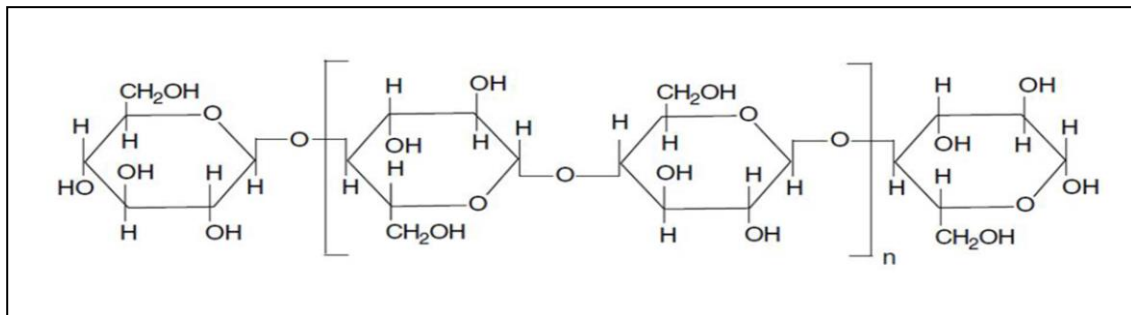


Figure I. 7 Répétition du glucose dans la structure de la cellulose [21].

b) Les hémicelluloses

Les hémicelluloses se dissolvent dans l'eau, elles sont des polymères de structure non ordonnées (amorphes). La masse moléculaire de la cellulose est beaucoup plus grande que celle de l'hémicellulose, elles sont constituées des sucres comme le galactose, l'xylose, le glucose et l'arabinose...etc. Sa structure ramifiée donne à la fibre la spécification de l'élasticité et la rend plus flexible (**figureI.8**). [22].

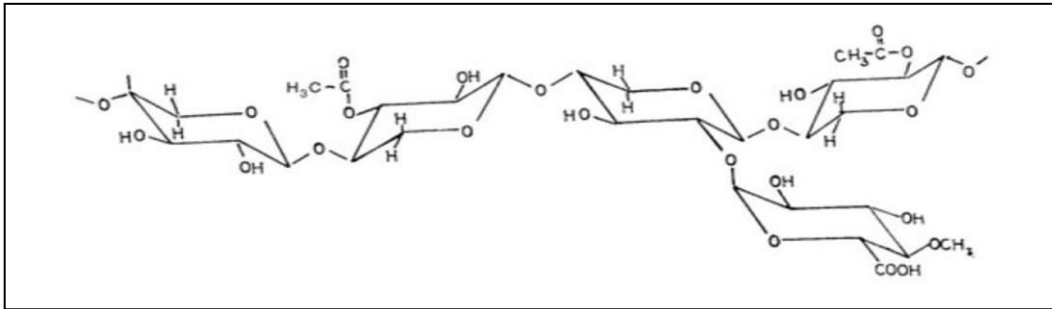


Figure I. 8 Formule chimique de 1 molécule de l'hémicellulose [23]

c) La lignine

La lignine est composée de trois types d'alcools distincts : l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique. Ce composé hydrocarboné confère aux fibres végétales leur rigidité, et son absence de liaisons hydrogène le rend insoluble dans l'eau. La structure de la lignine est entièrement amorphe (**Figure I.9**) [21].

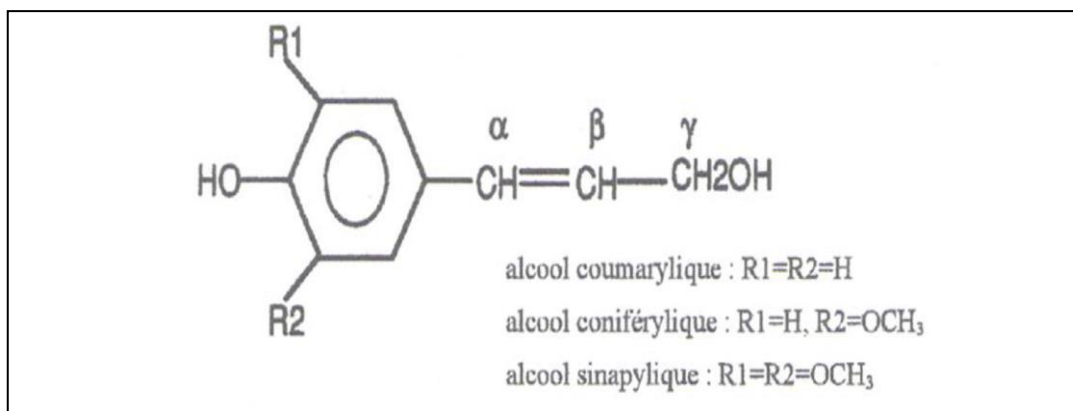


Figure I. 9 Composition chimique de la lignine [21].

d) La Pectine

Elle est composée d'une chaîne d'acide uronique qui est un composant chimique obtenu par l'oxydation du dernier carbone des oses simples comme le sucre. Ce polymère acide est également responsable de la flexibilité des fibres végétales (**figure I.10**).

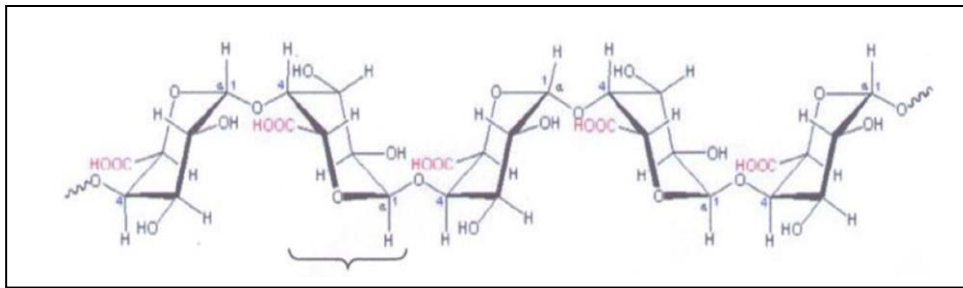


Figure I. 10 Structure d'une chaîne d'acide uronique [21].

e) Les extractibles

En raison de leur composition chimique, comprenant certaines structures similaires à celles des graisses, ces composants sont insolubles dans l'eau et divers acides. Ils sont extraits à l'aide de solutions organiques. Cette composition est en réalité responsable des caractéristiques mécaniques des matériaux composites renforcés par des fibres végétales. Les substances extractibles ont la capacité d'absorber de l'eau, contrairement à la lignine et à la cellulose qui sont responsables de l'absorption d'humidité [23].

f) Les cires (Waxes)

La composition chimique des cires est composée de plusieurs types d'alcools, ce sont des solutions organiques comme les vernis qui ne se dissout pas dans l'eau ni dans les acides, leur présence représente une grand taux de la partie extraite de la fibre végétale[24].

Il a été observé que les fibres végétales présentent des similitudes avec les matériaux composites, car elles sont composées d'un renfort constitué de fibres de cellulose, et d'une matrice formée par l'association de la pectine et de l'hémicellulose par des liaisons hydrogènes et covalentes. [25].

1.3.5 Architecture des fibres du *Washingtonia Filifera*

La complexité de la structure des fibres végétales réside dans le fait qu'elle est composée d'un ensemble de fibrilles. À l'échelle microscopique, on peut observer la présence de plusieurs micro-fibrilles qui sont formées à leur tour par des liaisons hydrogène reliant les chaînes de cellulose de manière linéaire et parallèle. Cette configuration varie d'une espèce végétale à une autre et est mesurée à l'échelle nanométrique (nm). La rigidité des chaînes de cellulose est attribuable à la régularité de la disposition de ses unités de chaînes et à la formation d'une structure cristalline constituée de liaisons hydrogène entre les chaînes intramoléculaires. Cette structure cristalline est l'élément clé des caractéristiques chimiques et physiques du biocomposite. Par exemple la fibre végétale du bambou se forme de plusieurs

micro-fibrilles et qui donne l'aspect de différentes parois (**Figure 1.12**). La composition de ces parois est basée sur les trois éléments de base de la fibre végétale et qui sont la cellulose, la lignine et l'hémicellulose, chaque paroi se diffère de l'autre par le pourcentage de ces trois composants, et le positionnement ainsi que la directions (unidirectionnel ou non) des micro-fibrilles [26].

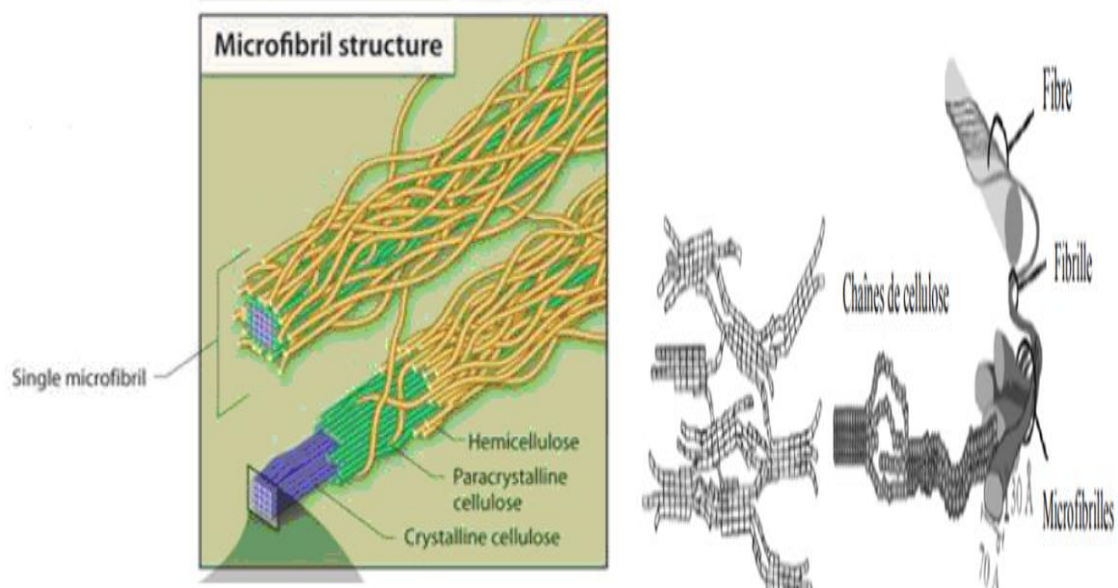


Figure I. 11 Les longues chaînes de cellulose sont reliées entre elles en paquets, appelés micro-fibrilles[27].

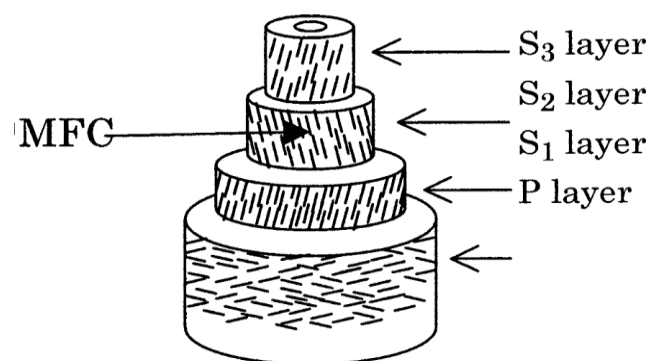


Figure I. 12 Microstructure de la fibre de bambou[28].

P= paroi primaire

S= paroi secondaire.

Les caractéristiques morphologiques des fibres comme l'illustre la **Figure I.13**, ont été étudiées à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB) JOEL, JSM-7610F. Electron Microscope (SEM) (JEOL Ltd., Tokyo, Japon), fonctionnant à une tension de 15 kV. Ces fibres ont été recouvertes d'une couche de platine métallique, puis montées sur un stub en carbone avant d'être observées. La taille des particules des fibres a été analysée à l'aide du logiciel ImageJ (National Institutes of Health, Bethesda, MD, USA). En parallèle, l'analyse de la composition élémentaire des fibres a été réalisée à l'aide de l'équipement EDX (Energy Dispersive X-ray) sur un microscope fourni par JEOL Ltd., basé à Tokyo, Japon.

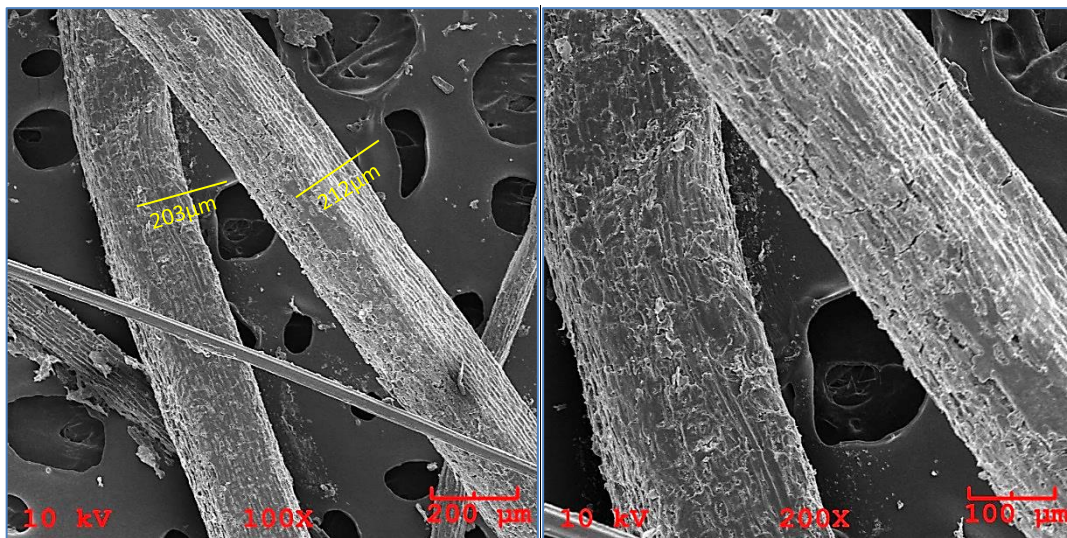


Figure I. 13 Macrographie SEM (a) vue longitudinale des fibres WF et (b) détail zoomé.

Selon les études menées sur diverses fibres végétales, telles que celles extraites du bambou, des palmiers et de l'alfa [29], on distingue deux principales familles des méthodes d'extraction des fibres cellulosiques : le procédé mécanique et le procédé chimique, qui sont schématisées sur la représentation de la **Figure I.14**

I.4 Techniques d'extraction des fibres du WF

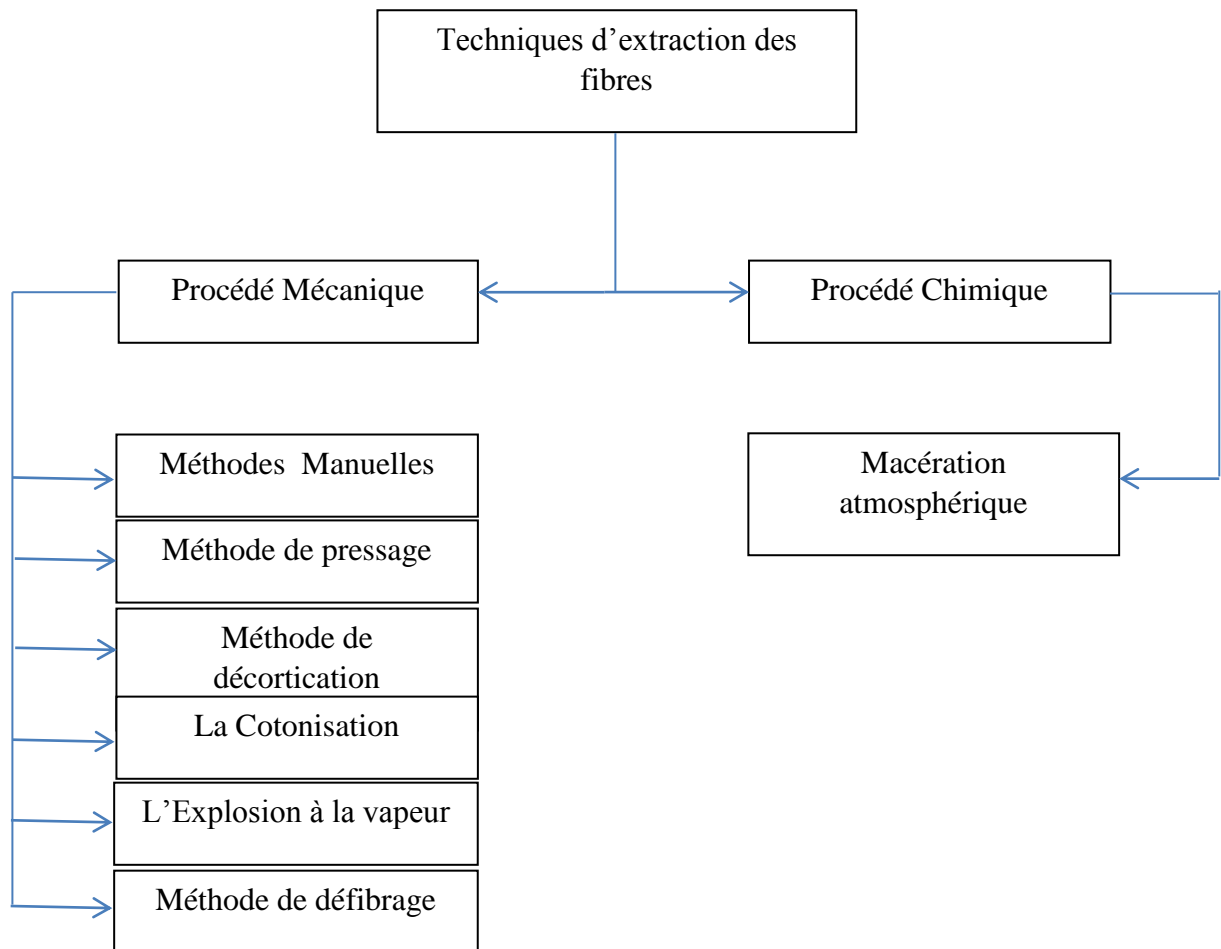


Figure I. 14 Diagramme des techniques d'extraction des fibres végétales

I.4.1 Procédé mécanique

Il se diffère suivant la nature de la plante et la fibre à extraire :

I.4.1.1 La Méthode manuelle

Dans le cas du bambou, le processus de préparation implique de diviser la plante en fonction des zones contenant des nœuds et des fines couches externes de feuilles, qui sont ensuite retirées. Le reste du bambou est ensuite épluché et découpé en morceaux selon l'épaisseur et la largeur souhaitées. Ces morceaux sont ensuite immergés dans l'eau pendant plus de deux jours mais moins d'une semaine, afin de les assouplir. Ensuite, les morceaux sont battus pour séparer les fibres en tas, puis à l'aide d'un couteau pointu, elles sont détachées les unes des autres. Ce processus est répété jusqu'à ce que les fibres soient isolées les unes des autres [30].

1.4.1.3 Méthode de décortication

La décortication consiste à retirer les membranes extérieures de la plante soit les feuilles ou les tiges afin de séparer mécaniquement leurs fibres, on trouve cette méthode fréquemment dans l'extraction des fibres de banane, du sisal, du coco, du lin et du jute [31]

1.4.1.4 Méthode de cotonisation (d'égrenage)

On utilise cette méthode pour les fibres de grain tel que le coton.

1.4.1.5 Méthode d'explosion à la vapeur

Cette méthode est utilisée pour les plantes ayant une forme de canne. Tout d'abord, on les découpe en morceaux d'environ un mètre de longueur. Ensuite, ces morceaux sont immergés dans une fausse ou une jarre remplie de vapeur chaude à une température de 175°C, pendant une heure, sous haute pression (0.7-0.8 MPa), puis on décompresse rapidement jusqu'à 22 atm. Il est essentiel de ne pas répéter cette opération plus de 8 fois, car cela fragiliserait la plante en raison des explosions successives de sa texture. Ainsi, nous obtenons un grand nombre de lamelles de monofilaments de cette plante (par exemple, le bambou), qui dépasseront la centaine. Enfin, ces lamelles sont soigneusement lavées, séchées et prêtes à être utilisées [32][28][33].

1.4.1.6 Méthode de défibrage

Ce procédé est employé pour les fibres de bois ou de liège. Tout d'abord, le tronc de l'arbre est découpé et scié en copeaux et petits morceaux. Ensuite, ces morceaux sont broyés à l'aide de méthodes mécaniques et thermiques, à des températures allant de 110 à 160 degrés Celsius. Cette cuisson est nécessaire pour affaiblir les liaisons entre les fibres [34].

1.4.2 Procédé chimique

En ce qui concerne les traitements chimiques, beaucoup de produits chimiques peuvent être utilisés, notamment des traitements alcalins ou des agents de couplage entre les fibres végétales et la matrice pour un transfert de charge efficace et améliorer la compatibilité entre elles. Ce type de traitement peut offrir de nombreux avantages, notamment la modification des propriétés de surface des biocomposites et la réduction de l'utilisation de produits chimiques dangereux pour l'environnement. L'utilisation combinée de méthodes chimiques et physiques permet d'obtenir des propriétés améliorées de ces derniers.

Ces traitements peuvent influencer la fibrille cellulosique, le degré de polymérisation, l'extraction des composés de lignine et d'hémicellulose, réduire le nombre de groupes hydroxyles de cellulose dans l'interface fibre-matrice, améliorer l'adhésion fibre-matrice,

augmenter la résistance du composite, réduire son absorption d'eau et en améliorer la stabilité thermique [35] [36], [37]. Les composites en fibres d'abaca, de coco, de lin, de chanvre, de ramie, de sisal et de jute ont été étudiées en utilisant des traitements chimiques et les caractéristiques mécaniques telles que la contrainte de traction, le module de flexion et le module de Young ont été augmentées de manière significative ainsi que le module de stockage [38]–[41].

Pour le bambou, la méthode chimique se fait par l'immersion de ce dernier dans H_2O_2 une solution alcaline forte [42][43]. Nous explorerons le WF dans le chapitre suivant. Cette approche permet de diminuer le diamètre des fibres végétales.

I.5 Matériaux composites et biocomposites à matrice polymère et renfort de fibres végétales

I.5.1 Généralités sur les matériaux composites

Les matériaux composites sont largement utilisés dans divers domaines techniques tels que le secteur naval, maritime, la construction, la conception automobile, etc. Leurs performances mécaniques et leurs propriétés chimiques en font des matériaux très recherchés dans des secteurs variés tels que l'industrie et l'ingénierie. Ils sont actuellement les matériaux les plus demandés sur le marché industriel. D'autre part, il a été constaté que la fabrication de matériaux composites renforcés par des fibres est bien moins coûteuse que celle des métaux, qui nécessitent des efforts considérables et des matières premières plus onéreuses. La composition des composites varie d'un matériau à un autre, en fonction de l'agencement des fibres de renfort et de leur longueur. Si les fibres sont courtes, nous obtenons un composite quasi-isotrope. Si les fibres sont longues et bien alignées les unes par rapport aux autres, nous obtenons des composites stratifiés. De plus, le pourcentage de volume et la concentration des fibres, ainsi que leur répartition dans la matrice, jouent un rôle important. En conséquence, chaque structure de ces composites isotropes offre des caractéristiques mécaniques et chimiques spécifiques. [44].

CHEON et AL ont choisi de faire l'élaboration d'un composite renforcé par des fibres courtes de verre et une matrice de résine polyéthylène téréphtalate, tout en utilisant la technique de moulage par compression, puis calculer la répartition des fibres dans la matrice par la méthode de traitement d'image numérique pour plusieurs différents paramètres de moulage. Pour déterminer la fraction volumique optimale du renfort des fibres courtes du carbone et du verre élaboré par méthode humide, ils ont étudié le comportement mécanique de ces composites tels que les essais de traction et de flexion ainsi que les différents taux de

fractions volumiques variant dans un intervalle inférieur à 50% et supérieur à 5% ; accompagné d'un incrément de 5% [45].

L'examen des propriétés de ces composites a confirmé l'importance de l'interface utilisée. Par exemple, Liu a réalisé une étude approfondie sur un composite renforcé par du graphène et une matrice d'époxy, en tenant compte de l'oxydation des fibres de renfort et en ajoutant des nanotubes de carbone à ce dernier. Cette recherche a conduit à une autre étude portant sur la consommation d'énergie lors de la fabrication du composite [46].

Pervaiz et Sain ont réalisé une comparaison entre l'énergie nécessaire pour produire des fibres végétales et des fibres de verre, constatant une réduction de plus de la moitié (60%) dans le cas des fibres végétales. Ils ont souligné les avantages des composites renforcés par des fibres végétales telles que le bambou, le sisal et l'alfa. Leur légèreté et leur résistance à la rupture ont attiré leur attention, ainsi que leur faible coût, étant généralement issus de déchets naturels. Par ailleurs, Bledzki a également comparé des biocomposites renforcés par des fibres de cellulose naturelles avec des renforts artificiels pour une matrice plastique. Il a cherché à améliorer leurs caractéristiques physico-chimiques en utilisant différentes méthodes de traitement chimique ou mécanique. [47].

Mechakra a mené une étude sur les propriétés mécaniques, notamment le comportement en fatigue, d'un composite renforcé par des fibres courtes d'alfa. Après avoir extrait les fibres à l'aide de nouvelles méthodes, il a choisi une matrice en polypropylène. L'objectif était de fabriquer différentes plaques composites en variant le taux de fractions volumiques des fibres d'alfa pour chaque plaque à produire [48].

Une étude réalisée par Julio Cesar et al. a examiné le comportement des fibres de coco traitées avec du carbonate de sodium à un taux de 10% en poids, et ce pour différentes durées. L'analyse de la biologie végétale ainsi que la composition et les propriétés des polymères sont essentielles pour la fabrication d'un biocomposite renforcé par des fibres végétales. Par ailleurs, J. Mounir a analysé les composites à base de fibres végétales d'alfa extraites par des méthodes mécaniques. Il a effectué le traitement des propriétés mécaniques et physiques de ces fibres à l'aide d'un programme d'analyse appelé Shirley. [49].

Arrakhiz F.Z et al. ont effectué une comparaison des propriétés mécaniques des fibres synthétiques traitées et non traitées. Ils ont observé une augmentation de 35% du module de Young pour les matériaux composites traités. Par ailleurs, Ben Brahim a démontré que la

masse volumique des deux composites, celui à base de polyester renforcé par des fibres d'alfa et celui renforcé par des fibres synthétiques, est pratiquement identique. [50], [51].

L'étude menée par Lekrine. A et al. [52] sur le composite de polyéthylène renforcé de fibres de *Washingtonia Filifera* a examiné le comportement mécanique du composite en utilisant trois ratios massiques de fibres (10%, 20%, 30%). Ensuite, les aspects thermiques et physiques ont été étudiés en réalisant plusieurs analyses telles que la DSC-TGA, le FTIR, la XRD et le SEM. À la fin de l'étude, il a été constaté que l'ajout de 20% en masse de fibres de *Washingtonia Filifera* à la matrice de HDPE était le plus approprié pour améliorer les propriétés mécaniques du composite, malgré une diminution de la résistance aux chocs et une réduction de la température de dégradation du nouveau composite.

L'étude menée par Belaadi et al. sur les bio-mortiers à base de *Washingtonia Filifera* a examiné les effets de différentes concentrations de biochar de la plante. Ils ont remplacé une partie du poids du ciment par du biochar dérivé de déchets de *Washingtonia Filifera* (WFWB) produits par pyrolyse. L'objectif était de prédire la porosité, la résistance à la compression de ce composite. De plus, ils ont exploré l'utilisation de techniques d'apprentissage automatique, notamment les réseaux de neurones artificiels (ANN), pour trouver la relation entre les valeurs de conductivité thermique, résistance à la compression (variables dépendantes) et les taux de remplacement du biochar et les températures de pyrolyse (variables indépendantes). [53].

1.5.2 La Matrice

Pour obtenir de bonnes liaisons entre les fibres de renforcement et assurer une répartition homogène de celles-ci, tout en évitant les ruptures irréversibles et en protégeant les renforts de la corrosion et des environnements agressifs, il est nécessaire d'utiliser une phase continue appelée "matrice". Cette matrice est responsable de la forme géométrique des pièces composées. Les matériaux composites sont généralement classés en deux grandes catégories : les composites d'origine organique et les composites d'origine non organique à base de minéraux. La plupart des composites utilisent comme matrice de base une résine polymère en raison de sa disponibilité, de sa diversité et de ses caractéristiques qui varient selon le domaine d'application et les conditions de travail spécifiques, telles que l'humidité, les hautes températures, les fibres naturelles, les matrices métalliques, les renforts synthétiques, etc. Ces deux grandes familles de composites et leurs dérivés sont représentés dans la **Figure I.15**.

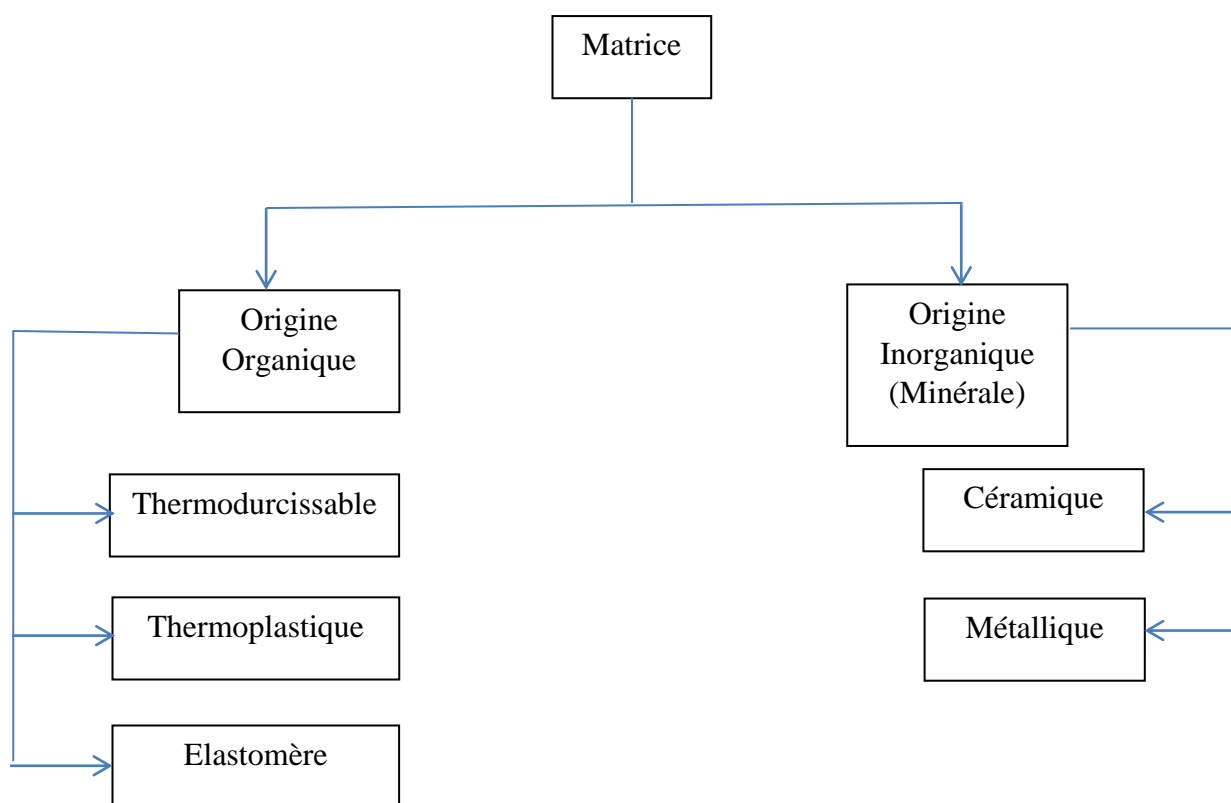


Figure I. 15 Variétés des matrices

Vu l'utilité de ces matrices dans le domaine des matériaux composites à cause de leur sollicitation mécanique tel que l'élasticité et la compatibilité avec les renforts utilisés, il est nécessaire de savoir qu'elles doivent avoir une masse volumique faible en comparant avec les fibres, et cela pour bien réserver les propriétés physiques, chimiques et mécaniques des matériaux composites.

Les résines organiques se divisent globalement en trois familles : les thermodurcissables, et les thermoplastiques, la troisième famille n'est pas trop exploitée. La différence entre ces deux types de matrice est leur composition chimique, puisque elles sont des polymères qu'on peut modifier leur structure par additionnement d'additif, des solvants de stabilisateurs ...etc. Sa structure chimique de polymère non réticulé et sous l'action d'augmentation de température, rend la résine un polymère réticulé en changeant sa structure en une tridimensionnelle, ce qui la rend déformable et malléable ainsi atteindre la forme désirée du matériau composite.

1.5.2.1 Résines thermodurcissables

Elle fait partie de l'une des plus sollicitées dans l'industrie, utilisée principalement dans la fabrication des composites destinés à différents domaines (la construction, les

textiles...etc). Vu ses caractéristiques mécaniques et chimiques, elle peut se transformer d'un état liquide à un état solide d'une manière irréversible. Son cycle de polymérisation lui permet de durcir lors de l'exposition à une source de chaleur.

Les résines thermodurcissables utilisées sont :

- Résine polyamide
- Résine époxyde
- Résine phénolique
- Résine polyester

La résine époxy est une combinaison de plusieurs éléments, composée principalement d'une résine de base qui peut se présenter sous forme liquide visqueuse ou solide, soit sous forme de poudre soluble ou non. Lorsque le mélange est trop visqueux, on y ajoute un diluant, qui peut être réactif ou non réactif, comme c'est le cas avec les solvants organiques. Pour rendre la résine plus souple et résistante, on ajoute généralement au mélange un diluant réactif. Enfin, un durcisseur, qu'il soit liquide ou solide (sous forme de poudre, de paillettes ou de morceaux), est introduit dans le mélange. Le durcisseur peut se dissoudre ou se fusionner dans le mélange, et son rôle est de fermer la boucle de polymérisation. Dans notre travail, nous avons utilisé une résine époxy thermodurcissable : la MEDAPOXY STR.

Le **Tableau I.2** présente les différentes caractéristiques mécaniques des trois principales résines thermodurcissables, qui ont des caractéristiques mécaniques élevées et une masse volumique faible.

Tableau I. 2 Propriétés de quelques résines thermodurcissables

Résines	$T_f(^{\circ}C)$	$p(Kg/m^3)$	$\epsilon_t^R(\%)$	$\partial_t^R(MPa)$	$\partial_c^R(MPa)$	$E(GPa)$
Polyesters	60 à 100	1140	2 à 5	50 à 85	90 à 200	2.8 à 3.6
Phénoliques	120	1200	2.5	40	250	3 à 5
Epoxydes	290	1100 à 1500	2 à 5	60 à 80	250	3 à 5

La distribution des quantités de composition du matériau bio-composite dépend des conditions de travail et des caractéristiques à obtenir dans chaque recherche. Le tableau suivant **Tableau I.3** expose les différentes caractéristiques des résines citées.

Tableau I. 3 propriétés des résines thermodurcissables

	Polyesters	Phénoliques	Epoxydes	Polyamides
Caractéristique mécanique	Moyennes	Faibles	Très bonnes	Excellentes
Tenue aux chocs	Très bonne	Très faible	Bonne	Très bonne
Tenue en fatigue	Faible	Faible	Moyenne	Très bonnes
Pouvoir adhésif	Moyen	Moyen	Très bon	Très bon
Température maxi d'utilisation	140°C	130 °C	190 °C	260 °C
Tenue au feu	Mauvaise	Bonne	Moyenne	Très bonne
Retrait	Important	Faible		
Durée de polymérisation	Courte	Courte	Longue	Moyenne
Mise en œuvre	Très faible	Difficile	Facile	Difficile

1.5.2.2 Résines thermoplastiques

Elles sont largement utilisées dans l'industrie et sur les marchés. En raison de leur coût, elles sont moins chères que les résines thermodurcissables. Contrairement à ces dernières, les résines thermoplastiques se solidifient à basse température et fondent à haute température. Ces transformations de la matière sont réversibles, ce qui les rend recyclables mais non biodégradables, ce qui peut être néfaste pour l'environnement. Leurs caractéristiques mécaniques sont faibles, ce qui les rend inadaptées pour renforcer les matériaux composites car elles sont sensibles à la température. Une simple augmentation de la température les rend liquides avec une viscosité élevée. La **Figure I.16** présente différents types de résines thermoplastiques.:

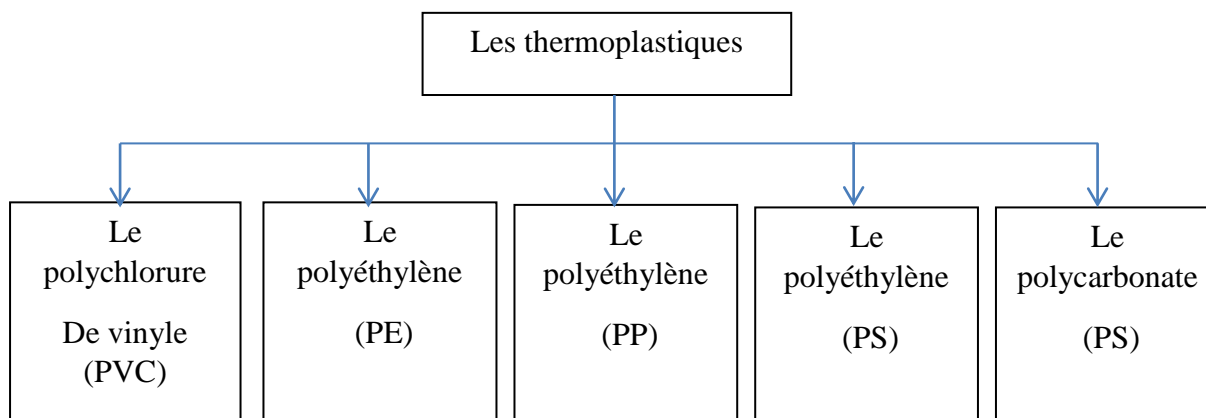


Figure I. 16 Classification des résines thermoplastiques

La structure chimique des thermoplastiques les empêche d'adhérer avec les fibres ainsi un mauvais mélange qui agit directement sur les propriétés mécaniques et physiques du matériau composite vu que ces matrices thermoplastiques autorisent le passage de l'état solide à l'état liquide de manière réversible. Parmi leurs avantages l'élaboration facile et rapide, elles offrent la possibilité de transférer de la forme de matière à une autre avec une bonne ténacité. Par contre les matrices thermoplastiques présentent une faible ténacité envers la température et les solvants.

I.5.3. Mise en œuvre du matériau bio-composite

I.5.3.1. Les bio-composites

Ce dernier siècle, le regard du monde a changé envers les ressources renouvelables et prolongeables des matériaux composite, qu'on appelle également les bio-composites ou les biocompatibles ou les biodégradables. Beaucoup d'études ont été menées pour connaître et améliorer leurs propriétés physiques et mécaniques vu leur importance dans différents domaines tels que l'industrie, l'économie, la défense, la mécanique... etc. [54]

Le biocomposite est un matériau qui combine un renfort et une matrice, avec au moins l'un des deux éléments provenant de ressources renouvelables. Cela peut être le renfort de fibres d'origine naturelle mentionné précédemment dans ce chapitre, ou une matrice constituée d'un polymère dégradable tel que les résines thermodurcissables ou thermoplastiques.

Notre premier objectif est de promouvoir le développement de cette industrie tout en préservant l'environnement et notre planète.[55].

De nombreux chercheurs s'emploient à améliorer les caractéristiques mécaniques et physiques des biocomposites, apportant ainsi leur contribution à leur progression. Ils explorent l'utilisation de nouvelles fibres naturelles, qu'elles soient végétales ou animales, en fonction de la disponibilité de la végétation ou de l'élevage. Malgré les difficultés rencontrées tout au long de leurs études et de leurs applications, ils mettent en œuvre de nouveaux traitements chimiques ou thermiques.

Les nouvelles perspectives de développement exigent une amélioration de la production de biocomposites performants, afin de rivaliser avec les composites synthétiques en tête du marché mondial. Pour cela, il est essentiel de concentrer nos efforts sur le développement des performances mécaniques et physiques des biocomposites, d'autant plus que le coût des fibres dégradables est moins élevé que celui des fibres synthétiques [56]. La **Figure I.17** illustre les différentes variétés de matériaux biocomposites de manière représentative.

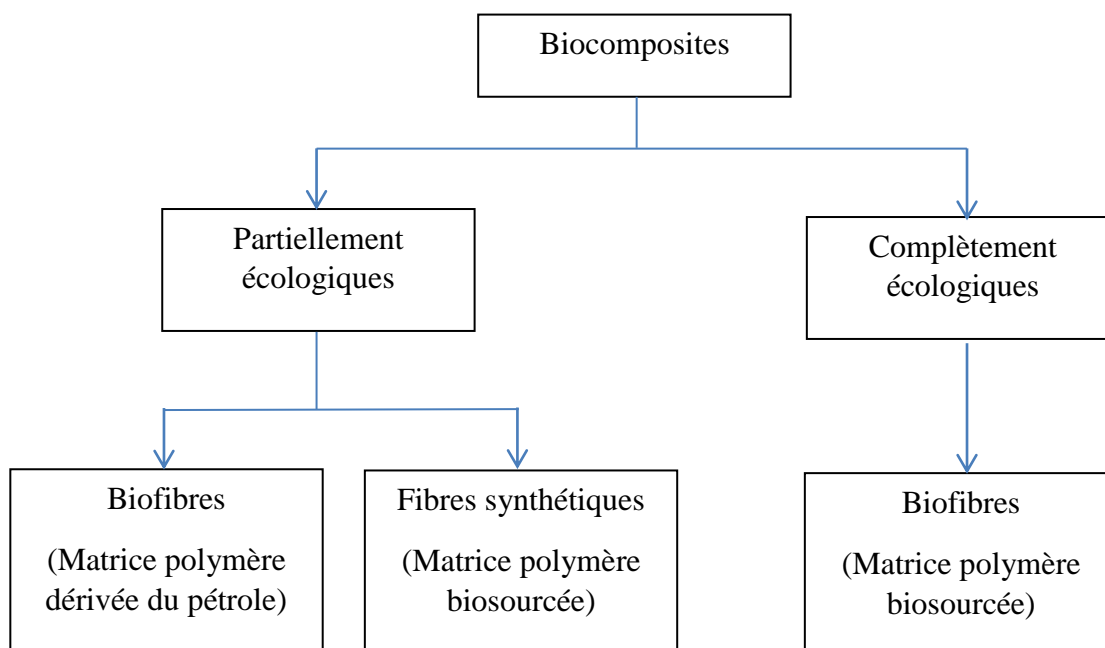


Figure I. 17 Classification des bio-composites

1.5.3.2 Domaine d'utilisation

Le marché des bio-composites à renfort naturel connaît une croissance continue, en raison du développement continu des technologies mondiales. Ces matériaux sont fortement demandés par de nombreux gouvernements en raison de leur contribution à la préservation de l'environnement. Les applications de ces matériaux sont présentes dans divers domaines tels que le transport, l'agriculture, l'aéronavale, l'outillage, et se sont même étendues au domaine médical, notamment pour les prothèses [57]. *Les Figures 1.18 à 1.22 illustrent quelques exemples de ces applications.*



Figure I. 18 Conception et applications innovantes des bio-composites en fibres de bambou

(a) plafond d'aéroport Adolfo-Suárez et (b) Muraille de parking du Zoo de Leipzig.



Figure I. 19 Éléments décoratifs de construction des maisons à base de biocomposites à renfort végétal

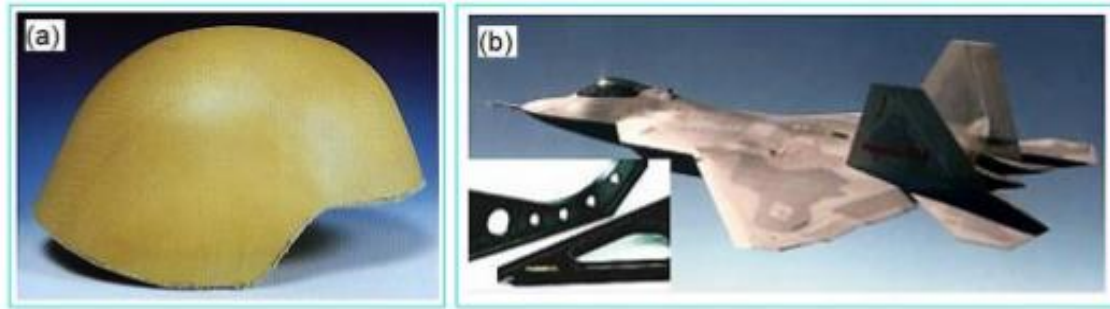


Figure I. 20 Secteur de l'ingénierie et militaire

(a) Casque d'ingénieur

(b) Avion de chasse Militaire [58].



Figure I. 21 Brique et tuile de biocomposite à renfort végétal



Figure I. 22 Pièces d'automobiles à base de biocomposite de renfort [59].

1.5.3.3. Techniques de moulage

Les principales techniques de fabrication des composites, telles que la stratification à la main, le moulage par compression, le moulage par injection et d'autres encore sont résumés sur le diagramme suivant :

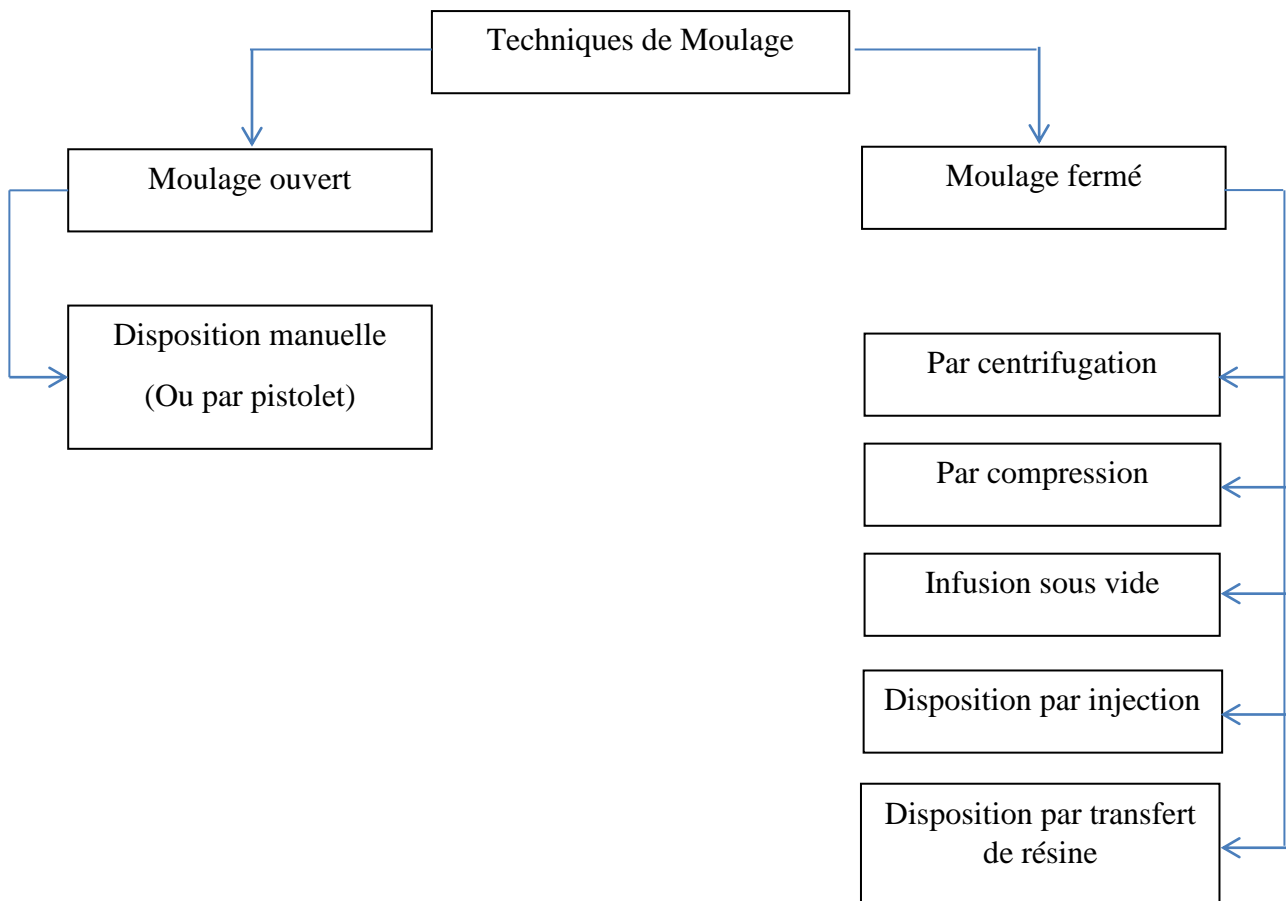


Figure I. 23 Différents types de méthodes de moulage

I.5.4 Avantages et inconvénients des matériaux biocomposites

I.5.4.1 Avantage des matériaux biocomposites

Parmi les avantages les plus répandus dans l'industrie des biocomposites, on trouve :

- L'agilité, la souplesse et l'allégresse du matériau.
- Leur résistance aux attaques environnementales telles que l'humidité et la corrosion.
- La solidité, la fermeté et la dureté qui rend le matériau bio-composite résistant à la fatigue.
- Facile à nettoyer car ils sont insensibles aux produits de graissage, aux solvants ou des produits hydrauliques.
- Peuvent prendre différentes formes géométriques, suivant la demande.
- Utilisation silencieuse et non vibrante.

1.5.4.2 Inconvénients des matériaux biocomposites

Malheureusement le principal inconvénient des matériaux bio-composites et qui limite leurs domaines d'applications est la difficulté de la récolte des matières premières et les méthodes d'extraction des fibres qui sont coûteuses.

1.6 Conclusion

En résumé, les matériaux bio-composites sont des composites composés d'au moins deux éléments, à savoir une matrice et un renfort constitué de fibres naturelles. Cette combinaison vise à améliorer les propriétés physico-mécaniques du produit. Par ailleurs, nous avons constaté en conclusion du chapitre que les matériaux bio-composites se distinguent les uns des autres en fonction de leur renfort, de leur mode d'utilisation et de leur domaine d'application.

I.7 Références

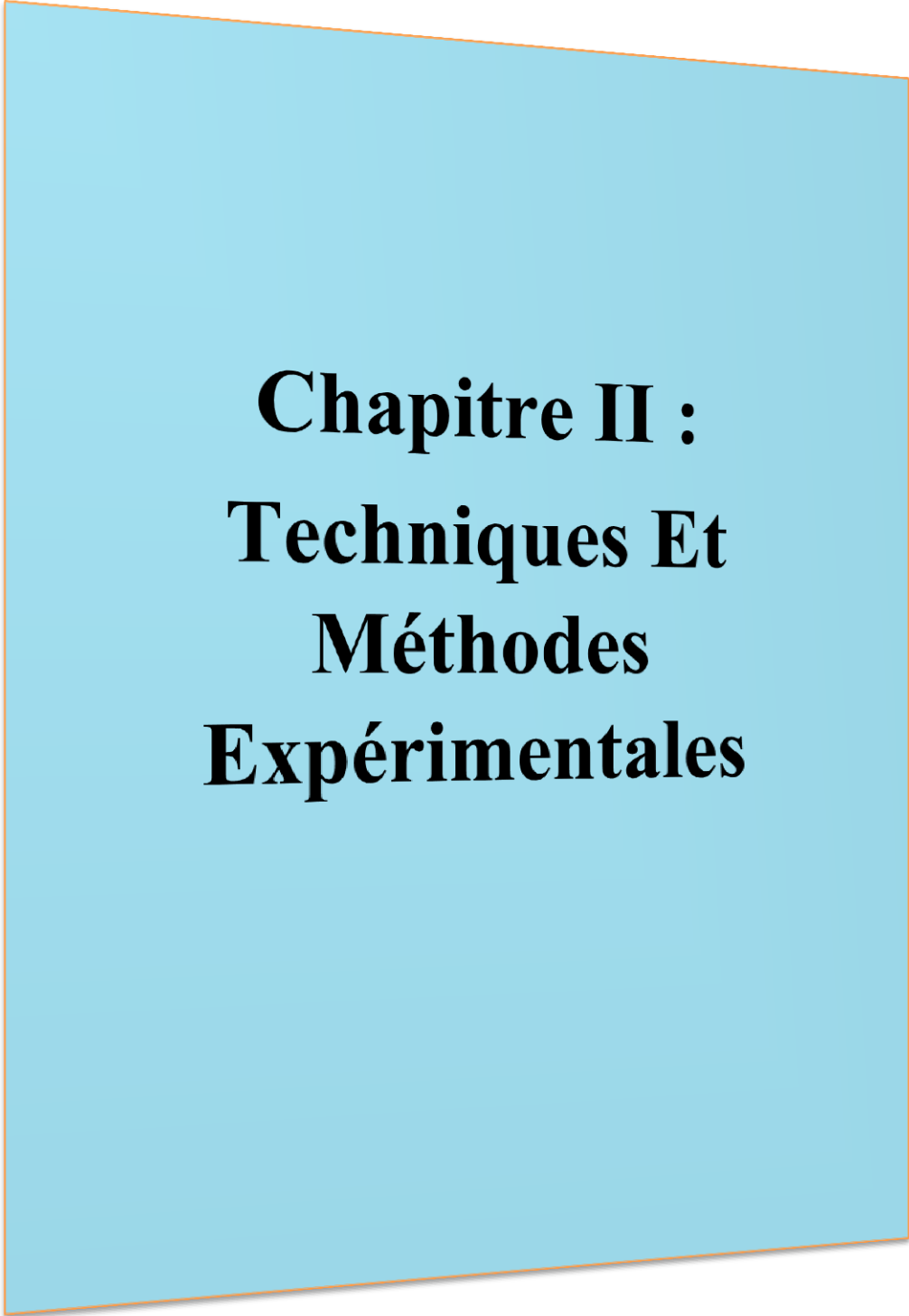
- [1] E. Privas, "Matériaux ligno-cellulosiques : Elaboration et caractérisation" Edwige Privas To cite this version : THÈSE pour obtenir le grade de docteur délivré par L'École nationale supérieure des mines de Paris Spécialité " Science et génie des matériaux," 2014.
- [2] M. Abdelmouleh, S. Boufi, M. N. Belgacem, and A. Dufresne, "Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, no. 7, pp. 1627–1639, 2007, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.07.003>.
- [3] M. R. Ishak, S. M. Sapuan, Z. Leman, M. Z. A. Rahman, and U. M. K. Anwar, "Characterization of sugar palm (*Arenga pinnata*) fibres," *J. Therm. Anal. Calorim. J Therm Anal Calorim*, vol. 109, no. 2, pp. 981–989, doi: 10.1007/s10973-011-1785-1.
- [4] O. S. David-West, W. M. Banks, and R. A. Pethrick, "A study of the effect of strain rate and temperature on the characteristics of quasi-unidirectional natural fibre-reinforced composites," *Proc. Inst. Mech. Eng. Part L J. Mater. Des. Appl.*, vol. 225, no. 3, pp. 133–148, Jun. 2011, doi: 10.1177/0954420711404635.
- [5] "Les fibres textiles naturelles," *Pwp*.
- [6] E. Trujillo, M. Moesen, L. Osorio, A. W. Van Vuure, J. Ivens, and I. Verpoest, "Bamboo fibres for reinforcement in composite materials: Strength Weibull analysis," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 61, pp. 115–125, 2014, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.02.003>.
- [7] P. Saha, S. Manna, S. R. Chowdhury, R. Sen, D. Roy, and B. Adhikari, "Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam treatment," *Bioresour. Technol.*, vol. 101, no. 9, pp. 3182–3187, 2010, doi: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.12.010>.
- [8] D. N. Saheb and J. P. Jog, "Natural fiber polymer composites: a review," *Adv. Polym. Technol. J. Polym. Process. Inst.*, vol. 18, no. 4, pp. 351–363, 1999.
- [9] A. Al-Khanbashi, K. Al-Kaabi, and A. Hammami, "Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: Fiber characterization," *Polym. Compos.*, vol. 26, no. 4, pp. 486–497, Aug. 2005, doi: <https://doi.org/10.1002/pc.20118>.
- [10] H. Ammar, M. Abid, and S. Abid, "Cellulose fibers obtained by organosolv process from date palm rachis (*Phoenix dactylifera* L.)," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 28, no. 1, pp. 6–11, 2012, doi: 10.1088/1757-899X/28/1/012002.
- [11] A. Bendahou, A. Dufresne, H. Kaddami, and Y. Habibi, "Isolation and structural

- characterization of hemicelluloses from palm of *Phoenix dactylifera* L.,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 68, no. 3, pp. 601–608, 2007, doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2006.10.016>.
- [12] R. Khiari, M. F. Mhenni, M. N. Belgacem, and E. Mauret, “Chemical composition and pulping of date palm rachis and *Posidonia oceanica* – A comparison with other wood and non-wood fibre sources,” *Bioresour. Technol.*, vol. 101, no. 2, pp. 775–780, 2010, doi: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.08.079>.
- [13] P. Khristova, O. Kordsachia, and T. Khider, “Alkaline pulping with additives of date palm rachis and leaves from Sudan,” *Bioresour. Technol.*, vol. 96, no. 1, pp. 79–85, 2005, doi: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2003.05.005>.
- [14] S. Amroune, “Je dédie cette thèse de doctorat : Salah,” 2016.
- [15] A. Sbiai, “Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier : effet de l’oxydation au tempo sur les fibres,” 2011.
- [16] P. Navi and F. Heger, *Comportement thermo-hydomécanique du bois: Applications technologiques et dans les structures*. PPUR presses polytechniques, 2005.
- [17] D. G. Hepworth, R. N. Hobson, D. M. Bruce, and J. W. Farrent, “The use of unretted hemp fibre in composite manufacture,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 31, no. 11, pp. 1279–1283, 2000.
- [18] J. A. Simão, V. B. Carmona, J. M. Marconcini, L. H. C. Mattoso, S. T. Barsberg, and A. R. Sanadi, “Effect of fiber treatment condition and coupling agent on the mechanical and thermal properties in highly filled composites of sugarcane bagasse fiber/PP,” *Mater. Res.*, vol. 19, pp. 746–751, 2016.
- [19] A. K. Bledzki, S. Reihmane, and J. Gassan, “Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 59, no. 8, pp. 1329–1336, 1996.
- [20] A. J. Bolton, “Natural fibers for plastic reinforcement,” *Mater. Technol.*, vol. 9, no. 1–2, pp. 12–20, 1994.
- [21] A. K. Mohanty, M. Misra, and L. T. Drzal, *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*. CRC press, 2005.
- [22] R. Ntenga, “Modélisation multi-échelle et caractérisation de l’anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites.” Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II; Université de Yaoundé, 2007.
- [23] A. Elouaer, “Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales.” Reims, 2011.

- [24] T. N. Ho Thi, “Étude de l’influence de la température et de l’humidité sur les propriétés mécaniques en traction des fibres de chanvre et de coco.” École de technologie supérieure, 2008.
- [25] A. Nenonene, “Élaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d’os, de tannin ou de mucilage.” 2009.
- [26] A. K. Bledzki and J. Gassan, “Composites reinforced with cellulose based fibres,” *Prog. Polym. Sci.*, vol. 24, no. 2, pp. 221–274, 1999.
- [27] T. T. L. Doan, “Investigation on jute fibres and their composites based on polypropylene and epoxy matrices,” 2006.
- [28] N. H. Tung, H. Yamamoto, T. Matsuoka, and T. Fujii, “Effect of surface treatment on interfacial strength between bamboo fiber and PP resin,” *JSME Int. J. Ser. A Solid Mech. Mater. Eng.*, vol. 47, no. 4, pp. 561–565, 2004.
- [29] R. Ntenga, “l’ anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites To cite this version : Thèse en cotutelle,” 2012.
- [30] K. M. M. Rao and K. M. Rao, “Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo,” *Compos. Struct.*, vol. 77, no. 3, pp. 288–295, 2007.
- [31] M. G. Lomelí-Ramírez, R. R. Anda, K. G. Satyanarayana, G. I. B. de Muniz, and S. Iwakiri, “Comparative study of the characteristics of green and brown coconut fibers for the development of green composites,” *BioResources*, vol. 13, no. 1, pp. 1637–1660, 2018.
- [32] R. Tokoro, D. M. Vu, K. Okubo, T. Tanaka, T. Fujii, and T. Fujiura, “How to improve mechanical properties of polylactic acid with bamboo fibers,” *J. Mater. Sci.*, vol. 43, no. 2, pp. 775–787, 2008.
- [33] M. Ashimori, T. Katayama, E. Aoyama, and S. Nagai, “Study on splitting of bamboo fibers due to freezing and tensile strength of FRTP using bamboo fibers,” *JSME Int. J. Ser. A Solid Mech. Mater. Eng.*, vol. 47, no. 4, pp. 566–569, 2004.
- [34] J. L. Shi, “La relation entre les propriétés des panneaux de fibres de densité moyenne et les caractéristiques du bois,” 2006.
- [35] S. Veerapuram and N. Muthu krishnan, “Optimization of Machinability of Polyester/Modified Jute Fabric Composite Using Grey Relational Analysis (GRA),” *Procedia Eng.*, vol. 64, pp. 1003–1012, Dec. 2013, doi: 10.1016/j.proeng.2013.09.177.
- [36] X. Li, Æ. L. G. Tabil, and Æ. S. Panigrahi, “Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites : A Review,” pp. 25–33, 2007, doi: 10.1007/s10924-006-0042-3.

- [37] N. Karthi, K. Kumaresan, S. Sathish, S. Gokulkumar, L. Prabhu, and N. Vigneshkumar, "An overview: Natural fiber reinforced hybrid composites, chemical treatments and application areas," *Mater. Today Proc.*, vol. 27, pp. 2828–2834, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.01.011>.
- [38] M. M. Rahman and M. A. Khan, "Surface treatment of coir (*Cocos nucifera*) fibers and its influence on the fibers' physico-mechanical properties," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, no. 11–12, pp. 2369–2376, 2007, doi: [10.1016/j.compscitech.2007.01.009](https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.01.009).
- [39] Y. Xue, D. R. Veazie, C. Glinsey, M. F. Horstemeyer, and R. M. Rowell, "Environmental effects on the mechanical and thermomechanical properties of aspen fiber–polypropylene composites," *Compos. Part B Eng.*, vol. 38, no. 2, pp. 152–158, 2007, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2006.07.005>.
- [40] A. K. Bledzki, H. P. Fink, and K. Specht, "Unidirectional hemp and flax EP- and PP-composites: Influence of defined fiber treatments," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 93, no. 5, pp. 2150–2156, 2004, doi: [10.1002/app.20712](https://doi.org/10.1002/app.20712).
- [41] K. Goda, M. S. Sreekala, A. Gomes, T. Kaji, and J. Ohgi, "Improvement of plant based natural fibers for toughening green composites—Effect of load application during mercerization of ramie fibers," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 37, no. 12, pp. 2213–2220, 2006, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.12.014>.
- [42] M. Prithiviraj, R. Muralikannan, P. Senthamaraiannan, and S. S. Saravanakumar, "Characterization of new natural cellulosic fiber from the *Perotis indica* plant," *Int. J. Polym. Anal. Charact.*, vol. 21, no. 8, pp. 669–674, Nov. 2016, doi: [10.1080/1023666X.2016.1202466](https://doi.org/10.1080/1023666X.2016.1202466).
- [43] W. Wang, Z. Cai, and J. Yu, "Study on the chemical modification process of jute fiber," *J. Eng. Fiber. Fabr.*, vol. 3, no. 2, p. 155892500800300200, 2008.
- [44] D. E. Gaagaia, M. Bouakba, and A. Layachi, "Thermo-physico-chemical and statistical mechanical properties of Washingtonian filifera new lignocellulosic fiber," *Eng. Solid Mech.*, vol. 7, no. 2, pp. 137–150, 2019, doi: [10.5267/j.esm.2019.3.002](https://doi.org/10.5267/j.esm.2019.3.002).
- [45] Y. Lu, Y. Yin, B. T. Mayers, and Y. Xia, "Modifying the surface properties of superparamagnetic iron oxide nanoparticles through a sol–gel approach," *Nano Lett.*, vol. 2, no. 3, pp. 183–186, 2002.
- [46] T. Tian *et al.*, "agriGO v2. 0: a GO analysis toolkit for the agricultural community, 2017 update," *Nucleic Acids Res.*, vol. 45, no. W1, pp. W122–W129, 2017.
- [47] M. Pervaiz and M. M. Sain, "Carbon storage potential in natural fiber composites," *Resour. Conserv. Recycl.*, vol. 39, no. 4, pp. 325–340, 2003.

- [48] H. Mechakra, A. Nour, S. Lecheb, and A. Chellil, "Mechanical characterizations of composite material with short Alfa fibers reinforcement," *Compos. Struct.*, vol. 124, pp. 152–162, 2015.
- [49] R. Arnold *et al.*, "Final results on ${}^{82}\text{Se}$ double beta decay to the ground state of ${}^{82}\text{Kr}$ from the NEMO-3 experiment," *Eur. Phys. J. C*, vol. 78, no. 10, pp. 1–15, 2018.
- [50] F. Z. Arrakhiz, M. Elachaby, R. Bouhfid, S. Vaudreuil, M. Essassi, and A. Qaiss, "Mechanical and thermal properties of polypropylene reinforced with Alfa fiber under different chemical treatment," *Mater. Des.*, vol. 35, pp. 318–322, 2012.
- [51] A. Maghchiche, "Characterisation of esparto grass fibers reinforced biodegradable polymer composites," *Biosci. Biotechnol. Res. Asia*, vol. 10, no. 2, pp. 665–673, 2013.
- [52] A. Lekrine *et al.*, "Structural, thermal, mechanical and physical properties of Washingtonia filifera Fibres Reinforced Thermoplastic Biocomposites," *Mater. Today Commun.*, p. 103574, 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.103574>.
- [53] A. Belaadi, M. Boumaaza, H. Alshahrani, and M. Bourchak, "Optimization of Palm Rachis Biochar Waste Content and Temperature Effects on Predicting Bio-Mortar: ANN and RSM Modelling," *J. Nat. Fibers*, vol. 20, no. 1, p. 2151547, 2023.
- [54] D. Gay, "Matériaux composites. 4ème éd," *Paris: Hermès*, 1997.
- [55] A. K. Mohanty, M. Misra, and L. T. Drzal, "Surface modifications of natural fibers and performance of the resulting biocomposites: An overview," *Compos. interfaces*, vol. 8, no. 5, pp. 313–343, 2001.
- [56] A. G. Cutter, "Development and characterization of renewable resource-structural composite materials." UC San Diego, 2008.
- [57] M. S. Sreekala, M. G. Kumaran, S. Joseph, M. Jacob, and S. Thomas, "Oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites: influence of fibre surface modifications on the mechanical performance," *Appl. Compos. Mater.*, vol. 7, no. 5, pp. 295–329, 2000.
- [58] B. F. C. Rijswijk and W. D. Brouwer, "Application of Natural Fibre Composites in the Development of Rural Societies." 2001.
- [59] M. C. A. Teles *et al.*, "Evaluation of the diameter influence on the tensile strength of pineapple leaf fibers (PALF) by Weibull method," *Mater. Res.*, vol. 18, pp. 185–192, 2015.



Chapitre II : Techniques Et Méthodes Expérimentales

Chapitre 2.

TECHNIQUES ET METHODES EXPERIMENTALES

Contenu du chapitre

Page

II.1 Introduction	40
II.2 Palmier du Washingtonia filifera	41
II.3 Méthode d'extraction des fibres du palmier Washingtonia Filifera	41
II.4 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	43
II.5 Microscope Optique utilisé pour la mesure du diamètre de la fibre du WF.....	44
II.6 Microscope à balayage MEB	45
II.7 Elaboration du biocomposite.....	46
II.7.1 Résine époxy MEDAPOXY STR.....	46
II.7.2.Préparation du moule	48
II.7.3.Préparation du mélange	48
II.7.4 Malaxeur et Procédure	49
II.7.5 Mise en œuvre du moulage « moulage par compression ».....	50
II.7.6.Fabrication du biocomposite époxy /renfort fibres du PWF	51
II.9 Caractérisation mécanique des fibres végétales du PWF	52
II.10 Usinage du biocomposite élaboré (époxy/fibres WF)	54
II.10.1 Mise en place de l'usinage	54
II.10.2. Les moyens de mesure	56
II.10.3 Méthodologie et procédure expérimentale	58
II.11 Conclusion.....	59
II.12 Références	60

Chapitre II

Techniques et Méthodes Expérimentales

II.1 Introduction

Ce chapitre démontre les matières de base, les procédures techniques et les dispositifs expérimentaux utiles pour la caractérisation du matériau biocomposite élaboré. Les différentes méthodes d'analyse expérimentale de notre étude sont présentées d'après les démarches suivantes :

- Description du palmier et de la fibre de *Washingtonia Filifera*
- Extraction des fibres du WF
- Présentation du matériel utilisé pour la caractérisation physique et le traitement chimique des fibres : Le renfort est constitué de fibres courtes de *Washingtonia Filifera* non traitées et traitées avec du NaOH pendant une durée de 12h à différentes concentrations (1% et 3%).
- Transformé de Fourier à Infra-Rouge (FTIR) ;
- Microscope à balayage électronique (MEB) ;
- Microscope optique binoculaire de haute résolution
- Présentation de la résine utilisée (Epoxy) est MEDAPOXY STR fournie par la société GRANITEX (Algérie)
- Trois types de plaques de biocomposites ont été fabriqués : des plaques à base de fibres de WF non traitées (NWF), des plaques à base de WF traitées à 1% (T1WF) et des plaques à base de WF traitées à 3% (T3WF).
- L'essai de traction statique d'une fibre et d'un ensemble de 30 échantillons, de longueur de 50 mm.
-
- Les essais de perçage ont été effectués à l'aide d'une fraiseuse CNC DOOSAN DNM 650HS équipée d'une broche de 12000 tr/min et d'une avance de 2000 mm/tr. Les pièces utilisées avaient une taille de (22 × 10 × 6 mm), et trois diamètres de forets différents ont été utilisés : les forets en nitrure de titane (HSS_TiN) avec un angle de pointe de 118° et des diamètres variables (5 mm, 7 mm et 10 mm). D'autres paramètres ont également été pris en compte, tels que la vitesse de la broche (500, 1500 et 2500 tr/min) et trois vitesses d'avance différentes : 50, 100 et 200 (mm/min).

II.2 Palmier du *Washingtonia filifera*

Les fibres du palmier *Washingtonia Filifera* attirent de plus en plus l'attention des chercheurs et du marché de l'industrie. Le fait que ces palmiers soient abondamment présents dans la nature ou cultivés à des fins décoratives rend leurs fibres moins coûteuses et disponibles sur tous les continents, notamment en Amérique du Sud, leur pays d'origine. On peut également les trouver en plus petite quantité en Afrique et en Asie. Comparé au palmier Robusta, le palmier *Washingtonia* est de taille plus modeste, avec des stipes pouvant atteindre une vingtaine de mètres de hauteur. Ses feuilles sont palmées, avec un pétiole long se terminant par une palme arrondie appelée bourgeon, composée de nombreuses folioles. Les fruits se présentent sous forme de grappes et ont une couleur marron foncé tirant vers le noir. Le diamètre des palmiers *Washingtonia Filifera* peut atteindre jusqu'à 6 mètres. Ces palmiers se composent de trois parties principales : le tronc, la couronne et les palmes, qui représentent les feuilles. La principale caractéristique de cette espèce réside dans les fibres (voir **Figure II.1** et **Figure II.2**).

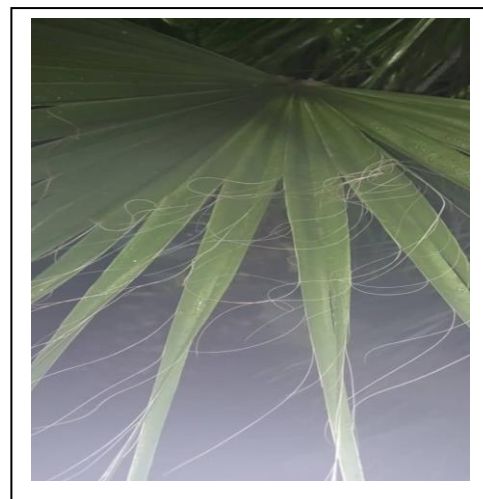


Figure II. 1 Palmier *Washingtonia Filifera*

Figure II. 2 Fibres du *Washingtonia Filifera*

II.3 Méthode d'extraction des fibres du palmier *Washingtonia Filifera*

Les méthodes d'extraction des fibres du *Washingtonia Filifera* sont similaires à celles du sisal, telles que décrites et étudiées par Chand et al. [1] et Mukherjee et Stayanarayana [2]. Ces méthodes comprennent d'abord le rouissage à l'eau, suivi du grattage et de l'utilisation de décortiqueuses mécaniques industrielles [3]. Une décortiqueuse est une machine composée d'une paire de rouleaux de départ et d'un batteur. Les lames sont introduites dans le batteur par les rouleaux de départ, entre le rouleau de serrage et un rouleau racleur. Les fibres sont extraites et les pulpes sont séparées. Les fibres décortiquées sont ensuite séchées au soleil, ce

qui donne un diamètre équivalent d'environ 200 μm . Les fibres structurales sont importantes car elles se divisent rarement pendant le processus d'extraction. Ces fibres brutes proviennent de l'épine dorsale du tronc du *Washingtonia Filifera* obtenu à Skikda, en Algérie. Elles sont constituées de cellules à parois minces qui sont détruites lors du processus d'extraction de la fibre [4]. Enfin, la structure pulpeuse du produit du *Washingtonia Filifera* est obtenue après filtration et séchage [5]. Peu de recherches ont été menées sur les fibres du palmier *Washingtonia Filifera* parmi les sources de fibres végétales. Ce palmier présente une structure fibreuse comprenant cinq genres :

- Fibres du tronc
- Fibres des tiges et des supports des grappes.
- Fibres de feuilles au niveau des pédoncules (notre cas) **Figure II.3**
- Fibres de rachis et des surfaces autour du tronc du palmier.
- Les fibres du life, qui constituent la matière fibreuse recouvrant le tronc.



Figure II. 3 Fibres naturelles des palmes WF

- Dans notre cas, les fibres se trouvent autour des vaisseaux des feuilles en forme de faucille. Elles sont obtenues après la coupe et le séchage des feuilles, puis séparées des adhésifs. Ensuite, elles sont lavées, traitées avec des produits chimiques et séchées. La longueur des fibres varie entre 40 et 50 mm. Les feuilles du *Washingtonia Filifera* sont palmées, de couleur gris-vert, en forme d'éventail, initialement dressées puis s'affaissant avec le temps, avec des filaments caractéristiques à l'extrémité des lobes.
-

- Pour notre travail, nous avons suivi les étapes suivantes pour la préparation des fibres:
- • Étape 1 : Après avoir collecté les fibres sèches, nous avons sélectionné une quantité de 500 g de fibres en éliminant manuellement toutes les impuretés.
- • Étape 2 : Nous avons pris un échantillon de 200 g (fibres neutres) et divisé la quantité restante de 300 g en deux parties de 150 g, puis chaque partie de 150 g en trois parties de 50 g. Dans chaque récipient contenant une partie de 50 g, nous avons ajouté trois litres d'eau distillée et différentes concentrations de NaOH (1% et 3%).
- • Étape 3 : Les fibres ont été laissées immergées dans les trois récipients pendant une durée de 12 heures.
- • Étape 4 : Après 2 heures, nous avons ouvert le premier récipient, lavé les trois faisceaux abondamment à l'eau, puis les avons exposés à l'air ambiant pour les sécher pendant 10 jours. Les deux autres récipients ont été traités de la même manière.
- • Étape 5 : Après dix jours de séchage, nous avons coupé les fibres en morceaux de 2 cm et les avons fait sécher à nouveau pendant 24 heures.



Figure II. 4 Fibres courtes neutres non traitées

II.4 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Les essais FTIR (figure II.5) ont été effectués au laboratoire de technologie d'élaboration des matériaux et fabrication » à l'Ecole Nationale Polytechnique de Constantine – Malek Bennabi « *MEMP* ». La Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR) repose sur l'absorption de rayonnement infrarouge par le matériau soumis à l'analyse. En détectant les vibrations spécifiques des liaisons chimiques, cette technique nous permet d'analyser les différentes fonctions chimiques présentes dans le matériau.

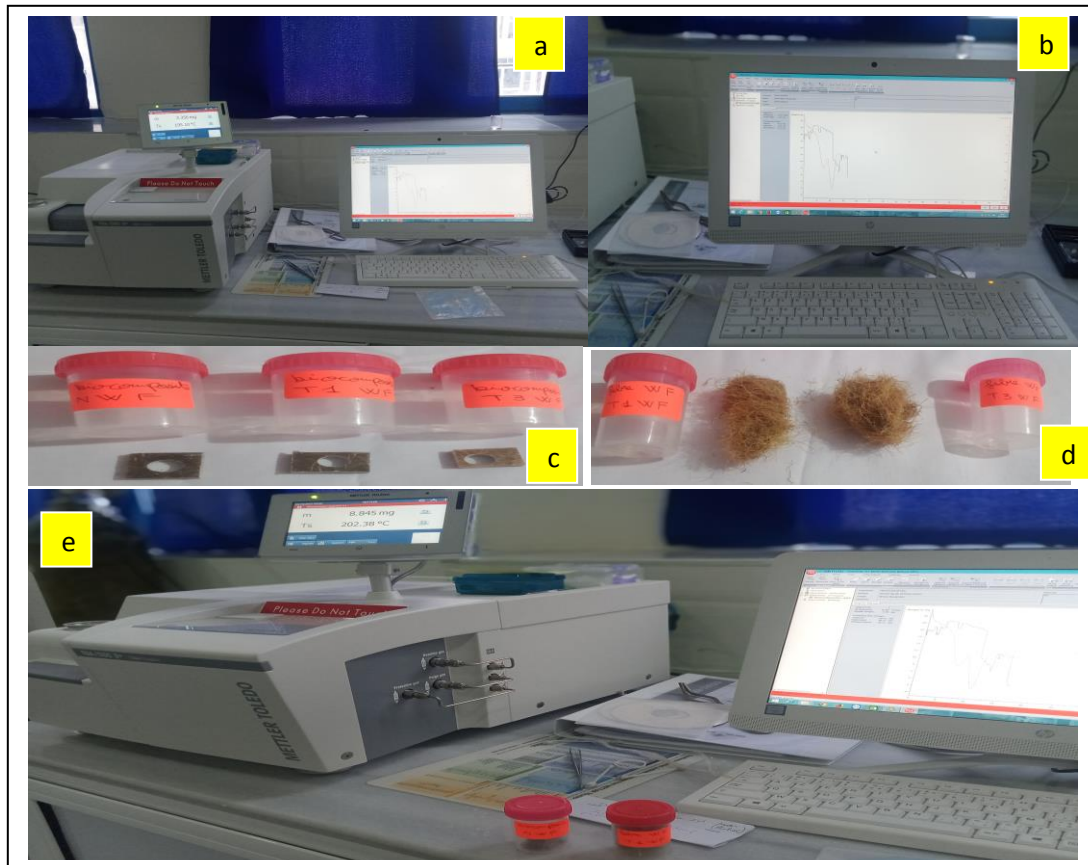


Figure II. 5 Matériel de spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) "Mettler Toledo"

Lorsque la longueur d'onde (l'énergie) apportée par le faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et on enregistre une diminution de l'intensité réfléchie ou transmise. Le domaine infrarouge entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} ($2.5 - 25\ \mu\text{m}$) correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules.

II.5 Microscope Optique utilisé pour la mesure du diamètre de la fibre du WF

Les faisceaux de fibres du *Washingtonia Filifera* présentent un diamètre moyen de $227\pm 35\ \mu\text{m}$ et une longueur de 50 mm, avec un total de 150 échantillons testés. Le diamètre des fibres du *Washingtonia Filifera* a été observé à l'aide d'un microscope optique. L'observation des microstructures a été réalisée au laboratoire de technologie des biocomposites de l'INTROP UPM MALAYSIA en utilisant un microscope optique de type Nikon eclipse LV100ND équipé d'une caméra numérique et du logiciel "NIS Element D 4.10". Ce logiciel facilite la sauvegarde des micrographies obtenues.

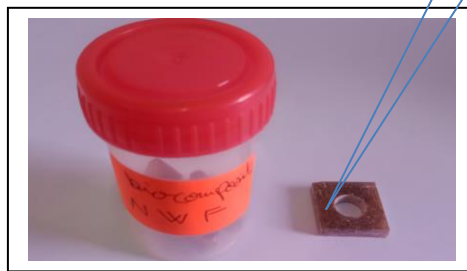
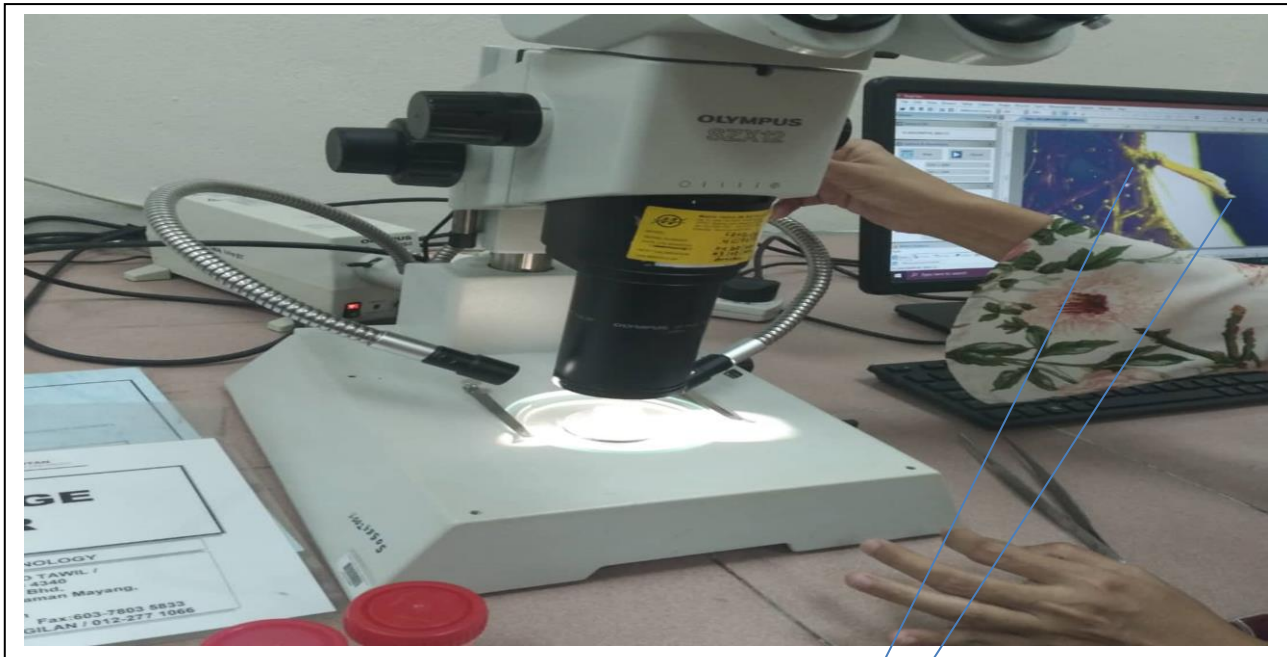


Figure II. 6 Microscope optique Nikon eclipse

II.6 Microscope à balayage MEB

Dans cette étude, la fibre et sa section transversale ont été analysées à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB) ZEISS EVO/MA25. Ce microscope permet d'obtenir des données claires et précises sur l'état de surface du matériau, notamment dans le domaine des nanotechnologies, la composition chimique des matériaux, ainsi que la qualité et les défauts de structure. Le MEB utilisé est équipé d'un appareil photo Moticam 2500, contrôlé par un programme de traitement d'images MoticImages Plus V2.0 (voir figure II.7). Les images ont été acquises avec une tension de 2,00 KV.



Figure II. 7 Microscope à balayage électronique (MEB) model Zeiss EVOMA 25

II.7 Elaboration du biocomposite

II.7.1 Résine époxy MEDAPOXY STR

Elle est utilisée pour le revêtement époxy par stratification en raison de ses propriétés, telles que sa résistance chimique, son adhérence facile aux surfaces en béton et en acier, ainsi que sa résistance à l'humidité. Elle est compatible avec les fibres végétales ou en verre. Parmi les résines époxy couramment disponibles sur le marché algérien pour la stratification d'armatures, on trouve la MEDAPOXY STR. Elle est vendue sous forme d'un ensemble de deux composants : la résine de base et le durcisseur. Il est important de suivre les instructions d'utilisation de la résine, notamment en ce qui concerne les conditions de température, qu'il s'agisse de la température ambiante, de l'armature ou du moule. Il ne faut pas utiliser la résine en dehors de la plage de température recommandée, c'est-à-dire une température minimale de 10°C et une température maximale de 30°C. De plus, l'humidité de l'air ambiant ne doit pas dépasser 80%.

Le moule doit être parfaitement sec et propre, sans résidus ou saletés provenant d'opérations précédentes. Toutes les traces d'huile, de peinture, de graisse, de lubrifiant ou de saleté doivent être éliminées. Avant d'utiliser les moules, il est nécessaire de bien essuyer les surfaces pour éliminer la poussière, en particulier dans le cas de moules en acier. Le nettoyage peut être effectué manuellement, par décapage mécanique ou par traitement chimique. Dans le cas d'une résine anticorrosion, il est important de dépoussiérer toutes les surfaces environnantes. Une fois la préparation du moule terminé, on procède au mélange des deux composants A et B de la résine. Il est primordial de bien malaxer ces deux composants pour obtenir un mélange homogène et efficace, afin de pouvoir suivre les étapes d'application dans le moule. Ces étapes sont résumées comme suit :

- Ajouter le durcisseur à la résine.
- Respecter les doses prescrites pour obtenir le meilleur rapport de mélange.
- Bien mélanger doucement les deux éléments à l'aide d'un malaxeur électrique à basse vitesse, pendant une durée suffisante (environ 4 minutes).
- De temps à autre, frapper les surfaces intérieures de l'enceinte pour permettre une bonne pénétration du durcisseur dans la résine.
- Racler plusieurs fois les parois du récipient afin d'assurer une dispersion totale des composants.

Dans notre cas, l'application consiste en une stratification. Pour ce faire, nous procédons d'abord à l'application d'une première couche de résine à l'aide d'un pinceau. Immédiatement après, nous disposons une couche de fibres courtes végétales du PWF non tissé. En utilisant un autre pinceau, nous étalons soigneusement les fibres végétales et veillons à éviter la formation de bulles d'air. Pendant l'application, il est nécessaire de chevaucher les fibres végétales pour assurer une bonne dispersion du renfort. Une fois que la première couche du mélange (résine et fibres) a durci sous une forme gluante, nous procédons à la deuxième stratification en appliquant une deuxième couche du mélange durcisseur/résine, suivie des fibres du renfort, en suivant les mêmes étapes précédentes.



Figure II. 8 Résine époxy MEDAPOXY STR

II.7.2. Préparation du moule

Afin de produire un échantillon adéquat, homogène et régulier mesurant 250 mm de longueur, 250 mm de largeur et 2 mm d'épaisseur, il est essentiel de créer un moule spécifique en acier d'une profondeur de 6 mm. Cependant, il est important de prévenir l'adhérence de l'échantillon au moule. Dans cette optique, nous avons opté pour l'utilisation d'une feuille de plastique placée en dessous et au-dessus de l'échantillon.

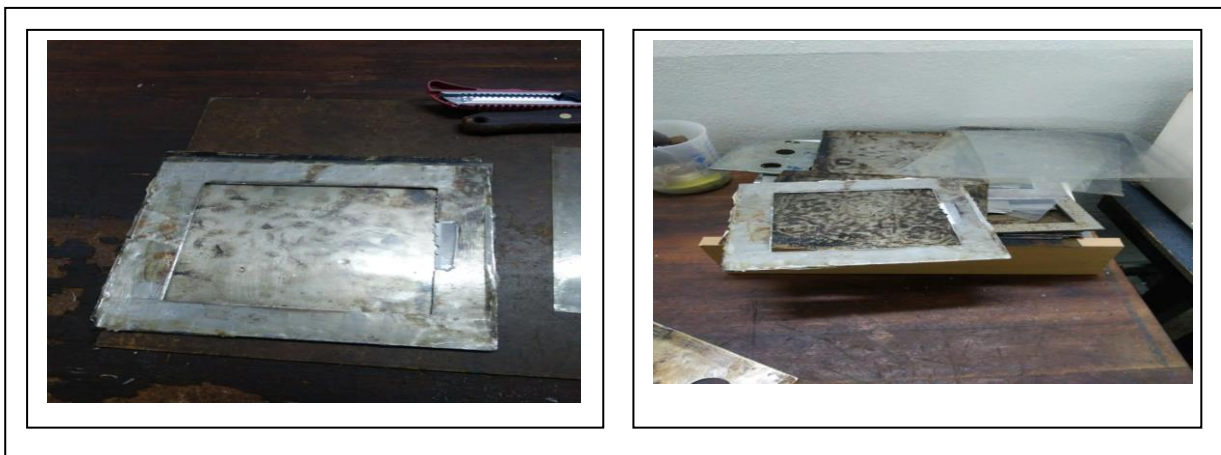


Figure II. 9 Préparation du moule d'échantillon

II.7.3. Préparation du mélange

- Le mélange des composants de la résine et du durcisseur s'effectue dans des récipients en suivant les étapes suivantes, tout en respectant le rapport de mélange recommandé par le fabricant (3/2) avec 250 grammes de résine et 1.66 grammes de durcisseur :
-
- Le mélange des deux constituants du kit de résine doit être réalisé immédiatement après avoir terminé la préparation des moules.

- Utiliser uniquement la quantité nécessaire, sans excès.
- Assurer une parfaite homogénéité du mélange durcisseur/résine.
- Ajouter toujours le durcisseur en premier, suivi de la résine.
- Utiliser des récipients vides pour éviter de dépasser les proportions de mélange recommandées.

II.7.4 Malaxeur et Procédure

Le malaxeur joue un rôle essentiel dans le mélange de petites quantités de particules élastomères ou plastiques, ne dépassant pas un demi-kilogramme. Il est composé de deux cylindres en acier chromé et traité, soigneusement rectifiés et polis pour assurer une compatibilité optimale. L'écart entre leurs axes peut être ajusté dans la plage de [0.2, 3] selon les besoins. Ces malaxeurs sont largement utilisés dans l'industrie. Les deux cylindres du malaxeur sont thermiquement contrôlés, soit par une résistance électrique, soit par un système d'huile chauffée à une température précise de 220°C avec une précision de mesure de température inférieure à 1.5°C. Ils peuvent également être programmés pour tourner à une vitesse maximale de 30 rotations par minute, et sont équipés d'une soupape de fermeture hydraulique avec un dispositif d'arrêt d'urgence en cas d'accident. La distance entre les deux rouleaux peut être ajustée selon les préférences de l'opérateur. Les rotations opposées et les vitesses différentes créent une force combinée de cisaillement et de compression sur le matériau mélangé. Dans le cas des malaxeurs à cylindres ouverts pour le caoutchouc, l'opérateur peut également ajouter des ingrédients pendant le processus de mélange. Étant donné que des réactions chimiques se produisent pendant le mélange des composés de caoutchouc, la température du mélange peut augmenter.



Figure II. 10 Malaxeur mécanique

Pour préserver la fraîcheur du composé de caoutchouc, l'un des rouleaux est souvent conçu de manière creuse et peut être connecté à une conduite d'eau de refroidissement. L'eau froide circule alors à travers le rouleau, refroidissant à la fois le rouleau en métal et le caoutchouc. Malgré la simplicité apparente du fonctionnement d'un moulin à caoutchouc, il est extrêmement dangereux et de nombreuses précautions sont prises pour assurer la sécurité de l'opérateur. Les opérateurs et le personnel de sécurité doivent suivre une formation approfondie et obtenir une certification pour pouvoir travailler dans une usine de caoutchouc. Étant donné que les deux rouleaux du moulin se déplacent vers l'intérieur, il est facile pour une personne d'être entraînée à l'intérieur du moulin. Cela peut non seulement entraîner l'écrasement de la main, mais si la personne retire rapidement sa main, elle risque d'être coincée. Pour assurer la sécurité, des barres d'arrêt d'urgence sont positionnées à une hauteur de 40 pouces au-dessus des rouleaux, permettant de les actionner à tout moment pour arrêter le laminage du moulin. Des barres de pression sensibles au corps sont également placées à hauteur des genoux, permettant à l'opérateur d'arrêter la machine en tapotant la barre avec son genou. Des équipements de protection oculaire, tels que des lunettes de sécurité, sont également indispensables et doivent être portés. En général, un opérateur de sécurité supplémentaire est présent aux côtés de l'opérateur principal, et il est également formé pour utiliser l'usine de caoutchouc et pour savoir comment réagir en cas de situation d'urgence.

II.7.5 Mise en œuvre du moulage « moulage par compression »

La méthode de moulage par compression se déroule selon les étapes suivantes :

- Les moules utilisés sont fabriqués en utilisant différentes méthodes d'usinage, telles que la pression, l'empreinte en trois dimensions ou le coulage.
- Après avoir nettoyé le moule, on passe à l'étape du chauffage thermique où la source de chaleur est allumée et les autres circuits nécessaires au bon fonctionnement de l'installation de moulage sont activés.
- Ensuite, on procède au choix du type de matériau à mouler et de sa quantité afin d'éviter les débordements de matière hors du moule et la formation de bavures de matériau à l'extérieur du support.
- La pâte de mélange est placée au fond du support en veillant à la centraliser correctement.
- Vient ensuite la phase de compression, où la partie supérieure du moule est fermée et une pression est appliquée pour former la pièce. Cette méthode permet également le

durcissement du mélange à l'aide d'une source de chaleur pendant toute la durée de la compression.

- Enfin, la pièce moulée est séparée du support lors de la phase de démoulage.

A la fin l'excès de la matière en dehors du moule doit être nettoyer, cette élimination de bourdes se fera généralement à la main avant l'utilisation de la pièce.



Figure II. 11 Machine à pression

II.7.6. Fabrication du biocomposite époxy /renfort fibres du PWF

Pour réaliser un échantillonnage correct, adapté aux essais mécaniques et assurer une bonne caractérisation, il est nécessaire de respecter les consignes suivantes :

- Placer le moule sur une surface horizontale et vérifier son horizontalité à l'aide d'un appareil de mesure.
- Assurer la propreté du moule en le soufflant et en utilisant une pince.
- Déposer une fine feuille de plastique sur le moule pour empêcher le mélange de toucher le moule lors du versement.
- À l'aide d'une pince, appliquer une couche du mélange sur le moule pour s'assurer que les fibres se trouvent sur cette couche de mélange.
- Disposer les fibres compactées (50 g) de manière régulière et soignée sur le mélange pour assurer une homogénéité des fibres (renfort).
- Verser progressivement le reste du mélange en s'assurant avec la pince que le mélange touche bien la couche de fibres et que les fibres absorbent le mélange de manière adéquate.
- Vérifier que le récipient du mélange est vide pour respecter le rapport de MEDAPOXY entre la partie A et le durcisseur B.

- Couvrir le moule avec une fine feuille de plastique, puis fermer le moule avec son couvercle.
- Placer le moule dans un sac en plastique et le sceller à l'aide d'une pompe à vide pour mettre l'échantillon de biocomposite sous vide.
- Appliquer une charge sur le moule et le laisser reposer pendant 24 heures pour permettre au mélange de durcir.
- Démouler l'échantillon et le laisser à température ambiante (25°C) pendant 10 jours, puis procéder au découpage des échantillons selon les mesures nécessaires.



Figure II. 12 Plaques de biocomposite époxy/renfort fibres courtes du PWF

II.9 Caractérisation mécanique des fibres végétales du PWF

Le test de traction est utilisé pour étudier le comportement d'un matériau solide lorsqu'il est soumis à différentes contraintes ou forces. Ce test nous permet de déterminer le module d'élasticité, également appelé module de Young (E), qui mesure la rigidité du matériau, c'est-à-dire sa résistance à la déformation.

Les propriétés mécaniques en traction, telles que la résistance à la traction, la déformation ultime et le module de Young, ont été mesurées sur un fil de fibre et sur 150 fibres de *Washingtonia* d'une longueur de jauge $GL=50$ mm, conformément à la norme ASTM D3822-14, **Figure II.13**. Tous les essais ont été effectués à l'aide d'une machine d'essai Zwick Roell équipée d'une cellule de charge de 5 KN, avec une vitesse d'essai constante de 1 mm/min, à une température de 24°C et à une humidité relative de 45%.

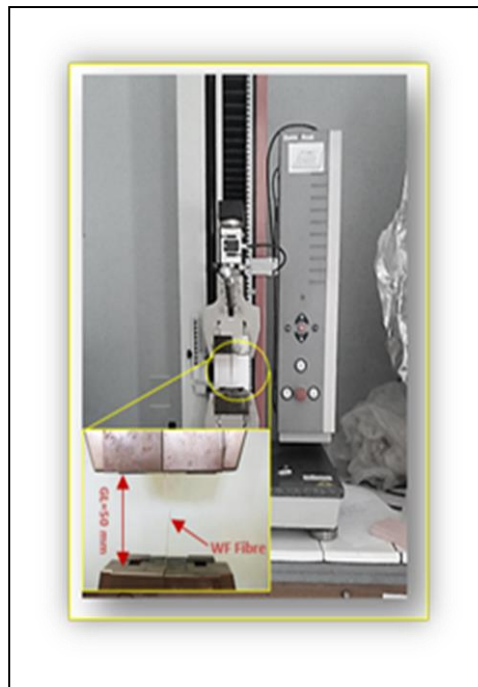


Figure II. 13 Dispositif de traction type "ZwickRoel"

L'instrument d'extensiomètre est contrôlé par un ordinateur. Les paramètres du banc d'essai sont entrés dans l'ordinateur, puis l'échantillon est correctement positionné entre les deux mâchoires. Les résultats sont obtenus directement sur l'écran d'un PC à l'aide d'un logiciel appelé "SUN". Les résultats sont présentés sous la forme d'une courbe de traction, à partir de laquelle on peut extraire des informations telles que la contrainte à la rupture, la contrainte maximale, l'allongement à la rupture et le module d'élasticité.

- **Le module d'élasticité**

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} (\text{N/m}^2) \quad (\text{III.1})$$

- **La contrainte à la rupture**

$$\sigma = \frac{F}{S} (\text{N/m}^2) \quad (\text{III.2})$$

- **Allongement à la rupture**

$$\varepsilon_r = \frac{\Delta L}{L_0} (\%) \quad (\text{III.3})$$

II.10 Usinage du biocomposite élaboré (époxy/fibres WF)

Dans cette étude, nous évaluons les propriétés mécaniques et l'effet des paramètres de perçage (vitesse de la broche, 500, 1500 et 2500 tr/min ; vitesse d'avance, 50, 100 et 200 mm/min ; et le diamètre de l'outil, 5, 7 et 10 mm) en fonction du procédé de découpe sur le facteur de délaminage lors du perçage du bio-composite à matrice époxy renforcée de fibres végétales du WF. L'étude est réalisée à l'aide de différents diamètres de matériaux de perçage (HSS_TiN). Les essais de perçage ont été réalisés à l'aide d'une fraiseuse DOOSAN DNM 650 HS CNC équipée d'une broche de 12000 tr/min et d'une avance de 2000 mm/tr.

II.10.1 Mise en place de l'usinage

II.10.1.a. Machine d'usinage

Les séries DNM sont des machines compactes et durables créées avec la combinaison d'une fonction optimisée et d'une rigidité accrue pour satisfaire l'objectif de qualité de classe mondiale et de réduction des coûts. L'analyse de haute productivité est le principe majeur de la série DNM qui a été conçue en prenant en considération les besoins de l'utilisateur. Le lit monobloc est en Meehanite rigide et fortement nervuré. Ces pièces moulées restent stables même dans les conditions de coupe les plus difficiles. La fonte Meehanite à grain fin est utilisée pour ses excellentes caractéristiques d'absorption des vibrations. La table est entièrement soutenue par la selle dans toutes les positions et il n'y a pas de porte-à-faux de table. Tous les axes ont des guides de mouvement linéaire très rigides et précis.

- **Rigidité statique :** La structure à haute rigidité de DNM a augmenté la rigidité statique de 30% de plus que le modèle précédent sans aucun point faible grâce à l'analyse FEM.
- **Rigidité dynamique :** L'amélioration de la réponse en fréquence et de la capacité d'amortissement des vibrations permet d'augmenter la haute fréquence de 35% par rapport au modèle précédent.



Figure II. 14 Fraiseuse CNC DOOSAN DNM 650 HS

Pour réaliser des trous de différents diamètres, nous avons deux options : utiliser différents forets manuellement avec une perceuse, ou utiliser une méthode numérique en utilisant une fraiseuse CNC.

Il existe plusieurs types de forets, qui varient en fonction de la géométrie requise et des matériaux à usiner. Si la coupe du matériau se fait à l'extrémité du foret, il s'agit d'un foret. En revanche, si l'arrachement de matière se fait sur le flanc, il s'agit d'une fraise. Il est important de noter que les forets alésoirs peuvent effectuer les deux fonctions.

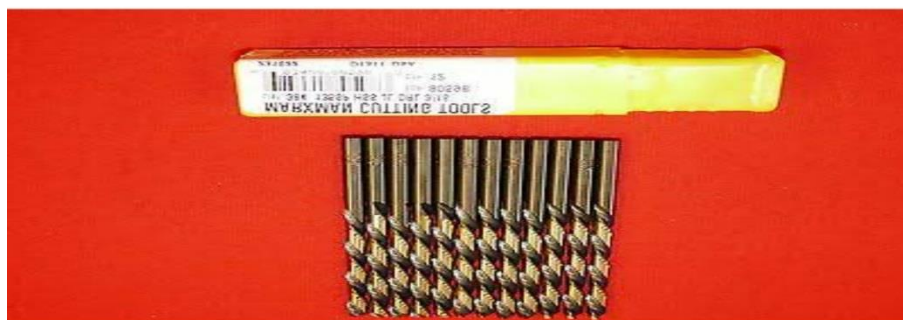


Figure II. 15 Foret de perçage HSS_TIN

II.10.1.c Conditions d'usinage

Afin de garantir un processus de perçage réussi et conforme aux normes d'usinage, il est recommandé de prendre en compte les éléments suivants :

- Stabilité de la machine.
- Vitesse de rotation de la broche.
- Utilisation d'un liquide de coupe approprié.
- Débit et pression du liquide de coupe.
- Fixation sécurisée de la pièce.
- Orientation de la broche (horizontale ou verticale).
- Puissance et couple requis.
- Disponibilité d'un magasin d'outils.

II.10.2. Les moyens de mesure

II.10.2.a Dimensionnement des plaques

L'étude a été réalisée sur des plaques rectangulaires dont les dimensions sont de 220 mm de longueur, 90 mm de largeur et 6 mm de hauteur.

II.10.2.b Dimensionnement des trous

Le processus d'usinage des trous sur la machine à commande numérique CNC à 3 axes comprend les étapes suivantes :

- Utilisation du logiciel de conception SW 2018 pour créer le dessin de définition des quatre plaques.
- Utilisation du programme EXCEL pour établir la gamme d'usinage spécifique au perçage.
- Utilisation du logiciel de conception et de simulation de fabrication (CFAO) pour générer le programme d'usinage adapté au fonctionnement de la machine CNC.
- Étapes d'exécution sur la machine :
 - Fixation de l'étau sur la table de la fraiseuse.

- Serrage de la plaque époxy sur une plaque d'aluminium et réalisation des trous taraudés.
 - Fixation de l'hybride et prochainement de la plaque époxy.
 - Utilisation du palpage pour obtenir les repères de référence de la pièce.
 - Lancement du programme d'usinage.
- Instruments de mesure utilisés :
 - Instruments de mesure directs tels que le pied à coulisse numérique.
 - Instruments de mesure indirects tels que le comparateur.
 - Utilisation d'une clé palpeur numérique pour obtenir les repères de référence de la pièce.



Figure II. 16 Pied à coulisse numérique



Figure II. 17 Comparateur numérique



Figure II. 18 Palpeur numérique



Figure II. 19 Palpeur outil mécanique

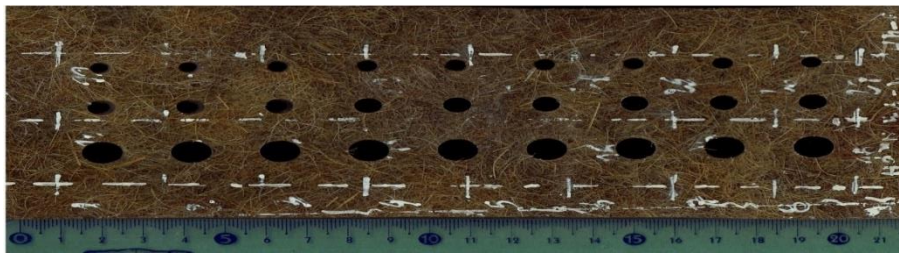


Figure II. 20 Plaque biocomposite époxy/fibres courtes WF après perçage

II.10.3 Méthodologie et procédure expérimentale

Les essais de perçage ont été réalisés à l'aide d'une fraiseuse CNC DOOSAN DNM 650HS équipée d'une broche de 12000 tr/min avec une avance de 2000 mm/tr 01 (**Figure III.13**) Pour effectuer l'opération de perçage, nous découpons des pièces de taille (22 × 10 × 6 mm). Trois diamètres de forets différents ont été choisis, à savoir les forets en nitrure de titane (HSS_TiN) avec un angle de pointe de 118° avec différents diamètres (5 mm, 7 mm et 10 mm). D'autres paramètres sont également utilisés tels que la vitesse de la broche (500, 1500 et 2500 tr/min) et trois vitesses d'avance de contrôle comme suit : (50, 100 et 200mm/min). Le choix des paramètres de coupe a été retenu après une étude bibliographique. Le perçage a été réalisé à sec sans fluide caloporteur. Les conditions de coupe sont résumées dans le **Tableau V.1**. Afin de réduire la flexion des pièces lors de la phase de perçage pour ne pas amplifier l'étendue du défaut à la sortie du trou, un support en acier massif est utilisé sous les pièces composites. Le perçage des trous de cette étude se fait en une seule étape. Pour avoir une bonne qualité de trou et éviter le facteur d'usure de l'outil de perçage, après cinq opérations, le foret est remplacé par un nouveau.

Ensuite, les échantillons percés ont été numérisés, pour mesurer la zone endommagée du trou foré (rapport Fd), en utilisant un balayage haute résolution jusqu'à 2400 × 4800 dpi (profondeur de couleur interne de 48 bits) pour obtenir une image de haute qualité.

Les images résultantes ont été traitées à l'aide du logiciel gratuit Image J v1.47, publié par le National Institute of Health, USA .Dans ce travail, le facteur de délaminage en sortie a été calculé en utilisant l'équation suivante : $Fd = Dmax/D$, où $Dmax$ est le diamètre maximal mesuré dans la zone endommagée et D est le diamètre réel du trou.

II.11 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons accordé une attention particulière à l'équipement nécessaire pour l'élaboration et la caractérisation du bio-composite. Cela comprend le processus de transformation de la fibre végétale de la *Washingtonia Filifera* en un nouveau matériau bio-composite à matrice d'époxy renforcée par des fibres courtes du WF neutre, qui ont été traitées avec NaOH à des concentrations de 1% et 3% pendant 12 heures. Nous avons également abordé la phase de perçage des plaques en bio-composite renforcé avec ces fibres. Tout au long de cette étude, nous avons effectué une caractérisation approfondie pour comprendre le comportement physique, chimique et mécanique de ce matériau. Ces caractérisations ont été réalisées en utilisant différentes méthodes généralement employées pour améliorer la qualité du matériau et les propriétés des fibres. Les informations obtenues dans ce chapitre seront utiles pour améliorer et concevoir de nouvelles variétés de fibres, adaptées à des applications industrielles spécifiques.

II.12 Références

- [1] P. Khristova, O. Kordsachia, and T. Khider, “Alkaline pulping with additives of date palm rachis and leaves from Sudan,” *Bioresour. Technol.*, vol. 96, no. 1, pp. 79–85, 2005, doi: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2003.05.005>.
- [2] R. Chollakup, W. Smitthipong, W. Kongtud, and R. Tantatherdtam, “Polyethylene green composites reinforced with cellulose fibers (coir and palm fibers): effect of fiber surface treatment and fiber content,” *J. Adhes. Sci. Technol.*, vol. 27, no. 12, pp. 1290–1300, Jun. 2013, doi: [10.1080/01694243.2012.694275](https://doi.org/10.1080/01694243.2012.694275).
- [3] M. Ragoubi, D. Bienaimé, S. Molina, B. George, and A. Merlin, “Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 31, no. 2, pp. 344–349, 2010, doi: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2009.12.004>.
- [4] H. H. Abdel-Rahman, R. Al-Juruf, F. Ahmad, and I. Alam, “Physical, mechanical and durability characteristics of date palm frond stalks as reinforcement in structural concrete,” *Int. J. Cem. Compos. Light. Concr.*, vol. 10, no. 3, pp. 175–181, 1988, doi: [https://doi.org/10.1016/0262-5075\(88\)90007-3](https://doi.org/10.1016/0262-5075(88)90007-3).
- [5] N. Azum, M. Jawaid, L. K. Kian, A. Khan, and M. M. Alotaibi, “Extraction of Microcrystalline Cellulose from Washingtonia Fibre and Its Characterization,” *Polymers*, vol. 13, no. 18, 2021, doi: [10.3390/polym13183030](https://doi.org/10.3390/polym13183030).

Chapitre III :
Comportement en
Traction *des Fibres de*
***Washingtonia Filifera*:**
Approche Statistique

Chapitre 3.

COMPORTEMENT EN TRACTION DES FIBRES DE WASHINGTONIA FILIFERA: APPROCHE STATISTIQUE

Contenu du chapitre	Page
III.1 Introduction	63
III.2 Matériaux et techniques expérimentales	65
III.3 Méthodes statistiques.....	66
III.4 Résultats et discussion.....	69
III.4.1 Analyse SEM.....	69
III.4.2 Comportement en traction quasi-statique de la fibre (WF).....	69
III.4.3 Application de l'essai de traction Anderson-Darling aux fibres WF.....	76
III.4.4 Distribution de Weibull	77
III.5 Conclusion.....	83
III.6 Références	84

Chapitre III : Comportement en Traction des Fibres de *Washingtonia Filifera*: Approche Statistique

III.1 Introduction

L'utilisation de fibres naturelles joue un rôle clé dans la valorisation de la biomasse. D'une part, l'industrie plastique cherche à réduire les ressources pétrolières et, d'autre part, à prévenir l'impact négatif des plastiques sur l'environnement (émissions de CO₂) [1]. Ainsi, les lois environnementales mondiales actuelles reposent sur trois principes : le respect de l'environnement et des êtres vivants, la réduction des déchets et des polluants, et le remplacement total ou partiel des produits pétrochimiques et de leurs dérivés par des ressources renouvelables et recyclables [2]–[4]. Les composites renforcés de fibres naturelles ont fait l'objet d'une attention croissante au cours de la dernière décennie, tant dans le monde universitaire que dans diverses industries. Il existe une grande variété de fibres naturelles qui peuvent être utilisées pour le renforcement ou comme charges. Nombre de ces fibres sont utilisées comme source de renforcement dans les secteurs de l'automobile, de la marine, du papier, de l'emballage et des panneaux de particules [5]–[7]. Les champs d'application des fibres végétales sont vastes en raison de leurs caractéristiques : la forme continue ou discontinue de longueur variable, la rigidité et la flexibilité, leurs propriétés physico-chimiques, et la cristallinité en relation directe avec la densité des fibres et leur durabilité.

En raison de leur grande dispersion, les caractéristiques mécaniques des fibres végétales sont généralement obtenues par une méthode d'analyse statistique de Weibull à deux paramètres, souvent utilisée dans le domaine de la science des matériaux. En effet, le comportement quasi-statique en traction et en fatigue cyclique de fibres de sisal simples sous contrôle de déplacement pour une longueur de jauge $GL = 20$ mm a été étudié par Belaadi et al. [8]. Les valeurs des propriétés mécaniques obtenues par ces auteurs, en particulier la résistance, la déformation à la rupture et le module d'Young des 15 spécimens, sont respectivement égales à 462 MPa, 7,83% et 7,47 GPa. Une autre étude réalisée par Belaadi et al. [2] ont montré que les propriétés mécaniques des fibres de sisal sont fonction du nombre d'essais ($N = 15, 20, 30$ et 40 essais) et du GL , qui est égal à 20 mm. Ils ont également observé une forte anisotropie de la fibre de sisal, ce qui a conduit à l'utilisation de la distribution de Weibull à deux et trois paramètres avec différents estimateurs (indice de probabilité) pour estimer les propriétés élastiques de cette fibre. Ils ont trouvé un module d'Young et une résistance caractéristique à la rupture de 10,69 GPa et 447 MPa, respectivement, estimés par l'indice de probabilité de Kaplan-Meier modifié (Weibull à 2

paramètres). Les auteurs concluent que la distribution de Weibull à 2 paramètres est la plus appropriée pour estimer les propriétés mécaniques par rapport à la probabilité de Weibull à 3 paramètres. Silva et al ont étudié le comportement de la fibre unitaire de sisal de 15 échantillons soumis à une tension quasi-statique pour quatre longueurs de jauge GL (10 mm, 20 mm, 30 mm et 40 mm). Ils ont effectué une analyse statistique des résultats de la dispersion de la résistance observée, à savoir la probabilité de Weibull à 2 paramètres. Les paramètres du module de Weibull étaient compris entre 4,6 et 3,0 pour les longueurs de mesure GL de 10 mm et 40 mm, respectivement.

De même, Virk et al. [9] ont réalisé un total de plus de 785 fibres de jute testées en tension statique à différentes longueurs de mesure (le GL varie de 6 mm à 300 mm) afin d'estimer l'influence du GL sur la résistance, la déformation ultime et le module d'Young. Les auteurs ont constaté une grande dispersion des résultats, ce qui a conduit à appliquer l'analyse de Weibull à deux paramètres et la fonction de densité de probabilité lognormale sur les propriétés mécaniques. Dans une autre étude récente, Blanchard et al. [7] sur 95 spécimens pour un GL égal à 500 mm, les auteurs ont estimé les propriétés mécaniques des fils de lin, notamment un module de Young de 11 400 MPa et une résistance ultime de 242 MPa avec une déformation comprise entre 1% et 3%. Cependant, en utilisant le même type de fil pour un GL de 100 mm, Codispoti et al. [11], après 10-15 essais, a obtenu des valeurs de contrainte et de module d'Young (198 MPa et 5913 MPa, respectivement) très inférieures à celles trouvées dans l'étude [10]. Une analyse de la résistance à la traction a également été réalisée par Amroune et al. [9] sur des fibres longues de palmier-dattier traitées et non traitées provenant de 630 échantillons, en utilisant des statistiques de Weibull à deux et trois paramètres et une analyse de variance.

Les fibres de *Washingtonia* attirent de plus en plus les chercheurs car elles sont largement répandues dans le monde. *Washingtonia* est un genre de palmier classé dans le règne Plantae de la division Magnolophita de la classe Liliopsida de l'ordre Arecales, appartenant à la famille : Arecaceae. La teneur en éléments constitutifs varie d'un palmier à l'autre ou au sein d'un même palmier selon que le membre est le tronc [13], le bois du palmier [14], les palmiers [15], les folioles ou les fruits [16], car elle varie également en fonction de l'âge [17], conditions environnementales [14] et la croissance du palmier [19]. Cette fibre a été étudiée par Gaagaia et al. sur un ensemble de 30 fibres seulement [20]. En effet, les auteurs ont étudié la caractérisation mécanique et thermo-physico-chimique de fibres de palmier *Washingtonia* non traitées. Cependant, le nombre d'échantillons dans l'étude de

Benzannache et al. [21] a été doublé, soit 60 fibres WF non traitées par rapport aux travaux de Gaagaia et al. [20]. Afin de minimiser la variation des valeurs et d'avoir une meilleure estimation des caractéristiques mécaniques, une étude statistique a été réalisée en utilisant le modèle de Weibull à 2 paramètres. Les propriétés mécaniques moyennes des fibres (WF) ont révélé une résistance à la traction de $119,3 \pm 86,28$ MPa, une déformation ultime de $20,55 \pm 11,08$ et un module d'Young de $2,34 \pm 1,36$ GPa, pour une longueur de référence $GL=40$ mm. Récemment, Jawaid et al. [22] ont examiné différentes biomasses de *Washingtonia*, à savoir la tige de la feuille (W-LS), le cœur du tronc (W-TC) et les fibres de l'épine du tronc (W-TS) au microscope électronique à balayage. Ils ont conclu que la fibre de *Washingtonia* a un fort potentiel pour être appliquée comme biomatériau pour des applications polyvalentes à l'avenir.

À cet égard, cette étude vise à examiner le comportement mécanique quasi-statique des fibres unitaires WF sur un ensemble de 150 fibres sous différents nombres d'essais (30 fibres/ensemble) effectués pour une longueur de jauge de 50 mm. En outre, une analyse statistique de Weibull à deux et trois paramètres pour différents estimateurs et des méthodes de prédiction utilisant le maximum de vraisemblance (ML), les moindres carrés (LS) et l'analyse de variance à sens unique (ANOVA) à un niveau de confiance de 95 % ont été utilisés pour évaluer la qualité des propriétés mécaniques des fibres.

III.2 Matériaux et techniques expérimentales

Les fibres WF utilisées dans ce travail sont extraites de palmiers cultivés localement dans la région de Skikda (Algérie). Ces palmiers sont caractérisés par une hauteur de 10 à 12 m et une largeur de 0,3 à 0,6 m à maturité et portent des stipes bruns, rugueux et cylindriques retenant les bases de feuilles persistantes, vertes brillantes, orbiculaires (≈ 1 m de diamètre), des segments piquants, des pétioles épineux de plus de 1 m. Les fibres sont facilement extraites manuellement et immergées dans de l'eau distillée pour nettoyer la surface externe (**Figure III.1**). Elles sont ensuite séchées à l'air à température ambiante pour éliminer l'humidité.

Les fils de fibres de *Washingtonia* ont un diamètre moyen de 227 ± 35 μm et une longueur de 500 mm pour un nombre d'échantillons testés de 150. Le diamètre des fibres WF a été observé à l'aide d'un microscope optique. Dans cette étude, la fibre et sa section transversale ont été analysées à l'aide du MEB JSM-7600F. Les images SEM ont été traitées à une tension de 2,00 KV. Les propriétés mécaniques en traction (résistance à la traction, déformation ultime et module de Young) ont été réalisées sur 150 fibres de *Washingtonia* à

une longueur de jauge $GL=50$ mm selon la norme ASTM D3822-14. [19] (**Figure III.1**). Tous les essais ont été réalisés à l'aide d'une machine d'essai Zwick Roell équipée d'une cellule de charge de 5 KN, avec une vitesse d'essai constante de 1 mm/min, une température de 24°C et une humidité relative de 45%.

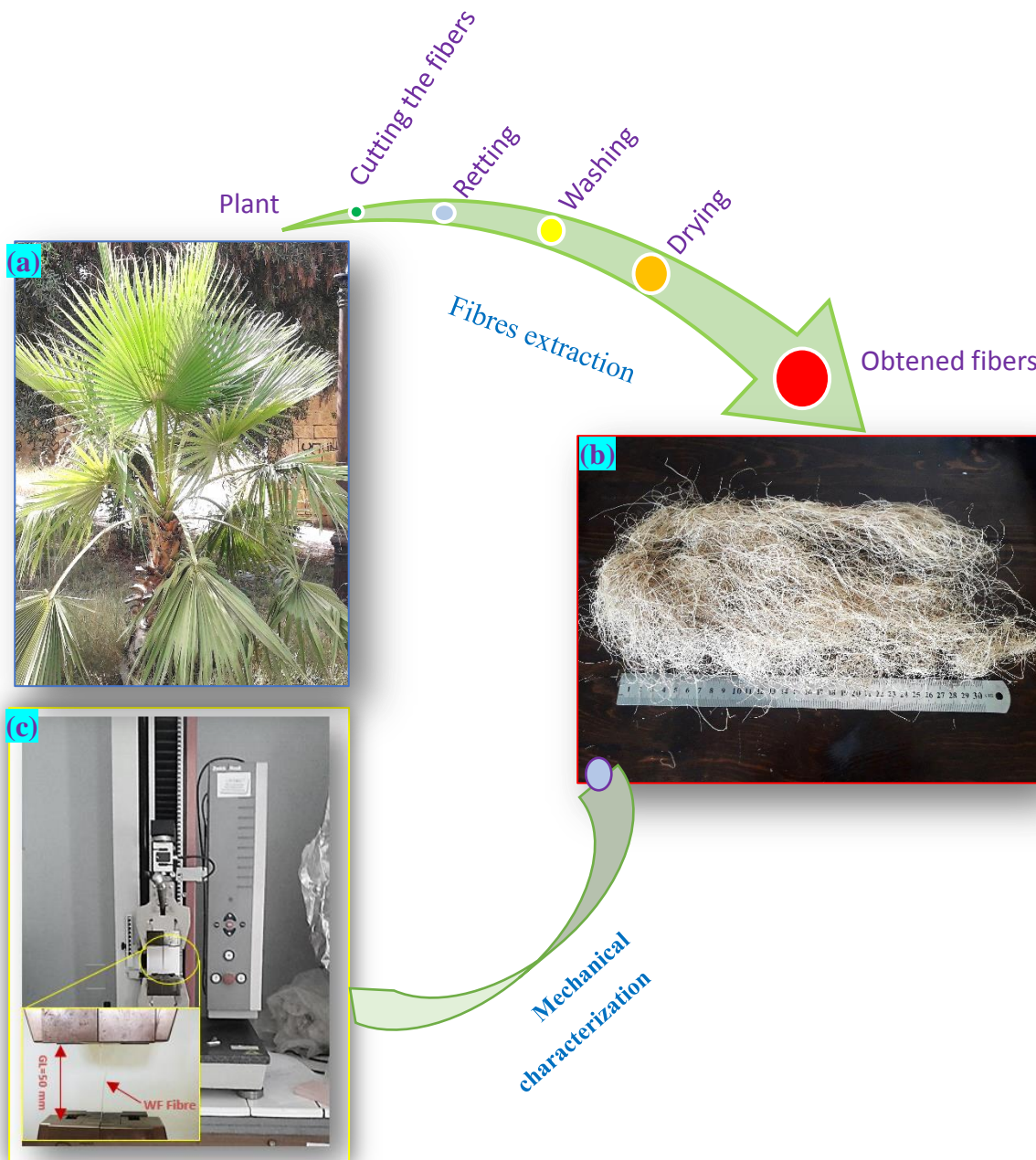


Figure III. 1 Test de traction pour une seule fibre de WF,

(a) Plante de WF, (b) fibres de WF utilisées dans cette étude et (c) équipements

III.3 Méthodes statistiques

Pour prendre en compte la nature aléatoire des données, le modèle de Weibull est largement utilisé pour traiter les matériaux fragiles où la distribution des dommages qui est

un facteur déterminant dans la rupture du matériau, comme *Agave Americana* [24], palmier [12], chanvre [25], lin [5], [10], sisal [4] et de jute [9]. Cependant, des études ont également utilisé cette formulation pour les faisceaux de fibres de carbone [27] et les fibres de verre [28]. Un test de Kolmogorov-Smirnov a été effectué pour vérifier si l'échantillon de valeurs de résistance à la traction est une distribution de Weibull. [29]. D'autre part, la fonction de densité de probabilité de la distribution de Weibull à trois paramètres, également appelée fonction de distribution cumulative (CDF), est déterminée par l'équation (III.1) [30], [31]. La distribution de Weibull suppose que la rupture d'une fibre provient de la dégradation de son élément le plus faible et peut décrire efficacement les propriétés mécaniques des fibres. [30], [32].

$$P(x|s_0, s, m) = 1 - e^{-\left(\frac{x-s_0}{s}\right)^m} \quad x \geq s_0 \quad (\text{III.1})$$

Dans ce cas, le modèle de probabilité de survie de Weibull à deux paramètres $P(x)$, après avoir simplifié l'équation (III.5), en considérant un seuil zéro ($s_0 = 0$), peut être traduit par l'équation (III.2) [9], [33], [34]:

$$P(x|s, m) = 1 - e^{-\left(\frac{x}{s}\right)^m} \quad x \geq s_0 \quad (\text{III.2})$$

La détermination des paramètres m , s et s_0 peut se faire par estimation des moindres carrés (LS) en utilisant l'équation (III.3) [30]:

$$\ln \left[\ln\left(\frac{1}{1-P}\right) \right] = m \ln(x) - m \ln(s) \quad (\text{III.3})$$

Où, les paramètres x , s , s_0 et m sont tous des nombres réels positifs ($R > 0$), s_0 représentant le seuil (paramètre de localisation) correspondant à une valeur moyenne du paramètre x (durée de vie minimale), $s > 0$ le paramètre d'échelle (valeur caractéristique) et m le paramètre de forme ou module de Weibull.

Le paramètre s_0 reflète également les propriétés mécaniques caractéristiques, à savoir σ_0 , ε_0 et E_0 , qui correspondent à la résistance à la traction, à la déformation ultime et au module d'Young. Cette formule représente linéairement les données lorsqu'on ajuste le modèle de Weibull. En ajustant le modèle, on obtient une droite de pente m , qui est une représentation linéaire du modèle. Le paramètre s est déterminé par l'intersection de cette droite.

Cependant, l'estimation de la probabilité de survie (P) pose souvent des difficultés dans cette méthode. Pour obtenir cette estimation, on utilise généralement des estimateurs ou des indices de probabilité spécifiques, tels que :

$$P_i = \frac{i-\alpha}{n-\Delta} \quad (\text{III.4})$$

$$\text{Où: } \begin{cases} \alpha = 0, 0.3, 0.375, 0.5 \\ \Delta = 0, 0.25, 0.4, 1 \end{cases}$$

La littérature propose quatre indices de probabilité [22,31-33] représentés par les équations III.5 à III.8. Dans le logiciel Minitab version 16, il existe quatre options pour estimer l'indice de probabilité (Pi) :

1. Pour les populations échantillons inférieures à 6, on utilise l'équation (III.5).
2. L'équation de Kaplan (Eq.III.6) est utilisée comme estimateur pour les populations échantillons inférieures à 10.
3. L'équation de Kaplan-Meir modifiée (Eq.III.7) est fréquemment utilisée pour les populations échantillons de 20 à 50.
4. Enfin, pour les populations échantillons de plus de 20, l'équation (III.8) de rang moyen est la plus couramment utilisée.

$$P_i = \frac{i-0.3}{n+1.4} \quad (\text{III.5})$$

$$P_i = \frac{i-0.375}{n+0.25} \quad (\text{III.6})$$

$$P_i = \frac{i-0.5}{n} \quad (\text{III.7})$$

$$P_i = \frac{i}{n+1} \quad (\text{III.8})$$

Pour évaluer les paramètres de vraisemblance de Weibull, la plupart des chercheurs utilisent la méthode du maximum de vraisemblance (ML) en comparaison avec la méthode d'estimation des moindres carrés (LS) pour maximiser la vraisemblance de l'échantillon selon l'Eq. (III.9) [39].

$$P(m, s | x_1, \dots, x_2) = \prod_{i=1}^n P(x_i) = \prod_{i=1}^n \frac{m}{s} \left(\frac{x_i}{s}\right)^{m-1} e^{-\left(\frac{x_i}{s}\right)^m} \quad (\text{III.9})$$

De plus, cette méthode dispose d'une méthode simple de construction des intervalles de confiance conduisant au calcul automatique des incertitudes des paramètres de Weibull à un IC de 95%. Plusieurs options du logiciel Minitab version 16 utilisé dans cette recherche

permettent d'estimer l'indice P_i et de choisir la méthode ou l'approche statistique utilisée (LS ou ML).

III.4 Résultats et discussion

III.4.1 Analyse SEM

La morphologie de la fibre végétale WF influence fortement son comportement mécanique. En effet, lorsqu'elle est soumise à des contraintes de traction à sa surface et surtout dans la direction transversale, son caractère anisotrope la rend plus sensible à la formation de dislocations. Celles-ci apparaissent de manière hétérogène sur toute la longueur de la fibre et s'étendent sur toute la largeur de la fibre (**Figure III.2**).

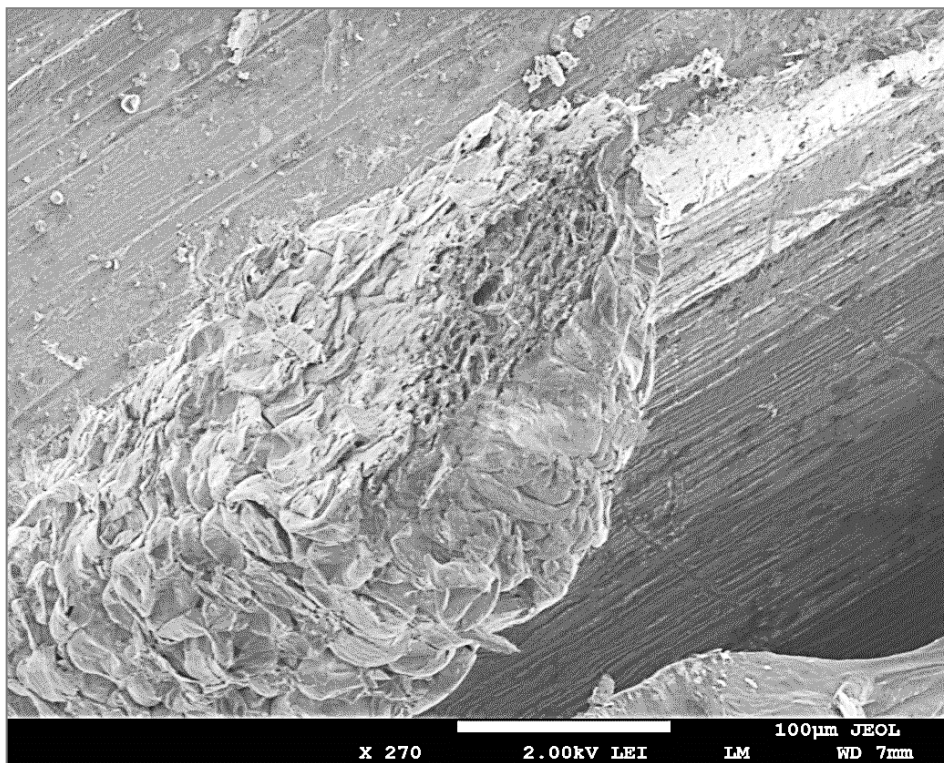
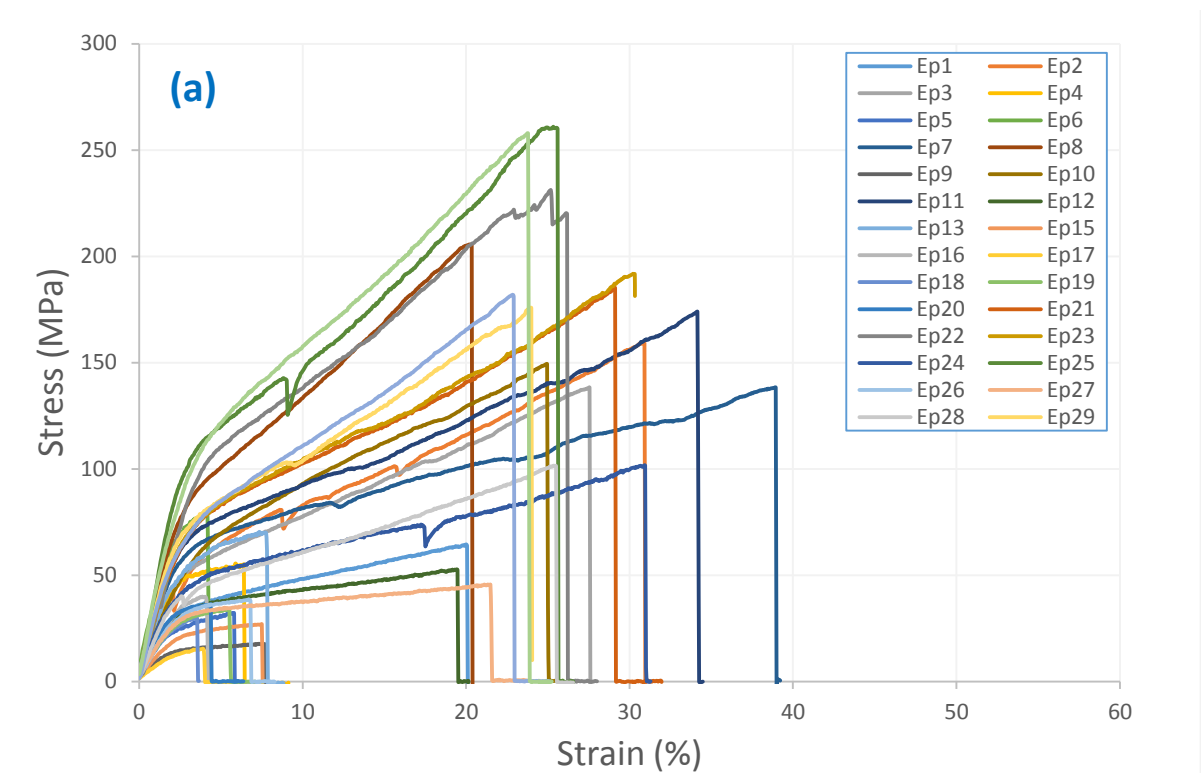


Figure III. 2 Micrographie SEM d'une seule fibre WF

III.4.2 Comportement en traction quasi-statique de la fibre (WF)

La **Figure III.3a** présente les résultats du comportement mécanique caractéristique du WF, obtenus à partir de trente essais de contrainte-déformation. Ce comportement est divisé en trois zones distinctes, illustrées dans **la Figure III.3b**, en utilisant une seule fibre WF comme référence.

Dans la première zone, appelée zone de déformation élastique et réversible, la contrainte limite est très faible. Le comportement est linéaire et le module d'Young E peut être estimé en utilisant la loi de Hooke : $\sigma = E \cdot \epsilon$. La contrainte de traction limite dans cette zone est de 56 MPa, correspondant à une déformation à la rupture de 3%. Ensuite, la deuxième zone correspond à la déformation plastique irréversible. Dans cette zone, la contrainte nominale augmente proportionnellement à la déformation jusqu'à une valeur maximale de 150 MPa et une déformation à la rupture égale à 25%, dans laquelle la fibre se rompt et est détruite.



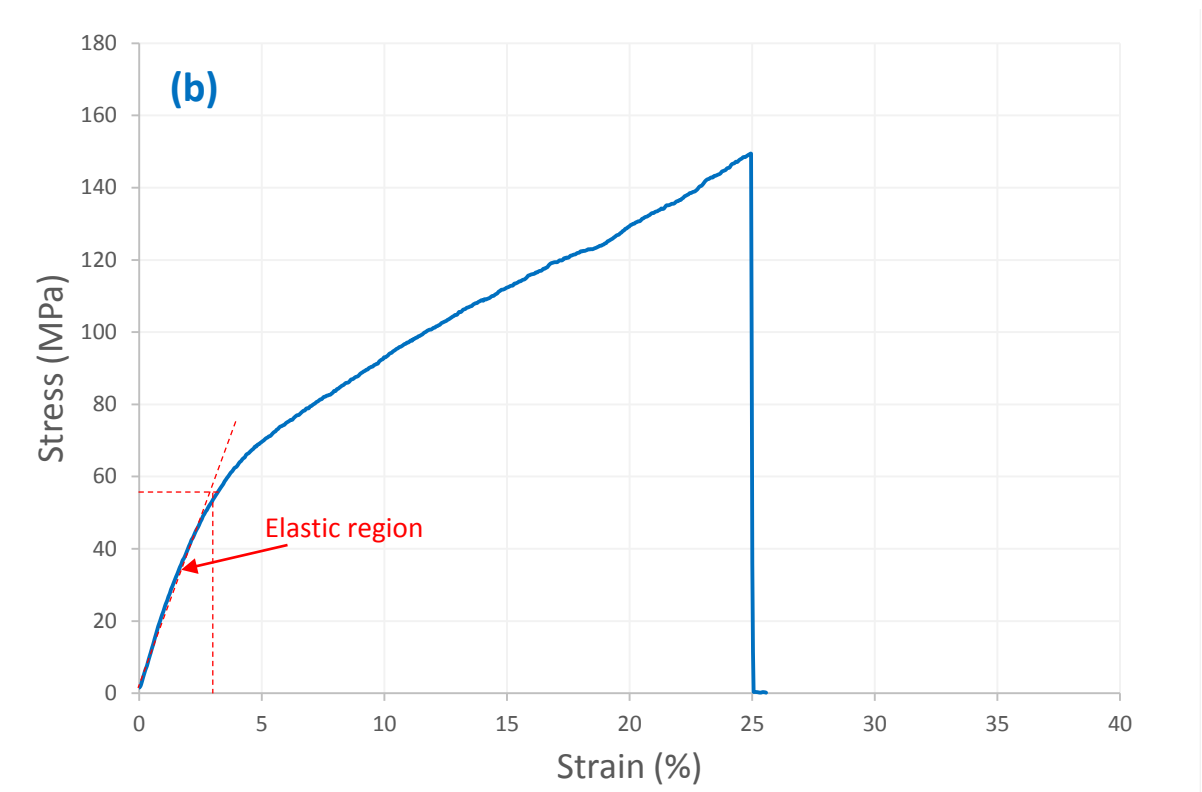


Figure III. 3 Courbe de contrainte-déformation : (a) Essais sur les trente premiers échantillons et (b) Comportement typique d'un WF de 50 mm de longueur sous essai de traction.

La **Figure III.4** présente le diagramme de dispersion des propriétés mécaniques en fonction du diamètre pour les essais réalisés sur trois lots de fibres naturelles WF 180. Un modèle de prédiction exponentiel avec une erreur de 5% (niveau de confiance de 95%) a été utilisé. Les relations entre le diamètre de la fibre (D) et les propriétés mécaniques telles que la résistance à la traction (σ), la déformation ultime (ϵ) et le module d'élasticité (E) sont illustrées dans les Figures 4a-c. On observe que lorsque σ et E diminuent, ϵ augmente, ce qui entraîne une dispersion notable des propriétés mécaniques. En effet, une dispersion minimale des propriétés mécaniques est observée lorsque les propriétés des trois lots sont plus élevées. Ces dispersions sont dues à différents paramètres tels que la nature et l'état des fibres ou la géométrie et son climat et la difficulté de l'expérience, et ses incertitudes de mesure. Ce comportement est similaire à celui des fibres de jute, rapporté par Virk et al. [9], [40].

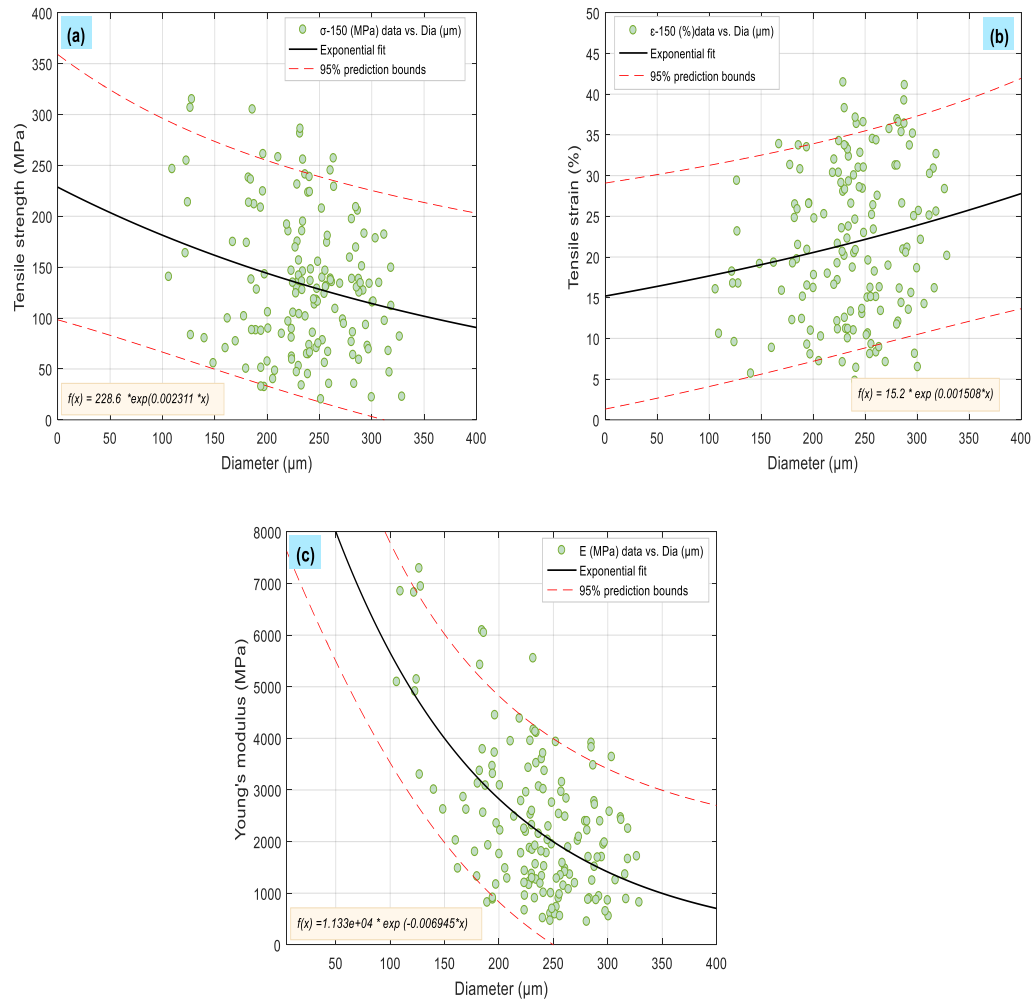


Figure III. 4 Propriétés mécaniques en fonction du diamètre de la fibre pour tout les tests du *Washingtonia Filifera* (a) résistance à la traction en fonction du diamètre, (b) déformation en fonction du diamètre et (c) module d'Young en fonction du diamètre.

La **Figure III.5** montre la variation des propriétés mécaniques moyennes des fibres WF en fonction du nombre d'échantillons, c'est-à-dire la résistance à la traction, la déformation ultime et le module d'élasticité sous forme de boîtes ou de diagrammes de Tukey (boîtes rectangulaires) ou de boîtes dites à moustaches. Cette représentation est définie par des données variables avec maximum, minimum, médiane, quartiles (Q_1 et Q_3). Par exemple, pour $N=60$, les valeurs de médiane, Q_1 , Q_3 , minimum et maximum des échantillons sont (110, 45, 190, 20 et 290) pour la contrainte, (25, 15, 31, 5, 42 et 2300) pour la déformation et (1400, 3100, 500 et 7000) pour le module d'Young.

Tableau III. 1 les propriétés mécaniques des fibres WF soumises à des essais de traction quasi-statiques, avec le nombre correspondant d'essais réalisés.

Nombre de tests	Contrainte (MPa)			Déformation (%)			Module d'élasticité (MPa)		
	Moyenne	SD	CV (%)	Moyenne	SD	CV (%)	Moyenne	SD	CV (%)
30	117.92	83.30	70.64	20.55	11.08	53.93	2345	1367	58.30
60	124.40	80.08	64.37	23.21	10.75	46.33	2399	1264	52.67
90	131.97	65.15	49.37	23.72	9.40	39.65	2502	1244	49.75
120	141.15	63.44	44.94	23.57	9.21	39.07	2551	1414	55.41
150	133.29	58.08	43.57	21.76	7.28	33.47	2349	1450	61.74

Le **Tableau III.1** résume les valeurs des propriétés mécaniques de la fibre WF testée sous charge de traction, à savoir les résultats de σ , ε et E pour cinq groupes d'échantillons N = 30, 60, 90, 120 et 150 essais. Des dispersions notables des propriétés mécaniques sont observées dans les **Figures III.4** et **5**, ainsi que dans le **Tableau III.1**. En effet, les valeurs obtenues des CV pour σ , ε et E des cinq groupes d'échantillons testés N=30, 60, 90, 120, 150 sont respectivement (70,64, 64,37, 49,37, 44,94 et 43,57 %), (53,93, 46,33, 39,65, 39,07 et 33,47 %) et (58,30, 52,67, 49,75, 55,41 et 61,74 %). Sur la base du **Tableau III.1**, on peut noter qu'il est possible de déduire l'effet du nombre d'échantillons testés sur l'augmentation des propriétés mécaniques des fibres WF. Par exemple, on a constaté des augmentations des valeurs moyennes de σ , ε et E, passant respectivement de $133,29 \pm 58,08$ MPa, $20,55 \pm 11,08$ % et 2345 ± 1367 MPa pour le lot de 30 essais à $117,92 \pm 83,30$ MPa, $21,76 \pm 7,28$ % et 2349 ± 1450 MPa pour le lot constitué de 150 essais.

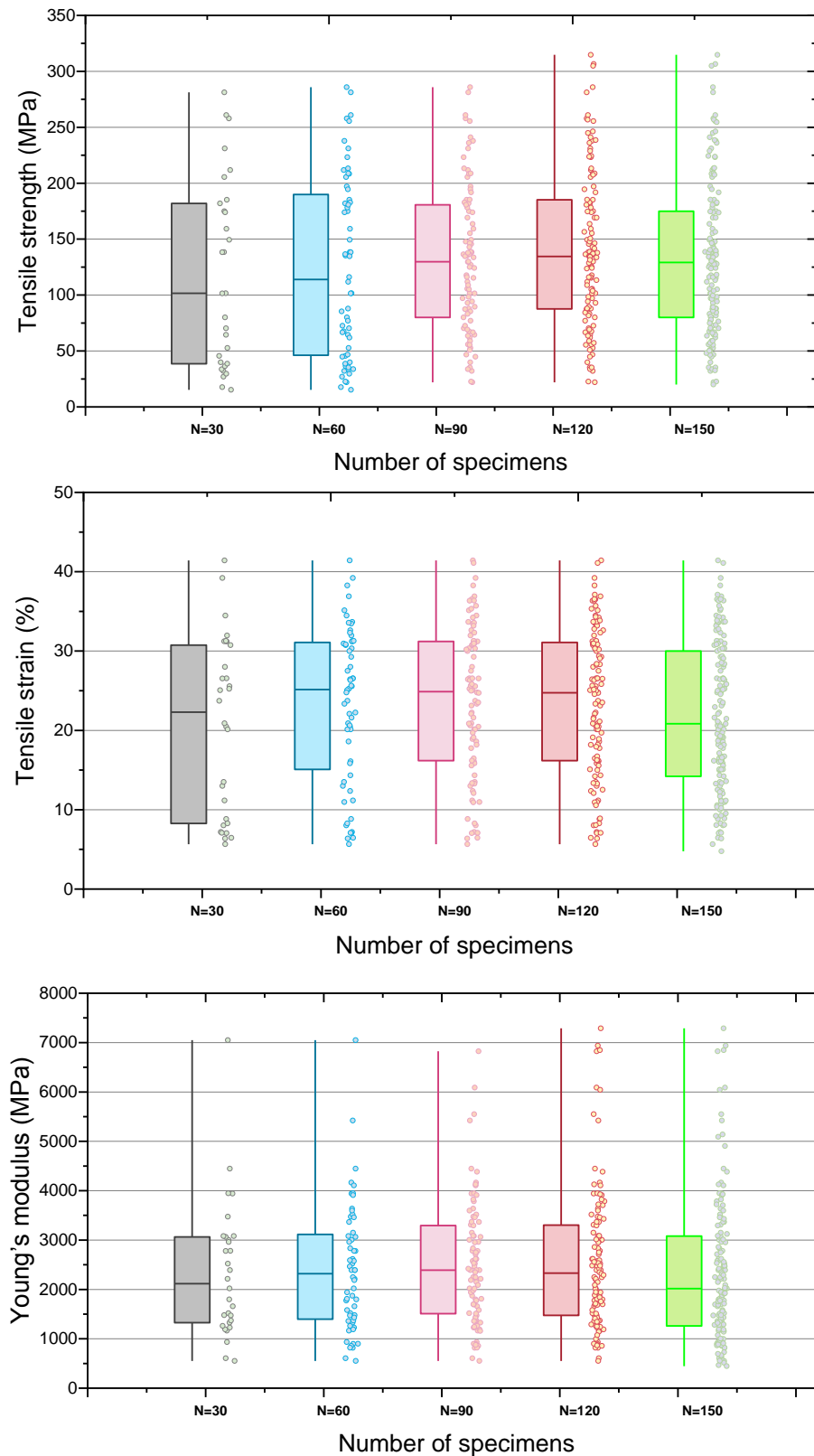


Figure III. 5 Variation des propriétés mécaniques en traction en fonction du nombre d'éprouvettes

Tableau III. 2 Résumé des études précédentes sur les propriétés mécaniques des fibres naturelles

Matériel	Nombre des tests simples	Diamètre (μm)	GL (mm)	Contrainte de Traction (MPa)	Module de Youngs (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Ref.
<i>Agave americana L.</i>		265 ± 80	40	142 ± 69	2.14 ± 0.79	25.60 ± 8.25	[24]
<i>Phoenix dactylifera L.</i>	30	577 ± 83	50	117 ± 35	4.3 ± 1.4	3.13 ± 0.7	[12]
<i>Coccinia grandis L.</i>	-	27.33 ± 0.38	50	273 ± 27.74	10.17 ± 1.26	2.703 ± 0.27	[41]
<i>Juncus effususL</i>	30	280 ± 56	40	113 ± 36	4.38 ± 1.37	2.75 ± 0.68	[42]
<i>Lygeumspartum L.</i>	30	180–433	40	280	13.2	1.49–3.74	[43]
<i>Furcraea foetida</i>	25	128	40	612.43 ± 52	6.44 ± 2.1	10.45 ± 1.8	[44]
<i>Hierochloe Odarata</i>	20	136.7 ± 4.43	50	105 ± 35	2.56 ± 0.98	2.37 ± 0.95	[45]
<i>Washingtonia Filifera</i>	60	234 ± 43	40	119.3 ± 86.28	2.34 ± 1.36	20.55 ± 11.08	[21]
<i>Washingtonia Filifera</i>	60	227 ± 35	50	124.4 ± 80.08	2.39 ± 1.26	23.21 ± 10.75	This work

Le **Tableau III.2** présente les résultats des études sur les fibres naturelles rapportées dans la littérature. Il est difficile de comparer les propriétés mécaniques de celles-ci en raison des différents facteurs affectant la fabrication des fibres à partir de fibres végétales. Les valeurs de σ , ε et E dans cette étude sont supérieures à celles de la littérature. [9,17,36,37]. Ceci est dû au nombre d'essais réalisés par rapport à notre étude, qui correspond à 60 échantillons. Les résultats expérimentaux trouvés pour les fibres WF sont 124 ± 80.08 MPa pour σ , $23.21 \pm 10.75\%$ pour ε et 2.39 ± 1.26 GPa pour E . La contrainte de traction obtenue dans cette étude pour la fibre WF avec une longueur de jauge $GL = 50$ mm et un diamètre 227 ± 35 μm , est supérieure à celle d'Amroune et al. [9] pour la fibre Phonix dactylifera (117 ± 35 MPa), et à celle de Maache et al. [36] réalisée pour la fibre *Juncus effusus* (113 ± 36 MPa), avec des longueurs de jauge de 50 et 40 mm et des diamètres de 577 ± 83 et 280 ± 56 μm , respectivement.

D'autre part, il faut noter que la valeur de σ trouvée dans cette étude est plus élevée que celle trouvée pour la même fibre traitée au WF. [21] qui est de $124,4 \pm 80,08$ MPa, réalisée sur 60 essais avec la même fibre WF dont la longueur de jauge est plus courte que celle utilisée dans nos essais, soit 40 mm, et dont le diamètre est de 234 ± 43 μm . La raison de cette différence est probablement due à la différence de longueur de jauge et de diamètre du fil. Comme pour ε et E , les résultats obtenus dans cette étude et dans [21] sont presque similaires, ils sont respectivement de $23,21 \pm 10,75\%$ et $2,39 \pm 1,26$ GPa, et $20,55 \pm 11,08\%$ et $2,3 \pm 1,36$ GPa.

III.4.3 Application de l'essai de traction Anderson-Darling aux fibres WF

Le test de qualité d'ajustement d'Anderson-Darling a été effectué pour déterminer la meilleure estimation de la probabilité sur les cinq ensembles de tests, à savoir la distribution normale, la distribution de Weibull à deux paramètres, la distribution lognormale et la distribution de Weibull à trois paramètres (**Tableau III.3**), afin d'estimer les valeurs de A-D qui tendent vers les valeurs les plus faibles (valeurs critiques).

Tableau III. 3 Estimations ajustées de qualité de l'ajustement d'Anderson-Darling pour différentes méthodes de distribution (distributions de Weibull 2P, de Weibull 3P, normale et lognormale).

N	Contrainte (MPa)				Déformation (%)				Module de Young (GPa)			
	Normal	Weibull	Log-normal	3P-Weibull	Normal	Weibull	Log-normal	3P-Weibull	Normal	Weibull	Log-normal	3P-Weibull
30	1.370	1.175	1.251	1.133	1.476	1.359	1.935	1.818	1.236	0.852	0.974	0.788
60	1.636	1.316	1.668	1.317	1.172	0.881	3.091	1.594	0.915	0.483	0.682	0.555
90	0.764	0.338	1.144	0.363	0.857	0.735	2.943	1.091	1.061	0.357	0.669	0.385
120	1.028	0.374	1.355	0.397	1.044	0.950	3.233	1.209	2.850	0.449	0.438	0.538
150	1.705	0.615	1.245	0.797	1.427	1.111	2.222	1.162	3.660	0.242	0.443	0.343

Le **Tableau III.3** résume les valeurs estimées du test de qualité d'ajustement d'Anderson-Darling. On peut observer que les valeurs minimales des propriétés mécaniques se situent dans les distributions de Weibull deux et trois. Par conséquent, il est nécessaire de déterminer laquelle des distributions de Weibull correspond parfaitement aux résultats expérimentaux. Les valeurs A-D estimées pour la distribution de Weibull à deux paramètres pour les fibres WF pour σ , ε et E pour différents lots d'essai (30, 60, 90, 120 et 150) sont (1,175, 1,316, 0,338, 0,374 et 0,615), (1,359, 0,881, 0,735, 0,950 et 1,111) et (0,852, 0,483, 0,357, 0,449 et 0,242) respectivement. Ces valeurs sont inférieures aux valeurs estimées par la distribution de Weibull à trois paramètres (1,133, 1,818 et 0,788 pour le lot de 30 essais à 0,797, 1,162 et 0,343 pour le lot de 150 essais). Les propriétés mécaniques semblent correspondre à la distribution de Weibull à deux paramètres, ce qui nous amène à conclure que la distribution des propriétés mécaniques des fibres WF correspond à la distribution de Weibull à deux paramètres. Par conséquent, la distribution de Weibull est la meilleure estimation des probabilités, en accord avec les travaux de Belaadi et al. [38] pour les fibres de sisal et Benzannache et al. [21] pour les fibres WF dans leurs travaux.

III.4.4 Distribution de Weibull

L'une des principales qualités de la distribution à deux et trois paramètres du modèle de Weibull [39] est la prédiction du comportement mécanique des fibres (WF) aux différents lots d'essai, qui a révélé une grande dispersion des résultats. La **Figure III.6** montre les courbes de probabilité de la distribution statistique LS et ML de la méthode de Weibull à deux paramètres obtenues pour σ , ε et E pour les cinq lots d'essai des échantillons étudiés (30, 60, 90, 120 et 150 essais).

D'après la **Figure III.6**, les résultats expérimentaux des traitements mécaniques de la fibre végétale naturelle WF décrivent de manière satisfaisante les résultats expérimentaux. Ils semblent suivre un ajustement linéaire et présentent une quasi-linéarité et un quasi-recouvrement avec un léger décalage entre eux. Ces comportements correspondent à ceux observés par d'autres auteurs tels que Belaadi et al. [4,38] pour les fibres de sisal. On a remarqué que pour les valeurs de la contrainte de traction et de la déformation à la rupture, pour les lots d'essai $N = 30$ et 60 , les courbes sont déplacées vers des valeurs plus grandes (vers le haut). D'autre part, les valeurs du module d'Young sont déplacées vers des valeurs plus petites (vers le bas).

Le **Tableau III.4** présente les valeurs des paramètres de la distribution de Weibull à deux paramètres pour quatre estimateurs LS : Median Rank, Modified Kplan-Meier, Mean Rank et Kaplan-Meier, pour les cinq lots d'essai. Selon [48], [49], les valeurs du coefficient de corrélation R^2 définissent l'ajustement et la variation du module de Weibull. On en déduit que l'estimateur de Kaplan-Meier offre le plus grand coefficient de corrélation R^2 que les autres estimateurs, et ce pour σ , ε et E , qui varie entre 0,972 et 0,997, 0,949 et 0,997, 0,993 et 0,982 respectivement. Le module de Weibull $m\sigma$, $m\varepsilon$ et mE de σ , ε et E déterminé par la distribution de Weibull à deux paramètres selon la méthode LS pour les différents lots de test pour les quatre estimateurs des échantillons de fibres WF, est fortement lié à la rupture et aux défauts de la structure des fibres végétales. En effet, la méthode de Kaplan-Meier est la plus adaptée, obtenant les valeurs les plus élevées du module de Weibull ($m\sigma = 1,395, 1,538, 2,480, 2,141$ et $2,154$, $m\varepsilon = 1,909, 2,299, 2,515, 2,617$ et $2,547$, $mE = 2,051, 2,196, 2,345, 2,301$ et $2,023$).

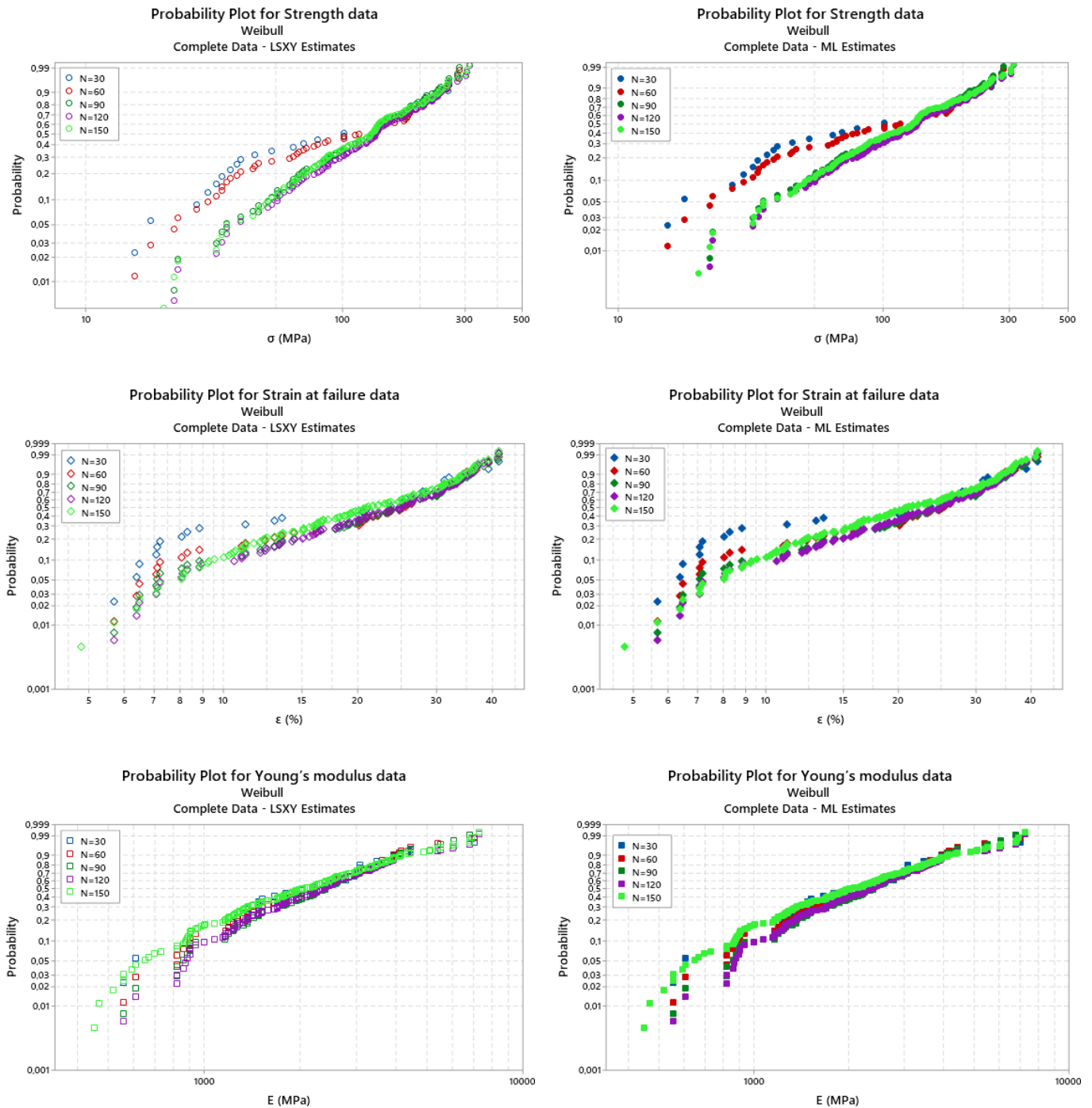


Figure III. 6 Distribution de Weibull à deux paramètres pour les propriétés mécaniques des fibres du WF par les méthodes LS et ML

Tableau III. 4 Valeurs des paramètres de la distribution de Weibull à deux paramètres pour WF en utilisant différents estimateurs LS à différentes longueurs d'écartement (GL).

N ^{br} test	m_σ	σ_0	R^2	m_ε	ε_0	R^2	m_E	E_0	R^2
Median Rank (Benard)									
30	1.408	127	0.971	1.937	22.81	0.946	2.091	2609	0.978
60	1.551	136	0.976	2.322	26.218	0.971	2.2358	2678	0.986
90	2.142	148	0.996	2.540	26.75	0.985	2.381	2793	0.988
120	2.177	158	0.996	2.643	26.53	0.988	2.336	2818	0.977
150	2.164	149	0.994	2.574	24.387	0.989	2.051	2578	0.979
Modified Kaplan-Meier (Hazen)									
30	1.483	126	0.965	2.045	22.639	0.938	2.196	2593	0.976
60	1.605	135	0.972	2.403	26.11	0.968	2.310	2667	0.983
90	2.195	148	0.994	2.605	26.67	0.983	2.442	2784	0.986
120	2.222	158	0.995	2.698	26.46	0.986	2.387	2810	0.974
150	2.203	149	0.993	2.621	24.33	0.986	2.091	2570	0.974
Mean Rank (Herd-Johnson)									
30	1.324	128	0.976	1.818	23.03	0.952	1.973	2628	0.981
60	1.490	137	0.981	2.233	26.34	0.973	2.151	2691	0.989
90	2.080	149	0.997	2.466	26.84	0.987	2.314	2803	0.991
120	2.125	159	0.997	2.578	26.60	0.991	2.276	2827	0.979
150	2.118	149	0.996	2.518	24.45	0.991	2.005	2587	0.981
Kaplan-Meier									
30	1.395	119	0.972	1.909	21.81	0.949	2.051	2505	0.987
60	1.538	132	0.978	2.299	25.75	0.969	2.196	2628	0.992
90	2.118	146	0.996	2.515	26.43	0.984	2.345	2761	0.993
120	2.154	157	0.997	2.617	26.32	0.988	2.301	2794	0.982
150	2.141	148	0.996	2.547	24.22	0.997	2.023	2559	0.982

De nombreux auteurs ont proposé cette méthode et en particulier [17], [26], [50]. Ainsi, les résultats obtenus montrent que le modèle de Weibull peut déterminer la distribution approximative des défauts responsables de la défaillance quasi-statique de la fibre végétale sous l'influence du nombre de lots d'essais. Cependant, il existe une légère différence dans les résultats entre les méthodes d'estimation de Weibull à deux paramètres LS et ML.

Dans le **Tableau III.5**, les valeurs maximales obtenues par la méthode ML, qui sont $m_\sigma = 2,169$ et $m_\varepsilon = 2,871$ pour le lot de 120 tests et $m_E = 2,147$ pour le lot de 90, sont supérieures à celles obtenues par la méthode LS, qui sont $m_\sigma = 2,154$ et $m_\varepsilon = 2,617$ pour le lot de 120 tests et $m_E = 2,345$ pour le lot de 90, respectivement.

Dans l'analyse de Weibull à deux paramètres, les valeurs du module de Weibull pour les propriétés mécaniques du WF présentent des valeurs plus faibles dans la distribution LS que dans la distribution ML.

L'analyse statistique utilisant la méthode ML s'avère être la plus appropriée pour estimer les valeurs des propriétés mécaniques de la fibre WF, contrairement à la fibre de lin non traitée [51].

Tableau III. 5 Valeurs de la statistiques de Weibull à deux paramètres pour WF en utilisant la méthode du maximum de vraisemblance à un nombre différent de tests.

N	Contrainte (MPa)			Déformation (%)			Module (GPa)		
	m_σ	σ_0	AD	m_ε	ε_0	AD	m_E	E_0	AD
30	1.426	129	1.533	1.999	23.24	1.959	1.86	2654	1.221
							4		
60	1.572	138	1.523	2.658	26.13	1.822	2.03	2717	0.682
							3		
90	2.166	149	0.491	2.827	26.65	1.254	2.14	2833	0.585
							7		
120	2.169	159	0.472	2.871	26.49	1.336	1.93	2892	1.244
							8		
150	2.084	150	0.588	2.574	24.57	1.206	1.74	2652	1.032
							0		

La **Figure III.7** montre l'évolution de la probabilité de survie correspondant aux propriétés mécaniques σ , ε et E des fibres WF selon la méthode de Weibull à deux paramètres pour les cinq lots selon les différentes méthodes d'estimation LS et ML. On constate que pour une probabilité P correspondant à 50% de survie des éprouvettes, les σ , ε et E correspondent bien aux valeurs moyennes enregistrées expérimentalement respectivement évaluées par LS. Pour le lot de 60 essais, les valeurs de σ , ε et E, qui sont respectivement de 124,4 MPa, 23,21% et 2399 MPa, les valeurs de σ et ε apparaissent légèrement supérieures à celles obtenues par Benzannache et al. [21] qui sont de 119,3 MPa et 20,55% ; la même valeur a été observée pour E.

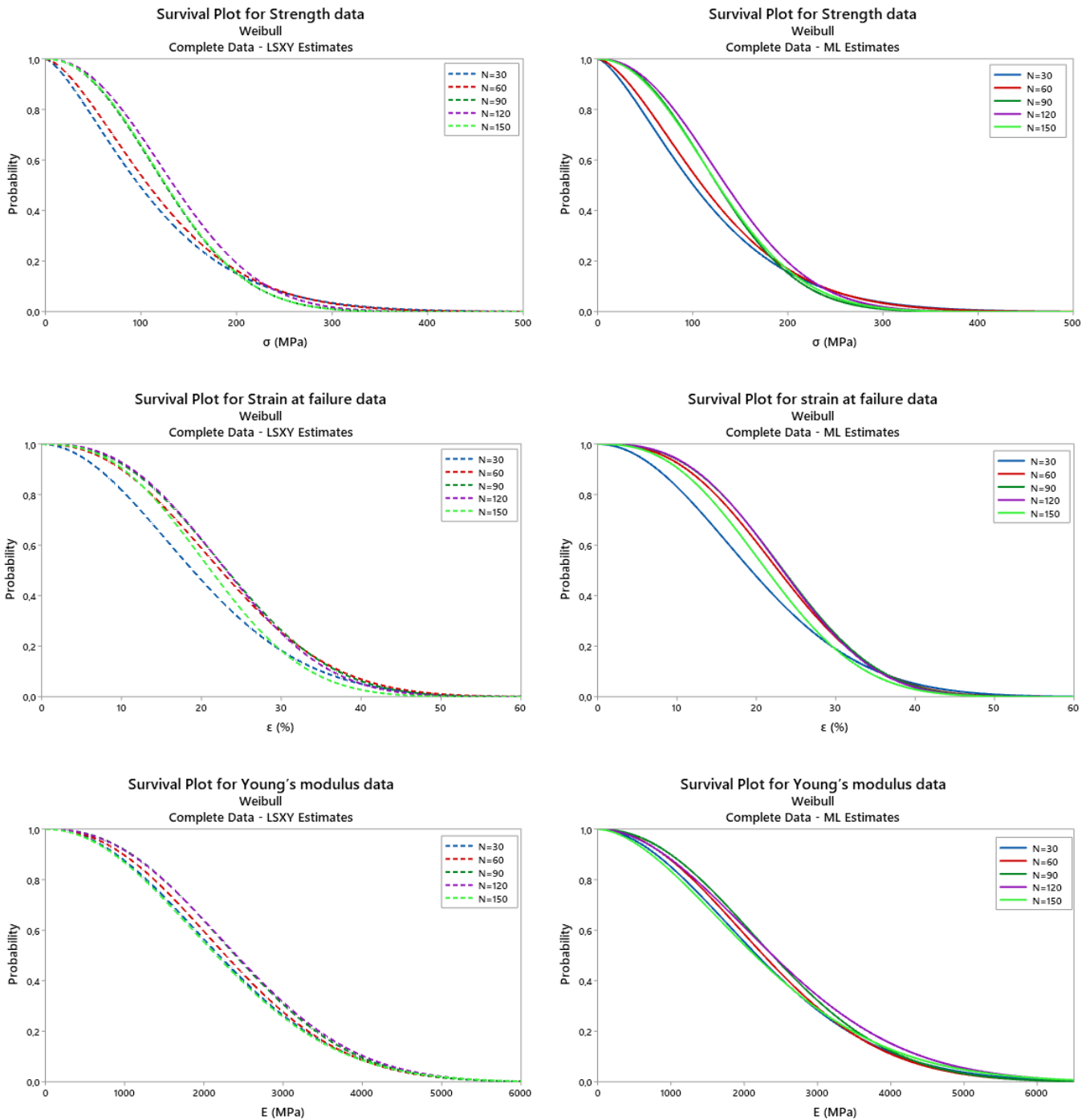


Figure III. 7 Graphiques de probabilité de survie des propriétés mécaniques

III.4.5. Test ANOVA des propriétés mécaniques des fibres WF

La méthode d'analyse statistique appliquée au traitement des données permet de mieux comprendre les résultats expérimentaux pour analyser leur signification. Dans la

présente étude, l'ANOVA à sens unique a été appliquée pour comparer des échantillons de population en fonction de leurs moyennes et de la dispersion des données. Cette méthode nous aide à répondre à la question de savoir si les moyennes de deux groupes ou plus sont significativement différentes. L'ANOVA est une forme de test d'hypothèse, où nous avons les deux hypothèses suivantes. L'hypothèse nulle est que toutes les moyennes de l'échantillon sont égales ou non significativement différentes en termes statistiques. Les outils statistiques utilisés pour l'ANOVA sont le test de Fisher, CI, P, SS et MS pour la détermination des paramètres des propriétés mécaniques afin de confirmer l'effet du nombre de fils sur les réponses.

Tableau III. 6 Analyse ANOVA des propriétés mécaniques des fibres WF.

Source	DF	SS	MS	F-Value	P-Value	F _{crit}
a) ANOVA test for N= 30, 60, 90, 120 et 150 for the mechanical properties						
BG	14	546062955.9	39004496.85	59.5353184	1.06422E-91	1.71455821
WG	435	284989760.5	655148.8748			
Total	449	831052716.4				
b) ANOVA test for ultimate tensile stress data N= 120 et 150						
BG	1	66994.9958	66994.9958	15.8332659	0.0001947	4.00687289
WG	58	245414.292	4231.2809			
Total	59	312409.288				
c) ANOVA test for strain at failure data N= 120 et 150						
BG	1	1121.91977	1121.91977	21.7911778	1.8423E-05	4.00687289
WG	58	2986.13262	51.4850451			
Total	59	4108.05239				
d) ANOVA test for Young's modulus data N= 120 et 150						
BG	1	20300125.1	20300125.1	7.8525976	0.00688756	4.00687289
WG	58	149938570	2585147.76			
Total	59	170238695				

Le **Tableau III.6a** présente les valeurs totales du test ANOVA à sens unique des groupes examinés dans cette étude (30, 60, 90, 120 et 150) avec CI = 95% correspondant aux propriétés mécaniques σ , ϵ et E des fibres WF. La valeur de P = 0,000 ($P < 0,001$) est inférieure au niveau de signification (0,05), et F = 59,53 est supérieure au F critique = 1,71, nous pouvons donc rejeter l'hypothèse nulle selon laquelle les moyennes sont équivalentes. En comparant les groupes, la variance correspondant à N=150 semble être significativement plus faible que celle des autres niveaux. Ainsi, une analyse supplémentaire est nécessaire : en effectuant à nouveau le test ANOVA à sens unique avec seulement 120 et 150. On peut noter qu'il existe une différence statistiquement significative entre les deux moyennes (**Tableau III.6b-d**) puisque les probabilités P sont inférieures à 0,05. Les valeurs F sont supérieures

aux valeurs critiques. En considérant cette analyse, $N = 120$ est plus approprié pour obtenir σ , et ε .

III.5 Conclusion

Le présent travail a examiné la fibre WF dans son état naturel non traité pour déterminer les propriétés mécaniques σ , ε et E des cinq lots de numéros d'essai (30, 60, 90, 120 et 150) afin de déduire le lot qui offre les meilleures performances. Les principaux résultats de cette étude sont les suivants :

- Une augmentation des valeurs moyennes de σ , ε et E avec l'augmentation du nombre de lots de 30 à 150 ;
- Les performances mécaniques du lot d'essai 120 sont les meilleures pour la fibre WF par rapport aux autres lots ;
- Les résultats expérimentaux des 5 lots d'essai sous charge de traction quasi-statique ont été analysés par la distribution de Weibull à deux paramètres, en utilisant ML et LS, qui est la plus appropriée pour estimer les valeurs des propriétés mécaniques, puisque les propriétés mécaniques des fibres WF s'adaptent mieux à la distribution de Weibull à deux paramètres que les autres lois ;
- L'analyse statistique des valeurs des résultats de l'estimation des méthodes ML et LS a révélé que l'estimateur de Kaplan-Meier est le mieux adapté à la WF ;
- Puisque les valeurs de $m\sigma$, $m\varepsilon$ et mE fournies par LS sont respectivement inférieures à celles estimées par ML pour le lot $N = 120$, l'estimateur de Kaplan-Meier est le meilleur ajustement pour le WF ;
- L'ANOVA à sens unique a également été utilisée pour conclure que les propriétés mécaniques des fils de WF dépendent du nombre d'essais et que $N = 120$ a fourni les meilleures propriétés mécaniques.

III.6 Références

- [1] A. Belaadi, M. Boumaaza, S. Amroune, and M. Bouchak, “Mechanical characterization and optimization of delamination factor in drilling bidirectional jute fibre-reinforced polymer biocomposites,” *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2020, doi: 10.1007/s00170-020-06217-6.
- [2] F. Iucolano, B. Liguori, D. Caputo, F. Colangelo, and R. Cioffi, “Recycled plastic aggregate in mortars composition: Effect on physical and mechanical properties,” *Materials & Design (1980-2015)*, vol. 52, pp. 916–922, 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.06.025>.
- [3] B. Adda, A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bouchak, “Experimental investigation and optimization of delamination factors in the drilling of jute fiber-reinforced polymer biocomposites with multiple estimators,” *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 116, no. 9, pp. 2885–2907, 2021, doi: 10.1007/s00170-021-07628-9.
- [4] M. Cherief, A. Belaadi, M. Bouakba, M. Bouchak, and I. Meddour, “Behaviour of lignocellulosic fibre-reinforced cellular core under low-velocity impact loading: Taguchi method,” *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2020, doi: 10.1007/s00170-020-05393-9.
- [5] O. S. David-West, W. M. Banks, and R. A. Pethrick, “A study of the effect of strain rate and temperature on the characteristics of quasi-unidirectional natural fibre-reinforced composites,” *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications*, vol. 225, no. 3, pp. 133–148, Jun. 2011, doi: 10.1177/0954420711404635.
- [6] A. Belaadi, S. Amroune, and M. Bouchak, “Effect of eco-friendly chemical sodium bicarbonate treatment on the mechanical properties of flax fibres: Weibull statistics,” *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2019, doi: 10.1007/s00170-019-04628-8.
- [7] A. Belaadi, H. Laouici, and M. Bouchak, “Mechanical and drilling performance of short jute fibre-reinforced polymer biocomposites: statistical approach,” *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 106, no. 5–6, 2020, doi: 10.1007/s00170-019-04761-4.
- [8] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bouchak, and F. Scarpa, “Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres,” *Materials & Design*, vol. 46, pp. 76–83, 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.09.048>.
- [9] A. S. Virk, W. Hall, and J. Summerscales, “Multiple Data Set (MDS) weak-link scaling analysis of jute fibres,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, no. 11, pp. 1764–1771, 2009, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.08.022>.
- [10] J. M. F. A. Blanchard, A. J. Sobey, and J. I. R. Blake, “Multi-scale investigation into the mechanical behaviour of flax in yarn, cloth and laminate form,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 84, pp. 228–235, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.08.086>.
- [11] R. Codispoti, D. V. Oliveira, R. S. Olivito, P. B. Lourenço, and R. Figueiro, “Mechanical performance of natural fiber-reinforced composites for the strengthening

- of masonry,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 77, pp. 74–83, 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.03.021>.
- [12] S. Amroune *et al.*, “Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (*Phoenix dactylifera* L.),” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 71, 2015, doi: [10.1016/j.compositesa.2014.12.011](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.12.011).
- [13] Y.-L. Lin, N.-Y. Zheng, and C.-S. Lin, “Repurposing *Washingtonia filifera* petiole and *Sterculia foetida* follicle waste biomass for renewable energy through torrefaction,” *Energy*, vol. 223, p. 120101, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.energy.2021.120101>.
- [14] A. Al-Khanbashi, K. Al-Kaabi, and A. Hammami, “Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: Fiber characterization,” *Polymer Composites*, vol. 26, no. 4, pp. 486–497, Aug. 2005, doi: <https://doi.org/10.1002/pc.20118>.
- [15] H. Ammar, M. Abid, and S. Abid, “Cellulose fibers obtained by organosolv process from date palm rachis (*Phoenix dactylifera* L.),” *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, vol. 28, no. 1, pp. 6–11, 2012, doi: [10.1088/1757-899X/28/1/012002](https://doi.org/10.1088/1757-899X/28/1/012002).
- [16] A. Bendahou, A. Dufresne, H. Kaddami, and Y. Habibi, “Isolation and structural characterization of hemicelluloses from palm of *Phoenix dactylifera* L.,” *Carbohydrate Polymers*, vol. 68, no. 3, pp. 601–608, 2007, doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2006.10.016>.
- [17] F. de Andrade Silva, N. Chawla, and R. D. de Toledo Filho, “Tensile behavior of high performance natural (sisal) fibers,” *Composites Science and Technology*, vol. 68, no. 15, pp. 3438–3443, 2008, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.10.001>.
- [18] R. Khiari, M. F. Mhenni, M. N. Belgacem, and E. Mauret, “Chemical composition and pulping of date palm rachis and *Posidonia oceanica* – A comparison with other wood and non-wood fibre sources,” *Bioresource Technology*, vol. 101, no. 2, pp. 775–780, 2010, doi: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.08.079>.
- [19] P. Khristova, O. Kordsachia, and T. Khider, “Alkaline pulping with additives of date palm rachis and leaves from Sudan,” *Bioresource Technology*, vol. 96, no. 1, pp. 79–85, 2005, doi: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2003.05.005>.
- [20] D. E. Gaagaia, M. Bouakba, and A. Layachi, “Thermo-physico-chemical and statistical mechanical properties of *Washingtonia filifera* new lignocellulosic fiber,” *Engineering Solid Mechanics*, vol. 7, no. 2, pp. 137–150, 2019, doi: [10.5267/j.esm.2019.3.002](https://doi.org/10.5267/j.esm.2019.3.002).
- [21] N. Benzannache, A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bouchak, “Improving the mechanical performance of biocomposite plaster/ *Washingtonia filifera* fibres using the RSM method,” *Journal of Building Engineering*, vol. 33, 2021, doi: [10.1016/j.jobbe.2020.101840](https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2020.101840).
- [22] M. Jawaid, L. K. Kian, H. Fouad, N. Saba, O. Y. Alothman, and M. Hashem, “New Cellulosic Fibers from *Washingtonia* Tree Agro-wastes: Structural, Morphological, and Thermal Properties,” *Journal of Natural Fibers*, vol. 0, no. 0, pp. 1–11, 2021, doi: [10.1080/15440478.2021.1875374](https://doi.org/10.1080/15440478.2021.1875374).
- [23] D3822/D3822M-14, “Standard Test Method for Tensile Properties of Single Textile Fibers,” *ASTM International, U.S.A.*, 2014, doi: [10.1520/D3822](https://doi.org/10.1520/D3822).

- [24] A. Bezazi, A. Belaadi, M. Bourchak, F. Scarpa, and K. Boba, “Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of *Agave americana* L. natural fibres,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 66, pp. 194–203, 2014.
- [25] V. Placet, “Characterization of the thermo-mechanical behaviour of Hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, no. 8, pp. 1111–1118, 2009, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.04.031>.
- [26] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bourchak, F. Scarpa, and C. Zhu, “Thermochemical and statistical mechanical properties of natural sisal fibres,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 67, pp. 481–489, 2014, doi: [10.1016/j.compositesb.2014.07.029](https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.07.029).
- [27] M. El Asloun, J. B. Donnet, G. Guilpain, M. Nardin, and J. Schultz, “On the estimation of the tensile strength of carbon fibres at short lengths,” *Journal of Materials Science*, vol. 24, no. 10, pp. 3504–3510, 1989, doi: [10.1007/BF02385732](https://doi.org/10.1007/BF02385732).
- [28] S. Jihan, A. M. Siddiqui, and M. A. S. Sweet, “Fracture strength of E-glass fibre strands using acoustic emission,” *NDT & E International*, vol. 30, no. 6, pp. 383–388, 1997, doi: [https://doi.org/10.1016/S0963-8695\(97\)00009-1](https://doi.org/10.1016/S0963-8695(97)00009-1).
- [29] F. J. M. Jr., “The Kolmogorov-Smirnov Test for Goodness of Fit,” *Journal of the American Statistical Association*, vol. 46, no. 253, pp. 68–78, 1951, doi: [10.1080/01621459.1951.10500769](https://doi.org/10.1080/01621459.1951.10500769).
- [30] J. Andersons, E. Spārniņš, R. Joffe, and L. Wallström, “Strength distribution of elementary flax fibres,” *Composites Science and Technology*, vol. 65, no. 3, pp. 693–702, 2005, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2004.10.001>.
- [31] P. D. Toasa Caiza and T. Ummenhofer, “Consideration of the runouts and their subsequent retests into S-N curves modelling based on a three-parameter Weibull distribution,” *International Journal of Fatigue*, vol. 106, pp. 70–80, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.09.010>.
- [32] M. K. Kompella and J. Lambros, “Micromechanical characterization of cellulose fibers,” *Polymer Testing*, vol. 21, no. 5, pp. 523–530, 2002, doi: [https://doi.org/10.1016/S0142-9418\(01\)00119-2](https://doi.org/10.1016/S0142-9418(01)00119-2).
- [33] A. S. Virk, W. Hall, and J. Summerscales, “Tensile properties of jute fibres,” *Materials Science and Technology*, vol. 25, no. 10, pp. 1289–1295, 2009, doi: [10.1179/174328408X385818](https://doi.org/10.1179/174328408X385818).
- [34] A. S. Virk, W. Hall, and J. Summerscales, “Modulus and strength prediction for natural fibre composites,” *Materials Science and Technology*, vol. 28, no. 7, pp. 864–871, 2012, doi: [10.1179/1743284712Y.0000000022](https://doi.org/10.1179/1743284712Y.0000000022).
- [35] M. Estrada, D. L. Linero, and F. Ramírez, “Constitutive relationship of the fiber cluster of bamboo *Guadua angustifolia*, determined by means of a Weibull probability function and a model of progressive failure,” *Mechanics of Materials*, vol. 63, pp. 12–20, 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2013.04.007>.
- [36] M. V. Ahmadi, M. Doostparast, and J. Ahmadi, “Estimating the lifetime performance index with Weibull distribution based on progressive first-failure censoring scheme,” *Journal of Computational and Applied Mathematics*, vol. 239, pp. 93–102, 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.cam.2012.09.006>.
- [37] J.-M. Park, S. T. Quang, B.-S. Hwang, and K. L. DeVries, “Interfacial evaluation of

- modified Jute and Hemp fibers/polypropylene (PP)-maleic anhydride polypropylene copolymers (PP-MAPP) composites using micromechanical technique and nondestructive acoustic emission,” *Composites Science and Technology*, vol. 66, no. 15, pp. 2686–2699, 2006, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.03.014>.
- [38] L. Gorjan and M. Ambrožič, “Bend strength of alumina ceramics: A comparison of Weibull statistics with other statistics based on very large experimental data set,” *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 32, no. 6, pp. 1221–1227, 2012, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2011.12.010>.
- [39] F. Ducros and P. Pamphile, “Bayesian estimation of Weibull mixture in heavily censored data setting,” *Reliability Engineering & System Safety*, vol. 180, pp. 453–462, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ress.2018.08.008>.
- [40] A. S. Virk, W. Hall, and J. Summerscales, “Failure strain as the key design criterion for fracture of natural fibre composites,” *Composites Science and Technology*, vol. 70, no. 6, pp. 995–999, 2010, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2010.02.018>.
- [41] P. Senthamarai kanna n and M. Kathiresan, “Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fiber from *Coccinia grandis*.L,” *Carbohydrate Polymers*, vol. 186, pp. 332–343, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.01.072>.
- [42] M. Maache, A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, and A. Dufresne, “Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus* L.,” *Carbohydrate Polymers*, vol. 171, pp. 163–172, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.04.096>.
- [43] Z. Belouadah, A. Ati, and M. Rokbi, “Characterization of new natural cellulosic fiber from *Lygeum spartum* L.,” *Carbohydrate Polymers*, 2015, doi: [10.1016/j.carbpol.2015.08.024](https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.08.024).
- [44] P. Manimaran, P. Senthamarai kanna n, M. R. Sanjay, and M. K. Marichelvam, “Study on characterization of *Furcraea foetida* new natural fiber as composite reinforcement for lightweight applications,” vol. 181, no. July 2017, pp. 650–658, 2018, doi: [10.1016/j.carbpol.2017.11.099](https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.11.099).
- [45] R. Dalmis, S. Köktaş, Y. Seki, and A. Ç. Kılınc, “Characterization of a new natural cellulose based fiber from *Hierochloe Odarata*,” *Cellulose*, vol. 27, no. 1, pp. 127–139, 2020, doi: [10.1007/s10570-019-02779-1](https://doi.org/10.1007/s10570-019-02779-1).
- [46] Waloddi Weibull, “A Statistical Distribution Function of Wide Applicability,” *Journal of Applied Mechanics*, vol. 18, pp. 293–297, 1951.
- [47] A. Belaadi, M. Bouchak, and H. Aouici, “Mechanical properties of vegetal yarn: Statistical approach,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 106, pp. 139–153, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.09.033>.
- [48] J. Andersons, E. Spārniņš, and E. Poriķe, “Strength and Damage of Elementary Flax Fibers Extracted from Tow and Long Line Flax,” *Journal of Composite Materials*, vol. 43, no. 22, pp. 2653–2664, Aug. 2009, doi: [10.1177/0021998309345035](https://doi.org/10.1177/0021998309345035).
- [49] N. E. Zafeiropoulos and C. A. Baillie, “A study of the effect of surface treatments on the tensile strength of flax fibres: Part II. Application of Weibull statistics,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, no. 2, pp. 629–638, 2007, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2006.02.005>.
- [50] A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, A. Dufresne, and A. Imad, “Investigation of the date palm fiber for green composites reinforcement: Quasi-static and fatigue

- characterization of the fiber,” *Industrial Crops and Products*, vol. 146, p. 112135, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112135>.
- [51] S. Asgarinia *et al.*, “Tension–tension fatigue behaviour of woven flax/epoxy composites,” *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 34, no. 11, pp. 857–867, Apr. 2015, doi: 10.1177/0731684415581527.

**Chapitre IV :
Prédiction de la
Performance des
Biocomposites Polymères
Renforcés de Fibres
Courtes de Washingtonia
Filifera, en Perçage, par la
Modélisation RSM**

Chapitre 4.

PREDICTION DE LA PERFORMANCE DES BIOCOMPOSITES POLYMERES RENFORCES DE FIBRES COURTES DE WASHINGTONIA FILIFERA, EN PERÇAGE, PAR LA MODELISATION RSM

Contenu du chapitre	Page
IV.1. Introduction.....	89
IV.2 Fabrication du biocomposite.....	91
IV.3 Caractérisation chimique du biocomposite par FTIR	92
IV.4 Perçage du biocomposite	94
IV.5 Plan expérimental et analyse statistique	97
IV.6. Résultats et discussions.....	98
IV.6.1 L'influence des paramètres de perçage sur Fd	98
IV.6.2 Méthodologie de surface de réponse et ANOVA pour les facteurs de délamination Fd(NWF), Fd(T1WF), et Fd(T3WF)	100
IV.6.3 Interaction entre les différents paramètres du processus RSM.....	106
IV.6.4 Optimisation des conditions de perçage pour Fd(NWF), Fd(T1WF), et Fd(T3WF)...	108
IV.7 Conclusion	112
IV.8 Références.....	114

Chapitre IV : Prédiction de la Performance des Biocomposites Polymères Renforcés de Fibres Courtes de *Washingtonia Filifera*, en Perçage, par la Modélisation RSM

IV.1. Introduction

En quelques décennies, les matériaux biocomposites ont dépassé de nombreux matériaux composites, leur industrie s'impose à de nouveaux secteurs de l'industrie et se développe plus rapidement que les applications industrielles traditionnelles telles que les verres synthétiques [1], [2]. Cette progression rapide est principalement due à la diversité des domaines d'utilisation de ces nouveaux matériaux tels que la construction, le domaine maritime, le secteur aéronautique, le sport, les transports... [3]–[6]. D'autre part, en raison de leurs propriétés mécaniques telles que la légèreté, la résistance et leur grande disponibilité dans la nature, qui leur confère leur principal aspect d'auto-dégradation, ils sont basés sur des fibres naturelles puisque même leur matrice est biodégradable. [7], [8], Leur faible densité entraîne une moindre émission de gaz polluants tels que le CO₂ ou le CO [9]. De nombreuses recherches scientifiques ont été menées pour décrire le comportement des biocomposites avec une grande variété de fibres végétales. [7], [10] l comme le palmier *Washingtonia Filifera* [11], [12], sisal [13], [14], jute [14]–[16], lin [14], [17]–[19], [14, 17-19], le palmier dattier [20], [21], coconut [22], l'ananas [23], *Phoenix Dactylifera* [24], *Rhctophyllum Camerunense* [25], *Acacia Nilotica Arch* [26], and *Mauritia Flexuosa* [27].

De nombreuses études ont été publiées sur l'usinage des biocomposites [28], [29] et d'autres ont étudié les mécanismes d'interaction entre la nature des matériaux de l'outil de coupe et les spécifications de la pièce renforcée par des fibres synthétiques comme le verre ou le carbone. [17], [30]–[32]. [17, 30-32]. Par ailleurs, il y a peu d'études disponibles dans la littérature portant sur le perçage de biocomposites à base de fibres lignocellulosiques avec une matrice polymère [22], [33], De plus, il existe des études comparatives entre les biocomposites et les composites en fibre de verre [34] ainsi que des recherches visant à optimiser le facteur de délamination lors du perçage de biocomposites polymères renforcés de fibres de jute [28], [35], [36] Ces études utilisent différentes tailles de forets hélicoïdaux et divers paramètres de perçage tels que la vitesse de rotation et la vitesse d'avance. Les procédés d'usinage des biocomposites, tels que le fraisage [37] et l'angle de coupe, ont été moins étudiés [38], [39].

Les études sur l'influence de la géométrie des forets sur la coupe lors du perçage des biocomposites sont présentes dans la littérature, notamment dans l'article de Chandramohan et al. [40] Leur recherche se concentre sur l'impact des différentes géométries de forets lors de l'usinage des biocomposites. Tabet et al. [2] ont également utilisé pour leurs essais de perçage de biosandwichs à base de jute/fibre de liège des forets de type HSS-TiN et BSD, qui sont de

matériaux différents et de géométrie dissemblable avec de petits diamètres pour minimiser le facteur de délamination (F_d) alors que la vitesse de la broche n'a aucune influence sur celui-ci. En effet, les auteurs ont estimé la contribution des différents éléments des conditions optimales de perçage tels que le diamètre du foret (10,54%), la vitesse d'avance (66,04%) ; le facteur de désirabilité global était de 97%. D'autres auteurs ont étudié le F_d à partir de forets hélicoïdaux en tungstène (WC) pour déterminer les conditions optimales de perçage et minimiser la délamination. [41], ou en acier rapide (HSS) [29], [41]–[44]. Aravindh et Umanath ont opté pour la méthode Taguchi dans l'usinage de biocomposites à base de fibres de jute, de sisal et de bambou, les outils de perçage utilisés étaient des forets Brads en carbure de tungstène et d'autres forets HSS à deux arêtes de coupe. Les contributions des paramètres de perçage étaient de 88,19% pour le diamètre du foret, 7,64% pour la vitesse d'avance et 2,62% pour la vitesse de la broche. D'autres auteurs tels que Nagamathu et al. [45] utilisent différents paramètres de coupe pour étudier l'effet de différents diamètres de foret sur le délaminage pendant le perçage d'un sandwich composite renforcé par des fibres de sisal, les auteurs ont exploité la méthode Taguchi L9 pour optimiser les paramètres d'entrée du perçage. D'autres travaux sur l'usinage de pastilles renforcées de fibres de lin (FFRP) ont montré l'effet du type de foret et de la géométrie sur la délamination [40], ainsi Razghi Maleki et al. [46], Chandramohan and Rajesh [46], Chaudhary and Gohil [47] ont tous montré que la géométrie des forets a un effet sur le couple de perçage. Mercy et al. [23] ont montré qu'une vitesse d'avance plus faible et un diamètre de foret plus petit minimisent la force de poussée, les matériaux utilisés étaient de l'époxy renforcé de fibres d'ananas, ils ont utilisé le tableau orthogonal L27 de Taguchi. Des études récentes menées par Belaadi et al. [28] ont évalué l'effet des paramètres de perçage (vitesse de la broche, vitesse d'avance et diamètre du jute court/polyester) sur le facteur de délamination F_d . Machado et al. [49] ont opté pour une nouvelle méthode basée sur l'acquisition d'images numériques à rayons X de la zone forée et l'évaluation de la délimitation. Dans la littérature, plusieurs méthodes ont été proposées pour estimer l'influence et l'interaction des paramètres de coupe sur F_d [48]. L'analyse de la variance (ANOVA) a été utilisée pour examiner les surfaces de réponse (RSM) et les performances mécaniques du modèle de forage biocomposite en polymère renforcé par des fibres courtes de jute et pour estimer l'influence de la vitesse de la broche, de la vitesse d'avance et de la géométrie de l'outil sur le facteur de délamination unidimensionnel résultant autour du trou [28]. Adda et al. [35] ont optimisé le facteur de délamination dans les biocomposites polymères renforcés par des fibres de jute en utilisant des estimateurs multiples, les résultats obtenus ont été estimés par ANOVA. Tabet et al. [2] ont utilisé des réseaux de neurones artificiels (ANN) et RSM pour étudier l'influence et l'interaction des paramètres de coupe sur le facteur de

délamination F_d pour des structures biosandwiches utilisant des noyaux de liège agglomérés avec de l'époxy renforcé de fibres de jute tissées (WJF).

Par conséquent, la nouveauté de cette étude était d'examiner l'effet des paramètres de perçage sur le facteur de délamination des biocomposites époxy renforcés avec des fibres courtes *Washingtonia filifera* non traitées et traitées avec 1% et 3% de NaOH et d'établir graphiquement les effets des variables de contrôle (diamètre du foret, vitesse d'avance et vitesse de la broche). Dans ce but, différents diamètres de foret avec différentes vitesses d'avance et de broche ont été considérés. En fait, la méthodologie de surface de réponse (RSM) a été utilisée pour évaluer l'effet et l'interaction des paramètres de forage sur la délamination à la sortie. En outre, la fonction d'optimisation de désirabilité utilisant la méthode RSM a été appliquée pour évaluer la combinaison des paramètres de coupe optimaux (f , N et d) dans les biocomposites examinés dans cette recherche.

IV.2 Fabrication du biocomposite

Dans ce travail, nous avons utilisé une résine époxy d'une densité de $1,110 \text{ kg/m}^3$; cette résine est classée MEDAPOXY STR fournie par la société GRANITEX (Algérie). Les propriétés mécaniques moyennes en traction de cette résine utilisée dans ce travail ont été décrites par Cherief et al. [49], à savoir la résistance, la déformation et le module de Young, sont respectivement de 43.13 MPa, 4.03 (%) et 2475.83 MPa. Le renfort est constitué de fibres courtes de *Washingtonia Filifera* non traitées et traitées avec du NaOH pendant une durée de 12h à différentes concentrations (1% et 3%).

Le stratifié *Washingtonia*/époxy a été produit en utilisant le procédé de moulage par contact avec drapage manuel ; les fibres ont été préparées puis coupées à des dimensions de 15 mm. Les stratifiés ont atteint une teneur en fibres de 40% en poids et une épaisseur d'environ 6 mm.

Les bio-composites ont été imprégnés à une température ambiante de $27 \text{ }^\circ\text{C}$. L'ensemble (fibre/matrice) a été maintenu dans le moule de dimension $300 \times 300 \times 6 \text{ mm}^3$ sous pression atmosphérique normale (1 bar) jusqu'à la fin de la polymérisation pendant 24 h. Ensuite, les laminés *Washingtonia*/époxy moulés ont été laissés à l'air libre pendant 10 à 15 jours avant d'être découpés en éprouvettes à l'aide d'une scie diamantée selon la norme ASTM. Les structures biocomposites obtenues étaient des plaques rectangulaires de 220 mm de long, 90 mm de large et 6 mm de haut. Enfin, les spécimens ont été post-durcis à une température de $60 \text{ }^\circ\text{C}$ dans un four pendant 5 heures afin d'éliminer toute présence d'humidité pouvant influencer les résultats.

IV.3 Caractérisation chimique du biocomposite par FTIR

La spectroscopie infrarouge appelée en anglais (FTIR) Fourier Transformed Infrared Spectroscopy, est une technique de mesure basée sur l'analyse d'un rayonnement infrarouge à travers l'échantillon. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer une topographie des fonctions chimiques présentes dans le matériau. L'appareil émet un rayonnement sur une plage de longueur d'onde (infrarouge). Le domaine infrarouge traité par l'instrument de mesure est de (25 à 2,5 micromètres) ou encore en longueur d'onde de 4000 à 400 cm^{-1} . Quand la longueur d'onde (énergie des photons) avoisine l'énergie de vibration ou d'absorption des molécules présentes dans l'échantillon, une partie du rayonnement lumineux est absorbée. Sur le capteur, analyseur d'intensité lumineuse apparaissent des pics représentant des baisses d'intensité. Chaque fonction chimique est sensible à différentes longueurs d'ondes.

Les **Figures IV.1.a, b et c** illustrent les spectres FTIR des fibres de *Washingtonia Filifera* non traitées, traitées à 1% de NaOH et traitées à 3% de NaOH, respectivement. Les spectres des échantillons de fibres ont montré une similitude significative, ce qui suggère que la fonctionnalité chimique n'a pas été considérablement altérée par les traitements chimiques utilisés. Afin de mieux visualiser l'incorporation de la charge des fibres WF dans la matrice époxy, les trois spectres ont été regroupés dans un seul graphique à l'aide d'Excel, comme présenté dans la **Figure IV.2**.

Les pics d'absorption observés à 3360, 2922, 1504, 1372, 1236, 1029 et 823 cm^{-1} sont liés aux groupes fonctionnels typiques des échantillons cellulosiques [50], [51]. On remarque que le pic à 3360 cm^{-1} (vibration des groupes -OH de la cellulose) s'est élargi de NWF à T1WF, puis à T3WF, ce qui implique une augmentation de la teneur en cellulose tout au long des traitements [52], [53]. Un autre pic à 2922 cm^{-1} (étirement C-H de la cellulose) est devenu plus net pour T3WF qui est dû à la teneur en cellulose de plus en plus cellulose de plus en plus exposée dans l'échantillon [8,9]. Cependant, il n'y a pas de changement significatif de l'intensité au pic de 1730 cm^{-1} (étirement C=O de l'hémicellulose) et au pic de 1504 cm^{-1} (vibration C=C de la lignine), ce qui indique que les composants de lignine et d'hémicellulose sont toujours présents dans chaque échantillon de fibre et ne sont pas des matières premières [54], [55]. Encore un autre pic noté à environ 1603 cm^{-1} qui a été corrélé à l'interaction entre les chaînes de cellulose et les molécules d'eau. Après vient le pic de 1456 cm^{-1} où il y a un changement d'intensité et qui correspond à l'élimination de l'hémicellulose. Le pic à 1372 cm^{-1} a montré une réduction de la netteté pour la T3WF (flexion CH₂ dans la cellulose et l'hémicellulose), cette diminution de l'intensité signifie un réarrangement des segments de cellulose [56], [57].

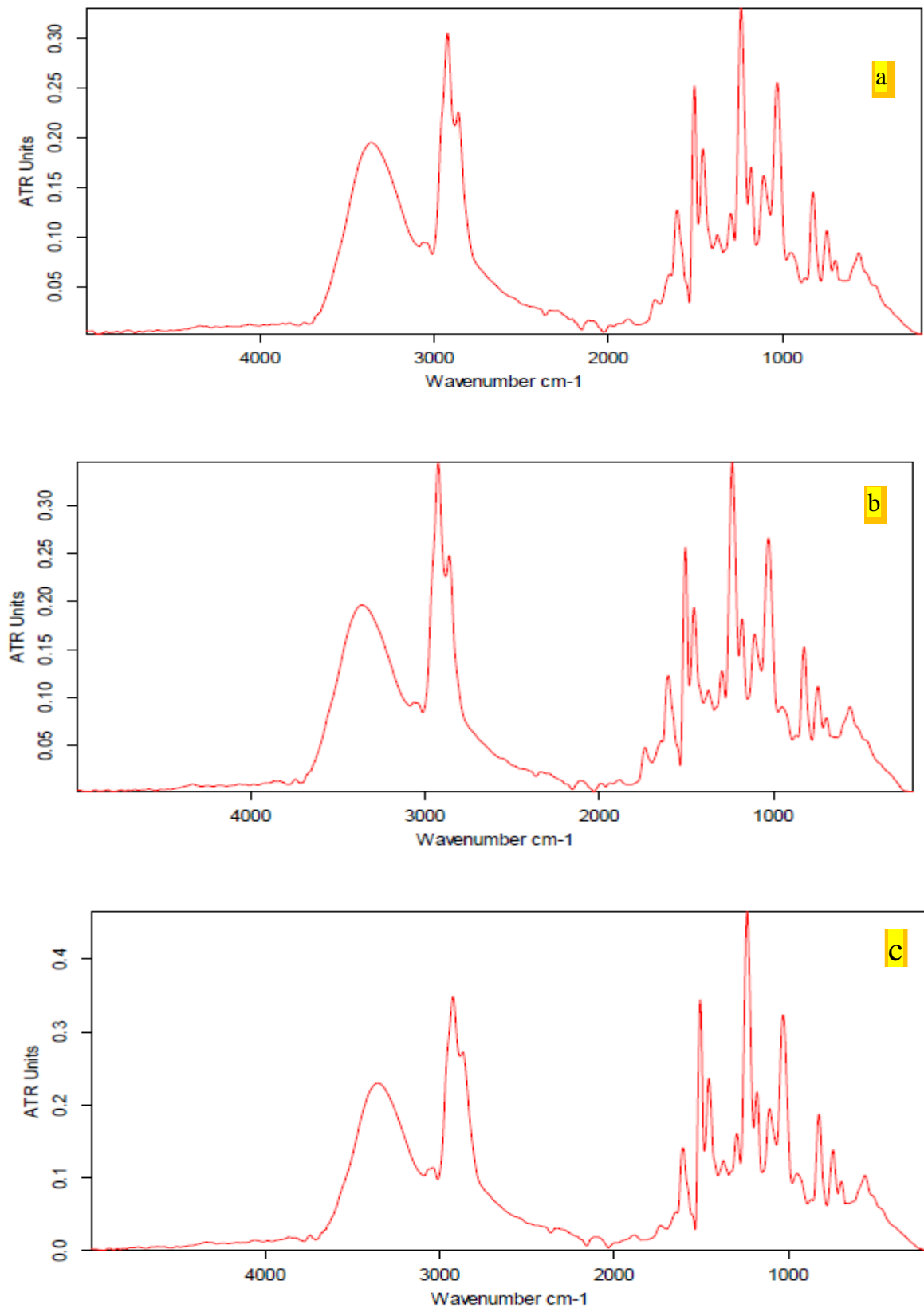


Figure IV. 1 Spectre FTIR des fibres de *Washingtonia Filifera* non traitées et traitées à 1% NaOH et 3% NaOH pendant 12 heures

La netteté du pic 1029 cm^{-1} correspond au groupe éther (vibration asymétrique C-O-C des groupes éther) qui a été altérée, est probablement attribuée à la réorientation de l'ordre de la cellulose. De plus, un pic de 823 cm^{-1} (liaisons glycosidiques) a été noté avec une intensité accrue, ce qui démontre l'amélioration de la qualité de la teneur en cellulose dans les échantillons [58], [59].

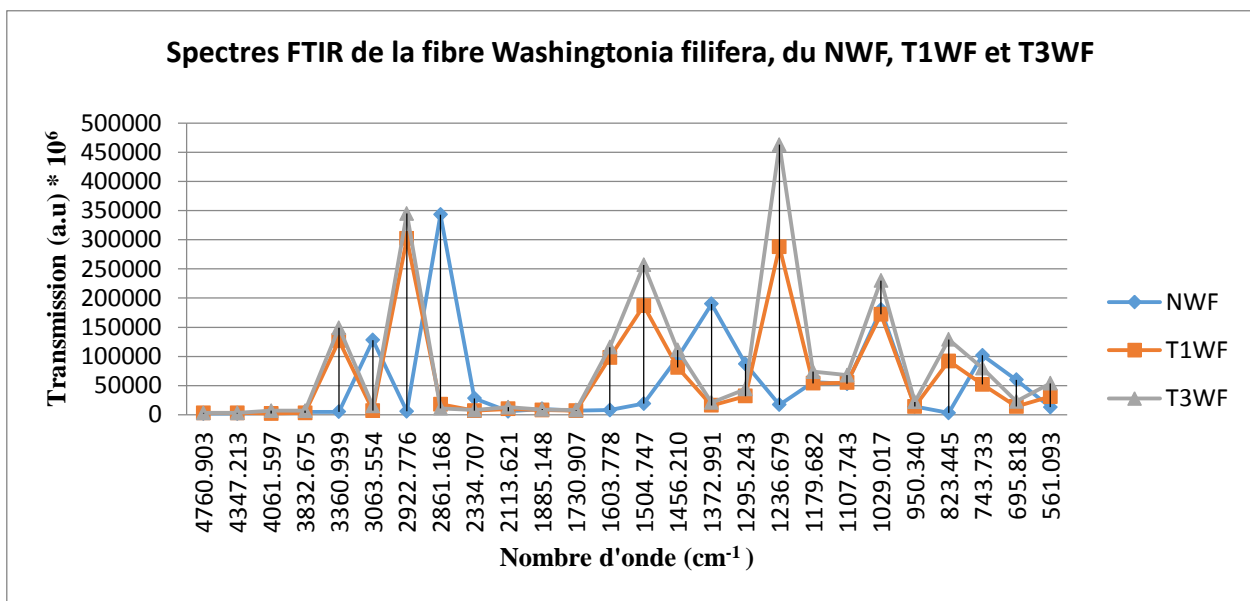


Figure IV. 2 Spectres FTIR de la fibre *Washingtonia Filifera* du NWF, T1WF et T3WF

IV.4 Perçage du biocomposite

Les essais de perçage ont été réalisés à l'aide d'une fraiseuse DOOSAN DNM 650 HS CNC équipée d'une broche de 12000 tr/min et d'une avance de 2000 mm/tr (**Figure IV.3**). Trois types de biocomposites ont été étudiés dans ce travail : les biocomposites à base de fibres de WF non traitées (NWF), de WF traitées à 1% (T1WF) et de WF traitées à 3% (T3WF) de NaOH.

Le choix des paramètres de coupe a été fait après une revue de la littérature regroupée dans le **Tableau IV.1**. Un type de foret a été choisi, à savoir le foret hélicoïdal en nitrure de titane (HSS-TiN) avec un angle de pointe de 118° à différents diamètres (5 mm, 7 mm et 10 mm). D'autres paramètres sont également utilisés tels que la vitesse de rotation de la broche (500, 1500 et 2500 tr/min) et trois vitesses d'avance de contrôle comme suit : 50, 100 et 200 (mm/min). Le perçage a été effectué à sec, sans fluide caloporteur, avec le même dispositif que celui utilisé dans les travaux déjà publiés. [2], [28], [35], [48]. En effet, afin de réduire la flexion des pièces (et donc

de ne pas introduire l'influence de ce paramètre structurel dans l'étude) lors de la phase de perçage pour ne pas amplifier l'ampleur du défaut à la sortie du trou, un support solide en acier est utilisé sous les pièces composites. Le perçage des trous dans cette étude est réalisé en une seule phase (étape).



Figure IV. 3 Montage expérimental pour l'essai de perçage de la matrice époxy renforcée par des fibres WF.

Pour avoir une bonne qualité de trou et éviter le facteur d'usure de l'outil de perçage, après cinq opérations, le foret est remplacé par un nouveau. Ensuite, les échantillons percés ont été scannés, pour mesurer la zone endommagée du trou percé (ratio F_d), en utilisant un balayage haute résolution jusqu'à 2400×4800 dpi (profondeur de couleur interne de 48 bits) pour obtenir une image de haute qualité. Les images résultantes ont été traitées à l'aide du logiciel gratuit ImageJ v1.47, publié par le National Institute of Health, USA. Dans ce travail, le facteur de délamination de sortie indique l'état de délamination du composite, il a été obtenu par la formule $F_d = D_{max}/D$, où D_{max} est le diamètre maximum mesuré dans la zone endommagée et D est le diamètre réel du trou.

Tableau IV. 1 Paramètres du processus de perçage disponible dans la littérature pour les composites polymères consolidés par des fibres de Washingtonia Filifera

Matrix	Fibre	Fibre content (% w/w)	Cutting parameters		
			Tool material	Drill diameter d (mm)	Feed rate f (mm/rev)
Polyester	Treated and untreated Jute fabric	30	HSS twist drill	6	0,03, 0,06, 0,09, 0,12
Epoxy and Polyester	Treated and untreated Jute fabric	30	HSS twist drill	6	0,03, 0,06, 0,09, 0,12
Epoxy	Jute fabric	43	HSS twist drill CoroDrill 854, N ₂ OC	8	0,05, 0,10, 0,15
Vinyl-ester	Treated (NaOH) Vetiver- jute-glass	-	CoroDrill 856, N ₂ OC Twist drills, 60°, 90°,120°, 150°	10	0,1, 0,2, 0,3, 0,4
Polyester	Short jute fibre 5, 10 and 15 mm	40	Brad & Spur drills Twist drills	5, 7, 10	50, 108, 190 (mm/min)
Epoxy	Jute fabric (210 g/m ²)	40	Brad & Spur drills Twist drills (HSS) Twist drills (HSS-TiN)	5, 7, 10	50, 108, 190 (mm/min)
Polyester	Jute fabric (155 g/m ²)	30	Brad & Spur drills	5, 7, 10	50, 108, 190 (mm/min)
Epoxy	Jute fabric (160 g/m ²) and cork	30	Brad & Spur drills and Twist drills (HSS-TiN)	5, 7, 10	50, 108, 190 (mm/min)
Epoxy	Treated and untreated Washingtonia filifera fibres	32	Twist drills (HSS-TiN)	5, 7, 10	50, 150, 200 (mm/min)

CS: solid carbide; CSC: TiN coated solid carbide; HSS: High-speed steel; Brad & Spur drill: BSD

IV.5 Plan expérimental et analyse statistique

La méthode des surfaces de réponse est un ensemble de techniques mathématiques utilisées dans l'analyse des problèmes dans le domaine de la recherche appliquée, dans notre cas en mécanique et surtout dans l'usinage des matériaux comme le perçage [63]. Cette méthode est basée sur l'élaboration expérimentale afin de déterminer la gamme des variables d'entrée indépendantes qui sont représentées dans notre étude par les différents paramètres de coupe lors du perçage des biocomposites WF.

Les résultats de l'expérience ont été utilisés pour déterminer la relation d'approximation entre les réponses de sortie, à savoir le facteur de délamination F_d , et les variables d'entrée, afin d'optimiser les paramètres de l'expérience pour obtenir les réponses les plus appropriées et souhaitées. La méthodologie de surface de réponse (RSM) permet de quantifier l'interaction et la relation linéaire entre les différents paramètres du processus et leur réponse de sortie. Le plan composite central (CCD), qui est un outil d'optimisation parmi les différentes méthodologies de surface de réponse, peut générer le plan de l'expérience de second ordre.

La conception composite centrale (CCD) a été appliquée pour étudier le niveau optimisé des trois paramètres de conception variables et leur réponse dans la diminution de la valeur de délaminage en utilisant le facteur X_1 : vitesse d'avance ; le facteur X_2 : vitesse de la broche et le facteur X_3 : diamètre du foret. Le modèle propose des courbes de contour et de surface en 3D en analysant les paramètres d'entrée et de sortie. En outre, une équation est donnée pour la régression en prédisant la réponse pour toute variation des paramètres d'entrée [64].

Le résumé des paramètres de conception (vitesse d'avance, vitesse de la broche et diamètre du foret) pour la réponse de délamination $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$ et $F_{d(T3WF)}$ des plaques biocomposites à base de fibres de *Washingtonia filifera* est donné ci-dessous. Sur la base de la méthodologie de la surface de réponse, pour l'optimisation de la réponse, l'équation polynomiale du second ordre suivante est utilisée comme indiqué dans l'équation (1) [65] :

$$Y = B_0 + \sum B_i X_i + \sum B_{ii} X_i^2 + \sum B_{ij} X_i X_j + E \quad (\text{IV.1})$$

Où Y représente la réponse (le délaminage $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$ et $F_{d(T3WF)}$), où B_0 est le paramètre constant, et B_i , B_{ii} , et B_{ij} désignent respectivement les coefficients linéaires, les facteurs quadratiques et l'interaction linéaire.

IV.6. Résultats et discussions

IV.6.1 L'influence des paramètres de perçage sur F_d

La technique de mesure du facteur de délamination (F_d) est le traitement d'images représentatives comme le montre la **Figure IV.4** pour trois essais (#1, #10 et #19) et représentant les surfaces d'entrée du trou de forage, les dommages représentatifs du perçage et l'image numérique finale acquise par le logiciel Image [43], [60], [66] avec une résolution de 4800 pixels avec un scanner professionnel. Les deux autres illustrations sont des démonstrations sous forme de cercles concentriques dessinés à l'aide d'un logiciel de traitement d'images, ces cercles représentent les dommages causés par le retrait des forêts des trous après le perçage des trois différentes plaques du biocomposite renforcé de fibres WF $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$ et $F_{d(T3WF)}$.

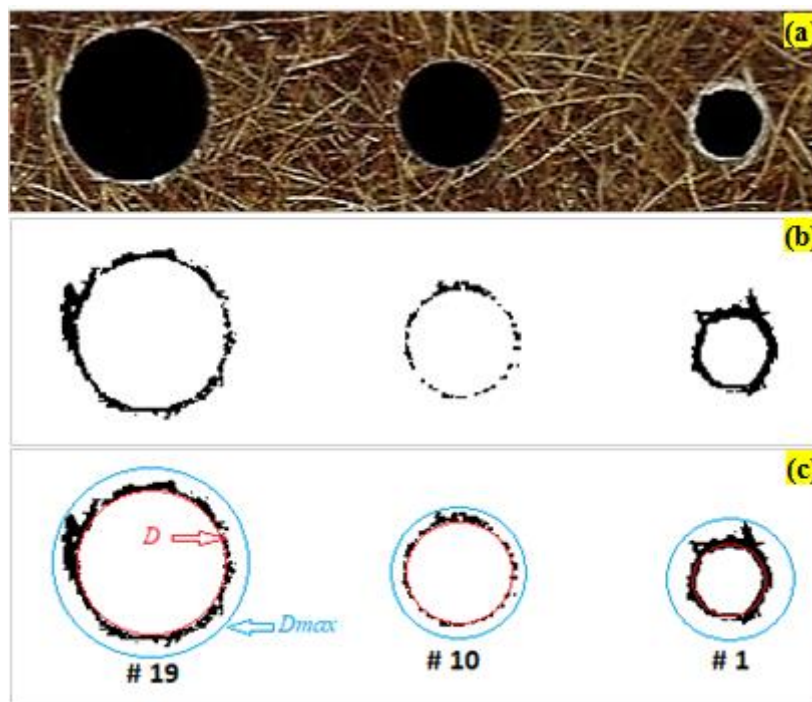


Figure IV. 4 Représentation simplifiée du procédé expérimental et aspect du délaminage

Les **Figures IV.5 (a, b), (c, d), (e, f)** montrent des couples d'images de l'aspect du délaminage sur le matériau biocomposite lors de la sortie du foret des plaques des biocomposites pour les NWF, T1WF et T3WF respectivement, les images sont faites par l'analyseur digital des images.

La délamination est le principal défaut rencontré lors du perçage des composites. La délamination des fibres à la sortie dépend du facteur de délamination qui dépend lui-même de la vitesse de coupe, de l'avance à la sortie du trou et du diamètre du foret, ce dernier étant un foret HSS-TiN.

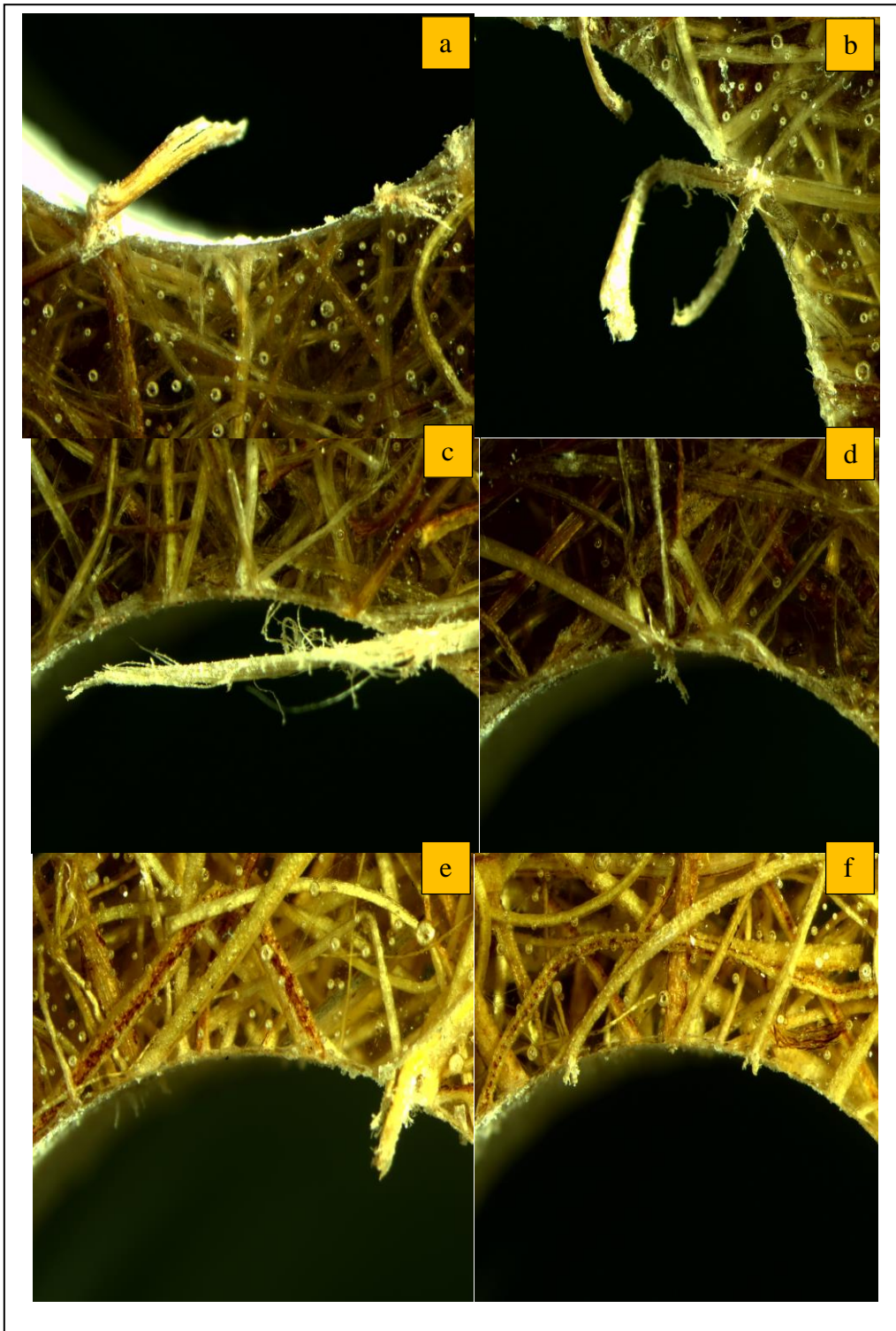


Figure IV. 5 Aspect du délaminage

(a, b) : NWF bio-composite à renfort de fibres végétales du WF non traitées
(c, d) : T1WF bio-composite à renfort de fibres végétales du WF traitées au 1% NaOH
(e, f) : T3WF bio-composite à renfort de fibres végétales du WF traitées au 1% NaOH

L'état de surface des trous est bien montré sur la **Figure IV.5** pour les trois plaques.

Le **Tableau IV.3** montre le conditionnement de ces paramètres de perçage des plaques époxy renforcées avec des fibres traitées et non traitées de Washingtonia Filifera.

Tableau IV. 2 Plan d'expériences

n°	Facteurs	Notation	D'Unités	Niveaux		
				-1	0	1
1	Broche Vitesse	<i>N</i>	rev/min	500	1500	2500
2	Vitesse d'alimentation	<i>F</i>	mm/min	50	100	200
3	Diamètre du foret	<i>D</i>	mm	5	7	10

Tableau IV. 3 Résultats expérimentaux pour le facteur de délamination des trous percés à la sortie

Numéro expérimental	Valeurs d'entrée						Valeurs de sortie		
	<i>f</i> (mm/min)	<i>N</i> (rev/min)	<i>d</i> (mm)	<i>f</i> (mm/min)	<i>N</i> (rev/min)	<i>d</i> (mm)	<i>Fd₁</i>	<i>Fd₂</i>	<i>Fd₃</i>
1	-1	-1	-1	50	500	5	1.056	1.036	1.109
2	0	-1	-1	100	500	5	1.063	1.062	1.115
3	1	-1	-1	200	500	5	1.084	1.079	1.130
4	-1	0	-1	50	1500	5	1.049	1.048	1.098
5	0	0	-1	100	1500	5	1.060	1.058	1.105
6	1	0	-1	200	1500	5	1.080	1.070	1.116
7	-1	1	-1	50	2500	5	1.047	1.036	1.085
8	0	1	-1	100	2500	5	1.060	1.040	1.098
9	1	1	-1	200	2500	5	1.070	1.050	1.111
10	-1	-1	0	50	500	7	1.075	1.051	1.132
11	0	-1	0	100	500	7	1.084	1.061	1.134
12	1	-1	0	200	500	7	1.097	1.074	1.138
13	-1	0	0	50	1500	7	1.076	1.047	1.112
14	0	0	0	100	1500	7	1.081	1.051	1.121
15	1	0	0	200	1500	7	1.093	1.064	1.137
16	-1	1	0	50	2500	7	1.066	1.038	1.106
17	0	1	0	100	2500	7	1.068	1.043	1.115
18	1	1	0	200	2500	7	1.080	1.049	1.138
19	-1	-1	1	50	500	10	1.010	1.075	1.163
20	0	-1	1	100	500	10	1.017	1.080	1.165
21	1	-1	1	200	500	10	1.026	1.090	1.182
22	-1	0	1	50	1500	10	1.020	1.074	1.147
23	0	0	1	100	1500	10	1.027	1.079	1.165
24	1	0	1	200	1500	10	1.026	1.079	1.172
25	-1	1	1	50	2500	10	1.024	1.060	1.138
26	0	1	1	100	2500	10	1.027	1.063	1.147
27	1	1	1	200	2500	10	1.026	1.063	1.171

IV.6.2 Méthodologie de surface de réponse et ANOVA pour les facteurs de délamination $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$ et $F_{d(T3WF)}$

Les résultats expérimentaux pour le facteur de délamination des trous percés à la sortie des trois renforts utilisés $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$ et $F_{d(T3WF)}$ dans les différentes conditions de traitement des plaques du biocomposite à base de fibres de *Washingtonia filifera* sont résumés dans le **Tableau IV.3**. Les résultats expérimentaux ont été explorés à l'aide de la méthode statistique de

la surface de réponse (RSM), qui vise à étudier les relations entre les variables dépendantes et indépendantes impliquées dans l'expérience qui résultent de la relation entre le délaminage et les différents paramètres de coupe. Les entrées réelles et codées pour les facteurs de conception ont été explorées en utilisant la méthode de surface de réponse. L'interaction entre les trois variables indépendantes et leur réponse respective a été examinée en utilisant un plan composite central centré, comme expliqué précédemment. Un total de 27 expériences différentes a été inclus dans le plan expérimental, qui a été mené selon le schéma mentionné dans le **Tableau IV. 2**.

Dans cette étude, les équations mathématiques de la régression pour les différents facteurs de délamination du perçage de la structure biocomposite Washingtonia filifera/époxy, s'écrivent sous la forme suivante :

$$F_{d(NWF)} = +0.806823 + 0.000390 \times f - 6.41717 \times 10^{-6} \times N + 0.074708 \times d - 3.08363 \times 10^{-8} \times f \times N - 0.000026 \times f \times d + 1.83139 \times 10^{-6} \times N \times d - 1.51567 \times 10^{-7} \times f^2 - 1.95294 \times 10^{-9} \times N^2 - 0.005515 \times d^2 \quad (4)$$

$$F_{d(T1WF)} = 1.05715 + 0.000491 \times f + 0.000013 \times N - 0.013605 \times d - 5.73136 \times 10^{-8} \times f \times N - 3.60102 \times 10^{-4} \times f \times d - 1.95408 \times 10^{-7} \times N \times d - 4.53589 \times 10^{-7} \times f^2 - 4.74652 \times 10^{-9} \times N^2 + 0.001385 \times d^2 \quad (5)$$

$$F_{d(T3WF)} = 1.09081 + 0.000035 \times f - 0.000026 \times N + 0.003798 \times d + 4.68683 \times 10^{-8} \times f \times N + 4.49087 \times 10^{-6} \times f \times d + 1.51592 \times 10^{-7} \times N \times d + 4.08801 \times 10^{-8} \times f^2 + 3.56825 \times 10^{-9} \times N^2 + 0.000389 \times d^2. \quad (6)$$

Les modèles de régression quadratique utilisés sont résumés dans le **Tableau IV.4** pour pouvoir optimiser les conditions de coupe des réponses du modèle de délaminage $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$ et $F_{d(T3WF)}$. La vérification des modèles ajustés a été effectuée par la valeur P séquentielle et également en utilisant le coefficient de régression R^2 ajusté et prédit pour indiquer si le modèle prédit correctement les nouvelles structures. Il est observé dans les valeurs du **Tableau IV.4** que la différence entre les valeurs prédites et ajustées est inférieure à 2, ce qui montre que le modèle de régression s'adapte bien aux données existantes avec un niveau de confiance de 95%. et donne un résultat satisfaisant puisque les valeurs prédites sont presque identiques aux valeurs expérimentales.

Tableau IV. 4 Résumé des modèles statistiques des réponses de $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$ et $F_{d(T3WF)}$.

	Source	Sequential p-value	Adjusted R ²	Predicted R ²	
<i>Fd</i> _(NWF)	Linear	0.0001	0.5346	0.4541	
	2FI	0.5411	0.5182	0.3641	
	Quadratic	< 0.0001	0.9811	0.9712	Suggested
	Cubic	0.0828	0.9886	0.9663	Aliased
<i>Fd</i> _(T1WF)	Linear	< 0.0001	0.7838	0.7307	
	2FI	0.0181	0.8479	0.8087	
	Quadratic	< 0.0001	0.9561	0.9188	Suggested
	Cubic	0.5459	0.9541	0.8286	Aliased
<i>Fd</i> _(T3WF)	Linear	< 0.0001	0.9707	0.9635	
	2FI	0.0301	0.9782	0.9617	
	Quadratic	0.0478	0.9837	0.9681	Suggested
	Cubic	0.5643	0.9827	0.9277	Aliased

La technique d'analyse de la variance (ANOVA) est employée pour évaluer l'adéquation du modèle, et les résultats de ce test sont exposés dans le **Tableau IV.5**. La sélection ou l'élimination des termes du modèle était basée sur la valeur Prob>F avec un niveau de confiance de 95%. [67]. Dans les trois modèles, la valeur Prob>F est inférieure à 0,0500, indiquant que les termes du modèle sont statistiquement significatifs à un niveau de confiance de 95 % [58], et la valeur Fd des modèles Fd(NWF), Fd(T1WF) et Fd(T3WF) est de 150. 99, 63.88, et 175.48 en raison du bruit, ce qui signifie que le modèle prédit est hautement significatif pour déterminer le facteur de délamination. Dans le modèle Fd(NWF), les facteurs f, N, d, fxN, fxd, Nxd et dxd sont des termes significatifs du modèle. D'après les équations ci-dessus, f, N et d sont les termes linéaires, fxN, fxd et Nxd sont les termes interactifs et dxd est le terme quadratique. En effet, les termes interactifs Nxd pour le modèle Fd(T1WF) et fxd, Nxd pour le modèle Fd(T3WF) ne sont pas significatifs. La vitesse de coupe (N) influence le délaminage de manière moins significative que le diamètre. Les coefficients de détermination R² des modèles Fd(NWF), Fd(T1WF), et Fd(T3WF) sont respectivement de 0.9876, 0.9713, et 0.9894. Lorsque R² atteint 100%, le modèle

Tableau IV. 5 ANOVA des différents facteurs de délamination pour le modèle quadratique.

Source	DF	SS	MS	F-value	P-value	Cont. %	Remarks
a) ANOVA pour $Fd_{(NWF)}$							
Model	9	0.0179	0.0020	150.99	< 0.0001		Significant
<i>f</i>	1	0.0013	0.0013	101.63	< 0.0001	7.14	Significant
<i>N</i>	1	0.0001	0.0001	7.64	0.0133	0.55	
<i>d</i>	1	0.0080	0.0080	605.82	< 0.0001	43.96	Significant
<i>f</i> × <i>N</i>	1	0.0001	0.0001	5.04	0.0383	0.55	
<i>f</i> × <i>d</i>	1	0.0003	0.0003	24.02	0.0001	1.65	Significant
<i>N</i> × <i>d</i>	1	0.0003	0.0003	19.31	0.0004	1.65	Significant
<i>f</i> × <i>f</i>	1	3.033E-06	3.033E-06	0.2298	0.6378	0.02	
<i>N</i> × <i>N</i>	1	0.0000	0.0000	1.69	0.2113	0.00	
<i>d</i> × <i>d</i>	1	0.0065	0.0065	488.97	< 0.0001	35.71	Significant
Residual	17	0.0002	0.0000				
Pure Error	1	7.260E-07	7.260E-07				
Cor Total	26	0.0182					
<i>SD</i> = 0.0036						$R^2 = 0.9876$	
Mean = 1.06						R^2 adjusted = 0.9811	
Coefficient of variation = 0.3443						R^2 predicted = 0.9712	
						Adequate precision = 36.953	
b) ANOVA pour $Fd_{(T1WF)}$							
Model	9	0.0060	0.0007	63.88	< 0.0001		Significant
<i>f</i>	1	0.0013	0.0013	120.17	< 0.0001	20.97	Significant
<i>N</i>	1	0.0016	0.0016	158.13	< 0.0001	5.81	Significant
<i>d</i>	1	0.0016	0.0016	155.08	< 0.0001	38.81	Significant
<i>f</i> × <i>N</i>	1	0.0002	0.0002	22.09	0.0002	3.23	
<i>f</i> × <i>d</i>	1	0.0003	0.0003	27.29	< 0.0001	4.84	Significant
<i>N</i> × <i>d</i>	1	2.902E-06	2.902E-06	0.2788	0.6043	0.05	
<i>f</i> × <i>f</i>	1	0.0000	0.0000	2.61	0.1247	0.00	
<i>N</i> × <i>N</i>	1	0.0001	0.0001	12.64	0.0024	1.61	
<i>d</i> × <i>d</i>	1	0.0004	0.0004	39.08	< 0.0001	6.45	Significant
Residual	17	0.0002	0.0000				
Pure Error	1	6.845E-08	6.845E-08				
Cor Total	26	0.0062					
<i>SD</i> = 0.0032						$R^2 = 0.9713$	
Mean 1.06						R^2 adjusted = 0.9561	
Coefficient of variation = 0.3044						R^2 predicted = 0.9188	
						Adequate precision = 27.882	
c) ANOVA pour $Fd_{(T3WF)}$							
Model	9	0.0174	0.0019	175.48	< 0.0001		Significant
<i>f</i>	1	0.0023	0.0023	211.99	< 0.0001	13.07	Significant
<i>N</i>	1	0.0012	0.0012	113.00	< 0.0001	6.82	Significant
<i>d</i>	1	0.0120	0.0120	1090.91	< 0.0001	68.18	Significant
<i>f</i> × <i>N</i>	1	0.0002	0.0002	13.93	0.0017	1.14	
<i>f</i> × <i>d</i>	1	9.599E-06	9.599E-06	0.8698	0.3641	0.05	
<i>N</i> × <i>d</i>	1	1.746E-06	1.746E-06	0.1583	0.6957	0.01	
<i>f</i> × <i>f</i>	1	2.206E-07	2.206E-07	0.0200	0.8892	0.00	
<i>N</i> × <i>N</i>	1	0.0001	0.0001	6.74	0.0189	0.57	
<i>d</i> × <i>d</i>	1	0.0000	0.0000	2.91	0.1064	0.00	
Residual	17	0.0002	0.0000				
Pure Error	1	0.0000	0.0000				
Cor Total	26	0.0176					
<i>SD</i> = 0.0033						$R^2 = 0.9894$	
Mean 1.13						R^2 adjusted = 0.9837	
Coefficient of variation = 0.2936						R^2 predicted = 0.9681	
						Adequate precision = 45.137	

A une prédictibilité parfaite et atteindre 0% implique que le modèle n'a aucune capacité de prédiction [68].

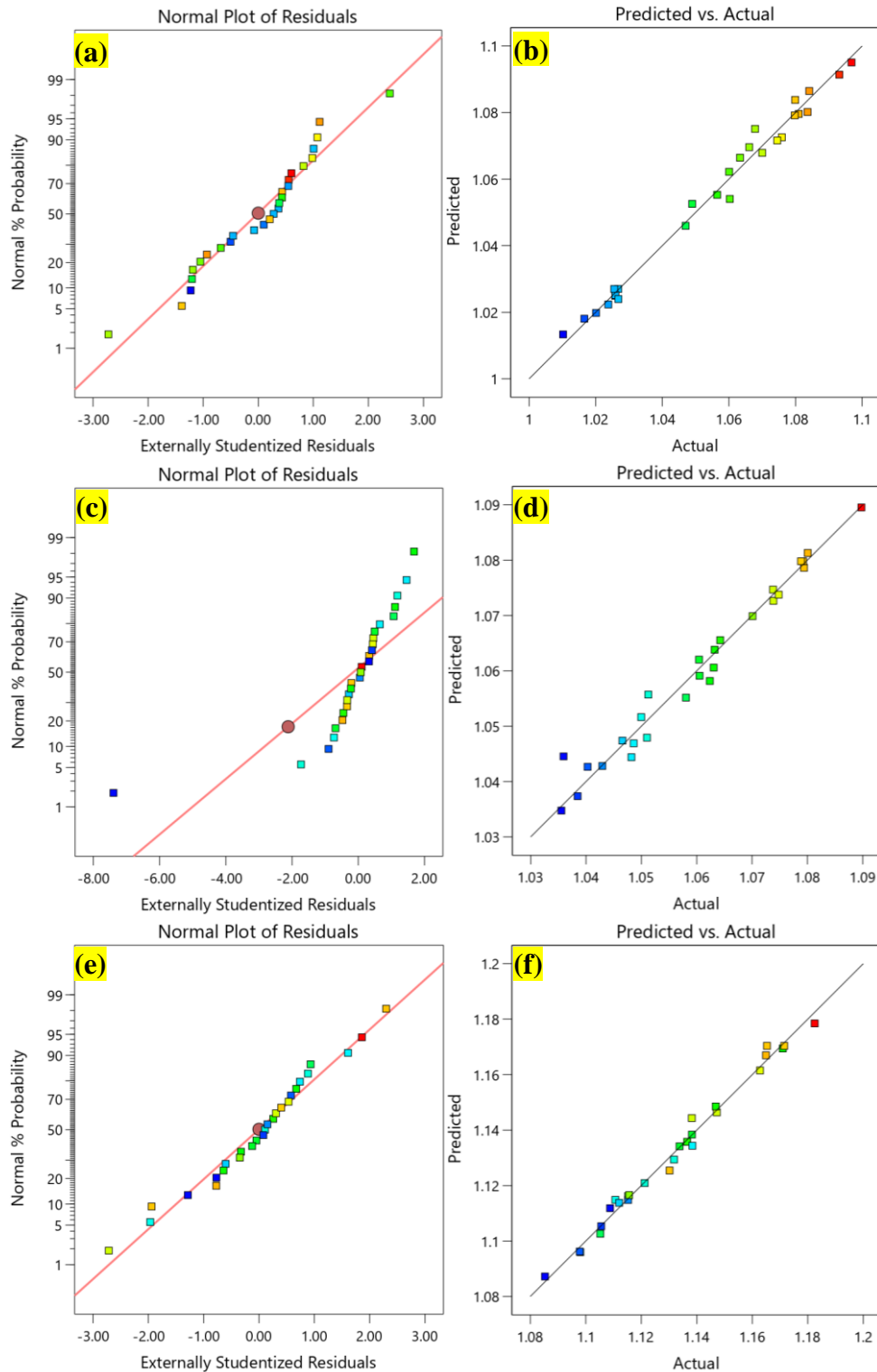


Figure IV. 6 Distribution de probabilité normale et valeurs prédites par rapport aux valeurs réelles pour les délaminages obtenus (a-b) $F_d(NWF)$, (c-d) $F_d(T1WF)$ et (e-f) $F_d(T3WF)$.

Les tracés de probabilité normale présentés dans la **Figure IV.6 a-c** ont prouvé l'effet de la diffusion minimale sur la ligne de tendance causée par les points résiduels coïncidant avec la probabilité normale. La relation entre la réponse prédite et la réponse réelle sur le facteur de délamination du biocomposite est présentée dans les **Figures IV.5 d-f**. La comparaison de

l'ensemble des valeurs prédites pour déterminer la précision adéquate du modèle étudié donne des moyennes arithmétiques de l'erreur de prédiction de 36,953, 27,882 et 45,137 supérieures à 4.

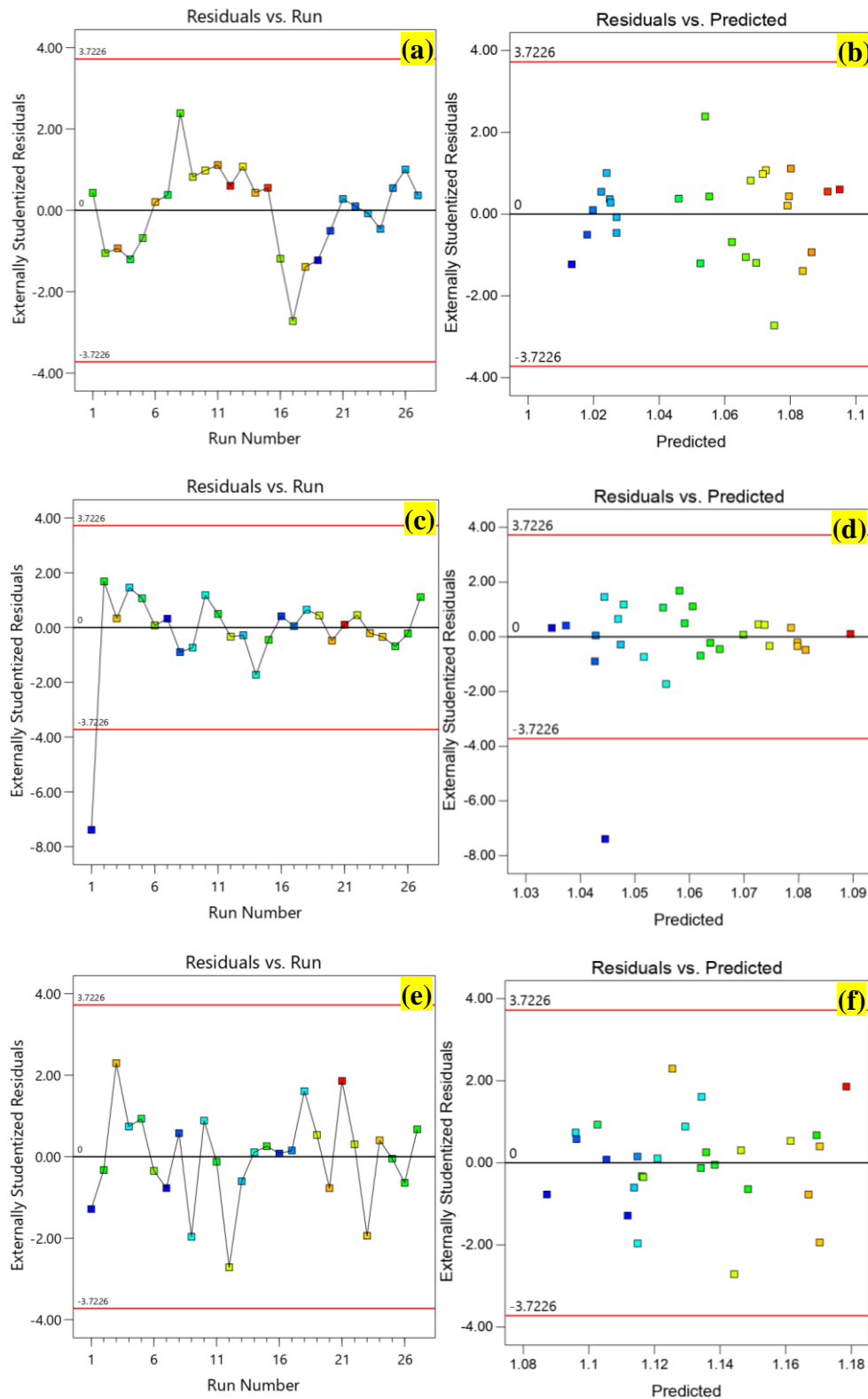


Figure IV. 7 Résidus en fonction de l'ordre de réalisation et résidus en fonction des valeurs prédites pour les délaminations obtenues (a-b) $F_{d(NWF)}$, (c-d) $F_{d(T1WF)}$ et (e-f) $F_{d(T3WF)}$.

Ces valeurs ont été utilisées pour déterminer l'interaction entre les variables indépendantes en fonction de la réponse de sortie. Pour effectuer les calculs d'adéquation et de signification du

modèle, les résidus entre les valeurs prédites et réelles ont été privilégiés. Une variance constante est requise pour le tracé des résidus et les points résiduels ont été distribués symétriquement avec un regroupement autour du centre du tracé.

La **Figure IV.7** explique l'implication de la dispersion aléatoire en fournissant un graphique des résidus en fonction de l'ordre de passage expérimental et des valeurs de réponse prédites. Les emplacements des résidus sur le graphique étaient regroupés et dispersés symétriquement autour du point central, ce qui permet de vérifier l'hypothèse de variance constante [69].

IV.6.3 Interaction entre les différents paramètres du processus RSM

Les **Figures IV.8 et 8** illustrent une cartographie de surface de réponse de la délamination des biocomposites renforcés de fibres courtes *Washingtonia Filifera* non traitées et traitées au NaOH à 1% et 3% en fonction du diamètre (d), de la vitesse de la broche (N) et de la vitesse d'avance (f). Pour le biocomposite constitué de fibres non traitées, la délamination n'était pas supérieure à 1,05 lorsque la vitesse d'avance était de 50 à 75 mm/min et le diamètre de 5 à 10 mm. En outre, la délamination était supérieure à 1,08 lorsque la vitesse de la broche était comprise entre 155 et 200 mm/min et que le diamètre était compris entre 5,8 et 7,5 mm (**Figure 5a**). Dans le cas du biocomposite constitué de fibres traitées à 1%, il a été constaté que $F_{d(T1WF)}$ ne dépassait pas 1,04 pour des vitesses d'avance allant de (50 à 80 mm/min) et un diamètre de (5 à 7,5 mm). Pour ce dernier, il a dépassé 1,07 lorsque la vitesse d'avance était de (148 à 200 mm/min) et un diamètre de (9,8 à 10 mm). Pour le biocomposite traité avec 3% de NaOH, $F_{d(T3WF)}$ n'a pas dépassé 1,10 lorsque la vitesse d'alimentation était comprise entre (50 et 120 mm/min) et un diamètre de (5 à 6,4 mm) et a dépassé 1,17 lorsque la vitesse d'alimentation était comprise entre (130 et 200 mm/min) et un diamètre de (9,3 à 10 mm) (**Figures 5b et c**). **Figure IV.9** combinent les tracés 3D des trois paramètres de sortie $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$, et $F_{d(T3WF)}$ pour la combinaison des conditions de perçage (f - N), (f - d), et (N - d). Dans les résultats, une plus grande pente a été trouvée pour le diamètre du foret (d) et une plus petite pour la vitesse de la broche (N), et révélant presque aucun effet sur le facteur de délaminage pour la vitesse d'avance. Cette tendance est en accord avec les résultats de l'ANOVA présentés dans le **Tableau IV.5**, dans lequel la délamination minimale a été obtenue en utilisant des valeurs minimales pour (d) et (f), et une valeur maximale pour (N). Ces résultats sont en bon accord avec ceux de Tabet et al. [2] qui ont utilisé un matériau biosandwich bidirectionnel en fibre de jute et liège.

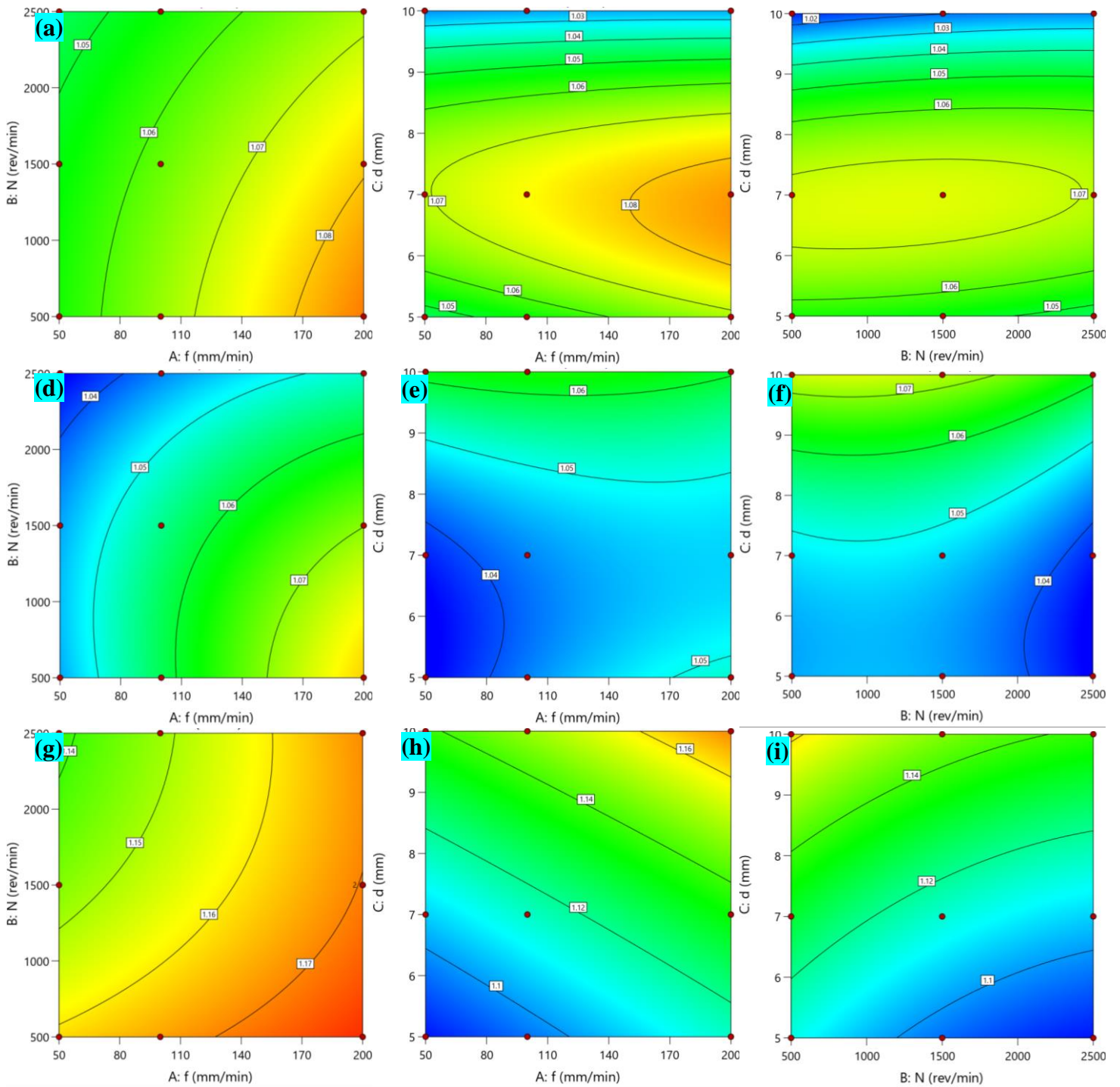


Figure IV. 8 Courbe de niveau pour les données prédites des différents F_d : (a-c) $F_{d(NWF)}$, (d-f) $F_{d(T1WF)}$ et (g-i) $F_{d(T3WF)}$, évaluées en fonction des paramètres de coupe des biocomposites *Washingtonia filifera*/époxy produits (f, N et d).

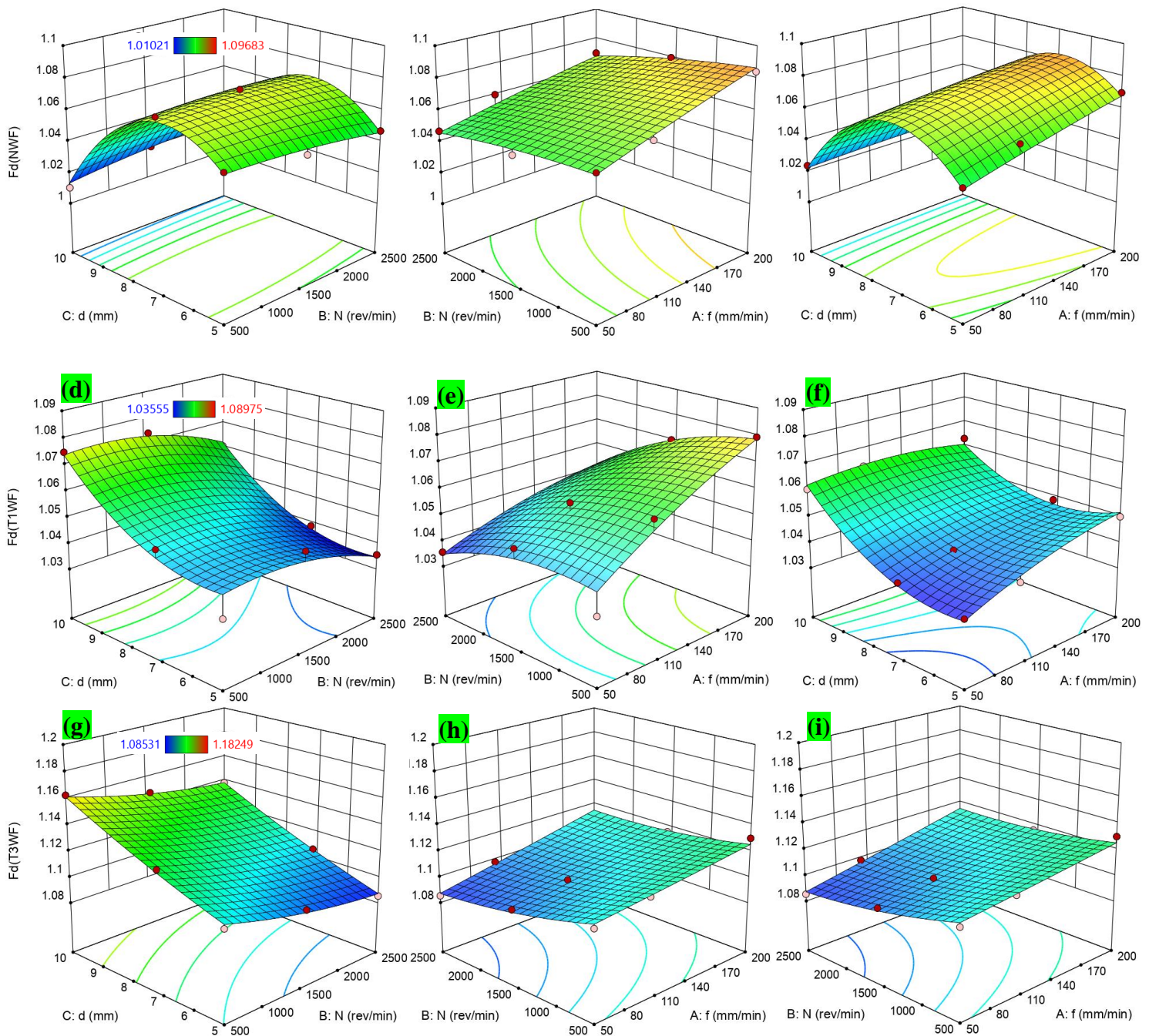


Figure IV. 9 Graphique 3D pour les données prédites des différents F_d : : (a-c) $F_{d(NWF)}$, (d-f) $F_{d(T1WF)}$ et (g-i) $F_{d(T3WF)}$ évalués en fonction des paramètres de coupe des biocomposites *Washingtonia filifera*/époxy produits (f, N et d).

IV.6.4 Optimisation des conditions de perçage pour $F_d(NWF)$, $F_d(T1WF)$, et $F_d(T3WF)$

Plusieurs études ont été menées pour optimiser les paramètres de perçage. Il existe différentes techniques pour sélectionner les paramètres de perçage optimaux afin d'obtenir les résultats souhaités. Cela a généralement un impact sur les performances mesurées en termes de temps de forage, de coût global de l'opération de perçage et de texture de surface globale. Par

conséquent, la méthode de la fonction de désirabilité (FD) est proposée dans cette recherche pour optimiser la réponse multi-objective. Cette approche est largement pratiquée par les chercheurs [70], [71] en raison de sa facilité d'application, de ses performances et de son accessibilité. Le logiciel Design Expert 10 a été utilisé dans ce travail. La désirabilité nous permet d'évaluer, sur la base des réponses calculées par le modèle statistique, le pourcentage de réussite dans l'atteinte des objectifs fixés. L'objectif principal de l'optimisation est de déterminer les paramètres de coupe ainsi que la minimisation des facteurs de délamination. Les paramètres de perçage utilisés dans le processus d'optimisation sont présentés dans le **Tableau IV.6**, et les valeurs optimisées des facteurs et des réponses sont présentées dans le **Tableau IV.7**.

Tableau IV. 6 Objectifs et plages des paramètres pour l'optimisation des conditions de coupe pour différents F_d .

Condition	Goal	Lower limit	Upper limit
Feed rate, f (mm/min)	Is in range	50	200
Spindle speed, N (rev/min)	Is in range	500	2500
Drill, d (mm)	Is in range	5	10
$F_{d(NWF)}$	Minimize	1.010	1.096
$F_{d(T1WF)}$	Minimize	1.035	1.089
$F_{d(T2WF)}$	Minimize	1.085	1.182

Tableau IV. 7 Optimisation de la réponse pour les paramètres de réponse en utilisant RSM pour différents F_d

Test n°	Machining parameters			Response parameters			Desirability
	f (mm/min)	N (rev/min)	d (mm)	$F_{d(NWF)}$	$F_{d(T1WF)}$	$F_{d(T3WF)}$	
1	50.000	2500.000	5.000	1.046	1.035	1.087	0.919
2	50.000	2492.278	5.000	1.046	1.035	1.087	0.919
3	50.001	2491.030	5.000	1.046	1.035	1.087	0.919
4	50.695	2499.967	5.000	1.046	1.035	1.087	0.918
5	50.001	2478.872	5.000	1.046	1.035	1.087	0.918
6	50.000	2461.741	5.000	1.046	1.035	1.087	0.917
7	51.676	2499.993	5.000	1.046	1.035	1.088	0.917
8	50.001	2499.978	5.023	1.047	1.035	1.087	0.917
9	50.003	2447.289	5.000	1.046	1.036	1.087	0.917
10	52.689	2499.992	5.000	1.046	1.035	1.088	0.916

Les **Figures IV.10** et **11** montrent la distribution des fonctions de rampe et la cartographie des contours de désirabilité pour les trois types de biocomposites ainsi que pour leur combinaison. Les dix essais ont été choisis en raison du facteur de désirabilité proche de l'unité. Les dix

premiers essais montrent qu'une vitesse de coupe et une avance élevées ainsi qu'un petit diamètre d'outil conviennent pour réduire le facteur de délamination avec un taux de désirabilité de 0,919 pour $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$ et $F_{d(T3WF)}$.

En fait, selon la valeur de désirabilité la plus élevée, les conditions optimales d'usinage par perçage selon le **Tableau IV.7** ($f = 50\text{mm/min}$, $N = 2500\text{ rpm}$ et $d = 5\text{ mm}$) conduisent à une délamination (F_d) minimale pour $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$ et $F_{d(T3WF)}$, dont les valeurs étaient respectivement de 1,046, 1,035 et 1,087.

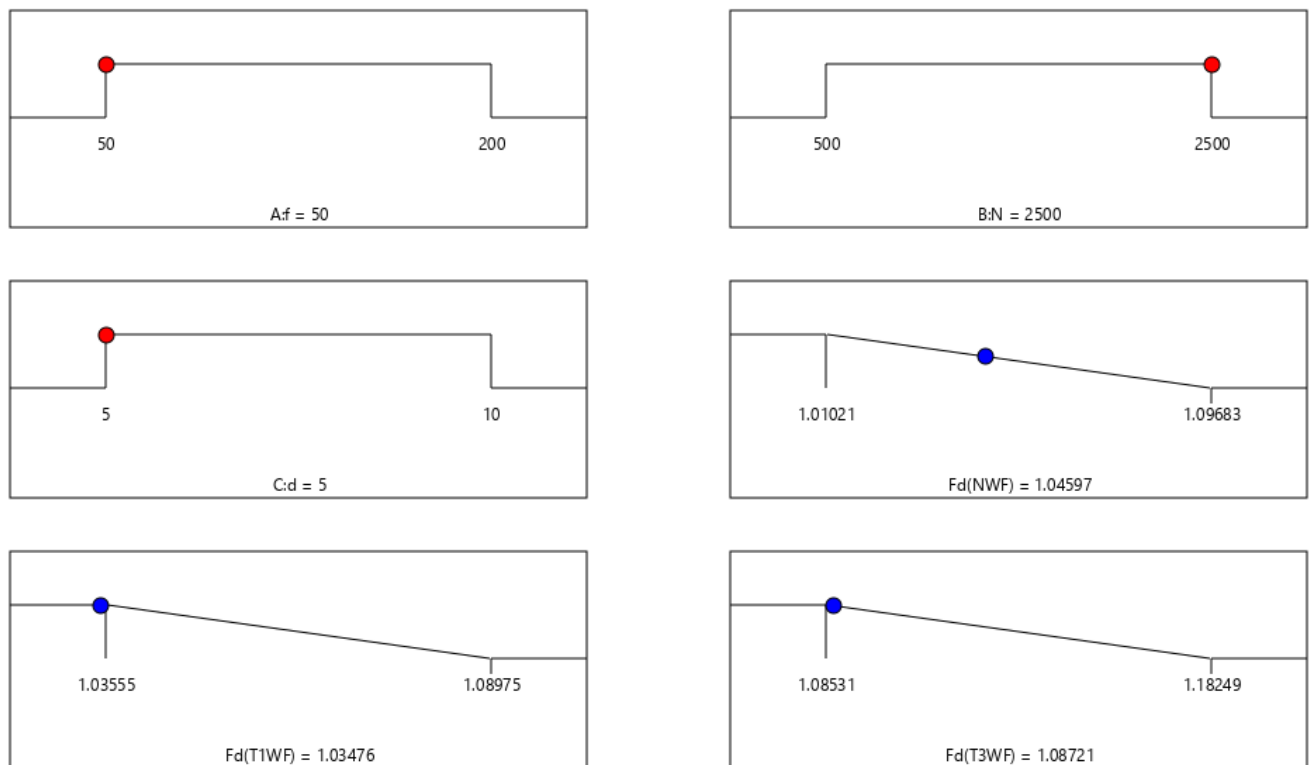


Figure IV. 10 Solutions optimales pour le biocomposite élaboré avec des fibres traitées et non traitées.

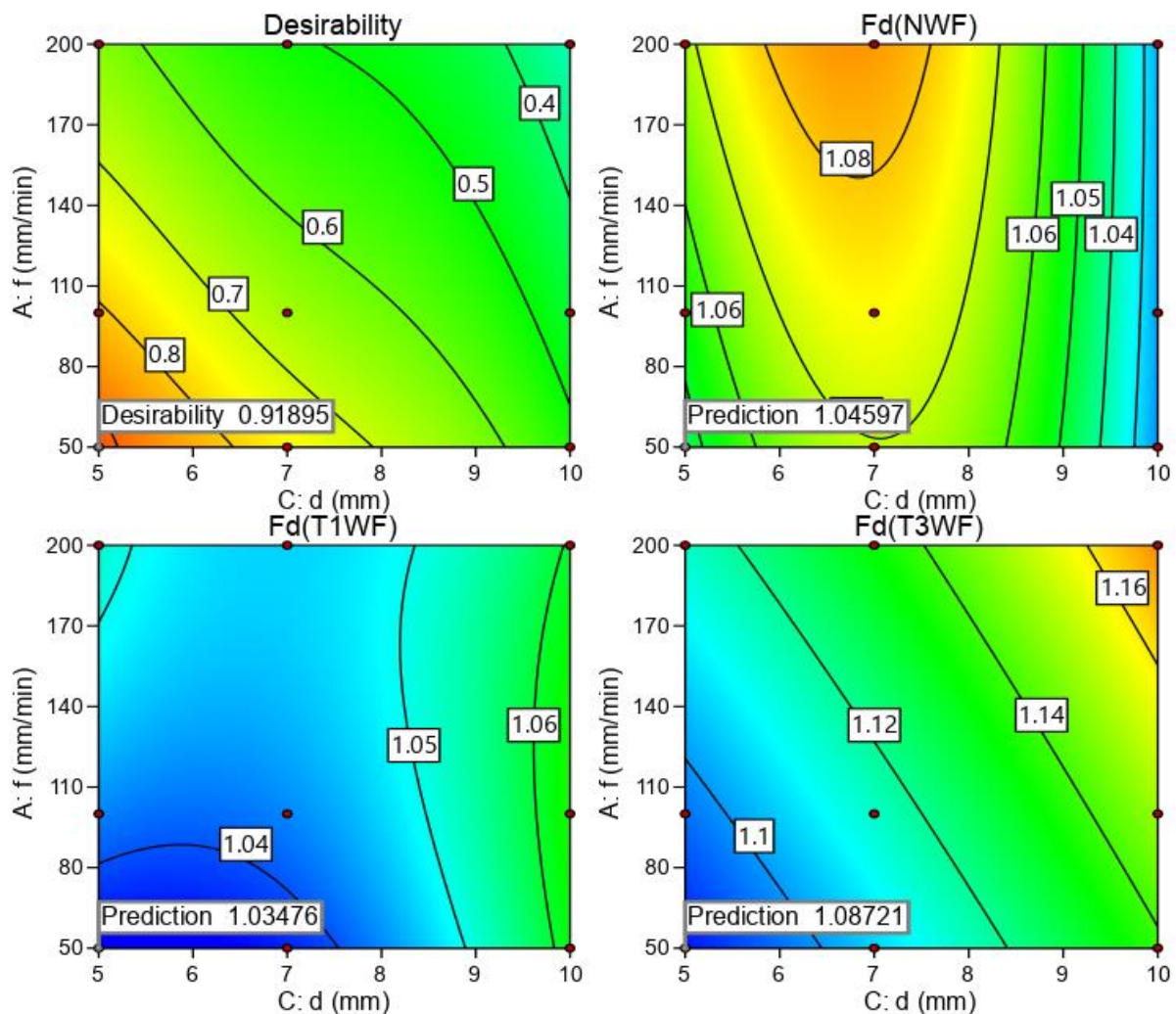


Figure IV. 11 Courbe de la fonction de désirabilité des trois réponses en fonction des deux variables vitesse d'avance et vitesse de la broche.

La figure IV.12 montre l'influence des paramètres de perçage sur leur facteur de délamination, à savoir le diamètre de l'outil de perçage, la vitesse d'avance et la vitesse de la broche. On a observé qu'une augmentation de la vitesse d'avance entraînait une augmentation du facteur de délamination pendant le perçage. Le diamètre de l'outil de forage a eu un effet important sur la performance du forage des biocomposites. L'augmentation du diamètre de la vitesse d'avance et de l'outil de forage a provoqué un contact de surface accru entre la charge de l'outil et le trou dans le matériau biocomposite, augmentant ainsi le facteur de délamination. Par conséquent, en opérant avec des paramètres de forage optimisés, la délamination de forage peut être considérablement réduite.

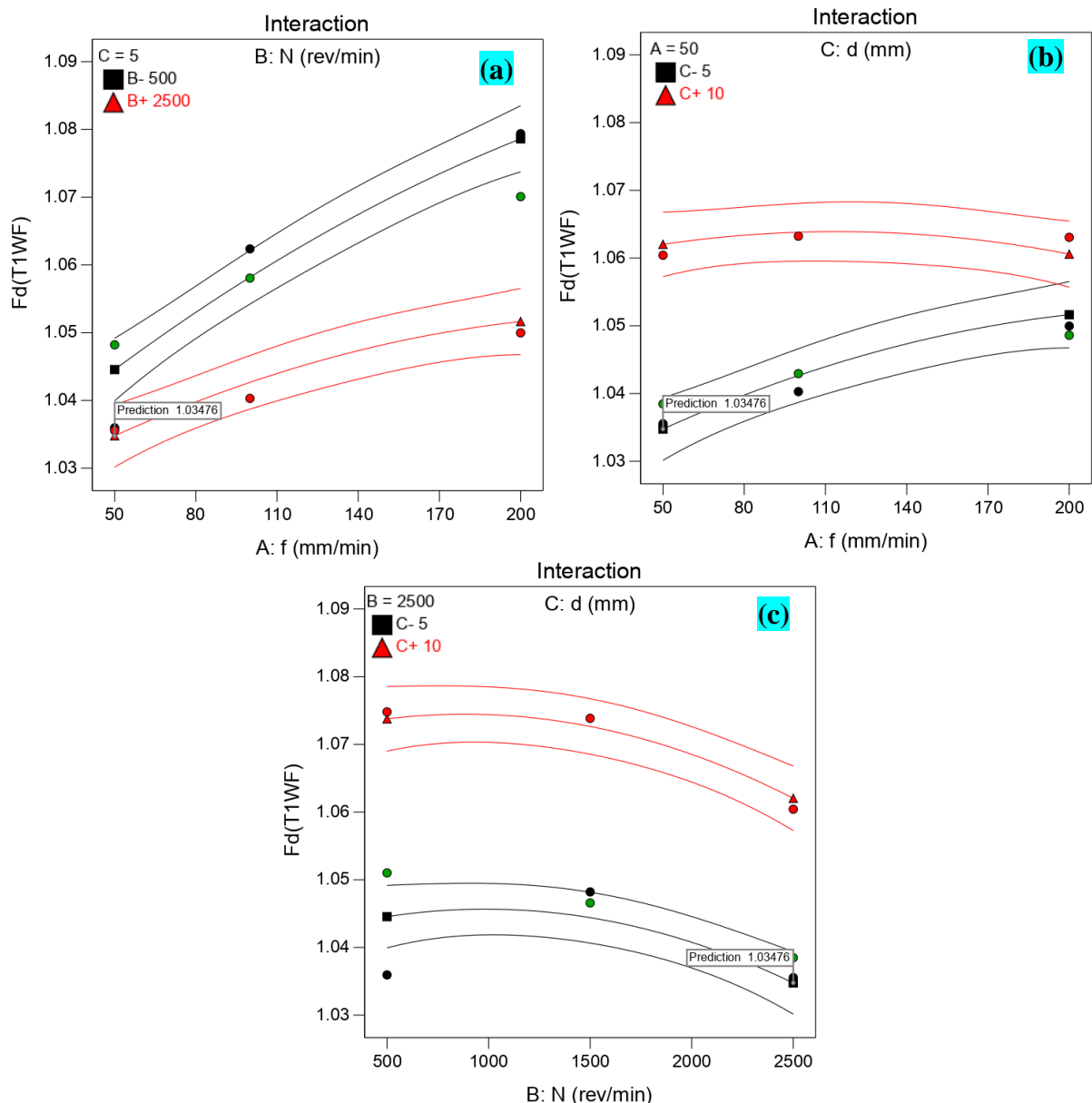


Figure IV. 12 Effet des paramètres de perçage sur le facteur de délamination $F_d(T1WF)$

- (a) diamètre du foret en fonction de la vitesse d'avance et de la vitesse de la broche,
- (b) vitesse d'avance en fonction du diamètre du foret et de la vitesse de la broche et
- (c) vitesse de la broche en fonction du diamètre du foret et de la vitesse d'avance.

IV.7 Conclusion

L'objectif de cette étude était d'optimiser le facteur de délamination et d'évaluer les performances des matériaux développés. Les conclusions obtenues sont les suivantes :

- Pour minimiser le facteur de délamination, il est nécessaire d'utiliser une combinaison de faible vitesse d'avance et de petit diamètre d'outil lors du processus de perçage.
- Le taux de traitement de la fibre, le diamètre du foret et la vitesse d'avance sont les principaux facteurs influençant le facteur de délamination, tandis que la vitesse de la

broche a une influence moins significative. Les contributions respectives de ces paramètres pour le matériau $F_{d(T1WF)}$ sont de 38,81%, 20,97% et 5,81%.

- L'optimisation réalisée atteint un niveau de qualité élevé, avec un facteur de désirabilité de 92%.

Ces résultats sont essentiels pour les fabricants qui cherchent à améliorer l'usinabilité de leurs produits, quelle que soit la nature du matériau. La sélection des paramètres d'usinage optimaux grâce à cette étude permettra d'améliorer la qualité de l'usinage des matériaux.

IV.8 Références

- [1] E. Diabor, P. Funkenbusch, and E. E. Kaufmann, “Characterization of Cassava Fiber of Different Genotypes as a Potential Reinforcement Biomaterial for Possible Tissue Engineering Composite Scaffold Application ,” *Fibers and polymers* , vol. 20, no. 2. The Korean Fiber Society , Seoul , pp. 217–228, 2019, doi: 10.1007/s12221-019-8702-9.
- [2] Z. Tabet, A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bourchak, “Drilling of a Bidirectional Jute Fibre and Cork-Reinforced Polymer Biosandwich Structure: ANN and RSM approaches for Modelling and Optimization,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 117, pp. 3819–3839, 2021, doi: 10.21203/rs.3.rs-503708/v1.
- [3] A. Belaadi, M. Bourchak, and H. Aouici, “Mechanical properties of vegetal yarn: Statistical approach,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 106, pp. 139–153, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.09.033>.
- [4] 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, pp. 1753–1774, 2020, doi: 10.1007/s00170-019-04628-8.
- [5] M. Boumaaza, A. Belaadi, and M. Bourchak, “Systematic Review on Reinforcing Mortars with Natural Fibers: Challenges of Environment-Friendly Option,” *J. Nat. Fibers*, vol. 0, no. 0, pp. 1–25, 2022, doi: 10.1080/15440478.2022.2060408.
- [6] I. Dembri, A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bourchak, “Tensile Behavior and Statistical Analysis of *Washingtonia Filifera* Fibers as Potential Reinforcement for Industrial Polymer Biocomposites,” *J. Nat. Fibers*, pp. 1–16, May 2022, doi: 10.1080/15440478.2022.2069189.
- [7] Y. Zhou, M. Fan, and L. Chen, “Interface and bonding mechanisms of plant fibre composites: An overview ,” *Composites. Part B, Engineering* , vol. 101. Elsevier Ltd , pp. 31–45, 2016, doi: 10.1016/j.compositesb.2016.06.055.
- [8] S. Dutta, N. K. Kim, R. Das, and D. Bhattacharyya, “Effects of sample orientation on the fire reaction properties of natural fibre composites ,” *Composites. Part B, Engineering* , vol. 157. Elsevier Ltd , pp. 195–206, 2019, doi: 10.1016/j.compositesb.2018.08.118.
- [9] M. Atagur *et al.*, “Evaluating of reinforcing effect of *Ceratonia Siliqua* for polypropylene: Tensile, flexural and other properties ,” *Polymer testing* , vol. 89. Elsevier Ltd , p. 106607, 2020, doi: 10.1016/j.polymertesting.2020.106607.
- [10] R. Malkapuram, V. Kumar, and Y. Singh Negi, “Recent development in natural fiber reinforced polypropylene composites ,” *Journal of reinforced plastics and composites* , vol. 28, no. 10. pp. 1169–1189, 2009, doi: 10.1177/0731684407087759.
- [11] 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, p. 101840, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.job.2020.101840>.
- [12] A. Lekrine *et al.*, “Structural, thermal, mechanical and physical properties of *Washingtonia filifera* Fibres Reinforced Thermoplastic Biocomposites,” *Mater. Today Commun.*, p. 103574, 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.103574>.
- [13] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Maache, and F. Scarpa, “Fatigue in sisal fiber reinforced polyester composites: Hysteresis and energy dissipation ,” *Procedia Engineering* , vol. 74.

- pp. 325–328, 2014, doi: 10.1016/j.proeng.2014.06.272.
- [14] M. Cherief, A. Belaadi, M. Bouakba, M. Bouchak, and I. Meddour, “Behaviour of lignocellulosic fibre-reinforced cellular core under low-velocity impact loading: Taguchi method,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 2020, doi: 10.1007/s00170-020-05393-9.
- [15] Y. Dobah, M. Bouchak, A. Bezazi, A. Belaadi, and F. Scarpa, “Multi-axial mechanical characterization of jute fiber/polyester composite materials,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 90, pp. 450–456, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.10.030>.
- [16] A. Belaadi, H. Laouici, and M. Bouchak, “Mechanical and drilling performance of short jute fibre-reinforced polymer biocomposites: statistical approach,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 106, no. 5, pp. 1989–2006, 2020, doi: 10.1007/s00170-019-04761-4.
- [17] J. C. dos Santos, L. Á. de Oliveira, L. M. Gomes Vieira, V. Mano, R. T. S. Freire, and T. H. Panzera, “Eco-friendly sodium bicarbonate treatment and its effect on epoxy and polyester coir fibre composites,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 211, pp. 427–436, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.284>.
- [18] M. Boumaaza, A. Belaadi, and M. Bouchak, “The Effect of Alkaline Treatment on Mechanical Performance of Natural Fibers-reinforced Plaster: Optimization Using RSM ,” *Journal of natural fibers* , vol. 18, no. 12. pp. 2220–2240, 2021, doi: 10.1080/15440478.2020.1724236.
- [19] A. Bedjaoui, A. Belaadi, S. Amroune, and B. Madi, “Impact of surface treatment of flax fibers on tensile mechanical properties accompanied by a statistical study ,” *International Journal of Integrated Engineering* , vol. 11, no. 6. pp. 10–17, 2019, doi: 10.30880/ijie.2019.11.06.002.
- [20] R. Benzidane, Z. Sereir, M. L. Bennegadi, P. Doumalin, and C. Poilâne, “Morphology, static and fatigue behavior of a natural UD composite: The date palm petiole ‘wood’ ,” *Composite structures* , vol. 203. Elsevier Ltd , pp. 110–123, 2018, doi: 10.1016/j.compstruct.2018.06.122.
- [21] T. Djoudi, M. Hecini, D. Scida, Y. Djeboun, and H. Djemai, “Physico-Mechanical Characterization of Composite Materials Based on Date Palm Tree Fibers ,” *Journal of natural fibers* , vol. 18, no. 6. pp. 789–802, 2021, doi: 10.1080/15440478.2019.1658251.
- [22] L. Á. de Oliveira, J. C. dos Santos, T. H. Panzera, R. T. S. Freire, L. M. G. Vieira, and J. C. C. Rubio, “Investigations on short coir fibre–reinforced composites via full factorial design ,” *Polymers & polymer composites* , vol. 26, no. 7. SAGE Publications , London, England , pp. 391–399, 2018, doi: 10.1177/0967391118806144.
- [23] J. L. Mercy, P. Sivashankari, M. Sangeetha, K. R. Kavitha, and S. Prakash, “Genetic Optimization of Machining Parameters Affecting Thrust Force during Drilling of Pineapple Fiber Composite Plates – an Experimental Approach,” *J. Nat. Fibers*, pp. 1–12, Jul. 2020, doi: 10.1080/15440478.2020.1788484.
- [24] S. Amroune *et al.*, “Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (*Phoenix dactylifera* L.),” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 71, pp. 95–106, 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.12.011>.
- [25] A. Béakou, R. Ntenga, J. Lepetit, J. A. Atéba, and L. O. Ayina, “Physico-chemical and microstructural characterization of ‘*Rhectophyllum camerunense*’ plant fiber,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 39, no. 1, pp. 67–74, 2008, doi:

<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.09.002>.

- [26] 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, Jan. 2022, doi: 10.1080/15440478.2020.1738305.
- [27] L. M. Resende, A. S. Franca, and L. S. Oliveira, “Buriti (*Mauritia flexuosa* L. f.) fruit by-products flours: Evaluation as source of dietary fibers and natural antioxidants,” *Food Chem.*, vol. 270, pp. 53–60, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.07.079>.
- [28] A. Belaadi, H. Laouici, and M. Bouchak, “Mechanical and drilling performance of short jute fibre-reinforced polymer biocomposites: statistical approach,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 106, no. 5–6, 2020, doi: 10.1007/s00170-019-04761-4.
- [29] S. Jayabal and U. Natarajan, “Drilling analysis of coir-fibre-reinforced polyester composites,” *Bull. Mater. Sci.*, vol. 34, no. 7, pp. 1563–1567, 2011, doi: 10.1007/s12034-011-0359-y.
- [30] S. Chaitanya and I. Singh, “Sisal fiber-reinforced green composites: Effect of ecofriendly fiber treatment,” *Polym. Compos.*, vol. 39, no. 12, pp. 4310–4321, Dec. 2018, doi: <https://doi.org/10.1002/pc.24511>.
- [31] N. Feito, J. Díaz-Álvarez, A. Díaz-Álvarez, J. L. Cantero, and M. H. Miguélez, “Experimental Analysis of the Influence of Drill Point Angle and Wear on the Drilling of Woven CFRPs,” *Materials*, vol. 7, no. 6, 2014, doi: 10.3390/ma7064258.
- [32] Y. Wei, Q. An, W. Ming, and M. Chen, “Effect of drilling parameters and tool geometry on drilling performance in drilling carbon fiber-reinforced plastic/titanium alloy stacks,” *Adv. Mech. Eng.*, vol. 8, no. 9, p. 1687814016670281, Sep. 2016, doi: 10.1177/1687814016670281.
- [33] S. A. S. Azuan, J. M. Juraidi, and W. M. W. Muhamad, “Evaluation of Delamination in Drilling Rice Husk Reinforced Polyester Composites,” *Appl. Mech. Mater.*, vol. 232, p. 106, Nov. 2012, doi: <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.232.106>.
- [34] Y. H. Çelik and M. S. Alp, “Determination of Milling Performance of Jute and Flax Fiber Reinforced Composites,” *J. Nat. Fibers*, vol. 00, no. 00, pp. 1–15, 2020, doi: 10.1080/15440478.2020.1764435.
- [35] B. Adda, A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bouchak, “Experimental investigation and optimization of delamination factors in the drilling of jute fiber-reinforced polymer biocomposites with multiple estimators,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 2021, doi: 10.1007/s00170-021-07628-9.
- [36] A. Belaadi, M. Boumaaza, S. Amroune, and M. Bouchak, “Mechanical characterization and optimization of delamination factor in drilling bidirectional jute fibre-reinforced polymer biocomposites,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 111, no. 7, pp. 2073–2094, 2020, doi: 10.1007/s00170-020-06217-6.
- [37] L. M. P. Durão *et al.*, “Drilling Delamination Outcomes on Glass and Sisal Reinforced Plastics,” *Mater. Sci. Forum*, vol. 730–732, pp. 301–306, 2013, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.730-732.301.
- [38] F. Chegiani, M. El Mansori, and A.-A. Chebbi, “Cutting behavior of flax fibers as reinforcement of biocomposite structures involving multiscale hygrometric shear,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 211, p. 108660, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.108660>.

- [39] A. Díaz-Álvarez, J. Díaz-Álvarez, J. L. Cantero, and C. Santiuste, “Analysis of orthogonal cutting of biocomposites,” *Compos. Struct.*, vol. 234, p. 111734, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2019.111734>.
- [40] S. O. Ojo, S. O. Ismail, M. Paggi, and H. N. Dhakal, “A new analytical critical thrust force model for delamination analysis of laminated composites during drilling operation,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 124, pp. 207–217, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.05.039>.
- [41] V. Krishnaraj, R. Zitoune, and J. P. Davim, “Effects of Drilling Parameters on Mechanical Strength BT - Drilling of Polymer-Matrix Composites,” V. Krishnaraj, R. Zitoune, and J. P. Davim, Eds. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2013, pp. 85–96.
- [42] N. Venkateshwaran and A. ElayaPerumal, “Hole quality evaluation of natural fiber composite using image analysis technique,” *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 32, no. 16, pp. 1188–1197, Apr. 2013, doi: 10.1177/0731684413486847.
- [43] V. Sridharan and N. Muthukrishnan, “Optimization of machinability of polyester/modified jute fabric composite using grey relational analysis (GRA),” *Procedia Engineering*, vol. 64, pp. 1003–1012, 2013, doi: 10.1016/j.proeng.2013.09.177.
- [44] D. Chandramohan and K. Marimuthu, “Drilling of Natural Fiber Particle Reinforced Polymer Composite Material,” *Int. J. Adv. Eng. Res. Stud.*, vol. I, no. I, pp. 134–145, 2011.
- [45] N. M, R. Upadhya, S. Sehgal, V. K. S, and B. H, “Mechanical and drilling process characterisation of herringbone sisal fabric reinforced vinyl ester sandwich composites,” *Adv. Mater. Process. Technol.*, pp. 1–18, Dec. 2020, doi: 10.1080/2374068X.2020.1855963.
- [46] D. Chandramohan and S. Rajesh, “Study of machining parameters on natural fiber particle reinforced polymer composite material,” *Acad. J. Manuf. Eng.*, vol. 12, pp. 72–77, Jan. 2014.
- [47] V. Chaudhary and P. P. Gohil, “Investigations on Drilling of Bidirectional Cotton Polyester Composite,” *Mater. Manuf. Process.*, vol. 31, no. 7, pp. 960–968, May 2016, doi: 10.1080/10426914.2015.1059444.
- [48] A. Belaadi, M. Boumaaza, S. Amroune, and M. Bouchak, “Mechanical characterization and optimization of delamination factor in drilling bidirectional jute fibre-reinforced polymer biocomposites,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 2020, doi: 10.1007/s00170-020-06217-6.
- [49] M. Cherief, A. Belaadi, M. Bouakba, M. Bouchak, and I. Meddour, “Behaviour of lignocellulosic fibre-reinforced cellular core under low-velocity impact loading: Taguchi method,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 108, no. 1–2, pp. 223–233, 2020, doi: 10.1007/s00170-020-05393-9.
- [50] R. Katakajwala and S. V. Mohan, “Microcrystalline cellulose production from sugarcane bagasse: Sustainable process development and life cycle assessment,” *J. Clean. Prod.*, vol. 249, p. 119342, 2020.
- [51] M. Jawaid, L. K. Kian, H. Fouad, N. Saba, O. Y. Alothman, and M. Hashem, “New cellulosic fibers from washingtonia tree agro-wastes: Structural, morphological, and thermal properties,” *J. Nat. Fibers*, vol. 19, no. 13, pp. 5333–5343, 2022.
- [52] T. Zhao, Z. Chen, X. Lin, Z. Ren, B. Li, and Y. Zhang, “Preparation and characterization of microcrystalline cellulose (MCC) from tea waste,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 184, pp.

164–170, 2018.

- [53] A. D. French and M. Santiago Cintrón, “Cellulose polymorphy, crystallite size, and the Segal Crystallinity Index,” *Cellulose*, vol. 20, no. 1, pp. 583–588, 2013.
- [54] D. E. Gaagaia, M. Bouakba, and A. Layachi, “Thermo-physico-chemical and statistical mechanical properties of Washingtonian filifera new lignocellulosic fiber,” *Eng. Solid Mech.*, vol. 7, no. 2, pp. 137–150, 2019, doi: 10.5267/j.esm.2019.3.002.
- [55] D. Trache, K. Khimeche, A. Mezroua, and M. Benziane, “Physicochemical properties of microcrystalline nitrocellulose from Alfa grass fibres and its thermal stability,” *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 124, no. 3, pp. 1485–1496, 2016.
- [56] A. F. Tarchoun, D. Trache, T. M. Klapötke, M. Derradji, and W. Bessa, “Ecofriendly isolation and characterization of microcrystalline cellulose from giant reed using various acidic media,” *Cellulose*, vol. 26, no. 13, pp. 7635–7651, 2019.
- [57] L. Y. Xiang, M. A. P. Mohammed, and A. S. Baharuddin, “Characterisation of microcrystalline cellulose from oil palm fibres for food applications,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 148, pp. 11–20, 2016.
- [58] W. Hou, C. Ling, S. Shi, and Z. Yan, “Preparation and characterization of microcrystalline cellulose from waste cotton fabrics by using phosphotungstic acid,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 123, pp. 363–368, 2019.
- [59] L. K. Kian, N. Saba, M. Jawaid, and H. Fouad, “Characterization of microcrystalline cellulose extracted from olive fiber,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 156, pp. 347–353, 2020.
- [60] V. Sridharan, T. Raja, and N. Muthukrishnan, “Study of the Effect of Matrix, Fibre Treatment and Graphene on Delamination by Drilling Jute/Epoxy Nanohybrid Composite,” *Arabian Journal for Science and Engineering*, vol. 41, no. 5. Springer Berlin Heidelberg, Berlin/Heidelberg, pp. 1883–1894, 2016, doi: 10.1007/s13369-015-2005-2.
- [61] H. Rezghi Maleki, M. Hamedi, M. Kubouchi, and Y. Arao, “Experimental study on drilling of jute fiber reinforced polymer composites,” *Journal of composite materials*, vol. 53, no. 3, pp. 283–295, 2019, doi: 10.1177/0021998318782376.
- [62] R. Vinayagamoorthy, N. Rajeswari, S. Sivanarasimha, and K. Balasubramanian, “Fuzzy Based Optimization of Thrust Force and Torque during Drilling of Natural Hybrid Composites,” *Applied mechanics and materials*, vol. 787. Trans Tech Publications Ltd, Zurich, pp. 265–269, 2015, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMM.787.265.
- [63] A. Majumder, “Comparison of ANN with RSM in predicting surface roughness with respect to process parameters in Nd:YAG laser drilling,” *Int. J. Eng. Sci. Technol.*, vol. 2, Oct. 2010.
- [64] R. Vinayagamoorthy, I. V Manoj, G. Narendra Kumar, I. Sai Chand, G. V Sai Charan Kumar, and K. Suneel Kumar, “A central composite design based fuzzy logic for optimization of drilling parameters on natural fiber reinforced composite,” *J. Mech. Sci. Technol.*, vol. 32, no. 5, pp. 2011–2020, 2018, doi: 10.1007/s12206-018-0409-0.
- [65] M. Boumaaza, A. Belaadi, M. Bouchak, M. Jawaid, and S. Hamid, “Comparative study of flexural properties prediction of *Washingtonia filifera* rachis biochar bio-mortar by ANN and RSM models,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 318, p. 125985, 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125985>.
- [66] V. A. Nagarajan, S. Sundaram, and J. S. Rajadurai, “A novel approach based on digital

- image analysis to evaluate refined delamination factor for E-Glass 21xK43 Gevetex/LY556/DY063 epoxy composite laminates,” *Proc. Inst. Mech. Eng. Part B J. Eng. Manuf.*, vol. 225, no. 10, pp. 1977–1982, Aug. 2011, doi: 10.1177/0954405411404774.
- [67] A. Haji and S. S. Qavamnia, “Response surface methodology optimized dyeing of wool with cumin seeds extract improved with plasma treatment,” *Fibers Polym.*, vol. 16, no. 1, pp. 46–53, 2015, doi: 10.1007/s12221-015-0046-5.
- [68] K. Faidi, N. Baaka, S. Hammami, R. El Mokni, Z. Mighri, and M. F. Mhenni, “Extraction of carotenoids from *Lycium ferocissimum* fruits for cotton dyeing: Optimization survey based on a central composite design method,” *Fibers Polym.*, vol. 17, no. 1, pp. 36–43, 2016, doi: 10.1007/s12221-016-5424-0.
- [69] M. Rajabi, P. Zahedi, Z. Hassannejad, and I. Haririan, “Optimization of electrospinning parameters for producing silk fibroin/poly(ethylene oxide) nanofibers using D-optimal method,” *J. Nat. Fibers*, vol. 16, no. 8, pp. 1113–1123, 2019, doi: 10.1080/15440478.2018.1453431.
- [70] E. Barreno-Avila, E. Moya-Moya, and C. Pérez-Salinas, “Rice-husk fiber reinforced composite (RFRC) drilling parameters optimization using RSM based desirability function approach,” *Mater. Today Proc.*, vol. 49, pp. 167–174, 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.07.498>.
- [71] M. Boumaaza, A. Belaadi, and M. Bourchak, “The Effect of Alkaline Treatment on Mechanical Performance of Natural Fibers-Reinforced Plaster: Part II Optimization Comparison between ANN and RSM Statistics,” *J. Nat. Fibers*, pp. 1–16, Aug. 2021, doi: 10.1080/15440478.2021.1964129.



**Conclusion Générale
Et
Perspectives**

Conclusion générale et perspectives

Cette étude s'est focalisée sur deux objectifs principaux : l'élaboration et la caractérisation mécanique et chimique d'un matériau composite composé d'une résine époxy renforcée par la fibre naturelle du *Washingtonia Filifera*, traitée au NaOH pendant 12 heures, ainsi que la compréhension du comportement des matériaux bio-composites lors du processus de perçage des plaques et l'impact des variations de vitesse de coupe et d'avancement sur la qualité des trous d'entrée et de sortie.

Dans un premier temps, une revue de la littérature a été réalisée, mettant en évidence les fibres naturelles, notamment les fibres végétales du WF, et leur utilisation dans les bio-composites. Cette revue a permis d'obtenir un aperçu des applications des bio-composites.

Ensuite, une étude approfondie a été menée sur les différents types d'outils utilisés, leur comportement pendant l'utilisation et les défauts associés lors de la perforation de stratifiés de fibres de longueurs variables. Cette étude nous a fourni des recommandations quant au choix des outils, à leur état et à leurs géométries de coupe.

Après avoir décrit l'ensemble du matériel utilisé dans cette étude, nous avons procédé à l'analyse de la fibre WF dans son état naturel et non traité afin de déterminer les propriétés mécaniques σ , ϵ et E de cinq lots d'essais (30, 60, 90, 120 et 150) et d'identifier le lot présentant les meilleures performances. Nous avons observé une augmentation des valeurs moyennes de σ , ϵ et E à mesure que le nombre de fils du lot augmentait de 30 à 150.

L'analyse des résultats expérimentaux des cinq lots d'essai sous une charge de traction quasi-statique, en utilisant la distribution de Weibull à deux paramètres et les méthodes de maximum de vraisemblance (ML) et des moindres carrés (LS), a démontré que la méthode LS était la plus appropriée pour estimer les propriétés mécaniques. En effet, les propriétés mécaniques des fibres WF se conformaient mieux à la distribution de Weibull à deux paramètres par rapport aux autres lois. De plus, l'analyse statistique des résultats obtenus par les méthodes ML et LS a révélé que l'estimateur de Kaplan-Meier était le mieux adapté à la WF.

L'application d'une analyse de variance à sens unique (ANOVA) a également permis de conclure que les propriétés mécaniques des fils de WF dépendaient du nombre d'essais..

Enfin, une étude expérimentale a été réalisée pour évaluer l'impact des conditions d'inspection sur la taille et la forme des défauts générés à l'intérieur des bio-composites. La

mesure des défauts géométriques et dimensionnels dans le trou, également appelé facteur de délaminage, a été utilisée pour évaluer la qualité préférée.

L'effet du diamètre et de la forme géométrique du foret de perçage sur la qualité du perçage a été examiné, car le choix et le calibrage appropriés du diamètre du foret influencent directement les dimensions du trou visé. De nombreux travaux de recherche confirment ce phénomène. Les défauts de perçage, tels que la circularité et la cylindricité, ainsi que les défauts à la sortie et sur la paroi du trou, ont été observés, et leur occurrence a été directement liée à l'avance f et au diamètre du foret. Les essais expérimentaux ont démontré que le dispositif de fixation des plaques lors du perçage joue un rôle important dans la formation des délaminations à la sortie du trou (lors du perçage avec un support approprié).

Les résultats de l'optimisation des conditions de perçage, basée sur une analyse de variance (ANOVA) et une méthode de surface de réponse (RSM), ont confirmé une meilleure usinabilité des produits, indépendamment du type de matériau utilisé.

Directives pour de nouvelles recherches et perspectives

Dans cette recherche nous nous sommes limités à étudier les propriétés mécaniques, et physiques des fibres du *Washingtonia filifera*, puis procéder à l'élaboration d'un nouveau bio-composite pour une matrice époxy et un renfort constitué de courtes types de fibres végétales WF en choisissant trois types, la fibre non traitée, et deux sortes de fibres traitées par du NaOH à différentes concentrations 1% et 3%, afin d'analyser l'effet des paramètres de coupe sur le coefficient de délaminage lors du perçage. Multiples recommandations peuvent être prises en considération et développer suite à notre étude pour bien élargir notre recherche et approfondir nos connaissances :

- Augmenter l'aptitude et la capacité de perforation de ce bio-composite, en jouant sur de nouvelles structures, visant le changement de la matrice tel que le PLA, ainsi la structure du renfort comme la constitution biosandwich ou hybride ...etc.
- Amélioration de la qualité de perçage avec de nouvelles conditions de coupes tel que l'augmentation de la vitesse de coupe, diminution de la vitesse d'avance de la broche, forme diamètre et matériau du foret de perçage.
- L'application de ce renfort du biocomposite qui est à base de fibres végétales du *Washingtonia Filifera* qu'on trouve abondamment dans notre pays et qui sont destinées aux déchets naturels de l'environnement.

- Utiliser de nouvelles formules d'élaboration pour assurer le comportement mécanique de ce bio-composite lors des sollicitations en flexion, traction, compression, cisaillement et ainsi que la torsion et l'influence de cette nouvelle composition sur les paramètres mécaniques (la résistance, module de Young, module de flexion... etc.).
- Faire des études sur l'état de surface des trous tel que la rugosité et la dureté du matériau, après perforation de notre biocomposite ainsi que l'étude des coupes de délamination.
- Introduire ce biocomposite dans l'industrie locale est spécialement celle des bateaux et des besoins architecturaux.

Annexe 1



Tensile Behavior and Statistical Analysis of *Washingtonia Filifera* Fibers as Potential Reinforcement for Industrial Polymer Biocomposites

Isma Dembri, Ahmed Belaadi, Messaouda Boumaaza & Mostefa Bourchak

To cite this article: Isma Dembri, Ahmed Belaadi, Messaouda Boumaaza & Mostefa Bourchak (2022): Tensile Behavior and Statistical Analysis of *Washingtonia Filifera* Fibers as Potential Reinforcement for Industrial Polymer Biocomposites, Journal of Natural Fibers, DOI: [10.1080/15440478.2022.2069189](https://doi.org/10.1080/15440478.2022.2069189)

To link to this article: <https://doi.org/10.1080/15440478.2022.2069189>



Published online: 05 May 2022.



Submit your article to this journal [↗](#)



View related articles [↗](#)



View Crossmark data [↗](#)



Tensile Behavior and Statistical Analysis of *Washingtonia Filifera* Fibers as Potential Reinforcement for Industrial Polymer Biocomposites

Isma Dembri^{a,b}, Ahmed Belaadi ^{a,b}, Messaouda Boumaaza^c, and Mostefa Bouchak^d

^aDepartment of Mechanical Engineering, Faculty of Technology, University 20 Août 1955-Skikda, El-Hadaiek Skikda, Algeria; ^bLaboratoire LSPN, University 8 Mai 1945 Guelma, Guelma, Algeria; ^cLaboratory of Civil and Engineering Hydraulic (LGCH), University 8 Mai 1945 Guelma, Guelma, Algeria; ^dAerospace Engineering Department, King Abdulaziz University, Jeddah, Saudi Arabia

ABSTRACT

Natural fibers continue to attract the attention of researchers because of their use in reinforced polymer composites. They allow industrial designers to find solutions to aging infrastructure problems more than 50 years after their use in aerospace, automotive, construction, consumer products, etc. These fibers are economical and low density. In fact, in addition to their specific properties, such as non-abrasiveness and biodegradability, they are an ecological material with low environmental impact. *Washingtonia Filifera* (WF) fiber, among others, is attracting more and more researchers to replace certain fibers such as synthetic or glass fibers, being widely used in the world. This study aims to determine the mechanical parameters of WF fibers with a gauge length ($GL = 50$ mm) in quasi-static tension. Tensile tests were carried out on 150 fibers in five-test series to determine the influence of their variability on the tensile stress, strain at break and Young's modulus of plant fibers. Due to the dispersion of the results of the mechanical tensile properties of WF fibers, which is a characteristic of natural fibers, a statistical study is necessary. Thus, statistical tools such as the two and three-parameter Weibull distribution at 95% confidence level (CI) and the one-way analysis of variance ANOVA were carried out to study this dispersion.

摘要

天然纤维因其在增强聚合物复合材料中的应用而继续引起研究人员的注意。在航空航天、汽车、建筑、消费品等领域使用了50多年后,它们使工业设计师能够找到解决老化基础设施问题的方法。这些纤维既经济又低密度。事实上,除了它们的特殊性质,如非研磨性和生物降解性,它们是一种对环境影响较小的生态材料。*Washingtonia Filifera* (WF) 纤维等正在吸引越来越多的研究人员来替代某些纤维,如合成纤维或玻璃纤维,这些纤维在世界上被广泛使用。本研究旨在确定准静态拉伸下标距长度($GL=50$ mm)的WF纤维的力学参数。对五个试验系列中的150根纤维进行了拉伸试验,以确定它们的可变性对植物纤维的拉伸应力、断裂应变和杨氏模量的影响。由于WF纤维的机械拉伸性能(这是天然纤维的一个特征)的结果分散,因此有必要进行统计研究。因此,采用统计工具,如95%置信水平下的二参数和三参数威布尔分布(CI)以及单向方差分析(ANOVA)来研究这种离散度。

KEYWORDS

Washingtonia filifera; tensile behavior; mechanical properties; Weibull statistic; ANOVA analysis

关键词

华盛顿州; 拉伸性能; 力学性能; 威布尔统计; 方差分析

Introduction

The use of natural fibers plays a key role in the valorization of biomass (Belaadi et al. 2020). Thus, current global environmental laws are based on three principles: respect for the environment and living beings, reduction of waste and pollutants, and total or partial replacement of materials by

renewable and recyclable resources (Belaadi et al. 2020a; Adda et al. 2021; Amroune et al. 2020; Cherief et al. 2021; Makhlouf et al. 2020). Natural fiber reinforced composites have received increasing attention over the last decade, various industries. There is a wide variety of natural fibers that can be used for reinforcement or as fillers (Belaadi, Amroune, and Bourchak 2020; Boumaaza, Belaadi, and Bourchak 2021a, 2021b; Cherief et al. 2020).

Due to their wide dispersion, the mechanical characteristics of plant fibers are usually obtained by a two-parameter Weibull statistical analysis method which is often used in the field of materials science. A study by (Belaadi, Laouici, and Bourchak 2020) showed that the mechanical properties of sisal fibers are a function of the number of tests ($N = 15, 20, 30$ and 40 tests) and the GL, which is equal to 20 mm. They also observed a strong anisotropy of the sisal fiber, which led to the use of the two- and three-parameter Weibull distribution with different estimators (probability index) to estimate the elastic properties of this fiber. The authors conclude that the 2-parameter Weibull distribution is the most suitable for estimating mechanical properties compared to the 3-parameter Weibull probability. Silva et al. (Silva, Chawla, and Filho 2008) studied the behavior of the sisal unit fiber of 15 samples subjected to quasi-static tension for four GL gauge lengths (10 – 40 mm). They performed a statistical analysis of the results of the observed strength dispersion. Similarly, Virk, Hall, and Summerscales (2009b) performed a total of more than 785 jute fibers tested in static tension at different measurement lengths (GL varies from 6 mm to 300 mm) to estimate the influence of GL on mechanical properties. The authors found a wide dispersion of results, which led to applying the two-parameter Weibull analysis and the lognormal probability density function on the mechanical properties. In another recent study by (Blanchard, Sobey, and Blake 2016) on 95 specimens for a GL equal to 500 mm, the authors estimated the mechanical properties of flax yarns. However, using the same type of yarn for a GL of 100 mm, Codispoti et al. (Codispoti et al. 2015), after 10 – 15 tests, obtained stress and Young's modulus values (198 MPa and 5913 MPa, respectively) much lower than those found in the study (Blanchard, Sobey, and Blake 2016). An analysis of the tensile strength was also carried out by (Amroune et al. 2015) on treated and untreated long date palm fibers from 630 samples, using two and three-parameter Weibull statistics and analysis of variance.

Washingtonia fibers are increasingly attracting researchers as they are widely distributed throughout the world. *Washingtonia* is a genus of palm, belonging to the family: *Arecaceae*. This fiber has been studied by Gaagaia et al. on a set of only 30 fibers (Gaagaia, Bouakba, and Layachi 2019). However, the number of samples in the study of (Benzannache et al. 2021) was doubled, i.e. 60 untreated WF fibers compared to the work of (Gaagaia, Bouakba, and Layachi 2019), to minimize the variation of values and to have a better estimate of the mechanical characteristics, so a statistical study was carried out using the 2-parameter Weibull model. The fibers (WF) average mechanical properties revealed a tensile strength of 119.3 ± 86.28 MPa, an ultimate strain of 20.55 ± 11.08 and Young's modulus of 2.34 ± 1.36 GPa, for a reference length $GL = 40$ mm. Recently, (Jawaid et al. 2021) examined different biomasses of *Washingtonia*, under the scanning electron microscope. They concluded that *Washingtonia* fiber has a strong potential to be applied as a biomaterial for versatile applications in the future.

In this regard, this study aims to analyze the cross section of the fibers using SEM and to examine the quasi-static mechanical behavior of WF unit fibers on a set of 150 fibers under different numbers of tests (30 fibers/set) performed for a gauge length of 50 mm. In addition, two and three-parameter Weibull statistical analysis for different estimators and prediction methods using maximum likelihood (ML), least squares (LS) and one-way analysis of variance (ANOVA) at 95% confidence level were used to assess the quality of the mechanical properties of the fibers.

Materials and experimental techniques

The WF fibers used in this work are extracted from palms grown locally in the Skikda region (Algeria). These palms are characterized by a height of 10 – 12 m and a width of 0.3 – 0.6 m at maturity and bear brown, rough, cylindrical stipes holding the bases of evergreen, glossy green, orbicular leaves (≈ 1 m in

diameter), prickly segments, spiny petioles of more than 1 m. The fibers are easily extracted manually and immersed in distilled water to clean the outer surface (Figure 1). They are then air-dried at room temperature to remove moisture. The *Washingtonia* fiber bundles have an average diameter of $227 \pm 35 \mu\text{m}$ and a length of 500 mm for a number of samples tested of 150. The diameter of the WF fibers was observed using an optical microscope. In this study, the fiber and its cross-section were analyzed using the JSM-7600 F mode SEM from company JEOL Ltd/JAPAN. The SEM images were processed at a voltage of 2.00 KV. In order to prevent the charging effect, fibers were coated with a conductive gold film by sputter coating.

The machine used for the morphological characterization of YT fiber was conducted with JEOL-JM /6060 mode SEM and the resulting images were acquired with an accelerating voltage of 10 kV. Images were taken from the surface and cross-section of the fiber

Tensile mechanical properties (tensile strength, ultimate strain and Young's modulus) were performed on 150 *Washingtonia* fibers at a gauge length $GL = 50 \text{ mm}$ according to ASTM D3822-14 (D3822/D3822M-14) (Figure 1). All tensile tests were performed using a Zwick Roell testing machine equipped with a 5 KN load cell from company Zwick Roell Ltd/Germany, with a constant test speed of 1 mm/min, a temperature of 24°C and relative humidity of 45%.



Figure 1. (a) Plant of WF, (b) WF fibers used in this work and (c) equipment to perform the tensile test of single WF fiber.

Statistical methods

To take into account the random nature of the data, the Weibull model is widely used to deal with brittle materials where the damage distribution is a determining factor in the failure of the material, such as: palm (Amroune et al. 2015), flax (Blanchard, Sobey, and Blake 2016), sisal (Belaadi, Bourchak, and Aouici 2016) and jute Virk, Hall, and Summerscales (2009a). However, studies have also used this formulation for carbon fiber bundles and glass fibers (Jihan, Siddiquib, and Sweet 1997). A Kolmogorov-Smirnov test was performed to check whether the sample of tensile strength values is a Weibull distribution (Wiebull 1951). On the other hand, the probability density function of the three-parameter Weibull distribution, also called the cumulative distribution function (CDF), is determined by Equation (1) (Caiza and Ummenhofer 2018). The Weibull distribution assumes that the breakage of fiber comes from the degradation of its weakest element and can effectively describe the mechanical properties of fibers (Kompella and Lambros 2002). In this case, the two-parameter Weibull survival probability model $P(x)$, after simplifying Equation (5), by considering a zero threshold ($s_0 = 0$), can be translated into Eq (2) Virk, Hall, and Summerscales (2009); Virk, Hall, and Summerscales 2012). The determination of the parameters m , s and s_0 can be done by least squares (LS) estimation using Equation (3) (Belaadi et al. 2020):

$$P(x|s_0, s, m) = 1 - e^{-\left(\frac{x-s_0}{s}\right)^m} \quad x \geq s_0 \quad (1)$$

$$P(x|s, m) = 1 - e^{-\left(\frac{x}{s}\right)^m} \quad x \geq s_0 \quad (2)$$

$$\ln\left[\ln\left(\frac{1}{1-P}\right)\right] = m \ln(x) - m \ln(s) \quad (3)$$

where, the parameters x , s , s_0 and m are all positive real numbers ($R > 0$), s_0 representing the threshold (a location parameter) corresponding to an average value of the parameter x (minimum lifetime), $s > 0$ the scaling parameter (characteristic value) and m the shape parameter or Weibull modulus. The parameter s_0 also reflects the characteristic mechanical properties, namely σ_0 , ϵ_0 and E_0 , which correspond to the tensile strength, ultimate strain, and Young's modulus. This formula is a linear representation of the data if we fit the Weibull model. Then, a straight line (linear model) is obtained with slope m . The intersection point of this line gives the parameter s . The difficulty of this method is the estimation of the survival probability (P), which is usually obtained using estimators or probability indices of the type:

$$P_i = \frac{i - \alpha}{n - \Delta} \quad (4)$$

where, $\alpha = 0, 0.3, 0.375, 0.5$ and $\Delta = 0, 0.25, 0.4, 1$

There are four probability indices in the literature Toasa, Dario, and Ummenhofer (2018); Kompella and Lambros 2002) represented by Equation 5 to 8. The four options for estimating the probability index (P_i) in Minitab software version 16 are available, namely: Equation (5) is used in the case of sample populations less than 6, the Kaplan equation (Equation 6), which corresponds to the estimator for sample populations less than 10, the modified Kaplan-Meir equation (Equation 7) is used frequently, concerns sample populations from 20 to 50. Finally, for sample populations of more than 20, Equation (8) of average rank is the most used.

$$P_i = \frac{i - 0.3}{n + 1.4} \quad (5)$$

$$P_i = \frac{i - 0.375}{n + 0.25} \quad (6)$$

$$P_i = \frac{i - 0.5}{n} \quad (7)$$

$$P_i = \frac{i}{n + 1} \quad (8)$$

To evaluate the Weibull likelihood parameters, most researchers use the maximum likelihood (*ML*) method in comparison with the least squares (*LS*) estimation method to maximize the sample likelihood according to Equation (9) (Ducros and Pamphile 2018). In addition, this method has a simple method of constructing confidence intervals leading to the automatic calculation of the uncertainties of the Weibull parameters at a 95% CI. Several options in the Minitab software version 16 used in this research estimate the P_i index and choose the method or statistical approach used (*LS* or *ML*).

$$P(m, s \mid x_1, \dots, x_2) = \prod_{i=1}^n P(x_i) = \prod_{i=1}^n \frac{m}{s} \left(\frac{x_i}{s}\right)^{m-1} e^{-\left(\frac{x_i}{s}\right)^m} \quad (9)$$

Results and discussion

SEM analysis

The morphology of the *WF* plant fiber strongly influences its mechanical behavior. Indeed, when subjected to tensile stresses on its surface and especially in the transverse direction, its anisotropic character makes it more susceptible to dislocation formation. These appear heterogeneously along the entire length of the fiber and extend across the entire width of the fiber (Figure 2).

Quasi-static tensile behavior of the fiber (WF)

Figure 3(a) shows the results of the typical mechanical behavior of *WF* obtained from the stress-strain performed on thirty tests. This behavior is divided into three zones, as shown in Figure 3(b), using a single *WF* fiber. Indeed, in the first zone, the limit stress is very low; it is the zone of elastic and reversible deformation. The behavior is linear while estimating Young's modulus E thanks to Hooke's law: $\sigma = E \cdot \epsilon$. The limit tensile stress in this zone is 56 MPa, corresponding to a strain at a break of 3%. Then the irreversible plastic deformation occurs. In this zone, the nominal stress increases with the deformation until a maximum value of 150 MPa and a strain at break equal to 25%, in which the fiber breaks and is destroyed.

Figure 4 shows the scatter plot of mechanical properties versus diameter for the 180 *WF* natural fiber tests conducted on three batches using a 5% error exponential prediction model (a 95% confidence level). The relationship between fiber diameter (D) and tensile strength (σ), ultimate strain (ϵ) and modulus of elasticity (E) (Figure 4(a-c)), indicates that as σ and E decrease, ϵ increases, with a clear dispersion of mechanical properties. Indeed, a minimal dispersion of mechanical properties is observed when the properties of the three batches are higher. These dispersions are due to different parameters such as the nature and condition of the fibers or the geometry and its climate and the difficulty of the experiment, and its measurement uncertainties. This behavior is similar to that of jute fibers, reported by (Amandeep Singh, Wayne, and Summerscales 2010).

Figure 5 shows the variation of the average mechanical properties of *WF* fibers as a function of the number of samples, i.e. tensile strength, ultimate strain and modulus of elasticity in the form of boxes or Tukey diagrams (rectangular boxes) or so-called whisker boxes. This representation is defined by variable data with maximum, minimum, median, quartiles (Q1 and Q3). For example, for $N = 60$, the values of median, Q1, Q3, minimum and maximum of the samples are (110, 45, 190, 20 and 290) for stress, (25, 15, 31, 5, 42 and 2300) for strain and (1400, 3100, 500 and 7000) for Young modulus.

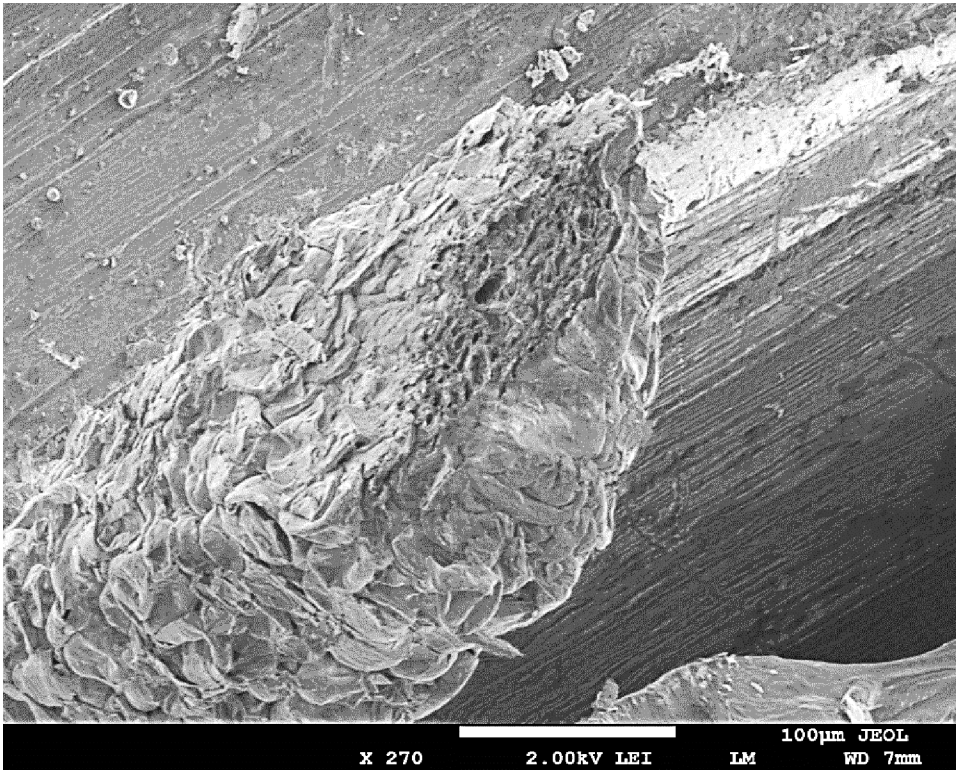


Figure 2. SEM micrograph of single *WF* fiber.

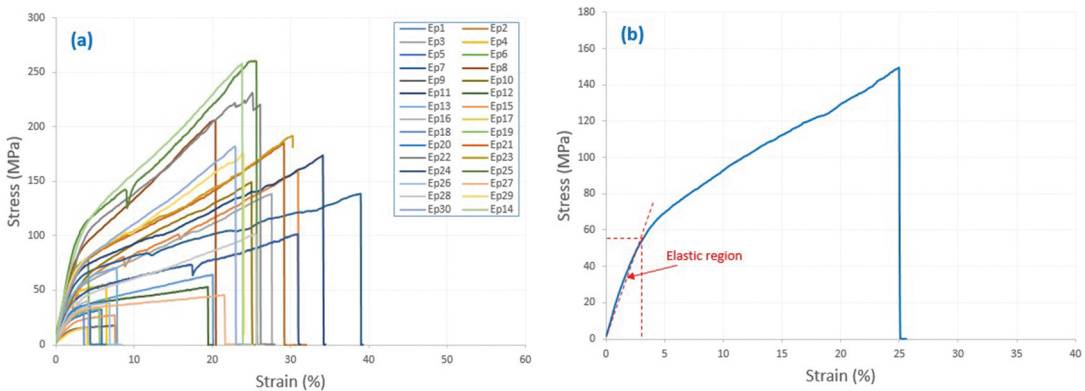


Figure 3. Stress-strain curves: (a) First thirty samples tests and (b) Typical behavior of *WF* of 50 mm gauge length under tensile test.

Table 1 summarizes the mechanical property values of the *WF* fiber tested under tensile loading are summarized, namely the results of σ , ϵ and E for five groups of samples $N = 30, 60, 90, 120$ and 150 tests. Notable dispersions of the mechanical properties are observed in Figures 4 and Figure 5, and Table 1. In fact, the obtained values of the CVs for σ , ϵ and E of the five groups of tested samples $N = 30, 60, 90, 120, 150$ are respectively (70.64, 64.37, 49.37, 44.94 and 43.57%), (53.93, 46.33, 39.65, 39.07 and 33.47%) and (58.30, 52.67, 49.75, 55.41 and 61.74%). Based on Table 1, it can be noted that it is possible to deduce the effect of the number of sample tests on the increase in mechanical properties of *WF* fibers. For example, increases in the average

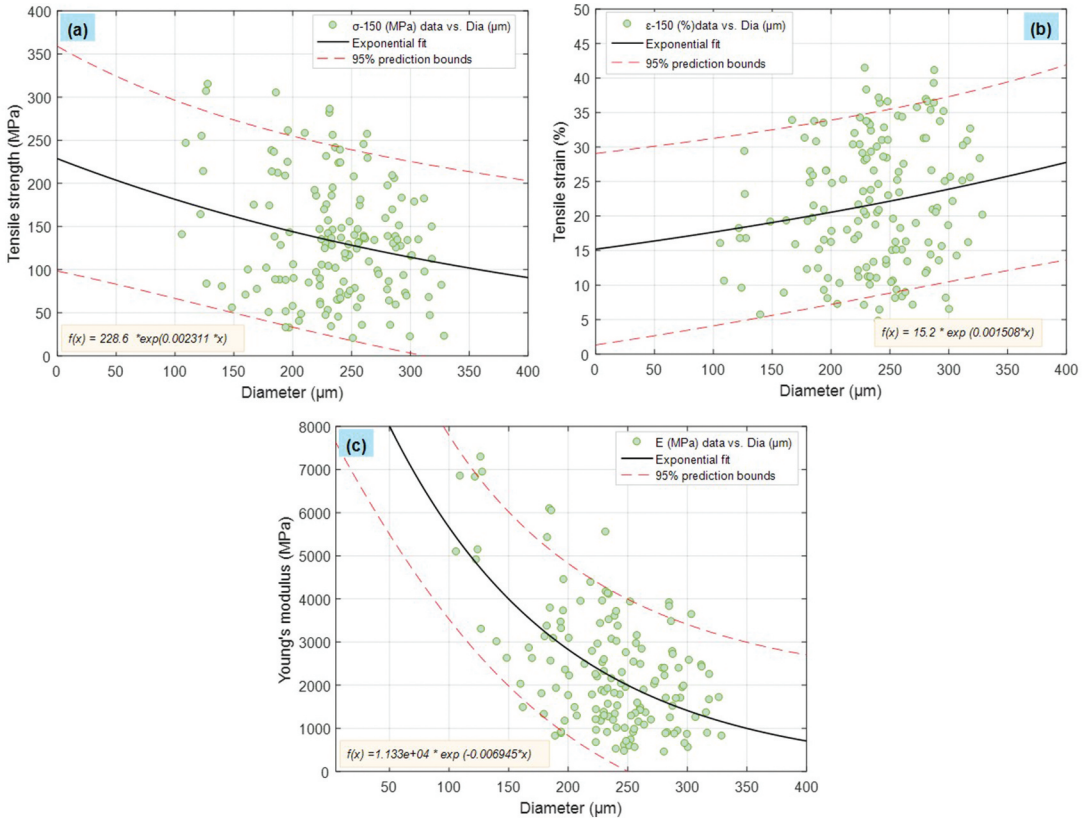


Figure 4. Mechanical properties as a function of the fiber’s diameter for all tests of the *Washingtonia filifera* (a) tensile strength vs diameter, (b) tensile strain vs diameter and (c) Young’s modulus vs diameter.

values of σ , ϵ and E , from 133.29 ± 58.08 MPa, $20.55 \pm 11.08\%$ and 2345 ± 1367 MPa respectively for the batch of 30 trials to 117.92 ± 83.30 MPa, $21.76 \pm 7.28\%$ and 2349 ± 1450 MPa for the batch consisting of 150 trials were found.

Table 2 shows the results of studies on natural fibers reported in the literature. It is difficult to compare the mechanical properties of these due to the different factors affecting the manufacture of fibers from plant fibers. The values of σ , ϵ and E in this study are higher than those in the literature (Blanchard, Sobey, and Blake 2016; Gorjan and Ambrožič 2012; Khiari et al. 2010; Park et al. 2006). This is due to the number of tests performed compared to our study, which corresponds to 60 samples. The experimental results found for the WF fibers are 124 ± 80.08 MPa for σ , $23.21 \pm 10.75\%$ for ϵ and 2.39 1.26 GPa for E . The tensile stress obtained in this study for the WF fiber with a gauge length $GL = 50$ mm and a diameter 227 ± 35 μm , is higher than that of (Amroune et al. 2015) for *Phonix*

Table 1. Mechanical properties of *Washingtonia filifera* fibers tested under tensile quasi-static load and a different number of tests.

Number of tests	Strength (MPa)			Strain (%)			Modulus (MPa)		
	Mean	SD	CV (%)	Mean	SD	CV (%)	Mean	SD	CV (%)
30	117.92	83.30	70.64	20.55	11.08	53.93	2345	1367	58.30
60	124.40	80.08	64.37	23.21	10.75	46.33	2399	1264	52.67
90	131.97	65.15	49.37	23.72	9.40	39.65	2502	1244	49.75
120	141.15	63.44	44.94	23.57	9.21	39.07	2551	1414	55.41
150	133.29	58.08	43.57	21.76	7.28	33.47	2349	1450	61.74

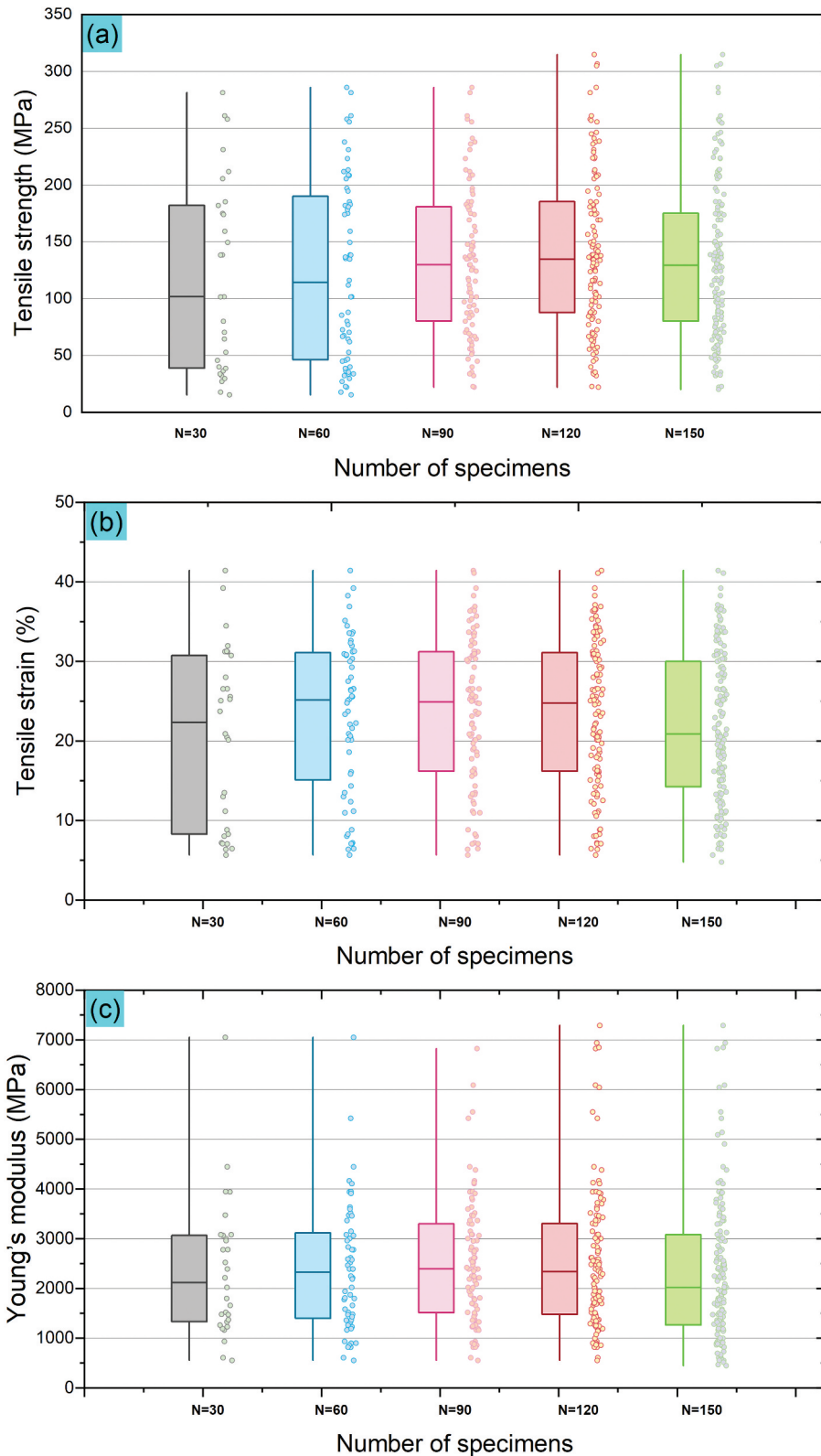


Figure 5. Variation of tensile mechanical properties as a function of the number of specimens for (a) tensile strength, (b) tensile strain and (c) Young's modulus.

dactylifera fiber (117 ± 35 MPa), and that of (Maache et al. 2017) carried out for *Juncus effusl* fiber (113 ± 36 MPa), with gauge lengths of 50 and 40 mm and diameters of 577 ± 83 and 280 ± 56 μm , respectively.

On the other hand, it should be noted that the value of σ found in this study is higher than the one found for the same *WF* treated fiber (Benzannache et al. 2021) which is 124.4 ± 80.08 MPa, carried out on 60 tests with the same *WF* fiber whose gauge length is shorter than the one used in our tests, i.e. 40 mm, and whose diameter is 234 ± 43 μm . The reason for this difference is probably due to the difference in gauge length and yarn diameter. As for ϵ and E , the results obtained in this study and in (Benzannache et al. 2021) are almost similar, they are $23.21 \pm 10.75\%$ and 2.39 ± 1.26 GPa, and $20.55 \pm 11.08\%$ and 2.3 ± 1.36 GPa, respectively.

Application of the Anderson-Darling tensile test to *WF* fibers

The Anderson-Darling goodness-of-fit test was performed to determine the best estimate of the probability on the five test sets, namely the normal distribution, the two-parameter Weibull distribution, the lognormal distribution and the three-parameter Weibull distribution (Table 3), to estimate the values of A-D that tend toward the lowest values (critical values). Table 3 summarizes the estimated values of the Anderson-Darling goodness-of-fit test. It can be observed that the minimum values of the mechanical properties lie in the Weibull distributions two and three. Therefore, it is necessary to determine which of the Weibull distributions corresponds perfectly to the experimental results. The estimated A-D values for the two-parameter Weibull distribution for *WF* fibers for σ , ϵ and E for different test batches (30, 60, 90, 120 and 150) are (1.175, 1.316, 0.338, 0.374 and 0.615), (1.359, 0.881, 0.735, 0.950 and 1.111) and (0.852, 0.483, 0.357, 0.449 and 0.242) respectively. These values are smaller than the values estimated by the three-parameter Weibull distribution (1.133, 1.818 and 0.788 for the batch of 30 tests to 0.797, 1.162 and 0.343 for the batch of 150 tests). The mechanical properties seem to correspond to the two-parameter Weibull distribution, which leads us to conclude that the mechanical property distribution of the *WF* fibers corresponds to the two-parameter Weibull distribution. Therefore, the Weibull distribution is the best estimate of the probabilities, in line with the work of (Belaadi, Bourchak, and Aouici 2016) for sisal fibers and ref. (Benzannache et al. 2021) for *WF* fibers in their work.

Table 2. Summary of previous studies on the mechanical properties of natural fibers.

Materials	Number of Samples tested	Diameter (μm)	GL (mm)	Tensile Strength (MPa)	Young's Modulus (GPa)	Elongation at break (%)	Ref.
<i>Agave americana L.</i>		265 ± 80	40	142 ± 69	2.14 ± 0.79	25.60 ± 8.25	(Bezazi et al. 2014)
<i>Phoenix dactylifera L.</i>	30	577 ± 83	50	117 ± 35	4.3 ± 1.4	3.13 ± 0.7	(Amroune et al. 2015)
<i>Coccinia grandis L.</i>	-	27.33 ± 0.38	50	273 ± 27.74	10.17 ± 1.26	2.703 ± 0.27	(Senthamaraikannan and Kathiresan 2018)
<i>Juncus effusl</i>	30	280 ± 56	40	113 ± 36	4.38 ± 1.37	2.75 ± 0.68	(Maache et al. 2017)
<i>Lygeumspartum L.</i>	30	180–433	40	280	13.2	1.49–3.74	(Belouadah, Ati, and Rokbi 2015)
<i>Furcraea foetida</i>	25	128	40	612.43 ± 52	6.44 ± 2.1	10.45 ± 1.8	(Manimaran et al. 2018)
<i>Hierochloe Odarata</i>	20	136.7 ± 4.43	50	105 ± 35	2.56 ± 0.98	2.37 ± 0.95	(Dalmis et al. 2020)
<i>Washingtonia Filifera</i>	60	234 ± 43	40	119.3 ± 86.28	2.34 ± 1.36	20.55 ± 11.08	(Benzannache et al. 2021)
<i>Washingtonia Filifera</i>	60	227 ± 35	50	124.4 ± 80.08	2.39 ± 1.26	23.21 ± 10.75	This work

Table 3. Adjusted Anderson-Darling goodness-of-fit estimates for different distributions methods (2P Weibull, 3P Weibull, Normal and Lognormal distributions).

N	Strength (MPa)				Strain (%)				Young modulus (GPa)			
	Normal	Weibull	Log-normal	3P-Weibull	Normal	Weibull	Log-normal	3P-Weibull	Normal	Weibull	Log-normal	3P-Weibull
30	1.370	1.175	1.251	1.133	1.476	1.359	1.935	1.818	1.236	0.852	0.974	0.788
60	1.636	1.316	1.668	1.317	1.172	0.881	3.091	1.594	0.915	0.483	0.682	0.555
90	0.764	0.338	1.144	0.363	0.857	0.735	2.943	1.091	1.061	0.357	0.669	0.385
120	1.028	0.374	1.355	0.397	1.044	0.950	3.233	1.209	2.850	0.449	0.438	0.538
150	1.705	0.615	1.245	0.797	1.427	1.111	2.222	1.162	3.660	0.242	0.443	0.343

Weibull distribution

One of the main qualities of the two- and three-parameter distribution of the Weibull model is the prediction of the mechanical behavior of the fibers (*WF*) at different test batches, which revealed a large dispersion of the results. Figure 6 shows the probability curves of the *LS* and *ML* statistical distribution of

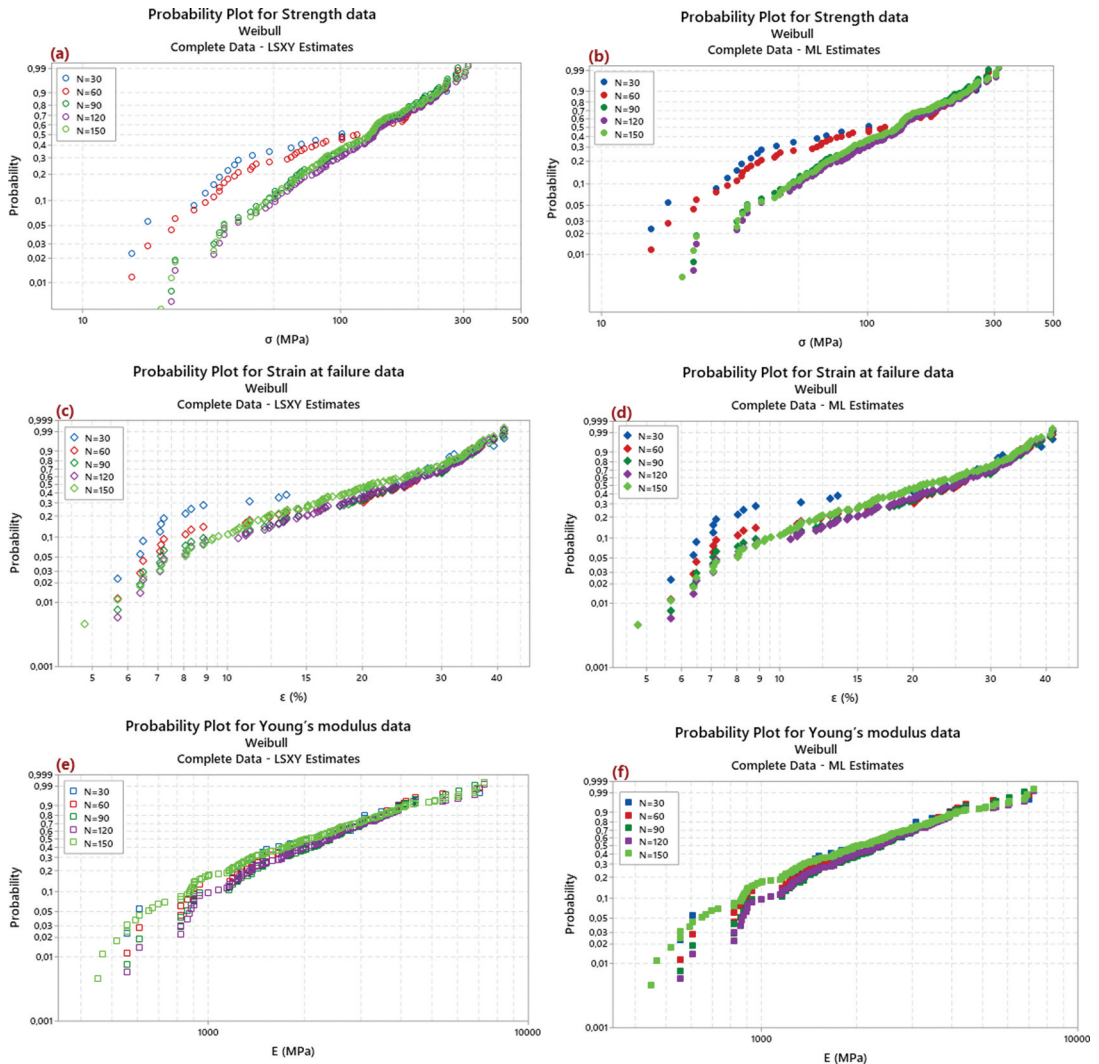


Figure 6. Two-parameter Weibull distribution for mechanical proprieties of the *Washingtonia filifera* fibers for *LS* and *ML* methods for (a, b) tensile strength, (c, d) tensile strain and (e, f) Young's modulus.

the two-parameter Weibull method obtained for σ , ϵ and E for the five test batches of the studied samples (30, 60, 90, 120 and 150 tests). From Figure 6, the experimental results of the mechanical treatments of the natural WF plant fiber satisfactorily describe the experimental results. They seem to follow a linear fit and exhibit quasi-linearity and quasi-overlap with a slight offset between them. These behaviors correspond to those observed by other authors such as (Belaadi et al. 2014a) for sisal fibers. It was noticed that for the values of tensile stress and strain at break, for the test batches $N = 30$ and 60 , the curves are shifted toward larger values (upwards). On the other hand, the values of Young’s modulus are shifted toward smaller values (downwards).

Table 4 lists the parameter values of the two-parameter Weibull distribution for four LS estimators: Median Rank, Modified Kplan-Meier, Mean Rank and Kaplan-Meier, for the five test batches. According to (Andersons, Sparniņš, and Poriķe 2009; Zafeiropoulos and Baillie 2007), the values of the correlation coefficient R^2 define the fit and the variation of the Weibull modulus. It is deduced that the Kaplan-Meier estimator offers the largest R^2 correlation coefficient than the other estimators, and this for σ , ϵ and E , which varies between 0.972 and 0.997, 0.949 and 0.997, 0.993 and 0.982 respectively. The Weibull modulus $m\sigma$, $m\epsilon$ and mE of σ , ϵ and E determined by the two-parameter Weibull distribution according to the LS method for the different test batches for the four estimators of the WF fiber samples, is strongly related to the breakage and defects of the plant fiber structure. Indeed, the Kaplan-Meier method is the most suitable, obtaining the highest values of the Weibull modulus ($m\sigma = 1.395, 1.538, 2.480, 2.141$ and $2.154, m\epsilon = 1.909, 2.299, 2.515, 2.617$ and $2.547, mE = 2.051, 2.196, 2.345, 2.301$ and 2.023). Many authors have proposed this method and in particular (Belaadi et al. 2014; Silva, Chawla, and Filho 2008). Thus, the results obtained show that the Weibull model can determine the approximate distribution of defects responsible for quasi-static failure of the plant fiber under the influence of the number of tests batches. However, there is a slight difference in the results between the LS and ML two-parameter Weibull estimation methods. In Table 5, the maximum values obtained by the ML method, which are $m\sigma = 2.169$ and $m\epsilon = 2.871$ for the 120-test batch and $mE = 2.147$ for the 90 batch, are higher than those obtained by the LS method, which are $m\sigma = 2.154$ and $m\epsilon = 2.617$ for the 120-test batch and $mE = 2.345$ for the 90 batch, respectively. In the two-parameter Weibull

Table 4. Two-parameter Weibull distribution parameters values for WF using different LS estimators at different gauge lengths (GL).

N ^{br} test	m_σ	σ_0	R^2	m_ϵ	ϵ_0	R^2	m_E	E_0	R^2
Median Rank (Benard)									
30	1.408	127	0.971	1.937	22.81	0.946	2.091	2609	0.978
60	1.551	136	0.976	2.322	26.218	0.971	2.2358	2678	0.986
90	2.142	148	0.996	2.540	26.75	0.985	2.381	2793	0.988
120	2.177	158	0.996	2.643	26.53	0.988	2.336	2818	0.977
150	2.164	149	0.994	2.574	24.387	0.989	2.051	2578	0.979
Modified Kaplan-Meier (Hazen)									
30	1.483	126	0.965	2.045	22.639	0.938	2.196	2593	0.976
60	1.605	135	0.972	2.403	26.11	0.968	2.310	2667	0.983
90	2.195	148	0.994	2.605	26.67	0.983	2.442	2784	0.986
120	2.222	158	0.995	2.698	26.46	0.986	2.387	2810	0.974
150	2.203	149	0.993	2.621	24.33	0.986	2.091	2570	0.974
Mean Rank (Herd-Johnson)									
30	1.324	128	0.976	1.818	23.03	0.952	1.973	2628	0.981
60	1.490	137	0.981	2.233	26.34	0.973	2.151	2691	0.989
90	2.080	149	0.997	2.466	26.84	0.987	2.314	2803	0.991
120	2.125	159	0.997	2.578	26.60	0.991	2.276	2827	0.979
150	2.118	149	0.996	2.518	24.45	0.991	2.005	2587	0.981
Kaplan-Meier									
30	1.395	119	0.972	1.909	21.81	0.949	2.051	2505	0.987
60	1.538	132	0.978	2.299	25.75	0.969	2.196	2628	0.992
90	2.118	146	0.996	2.515	26.43	0.984	2.345	2761	0.993
120	2.154	157	0.997	2.617	26.32	0.988	2.301	2794	0.982
150	2.141	148	0.996	2.547	24.22	0.997	2.023	2559	0.982

Table 5. Two parameter Weibull statistics values for *WF* using Maximum Likelihood method at a different number of tests.

N	Strength (MPa)			Strain (%)			Modulus (GPa)		
	m_σ	σ_0	AD	m_ϵ	ϵ_0	AD	m_E	E_0	AD
30	1.426	129	1.533	1.999	23.24	1.959	1.864	2654	1.221
60	1.572	138	1.523	2.658	26.13	1.822	2.033	2717	0.682
90	2.166	149	0.491	2.827	26.65	1.254	2.147	2833	0.585
120	2.169	159	0.472	2.871	26.49	1.336	1.938	2892	1.244
150	2.084	150	0.588	2.574	24.57	1.206	1.740	2652	1.032

analysis, the Weibull modulus values for the mechanical properties of natural *WF* show lower values in the *LS* distribution than in the *ML* distribution. Statistical analysis using the *ML* method is found to be the most appropriate for estimating the values of the mechanical properties of *WF* fiber.

Figure 7 shows the evolution of the survival probability corresponding to the mechanical properties σ , ϵ and E of the *WF* fibers according to the two-parameter Weibull method for the five batches according to the different estimation methods *LS* and *ML*. It is found that for a probability P corresponding to 50% survival of the specimens, the σ , ϵ and E correspond well to the experimentally recorded mean values respectively evaluated by *LS*. For the batch of 60 tests, the values of σ , ϵ and E , which are respectively 124.4 MPa, 23.21% and 2399 MPa, the values of σ and ϵ appear slightly higher than those obtained by (Benzannache et al. 2021) which are 119.3 MPa and 20.55%; the same value was observed for E .

ANOVA test of mechanical properties of *WF* fibers

The statistical analysis method applied to data processing is to understand better the experimental results to analyze their significance. In the present study, one-way ANOVA was applied to compare population samples based on their means and the dispersion of the data. This method helps us answer whether the means of two or more groups are significantly different. ANOVA is a form of hypothesis testing, where we have the following two hypotheses. The null hypothesis is that all the means in the sample are equal or not significantly different in statistical terms. The statistical tools used for the ANOVA are Fisher's test, CI , P , SS and MS for the determination of the mechanical property parameters to confirm the effect of the number of threads on the responses. Table 6 lists the total values of the one-way ANOVA test of the groups examined in this study (30, 60, 90, 120 and 150) with $CI = 95\%$ corresponding to the mechanical properties σ , ϵ and E of *WF* fibers. The value of $P = .000$ ($P < .001$) is below the significance level (0.05), and $F = 59.53$ is greater than the critical $F = 1.71$, so we can reject the null hypothesis that the means are equivalent. Comparing the groups, the variance corresponding to $N = 150$ appears to be significantly lower than that of the other levels. Thus, an additional analysis is necessary: by performing the one-way ANOVA test again with only 120 and 150. It can be noted that there is a statistically significant difference between the two means (Table 6) since the P probabilities are lower than 0.05. The F values are higher than the critical values. Considering this analysis, $N = 120$ is more appropriate to obtain σ , ϵ and E greater than or equal to 131 MPa, 23% and 2701 MPa, respectively.

Conclusion

The present work examined the *WF* fiber in its untreated natural state to determine the mechanical properties σ , ϵ and E of the five test number batches to deduce the batch that offers the best performance. The main results of this study are as follows: an increase in the average values of σ , ϵ and E with the increase in the number of batches from 30 to 150. The mechanical performance of the 120 test batch is the best for *WF* fiber compared to the other batches. A statistical analysis of the values of the estimation results of the *ML* and *LS* methods revealed that the Kaplan-Meier estimator is the

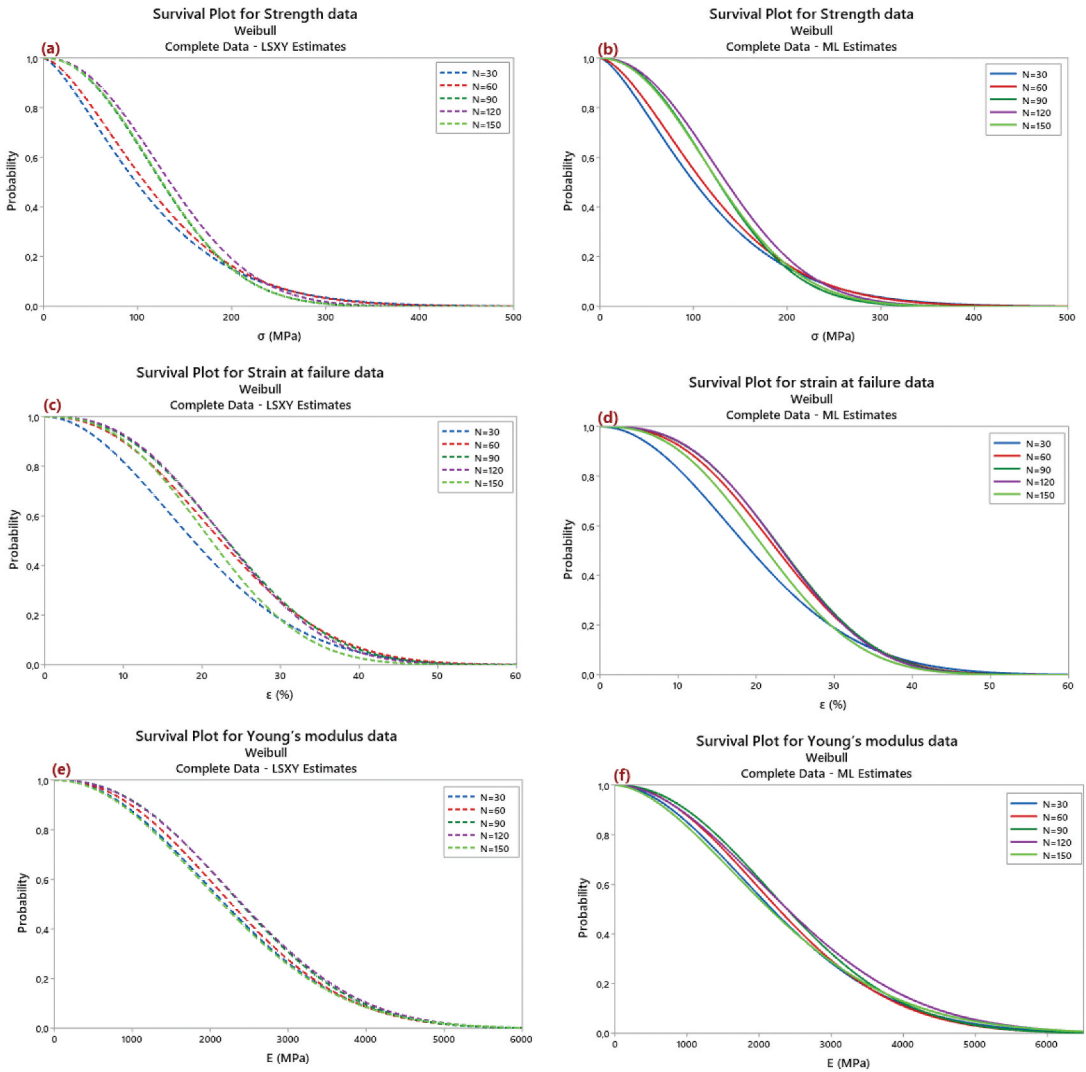


Figure 7. Probability of survival graphs of mechanical properties at a different gauge length of the *Washingtonia filifera* fibers with 2-parameter Weibull for LS and ML for (a, b) tensile strength, (c, d) tensile strain and (e, f) Young's modulus.

Table 6. ANOVA analysis of the mechanical properties of WF fibers.

Source	DF	SS	MS	F-Value	P-Value	F _{crit}
(a) ANOVA test for N = 30, 60, 90, 120 et 150 for the mechanical properties						
BG	14	546062955.9	39004496.85	59.5353184	1.06422E-91	1.71455821
WG	435	284989760.5	655148.8748			
Total	449	831052716.4				
(b) ANOVA test for ultimate tensile stress data N = 120 et 150						
BG	1	66994.9958	66994.9958	15.8332659	0.0001947	4.00687289
WG	58	245414.292	4231.2809			
Total	59	312409.288				
(c) ANOVA test for strain at failure data N = 120 et 150						
BG	1	1121.91977	1121.91977	21.7911778	1.8423E-05	4.00687289
WG	58	2986.13262	51.4850451			
Total	59	4108.05239				
(d) ANOVA test for Young's modulus data N = 120 et 150						
BG	1	20300125.1	20300125.1	7.8525976	0.00688756	4.00687289
WG	58	149938570	2585147.76			
Total	59	170238695				

best fit for the *WF*; since the values of $m\sigma$, $m\varepsilon$ and m_E provided by *LS* are respectively lower than those estimated by *ML* for the batch $N = 120$, the Kaplan-Meier estimator is the best fit for *WF*. Finally, the one-way ANOVA was also used to conclude that the mechanical properties of the *WF* yarns are dependent on the number of trials and that $N = 120$ provided the best mechanical properties.

Nomenclature

σ_0 : Characteristic strength
 ε_0 : Characteristic strain
 E_0 : Characteristic Young's modulus
 $m\sigma$, m_ε , m_E : Weibull modulus
 AD: Adjusted Anderson-Darling goodness-of-fit.
 ANOVA: Analysis of Variance
 LS: Least squares
 LM: Maximum likelihood
 CDF: Cumulative Distribution Function
 CI: Confidence interval
 P: Probability
 SS: Sum of squares
 MS: Mean of squares
 BG: Between groups
 WG: Within groups

Acknowledgments

The authors gratefully acknowledge (la Direction Générale de la Recherche Scientifique et du Développement Technologique, Algérie) DGRSDT for their support in this work.

Disclosure statement

No potential conflict of interest was reported by the author(s).

Funding

The author(s) received no financial support for the research, authorship, and/or publication of this article.

ORCID

Ahmed Belaadi  <http://orcid.org/0000-0002-6059-3974>

References

- Andersons, J., E. Sparniņš, and E. Poriķe. 2009. Strength and damage of elementary flax fibers extracted from tow and long line flax. *Journal of Composite Materials* 43:2653–64. doi:10.1177/0021998309345035.
- Amandeep Singh, V., H. Wayne, and J. Summerscales. 2010. Failure strain as the key design criterion for fracture of natural fibre composites. *Composites Science and Technology* 70 (6):995–99. doi:10.1016/j.compscitech.2010.02.018.
- Ahmadi, M. V., M. Doostparast, and J. Ahmadi. 2013. Estimating the lifetime performance index with Weibull distribution based on progressive first-failure censoring scheme. *Journal of Computational and Applied Mathematics* 239 (1):93–102. doi:10.1016/j.cam.2012.09.006.
- Amroune, S., A. Bezazi, A. Belaadi, C. Zhu, F. Scarpa, S. Rahatekar, and A. Imad. 2015. Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (*Phoenix Dactylifera* L.). *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 71:95–106. doi:10.1016/j.compositesa.2014.12.011.
- Amroune, S., A. Belaadi, R. Dalmis, Y. Seki, A. Makhoulouf, and H. Satha. 2020. Quantitatively investigating the effects of fiber parameters on tensile and flexural response of Flax/Epoxy biocomposites. *Journal of Natural Fibers* 1–16. doi:10.1080/15440478.2020.1817831.

- Adda, B., A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bourchak. 2021. Experimental investigation and optimization of delamination factors in the drilling of jute fiber–reinforced polymer biocomposites with multiple estimators. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 116:2885–907. doi:10.1007/s00170-021-07628-9.
- Bezazi, A., A. Belaadi, M. Bourchak, F. Scarpa, and K. Boba. 2014. Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of agave americana L. Natural fibres. *Composites Part B: Engineering* 66:194–203. doi:10.1016/j.compositesb.2014.05.014.
- Belaadi, A., A. Bezazi, M. Bourchak, F. Scarpa, and C. Zhu. 2014a. Thermochemical and statistical mechanical properties of natural sisal fibres. *Composites Part B: Engineering* 67:481–89. doi:10.1016/j.compositesb.2014.07.029.
- Belaadi, A., A. Bezazi, M. Maache, and F. Scarpa. 2014b. Fatigue in sisal fiber reinforced polyester composites: hysteresis and energy dissipation. *Procedia Engineering* 74:325–28. doi:10.1016/j.proeng.2014.06.272.
- Belouadach, Z., A. Ati, and M. Rokbi. 2015. Characterization of new natural cellulosic fiber from lygeum spartum L. *Carbohydrate Polymers* 134:429–37. doi:10.1016/j.carbpol.2015.08.024.
- Blanchard, J. M. F. A., A. J. Sobey, and J. I. R. Blake. 2016. Multi-scale investigation into the mechanical behaviour of flax in yarn, cloth and laminate form. *Composites Part B: Engineering* 84:228–35. doi:10.1016/j.compositesb.2015.08.086.
- Belaadi, A., M. Bourchak, and H. Aouici. 2016. Mechanical properties of vegetal yarn: statistical approach. *Composites Part B: Engineering* 106:139–53. doi:10.1016/j.compositesb.2016.09.033.
- Belaadi, A., S. Amroune, and M. Bourchak. 2020. Effect of eco-friendly chemical sodium bicarbonate treatment on the mechanical properties of flax fibres: Weibull statistics. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 106:1753–74. doi:10.1007/s00170-019-04628-8.
- Belaadi, A., M. Boumaaza, S. Amroune, and M. Bourchak. 2020a. Mechanical characterization and optimization of delamination factor in drilling bidirectional jute fibre-reinforced polymer biocomposites. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. doi:10.1007/s00170-020-06217-6.
- Belaadi, A., H. Laouici, and M. Bourchak. 2020b. Mechanical and drilling performance of short jute fibre-reinforced polymer biocomposites: statistical approach. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 106 (5):1989–2006. DOI:10.1007/s00170-019-04761-4.
- Benzannache, N., A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bourchak. 2021. Improving the mechanical performance of biocomposite plaster/ Washingtonian filifira fibres using the RSM method. *Journal of Building Engineering* 33:101840. doi:10.1016/j.jobe.2020.101840.
- Boumaaza, M., A. Belaadi, and M. Bourchak. 2021a. The effect of alkaline treatment on mechanical performance of natural fibers-reinforced plaster: Part II optimization comparison between ANN and RSM statistics. *Journal of Natural Fibers*. doi:10.1080/15440478.2021.1964129.
- Boumaaza, M., A. Belaadi, and M. Bourchak. 2021b. The effect of alkaline treatment on mechanical performance of natural fibers-reinforced plaster: optimization using RSM. *Journal of Natural Fibers* 18 (12):2220–40. doi:10.1080/15440478.2020.1724236.
- Codispoti, R., D. V. Oliveira, R. S. Olivito, P. B. Lourenço, and R. Fangueiro. 2015. Mechanical performance of natural fiber-reinforced composites for the strengthening of masonry. *Composites Part B: Engineering* 77:74–83. doi:10.1016/j.compositesb.2015.03.021.
- Cherief, M., A. Belaadi, M. Bouakba, M. Bourchak, and I. Meddour. 2020. Behaviour of lignocellulosic fibre-reinforced cellular core under low-velocity impact loading: Taguchi method. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 108:223–33. doi:10.1007/s00170-020-05393-9.
- Cherief, M., A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bourchak. 2021. The effect of geometry on the flexural properties of cellular structures reinforced with natural fibres: statistical approach. *Journal of Natural Fibers*. doi:10.1080/15440478.2021.1964134.
- Ducros, F., and P. Pamphile. 2018. Bayesian estimation of Weibull mixture in heavily censored data setting. *Reliability Engineering and System Safety* 180:453–62. doi:10.1016/j.res.2018.08.008.
- Dalmis, R., S. Köktaş, Y. Seki, and A. Ç. Kılınc. 2020. Characterization of a new natural cellulose based fiber from hierochloe odorata. *Cellulose* 27 (1):127–39. doi:10.1007/s10570-019-02779-1.
- Gorjan, L., and M. Ambrožič. 2012. Bend strength of alumina ceramics: a comparison of Weibull statistics with other statistics based on very large experimental data set. *Journal of the European Ceramic Society* 32 (6):1221–27. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2011.12.010.
- Gaagaia, D. E., M. Bouakba, and A. Layachi. 2019. Thermo-physico-chemical and statistical mechanical properties of Washingtonia filifera new lignocellulosic fiber. *Engineering Solid Mechanics* 7:137–50. doi:10.5267/j.esm.2019.3.002.
- Jihan, S., A. M. Siddiquib, and M. A. S. Sweet. 1997. Fracture strength of E-glass fibre strands using acoustic emission. *NDT and E International* 30 (6):383–88. doi:10.1016/S0963-8695(97)00009-1.
- Jawaid, M., L. K. Kian, H. Fouad, N. Saba, O. Y. Alothman, and M. Hashem. 2021. New cellulosic fibers from Washingtonia tree agro-wastes: structural, morphological, and thermal properties. *Journal of Natural Fibers* 1–11. doi:10.1080/15440478.2021.1875374.
- Kompella, M. K., and J. Lambros. 2002. Micromechanical characterization of cellulose fibers. *Polymer Testing* 21 (5):523–30. doi:10.1016/S0142-9418(01)00119-2.

- Khiari, R., M. F. Mhenni, M. N. Belgacem, and E. Mauret. 2010. Chemical composition and pulping of date palm rachis and *Posidonia oceanica* – A comparison with other wood and non-wood fibre sources. *Bioresource Technology* 101 (2):775–80. doi:10.1016/j.biortech.2009.08.079.
- Maache, M., A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, and A. Dufresne. 2017. Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus* L. *Carbohydrate Polymers* 171:163–72. doi:10.1016/j.carbpol.2017.04.096.
- Manimaran, P., P. Senthamarakannan, M. R. Sanjay, M. K. Marichelvam, and M. Jawaid. 2018. Study on characterization of *Furcraea foetida* new natural fiber as composite reinforcement for lightweight applications. *Carbohydrate Polymers* 181:650–58. doi:10.1016/j.carbpol.2017.11.099.
- Makhlouf, A., A. Belaadi, S. Amroune, M. Bourchak, and H. Satha. 2020. Elaboration and characterization of flax fiber reinforced high density polyethylene biocomposite: effect of the heating rate on thermo-mechanical properties. *Journal of Natural Fibers* 1–14. doi:10.1080/15440478.2020.1848737
- Park, J. M., S. T. Quang, B. S. Hwang, and K. L. DeVries. 2006. Interfacial evaluation of modified jute and hemp fibers/polypropylene (PP)-maleic anhydride polypropylene copolymers (PP-MAPP) composites using micromechanical technique and nondestructive acoustic emission. *Composites Science and Technology* 66 (15):2686–99. doi:10.1016/j.compscitech.2006.03.014.
- Silva, F. A., N. Chawla, and R. D. T. Filho. 2008. Tensile Behavior of High Performance Natural (Sisal) Fibers. *Composites Science and Technology* 68 (15–16):3438–43. doi:10.1016/j.compscitech.2008.10.001.
- Senthamarakannan, P., and M. Kathiresan. 2018. Characterization of Raw and Alkali Treated New Natural Cellulosic Fiber from *Coccinia Grandis* L. *Carbohydrate Polymers* 186:332–43. doi:10.1016/j.carbpol.2018.01.072.
- Toasa, C., and P. Dario. 2018. Consideration of the runouts and their subsequent retests into S-N curves modelling based on a three-parameter Weibull distribution. *International Journal of Fatigue* 106:70–80. doi:10.1016/j.ijfatigue.2017.09.010.
- Virk, A. S., W. Hall, and J. Summerscales. 2009a. Tensile properties of jute fibres. *Materials Science and Technology* 25 (10):1289–95. doi:10.1179/174328408x385818.
- Virk, A. S., W. Hall, and J. Summerscales. 2009b. Multiple data set (MDS) weak-link scaling analysis of jute fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 40 (11):1764–71. doi:10.1016/j.compositesa.2009.08.022.
- Virk, A. S., W. Hall, and J. Summerscales. 2012. Modulus and strength prediction for natural fibre composites. *Materials Science and Technology* 28 (7):864–71. doi:10.1179/1743284712y.0000000022.
- Wiebull, W. 1951. A statistical distribution function of wide applicability. *Journal of Applied Mechanics* 18:293–97. doi:10.1115/1.4010337.
- Zafeiropoulos, N. E., and C. A. Baillie. 2007. A study of the effect of surface treatments on the tensile strength of flax fibres: Part II. Application of Weibull statistics. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38 (2):629–38. doi:10.1016/j.compositesa.2006.02.005.

Annexe 2



Drilling performance of short *Washingtonia filifera* fiber–reinforced epoxy biocomposites: RSM modeling

Isma Dembri^{1,2} · Ahmed Belaadi^{1,2} · Messaouda Boumaaza³ · Hassan Alshahrani⁴ · Mostefa Bourchak⁵

Received: 18 May 2022 / Accepted: 22 July 2022 / Published online: 4 August 2022
© The Author(s), under exclusive licence to Springer-Verlag London Ltd., part of Springer Nature 2022

Abstract

The present study focuses on the optimization of the drilling process parameters of treated and untreated *Washingtonia filifera* (WF) fiber–reinforced polymer biocomposites using the desirability function approach based on the response surface methodology (RSM). Drill diameter, feed rate, and spindle speed were the three main input factors used to evaluate drilling performance. In this study, in order to have a better machinability especially a low delamination factor (F_d), the authors focused on the influence of the fiber treatment rate in the optimization of the drilling parameters. The findings revealed that diameter, feed rate, and treatment ratio were found to be important influencing factors on the delamination factor F_d . The latter was modeled statistically with a central composite design (CCD). The optimized numerical model for the delamination factor of the biocomposite reinforced with treated fiber (with 1% NaOH) showed the lowest delamination factor of 1.035 for a drill diameter of 5 mm, a feed rate of 50 mm/min and a spindle speed of 2500 rev/min. The analysis of variance (ANOVA) established the importance level of each parameter and indicated that the model was significant with a good correlation between the experimental data with $R^2=0.9713$ and adjusted $R^2=0.9561$.

Keywords *Washingtonia filifera* fiber · Alkali treatment · Drilling · Desirability · Response surface methodology

1 Introduction

In a few decades, biocomposite materials have overtaken many other types of composite materials, and their industry is imposing itself on new sectors by developing more rapidly than traditional industrial applications such as those based on synthetic fibers [1, 2]. This rapid progression is mainly due to the diversity of the fields of use of these new materials such as constructions, maritime, aerospace, sports, and general transportation [3–6]. On the other hand, biocomposites still possess adequate mechanical properties as well as their great availability in nature

and their bio-degradation characteristics [7–9]. Moreover, their low density means less emission of polluting gases, such as CO₂ or CO [10]. Extensive scientific research has been aimed at describing the various behaviors of biocomposites with a wide variety of plant fibers [7, 11] like the *Washingtonia filifera* palm [12, 13], sisal [14], jute [14–16], flax [14, 17–19], date palm [20, 21], coconut [22], pineapple [23], *Rhectophyllum camerunense* [24], *Acacia nilotica* Arch [25], and *Mauritia flexuosa* [26].

Many studies have been published on the machining of biocomposites [27, 28], and others have investigated the interaction mechanisms between the nature of the cutting tool materials and the specification of the part reinforced with synthetic fibers like glass or carbon [17, 29–31]. On the other hand, fewer studies have addressed the drilling of biocomposites based on lignocellulosic fibers with a polymer matrix [22, 32]. Comparative studies have been carried out between biocomposites and fiberglass composites [33] and the optimization of the delamination factor in the drilling of jute fiber–reinforced polymer biocomposites [27, 34, 35] using three different twist drill diameters and various drilling parameters such as rotational speed and feed rate. However, machining processes on biocomposites such as milling [36] and cutting angle are less studied [37, 38].

Literature regarding the effect of drill geometry on the drilling cut can be found in Ojo et al. [39], where their demonstration was based on the types of drill geometry when machining

✉ Ahmed Belaadi
a.belaadi@univ-skikda.dz; ahmedbelaadi1@yahoo.fr

¹ Département de Génie Mécanique, Faculté de Technologie, Université 20 Août 1955-Skikda, El-Hadaïek, Skikda, Algeria

² Laboratoire LSPN, Université 8 Mai 1945 Guelma, BP 401, 24000 Guelma, Algeria

³ Laboratoire LGCH, Université 8 Mai 1945 Guelma, BP 401, 24000 Guelma, Algeria

⁴ Department of Mechanical Engineering, College of Engineering, Najran University, Najran, Saudi Arabia

⁵ Aerospace Engineering Department, King Abdulaziz University, Jeddah, Saudi Arabia

the biocomposite. Tabet et al. [2] used HSS-TiN and BSD type drills in their drilling of jute/cork fiber based biosandwiches to minimize the delamination factor (F_d) to minimize the delamination factor (F_d). The authors estimated the contribution of the different elements of the optimal drilling conditions such as the drill diameter (10.54%) and the feed speed (66.04%) where the overall desirability factor was 97%. Other authors have studied the F_d based on tungsten twist drills (WC) to determine the optimal drilling conditions and minimize delamination [40], while others used high-speed steel (HSS) [28, 40–43]. Durão et al. [36] opted for the Taguchi method in machining biocomposites based on jute, sisal, and bamboo fibers while the drilling tools used were Tungsten Carbide Brads drills and other HSS drills with two cutting edges. The contributions of these optimal drilling conditions were 88.19% for the drill diameter and 7.64% for the feed rate and 2.62% for the spindle speed. Other authors such as Nagamathu et al. [44] used various cutting parameters to study the effect of different drill diameters on delamination during the drilling of a composite sandwich reinforced with sisal fibers where the author exploited the Taguchi L9 method to optimize the drilling input parameters. Other work on the machining of flax fiber-reinforced plastics (FFRPs) has shown the effect of drill type and geometry on delamination [39]; thus, Razghi Maleki et al. [45], Chandramohan and Rajesh [46], and Chaudhary and Gohil [47] all showed that drill geometry affects drilling torque. Mercy et al. [23] showed that with the aid of Taguchi's L_{27} orthogonal array, a lower feed rate and smaller drill diameter minimize the pushing force when drilling pineapple fiber-reinforced epoxy. Belaadi et al. [27] in their recent studies evaluated the effect of drilling parameters (spindle speed, feed rate, and short jute/polyester diameter) on the delamination factor F_d . Machado et al. [48] opted for a new method based on the acquisition of digital X-ray images of the drilled area and the evaluation of the delamination. In the literature, several methods have been proposed to estimate the influence and interaction of cutting parameters on F_d [35]. Analysis of variance (ANOVA) was used to examine the response surfaces (RSMs) and mechanical performance of jute short fiber-reinforced polymer biocomposite drilling model and to estimate the influence of spindle speed, feed rate, and tool geometry on the resulting one-dimensional delamination factor around the hole [27]. Adda et al. [34] optimized the delamination factor in jute fiber-reinforced polymer biocomposites using multiple estimators. The results obtained were estimated using ANOVA. Tabet et al. [2] used artificial neural networks (ANN) and RSM to study the influence and interaction of cutting parameters on the delamination factor F_d for bio-sandwich structures using agglomerated cork cores with woven jute fiber (WJF)-reinforced epoxy.

Consequently, the novelty of this study is to investigate the effect of drilling parameters on the delamination factor of epoxy biocomposites reinforced with untreated and treated (1% and 3% NaOH treatment) *Washingtonia filifera* short fibers

and to graphically establish the effects of the control variables (drill diameter, feed rate, and spindle speed). For this purpose, different drill diameters with different feed and spindle speeds were considered. The response surface methodology (RSM) was used to evaluate the effect and interaction of the drilling parameters on the exit delamination. Furthermore, desirability optimization function using RSM method was applied to assess the combination of the optimal cutting parameters (f , N , and d) in the biocomposites examined in this work.

2 Materials and methods

2.1 Biocomposite manufacturing

In this work, we used an epoxy resin with a density of 1.110 kg/m³; this resin is classified as MEDAPOXY STR supplied by the company GRANITEX (Algeria). The average tensile mechanical properties of this resin used in this paper were described by Cherief et al. [14], namely strength, failure strain, and Young's modulus, which are 43.13 MPa, 4.03 (%), and 2475.83 MPa, respectively. The reinforcement consists of short fibers of *Washingtonia filifera* untreated and treated with NaOH (1% and 3%) for a duration of 12 h.

The WF/epoxy laminate was produced using the hand-draping contact molding process where the fibers were prepared and then cut to 15 mm dimensions. The laminates reached a fiber content of 40% by weight and a thickness of about 6 mm. The biocomposites were impregnated at an ambient temperature of 27 °C. The assembly (fiber/matrix) was maintained in a 300×300×6 mm mold under normal atmospheric pressure (1 bar) until the end of the polymerization for 24 h. Then, the molded *Washingtonia*/epoxy laminates were left in the open air for 10 to 15 days before being cut into specimens with a diamond saw according to ASTM standards. The resulting biocomposite structures were rectangular plates of 220 mm length, 90 mm width, and 6 mm height. Finally, the specimens were post-cured at a temperature of 60 °C in an oven for 5 h to eliminate any presence of moisture that may influence the results.

The drilling tests were carried out using a DOOSAN DNM 650 HS CNC milling machine equipped with a 12,000 rpm spindle and a 2000 mm/rev feed rate (Fig. 1). Three types of biocomposites were studied in this work: biocomposites based on untreated WF fibers (NWF), WF treated at 1% (TIWF), and WF treated at 3% (T3WF).

The choice of the cutting parameters was made after a literature review grouped in Table 1. One type of drill was chosen, namely the titanium nitride twist drill (HSS-TiN) with a tip angle of 118° at different diameters (5 mm, 7 mm, and 10 mm). Other parameters are also used, such as spindle speed (500, 1500, and 2500 rpm) and three control feed rates as follows: 50, 100, and 200 (mm/min). The drilling was done dry without

Fig. 1 **a** Experimental setup for the *WF* fiber–reinforced epoxy matrix drilling test and **b** geometry of HSS-TiN drill used in this study



heat transfer fluid with the same fixture of the already published work [2, 27, 34, 35]. To reduce the bending of the parts during the drilling phase so as not to amplify the extent of the defect at the exit of the hole, solid steel support is used under the composite parts. The drilling of the holes in this study is done in a single phase (step). To have a good quality hole and avoid the wear factor of the drilling tool, the drill is replaced with a new one after five operations. Then, the drilled samples were scanned, to measure the damaged area of the drilled hole (F_d ratio), using high-resolution scanning up to 2400×4800 dpi (48-bit internal color depth) to obtain a high-quality image. The resulting images were processed using the free software ImageJ v1.47, published by the National Institute of Health, USA. In this work, the output delamination factor indicates the delamination status of the composite. It was by this formula $F_d = D_{\max}/D$, where D_{\max} is the maximum diameter measured in the damaged area and D is the actual hole diameter.

2.2 Experimental design and statistical analysis

The method of response surfaces is a set of mathematical techniques used in the analyses of problems in the field of applied research (mechanics in our case) and especially in the machining of materials such as drilling [49]. This method is based on the experimental elaboration to determine the range of independent input variables that are represented in our study by the different cutting parameters during the drilling of *WF* biocomposites. The results of the experiments were used to determine the approximate relationship between the output responses,

namely the delamination factor F_d , and the input variables, in order to optimize the parameters of the experiment to obtain the most appropriate and desired responses. Response surface methodology (RSM) quantifies the interacted and linear relationship among different process parameters with their output response. Central composite design (CCD) is one tool for optimization among the different response surface methodologies that can generate the design of the second-order experiment. CCD was applied to investigate the optimized level of the three variable design parameters and their response in decreasing the delamination value using X_1 factor, feed rate; X_2 factor, spindle speed; and X_3 factor, drill diameter. The model offers 3D contour and surface curves by analyzing the input and output parameters. In addition, an equation is given for regression by predicting the response for any input parameter variation [50]. The summary of design parameters (feed rate, spindle speed, and drill diameter) for the $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$, and $F_{d(T3WF)}$ delamination response of *Washingtonia filifera* fiber–based biocomposite plates is given below. Based on the response surface methodology, for response optimization purpose, the subsequent second-order polynomial equation is utilized as shown in Eq. (1) [51]:

$$Y = B_0 + \sum B_i X_i + \sum B_{ii} X_i^2 + \sum B_{ij} X_i X_j + E \quad (1)$$

where Y represents the response (the delamination $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$, and $F_{d(T3WF)}$), B_0 is a constant parameter, and B_i , B_{ii} , and B_{ij} denote linear coefficients, quadratic factors, and linear interaction, respectively.

Table 1 Available drilling process parameters in the literature of *Washingtonia filifera* fiber–consolidated polymer composites

Matrix	Fiber	Fiber content (% w/w)	Cutting parameters				References
			Tool material	Drill diameter d (mm)	Feed rate f (mm/rev)	Spindle speed N (rpm)	
Polyester	Treated and untreated jute fabric	30	HSS twist drill	6	0.03, 0.06, 0.09, 0.12	9.42, 15.07, 20.72, 26.36 (m/min)	[42]
Epoxy and polyester	Treated and untreated jute fabric	30	HSS twist drill	6	0.03, 0.06, 0.09, 0.12	500, 800, 1100, 1400	[52]
Epoxy	Jute fabric	43	HSS twist drill CoroDrill 854, N ₂ OC CoroDrill 856, N ₂ OC	8	0.05, 0.10, 0.15	750, 1250, 1750	[45]
Vinyl-ester	Treated (NaOH) Vetiver-jute-glass	-	Twist drills, 60°, 90°, 120°, 150°	10	0.1, 0.2, 0.3, 0.4	500, 1000, 1500, 2000	[60]
Polyester	Short jute fiber 5, 10, and 15 mm	40	Brad and Spur drills Twist drills	5, 7, 10	50, 108, 190 (mm/min)	355, 710, 1400	[16]
Epoxy	Jute fabric (210 g/m ²)	40	Brad and Spur drills Twist drills (HSS) Twist drills (HSS-TiN)	5, 7, 10	50, 108, 190 (mm/min)	355, 710, 1400	[35]
Polyester	Jute fabric (155 g/m ²)	30	Brad and Spur drills	5, 7, 10	50, 108, 190 (mm/min)	355, 710, 1400	[34]
Epoxy	Jute fabric (160 g/m ²) and cork	30	Brad and Spur drills and Twist drills (HSS-TiN)	5, 7, 10	50, 108, 190 (mm/min)	355, 710, 1400	[2]
Epoxy	Treated and untreated <i>Washingtonia filifera</i> fibers	32	Twist drills (HSS-TiN)	5, 7, 10	50, 150, 200 (mm/min)	500, 1500, 2500	This work

CS solid carbide, CSC TiN-coated solid carbide, HSS high-speed steel, BSD Brad and Spur drill

3 Results and discussions

3.1 The influence of drilling parameters on F_d

The technique for measuring the delamination factor (F_d) is a representative image processing as shown in Fig. 2 for three trials (#1, #10, and #19) and depicts the borehole entry surfaces, representative drilling damage and the final digital image acquired by ImageJ software [42, 52, 53] with a resolution of 4800 pixels using a professional scanner. The other two illustrations are demonstrations in the form of concentrated circles drawn using image processing software. These circles represent the damage caused by the withdrawal of the drill bits from the holes after drilling the three different plates of the WF fiber–reinforced biocomposite $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$, and $F_{d(T3WF)}$ (Table 2).

Delamination is the major defect encountered in composite drilling. The delamination of the fibers at the exit depends on the delamination factor, which in turn depends on the cutting speed,

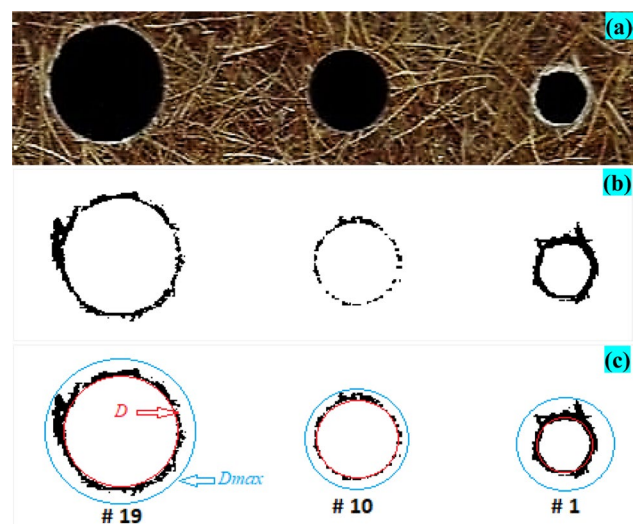


Fig. 2 Illustration of the experimental process. **a** Typical holes drilled on WF/epoxy biocomposite focusing on circumference the holes. **b** Image processing with ImageJ software. **c** delamination factor measurement method used in this work

Table 2 Design of experiments

No.	Factors	Notation	Units	Levels		
				-1	0	1
1	Spindle speed	<i>N</i>	rev/min	500	1500	2500
2	Feed rate	<i>f</i>	mm/min	50	100	200
3	Drill diameter	<i>d</i>	mm	5	7	10

the feed rate at the exit of the hole, and the diameter of the drill bit. The latter being a HSS-TiN drill bit. Table 3 shows the conditioning of these drilling parameters of epoxy plates reinforced with the treated and untreated *Washingtonia filifera* fibers.

3.2 Response surface methodology and ANOVA for delamination factor data

The experimental results for the delamination factor of the drilled holes at the exit of the three reinforcements $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$, and $F_{d(T3WF)}$ under the different processing conditions for the plates of the biocomposite based on *Washingtonia filifera* fibers are summarized in Table 3.

The experimental results were explored using RSM statistical tool, which aims to investigate the relationships between the dependent and independent variables involved in the experiment that result in the relationship between delamination and the different cutting parameters. The actual and coded inputs for the design factors were explored using RSM. The interaction among the three independent variables with their respective response was examined using a CCD as previously explained. A total of 27 different experiments were included in the experimental design, which were conducted according to the scheme mentioned in Table 2.

In this study, the mathematical equations of the regression for the different delamination factors of the drilling of the *Washingtonia filifera*/epoxy biocomposite structure are written in the following forms:

$$\begin{aligned}
 F_{d(NWF)} = & +0.806823 + 0.000390 \times f - 6.41717 \times 10^{-6} \times N + 0.074708 \times d \\
 & - 3.08363 \times 10^{-8} \times f \times N - 0.000026 \times f \times d + 1.83139 \times 10^{-6} \\
 & \times N \times d - 1.51567 \times 10^{-7} \times f^2 - 1.95294 \times 10^{-9} \times N^2 - 0.005515 \times d^2
 \end{aligned}
 \tag{2}$$

$$\begin{aligned}
 F_{d(T1WF)} = & 1.05715 + 0.000491 \times f + 0.000013 \times N - 0.013605 \times d \\
 & - 5.73136 \times 10^{-8} \times f \times N - 3.60102 \times 10^{-4} \times f \times d - 1.95408 \times 10^{-7} \\
 & \times N \times d - 4.53589 \times 10^{-7} \times f^2 - 4.74652 \times 10^{-9} \times N^2 + 0.001385 \times d^2
 \end{aligned}
 \tag{3}$$

$$\begin{aligned}
 F_{d(T3WF)} = & 1.09081 + 0.000035 \times f - 0.000026 \times N + 0.003798 \times d \\
 & + 4.68683 \times 10^{-8} \times f \times N + 4.49087 \times 10^{-6} \times f \times d + 1.51592 \times 10^{-7} \\
 & \times N \times d + 4.08801 \times 10^{-8} \times f^2 + 3.56825 \times 10^{-9} \times N^2 + 0.000389 \times d^2
 \end{aligned}
 \tag{4}$$

The quadratic regression models used are summarized in Table 4 to be able to optimize the cutting conditions of $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$, and $F_{d(T3WF)}$ delamination model responses. The verification of the fitted models was performed by the sequential *P* value and also using the fitted and predicted R^2 regression coefficient to indicate whether the model correctly predicts the new structures. It is observed in the values in Table 4 that the difference between the predicted and fitted values is less than 2, which shows that the regression model fits the existing data well with 95% confidence level and gives a satisfactory result since the predicted values are almost identical to the experimental values.

The analysis of variance (ANOVA) technique is used to test the sufficiency of the model and the results of the ANOVA test are presented in Table 5. The selection or elimination of the model terms was based on the Prob > *F* value with 95% confidence level [54]. In all three models, the Prob > *F* value is less than 0.0500, indicating that the model terms are statistically significant at 95% confidence level [55], and the *F* value of the $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$, and $F_{d(T3WF)}$ models is 150.99, 63.88, and 175.48 due to noise, which means that the predicted model is highly significant in determining the delamination factor. In the $F_{d(NWF)}$ model, the factors *f*, *N*, *d*, $f \times N$, $f \times d$, $N \times d$, and $d \times d$ are significant terms in the model. From the above equations, *f*, *N*, and *d* are the linear terms, $f \times N$, $f \times d$, and $N \times d$ are the interactive terms and $d \times d$ is the quadratic term. Indeed,

Table 3 Experimental results for delamination factor of the drilled holes at the exit

Experiment number	Input variables						Output variables		
	f (mm/min)	N (rev/min)	d (mm)	f (mm/min)	N (rev/min)	d (mm)	Fd_1	Fd_2	Fd_3
1	-1	-1	-1	50	500	5	1.056	1.036	1.109
2	0	-1	-1	100	500	5	1.063	1.062	1.115
3	1	-1	-1	200	500	5	1.084	1.079	1.130
4	-1	0	-1	50	1500	5	1.049	1.048	1.098
5	0	0	-1	100	1500	5	1.060	1.058	1.105
6	1	0	-1	200	1500	5	1.080	1.070	1.116
7	-1	1	-1	50	2500	5	1.047	1.036	1.085
8	0	1	-1	100	2500	5	1.060	1.040	1.098
9	1	1	-1	200	2500	5	1.070	1.050	1.111
10	-1	-1	0	50	500	7	1.075	1.051	1.132
11	0	-1	0	100	500	7	1.084	1.061	1.134
12	1	-1	0	200	500	7	1.097	1.074	1.138
13	-1	0	0	50	1500	7	1.076	1.047	1.112
14	0	0	0	100	1500	7	1.081	1.051	1.121
15	1	0	0	200	1500	7	1.093	1.064	1.137
16	-1	1	0	50	2500	7	1.066	1.038	1.106
17	0	1	0	100	2500	7	1.068	1.043	1.115
18	1	1	0	200	2500	7	1.080	1.049	1.138
19	-1	-1	1	50	500	10	1.010	1.075	1.163
20	0	-1	1	100	500	10	1.017	1.080	1.165
21	1	-1	1	200	500	10	1.026	1.090	1.182
22	-1	0	1	50	1500	10	1.020	1.074	1.147
23	0	0	1	100	1500	10	1.027	1.079	1.165
24	1	0	1	200	1500	10	1.026	1.079	1.172
25	-1	1	1	50	2500	10	1.024	1.060	1.138
26	0	1	1	100	2500	10	1.027	1.063	1.147
27	1	1	1	200	2500	10	1.026	1.063	1.171

the interactive terms $N \times d$ for the model $F_{d(T1WF)}$ and $f \times d$, $N \times d$ for the model $F_{d(T3WF)}$ are not significant. The cutting speed (N) influences the delamination less significantly than the diameter. The coefficients of determination R^2 of the

models $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$, and $F_{d(T3WF)}$ are 0.9876, 0.9713, and 0.9894, respectively. When R^2 reaches 100%, the model has perfect predictability and reaching 0% implies that the model has no predictive ability [56].

Table 4 Summary of statistical models of $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$, and $F_{d(T3WF)}$ responses

	Source	Sequential p value	Adjusted R^2	Predicted R^2	
$F_{d(NWF)}$	Linear	0.0001	0.5346	0.4541	
	2FI	0.5411	0.5182	0.3641	
	Quadratic	< 0.0001	0.9811	0.9712	Suggested
	Cubic	0.0828	0.9886	0.9663	Aliased
$F_{d(T1WF)}$	Linear	<0.0001	0.7838	0.7307	
	2FI	0.0181	0.8479	0.8087	
	Quadratic	< 0.0001	0.9561	0.9188	Suggested
	Cubic	0.5459	0.9541	0.8286	Aliased
$F_{d(T3WF)}$	Linear	<0.0001	0.9707	0.9635	
	2FI	0.0301	0.9782	0.9617	
	Quadratic	0.0478	0.9837	0.9681	Suggested
	Cubic	0.5643	0.9827	0.9277	Aliased

Table 5 ANOVA for the response surface quadratic model for different delamination factors

Source	DF	SS	MS	F value	p value	Cont. %	Remarks
(a) ANOVA for delamination factor $Fd_{(NWF)}$							
Model	9	0.0179	0.0020	150.99	<0.0001		Significant
<i>f</i>	1	0.0013	0.0013	101.63	<0.0001	7.14	Significant
<i>N</i>	1	0.0001	0.0001	7.64	0.0133	0.55	
<i>d</i>	1	0.0080	0.0080	605.82	<0.0001	43.96	Significant
<i>f</i> × <i>N</i>	1	0.0001	0.0001	5.04	0.0383	0.55	
<i>f</i> × <i>d</i>	1	0.0003	0.0003	24.02	0.0001	1.65	Significant
<i>N</i> × <i>d</i>	1	0.0003	0.0003	19.31	0.0004	1.65	Significant
<i>f</i> × <i>f</i>	1	3.033E−06	3.033E−06	0.2298	0.6378	0.02	
<i>N</i> × <i>N</i>	1	0.0000	0.0000	1.69	0.2113	0.00	
<i>d</i> × <i>d</i>	1	0.0065	0.0065	488.97	<0.0001	35.71	Significant
Residual	17	0.0002	0.0000				
Pure error	1	7.260E−07	7.260E−07				
Cor total	26	0.0182					
SD=0.0036						$R^2=0.9876$	
Mean=1.06						R^2 adjusted=0.9811	
Coefficient of variation=0.3443						R^2 predicted=0.9712	
						Adequate	
						precision=36.953	
(b) ANOVA for delamination factor $Fd_{(TIWF)}$							
Model	9	0.0060	0.0007	63.88	<0.0001		Significant
<i>f</i>	1	0.0013	0.0013	120.17	<0.0001	20.97	Significant
<i>N</i>	1	0.0016	0.0016	158.13	<0.0001	5.81	Significant
<i>d</i>	1	0.0016	0.0016	155.08	<0.0001	38.81	Significant
<i>f</i> × <i>N</i>	1	0.0002	0.0002	22.09	0.0002	3.23	
<i>f</i> × <i>d</i>	1	0.0003	0.0003	27.29	<0.0001	4.84	Significant
<i>N</i> × <i>d</i>	1	2.902E−06	2.902E−06	0.2788	0.6043	0.05	
<i>f</i> × <i>f</i>	1	0.0000	0.0000	2.61	0.1247	0.00	
<i>N</i> × <i>N</i>	1	0.0001	0.0001	12.64	0.0024	1.61	
<i>d</i> × <i>d</i>	1	0.0004	0.0004	39.08	<0.0001	6.45	Significant
Residual	17	0.0002	0.0000				
Pure error	1	6.845E-08	6.845E-08				
Cor total	26	0.0062					
SD=0.0032						$R^2=0.9713$	
Mean 1.06						R^2 adjusted=0.9561	
Coefficient of variation=0.3044						R^2 predicted=0.9188	
						Adequate	
						precision=27.882	
(c) ANOVA for delamination factor $Fd_{(T3WF)}$							
Model	9	0.0174	0.0019	175.48	<0.0001		Significant
<i>f</i>	1	0.0023	0.0023	211.99	<0.0001	13.07	Significant
<i>N</i>	1	0.0012	0.0012	113.00	<0.0001	6.82	Significant
<i>d</i>	1	0.0120	0.0120	1090.91	<0.0001	68.18	Significant
<i>f</i> × <i>N</i>	1	0.0002	0.0002	13.93	0.0017	1.14	
<i>f</i> × <i>d</i>	1	9.599E−06	9.599E−06	0.8698	0.3641	0.05	
<i>N</i> × <i>d</i>	1	1.746E−06	1.746E−06	0.1583	0.6957	0.01	
<i>f</i> × <i>f</i>	1	2.206E−07	2.206E−07	0.0200	0.8892	0.00	
<i>N</i> × <i>N</i>	1	0.0001	0.0001	6.74	0.0189	0.57	
<i>d</i> × <i>d</i>	1	0.0000	0.0000	2.91	0.1064	0.00	
Residual	17	0.0002	0.0000				
Pure error	1	0.0000	0.0000				

Table 5 (continued)

Source	DF	SS	MS	F value	p value	Cont. %	Remarks
(a) ANOVA for delamination factor $F_{d(NWF)}$							
Cor total	26	0.0176					
$SD=0.0033$							$R^2=0.9894$
Mean 1.13							R^2 adjusted=0.9837
Coefficient of variation=0.2936							R^2 predicted=0.9681
							Adequate
							precision = 45.137

The normal probability plots presented in Fig. 2a–c proved the effect of minimum scattering occurred on the tendency line caused by the residual points coinciding with the normal probability. The relationship between the predicted and actual response on the biocomposite delamination factor is presented in Fig. 2d–f. The comparison of the predicted set of values to determine the adequate accuracy of the model studied yields arithmetic means of the prediction error of 36.953, 27.882, and 45.137 greater than 4. These values were utilized to determine the interaction among the independent variables as a function of the output response. To perform model adequacy and significance calculations, the residuals between the predicted and actual values were favored. A constant variance is required for the residual plot and the residual points were distributed symmetrically with clustering around the center of the plot. Figure 3 explains the implication of random dispersion by furnishing a graph from residuals as a function of experimental run order and predicted response values. The residual locations on the graph were clustered and dispersed symmetrically around the midpoint, testing the constant variance assumption [57] (Fig. 4).

3.3 Interaction among various parameters of RSM process

Figures 5 and 6 illustrate a response surface mapping of the delamination of untreated and treated (1% and 3% NaOH treatment) *Washingtonia filifera* short fiber–reinforced biocomposites against diameter (d), spindle speed (N), and feed rate (f). For the biocomposite consisting of untreated fibers, the delamination was found to be no more than 1.05 when the feed rate was from 50 to 75 mm/min and the diameter was from 5 to 10 mm. Furthermore, the delamination was found to be more than 1.08 when the spindle speed was from 155 to 200 mm/min and the diameter was from 5.8 to 7.5 mm (Fig. 5a). In the case of the biocomposite made of fibers treated with 1%, it was noted that $F_{d(T1WF)}$ did not exceed 1.04 for feed rates ranging from

(50 to 80 mm/min) and a diameter of (5 to 7.5 mm). The latter exceeded 1.07 when the feed rate was from 148 to 200 mm/min and a diameter of 9.8 to 10 mm. For biocomposite treated with 3% NaOH, $F_{d(T3WF)}$ did not exceed 1.10 when the feed rate was between 50 and 120 mm/min and a diameter of 5 to 6.4 mm and exceeded 1.17 when the feed rate was from 130 and 200 mm/min and a diameter of 9.3 to 10 mm (Fig. 5b, c).

Figure 6 combines the 3D plots of the three output parameters $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$, and $F_{d(T3WF)}$ for the combination of (f - N), (f - d), and (N - d) drilling conditions. In the results, a larger slope was found for diameter drill (d) and a smaller one for spindle speed (N), revealing nearly no effect on the delamination factor for the feed rate. This tendency is in agreement with the ANOVA findings presented in Table 5, in which the minimum delamination was obtained by using minimum values for d and f , and a maximum value for N . These results were found to be in good agreement with Tabet et al. [2] who used a bidirectional jute fiber and cork bio-sandwich material.

3.4 Optimization of drilling conditions for delamination factor data

Several studies have been carried out to optimize the drilling parameters. There are different techniques for selecting the optimum drilling parameters to achieve the desired results. This generally has an impact on performance measured in terms of drilling time, global cost of the drilling operation, and overall surface texture. Therefore, the desirability function (DF) method is proposed in this research to optimize the multi-objective response. This approach is largely practiced by researchers [58, 59] due to its ease of application, performance, and accessibility. Design Expert 10 software was used in this work. DF tool allows us to assess, based on the responses calculated by the statistical model, the percentage of success in achieving the set objectives. The main objective of the optimization is to determine the cutting parameters as well as the minimization of the

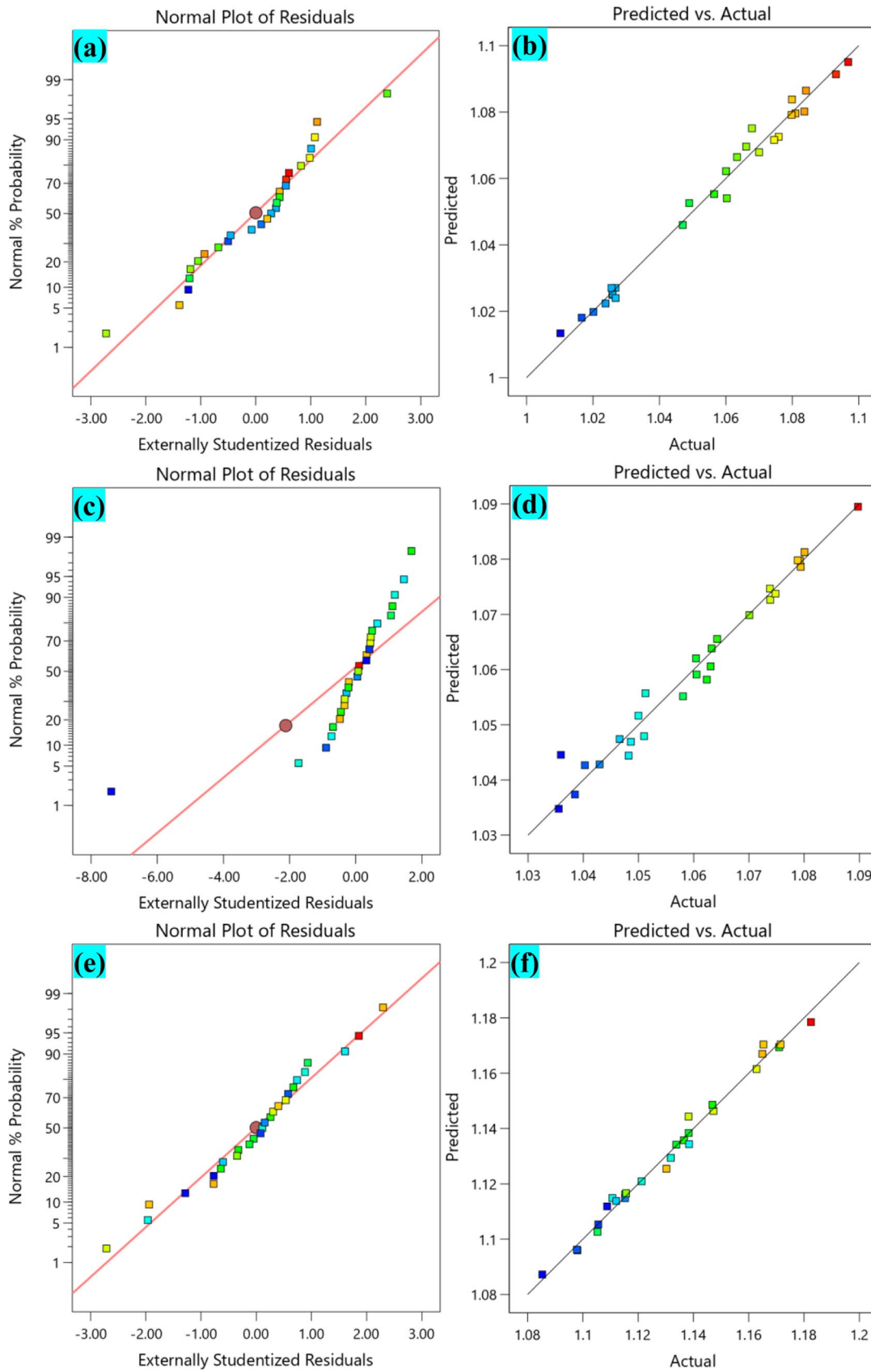


Fig. 3 Normal probability distribution and predicted vs. actual values for the obtained delaminations **a**, **b** $F_{d(NWF)}$, **c**, **d** $F_{d(T1WF)}$, and **e**, **f** $F_{d(T3WF)}$

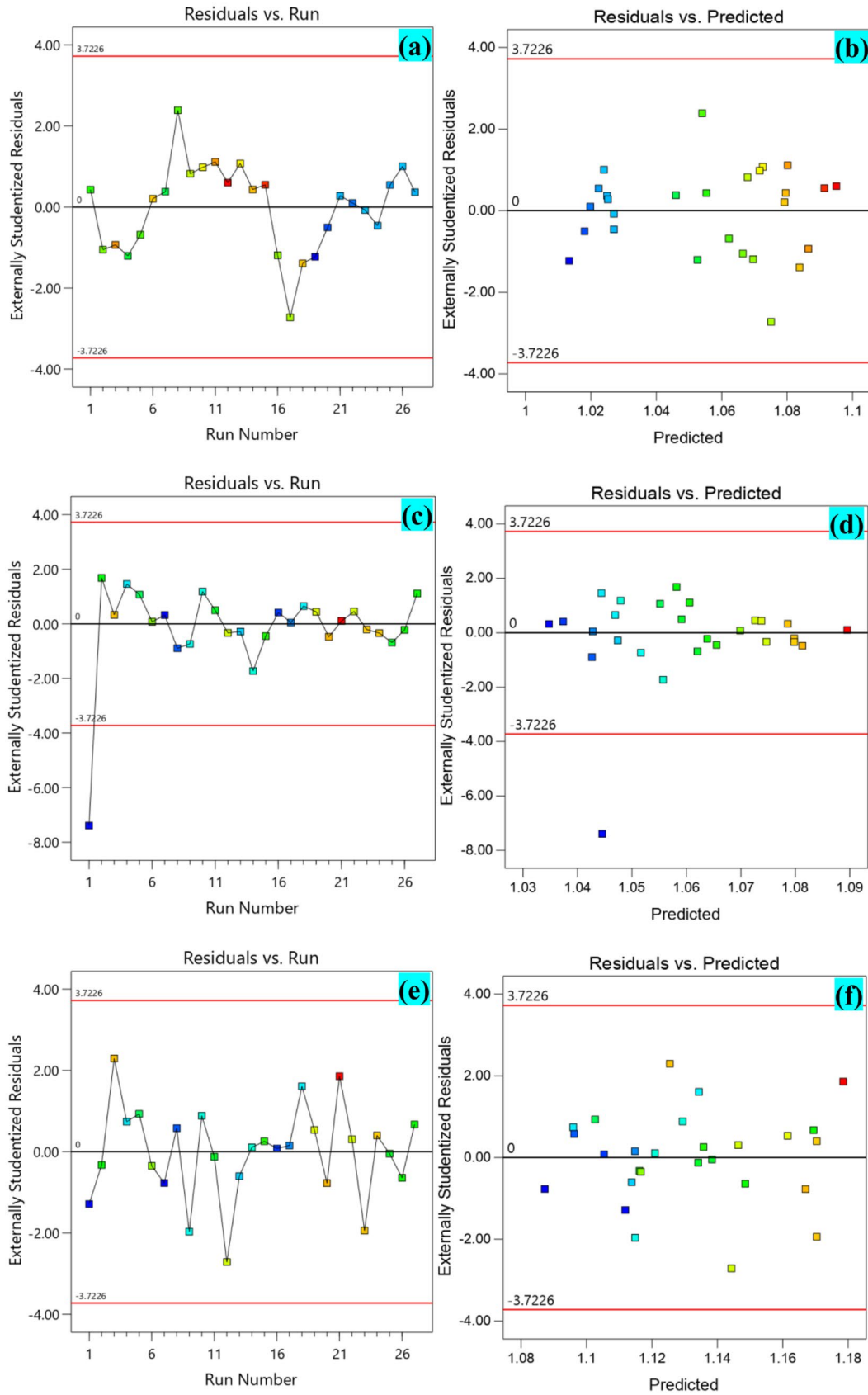


Fig. 4 Residuals vs. the order of realization and residuals vs. the predicted values for the obtained delaminations **a, b** $F_{d(NWF)}$, **c, d** $F_{d(T1WF)}$ and **e, f** $F_{d(T3WF)}$

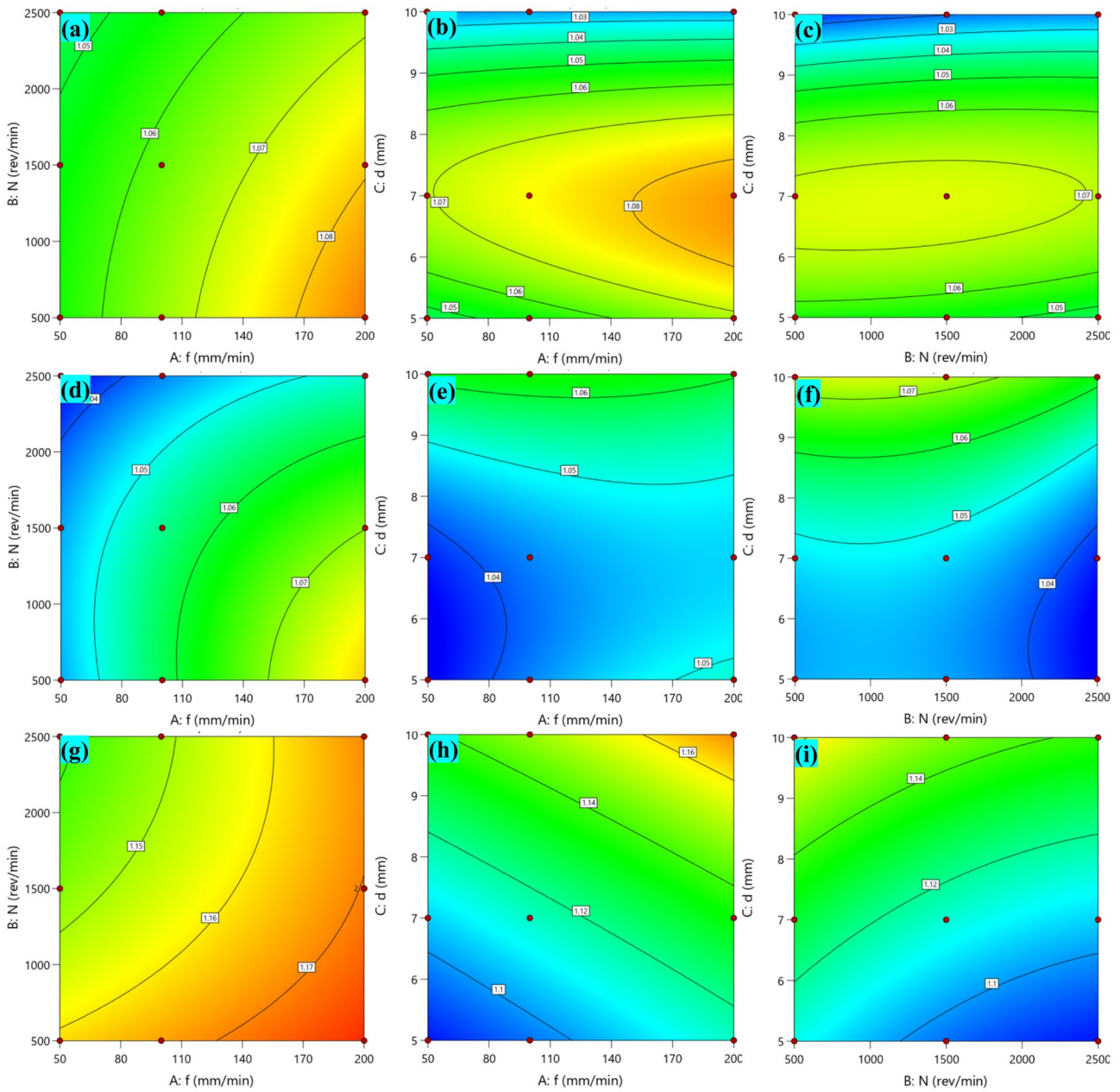


Fig. 5 Contour plots for predicted data of the different F_d : **a–c** $F_{d(NWF)}$, **d–f** $F_{d(T1WF)}$, and **g–i** $F_{d(T3WF)}$ evaluated as a function of the cutting parameters of the *Washingtonia filifera*/epoxy biocomposites produced (f , N , and d)

delamination factors. The drilling parameters used in the optimization process are presented in Table 6, and the optimized values of the factors and responses are presented in Table 7.

Figures 7 and 8 show the ramp function distribution and desirability contour mapping for the three types of biocomposites as well as their combination. The ten trials

were chosen because of the desirability factor near the unit. The first ten trials show that a high cutting speed and feed rate and a small tool diameter are suitable for reducing the delamination factor with a desirability rate of 0.919 for $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$, and $F_{d(T3WF)}$. In fact, according to the highest desirability value, the optimal drilling machining conditions according to Table 7 ($f = 50$ mm/min, $N = 2500$ rpm,

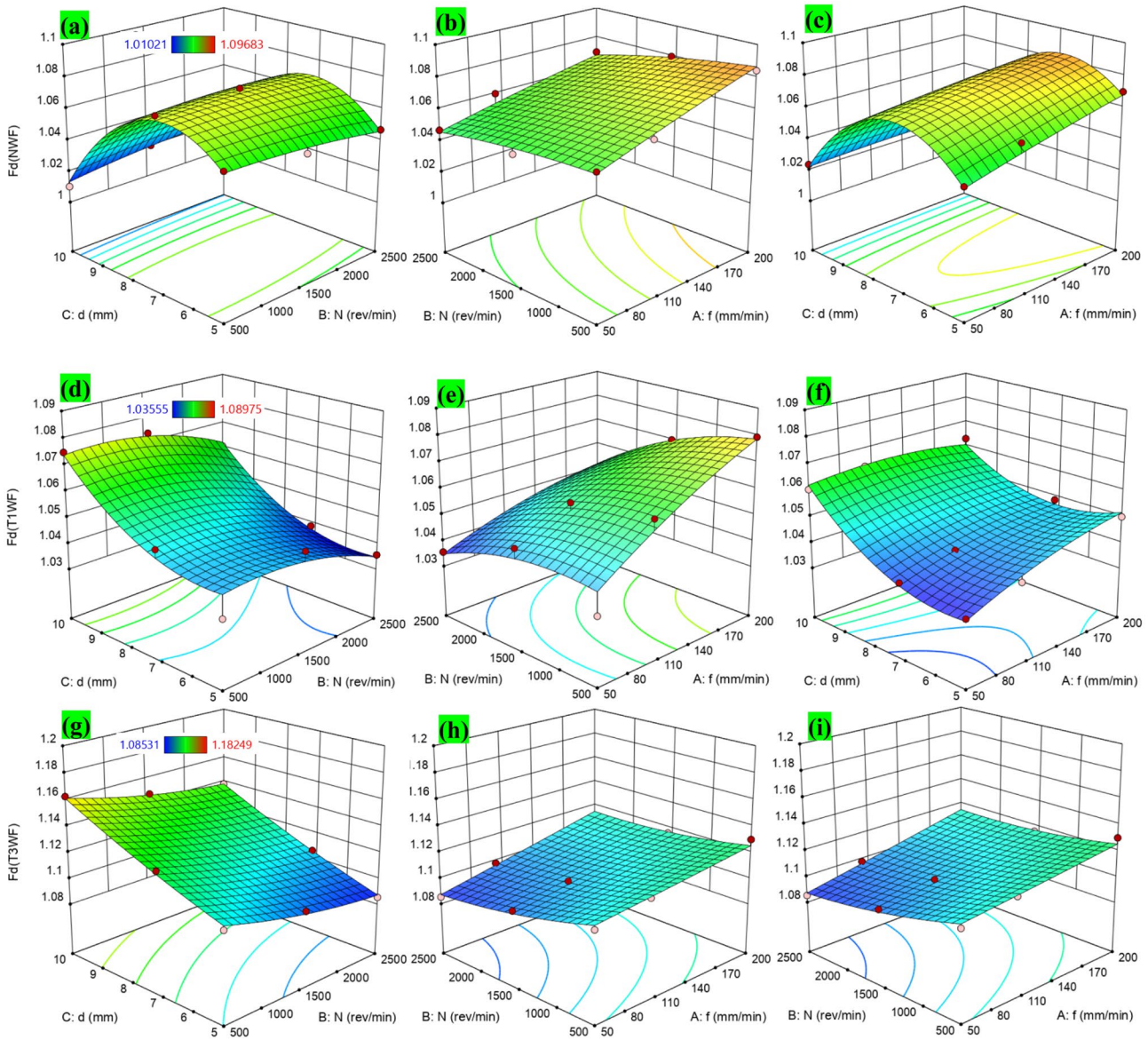


Fig. 6 3D plots for predicted data of the different F_d : **a–c** $F_{d(NWF)}$, **d–f** $F_{d(T1WF)}$, and **g–i** $F_{d(T3WF)}$ evaluated as a function of the cutting parameters of the *Washingtonia filifera*/epoxy biocomposites produced (f , N , and d)

and $d = 5$ mm) lead to minimum delamination (F_d) for $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$, and $F_{d(T3WF)}$, whose values were 1.046, 1.035, and 1.087 respectively.

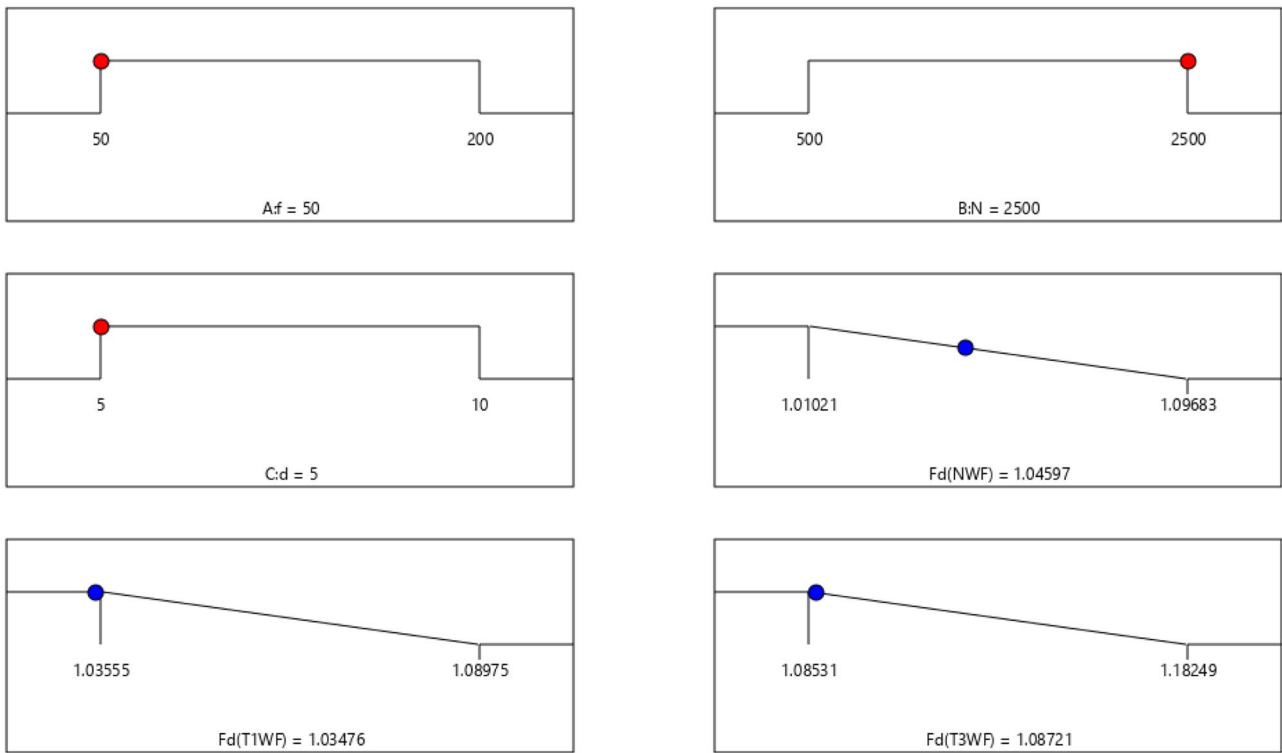
Table 6 Goals and parameter ranges for optimization of cutting conditions for different F_d

Condition	Goal	Lower limit	Upper limit
Feed rate, f (mm/min)	Is in range	50	200
Spindle speed, N (rev/min)	Is in range	500	2500
Drill, d (mm)	Is in range	5	10
$F_{d(NWF)}$	Minimize	1.010	1.096
$F_{d(T1WF)}$	Minimize	1.035	1.089
$F_{d(T2WF)}$	Minimize	1.085	1.182

Figure 9 shows the influence of the drilling parameters on their delamination factor, which is the diameter of the drilling tool, the feed rate, and the spindle speed. An increase in feed rate was observed to result in an increase in the delamination factor during drilling. The diameter of the drilling tool had an important effect on the performance of drilling biocomposites as 43.96%, 38.81% and 68.14% for $F_{d(NWF)}$, $F_{d(T1WF)}$, and $F_{d(T3WF)}$, respectively. The increase in the diameter of the feed rate and the drilling tool caused an increased surface contact between the tool load and the hole in the biocomposite material, thereby increasing the delamination factor. Consequently, by operating with optimized drilling parameters, drilling delamination can be significantly lowered.

Table 7 Response optimization for response parameters using RSM for different F_d

Test no.	Machining parameters			Response parameters			Desirability
	f (mm/min)	N (rev/min)	d (mm)	$F_{d(NWF)}$	$F_{d(T1WF)}$	$F_{d(T3WF)}$	
1	50.000	2500.000	5.000	1.046	1.035	1.087	0.919
2	50.000	2492.278	5.000	1.046	1.035	1.087	0.919
3	50.001	2491.030	5.000	1.046	1.035	1.087	0.919
4	50.695	2499.967	5.000	1.046	1.035	1.087	0.918
5	50.001	2478.872	5.000	1.046	1.035	1.087	0.918
6	50.000	2461.741	5.000	1.046	1.035	1.087	0.917
7	51.676	2499.993	5.000	1.046	1.035	1.088	0.917
8	50.001	2499.978	5.023	1.047	1.035	1.087	0.917
9	50.003	2447.289	5.000	1.046	1.036	1.087	0.917
10	52.689	2499.992	5.000	1.046	1.035	1.088	0.916



Desirability = 0.919

Fig. 7 Optimal solutions for biocomposite elaborated with fibers treated and untreated

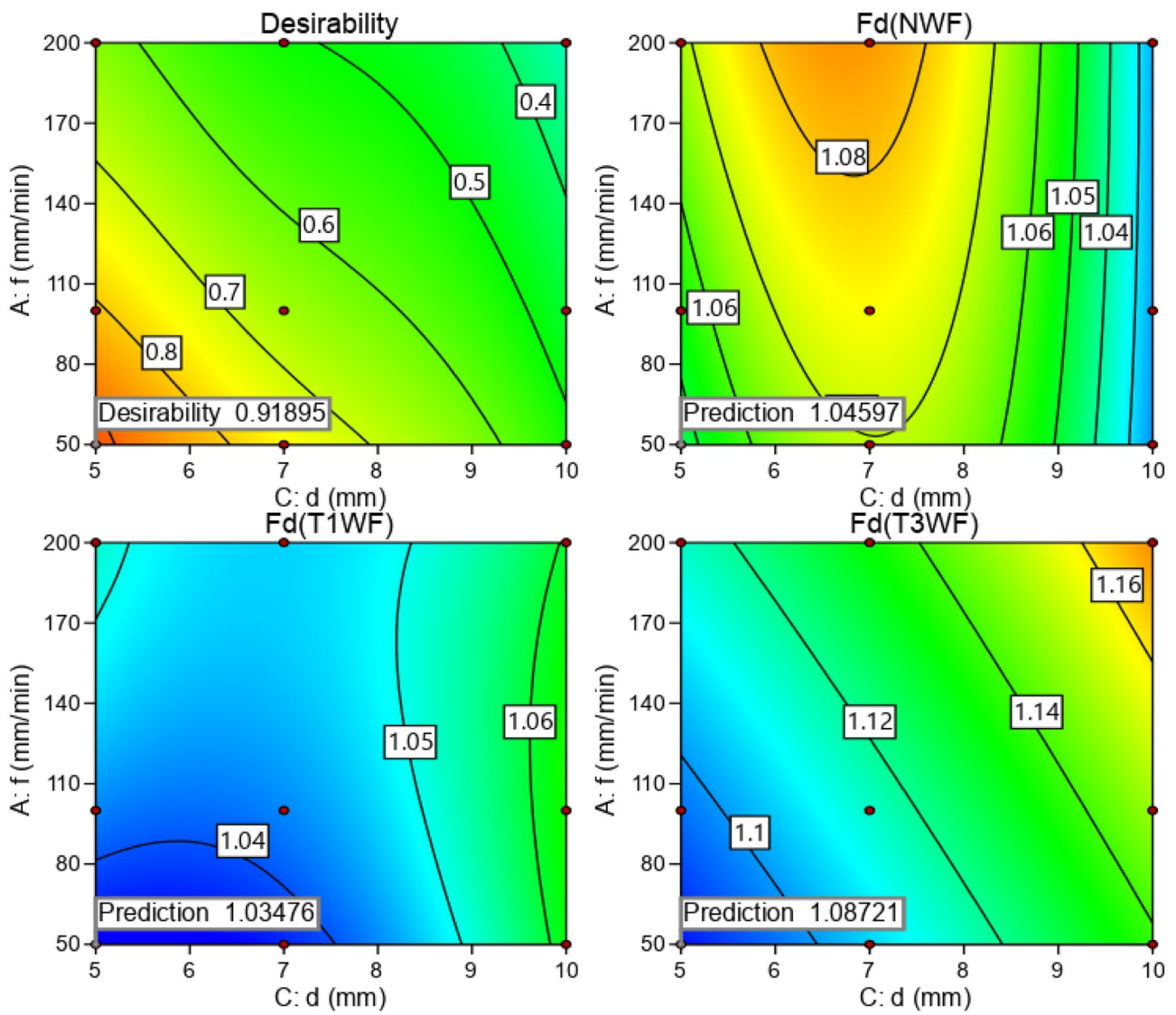


Fig. 8 Desirability function curve of the three responses according to the two variables feed rate and spindle speed

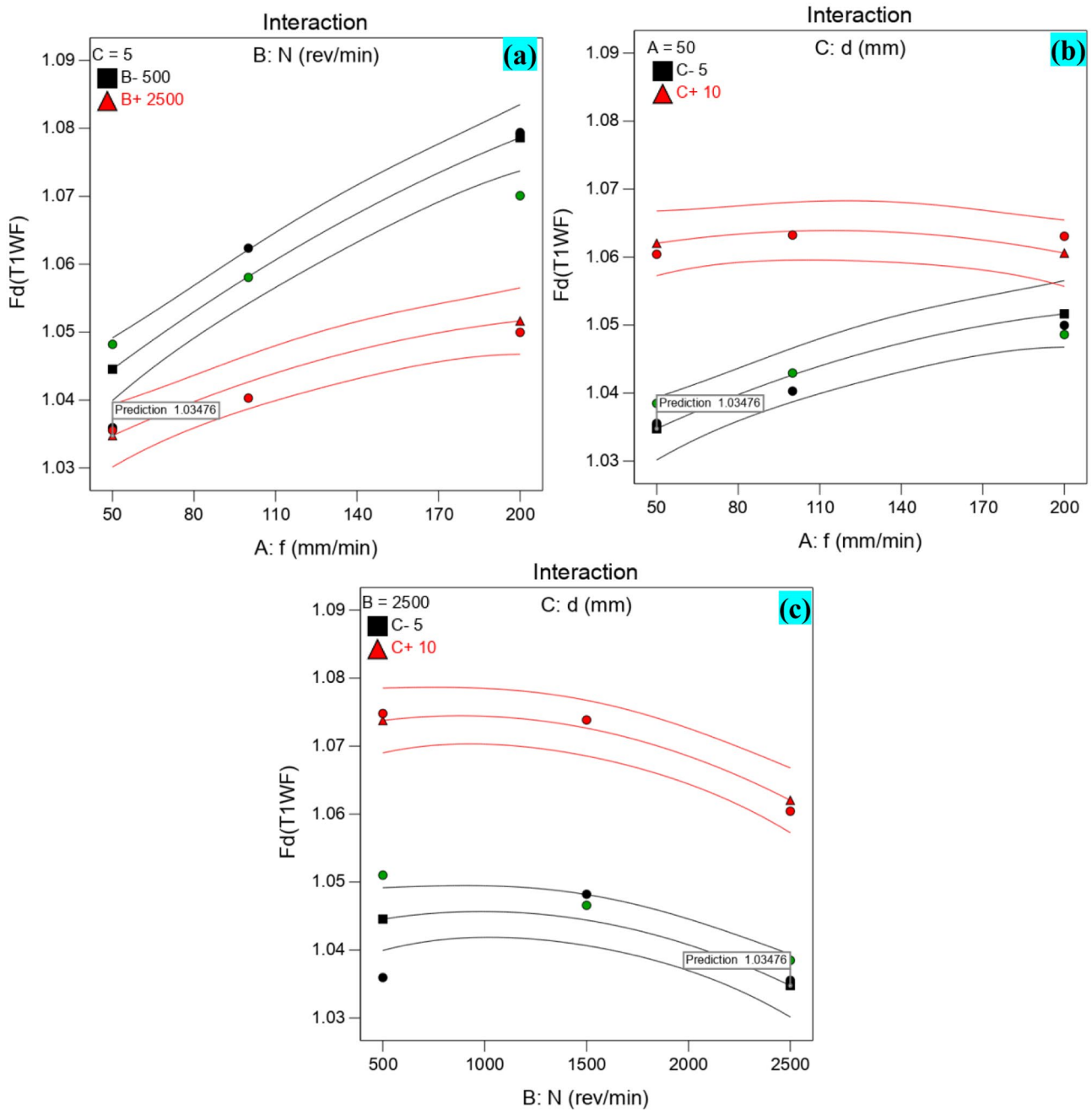


Fig. 9 Effect of drilling parameters on delamination factor $F_{d(JWF)}$: **a** drill diameter versus feed rate and spindle speed, **b** feed rate versus drill diameter and spindle speed, and **c** spindle speed versus drill diameter and feed rate

4 Conclusion

The influence of fiber treatment on the delamination factor F_d of the biocomposite was investigated. The experiments were conducted using the CCD method of RSM analysis. In this study, the modeling and optimization of the delamination factor F_d were examined. The main conclusions of this study are:

- Based on the combined effects of cutting factors in the process of drilling, low feed rate and small tool diameter combination was required to minimize the delamination factor.
- The rate of fiber treatment, the drill diameter, and the feed rate dominated the delamination factor, while the spindle speed was noticed to have a small influence on it. The different contributions of the various elements of the

optimal drilling process for $F_{d(T1WF)}$ were drill diameter (38.81%), feed rate (20.97%), and spindle speed (5.81%).

- The optimization is judged to be of high quality with a 92% desirability factor.
- In fact, manufacturers try to achieve higher machinability for their products, depending on the type of material. Therefore, this study will help to select the optimal machining parameters for better machinability of *Washingtonia filifera* fiber-reinforced biocomposites.

Author contribution Isma Dembri: conceptualization, investigation, methodology, writing—review and editing. Ahmed Belaadi: conceptualization, investigation, methodology, supervision, writing—review and editing. Messaouda Boumaaza: conceptualization, investigation, writing—review and editing. Hassan Alshahrani: investigation, writing—review and editing. Mostefa Bouchak: investigation, writing—review and editing.

Funding This work is funded by the Deanship of Scientific Research at Najran University under the Research Collaboration Funding program grant code (NU/RC/SERC/11/4).

Data availability Not applicable.

Code availability Not applicable.

Declarations

Ethics approval The work contains no libelous or unlawful statements, does not infringe on the rights of others, or contains material or instructions that might cause harm or injury.

Consent to participate The authors consent to participate.

Consent for publication The authors consent to publish.

Conflict of interest The authors declare no competing interests.

References

1. Diabor E, Funkenbusch P, Kaufmann EE (2019) Characterization of cassava fiber of different genotypes as a potential reinforcement biomaterial for possible tissue engineering composite scaffold application. *Fibers and polymers* 20:217–228
2. Tabet Z, Belaadi A, Boumaaza M, Bouchak M (2021) Drilling of a bidirectional jute fibre and cork-reinforced polymer biosandwich structure: ANN and RSM approaches for modelling and optimization. *Int J Adv Manuf Technol* 117:3819–3839. <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-503708/v1>
3. Belaadi A, Bouchak M, Aouici H (2016) Mechanical properties of vegetal yarn: statistical approach. *Compos Part B Eng* 106:139–153. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.09.033>
4. Belaadi A, Amroune S, Bouchak M (2019) Effect of eco-friendly chemical sodium bicarbonate treatment on the mechanical properties of flax fibres: Weibull statistics. *Int J Adv Manuf Technol*. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-04628-8>
5. Boumaaza M, Belaadi A, Bouchak M (2022) Systematic review on reinforcing mortars with natural fibers: challenges of environment-friendly option. *J Nat Fibers* 1–25. <https://doi.org/10.1080/15440478.2022.2060408>
6. Dembri I, Belaadi A, Boumaaza M, Bouchak M (2022) Tensile behavior and statistical analysis of *Washingtonia filifera* fibers as potential reinforcement for industrial polymer biocomposites. *J Nat Fibers* 1–16. <https://doi.org/10.1080/15440478.2022.2069189>
7. Zhou Y, Fan M, Chen L (2016) Interface and bonding mechanisms of plant fibre composites: an overview. *Compos Part B Eng* 101:31–45
8. Dutta S, Kim NK, Das R, Bhattacharyya D (2019) Effects of sample orientation on the fire reaction properties of natural fibre composites. *Composites. Part B, Engineering* 157:195–206
9. Saaidia A, Belaadi A, Haddad A (2022) Moisture absorption of cork-based biosandwich material extracted from *Quercussuber L.* plant: ANN and Fick's modelling. *J Nat Fibers* 1–18. <https://doi.org/10.1080/15440478.2022.2072996>
10. Atagur M, Seki Y, Oncu O et al (2020) Evaluating of reinforcing effect of *Cerantonia Siliqua* for polypropylene: tensile, flexural and other properties. *Polym Test* 89:106607
11. Malkapuram R, Kumar V, Singh Negi Y (2009) Recent development in natural fiber reinforced polypropylene composites. *J Reinf Plast Compos* 28:1169–1189
12. Benzannache N, Belaadi A, Boumaaza M, Bouchak M (2021) Improving the mechanical performance of biocomposite plaster/*Washingtonian filifera* fibres using the RSM method. *J Build Eng*. <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2020.101840>
13. Lekrine A, Belaadi A, Makhlof A et al (2022) Structural, thermal, mechanical and physical properties of *Washingtonia filifera* fibres reinforced thermoplastic biocomposites. *Mater Today Commun* 103574. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.103574>
14. Cherief M, Belaadi A, Bouakba M et al (2020) Behaviour of lignocellulosic fibre-reinforced cellular core under low-velocity impact loading: Taguchi method. *Int J Adv Manuf Technol*. <https://doi.org/10.1007/s00170-020-05393-9>
15. Dobah Y, Bouchak M, Bezazi A et al (2016) Multi-axial mechanical characterization of jute fiber/polyester composite materials. *Compos Part B Eng* 90:450–456. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.10.030>
16. Belaadi A, Laouici H, Bouchak M (2020) Mechanical and drilling performance of short jute fibre-reinforced polymer biocomposites: statistical approach. *Int J Adv Manuf Technol* 106:1–18. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-04761-4>
17. dos Santos JC, de Oliveira LÁ, Vieira LM et al (2019) Eco-friendly sodium bicarbonate treatment and its effect on epoxy and polyester coir fibre composites. *Construct Build Mater* 211:427–436. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.284>
18. Boumaaza M, Belaadi A, Bouchak M (2021) The effect of alkaline treatment on mechanical performance of natural fibers-reinforced plaster: optimization using RSM. *J Nat Fibers* 18:2220–2240. <https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1724236>
19. Bedjaoui A, Belaadi A, Amroune S, Madi B (2019) Impact of surface treatment of flax fibers on tensile mechanical properties accompanied by a statistical study. *Int J Integr Eng* 11
20. Benzidane R, Sereir Z, Bennegadi ML et al (2018) Morphology, static and fatigue behavior of a natural UD composite: the date palm petiole 'wood.' *Compos Struct* 203:110–123
21. Djoudi T, Hecini M, Scida D et al (2021) Physico-mechanical characterization of composite materials based on date palm tree fibers. *J Nat Fibers* 18:789–802
22. de Oliveira LÁ, dos Santos JC, Panzera TH et al (2018) Investigations on short coir fibre-reinforced composites via full factorial design. *Polym Polym Compos* 26:391–399
23. Mercy JL, Sivashankari P, Sangeetha M et al (2020) Genetic optimization of machining parameters affecting thrust force during drilling of pineapple fiber composite plates – an experimental approach. *J Nat Fibers* 1–12. <https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1788484>

24. Béakou A, Ntenga R, Lepetit J et al (2008) Physico-chemical and microstructural characterization of “Rhectophyllum camerunense” plant fiber. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 39:67–74. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.09.002>
25. Kumar R, Sivaganesan S, Senthamaraiannan P et al (2022) Characterization of new cellulosic fiber from the bark of *Acacia nilotica* L. plant. *J Nat Fibers* 19:199–208. <https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1738305>
26. Resende LM, Franca AS, Oliveira LS (2019) Burity (Mauritia flexuosa L. f.) fruit by-products flours: Evaluation as source of dietary fibers and natural antioxidants. *Food Chem* 270:53–60. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.07.079>
27. Belaadi A, Laouici H, Bourchak M (2020) Mechanical and drilling performance of short jute fibre-reinforced polymer biocomposites: statistical approach. *Int J Adv Manuf Technol*. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-04761-4>
28. Jayabal S, Natarajan U (2011) Drilling analysis of coir-fibre-reinforced polyester composites. *Bull Mater Sci* 34:1563–1567. <https://doi.org/10.1007/s12034-011-0359-y>
29. Chaitanya S, Singh I (2018) Sisal fiber-reinforced green composites: effect of ecofriendly fiber treatment. *Polym Compos* 39:4310–4321. <https://doi.org/10.1002/pc.24511>
30. Feito N, Díaz-álvarez J, Díaz-álvarez A et al (2014) Experimental analysis of the influence of drill point angle and wear on the drilling of woven CFRPs. *Materials* 7:4258–4271. <https://doi.org/10.3390/ma7064258>
31. Wei Y, An Q, Ming W, Chen M (2016) Effect of drilling parameters and tool geometry on drilling performance in drilling carbon fiber – reinforced plastic / titanium alloy stacks. *Adv Mech Eng* 8:1–16. <https://doi.org/10.1177/1687814016670281>
32. Azuan SAS, Juraidi JM, Muhamad WMW (2012) Evaluation of delamination in drilling rice husk reinforced polyester composites. *Appl Mech Mater* 232:106–110. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.232.106>
33. Çelik YH, Alp MS (2020) Determination of milling performance of jute and flax fiber reinforced composites. *J Nat Fibers* 1–15. <https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1764435>
34. Adda B, Belaadi A, Boumaaza M, Bourchak M (2021) Experimental investigation and optimization of delamination factors in the drilling of jute fiber–reinforced polymer biocomposites with multiple estimators. *Int J Adv Manuf Technol* 116:2885–2907. <https://doi.org/10.1007/s00170-021-07628-9>
35. Belaadi A, Boumaaza M, Amroune S, Bourchak M (2020) Mechanical characterization and optimization of delamination factor in drilling bidirectional jute fibre-reinforced polymer biocomposites. *Int J Adv Manuf Technol*. <https://doi.org/10.1007/s00170-020-06217-6>
36. Durão LMP, Gonçalves DJS, Tavares JMRS et al (2013) Drilling delamination outcomes on glass and sisal reinforced plastics. *Mater Sci Forum* 730–732:301–306. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.730-732.301>
37. Chegiani F, El M, Chebbi A (2021) Cutting behavior of flax fibers as reinforcement of biocomposite structures involving multiscale hygrometric shear. *Compos B* 211:108660. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.108660>
38. Díaz-Álvarez A, Díaz-Álvarez J, Cantero JL, Santiuste C (2020) Analysis of orthogonal cutting of biocomposites. *Compos Struct* 234:111734. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2019.111734>
39. Ojo SO, Ismail SO, Paggi M, Dhakal HN (2017) A new analytical critical thrust force model for delamination analysis of laminated composites during drilling operation. *Compos Part B Eng* 124:207–217. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.05.039>
40. Krishnaraj V, Zitoun R, Davim JP (2013) Effects of drilling parameters on mechanical strength BT - drilling of polymer-matrix composites. In: Krishnaraj V, Zitoun R, Davim JP (eds) Springer. Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, pp 85–96
41. Venkateshwaran N, ElayaPerumal A (2013) Hole quality evaluation of natural fiber composite using image analysis technique. *J Reinf Plast Compos* 32:1188–1197. <https://doi.org/10.1177/0731684413486847>
42. Sridharan V, Muthukrishnan N (2013) Optimization of machinability of polyester/modified jute fabric composite using grey relational analysis (GRA). *Procedia Eng* 64:1003–1012. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2013.09.177>
43. Chandramohan D, Marimuthu K (2011) Drilling of natural fiber particle reinforced polymer composite material. *Int J Adv Eng Res Stud I*:134–145
44. Nagamadhu M, Upadhy R, Sehgal S et al (2020) Mechanical and drilling process characterisation of herringbone sisal fabric reinforced vinyl ester sandwich composites. *Adv Mater Process Technol* 1–18. <https://doi.org/10.1080/2374068X.2020.1855963>
45. Rezghi Maleki H, Hamed M, Kubouchi M, Arao Y (2019) Experimental study on drilling of jute fiber reinforced polymer composites. *J Compos Mater* 53:283–295
46. Chandramohan D, Rajesh S (2014) Study of machining parameters on natural fiber particle reinforced polymer composite material. *L Acad J Manuf Eng* 12
47. Chaudhary V, Gohil PP (2016) Investigations on drilling of bidirectional cotton polyester composite. *Mater Manuf Processes*. <https://doi.org/10.1080/10426914.2015.1059444>
48. Machado CM, Silva D, Vidal C et al (2021) A new approach to assess delamination in drilling carbon fibre-reinforced epoxy composite materials. *Int J Adv Manuf Technol*. <https://doi.org/10.1007/s00170-021-06636-z>
49. Majumder A (2010) Comparison of ANN with RSM in predicting surface roughness with respect to process parameters in Nd: YAG Laser drilling. *Int J Eng Sci Technol* 2:5175–5186
50. Vinayagamorthy R, Manoj IV, Narendra Kumar G et al (2018) A central composite design based fuzzy logic for optimization of drilling parameters on natural fiber reinforced composite. *J Mech Sci Technol* 32:2011–2020. <https://doi.org/10.1007/s12206-018-0409-0>
51. Boumaaza M, Belaadi A, Bourchak M et al (2022) Comparative study of flexural properties prediction of Washingtonia filifera rachis biochar bio-mortar by ANN and RSM models. *Construct Build Mater* 318:125985. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125985>
52. Sridharan V, Raja T, Muthukrishnan N (2016) Study of the effect of matrix, fibre treatment and graphene on delamination by drilling jute / epoxy nanohybrid composite. *Arab J Sci Eng* 10–14. <https://doi.org/10.1007/s13369-015-2005-2>
53. Nagarajan VA, Sundaram S, Rajadurai JS (2011) A novel approach based on digital image analysis to evaluate refined delamination factor for E-Glass 21xK43 Gevetex/LY556/DY063 epoxy composite laminates. *Proc Inst Mech Eng Part B J Eng Manuf* 225:1977–1982. <https://doi.org/10.1177/0954405411404774>
54. Haji A, Qavannia SS (2015) Response surface methodology optimized dyeing of wool with cumin seeds extract improved with plasma treatment. *Fibers Polym* 16:46–53. <https://doi.org/10.1007/s12221-015-0046-5>
55. Haji A, Mehrizi MK, Sharifzadeh J (2016) Dyeing of wool with aqueous extract of cotton pods improved by plasma treatment and chitosan: optimization using response surface methodology. *Fibers Polym* 17:1480–1488. <https://doi.org/10.1007/s12221-016-6457-0>
56. Faidi K, Baaka N, Hammami S et al (2016) Extraction of carotenoids from *Lycium ferocissimum* fruits for cotton dyeing: optimization survey based on a central composite design method. *Fibers Polym* 17:36–43. <https://doi.org/10.1007/s12221-016-5424-0>
57. Rajabi M, Zahedi P, Hassannejad Z, Haririan I (2019) Optimization of electrospinning parameters for producing silk fibroin/poly(ethylene oxide) nanofibers using D-optimal method. *J Nat Fibers* 16:1113–1123. <https://doi.org/10.1080/15440478.2018.1453431>

58. Barreno-Avila E, Moya-Moya E, Pérez-Salinas C (2022) Rice-husk fiber reinforced composite (RFRC) drilling parameters optimization using RSM based desirability function approach. *Mater Today Proc* 49:167–174. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.07.498>
59. Boumaaza M, Belaadi A, Bourchak M (2021) The effect of alkaline treatment on mechanical performance of natural fibers-reinforced plaster: part II optimization comparison between ANN and RSM statistics. *J Nat Fibers* 1–16. <https://doi.org/10.1080/15440478.2021.1964129>
60. Vinayagamoorthy R, Rajeswari N, Sivanarasimha S, Balasubramanian K (2015) Fuzzy based optimization of thrust force and torque during drilling of natural hybrid composites. *Appl Mech Mater* 265–269. *Trans Tech Publ*

Publisher's note Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.

Springer Nature or its licensor holds exclusive rights to this article under a publishing agreement with the author(s) or other rightsholder(s); author self-archiving of the accepted manuscript version of this article is solely governed by the terms of such publishing agreement and applicable law.