

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université du 20 Août 1955 Skikda
de Technologie



Département de Génie Mécanique

Code : D012123011D

THESE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de
Doctorat en Sciences

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Génie Mécanique

Par :

Mr. LEKRINE ABDELAZIZ

**Exploration du développement et de la structure des fibres de
palmier de *Washingtonia filifera* pour un usage en tant que
renforts de matériaux biocomposites**

Soutenue le : 2023

Devant le Jury composé par :

Nom et prénom	Grade	Qualité	Affiliation
BOUZAOUIT Azeddine	Professeur	Président	Université 20 août 1955-Skikda
BELAADI Ahmed	Maitre de conférences A	Rapporteur	Université 20 août 1955-Skikda
AMROUNE Salah	Professeur	Co-encadrant	Université M'Sila
DIB Amar	Maitre de conférences A	Examineur	Université d'Annaba
FARSI Chouki	Maitre de conférences A	Examineur	Université M'Sila
BOUYAYA Linda	Maitre de conférences A	Examinatrice	Université de Constantine 1
BOUCHEHIT Bachir	Maitre de conférences A	Examineur	Université 20 août 1955-Skikda

Dédicaces

Ce travail est dédié à :

A la mémoire de ma très chère maman?

A mon très cher père

A mon chère épouse

A mes enfants Mohammed Seddik, Baya Achwek et Ibtihel

A mes chers frères et sœurs

A toutes mes amies

A mes collègues

Et à tous ceux qui me sont chers

Remerciements

Le remerciement infini avant tous est à Allah le plus puissant qui m'a comblé des bienfaits de l'Islam et de la Science.

J'exprime mes profonds remerciements à Monsieur Belaadi Ahmed, Maitre de conférences à l'université de Skikda, encadreur de cette thèse, pour son aide précieuse, sa confiance, ses encouragements, sa patience et son soutien favorable pour l'aboutissement de ce travail.

Mes remerciements vont aussi au Co-encadreur de cette thèse ; Mr. Salah Amroune, professeur à l'université de Msila, pour le soutien qu'il m'a apporté.

Je voudrais témoigner ma toute reconnaissance au docteur Mohammad Jawaid de m'avoir accueillie au sein de son Laboratoire de technologie des biocomposites de l'université Putra Malaisie.

J'associe à ces remerciements Monsieur Ahmad Safwan Ismaïl , madame Ana Salleza, Eli Rashidah Ashari et toute l'équipe de Laboratoire de technologie des biocomposites de l'université Putra ,Malaisie pour ses disponibilités et toute l'aide que j'ai eu de leur part pour mener à terme cette étude Leur participation directe ou indirecte m'a permis de travailler efficacement.

Enfin, je voudrais également exprimer ma gratitude envers toute ma famille, mes amis et à toutes les autres personnes qui ont participé à la réalisation de ce travail, qu'ils trouvent ici mes vifs remerciements.

Table des matières

Introduction générale	1
-----------------------------	---

CHAPITRE I

Généralité sur les matériaux biocomposites

I.1	Introduction	3
I.2	Matériaux composites.....	3
I.2.1	Matrices	4
I.2.2	Fibre.....	4
I.3	Procédés de fabrication.....	5
I.3.1	Moulage par contact :	5
I.3.2	Moulage sous vide	6
I.3.3	Moulage par injection:.....	7
I.3.4	Moulage par pultrusion :	7
I.3.5	Moulage par enroulement filamentaire (Ou bobinage):	8
I.3.6	Injection thermodurcissable (BMC):	8
I.3.7	Compression thermodurcissable (SMC): Sheet Molding Compound ou pré-imprégnés en feuilles.....	9
I.4	Fibre végétale	10
I.4.1	Introduction	10
I.4.2	Structure d'une fibre végétale	11
I.4.3	Composition chimique.....	12
I.5	Méthodes d'extraction des fibres végétales.....	14
I.5.1	Procédé d'extraction mécanique.....	15
I.5.2	Procédé d'extraction chimique	15
I.5.3	Procédé d'extraction biologique.....	16
I.6	Propriétés physiques et mécaniques des fibres végétales.....	16
I.7	Généralités sur le palmier dattier.....	17
I.7.1	Le stipe ou tronc	18
I.7.2	La couronne	19
I.7.3	Palme	19
I.7.4	Le rachis	19

I.7.5	Le pétiole	19
I.7.6	La foliole	19
I.8	Conclusion	20
I.9	Références	21

CHAPITRE II

Etude et synthèse des travaux récents

II.1	Introduction	27
II.2	Comportement mécanique des biocomposites à base de fibres naturelles	27
II.3	Traitement par alcalin des fibres naturelles	33
II.4	Absorption d'eau des fibres naturelles	40
II.5	Comportement thermique des composites à base de fibres naturelles	44
II.6	Conclusion	49
II.7	Références	50

CHAPITRE III

Matériaux et méthodes expérimentales

III.1	Introduction	56
III.2	Méthodes expérimentales	56
III.2.1	Fibres et préparation des biocomposites	56
III.3	Méthodes de caractérisation	58
III.3.1	Analyse par MEB	58
III.3.2	Diffraction des rayons X	58
III.3.3	Analyse FTIR	59
III.3.4	Analyse DSC-TGA	60
III.3.5	Absorption d'eau	61
III.3.6	Caractérisation mécanique	61
III.4	Conclusion	64
III.5	Références	65

CHAPITRE IV

Elaboration et caractérisation de biocomposite en Polyéthylène de haute densité renforcé par des fibres de *Washingtonia filifera*

Résumé.....	66
IV.1 Introduction.....	67
IV.2 Résultats et discussion.....	70
IV.2.1 Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)	70
IV.2.2 Analyse FTIR	72
IV.2.3 Analyse thermique ATG-DSC	73
IV.2.4 Analyse DRX	77
IV.2.5 Comportement mécanique en traction des fibres de <i>Washingtonia filifera</i>	79
IV.2.6 Comportement en traction et flexion 3-points des biocomposites PEHD/WF	85
IV.2.7 Comportement en absorption d'eau des fibres de <i>Washingtonia filifera</i> et des biocomposites élaborés	88
IV.2.8 Test d'impact Izod des biocomposites élaborés PEHD/WF.....	89
IV.2.9 Test de dureté (dureté Shore D) de biocomposites élaborés PEHD/WF	92
IV.3 Conclusion	93
IV.4 Références.....	95

CHAPITRE V

*Absorption d'eau du biocomposite polyéthylène haute densité renforcé par des fibres de *washingtonia filifera* : optimisation à l'aide des modèles Fick, RSM et ANN*

Résumé.....	105
V.1 Introduction	106
V.2 Matériaux et méthodes	108
V.2.1 Matériaux	108
V.2.2 Model de Fick.....	108
V.2.3 Modélisation de la méthodologie de la surface de réponse.....	109
V.2.4 Réseau neuronal artificiel.....	111
V.3 Résultats et discussion.....	112
V.3.1 L'absorption d'eau	112

V.3.2	Développement du modèle de régression.....	114
V.3.3	Influence des paramètres individuels sur l'absorption d'eau des biocomposites HDPE/WF	115
V.3.4	Analyse de la surface de réponse de l'absorption d'eau et tracés 3D des biocomposites HDPE/WF	117
V.3.5	Modélisation ANN	119
V.3.6	Analyse comparative des performances du modèle	121
V.3.7	Processus d'optimisation par RSM.....	123
V.4	Conclusion.....	126
V.5	Références	128
	Conclusion générale et perspectives.....	133

ANNEXE

LISTE DES FIGURES

Figure I. 1: Différents types de matrices	4
Figure I. 2: Différents types de renforts.	5
Figure I. 3: Moulage par contact [4]	6
Figure I. 4: Procédé de moulage sous vide [7]	6
Figure I. 5: schéma d'une presse à injecter [4]	7
Figure I. 6: Moulage par pultrusion[7]	7
Figure I. 7: Moulage par enroulement filamentaire [7].....	8
Figure I. 8: Procédé de moulage par Injection thermodurcissable (BMC)[7].....	9
Figure I. 9: Compression thermodurcissable (SMC)[4].....	9
Figure I. 10: Classification des fibres végétales[27][28]	11
Figure I. 11: Observation multi échelles d'une fibre végétale[29].	11
Figure I. 12: Orientation des fibrilles de cellulose dans une fibre végétale [29].	12
Figure I. 13: Structure chimique de la cellulose[35]......	13
Figure I. 14: Structures chimiques des unités de base de l'hémicellulose[36].	13
Figure I. 15: Structure de la pectine[38]	14
Figure I. 16: Motifs élémentaires de la lignine [29].....	14
Figure I. 17: Machine de laminage[28].	15
Figure I. 18: Morphologie du palmier dattier.....	18
Figure I. 19: Schéma d'une palme de palmier dattier	19
Figure II. 1 L'influence de la teneur en fibres du palmier sur les propriétés physiques des composites [4].	27
Figure II. 2 La résistance à la compression en fonction du pourcentage volumétrique de fibre de palmier dans le mélange [5].	28
Figure II. 3 La résistance à la flexion en fonction du pourcentage volumétrique de fibre de palmier dans le mélange[5]	28
Figure II.4 Courbe contrainte- déformation du composite renforcé par des fibres de palmier, de verre et composite hybride [8].....	30
Figure II.5 Résistance à l'impact du matériau composite hybride fibre de verre et fibre de palmier en fonction de la Fraction volumique de fibres de verre[8]......	30
Figure II.6 Courbe charge-déformation pendant 28 jours [9].	31
Figure II.7 Résistances à la compression en fonction des longueurs et des pourcentages des fibres [9].	31
Figure II.8 La résistance à la compression en fonction du pourcentage de fibre [10].	32
Figure II.9 Résistance à la compression du CEB en fonction de la teneur en fibres (10 MPa de la pression de compactage) [11]......	32
Figure II.10 Résistance à la traction du CEB en fonction de la teneur en fibres (10 MPa de pression de compactage) [11]......	33
Figure II.11 Micrographie MEB de la surface de la fibre de palmier traitée par NaOH (a) 0.5%, (b) 1%, (c) 1.5%, (d) 2.5% et (e) 5% pendant 1h [20].	35
Figure II.12 Courbe contrainte- déformation du bois de pétiole brute et traité [21]......	36
Figure II.13 Courbe contrainte-déformation du bois de tige brute et traité avec l'NaOH [21].	36
Figure II.14 Courbe contrainte-déformation des DPF [22]......	37
Figure II.15 Module de Young du DPF en fonction du diamètre de la fibre [22].	37

Figure II.16 Influence de la durée de traitement d'hydroxyde de sodium(NaOH) sur la résistance à la traction de fibres de palmier dattier [22].	38
Figure II.17 Résistance à la flexion en fonction de déplacement du plâtre pur, PL / WF NT, PL / WF24_10 et PL / WF168_10 [23].	39
Figure II.18 Courbes de contrainte-déformation en flexion du composite plâtre-chanvre et plâtre-verre [24].	39
Figure II.19 Composite en polypropylène renforcé par des fibres de bois ;(a) vieilli et (b) non vieilli [29].	40
Figure II.20 Effet de la concentration d'hydroxyde de sodium(NaOH) sur le comportement d'absorption d'eau des fibres de palmier [30].	41
Figure II.21 Absorption d'eau des fibres de lin, sisal, jute et chanvre soumises à un vieillissement hygrothermique (80% HR à 23°C) [31].	41
Figure II.22 Absorption d'eau des fibres de lin, sisal, jute et chanvre immergées dans l'eau [31].	42
Figure II.23 Absorption d'eau des composites à fibres courtes lin-polypropylène en fonction de la racine carrée du temps [32].	43
Figure II.24 Absorption d'eau des fibres de lin, sisal, jute et chanvre immergées dans l'eau [37].	44
Figure II.25 Absorption d'eau des fibres de KDPLF/Epoxy immergées dans l'eau [37].	44
Figure II.26 Conductivité thermique de composites gypse/fibres de palmier dattier en fonction de la teneur en fibres [38].	45
Figure II.27 Conductivité thermique de différentes parties de l'arbre de palmier dattier(le pétiole, la grappe) [39].	45
Figure II.28 Conductivité thermique des échantillons de pétioles Deglet-Noor (DN)en fonction de l'orientation de fibre [39].	46
Figure II.29 La conductivité thermique de matériau en fonction de la teneur en fibres [40].	46
Figure III. 1: Procédé d'extraction de la fibre WF et de préparation des biocomposites PEHD/WF	57
Figure III. 2: Microscope MEB de type JEOL 840A SEM.	58
Figure III. 3: Diffractomètre à rayons X Bruker D8 ECO.Analyse FTIR	59
Figure III. 4: Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier de type Perkin Elmer Spectrum RX1	60
Figure III. 5: Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	60
Figure III. 6: Balance électronique	61
Figure III. 7: Machine universelle de type ZWICK ROELLE Z005	62
Figure III. 8: Mouton-pendule Instron Ceast 9050	63
Figure III. 9: Un duromètre analogique Shore D	64
Figure IV. 1: Observations au MEB des fibres de <i>Washingtonia filifera</i> .	71
Figure IV. 2:Images MEB d'un biocomposite PEHD renforcé par des fibres WF.	72
Figure IV. 3:Spectres FTIR de la fibre de <i>Washingtonia filifera</i> , PEHD/WF et PEHD	73
Figure IV. 4:Graphique comparatif des courbes thermogravimétriques (TGA) de la fibre WF, du PEHD non chargé et des biocomposites PEHD / WF.	74
Figure IV. 5: Analyse DSC de la Biocomposite a differente taux massique de fibre de WF. .	76
Figure IV. 6: DRX de biocomposites PEHD/WF avec une fraction de volume différente.	78
Figure IV. 7:(a)Courbe contrainte-déformation pour la fibre WF, (b-c) résistance à la traction et déformation à la rupture par rapport au module d'Young et (d-f) propriétés mécaniques en fonction de diamètres des fibres WF testées en traction avec une GL= 10 mm.	82

Figure IV. 8: (a–c) La distribution de Weibull à 2-paramètres (d–f) Graphiques de probabilité de survie des propriétés mécaniques des trente échantillons de fibres de <i>Washingtonia filifera</i> avec Weibull à 2 paramètres à GL = 10 mm.....	84
Figure IV. 9: Propriétés mécaniques des biocomposites PEHD/WF en fonction du taux de renfort en WF (a) propriétés de traction (b) propriétés de flexion 3-point	87
Figure IV. 10: Absorption d'eau des biocomposites à fibres courtes PEHD/ WF	89
Figure IV. 11: Résistance au choc en fonction du taux de fibres lors des tests de choc Izod..	91
Figure IV. 12:Échantillon biocomposite PEHD/WF après le test de choc Izod.	91
Figure IV. 13: Dureté des biocomposites à différent taux massique de fibre WF	93
Figure V.1 Évolution de l'absorption d'eau en fonction de la racine carrée du temps du biocomposite à différents taux massique des fibres WF	114
Figure V.2 Tracés de diagnostic RSM (a) Valeurs prédites vs. valeurs réelles, (b) Distribution de probabilité normale, (c) Résidus distribués des biocomposites HDPE/WF, (d) Effet du temps d'immersion (e) Effet de la teneur en fibres (f) Perturbation.....	117
Figure V.3 Tracés (a) du contour de la surface et (b) du plan expérimental de sortie 3D en fonction de la teneur en fibres et du temps d'immersion.....	118
Figure V.4 Graphiques du processus d'adsorption d'eau utilisé dans cette étude (a) architecture ANN, (b) l'erreur quadratique moyenne en fonction des périodes de test, (c) illustrations des conditions d'entraînements et (d) résidus d'erreur pour l'absorption d'eau des biocomposites HDPE/WF.	120
Figure V.5 Corrélation entre les données expérimentales et les résultats ANN obtenus.....	121
Figure V.6 Comparaison des valeurs prédictives RSM et ANN des biocomposites PEHD/WF (a) modèles et (b) erreurs résiduelles.	122
Figure V.7 Contours de surface de (a) désirabilité et (b) prédiction optimale pour une absorption d'eau maximale.	124
Figure V.8 Diagramme de désirabilité de l'absorption des biocomposites HDPE/WF (a) maximum, (b) dans la plage et (c) minimum.	125

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I. 1: Compositions chimiques de quelques fibres naturelles	12
Tableau I. 2: Quelques propriétés physiques des fibres naturelles	16
Tableau I. 3: Quelques propriétés mécaniques des fibres naturelles.....	17
Tableau II.1 Propriétés mécaniques des fibres de palmier après différents traitements [7].....	29
Tableau II.2 Résistance à la traction et allongement du MDPSF immergé dans une solution de Ca(OH) ₂ [18].	34
Tableau II.3 Synthèse des travaux réalisés sur le palmier.....	47
Tableau III. 1: Composition massique des différentes formulations	57
Tableau IV. 1:Données TGA pour le PEHD vierge et les biocomposites PEHD/WF.....	75
Tableau IV. 2: Comparaison des températures de dégradation à différent % de perte en masse	76
Tableau IV. 3: Effet de la teneur en fibre WF sur les propriétés thermiques des biocomposites PEHD/WF obtenus par DSC	77
Tableau IV. 4:Taux de cristallinité et taille de cristallites des matériaux de l'étude	79
Tableau IV.5: Propriétés mécaniques des fibres naturelles disponibles dans la littérature.....	81
Tableau IV. 6: Valeurs des propriétés en traction et en flexion des biocomposites PEHD/WF comparées à celles de la littérature	86
Tableau V.1 Composition massique des différentes formulations.....	108
Tableau V.2 Conception d'expériences pour le modèle RSM.....	110
Tableau V.3 Données expérimentales avec les résultats des modèles RSM et ANN pour l'absorption d'eau des biocomposites HDPE/WF.....	111
Tableau V.4 Paramètres d'absorption d'eau des biocomposites HDPE/WF obtenus à l'aide de la loi de Fick.....	113
Tableau V.5 Analyse de la variance pour le modèle quadratique d'absorption d'eau.	117
Tableau V.6 Composition ANN des échantillons de l'étude.....	121
Tableau V.7 Optimisation de la réponse basée sur RSM.....	126

NOMENCLATURE ET ABREVIATIONS

ATG : Analyse thermogravimétrique

ANOVA : Analyse de variance (Analyze Of Variance)

ANN : Réseau neuronal artificiel

CCD : Plan composite central

CMO : Composites à matrice organique

CMC : Composites à matrice céramique

CMM : Composites à matrice métallique

DSC : Analyse calorimétrique différentielle

IRTF : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

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

LS : Méthode d'estimation (Least Squares estimate)

MEB : Microscope à balayage électronique.

MPL : Perceptron multicouche (l'accessibilité au perceptron multicouche)

PEHD : Polyéthylène haute densité

RSM : Méthodologie de surface de réponse

RNA : Réseaux de neurones artificiels

RMSE : Erreur RMS

RBF : Réseaux à fonction de base radiale

STEP : Station d'épuration des eaux usées

WF: Fibres de *washingtonia filifera*

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).
 Dép : Déplacement maximal (mm).
 V : Vitesse d'essai (mm/min).
 h : L'épaisseur des éprouvettes (mm).
 L : Longueur totale des éprouvettes (mm).
 l : Distance entre appuis des éprouvettes (mm).
 I_{002} : L'intensité maximale de la région cristalline.
 I_{am} : La plus faible intensité de la région amorphe
 b : Largeur des éprouvettes (mm).
 S : Section des éprouvettes (mm²)
 E : Module de Young en (GPa)
 a : l'épaisseur de l'éprouvette (mm),
 l_0 : Longueur initiale (mm),
 σ : Module de Weibull pour la contrainte à la rupture.
 m_E : Module de Weibull pour le module de Young
 D : Coefficient de diffusion
 D : Taille de cristallite (nm)
 k : Constante de Scherer
 t : Durée de vieillissement
 M_t : Teneur en eau à l'instant t ,
 M_m : Masse maximale d'eau en équilibre.
 x_i : Variables de prédiction codées appelées facteurs
 β : Coefficient de régression
 λ : Longueur d'onde

Résumé

Les biocomposites à base de fibres naturelles ont suscité un grand intérêt dans les milieux académiques et industriels. Ces biocomposites sont résistants, ont une densité relativement faible, sont peu coûteux et proviennent d'abondantes ressources renouvelables. Dans ce travail, on a étudié le comportement thermomécanique des fibres de *Washingtonia filifera* (WF) et des différents biocomposites PEHD renforcés par différents taux de fibres WF (10, 20 et 30% en masse). L'objectif principal est d'étudier l'effet de la teneur en fibre WF sur les propriétés thermomécaniques du biocomposite PEHD/WF. Les analyses thermogravimétriques différentielles (ATG-DSC), la diffractométrie au rayons X (DRX) et la spectrométrie Infrarouge (IRTF) ont été utilisées afin d'étudier l'effet de la température sur la composition minéralogique des biocomposites et de suivre le comportement thermique de ces matériaux. Les résultats obtenus montrent que l'ajout de fibres WF au PEHD vierge améliore les propriétés mécaniques telles que la résistance à la traction et à la flexion, le module d'Young et le module de flexion, mais réduit légèrement la résistance au choc.

Dans la deuxième partie on a étudié le phénomène d'absorption d'eau par l'immersion de différentes formulations de biocomposites préparées dans l'eau distillée à une température ambiante. La méthodologie de surface de réponse (RSM) et les modèles de réseau neuronal artificiel (ANN) ont été examinés en tenant compte de la teneur en fibres WF et du temps d'immersion des biocomposites HDPE/WF pour l'absorption d'eau. Dans cette étude, le plan composite central (CCD) de RSM est conçu pour effectuer la conception de test, la modélisation et le processus d'optimisation. Les résultats obtenus montrent que les modèles ANN étaient très précis dans la prédiction de l'adsorption d'eau avec les coefficients de formation, de validation et de corrélation des tests de 0,9955, 0,9999 et 0,9915, respectivement

Mots clés : fibres naturelles, biocomposite, polyéthylène, *Washingtonia filifera*, propriétés thermomécaniques, absorption, Traction, flexion.

Abstract

Biocomposites based on natural fibers have aroused great interest in academic and industrial circles. These composites are resistant, have a relatively low density, are inexpensive and come from abundant renewable resources. In this work, we studied the thermomechanical behavior of *Washingtonia filifera* fibers and different HDPE biocomposites reinforced with different rates of WF fibers (10, 20 and 30% by mass). The main objective is to study the effect of the WF fibre content on the thermo mechanical properties of the HDPE/WF biocomposite. Differential thermo gravimetric analyzes (ATG-DSC), X-ray diffractometry (XRD) and Infrared spectrometry (IRTF) were used to study the effect of temperature on the mineralogical composition of biocomposites and to follow the thermal behaviour of these materials. The results obtained show that the addition of WF fibers to virgin HDPE improves mechanical properties such as tensile and flexural strength, Young's modulus and bending modulus, but slightly reduces impact resistance.

In the second part, we studied the phenomenon of water absorption by immersing different formulations of biocomposites prepared in distilled water at room temperature. Response surface methodology (RSM) and artificial neural network (ANN) models were examined considering the WF fiber content and immersion time of HDPE/WF biocomposites for water uptake. In this study, the central composite plane (CCD) of RSM is designed to perform the test design, modeling and optimization process. The results obtained show that the ANN models were very accurate in predicting water adsorption with the formation, validation and test correlation coefficients of 0.9955, 0.9999 and 0.9915, respectively.

Keywords: natural fibers, biocomposite, polyethylene, *Washingtonia filifera*, absorption thermo mechanical properties, tensile, bending.

تمكنت المركبات الحيوية المعززة بالألياف الطبيعية من اكتساب اهتمام كبير على المستوى الأكاديمي والصناعي. هذه المواد المركبة قوية ولها كثافة منخفضة نسبيًا وتكاليف منخفضة وتأتي من موارد وفيرة و متجددة. في هذا العمل ، درسنا السلوك الميكانيكي الحراري لألياف النخيل ومختلف المركبات الحيوية من بولي إيثيلين عالي الكثافة المعزز بنسب مختلفة من ألياف النخيل (10, 20 و 30% من الكتلة). الهدف الرئيسي هو دراسة تأثير نسبة ألياف النخيل (واشنطن فيلبيرا (على الخصائص الحرارية الميكانيكية للمركب الحيوي المنجز. تم استخدام التحليلات التفاضلية الحرارية وقياس حيود الأشعة السينية وقياس الطيف بالأشعة تحت الحمراء لدراسة تأثير درجة الحرارة على التركيب المعدني للمركبات الحيوية ومتابعة السلوك الحراري لهذه المواد. أظهرت النتائج المحصل عليها أن إضافة ألياف واشنطن فيلبيرا إلى بولي إيثيلين عالي الكثافة البكر يحسن الخواص الميكانيكية مثل قوة الشد والانتفاء ومعامل المرونة ومعامل الانحناء، ولكنه يقلل بشكل طفيف من مقاومة الصدمات.

في الجزء الثاني درسنا ظاهرة امتصاص الماء عن طريق غمر تركيبات مختلفة من المركبات الحيوية المحضرة في ماء مقطر بدرجة حرارة الغرفة. تم فحص منهجية سطح الاستجابة ونماذج الشبكة العصبية الاصطناعية مع الأخذ في الاعتبار نسبة ألياف واشنطن فيلبيرا ووقت الغمر للمركبات الحيوية المصنعة لامتصاص الماء. في هذه الدراسة ، تم تصميم المستوى المركب المركزي لنموذج منهجية سطح الاستجابة لإجراء تصميم الاختبار و عملية النمذجة والتحسين. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن نماذج الشبكة العصبية الاصطناعية كانت دقيقة للغاية في التنبؤ بامتصاص الماء مع معاملات ارتباط التكوين والتحقق و الاختبار 0.9955 و 0.9999 و 0.9915 على التوالي.

الكلمات المفتاحية: ألياف طبيعية ، مركب حيوي ، بولي إيثيلين ، واشنطن فيلبيرا ، خواص ميكانيكية حرارية ، امتصاص ، شد ، انحناء

Introduction générale

Les composites sont des matériaux synthétiques, anisotropes et hétérogènes formés en mélangeant deux (ou plusieurs) autres substances aux propriétés complémentaires au niveau macroscopique. Cette combinaison permet d'obtenir un ensemble de caractéristiques, notamment mécaniques, que chaque composant ne possède pas seul. Les premiers développements des matériaux composites étaient liés aux besoins de l'industrie aérospatiale en matériaux à faible poids et à hautes propriétés mécaniques. Ils sont désormais présents dans tous les secteurs industriels.

Les scientifiques se sont récemment intéressés à l'étude des fibres végétales en raison de leur faible densité, de leur faible coût, renouvelables, disponibilité et biodégradables. Le renforcement des matériaux composites par des fibres végétales (fibres de palmier, agave, banane, kénaf, jute, coco, bois...) au lieu des fibres synthétiques (carbone, kevlar, verre) est un concept déjà industrialisé et commercialisé. Les fibres naturelles sont utilisées dans certains secteurs industriels tels que le transport, la pêche et l'emballage afin de produire des produits de haute qualité ayant une bonne aptitude à la mise en forme et respectueux de l'environnement. Ces biocomposites sont utilisés dans des objets variés de l'industrie. Les polymères renforcés de fibres naturelles sont plus faciles à recycler que ceux renforcés de fibres synthétiques tels que le carbone, le Kevlar ou le verre, ce qui réduit les problèmes d'élimination.

Le présent travail est divisé en deux grandes parties dont la première partie est dédiée à la caractérisation des fibres non traitées de *Washingtonia filifera* (WF) et des différents biocomposites à matrice PEHD renforcés par différents taux de charge en fibres WF. Dans la deuxième partie on a étudié le processus d'absorption d'eau par l'immersion de différentes formulations de biocomposites préparées dans l'eau distillée à une température ambiante. Ces résultats nous encouragent de l'utiliser dans des applications qui respectent l'environnement.

Dans ce contexte, ce manuscrit s'articule autour de cinq chapitres :

Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur les matériaux composites et les fibres naturelles. La première partie est consacrée à la présentation des matériaux composites conventionnels et leurs procédés de fabrication. Puis, on présente les fibres naturelles; leurs constitutions, leurs structures, leurs composition chimique et les méthodes d'extraction des fibres. Ce chapitre se termine par une présentation des palmiers dattiers et ses composantes, qui sont très intéressantes dans ce travail.

Le deuxième chapitre consacré à l'étude de l'état de l'art, exposant différents travaux de recherche déjà menés dans ce domaine. Une synthèse des travaux réalisés sur les fibres de palmier dattier et d'autres fibres végétales parues dans la littérature sera ainsi présentée. Les caractéristiques mécaniques de ces fibres dépendent de nombreux paramètres comme les conditions de culture de la plante, les conditions d'essais, la géométrie, l'extraction des fibres.

Le chapitre trois se concentre sur les matériaux et les techniques expérimentales utilisés dans toutes les phases de la thèse, en décrivant les méthodes de fabrication des biocomposites, l'équipement et les conditions expérimentales pour divers tests.

Le quatrième chapitre concerne les caractérisations morphologiques, chimiques, physiques et mécaniques des fibres de *Washingtonia filifera* (WF) et des différents biocomposites PEHD renforcés par différents taux de fibres WF dont les résultats sont comparés avec ceux issus de la littérature pour d'autres fibres végétales utilisées comme renforts de polymères.

Le cinquième chapitre porte sur des biocomposites PEHD renforcés par des fibres de WF. Il présente le phénomène d'absorption d'eau par l'immersion des différents biocomposites PEHD renforcés par différents taux de fibres WF. Les résultats obtenus ont été analysés par les réseaux de neurones artificiels ANN et la méthodologie de surface de réponse RSM.

Enfin, le travail se termine par une conclusion générale qui rassemble une synthèse des résultats et une présentation de perspectives à considérer lors d'études ultérieures.

Chapitre I

GENERALITE SUR
LES MATERIAUX
BIOCOMPOSITES

Chapitre I

Généralité sur les matériaux biocomposites

I.1	Introduction	3
I.2	Matériaux composites.....	3
I.2.1	Matrices.....	4
I.2.2	Fibre	4
I.3	Procédés de fabrication.....	5
I.3.1	Moulage par contact :	5
I.3.2	Moulage sous vide.....	6
I.3.3	Moulage par injection:	7
I.3.4	Moulage par pultrusion :	7
I.3.5	Moulage par enroulement filamentaire (Ou bobinage):.....	8
I.3.6	Injection thermodurcissable (BMC):	8
I.3.7	Compression thermodurcissable (SMC): Sheet Molding Compound ou pré- imprégnés en feuilles.....	9
I.4	Fibre végétale	10
I.4.1	Introduction	10
I.4.2	Structure d'une fibre végétale	11
I.4.3	Composition chimique	12
I.5	Méthodes d'extraction des fibres végétales.....	14
I.5.1	Procédé d'extraction mécanique	15
I.5.2	Procédé d'extraction chimique.....	15
I.5.3	Procédé d'extraction biologique.....	16
I.6	Propriétés physiques et mécaniques des fibres végétales.....	16
I.7	Généralités sur le palmier dattier.....	17

I.7.1	Le stipe ou tronc	18
I.7.2	La couronne.....	19
I.7.3	Palme	19
I.7.4	Le rachis	19
I.7.5	Le pétiole.....	19
I.7.6	La foliole	19
I.8	Conclusion	20
I.9	Références	21

I.1 Introduction

Les matériaux composites renforcés par de fibres naturelles font aujourd'hui l'objet d'une attention croissante en raison de leurs caractéristiques spécifiques par rapport aux fibres synthétiques telles que la faisabilité économique et la durabilité à long terme [1]. Les fibres végétales sont renouvelables, recyclables, biodégradables et elles ont de faibles densités, des propriétés mécaniques comparables notamment la rigidité avec les fibres de verre [2]. Il existe de nombreuses variétés de fibres cellulosiques dans la nature et les fibres de cellulose peuvent être classées en fonction de leur origine. Les composites contenant des fibres naturelles sont plus respectueux de l'environnement et sont utilisés dans les transports (automobiles, autocars, aérospatiale), les applications militaires, les industries du bâtiment et de la construction (panneaux de plafond, cloisons), l'emballage, les produits de consommation, etc.

I.2 Matériaux composites

Les matériaux composites sont des arrangements de fibres d'un matériau résistant noyées dans une matrice dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible. Les qualités des constituants de base d'un composite ainsi que l'efficacité de l'interface fibre-matrice sont directement liées aux propriétés mécaniques du composite. Par exemple, le renfort, qui a des propriétés mécaniques bien plus importantes que la matrice, est principalement responsable du maintien de la rigidité du matériau. Compte tenu de leurs performances structurelles, qui comprennent la légèreté, une excellente résistance à diverses charges mécaniques et une bonne résistance à la fatigue statique et dynamique, l'étude et l'utilisation des matériaux composites sont désormais plus que justifiées. Plusieurs facteurs peuvent être utilisés pour catégoriser les composites. Selon le type de matrice, une classification en trois familles est fréquemment utilisée. Il s'agit de composites à matrice polymère ou organique (CMO), à matrice métallique (CMM) et à matrice céramique (CMC).

Les composites à Grande diffusion et les composites à haute performance sont deux formes différentes de composites.

a- Grande diffusion :

L'optimisation des coûts par la baisse du prix de revient, la composition en polyester avec des fibres de verre longues ou courtes (sous forme de mat ou de tissu) et la simplicité du concept d'élaboration du matériau (moulage par contact, SMC et injection) sont les principaux avantages offerts par les matériaux composites à grande diffusion

b- Hautes performances :

Dans le domaine de l'aéronautique, où l'exigence d'une haute performance se déduit des fortes valeurs ajoutées, on utilise des matériaux composites à hautes performances. Les renforts en fibres sont un peu longs. Le taux de renfort est supérieur à 50%.

I.2.1 Matrices

La matrice constituant le matériau composite est fréquemment une résine polymère. Il existe de nombreux types de résines polymères et chacune a une application spécifique. Les matériaux composites à matrice métallique, céramique ou carbone sont employés dans des situations où la structure doit tolérer une chaleur extrême. Il est possible que les matériaux renforcés par la fibre de carbone atteignent des températures de 2 200° C [3]. La **Figure I.1** fournit une classification des types de matrices les plus fréquents.

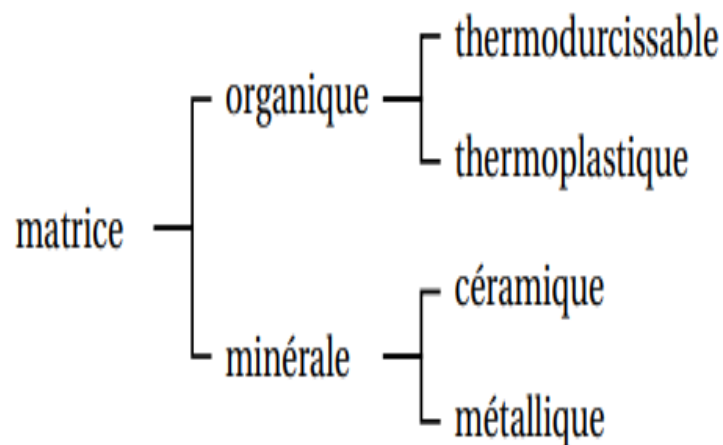


Figure I. 1: Différents types de matrices

I.2.2 Fibre

Une grande variété de fibres est disponible sur le marché en fonction du coût nécessaire à la structure réalisée, et les renforts garantissent les propriétés mécaniques du matériau composite. Les renforts à base de fibres peuvent être linéaires (fils, mèches), textiles de surface (tissus, mats) ou multidirectionnels (tresse, tissus complexes, tissage trois voies ou plus). La **figure I.2** illustre la classification des types de renforcement fréquemment utilisés.

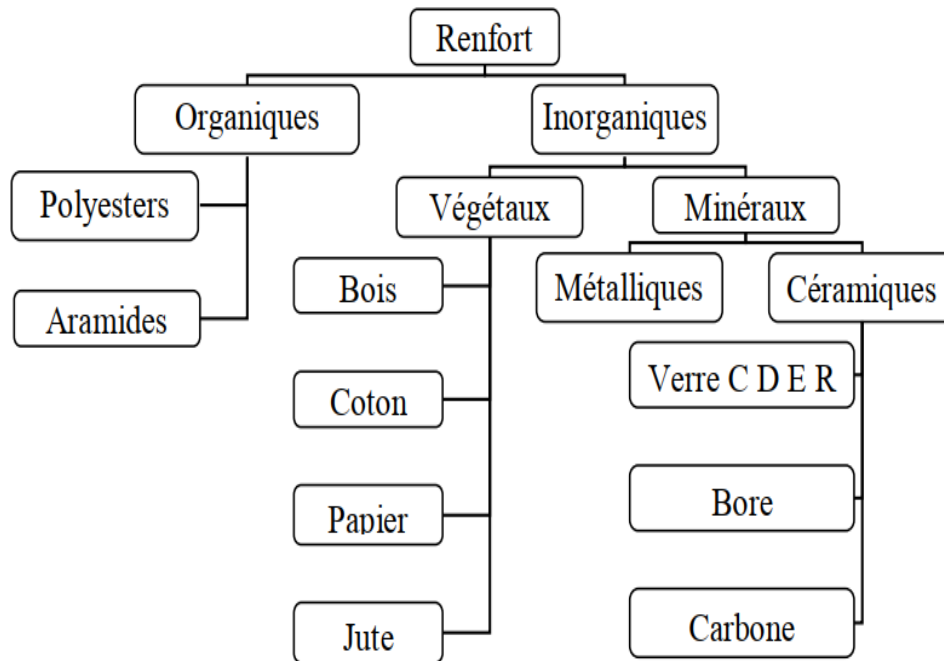


Figure I. 2: Différents types de renforts.

I.3 Procédés de fabrication

En raison de leur flexibilité, les fibres peuvent être enveloppées ou empilées de différentes manières pour mieux résister aux forces directionnelles que la structure subira tout au long de son utilisation. Il existe différentes techniques de mise en œuvre mais la plus utilisée est par moulage. Les méthodes de fabrications les plus utilisées sont les suivantes :

I.3.1 Moulage par contact :

Technologie de fabrication de pièces de simulation ou prototypes. Le principe consiste à imprégner manuellement les renforts qui ont été placés dans un moule (**Figure I.3**). Il est peu coûteux et des pièces de n'importe quelle forme peuvent être produites mais avec une cadence très faible. En effet, celui-ci peut provoquer la rupture de la structure après une dilatation, d'où un changement mécanique qui intègre fréquemment une détérioration chimique (humidité, agression atmosphérique). D'autre part, cette méthode permet la production de pièces avec une large gamme de poids et de taille. Si vous souhaitez faire réaliser un ou plusieurs objets aux dimensions hors du commun, c'est un avantage majeur..

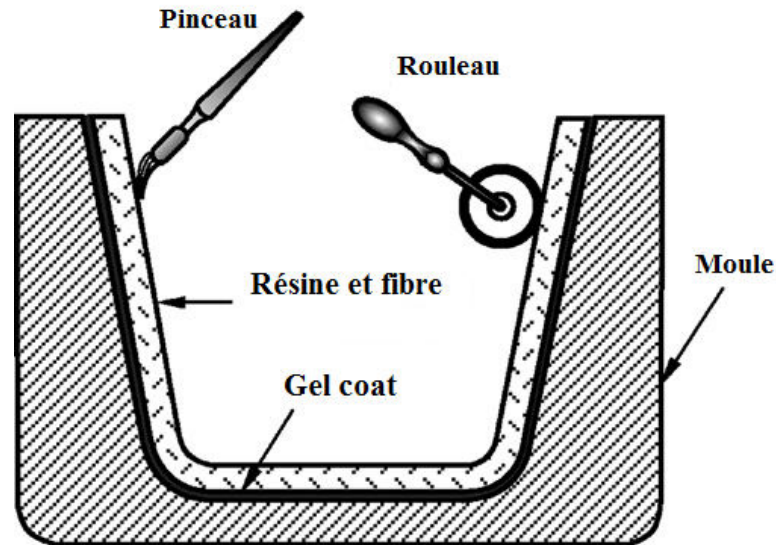


Figure I. 3: Moulage par contact [4]

I.3.2 Moulage sous vide

Les autres noms de cette procédure sont le moulage sous vide et le moulage en sac (Figure I.4). Semblable au moulage par contact, un moule ouvert est utilisé sur lequel les couches de renforcement imprégnées sont placées, les matériaux sandwich peuvent également utiliser les axes de remplissage. Cette méthode consiste à utiliser simultanément la pression atmosphérique et le vide. Ce procédé d'infusion sous vide est très utilisé pour la fabrication de pièces de grandes dimensions [4][5][6] puisqu'il facilite une meilleure adhésion interfaciale entre les fibres et les différentes phases de la matrice qui, par conséquent, permet d'obtenir un matériau composite aux propriétés mécaniques exceptionnelles.

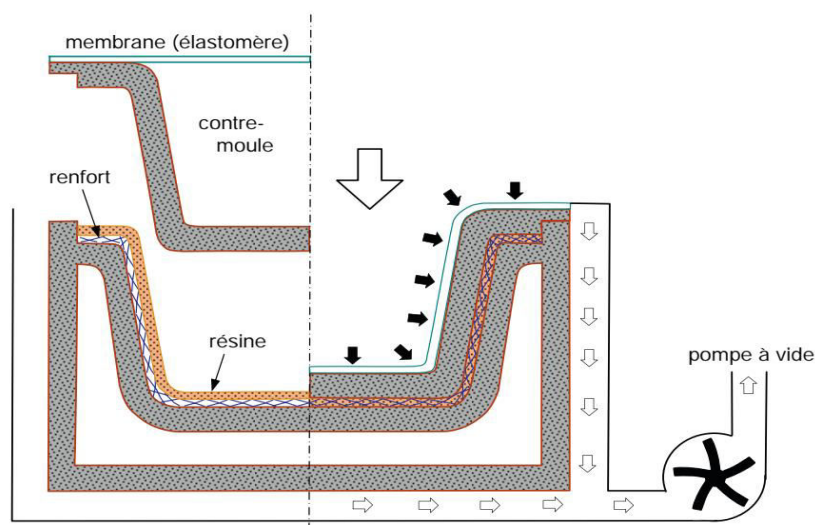


Figure I. 4: Procédé de moulage sous vide [3]

I.3.3 Moulage par injection:

Le moulage par injection est largement répandu et très bien développé. Ce procédé consiste à mouler des pièces à partir de polymère thermodurcissable renforcé par des fibres de verre (**Figure I.5**). Cette technique est particulièrement développée pour produire des pièces identiques à une cadence importante. Ce procédé concerne notamment toutes les matières plastiques et les élastomères. Leur application est multiple surtout pour les pièces de carrosserie.

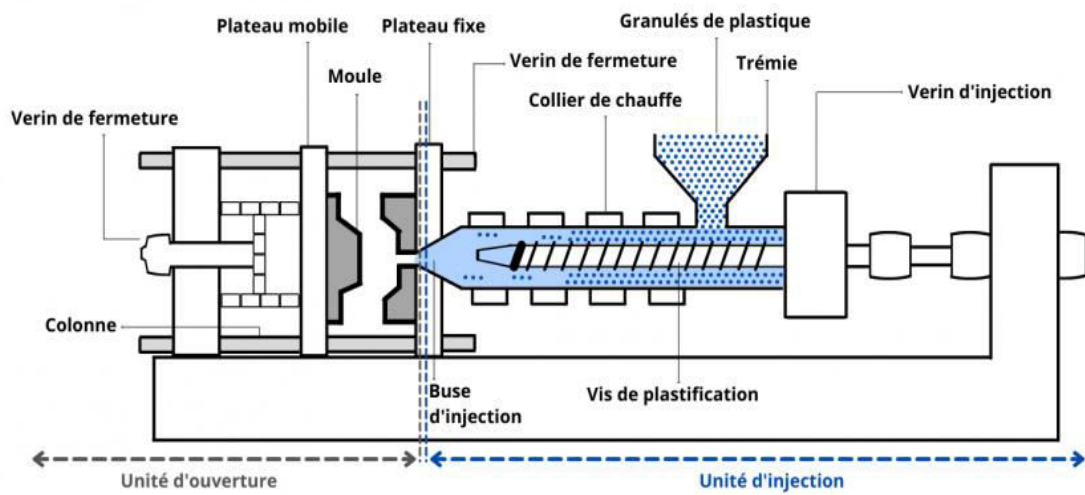


Figure I. 5: Schéma d'une presse à injecter [4]

I.3.4 Moulage par pultrusion :

Il est utilisé pour les matériaux composites de hautes performances industrielles. Le principe est basé essentiellement sur le tirage, la mise en forme et la polymérisation de fibres continues imprégnées (**Figure I.6**). Les avantages sont la production en série, la possibilité de créer des profils très complexes et un taux de consolidation élevé. La limitation est la lenteur du processus (sections droites constantes uniquement).

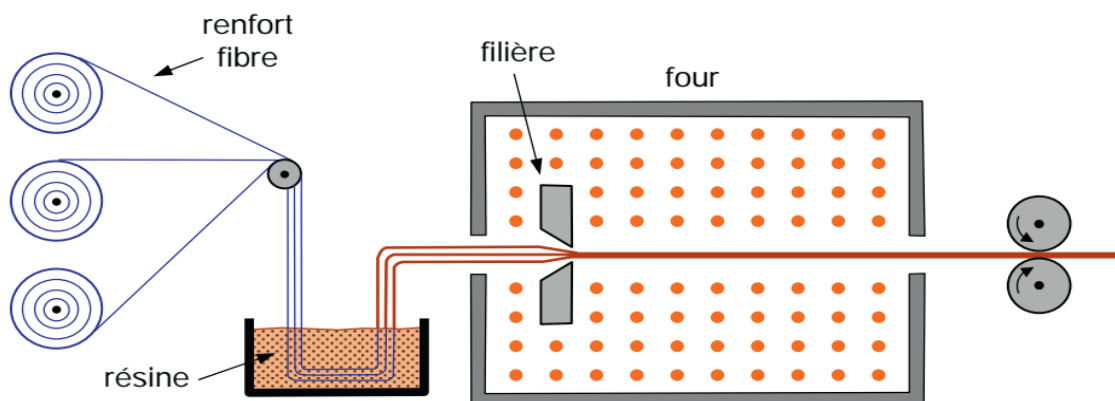


Figure I. 6: Moulage par pultrusion [3]

I.3.5 Moulage par enroulement filamentaire (Ou bobinage):

Cette méthode est utilisée pour la réalisation de pièces à axes de symétrie et développement progressif de sections droites. L'application la plus courante est la fabrication de réservoirs rotatifs comme les réservoirs de stockage de liquide et les enveloppes du propulseur. Le principe de fabrication consiste à enrouler le renfort préalablement imprégné de résine sur un mandrin ayant la géométrie interne de la pièce à réaliser. Après bobinage, l'ensemble (mandrin et composite) est chauffé pour provoquer la polymérisation de la résine (**Figure I.7**). Il est par conséquent indispensable de pouvoir éliminer le mandrin, quelle que soit la géométrie de la pièce, à l'exception de certaines applications architecturales où il s'agit d'une pièce essentielle de la pièce fabriquée. Les avantages de cette technique sont la possibilité de réaliser des pièces de grandes dimensions avec des surfaces internes lisses, Le meilleur placement des renforts et les excellentes propriétés mécaniques

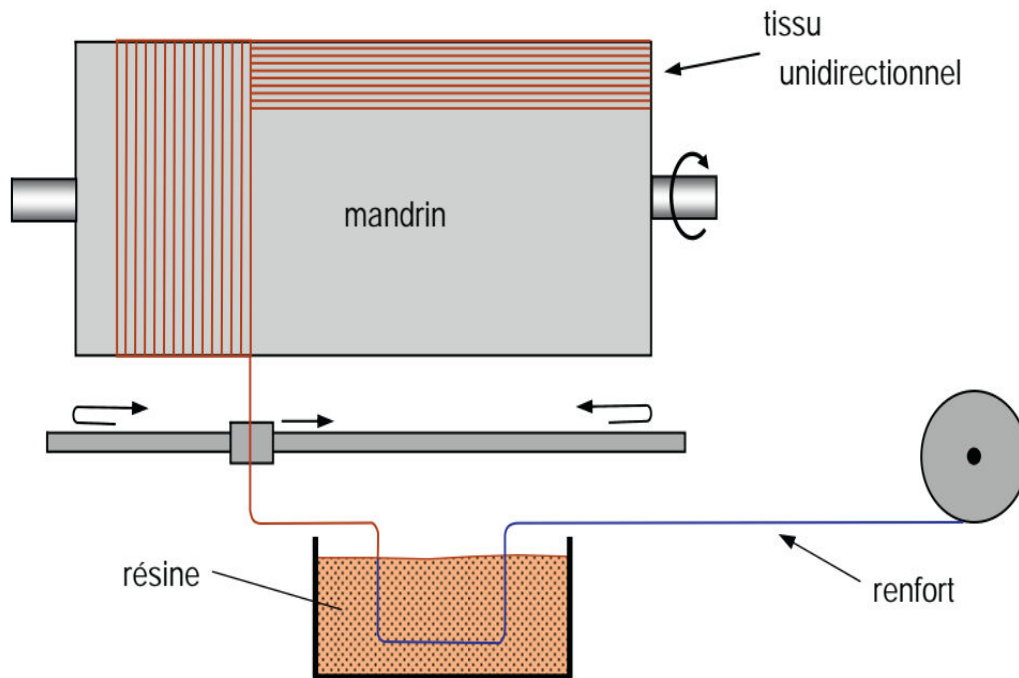


Figure I. 7: Moulage par enroulement filamentaire [3]

I.3.6 Injection thermdurcissable (BMC):

Cette technique discontinue à haute pression (100 bars) consiste en une alimentation et dosage du Compound, Injection-pression, maintien et polymérisation (**Figure I.8**), puis éjection. Les avantages de ce procédé se résument en la réalisation de grande série, temps de cycle minimisé, peu de finition et faible coût de matière.

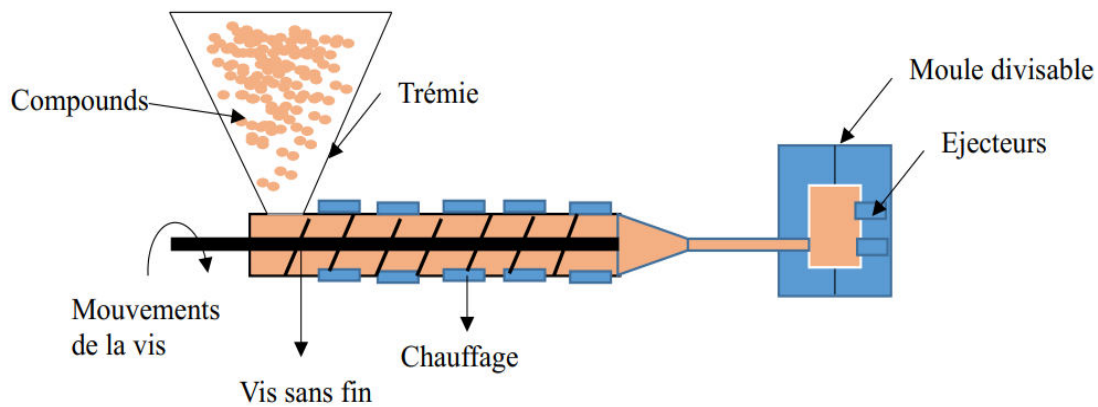


Figure I. 8: Procédé de moulage par Injection thermodurcissable (BMC) [3]

I.3.7 Compression thermodurcissable (SMC): Sheet Molding Compound ou pré-imprégnés en feuilles.

Le principe consiste à placer une feuille de préimprégné dans un contre-moule chauffé, à comprimer le matériau dans le moule chauffé, à le laisser polymériser, puis à éjecter la pièce (**Figure I.9**). Les avantages sont le faible coût de la matière, les caractéristiques mécaniques et thermiques importantes obtenues.

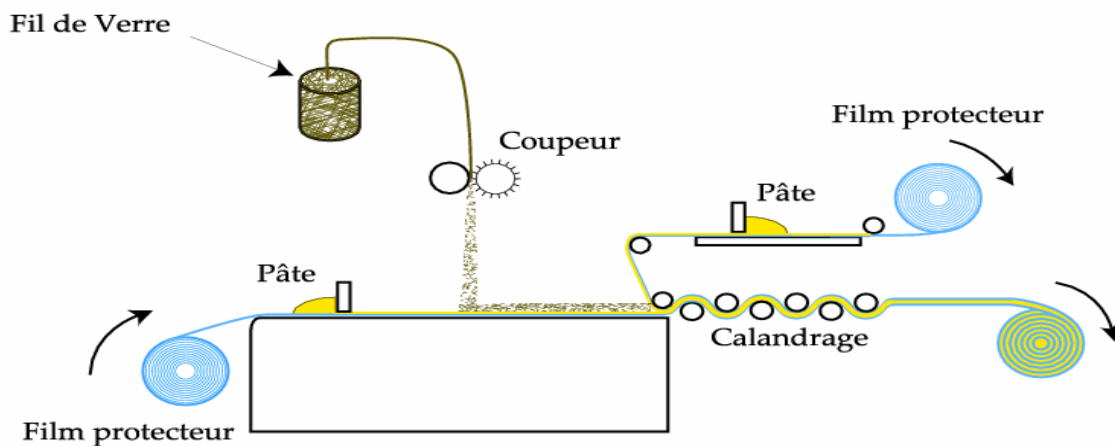


Figure I. 9: Compression thermodurcissable (SMC) [4]

I.4 Fibre végétale

I.4.1 Introduction

Ces dernières années, les composites renforcés par des fibres naturelles ont attiré l'attention du monde universitaire et de diverses industries. Il existe différentes fibres végétales qui peuvent être utilisées comme renforts et charges [7]. Diverses raisons conduisent à cet intérêt : faible densité, propriétés mécaniques intéressantes, conscience écologique et même faible coût [8][9]. Ces aspects ont poussé les industriels à donner plus d'importance aux fibres végétales dans les matériaux composites à matrice polymère. Ceci a permis le développement de leur utilisation pour certaines applications, notamment dans le domaine automobile [9][10]. Dans le secteur des matériaux, les fibres végétales (fibre de bambou, fibre de sisal...) sont utilisées comme des renforts pour de nombreux polymères tels que le polypropylène (PP)[11][12][13][14][15][16][17][18], le polyacide lactique (PLA)[19], le polyéthylène (PE) [20], le caoutchouc [21][22], les résines époxydes [23][24].

Classification des fibres végétales :

Les fibres végétales peuvent être classées selon l'organe d'origine (Figure I.10), dans ce cas, il comprend :

- Les fibres libériennes obtenues à partir de tiges de plantes (lin, chanvre, jute, ramie, jonc) qui contiennent des fibres libériennes.
- Les fibres dures provenant de tronc (chanvre de manille), de feuilles (sisal, alfa, feuilles de palmier) et d'enveloppes de fruits (noix de coco).
- Fibres de poils séminaux de graines (kapok, coton)
- Les fibres naturelles peuvent être classées en fibres de tige (kénaf, jute, lin, ramie) et en feuilles (sisal, abace, paille d'herbe)[25].
- Les fibres végétales peuvent être groupées selon leur teneur en cellulose, hémicellulose et lignine. Ensuite, on distingue les fibres ligneuses (dures et rigides telles que celles provenant du bois) et les fibres non ligneuses (tendres et souples, souvent issues de végétaux non ligneux comme le jute et le sisal).
- Les fibres naturelles peuvent être divisées en deux catégories : Longue fibre appelée libérienne obtenue à partir de l'écorce de la tige ou du tronc des plantes annuelles. Elles sont molles, mais les fibres longues des feuilles et des troncs d'arbres sont plus dures et plus

rigides car riches en lignine. Et les fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues [25].

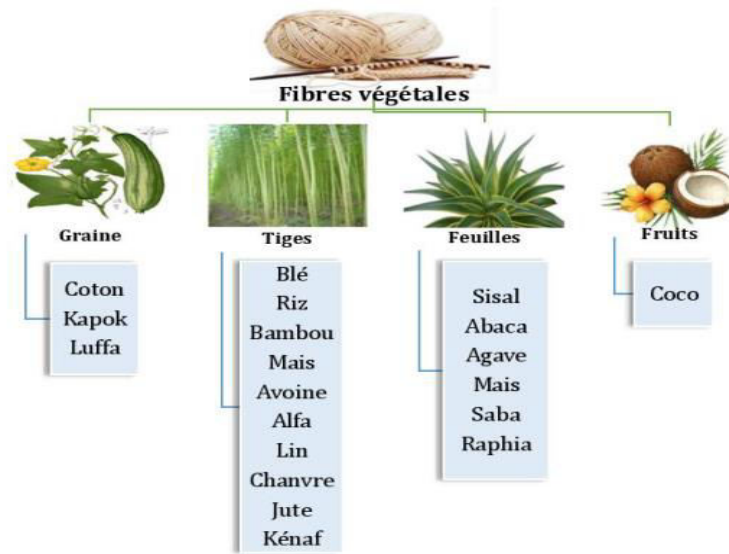


Figure I. 10: Classification des fibres végétales [26][27]

I.4.2 Structure d'une fibre végétale

Les fibres végétales elles-mêmes sont des biocomposites. Le renforcement est assuré par des fibrilles de cellulose recouvertes d'une matrice d'hémicellulose et de lignine (**Figure I.11**). Les fibrilles sont disposées en spirale, formant un angle avec l'axe de la fibre appelé «angle des microfibrilles» (**Figure I.12**) [28].

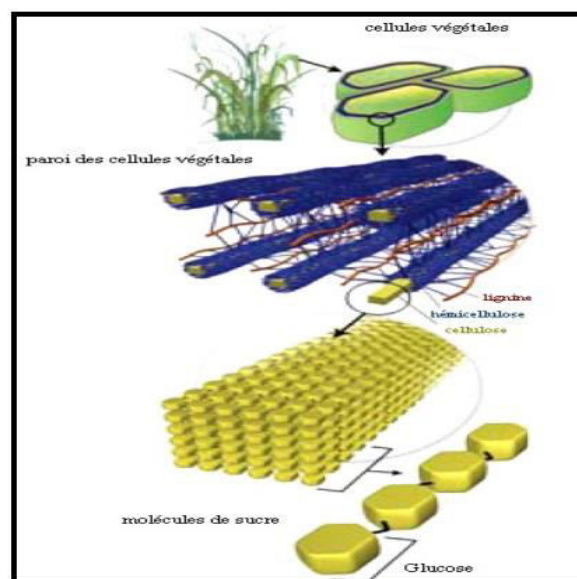


Figure I. 11: Observation multi échelles d'une fibre végétale[28].

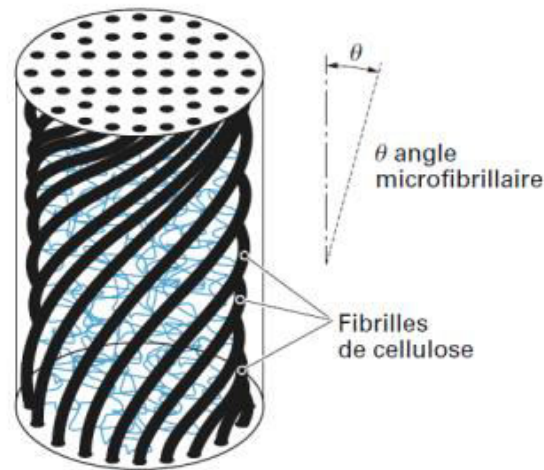


Figure I. 12: Orientation des fibrilles de cellulose dans une fibre végétale [28].

I.4.3 Composition chimique

Les proportions des différents constituants d'une fibre varient d'une manière importante d'une plante à une autre et même dans la même plante. Les principaux composants des fibres végétales sont la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. (**Tableau I.1**). La composition chimique dépend de la maturité de l'espèce, de l'organe d'où proviennent les fibres, des conditions climatiques et des conditions d'extraction à partir desquelles les fibres sont obtenues [28][29].

Tableau I. 1: Compositions chimiques de quelques fibres naturelles

Fibre	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Pectine (%)	Référence
Palmier	32 -35,8 15	24,4 -28,1	26.7-28.7	-	[29]
Typha (Leafiran)	56,5	11,5	26,3	-	[30][31]
Kénafe	65,7	13,2	21,6	-	
Ortie	47,63	18,9	8,15	-	
Jute	72	13	13	0.2	[28] [32] [33]
Noix de coco	43	<1	45	4	
Sisal	73	13	11	0.8-2	
Coton	92	6	-	5.7	
Lin	43 - 47	16	21 - 23	0.9-1.8	
Ramie	68.6-76.2	13.1-16	0.6-0.7	1.9-2	
Chanvre	68-92	15-22	10	0.9	

I.4.3.1 La cellulose :

La cellulose représente le polymère le plus abondant dans la surface de la terre, avec une production mondiale annuelle estimée à environ $1.3 \cdot 10^{10}$ tonnes [34]. La cellulose est un homopolymère constitué par une chaîne de motifs de glucose reliés par des liaisons glucosidiques β -(1 4) (**Figure I.13**) [35].

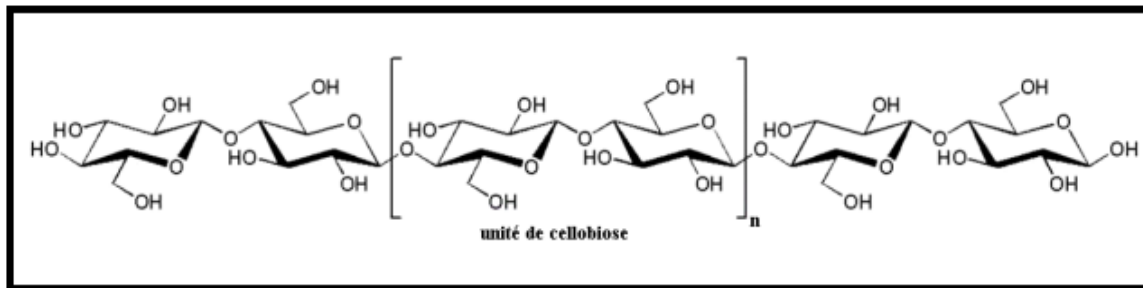


Figure I. 13: Structure chimique de la cellulose [34].

I.4.3.2 Les hémicelluloses

L'hémicellulose est un polysaccharide soluble dans l'eau qui peut être extrait des parois des cellules végétales par des solutions acides. Principalement composé de xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose et acide uronique (**Figure I.14**). Sa structure diffère selon l'origine végétale[35].

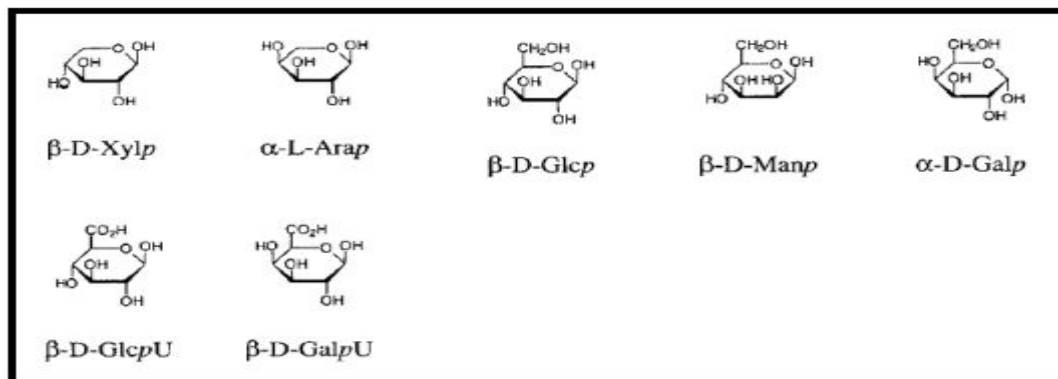


Figure I. 14: Structures chimiques des unités de base de l'hémicellulose [35].

I.4.3.3 Pectines

La pectine joue un rôle important dans la structure de la paroi végétale. Elles sont composées d'une chaîne linéaire d'acides galacturoniques liés entre eux par la liaison α -D-(1 \rightarrow 4), formant la chaîne principale (**Figure I.15**) [36].

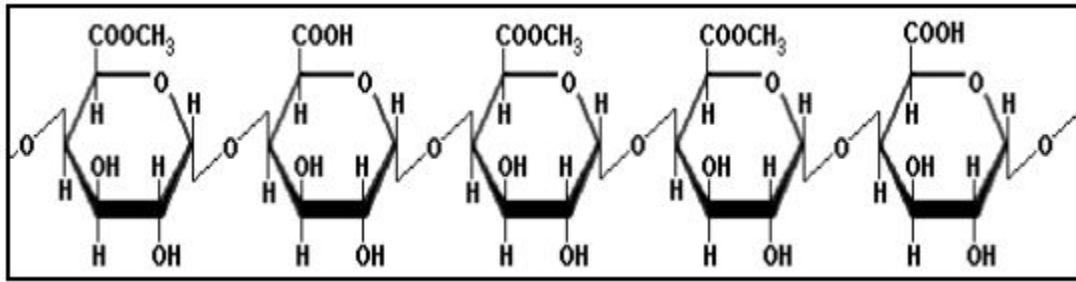


Figure I. 15: Structure de la pectine [37]

I.4.3.4 Lignine

La lignine est la substance naturelle la plus abondante sur la surface de la terre après la cellulose. Leurs propriétés mécaniques changent avec la température et l'humidité [38]. La lignine est composée d'un polymère phénolique amorphe tridimensionnel contenant trois unités différentes de type penylopropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique (**Figure I.16**) [37].

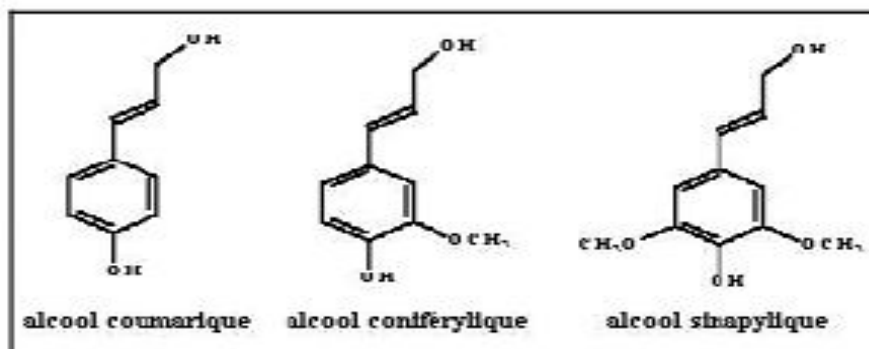


Figure I. 16: Motifs élémentaires de la lignine [28]

I.5 Méthodes d'extraction des fibres végétales

La séparation des fibres ou le processus d'extraction a un impact majeur sur le rendement en fibres et la qualité finale de la fibre. Les Techniques d'extraction de fibres peuvent être effectuées par des différentes procédures telles que : chimique (à la soude, kraft, acide, sulfate neutre de sodium ...) [39] , mécanique (décortication, teillage, peignage) et biologique (rouissage à l'eau, à terre et le rouissage enzymatique). Tous les processus d'extraction précédents ont un objectif commun : obtenir des fibres longues, non détériorées avec de bonnes propriétés mécaniques.

I.5.1 Procédé d'extraction mécanique

La méthode mécanique d'extraction des fibres végétales consiste à passer la matière fibreuse à travers une ou plusieurs machines permettant de détruire les matières non cellulosiques et de dégrader les fibres. Parmi les méthodes mécaniques, on distingue la technique manuelle, le décorticage, le laminage (**Figure I.17**), teillage, etc.



Figure I. 17: Machine de laminage [27].

La décortication mécanique représente une méthode de procédé simple et rapide de qualité supérieure [40] qui respecte l'environnement au contraire des procédés chimiques [41]. Le teillage est une méthode mécanique qui consiste à battre les tiges pour enlever le bois, il faut répéter cette méthode plusieurs fois jusqu'à l'obtention des fibres les plus souples possibles [39].

I.5.2 Procédé d'extraction chimique

La méthode d'extraction chimique des fibres végétales consiste à traiter la matière fibreuse dans une solution contenant un ou plusieurs agents chimiques dans des conditions bien déterminées. Ce procédé consiste à dissoudre la lignine, l'hémicellulose et toutes autres matières extractibles qui lient les fibres les unes aux autres pour obtenir ces dernières. Le procédé d'extraction chimique donne un rendement d'environ 33% de fibres. Dans ce sens, une méthode basée sur l'action de l'hydroxyde de sodium a été appliquée sur les feuilles de *Typha* de la variété australis à une température de 80 à 100°C pendant une durée de 2 à 4 heures [31]. Dans une autre recherche, l'extraction a été réalisée sur la tige de *Typha domingensis* par la méthode soude-anthraquinone; sulfite alcalin-anthraquinone et sulfite alcalin anthraquinone-méthanol à haute température 165 °C pendant 90 à 120 min[42].

I.5.3 Procédé d'extraction biologique

L'extraction biologique, appelée aussi l'extraction naturelle, est réalisée généralement par rouissage dans l'eau. C'est la méthode la plus ancienne et la plus utilisée pour les fibres libériennes [43]. Parmi les procédés d'extraction biologiques, on distingue le rouissage utilisé pour l'extraction des fibres végétales telle que le lin, le sisal, le jute, le palmier, etc. En pratique, la macération de la plante ou de certains organes est pratiquée pour faciliter la séparation de l'écorce filamenteuse. La torréfaction, méthode d'extraction traditionnelle, utilise les bactéries présentes dans l'eau pour dissoudre la matière organique.

I.6 Propriétés physiques et mécaniques des fibres végétales

La grande diversité constitutive et anatomique des fibres végétales suggère une gamme dans leurs caractéristiques mécaniques. Présenter un tableau avec toutes les caractéristiques des fibres de cellulose lignée est très difficile. Les propriétés physiques et mécaniques, présentées dans la littérature, de quelques fibres végétales les plus importantes sont montrées dans les **Tableau I.2** et **I.3** respectivement.

Tableau I. 2: Quelques propriétés physiques des fibres naturelles

Fibre	Longueur (mm)	Diamètre (µm)	Longueur cellules (mm)	Densité (kgm⁻³)	Cristallin (%)	Références
Bagasse	-	-	0,8-2,8	450-492	47	[44]
Banane	10-300	50-250	3,4	1500	-	[45]
Jute	60	18- 20/ 20-30	2,3	1450	-	[45]
Ramie	120	40-50	154	1500		[46]
Sisal	3	18/100- 300	1-8/2,2	1260-1330	72,2	[47]
Curaua	97	75,6		920		[48]
coco	10-150	40-400	-	1390-1520	43-44 -	[49][50]
Coton	35	19		1510		[46][51]
Luffa Cylendrica				820	59.1	[48][52]

Tableau I. 3: Quelques propriétés mécaniques des fibres naturelles

Fibres	Densité (g/cm ³)	ϵ (%)	σ (MPa)	E (GPa)	Références
Cotton	1,51-1,59	7,1-8,1	288-596	5,51-12,5	[53][54]
Jute	1,31	1,51-1,79	394-772	26,51	[55][56]
Lin	1,51	2,71-3,19	346-1034	27,61	[56]
Chanvre	-	1,79	690.1	-	[57]
Ramie	-	3,61-3,79	400.5-93.9	61,41-127	[54][56]
Sisal	1,51	2,05-2,51	511.1-635.1	9,41-22,1	[56]
Coco	1,21	30,01	175.1	4,01-6,01	[53]
Curauá	1,41	3,7-4,3	500-1150	11,8	[48]
Abaca	1,5	3-10	980	12	[58]
Raphia farinifera	-	4	500	12,3	[59]
canne à sucre	-	1,1	222	27,1	[44]
Banane	-	-	700-800	27-32	[51]
Ananas	-	3,2	180	82	[51]

I.7 Généralités sur le palmier dattier

Les palmiers dattiers présentent un grand intérêt écologique, économique et social pour de nombreux pays arides qui comptent parmi les plus pauvres du monde. Dans le désert du Sahara en Algérie, le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est un aliment de base des écosystèmes oasiens, limitant les dommages causés par l'envasement et protégeant les plantes sous-jacentes du rayonnement solaire intense (arbres fruitiers, cultures maraîchères et céréales). La diversité de la vie animale et végétale est nécessaire à la préservation et à la survie des populations et, est rendue possible par l'existence des palmiers dattiers dans ces régions arides. Avec 160 000 hectares de terres, plus de 2 millions de vergers et une production annuelle moyenne de 500 000 tonnes de palmiers dattiers, l'Algérie est le sixième producteur mondial de palmiers dattiers et le premier au Maghreb [60]. Depuis 1734, le nom que Linné a donné au palmier dattier est *Phoenix dactylifera*. Un palmier n'est pas un arbre mais une herbe géante. L'épaississement de son tronc résulte de l'addition répétée de faisceaux appelé croissance secondaire (**Figure I.18**). Il est intéressant de noter qu'il existe des palmiers mâles appelés dokkars et des palmiers femelles. Le palmier mesure généralement entre 20 à 30 mètres de haut, au tronc cylindrique (le stipe), portant une couronne de feuilles pennées,

divisées avec une longueur de 4 à 7 m. Le palmier dattier peut atteindre un âge qui dépasse le siècle [61].

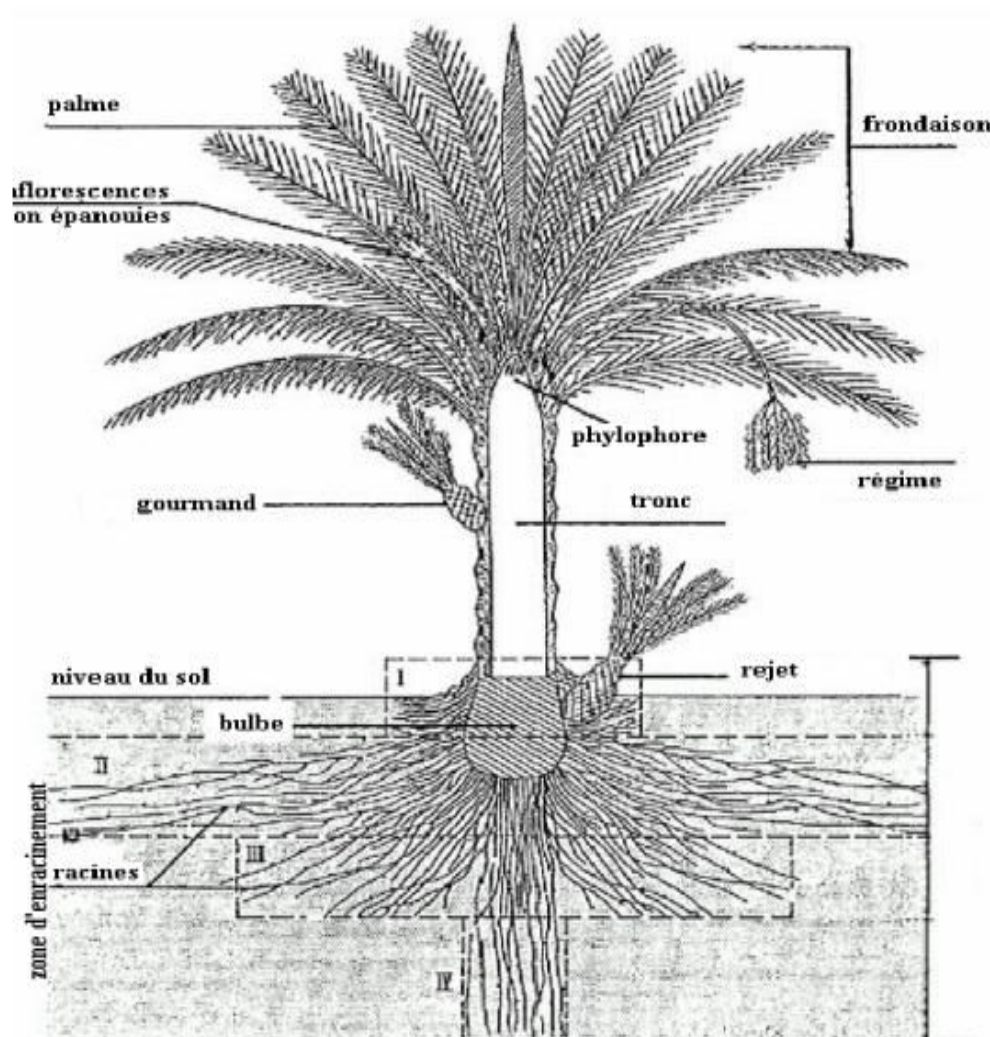


Figure I. 18: Morphologie du palmier dattier

Le palmier dattier est une espèce monocotylédone arborescente. On distingue plusieurs parties du palmier dattier.

I.7.1 Le stipe ou tronc

Le tronc d'un palmier dattier, qui peut atteindre 20 à 30 mètres, s'appelle la tige et est généralement cylindrique de diamètre constant. La tige se termine par un seul bourgeon terminal qui produit des feuilles appelées palmes (frondes). L'enveloppe externe, l'écorce, n'est qu'un prolongement de la base du pétiole. Le tronc est constitué uniquement de fibres de pétiole empilées de l'intérieur vers l'extérieur, ce qui explique pourquoi le bois est plus rigide à l'extérieur qu'à l'intérieur [62].

I.7.2 La couronne

Des rangées de palmiers verts forment une couronne de palmiers. Les arbres adultes ont de 50 à 200 palmiers. Nous distinguons:

- Couronne basale avec palmier ancien.
- Couronne centrale dans la paume d'un adulte.

I.7.3 Palme

La palme (Figure I.19) est une feuille pennée dont les folioles sont disposées régulièrement le long du pétiole et obliquement le long de l'axe. Les segments inférieurs se transforment en épines plus ou moins nombreuses et plus ou moins longues. Le pétiole (Kornaf) est raide et relativement rigide.

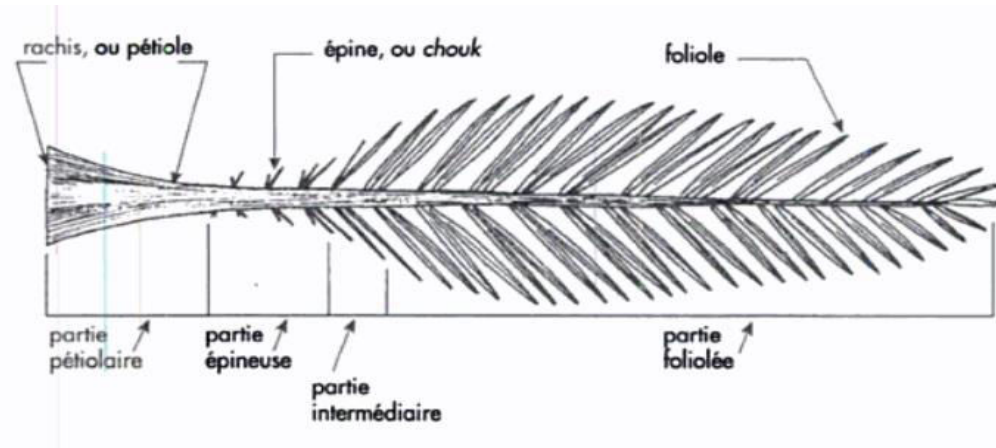


Figure I. 19: Schéma d'une palme de palmier dattier

I.7.4 Le rachis

Le rachis est semi-cylindrique avec des épines et des folioles. Les épines se transforment progressivement en folioles. Le détail, la dureté et la couleur des feuilles varient selon le cultivar.

I.7.5 Le pétiole

Le pétiole est une partie de la palme, généralement large, atteignant 30 cm de diamètre longitudinal et 25 à 50 cm de longueur, selon le type de palmier. Les pétioles, ainsi que le fibrillum, aident à renforcer et à protéger le tronc des dommages causés par les animaux, des impacts externes et des climats rigoureux.

I.7.6 La foliole

Les folioles sont des feuilles éparpillées des deux côtés de la palme. La longueur et la largeur des folioles dépendent du type de palmier, de la façon dont il est entretenu et des

conditions environnementales. Les folioles mesurent 15 à 85 cm de longueur et 1 à 6 cm de largeur.

Les palmiers dattiers ont une structure fibreuse composée de cinq types de fibres.

- Fibres de bois de tronc.
- Fibres foliaires au niveau de la tige
- Fibres de la tige au niveau du tronc de la tige et des supports du palmier dattier (grappes).
- Fibres de surface autour du tronc ou de la base de la paume (pétiole)
- Fibre de Liffe (le tronc entre les cornaf est recouvert de masses fibreuses de coton appelées Liffe)

I.8 Conclusion

L'intérêt pour les composites renforcés de fibres végétales augmente rapidement en raison de leurs hautes performances, de leurs avantages de traitement significatifs, de leur biodégradabilité, de leur faible coût et de leur faible densité. Ce chapitre est consacré à l'étude bibliographique des matériaux biocomposites et des fibres naturelles. Une présentation de fibres naturelles a mis en évidence l'importance du choix du renfort et de la résine pour l'élaboration d'un matériau biocomposite répondant aux exigences écologiques et environnementales. Cette étude bibliographique a révélé la structure des fibres naturelles du niveau moléculaire au niveau macrostructural. Les fibres végétales sont de véritables biocomposites avec une matrice de microfibrilles de cellulose recouvertes d'un composant amorphe.

I.9 Références

- [1] S. J. Eichhorn *et al.*, “Review: Current international research into cellulosic fibres and composites,” *J. Mater. Sci.*, vol. 36, no. 9, pp. 2107–2131, 2001, doi: 10.1023/A:1017512029696.
- [2] A. K. Mohanty, M. Misra, and G. Hinrichsen, “Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview,” *Macromol. Mater. Eng.*, vol. 276–277, pp. 1–24, 2000, doi: 10.1002/(SICI)1439-2054(20000301)276:1<1::AID-MAME1>3.0.CO;2-W.
- [3] J.-M. Berthelot, “Matériaux composites: comportement mécanique et analyse des structures,” p. 637, 2012.
- [4] K. G. Swift and J. D. Booker, “Chapter 5 - Plastics and Composites Processing,” K. G. Swift and J. D. B. T.-M. P. S. H. Booker, Eds. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2013, pp. 141–174. doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-099360-7.00005-7>.
- [5] M. I. H. Jamaludin, S. Jamian, M. K. Awang, K. A. Kamarudin, M. K. M. Nor, and A. E. Ismail, “Characterization of Continuous Gradient Functionally Graded Natural Fiber Reinforced Polymer Composites,” *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 824, no. 1, 2020, doi: 10.1088/1757-899X/824/1/012019.
- [6] R. F. Gibson, “A review of recent research on mechanics of multifunctional composite materials and structures,” *Compos. Struct.*, vol. 92, no. 12, pp. 2793–2810, 2010, doi: 10.1016/j.compstruct.2010.05.003.
- [7] 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. 7–8, pp. 1627–1639, 2007, doi: 10.1016/j.compscitech.2006.07.003.
- [8] M. S. Huda, L. T. Drzal, M. Misra, and A. K. Mohanty, “Wood-fiber-reinforced poly(lactic acid) composites: Evaluation of the physicomechanical and morphological properties,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 102, no. 5, pp. 4856–4869, 2006.
- [9] D. Nabi Saheb and J. P. Jog, “Natural fiber polymer composites: A review,” *Adv. Polym. Technol.*, vol. 18, no. 4, pp. 351–363, 1999.
- [10] J. Holbery and D. Houston, “Natural-fiber-reinforced polymer composites in automotive applications,” *JOM*, vol. 58, no. 11. 2006.

- [11] X. Li, L. G. Tabil, and S. Panigrahi, “Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: A review,” *J. Polym. Environ.*, vol. 15, no. 1, pp. 25–33, 2007, doi: 10.1007/s10924-006-0042-3.
- [12] 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. Journal, Ser. A Solid Mech. Mater. Eng.*, vol. 47, no. 4, pp. 561–565, 2004, doi: 10.1299/jsmea.47.561.
- [13] A. K. Bledzki, A. A. Mamun, M. Lucka-Gabor, and V. S. Gutowski, “The effects of acetylation on properties of flax fibre and its polypropylene composites,” *Express Polym. Lett.*, vol. 2, no. 6, pp. 413–422, 2008, doi: 10.3144/expresspolymlett.2008.50.
- [14] M. M. Haque, M. Hasan, M. S. Islam, and M. E. Ali, “Physico-mechanical properties of chemically treated palm and coir fiber reinforced polypropylene composites,” *Bioresour. Technol.*, vol. 100, no. 20, pp. 4903–4906, 2009, doi: 10.1016/j.biortech.2009.04.072.
- [15] H. Demir, U. Atikler, D. Balköse, and F. Tihminlioğlu, “The effect of fiber surface treatments on the tensile and water sorption properties of polypropylene-luffa fiber composites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 37, no. 3, pp. 447–456, 2006, doi: 10.1016/j.compositesa.2005.05.036.
- [16] M. N. Ichazo, C. Albano, J. González, R. Perera, and M. V. Candal, “Polypropylene/wood flour composites: Treatments and properties,” *Compos. Struct.*, vol. 54, no. 2–3, pp. 207–214, 2001, doi: 10.1016/S0263-8223(01)00089-7.
- [17] J. Wu, D. Yu, C. M. Chan, J. Kim, and Y. W. Mai, “Effect of Fiber Pretreatment Condition on the Interfacial Strength and Mechanical Properties of Wood Fiber/PP Composites,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 76, no. 7, pp. 1000–1010, 2000, doi: 10.1002/(SICI)1097-4628(20000516)76:7<1000::AID-APP3>3.0.CO;2-X.
- [18] F. M. B. Coutinho and T. H. S. Costa, “Performance of polypropylene – wood fiber composites,” vol. 18, pp. 581–587, 1999.
- [19] 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, doi: 10.1007/s10853-007-1994-y.
- [20] X. Colom, F. Carrasco, P. Pagès, and J. Canavate, “Effects of different treatments on

- the interface of HDPE/lignocellulosic fiber composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, no. 2, pp. 161–169, 2003, doi: 10.1016/S0266-3538(02)00248-8.
- [21] M. A. Martins and I. Joeques, “Tire rubber-sisal composites: Effect of mercerization and acetylation on reinforcement,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 89, no. 9, pp. 2507–2515, 2003, doi: 10.1002/app.12285.
- [22] M. Jacob, S. Thomas, and K. T. Varughese, “Mechanical properties of sisal/oil palm hybrid fiber reinforced natural rubber composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 64, no. 7–8, pp. 955–965, 2004.
- [23] J. George, J. Ivens, and I. Verpoest, “Mechanical properties of flax fibre reinforced epoxy composites,” *Angew. Makromol. Chemie*, vol. 272, no. 4747, pp. 41–45, 1999, doi: 10.1002/(SICI)1522-9505(19991201)272:1<41::AID-APMC41>3.0.CO;2-X.
- [24] M. Z. Rong, M. Q. Zhang, Y. Liu, G. C. Yang, and H. M. Zeng, “The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 61, no. 10, pp. 1437–1447, 2001, doi: 10.1016/S0266-3538(01)00046-X.
- [25] A. Y. Nenonene, “Elaboration 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,” p. 217, 2009.
- [26] X. Zhang, F. Wang, and L. M. Keer, “Influence of surface modification on the microstructure and thermo-mechanical properties of bamboo fibers,” *Materials (Basel)*, vol. 8, no. 10, pp. 6597–6608, 2015.
- [27] V. Vi and D. Thi, “Matériaux composites à fibres naturelles / polymère biodégradables ou non,” *Thèse Dr. Univ. grenoble*, 2011.
- [28] A. K. Bledzki and J. Gassan, “Composites reinforced with cellulose based fibres,” *Prog. Polym. Sci.*, vol. 24, no. 2, pp. 221–274, 1999.
- [29] H. Kaddami *et al.*, “Short palm tree fibers – Thermoset matrices composites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 37, no. 9, pp. 1413–1422, 2006, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.06.020>.
- [30] A. SBIAI, “Materiaux Composites a Matrice Epoxyde Chargee Par Des Fibres De Palmier Dattier : Effet De L ’ Oxydati on Au Tempo,” *Thèse Dr. Univ. lyon*, 2011.

- [31] S. M. Mortazavi and M. Kamali Moghaddam, “An Analysis of Structure and Properties of a Natural Cellulosic Fiber (Leafiran),” *Fibers Polym.*, vol. Vol.11, no. 6, pp. 877–882, 2010.
- [32] M. J. John and R. D. Anandjiwala, “Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites,” 2008, doi: 10.1002/pc.
- [33] L. Y. Mwaikambo and M. P. Ansell, “Hemp fibre reinforced cashew nut shell liquid composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, no. 9, pp. 1297–1305, 2003.
- [34] S. THIEBAUD, “Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux,” *Thèse Dr. Univ. tououse*, 1995.
- [35] R. M. Rowell, J. S. Han, and J. S. Rowell, “Characterization and Factors Effecting Fiber Properties,” *Nat. Polym. Agrofibers Compos.*, pp. 115–134, 2000.
- [36] R. Bag, “Solvants pariétaux et aptitude à la transformation des fibres de chanvre,” *Thèse Dr. Univ. REIMS CHAMPAGNE - ARDENNE*, 2020.
- [37] B. Laibi, “Comportement hygro-thermo-mécanique de matériaux structuraux pour la construction associant des fibres de kénaf à des terres argileuses,” *Thèse Dr. Univ. Caen Normandie*, 2018.
- [38] B. W. J. Cousins, “Elastic Modulus of Lignin as Related to Moisture Content,” *Wood Sci. Technol.*, vol. 10, pp. 9–17, 1976.
- [39] M. Dallel, “Evaluation du potentiel textile des fibres d’Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil,” *Thèse Dr. Univ. Haute Alsace*, p. 154, 2012.
- [40] B. A. Amel, M. T. Paridah, R. Sudin, U. M. K. Anwar, and A. S. Hussein, “Effect of fiber extraction methods on some properties of kenaf bast fiber,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 46, pp. 117–123, Apr. 2013.
- [41] H. P. S. Abdul Khalil, I. U. H. Bhat, M. Jawaid, A. Zaidon, D. Hermawan, and Y. S. Hadi, “Bamboo fibre reinforced biocomposites: A review,” *Mater. Des.*, vol. 42, pp. 353–368, 2012.
- [42] Tk. O. Khider, S. Omer, and O. Taha, “Alkaline pulping of *Typha domingensis* stems from Sudan,” *World Appl. Sci. J.*, vol. 16, no. 3, pp. 331–336, 2012.
- [43] Y. BENMLIK, “Valorisation des fibres de kénaf dans des applications textiles et paratextiles,” *Thèse Dr. Univ. Monast. Ec.*, p. 143, 2012.
- [44] P. A. Filho and O. Badr, “Title: BIOMASS RESOURCES FOR ENERGY IN NORTH-EASTERN BRAZIL MAIN TEXT,” *Appl. Energy*, vol. 77, no. 1, pp. 51–67, 2004.
- [45] K. Sukumaran, K. G. Satyanarayana, S. G. K. Pillai, and K. K. Ravikumar, “Structure,

- physical and mechanical properties of plant fibres of Kerala,” *Met Mater Proc*, vol. 13, pp. 121–136, Jan. 2001.
- [46] K. G. Satyanarayana, K. K. Ravikumar, K. Sukumaran, P. S. Mukherjee, S. G. K. Pillai, and A. G. Kulkarni, “Structure and properties of some vegetable fibres,” *J. Mater. Sci.*, vol. 21, no. 1, pp. 57–63, 1986, doi: 10.1007/BF01144699.
- [47] T. H. D. Sydenstricker, S. Mochnaz, and S. C. Amico, “Pull-out and other evaluations in sisal-reinforced polyester biocomposites,” *Polym. Test.*, vol. 22, no. 4, pp. 375–380, 2003, doi: [https://doi.org/10.1016/S0142-9418\(02\)00116-2](https://doi.org/10.1016/S0142-9418(02)00116-2).
- [48] A. L. Leao, R. Rowell, and N. Tavares, “Applications of Natural Fibers in Automotive Industry in Brazil — Thermoforming Process BT - Science and Technology of Polymers and Advanced Materials: Emerging Technologies and Business Opportunities,” P. N. Prasad, J. E. Mark, S. H. Kandil, and Z. H. Kafafi, Eds. Boston, MA: Springer US, 1998, pp. 755–761. doi: 10.1007/978-1-4899-0112-5_66.
- [49] F. Tomczak, T. H. D. Sydenstricker, and K. G. Satyanarayana, “Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part II: Morphology and properties of Brazilian coconut fibers,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 38, no. 7, pp. 1710–1721, 2007, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.02.004>.
- [50] G. G. Silva, D. A. D. E. Souza, J. C. Machado, and D. J. Hourston, “Mechanical and Thermal Characterization of Native,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 76, pp. 1197–1206, 2000.
- [51] T. Hatakeyama, K. Nakamura, and H. Hatakeyama, “Studies on heat capacity of cellulose and lignin by differential scanning calorimetry,” *Polymer (Guildf.)*, vol. 23, no. 12, pp. 1801–1804, 1982, doi: 10.1016/0032-3861(82)90125-2.
- [52] V. O. A. Tanobe, T. H. D. Sydenstricker, M. Munaro, and S. C. Amico, “A comprehensive characterization of chemically treated Brazilian sponge-gourds (*Luffa cylindrica*),” *Polym. Test.*, vol. 24, no. 4, pp. 474–482, 2005, doi: <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2004.12.004>.
- [53] E. T. N. Bisanda and M. P. Ansell, “Properties of sisal-CNSL composites,” *J. Mater. Sci.*, vol. 27, no. 6, pp. 1690–1700, 1992, doi: 10.1007/BF00542934.
- [54] S. Zeronian, “Mechanical properties of cotton fibers,” *J. Appl. Polym. Sci. - J APPL*

- POLYM SCI*, vol. 47, pp. 445–461, Jan. 1991, doi: 10.1002/app.1991.070470029.
- [55] A. N. Shah and S. C. Lakkad, “Mechanical properties of jute-reinforced plastics,” *Fibre Sci. Technol.*, vol. 15, no. 1, pp. 41–46, 1981, doi: [https://doi.org/10.1016/0015-0568\(81\)90030-0](https://doi.org/10.1016/0015-0568(81)90030-0).
- [56] M. K. Sridhar, G. Basavarajappa, S. G. Kasturi, and N. Balasubramanian, “Evaluation of Jute as a Reinforcement in Composites,” *Indian J. Text. Res.*, vol. 7, no. September, pp. 87–92, 1982.
- [57] A. C. Mukherjee and U. Mukhopadhyay, “Measurement of the swelling of jute fibre by the propanol-retention method,” *J. Text. Inst.*, vol. 81, no. 2, pp. 207–211, 1990, doi: 10.1080/00405009008658347.
- [58] P. Wambua, J. Ivens, and I. Verpoest, “Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics?,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, no. 9, pp. 1259–1264, 2003, doi: [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00096-4](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00096-4).
- [59] R. G. Elenga, G. F. Dirras, J. Goma Maniongui, P. Djemia, and M. P. Biget, “On the microstructure and physical properties of untreated raffia textilis fiber,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 40, no. 4, pp. 418–422, 2009, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.01.001>.
- [60] N. Bouguedoura, M. Bennaceur, S. Babahani, and S. E. Benziouche, “Date Palm Status and Perspective in Algeria BT - Date Palm Genetic Resources and Utilization: Volume 1: Africa and the Americas,” J. M. Al-Khayri, S. M. Jain, and D. V Johnson, Eds. Dordrecht: Springer Netherlands, 2015, pp. 125–168. doi: 10.1007/978-94-017-9694-1_4.
- [61] R. R. Bhansali, *Date Palm Cultivation in the Changing Scenario of Indian Arid Zones : Challenges and Prospects*. 2010. doi: 10.1007/978-3-642-02550-1.
- [62] S. S. M. and S. R. M. Keramat Jahromi, A. Jafari, “Engineering Properties of Date Palm Trunk Applicable in Designing a Climber Machine,” *Agric. Eng. Int. CIGR Ejournal.Manuscript FP*, pp. 1–10, 2008.

Chapitre II

ETUDE ET SYNTHÈSE DES
TRAVAUX RECENTS

Chapitre II.

ETUDE ET SYNTHÈSE DES TRAVAUX RECENTS

II.1	Introduction	27
II.2	Comportement mécanique des biocomposites à base de fibres naturelles	27
II.3	Traitement par alcalin des fibres naturelles.....	33
II.4	Absorption d'eau des fibres naturelles.....	40
II.5	Comportement thermique des composites à base de fibres naturelles	44
II.6	Conclusion.....	49
II.7	Références	50

II.1 Introduction

Les fibres naturelles ont l'avantage d'être une matière première renouvelable et biodégradable, moins chère à produire que les fibres de verre et de carbone, et possèdent des propriétés thermiques et acoustiques supérieures [1][2]. L'utilisation des fibres naturelles a également moins d'effet sur la santé [3]. En revanche, l'un des importants avantages de son utilisation tel que renfort pour les biocomposites est sa faible densité. De ce fait, ils peuvent avoir des propriétés spécifiques élevées une grande partie des travaux a porté sur la caractérisation thermomécanique des biocomposites renforcés par des fibres naturelles. Beaucoup d'entre eux sont liés à la caractérisation mécanique quasi-statique. D'autre part, Ils ont également étudié les effets de la teneur en fibres, du traitement des fibres et du vieillissement hygroscopique sur le comportement thermomécanique.

II.2 Comportement mécanique des biocomposites à base de fibres naturelles

Une étude menée par Raut et al [4] a montré l'impact sur les propriétés physiques des mortiers réalisés en ajoutant des fibres d'huile de palme comme renfort à une matrice de ciment et de cendres volantes issues de la calcination de l'huile de palme . Ils sont renforcés avec trois fibres à teneur en fibres traitées: 0,5, 1,0, 1,5 % en poids de liant et longueur de fibre de 25 mm. Ils ont remarqué que chaque fois la teneur en fibre augmente, la masse volumique diminue et la porosité augmente comparativement à celle du mortier témoin (Figure II.1). Les auteurs attribuent ce comportement à la structure poreuse des fibres végétales et à la porosité accrue du mortier produite par l'incorporation de fibres végétales.

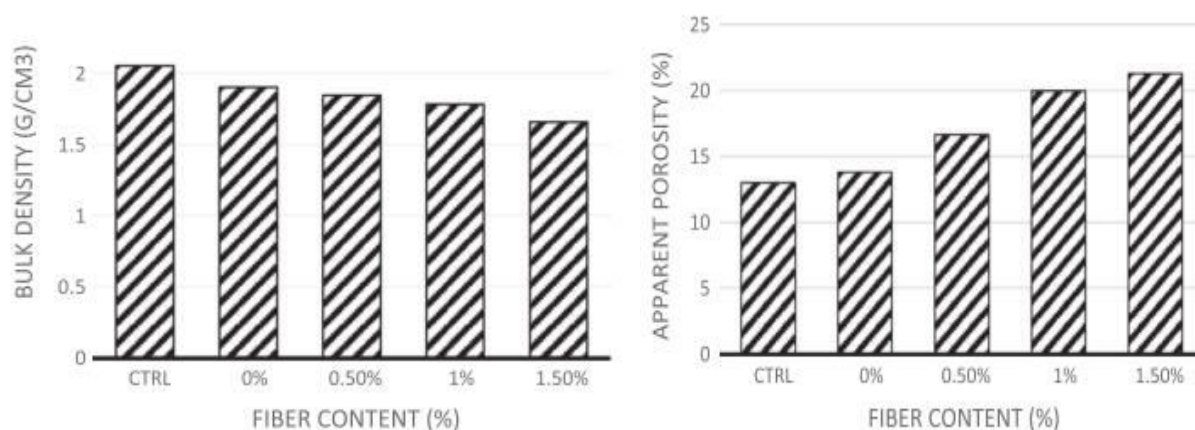


Figure II. 1 L'influence de la teneur en fibres du palmier sur les propriétés physiques des composites [4].

Dawood et al [5] ont étudié le comportement mécanique des mortiers renforcés par des fibres de palmier. Des mélanges de mortier de fibres ont été produits en utilisant des fibres de palmier d'une longueur de 3 cm et des teneurs en ciment de fractions volumiques de 0,25, 0,5, 0,75 et 1,0. Ils ont constaté une augmentation légère de la résistance à la compression (Figure II.2) et à la flexion (Figure II.3) des composites avec l'augmentation de la teneur en fibre de 0.5 %. Au-delà de cette teneur en fibres, la résistance à la compression et à la flexion diminue. Ils ont interprété cette diminution comme une augmentation de la porosité due à une augmentation de la teneur en fibres du composite.

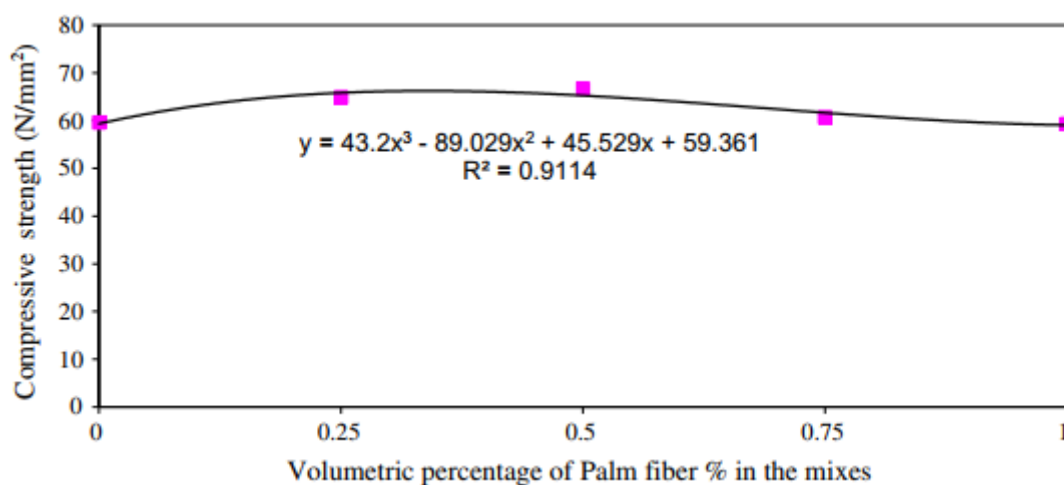


Figure II. 2 La résistance à la compression en fonction du pourcentage volumétrique de fibre de palmier dans le mélange [5].

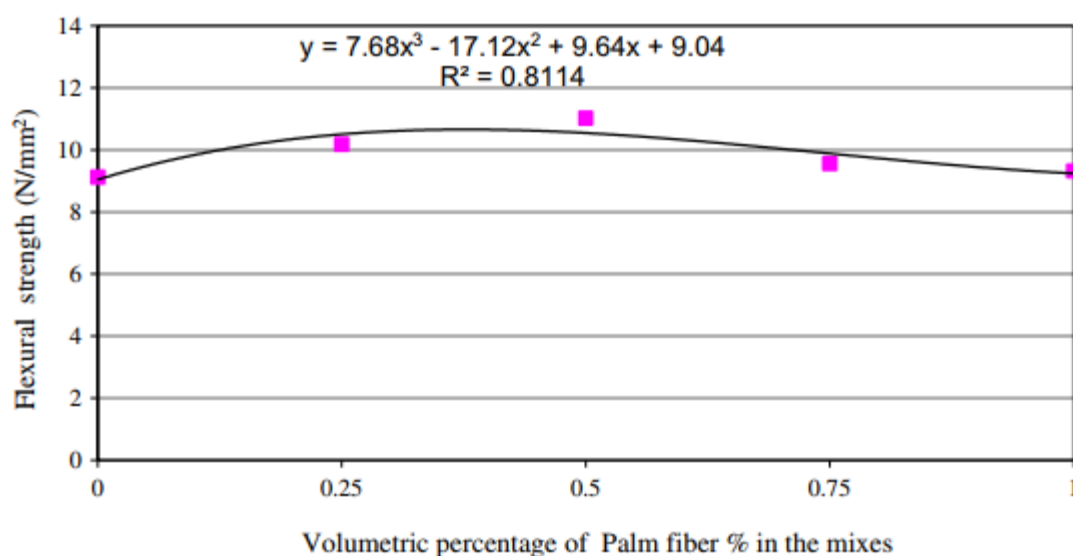


Figure II. 3 La résistance à la flexion en fonction du pourcentage volumétrique de fibre de palmier dans le mélange [5] .

L'étude menée par Khalil et al [6] a prouvé que, selon la nature de la matrice polymère, il existe une différence de force de renfort entre les fibres de coco et de palmier. Les résultats obtenus ont prouvé que la plus grande amélioration de la résistance au cisaillement interfacial concernait les matériaux composites à matrice de polystyrène, suivi de l'époxy et du polyester. La raison de ce comportement a été attribuée à l'amélioration de la mouillabilité des fibres acétylées dans les matrices de polystyrène.

Sreekala et al [7] ont employé les fibres de palmier comme renfort dans la matrice phénolique. Après avoir apporté des modifications aux surfaces des matériaux composites (irradiation gamma, revêtement par un latex et traitements chimiques), ils ont étudié les propriétés mécaniques de ces matériaux (Tableau II.1). Les auteurs constatent que les différents traitements chimiques diminuent la résistance des fibres à la rupture partielle de la structure sauf le traitement au silane.

Tableau II.1 Propriétés mécaniques des fibres de palmier après différents traitements [7].

Traitement	Résistance (MPa)	Elongation à la rupture (%)	Module d'Young (MPa)
brut	248 (12)	14(0.8)	6700 (25)
mercerisation	224 (11)	16 (0.9)	5000 (48)
latex	98 (3)	23(1.0)	1850 (14)
irradiation γ	88 (4)	25 (0.9)	1600 (14)
silane	273 (10)	16 (0.7)	5250 (60)

Remarque : les valeurs entre parenthèses sont les écarts-types.

Abu Bakar et al [8] ont étudié la résistance à la traction (Figure II.4) et le comportement aux chocs de composites hybrides (Figure II.5) constitués d'une matrice d'époxyde renforcée par des fibres de verre et des fibres de palme. Les auteurs montrent que l'amélioration des caractéristiques mécaniques et le comportement au choc dû à l'utilisation du matériau hybride renforcé par des fibres de verre et de palmier. En revanche, la fibre de verre donne une meilleure résistance aux chocs lorsqu'elle est placée à la surface extérieure des matériaux biocomposites.

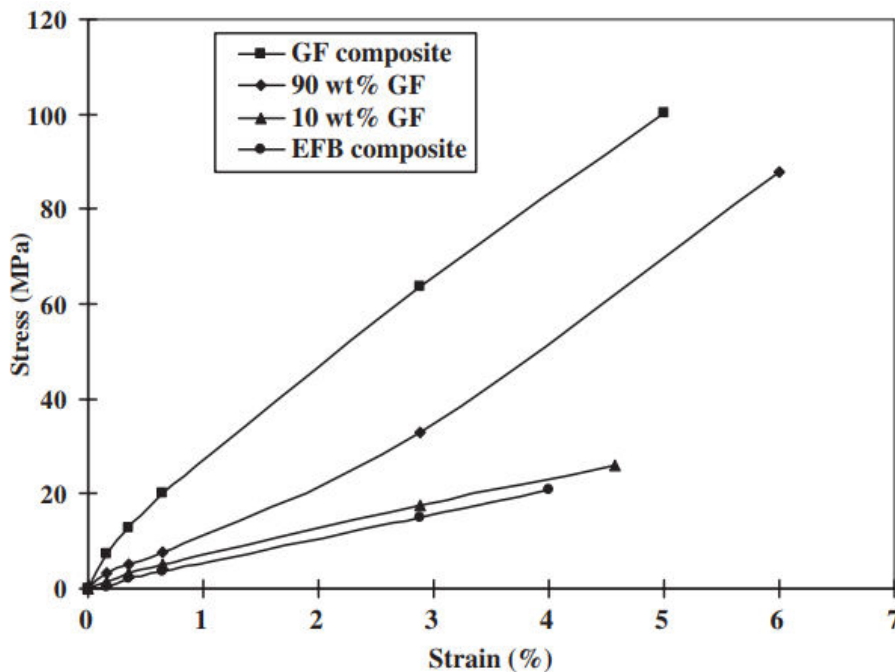


Figure II.4 Courbe contrainte- déformation du composite renforcé par des fibres de palmier, de verre et composite hybride [8].

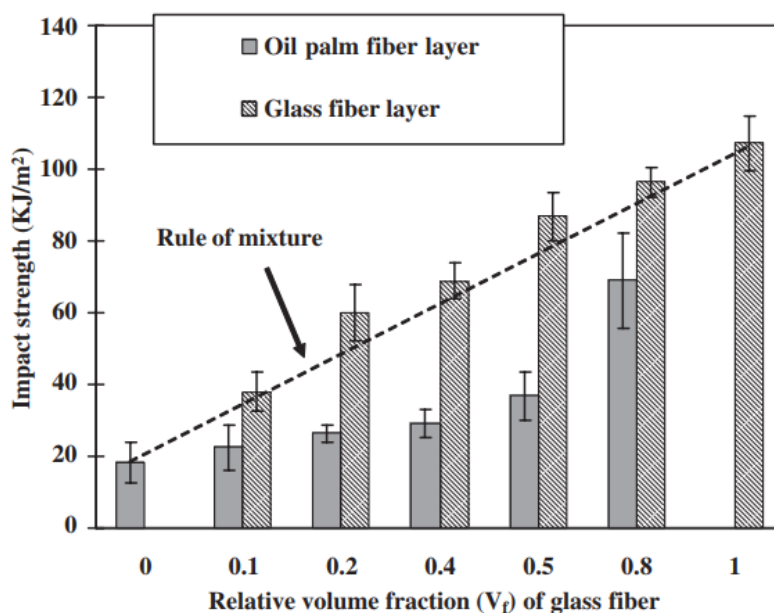


Figure II.5 Résistance à l'impact du matériau composite hybride fibre de verre et fibre de palmier en fonction de la Fraction volumique de fibres de verre [8].

Une étude a été effectuée par Kriker et al [9] sur des matériaux composites à base d'une matrice cimentaire renforcés par différentes fibres de palmiers, Les résultats obtenus montrent que l'amélioration de la résistance à la flexion (Figure II.6) et la dureté du matériau due à

l'augmentation des longueurs et de teneur en fibres. D'autre part, Ils ont constaté que la résistance à la compression est diminuée (Figure II.7).

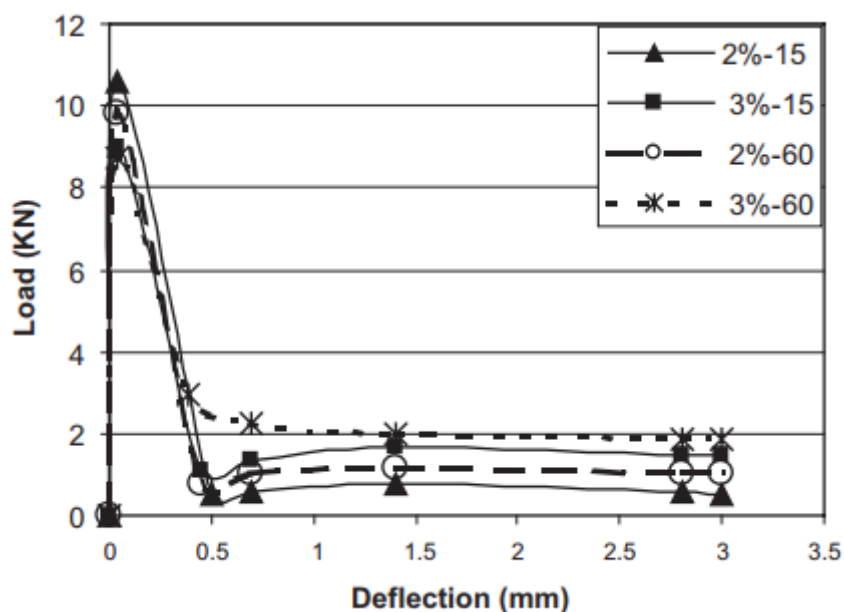


Figure II.6 Courbe charge-déformation pendant 28 jours [9].

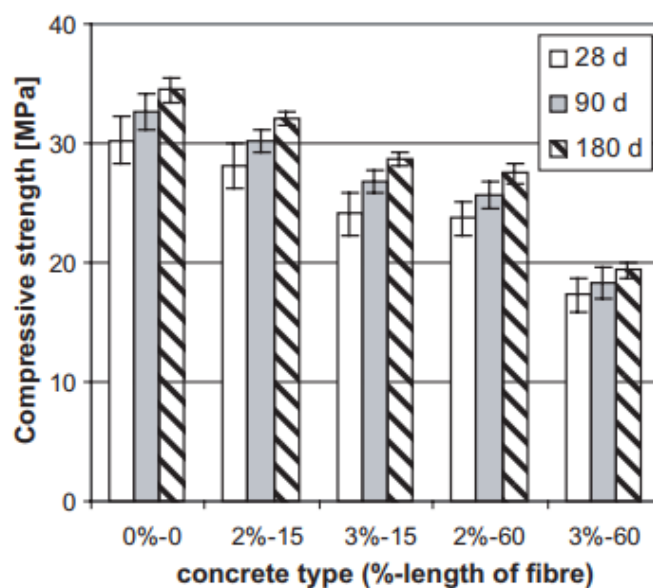


Figure II.7 Résistances à la compression en fonction des longueurs et des pourcentages des fibres [9].

Une étude a été réalisée par Sallehan et al [10] a montré que pour augmenter la résistance à la compression des briques fibrés, 3% de fibres de palmier doivent être incorporées dans ce matériau. (Figure II.8).

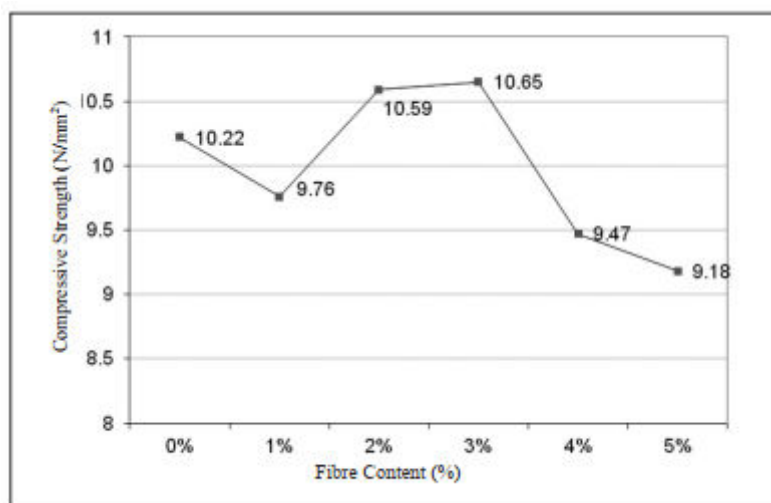


Figure II.8 La résistance à la compression en fonction du pourcentage de fibre [10].

Une étude a été effectuée par B. Taallah et al [11] sur la détermination des caractéristiques mécaniques et le comportement mécanique des blocs de terre compactés renforcés avec des fibres de palmier dattier. Les résultats illustrés dans la [figure II.9](#) ont montré que la forte résistance à la compression a été observée avec l'ajout de 0.05% des fibres, 8% des ciments et avec une pression de compactage de 10 MPa. En revanche, ils ont remarqué qu'avec l'augmentation de la teneur en fibres, il y avait aussi une diminution de la résistance à la traction ([Figures II.10](#))

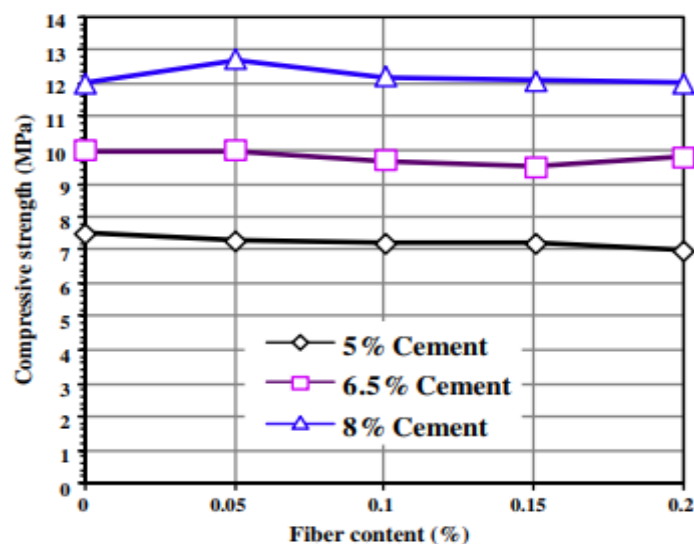


Figure II.9 Résistance à la compression du CEB en fonction de la teneur en fibres (10 MPa de la pression de compactage) [11].

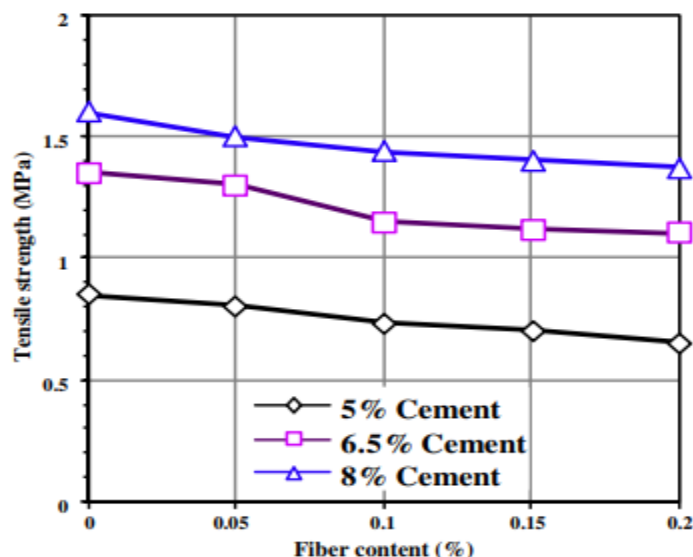


Figure II.10 Résistance à la traction du CEB en fonction de la teneur en fibres (10 MPa de pression de compactage) [11].

II.3 Traitement par alcalin des fibres naturelles

Dans une autre étude de Sreekala et al [12] sur la modification de surface des fibres de palme à huile. Ils ont constaté que le renforcement par des fibres traitées par la soude où le silane augmente le module d'élasticité de ces fibres. Thomas et al [13], Sarkar et al [14][15] et Ansell et al [16] ainsi que Archibald et al [17] constatent également les mêmes résultats sur d'autres fibres naturelles.

Une étude de Kriker et al [18] souligne que l'immersion des fibres de palmier dattier en milieu alcalin entraîne une réduction du diamètre des fibres et une diminution significative des propriétés mécaniques. D'autre part, pour des fibres de diamètre 0,8 mm et 0,4 mm immergées dans une solution saturée d'hydroxyde de calcium pendant 6 mois, ils ont constaté que la fibre de diamètre 0,8 mm conservait 69 % de la résistance à la traction initiale contre 10 % pour la fibre de 0,4 mm (Tableau II.2).

Tableau II.2 Résistance à la traction et allongement du MDPSF immergé dans une solution de Ca(OH)₂ [18].

Time (months)	Tensile strength (MPa)			Elongation (%)		
	0.8	0.6	0.4	0.8	0.6	0.4
Diameter of fibre (mm):						
0	180 ± 20	160 ± 18	60 ± 15	20 ± 2	18 ± 2	12 ± 3
1	151 ± 11	92 ± 13	39 ± 15	19 ± 2	16 ± 3	09 ± 2
2	146 ± 15	83 ± 15	27 ± 14	17 ± 2	15 ± 2	07 ± 2
3	137 ± 12	77 ± 14	20 ± 07	15 ± 2	13 ± 3	06 ± 2
6	125 ± 12	65 ± 11	05 ± 04	12 ± 2	08 ± 2	01 ± 1

Nous traitons les fibres par des méthodes chimiques ou physiques afin d'augmenter l'adhérence entre les fibres et la résine. Agrawal et al [19] ont étudié l'influence de traitement des fibres de palmier par le tétrahydure de silicium sur le comportement thermomécanique de ces fibres. Ils ont remarqué que le traitement chimique des fibres de palmier augmente l'adhérence entre les fibres et la résine, ce qui améliore les caractéristiques mécaniques et la stabilité thermique de ces matériaux.

La [figure II.11](#) représente des observations au microscope à balayage électronique de la surface de la fibre de palmier traitée par NaOH [20]. Ils ont constaté que Les micrographies (MEB) montrent une amélioration sur la surface de la fibre de palme traitée.

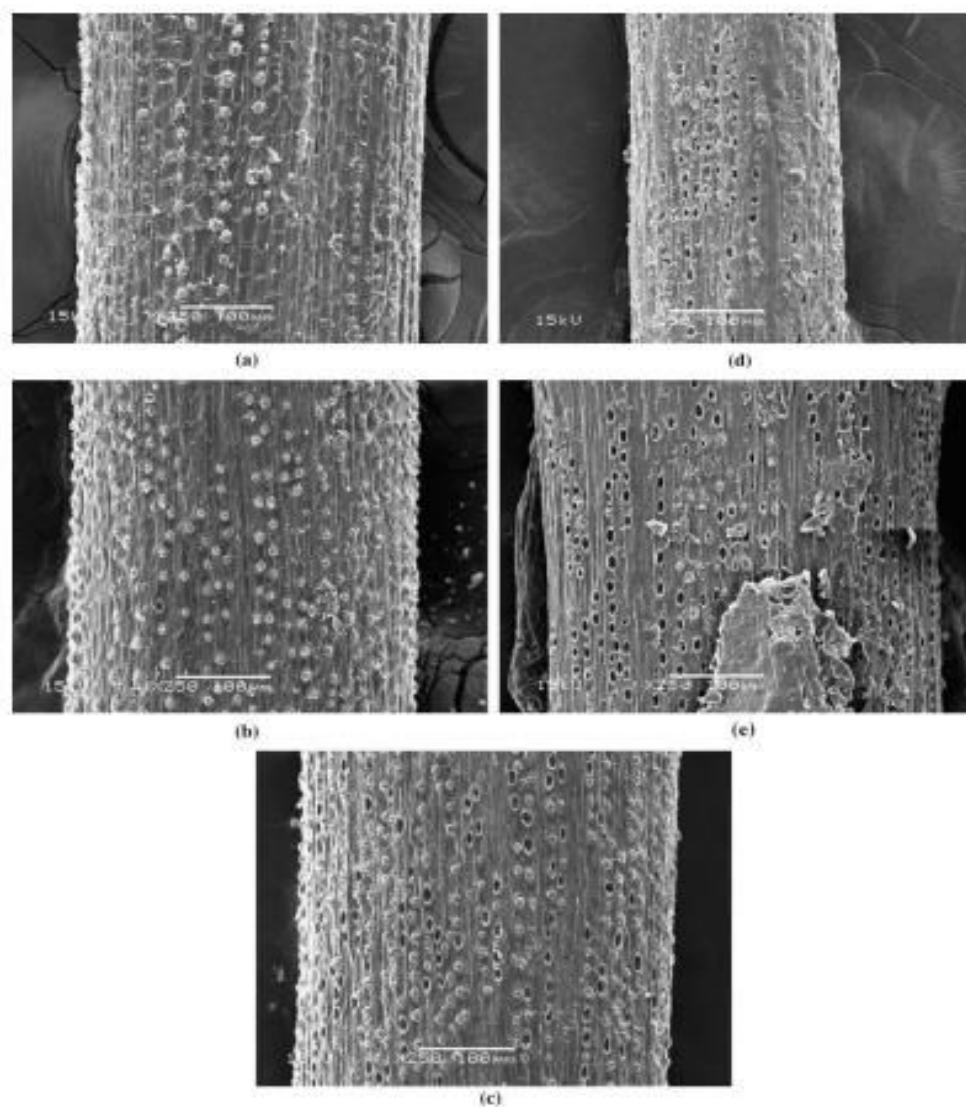


Figure II.11 Micrographie MEB de la surface de la fibre de palmier traitée par NaOH (a) 0.5%, (b) 1%, (c) 1.5%, (d) 2.5% et (e) 5% pendant 1h [20].

Tlijani [21] a étudié le comportement mécanique en traction quasi statique du bois de palmier traité par l'hydroxyde de sodium pour comprendre l'influence de ce traitement chimique sur les caractéristiques mécaniques des éprouvettes. A noter que ce travail n'a porté que sur des palmiers dattiers dont les fibres sont unidirectionnelles. De plus, il a étudié l'essai de traction car c'est le seul qui permette de mesurer les propriétés mécaniques dans le sens des fibres. Les figures II.12 et II.13 représentent la contrainte lors de la rupture des éprouvettes testées du bois de la tige et de la tige de palme dattier avec divers concentrations de l'hydroxyde de sodium en fonction de l'allongement imposé aux éprouvettes.

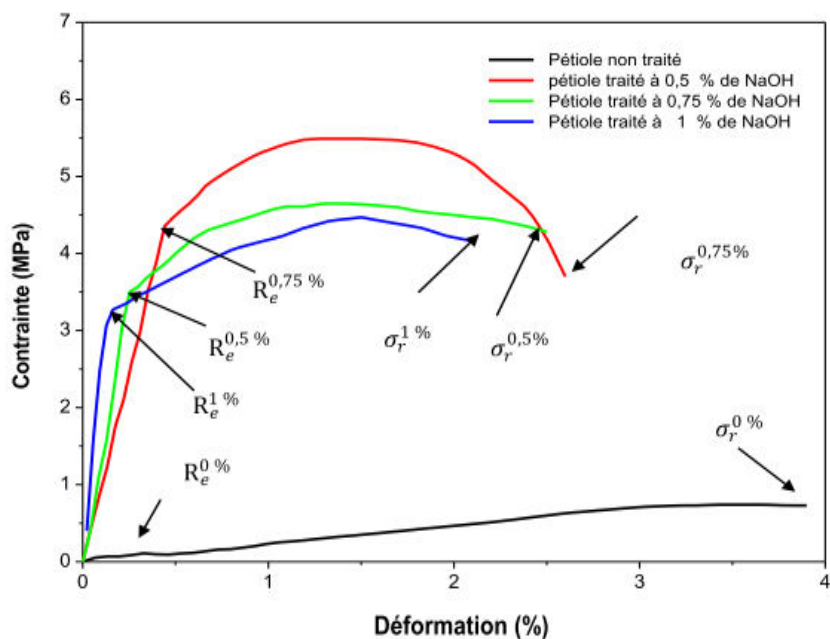


Figure II.12 Courbe contrainte- déformation du bois de pétiole brute et traité [21].

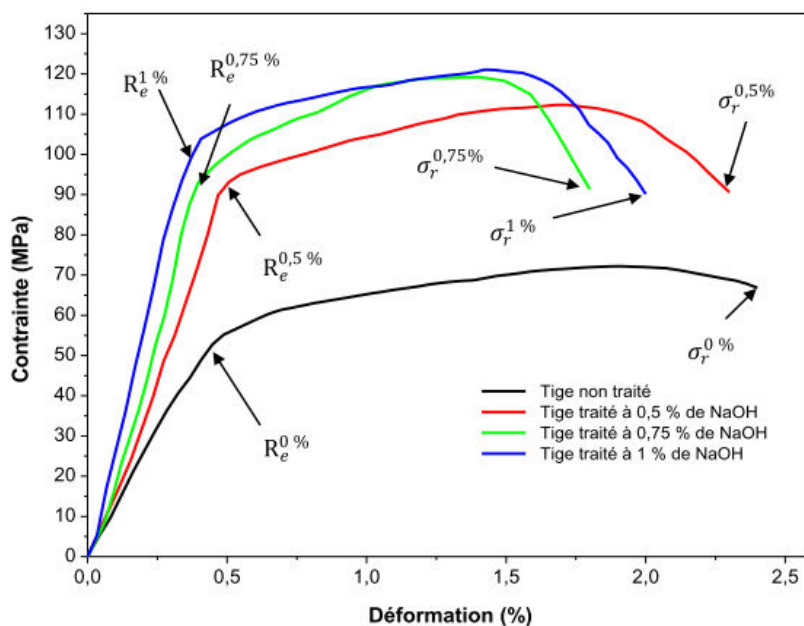


Figure II.13 Courbe contrainte-déformation du bois de tige brute et traité avec l'NaOH [21].

Il a été constaté que les différents traitements chimiques du bois de palmier influent sur le comportement mécanique de ces bois et que la rupture est évidente en traction. Les premières fibres cassées affaiblissent l'éprouvette et il ne faut pas longtemps pour qu'elle se brise complètement [21].

Une étude expérimentale a été réalisée par Al-Kaabi et al [22] sur les fibres de palmier dattier sollicitées en traction, les fibres ont été traitées avec une solution de l'hydroxyde de sodium ayant une concentration de 5% pendant les durées de 1, 2 et 3h à une température de 100°C. Les résultats obtenus montrent que la résistance moyenne à la rupture est égale à 275 MPa (Figure II.14). Ils ont constaté aussi qu'à chaque fois que le diamètre de la fibre augmente, le module d'élasticité diminue (Figure II.15).

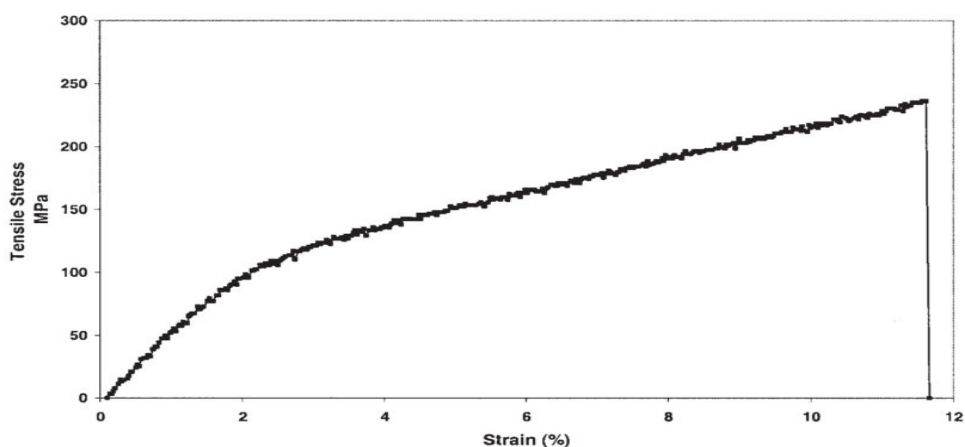


Figure II.14 Courbe contrainte-déformation des DPF [22].

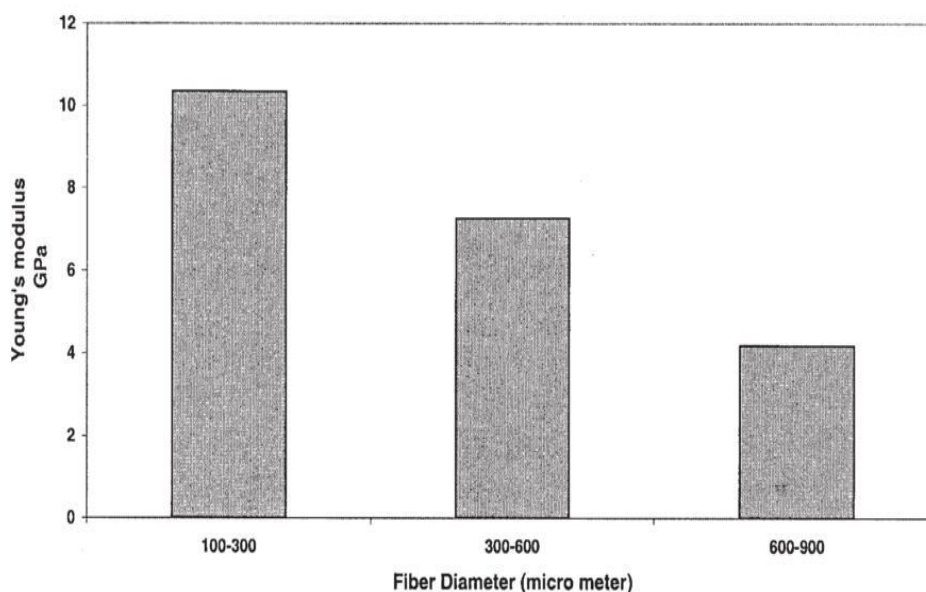


Figure II.15 Module de d'élasticité du DPF en fonction du diamètre de la fibre [22].

Les résultats obtenus montrent que les fibres de palmier dattier traitées avec une concentration de 5% de l'hydroxyde de sodium à 100°C pendant 2 heures améliorent la résistance à la rupture (Figure II.16).

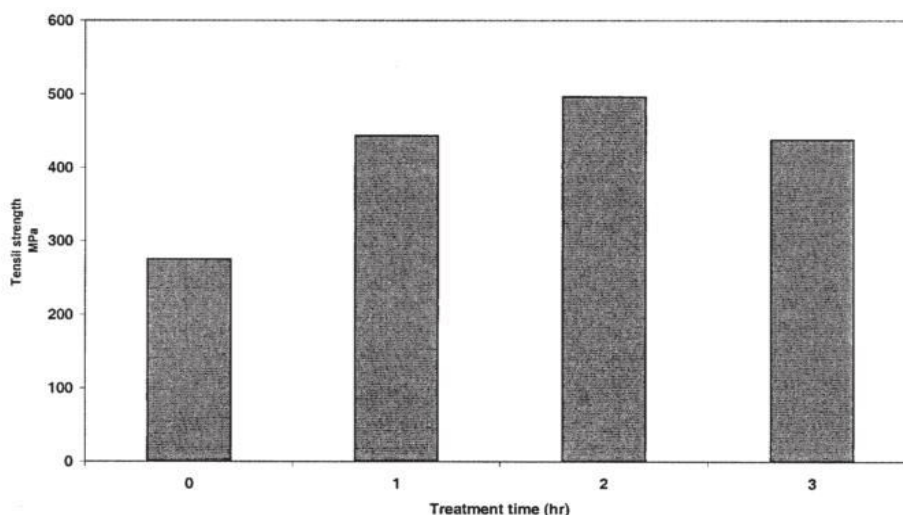


Figure II.16 Influence de la durée de traitement d'hydroxyde de sodium (NaOH) sur la résistance à la traction de fibres de palmier dattier [22].

Récemment Benzannache et al [23] ont étudié le comportement en flexion du plâtre renforcés par des fibres de *Washingtonian filifra* non traitées (PL / WF_NT) et traitées avec une solution de NaHCO_3 ayant une concentration de 10% pendant les durées de 24 h et 168 h. Les résultats obtenus montrent que le plâtre, sans renforcement présente un comportement fragile avec une rupture brutale. En revanche, pour les composites du plâtre à base des fibres de *Washingtonian filifra* traitées ou non traitées, les auteurs ont constaté que le comportement mécanique des biocomposites est ductile et la rupture devient moins brusque (Figures II.17). Iucolano et al [24] constatent également le même type de résultats sur des biocomposites plâtres renforcés par des fibres de chanvre et de verre (Figures II.18).

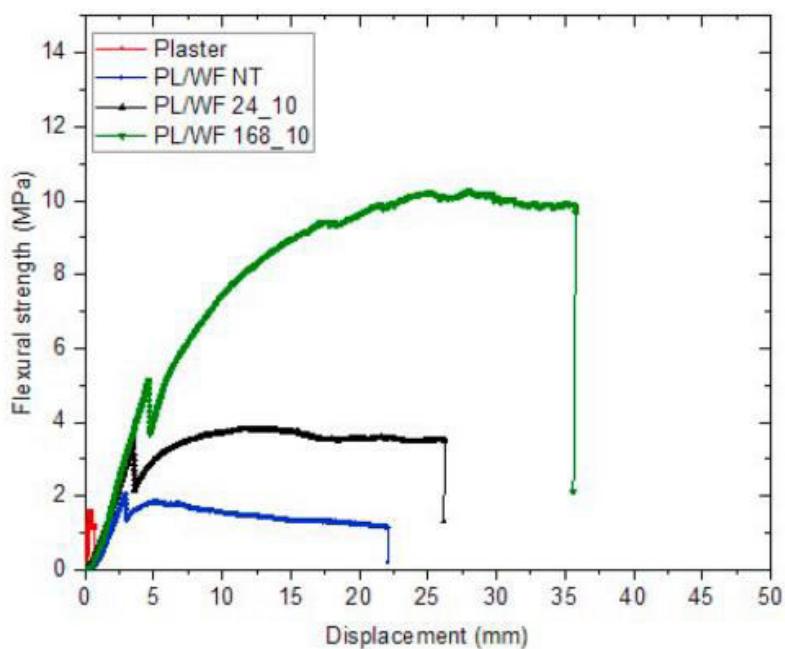


Figure II.17 Résistance à la flexion en fonction de déplacement du plâtre pur, PL / WF NT, PL / WF24_10 et PL / WF168_10 [23].

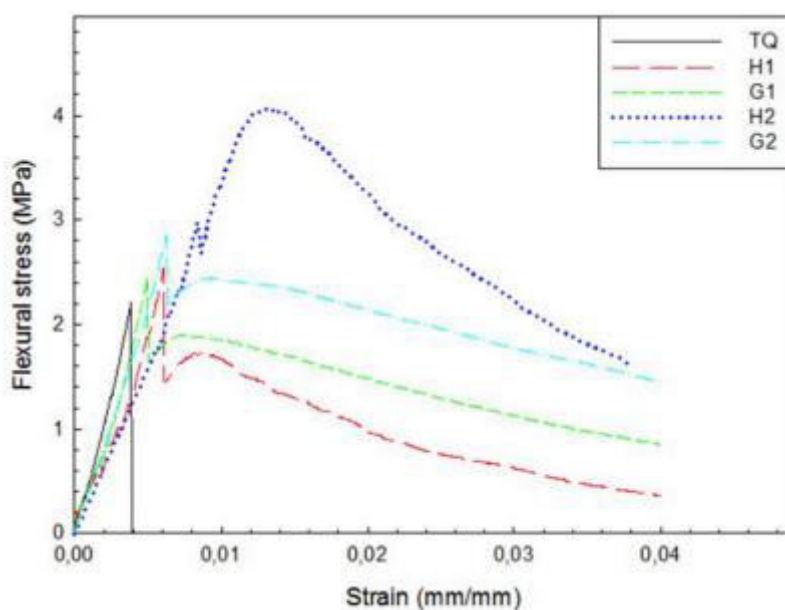


Figure II.18 Courbes de contrainte-déformation en flexion du composite plâtre-chanvre et plâtre-verre [24].

II.4 Absorption d'eau des fibres naturelles

La faible adhérence entre la résine et les fibres pose le problème de l'absorption d'eau, et ceci est dû au manque de recouvrement complet des fibres par la résine. Différentes études sur l'immersion hydrique de matériaux biocomposites renforcés par des fibres naturelles ont été menées dans le but de déduire le processus d'absorption d'eau et l'effet d'humidité sur les caractéristiques mécaniques et chimiques de ces matériaux composites [25][26][1][27][28].

La [figure II.19.a](#) illustre les micrographies obtenues par le MEB d'un composite vieilli, après un cycle de vieillissement par immersion dans de l'eau distillée à 50°C pendant 5 mois, les auteurs ont constaté que le renfort n'était plus complètement saturé de matrice [29]. Un biocomposite non vieilli à base de polypropylène, de fibres de bois et d'anhydride maléique est présenté dans la [figure II.19.b](#)

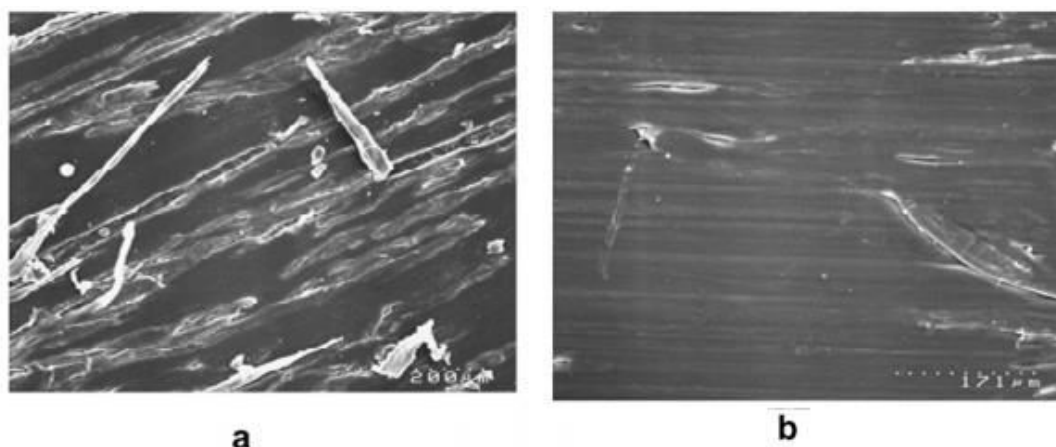


Figure II.19 Composite en polypropylène renforcé par des fibres de bois ;(a) vieilli et (b) non vieilli [29].

Ils ont constaté que les fibres de bois immergées dans l'eau pendant 5 mois apparaissent à la surface du matériau, n'étant plus enfermées dans de la résine. Ainsi, l'absorption d'eau dans le matériau biocomposite augmente.

Taha et al [30] ont utilisé des fibres de palmier dattier traitées avec une solution de soude (2% à 5%) à température ambiante pendant 2, 4, 6 et 24 heures pour produire un biocomposite à base de polymère ([Figure II.20](#)). Ce traitement a permis le lessivage des impuretés de surface des fibres et d'une partie de l'hémicellulose affectant les propriétés de sorption, en particulier l'hygroscopicité. Ils ont constaté que la diminution de l'hémicellulose

dans la surface de ces fibres réduisait légèrement la capacité de sorption d'eau dans la fibre.

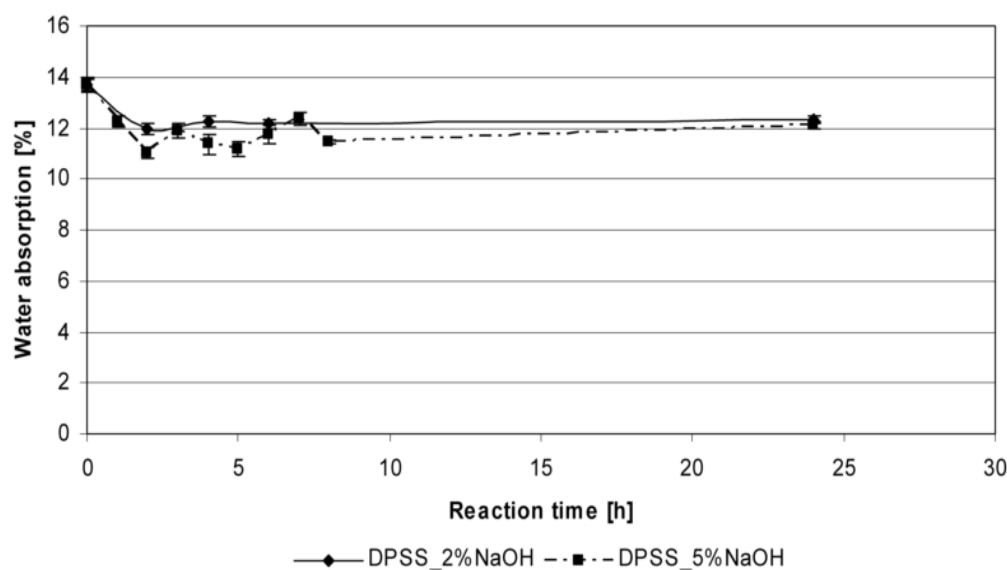


Figure II.20 Effet de la concentration d'hydroxyde de sodium (NaOH) sur le comportement d'absorption d'eau des fibres de palmier [30].

Celino et al [31] ont utilisé la loi de Fick et le modèle de Langmuir pour décrire le comportement diffusif de quatre fibres naturelles (lin, sisal, jute et chanvre) exposées à deux conditions de vieillissement (Figure II.21 et II.22). Les résultats obtenus montrent que les quatre fibres étudiées ont un comportement diffusif quasi-similaire. En effet, le volume libre au sein des fibres naturelles est rempli par l'eau liquide durant l'immersion dans l'eau et par la vapeur lorsque les fibres sont exposées à l'humidité relative.

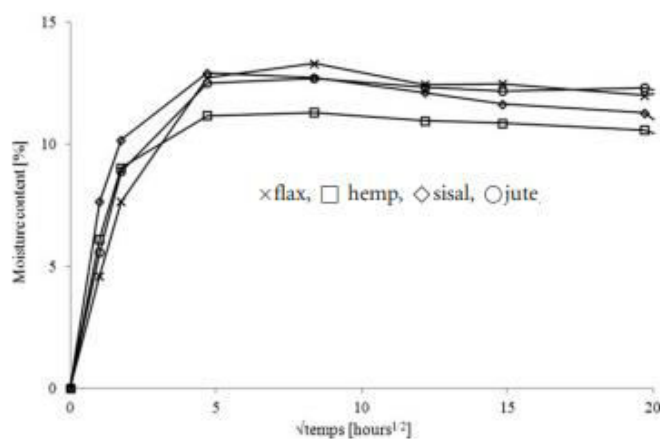


Figure II.21 Absorption d'eau des fibres de lin, sisal, jute et chanvre soumises à un vieillissement hygrothermique (80% HR à 23°C) [31].

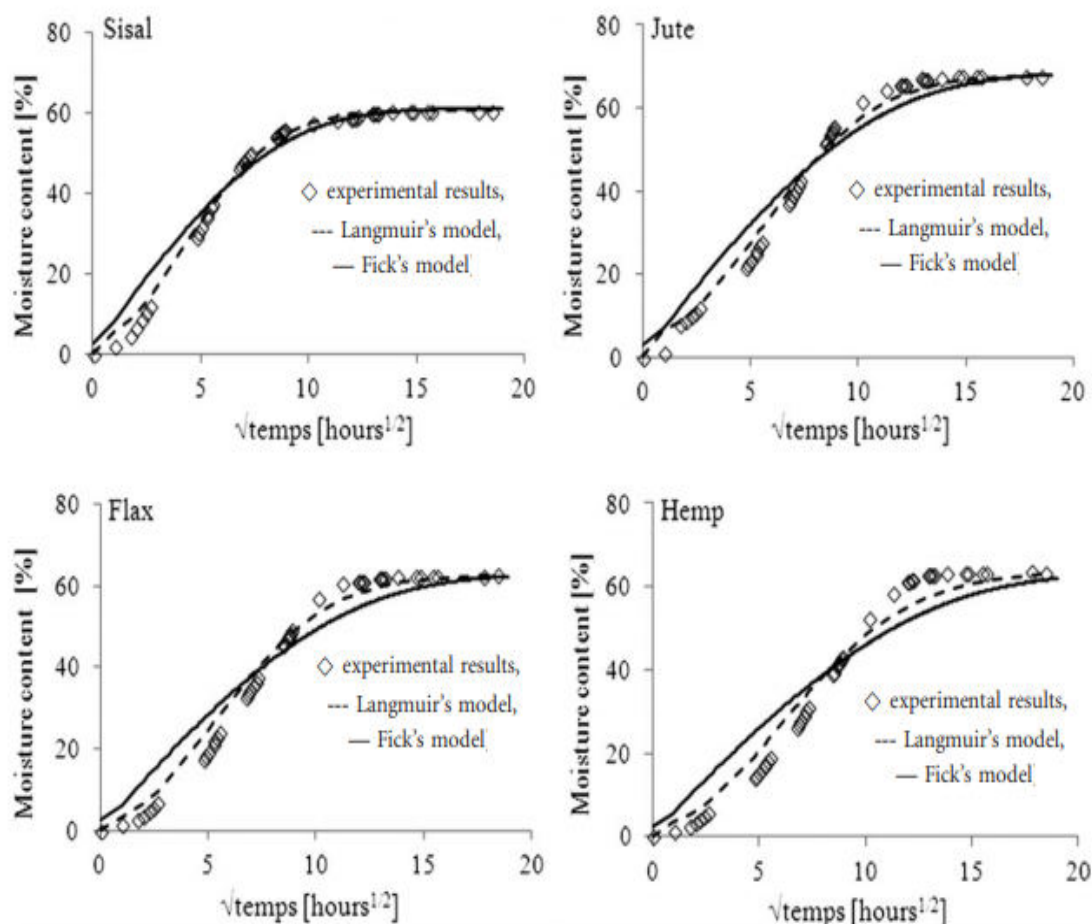


Figure II.22 Absorption d'eau des fibres de lin, sisal, jute et chanvre immergées dans l'eau [31].

Une étude a été effectuée par Arbelaiz et al [32] sur l'effet de la teneur en fibres courtes de lin sur la cinétique de diffusion des composites lin-polypropylène vieillis par immersion totale dans l'eau à 23°C. Les résultats obtenus montrent la proportionnalité entre les paramètres de diffusion et le taux de fibres des composites (figure II.23). La courbe d'évolution des paramètres de diffusion est pareille avec les résultats trouvés par les auteurs [33],[34],[35],[36].

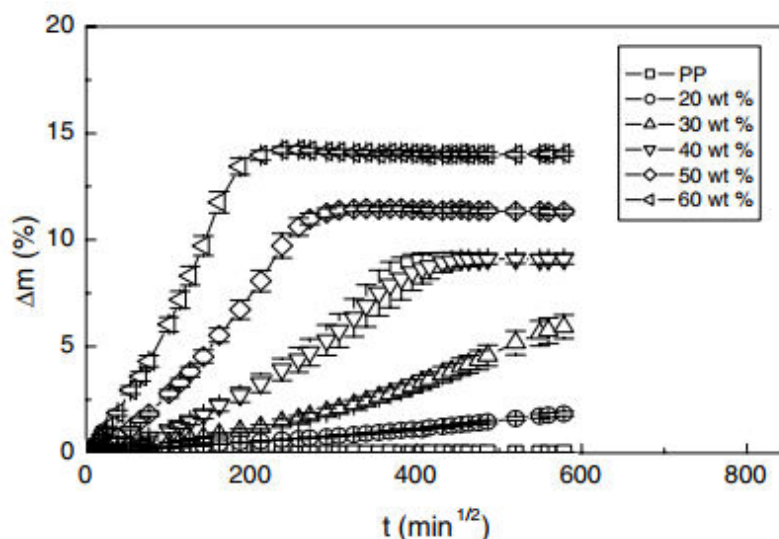


Figure II.23 Absorption d'eau des composites à fibres courtes lin-polypropylène en fonction de la racine carrée du temps [32].

Récemment Elsadig et al [37] ont étudié expérimentalement l'effet d'absorption d'eau sur le comportement mécanique des fibres de khalsa (KDPLF) et des composites à base époxy renforcés par des fibres de khalsa de palmier dattier. Ils ont constaté que le pourcentage d'hémicelluloses augmente dans ces fibres, l'absorption d'eau dans les fibres croit ([Figure II.24](#)). Cependant, dans la [Figure II.25](#) ont remarqué que l'absorption d'eau diminue due au remplissage du lumen par la résine époxy. En effet, le lumen est considéré comme un mécanisme essentiel pour l'absorption d'humidité aux biocomposites renforcés par des fibres naturelles.

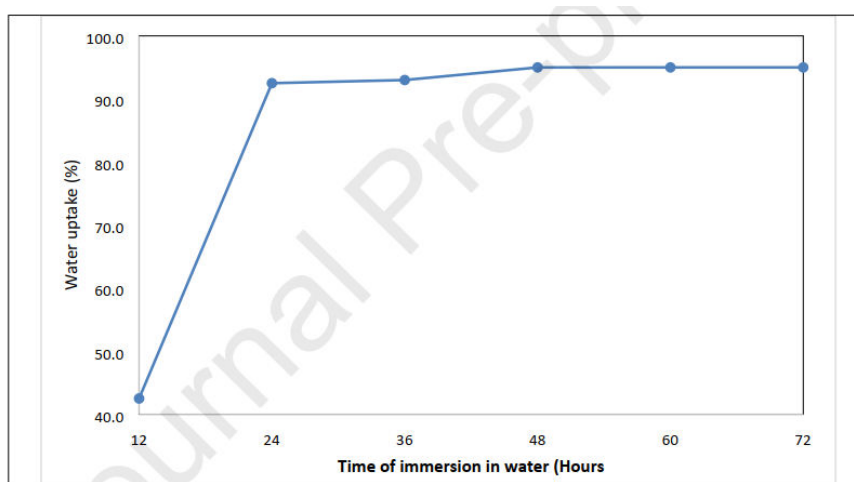


Figure II.24 Absorption d'eau des fibres de lin, sisal, jute et chanvre immergées dans l'eau [37].

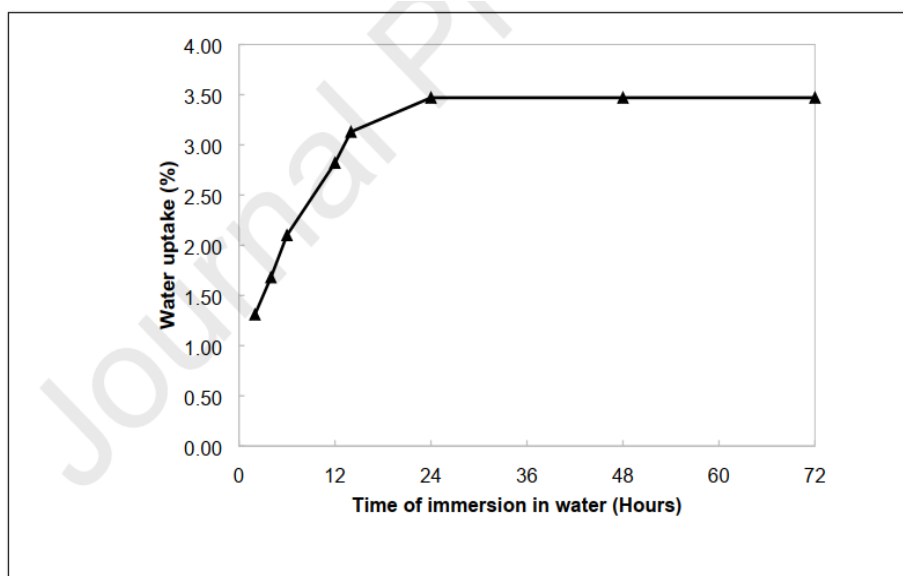


Figure II.25 Absorption d'eau des fibres de KDPLF/Epoxy immergées dans l'eau [37].

II.5 Comportement thermique des composites à base de fibres naturelles

Une étude expérimentale a été menée par M. Chikhi et al [38] sur un matériau biocomposite à base de gypse renforcé de fibres de palmier pour une utilisation comme isolant thermique dans la construction de bâtiments. Les résultats obtenus ont montré que lorsque le taux massique de fibres de palmier dans le biocomposite est augmenté, la conductivité thermique de ces matériaux composites diminue (Figures II.26).

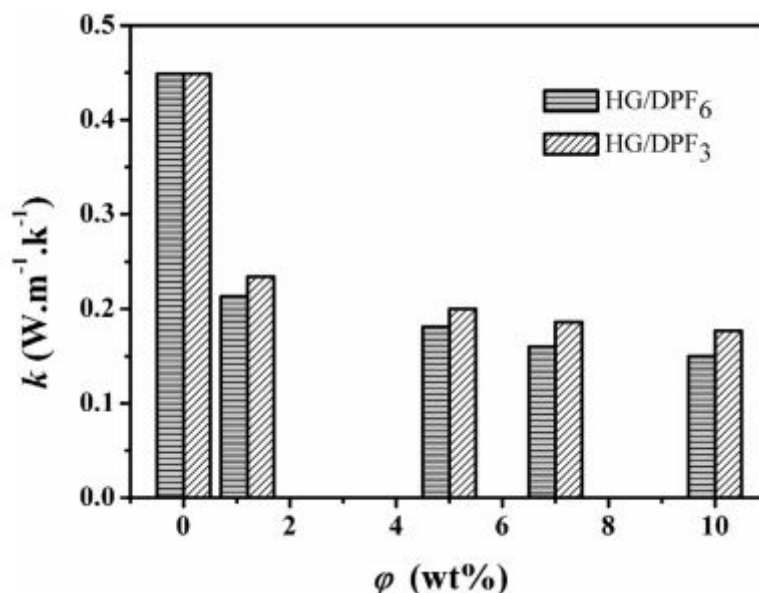


Figure II.26 Conductivité thermique de composites gypse/fibres de palmier dattier en fonction de la teneur en fibres [38].

Benchabane et al [39] ont mené une étude expérimentale sur le bois de palmier dattier, qui a montré que la conductivité thermique des pétioles et des rachis est faible (Figure II.27). La figure II.28 montre que l'orientation des fibres de palmier (pétioles Deglet-Noor (DN)) ne présente d'influence sur l'évolution de la conductivité thermique.

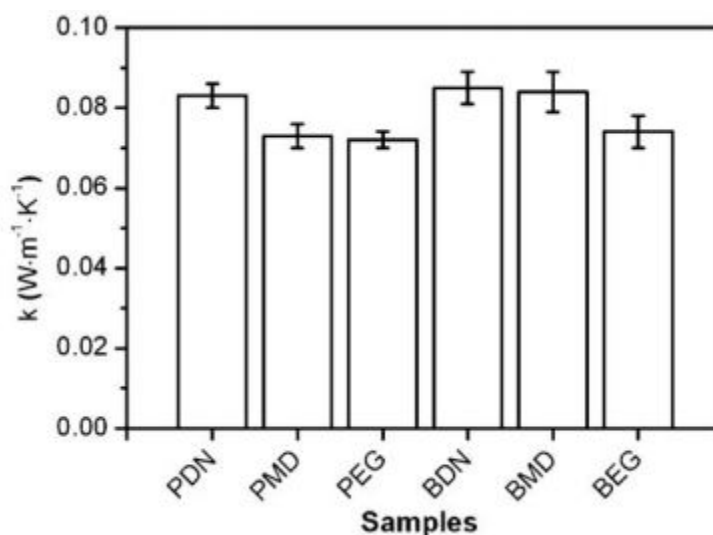


Figure II.27 Conductivité thermique de différentes parties de l'arbre de palmier dattier (le pétiole, la grappe) [39].

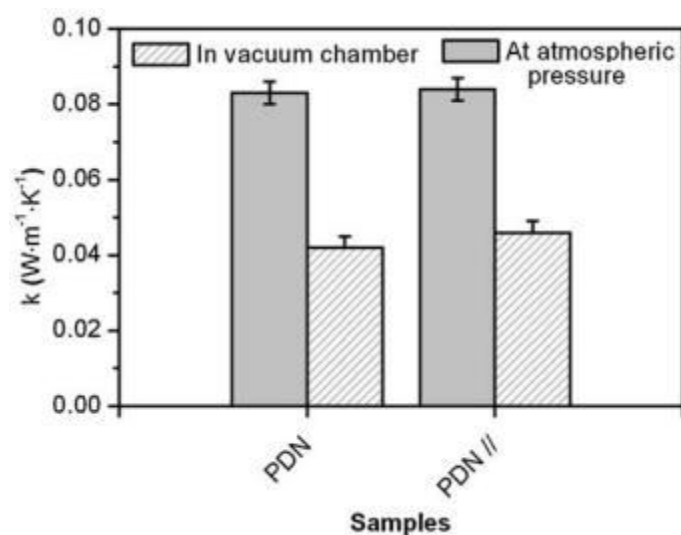


Figure II.28 Conductivité thermique des échantillons de pétioles Deglet-Noor (DN) en fonction de l'orientation de fibre [39].

Abani et al [40] ont étudié l'effet de l'incorporation de fibres de palmier sur le comportement thermique du mortier de ciment (Figure II.29). Les auteurs ont constaté que la conductivité thermique et la chaleur spécifique des composites diminuaient lorsque le taux d'incorporation des fibres de palmier augmentait.

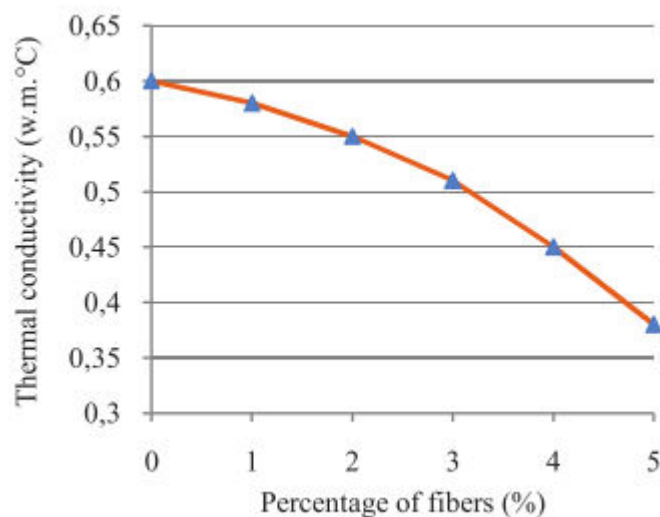


Figure II.29 La conductivité thermique de matériau en fonction de la teneur en fibres [40].

Le **Tableau II.3** résume une partie de la littérature qui a été consacrée à l'étude du traitement et de la modification des fibres de palmier. Un bref aperçu sur les intérêts des études menées est également donné pour chaque biocomposite.

Tableau II.3 Synthèse des travaux réalisés sur le palmier.

Fibres /matrice	Traitement	Spécificités étudiées	Références
Fibre de Palmier dattier	alcalin : 0.5%, 1%, 1.5% et 2.5% L'hydroxyde de sodium : 5% à 100°C et 1h. acide : 0.3%, 0.9 % Acide chlorhydrique : 1.6 % à 100°C, 1h.	Etudier l'influence du traitement chimique des fibres sur les propriétés mécaniques des composites	[20]
Pétiole de palmier dattier/époxy	alcalin : 1% hydroxyde de sodium : 5% la durée : 24 h	Étude l'effet du traitement des fibres, la longueur de fibre et la densité des fibres sur le comportement mécanique du composite	[41]
Fibres de palmier (Phoenix dactylifera)	alcalin avec des concentrations de : 1, et 3% de NaOH	Etude l'effet de la composition chimique et le traitement par NaOH sur les propriétés mécaniques et thermiques du matériau composite produit	[42]
fibres de palmier dattier /phénolique	-	- Étudier l'effet du rapport de masse des fibres sur le comportement thermomécanique des matériaux composites - Etude interface fibre / matrice	[43]
Fibres lignocellulosiques extraites de la <i>Washingtonia Filifera</i>	-	Etude le comportement Thermomécaniques des Fibres lignocellulosiques extraites de la <i>Washingtonia Filifera</i>	[44]

Tableau I.4 : Synthèse des travaux réalisés sur le palmier (suite)

Fibres /matrice	Traitement	Spécificités étudiées	Références
Fibres de folioles / résine thermoplastiques (PP ET PEBD)	Copolymérisation par greffage	- influence des fibres traitées et le type de la matrice sur le comportement thermomécaniques des biocomposites	[45]
fibres de bois du palmier dattier/ ciment	-	L'effet du taux massique de la fibre sur la conductivité thermique	[46]
Folioles de palmier/ Béton	-	-le comportement en traction et en flexion -la résistance au choc	[47]
fibres de noix de coco et du palmier à huile/ ciment	eau bouillante	Etudie l'influence de la teneur en fibre sur -la conductivité thermique - la porosité du composite - la densité	[48]
Fibre de Palmier dattier /époxy (R246TX)	-alcalin : 0.3% et 0.6% -hydroxyde de sodium : 9% -la durée : 24 h	- L'effet de la concentration sur -les caractéristiques et la microstructure de surface des fibres - -la résistance à la traction des fibres.	[49]
Folioles de palmier /Polypropylène	<i>éthanol-toluène</i>	Etude de la stabilité du matériau composite dans les conditions environnementales	[50]
Noix de Palmier à huile	-alcalin : 0.1% -hydroxyde de sodium : 2% -la durée : 30 min	- étudie l'effet du traitement alcalin sur le comportement en traction des fibres, le module d'élasticité et l'allongement à la rupture des fibres traitées et non traitées	[51]

Tableau I.4 : Synthèse des travaux réalisés sur le palmier (suite)

Fibres /matrice	Traitement	Spécificités étudiées	Références
Fibres de palmier à huile /Phénol-formaldéhyde de résole	- alcalin - Traitement au peroxyde -Traitement au permanganate -Acétylation	-Etude des paramètres cinétiques de la diffusion de l'eau en fonction des traitements et de la teneur en fibres	[52]
Folioles de palmier / Polyepoxy		Effet de la taille des fibres sur comportement thermomécaniques des biocomposites	[53]
Fibres de palmier/ phénolique	Acylation Anhydride propionique	Améliore la zone d'interface matrice/fibre qui assure la transmission des efforts	[54]
Fibres de palmier/polyuréthane	Toluène diisocyanate et hexaméthylène diisocyanate	augmente les propriétés mécaniques des composites telle que la résistance à la traction	[55]

II.6 Conclusion

Plusieurs travaux ont été dédiés à la détermination des propriétés des fibres naturelles et des biocomposites renforcés par des fibres naturelles. L'étude bibliographique souligne l'importance du choix des matériaux. De nombreux travaux ont été rapportés dans la littérature et ont été étudiés dans ce chapitre, montrant l'importance de l'effet de différents types de modifications de surface sur le comportement mécanique des matériaux biocomposites renforcés par des fibres naturelles. L'évaluation des performances doit prendre en compte la variabilité des propriétés des fibres naturelles. Les caractéristiques mécaniques des composites dépendent du taux massiques, des défauts de porosité, et bien sûr des propriétés des fibres de renfort. En revanche, les progrès récents dans ce domaine ont permis d'utiliser des matériaux biocomposites à matrice polymère renforcée par des fibres végétales dans de nombreux domaines tels que les biens de consommation et l'industrie automobile.

II.7 Références

- [1] D. B. Dittenber and H. V. S. Gangarao, “Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, no. 8, pp. 1419–1429, 2012.
- [2] K. L. Pickering, M. G. A. Efendy, and T. M. Le, “A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 83, pp. 98–112, 2016, doi: 10.1016/j.compositesa.2015.08.038.
- [3] M. P. M. Dicker, P. F. Duckworth, A. B. Baker, G. Francois, M. K. Hazzard, and P. M. Weaver, “Green composites: A review of material attributes and complementary applications,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 56, pp. 280–289, 2014, doi: 10.1016/j.compositesa.2013.10.014.
- [4] A. N. Raut and C. P. Gomez, “Thermal and mechanical performance of oil palm fiber reinforced mortar utilizing palm oil fly ash as a complementary binder,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 126, pp. 476–483, 2016.
- [5] E. T. Dawood and M. Ramli, “Development of high strength flowable mortar with hybrid fiber,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 24, no. 6, pp. 1043–1050, 2010.
- [6] H. P. S. A. Khalil, H. Ismail, H. D. Rozman, and M. N. Ahmad, “The effect of acetylation on interfacial shear strength between plant fibres and various matrice,” *Eur. Polym. J.*, vol. 37, pp. 1037–1045, 2001.
- [7] M. S. Sreekala and S. Thomas, “Effect of fibre surface modification on water-sorption characteristics of oil palm fibres,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, no. 6, pp. 861–869, 2003.
- [8] A.H. Abu Bakar, H.P.S. Abdul Khalil, “Lignocellulose-based Hybrid Bilayer Laminate Composite: Part I – Studies on Tensile and Impact Behavior of Oil Palm Fiber–Glass Fiber-reinforced Epoxy Resin,” *J. Compos. Mater.*, vol. 39, no. 8, pp. 663–684, 2004.
- [9] A. Kriker, G. Debicki, A. Bali, M. M. Khenfer, and M. Chabannet, “Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate,” *Cem. Concr. Compos.*, vol. 27, no. 5, pp. 554–564, 2005.
- [10] S. Ismail and Z. Yaacob, “Properties of laterite brick reinforced with oil palm empty fruit bunch fibres,” *Pertanika J. Sci. Technol.*, vol. 19, no. 1, pp. 33–43, 2011.

- [11] B. Taallah, A. Guettala, S. Guettala, and A. Kriker, "Mechanical properties and hygroscopicity behavior of compressed earth block filled by date palm fibers," *Constr. Build. Mater.*, vol. 59, pp. 161–168, 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.02.058.
- [12] M. S. Sreekala, M. G. Kumaran, and S. Thomas, "Oil palm fibers: Morphology, chemical composition, surface modification, and mechanical properties," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 66, no. 5, pp. 821–835, 1997.
- [13] M. Jacob, S. Thomas, and K. T. Varughese, "Mechanical properties of sisal/oil palm hybrid fiber reinforced natural rubber composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 64, no. 7–8, pp. 955–965, 2004.
- [14] D. Ray, B. K. Sarkar, A. K. Rana, and N. R. Bose, "Effect of alkali treated jute fibres on composite properties," *Bull. Mater. Sci.*, vol. 24, no. 2, pp. 129–135, 2001.
- [15] D. Ray, B. K. Sarkar, A. K. Rana, and N. R. Bose, "Mechanical properties of vinylester resin matrix composites reinforced with alkali-treated jute fibres," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 32, no. 1, pp. 119–127, 2001.
- [16] L. Y. Mwaikambo and M. P. Ansell, "Hemp fibre reinforced cashew nut shell liquid composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, no. 9, pp. 1297–1305, 2003.
- [17] W. H. Morrison, D. D. Archibald, H. S. S. Sharma, and D. E. Akin, "Chemical and physical characterization of water- and dew-retted flax fibers," *Ind. Crops Prod.*, vol. 12, no. 1, pp. 39–46, 2000.
- [18] A. Kriker, A. Bali, G. Debicki, M. Bouziane, and M. Chabannet, "Durability of date palm fibres and their use as reinforcement in hot dry climates," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 30, no. 7, pp. 639–648, 2008.
- [19] R. Agrawal, N. S. Saxena, K. B. Sharma, S. Thomas, and M. S. Sreekala, "Activation energy and crystallization kinetics of untreated and treated oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites," *Mater. Sci. Eng.*, vol. 277, pp. 77–82, 2000.
- [20] A. Alawar, A. M. Hamed, and K. Al-kaabi, "Composites : Part B Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement," *Compos. Part B*, vol. 40, no. 7, pp. 601–606, 2009.
- [21] M. Tlijani, "Contribution à la caractérisation thermophysique de matériaux bio-isolants : valorisation des déchets de bois de palmier," *Thèse Dr. Univ. PARIS EST -*

- Créteil. Cent.*, p. 185, 2016.
- [22] 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, 2005.
- [23] N. Benzannache, A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bouchak, "Improving the mechanical performance of biocomposite plaster/ Washingtonian filifira fibres using the RSM method," *J. Build. Eng.*, vol. 33, no. September 2020, p. 101840, 2021, doi: 10.1016/j.job.2020.101840.
- [24] F. Iucolano, L. Boccarusso, and A. Langella, "Hemp as eco-friendly substitute of glass fibres for gypsum reinforcement: Impact and flexural behaviour," *Compos. Part B Eng.*, vol. 175, no. March, p. 107073, 2019, doi: 10.1016/j.compositesb.2019.107073.
- [25] Z. Salleh, Y. M. Taib, K. M. Hyie, M. Mihat, M. N. Berhan, and M. A. A. Ghani, "Fracture toughness investigation on long kenaf/woven glass hybrid composite due to water absorption effect," *Procedia Eng.*, vol. 41, no. Iris, pp. 1667–1673, 2012.
- [26] H. Alamri and I. M. Low, "Effect of water absorption on the mechanical properties of nanoclay filled recycled cellulose fibre reinforced epoxy hybrid nanocomposites," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 44, no. 1, pp. 23–31, 2013.
- [27] P. K. Aggarwal, N. Raghu, A. Karmarkar, and S. Chuahan, "Jute-polypropylene composites using m-TMI-grafted-polypropylene as a coupling agent," *Mater. Des.*, vol. 43, pp. 112–117, 2013.
- [28] M. K. Alam, M. A. Khan, and E. H. Lehmann, "Comparative study of water absorption behavior in biopol® and jute-reinforced biopol® composite using neutron radiography technique," *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 25, no. 11, pp. 1179–1187, 2006.
- [29] M. D. H. Beg and K. L. Pickering, "Reprocessing of wood fibre reinforced polypropylene composites. Part II: Hygrothermal ageing and its effects," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 39, no. 9, pp. 1565–1571, 2008.
- [30] I. Taha, L. Steuernagel, and G. Ziegmann, "Optimization of the alkali treatment process of date palm fibres for polymeric composites," *Compos. Interfaces*, vol. 14, no. 7–9, pp. 669–684, 2007.
- [31] A. Céline, S. Fréour, F. Jacquemin, and P. Casari, "Characterization and modeling of

- the moisture diffusion behavior of natural fibers,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 130, no. 1, pp. 297–306, 2013.
- [32] A. Arbelaiz, B. Fernández, J. A. Ramos, A. Retegi, R. Llano-Ponte, and I. Mondragon, “Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, no. 10, pp. 1582–1592, 2005.
- [33] A. Espert, F. Vilaplana, and S. Karlsson, “Comparison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 35, no. 11, pp. 1267–1276, 2004.
- [34] M. Tajvidi and G. Ebrahimi, “Water-uptake-and-mechanical-characteristics-of-natural-filler-polypropylene-composites_2003_Journal-of-Applied-Polymer-Science.pdf,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 88, no. September, pp. 941–946, 2002.
- [35] J. George, S. S. Bhagawan, and S. Thomas, “Low-Density Polyethylene Composites Reinforced With Pineapple-Leaf Fibre,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 58, no. 9, pp. 1471–1485, 1998.
- [36] T. S. Harikumar KR, Joseph K, “Jute sack cloth reinforced polypropylene composites: mechanical and sorption studies,” *J. Reinf Plast Comp*, vol. 18, no. 4, pp. 58–75, 1999.
- [37] E. Mahdi, D. R. H. Ochoa, A. Vaziri, A. Dean, and M. Kucukvar, “Khalasa Date Palm Leaf Fiber as a Potential Reinforcement for,” *Compos. Struct.*, p. 113501, 2020, doi: 10.1016/j.compstruct.2020.113501.
- [38] M. Chikhi, B. Agoudjil, A. Boudenne, and A. Gherabli, “Experimental investigation of new biocomposite with low cost for thermal insulation,” *Energy Build.*, vol. 66, pp. 267–273, 2013, doi: 10.1016/j.enbuild.2013.07.019.
- [39] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, and M. Fois, “Renewable materials to reduce building heat loss: Characterization of date palm wood,” *Energy Build.*, vol. 43, pp. 491–497, Feb. 2011, doi: 10.1016/j.enbuild.2010.10.014.
- [40] S. Abani, F. Hafsi, A. Kriker, and A. Bali, “Valorisation of Date Palm Fibres in Sahara Constructions,” *Energy Procedia*, vol. 74, pp. 289–293, 2015, doi: 10.1016/j.egypro.2015.07.608.

- [41] H. Khakpour, M. R. Ayatollahi, A. Akhavan-Safar, and L. F. M. da Silva, “Mechanical properties of structural adhesives enhanced with natural date palm tree fibers: Effects of length, density and fiber type,” *Compos. Struct.*, vol. 237, no. January, p. 111950, 2020, doi: 10.1016/j.compstruct.2020.111950.
- [42] M. A. H. Alharbi, S. Hirai, H. A. Tuan, S. Akioka, and W. Shoji, “Effects of chemical composition, mild alkaline pretreatment and particle size on mechanical, thermal, and structural properties of binderless lignocellulosic biopolymers prepared by hot-pressing raw microfibrillated Phoenix dactylifera and Cocos nucifera ,” *Polym. Test.*, vol. 84, no. January, p. 106384, 2020, doi: 10.1016/j.polymertesting.2020.106384.
- [43] M. Asim, M. Jawaid, A. Khan, A. M. Asiri, and M. A. Malik, “Effects of Date Palm fibres loading on mechanical, and thermal properties of Date Palm reinforced phenolic composites,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 9, no. 3, pp. 3614–3621, 2020, doi: 10.1016/j.jmrt.2020.01.099.
- [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.
- [45] A. Bendahou, Y. Habibi, H. Kaddami, and A. Dufresne, “Composite materials based on ligno-cellulosic fibres and thermoplastic matrices (IPP and LDPE) | Matériaux composites à base des fibres lignocellulosiques et de matrices thermoplastiques (PP ET PEBD),” *Rev. Roum. Chim.*, vol. 54, no. 7, pp. 557–563, 2009.
- [46] N. Benmansour, B. Agoudjil, A. Gherabli, A. Kareche, and A. Boudenne, “Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building,” *Energy Build.*, vol. 81, pp. 98–104, 2014, doi: 10.1016/j.enbuild.2014.05.032.
- [47] S. K. Al-Oraimi and A. C. Seibi, “Mechanical characterisation and impact behaviour of concrete reinforced with natural fibres,” *Compos. Struct.*, vol. 32, no. 1–4, pp. 165–171, 1995, doi: 10.1016/0263-8223(95)00043-7.
- [48] P. Lertwattanakul and A. Suntijitto, “Properties of natural fiber cement materials containing coconut coir and oil palm fibers for residential building applications,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 94, pp. 664–669, 2015, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.07.154.

- [49] A. Shalwan and B. F. Yousif, "Investigation on interfacial adhesion of date palm/epoxy using fragmentation technique," *Mater. Des.*, vol. 53, no. July, pp. 928–937, 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2013.07.083.
- [50] B. F. Abu-Sharkh and H. Hamid, "Degradation study of date palm fibre/polypropylene composites in natural and artificial weathering: Mechanical and thermal analysis," *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 85, no. 3 SPEC. ISS., pp. 967–973, 2004, doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2003.10.022.
- [51] M. A. Norul Izani, M. T. Paridah, U. M. K. Anwar, M. Y. Mohd Nor, and P. S. H'Ng, "Effects of fiber treatment on morphology, tensile and thermogravimetric analysis of oil palm empty fruit bunches fibers," *Compos. Part B Eng.*, vol. 45, no. 1, pp. 1251–1257, 2013, doi: 10.1016/j.compositesb.2012.07.027.
- [52] M. S. Sreekala, M. G. Kumaran, and S. Thomas, "Water sorption in oil palm fiber reinforced phenol formaldehyde composites," *Compos. - Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, no. 6, pp. 763–777, 2002, doi: 10.1016/S1359-835X(02)00032-5.
- [53] A. Sbiai *et al* , "Effect of the fiber size on the physicochemical and mechanical properties of composites of epoxy and date palm tree fibers," *Macromol. Mater. Eng.*, vol. 293, no. 8, pp. 684–691, 2008, doi: 10.1002/mame.200800087.
- [54] S. Shinoj, R. Visvanathan, S. Panigrahi, and M. Kochubabu, "Oil palm fiber (OPF) and its composites: A review," *Ind. Crops Prod.*, vol. 33, no. 1, pp. 7–22, 2011, doi: 10.1016/j.indcrop.2010.09.009.
- [55] A. A. H. D. Rozman, K. R. Ahmad Hilme, "Polyurethane Composites Based on Oil Palm Empty Fruit Bunches: Effect of Isocyanate/Hydroxyl Ratio and Chemical Modification of Empty Fruit Bunches with Toluene Diisocyanate and Hexamethylene Diisocyanate on Mechanical Properties," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 106, no. 5, pp. 2290–2297, 2007, doi: 10.1002/app.

Chapitre III

MATERIAUX ET
METHODES
EXPERIMENTALES

Chapitre III

MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES

III.1	Introduction.....	56
III.2	Méthodes expérimentales.....	56
III.2.1	Fibres et préparation des biocomposites	56
III.3	Méthodes de caractérisation.....	58
III.3.1	Analyse par MEB	58
III.3.2	Diffraction des rayons X	58
III.3.3	Analyse FTIR	59
III.3.4	Analyse DSC-TGA	60
III.3.5	Absorption d'eau	61
III.3.6	Caractérisation mécanique	61
III.4	Conclusion	64
III.5	Références.....	65

III.1 Introduction

Ce chapitre présente les différents matériaux et méthodes expérimentales utilisés dans ce travail. La première partie est consacrée aux matériaux, procédés d'extraction de la fibre *Washingtonia filifera* et la méthode de préparation des biocomposites en polyéthylène de haute densité renforcés par des fibres de *washingtonia filifera*. La deuxième partie est ensuite consacrée à la description des techniques expérimentales utilisées lors de la réalisation de ce travail.

III.2 Méthodes expérimentales

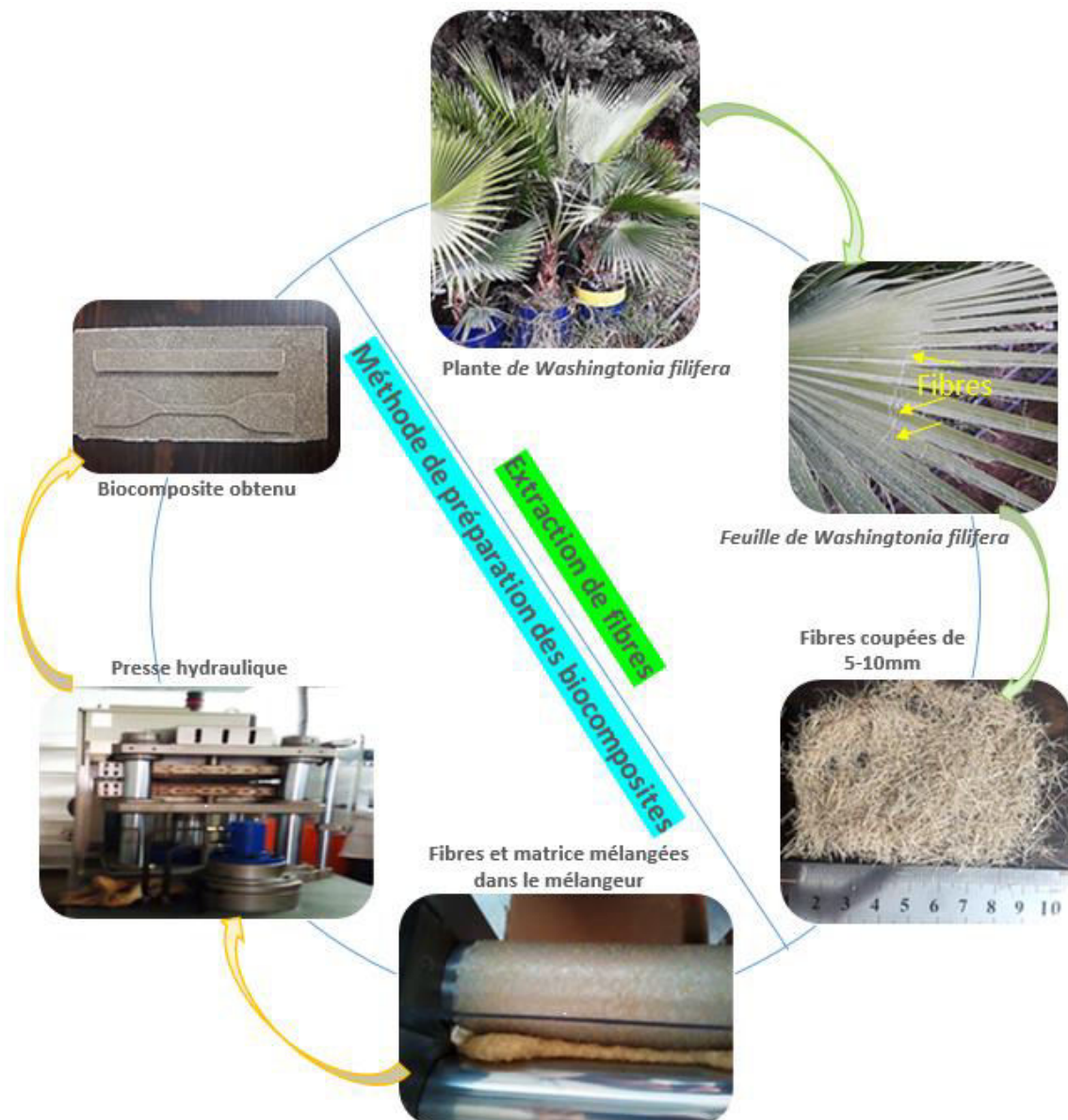
III.2.1 Fibres et préparation des biocomposites

Les fibres utilisées dans cette étude sont des fibres de *Washingtonia filifera*(WF). Le palmier Jupon (*Washingtonia filifera*) est originaire du Sud-Ouest des États-Unis et du Nord-Ouest du Mexique. Il mesure jusqu'à 23 m d hauteur, le stipe peut atteindre plus de vingt mètres d hauteur. Cependant, la fibre est facilement cultivée localement dans la région de Skikda (Algérie). En effet, les fibres WF sont extraites manuellement puis immergées dans l'eau distillée pour laver les impuretés de surface. Pour éliminer l'humidité, les fibres sont séchées sous des conditions naturelles (à température ambiante, 20°C pendant 10 jours) avant de fabriquer le biocomposite. Le polymère utilisé comme matrice est le polyéthylène (PEHD) référence PPC10642 a été fourni par SABIC Petrochemicals (PEHD Moulage par soufflage pur à 95 % et plus moyenne MFI de 0,4 densité moyenne de 0,96).

La fabrication du biocomposite est faite sur deux rouleaux type Thermotron-C.W. Brabender (Model T303, **Figure III.1**). Premièrement, 20 % en masse PEHD est fondu sur les rouleaux à 170° C [1]. Les fibres de WF sont coupées (entre 5 et 10 mm) et le reste du PEHD est ajouté et mélangés pendant 7 min à 60 tr/min, ensuite, le biocomposite est mélangé 5 à 6 fois pendant 5 minutes afin d'améliorer l'homogénéité du matériau. Ensuite, le biocomposite élaboré est retiré des rouleaux et coupé en fonction de la taille du moule. Les échantillons sont préparés dans un moule qui est maintenu à 190±3°C au moyen d'une presse de marque Dake (**Figure III.1**) et cela pendant 20 min sous une pression de 20 MPa. Finalement, le moule est refroidi jusqu'à 60° C par une eau froide. Le **Tableau III.1** regroupe les compositions massiques des différentes formulations produites.

Tableau III. 1: Composition massique des différentes formulations

Désignation	Biocomposites
PEHD vierge	Polyéthylène Haute Densité
PEHD/10% WF	Polyéthylène haute densité PEHD avec 10% de WF en masse
PEHD/20% WF	Polyéthylène haute densité PEHD avec 20% de WF en masse
PEHD/30% WF	Polyéthylène haute densité PEHD avec 30% de WF en masse

**Figure III. 1:** Procédé d'extraction de la fibre WF et de préparation des biocomposites PEHD/WF

III.3 Méthodes de caractérisation

III.3.1 Analyse par MEB

Les observations des morphologies de surface des WF et des biocomposites ont été effectuées sur un appareil JEOL 840A SEM en mode topographique, comme illustré à la **Figure III.2** («Élaboration des Matériaux et Fabrication» De l'École Nationale Polytechnique de Constantine). La surface de la fibre a été recouverte d'Au-Pd par pulvérisation cathodique avant le balayage afin d'éviter les effets de charge du faisceau d'électrons pendant l'analyse. La tension d'accélération électronique retenue est de 3-5 kV pour éviter tout risque de dégradation des échantillons.

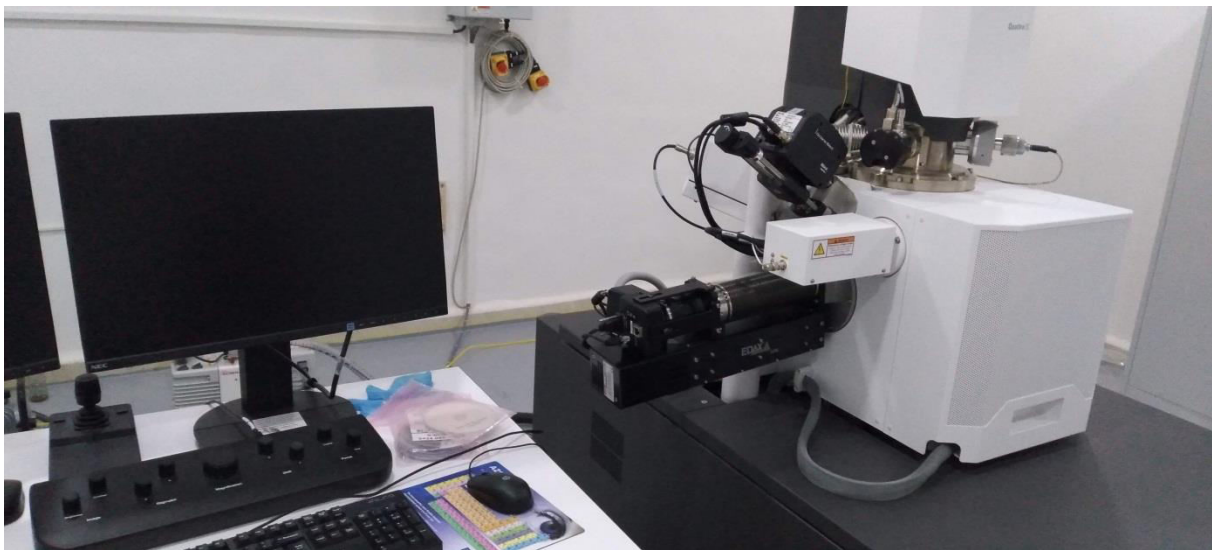


Figure III. 2: Microscope MEB de type JEOL 840A SEM.

III.3.2 Diffraction des rayons X

Pour la diffraction des rayons X (DRX), l'appareil utilisé est une machine de marque Bruker D8 ECO (**Figure III.3** «Élaboration des Matériaux et Fabrication» De l'École Nationale Polytechnique de Constantine). Cet appareil est équipé d'un tube anticathode en cuivre émettant une onde lumineuse de longueur $K_{\alpha 1} = 0,15406$ nm. Les conditions d'excitation sont: la tension $U = 40$ kV, le courant $I = 20$ mA, rotation = 2 °/min et l'angle 2θ passe de 10 à 40 °. Tous les diffractogrammes RX ont été traités à l'aide du logiciel EVA. La taille des cristallites a été mesurée en utilisant la formule de Scherrer [2]:

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos(\theta)} \quad (\text{III.1})$$

Où: D = taille de cristallite (nm), $k = 0.9$ (Constante de Scherer), λ = longueur d'onde (0,1541nm pour K_{α} (Cuivre)), β = FWHM (radians) et θ = position du pic (radians).

L'indice de cristallinité (CI) a été obtenu selon la méthode empirique de Segalet al [3], en calculant le rapport de la surface cristallisée à la surface totale comme indiqué dans l'équation ci-dessous:

$$CI \% = \left[\frac{I_{200} - I_{AM}}{I_{200}} \right] \times 100 \quad (III.2)$$

Où:

I_{200} : l'intensité maximale de la région cristalline.

I_{AM} : la plus faible intensité de la région amorphe.

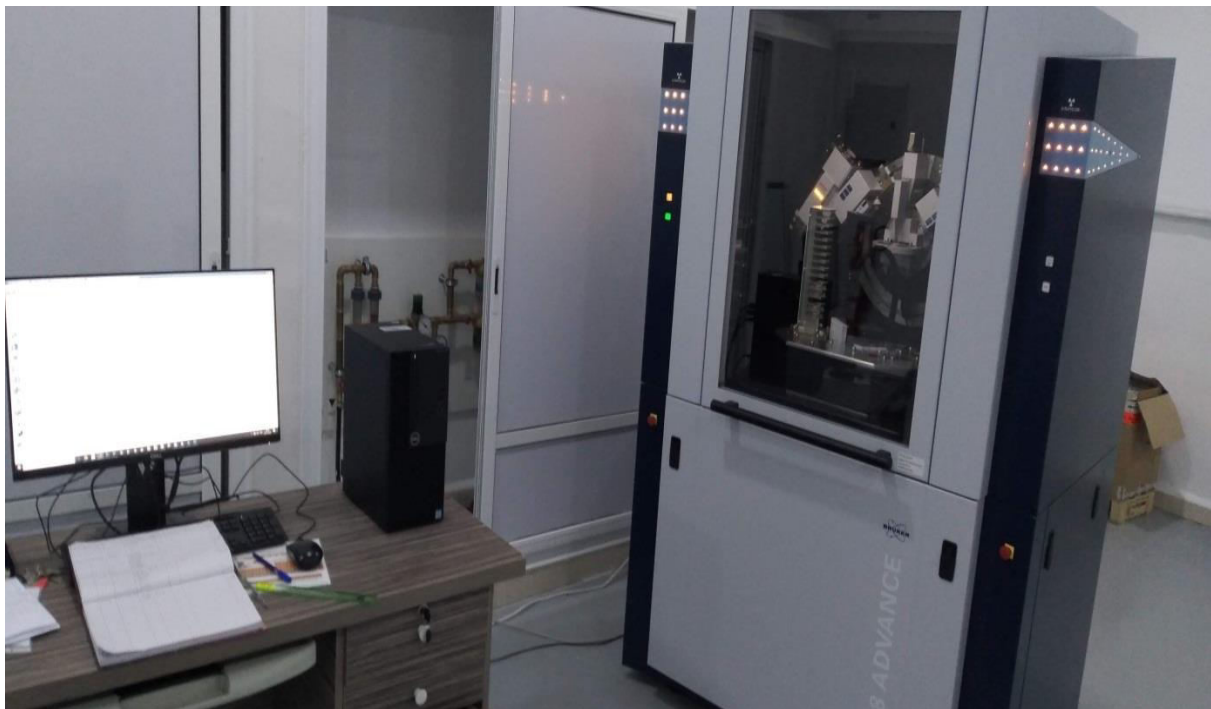


Figure III. 3: Diffractomètre à rayons X Bruker D8 ECO.

III.3.3 Analyse FTIR

Pour l'analyse FTIR, Les différents spectres ont été enregistrés à l'aide d'un spectrophotomètre infra rouge à transformée de Fourier de modèle Perkin Elmer Spectrum RX1 (**Figure III.4** «Élaboration des Matériaux et Fabrication» De l'École Nationale Polytechnique de Constantine), à température ambiante, spectromètre dans un mode de transmission à 4 cm^{-1} , à balayage 32 et avec une gamme spectrale de $500\text{--}4000 \text{ cm}^{-1}$.

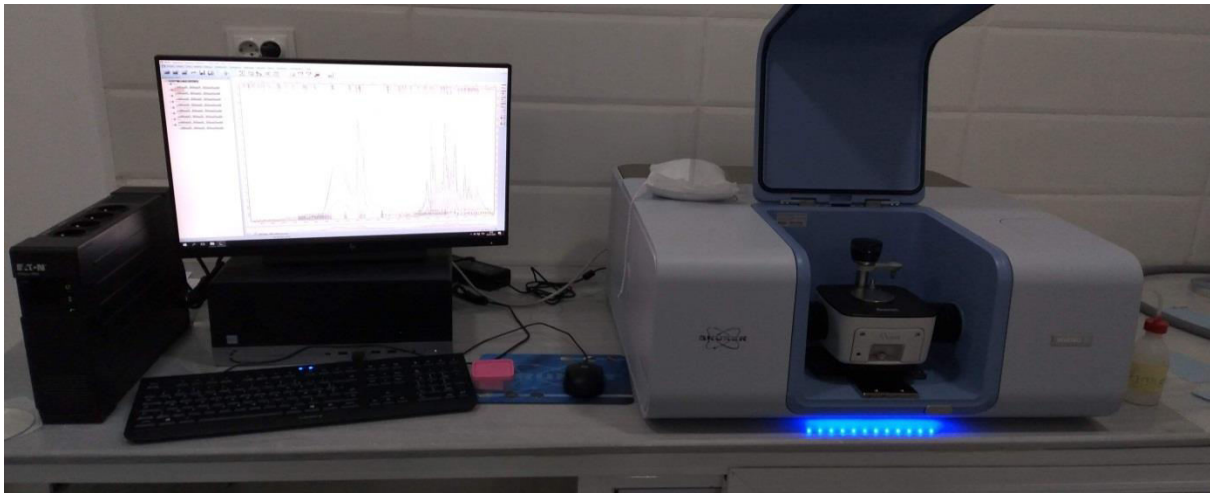


Figure III. 4: Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier de type Perkin Elmer Spectrum RX1

III.3.4 Analyse DSC-TGA

L'étude du comportement thermique du PEHD vierge, de la fibre et des différents biocomposites PEHD/WF a été réalisée par une calorimétrie différentielle à balayage (DSC) en utilisant une machine de marque NETZSCH STA 449 F3 Jupiter (**Figure III.5** «Élaboration des Matériaux et Fabrication» De l'École Nationale Polytechnique de Constantine). La masse des échantillons utilisée dans ce travail est entre 10 et 20 mg. La température varie entre 20-600 °C. Des analyses thermogravimétriques (TGA) ont été effectuées sur la même machine. Tous les tests sont réalisés sur des échantillons d'une masse moyenne de 20 mg, avec une vitesse de chauffe de 10 °C/min jusqu'à 60 °C/min sous un flux d'azote. La variation de masse en fonction de la température est enregistrée.



Figure III. 5: Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

III.3.5 Absorption d'eau

L'étude de l'effet de la teneur en fibres de *Washingtonia filifera* (WF) sur la cinétique de diffusion des biocomposites PEHD/WF par immersion totale dans l'eau distillée à température ambiante consiste à suivre l'évolution de masse des échantillons en fonction du temps, mesurer à intervalle régulier sur une période totale de 21 jours (500 h). Avant de mesurer la masse, les échantillons, une fois retirés de l'eau, ont été légèrement essuyés avec du papier absorbant pour débarrasser la pellicule d'eau présente sur la surface. Les opérations de pesée sont effectuées sur une balance électronique (précision de mesure = 0,0001 g) (Figure III.6). Les tests d'absorption d'eau ont été réalisés selon la méthode standard ASTM (D1037-99, ASTM, 1999) [4]. Au cours du vieillissement, le gain de masse d'un échantillon de biocomposite à l'instant t est exprimé en pourcentage, $Mt(\%)$, déterminé selon l'équation (3).

$$Mt(\%) = \frac{(mt - m_0)}{m_0} \times 100 \quad (\text{III.3})$$

Avec mt : masse du composite au temps t ; m_0 : masse initiale de l'échantillon sec.

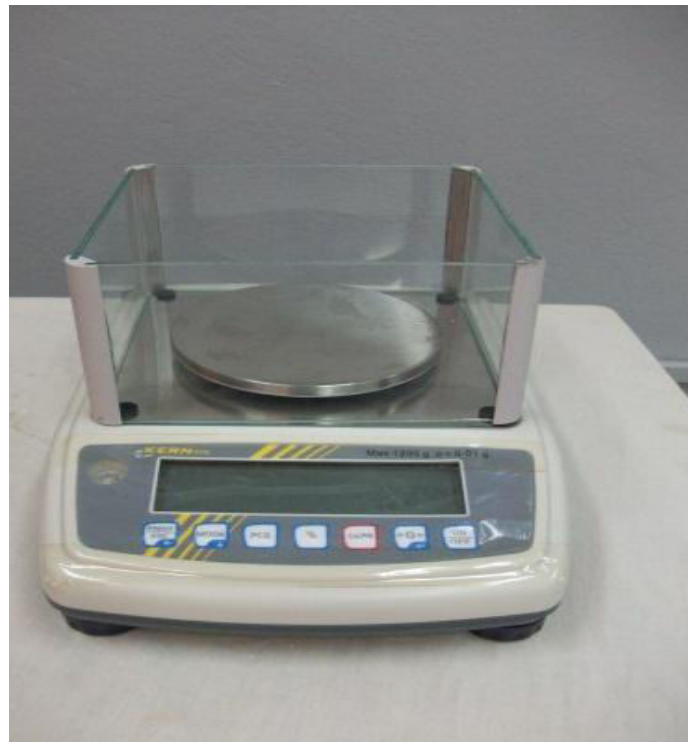


Figure III. 6: Balance électronique

III.3.6 Caractérisation mécanique

Les essais de traction et de flexion 3-point ont été réalisés sur une machine d'essai universelle de type Zwick Z005 équipée d'un capteur de force de 5 KN (**Figure III.7** Centre De Recherche En Mécanique Constantine). Le contrôle de la machine et l'acquisition des données ont été effectués par ordinateur. Les essais de traction ont été effectués avec une vitesse de 1 mm/min, selon la norme ASTM D638-14 [5]. En revanche, les essais de flexion 3-point ont été réalisés sur des éprouvettes parallélépipédiques, l'espacement entre les deux points d'appui de l'éprouvette noté (L) est de 60 mm. La vitesse de la traverse mobile est de 1 mm/min pendant l'essai, jusqu'à la rupture de l'éprouvette, selon la norme ASTM D790 – 17 [6]. Tous les tests ont été effectués à une température ambiante de 23 °C et une humidité relative d'environ 40%. Les valeurs de la force et du déplacement de la traverse mobile sont enregistrées simultanément. Le module d'élasticité et la résistance à la traction peuvent être estimés selon les équations (III.2) et (III. 3) où F et L sont respectivement la résistance (en N) et la longueur entre les supports (en mm). De plus, la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette sont représentées respectivement par b et h (en mm). Enfin, les propriétés de flexion sont définies par la contrainte σ_f (MPa) et le module de flexion E_f (GPa).

$$\sigma_f = \frac{3 FL}{2 b h^2} \quad (\text{III.4})$$

$$E_f = \frac{L^3 F}{4 w b h^3} \quad (\text{III.5})$$



Figure III. 7: Machine universelle de type ZWICK ROELLE Z005

Les tests Izod ont été réalisés sur un pendule Instron CEAST 9050 équipé d'un marteau de 0,5 J (**Figure III.8**). Le pendule est désigné pour déterminer la résilience, la rupture ductile et / ou fragile. Comme l'indique la norme ASTM D256 – 10e1 [7], l'énergie de rupture du matériau testé doit être comprise entre 10% et 90% de la capacité du marteau utilisé pour les essais Izod. Cinq échantillons de chaque composition (PEHD vierge et trois formulations PEHD/WF) ont été testés.

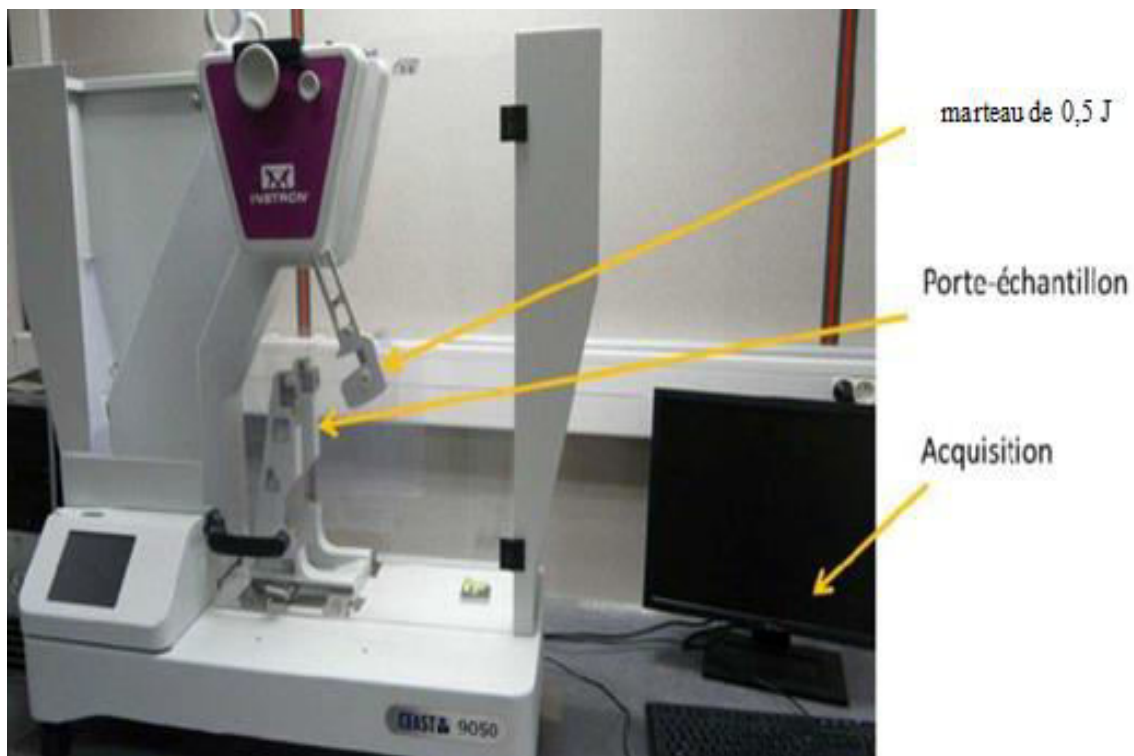


Figure III. 8: Mouton-pendule Instron Ceast 9050

La dureté du PEHD vierge et du biocomposite renforcé par des fibres WF sous forme de disque (le diamètre est de 62,5 mm) a été mesurée en utilisant une échelle d'un duromètre analogique Shore D selon ASTM D2240-15e1 (**Figure III.9**) [8]. Six échantillons de chaque composition (PEHD vierge et trois formulations PEHD/WF) ont été testés. Chaque test a été répété au moins 10 fois pour tous les échantillons.



Figure III. 9: Un duromètre analogique Shore D

III.4 Conclusion

Ce chapitre est consacré à l'extraction des fibres de *Washingtonia filifera* et l'élaboration des biocomposites ainsi que la description des différents appareillages et machines utilisées. Ensuite, les matériaux obtenus ont été caractérisés par diverses techniques pour déterminer les propriétés, les caractéristiques et le comportement thermomécanique des fibres de *Washingtonia filifera* (WF) et des différents biocomposites PEHD renforcés par différents taux de fibres WF (10, 20 et 30% en masse).

III.5 Références

- [1] R. Gu and B. V. Kokta, “Mechanical properties of pp composites reinforced with BCTMP aspen fiber,” *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, vol. 23, no. 4, pp. 513–542, 2010, doi: 10.1177/0892705709355232.
- [2] A. Makhlouf, A. Layachi, I. Kouadri, A. Belaadi, and H. Satha, “Structural study and thermal behavior of composites: Polyamide 66/glass fibers: The reinforcement ratio effect on the kinetics of crystallization,” *J. Compos. Mater.*, vol. 54, no. 11, pp. 1467–1481, 2020, doi: 10.1177/0021998319883913.
- [3] L. Segal, J. J. Creely, A. E. Martin, and C. M. Conrad, “An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer,” *Text. Res. J.*, vol. 29, no. 10, pp. 786–794, Oct. 1959, doi: 10.1177/004051755902901003.
- [4] ASTM D570 – 98, “Standard Test Method for Water Absorption of Plastics”.
- [5] ASTM D638-14, “Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics”.
- [6] ASTM D790-17, “Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials”.
- [7] “ASTM D256 - 10e1 Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics.”.
- [8] “ASTM WK68685 Revision of D2240 - 15e1 Standard Test Method for Rubber Property—Durometer Hardness.”.

Chapitre IV

ELABORATION ET CARACTERISATION DE
BIOCOMPOSITE EN POLYETHYLENE DE
HAUTE DENSITE RENFORCE PAR DES FIBRES
DE WASHINGTONIA FILIFERA

Chapitre IV.

ELABORATION ET CARACTERISATION DE BIOCOMPOSITE EN POLYETHYLENE DE HAUTE DENSITE RENFORCE PAR DES FIBRES DE *Washingtonia filifera*

Résumé	66
IV.1 Introduction	67
IV.2 Résultats et discussion.....	70
IV.2.1 Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)	70
IV.2.2 Analyse FTIR	72
IV.2.3 Analyse thermique ATG-DSC	73
IV.2.4 Analyse DRX	77
IV.2.5 Comportement mécanique en traction des fibres de <i>Washingtonia filifera</i>	79
IV.2.6 Comportement en traction et flexion 3-points des biocomposites PEHD/WF.....	85
IV.2.7 Comportement en absorption d'eau des fibres de <i>Washingtonia filifera</i> et des biocomposites élaborés.....	88
IV.2.8 Test d'impact Izod des biocomposites élaborés PEHD/WF	89
IV.2.9 Test de dureté (dureté Shore D) de biocomposites élaborés PEHD/WF.....	92
IV.3 Conclusion.....	93
IV.4 Références	95

Chapitre IV :

ELABORATION ET CARACTERISATION DE BIOCOMPOSITE EN POLYETHYLENE DE HAUTE DENSITE RENFORCE PAR DES FIBRES DE *Washingtonia filifera*

Résumé

Dans ce travail, on a étudié le comportement thermomécanique des fibres de *Washingtonia filifera* (WF) et des différents biocomposites PEHD renforcés par différents taux de fibres WF (10, 20 et 30% en masse). L'objectif principal est d'étudier l'effet de la teneur en fibre WF sur les propriétés thermomécaniques du biocomposite PEHD/WF. La caractérisation des biocomposites élaborées a été faite en utilisant différentes techniques à savoir : DSC-ATG, FTIR, DRX, MEB, essai Izod et Absorption d'eau. Les résultats obtenus montrent que l'ajout de fibres WF au PEHD vierge améliore les propriétés mécaniques telles que la résistance à la traction et à la flexion, le module d'élasticité et le module de flexion, mais réduit légèrement la résistance au choc. De même, les résultats thermiques témoignent que le renforcement de la matrice PEHD avec un taux de fibres WF allant jusqu'à 20% en masse décale la température de fusion ainsi que celle de dégradation des biocomposites vers des valeurs plus élevées comparées à celle du PEHD vierge. Les meilleurs résultats ont été obtenus avec l'utilisation de 20% du taux massique de fibres WF. Alors qu'avec un taux de 30% en masse, les propriétés thermomécaniques deviennent médiocres ; ce qui peut être expliqué par le dépassement du taux de saturation de la matrice qui est proche de 20% en masse.

IV.1 Introduction

Les statistiques récentes indiquent que seulement 6% des matériaux sont recyclés dans le monde, les industrielles prévoient que la demande mondiale de ressources devrait doubler d'ici 2050 [1]. La majorité des chercheurs et des industriels se penchent aujourd'hui sur la possibilité d'avoir des nouveaux matériaux thermoplastiques ou thermodurcissables pour réduire les impacts environnementaux liés à l'extraction de matières premières, ces nouveaux types de matériaux sont appelés «composites verts» ou «biocomposites». Dans le souci de réduire constamment le poids et d'améliorer les performances, les thermoplastiques renforcés de fibres ont offert la possibilité de remplacer les métaux [2], [3]. Ainsi, certains fabricants préfèrent se pencher sur les fibres de cellulose traditionnellement utilisées dans l'industrie des pâtes et du papier. Une telle tendance est justifiée par l'existence en grandes quantités dans la nature et le fait qu'elle soit renouvelable ainsi que par ses excellentes propriétés qui se traduisent par leur utilisation dans les domaines de l'automobile et le milieu des transports tels que l'aéronautique et le ferroviaire [4][5][6][7], les sports et les loisirs [8], l'aménagement et le design des maisons [9][10].

Plusieurs travaux de recherche ont porté sur la caractérisation des fibres cellulosiques notamment le palmier dattier [11][12][13], le sisal [14][15][16], le lin [17][18][19][20] et le jute [21][22][23][24]. D'autres travaux de recherche ont été menés sur la caractérisation des biocomposites PEHD renforcés par des fibres cellulosiques naturelles [25][26][27]. Actuellement, il existe de nombreuses solutions pour réduire le phénomène d'absorption d'humidité [28]. Le principe général consiste à modifier les groupes chimiques, la rugosité de surface ou bien la teneur en polysaccharides. Ainsi, en vue de l'utilisation et de l'exploitation de ces types de fibre, il est essentiel de connaître leurs propriétés mécanique et thermo-physico-chimiques [29]. Récemment, Ugochukwu et al [30] ont étudié l'influence de l'eau distillée et de la solution alcaline sur les propriétés physiques et la résistance mécanique des composites à matrice époxyde/fibres de Napier (NFFE) pour fabriquer des composites avec différents taux en poids de NFFE : 5, 10 et 15%. Des tests d'exposition à l'humidité ont été effectués pour déterminer les conditions de temps critiques des composites. Les propriétés de résistance aux rayures ont augmenté après exposition à l'eau distillée. Les composites à 10% de NFFE ont obtenu de meilleurs résultats que les autres après exposition à l'eau distillée et à la solution alcaline. Les observations morphologiques ont montré qu'un déchirement important se produisait pour tous les composites NFFE après une exposition à la solution alcaline par rapport à l'eau distillée. Une autre étude similaire, réalisée par Saidane et al [31]

qui consiste à estimer les paramètres expérimentaux et analytiques (modèle 3D Fick) de la diffusion de l'humidité des biocomposites lin/époxy aux différentes configurations quasi-unidirectionnelles et en sergé. Les spécimens, ont été soumis à trois conditions de vieillissement pendant plusieurs jours pour évaluer le pourcentage d'absorption d'eau en fonction du temps. Les travaux de Nayak and Khuntia [32] sont focalisés essentiellement sur l'élaboration et la caractérisation thermo-mécanique, mécanique et morphologique des biocomposites polyéthylène téréphtalate (PET) renforcés par des *Moringa oleifera* fruits traitées par NaOH aux différents taux de fibres. Les auteurs confirment que les propriétés mécaniques augmentent avec le taux de charge en fibre. La meilleure performance est obtenue pour une fraction de 20 wt% en poids des fibres soit une contrainte de traction (65,92 MPa), la contrainte de flexion (98,49 MPa) et le module de Young (3.78 GPa). Cependant, une autre étude présentée par Satapathy and Kothapalli [33] portant sur la variation des propriétés thermomécaniques et dynamiques des biocomposites en polyéthylène recyclés avec un comptabilisant Maleic anhydride (MA-g-HDPE) renforcé par des fibres de banane aux différentes fractions massiques (10%, 20% et 30%). En effet, les auteurs ont constaté une augmentation de la contrainte et du module de traction, de la déformation et du module de flexion des différentes combinaisons étudiées (7,5 wt% FACS, 30 wt% BF et 3 wt% MA-g-HDPE avec RHDPE) par rapport à la matrice RHDPE respectivement : 17%, 188% et 38%, 159%. Kakroodi et al [34] ont ainsi comparé cinq combinaisons de biocomposite MA-g-HDPE/CF renforcés de fibres de chanvre (0%, 10%CF, 30%CF, 50%CF et 60%CF) et ont constaté que la résistance aux chocs diminuait avec l'augmentation de la teneur en chanvre. Bien que les échantillons émergés dans l'eau à des concentrations plus élevées ont montré une certaine dégradation pour les biocomposites à 30% de chanvre, les propriétés mécaniques et la stabilité thermique sont restées inchangées. Une étude de Lu et Oza sur l'effet des traitements au silane et au NaOH de la fibre de chanvre sur la décomposition thermique des biocomposites à matrice HDPE [35]. Les auteurs ont estimé que la stabilité thermique des biocomposites n'est obtenue qu'avec les fibres traitées. Oksman et Clemons en 1998 [36] ont constaté que les propriétés mécaniques augmentent en utilisant de petites particules bien dispersées. Pour obtenir un matériau plus résistant et une rigidité accrue, il est donc préférable d'utiliser des fibres plutôt que de la farine de bois. Une étude a été réalisée par Migneault et al [37] montrent que les propriétés mécaniques du PEHD renforcé par des fibres de bois croissent avec l'augmentation de la taille des fibres. L'incorporation de fibres de bois améliore les propriétés mécaniques et physiques du biocomposite. Cependant, à mesure que

la teneur en fibres augmente, la rigidité commence à diminuer et la répartition des contraintes varie, ce qui entraîne des propriétés d'allongement et une résistance aux chocs médiocres [38]. Stark et al [39] ont testé des matériaux composites PP contenant 20% et 40% de farine de bois. Ils ont constaté qu'une teneur plus élevée en fibres entraîne une teneur en humidité plus élevée et des propriétés mécaniques plus faibles. Ils ont confirmé les résultats de Lin et al [40] L'effet de l'absorption d'humidité sur les propriétés mécaniques de biocomposites à base de polypropylène et de fibres de bois a été étudié. Récemment, Makhoul et al [41] ont présenté une étude sur des biocomposites PEHD/lin avec différentes formulations sollicitées en traction et en flexion 3-points. Le taux de renfort varie de 5% à 20% de fibre naturelle de lin à différentes vitesses de températures à savoir 5, 10, 20 °C/min. Des augmentations ont été constatées telles que la résistance à la traction de 24 à 35 MPa et à la flexion de 15,82 à 19,72 MPa par rapport au PEHD pur. En revanche, les tests thermiques ont révélé que le taux de chauffage a un effet prononcé sur le comportement thermique des matériaux étudiés en déplaçant la plage de dégradation des biocomposites et les températures. Alors que, Singh et al [42] sont intéressés à l'étude du comportement de mouillage des composites PEHD/kenaf élaborés par moulage par compression assistée par micro-ondes à un taux massique de 30% conditionnés dans divers environnements pendant 6 mois. L'absorption de liquide et le gonflement d'épaisseur étaient les plus élevés pour l'eau distillée et les plus faibles pour l'huile végétale. La dégradation du composite conditionné dans une solution de NaOH à 5% était la plus élevée et la plus faible pour l'huile végétale. En effet, en raison de la moindre variation des intensités Raman ($1,7 \text{ cm}^{-1}$), les liquides utilisés ont moins d'impact sur le biocomposite PEHD/kenaf. Il a été observé que le composite PEHD/kenaf conviendrait mieux pour le stockage de liquides moins absorbants, c'est-à-dire les huiles et l'eau de mer. Une autre étude récente, initiée par Benzanache et al [43] sur l'utilisation d'un nouveau biocomposite pour le matériau de construction à base de plâtre et de fibres extraites de palmier de *Washingtonia filifera* dont l'objectif principal est d'étudier l'influence du traitement des fibres WF avec NaHCO_3 sur les propriétés mécaniques du biocomposite résultant. Plusieurs biocomposites plâtre/fibre WF sont préparés avec 2% de fibres (WF) non traitées et traitées pour différents temps de traitement (24, 72, 168 et 240 h) selon différentes concentrations de NaHCO_3 (5, 10 et 20%). Les propriétés mécaniques en traction et en flexion 3-points sont étudiées respectivement pour les fibres non traitées (WF) et les composites élaborés gypse/fibre (WF). Les résultats obtenus montrent que l'incorporation de fibres WF dans la matrice de plâtre améliore les performances mécaniques de ce nouveau biocomposite et sa ductilité. Selon

l'étude d'optimisation, la teneur optimale en NaHCO_3 est de 20%, avec un temps de traitement optimal de 168 h, conforme aux résultats expérimentaux.

L'originalité et la nouveauté de cette étude réside dans le fait que c'est une investigation mécanique et thermo-physico-chimique réalisée sur un nouveau biocomposite principalement constitué d'une matrice polyéthylène renforcée, pour la première fois, par des fibres de palmier de type *Washingtonia filifera*. À la connaissance des auteurs, la fibre *WF* a fait l'objet d'une seule étude en tant que biocomposite à matrice plâtre par Benzanache et al [43]. En effet, une partie du travail de la réf. [43] est consacrée à l'étude mécanique de 30 fibres *WF* unitaires avec $GL = 40\text{mm}$. Cependant, vu les rares publications réalisées sur cette nouvelle fibre, le présent travail propose une nouvelle étude de cette même fibre avec une longueur de jauge GL égale à 10 mm permettant par la suite la réalisation d'une étude statistique utilisant la méthode de Weibull 2-paramètre. D'après notre étude, on a constaté que l'ajout des fibres *WF* améliore les propriétés thermomécaniques des biocomposites PEHD/*WF* étudiés. Ces résultats nous permettent de recommander l'utilisation de ces biocomposites dans des applications qui respectent l'environnement.

IV.2 Résultats et discussion

IV.2.1 Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)

Les images obtenues par microscope électronique à balayage (MEB) de la surface topographique longitudinale des fibres de *Washingtonia filifera* sont représentées dans la **Figure IV.1**. Cette figure montre que la morphologie de la surface de la fibre est rugueuse et n'est pas identique puisque les fibres de *Washingtonia* sont soumises directement, dans la nature, aux changements climatiques. Alors que la **Figure IV.2** représente des micrographies MEB du biocomposite PEHD renforcé par des fibres de *Washingtonia filifera*. Ces images témoignent la présence de porosité à l'intérieur du biocomposite (**Figure IV.2d**) ; ce qui favorise la capacité d'absorption d'eau de la formulation PEHD/*WF*. De même, on enregistre des micro-défauts qui se produisent lors la fabrication de biocomposites (**Figure IV.2a**). En revanche, la **Figure IV.2c**, montre la présence de microfibrilles à l'interface matrice/fibre du PEHD/*WF*, ces défauts sont dus à la mise en œuvre manuelle du mélange.

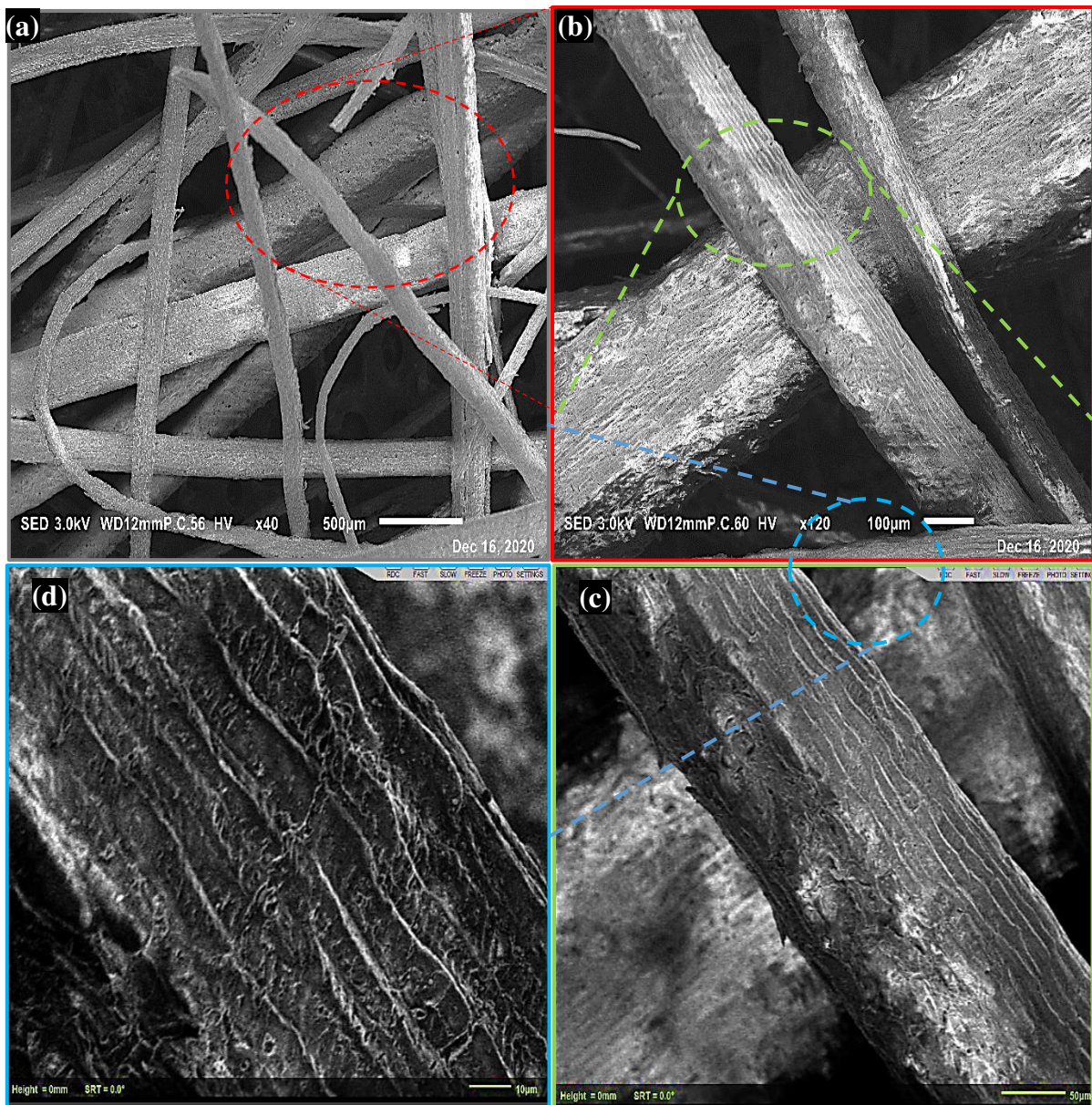


Figure IV. 1: Observations au MEB des fibres de *Washingtonia filifera*.

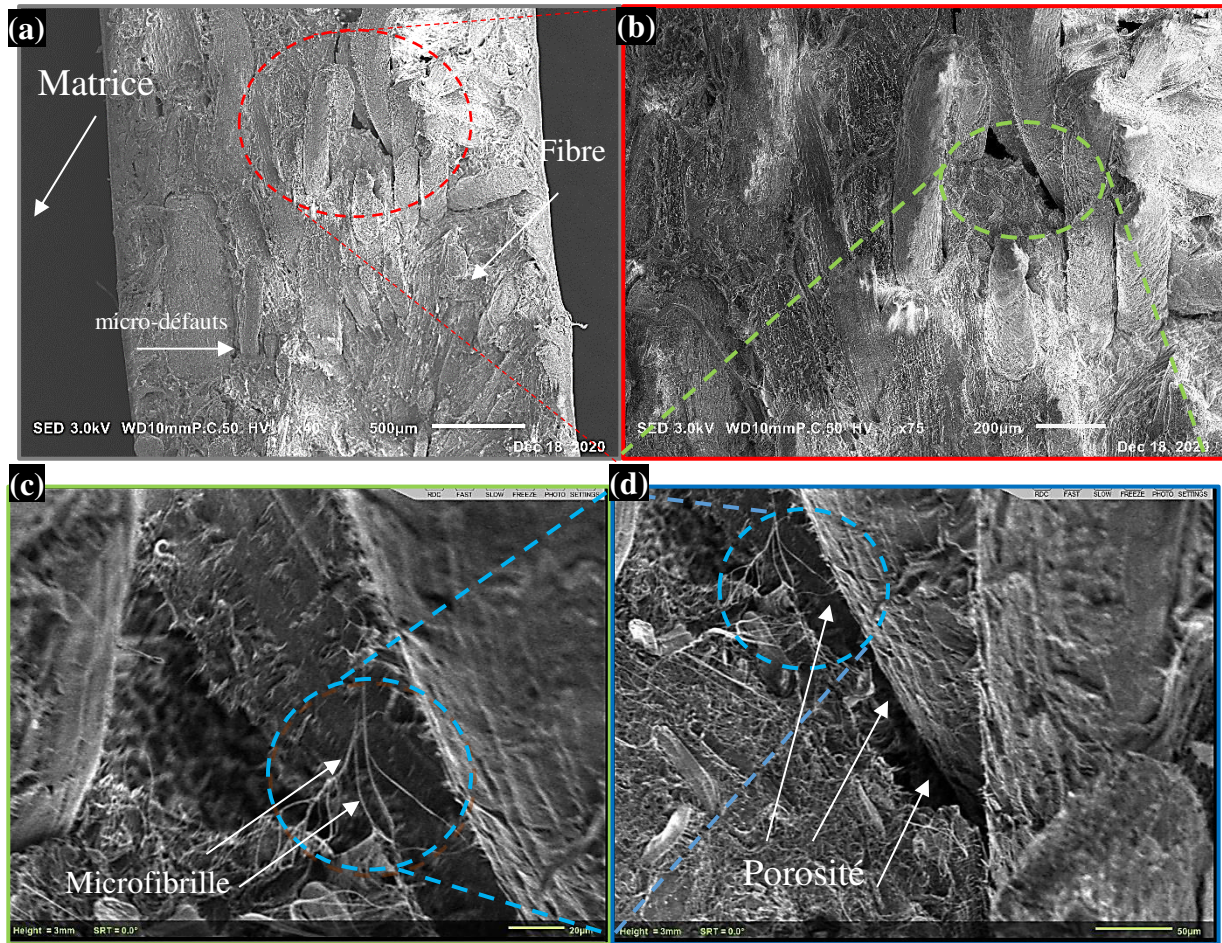


Figure IV. 2: Images MEB d'un biocomposite PEHD renforcé par des fibres WF

IV.2.2 Analyse FTIR

La structure chimique de la fibre WF, PEHD ainsi que les différentes formulations de biocomposites préparées peuvent être déterminées par analyse FTIR. La **Figure IV.3** illustre les spectres FTIR des échantillons étudiés. Pour le PEHD et ses composites, les pics représentatifs sont observés comme ce que suit: l'étirement de la liaison C-H apparaît à 2914 et 2848 cm^{-1} ; le CH_2 plié à 1468 cm^{-1} , et en fin le CH_2 roché à 718 cm^{-1} [41][44]; En regardant les spectres FTIR de PEHD et PEHD / WF, on peut constater qu'ils se différencient uniquement par l'intensité des pics ce qui veut dire que l'incorporation de la charge WF n'a pas modifié les groupes fonctionnels présents initialement dans la matrice PEHD [41][45]. Tandis que le spectre de la fibre WF se compose d'une large bande d'absorption observée à 3340 cm^{-1} , elle est attribuée à l'étirement du groupement OH de la cellulose. Dans la région 2800–2900 cm^{-1} , deux pics ont été observés qui sont attribués à l'étirement de la liaison -CH de l'hémicellulose [41][46]. Le pic d'absorption à 1730 cm^{-1} correspond aux vibrations

d'étirement du groupe ester carbonyle C=O principalement dues au groupe hémicellulose. Vers 1645 cm^{-1} est apparu le pic d'étirement de la liaison C=C qui retourne à la lignine ; la courbure C-H de la cellulose est observée à 1424 cm^{-1} ; le pic à 1030 cm^{-1} est attribuée à la vibration d'étirement C-O du groupe acétyle dans l'hémicellulose et la lignine. Enfin, le pic de déformation C-OH a été trouvé à près de 730 cm^{-1} [41][44].

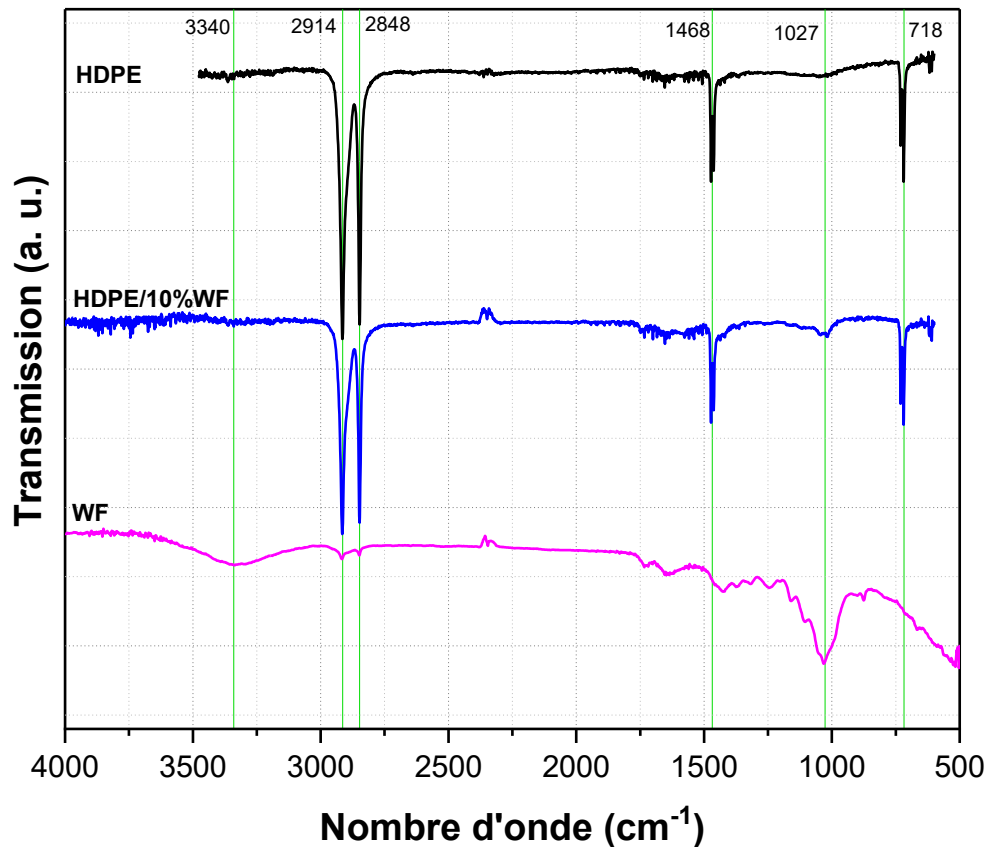


Figure IV. 3: Spectres FTIR de la fibre de *Washingtonia filifera*, PEHD/WF et PEHD

IV.2.3 Analyse thermique ATG-DSC

Les tests ATG sur les échantillons de l'étude, à savoir : les fibres WF, PEHD et les composites PEHD/WF ont été mené de la température ambiante jusqu'à 600°C dans le but de suivre le comportement thermique de ces matériaux (**Tableau IV.1**). La **Figure IV.4** illustre l'évolution thermique de chaque matériau et nous permet de discuter l'effet de l'ajout de la charge de fibres WF sur la stabilité thermique des composites élaborés. La courbe de dégradation de la matrice PEHD se produit dans une seule étape, dans la plage de température

404-515 °C correspondant à la rupture des liaisons C-C de la chaîne principale [47]. La courbe thermique des fibres WF montre que la déshydratation et la dégradation de la lignine se produisent entre 227 °C et 387 °C, alors que la cellulose se décompose à une température de 350 °C [48][41]. Concernant les composites PEHD/%WF, on voit clairement que la dégradation se produit en deux étapes dont la première est enregistrée dans la plage de température 256-375 °C elle revient à la dégradation des fibres WF [47][41][49]; tandis que la dégradation de la matrice PEHD qui est l'étape principale et se produit dans la plage de température de 403 à 513 °C.

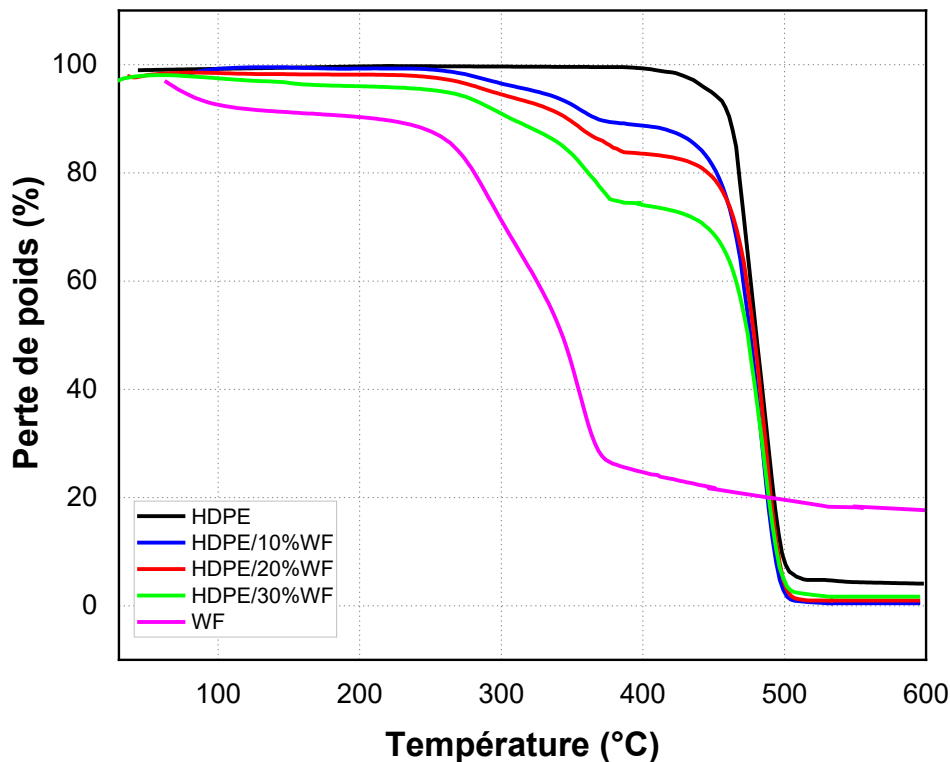


Figure IV. 4: Graphique comparatif des courbes thermogravimétriques (TGA) de la fibre WF, du PEHD non chargé et des biocomposites PEHD / WF.

Tableau IV. 1: Données TGA pour le PEHD vierge et les biocomposites PEHD/WF.

Matériaux	Première étape de dégradation (°C)	Deuxième étape de dégradation (°C)
HDPE	403,50 - 515,00	/
HDPE/10%WF	256,12 - 375,69	402,59 - 509,55
HDPE/20%WF	257,95 - 386,48	418,83 - 512,28
HDPE/30%WF	265,10 - 379,20	425,07 - 512,28
WF	62,88 - 104,21	226,50 - 384,65

La **Figure IV.5** montre que la stabilité thermique des biocomposites PEHD/%WF est améliorée en fonction de l'ajout du renfort en fibres WF comparée à celle du PEHD vierge et cela jusqu'à un taux de saturation proche de 20% en masse car la fusion du biocomposite PEHD/30%WF débute à une température bien inférieure à celle du PEHD vierge. Alors, le renforcement de la matrice PEHD avec des fibres WF offre un domaine d'utilisation plus élargi du biocomposite ainsi formé [41][50]. A partir des résultats illustrés dans le **Tableau IV.2**, la température à 10% et 50% de perte de masse des biocomposites PEHD/WF a été déplacée à une température plus basse lorsque la teneur en fibres a augmenté de 10 à 30% en masse. D'après le **Tableau IV. 3**, la dégradation thermique de l'hémicellulose et de la lignine de la cellulose a contribué à la formation de charbon qui a provoqué une grande quantité de résidus de charbon pour le biocomposite PEHD/30%WF.

Tableau IV. 2: Comparaison des températures de dégradation à différent % de perte en masse

	Température à 10% de perte de masse (°C)	Température à 50% de perte de masse (°C)	Résidu de charbon à 600°C (%)
PEHD	462,89	480,96	4,02
PEHD/10% WF	368,28	477,58	0,52
PEHD/20% WF	339,56	475,89	0,97
PEHD/30% WF	307,46	474,20	1,41
WF	211,16	342,42	17,16

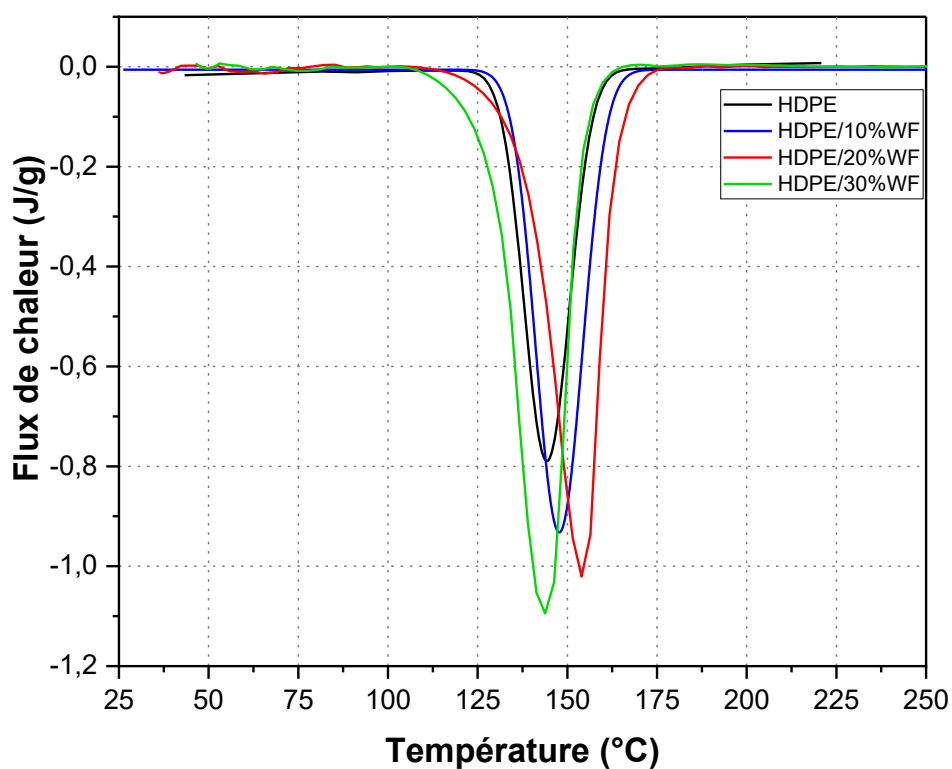


Figure IV. 5: Analyse DSC de la Biocomposite à différents taux massique de fibre de WF.

Tableau IV. 3: Effet de la teneur en fibre WF sur les propriétés thermiques des biocomposites PEHD/WF obtenus par DSC

Matériau	T_m (°C)	T_{onset}(°C)	T_{offset}(°C)
PEHD	137,94	125,80	150,78
PEHD/10% WF	144,05	130,15	158,19
PEHD/20% WF	144,92	130,57	173,15
PEHD/30% WF	143,71	118,87	160,02

IV.2.4 Analyse DRX

Les échantillons de PEHD et PEHD/WF analysés par DRX donnent des spectres similaires formés de deux pics principaux distincts à $2\theta = 22,01^\circ$ et $2\theta = 24,32^\circ$ qui sont attribués respectivement à la réflexion (110) et à la réflexion (200); ces deux pics sont liés à la structure cristalline orthorhombique du polyéthylène [51][52]. Pour les fibres WF, le spectre DRX (**Figure IV.6**) se compose de quatre pics principaux à $2\theta = 17,05^\circ$, $22,61^\circ$, $29,72^\circ$ et $34,63^\circ$, ces derniers sont adressés aux plans cristallographiques de la cellulose [53]. L'analyse par DRX témoigne que la structure cristalline de la matrice PEHD n'a pas changé après son renforcement par des fibres WF [53].

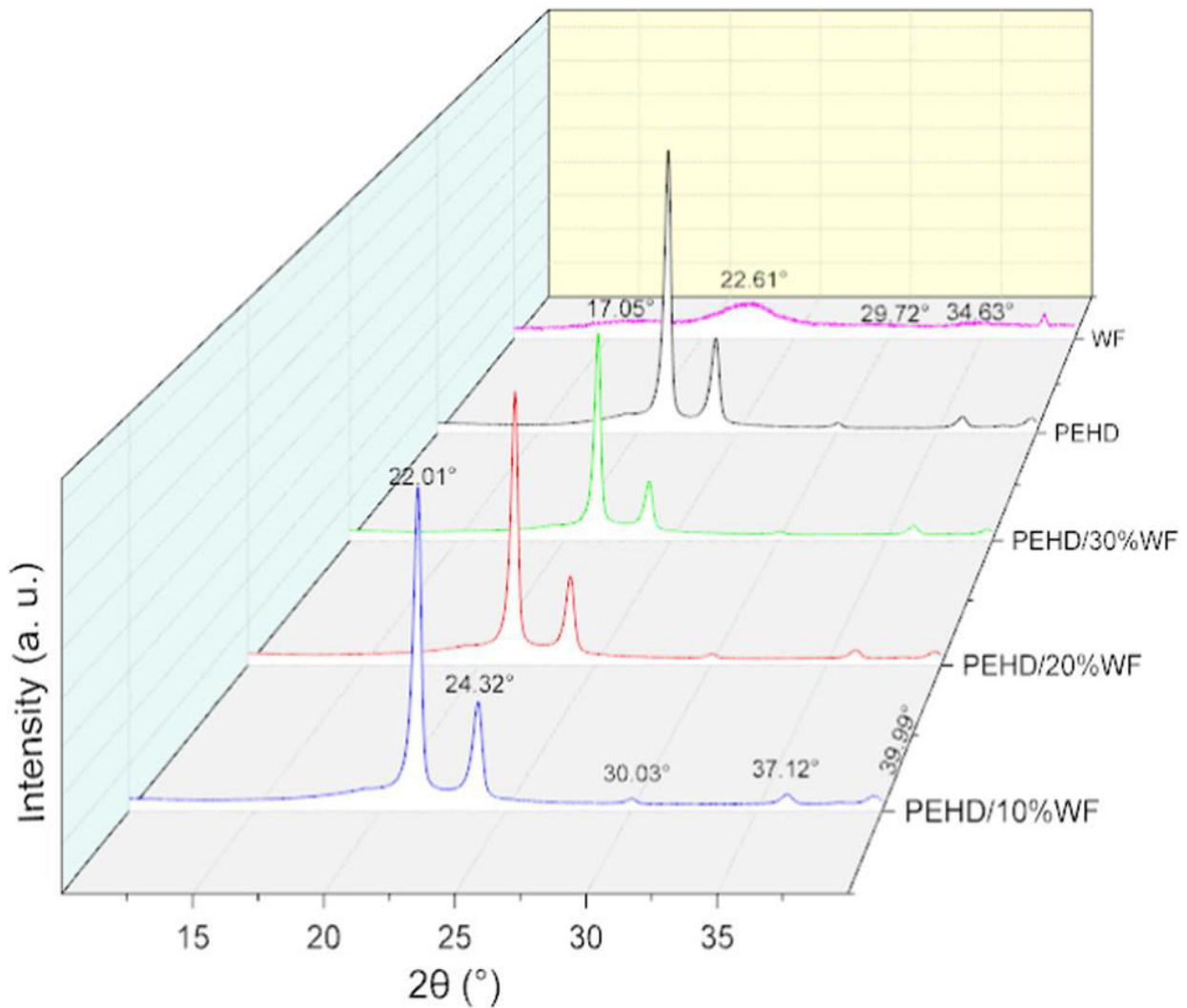


Figure IV.6: DRX de biocomposites PEHD/WF avec une fraction de volume différente.

Le [Tableau IV.4](#) illustre les résultats de la cristallinité pour les différents échantillons étudiés. Pour la taille de cristallites, on remarque que celle-ci augmente avec l'ajout de renfort en fibres WF mais reste toujours inférieur à celle de PEHD vierge (12,43 nm). Alors qu'on constate que le taux de cristallinité est inversement proportionnel au chargement de la matrice du PEHD par les fibres WF ; allant de 49,41 % pour le PEHD vierge jusqu'à 38,19 % pour le biocomposite PEHD/30% WF et cela est dû de la présence de la phase amorphe qui vient des fibres WF.

Tableau IV.4: Taux de cristallinité et taille de cristallites des matériaux de l'étude

Matériaux	Taille de Cristallites (nm)	Taux de cristallinité (%)
PEHD vierge	12,43	49,41
PEHD/10% WF	09,74	46,48
PEHD/20% WF	10,12	40,94
PEHD/30% WF	11,04	38,19
WF	2,53	37,59

IV.2.5 Comportement mécanique en traction des fibres de *Washingtonia filifera*

La **Figure IV.7** montre le comportement type contrainte/déformation des trente spécimens de la fibre de WF testés à une longueur de gauge $GL = 10$ mm. Ce comportement est typique à celui de la fibre de référence Benzanache et al [43], caractérisé par une région linéaire élastique avec une pente très importante (entre $\varepsilon \approx 0$ % et 0,82 %, $\sigma \approx 91$ MPa) suivie d'une phase de transition non linéaire dont le comportement est presque quasi-linéaire, avec cependant une pente inférieure à celle de la première zone (entre $\varepsilon \approx 1,3$ % - 6,6 %, $\sigma \approx 250$ MPa), jusqu'à la rupture de la fibre. Par ailleurs, pour certains tests, dans la deuxième phase, il est important de noter que les fibres peuvent présenter des discontinuités, correspondant principalement à la rupture de certaines microfibrilles.

La **Figure IV.7.a** montre que le GL a une influence significative sur le comportement de la fibre WF. Des comportements similaires ont été observés par plusieurs auteurs, notamment Benzanache et al [43]. Bezazi et al [54] ont observé le même comportement pour la fibre d'*agave americana* pour des longueurs de GL différentes allant de 10 à 40 mm. Les **Figures IV.7.b,c** illustrent la distribution des propriétés mécaniques à savoir la contrainte et la déformation à la rupture ainsi que le module d'élasticité en utilisant un modèle linéaire de prédiction à un niveau de confiance égale à 95% (erreur 5%) pour tous les tests effectués dans cette étude. Il existe une dépendance entre le module d'élasticité et la résistance à la rupture (**Figure IV.7.b**), plus la contrainte augmente, plus le module d'Young augmente. Ceci est également valable pour la déformation à la rupture en fonction du module de Young (**Figure**

IV.7.c). En effet, des dispersions significatives sont observées dans les résultats des caractéristiques mécaniques en fonction du diamètre de la fibre WF testée en traction avec une longueur de mesure GL égale à 10 mm (**Figure IV.7.d-f**).

La cause de ces dispersions réside notamment dans les conditions de croissance de la plante, sa variété, sa localisation dans la plante, et sa géométrie [17]–[19][55][56] : De plus, d'autres facteurs sont liés aux tests expérimentaux comme : les conditions et paramètres d'essais (vitesse de test, précision de la machine, type de mors (grips) de la machine, l'humidité ambiante modifie les caractéristiques mécaniques de la fibre en raison de son caractère hydrophile) et à la mesure des sections transversales des fibres pour en déterminer la contrainte.

Le **Tableau IV.5** présente une synthèse des résultats tirés de la littérature des essais de traction quasi-statique réalisés sur des fibres naturelles. Ainsi, les résultats expérimentaux montrent que pour la fibre de *Washingtonia filifera*, la contrainte s'élève à 204 MPa pour un $GL = 10$ mm. Bien que pour la même fibre Benzanache et al [43] ont trouvé une valeur moyenne de 119 MPa (pour $GL = 40$ mm). D'autre part, le module de Young, obtenu dans notre cas, est égal à 3,039 GPa avec une nette supériorité par rapport à cette même référence (2,34 GPa). En outre, pour une longueur GL égale à 10 mm, la contrainte et le module d'Young des fibres WF, examinés dans le présent travail, se révèlent nettement supérieurs respectivement de 3 fois et 2,11 fois à ceux des travaux de Belouadah et al [57] réalisés sur la fibre *Atriplex halimus* traitée au NaOH (pour $GL = 40$ mm). La valeur de la déformation à la rupture de la fibre de *Washingtonia filifera* observée dans cette étude ($14,55 \pm 9,11$ % pour $GL = 10$ mm), se rapproche de celle observée par Manimaran et al [46] ($10,45 \pm 1,8$ % un $GL = 40$ mm) pour les fibres *Furcraea foetida*.

Tableau IV.5: Propriétés mécaniques des fibres naturelles disponibles dans la littérature

Matériaux	Nombre d'échantillons testés	Diamètre (µm)	GL (mm)	Résistance à la traction (MPa)	Module d'Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)	Réf
Phoenix dactylifera L.	30	577 ± 83	50	117 ± 35	4,3 ± 1,4	3,13 ± 0,7	[58]
Cocciniagrandis,L	-	27,33 ± 0,38	50	273 ± 27,74	10,17 ± 1,26	2,703 ± 0,27	[59]
Agave americana L,	30	265 ± 80	10	124 ± 62	1,48 ± 0,63	46,74 ± 21,44	[54]
JuncuseffususL	30	280 ± 56	40	113 ± 36	4,38 ± 1,37	2,75 ± 0,68	[60]
Lygeumspartum L,	30	180–433	40	280	13,2	1,49–3,74	[61]
Furcraeafoetida	25	128	40	612,43 ± 52	6,44±2,1	10,45±1,8	[46]
Tridaxprocumbens	20	233,1 ±9,9	-	25,75	0,94 ± 0,09	2,77 ± 0,27	[62]
Hierochloe Odarata	20	136,7±4,43	50	105 ± 35	2,56 ± 0,98	2,37 ± 0,95	[63]
Grewiadamine	-	28,06±4,13	40	375 ±16,58	126±11,93	2,99±0,273	[64]
Atriplexhalimus (NaOH)	25	214–531	40	64,3–229,26	6,60–19,38	0,97–2,61	[57]
Washingtonia Filifer	60	234 ± 43	40	119,3±86,28	2,34 ± 1,36	20,55 ±11,08	[43]
Washingtonia Filifera	30	242 ± 44	10	204,5±144,48	3,039 ± 1,71	14,55 ±9,11	Ce travail

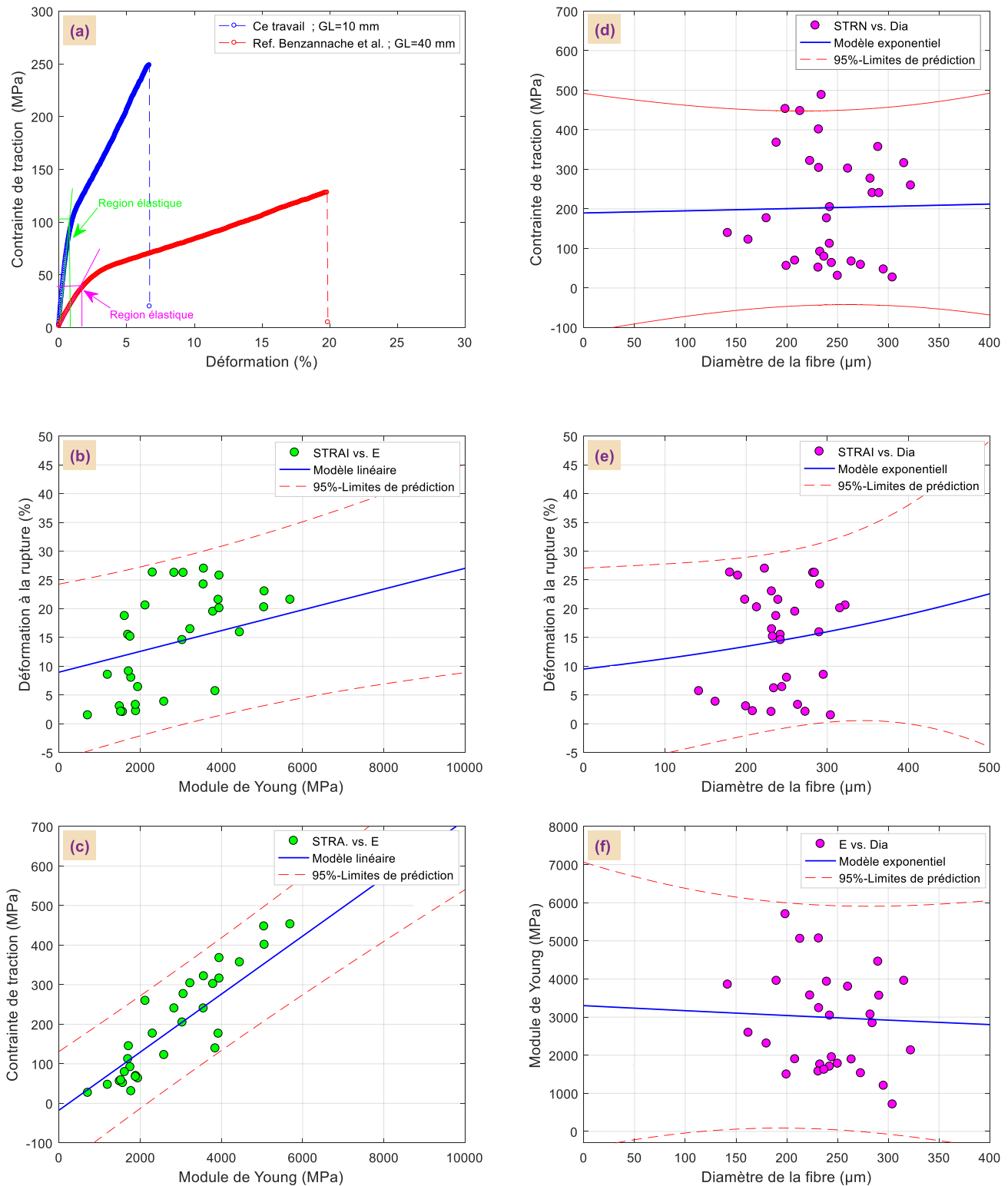


Figure IV. 7: (a) Courbe contrainte-déformation pour la fibre WF, (b-c) résistance à la traction et déformation à la rupture par rapport au module d'Young et (d-f) propriétés mécaniques en fonction de diamètres des fibres WF testées en traction avec une GL= 10 mm.

Les courbes de distributions statistiques et la représentation graphique de l'évolution de la probabilité de survie par la méthode d'estimation *LS* (Least Squares estimate) en fonction des caractéristiques mécaniques de la WF à savoir la contrainte et la déformation à la rupture et le module d'élasticité sont présentées sur les **Figures IV.8 (a–d)**. On perçoit que l'allure des droites de Weibull à deux paramètres pour la méthode d'estimation *LS* (**Figure IV.8 (a–c)**) semble suivre un ajustement en ligne droite raisonnable. En effet, l'ajustement des valeurs expérimentales présentent une quasi-linéarité et quasi-superposition avec un léger décalage les unes des autres. Un comportement similaire est observé par d'autres auteurs tels qu'Amroune et al [12] pour des fibres de palmier dattier, et aussi dans les travaux de Belaadi et al [65] dans le cas de la fibre d'*agave americana*. Le module de Weibull (m) est plus particulièrement relié à la rupture des défauts les plus grands. Le facteur (m) pour 2P-Weibull par la méthode *LS* de la contrainte et la déformation à la rupture m_σ , m_ε et du module de Young m_E pour des FW sont respectivement : $m_\sigma = 1,40$; $m_\varepsilon = 1,32$ and $m_E = 2,27$.

Les auteurs affirment que notre module de Weibull dans cette étude présente de faibles valeurs par rapport aux fibres unitaires de carbone ($m_\sigma = 6,7$). Alors que, des résultats quasi-similaires du m_σ trouvés par Belaadi et al [66] et Amroune et al [12] respectivement dans le cas des fibres de sisal et de palmier dattier. Pour les **Figures IV.8 (d–e)**, nous remarquons la bonne adéquation des résultats expérimentaux pour chaque propriété (σ , ε and E) qui sont utilisées pour déterminer les paramètres de Weibull. Les paramètres obtenus à partir de la distribution globale de Weibull seront utilisés pour le traçage de probabilité de survie. À titre d'exemple, la représentation de la probabilité de survie de la contrainte de rupture (**Figure IV.8.d**) a été tracée avec l'estimation least square. La valeur de $\sigma_0 = 220,87$ Mpa. De même pour la déformation à la rupture et le module d'élasticité (**Figure IV.8.e, f**) les valeurs sont respectivement $\varepsilon_0 = 16,00$ % et $E_0 = 3366,80$ Mpa.

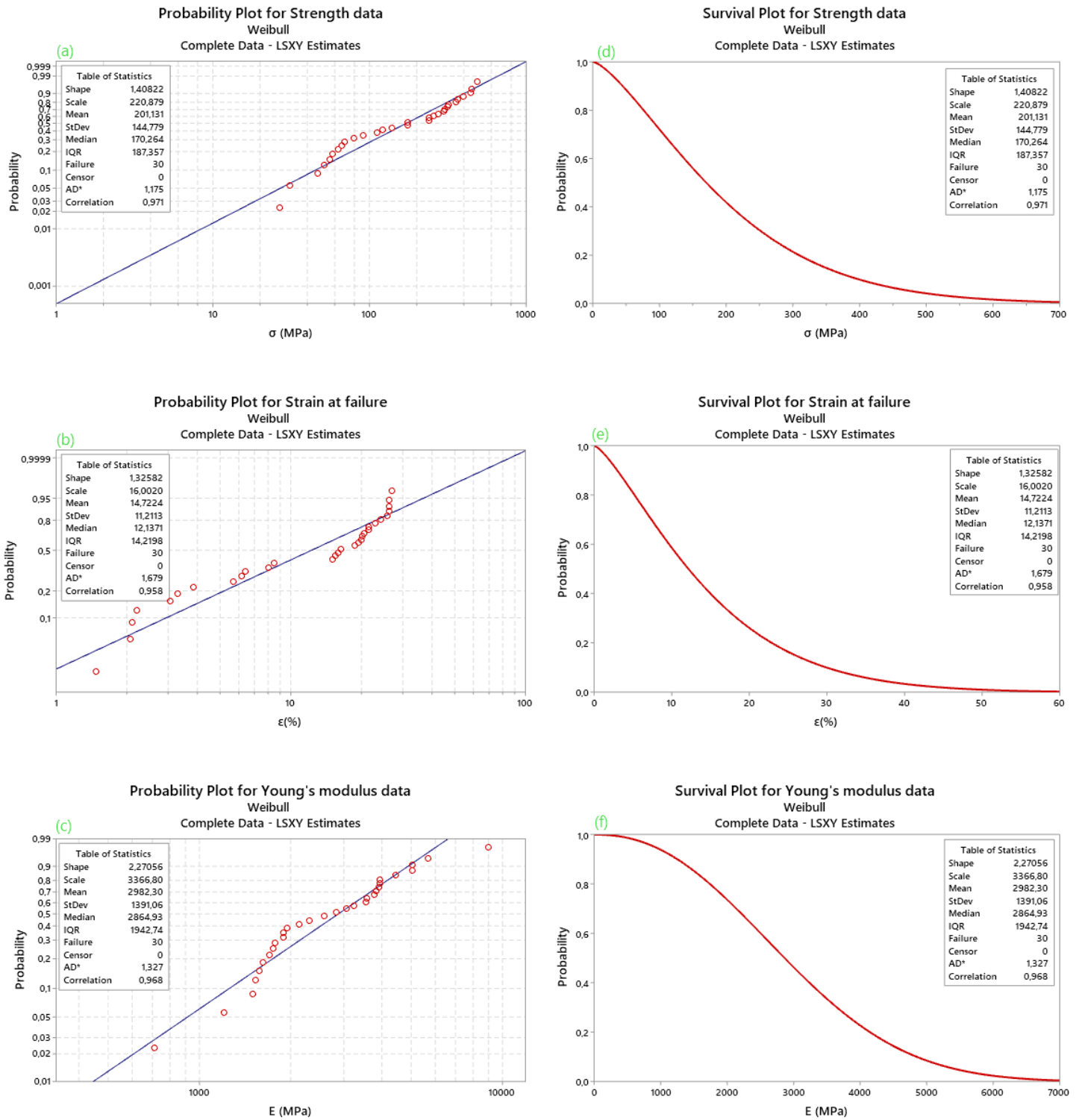


Figure IV. 8: (a–c) La distribution de Weibull à 2-paramètres (d–f) Graphiques de probabilité de survie des propriétés mécaniques des trente échantillons de fibres de *Washingtonia filifera* avec Weibull à 2 paramètres à $GL = 10$ mm.

IV.2.6 Comportement en traction et flexion 3-points des biocomposites PEHD/WF

La **Figure IV.9** montre l'influence du pourcentage de fibres sur le comportement mécanique en traction et en flexion 3-points des composites de polyéthylène à haute densité renforcés par des fibres WF. Il ressort clairement de ces résultats que le renforcement de la matrice polyéthylène PEHD avec des fibres naturelles a permis d'améliorer ses résistances en traction et en flexion, ainsi que son module d'élasticité en traction comme en flexion, en comparaison avec la matrice isolée. Les **Figures IV.9.a et b** montrent que la résistance maximale du PEHD/WF en traction ($\sigma_t = 26,83 \pm 2,42 \text{ MPa}$) et en flexion ($\sigma_f = 26,03 \pm 2,02 \text{ MPa}$) ont été constatées pour un renforcement de 20% en fibres WF. En revanche, une diminution de la résistance en traction ($\sigma_t = 17,97 \pm 2,09 \text{ MPa}$) et en flexion ($\sigma_f = 20,11 \pm 2,88 \text{ MPa}$) a été observée pour une augmentation de la teneur en fibres (30%). La meilleure performance a été obtenue en utilisant une teneur en fibres de 20% en poids ; une amélioration de 11,88% et 18,63% respectivement pour la résistance à la traction et le module d'Young par rapport au biocomposite PEHD/ 10% WF a été observée. Alors que des augmentations sont enregistrées de 26,11% et 75,22 % respectivement pour les mêmes propriétés mécaniques par rapport au PEHD vierge (**Figure IV.9.a**). De plus, la formulation PEHD/20%WF présente une augmentation de 18,91% pour la contrainte en flexion et 29,58% pour le module de flexion par rapport au biocomposite PEHD/10% WF. Aussi, des augmentations de 135,99 % et de 108,57 % par rapport au PEHD vierge, respectivement, pour les mêmes propriétés mécaniques.

Le **Tableau IV.6** récapitule les valeurs des propriétés mécaniques en traction et en flexion des différentes formulations de biocomposites comparées à celles de la littérature. En effet, la contrainte de traction des biocomposites élaborés avec une teneur en fibres de 20 % (PEHD/20 % WF), qui est de l'ordre de 26,83 MPa, est inférieure à celle trouvée par Makhoul et al [41] et aussi par Zhang et al [67] dont les contraintes sont respectivement 31,02MPa (PEHD/20 % FF) et 45.5 MPa (FF/PEHD - 9%). En outre, le module d'élasticité est inférieur à celui obtenu par Makhoul et al [41] mais pratiquement égal à celui de Satapathy et al [33]. En revanche, la contrainte moyenne en flexion enregistrée (26,03 MPa) pour le biocomposite PEHD/20 % WF est supérieure à celle rapportée par [41] ($14,25 \pm 2,26 \text{ MPa}$). Pour une teneur en fibres de 10% de WF, les valeurs des propriétés mécaniques obtenues par les essais de traction et de flexions 3-points pour le biocomposites sont inférieures à celles trouvées par Makhoul et al [41]. En effet, les valeurs des contraintes de

traction et de flexion, du module d'Young en traction et en flexion obtenues dans cette étude sont proches de celles trouvées par Satapathy et al [33] pour la même proportion en poids.

Tableau IV. 6: Valeurs des propriétés en traction et en flexion des biocomposites PEHD/WF comparées à celles de la littérature

Composites	Contrainte de traction (MPa)	Module de traction (MPa)	Contrainte de flexion (MPa)	Module de flexion (MPa)	Références
FF/PEHD-9%	45,5	2,3	78	5,6	[67]
RPEHD*/BF (90/10)	23,03 ± 1,26	1,69 ± 0,14	27,05 ± 1,33	2,47 ± 0,19	[33]
RPEHD*/BF (80/20)	19,95 ± 0,50	1,75 ± 0,30	27,28 ± 1,63	2,57 ± 0,13	[33]
PEHD Vierge	17,59±1,04	1,13±0,154	10,87±0,94	1,03±0,097	[41]
PEHD/5%FF	25,06±1,98	6,91±0,251	15,88±2,01	1,72±0,132	[41]
PEHD/10%FF	30,63±2,44	7,22±0,298	19,72±2,52	2,94±0,142	[41]
PEHD/20%FF	31,02±2,02	6,71±0,261	14,25±2,26	2,71±0,149	[41]
PEHD Vierge	16,55±1,46	1,09±0,31	11,03±0,29	1,05±0,09	Ce travail
PEHD/10%WF	23,98±1,97	1,61±0,26	21,89±2,14	1,69±0,37	Ce travail
PEHD/20%WF	26,83±2,42	1,91±0,34	26,03±2,02	2,19±0,31	Ce travail
PEHD/30%WF	17,97±2,09	1,36±0,15	20,11±2,88	1,95±0,42	Ce travail

RPEHD: Polyéthylène haute densité recyclé, FF : fibre de lin et BF : fibre de banane.

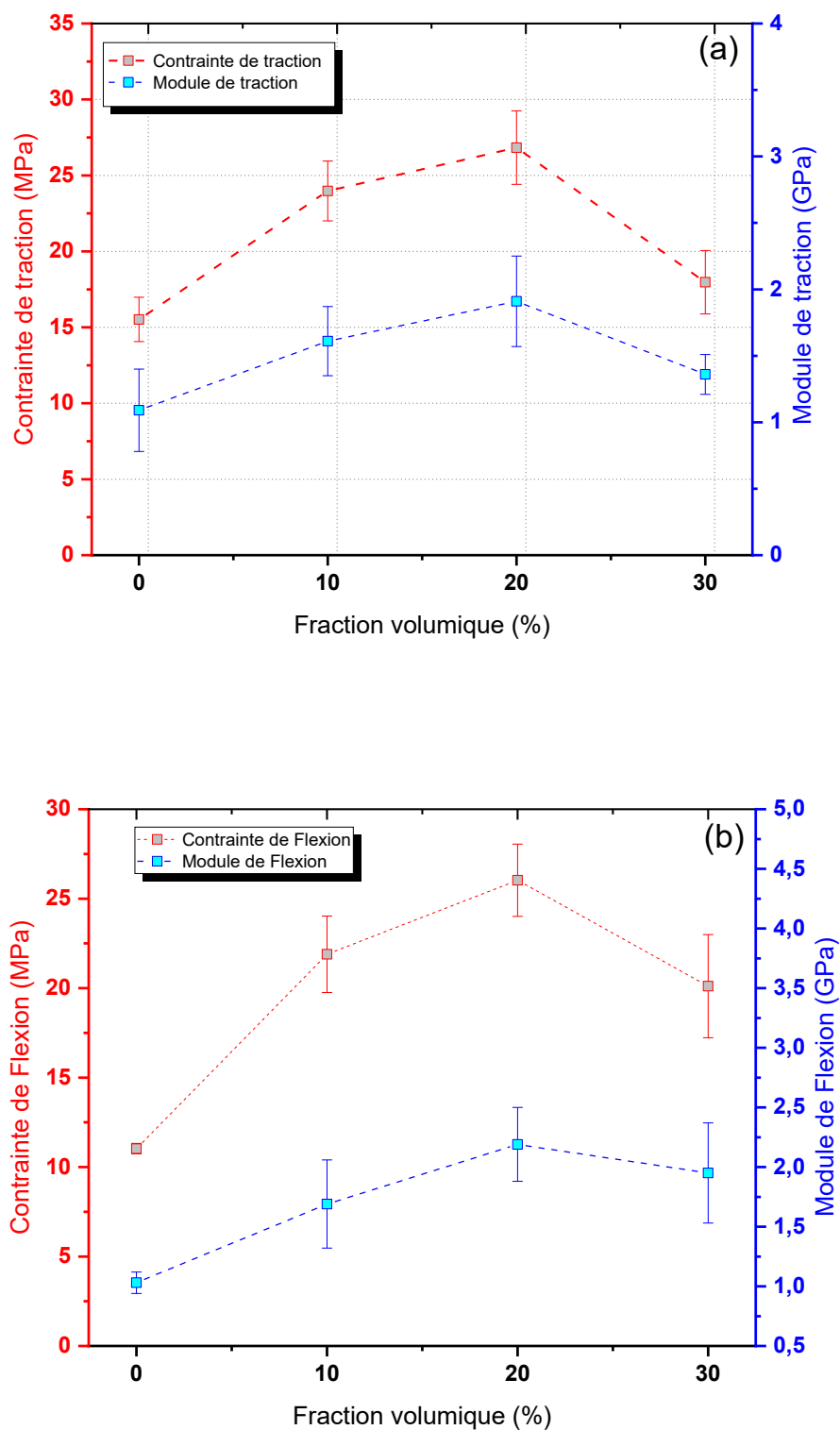


Figure IV. 9: Propriétés mécaniques des biocomposites PEHD/WF en fonction du taux de renfort en WF (a) propriétés de traction (b) propriétés de flexion 3-point

IV.2.7 Comportement en absorption d'eau des fibres de *Washingtonia filifera* et des biocomposites élaborés

Le comportement des fibres WF en termes d'absorption d'eau est influencé par plusieurs facteurs, tels que, la taille des fibres, la surface, la composition chimique et la durée de l'exposition à l'eau. La **Figure IV.10** ; présente les résultats des tests effectués illustrant le phénomène d'absorption d'eau des fibres WF vierges ainsi que les différentes formulations de biocomposites étudiées à température ambiante. Il apparaît que les fibres de WF peuvent absorber jusqu'à 220% de leur masse sèche après 24 heures d'immersion.

La forte absorption d'eau est due à la forte hydrophilie et à la structure interne des fibres de WF [68][69][70][71][72][73][74]. Toutes les courbes d'absorption d'eau des biocomposites, à base de PEHD renforcés par des fibres de WF à 10, 20 et 30 % en poids, ont la même allure avec un comportement de type Fickien [73], qui débute par une étape linéaire suivie d'un plateau de saturation (**Figure IV.10**). Le niveau de poids jusqu'à saturation varie entre les 3 formulations élaborées, atteint 1,1 %, 1,6 % et 3,4 % pour les biocomposites : PEHD/10%WF, PEHD/20% WF et PEHD/30%WF respectivement.

Ce résultat montre une certaine proportionnalité entre l'affinité de l'absorption d'eau et le taux de charge en fibres WF. En outre, il a été remarqué que l'absorption d'eau de la fibre vierge est largement supérieure à celle des fibres incorporées dans la matrice PEHD et cela est dû au remplissage du lumen par la résine polyéthylène de nature hydrophobe. Le lumen est considéré comme un outil essentiel où se produit l'absorption d'humidité. Des traitements chimiques peuvent être appliqués aux fibres végétales pour les rendre moins hydrophiles et limiter ainsi les dégradations pouvant être causées par la présence d'eau [75]. Par conséquent, la composition chimique des fibres est un facteur important dans l'absorption d'eau. Ainsi, lorsque l'hémicellulose augmente dans les fibres, l'absorption d'eau sera importante [73].

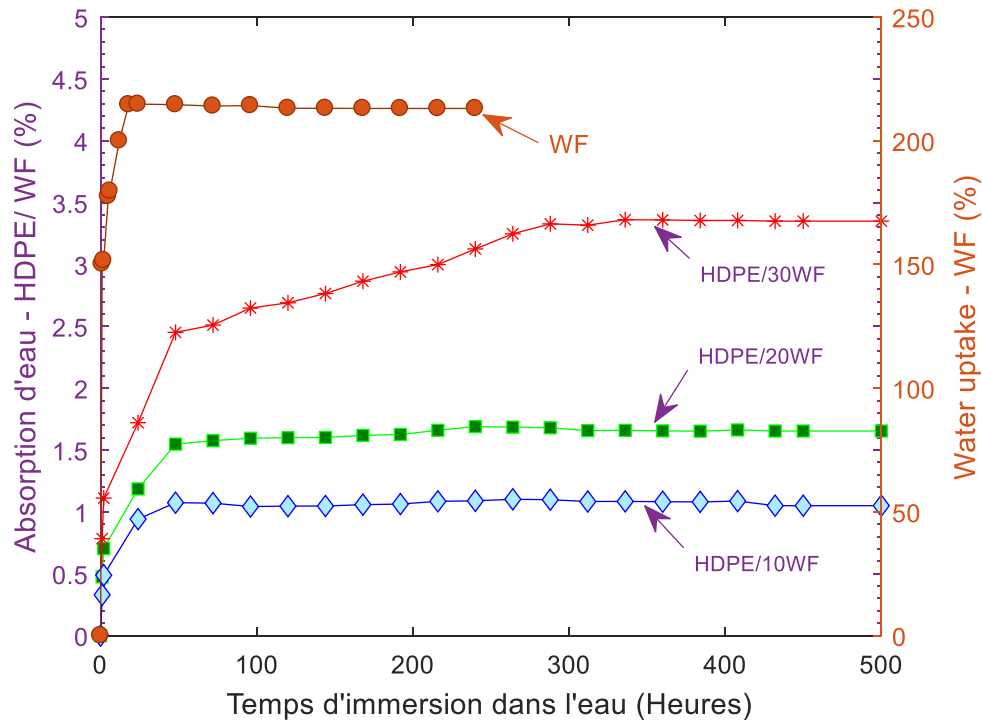


Figure IV. 10: Absorption d'eau des biocomposites à fibres courtes PEHD/ WF en fonction du temps

IV.2.8 Test d'impact Izod des biocomposites élaborés PEHD/WF

La **Figure IV.11** représente la variation de la résistance au choc des biocomposites PEHD à base des fibres de WF en fonction de la teneur en fibres. Il ressort de cette figure que l'incorporation de la fibre WF dans la résine polyéthylène a conduit à une diminution de la résistance au choc des biocomposites PEHD/WF. Sur la base des résultats du test d'impact Izod obtenus, une diminution de la résistance au choc de la résine PEHD est observée après l'ajout de 10 % de fibre WF ($4,54 \pm 0,23 \text{ KJ/m}^2$), une telle diminution a été déjà observée par certains auteurs pour les biocomposites renforcés par des fibres naturelles [76][77]. Cependant il existe d'autres raisons expliquant la diminution de la résistance aux chocs, telles que le décollement, l'arrachement et la rupture des fibres, qui constituent les trois mécanismes de base de l'absorption d'énergie lors de l'impact. En raison de la mauvaise adhérence entre la résine de polyéthylène et la fibre WF, le biocomposite absorbe beaucoup d'énergie [78][79].

La **Figure IV.12** montre l'état de rupture des échantillons PEHD/WF suite à l'essai de choc Izod. Les résultats obtenus montrent que la résistance au choc de biocomposites est

proportionnelle au taux de renfort en WF jusqu'à un taux de saturation proche de 30%, conforme aux résultats [78], mais reste toujours inférieure à $6,38 \text{ KJ/m}^2$, la valeur du PEHD vierge et dont les taux de diminution sont respectivement : 28,84 %, 17,54 % et 27,74 % pour les formulations PEHD/10%WF, PEHD/20%WF et PEHD/30%WF. Il a été constaté que la meilleure résistance au choc de biocomposite était celle des composites PEHD/20%WF. Les raisons en sont l'apparition de défauts dans les spécimens ou l'incompatibilité entre la matrice polyéthylène et les fibres WF, qui diminue l'adhésion entre les deux composants, affaiblit le système et se traduit par une diminution de la résistance aux chocs des biocomposites.

La diminution de la résistance au choc lorsque le taux massique de fibres passe de 20% à 30% montre l'existence d'un taux optimal de fibres, qui diffère d'un type de biocomposite à l'autre. À titre comparatif, par exemple, à 20% de fibres de WF, on observe une augmentation de la résistance au choc de 13,69 % et 12,36 % par rapport au PEHD/10% WF et PEHD/30%WF respectivement.

Dans la présente étude, la résistance à l'impact de la formulation PEHD/10% WF ($4,54 \text{ KJ/m}^2$) est proche de celle trouvée par Koffi et al [77] pour le composite PEHD/10% de *fibres de bouleau* ($4,43 \text{ KJ/m}^2$). Elle est cependant inférieure à celle trouvée par Satapathy et al [33] pour le biocomposite RPEHD*/10%BF ($11,79 \text{ KJ/m}^2$). En revanche, pour le biocomposite PEHD/20% de fibres WF, Koffi et al [77] et Asim et al [80] (phénolique renforcés par des fibres de palmier dattier à 40%) ont obtenu les valeurs de résistance au choc suivantes $5,33$ et $3,7 \text{ KJ/m}^2$ respectivement ; alors que celles enregistrées pour le composite PEHD/20% dans la présente étude est $5,26 \text{ KJ/m}^2$.

La résistance au choc du composite PEHD/30% de fibre de WF ($4,61 \text{ KJ/m}^2$) est supérieure à celle trouvée par Shang et al ($3,58 \text{ KJ/m}^2$) [81] pour le biocomposite du PEHD/40 % de fibre de pin jaune, mais elle est nettement inférieure à celle obtenue par Chen et al [82] (19 KJ/m^2) pour la formulation PEHD/40% de fibres de bois de peuplier modifiées.

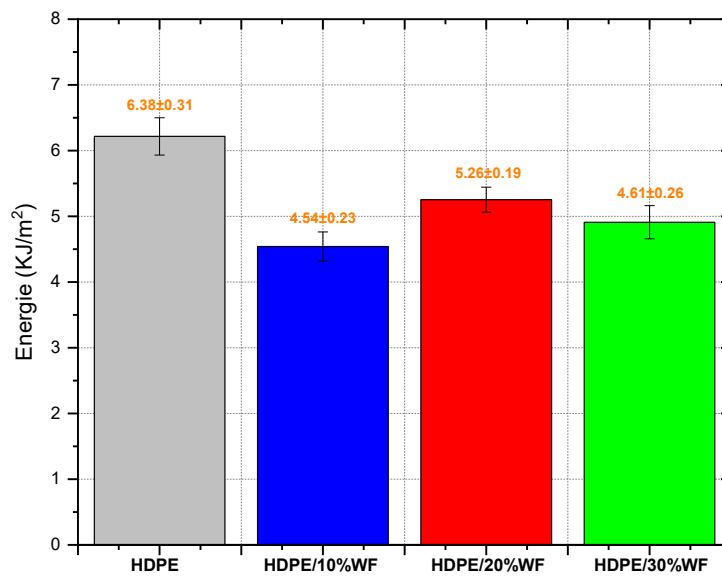


Figure IV. 11: Résistance au choc en fonction du taux de fibres lors des tests de choc Izod

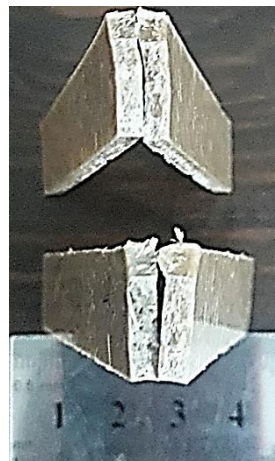


Figure IV. 12: Échantillon biocomposite PEHD/WF après le test de choc Izod.

IV.2.9 Test de dureté (dureté Shore D) de biocomposites élaborés PEHD/WF

La **Figure IV.13** montre l'effet du taux massique de fibres sur la dureté du composite PEHD renforcé par des fibres de *Washingtonia filifera*. Cette figure révèle que l'incorporation de fibres WF dans la matrice de polyéthylène a entraîné une amélioration de la dureté par rapport à la matrice vierge.

La **Figure IV.13** montre également que la dureté Shore D la plus élevée des biocomposites PEHD/WF ($57,33 \pm 1,78$) a été observée pour le PEHD/20%WF. Cependant, à un taux de renforcement supérieur à 20%, la dureté diminue ($52,72 \pm 1,86$) et cela est dû au dépassement du taux de saturation. Pour cela, on remarque que la formulation PEHD/20%WF présente une légère augmentation de 3,82% pour la dureté Shore D par rapport au biocomposites PEHD/10% WF. Aussi, une augmentation de 12,23 % par rapport au PEHD pur, pour la même propriété. En revanche, pour le taux massique 10% de fibre on observe une amélioration de 4,74% pour la dureté par rapport au biocomposite PEHD/30%WF. Alors qu'une augmentation est enregistrée de 8,10% pour la même propriété mécanique par rapport au PEHD pur. En effet, la diminution de la flexibilité et l'augmentation de la rigidité des composites améliorent les propriétés de dureté [83].

La valeur moyenne de la dureté pour la formulation PEHD / 10% de fibre WF obtenue ($55,22 \pm 2,43$) est inférieure à celles trouvées par Koffi et al pour le composite PEHD / 10% de fibre de bouleau [77] et aussi par Satapathy et al [33] pour le biocomposite PEHD/10%BF qui sont respectivement (62,6 et 60). D'autre part, les valeurs de la dureté obtenues expérimentalement pour les différentes masses de fibres WF dans cette étude sont inférieures à celles trouvées par Koffi et al [77] et Satapathy et al [33].

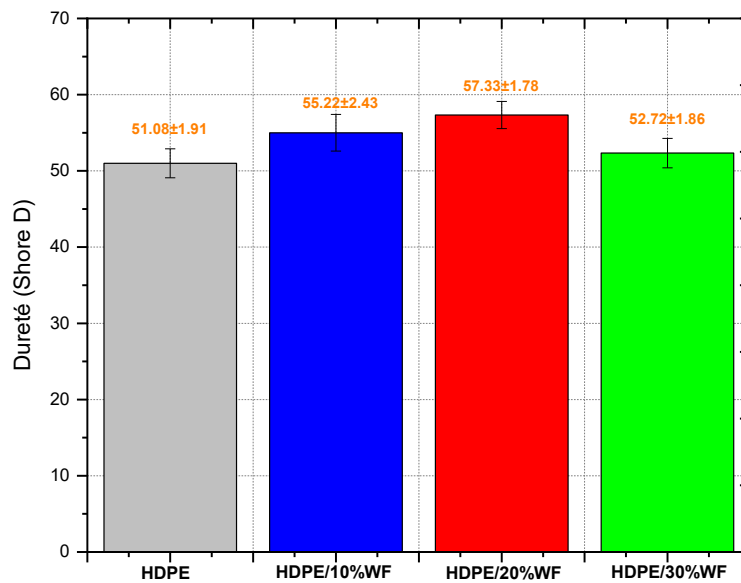


Figure IV. 13: Dureté des biocomposites à différent taux massique de fibre WF

IV.3 Conclusion

L'objectif de la présente étude est la caractérisation mécanique, physique et thermique d'un matériau biocomposite polyéthylène haute densité renforcés par des fibres de *Washingtonia filifera*. Cette étude a permis de conclure ce qui suit:

- À partir de l'analyse FTIR, on conclut que l'incorporation de la charge WF n'a pas modifié les groupes fonctionnels présents initialement dans la matrice PEHD.
- L'analyse par DRX témoigne que la structure cristalline de la matrice PEHD n'a pas changé après son renforcement par des fibres WF mais on a noté un changement remarquable dans le taux de cristallinité qui décroît progressivement avec l'ajout de la charge renforçante WF.
- L'analyse par DSC a montré que la plage de fusion, des biocomposites avec un renfort de 10% à 20% de fibres WF, est décalé vers les hautes températures. Cela élargi le domaine thermique d'utilisation de ces biomatériaux. Alors qu'avec un taux de 30% en fibres WF, la fusion du biocomposite est accélérée. Ce phénomène peut être expliqué par le dépassement du taux de saturation de la matrice PEHD par les fibres WF.

- Les résultats de TGA ont montré que le biocomposite avec plus de fibres WF présentait un résidu de charbon élevé après décomposition à une température de 600 ° C.
- L'absorption d'eau en fonction du temps d'immersion des biocomposites élaborés augmente avec l'augmentation du taux de charge en fibres naturelles.
- Les résultats obtenus des essais de traction et de flexion 3-point statique, effectués sur les biocomposites élaborés, montrent que l'incorporation des fibres de WF dans une matrice polyéthylène permet d'améliorer leurs caractéristiques mécaniques. Les meilleures augmentations des caractéristiques mécaniques sont obtenues pour la formulation PEHD/20%WF.
- Lorsque le taux massique des fibres augmente, la résistance au choc augmente, mais reste toujours inférieure à 6,38 la valeur du PEHD vierge.
- Le renforcement de PEHD par des fibres WF apporte une amélioration de la dureté Shore D par rapport à la matrice vierge. En effet la valeur la plus élevée est obtenue dans le cas du PEHD/20%WF ($57,33 \pm 1,78$).

IV.4 Références

- [1] W. Haas, F. Krausmann, D. Wiedenhofer, and M. Heinz, “How Circular is the Global Economy?: An Assessment of Material Flows, Waste Production, and Recycling in the European Union and the World in 2005,” *J. Ind. Ecol.*, vol. 19, no. 5, pp. 765–777, Oct. 2015, doi: <https://doi.org/10.1111/jiec.12244>.
- [2] L. V Pastukhov and L. E. Govaert, “Plasticity-controlled failure of fibre-reinforced thermoplastics,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 209, p. 108635, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.108635>.
- [3] Y. Gong *et al*, “A comprehensive review of characterization and simulation methods for thermo-stamping of 2D woven fabric reinforced thermoplastics,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 203, p. 108462, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.108462>.
- [4] J. Holbery and D. Houston, “Natural-fiber-reinforced polymer composites in automotive applications,” *JOM*, vol. 58, no. 11. 2006.
- [5] S. N. Monteiro, F. P. D. Lopes, A. S. Ferreira, and D. C. O. Nascimento, “Natural-fiber polymer-matrix composites: Cheaper, tougher, and environmentally friendly,” *Jom*, vol. 61, no. 1, pp. 17–22, 2009, doi: [10.1007/s11837-009-0004-z](https://doi.org/10.1007/s11837-009-0004-z).
- [6] R. Zah, R. Hischer, A. L. Leão, and I. Braun, “Curauá fibers in the automobile industry - a sustainability assessment,” *J. Clean. Prod.*, vol. 15, no. 11–12, pp. 1032–1040, 2007, doi: [10.1016/j.jclepro.2006.05.036](https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2006.05.036).
- [7] M. C. Teles *et al*, “Evaluation of the diameter influence on the tensile strength of pineapple leaf fibers (PALF) by Weibull method,” *Mater. Res.*, vol. 18, no. Suppl 2, pp. 185–192, 2015.
- [8] M. Zimniewska, M. Laurentowska, E. Bogacz, J. Krysiak, K. Domaszewska, and O. Zimniewska, “Influence of sportswear made from polyester and man-made cellulosic fibres on the energy cost of physical effort,” *Fibres Text. East. Eur.*, vol. 80, no. 3, pp. 94–99, 2010.
- [9] R. R. and P. G. T. Karthik, *Sustainable Luxury Natural Fibers—Production, Properties, and Prospects*. doi: [10.1007/978-981-287-633-1](https://doi.org/10.1007/978-981-287-633-1).

- [10] T.-D. Ngo, “Natural Fibers for Sustainable Bio-Composites,” *Nat. Artif. Fiber-Reinforced Compos. as Renew. Sources*, 2018, doi: 10.5772/intechopen.71012.
- [11] 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,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 146, no. January, p. 112135, 2020, doi: 10.1016/j.indcrop.2020.112135.
- [12] S. Amroune, A. Bezazi, A. Dufresne, F. Scarpa, and A. Imad, “Investigation of the Date Palm Fiber for Green Composites Reinforcement: Thermo-physical and Mechanical Properties of the Fiber,” *J. Nat. Fibers*, 2019, doi: 10.1080/15440478.2019.1645791.
- [13] A. Hachaichi, B. Kouini, L. K. Kian, M. Asim, and M. Jawaid, “Extraction and Characterization of Microcrystalline Cellulose from Date Palm Fibers using Successive Chemical Treatments,” *J. Polym. Environ.*, no. 123456789, 2021, doi: 10.1007/s10924-020-02012-2.
- [14] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bourchak, and F. Scarpa, “Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres,” *Mater. Des.*, vol. 46, pp. 76–83, 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2012.09.048.
- [15] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Maache, and F. Scarpa, “Fatigue in sisal fiber reinforced polyester composites: Hysteresis and energy dissipation,” *Procedia Eng.*, vol. 74, pp. 325–328, 2014, doi: 10.1016/j.proeng.2014.06.272.
- [16] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bourchak, F. Scarpa, and C. Zhu, “Thermochemical and statistical mechanical properties of natural sisal fibres,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 67, pp. 481–489, 2014, doi: 10.1016/j.compositesb.2014.07.029.
- [17] S. Amroune, A. Belaadi, M. Bourchak, A. Makhlof, and H. Satha, “Statistical and Experimental Analysis of the Mechanical Properties of Flax Fibers,” *J. Nat. Fibers*, vol. 0, no. 0, pp. 1–15, 2020, doi: 10.1080/15440478.2020.1775751.
- [18] S. Amroune, A. Belaadi, R. Dalmis, Y. Seki, A. Makhlof, and H. Satha, “Quantitatively Investigating the Effects of Fiber Parameters on Tensile and Flexural Response of Flax/Epoxy Biocomposites,” *J. Nat. Fibers*, vol. xx, pp. 1–18, Jul. 2020.

- [19] 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.*, 2019, doi: 10.1007/s00170-019-04628-8.
- [20] 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,” *Int. J. Integr. Eng.*, vol. 11, no. 6 SE-Articles, Sep. 2019.
- [21] N. Sultana, S. M. Z. Hossain, M. S. Alam, M. M. A. Hashish, and M. S. Islam, “An experimental investigation and modeling approach of response surface methodology coupled with crow search algorithm for optimizing the properties of jute fiber reinforced concrete,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 243, no. February, p. 118216, 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.118216.
- [22] K. Muthukumar, R. V. Sabariraj, S. Dinesh Kumar, and T. Sathish, “Investigation of thermal conductivity and thermal resistance analysis on different combination of natural fiber composites of Banana, Pineapple and Jute,” *Mater. Today Proc.*, vol. 21, no. xxxx, pp. 976–980, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2019.09.140.
- [23] N. Sultana, S. M. Zakir Hossain, M. S. Alam, M. S. Islam, and M. A. Al Abtah, “Soft computing approaches for comparative prediction of the mechanical properties of jute fiber reinforced concrete,” *Adv. Eng. Softw.*, vol. 149, no. August, p. 102887, 2020, doi: 10.1016/j.advengsoft.2020.102887.
- [24] T. Zhang, Y. Yin, Y. Gong, and L. Wang, “Mechanical properties of jute fiber-reinforced high-strength concrete,” *Struct. Concr.*, vol. 21, no. 2, pp. 703–712, 2020, doi: 10.1002/suco.201900012.
- [25] M. Tajvidi, R. H. Falk, and J. C. Hermanson, “Effect of natural fibers on thermal and mechanical properties of natural fiber polypropylene composites studied by dynamic mechanical analysis,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 101, no. 6, pp. 4341–4349, Sep. 2006, doi: <https://doi.org/10.1002/app.24289>.
- [26] P. V Joseph, G. Mathew, K. Joseph, G. Groeninckx, and S. Thomas, “Dynamic mechanical properties of short sisal fibre reinforced polypropylene composites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 34, no. 3, pp. 275–290, 2003, doi:

[https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(02\)00020-9](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(02)00020-9).

- [27] S. Mohanty, S. K. Verma, and S. K. Nayak, “Dynamic mechanical and thermal properties of MAPE treated jute/HDPE composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 66, no. 3–4, pp. 538–547, 2006, doi: 10.1016/j.compscitech.2005.06.014.
- [28] A. Sbiai, H. Kaddami, H. Sautereau, A. Maazouz, and E. Fleury, “TEMPO-mediated oxidation of lignocellulosic fibers from date palm leaves,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 86, no. 4, pp. 1445–1450, 2011, doi: 10.1016/j.carbpol.2011.06.005.
- [29] A. Alawar, A. M. Hamed, and K. Al-Kaabi, “Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 40, no. 7, pp. 601–606, 2009, doi: 10.1016/j.compositesb.2009.04.018.
- [30] S. Ugochukwu, M. J. M. Ridzuan, M. S. A. Majid, E. M. Cheng, A. Z. A. Firdaus, and N. Marsi, “Influence of distilled water and alkaline solution on the scratch resistance properties of Napier fibre filled epoxy (NFFE) composites,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 9, no. 6, pp. 14412–14424, 2020, doi: 10.1016/j.jmrt.2020.10.059.
- [31] E. H. Saidane, D. Scida, M. Assarar, and R. Ayad, “Assessment of 3D moisture diffusion parameters on flax/epoxy composites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 80, pp. 53–60, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.10.008>.
- [32] S. Nayak and S. kumar Khuntia, “Development and study of properties of Moringa oleifera fruit fibers/ polyethylene terephthalate composites for packaging applications,” *Compos. Commun.*, vol. 15, pp. 113–119, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.coco.2019.07.008>.
- [33] S. Satapathy and R. V. S. Kothapalli, “Mechanical, Dynamic Mechanical and Thermal Properties of Banana Fiber/Recycled High Density Polyethylene Biocomposites Filled with Flyash Cenospheres,” *J. Polym. Environ.*, vol. 26, no. 1, pp. 200–213, 2018, doi: 10.1007/s10924-017-0938-0.
- [34] A. Ramezani Kakroodi, Y. Kazemi, and D. Rodrigue, “Mechanical, rheological, morphological and water absorption properties of maleated polyethylene/hemp composites: Effect of ground tire rubber addition,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 51, pp. 337–344, 2013, doi: 10.1016/j.compositesb.2013.03.032.

- [35] N. Lu and S. Oza, “Thermal stability and thermo-mechanical properties of hemp-high density polyethylene composites: Effect of two different chemical modifications,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 44, no. 1, pp. 484–490, 2013, doi: 10.1016/j.compositesb.2012.03.024.
- [36] K. Oksman and C. Clemons, “Mechanical properties and morphology of impact modified polypropylene–wood flour composites,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 67, no. 9, pp. 1503–1513, Feb. 1998, doi: [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-4628\(19980228\)67:9<1503::AID-APP1>3.0.CO;2-H](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4628(19980228)67:9<1503::AID-APP1>3.0.CO;2-H).
- [37] S. Migneault *et al*, “Effect of fiber length on processing and properties of extruded wood-fiber/HDPE composites,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 110, no. 2, pp. 1085–1092, Oct. 2008, doi: <https://doi.org/10.1002/app.28720>.
- [38] H. Awais, Y. Nawab, A. Amjad, A. Anjang, H. Md Akil, and M. S. Zainol Abidin, “Environmental benign natural fibre reinforced thermoplastic composites: A review,” *Compos. Part C Open Access*, vol. 4, p. 100082, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2020.100082>.
- [39] N. M. Stark, F. Service, and R. E. Rowlands, “EFFECTS OF WOOD FIBER CHARACTERISTICS ON MECHANICAL PROPERTIES OF WOOD / POLYPROPYLENE COMPOSITES,” vol. 2005, no. Eckert 2000, 2005.
- [40] Q. Lin, X. Zhou, and G. Dai, “Effect of hydrothermal environment on moisture absorption and mechanical properties of wood flour–filled polypropylene composites,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 85, no. 14, pp. 2824–2832, Sep. 2002, doi: <https://doi.org/10.1002/app.10844>.
- [41] A. Makhlouf, A. Belaadi, S. Amroune, M. Bourchak, and H. Satha, “Elaboration and Characterization of Flax Fiber Reinforced High Density Polyethylene Biocomposite: Effect of the Heating Rate on Thermo-mechanical Properties,” *J. Nat. Fibers*, vol. 0, no. 0, pp. 1–14, 2020, doi: 10.1080/15440478.2020.1848737.
- [42] M. K. Singh and S. Zafar, “Wettability, absorption and degradation behavior of microwave-assisted compression molded kenaf/HDPE composite tank under various environments,” *Polym. Degrad. Stab.*, p. 109500, 2021, doi:

<https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2021.109500>.

- [43] N. Benzannache, A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bourchak, “Improving the mechanical performance of biocomposite plaster/ Washingtonian filifira fibres using the RSM method,” *J. Build. Eng.*, vol. 33, no. September 2020, p. 101840, 2021, doi: 10.1016/j.job.2020.101840.
- [44] J. Wu, T. Chen, X. Luo, D. Han, Z. Wang, and J. Wu, “TG/FTIR analysis on co-pyrolysis behavior of PE, PVC and PS,” *Waste Manag.*, vol. 34, no. 3, pp. 676–682, 2014, doi: 10.1016/j.wasman.2013.12.005.
- [45] M. R. Jung *et al.*, “Validation of ATR FT-IR to identify polymers of plastic marine debris, including those ingested by marine organisms,” *Mar. Pollut. Bull.*, vol. 127, no. December 2017, pp. 704–716, 2018, doi: 10.1016/j.marpolbul.2017.12.061.
- [46] P. Manimaran, P. Senthamarai kannan, 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.
- [47] M. J. Ahmed, M. S. Balaji, S. S. Saravanakumar, M. R. Sanjay, and P. Senthamarai kannan, “Characterization of *Areva javanica* fiber – A possible replacement for synthetic acrylic fiber in the disc brake pad,” *J. Ind. Text.*, vol. 49, no. 3, pp. 294–317, 2019, doi: 10.1177/1528083718779446.
- [48] A. Arul Marcel Moshi, D. Ravindran, S. R. Sundara Bharathi, S. R. Padma, S. Indran, and D. Divya, “Characterization of natural cellulosic fiber extracted from *Grewia damine* flowering plant’s stem,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 164, pp. 1246–1255, 2020, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.07.225.
- [49] B. Rashid, Z. Leman, M. Jawaid, M. J. Ghazali, and M. R. Ishak, “Physicochemical and thermal properties of lignocellulosic fiber from sugar palm fibers: effect of treatment,” *Cellulose*, vol. 23, no. 5, pp. 2905–2916, 2016, doi: 10.1007/s10570-016-1005-z.
- [50] J. R. Araújo, W. R. Waldman, and M. A. De Paoli, “Thermal properties of high density polyethylene composites with natural fibres: Coupling agent effect,” *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 93, no. 10, pp. 1770–1775, 2008, doi:

- 10.1016/j.polymdegradstab.2008.07.021.
- [51] A. M. Musuc, M. Badea-Doni, L. Jecu, A. Rusu, and V. T. Popa, “FTIR, XRD, and DSC analysis of the rosemary extract effect on polyethylene structure and biodegradability,” *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 114, no. 1, pp. 169–177, 2013, doi: 10.1007/s10973-012-2909-y.
- [52] J. M. Morancho *et al*, “Calorimetric and thermogravimetric studies of UV-irradiated polypropylene/starch-based materials aged in soil,” *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 91, no. 1, pp. 44–51, 2006, doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2005.04.029.
- [53] M. Aly *et al*, “Optimization of Alkaline Treatment Conditions of Flax Fiber Using Box-Behnken Method,” *J. Nat. Fibers*, vol. 9, no. 4, pp. 256–276, 2012, doi: 10.1080/15440478.2012.738036.
- [54] A. Bezazi, A. Belaadi, M. Bouchak, F. Scarpa, and K. Boba, “Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of *Agave americana* L. natural fibres,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 66, pp. 194–203, 2014, doi: 10.1016/j.compositesb.2014.05.014.
- [55] A. K. Bledzki and J. Gassan, “Composites reinforced with cellulose based fibres,” *Prog. Polym. Sci.*, vol. 24, no. 2, pp. 221–274, 1999.
- [56] M. Division, “Structure and properties of some vegetable fibres,” *J. Mater. Sci.* 21, vol. 21, pp. 57–63, 1986.
- [57] Z. Belouadah, L. Toubal, N. Belhaneche-Bensemra, and A. Ati, “Characterization of ligno-cellulosic fiber extracted from *Atriplex halimus* L. plant,” *Int. J. Biol. Macromol.*, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.11.142>.
- [58] 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, 2015, doi: 10.1016/j.compositesa.2014.12.011.
- [59] P. SenthamaraiKannan and M. Kathiresan, “Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fiber from *Coccinia grandis*.L,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 186, pp. 332–343, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.01.072>.

- [60] M. Maache, A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, and A. Dufresne, “Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus*,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 171, pp. 163–172, 2017, doi: 10.1016/j.carbpol.2017.04.096.
- [61] Z. Belouadah, A. Ati, and M. Rokbi, “Characterization of new natural cellulosic fiber from *Lygeum spartum* L.,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 134, pp. 429–437, 2015, doi: 10.1016/j.carbpol.2015.08.024.
- [62] 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>.
- [63] R. Dalmis, S. Köktaş, Y. Seki, and A. Ç. Kılınç, “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.
- [64] A. M. M. A., R. D., S. B. S.R., P. S.R., I. S., and D. D., “Characterization of natural cellulosic fiber extracted from *Grewia damine* flowering plant’s stem,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 164, pp. 1246–1255, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.07.225>.
- [65] A. Bezazi, A. Belaadi, M. Bouchak, F. Scarpa, and K. Boba, “Composites : Part B Novel extraction techniques , chemical and mechanical characterisation of *Agave americana* L . natural fibres,” *Compos. Part B*, vol. 66, pp. 194–203, 2014, doi: 10.1016/j.compositesb.2014.05.014.
- [66] A. Belaadi, S. Amroune, and M. Bouchak, “Effect of eco-friendly chemical sodium bicarbonate treatment on the mechanical properties of flax fibres: Weibull statistics,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, Jan. 2019, doi: 10.1007/s00170-019-04628-8.
- [67] J. Zhang, H. Wang, R. Ou, and Q. Wang, “The properties of flax fiber reinforced wood flour/high density polyethylene composites,” *J. For. Res.*, vol. 29, no. 2, pp. 533–540, 2018, doi: 10.1007/s11676-017-0461-0.
- [68] A. Espert, F. Vilaplana, and S. Karlsson, “Comparison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites and its

- influence on their mechanical properties,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 35, no. 11, pp. 1267–1276, 2004.
- [69] M. Tajvidi and G. Ebrahimi, “Water-uptake-and-mechanical-characteristics-of-natural-filler-polypropylene-composites_2003_Journal-of-Applied-Polymer-Science.pdf,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 88, no. September, pp. 941–946, 2002.
- [70] J. George, S. S. Bhagawan, and S. Thomas, “Low-Density Polyethylene Composites Reinforced With Pineapple-Leaf Fibre,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 58, no. 9, pp. 1471–1485, 1998.
- [71] T. S. Harikumar KR, Joseph K, “Jute sack cloth reinforced polypropylene composites: mechanical and sorption studies,” *J. Reinf Plast Comp*, vol. 18, no. 4, pp. 58–75, 1999.
- [72] J. O. Ighalo, C. A. Igwegbe, A. G. Adeniyi, and S. A. Abdulkareem, “Artificial Neural Network Modeling of the Water Absorption Behavior of Plantain Peel and Bamboo Fibers Reinforced Polystyrene Composites Journal of Macromolecular Science , Part B Artificial Neural Network Modeling of the Water Absorption Behavior of Plan,” *J. Macromol. Sci. Part B*, vol. 0, no. 0, pp. 1–13, 2021, doi: 10.1080/00222348.2020.1866282.
- [73] E. Mahdi, D. R. Hernández Ochoa, A. Vaziri, A. Dean, and M. Kucukvar, “Khalasa Date Palm Leaf Fiber as a Potential Reinforcement for Polymeric Composite Materials,” *Compos. Struct.*, 2020, doi: 10.1016/j.compstruct.2020.113501.
- [74] D. B. Dittenber and H. V. S. Gangarao, “Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, no. 8, pp. 1419–1429, 2012.
- [75] I. Taha, L. Steuernagel, and G. Ziegmann, “Optimization of the alkali treatment process of date palm fibres for polymeric composites,” *Compos. Interfaces*, vol. 14, no. 7–9, pp. 669–684, 2007.
- [76] B. D. Park and J. J. Balatinecz, “Mechanical properties of wood-fiber/toughened isotactic polypropylene composites,” *Polym. Compos.*, vol. 18, no. 1, pp. 79–89, 1997, doi: 10.1002/pc.10263.

- [77] A. Koffi, D. Koffi, and L. Toubal, “Mechanical properties and drop-weight impact performance of injection-molded HDPE/birch fiber composites,” *Polym. Test.*, vol. 93, no. July, p. 106956, 2021, doi: 10.1016/j.polymertesting.2020.106956.
- [78] B. Bax and J. Müssig, “Impact and tensile properties of PLA/Cordenka and PLA/flax composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 68, no. 7–8, pp. 1601–1607, 2008, doi: 10.1016/j.compscitech.2008.01.004.
- [79] J. L. Thomason and M. A. Vlug, “Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: 4. Impact properties,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 28, no. 3, pp. 277–288, 1997, doi: 10.1016/S1359-835X(96)00127-3.
- [80] M. Asim, M. Jawaid, A. Khan, A. M. Asiri, and M. A. Malik, “Effects of Date Palm fibres loading on mechanical, and thermal properties of Date Palm reinforced phenolic composites,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 9, no. 3, pp. 3614–3621, 2020, doi: 10.1016/j.jmrt.2020.01.099.
- [81] L. Shang *et al.*, “High-density polyethylene-based composites with pressure-treated wood fibers,” *BioResources*, vol. 7, no. 4, pp. 5181–5189, 2012, doi: 10.15376/biores.7.4.5181-5189.
- [82] F. Chen, G. Han, Q. Li, X. Gao, and W. Cheng, “High-temperature hot air/silane coupling modification of wood fiber and its effect on properties of wood fiber/HDPE composites,” *Materials (Basel)*, vol. 10, no. 3, 2017, doi: 10.3390/ma10030286.
- [83] M. R. Rahman, M. N. Islam, and M. M. Huque, “Influence of Fiber Treatment on the Mechanical and Morphological Properties of Sawdust Reinforced Polypropylene Composites,” *J. Polym. Environ.*, vol. 18, no. 3, pp. 443–450, 2010, doi: 10.1007/s10924-010-0230-z.

Chapitre V

ABSORPTION D'EAU DU
BIOCOMPOSITE POLYETHYLENE
HAUTE DENSITE RENFORCE PAR
DES FIBRES DE WASHINGTONIA
FILIFERA : OPTIMISATION A L'AIDE
DES MODELES FICK, RSM ET ANN

Chapitre V.

ABSORPTION D'EAU DU BIOCOMPOSITE POLYETHYLENE HAUTE DENSITE RENFORCÉ PAR DES FIBRES DE *Washingtonia filifera* : OPTIMISATION A L'AIDE DES MODELES FICK, RSM ET ANN

Résume	105
V.1 Introduction	106
V.2 Matériaux et méthodes	108
V.2.1 Matériaux	108
V.2.2 Model de Fick.....	108
V.2.3 Modélisation de la méthodologie de la surface de réponse.....	109
V.2.4 Réseau neuronal artificiel.....	111
V.3 Résultats et discussion.....	112
V.3.1 L'absorption d'eau	112
V.3.2 Développement du modèle de régression.....	114
V.3.3 Influence des paramètres individuels sur l'absorption d'eau des biocomposites HDPE/WF.....	115
V.3.4 Analyse de la surface de réponse de l'absorption d'eau et tracés 3D des biocomposites HDPE/WF.....	117
V.3.5 Modélisation ANN	119
V.3.6 Analyse comparative des performances du modèle	121
V.3.7 Processus d'optimisation par RSM.....	123
V.4 Conclusion.....	126
V.5 Références	128

Chapitre V : ABSORPTION D'EAU DU BIOCOMPOSITE POLYETHYLENE HAUTE DENSITE RENFORCE PAR DES FIBRES DE WASHINGTONIA FILIFERA : OPTIMISATION A L'AIDE DES MODELES FICK, RSM ET ANN

Résumé

Le but de ce travail est d'étudier le phénomène d'absorption d'eau par l'immersion des différents biocomposites PEHD renforcés par différents taux de fibres WF (10, 20 et 30% en masse) dans l'eau distillée à une température ambiante. La méthodologie de surface de réponse (RSM) et les modèles de réseau neuronal artificiel (ANN) ont été examinés en tenant compte de la teneur en fibres WF et du temps d'immersion des biocomposites HDPE/WF pour l'absorption d'eau. Dans ce travail, le plan composite central (CCD) de RSM est conçu pour effectuer la conception de test, la modélisation et le processus d'optimisation. Le processus d'absorption d'eau s'est révélé suivre le mode de diffusion de Fickien. Les résultats obtenus montrent que l'ajout de fibres de washingtonia filifera dans les composites a permis de réduire la diffusivité. Les résultats obtenus montrent que les modèles ANN étaient très précis dans la prédiction de l'adsorption d'eau avec les coefficients de formation, de validation et de corrélation des tests de 0,9955, 0,9999 et 0,9915, respectivement. Les conditions optimales pour une absorption maximale étaient une teneur en fibres de 29,88 % et un temps d'immersion de 752 h. Il en résulte un modèle très approprié pour prédire l'absorption d'eau des biocomposites HDPE/WF adapté à une utilisation industrielle.

V.1 Introduction

Le problème d'absorption d'eau est souvent lié à une mauvaise interface entre fibres et matrice. Différentes études sur l'immersion hydrique de matériaux composites renforcés par des fibres naturelles ont été menées dans le but de déduire le processus d'absorption d'eau et l'effet d'humidité sur les propriétés mécaniques et chimiques de ces matériaux composite [1][2][3][4][5]. Celino et al. [6] ont utilisé la loi de Fick et le modèle de Langmuir pour décrire le comportement diffusif de quatre fibres naturelles (lin, sisal, jute et chanvre) exposées à deux conditions de vieillissement (80% HR à 23°C). Les résultats obtenus montrent que les quatre fibres étudiées ont un comportement diffusif quasi-similaire. Une autre étude similaire, réalisée par Saidane et al [7] qui consiste à estimer les paramètres expérimentaux et analytiques (modèle 3D Fick) de la diffusion de l'humidité des biocomposites lin/époxy aux différentes configurations quasi-unidirectionnelles et en sergé. Un travail a été effectué par Arbelaiz et al [8] sur l'effet du teneur en fibres courtes de lin sur la cinétique de diffusion des composites lin-polypropylène vieillis par immersion totale dans l'eau à 23°C, Les auteurs ont observé une a proportionnalité entre les paramètres de diffusion et le taux de fibres des composites. Récemment Elsadig et al [9] ont étudié expérimentalement l'effet d'absorption d'eau sur le comportement mécanique des fibres de khalsa de palmier dattier (KDPLF) et des composites à base époxy renforcés par des fibres de khalsa de palmier dattier. Ils ont constaté que le pourcentage des hémicelluloses augmente dans ces fibres, l'absorption d'eau dans les fibres croît également. Par contre pour le biocomposite, ils ont remarqué que l'absorption d'eau diminue due au remplissage du lumen par la résine époxy. Une étude récente effectuée par IGHALO et al [10] qui consiste à modéliser le comportement d'absorption d'eau des composites de polystyrène renforcés par la peau de plantain et de fibres de bambou par l'utilisation du model ANN. Les résultats ont montré de faibles valeurs RMSE (<1% en poids), révélant que dans l'utilisation réelle du modèle, un seuil de haute précision serait attendu pour les prédictions ANN de l'absorption d'eau des composites. D'autre part, Le Duigou et al [11] ont évalué l'effet du vieillissement hydrique des biocomposites renforcés à base de fibres de lin immergées dans l'eau distillée pendant deux mois. Les résultats obtenus montrent que le renforcement unidirectionnel en fibres de lin est responsable d'une absorption d'eau rapide et relativement élevée dans le biocomposite et la rigidité des fibres est réduite de 40% après deux mois d'immersion dans l'eau. Djellouli et al [12] ont étudié le comportement hygroscopique transitoire d'un composite unidirectionnel (UD) époxy renforcé par des fibres de lin, vieilli par immersion dans l'eau du robinet à température ambiante jusqu'à saturation. Ils ont constaté que le coefficient de

diffusion (D_x) trouvé est 100 fois plus grand que D_z et environ 2,3 fois plus grand que D_y . Cette différence est liée à la composition de la fibre de lin qui favorise le transport de l'eau dans sa tige notamment à travers le lumen. Assarar et al [13] ont étudié l'effet du comportement hygrothermique sur les caractéristiques mécaniques du biocomposite époxy à base des fibres de lin unidirectionnel pendant deux mois sous des conditions climatiques HR=90% à 20° C et 40°C. Les auteurs ont constaté que le module d'élasticité et la résistance à la rupture ont diminué de 60 % et 14% respectivement. Cette diminution est due à la réorientation des Microfibrille des fibres de lin et de l'effet plastifiant de l'eau sur la matrice. Une étude expérimentale, sur la durabilité des composites de polypropylène renforcés par des fibres de carbone / lin et des fibres de lin a été réalisée par Cheng et al [14] . Les échantillons ont été exposés au vieillissement par immersion dans l'eau à température élevée jusqu'à saturation (à 60 ° C pendant 300 h). Les auteurs constatent que les fibres de carbone réduisent l'absorption d'eau dans le biocomposite polypropylènes/ lin et améliorent leurs propriétés mécaniques(les propriétés de traction et les propriétés de flexion trois points). R. Q. C. Melo et al [15] ont étudié la méthode d'absorption d'eau non-fickien dans un composite polymère à base de fibres naturelles en utilisant le modèle de type Langmuir, en évaluant l'influence de la diffusivité de masse sur le processus. Ils ont observé que la diffusivité de masse influence efficacement le comportement d'absorption d'eau, en particulier au début du processus, où des différences plus élevées dans les taux de migration de l'eau dans le matériau sont trouvées. De nombreux chercheurs ont utilisé RSM et d'autres méthodologies pour développer et modéliser leurs données expérimentales [16][17][18][19][20]. Owolabi et al [21] ont modélisé et optimisé les variables pertinentes pour la polymérisation en solution de styrène au moyen de la méthodologie de surface de réponse. L'objectif de ce travail est d'évaluer et de valider le modèle analytique, développé à partir de la loi de diffusion de Fick, afin d'élucider les implications du temps d'immersion. Ensuite, pour explorer l'effet de renforcement des fibres et leur temps d'immersion, les méthodes RSM et ANN ont été utilisées pour modéliser l'absorption des nouveaux biocomposites HDPE/WF et pour comparer de manière critique les capacités prédictives des deux modèles.

V.2 Matériaux et méthodes

V.2.1 Matériaux

Dans ce chapitre nous avons optimisé le phénomène d'absorption d'eau par l'immersion des différents biocomposites PEHD /WF, préparés dans le chapitre III, dans l'eau distillée à une température ambiante à l'aide des modèles Fick, RSM et ANN. Le **Tableau V.1** regroupe les compositions massiques des différentes formulations produites.

Tableau V.1 Composition massique des différentes formulations

Désignation	Biocomposites
PEHD/10% WF	Polyéthylène haute densité PEHD avec 10% de WF en masse
PEHD/20% WF	Polyéthylène haute densité PEHD avec 20% de WF en masse
PEHD/30% WF	Polyéthylène haute densité PEHD avec 30% de WF en masse

V.2.2 Model de Fick

La modélisation mathématique du processus de diffusion de l'eau dans les biocomposites est très importante pour maîtriser le mécanisme de diffusion. Les lois de Fick sont utilisées pour décrire de nombreux phénomènes de diffusion rencontrés dans la nature et peuvent être caractérisées par le coefficient de diffusion D. La première loi de Fick s'exprime par l'équation suivante :

$$\varphi = -D \overrightarrow{\text{grad}C} \quad (\text{V.1})$$

Où D : coefficient de diffusion du milieu en mm²/s

C : concentration du solvant au sein du milieu

Si l'on considère une plaque mince d'épaisseur h, dans laquelle le solvant diffuse, initialement à une concentration de C₀, et sa surface est maintenue à une concentration uniforme de C₁, alors l'évolution spatio-temporelle de la concentration de solvant est donnée par:

$$\frac{C-C_0}{C-C_1} = 1 - \frac{4}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n}{(2n+1)} \exp\left(-D \frac{(2n+1)^2}{h^2} \pi^2 \cdot t\right) \cos\left(\frac{(2n+1)\pi}{h}\right) \quad (\text{V.2})$$

Où : D : coefficient de diffusion

t : durée de vieillissement

h : épaisseur de la plaque

Si M_s est la masse d'eau absorbée après une durée infinie , l'équation (2) s'écrit alors [22]:

$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - \frac{8}{\pi} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left(-D \frac{(2n+1)^2}{h^2} \pi^2 \cdot t\right) \quad (\text{V.3})$$

M_t est la masse d'eau à l'instant t , M_m est la teneur maximale en eau à l'équilibre.

Lorsque M_t/M_m est inférieure à 0,6, l'équation (3) devient approximativement [14]

$$\frac{M_t}{M_s} = \frac{4}{h} \sqrt{\frac{Dt}{\pi}} \quad (\text{V.4})$$

Lorsque M_t/M_m est supérieure à 0,6, l'équation décrivant la courbe d'absorption d'humidité est la suivante[14]

$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - \exp\left[-7,3 \left(\frac{Dt}{h^2}\right)^{0,75}\right] \quad (\text{V.5})$$

À partir de l'équation (5), le coefficient de diffusion D peut être déduit :

$$D = \pi \left(\frac{k}{4M_m}\right)^2 \quad (\text{V.6})$$

Où k est la pente de la partie linéaire de la courbe $M_t = (\sqrt{t}/h)$

V.2.3 Modélisation de la méthodologie de la surface de réponse

Une conception statistique de l'expérience, appelée méthodologie de surface de réponse (RSM), permet de faire varier simultanément les variables de procédé, par rapport aux tests traditionnels, afin d'obtenir la relation entre ces variables. RSM offre une méthode de collecte des résultats de recherche plus rapide et plus rentable que l'expérimentation conventionnelle avec une variable ainsi qu'avec une variable complète [23][24][25][26]. Dans cette recherche, on a étudié l'effet de la teneur en fibres de Washingtonia filifera (WF) sur la cinétique de diffusion des biocomposites HDPE/WF par immersion complète dans l'eau distillée sous des conditions ambiantes. Les variables étudiées étaient la teneur en fibres (X1) et le temps d'immersion (X2). Dans [Tableau V.2](#), les variables et leurs valeurs correspondantes ont été

rapportées. Le plan composite central (CCD) à deux facteurs a été utilisé, impliquant 16 séries d'expériences dans l'analyse RSM calculée selon l'équation suivante.

$$N = 2^k + 2k + k_c \quad (V.7)$$

Où N représente la somme des tests expérimentaux à effectuer avec k représentant le nombre de paramètres utilisés et k_c représentant les séries répétées au centre. Un modèle expérimental a été développé pour corréler la réponse avec les deux facteurs du processus basé sur un modèle polynomial quadratique comme indiqué dans l'équation(8).

$$Y = B_0 + \sum B_i X_i + \sum B_{ii} X_i^2 + \sum B_{ij} X_i X_j + E \quad (V.8)$$

Où Y est la réponse observée, β_0 , β_i , β_{ij} , β_{ii} représentent respectivement le terme constant, les coefficients des termes linéaires, des termes représentant les interactions entre variables et des termes quadratiques[27]. Le plan expérimental et la réponse mesurée (% d'absorption d'eau) pour les deux paramètres et les 16 essais expérimentaux produits sont présentés dans le **Tableau V.3**. Pour effectuer l'analyse de régression RSM, le logiciel Design Expert est utilisé pour optimiser les données de composition du biocomposite générées avec les données d'entrée. Une analyse ANOVA comprenant quadratique, linéaire et coefficient d'interaction est effectuée pour le test statistique du modèle en utilisant le test F pour l'interrelation empirique des paramètres d'entrée et du modèle de sortie. Pour tester les performances d'ajustement du modèle, il est testé statistiquement chaque terme individuel du modèle, confirmant la signification de la valeur F avec $p < 0,05$. De plus, afin de vérifier la qualité du polynôme proposé, R^2 , la précision adéquate, R^2 prédit et les valeurs R^2 ajustées des modèles ont été acquises. La carte de surface de réponse et la carte de contour ont été construites pour afficher les interactions entrée-sortie.

Tableau V.2 Conception d'expériences pour le modèle RSM

N°	facteurs	Notation	Unité	Niveaux		
				Niveau bas	Niveau intermédiaire	Haut niveau
1	Temps d'immersion	<i>Temps</i>	heure	2	408	800
2	teneur en fibres	<i>W</i>	%	10	20	30

Tableau V.3 Données expérimentales avec les résultats des modèles RSM et ANN pour l'absorption d'eau des biocomposites HDPE/WF.

Numéro de test	Variables d'entrée		Variables de sortie		
	<i>WF</i> (%)	<i>Temps</i> (h)	<i>EXP</i> (%)	<i>RSM</i> (%)	<i>ANN</i> (%)
1	0	0	0.0000	0.0818	0.0002
2	10	2	0.4325	0.4064	0.4371
3	20	2	0.9013	0.9566	0.8985
4	30	2	1.6516	1.7378	1.6511
5	10	24	0.5627	0.4789	0.5552
6	20	24	1.0141	1.0457	1.0240
7	30	24	1.8308	1.8434	1.7763
8	10	48	0.6145	0.5543	0.6598
9	20	48	1.1251	1.1392	1.1659
10	30	48	1.9661	1.9550	1.9649
11	10	120	0.8504	0.7578	0.8471
12	20	120	1.4063	1.3970	1.4831
13	30	120	2.2632	2.2671	2.2359
14	10	288	1.1432	1.1000	1.1385
15	20	288	1.8832	1.8660	1.8694
16	30	288	2.9807	2.8628	3.0051
17	10	408	1.1431	1.2308	1.1030
18	20	408	2.0111	2.0873	2.0191
19	30	408	3.2515	3.1746	3.2532
20	10	572	1.1404	1.2565	1.1481
21	20	572	2.1448	2.2366	2.1438
22	30	572	3.4793	3.4476	3.4796
23	10	800	1.1408	0.9982	1.1395
24	20	800	2.1480	2.1503	2.1473
25	30	800	3.4801	3.5333	3.4417

V.2.4 Réseau neuronal artificiel

Un perceptron multicouche (MPL) a été utilisé pour former le réseau et l'algorithme de formation de rétropropagation a été utilisé pour le modéliser. Il se compose d'une couche d'entrée, d'une couche cachée et d'une couche de sortie. Les variables d'entrée sont la teneur en fibres et le temps d'immersion du biocomposite dans l'eau, tandis que la couche de sortie est l'absorption d'eau. Pour déterminer le nombre de neurones idéal dans la couche cachée, une série de tests d'approches est réalisée pour obtenir le nombre de neurones qui donne la moindre erreur quadratique moyenne (RMSE) et le plus grand coefficient de corrélation (R2) [28][29][30]. Cette approche vise à fournir un écart minimum entre les résultats prédits et expérimentaux ainsi qu'à réduire les risques d'ajustement excessif du modèle. Des nombres de neurones élevés et également faibles ont été évités car ils entraînent des complications dans

l'ajustement et un taux de convergence réduit, respectivement [25][31]. Pour former le réseau, 70 % des ensembles de données ont été utilisés, 15 % ont été utilisés pour tester le réseau tandis que les 15 % restants ont été utilisés pour la validation des résultats. La précision du modèle donnée par ANN est vérifiée par les valeurs du coefficient de corrélation (R2) et de l'erreur quadratique moyenne (RMSE). Chaque fois que les valeurs MSE sont faibles, la précision de prédiction du modèle ANN est élevée. Les trois paramètres ont été donnés par les équations 9-11 [32].

$$MSE = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left| (Y_{Predicted} - Y_{Experiment}) \right|^2 \quad (V.9)$$

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (Y_{Predicted} - Y_{Experiment})^2}{\sum_{i=1}^n (Y_{Predicted} - Y_{Mean})^2} \quad (V.10)$$

$$RMSE = \sum_1^n \sqrt{\frac{(X_{Predicted} - X_{Experiment})^2}{n}} \quad (V.11)$$

V.3 Résultats et discussion

V.3.1 L'absorption d'eau

La Figure V.1 présente la gain de poids Mt en % en fonction de la racine carrée du temps des biocomposites PEHD renforcés par différents taux de fibres de washingtonia filifera (10, 20 et 30% en masse) immergées à température ambiante. Plusieurs éprouvettes du biocomposite élaboré et immergé dans l'eau avaient été pesées pour évaluer l'absorption d'eau dans des biocomposites à différents taux massiques des fibres WF. Chaque point représente la valeur moyenne obtenue à partir de mesures effectuées de cinq échantillons. Les paramètres d'absorption d'eau (absorption d'eau à saturation, coefficient de diffusion et pente) sont regroupés dans le Tableau V.4.

Les coefficients de diffusion calculés D (diffusivité selon la direction de l'épaisseur) des trois types d'échantillons sont également différents. On remarque également que le pourcentage d'absorption d'eau est différent pour les trois formulations. Les résultats des tests ont montré que le processus d'absorption d'eau dans les biocomposites à base de fibres de washingtonia filifera suit le modèle de Fickien. On constate, qu'il existe une relation linéaire

entre la consommation d'eau et la racine carrée du temps, avec un plateau à partir de la saturation.

Les valeurs du plateau à saturation M_{∞} sont 1.14%, 1.74% et 3.48% pour les formulations : PEHD/10%WF, PEHD/20% WF et PEHD/30%WF respectivement. On remarque que l'ajout de fibres de washingtonia filifera dans les biocomposites a permis de réduire la diffusivité ($5.31 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{s}$ pour le biocomposite PEHD/ 10% WF et $1.72 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{s}$ pour le biocomposite PEHD/ 30% WF).

La valeur du coefficient de diffusion pour la formulation PEHD / 30% de fibres WF obtenue ($1.72 \times 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{s}$) est inférieure à celle trouvée par Malloum et al [33] pour le composite lin/greepoxy [0/90]_s ($38 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^2/\text{s}$). En revanche, le coefficient de diffusion enregistré ($5.31 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{s}$) pour le biocomposite PEHD/10%WF est supérieur à celui obtenu par Mannan et al [34] pour la fibre de jute brute ($3.38 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^2/\text{s}$). D'autre part, les valeurs du coefficient de diffusion obtenues expérimentalement pour les différentes masses de fibres WF dans cette étude sont inférieures à celles trouvées par Céline et al [6].

Tableau V.4 Paramètres d'absorption d'eau des biocomposites HDPE/WF obtenus à l'aide de la loi de Fick.

Biocomposites	k	$D \times 10^{-6} (\text{mm}^2/\text{s})$	$M_{\infty} (\%)$
PEHD/10%WF	0,00593	5,31	1,14
PEHD/20% WF	0,00973	6,14	1,74
PEHD/30%WF	0,01029	1,72	3,48

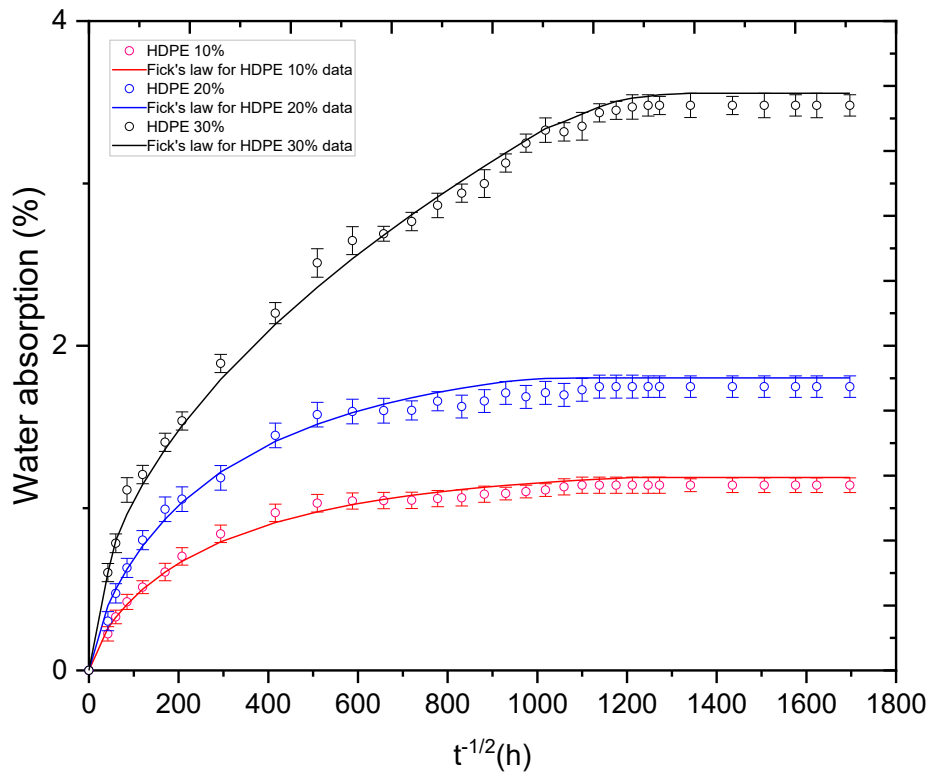


Figure V.1 Évolution de l'absorption d'eau en fonction de la racine carrée du temps du biocomposite à différents taux massique des fibres WF

V.3.2 Développement du modèle de régression

À partir des 25 séries expérimentales présentées dans le [Tableau V.3](#), les coefficients de l'équation polynomiale tels qu'expliqués ci-dessus ont été déterminés. Les modèles quadratiques pour les valeurs réelles des variables sont présentés dans l'équation 12 respectivement.

$$\text{absorption de l'eau} = 0.081823 + 0.020240 \times W + 0.002625 \times \text{temps} + 0.000075 \times W \times \text{Temps} + 0.001154 \times W^2 - 3.28831E-06 \times \text{Temps}^2 \quad (\text{V.12})$$

D'après les résultats de l'analyse de la variance (ANOVA) obtenus par le modèle de régression, il a été constaté que la valeur R² était de 0,9946, ce qui indiquait qu'il y avait 99,46 % de la variabilité des données expliquées par le modèle. La valeur R² ne doit pas être inférieure à 0,75 pour assurer l'adéquation du modèle [35][36][37].

La valeur ajustée du coefficient de détermination ($Adj R^2 = 0,9931$) a vérifié la haute signification du modèle, indiquant un accord adéquat des valeurs prédites et expérimentales de l'absorption d'eau. Par conséquent, une bonne adéquation de prédiction du modèle est obtenue dans la plage expérimentale des variables. Rai et al [38] ont indiqué que la différence entre $Adj R^2$ et $pred R^2$ devait être inférieure à 20 % pour avoir un bon accord. Cette spécification est satisfaite dans la recherche actuelle car la valeur précédente de R^2 est de 0,9829. Par conséquent, le modèle fournit une variabilité prédictive de 98,29 % de l'absorption d'eau dans les conditions expérimentales.

Dans le **Tableau V.5**, l'ANOVA pour les termes individuels dans le modèle quadratique a été rapportée. Pour qu'un terme soit significatif, la valeur F doit être grande et $P < 0,05$. Selon le tableau, tous les termes linéaires W et Temps, les termes quadratiques W^2 et $Temps^2$ et les termes d'interaction $W \times Temps$ ont des effets significatifs sur l'absorption d'eau des biocomposites HDPE/WF. En plus de l'ANOVA, le tracé de probabilité normale et le tracé réel comparé aux tracés prédits pour les valeurs d'absorption d'eau sont également illustrés dans les **Figures V.2.a** et **b** pour tester les hypothèses de normalité. Les résidus observés se trouvent le long d'une ligne assez droite, indiquant l'erreur normalement dispersée en fonction du temps d'immersion, ce qui prouve l'importance des termes signalés par les modèles développés (**Figure V.2.c**.)

V.3.3 Influence des paramètres individuels sur l'absorption d'eau des biocomposites

HDPE/WF

L'influence des deux paramètres du processus, tels que la teneur en fibres et le temps d'immersion sur l'absorption d'eau des différents échantillons étudiés expérimentalement a été montrée dans la **Figure V.2 (d-f)**. Les variables de processus choisies ont eu un effet considérable sur l'absorption d'eau, révélant également que l'absorption d'eau était plus élevée pour une teneur en fibres de 30% et aussi pour un temps d'immersion de 800h (tracé en rouge) comparé à celui de 2h (tracé en noir).

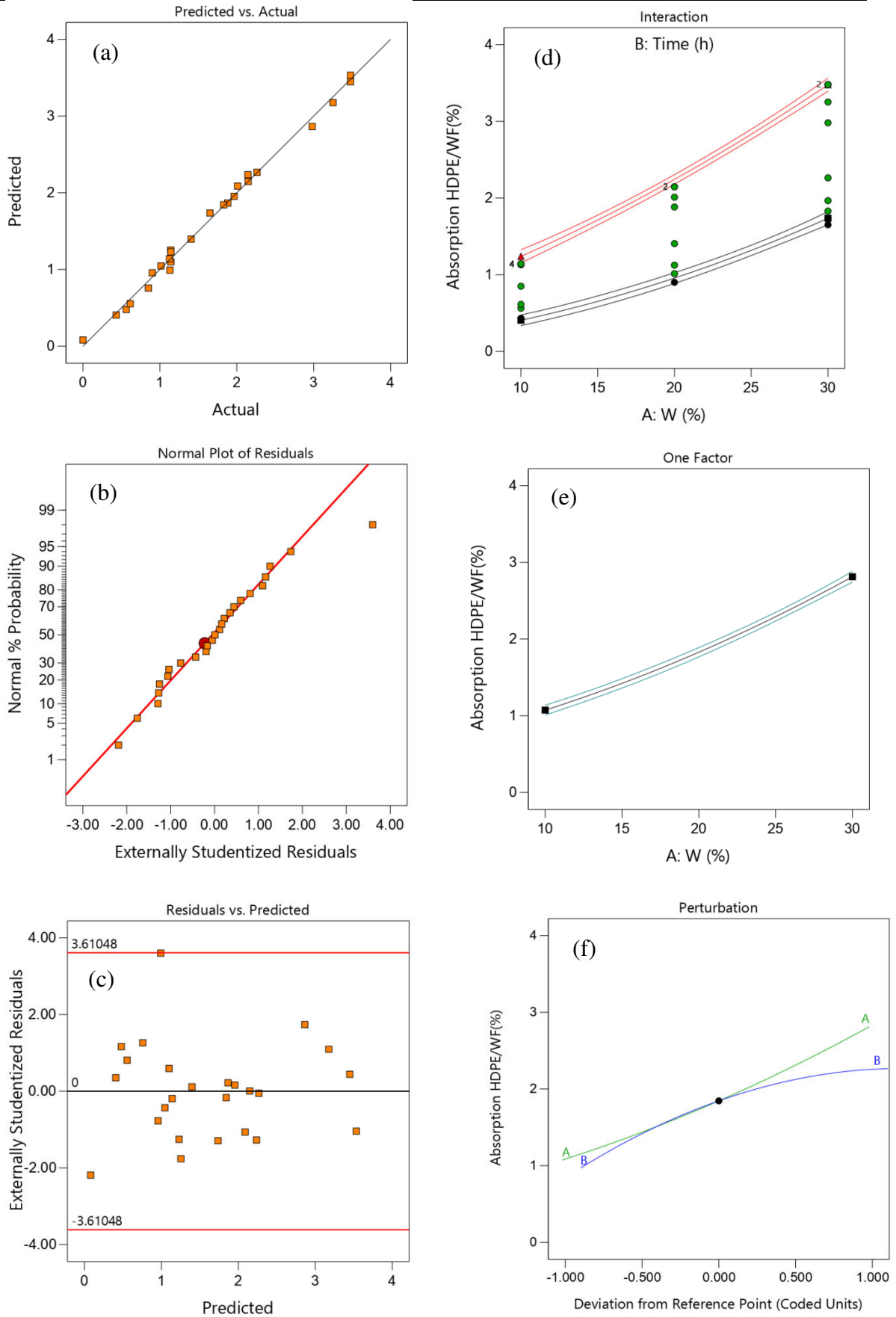


Figure V.2 Tracés de diagnostic RSM (a) Valeurs prédites vs valeurs réelles, (b) Distribution de probabilité normale, (c) Résidus distribués des biocomposites HDPE/WF, (d) Effet du temps d'immersion (e) Effet de la teneur en fibres (f) Perturbation

Tableau V.5 Analyse de la variance pour le modèle quadratique d'absorption d'eau.

Source	DF	SS	MS	Valeur F	Valeur P	Remarques
Model	5	21,52	4,30	696,49	< 0,0001	Significatif
A-W	1	13,45	13,45	2176,04	< 0,0001	Significatif
B-temps	1	5,93	5,93	959,52	< 0,0001	Significatif
AB	1	0,7375	0,7375	119,34	< 0,0001	Significatif
A ²	1	0,1600	0,1600	25,89	< 0,0001	Significatif
B ²	1	0,9742	0,9742	157,64	< 0,0001	Significatif
Error	19	0,1174	0,0062			
Total	24	21,64				

$SD = 0,0786$ Moyenne = 1,62 Coefficient de variation = 4,85%	$R^2 = 99,46$ R^2 ajusté = 99,31% R^2 prédit = 98,29% précision adéquate = 72,3044
---	--

V.3.4 Analyse de la surface de réponse de l'absorption d'eau et tracés 3D des biocomposites HDPE/WF

Les interactions des effets combinés entre les entrées et les variables de réponses peuvent également être étudiées à l'aide d'autres représentations graphiques tels que les graphiques en 3-D et les graphiques de contour de surface [16] [39]. Les graphiques sont présentés dans la [Figure V.3](#) et ont été utilisés pour expliquer les influences des différents paramètres sur l'absorption d'eau. Ces graphiques de surface ont été produits en changeant les deux variables dans la gamme de l'essai expérimental en utilisant le modèle. Une influence interactive de la teneur en fibres et du temps d'immersion a été illustrée. Il a été constaté qu'avec l'augmentation de la teneur en fibres et du temps d'immersion, l'absorption d'eau augmente jusqu'à saturation à un temps d'immersion déterminé et diminue ensuite. Ceci est lié aux espaces poreux permettant le passage de l'eau. L'absorption la plus faible a été obtenue pour le composite HDPE/WF avec une teneur en fibres de 10%. D'après le type de tracé 3D, il y avait un effet interactif significatif de la teneur en fibres et du temps d'immersion.

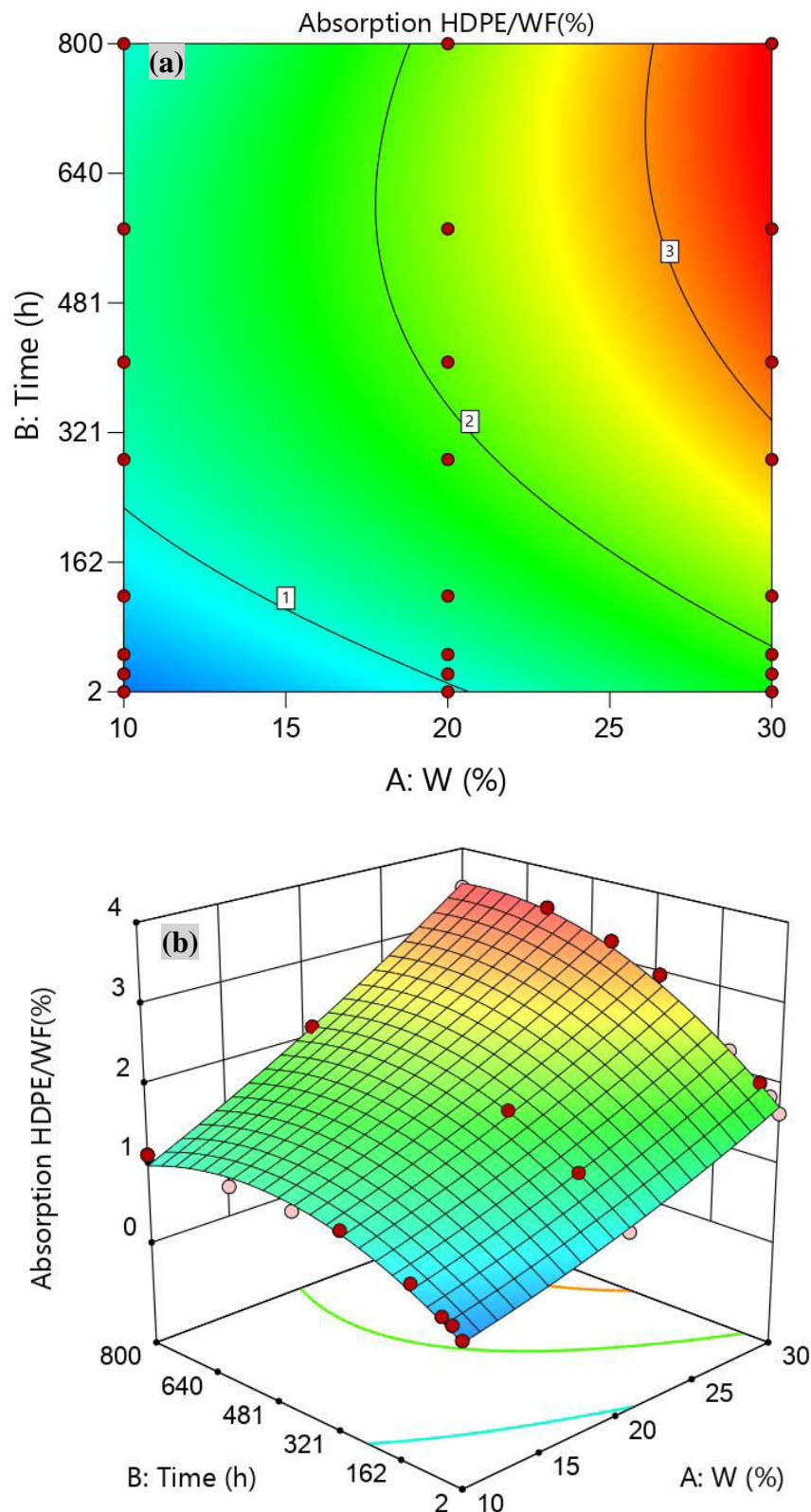
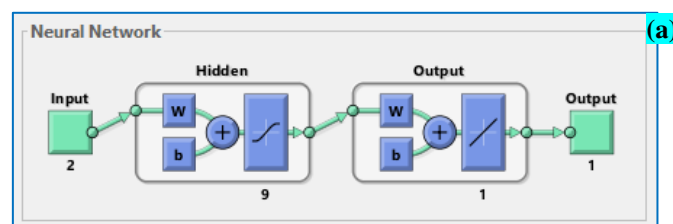


Figure V.3 Tracés (a) du contour de la surface et (b) du plan expérimental de sortie 3D en fonction de la teneur en fibres et du temps d'immersion.

V.3.5 Modélisation ANN

La distribution des échantillons qui a été utilisée pour modéliser l'ANN se compose de 21 pour la formation, de 2 pour la validation et de 2 pour le test (**Tableau V.6**). Dans cette recherche, l'algorithme de Levenberg-Marquardt a été choisi pour entraîner le modèle ANN afin de prédire l'absorption d'eau du HDPE/WF. Une configuration répétée du réseau a été effectuée pour la formation après la collecte des données d'entrée et des cibles. L'architecture du réseau ANN, qui était composée de trois couches : entrée, cachée et sortie, a été illustrée à la **Figure V.4.a**. L'opération de formation et la validation se sont terminées à 11 itérations comme le montrent les **Figures V.4.b** et **c**, une fois qu'une validation optimisée a été enregistrée à 0,0041767 par le gradient à la onzième itération. ANN a considéré ce point d'arrêt comme un point optimal, au-delà de ce point, le biais de validation a dépassé les tolérances acceptables. Au moyen des erreurs, l'histogramme des erreurs distribuées sur un intervalle de 20 cases produites dans le réseau du modèle pendant la formation, la validation et les tests ont été générés comme illustré dans la **Figure V.4.d**. Les résultats ANN du processus de modélisation sont représentés à la **Figure V.5** par rapport aux données réelles pour le composite PEHD/WF tout au long de la formation, de la validation et des essais. La variabilité des données expérimentales est reflétée par le coefficient de détermination R2 qui indique le niveau de prédiction du modèle [32]. Le niveau de précision de la corrélation pour la formation, la validation, le test et le total est de 0,9955, 0,9999, 0,9915 et 0,9957, ce qui donne confiance dans le modèle résultant. Les valeurs prédites par l'ANN se rapprochent du seuil de parité, elles concordent bien avec celles déterminées expérimentalement. Par conséquent, une prédiction fiable de l'absorption d'eau des biocomposites HDPE/WF peut être effectuée par la technique ANN.



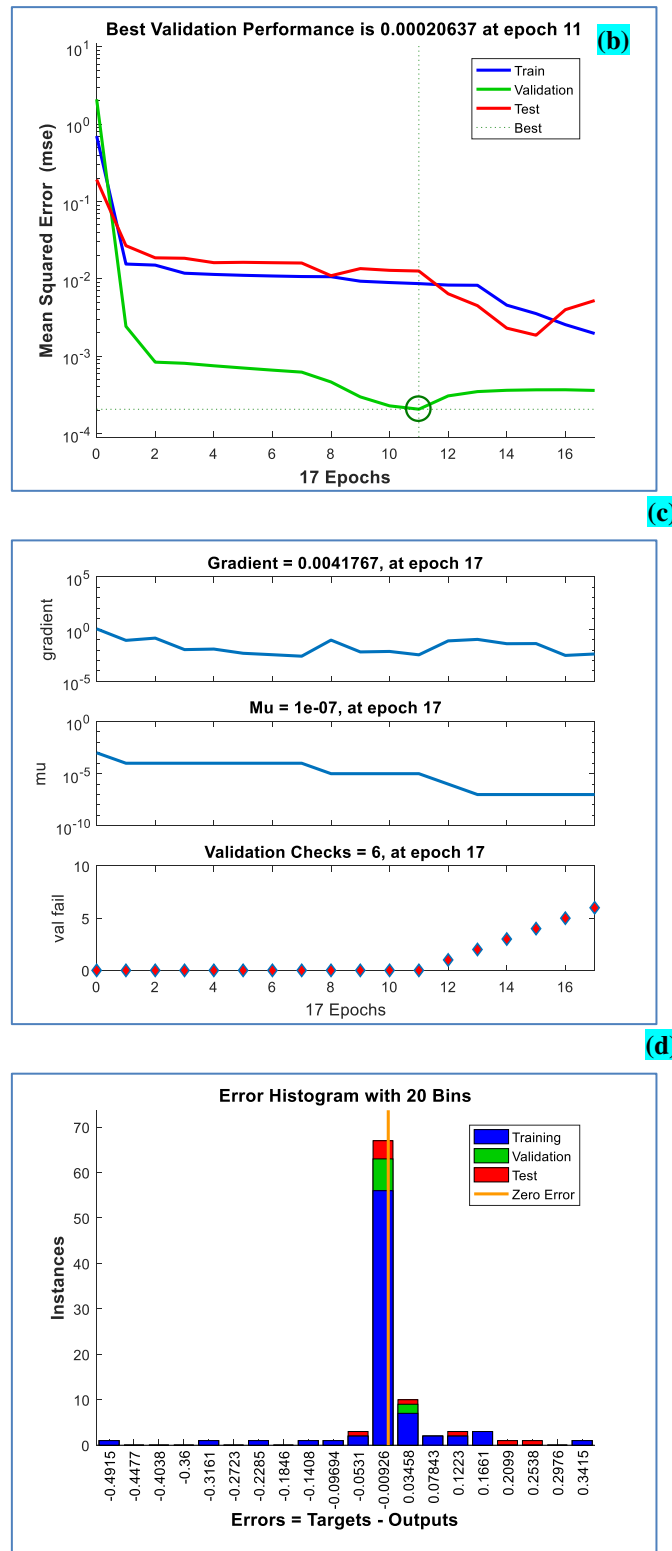


Figure V.4 Graphiques du processus d'absorption d'eau utilisé dans cette étude (a) architecture ANN, (b) l'erreur quadratique moyenne en fonction des périodes de test, (c) illustrations des conditions d'entraînements et (d) résidus d'erreur pour l'absorption d'eau des biocomposites HDPE/WF.

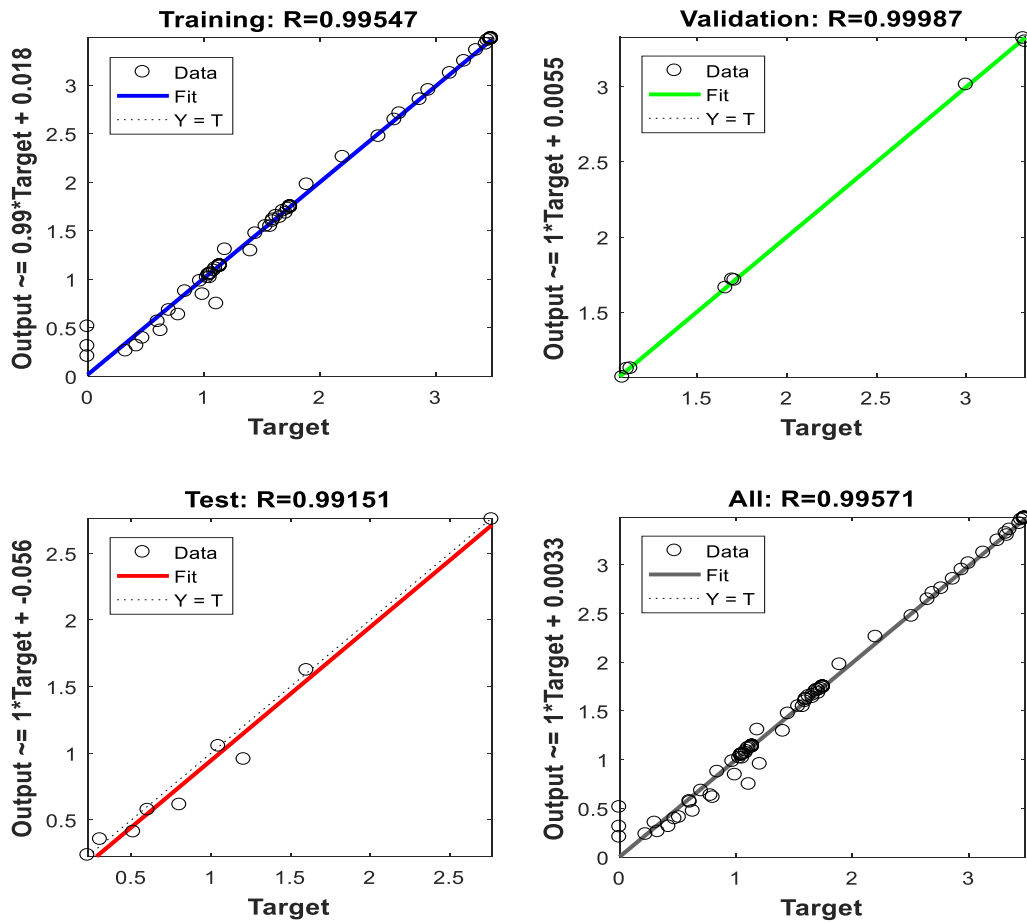


Figure V.5 Corrélation entre les données expérimentales et les résultats ANN obtenus

Tableau V.6 Composition ANN des échantillons de l'étude.

	Échantillons	R	MSE
Formation	21	0.9997	0.000663
Validation	2	0.9988	0.00356
Test	2	0.9671	0.0220

V.3.6 Analyse comparative des performances du modèle

Les résultats prédits des deux modèles ANN et RSM et ceux observés expérimentalement sont présentés dans le Tableau V.3 et la Figure V.6.a. On constate que ces modèles décrivent de manière satisfaisante les résultats observés expérimentalement, assurant ainsi une bonne simulation des expériences. On a observé que les pourcentages d'erreur du modèle RSM dans la prédiction de l'absorption d'eau sont plus élevés que ceux du modèle

ANN, comme le montre la [Figure V.6.b](#), ce qui permet de conclure que le modèle ANN offre une prédiction plus précise que le modèle RSM. Comme le taux d'erreur est faible, la procédure d'optimisation est adaptée pour que les prédictions du modèle soient très efficaces.

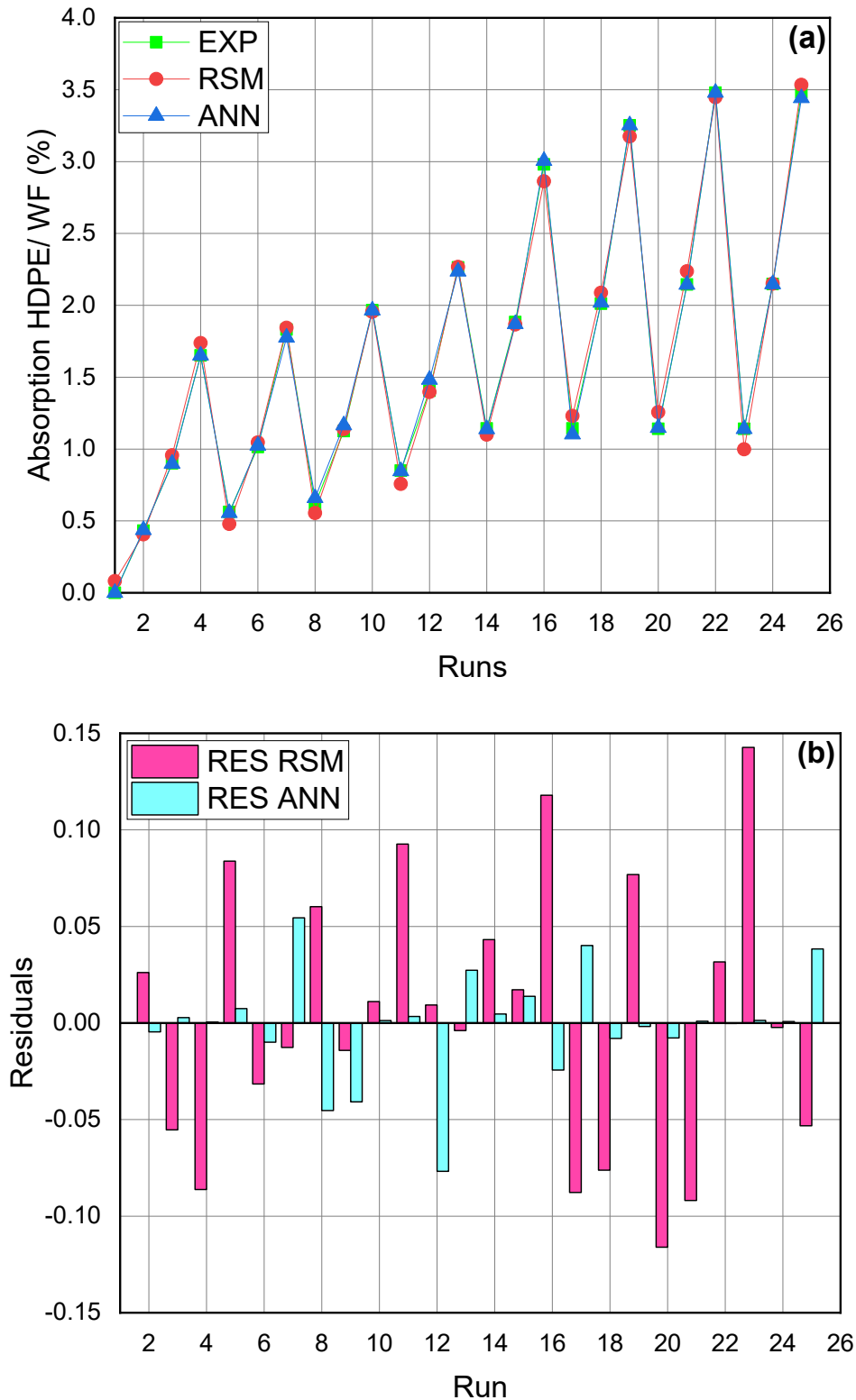
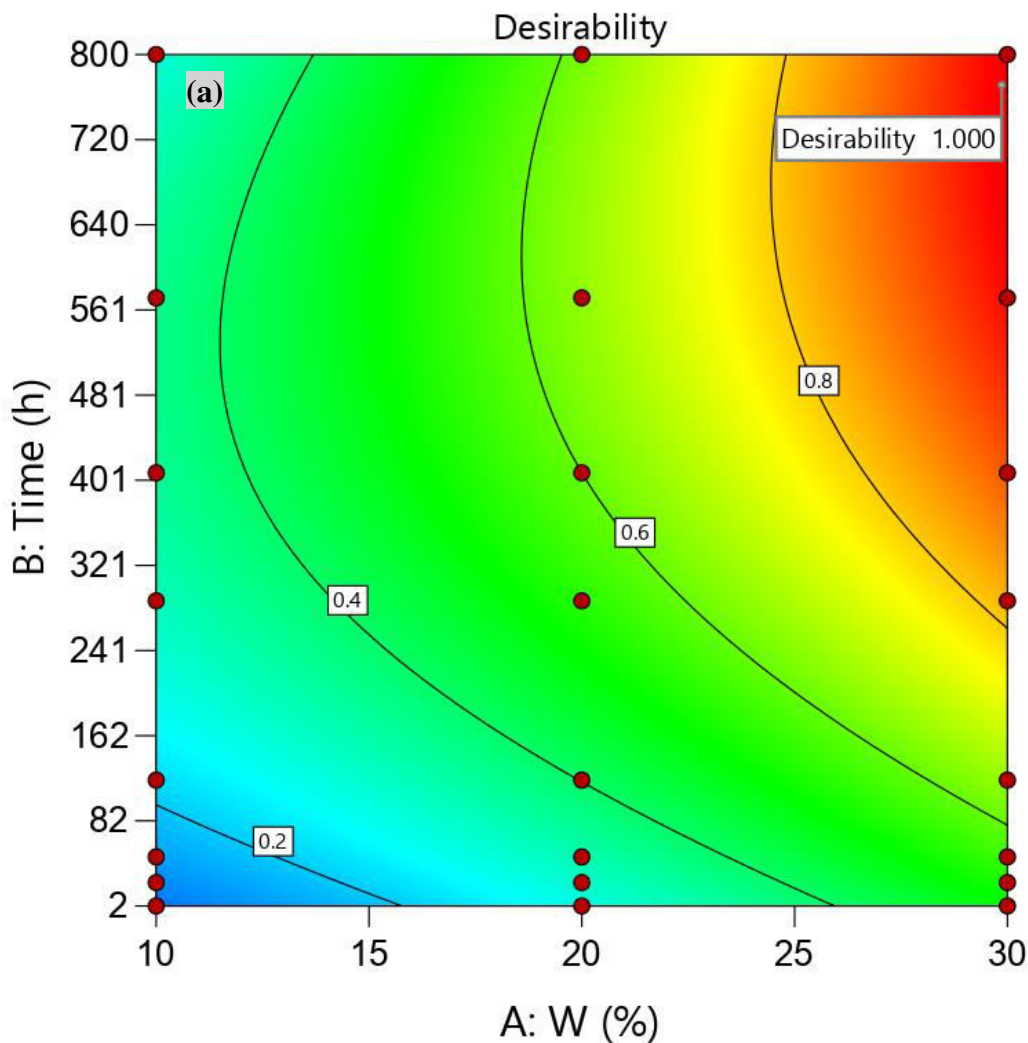


Figure V.6 Comparaison des valeurs prédictives RSM et ANN des biocomposites PEHD/WF (a) modèles et (b) erreurs résiduelles.

V.3.7 Processus d'optimisation par RSM

RSM a été utilisé pour optimiser le processus d'absorption d'eau. L'objectif est d'évaluer la capacité d'absorption la plus élevée compte tenu des exigences expérimentales. La fonction de désirabilité du meilleur modèle prédictif issue du processus d'optimisation a été utilisée à ce but (Figures V.7 et 8). Les paramètres et plages d'optimisation étaient la teneur en fibres (10 à 30%) et le temps d'immersion (2 à 800h). Le meilleur ajustement pour le temps d'immersion et la teneur en fibres pour une absorption maximale, dans la plage et minimale a été trouvé à 686,70h et 29,81%, 83,30h et 22,63% et 2h et 10,26% respectivement (Tableau V.7). La valeur optimale de 1,83 a été obtenue pour l'absorption d'eau, celle-ci a été confirmée dans le tracé de contour et les tracés 3D.



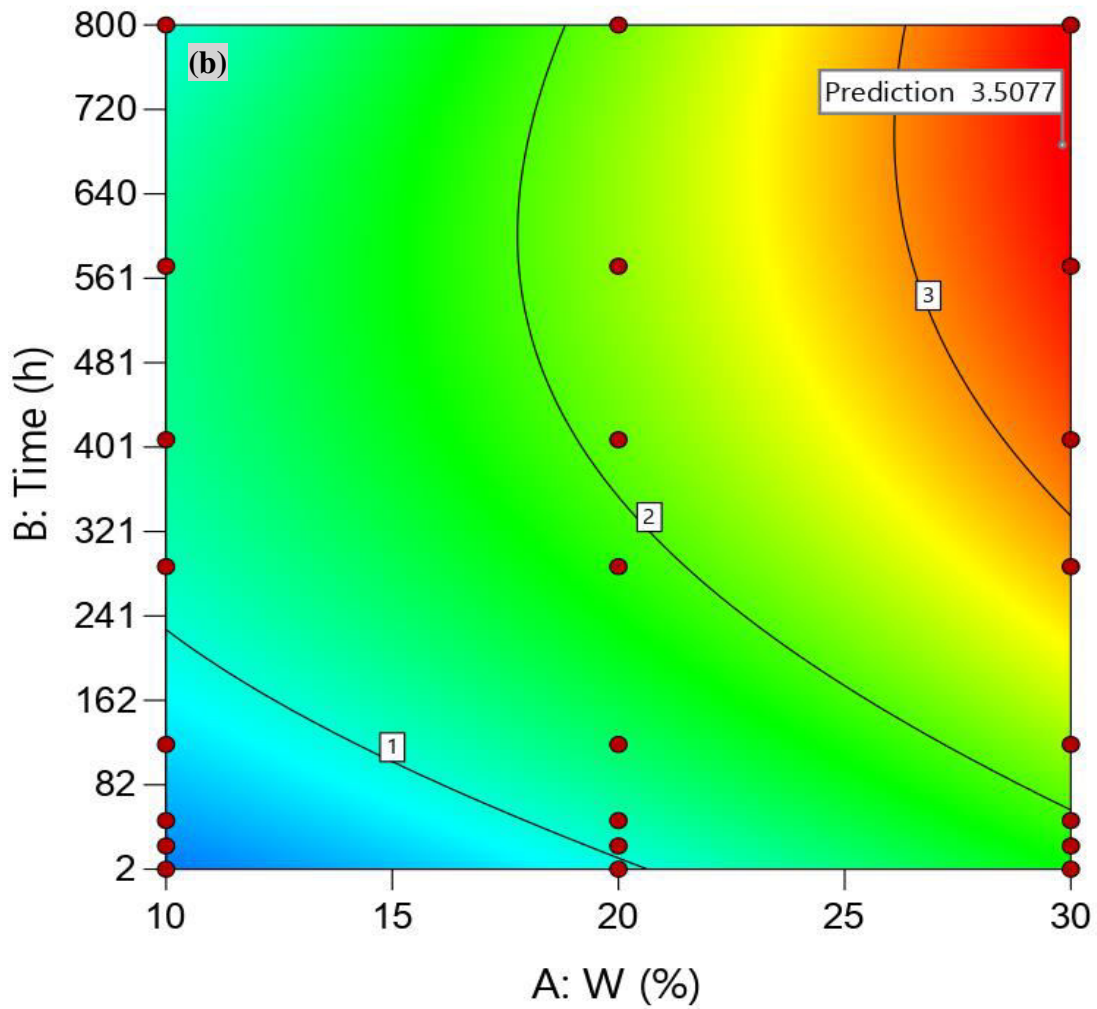


Figure V.7 Contours de surface de (a) désirabilité et (b) prédiction optimale pour une absorption d'eau maximale.

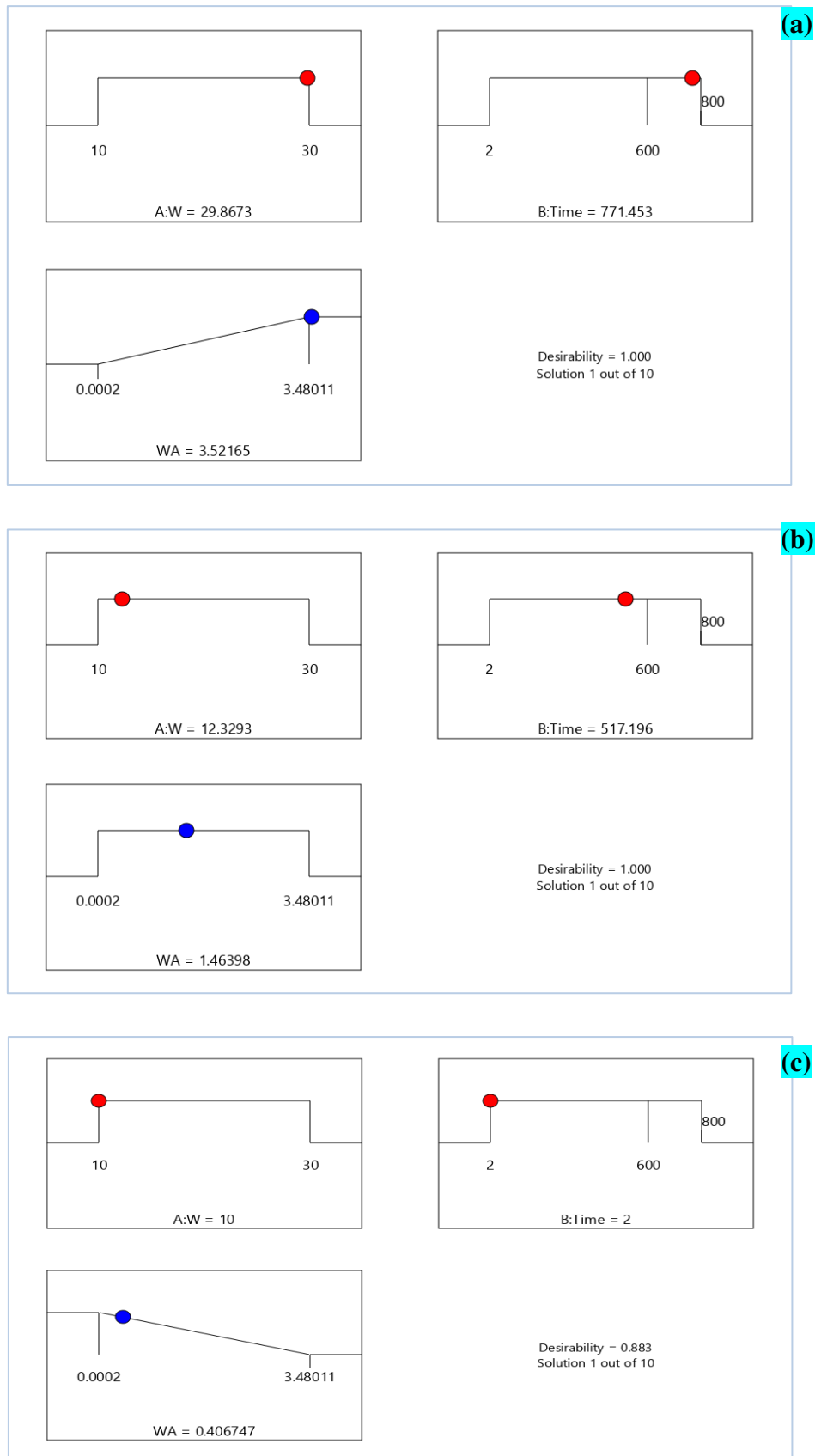


Figure V.8 Diagramme de désirabilité de l'absorption des biocomposites HDPE/WF (a) maximum, (b) dans la plage et (c) minimum.

Tableau V.7 Optimisation de la réponse basée sur RSM.

Numéro	temps (h)	W (%)	Absorption WA (%)	Désirabilité	
Objectif : maximiser l'absorption					
1	686.682	29.814	3.508	1.000	sélectionné
2	743.640	29.684	3.498	1.000	
3	692.090	29.611	3.481	1.000	
4	800.000	30.000	3.533	1.000	
5	696.858	29.702	3.495	1.000	
Objectif : limiter l'absorption max-min					
1	83.298	22.631	1.469	1.000	sélectionné
2	408.000	20.000	2.088	1.000	
3	24.000	20.000	1.046	1.000	
4	572.000	30.000	3.449	1.000	
5	408.000	10.000	1.230	1.000	
Objectif : minimiser l'absorption					
1	2.000	10.000	0.407	0.883	
2	2.000	10.103	0.411	0.882	
3	2.001	10.262	0.418	0.880	sélectionné
4	2.001	10.455	0.427	0.877	
5	2.001	10.767	0.441	0.873	

V.4 Conclusion

Dans ce chapitre on a étudié l'influence de la teneur en fibres et du temps d'immersion sur l'absorption d'eau des biocomposites HDPE/WF. Les expériences ont été effectuées par la méthode CCD de RSM. Dans cette étude, la modélisation et l'optimisation de l'absorption d'eau ont été détaillées. De nombreuses conclusions pertinentes ont été tirées de cette étude. On a remarqué que l'absorption d'eau augmente avec la teneur en fibres de Washingtonia filifera ainsi qu'avec le temps d'immersion, et le phénomène d'absorption est rapide dans la première phase des tests, atteignant le niveau de saturation après 408 heures d'immersion. Les résultats de l'ANOVA ont montré que le modèle quadratique est statistiquement significatif pour les composites HDPE/ % WF, cela est dû au fait que les valeurs P sont inférieures à 0,05

et que la valeur F était supérieure à F critique. Les résultats de la valeur prédite RSM décrivent de manière satisfaisante ceux obtenus expérimentalement. La méthodologie de la surface de réponse (RSM) est un bon outil de modélisation pour aider à identifier les principaux facteurs significatifs et leur interaction. Les valeurs optimales de la teneur en fibres et du temps d'immersion pour un processus d'absorption maximum, minimum et dans la plage ont été trouvées à (686,70h et 29,81%), (2h et 10,26%) et (83,30h et 22,63%) respectivement pour les biocomposites HDPE/WF élaborés. Par conséquent, l'approche RSM peut prédire de manière fiable l'absorption d'eau des biocomposites HDPE/WF.

V.5 Références

- [1] Z. Salleh, Y. M. Taib, K. M. Hyie, M. Mihat, M. N. Berhan, and M. A. A. Ghani, “Fracture toughness investigation on long kenaf/woven glass hybrid composite due to water absorption effect,” *Procedia Eng.*, vol. 41, no. Iris, pp. 1667–1673, 2012.
- [2] H. Alamri and I. M. Low, “Effect of water absorption on the mechanical properties of nanoclay filled recycled cellulose fibre reinforced epoxy hybrid nanocomposites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 44, no. 1, pp. 23–31, 2013.
- [3] D. B. Dittenber and H. V. S. Gangarao, “Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, no. 8, pp. 1419–1429, 2012.
- [4] P. K. Aggarwal, N. Raghu, A. Karmarkar, and S. Chuahan, “Jute-polypropylene composites using m-TMI-grafted-polypropylene as a coupling agent,” *Mater. Des.*, vol. 43, pp. 112–117, 2013.
- [5] M. K. Alam, M. A. Khan, and E. H. Lehmann, “Comparative study of water absorption behavior in biopol® and jute-reinforced biopol® composite using neutron radiography technique,” *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 25, no. 11, pp. 1179–1187, 2006.
- [6] A. Céline, S. Fréour, F. Jacquemin, and P. Casari, “Characterization and modeling of the moisture diffusion behavior of natural fibers,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 130, no. 1, pp. 297–306, 2013.
- [7] E. H. Saidane, D. Scida, M. Assarar, and R. Ayad, “Assessment of 3D moisture diffusion parameters on flax/epoxy composites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 80, pp. 53–60, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.10.008>.
- [8] A. Arbelaiz, B. Fernández, J. A. Ramos, A. Retegi, R. Llano-Ponte, and I. Mondragon, “Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, no. 10, pp. 1582–1592, 2005.
- [9] E. Mahdi, D. R. H. Ochoa, A. Vaziri, A. Dean, and M. Kucukvar, “Khalasa Date Palm Leaf Fiber as a Potential Reinforcement for,” *Compos. Struct.*, p. 113501, 2020, doi: [10.1016/j.compstruct.2020.113501](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2020.113501).

- [10] J. O. Ighalo, C. A. Igwegbe, A. G. Adeniyi, and S. A. Abdulkareem, “Artificial Neural Network Modeling of the Water Absorption Behavior of Plantain Peel and Bamboo Fibers Reinforced Polystyrene Composites,” *J. Macromol. Sci. Part B*, pp. 1–13, Jan. 2021, doi: 10.1080/00222348.2020.1866282.
- [11] A. Le Duigou, A. Bourmaud, and C. Baley, “In-situ evaluation of flax fibre degradation during water ageing,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 70, pp. 190–200, 2015, doi: 10.1016/j.indcrop.2015.03.049.
- [12] B. Djellouli, W. Zouari, M. Assarar, and R. Ayad, “Analysis of the hygroscopic and hygroelastic behaviours of water aged flax-epoxy composite,” *Compos. Struct.*, p. 113692, 2021, doi: 10.1016/j.compstruct.2021.113692.
- [13] D. Scida, M. Assarar, C. Poilâne, and R. Ayad, “Influence of hygrothermal ageing on the damage mechanisms of flax-fibre reinforced epoxy composite,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 48, pp. 51–58, 2013, doi: 10.1016/j.compositesb.2012.12.010.
- [14] M. Cheng *et al.*, “Environmental durability of carbon/flax fiber hybrid composites,” *Compos. Struct.*, vol. 234, no. September 2019, p. 111719, 2020, doi: 10.1016/j.compstruct.2019.111719.
- [15] R. Q. C. Melo, M. V. Lia Fook, and A. G. B. Lima, “Non-fickian moisture absorption in vegetable fiber reinforced polymer composites: The effect of the mass diffusivity,” *Polymers (Basel)*, vol. 13, no. 5, pp. 1–33, 2021, doi: 10.3390/polym13050761.
- [16] I. C. Ositadinma, N. J. Tagbo, and O. C. Elijah, “Optimum Process Parameters for Activated Carbon Production from Rice Husk for Phenol Adsorption,” *Curr. J. Appl. Sci. Technol.*, vol. 36, no. 6, pp. 1–11, 2019, doi: 10.9734/cjast/2019/v36i630264.
- [17] M. Boumaaza, A. Belaadi, and M. Bouchak, “The Effect of Alkaline Treatment on Mechanical Performance of Natural Fibers-reinforced Plaster: Optimization Using RSM,” *J. Nat. Fibers*, vol. 18, no. 12, 2020, doi: 10.1080/15440478.2020.1724236.
- [18] 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. 7–8, pp. 2073–2094, 2020, doi: 10.1007/s00170-020-06217-6.

- [19] Z. Tabet, A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bouchak, “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.
- [20] 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.*, vol. 116, no. 9, pp. 2885–2907, 2021, doi: 10.1007/s00170-021-07628-9.
- [21] R. U. Owolabi, M. A. Usman, and A. J. Kehinde, “Modelling and optimization of process variables for the solution polymerization of styrene using response surface methodology,” *J. King Saud Univ. - Eng. Sci.*, vol. 30, no. 1, pp. 22–30, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jksues.2015.12.005>.
- [22] C. H. Shen and G. S. Springer, “Moisture Absorption and Desorption of Composite Materials,” *J. Compos. Mater.*, vol. 10, no. 1, pp. 2–20, 1976, doi: 10.1177/002199837601000101.
- [23] D. Krishnaiah, A. Bono, R. Sarbatly, R. Nithyanandam, and S. M. Anisuzzaman, “Optimisation of spray drying operating conditions of *Morinda citrifolia* L. fruit extract using response surface methodology,” *J. King Saud Univ. - Eng. Sci.*, vol. 27, no. 1, pp. 26–36, 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jksues.2012.10.004>.
- [24] M. Boumaaza, A. Belaadi, and M. Bouchak, “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.
- [25] C. E. Onu, J. T. Nwabanne, P. E. Ohale, and C. O. Asadu, “Comparative analysis of RSM, ANN and ANFIS and the mechanistic modeling in eriochrome black-T dye adsorption using modified clay,” *South African J. Chem. Eng.*, vol. 36, pp. 24–42, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.sajce.2020.12.003>.
- [26] T. O. Azeez, D. O. Onukwuli, J. T. Nwabanne, and A. T. Banigo, “*Cissus Populnea* Fiber - Unsaturated Polyester Composites: Mechanical Properties and Interfacial Adhesion,” *J. Nat. Fibers*, vol. 17, no. 9, pp. 1281–1294, 2020, doi:

- 10.1080/15440478.2018.1558159.
- [27] M. Boumaaza, A. Belaadi, M. Bouchak, M. Jawaid, and H. Satha, “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>.
- [28] J. O. Ighalo, C. A. Igwegbe, A. G. Adeniyi, and S. A. Abdulkareem, “Artificial Neural Network Modeling of the Water Absorption Behavior of Plantain Peel and Bamboo Fibers Reinforced Polystyrene Composites Journal of Macromolecular Science , Part B Artificial Neural Network Modeling of the Water Absorption Behavior of Plan,” *J. Macromol. Sci. Part B*, vol. 0, no. 0, pp. 1–13, 2021, doi: [10.1080/00222348.2020.1866282](https://doi.org/10.1080/00222348.2020.1866282).
- [29] X. Wang, Y. Li, Y. Yan, E. Wright, N. Gao, and G. Chen, “Prediction on the viscosity and thermal conductivity of hfc/hfo refrigerants with artificial neural network models,” *Int. J. Refrig.*, vol. 119, pp. 316–325, 2020, doi: [10.1016/j.ijrefrig.2020.07.006](https://doi.org/10.1016/j.ijrefrig.2020.07.006).
- [30] M. N. Q. Macedo, J. J. M. Galo, L. A. L. de Almeida, and A. C. de C. Lima, “Demand side management using artificial neural networks in a smart grid environment,” *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 41, pp. 128–133, 2015, doi: [10.1016/j.rser.2014.08.035](https://doi.org/10.1016/j.rser.2014.08.035).
- [31] M. Fan *et al.*, “Artificial neural network modeling and genetic algorithm optimization for cadmium removal from aqueous solutions by reduced graphene oxide-supported nanoscale zero-valent iron (nZVI/rGO) composites,” *Materials (Basel)*, vol. 10, no. 5, 2017, doi: [10.3390/ma10050544](https://doi.org/10.3390/ma10050544).
- [32] A. G. Adeniyi, J. O. Ighalo, and G. Marques, “Utilisation of machine learning algorithms for the prediction of syngas composition from biomass bio-oil steam reforming,” *Int. J. Sustain. Energy*, vol. 40, no. 4, pp. 310–325, 2021, doi: [10.1080/14786451.2020.1803862](https://doi.org/10.1080/14786451.2020.1803862).
- [33] A. Malloum, A. El Mahi, and M. Idriss, “The effects of water ageing on the tensile static and fatigue behaviors of greenpoxy–flax fiber composites,” *J. Compos. Mater.*, vol. 53, no. 21, pp. 2927–2939, 2019, doi: [10.1177/0021998319835596](https://doi.org/10.1177/0021998319835596).
- [34] K. M. Mannan and M. A. I. Talukder, “Characterization of raw, delignified and bleached jute fibres by study of absorption of moisture and some mechanical

- properties,” *Polymer (Guildf)*, vol. 38, no. 10, pp. 2493–2500, 1997, doi: [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(96\)00804-X](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(96)00804-X).
- [35] H. Le Man, S. K. Behera, and H. S. Park, “Optimization of operational parameters for ethanol production from Korean food waste leachate,” *Int. J. Environ. Sci. Technol.*, vol. 7, no. 1, pp. 157–164, 2010, doi: 10.1007/BF03326127.
- [36] B. Dan-asabe and A. A. Galadi, “Mathematical Modeling of the Flexural Strength, Impact Energy and Water Absorption of a Pineapple Fibre-HDPE Composite using RSM Technique,” *J. Polym. Compos.*, vol. 5, no. 2, pp. 42–49, 2017.
- [37] N. Benzannache, A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bouchak, “Improving the mechanical performance of biocomposite plaster/ Washingtonian filifira fibres using the RSM method,” *J. Build. Eng.*, vol. 33, no. September 2020, p. 101840, 2021, doi: 10.1016/j.job.2020.101840.
- [38] A. Rai, B. Mohanty, and R. Bhargava, “Supercritical extraction of sunflower oil: A central composite design for extraction variables,” *Food Chem.*, vol. 192, pp. 647–659, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.07.070>.
- [39] O. E. Chinonye, A. C. Oluchukwu, and O. C. Elijah, “Statistical analysis for orange G adsorption using kola nut shell activated carbon,” *J. Chinese Adv. Mater. Soc.*, vol. 6, no. 4, pp. 605–619, 2018, doi: 10.1080/22243682.2018.1534607.

Conclusion générale et perspectives

Dans ce travail, plusieurs résultats ont été obtenus sur la caractérisation mécanique, thermique, l'influence de la teneur en fibres et du temps d'immersion sur l'absorption d'eau d'un matériau biocomposite polyéthylène haute densité renforcé avec différents taux massique des fibres de *Washingtonia filifera*. Cette étude a permis de conclure ce qui suit:

- D'après les essais de traction et de flexion 3-point statique, effectués sur les matériaux biocomposites élaborés, on conclut que l'ajout des fibres de WF dans une matrice polyéthylène permet d'améliorer leurs propriétés mécaniques tels que la résistance à la traction et à la flexion, le module d'Young et le module de flexion. Les meilleures augmentations des caractéristiques mécaniques sont obtenues pour la formulation PEHD/20%WF.
- Les résultats obtenus montrent que la résistance au choc de biocomposites est proportionnelle au taux de renfort en WF jusqu'à un taux de saturation proche de 30%, mais reste toujours inférieure à 6,38 KJ/m², la valeur du PEHD vierge
- Le test de dureté montre que l'incorporation de fibres WF dans la matrice de polyéthylène a entraîné une amélioration de la dureté par rapport à la matrice vierge. En effet la valeur la plus élevée et obtenue dans le cas du PEHD/20%WF (57,33±1,78).
- Le comportement des fibres WF en termes d'absorption d'eau montre que les fibres de WF peuvent absorber jusqu'à 220% de leur masse sèche après 24 heures d'immersion. La forte absorption d'eau est due à la forte hydrophilie et à la structure interne des fibres de WF. D'autre part, on conclut que l'absorption d'eau en fonction du temps d'immersion des biocomposites PEHD/WF augmente avec l'augmentation du taux de charge en fibres naturelles.
- Les observations aux microscopes électroniques à balayage (MEB) ont mis en évidence la présence d'irrégularités et de défauts dans la morphologie des fibres et des biocomposites élaborés.
- les analyses thermogravimétriques différentielles (ATG-DSC), la diffractométrie aux rayons X (DRX) et la spectrométrie Infrarouge (IRTF) ont été utilisées afin d'étudier l'effet de la température sur la composition minéralogique des biocomposites et de suivre le comportement thermique de ces matériaux. L'analyse par DSC a montré que la plage de fusion, des biocomposites avec un renfort de 10% à 20% de fibres WF, est décalée vers les hautes températures. Cela élargi le domaine thermique d'utilisation de

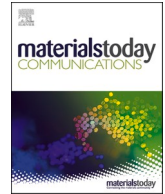
ces biomatériaux. Alors qu'avec un taux de 30% en fibres WF, la fusion du biocomposite est accélérée. En revanche, les résultats de TGA ont montré que le biocomposite avec plus de fibres WF présentait un résidu de charbon élevé après décomposition à une température de 600 ° C. D'autre part, à partir de l'analyse FTIR, on conclut que l'incorporation de la charge WF n'a pas modifié les groupes fonctionnels présents initialement dans la matrice PEHD.

- Le processus d'absorption d'eau s'est révélé suivre le mode de diffusion de Fickien. Les résultats obtenus montrent que l'ajout de fibres de *washingtonia filifera* dans les composites a permis de réduire la diffusivité. Les résultats obtenus montrent que les modèles ANN étaient très précis dans la prédiction de l'adsorption d'eau avec les coefficients de formation, de validation et de corrélation des tests de 0,9955, 0,9999 et 0,9915, respectivement.
- Les résultats obtenus montrent que l'ajout de fibres de *washingtonia filifera* dans les composites a permis de réduire la diffusivité.
- Les résultats de la valeur prédite RSM décrivent de manière satisfaisante ceux obtenus expérimentalement donc la méthodologie de la surface de réponse (RSM) est un bon outil de modélisation pour aider à identifier les principaux facteurs significatifs et leur interaction.

Enfin et pour améliorer les propriétés mécaniques et thermiques dans ces biocomposites, nous proposons comme suite à ce travail de thèse d'autres voies complémentaires comme par exemple de réaliser des biocomposites renforcés par des fibres *washingtonia filifera* traitées, la réalisation des biocomposites avec une matrice naturelle pour assurer la biodégradabilité totale.

L'utilisation de fibres naturelles pour le renforcement des plastiques est maintenant très répondeuse dans l'industrie. Elles peuvent être utilisées comme substituant à des matériaux qui coûtent cher et qui de plus ne sont pas écologiques.

ANNEXE



Structural, thermal, mechanical and physical properties of *Washingtonia filifera* fibres reinforced thermoplastic biocomposites

Abdelaziz Lekrine^a, Ahmed Belaadi^{a,b}, Azzedine Makhoul^{b,c}, Salah Amroune^d, Mostefa Bourchak^e, Hamid Satha^b, Mohammad Jawaid^{f,*}

^a Département de Génie Mécanique, Faculté de Technologie, Université 20 Août 1955 Skikda, El-Hadaiek, Skikda, Algeria

^b Laboratoire LSPN, Université 8 mai 1945 Guelma, BP 401, Guelma 24000, Algeria

^c Université Abbès Laghrour, 40000 Khenchela, Algeria

^d Laboratoire de Matériaux et Mécanique des Structures (LMMS), Université de M'sila, M'sila, Algeria

^e Aerospace Engineering Department, King Abdulaziz University, Jeddah, Saudi Arabia

^f Laboratory of Biocomposite Technology, Institute of Tropical Forestry and Forest Products (INTROP), Universiti Putra Malaysia, 43400 Serdang, Selangor, Malaysia

ARTICLE INFO

Keywords:

Washingtonia filifera fibres
High density Polyethylene
Biocomposite
Mechanical properties
Izod/Hardness testing
Thermal properties

ABSTRACT

The use of plant fibres, including those of *Washingtonia filifera* (WF), offers many advantages, such as being an ecological resource, they require low energy input in their manufacture and can be disposed of by composting at the end of their life cycle. In this work, we studied the mechanical, thermal and physical behaviour of WF fibres reinforced High Density Polyethylene (WFRHDPE) biocomposites with different mass ratios of WF fibres (10%, 20% and 30%) produced by injection moulding technique. The characterization of these novel biocomposites was carried out by using advanced equipment such as DSC-TGA, FTIR, XRD, SEM, universal testing machine, and Izod tester. The obtained results show that adding WF fibres to neat HDPE improves tensile and flexural properties but slightly reduces impact resistance. Moreover, the thermal results analysis revealed that the reinforcement by WF fibres with up to 20% in the HDPE matrix mass, decreased the melting temperature leading to rapid degradation of the biocomposite compared to that of the neat HDPE. It was concluded that WFRHDPE biocomposites with 20% of the mass ratio of WF fibres display good mechanical and thermal properties as compared with 30% WF based composites whereas thermomechanical properties decreased. WF fibre has great potential for engineering applications such as construction and furniture.

1. Introduction

Recent statistics indicate that only 6% of materials are recycled in the world while industry predicts that global resource needs are expected to double by 2050 [1,2]. With the aim of constantly reducing weight and improving performance, fibre-reinforced thermoplastics have offered the possibility of replacing metals [3,4]. However, many manufacturers are preferring to look at the cellulose fibres traditionally used in the pulp and paper industry. Such a trend is justified by the existence of fibres in large quantities in nature and the fact that they are renewable and offer excellent properties making them attractive in the fields of automotive sector, aeronautical application and rail transport [5–8], sports and leisure [9] as well as interior design and layout of houses [10–12].

Several research works have focused on the characterization of cellulosic fibres, in particular, date palm [13], sisal [14], flax [15], jute

[16,17] and *Washingtonia* [18]. Moreover, there are several types of *Washingtonia* plant such as *robusta* and *filifera*. The *Washingtonia filifera* plant (Petticoat palm) is an arbreis native from southwestern United States (California, southwestern Arizona) and north-western Mexico. It measures up to 23 m in height, whereas the stipe can reach over 20 m in height [19].

The work of Nayak and Khuntia [20] have reported the development, thermo-physical, mechanical and morphological characterisation of polyethylene terephthalate biocomposites (PET) reinforced with *Moringa oleifera* fruit treated with NaOH at different fibre levels by weight. The authors confirmed that the mechanical performances increase with the ratio of fibre amount used. The best performance is obtained for a fraction of 20 wt% of the fibres, with a tensile strength of 65.92 MPa, a flexural strength of 98.49 MPa and a Young's modulus of 3.78 GPa. Another study presented by Satapathy and Kothapalli [21] concerned

* Corresponding author.

E-mail address: jawaid@upm.edu.my (M. Jawaid).

<https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.103574>

Received 3 April 2022; Received in revised form 12 April 2022; Accepted 18 April 2022

Available online 21 April 2022

2352-4928/© 2022 Elsevier Ltd. All rights reserved.

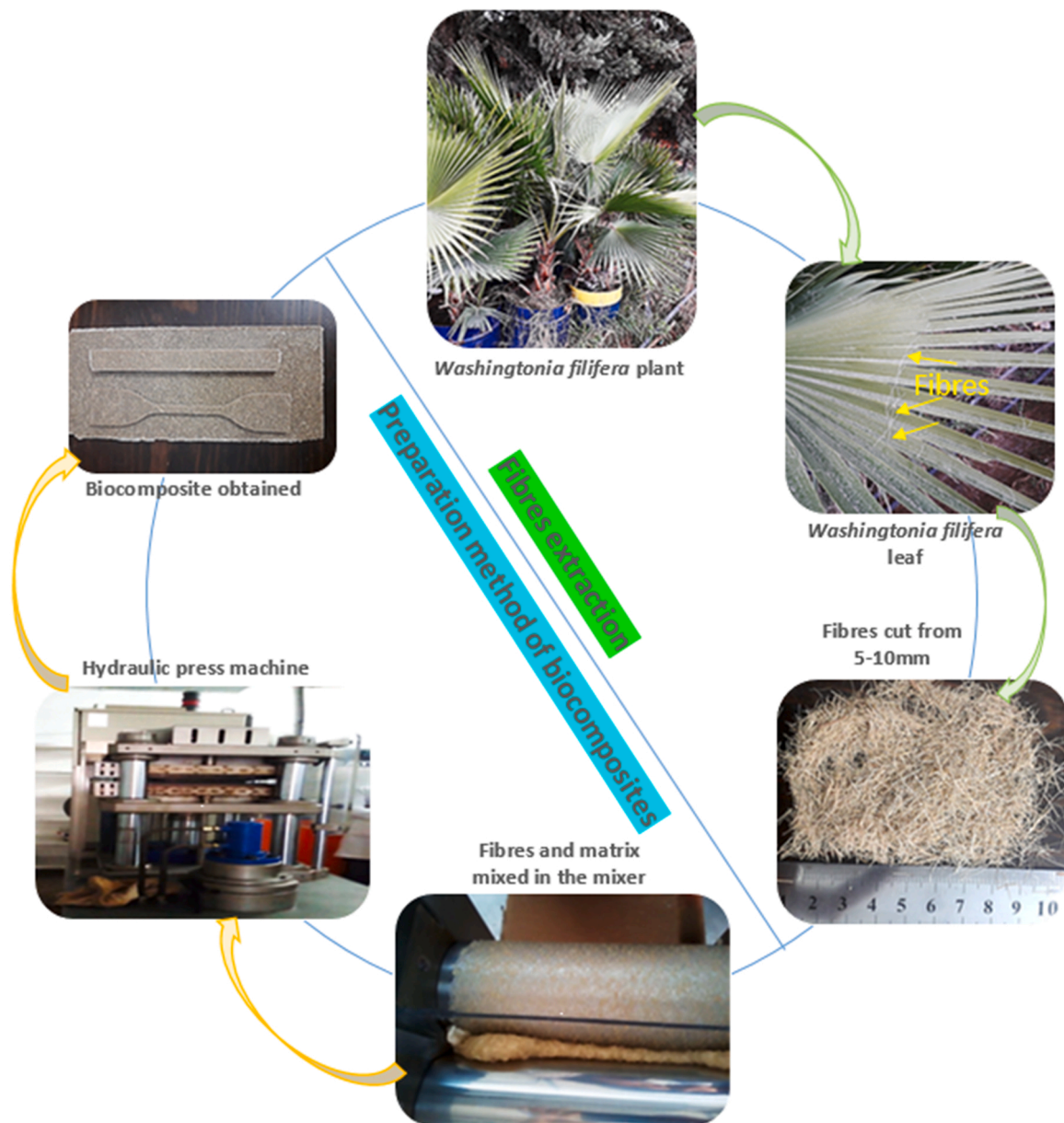


Fig. 1. Process for extracting WF fibre and preparing HDPE/WF biocomposites.

the variation of the thermomechanical and dynamic properties of recycled polyethylene biocomposites with a maleic anhydride (MA-g-HDPE) reinforced with banana fibres at different mass fraction (10%, 20% and 30%). The authors observed an increase in tensile strength and tensile modulus, deformation and flexural modulus of the different combinations studied such as 7.5% FACS, 30% BF and 3% MAg-HDPE-RHDPE compared to the RHDPE matrix (17%, 188% and 38%, 159%, respectively). Kakroodi et al. [22] compared five combinations of MAg-HDPE/CF biocomposite reinforced with hemp fibres (0%, 10% CF, 30% CF, 50% CF and 60% CF) and found that impact resistance decreased with increasing hemp content. Although samples submerged in water at higher concentrations showed some degradation for the 30% hemp biocomposites whereas the mechanical properties and thermal stability remained unchanged. Lu and Oza conducted a study on the effect of silane and NaOH treatments of hemp fibres on the thermal decomposition of HDPE matrix biocomposite [23]. The authors estimated that the thermal stability of the biocomposite is only obtained with treated fibres. Oksman and Clemons [24] have shown that mechanical properties increase by using small well dispersed particles. To

obtain a stronger material and increased rigidity, it is therefore preferable to use fibres rather than wood flour. The work of Migneault et al. [25] revealed that the characteristics of HDPE loaded with wood fibres increase with increasing fibres size. The addition of wood fibres improves the mechanical and physical characteristics of the biocomposite. However, for higher fibres content, the strength begins to decrease, which causes a difference in stress distribution and therefore degrades the elongation properties and impact resistance [26]. Stark et al. [27] tested biocomposites produced from Polypropylene with 20–40% in mass of wood flour. They showed that the higher the fibre content, the greater the absorption of moisture, leading to a decrease in mechanical properties. They confirmed the results of Lin et al. [28] who tested the effect of moisture absorption on the mechanical characteristics of composites made of PP and wood fibres. Recently, Makhlof et al. [29] presented a study on HDPE/flax biocomposites with different formulations under tensile loading and 3-point bending. The ratio of reinforcement varies from 5% to 20% of flax fibres at different temperature heating rates, namely 5, 10, 20 °C/min. Increases were seen such as a tensile strength of 24–35 MPa and a flexural strength of 15.82–19.72

Table 1
Codification of samples used in this work.

Code	Biocomposites
Neat HDPE	Neat High Density Polyethylene
HDPE/10%WF	HDPE with 10% of WF in weight
HDPE/20%WF	HDPE with 20% of WF in weight
HDPE/30%WF	HDPE with 30% of WF in weight

MPa over neat HDPE. Likewise, the thermal study shows that the rate of heating significantly affects thermal behaviour and shifted the degradation peak to high temperatures. Singh et al. [30] studied the wetting behaviour in various environments of HDPE/kenaf biocomposites produced by microwave-assisted compression moulding at a mass ratio of 30% conditioned for six months. These authors found that the thickness swelling, and liquid absorption were lowest for vegetable oil and highest for distilled water. Additionally, the results showed that samples immersed in NaOH for a concentration of 5% degrade rapidly compared to samples immersed in vegetable oil. Subsequently, due to the lower variation in Raman intensities (1.7 cm^{-1}), the liquids used have less impact on the HDPE/kenaf biocomposite.

Currently, there are many solutions to reduce the phenomenon of moisture absorption [31]. The general principle consists of modifying the chemical groups, the surface roughness or the polysaccharide content. Thus, in view of the use and exploitation of these types of fibres it is important to know their structural, thermo-physical, chemical and mechanical characteristics [32]. Ugochukwu et al. [33] investigated the effect of distilled water on the physical and mechanical properties of Napier fibres reinforced epoxy biocomposites (NFFEs) by testing different levels by weight of NFFE (5–15%). In addition, the researchers carried out humidity exposure tests to determine the critical weather conditions of the biocomposites produced. The authors observed that after exposure of the samples to distilled water, an important increase in scratch resistance properties was noticed. Composites with 10% NFFE performed better than others after exposure. Another experimental study presented by Ighalo et al. [34] aimed to model the water diffusion behaviour using ANN modelling on hybrid biocomposites made by a polystyrene matrix reinforced with powders of plantain bark and bamboo fibres. The authors detected that water absorption increased with the ratio of fibres reinforcement and the duration of immersion. Another similar study, carried out by Saidane et al. [35] consisted of estimating the experimental and analytical parameters (3D Fick model) of the moisture diffusion of flax/epoxy biocomposites with different quasi-unidirectional and twill configurations. The specimens were subjected to three aging conditions for several days to assess the percentage of water absorption as a function of time.

A new ecological and renewable biocomposite consisting mainly of a reinforced polymer matrix (HDPE), and this for a first approach, by means of plant fibres obtained from palm leaves of the *Washingtonia filifera* (WF) plant, has been developed in this innovative work based on the process of elaboration and mechanical and thermo-physio-chemical characterization. In the literature, there is little work dealing with this plant in the field of natural fibres. In addition, the leaves of this plant are pruned annually, and their waste is usually burned. As a result, their leaves are thus likely to constitute a resource of recyclable and sustainable materials in Algeria. To the best of our knowledge, WF fibre has been the subject of a single study as a plaster matrix biocomposite by Benzannache et al. [19]. Part of their work was focused on the mechanical study of 60 individual WF fibres with GL = 40 mm. However, given the rare publications made on this new fibre, the present work proposes a new study of this same fibre with a gauge length GL equal to 10 mm, subsequently allowing a statistical study to be carried out using the Weibull 2 method-setting.

2. Experimental methods

2.1. Materials

The fibres used in this work are WF fibres. The fibre is easily cultivated locally in the region of Skikda-Algeria. This is because WF fibres are manually extracted and then immersed in distilled water to wash away surface impurities. To remove moisture, the fibres were dried under natural conditions (at room temperature, 20 °C for 10 days) before making the biocomposite. Additionally, the HDPE used has the reference PPC10642, it was supplied by SABIC Petrochemicals with the characteristics: Average density of 0.96, MFI of 0.4% and 95% pure.

2.2. Fabrication of biocomposites

The production of the biocomposite was carried out on two Thermotron-C. W type rollers Brabender (Model T303, Fig. 1). Initially, 20% by mass HDPE was melted on the rollers at 170 °C [36]. The WF fibres were cut (between 5 and 10 mm) and the rest of the HDPE was added and mixed for 7 min at 60 rpm, then the biocomposite was mixed 5–6 times for 5 min in order to improve the performance homogeneity of the material. Afterwards, the produced biocomposite was removed from the rolls and cut according to the size of the mould. The samples were prepared in a mould which was maintained at $190 \pm 3 \text{ °C}$ by means of a press of the Dake brand (Fig. 1) for 20 min under a pressure of 20 MPa. Finally, the mould was cooled to 60 °C with cold water. Table 1 groups together the mass compositions of the various formulations produced.

2.3. Characterization

2.3.1. SEM analysis

The machine used for the morphological study of WFs and HDPE/WF samples is JEOL 840 A LGS SEM in topographic mode. To ensure electrical conductivity at the surface, the specimens were coated with Au-Pd by sputtering. The tests were carried out with an electronic acceleration voltage of 3–5 kV.

2.3.2. X-ray diffraction

The structural study of the samples by XRD is carried out with a device of the Bruker D8 ECO type which is equipped with a copper anticathode tube with a wavelength $K_{\alpha 1} = 0.15406 \text{ nm}$. The experimental parameters are: current $I = 20 \text{ mA}$, voltage $U = 40 \text{ kV}$, $2\theta = 10\text{--}40^\circ$ with rotation $= 2^\circ/\text{min}$. XRD results were analysed by EVA software. The crystallite size was measured using Scherer's defined by equation Eq. 1 [37]. Where: D = crystallite size (nm), $k = 0.9$ (Scherer's constant), λ = wavelength (0.1541 nm for K_{α} (Copper)), β = FWHM (radians) and θ = peak position (radians). The crystallinity index (CI) was obtained according to the empirical method of Segal et al. [38], by calculating the ratio of the crystallized area to the total area as shown in the Eq. 2. Where: I_{002} : the maximum intensity of the crystalline region and I_{am} : the weakest intensity of the amorphous region.

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos(\theta)} \quad (1)$$

$$CI\% = \left[\frac{I_{200} - I_{AM}}{I_{200}} \right] \times 100 \quad (2)$$

2.3.3. FTIR analysis

The analysis of the chemical functions of the samples was carried out by Fourier transform infrared spectroscopy using a Perkin Elmer Spectrum RX1 device. The test parameters are: sweeping 32 with a spectral range of 500–4000 cm^{-1} in transmission mode at 4 cm^{-1} .

2.3.4. DSC-TG analysis

The thermal analysis of the various samples (WFs, pure HDPE and

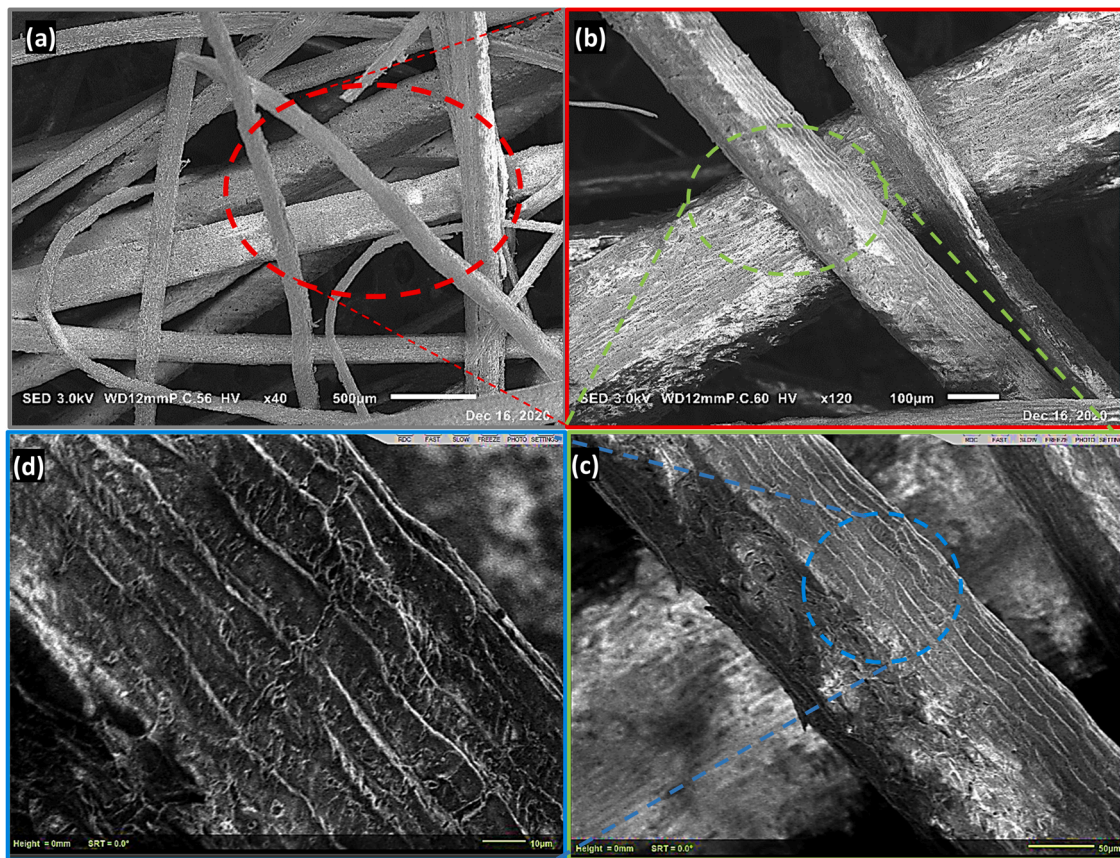


Fig. 2. SEM observations of the longitudinal view of the *Washingtonia filifera* fibres.

HDPE / WF) was carried out by a coupled machine DSC-TG of the NETZSCH STA 449 F3 Jupiter brand. The test parameters are: the heating rate is 10 °C/min, the mass of the samples is 10–15 mg under nitrogen flow.

2.3.5. Water absorption

The study of the effect of the *Washingtonia filifera* fibres content on the diffusion kinetics of HDPE/WF biocomposites by total immersion in distilled water at 25 °C consists of following the evolution of the mass of the samples over time and then taking measurement at regular intervals over a total period of 21 days (500 h).

Before measuring the mass, the samples, once removed from the water, were lightly wiped with absorbent paper to get rid of the film of water present on the surface. The water absorption tests were carried out according to the ASTM standard method D1037–99 [39]. The weighing was carried out on an electronic balance (measurement precision = 0.0001 g). During aging, the gain in mass of a biocomposite sample at time t expressed as a percentage, M_t (%), was determined according to Eq. 3. With m_t : mass of the composite at time t ; m_0 : initial mass of the dry sample.

$$M_t(\%) = \frac{(m_t - m_0)}{m_0} \times 100 \quad (3)$$

2.3.6. Mechanical properties

Tensile and flexural specimens are characterized with a universal testing machine type Zwick Rowell Z005 with a capacity of 5 kN at a constant speed of 1 mm/min. The specimens are prepared with the moulding machine according to the ASTM standard D638–14 [40] for the tensile tests and for the 3-point bending tests, ASTM standard D790–17 [41] was chosen. The tests were repeated 6 times for each formulation under standard conditions (humidity of about 40% and temperature

of 23 °C).

2.3.7. Izod Impact tests

For the Izod tests, we used an Instron CEAST 9050 brand machine equipped with a 0.5 J hammer. The resilience and brittle ductility were measured by the pendulum of the machine according to ASTM standard D256 - 10e1 [42]. Six samples of each formulation were tested.

2.3.8. Hardness tests

Hardness tests of the formulation were carried out using a scale of a Shore D analogue hardness tester according to ASTM standard D2240–15e1 [43]. Six samples of each composition were tested. Each test was repeated at least 10 times for all samples.

3. Results and discussion

3.1. SEM analysis

Fig. 2 illustrates micrographs of the longitudinal topographic view surface obtained with a scanning electron microscope of the *Washingtonia filifera* fibre. This figure shows that the morphology of the fibre surface is rough and is not identical since the *Washingtonia fibres* were directly subjected in nature to climate change. Whereas Fig. 3 shows SEM micrographs of the fibre reinforced HDPE biocomposite of *Washingtonia filifera*. These images show the presence of porosity inside the biocomposite (Fig. 3d); which promotes the water absorption capacity of the HDPE/WF formulation. Likewise, micro-defects which occur during the manufacture of biocomposites are recorded (Fig. 3a). On the other hand, Fig. 3c shows the presence of microfibrils at the matrix/fibre interface of HDPE/WF, these defects are due to the manual implementation of the mixture. To explain the phenomenon of adhesion between the fibres and the polymer matrix, the theory described by

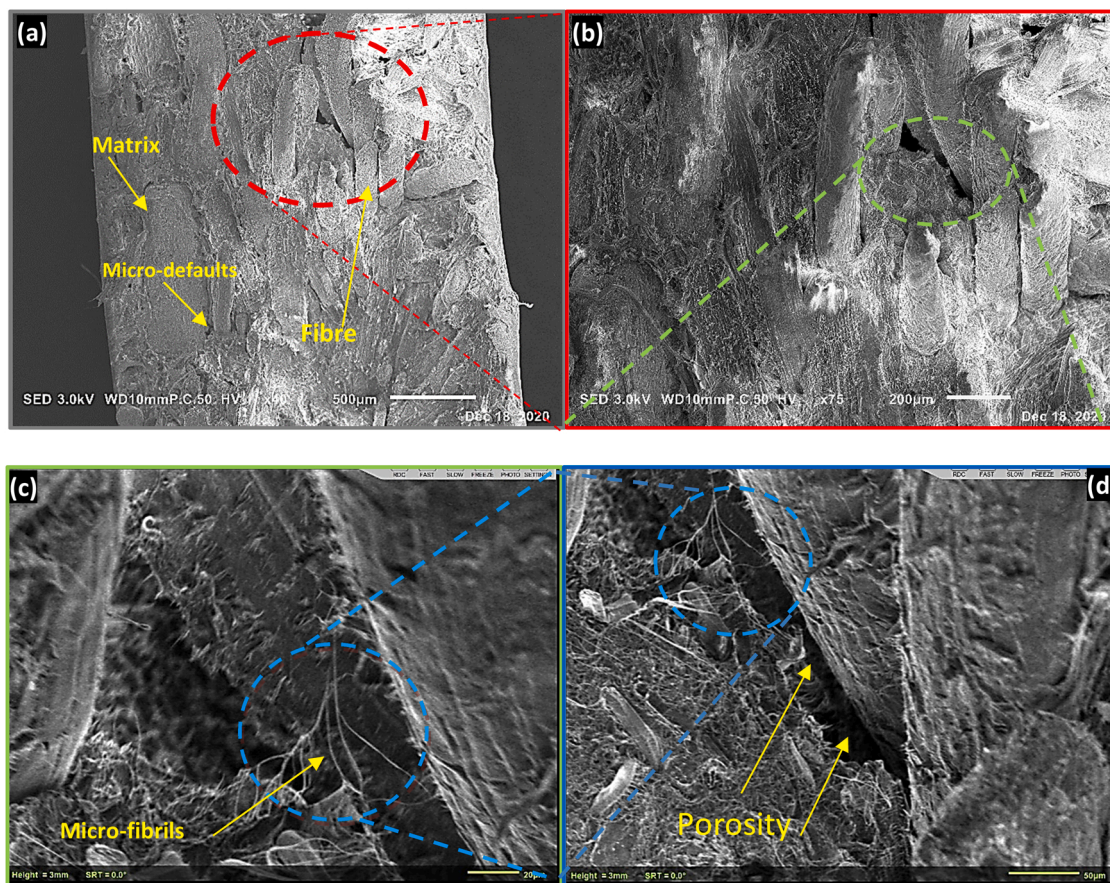


Fig. 3. SEM images of a fibre-reinforced HDPE/WF biocomposite.

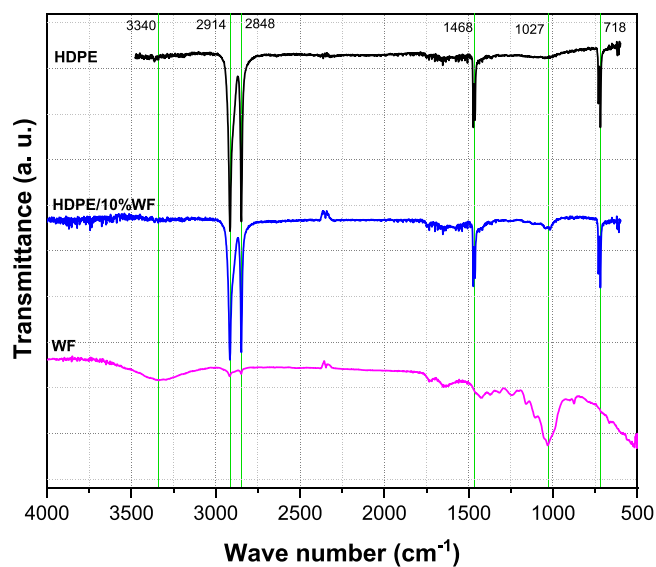


Fig. 4. FTIR spectra of the *Washingtonia fillifera* fibre, HDPE and HDPE/WF.

McBain and Hopkins [44] is used, which assumes that adhesion is ensured by a mechanical anchoring of the polymer which penetrates into the micro-cavities and surface irregularities of the fibres before solidification.

Table 2
Thermogravimetric results of samples.

Samples	First degradation stage (°C)	Second degradation stage (°C)
Neat HDPE	403 – 515	/
HDPE/10%WF	256 – 375	402 – 509
HDPE/20%WF	258 – 386	418 – 512
HDPE/30%WF	265 – 379	425 – 512
WF	62–104	226–384

3.2. FTIR analysis

The chemical structure of WF fibre and HDPE as well as the different formulations of the biocomposites prepared can be detected by FTIR analysis. Fig. 4 illustrates the FTIR spectra of the samples studied. Representative peaks were observed as follows: stretching of the C-H bond occurs at 2914 – 2848 cm^{-1} ; the CH_2 folded to 1468 cm^{-1} , and finally the CH_2 rock to 718 cm^{-1} [29,45]. By looking at the FTIR spectra of HDPE and HDPE/WF, we can see that they differ only by the intensity of the peaks, which means that the functional groups, which form the matrix of HDPE, remain unchanged after incorporation of WF fibres [29, 46]. While the spectrum of WF fibre consists of a broad absorption band observed at 3340 cm^{-1} , which is attributed to stretching of the OH group of cellulose. The stretch of the -CH bond of hemicellulose is represented by two peaks observed in the zone 2800–2900 cm^{-1} [29,47]. The absorption peak at 1730 cm^{-1} corresponds to the stretching vibrations of the C = O carbonyl ester group mainly due to the hemicellulose group. At 1645 cm^{-1} , the stretch peak of the C = C bond which is attributed to lignin is detected while the peak observed at 1424 cm^{-1} represents the C-H curvature of the cellulose. The C-O stretch vibration of the acetyl group in hemicellulose and lignin, is observed at

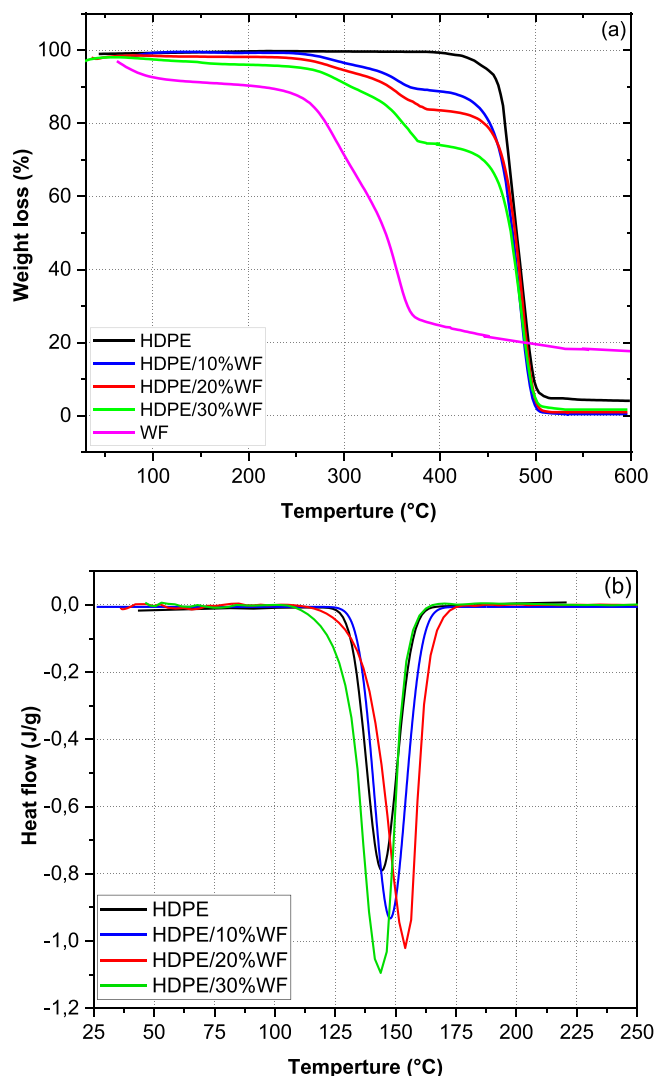


Fig. 5. (a) Comparative graph of TG of WF fibre, neat HDPE and HDPE/WF biocomposites (b) DSC curves of the biocomposites elaborated.

Table 3
Comparison of degradation temperatures at different weight loss in %.

	T (°C) at 10% of weightloss	T (°C) at 50% of weightloss	Char residue (%) at
Neat HDPE	462	480	4.02
HDPE/10% WF	368	477	0.52
HDPE/20% WF	339	475	0.97
HDPE/30% WF	307	474	1.41
WF	211	342	17.16

Table 4
Effect of WF fibre ratio on thermal characteristics of HDPE/WF detected by DSC.

Materials	T _m (°C)	T _{onset} (°C)	T _{offset} (°C)
Neat HDPE	137	125	150
HDPE/10%WF	144	130	158
HDPE/20%WF	144	130	173
HDPE/30%WF	143	118	160

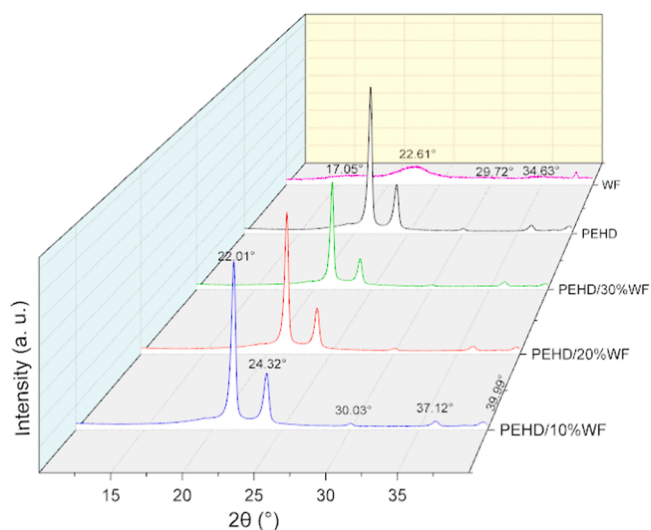


Fig. 6. XRD spectrum of HDPE/WF biocomposites with different mass ratio of WF fibres.

Table 5
Crystallinity ratio and crystallite size of the different materials.

Materials	Crystallite size (nm)	Crystallinity Index (%)
Neat HDPE	12	49
HDPE/10% WF	9.7	46
HDPE/20% WF	10	40
HDPE/30% WF	11	38
WF	2.5	37

1030 cm⁻¹. Finally, the C-OH deformation appeared at 730 cm⁻¹ [29, 45].

3.3. Thermal analysis (TG-DSC)

TG tests on the study samples, namely: WF fibres, HDPE and HDPE/WF composites were carried out from 20 °C to 600 °C in order to follow the thermal behaviour of these materials (Table 2). Fig. 5a illustrates the thermal evolution of each material and makes it possible to discuss the effect of the addition of the load of WF fibres on the thermal stability of the biocomposites produced. The breakdown of the C-C bonds of the main chain results in the degradation of the HDPE matrix which occurs in a single step in the temperature range 404–515 °C [48]. The thermal curve of WF fibres shows that the dehydration and degradation of lignin occurs in the temperature range between 227 °C and 387 °C, while the decomposition temperature of cellulose is around 350 °C [29,49]. Regarding the HDPE/%WF composites curves, it is clearly seen that the degradation occurs in two stages, the first of which is recorded in the temperature range 256–375 °C where it amounts to the degradation of the WF fibres [29,48,50]. On the other hand, the degradation of the HDPE matrix which is the main step occurs in the temperature range of 403–513 °C. Fig. 5b shows that the thermal stability of HDPE/%WF biocomposites is improved depending on the addition of the WF fibres reinforcement combined with that of neat HDPE and that up to a saturation ratio close to 20% by mass because the melting of the biocomposite HDPE/30%WF starts at a much lower temperature than neat HDPE. Therefore, the reinforcement of the HDPE matrix with WF fibres offers a wider field of use of the biocomposite thus formed [29,51]. From the results shown in Table 3, the temperature at 10% and 50% mass loss of the HDPE/WF biocomposites was shifted to a lower temperature as the fibre ratio increased from 10% to 30% by mass. According to Table 4, thermal degradation of hemicellulose and lignin from cellulose contributed to the formation of char which caused a large amount of

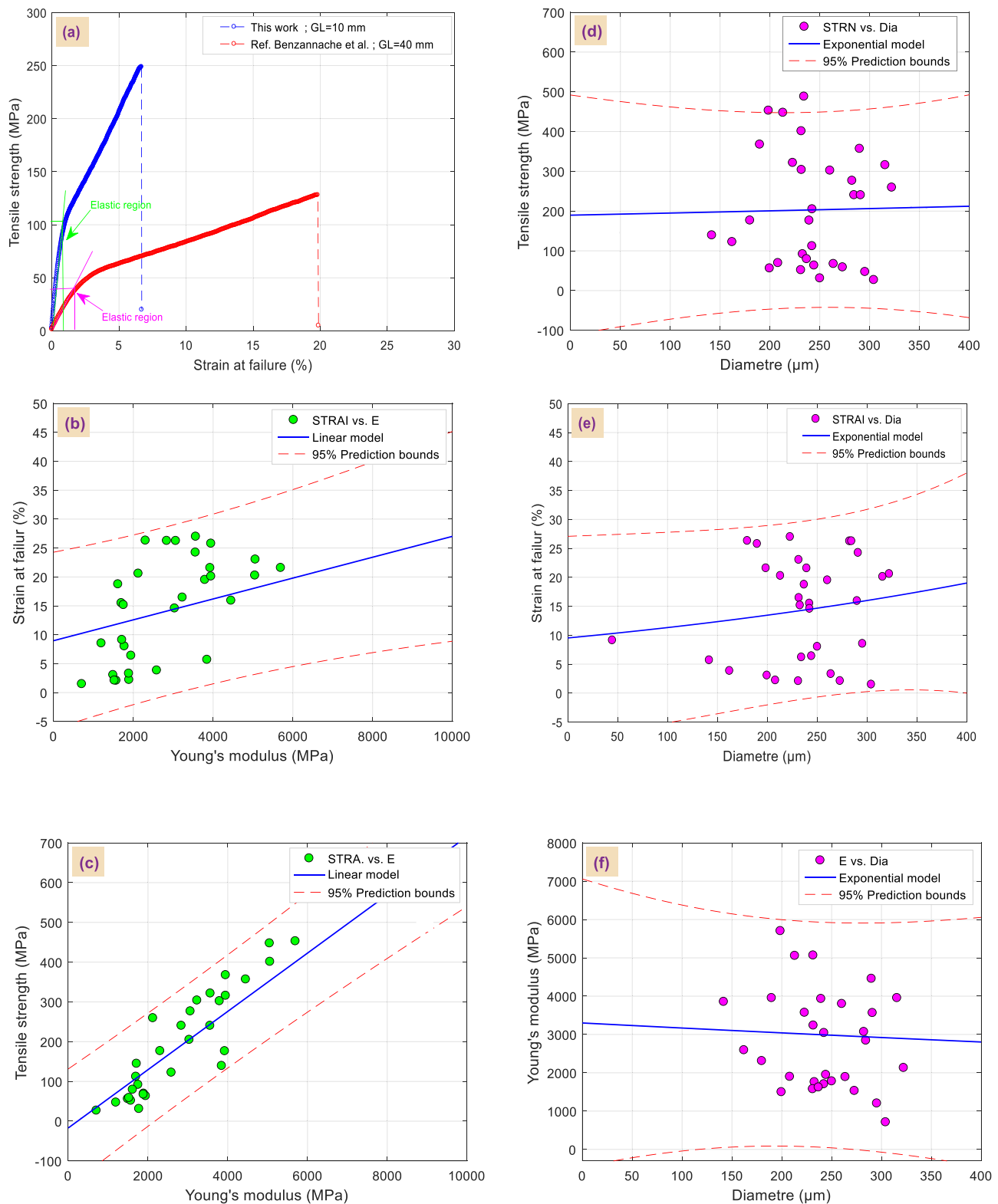


Fig. 7. (a) Stress/strain behaviour for single WF, (b,c) distribution values of tensile strength and strain vs. to elastic modulus and (d-f) mechanical characteristics as a function of diameters of WF fibres tested in tensile quasi-static with a GL = 10 mm.

char residue for the HDPE/30%WF biocomposite.

3.4. XRD analysis

The HDPE and HDPE/WF samples analysed by XRD give similar spectra formed by two distinct main peaks at $2\theta = 21.5^\circ$ and $2\theta = 23.9^\circ$

which are attributed respectively to reflection (110) and to reflection (200); these two peaks are related to the orthorhombic crystal system of PE [52,53]. The shape of the spectrum of the WF fiber (Fig. 6) consists of four main crystalline peaks at diffraction angles $2\theta = 16, 17, 22$ and 34 , which correspond to the crystallographic planes $(1\bar{1}0)$, (110), (002) and (004), respectively, which representative of cellulose I (native cellulose)

Table 6
Mechanical properties of natural fibres available in the literature.

Tested samples	Gauge length (mm)	Diameter (μm)	Tensile strength (MPa)	Young Modulus (GPa)	Strain at failure (%)	Refs
<i>Coccinia grandis L.</i>	–	50	273 \pm 27	10.17 \pm 1.26	2.70 \pm 0.27	[74]
<i>Agave americana L.</i>	30	10	265 \pm 80	1.48 \pm 0.63	46.74 \pm 21.44	[55]
<i>Juncus effuses L.</i>	30	40	280 \pm 56	4.38 \pm 1.37	2.75 \pm 0.68	[75]
<i>Lygeum spartum L.</i>	30	40	180–433	280	1.49–3.74	[76]
<i>Phoenix dactylifera L.</i>	30	50	577 \pm 83	4.30 \pm 1.40	3.13 \pm 0.7	[77]
<i>Furcraea foetida</i>	25	40	128	6.44 \pm 2.10	10.45 \pm 1.8	[47]
<i>Tridax procumbens</i>	20	–	233 \pm 10	0.94 \pm 0.09	2.77 \pm 0.27	[78]
<i>Hierochloe Odarata</i>	20	50	136 \pm 4	2.56 \pm 0.98	2.37 \pm 0.95	[79]
<i>Grewia damine</i>	–	40	28 \pm 4	375 \pm 16.58	2.99 \pm 0.27	[49]
<i>Atriplex halimus</i> (NaOH)	25	40	214–531	6.60–19.38	0.97–2.61	[61]
<i>Washingtonia filifera</i>	60	40	234 \pm 43	119 \pm 86	20.55 \pm 11.08	[19]
<i>Washingtonia filifera</i>	30	10	242 \pm 39	204 \pm 144	3.03 \pm 1.71	14.55 \pm 9.11 This work

[58–60]. The XRD analysis shows that the crystal structure of the HDPE matrix did not change after its reinforcement with *WF* fibres [54]. Table 5 illustrates the crystallinity results for the different samples studied. For the crystallite size, it is noticed that it increases with the addition of *WF* fibres reinforcement but remains lower than that of neat HDPE (12 nm). Moreover, it was found that the ratio of crystallinity is inversely proportional to the loading of the HDPE matrix by the *WF* fibres; ranging from 49.41% for neat HDPE up to 38.19% for the HDPE/30%*WF* biocomposite and this result is due to the presence of the amorphous phase which comes from the *WFs*.

3.5. Tensile test of *Washingtonia filifera* fibres

Fig. 7 illustrates the typical stress-strain curve behaviour of thirty specimens of *WF* tested at a gauge length equal to 10 mm. This behaviour is typical to that of the reference Benzannache et al. [19], characterized by an elastic quasi-linear region with a very steep slope between 0% and 0.82% of strain and 91 MPa of strength followed by a nonlinear transition phase whose behaviour is almost quasi-linear, with lower slope than that from the first zone (between $\varepsilon \approx 1.3$ –6.6%, $\sigma \approx 250$ MPa), until the fibre breaks. In addition, for certain tests, in the second phase, it is important to point out that the fibre sometimes has discontinuities which mainly correspond to the rupture of some micro-fibrils. Fig. 7 shows clearly that GL has an important influence on the behaviour of *WF* fibres. Similar behaviours have been observed by several authors, in particular Benzannache et al. [19]. Bezazi et al. [55] observed the same behavior for *americana agave* fiber for different GL lengths ranging from 10–40 mm. Fig. 7b illustrates the variation of mechanical characteristics namely tensile strength and strain versus elastic modulus using a linear fitting model of prediction at a 95% of confidence level (error 5%) for all tests performed in this study. There is a dependence between the elastic modulus and the strength at breakage of fibres (Fig. 7b), where it was observed that the more the strength increases, the more the Young's modulus increases. This is also valid for Fig. 7c. Significant scatter was observed in the results of the mechanical characteristics versus diameter of *WF* tested in tensile quasi-static with a length of GL equal to 10 mm (Fig. 7d-f). The cause of these dispersions lies in particular in the growth conditions of the fibres, its variety, its location in the plant, and its geometry [56–60]. In addition, other factors are linked to the experimental tests such as: test conditions / parameters (test speed, machine precision, type of grips of the machine, ambient humidity) and measuring the cross sections of the fibres to determine the strength. Table 6 presents a summary of the results taken from the literature of the quasi-static tensile tests carried out on natural fibres. Thus, the experimental results show that for the *Washingtonia filifera* fibres, the strength amounts to 204 MPa for a GL = 10 mm. For the same fibre, Benzannache et al. [19] found an average value of 119 MPa (for GL = 40 mm). On the other hand, the elastic modulus of fibres, obtained in our case, is equal to 3.03 MPa with a clear superiority compared to this same reference (2.34 GPa). In addition, for a length GL equal to

10 mm, the tensile strength and the Young's modulus of the *WF* fibres, examined in the present work, prove to be clearly greater by 3 times and 2.11 times respectively than those of the work of Belouadah et al. [61] which was carried out on *Atriplex halimus* fibres treated with NaOH (for GL = 40 mm). The value of the strain at break of the *Washingtonia filifera* fibres observed in this study (14.55 \pm 9.11% for GL = 10 mm), is close to that observed by Manimaran et al. [47] (10.45 \pm 1.8% for GL = 40 mm) for the *Furcraea foetida* fibres.

The statistical distribution curves and the graphic representation of the estimation of the probability of survival by the Least Squares estimate method as a function of different mechanical properties of *WF*, are shown in Fig. 8(a–d). We can see that the shape of the two-parameter Weibull lines for the LS estimation method (Fig. 8 (a–c)) seems to follow a reasonable straight-line fit. The adjustment of the experimental data exhibits a quasi-linearity with a slight offset from each other. A similar behaviour was observed by many authors such as Amroune et al. in the case of date palm natural cellulosic fibres [62], and also in the work of Belaadi et al. [63] in the case of natural flax fibres. The parameter m (Weibull modulus) is particularly related to the failure of the largest defects. Indeed, the two parameters Weibull modulus estimated by the LS method of the strength (m_σ) and the strain at break (m_ε) and of the Young's modulus (m_E) for *WF* are: $m_\sigma = 1.40$; $m_\varepsilon = 1.32$ and $m_E = 2.27$ respectively. Our Weibull modulus in this study has small values compared to unit carbon fibres which is of the order $m_\sigma = 6.7$. The probability of survival (F) plot equivalent to tensile strength, strain at failure and tensile modulus values is presented in Fig. 8 (d–e). The 2 P-Weibull parameters obtained will be used for plotting these graphs. To 50% of survival of *WFs* corresponding a probability of $F(\sigma) = F(\varepsilon) = F(E) = 0.5$, the values is 175 MPa, 13% and 2900 MPa for tensile strength, strain and tensile modulus respectively of *WFs* for GL= 10.

3.6. Tensile and 3-point bending characterization of HDPE/*WF* biocomposites

Fig. 9 illustrates the effect of fibres content on the mechanical properties of tensile quasi-static and 3-point flexural bending of HDPE biocomposites reinforced with *WF* fibres. It clearly emerges, from these results, that the reinforcement of the HDPE matrix with natural fibres made it possible to improve its tensile and flexural strengths, as well as its modulus of elasticity in tensile as in flexural, in comparison with the isolated matrix. Fig. 9a,b show that the maximum resistance of HDPE/*WF* in tension ($\sigma_t = 26.83 \pm 2.42$ MPa) and in flexural ($\sigma_f = 26.03 \pm 2.02$ MPa) were observed for a reinforcement of 20% in *WF* fibres. On the other hand, a decrease in tensile strength ($\sigma_t = 17.97 \pm 2.09$ MPa) and flexural strength ($\sigma_f = 20.11 \pm 2.88$ MPa) was observed for an increase in filler content (30%). The best performance was obtained by using a filler content of 20% by weight; an improvement of 11.88% and 18.63% for tensile strength and tensile modulus respectively compared to HDPE/10%*WF* biocomposite was observed. Increases were recorded of 26.11% and 75.22% respectively for the same mechanical properties

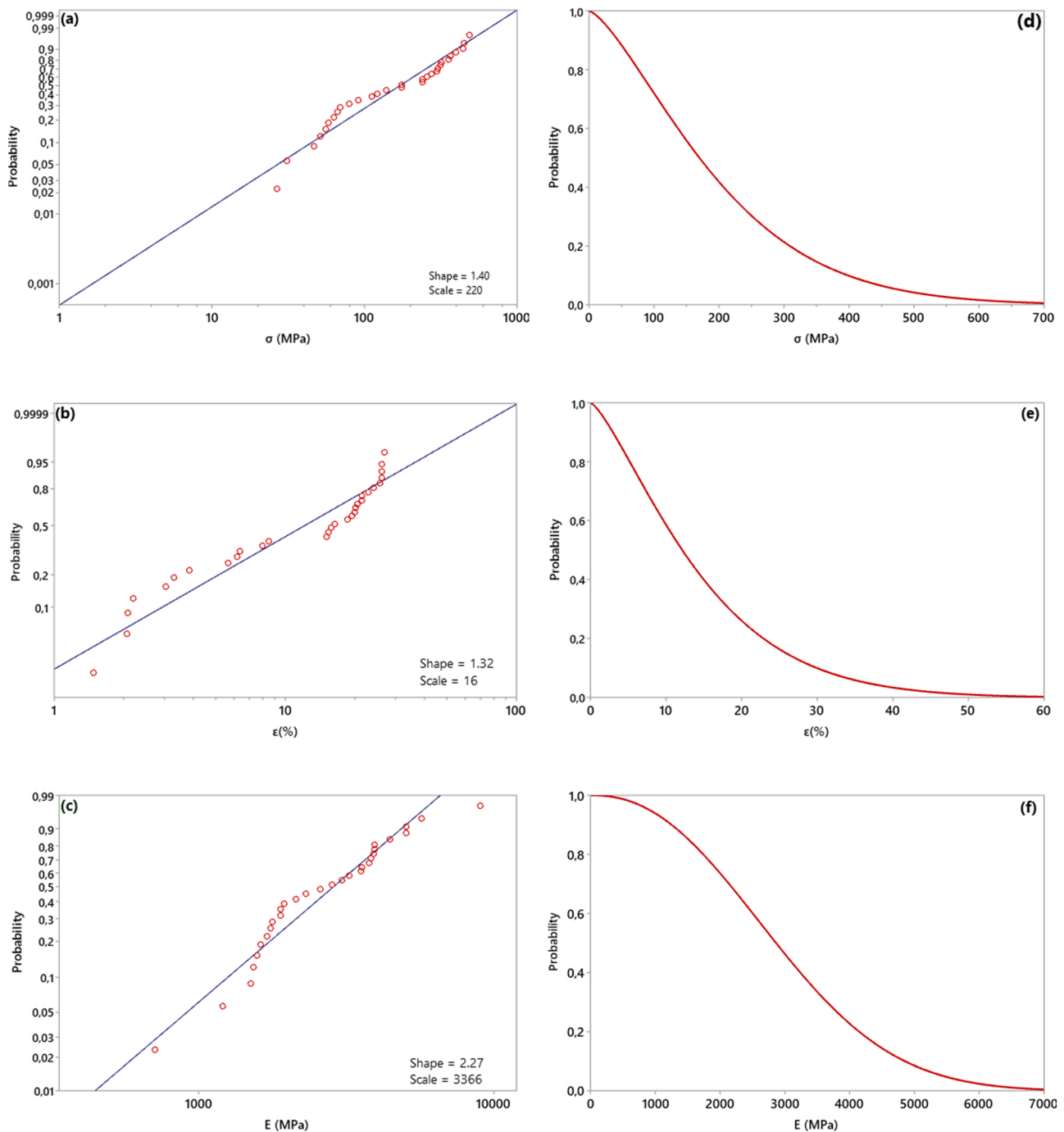


Fig. 8. (a–c) 2-parameter Weibull distribution data and (d–f) Probability of survival plots of different mechanical characteristics of the thirty samples of WFs at $GL = 10$ mm.

compared to virgin HDPE (Fig. 9a). In addition, the HDPE/20% WF formulation shows an increase of 18.91% for the flexural strength and 29.58% for the flexural modulus compared to the HDPE/10%WF biocomposites. Also, increases of 135.99% and 108.57% over virgin HDPE, respectively, for the same mechanical characteristics.

Table 7 summarises the values of the mechanical performances in tensile and flexural of the various formulations of biocomposites compared to those of the literature. The tensile strength of biocomposites produced with a fibres content of 20% (HDPE/20%WF), which is of the order of 26.83 MPa, is lower than that found by Makhoul et al. [29] and also by Zhang et al. [64] in which their values were 31.02 MPa (HDPE/20% FF) and 45.5 MPa (FF/HDPE-9%) respectively.

This seems to be due to the fragile fibre/matrix interface and the high porosity content of these composites and to improve this property, it is thought to reinforce the fibre/matrix adhesion with a suitable compatibilizer or to make a sodium treatment of the fibre to minimize its porosity. In addition, Young's modulus is lower than that obtained by Makhoul et al. [29] but practically equal to that of Satapathy et al. [21]. On the other hand, the average flexural strength recorded (26.03 MPa) for the HDPE/20%WF biocomposite is higher than that reported by in ref. [29] (14.25 ± 2.26 MPa). For the filler 10%WF by weight, the values of the mechanical characteristics obtained by the tensile and 3-point bending tests for the biocomposites are lower than those found by Makhoul et al. [29]. The values of the tensile and bending strength,

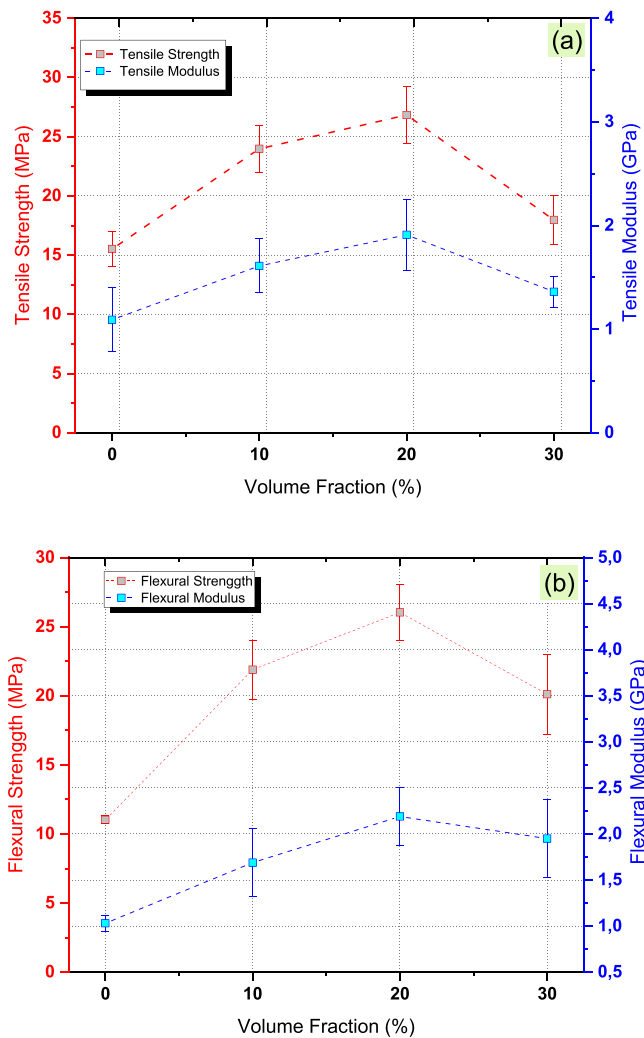


Fig. 9. Mechanical properties of HDPE/WF biocomposites as a function of the WF reinforcement ratio (a) tensile properties (b) 3-point bending properties.

of the tensile modulus in strength and in flexural obtained in this study are close to those found by Satapathy et al. [21] for the same proportion by weight.

3.7. Izod impact test of HDPE/WF biocomposites

Fig. 10a shows the variation in impact strength of HDPE biocomposites based on WF fibres as a function of fibres loading. It can be seen from this figure that the incorporation of the WF fibres into the polyethylene resin has led to a decrease in the impact strength of HDPE/WF biocomposites. Based on the obtained Izod impact test results, a decrease in impact strength of HDPE resin is observed after adding 10% WF fibres ($4.54 \pm 0.23 \text{ KJ/m}^2$), such a decrease was already observed by some authors for biocomposites reinforced with natural fibres [65,66]. However, there are other reasons for the decrease in the impact strength, such as pull out, tearing and breaking of fibres, which constitute the three basic mechanisms of energy absorption during impact. Due to the poor adhesion between the polyethylene resin and the WF fibres, the biocomposite absorbs a lot of energy [67,68]. Also, the results obtained show that the impact strength of biocomposites is proportional to the ratio of reinforcement in WF up to a saturation ratio close to 30%, in accordance with the results of the ref. [67], but still remains below 6.38 KJ/m^2 , which is the value of virgin HDPE and whose reduction ratios are: 28.84%, 17.54% and 27.74% for HDPE/10%WF, HDPE/20%WF and HDPE/30 formulations %WF respectively. The best impact strength

Table 7

Values of tensile and flexural characteristics of HDPE/WF biocomposites compared to those in the literature.

Materials	Tensile strength (MPa)	Young Modulus (GPa)	Flexural strength (MPa)	Flexural Modulus (GPa)	References
FF/HDPE-9%	45.5	2.3	78	5.6	[64]
RHDPE* / BF(90/10)	23.03 ± 1.26	1.69 ± 0.14	27.05 ± 1.33	2.47 ± 0.19	[21]
RHDPE* / BF(80/20)	19.95 ± 0.50	1.75 ± 0.30	27.28 ± 1.63	2.57 ± 0.13	[21]
Neat HDPE	17.59 ± 1.04	1.13 ± 0.15	10.87 ± 0.94	1.03 ± 0.09	[29]
HDPE/5% FF	25.06 ± 1.98	6.91 ± 0.25	15.88 ± 2.01	1.72 ± 0.13	[29]
HDPE/10% FF	30.63 ± 2.44	7.22 ± 0.29	19.72 ± 2.52	2.94 ± 0.14	[29]
HDPE/20% FF	31.02 ± 2.02	6.71 ± 0.26	14.25 ± 2.26	2.71 ± 0.15	[29]
Neat HDPE	16.55 ± 1.46	1.09 ± 0.31	11.03 ± 0.29	1.05 ± 0.09	This work
HDPE/10%WF	23.98 ± 1.97	1.61 ± 0.26	21.89 ± 2.14	1.69 ± 0.37	This work
HDPE/20%WF	26.83 ± 2.42	1.91 ± 0.34	26.03 ± 2.02	2.19 ± 0.31	This work
HDPE/30%WF	17.97 ± 2.09	1.36 ± 0.15	20.11 ± 2.88	1.95 ± 0.42	This work

of biocomposite was found to be that of HDPE/20%WF biocomposites. The reasons for this result are the appearance of defects in the specimens or the incompatibility between the polyethylene matrix and the WF fibres, which decreases the adhesion between the two components, weakens the system and results in a decrease in the impact strength of the fibres biocomposites. The decrease in impact resistance when the mass ratio of fibres drops from 20% to 30% shows the existence of an optimal ratio of fibres, which differs from one type of biocomposite to another. By way of comparison, for example, at 20% WF fibres, an increase in impact strength of 13.69% and 12.36% is observed compared to HDPE/10%WF and HDPE/30%WF respectively. In this work, the impact strength of the HDPE/10%WF formulation (4.54 KJ/m^2) is close to that found by Koffi et al. [66] for HDPE/10% birch fibres biocomposite (4.43 KJ/m^2). It is however lower than that found by Satapathy et al. [21] for the HDPE* /10%BF biocomposite (11.79 KJ/m^2). On the other hand, for the HDPE/20%WF fibre biocomposite, Koffi et al. [66] and Asim et al. [69] where phenolic reinforced with 40% date palm fibres achieved the following impact strength values 5.33 and 3.7 KJ/m^2 respectively; whereas that recorded for the HDPE/20%WF biocomposite in the present study is 5.26 KJ/m^2 . The impact strength of the HDPE/30%WF fibres biocomposite (4.61 KJ/m^2) is higher than that found by Shang et al. [70] (3.58 KJ/m^2) for the HDPE biocomposite/40% yellow pine fibres, but it is significantly lower than that obtained by Chen et al. [71] (19 KJ/m^2) for the HDPE/40% modified poplar wood fibres formulation.

3.8. Hardness test (Shore D hardness) of HDPE WF biocomposites

Fig. 10b shows the effect of fibres mass ratio on the Shore D hardness of the *Washingtonia filifera* fibre-reinforced HDPE biocomposite. This figure reveals that the incorporation of WF fibres into the polyethylene matrix resulted in an improvement in hardness over the virgin matrix. Fig. 10b also shows that the highest Shore hardness D of HDPE/WF biocomposites (57.33 ± 1.78) was observed for HDPE/20%WF. However, at a reinforcement ratio greater than 20%, the hardness decreases (52.72 ± 1.86) and this result is due to exceeding the saturation ratio. For this reason, it is noted that the HDPE/20%WF formulation shows a slight increase of 3.82% for the Shore D hardness compared to the

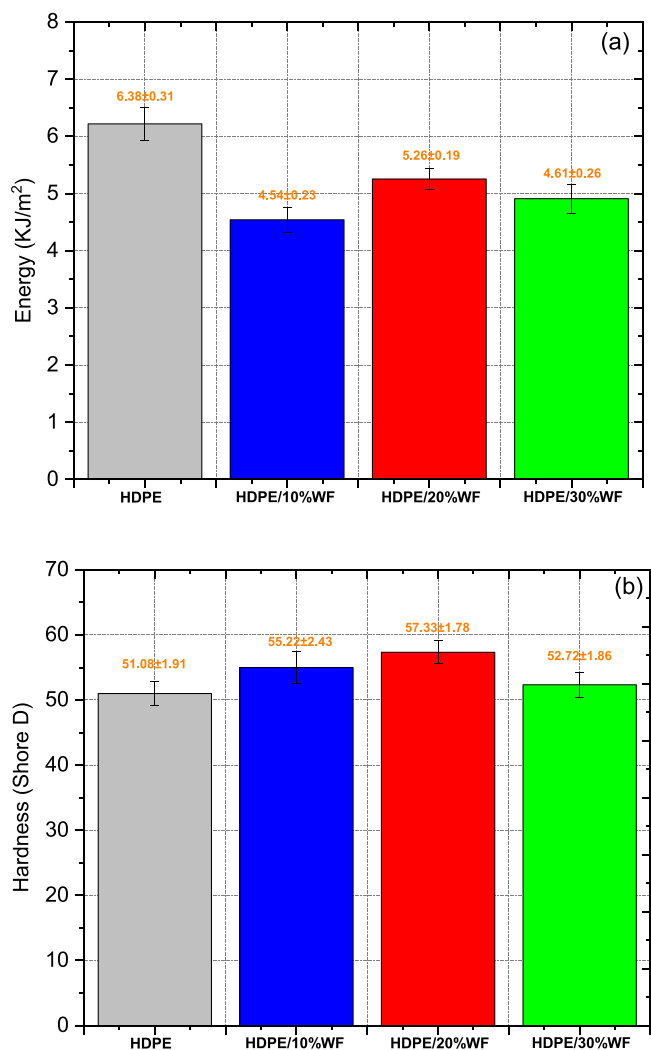


Fig. 10. (a) Izod impact energy and (b) hardness of HDPE/%WF fibres biocomposites.

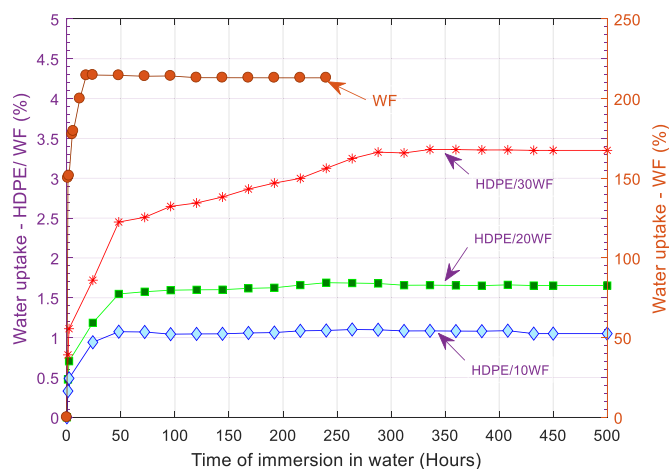


Fig. 11. Water absorption of raw WF and HDPE/WF short fibres biocomposites vs. time.

HDPE/10% WF biocomposites. Also, an increase of 12.23% compared to neat HDPE, for the same property. On the other hand, for the mass content of 10% of fibres, an improvement of 4.74% is observed for the

hardness compared to the HDPE/30%WF biocomposite whereas an increase is recorded of 8.10% for the same mechanical property compared to neat HDPE. The decrease in the flexibility and the increase in the rigidity of biocomposites improve the hardness properties [72]. The mean value of the hardness for the HDPE/10%WF fibres formulation obtained (55.22) is lower than those found by Koffi et al. [66] for HDPE composite/10% birch fibres and also by Satapathy et al. [21] for the HDPE/10% BF biocomposite which are 62.6 and 60 respectively. On the other hand, the hardness values obtained experimentally for the different masses of WF fibres in this study are lower than those found by Koffi et al. [66] and Satapathy et al. [21].

3.9. Water absorption behaviour of *Washingtonia filifera* fibres and produced biocomposites

The behaviour of WF fibres in terms of water absorption is influenced by several factors, such as chemical composition, surface area, fibre size and duration of exposure to water. Fig. 11; presents the results of the tests carried out illustrating the phenomenon of water absorption of virgin WF fibres as well as the different formulations of biocomposites studied at room temperature. It appears that WF fibres can absorb up to 220% of their dry mass after 24 h of immersion. The strong water absorption is due to the strong hydrophilicity and internal structure of WF fibres [1,41]. All the water absorption curves of biocomposites, based on HDPE reinforced with WF fibres at 10%, 20% and 30% by weight, have the same appearance with a Fickien type behaviour [1], which begins with a linear step followed by a saturation stage (Fig. 11). The weight level up to saturation varies between the 3 formulations developed, reaching 1.1%, 1.6% and 3.4% for the biocomposites: HDPE/10%WF, HDPE/20%WF and HDPE/30%WF respectively. This result shows some proportionality between the affinity of water absorption and the loading ratio of WF fibres. In addition, it has been noticed that the water absorption of the virgin fibre is much higher than that of the fibres incorporated in the HDPE matrix and this is due to the filling of the lumen by the polyethylene resin of hydrophobic nature. The lumen is considered to be an essential tool where moisture absorption occurs. Chemical treatments can be applied to plant fibres to make them less hydrophilic and thus limit the damage that may be caused by the presence of water [73]. Therefore, the chemical composition of fibres is an important factor in water absorption. So, when hemicellulose increases in fibre, water absorption will be important [1].

4. Conclusions

The objective of this work was to study mechanical, physical and thermal characterization of a high-density polyethylene biocomposite material reinforced with *Washingtonia filifera* fibres. This study allowed us to conclude the following: based on the FTIR analysis, the incorporation of the WF fillers did not modify the functional groups initially present in the HDPE matrix. The XRD analysis showed that the crystalline structure of the HDPE matrix did not change after its reinforcement with WF fibres but a remarkable change was noted in the degree of crystallinity which gradually decreases with the addition of the filler reinforcing WF. DSC analysis shows that the melting range of biocomposites with 10–20%WF fibres reinforcement is shifted towards high temperatures; this behaviour widens the thermal field of use of these biomaterials. While, at a reinforcement ratio of 30%WF, the melting of the biocomposite is accelerated. This phenomenon can be explained by the displacement of the saturation ratio of the HDPE matrix by the WF fibres. From TG results, we can see that the biocomposite with more WF fibres exhibited a high carbon residue after decomposition at a temperature of 600 °C. The results obtained from the tensile and 3-point bending quasi-static tests, carried out on the developed biocomposites, show that the incorporation of WF fibres in a polyethylene matrix improves their mechanical characteristics. The best increases in mechanical properties are obtained for the HDPE/20%WF formulation. When

the mass ratio of the fibres increases, the impact strength increases, but still remains below 6.38% of the value of virgin HDPE. Reinforcement of HDPE with WF fibres provides an improvement in Shore D hardness over neat matrix. The highest value obtained in the case of HDPE/20% WF is 57.33 ± 1.78 . The water absorption as a function of the immersion time of the produced biocomposites increases with the increase in the loading ratio of WF fibres.

Finally, the authors propose, for future work, to prepare and characterize a new biomaterials 100% biodegradable such as green HDPE/WF or PLA/WF and compare its results with those of the present study and to see the sustainability of the life cycle in which the economic and environmental performance of the biocomposites can be assessed as well as the possibility of its use as a new green composites in light applications at moderate temperature.

CRediT authorship contribution statement

Abdelaziz Lekrine: Investigation, Methodology, Writing – review & editing, Formal analysis. **Ahmed Belaadi:** Conceptualization, Investigation, Methodology, Supervision, Writing – review & editing. **Azzedine Makhoulouf:** Investigation, Methodology, Conceptualization, Writing – review & editing. **Salah Amroune:** Investigation, Writing – review & editing. **Mostefa Bouchak:** Investigation, Writing – review & editing. **Hamid Satha:** Investigation, Writing – review & editing. **Mohammad Jawaid:** Investigation, Writing – review & editing.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Data Availability

The raw/processed data required to reproduce these findings cannot be shared at this time as the data also forms part of an ongoing study.

Acknowledgments

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

References

- [1] E. Mahdi, D.R. Hernández Ochoa, A. Vaziri, A. Dean, M. Kucukvar, Khalasa date palm leaf fiber as a potential reinforcement for polymeric composite materials, *Compos. Struct.* (2020), <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2020.113501>.
- [2] W. Haas, F. Krausmann, D. Wiedenhofer, M. Heinz, How circular is the global economy? An assessment of material flows, waste production, and recycling in the European Union and the World in 2005, *J. Ind. Ecol.* 19 (2015) 765–777, <https://doi.org/10.1111/jiec.12244>.
- [3] L.V. Pastukhov, L.E. Govaert, Plasticity-controlled failure of fibre-reinforced thermoplastics, *Compos. Part B Eng.* 209 (2021), 108635, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.108635>.
- [4] Y. Gong, Z. Song, H. Ning, N. Hu, X. Peng, X. Wu, R. Zou, F. Liu, S. Weng, Q. Liu, A comprehensive review of characterization and simulation methods for thermo-stamping of 2D woven fabric reinforced thermoplastics, *Compos. Part B Eng.* 203 (2020), 108462, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.108462>.
- [5] J. Holbery, D. Houston, Natural-fiber-reinforced polymer composites in automotive applications, *JOM* 58 (2006).
- [6] S.N. Monteiro, F.P.D. Lopes, A.S. Ferreira, D.C.O. Nascimento, Natural-fiber polymer-matrix composites: Cheaper, tougher, and environmentally friendly, *JOM* 61 (2009) 17–22, <https://doi.org/10.1007/s11837-009-0004-z>.
- [7] R. Zah, R. Hischer, A.L. Leão, I. Braun, Curauá fibers in the automobile industry - a sustainability assessment, *J. Clean. Prod.* 15 (2007) 1032–1040, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2006.05.036>.
- [8] M.C. Teles, G. Oliveira, G. Rodríguez, P. Amoy, F. Muylaert, F. Oliveira, S. Neves, Evaluation of the diameter influence on the tensile strength of pineapple leaf fibers (PALF) by Weibull method, *Mater. Res.* 18 (2015) 185–192.
- [9] M. Zimmiewska, M. Laurentowska, E. Bogacz, J. Krysiak, K. Domaszewska, O. Zimmiewska, Influence of sportswear made from polyester and man-made cellulose fibres on the energy cost of physical effort, *Fibres Text. East. Eur.* 80 (2010) 94–99.
- [10] R.R. and P.G. T. Karthik, Sustainable Luxury Natural Fibers—Production, Properties, and Prospects, n.d. <https://doi.org/10.1007/978-981-287-633-1>.
- [11] T.-D. Ngo, Natural fibers for sustainable bio-composites, *Nat. Artif. Fiber-Reinf. Compos. Renew. Sources* (2018), <https://doi.org/10.5772/intechopen.71012>.
- [12] D. Friedrich, Thermoplastic moulding of wood-polymer composites (WPC): a review on physical and mechanical behaviour under hot-pressing technique, *Compos. Struct.* 262 (2021), 113649, <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2021.113649>.
- [13] A. Hachaichi, B. Kouini, L.K. Kian, M. Asim, M. Jawaid, Extraction and characterization of microcrystalline cellulose from date palm fibers using successive chemical treatments, *J. Polym. Environ.* (2021), <https://doi.org/10.1007/s10924-020-02012-2>.
- [14] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bouchak, F. Scarpa, Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres, *Mater. Des.* 46 (2013) 76–83, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.09.048>.
- [15] M.B. Bedjaoui, A. Belaadi, A. Amroune, A. Impact Surf. Treat. flax Fibers tensile Mech. Prop. accompanied A Stat. Study 2019 doi: 10.30880/ijie.00.00.0000.00.0000.
- [16] N. Sultana, S.M.Z. Hossain, M.S. Alam, M.M.A. Hashish, M.S. Islam, An experimental investigation and modeling approach of response surface methodology coupled with crow search algorithm for optimizing the properties of jute fiber reinforced concrete, *Constr. Build. Mater.* 243 (2020), 118216, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118216>.
- [17] K. Muthukumar, R.V. Sabariraj, S. Dinesh Kumar, T. Sathish, Investigation of thermal conductivity and thermal resistance analysis on different combination of natural fiber composites of Banana, Pineapple and Jute, *Mater. Today Proc.* 21 (2020) 976–980, <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.09.140>.
- [18] M. Jawaid, L.K. Kian, H. Fouad, N. Saba, O.Y. Alotman, M. Hashem, New cellulose fibers from Washingtonia tree agro-wastes: structural, morphological, and thermal properties, *J. Nat. Fibers* (2021) 1–11, <https://doi.org/10.1080/15440478.2021.1875374>.
- [19] N. Benzannache, A. Belaadi, M. Boumaaza, M. Bouchak, Improving the mechanical performance of biocomposite plaster/ Washingtonian filifira fibres using the RSM method, *J. Build. Eng.* 33 (2021), <https://doi.org/10.1016/j.jobe.2020.101840>.
- [20] S. Nayak, S. kumar Khuntia, Development and study of properties of Moringa oleifera fruit fibers/ polyethylene terephthalate composites for packaging applications, *Compos. Commun.* 15 (2019) 113–119, <https://doi.org/10.1016/j.coco.2019.07.008>.
- [21] S. Satapathy, R.V.S. Kothapalli, Mechanical, dynamic mechanical and thermal properties of banana fiber/recycled high density polyethylene biocomposites filled with flyash cenospheres, *J. Polym. Environ.* 26 (2018) 200–213, <https://doi.org/10.1007/s10924-017-0938-0>.
- [22] A. Ramezani Kakroodi, Y. Kazemi, D. Rodrigue, Mechanical, rheological, morphological and water absorption properties of maleated polyethylene/hemp composites: effect of ground tire rubber addition, *Compos. Part B Eng.* 51 (2013) 337–344, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.03.032>.
- [23] N. Lu, S. Oza, Thermal stability and thermo-mechanical properties of hemp-high density polyethylene composites: effect of two different chemical modifications, *Compos. Part B Eng.* 44 (2013) 484–490, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.03.024>.
- [24] K. Oksman, C. Clemons, Mechanical properties and morphology of impact modified polypropylene-wood flour composites, *J. Appl. Polym. Sci.* 67 (1998) 1503–1513, [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-4628\(19980228\)67:9<1503::AID-APP1>3.0.CO;2-H](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4628(19980228)67:9<1503::AID-APP1>3.0.CO;2-H).
- [25] S. Migneault, A. Koubaa, F. Erchiqui, A. Chaala, K. Englund, C. Krause, M. Wolcott, Effect of fiber length on processing and properties of extruded wood-fiber/HDPE composites, *J. Appl. Polym. Sci.* 110 (2008) 1085–1092, <https://doi.org/10.1002/app.28720>.
- [26] H. Awais, Y. Nawab, A. Amjad, A. Anjang, H. Md Akil, M.S.Zainol Abidin, Environmental benign natural fibre reinforced thermoplastic composites: a review, *Compos. Part C Open Access* 4 (2021), 100082, <https://doi.org/10.1016/j.jcom.2020.100082>.
- [27] N.M. Stark, F. Service, R.E. Rowlands, Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood / polypropylene, *Composites* (2005) (2005).
- [28] Q. Lin, X. Zhou, G. Dai, Effect of hydrothermal environment on moisture absorption and mechanical properties of wood flour-filled polypropylene composites, *J. Appl. Polym. Sci.* 85 (2002) 2824–2832, <https://doi.org/10.1002/app.10844>.
- [29] A. Makhoulouf, A. Belaadi, S. Amroune, M. Bouchak, H. Satha, Elaboration and characterization of flax fiber reinforced high density polyethylene biocomposite: effect of the heating rate on thermo-mechanical properties, *J. Nat. Fibers* (2020) 1–14, <https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1848737>.
- [30] M.K. Singh, S. Zafar, Wettability, absorption and degradation behavior of microwave-assisted compression molded kenaf/HDPE composite tank under various environments, *Polym. Degrad. Stab.* (2021), 109500, <https://doi.org/10.1016/j.polydegradstab.2021.109500>.
- [31] A. Sbiai, H. Kaddami, H. Sautereau, A. Maazouz, E. Fleury, TEMPO-mediated oxidation of lignocellulosic fibers from date palm leaves, *Carbohydr. Polym.* 86 (2011) 1445–1450, <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.06.005>.
- [32] A. Alawar, A.M. Hamed, K. Al-Kaabi, Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement, *Compos. Part B Eng.* 40 (2009) 601–606, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2009.04.018>.

- [33] S. Ugochukwu, M.J.M. Ridzuan, M.S.A. Majid, E.M. Cheng, A.Z.A. Firdaus, N. Marsi, Influence of distilled water and alkaline solution on the scratch resistance properties of Napier fibre filled epoxy (NFPE) composites, *J. Mater. Res. Technol.* 9 (2020) 14412–14424, <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.10.059>.
- [34] J.O. Ighalo, C.A. Igwegbe, A.G. Adeniyi, S.A. Abdulkareem, Artificial neural network modeling of the water absorption behavior of plantain peel and bamboo fibers reinforced polystyrene composites, *J. Macromol. Sci.* (2021) 1–13, <https://doi.org/10.1080/00222348.2020.1866282>.
- [35] E.H. Saidane, D. Scida, M. Assarar, R. Ayad, Assessment of 3D moisture diffusion parameters on flax/epoxy composites, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 80 (2016) 53–60, <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.10.008>.
- [36] R. Gu, B.V. Kokta, Mechanical properties of pp composites reinforced with BCTMP aspen fiber, *J. Thermoplast. Compos. Mater.* 23 (2010) 513–542, <https://doi.org/10.1177/0892705709355232>.
- [37] A. Makhlof, A. Layachi, I. Kouadri, A. Belaadi, H. Satha, Structural study and thermal behavior of composites: polyamide 66/glass fibers: The reinforcement ratio effect on the kinetics of crystallization, *J. Compos. Mater.* 54 (2020) 1467–1481, <https://doi.org/10.1177/0021998319883913>.
- [38] L. Segal, J.J. Creely, A.E. Martin, C.M. Conrad, An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer, *Text. Res. J.* 29 (1959) 786–794, <https://doi.org/10.1177/004051755902901003>.
- [39] ASTM D570 – 98, Standard Test Method for Water Absorption of Plastics, (n.d.).
- [40] ASTM D638–14, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, (n.d.).
- [41] ASTM D790–17, Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials, (n.d.).
- [42] ASTM D256 - 10e1 Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics., (n.d.).
- [43] ASTM WK68685 Revision of D2240 - 15e1 Standard Test Method for Rubber Property—Durometer Hardness., (n.d.).
- [44] A. Roche, Les théories de l'adhésion et mesure de l'adhérence, *Le Vide, Les Couches Minces* 47 1991 197 230.
- [45] J. Wu, T. Chen, X. Luo, D. Han, Z. Wang, J. Wu, TG/FTIR analysis on co-pyrolysis behavior of PE, PVC and PS, *Waste Manag.* 34 (2014) 676–682, <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2013.12.005>.
- [46] M.R. Jung, F.D. Horgen, S.V. Orski, V. Rodriguez, C. K.L. Beers, G.H. Balazs, T. T. Jones, T.M. Work, K.C. Brignac, S.J. Royer, K.D. Hyrenbach, B.A. Jensen, J. M. Lynch, Validation of ATR FT-IR to identify polymers of plastic marine debris, including those ingested by marine organisms, *Mar. Pollut. Bull.* 127 (2018) 704–716, <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.12.061>.
- [47] P. Manimaran, P. Sentharamaikkannan, M.R. Sanjay, M.K. Marichelvam, Study Character. *Furcraea foetida* N. Nat. fi Ber. *Compos. Reinf. Lightweight Appl.*, 181, 2018, pp. 650–658 doi: 10.1016/j.carbpol.2017.11.099.
- [48] M.J. Ahmed, M.S. Balaji, S.S. Saravanakumar, M.R. Sanjay, P. Sentharamaikkannan, Characterization of Areva javanica fiber – a possible replacement for synthetic acrylic fiber in the disc brake pad, *J. Ind. Text.* 49 (2019) 294–317, <https://doi.org/10.1177/1528083718779446>.
- [49] A. Arul Marcel Moshi, D. Ravindran, S.R. Sundara Bharathi, S.R. Padma, S. Indran, D. Divya, Characterization of natural cellulosic fiber extracted from Grewia damine flowering plant's stem, *Int. J. Biol. Macromol.* 164 (2020) 1246–1255, <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.07.225>.
- [50] B. Rashid, Z. Leman, M. Jawaid, M.J. Ghazali, M.R. Ishak, Physicochemical and thermal properties of lignocellulosic fiber from sugar palm fibers: effect of treatment, *Cellulose* 23 (2016) 2905–2916, <https://doi.org/10.1007/s10570-016-1005-z>.
- [51] J.R. Araújo, W.R. Waldman, M.A.De Paoli, Thermal properties of high density polyethylene composites with natural fibres: coupling agent effect, *Polym. Degrad. Stab.* 93 (2008) 1770–1775, <https://doi.org/10.1016/j.polydegradstab.2008.07.021>.
- [52] A.M. Musuc, M. Badea-Doni, L. Jecu, A. Rusu, V.T. Popa, FTIR, XRD, and DSC analysis of the rosemary extract effect on polyethylene structure and biodegradability, *J. Therm. Anal. Calorim.* 114 (2013) 169–177, <https://doi.org/10.1007/s10973-012-2909-y>.
- [53] J.M. Moranco, X. Ramis, X. Fernández, A. Cadenato, J.M. Salla, A. Vallés, L. Contat, A. Ribes, Calorimetric and thermogravimetric studies of UV-irradiated polypropylene/starch-based materials aged in soil, *Polym. Degrad. Stab.* 91 (2006) 44–51, <https://doi.org/10.1016/j.polydegradstab.2005.04.029>.
- [54] M. Aly, M.S.J. Hashmi, A.G. Olabi, K.Y. Benyounis, M. Messeiry, A.I. Hussain, E. F. Abadir, Optimization of alkaline treatment conditions of flax fiber using box-behken method, *J. Nat. Fibers* 9 (2012) 256–276, <https://doi.org/10.1080/15440478.2012.738036>.
- [55] A. Bezazi, A. Belaadi, M. Bourchak, F. Scarpa, K. Boba, Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of Agave americana L. natural fibres, *Compos. Part B Eng.* 66 (2014) 194–203, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.05.014>.
- [56] A. Belaadi, S. Amroune, M. Bourchak, Effect of eco-friendly chemical sodium bicarbonate treatment on the mechanical properties of flax fibres: Weibull statistics, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* (2019), <https://doi.org/10.1007/s00170-019-04628-8>.
- [57] S. Amroune, A. Belaadi, R. Dalmis, Y. Seki, A. Makhlof, H. Satha, Quantitatively investigating the effects of fiber parameters on tensile and flexural response of flax/epoxy biocomposites, *J. Nat. Fibers* (2020) 1–18.
- [58] S. Amroune, A. Belaadi, M. Bourchak, A. Makhlof, H. Satha, Statistical and experimental analysis of the mechanical properties of flax fibers, *J. Nat. Fibers* (2020), <https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1775751>.
- [59] A.K. Bledzki, J. Gassan, Composites reinforced with cellulose based fibres, *Prog. Polym. Sci.* 24 (1999) 221–274.
- [60] M. Division, Structure and properties of some vegetable fibres, *J. Mater. Sci.* (1986) 57–63.
- [61] Z. Belouadah, L. Toubal, N. Belhaneche-Bensema, A. Ati, Characterization of ligno-cellulosic fiber extracted from Atriplex halimus L. plant, *Int. J. Biol. Macromol.* (2020), <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.11.142>.
- [62] A. Belaadi, M. Bourchak, H. Aouici, Mechanical properties of vegetal yarn: Statistical approach, *Compos. Part B Eng.* 106 (2016) 139–153, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.09.033>.
- [63] A. Belaadi, S. Amroune, M. Bourchak, Effect of eco-friendly chemical sodium bicarbonate treatment on the mechanical properties of flax fibres: Weibull statistics, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* (2019), <https://doi.org/10.1007/s00170-019-04628-8>.
- [64] J. Zhang, H. Wang, R. Ou, Q. Wang, The properties of flax fiber reinforced wood flour/high density polyethylene composites, *J. Forest. Res.* 29 (2018) 533–540, <https://doi.org/10.1007/s11676-017-0461-0>.
- [65] B.D. Park, J.J. Balatinez, Mechanical properties of wood-fiber/toughened isotactic polypropylene composites, *Polym. Compos.* 18 (1997) 79–89, <https://doi.org/10.1002/pc.10263>.
- [66] A. Koffi, D. Koffi, L. Toubal, Mechanical properties and drop-weight impact performance of injection-molded HDPE/birch fiber composites, *Polym. Test.* 93 (2021), 106956, <https://doi.org/10.1016/j.polytest.2020.106956>.
- [67] B. Bax, J. Müssig, Impact and tensile properties of PLA/Cordenka and PLA/flax composites, *Compos. Sci. Technol.* 68 (2008) 1601–1607, <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.01.004>.
- [68] J.L. Thomason, M.A. Vluc, Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: 4. Impact properties, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 28 (1997) 277–288, [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(96\)00127-3](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(96)00127-3).
- [69] M. Asim, M. Jawaid, A. Khan, A.M. Asiri, M.A. Malik, Effects of Date Palm fibres loading on mechanical, and thermal properties of Date Palm reinforced phenolic composites, *J. Mater. Res. Technol.* 9 (2020) 3614–3621, <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.01.099>.
- [70] L. Shang, G. Han, F. Zhu, J. Ding, T. Shupe, Q. Wang, Q. Wu, High-density polyethylene-based composites with pressure-treated wood fibers, *BioResources* 7 (2012) 5181–5189, <https://doi.org/10.15376/biores.7.4.5181-5189>.
- [71] F. Chen, G. Han, Q. Li, X. Gao, W. Cheng, High-temperature hot air/silane coupling modification of wood fiber and its effect on properties of wood fiber/HDPE composites, *Materials* (2017), <https://doi.org/10.3390/ma10030286>.
- [72] M.R. Rahman, M.N. Islam, M.M. Huque, Influence of fiber treatment on the mechanical and morphological properties of sawdust reinforced polypropylene composites, *J. Polym. Environ.* 18 (2010) 443–450, <https://doi.org/10.1007/s10924-010-0230-z>.
- [73] I. Taha, L. Steuernagel, G. Ziegmann, Optimization of the alkali treatment process of date palm fibres for polymeric composites, *Compos. Interfaces* 14 (2007) 669–684.
- [74] P. Sentharamaikkannan, M. Kathiresan, Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fiber from *Coccinia grandis* L., *Carbohydr. Polym.* 186 (2018) 332–343, <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.01.072>.
- [75] M. Maache, A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, A. Dufresne, Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus* L., *Carbohydr. Polym.* 171 (2017) 163–172, <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.04.096>.
- [76] Z. Belouadah, A. Ati, M. Rokbi, Characterization of new natural cellulosic fiber from *Lygeum spartum* L., *Carbohydr. Polym.* 134 (2015) 429–437, <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.08.024>.
- [77] S. Amroune, A. Bezazi, A. Belaadi, C. Zhu, F. Scarpa, S. Rahatekar, A. Imad, Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (*Phoenix dactylifera* L.), *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 71 (2015), <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.12.011>.
- [78] J.C. dos Santos, L.Á. de Oliveira, L.M. Gomes Vieira, V. Mano, R.T.S. Freire, T. H. Panzera, Eco-friendly sodium bicarbonate treatment and its effect on epoxy and polyester coir fibre composites, *Constr. Build. Mater.* 211 (2019) 427–436, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.284>.
- [79] R. Dalmis, S. Köktaş, Y. Seki, A.Ç. Kılıç, Characterization of a new natural cellulose based fiber from *Hierochloe Odarata*, *Cellulose* 27 (2020) 127–139, <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02779-1>.