

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université a. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des procédés
Laboratoire des Matériaux Organiques

Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie des procédés des matériaux

Présenté par

- MEZNAD Amel
- NOUI Hadda

Thème

Elaboration et caractérisations des composites à matrice thermodurcissable renforcée par des fibres naturelles

Soutenue le 06/07/2022

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Université	
KERROUCHE Djamila	MCB	Université de BEJAIA	Présidente
SLIMI Ouidette	MCB	Université de BEJAIA	Examinatrice
BENGHANEM Nacera	MCB	Université de BEJAIA	Encadrant

Année Universitaire : 2021/2022

Remerciements



Le premier merci avant tout à l'éternel notre Dieu, pour la bénédiction du succès, pour nous voir donné la santé et la force pour accomplir ce travail.

Un grand merci à nos familles d'avoir toujours étaient présentent et de nous voir soutenus dans nos projets.

On tient vraiment à présenter notre infinité gratitude à notre encadrant madame **Benghanem Nacera** qui nous a été d'une aide précieuse. On tiens vraiment à vous remercier de nous avoir présenté ce thème et guider dans ce travail qui nous a permis de développer nos connaissances par des expériences pratiques qui nous a permis de voir la réalités de la théorie et qui nous a rendus comme une famille.

Nous sommes aussi très reconnaissantes à madame **Kerrouche Djamila** pour son suivi et la qualité de ses conseils.

Nos remerciements vont aussi à madame SLIMI Ouidette pour nous avoir fait l'honneur d'accepter de lire ce mémoire, et d'avoir accepté d'évaluer notre travail.

Nos remerciements vont au directeur, et à tous les ingénieurs et les techniciens des laboratoires. Ainsi que toutes personnes ayant de près ou de loin contribuées à l'élaboration de ce présent mémoire.

Dédicace



Avec l'aide de dieu tout puissant, j'ai pu achever ce modeste travail que je dédie :

À **Ma très chère mère**, qui a œuvré pour ma réussite, de part son amour, son soutien, son assistance et sa présence dans ma vie ainsi que tout les sacrifices consentis et ses précieux conseils, reçois à travers ce travail l'expression de mes sentiments et de mon éternelles gratitude.

À **Mon très cher père**, aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail est le fruit des sacrifices que vous avez consentis pour mon éducation et ma formation le long de ces années.

À Mes sœurs **Katia, Nassima, et Narimane** ainsi qu'à leurs enfants chaque'un en son nom.

À Mes frères **Sofiane et Djoudi**.

À celui que j'aime beaucoup **Dindou**.

À Ma binôme **Amel**

À tous mes aimables amis collègues d'étude.

Hadda

Dédicace



Je remercie tout d'abord Allah, pour la bénédiction du succès, pour m'avoir donné la santé, le courage durant ces longues années d'étude, et la force pour accomplir ce travail. Je dédie ce mémoire

A mon très cher père..... Qui a toujours garni mes chemins avec force et lumière.

A ma tendre mère.....La plus belle perle du monde. Pour sa patience, son amour, son soutien et ses encouragements.

A mon frère **Youcef** Je lui souhaite tout le succès, tout le bonheur.

A ma chère **Hadda**

A mes amis..... Pour une sincérité si merveilleuse.

A toutes personnes..... Qui m'a aidé à franchir les difficultés dans ma vie.

Amel

LISTE D'ABRÉVIATION

ANSh : Coquilles de noix d'arganier

ATG : Analyse thermogravimétrique

CFC : Fibre de coco courte

CH₃CO- : Les groupements acétyles

CMC : Matrice céramique.

CMM : Matrices métalliques.

CMO : Matrice organique.

CPNDE : Composite à base des particules des noyaux de dattes et d'une résine époxy

DPF : Fibres de palmier dattier

DRX : Diffraction des rayons

DS : Degrés de substitution

DTA : L'analyse thermique différentielle.

EPS : Polystyrène expansé

FC : Filaments de cellulose

FGO : Farine de grignon d'olive.

FL : Fibre de lin

FND : Farine des noyaux de dattes

FTIR : La spectroscopie à transformée de Fourier

GO : Grignon d'olive

HM : Fibres haut module.

HR : Fibres haute résistance.

L/D : Longueur/diamètre.

LCF : Fibre de coco longue

LPC : Leaflet polysterene composite(composite Feuilles-Polystyrène).

MDF : medium density fiberboard

MEB : Microscopie électronique à balayage

MnO₄⁻ : Ions de permanganate.

MUF : Mélamine-urée-formaldéhyde

O/C : Oxygène Carbone.

OH : Cosse d'olive

-OH : Fonctions hydroxyles.

PCL : Polycaprolactone

PE/SiO₂/PND : Polyéthylène/ SiO₂/poudre de noyau de dattes.

PF : Phénol formaldéhyde.

PLA : Poly(acide lactique)

PS/FNT : Polystyrène/ Farine non traité

PU : Polyuréthanes

RTM : Resin transfer molding.

T_c : Température de cristallisation

TD : Résines thermodurcissables.

T_d : Température de dégradation

T_m : Melting temperatures (température de fusion)

TP : Résines thermoplastiques.

TPS : L'amidon thermoplastique

TS : Résines thermostables.

V : Volume

WPC : Wood-plastic composite materials

σ_{Tred} : Allongement à la rupture

Chapitre I :

Généralités sur les matériaux composites et les fibres végétales

Partie I : Généralités sur les matériaux composites

Figure .I.1. Représentation schématique d'un matériau composite

Figure .I.2. Structure d'un matériau composite

Figure. I.3. Différentes types de matrices

Figure .I.4. Types de Renforts

Figure .I.5. Différents types de fibres de verre (documentation Ahlstrom)

Figure .I.6. fibre de carbone

Figure .I.7. fibre d'aramide

Figure .I.8. Fibres de polyéthylènes

Figure .I.9. Fibres naturelles

Figure .I.10. Classification des fibres naturelles

Figures I.11. Moulage au contact

Figure I.12. Méthode du moulage sous vide

Figure I.13. Méthode de moulage par projection simultanée

Figure I.14. Méthode de moulage par compression

Figure I.15. Principe du moulage par injection de Résine

Figure .I.16. Composite monocouche

Figure. I.17. Composite Sandwichs

Figure. I.18. Composite Stratifiés

Partie II : Généralités sur les fibres végétales

Figure .II.1. Schéma de molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène

Figure .II.2. Structure d'un type de xyloglucane

Figure .II.3. Motifs élémentaires de lignine

Figure .II.4. Coupe longitudinale d'un noyau de datte

Figure .II.5. Structure chimique des noyaux de datte, a) molécule de cellulose, b) principaux résidus de sucre des hémicelluloses, et c) unités phénylpropanoïdes présentes dans la lignine

Figure .II.6. Classification des fibres végétales selon l'origine

Figure.II.7. Essai de traction sur des fibres de jute traitées avec différentes solutions de soude

Partie III : Techniques de caractérisation

Figure.I.III.1. Principe de fonctionnement de la thermobalance d'analyse thermogravimétrique et thermo différentielle

Figure .I.III.2. Courbes ATG du PP, RHF et des composites PP/RHF 30% en variant le taux de l'agent de couplage « Anhydride Maléique Polypropylène » (MAPP)

Figure.I.III.3. Equilibre obtenu au niveau du point triple entre les phases solide, liquide et vapeur

Chapitre III:

Méthodes d'élaboration et caractérisations

Figure.III.1. Formule chimique de l'hexane

Figure. III.2. Broyeur de marque FRITSCH

Figure.III.3.Appareil de tamisage.

Figure. III.4. L'appareil de soxhlet.

Figure. III.5. Préparation de la farine ND : **A)** Les noyaux de dattes, **B)** La farine des noyaux de dattes, **C)** La poudre tamisée, **D)** La poudre prétraité (extraction des huiles).

Figure. III.6. Les composites : A) Résine MEDAPOXY812, B) Composite à 10% FND, C) Composite à 20% FND, D) Composite à 30% FND

Figure. III.7. Microscopie électronique à balayage

Figure. III.8. Spectrophotomètre à transformée de Fourier de type SHIMADZU FTIR-8400S.

Figure. III.9. L'appareil thermogravimétrique de type SDT.Q600.V20.9.Build.20.

Figure. III.10. L'appareil de mesure d'angle de contact

Chapitre IV :

Résultat et Discussion

Figure .IV.1. Différentes granulométries de la farine des noyaux de dattes obtenues après broyage et tamisage.

Figure IV.2. Morphologie de la surface de FND (a) à l'état brut, (b) après extraction

Figure. VI.3. Spectroscopie d'absorption infrarouge de la poudre

Figure. IV.4. Termogramme ATG/DTG de la poudre

Figure. IV.5. Densité apparente des différents composites

Figure. IV.6. Les composites : A) Résine MEDAPOXY812, B) Composite à 20%FND, C) Composite à 30%FND, D) Composite à 40%FND

Figure. IV.7. Spectroscopie d'absorption infrarouge des composites.

Figure. IV.8. Thermogramme ATG de l'epoxy

Figure IV.9. Thermogramme ATG de EP et des composites à 10 et 30 % de renfort FND

Figure. IV.10. Thermogramme DTG de EP et des composites à 10 et 30 % de renfort FND

Figure. IV.11. Angle de contact θ de la résine EP et le composite FND/EP 30% de FND

Chapitre I :

Généralités sur les matériaux composites et les fibres végétales

Partie I : Généralités sur les matériaux composites

Tableau.I.1. Les avantages et les inconvénients de polyesters insaturés

Tableau.I.2. Les avantages et les inconvénients des résines époxydes

Tableau.I.3. Compositions des verres de type E, D et R.

Tableau .I.4.Avantages et inconvénients des fibres naturelles comme renfort des matériaux composites

Partie II : Généralités sur les fibres végétales

Tableau.II.1.Composition massique de quelques fibres naturelles.

Tableau.II.2. Composition chimique de la farine de noyaux de datte FND

Tableau.II.3. Composition chimique de fibres végétales (a base de palmier dattier)

Tableau .II.4.Analyse élémentaire ; taux de cendres et d'humidité des noyaux de dattes

Tableau .II.5. Composition minérale des noyaux (mg/100g de cendres)

Tableau .II.6. Propriétés mécaniques de la fibre de palmier après divers traitements

Tableau .II.7. Résumé des avantages et inconvénients des renforts et charges végétales

Chapitre III:

Méthodes d'élaboration et caractérisations

Tableau.III.1. Caractéristiques de la résine MEDAPOXY 812

Tableau.III.2. Composition bio chimique des noyaux de datte (Deglet-Nour)

Tableau.III.3. Caractéristiques physiques de noyau de datte (Deglet-Nour).

Tableau.III.4.Les différentes formulations choisies pour la préparation de nos échantillons

Chapitre IV :
Résultat et Discussion

Tableau .IV.1. Masse volumique de la poudre

Tableau.IV.2. Bandes caractéristiques du spectre FTIR de la poudre FND

Tableau .IV.3.Densité apparente des différents composites

Tableau .IV.4. Evaluation des propriétés thermiques des composites (Époxy/ FND)

Tableau.IV.5. Angle de contact de la résine EP et le composite FND/EP30% de FND

Sommaire

Remerciements	
Dédicaces	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction	1
 <i>Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites et les fibres végétales</i>	
 Partie I : Généralités sur les matériaux composites	
I.1. Historique	2
I.2. Définition d'un matériau composite	2
I.3. Les constituants des matériaux composites	3
I.3.1. Matrice	3
I.3.1.1. Matrice organique (CMO)	4
I.3.1.1.1. Résines thermoplastiques (TP)	4
I.3.1.1.2. Résines thermostables (TS)	4
I.3.1.1.3. Résines thermodurcissables (TD)	5
I.3.1.2. Matrice minérale	7
I.3.1.2.1. Matrices métalliques(CMM)	7
I.3.1.2.2. Matrice céramique(CMC)	7
I.3.2. Renforts	7
I.3.3. Charges et additifs	12
I.3.3.1. Charges	12
I.3.3.2. Additifs	13

I.4. Mise en œuvre des matériaux composites.....	13
I.4.1. Moulage au contact.....	13
I.4.2. Moulage sous vide.....	14
I.4.3. Moulage par projection simultanée.....	14
I.4.4. Moulage par compression.....	15
I.4.5. Moulage par transfert de résine.....	16
I.5. Structure des matériaux composites.....	16
I.5.1. Les monocouches.....	16
I.5.2. Sandwichs.....	17
I.5.3. Stratifiés.....	17
I.6. Paramètres influençant sur les propriétés du composites.....	18
I.6.1. Influence de l'humidité et de la température sur la fibre naturelle.....	18
I.6.2. Influence de la quantité de renfort.....	18
I.6.3. Influence de la morphologie du renfort.....	19
I.7. Domaines d'applications des matériaux composites.....	19
I.8. Avantages et inconvénients des matériaux composites.....	20

Partie II : Généralités sur les fibres végétales

II.1. Définition de la fibre végétale.....	21
II .2. Composition chimique des fibres végétales.....	22
II.3. Présentation des fibres de noyaux de dattes.....	24
II.3.1. Généralités sur les noyaux de dattes.....	24
II.3.2. Structure chimique de la farine des noyaux de datte.....	25
II.3.3. Caractéristiques physico-chimiques de noyau de datte.....	26

II.3.3.1. Caractéristiques physiques (morphologie) du noyau de datte.....	26
II.3.3.2. Composition chimique du noyau de datte.....	27
II.3.4. Valorisation de noyau de datte.....	28
II .4.Classification des fibres végétales.....	28
II.5. Propriétés usuelle des fibres végétales.....	29
II.5.1. Caractéristiques thermiques des fibres végétales.....	29
II .5.2.Caractéristiques physico-mécanique des fibres végétales.....	29
II.6. Modification des fibres lignocellulosiques.....	30
II.7.Utilisations des fibres végétales.....	32
II.8.Avantages et inconvénients des fibres végétales.....	33

Partie III : Techniques de caractérisation

III.1. Propriétés morphologiques par MEB.....	34
III.2. Spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier (IR-TF).....	34
III.3. Analyse thermogravimétrie (ATG).....	34
III .4. L'angle de contact.....	36
III.5. Diffraction des Rayons X (DRX).....	37

Chapitre II : Rappels bibliographiques

Chapitre III: Méthodes d'élaboration et caractérisations

III.1. Produits chimiques.....	44
III.2. Matériaux utilisés.....	45
III.3. Préparation des composites.....	48
III.4. Techniques de caractérisation.....	50
III.4.1. Mesure de densité.....	50

III.4.2. Propriétés morphologiques par MEB.....	50
III.4.3. Spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier (IR-TF).....	51
IV.4.4. Analyse thermogravimétrie (ATG).....	51
III.4.4. Angle de contact.....	52

Chapitre IV : Résultat et Discussion

IV.1. Caractérisations de la farine ND.....	53
IV.1.1. Caractérisation de la farine des noyaux de dattes FND.....	53
IV.1.2. Taux d'extractibles.....	54
IV.1.3. Taux d'humidité.....	54
IV.1.4. Détermination de la masse volumique de la poudre.....	55
IV.1.5. Analyse par microscopie électronique à balayage.....	55
IV.1.6. Spectroscopie d'absorption infrarouge (IRTF) de la poudre.....	56
IV.1.7. Comportement thermique ATG/DTG de FND.....	58
IV.2. Caractérisations des composites.....	59
IV.2.1. Mesure de la densité apparente.....	59
IV.2.2. Tests visuels.....	60
IV.2.3. Observation par microscopie optique.....	60
IV.2.4. FTIR des composites.....	61
IV.2.5. Comportement thermique ATG/DTG des composites.....	62
IV.2.6. Angle de contact.....	64

Conclusion.....68

Bibliographie

Résumé

Introduction

Depuis l'apparition des premiers composites polymériques renforcés par des fibres de verre (vers 1940), et face à des contraintes économiques, environnementales toujours plus exigeantes, le développement des technologies modernes ne cesse d'évoluer vers des meilleurs rapports performances coûts d'élaboration. Par ailleurs, pour les domaines des transports et de l'aéronautique, la légèreté est fortement demandée [1].

En effet l'utilisation du renfort cellulosique (fibres naturelles) dans la matrice organique apparaît aujourd'hui comme une meilleure alternative et ce, pour leurs bonnes propriétés spécifiques: biodégradabilité, abondance, caractère renouvelable et faible coût [2].

De nouvelles applications et des composites plus performants sont déjà anticipés, mais les connaissances restent insuffisantes et des études doivent être menées afin de mieux comprendre certains mécanismes. A ce titre, plusieurs fibres naturelles ont été proposées comme substituant aux fibres classiques parmi lesquelles le chanvre, le lin, le jute (en Europe) ou encore le palmier dattier, l'alfa et le palmier nain (en Afrique) [1]. Dans le cadre de ce mémoire, nous nous sommes intéressées au renfort à fibres de noyaux de dattes qui constitue l'une des richesses végétales les plus abondantes du sud algérien, et qui de nos jours, restent peu exploitées.

En effet, à travers ce travail, nous nous intéresserons particulièrement aux Fibres de Noyaux de Dattes (dénommées FND) pour élaborer des composite à matrice polymérique therm durcissable (époxy EP). Toutefois, pour mener à bien cette étude, différentes formulations ont été choisies pour la préparation de nos composites. À savoir : 10 %, 20%, et 30% de taux de renfort en FND.

Ce mémoire est structuré en quatre chapitres. Le premier consiste en quelques généralités sur les matériaux composites et les fibres végétales. Le second présente quelques rappels bibliographiques. Quant au troisième, celui-ci décrit les méthodes d'élaboration et caractérisations que nous avons utilisées. Le dernier chapitre fait l'objet de la présentation des résultats obtenus suivis d'une discussion. Enfin, une conclusion générale résume succinctement le travail effectué.

Chapitre I

Généralités sur les matériaux composites et les fibres végétales

Chapitre I :

Généralités sur les matériaux composites et les fibres végétales

Partie I : Généralités sur les matériaux composites

I.1. Historique

Les matériaux composites sont vieux comme le monde. Il y a plus de 4000 ans, les artisans de l'ancienne l'Égypte savaient améliorer les performances mécaniques des briques en ajoutant un certain taux de la paille courte à l'argile fraîchement préparée.

Plusieurs matériaux naturels comme les os (mélange complexe de collagène et de phosphate de calcium), le bois (fibre de cellulose dans une matrice de lignine) le corps humain (le squelette dans une matrice : les muscles) peuvent être considérés comme des matériaux composites [3].

Les premiers composites se sont développés pendant le 19^{ème} siècle grâce à la création des résines et des fibres synthétiques. Ils ont fait leur apparition au cours de la seconde guerre mondiale. Leur histoire ne remonte pas à plus de cinquante ans et ils ont déjà accumulé plus d'une douzaine de procédés de mise en œuvre [4].

Ces matériaux sont particulièrement adaptés aux structures qui requièrent à la fois haute résistance et excellente rigidité, avec en même temps une grande légèreté. En effet, ces composites présentent un certain nombre d'avantages par rapport aux matériaux métalliques : résistance à la fatigue mécanique, insensibilité à la corrosion, facilité et possibilité de mise en œuvre ainsi qu'un faible coût [5].

I.2. Définition d'un matériau composite

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux matériaux de natures différentes, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont les performances sont supérieures à celles des composants pris séparément. Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase discontinue, appelée renfort ou matériau renforçant, est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue, appelée matrice (Figure .I.1) [2].

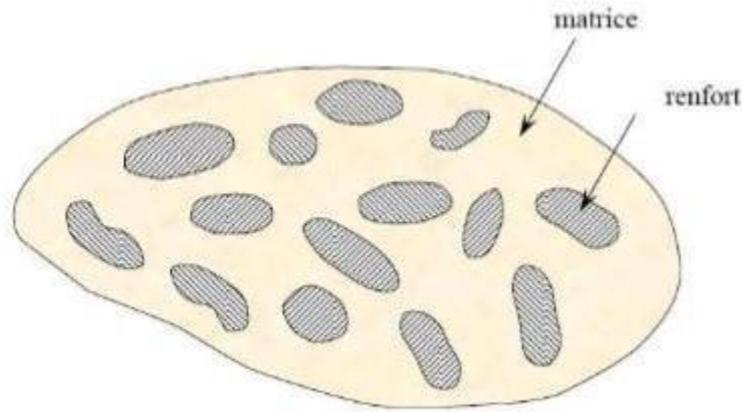


Figure .I.1. Représentation schématique d'un matériau composite [6]

I.3. Les constituants des matériaux composites

Les matériaux composites se constituent de :

- Matrice
- Renfort
- Charges et additifs

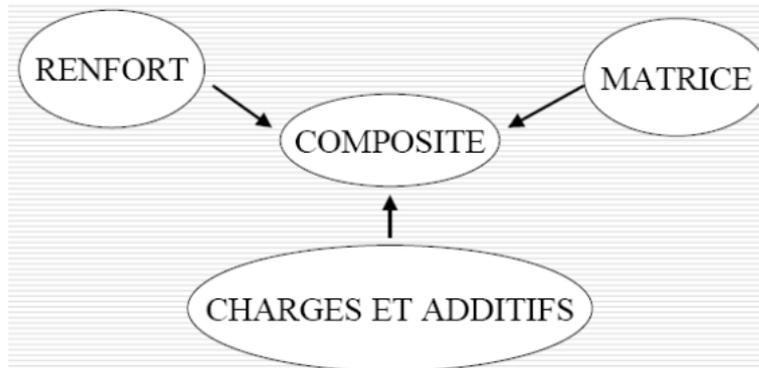


Figure .I.2. Structure d'un matériau composite [7]

I.3.1. Matrice

La matrice est un matériau organique léger, facilement déformable. Elle a pour principal but de transmettre les efforts mécaniques au renfort. Elle assure aussi la protection du renfort vis-à-vis des diverses conditions environnementales. Elle permet en outre de donner la forme voulue au produit réalisé.

Il existe différents types de matrices qui sont utilisées dans les matériaux composites comme représenté sur la figure .I.3 :

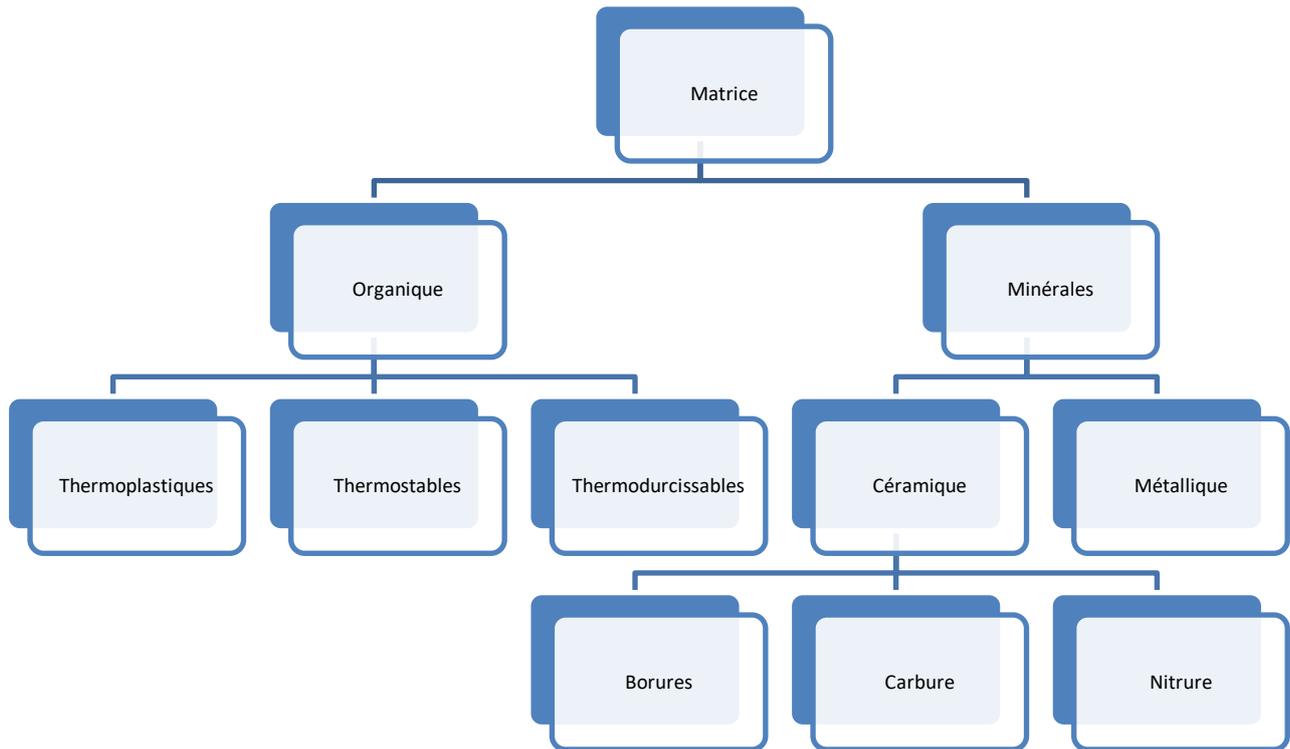


Figure.I.3. Différentes types de matrices [8].

I.3.1.1. Matrice organique (CMO)

C'est la famille la plus courante des matériaux composites. On peut citer trois types de matrices utilisés : les résines thermoplastiques (TP), les résines thermostables (TS), les résines thermodurcissables (TD).

I.3.1.1.1. Résines thermoplastiques (TP)

Ce sont des matériaux synthétiques constitués de polymères linéaires ou ramifiés. Le matériau thermoplastique est fusible sous l'effet de la chaleur et se solidifie par refroidissement et ceci plusieurs fois. Ils sont utilisés comme éléments structuraux et décoratifs dans diverses applications (le bâtiment, la construction, etc.). Dans l'industrie, ces matières sont transformées essentiellement par extrusion en matériaux fonctionnels, et elles peuvent être recyclées [9].

I.3.1.1.2. Résines thermostables (TS)

Les résines thermostables sont développées surtout dans les domaines de l'aviation et de l'espace, où les laboratoires cherchent à mettre au point de nouvelles résines. Les résines bismaléimides et polyimides sont les plus utilisées parmi elles. Tel que les résines bismaléimides sont des résines dont le réseau est élaboré à des températures de 180

à 200°C. Les procédés de moulage sont identiques à ceux des composites à matrice thermodurcissable de type polyester ou époxyde.

Les résines polyimides sont apparues sur le marché vers 1970. Ce sont des résines à haute résistance thermique, mais de prix très élevé. Ces résines permettent d'obtenir des composites de résistance supérieure à 250 °C [10].

I.3.1.1.3. Résines thermodurcissables (TD)

Les résines thermodurcissables représentent la grande majorité des résines adhésives. Dans cette catégorie, les colles sont largement utilisés pour le collage du bois ou dans les composites à base de bois, en particulier ceux à base de fibres cellulosiques. Ces résines servent à lier les fibres entre elles dans les panneaux reconstitués afin d'assurer la cohésion de l'ensemble. L'essentiel des colles employées sont l'urée formaldéhyde, les résines phénoliques (phénol formaldéhyde : PF), et les colles isocyanates [11].

Les principales résines thermodurcissables utilisées dans la mise en œuvre des matériaux composites sont par ordre décroissant en tonnage :

- Les résines polyesters insaturées : polyesters condensés, vinylesters, dérivés allyliques.
- Les résines de condensation : phénoliques, aminoplastes, etc.,
- Les résines époxydes [10].

A. Résines polyesters insaturées

Résine thermodurcissable d'usage très courant dans l'industrie composite. Elles sont obtenues par polycondensation d'un ou plusieurs glycols sur un ou plusieurs diacides dont l'un au moins contient une double liaison éthylénique.

Un polyester insaturé est une résine linéaire de polyester basée sur les acides dibasiques et les alcools dihydriques ayant la capacité de se réticuler avec des monomères de vinyle dans le but de produire des copolymères thermodurcissables [12].

Les avantages et les inconvénients de polyesters insaturés sont représentantes dans le tableau.I.1.

Tableau.I.1. Les avantages et les inconvénients de polyesters insaturés [13].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> • Bonne accroche sur fibres de verre • Translucidité • Bonne résistance chimique • Mise en œuvre facile • Tenue en température (> 150 °C) • Prix réduit 	<ul style="list-style-type: none"> • Inflammabilité (sauf résines chlorées); • Tenue vapeur et eau bouillante • Retrait important (6 à 15 %) • Durée de conservation en pot limitée • Emission de styrène

B. Résines de condensation

Les résines de condensation comportent les résines phénoliques, les aminoplastes et les résines furaniques.

1. Les résines phénoliques sont les plus anciennes des résines thermodurcissables. Elles présentent une excellente stabilité, une bonne tenue à la chaleur, une bonne résistance aux agents chimiques, de bonnes caractéristiques mécaniques et un faible coût [14].

2. Les caractéristiques des résines aminoplastes sont voisines de celles des résines phénoliques. Aux avantages de ces résines, il faut ajouter : la possibilité d'utilisations alimentaires et la possibilité de colorer les résines [14].

3. Les résines furaniques sont assez peu utilisées à cause de leur coût, trois fois plus élevé que les résines polyesters. Parmi leurs avantages : un durcissement plus rapide que les résines phénoliques et une grande inertie vis-à-vis des agents chimiques corrosifs [14].

C. Résines époxydes

La résine époxy est un polymère liquide thermodurcissable constitué de deux composants. Elle se travaille sous forme liquide entre 20 et 25°C et commence à durcir une fois exposée à une température de 10 à 15°C. Elle est colorable à l'envie, esthétique et originale, la résine époxy est idéale pour donner vie à de nombreuses réalisations pratiques et décoratives.

Cette dernière présente de nombreuses avantages et inconvénients cités dans le tableau suivant (tableau .I.2).

Tableau.I.2. Les avantages et les inconvénients des résines époxydes [15].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> • Excellentes propriétés mécaniques, thermiques (130 à 180°C) et un bon comportement chimique. • Faible retrait (1 à 2 %). • Excellente adhérence sur fibres. • Auto-extinguibilité. • Mise en œuvre facile, sans solvant. 	<ul style="list-style-type: none"> • Prix élevé. • Sensibilité à l'humidité et aux UV. • Vieillessement sous température. • Sensibilité aux chocs. • Temps de polymérisation.

I.3.1.2.Matrice minérale

I.3.1.2.1.Matrices métalliques(CMM)

Les composites à matrice métallique possèdent une bonne tenue en température ainsi que de bonnes propriétés électrique et thermique. Par rapport aux métaux, ils ont une meilleure stabilité dimensionnelle, ainsi qu'une meilleure résistance à l'usure [16].

I.3.1.2.2.Matrice céramique(CMC)

Les matériaux utilisés sont les carbures de silicium et de carbone. Ils sont utilisés pour la fabrication des pièces qui subissent des contraintes d'origine thermique et leur coût est très élevé.

I.3.2. Renforts

Le renfort représente la phase discontinue d'un matériau, c'est le principal porteur constitutif dans le composite (forme, volume). Il confère aux composites leurs caractéristiques mécaniques : rigidité, résistance à la rupture, dureté. Ces renforts permettent également d'améliorer certaines des propriétés physiques : comportement thermique, tenue en température, propriétés électriques, ...etc. Les caractéristiques recherchées pour les renforts sont des propriétés mécaniques élevées, une masse volumique faible, une bonne compatibilité avec les résines, une facilité de mise en œuvre, un faible coût [17].

Il se présente sous forme filamentaire (organique ou inorganique comme les fibres de verre, carbone, aramide et les fibres naturelles (lin, sisal, ramie, jute, chanvre, abaca et grignon d'olive) [18]. La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la Figure .I.4:

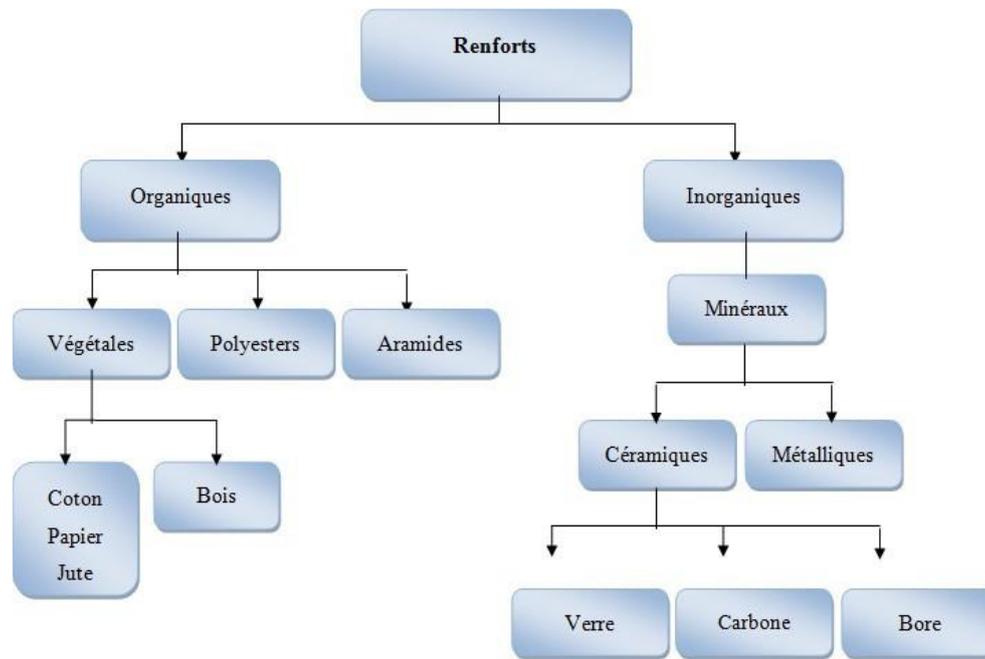


Figure .I.4. Types de Renforts [18].

A. Fibre de verre

Elles constituent le renfort essentiel des composites de grande diffusion (Figure.I.5). Elle est obtenue à partir de sable (silice) et d'additifs (alumine, carbonate de chaux, magnésie, oxyde de bore).

On distingue trois types de fibres :

- E : pour les composites de grande diffusion et les applications courantes.
- R : pour les composites hautes performances.
- D : pour la fabrication de circuits imprimés (propriétés diélectriques) [10].

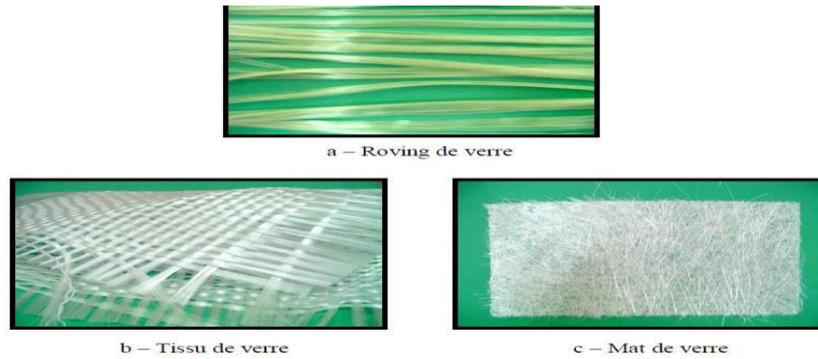


Figure.I.5. Différents types de fibres de verre (documentation Ahlstrom)

Le tableau I.3 montre les compositions des verres de différents types.

Tableau.I.3. Compositions des verres de type E, D et R. [10]

Constituants		Composition en masse (%)		
		Verre E	Verre D	Verre R
Silice	SiO ₂	53-54	73-74	60
Alumine	Al ₂ O ₃	14-15.5		25
Chaux	CaO	20-24	0.5-0.6	9
Magnésie	MgO			
Oxyde de bore	B ₂ O ₃	6.5-9	22-23	6
Fluor	F	0-0.7	0.1-0.2	
Oxyde de fer	Fe ₂ O ₃	<1	1.3	
Oxyde de titane	TiO ₂			
Oxyde de sodium	Na ₂ O	<1	1.5	
Oxyde de potassium	K ₂ O			

B .Fibres de carbone

La fibre de carbone est obtenue à partir de la pyrolyse d'une fibre organique appelée précurseur. Les fibres de carbone se différencient par le taux de carbone plus ou moins élevé.

Ces fibres sont utilisées en tant que carbone pour les propriétés de cet élément et en tant que fibre flexible et qui convient à toutes les formes de produits finis [19].

Selon la température de combustion, on distingue deux types de fibres:

- fibres haute résistance (HR) : pour une combustion de 1000 à 1500 °C.

- fibres haut module (HM) : pour une température de combustion de 1800 à 2000 °C [10].



Figure .I.6. fibre de carbone [19]

C. Fibre de bore

Fibres de haut module et insensibles à l'oxydation à hautes températures, elles sont obtenues par dépôt en phase gazeuse sur un substrat en tungstène [20].

D. Fibre d'aramide

La fibre d'aramide (ou kevlar qui est une dénomination commerciale) utilisées dans les protections balistiques comme les gilets pare-balles ainsi que dans les réservoirs souple de carburant [21].



Figure .I.7. fibre d'aramide [21]

E. Fibres de polyéthylène de haut module

Elles présentent une très bonne résistance à la traction mais une mauvaise mouillabilité. Pour des structures peu sollicités, on peut encore utiliser des fibres synthétiques courantes de polyamide ou polyester [22].



Figure .I.8. Fibres de polyéthylènes [22]

F. Fibres naturelles

Les fibres naturelles sont d'origine animale ou végétale. Les plus utilisées sont les fibres de coton, lin et chanvre, ou encore de sisal, jute, kénaf ou coco. Elles commencent à être utilisées de plus en plus souvent comme fibres de renfort dans les composites.



Figure .I.9. Fibres naturelles [22]

- **Classification des fibres naturelles**

La classification des fibres naturelles est présentée dans la figure I.10 :

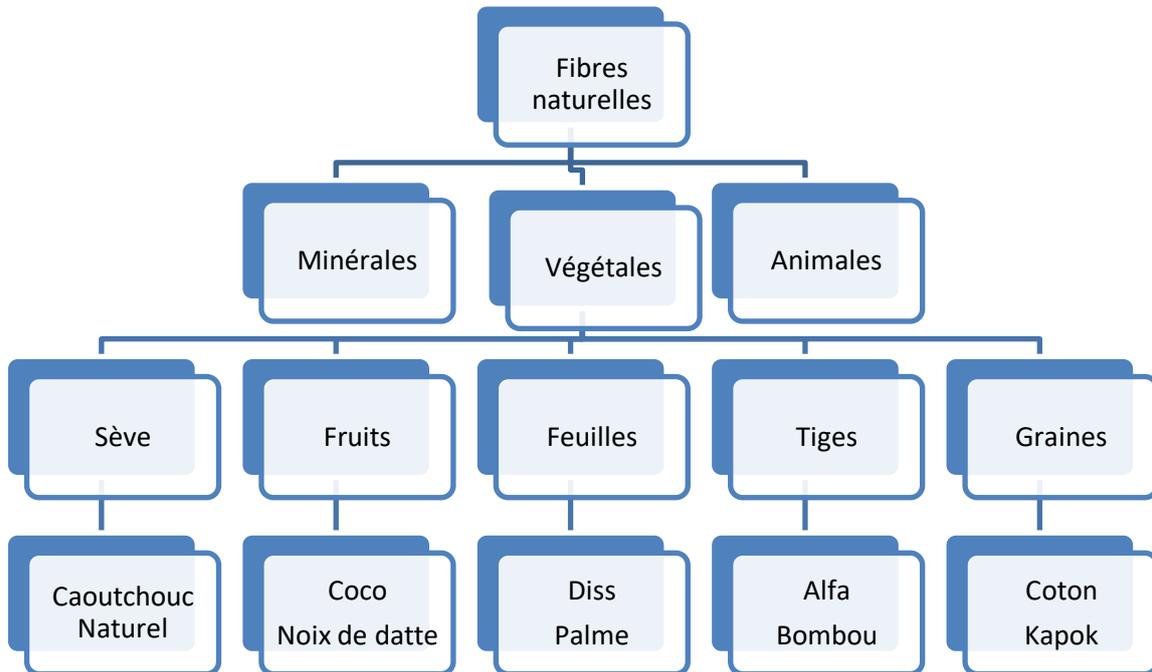


Figure I.10. Classification des fibres naturelles [10].

I.3.3. Charges et additifs

I.3.3.1. Charges

Dans une formulation, une charge est une substance solide, non miscible et dispersée par un moyen mécanique dans une matrice. Elle est introduite dans un mélange pour surtout diminuer le cout, perfectionner certaines propriétés (mécaniques, électriques ou thermiques) ou modifier la densité.

Il s'agit de matières organiques, minérales, métalliques ou synthétiques permettant de modifier de manière sensible les propriétés du matériau composite [23].

- Les charges organiques : fibres et poudres de cellulose, farine de bois, poudre de noyau de fruits ;
- Les charges minérales: carbonates de calcium et/ou de magnésium, silices, sulfates;
- Les charges métalliques : poudres ou paillettes de nickel, cuivre...etc.
- Les charges synthétiques : microbilles de verre, silices, fibres de nylon, ryselane.

I.3.3.2. Additifs

Il s'agit de la substance ajoutée à la résine pour modifier ou améliorer le comportement rhéologique ou les propriétés du produit fini [24]:

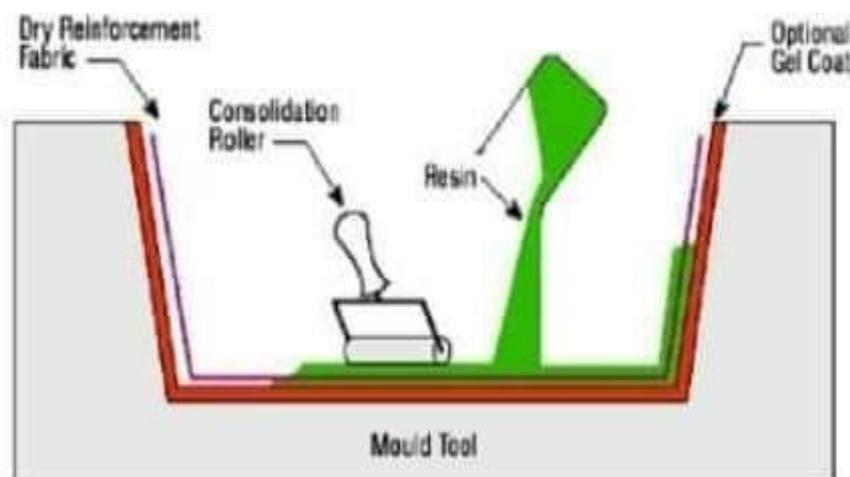
- Accélérateurs et catalyseurs de polymérisation ;
- Diluants ;
- Plastifiants ou flexibilisateurs ;
- Tensioactifs ;
- Pigments et colorants ;
- Stabilisants;

I.4. Mise en œuvre des matériaux composites

Il existe différentes techniques pour élaborer des matériaux composites, parmi ces techniques on a :

I.4.1. Moulage au contact

Le moulage au contact ou stratification au contact est un procédé entièrement manuel de mise en forme de plastique renforcés, à température ambiante et sans pression. Ce procédé est le premier à avoir été employé pour le moulage des résines polyesters insaturés renforcées.



Figures I.11. Moulage au contact [2]

I.4.2. Moulage sous vide

La technique de moulage sous vide est un procédé de meilleure qualité que le moulage par contact. Elle permet d'obtenir des moulages sans défaut de produits composites aux formes complexes et de réduire les défauts liés à l'irrégularité de l'intervention manuelle.

Dans ce processus la pression atmosphérique est utilisée comme un contre-moule pour éliminer l'air piégé et améliorer la répartition de la résine dans la stratification [25].

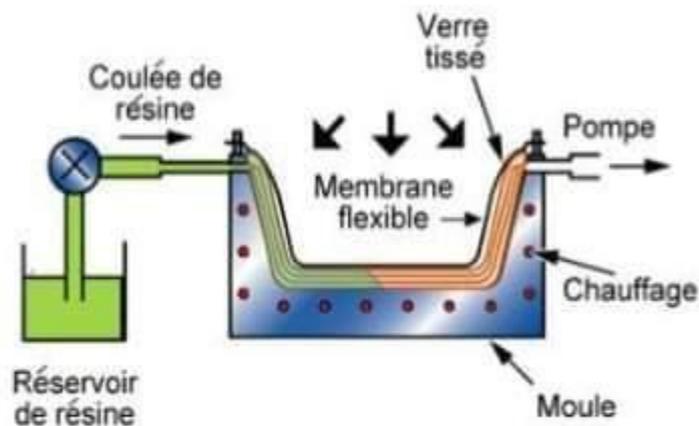


Figure I.12. Méthode du moulage sous vide [2]

I.4.3. Moulage par projection simultanée

La projection simultanée est une technique de fabrication de pièces en matériaux composites qui apporte, ou projette, simultanément les deux composants de base de ces matériaux ; les renforts sous forme de fibres coupées et la matrice sous forme d'un jet de résine liquide réactive. Ce flux de matières mélangées est dirigé vers l'empreinte d'un moule pour créer une couche compacte [26].

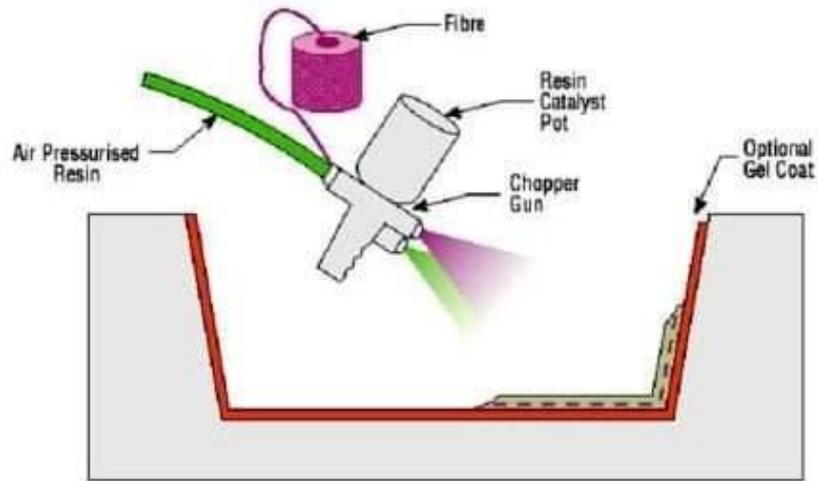


Figure I.13. Méthode de moulage par projection simultanée [2]

I.4.4. Moulage par compression

Le moulage par compression est un procédé de mise en forme par moulage de pièces en matériaux plastiques ou composites. Ces matériaux peuvent être à base des thermoplastiques et surtout des thermodurcissables.

Ce procédé consiste à préchauffer une quantité précise de matériau à mouler, puis comprimée à l'aide de deux moules chauffés pour lui donner la forme désirée.

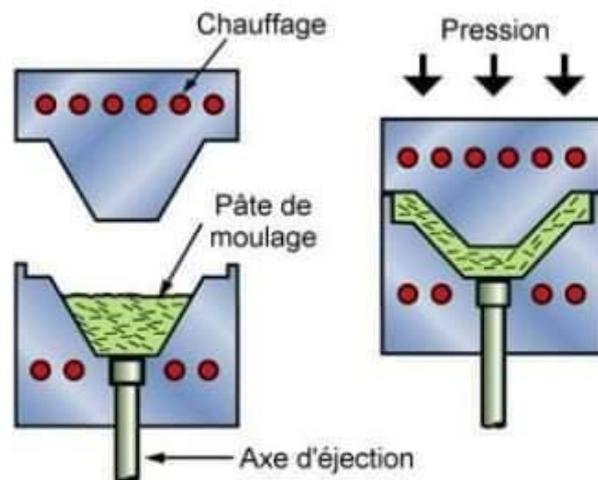


Figure I.14. Méthode de moulage par compression [2]

I.4.5. Moulage par transfert de résine

Le moulage par transfert de résine (Resin transfer molding (RTM) en anglais) est un procédé très utilisé, notamment pour la fabrication de pièces de grandes tailles (Aéronautique et nautisme). C'est un procédé industriel d'injection à basse pression de résine liquide dans un moule rigide et fermé. Ce dernier permet d'obtenir des pièces composites de dimensions précises.

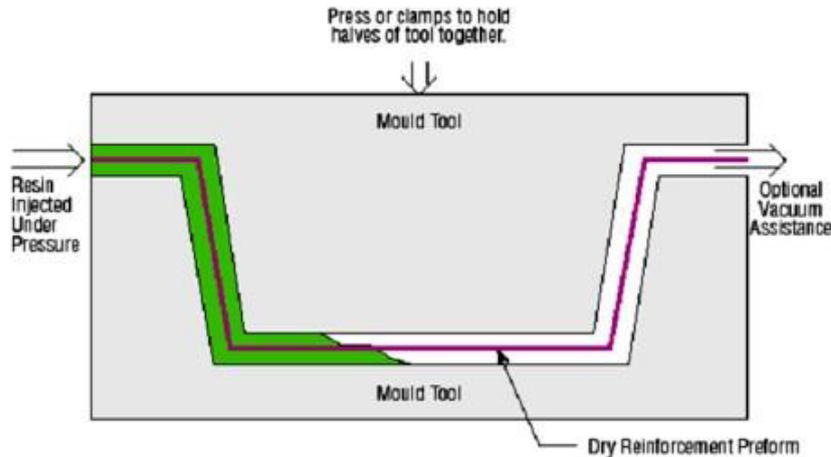


Figure I.15. Principe du moulage par injection de Résine [2]

I.5. Structure des matériaux composites

Les structures des matériaux composites sont classées en trois types: les monocouches, les sandwichs, les stratifiées.

I.5.1. Les monocouches

Les monocouches sont les éléments de base des structures composites. Des fibres unidirectionnelles placées dans le plan médian sont emprisonnées dans une matrice polymère (voir la figure. I.16). Ils sont caractérisés par le type de renfort utilisé : des fibres longues (unidirectionnelles ou non), courtes, sous forme de tissus, de rubans [2].



Figure I.16. Composite monocouche [2]

I.5.2. Sandwichs

Les matériaux composites de types sandwichs sont constitués de deux composants: peau et noyau (Figure. I.17)

- Noyau (cœur) : Il existe beaucoup de matériaux qui peuvent être utilisés comme noyau: matériaux solides à faible densité, matériaux à haute densité augmentés en forme cellulaire, matériaux à haute densité augmentés sous la forme ondulée.
- Peau : Les peaux peuvent être en bois, en tôle métallique (aluminium, titane ou acier) ou en matériaux stratifiés.

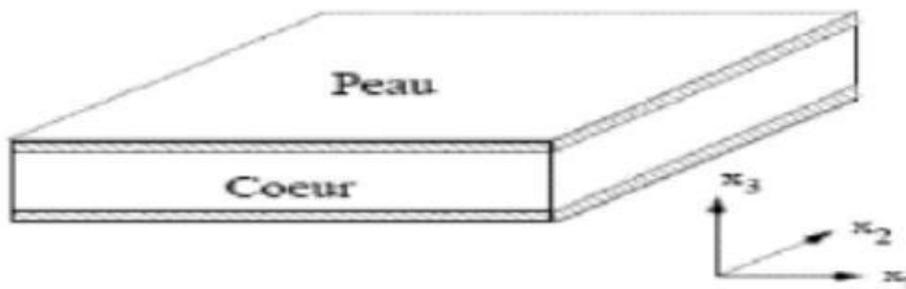


Figure.I.17.Composite Sandwichs [2].

I.5.3. Stratifiés

Un stratifié est constitué d'un empilement de monocouches ayant chacune une orientation propre par rapport à un référentiel commun aux couches et désigné comme le référentiel du stratifié. Le choix de l'empilement et plus particulièrement des orientations permettra d'avoir des propriétés mécaniques spécifiques [27].

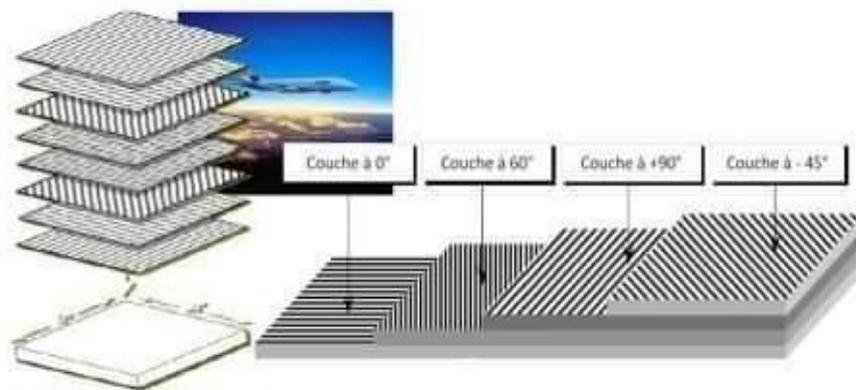


Figure.I.18.Composite Stratifiés [2].

I.6. Paramètres influençant sur les propriétés du composites

Les nombreuses formes que peut prendre le renfort permettent, parallèlement au rôle de charge, de les utiliser de manière efficace dans une recherche de performance. Les effets affectant ou produits par le renfort seront divisés en différentes parties. Ces parties sont distinctes bien qu'il existe de fortes interactions entre elles et qu'il s'agisse, en réalité, souvent d'un couplage de ces différents effets.

I.6.1. Influence de l'humidité et de la température sur la fibre naturelle

L'humidité est un point prépondérant qui évolue et intervient tout au long de la vie du composite bois/polymère par l'intermédiaire du renfort, les fibres naturelles sont, à l'origine, très sensibles aux conditions hygroscopiques; cette sensibilité joue un rôle important sur l'adhésion, mais aussi sur les caractéristiques mécaniques et physiques du produit.

Le gonflement, la résistance à l'eau ou au feu sont fortement dépendants du renfort, la solution la plus courante pour stabiliser les matériaux bois/polymère est l'acétylation des fibres de bois. [28].

I.6.2. Influence de la quantité de renfort

L'augmentation du pourcentage de renforts lignocellulosiques améliore quasi systématiquement, les performances mécaniques du composite bois/polymère. Cependant, une trop grande quantité de bois implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performance dans certains cas. Il faut aussi souligner, qu'il existe une proportion de renfort au-delà de laquelle des difficultés majeures apparaissent, notamment au niveau du mode de fabrication.

Il est effectivement assez peu fréquent de trouver dans la littérature, des composites bois/polymère fabriqués par des techniques plasturgistes contenant un pourcentage de bois supérieur à 50-60%, pour lesquels il n'y aurait pas l'apparition de nombreuses difficultés lors du moulage et ces difficultés sont croissantes dans l'ordre compression-extrusion-injection. Observent, qu'à partir de 50%, le matériau devient dur et la surface présente des ruptures. De trop grandes quantités de bois créent aussi des problèmes techniques de mélange des constituants.

L'augmentation de la proportion de fibres lignocellulosiques a aussi pour conséquence directe, la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygrosopique et biodégradable. Les propriétés d'élongation, la résistance à l'impact sont amoindries par l'accroissement de la quantité de bois [28]

I.6.3. Influence de la morphologie du renfort

L'aspect le plus important de la morphologie du renfort est probablement le facteur de forme. En effet, à partir d'une certaine limite les fibres discontinues peuvent être considérées et analysées, d'un point de vue mécanique, comme des filaments continus. Le facteur de forme donne donc une information sur le comportement mécanique du renfort

La taille de l'élément renforçant a naturellement une influence sur le procédé de fabrication mais aussi sur les propriétés mécaniques du composite bois/polymère. Ceci a été mis en évidence par Starket al lors d'un travail sur les effets de la taille des particules de farine de bois, indépendamment du facteur de forme. Ils ont observé une meilleure résistance à la propagation de fissures pour de plus grandes particules alors que dans le même temps il y avait une diminution de la résistance à l'initiation de fissures (la concentration des contraintes est plus importante).

Concernant la résistance à la traction, la résistance à la flexion, le module d'élasticité et l'allongement, il semblerait qu'il existe une taille optimale de 0,25 mm. Tout éloignement de cette valeur, dans la gamme 0,05-0,6 mm, a conduit à une diminution de performance. En effet, Oksman et Clemens notent que de petites particules bien dispersées augmentent généralement les propriétés de résistance [28]

I.7. Domaines d'applications des matériaux composites

L'utilisation de matériaux composites renforcés de fibres d'origine renouvelables et agricoles est aujourd'hui active dans de nombreux secteurs industriels, dont notamment ceux de l'automobile avec des matrices thermoplastiques et thermodurcissables [29].

En outre dans les utilisations aéronautiques et aérospatiales, ils sont également présents dans les secteurs du génie civil, de la construction navales, de l'éolien, du sport,...etc.

I.8. Avantages et inconvénients des matériaux composites

Les matériaux composites présentent de nombreuses avantages et inconvénients cités dans le tableau suivant (tableau I.4).

Tableau .I.4.Avantages et inconvénients des fibres naturelles comme renfort des matériaux composites [30].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> - Faible coût. -Propriétés mécaniques spécifiques importantes. - Biodégradabilité. - Non abrasif pour les outillages. - Neutre pour l'émission de CO₂. - Demande peu d'énergie pour être produite. - Pas de résidus après incinération -Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres. - Bonne isolation thermique et acoustique. - Ressource renouvelable. 	<ul style="list-style-type: none"> - Absorption d'eau. - Faible stabilité dimensionnelle. - Biodégradabilité. -Faible tenue thermique (200 à 230°C max). - Fibres anisotropes. - Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo... - Pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock. - Renfort discontinue.

Partie II : Généralités sur les fibres végétales

La fibre est un objet allongé avec un rapport longueur/diamètre (L/D) supérieur à un. Bien que le terme « fibre » a beaucoup d'utilisation, on peut considérer les fibres naturelles comme des matières fibreuses qui sont extraites de l'environnement.

Dans le monde, les fibres végétales sont largement disponibles et réparties, très abondantes et très variées quant à leur provenance : elles peuvent être issues des poils séminaux des graines (coton, kapok, ...), de tiges (dans ce cas, on parle de fibres libériennes : lin, chanvre, jute, ramie, ...), de feuilles ou de troncs (sisal, abaca, ...), d'enveloppes de fruits (exp : coir), ou encore de cannes, de joncs, de graminées (bambou, bagasse, blé, maïs, riz, ...), et de bois [31, 32].

La plupart des études portent sur les fibres végétales et en particulier sur les fibres libériennes. Ce choix est dicté par leur bonne propriété mécanique et par la possibilité de séparer facilement les fibres de la plante. Dans notre thématique on va s'intéresser aux fibres des noyaux de dattes qui présentent une grande variabilité de leurs propriétés mécaniques en raison de l'âge, des conditions de croissance géographique et climatiques, des méthodes de récolte, de la technologie de purification...etc. Cette variabilité pose des inconvénients pour certaines applications industrielles. Un autre inconvénient potentiel des fibres végétales est leur tendance à absorber l'eau (teneur en humidité comprise entre 5 et 10% en poids) en raison de la teneur élevée en hydroxyle de la cellulose. Par contre, leurs disponibilités en grandes quantités au prix bas, leurs bonnes propriétés mécaniques et un certain nombre de protocoles de traitement bien évalués, permettent aux fibres végétales d'être appliquées dans les matériaux composites polymériques [33].

II.1. Définition de la fibre végétale

Les fibres végétales sont des structures fibreuses biologiques, principalement composées de cellulose, d'hémicellulose, de lignine, et de pectine. Elles sont également composées de petites proportions de matières extractibles, de protéines et de certains composés inorganiques. Les proportions de ces composants varient considérablement selon le type de fibres végétales (jute, bois, sisal, knaf, etc.) et leur âge [34].

II .2.Composition chimique des fibres végétales

Les constituants majoritaires des fibres lignocellulosiques déshydratées sont : la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. D'autres produits comme les protéines, les pectines, l'amidon et des sels inorganiques sont présents en quantités plus faibles [35].

- **Cellulose**

La cellulose est la molécule organique la plus abondante sur la terre, cet homo-polymère naturel est le constituant principale de la paroi cellulaire de nombreux végétaux (et notamment des plantes et des arbres) avec une teneur variant de 15% à 99% [1].

La cellulose se décompose par une réaction majeure en fonction de la présence d'oxygène ou d'une atmosphère inerte, qui implique une dépolymérisation, une thermoxydation, une déshydratation et la formation de glycosanes. Dans une atmosphère non oxydante, la dépolymérisation avec volatilisation des lévoglucosanes, à environ 310°C, et la déshydratation se produit dans un intervalle de 210°C à 260°C. En présence d'oxygène, des réactions thermo-oxydatives se produisent dans la température entre 160°C et 250°C. La décomposition des cellules du bois dans l'air commence à 320°C avec une perte de poids maximale à 350°C. Et l'hélium commence également à 320°C, mais sa vitesse maximale est décalée à 375°C [36].

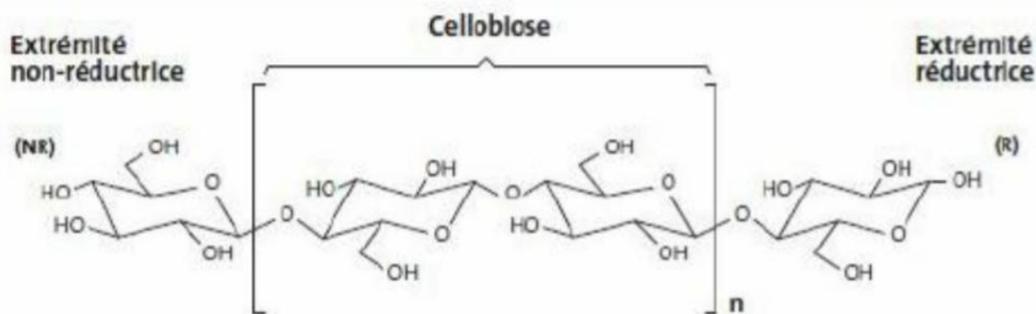


Figure.II.1. Schéma de molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène [37].

- **Hémicelluloses**

Les hémicelluloses sont des polysaccharides amorphes, de masse moléculaire plus faible que celle de la cellulose. Elles sont composées de sucres neutres: xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose et acides uroniques. Par suite de leur conformation, les xyloglucanes peuvent contracter des liaisons d'hydrogène avec la cellulose [38].

Les constituants de l'hémicellulose se décomposent à des températures basses qui varient entre 159-175°C, comme dans le cas de l'acétyl galactogluco mannane. L'analyse thermique différentielle (DTA) du xylane dans l'oxygène présente un premier pic exothermique à 215°C. L'arabinogalactane et le galactoglucomannane désacétylé commencent leur dégradation à 195°C, atteignant un maximum à 280°C [36].

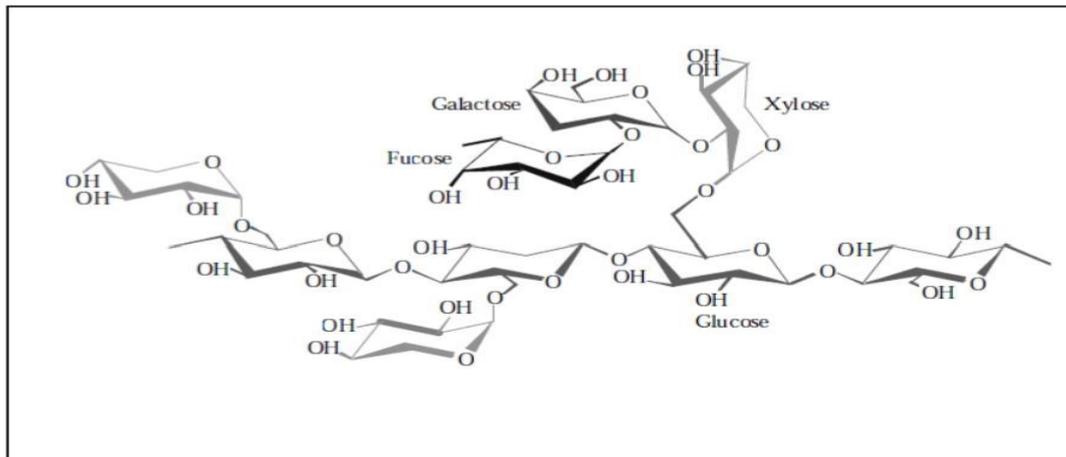


Figure.II.2. Structure d'un type de xyloglucane [38].

- **Lignine**

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable et la plus abondante à la surface terrestre. La lignine originelle ou « protolignine » constitue la plus importante fraction non saccharique des fibres végétales. C'est la matière "incrustante" de la cellulose. La lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant trois unités différentes de type pénylopropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique la figure.II.3 [39]. Parce qu'il est impossible d'isoler la lignine native du bois sans la dégrader, sa masse moléculaire reste encore inconnue. Nous pouvons trouver des masses moléculaires approximatives dont les valeurs moyennes sont de 5000 à 10000 g/mol, pour les bois durs (des feuillus), et de 20000 g/mol pour les bois tendres. La lignine est peu sensible à la dégradation biologique et contribue à la protection naturelle des végétaux contre certaines attaques parasitaires [40].

La lignine obtenue par hydrolyse du bois se décompose en trois étapes [36] :

- Une condensation et un clivage des chaînes latérales se produit à des températures inférieures à 220°C-250°C.
- Entre 300°C et 400°C, la pyrolyse active conduit à la formation de radicaux libres.

- Au-dessus de 400°C, la décomposition est associée à une série de réactions de dégradation et de condensation avec accumulation de produits aromatiques.

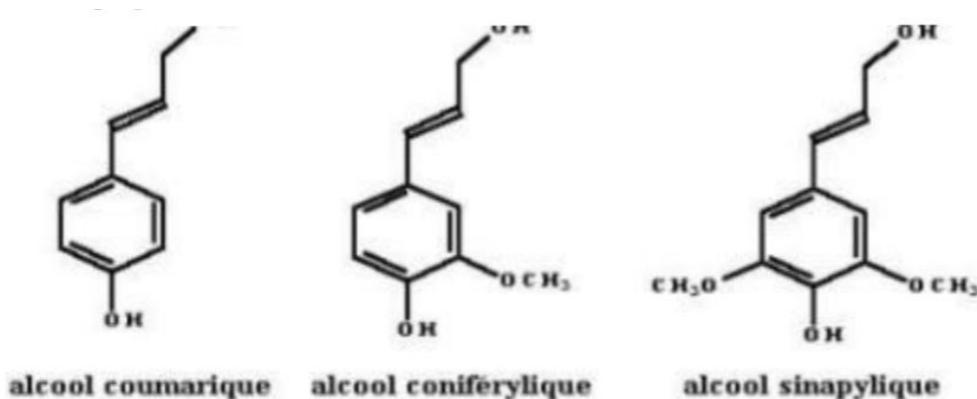


Figure.II.3. Motifs élémentaires de lignine [41].

Le tableau II.1 montre la composition massique de quelques fibres naturelles.

Tableau.II.1. Composition massique de quelques fibres naturelles. [42]

Type de fibre	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicellulose (%)	Pectine (%)	Cendre (%)
Lin	71	2,2	18,6-22,6	2,3	
Jute	45-71,5	12-26	13,6-21	0,2	0,5-2
Sisal	47-78	7-11	10-24	10	0,6-1
Ramie	68.6-91	0.6-0,7	5-16.7	1,9	
Chanvre	57-77	3,7-13	14-22,4	0,9	0,8
Kénaïf	31-57	15-19	21,5-23		2-5
Abaca	56-63	7-9	15-17		3

II.3. Présentation des fibres de noyaux de dattes

II.3.1. Généralités sur les noyaux de dattes

La datte, fruit du palmier dattier, est une baie de forme allongée, oblongue ou arrondie. Elle est composée d'un noyau, ayant une consistance dure, entouré de chair. Les dimensions de noyau de la datte sont très variables, de 0.5 à 3cm de longueur et d'un poids de 0.4 à 2 grammes selon les variétés. Sa couleur va de blanc jaunâtre au noir passant par les couleurs ambre, rouges, brunes plus en moins foncées.

Le noyau de datte est de forme allongée et de grosseur variable. Son poids moyen est environ d'un gramme, il représente 7 à 30 % du poids de la datte. Le noyau de datte, enveloppé dans l'endocarpe membraneux, est constitué d'un albumen corné d'une consistance dure protégé par une enveloppe cellulosique (Figure II.4) [43].



Figure .II.4. Coupe longitudinale d'un noyau de datte [43].

II.3.2. Structure chimique de la farine des noyaux de datte

La composition chimique de la farine de noyaux de dattes est donnée dans le tableau 1.5 [44, 45], on peut remarquer que la farine de noyau de datte FND est principalement composée de trois constituants, à savoir la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, ainsi que d'autres composants en faibles proportions tels que la fibre, l'humidité,... etc.

Le tableau ci-dessous représente la composition chimique de la farine de noyaux de datte FND.

Tableau.II.2. Composition chimique de la farine de noyaux de datte FND

Farine de noyaux de datte FND	Glucides (principalement cellulose, hémicellulose et lignine)	Fibre	Huile	Humidité	Protéine	Inorganiques présents
Composition chimique (% en poids)	61.00	15.70	8.80	8.00	5.00	1.40

Tableau.II.3. Composition chimique de fibres végétales (a base de palmier dattier) [46].

Fibre	Celluloses (wt%)	Hémicelluloses (wt%)	Lignines (wt%)	Pectines (wt%)
Palmier dattier	41-45	6-10	30-40	-

Comme le montre la figure.II.5 la cellulose et l'hémicellulose sont les deux constituants qui contiennent plusieurs groupes fonctionnels oxygène présents dans les matériaux lignocellulosiques tels que l'hydroxyle, l'éther, le carbonyle, etc. D'autre part, le troisième constituant qui est la lignine considéré comme une substance complexe, systématiquement polymérisée, hautement aromatique et agissant comme une matrice qui relie les chaînes de cellulose et d'hémicellulose[45, 47].

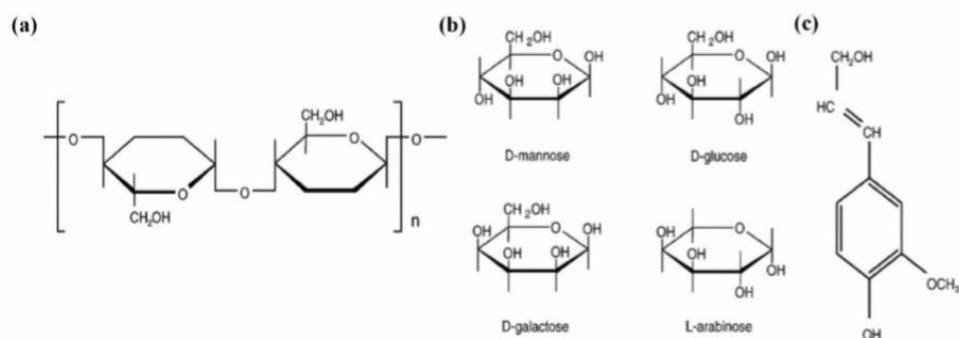


Figure.II.5. Structure chimique des noyaux de datte, a) molécule de cellulose, b) principaux résidus de sucre des hémicelluloses, et c) unités phénylpropanoïdes présentes dans la lignine [45, 47].

II.3.3. Caractéristiques physico-chimiques de noyau de datte

II.3.3.1. Caractéristiques physiques (morphologie) du noyau de datte

Selon **Acourene [48]**, une différence significative entre arbres a été relevée sur le diamètre, le poids, la longueur du noyau même si les palmiers pris en compte proviennent d'une même exploitation.

De plus, ces différences peuvent être induites par les types de pollen utilisés par les phoeniculture (**Khalifa [49]**). Ce dernier auteur a démontré l'effet significatif des pollens sur les caractères morphologiques du noyau.

Les études antérieures ont montré que le poids du noyau de dattes algériennes (**Zihan**) peut varier d'un cultivar à un autre selon différents paramètres : poids: 0,6-1,69 g, diamètre: 0,58-1 cm et longueur: 2,9-3,15 cm.

II.3.3.2. Composition chimique du noyau de datte

A. Composition en matière protéique

Il existe des protéines dans les noyaux de dattes, mais elles sont variables selon la région et les différents cultivars. Plusieurs études ont montré des teneurs allant de 2 à 7 % [50].

B. Composition en matière grasse

Les noyaux de dattes sont très riches en matière grasse, et contiennent des acides gras saturés et insaturés, à une très grande diversité. Leur teneur varie entre 5 et 12% [50].

C. Teneur en sucres

Les noyaux des dattes comportent des sucres réducteurs et non réducteurs. De nombreuses études ont mis en valeur le contenu glucidique des co-produits de dattes [50].

D. Teneur en Cendres

La teneur en cendres dans les noyaux des dattes est faible, elle varie entre 0,89 et 1.16 % de la matière sèche [50].

Le tableau II.4 représente l'analyse élémentaire ; taux de cendres et d'humidité des noyaux de dattes

Tableau .II.4. Analyse élémentaire ; taux de cendres et d'humidité des noyaux de dattes [51].

Noyaux de dattes	Analyse élémentaire (%)					Cendre	Eau
	C	H	N	S	O	%	%
	42.31	6.73	0.98	0.25	45.54	1.70	12

E. Contenu minéral

Pour la matière minérale, la plupart des cultivars sont pauvres, et renferment des petites quantités entre 1,28% et 3,17% (**Boudechiche et al, 2009**[52]), mais les résultats des analyses de **Chaira, (2007)** [53] la variété Deglet-Nour et Allig pour les différents minéraux donnent une diversité comme: Na Fe P Zn Ca Mg...etc

Le tableau .II.5 montre la composition minérale des noyaux (mg/100g de cendres).

Tableau .II.5. Composition minérale des noyaux (mg/100g de cendres) [23].

Éléments minéraux	Ca ²⁺	Mg ²⁺	Fe ²⁺	Na ⁺	K ⁺	P
Teneur (mg/100g de cendre)	384.6	145.8	2.6	60	2200	649

F. Teneur en fibres

Selon les résultats des analyses **d'Al Farsi et al. (2007)**[54], le contenu des noyaux en fibres est plus important que celui des autres parties du fruit.

II.3.4. Valorisation de noyau de datte

L'intérêt mondial croissant porté à la préservation de l'environnement des déchets solides induits par les différentes activités et transformations humaines a suscité l'attention des industriels à trouver les moyens techniques pour réduire sinon valoriser ces déchets [51].

II .4.Classification des fibres végétales

Les fibres végétales ligno-cellulosiques peuvent être classées :

- suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (jute, lin, ramie), et de feuilles (Sisal, abaca, paille de graminée) [55].
- Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigide provenant de matériels ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois et les fibres non ligneuses (douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que le kénaf, le chanvre, le sisal, le jute et le lin) [55].
- suivant leur longueur, les fibres végétales peuvent être classées en deux catégories selon leur longueur:
 - Les fibres longues (appelées libérienne) provenant des tiges et d'écorce de tiges de plantes annuelles. Elles sont douces. Et aussi les fibres longues issues de feuilles ou de troncs d'arbre. Elles sont plus rigides à cause de leur richesse en lignine ;
 - Les fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues [56].

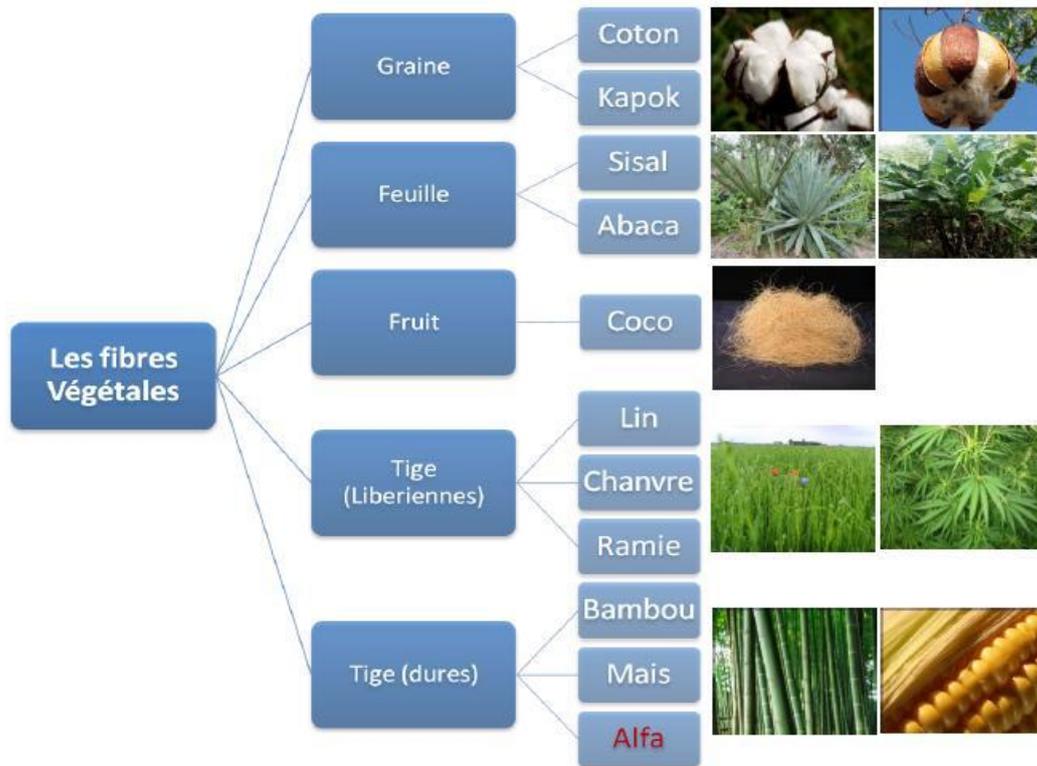


Figure.II.6. Classification des fibres végétales selon l'origine [46].

II.5. Propriétés usuelle des fibres végétales

II.5.1. Caractéristiques thermiques des fibres végétales

Les propriétés thermiques des fibres végétales, sont très importantes. En effet, la dégradation thermique est un facteur limitant des procédés de fabrication à chaud des composites. La plupart des fibres végétales perdent de leur rigidité dès 160°C et on voit la lignine se dégrader aux alentours de 200°C [18]. Une analyse thermogravimétrique (ATG) sur les fibres de lin a une vitesse de chauffage de 10°C/min qui a montré que ces fibres commencent à se dégrader thermiquement et perdre leur masse à partir de 250-300°C [57]. Néanmoins, la destruction de l'ordre cristallin n'apparaît qu'au-dessus de 320°C par agitation thermique des molécules.

La conductivité thermique des fibres végétales est faible, celles-ci possèdent les caractéristiques d'un bon isolant. La densité et la porosité sont les facteurs influençant de façon prédominante les transferts de chaleur, ceux-ci sont aussi influencés par la conduction via la paroi cellulaire et par la teneur en humidité de la fibre végétale [18].

II .5.2. Caractéristiques physico-mécanique des fibres végétales

La variabilité dans les proportions des constituants chimiques des fibres végétale s'implique une variabilité des propriétés physico-mécaniques des fibres végétales, Plusieurs

travaux ont montré que les fibres végétales ont des propriétés mécaniques variées, à l'intérieur même d'une espèce donnée. Cette variation de propriétés représente un des inconvénients des fibres végétales en comparaison aux fibres synthétiques. Les propriétés mécaniques et la structure des fibres végétales sont influencées par quelques conditions de croissance et varient selon l'habitat, le climat et l'âge de la plante. Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre, sa porosité, sa densité, sa teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau. Elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, à la rupture et par le module d'élasticité [18].

La masse volumique des fibres végétales (1.2 à 1.5 g/cm³) est une faible masse confère à ces matériaux des propriétés mécaniques spécifiques intéressantes. Les fibres courtes ont des contraintes en traction plus élevées par rapport aux fibres longues, du fait que ces dernières ont de plus grandes probabilités de contenir des défauts [57].

Lors d'un essai de traction sur une fibre végétale, les paramètres influençant la courbe contrainte/déformation sont [57] :

- La nature de la fibre (composition et structure) ;
- La largeur de la fibre sollicitée (aussi pour les fibres de verres) ;
- Le pourcentage d'eau absorbée dans la fibre. En effet, la variation du pourcentage d'eau absorbée entraîne une variation de la section de la fibre (retrait ou gonflement) ;
- Le diamètre de la fibre qui n'est pas constant dans une même plante : le module d'Young et la contrainte à la rupture évoluent avec les diamètres des fibres, plus le diamètre est faible plus la rigidité et la résistance sont importantes).

II.6. Modification des fibres lignocellulosiques

Les fibres de cellulose sont incompatibles avec les polymères hydrophobes. Or, la qualité de l'interface fibre-matrice est importante pour l'utilisation des fibres naturelles comme fibres de renfort pour les polymères. Il est donc très souvent nécessaire de modifier la surface des fibres pour optimiser cette interface. Les méthodes de modification sont différemment efficaces en ce qui concerne l'adhésion entre la matrice et les fibres [58-60].

Les fibres de renfort peuvent être modifiées par des méthodes physiques ou chimiques. Les méthodes physiques (Plasma, corona) induisent un changement des propriétés structurales et surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice thermoplastique [42, 61, 62].

Et les traitements chimiques (la soude, les silanes, acétylation, et par permanganate de potassium) des fibres végétales agit comme une modification de la cellulose, principal composant des fibres. Ce dernier permet de nettoyer la surface de la fibre, de modifier sa composition chimique, d'abaisser l'absorption de l'eau, d'amélioration de la rigidité des fibres [63].

Loan et al [64] a étudié la modification de surface des fibres de jute. Il a montré que le traitement à la soude (NaOH 1%, pdnt 4 heures) améliore la résistance de la fibre (Figure II.7). A cause du traitement alcalin, l'hémicellulose et la lignine sont supprimées, la région interfibrillaire est moins dense et moins rigide, ce qui permet aux fibrilles de se réorganiser dans le sens de la traction. Lorsque les fibres sont étirées, de tels arrangements entre les fibrilles se traduiraient par un meilleur partage de la charge.

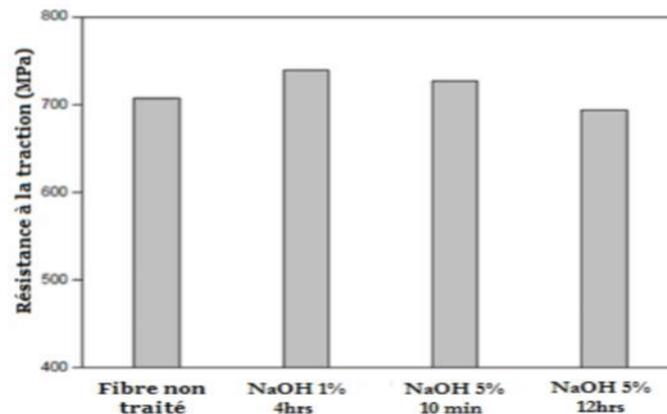


Figure.II.7. Essai de traction sur des fibres de jute traitées avec différentes solutions de soude [36].

Des solutions de silane dans un mélange d'eau et d'éthanol à une concentration de 0,033% ont été utilisées par **Valadez et al** [65] pour traiter les fibres. Ils ont constaté que l'effet du traitement par le silane conduisait à une résistance en traction plus élevée que le traitement alcalin. Il a également été vérifié que l'interaction entre la fibre et la matrice HDPE (polyéthylène haute densité) est beaucoup plus forte lorsque la topographie de surface de la fibre est combinée avec une modification chimique de la surface de la fibre par un agent de couplage de type silane.

Rana et al [66] ont étudié les propriétés thermiques et la morphologie de surface des fibres de jute acétylées. Ils ont constaté une augmentation de la température qui est associée à l'étape

de dégradation principale du composite. Celle-ci passe de 363°C à 373°C, ce qui montre que le traitement à l'acétyle améliore la stabilité thermique des fibres de jute.

Le tableau suivant présente les propriétés mécaniques de la fibre de palmier après différents traitements.

Tableau .II.6. Propriétés mécaniques de la fibre de palmier après divers traitements [67].

Type de traitement	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)
Non traitée	248	6.7	14
Traitement alcalin	224	5	16
Traitement à l'acétate	143	2	28
Traitement au peroxyde	133	1	24
Traitement au permanganate	207	4	23
Traitement au silane	273	5.2	14
Traitement à l'acrylique	275	11.1	26
Greffage d'acrylonitrile	95	1.7	24

II.7.Utilisations des fibres végétales

- ✓ Garnissage des coffres;
- ✓ Revêtement pour plancher;
- ✓ Revêtement pour parois intérieures;
- ✓ Revêtement pour passage des roues;
- ✓ Habillage des sièges;
- ✓ Garnitures;
- ✓ Rembourrages en mousse;
- ✓ Filtre à huile (pour la transmission);
- ✓ Moquette de garnissage des panneaux de portières,
- ✓ Capitonage des panneaux de portières routières et ferroviaires;
- ✓ Tableaux de bord (injection de granulés) ;

- ✓ La firme Mercedes-Benz utilise des composites renforcés par des fibres de lin et de sisal pour les garnitures intérieures des portières de la Mercedes classe A.

II.8. Avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres végétales présentent de nombreuses avantages et inconvénients cités dans le tableau II.7:

Tableau .II.7. Résumé des avantages et inconvénients des renforts et charges végétales [68].

Avantages	inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> • Faible densité ; • Biodégradabilité ; • Propriétés mécaniques élevées (résistance et rigidité) ; • Demande peu d'énergie ; • Matière première renouvelable avec un caractère écologique ; • Pas d'irritation lors de la Manipulation ; • Séparation plus facile ; • Disponibilité ; • Non abrasive vis-à-vis du matériel de transformation ; • Faible coût. 	<ul style="list-style-type: none"> • A cause de leur caractère hydrophile et polaire, elles sont incompatibles avec les polymères apolaires ; • Leur température de dégradation (200°C) rend leur transformation difficile ; • Absorption de l'eau ; • Nécessité de traitement à certains risques (moisissure par exemple). • Peu d'adhérence fibre-matrice ; • Qualité variable selon la provenance, la date de récolte ; • Mauvaise tenue au vieillissement (blanchiment, odeurs) ; • La faible résistance à l'humidité conduit au gonflement.

Partie III : Techniques de caractérisation

Pour mettre en évidence la modification chimique d'un renfort végétale et les performances d'un matériau composite élaborés, différentes techniques de caractérisation peuvent être utilisées à savoir :

- Microscopie électronique à balayage (MEB)
- Spectroscopie d'absorption infra rouge (IRTF)
- Analyse thermogravimétrie ATG
- Diffraction aux rayons X (DRX)
- Angle de contact

III.1. Propriétés morphologiques par MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique qui permet de visualiser des structures par bombardement d'électrons. Les électrons incidents excitent la couche superficielle de l'échantillon et donneront naissance à des zones lumineuses alors que les creux apparaîtront plus sombres [24].

III.2. Spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier (IR-TF)

La Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (ou FTIR : Fourier Transformed Infra Red spectroscopy) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau [69].

Le principe de cette technique qualitative s'appuie sur l'illumination d'un polymère par un faisceau infrarouge, les différentes liaisons et fonctions chimiques présentes dans sa structure vibrent en absorbant de l'énergie à une fréquence particulière. Ainsi, en repérant l'emplacement et l'intensité des bandes d'absorption des spectres obtenus lors de l'analyse, on peut connaître la nature et la concentration des différents groupements qui composent les chaînes polymères [70].

III.3. Analyse thermogravimétrie (ATG)

L'analyse thermogravimétrique est une technique d'analyse thermique qui permet la mesure de la quantité et la vitesse de variation de masse d'un échantillon en fonction de la température et du temps. Elle permet d'évaluer toute perte de masse ou des variations de phase lorsque le matériau se décompose, se déshydrate ou s'oxyde [1].

- **Thermogravimètre**

Le thermogravimètre est une thermo balance qui sert à mesurer les variations de masse. Il comporte trois parties fondamentales : la balance proprement dite, qui assure la pesée en continu de l'échantillon, le four avec sa régulation de température et le dispositif d'enregistrement. La figure ci-dessous illustre le schéma d'un thermogravimètre [71].

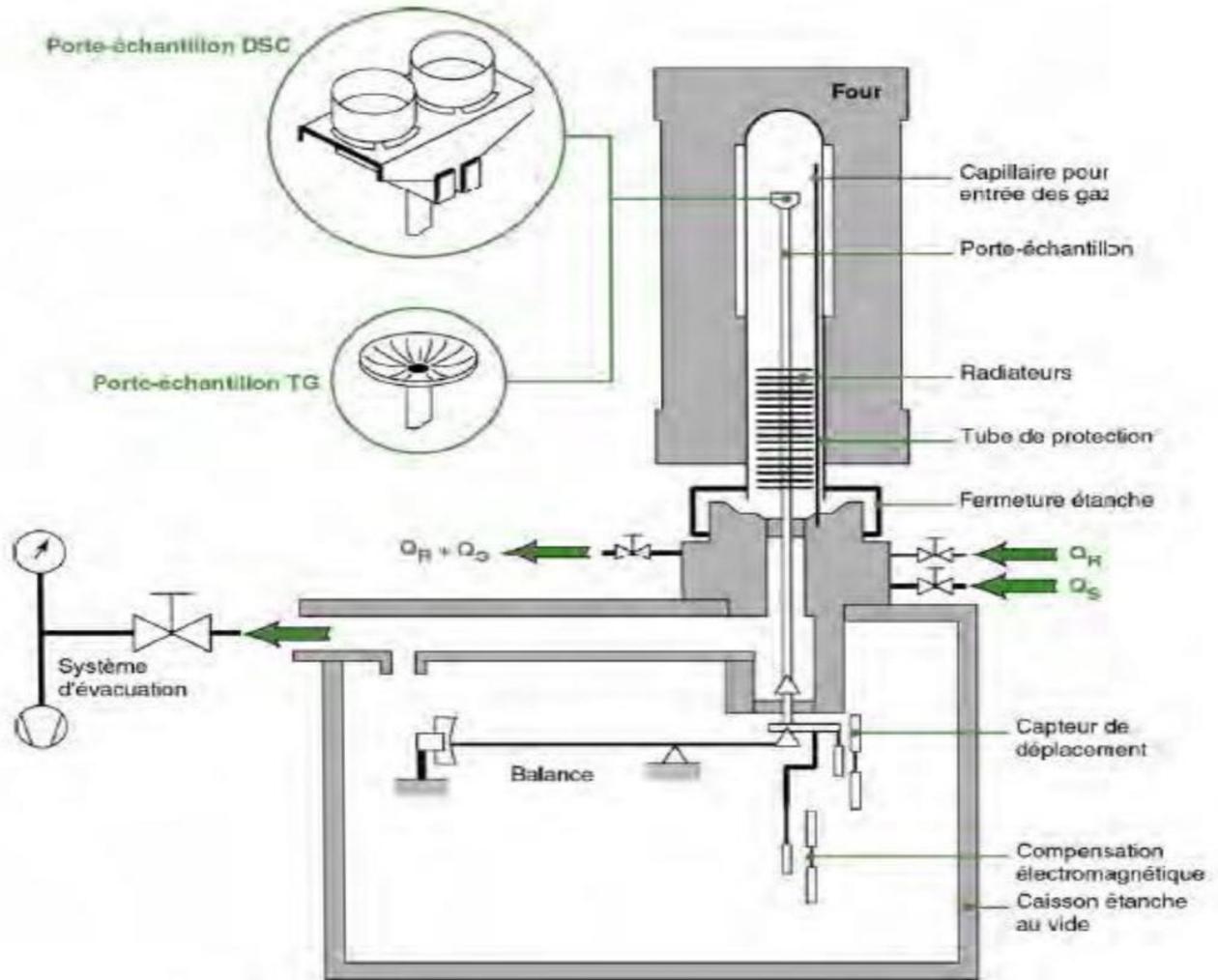
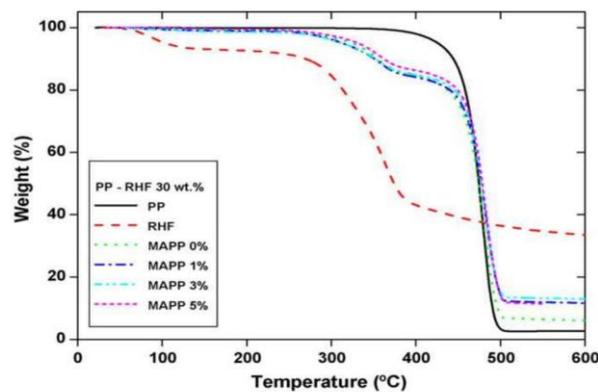


Figure.I.III.1. Principe de fonctionnement de la thermobalance d'analyse thermogravimétrique et thermo différentielle [71]

Une étude sur la décomposition thermique des composites bois-plastiques WPC à base de polypropylène PP et de farine de balle de riz RHF (ricehuskflour) a été réalisée par **H. L. Boudjema**[47], suite à une analyse thermogravimétrique, les courbes ATG (Figure ..) montrent que la décomposition du PP commence à environ 400°C, et que sa température de dégradation est supérieure à celle des fibres. Le PP pur possède un processus de décomposition en une seule étape de 400 à 500°C, tandis que les WPC montrent clairement un processus en deux étapes. La première étape correspond à la décomposition de la fibre, et

la deuxième étape correspond à celle de la matrice PP. Les composites présentent une stabilité thermique intermédiaire entre celle des fibres et celle de la matrice, tandis que pour le PP elle est donc diminuée suite à l'ajout de la charge. D'autre part, les petites fibres semblent diminuer légèrement la stabilité thermique par rapport aux autres fibres plus grandes. En effet, la quantité d'interface avec les fibres étant plus importante pour les petites fibres, lorsque celles-ci commencent à se décomposer, la surface de PP pouvant commencer à se dégrader est alors plus élevée, et la décomposition est accélérée si bien qu'elle s'opère à une température plus faible.

Figure .I.III.2. Courbes ATG du PP, RHF et des composites PP/RHF 30% en variant le taux



de l'agent de couplage « Anhydride Maléique Polypropylène » (MAPP)[72].

III .4. L'angle de contact

L'hydrophobicité de surface peut être estimée grâce à des mesures d'angle de contact. Cette grandeur définit l'angle θ formé entre la surface du matériau analysé et la goutte de liquide déposée. En effet, lorsqu'une goutte de liquide est déposée à la surface d'un solide, un état d'équilibre est obtenu au niveau du point triple solide-liquide-vapeur grâce aux interactions entre ces trois phases (**Figure.I.III.3**) [73].

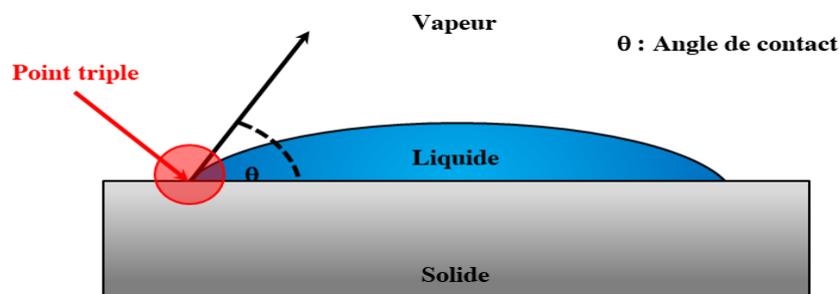


Figure .I.III.3. Equilibre obtenu au niveau du point triple entre les phases solide, liquide et vapeur [73]

En fonction de la valeur de l'angle θ au contact de l'eau, on peut classer la surface des matériaux selon deux catégories : - Une surface est dite **hydrophobe** lorsque $90^\circ < \theta < 180^\circ$ - Une surface est dite **hydrophile** lorsque $0^\circ < \theta < 90^\circ$ Les termes super hydrophile et super hydrophobe sont également employés pour définir des surfaces présentant un angle de contact à l'eau inférieur à 10° et supérieur à 150° , respectivement [73].

III.5. Diffraction des Rayons X (DRX)

La diffraction des Rayons X (DRX) est une technique de détermination des structures cristallines des composés organiques ou minéraux et du taux de cristallinité. On peut ainsi avoir une estimation sur la taille des cristallites [74].

Le taux de cristallinité (IC) selon L. Segal est donné par la formule suivante :

$$\text{Taux de cristallinité \%} = \frac{I_{200} - I_{am}}{I_{200}} * 100 \dots \dots \dots \text{I.1}$$

Avec

I_{200} : Intensité maximale du spectre (le matériau amorphe et cristallin).

I_{am} : Intensité maximale de la partie amorphe.

Chapitre III

Rappels bibliographiques

Chapitre II :

Rappels bibliographiques

Cette partie du mémoire est réservée à l'analyse, et traitement des articles scientifiques tout en présentant l'apport de plusieurs auteurs concernant cette thématique.

L. Yan et al 2014[75] ont étudié l'effet des traitements chimiques sur le comportement mécanique des composites à base de fibres naturelles notamment les fibres de Lin. Ils ont trouvé que les fibres de lin traitées donnent des performances mécaniques meilleures que celles des fibres non traitées. Le traitement au silane présente une amélioration plus importante de résistance à la traction.

Ils ont également mis en évidence l'effet du diamètre et de la longueur des fibres sur la résistance à la traction du composite.

L'étude menée par **A. M. Alaa (2015) [76]** sur l'effet de l'incorporation de la farine de grignon d'olive (FGO) et la farine des noyaux de dattes (FND) dans une matrice époxyde, sur les propriétés thermiques et l'absorption d'eau des composites et ce pour différents taux de renforcement de la farine (0, 8, 13 et 18% en poids) et une granulométrie de taille de 300, 450 et 600 μm .

L'auteur a constaté que plus le taux de renfort augmente plus les propriétés thermiques et l'absorption d'eau des composites augmentent. Celles-ci étaient plus élevées dans le cas des composites renforcées par la farine de grignon.

Karama Borchani (2016) et al [63] ont étudié la possibilité d'incorporer les fibres extraites de la plante d'Alfa comme renfort d'une matrice polymérique. Ces fibres ont été préalablement traitées avec NaOH à différentes concentrations à savoir : à 1 et 5% (m/v).

Les techniques de caractérisation ont permis de visualiser les effets du traitement chimique sur les propriétés physico-chimiques, thermiques et morphologiques de la fibre. Les micrographies MEB (microscopie électronique à balayage) ont révélé une augmentation de la rugosité des fibres modifiées par rapport à celles non modifiées due à l'élimination des constituants non cellulosiques. Ce résultat a été confirmé par les mesures de teneur en cellulose, hémicellulose et lignine. La diffraction des rayons (DRX) a mis en évidence l'augmentation du taux de cristallinité des fibres après traitement alcalin sans changement d'état polymorphique. Les traitements chimiques provoquent aussi une augmentation de la température de début de dégradation T_d et par conséquent une amélioration de la stabilité thermique des fibres d'Alfa. La température de mise en œuvre des composites à base des fibres d'Alfa ne doit pas dépasser 210°C pour les fibres d'Alfa non traitées et 245°C pour les fibres traitées, avec des techniques généralement utilisées dans l'industrie plastique (l'extrusion bi-vis et l'injection) en faisant varier le pourcentage des fibres de 0 à 25%.

Amaury Lepetit 2017[77] a étudié les propriétés mécaniques des composites polyéthylène / fibre de cellulose(FC). Une amélioration de la résistance à la traction a été constatée par rapport à la matrice vierge. Les propriétés mécaniques des composites sont révélées être en deçà de celles obtenues avec les fibres de verre. L'auteur a par la suite intéressé à l'effet des traitements chimiques de la fibre FC sur les propriétés mécaniques et sur la stabilité thermique du composites.

KOSSI SODOKE et al 2017 [78] ont montré à travers des analyses FTIR des composite à renfort naturels que l'absorption d'eau par l'échantillon a créé une hydrolyse d'un groupement cyanoéthylène qui est un composé utilisé pour le traitement des fibres.

Ils ont trouvé que l'hydrolyse de ce groupement au sein du matériau combiné avec le processus de gonflement dû à la forte absorption d'eau modifie le comportement mécanique du composite après son vieillissement. Les analyses par thermogravimétrie ATG ont montré également que le vieillissement hygrothermal augmente la température de début de décomposition des composites. Les résultats obtenus ont poussé par la suite à faire des analyses plus approfondies aux rayons X ce qui a permis de constater que l'hydrolyse du cyanoéthylène génère une amélioration de la cristallinité de ce matériau. Ils ont conclu face à ces résultats que l'hydrolyse contribue à l'amélioration des propriétés mécaniques. On assisterait donc à deux phénomènes antagonistes lors du vieillissement de ce matériau. Ces

deux phénomènes sont la cristallisation des celluloses qui est générée par l'hydrolyse et l'endommagement généré par le gonflement.

A. BOUSSEHEL et al 2018 [79] ont étudié la stabilisation thermique et comportement mécanique des composites polystyrène /farine de grignon d'olive avec des taux de charge variant de 10 à 30%. L'influence des traitements chimiques

Deux traitements de la farine du grignon d'olive (FGO) ont été choisis: le premier, est le traitement alcalin NAOH le second est le traitement par (3-triméthoxysilyl) propyl méthacrylate.

Les résultats obtenus montrent une amélioration du comportement mécanique des composites PS/FGO avec l'augmentation du taux de renfort FGO non traitée. Le module d'élasticité et la dureté augmentent alors que la contrainte et l'allongement à la rupture diminuent.

Ils ont remarqué également que le traitement au silane augmente la contrainte et l'allongement à la rupture par rapport aux composites à fibres traitées par NAOH.

T. MASRI et al 2018 [80] ont contribué au développement des matériaux de construction à base des sous-produits du palmier dattier. Ils ont élaboré deux différents composites :

Le premier composite, où les déchets de polystyrène expansé (EPS) sont dissous dans l'essence puis utilisés comme matrice et les déchets de feuillets de palmier dattier sont utilisés comme renfort dont les tailles sont de 0,1 à 0,315 mm, 0,315 à 0,5 mm et de 0,5 à 1 mm, le rapport fibre/matrice est de 70, 75 et 80% en poids.

Le LPC a montré des propriétés mécaniques acceptables avec un module en flexion et une contrainte maximale pouvant atteindre 0,78 GPa et 2,84 MPa, respectivement, et dont la densité est comprise entre 542 et 824 kg/m³. Ces résultats sont comparables à celles des matériaux habituels tels que le bois dur et mou. Les essais de caractérisation thermique du LPC ont montré une conductivité thermique moyenne comprise entre 0,11 et 0,16 W/m.K.

Le deuxième composite est préparé à base d'une résine époxy et des particules obtenues à partir des noyaux de dattes avec un renfort dont la taille est de 0,2 à 0,4 mm (CPNDE). L'effet de la fraction massique renfort/matrice, sur les propriétés mécaniques est étudiée en utilisant cinq fractions comprises entre 0% et 40%. L'essai de traction effectué sur des

matrices époxy, montre que le module en traction et le coefficient de Poisson est de 322,62 MPa et 0,4 respectivement. La résine pure et les composites à faible fraction massique (0, 10 et 20%) présentent une grande déformation en flexion. ils ont observé qu'avec une quantité de renfort supérieure ou égale à 30%, conduit à une amélioration du module en flexion et de la résistance à la flexion, comparés aux autres fractions de renfort (10 et 20%).

A partir de ce taux de renforcement, le composite devient de plus en plus fragile. Avec 40% de renforcement, le module en flexion augmente de près de 44% par rapport au module en flexion de la matrice époxy pure. Le matériau CPND a montré que la matrice époxy est un bon choix car elle permet d'augmenter des propriétés mécaniques par rapport aux propriétés des matériaux similaires de la littérature. L'utilisation des déchets de palmiers dattiers comme renfort dans les composites peuvent être considéré comme un meilleurs renfort naturelles.

H.Dhakal et al 2018 [81] ont étudié les propriétés mécaniques des fibres de palmier dattier DPF provenant de la biomasse de déchets agricoles utilisés comme renfort dans des biocomposites. D'après les résultats le polycaprolactone (PCL) a montré son efficacité tant que renfort. En effet un meilleur comportement à la traction et à la résistance aux chocs ont été obtenus. Ils ont remarqué qu'avec un renfort (PCL) de 28 % en poids, le module en traction passe de 140 Mpa à 282Mpa.

J. Ricardo et al 2018 [82] ont étudié les propriétés mécaniques des composites Poly (acide lactique) PLA-l'amidon thermoplastique (TPS) / fibre de coton. L'incorporation de 10 % en poids de la fibre et l'ajout de TPS (3% en poids) dans la matrice PLA a permis d'obtenir une résistance mécanique, une température de fusion (T_m), température de cristallisation (T_c) et une ductilité plus élevées. Selon les auteurs l'incorporation de TPS a amélioré l'adhérence entre la matrice / fibre de coton amidonnée et a retardé la biodégradation abiotique

Kerbiche Chahrazed (2019) [24] ont étudiés l'effet de traitement à la soude de la farine de grignon d'olive (GO) sur le comportement des composites à base de polyuréthanes PU. Les composites polyuréthanes PU-GO ont été préparés par l'ajout de 30% à 50% en poids de GO à la matrice. D'après leurs résultats, ont constaté une amélioration suffisante des propriétés mécaniques des composites. Les observations au MEB des interfaces PU-GO traitées, ont présenté une bonne adhésion et une meilleure compatibilité par rapport aux composites PU-GO non traitées.

L'influence du traitement alcalin sur le taux d'absorption d'eau des composites à fibres de GO traitées et non traitées a été étudié. Ils ont remarqué également qu'avec l'ajout de 10% de carbonate de calcium conduit à une amélioration de la résistance à l'absorption d'eau et au feu.

N.Saba et al 2019[83] ont étudié le comportement mécaniques des composites à base d'époxy renforcés par les fibres de palmiers dattier DPF à (40, 50 et 60 % en poids). Les résultats obtenus montrent que l'ajout de 50% de renfort à la résine améliore la résistance par rapport à la matrice époxy pure , à savoir :la résistance à la traction , le module de traction, allongement à la rupture (%), résistance aux chocs varient de 20,5 à 25,7657 MPa de 0,5123 à 1,546 GPa de 0,91 à 1,412 % et de 45,81 à 98,71 J/m respectivement.

L'analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) a montré une bonne adhérence interfaciale matrice / renfort DPF pour le composite à 50% de DPF, en revanche une augmentation du taux de renfort DPF réduit considérablement la résistance interfaciale . Ceci est dû à une mauvaise mouillabilité de la fibre DSF.

Dans l'ensemble, les résultats obtenus ont montré que le taux de renfort à 50 % est idéal pour une amélioration de la résistance à la traction, aux chocs et aux propriétés morphologiques de l'époxy.

C.Cerbu et al 2020 [84] Ont mené une étude sur l'effets de la température sur les propriétés mécaniques de cinq types de composites polymères et avec différents renforts à savoir: tissu de jute, tissu de verre et de jute, tissu de lin, tissu de verre et de lin et tissu de verre. Les différentes températures sont : 20,50, et 70°C.

Les auteurs ont remarqué une plus grande réduction de la résistance à la traction avec les composites hybrides. À des températures de 50 °C et 70 °C, le composite renforcé de fibres de lin et de verre ont présenté une réduction de 42,3 % et 49,6 %, et de 34,6 % et 60 %, pour le composite renforcé avec les fibres de jute et fibres de verre respectivement.

D'après leurs résultats, ils ont constaté une diminution de la résistance à la traction pour les composites à renfort hybrides (verre et lin, verre et jute) est deux à trois fois élevée comparativement aux composites à un seul renfort en fibre (lin, jute et verre). Ceci est attribuées à des microfissures développées au niveau de l'interface fibres / matrice époxy.

K.M Faridul et al 2021 [85] ont étudié les propriétés des panneaux biocomposites multicouches renforcés par des fibres de coco et de copeaux fibreux prétraités. Les panneaux d'arbres ont été renforcés avec des fibres coco longues LCF et courtes CFC et ont utilisé le mélamine-urée-formaldéhyde (MUF) comme adhésif. Leurs densités sont respectivement 582 ± 31 , 636 ± 7 et 711 ± 27 kg/m³. L'étude a montré une très bonne conductivité thermique, allant de $0,09302 \pm 0,00999$ à $0,1078 \pm 0,0072$ W/m.K.

Ils se sont également intéressés à la stabilité thermique de ces biocomposites. Les photographies morphologiques reflètent une excellente propriété d'adhérence entre le polymère MUF et la fibre de coco. D'après les résultats, les auteurs, ont constaté une amélioration des propriétés thermomécaniques de panneaux biocomposites.

LATRECHE LEILA 2021 [86] ont mené une étude sur les composites : polyéthylène PE / SiO₂/poudre de noyau de dattes (PE/SiO₂/PND). Ils ont remarqué une augmentation du module à la traction, et de la densité avec l'incorporation de la poudre des noyaux de dattes. En revanche, avec des composite à charge organique PND l'allongement à la rupture et de la résistance au chocont diminué d'où la transition ductile-fragile.

L.Klaai et al 2022[87] ont montré que les propriétés d'une fibre cellulosique est liée aux constituants chimiques tels que la cellulose, hémicelluloses, lignines et les substances extractibles. Les auteurs se sont intéressés en particulier aux Coquilles de noix d'arganier (ANSh), noyau de datte (DC) et grignon d'olive (GO). Les résultats obtenus montrent que le taux de cellulose varie suivant l'ordre DC < GO < ANSh, alors que le taux de l'hémicellulose varie selon l'ordre inversé. Lignine est pratiquement le même pour les trois farines.

L'analyse thermogravimétrique ATG/DTG a révélé que la farine des coquilles de noix d'argan est la plus stable thermiquement, suivie de la farine des grignons d'olives. La poudre des noyaux de dattes a une stabilité thermique la plus faible.

L'analyse par spectroscopie à transformée de Fourier (FTIR) montre que les spectres des trois farines ont les mêmes groupements fonctionnels avec des intensités différentes.

Chapitre III

Matériels et Méthodes

Chapitre III:

Méthodes d'élaboration et caractérisations

Les matériaux composites doivent répondre aux exigences des contraintes mécaniques imposées, à travers le choix judicieux de renforts et de matrice.

L'objectif dans ce travail est de concevoir un nouveau matériau composite à base d'époxy (EP) renforcé par une fibre végétale (farine des noyaux de dattes). Dans cette partie nous avons utilisé des différents taux de farine de noyaux de dattes à savoir 10, 20, et 30 % en poids comme renfort afin d'aboutir à de meilleures propriétés du composite.

III.1. Produits chimiques

- **n-Héxane**

Produit chimique fourni par BIOCHEM CHEMOPHARMA

Formule chimique : C_6H_{14}

Masse molaire : 86.18 g/mol

Pureté : 95%

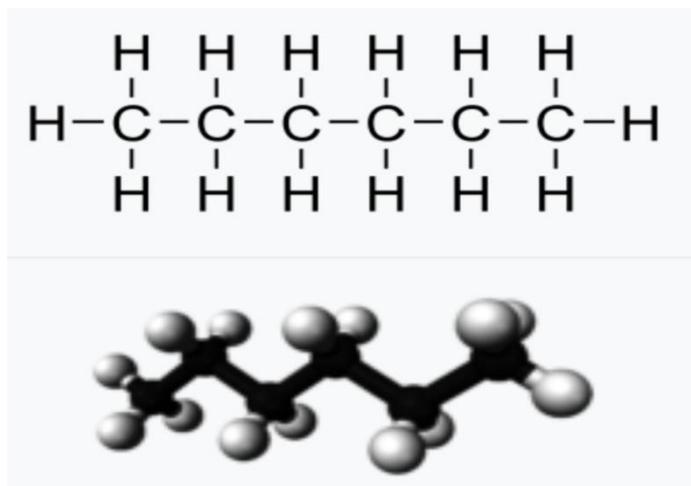


Figure.III.1. Formule chimique de l'hexane.

III.2. Matériaux utilisés

- **MEDAPOXY 812**

Le MEDAPOXY INJECT 812 est une résine époxy sans solvant destinée pour la réparation des fissures par injection elle est livrée sous forme de kit pré-dosé à deux composants : résine et durcisseur.

Propriétés :

- Excellente adhérence sur support béton et mortier.
- Sans retrait au durcissement.
- Très bonne résistance mécanique et chimique.

Caractérisation :

Tableau.III.1. Caractéristiques de la résine MEDAPOXY 812

Rapport pondéral (A/B)	2/1
Densité	1.1
Viscosité (CF6/20°C) (NFT30014)	17 sec(+2)
R_{C7} (20°C/65%HR) (NF P18-872)	70 MPa
R_{t7} (20°C/65%HR) (NFP 18-894)	57 MPa

- **Farine de noyaux de dattes**

Les noyaux de dattes utilisés comme renfort dans cette étude sont issus des dattes de la variété de Deglet-Nour.

Tableau.III.2. Composition bio chimique des noyaux de datte (Deglet-Nour) [88].

Elément à doser	Deglet-Nour (%)
Humidité	15.76
Lipide	4.39
Protéines	10.71
Sucres totaux	11.75
Sucres réducteurs	6.50
Cellulose brute	37.00
Cendre	1.74
Sodium	0.20
Potassium	0.67
Calcium	0.23
Phosphore	0.32
Magnésium	0.06
Matières non déterminées	10.67

Tableau.III.3. Caractéristiques physiques de noyau de datte (Deglet-Nour).

Paramètres	Valeurs
Poids	0.6-1.69 g
Longueur	2.9-3.15 cm
Diamètre	0.58-1 cm

La préparation des noyaux ont subi plusieurs prétraitements:

A. Séparation pulpe- noyau

La séparation pulpe- noyau est facile, elle se fait à la main.

B. Lavage

Nous avons procédé au lavage à l'eau chaude des noyaux pour enlever les traces de pulpe et toutes sortes d'impuretés qui collent à ces derniers.

C. Séchage

Après lavage, les noyaux sont séché a l'air libre pendant 48 heures puis placés dans une étuve portée à une température de 70°C pendant 24 heures afin de faciliter le broyage.

D. Broyage

Après concassage des noyaux, le broyage a été réalisé au moyen d'un broyeur de marque FRITSCH (Vibrating cup mill) afin d'avoir une poudre très fine.



Figure. III.2. Broyeur de marque FRITSCH

E. Tamisage

Après séchage de la poudre, le tamisage a été réalisé suivant l'ordre décroissant des tamis (200, 125, 50 μm) en utilisant une tamiseuse à vibration pour la détermination de la granulométrie.



Figure. III.3. Appareil de tamisage.

F. Prétraitement de la poudre (extraction des huiles)

L'appareil de Soxhlet est utilisé afin de réaliser des extractions par solvant d'hexane (180ml) d'espèces chimiques contenues dans la poudre insérée dans les cartouches de cellulose dans l'extracteur pendant 6h.



Figure. III.4. L'appareil de Soxhlet.

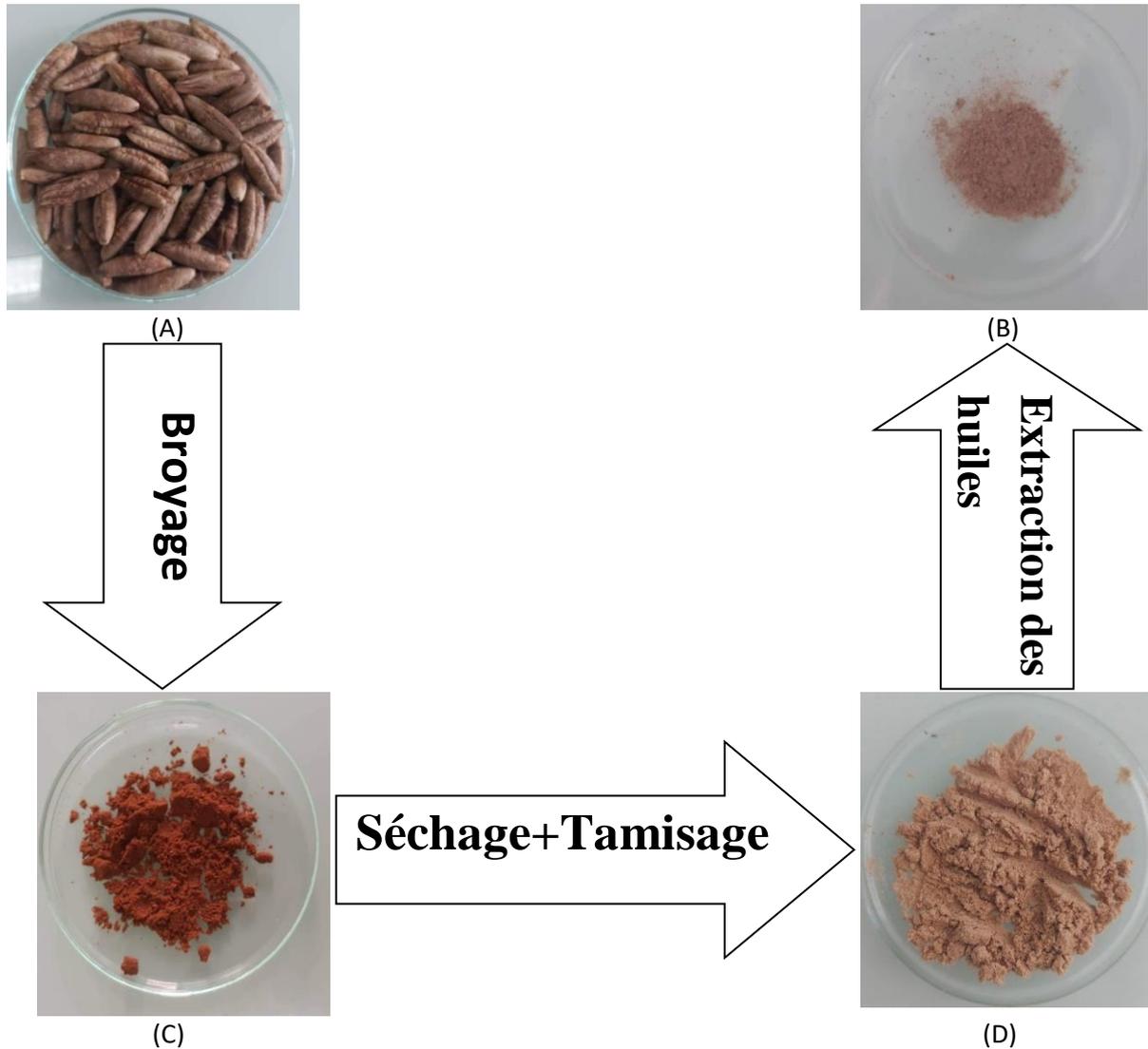


Figure.III.5. Préparation de la farine ND :**A)** Les noyaux de dattes, **B)** La farine des noyaux de dattes, **C)** La poudre tamisée, **D)** La poudre prétraité (extraction des huiles).

III.3. Préparation des composites

- **Mode opératoire**

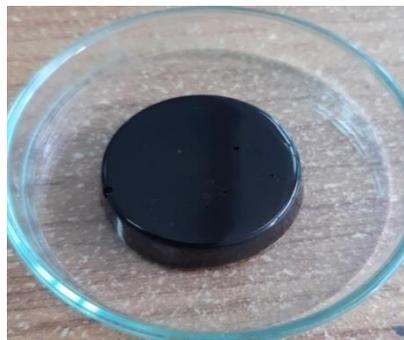
Nos matériaux composites sont préparés par la méthode hand lay-up (mélange à la main) [89].

Dans un premier temps, la résine époxy mélangée avec le durcisseur pendant 20min, dont les proportions sont 2/1 respectivement. Un taux de renfort choisi (en% poids) est incorporé dans mélange. Le mélange est renversé dans un moule en silicone de 3 cm de diamètre et 2cm

d'épaisseur puis introduit dans un four à une température de 50° C pendant 30 minutes pour d'accélérer le processus de durcissement et éviter la décantation du renfort. Les différentes formulations choisies de nos échantillons sont données dans le tableau. III.4.

Tableau.III.4. Les différentes formulations choisies pour la préparation de nos échantillons

Formulations	Matrice (%)	Renfort (fibre) (%)
EP	100	0
EP/ FND 10 %	90	10
EP/ FND 20 %	80	20
EP/ FND 30 %	70	30



(A)



(B)



(C)



(D)

Figure.III.6. Les composites

A) Résine MEDAPOXY812, B) Composite à 10%FND, C) Composite à 20%FND, D)
Composite à 30%FND

III.4. Techniques de caractérisation

III.4.1. Mesure de densité

La densité du renfort FND a été calculée directement à l'aide d'un bécher gradué. Par ailleurs la densité apparente de la matrice EP et des composites a été mesurée par la méthode psychométrique, selon la norme NFT51-063. Le solvant utilisé est l'éthanol, il permet une meilleure mouillabilité des composites.

$$d = \frac{d_0(M_2 - M_1)}{(M_4 - M_1) - (M_3 - M_2)}$$

D_0 : densité de l'éthanol déplacé

M_1 : masse du pycnomètre vide

M_2 : masse du pycnomètre contenant le matériau

M_3 : masse du pycnomètre contenant l'éthanol et le matériau

M_4 : masse du pycnomètre contenant l'éthanol

III.4.2. Propriétés morphologiques par MEB

La microscopie électronique à balayage MEB est une technique qui permet d'observer la dispersion et l'adhésion du renfort dans la matrice.

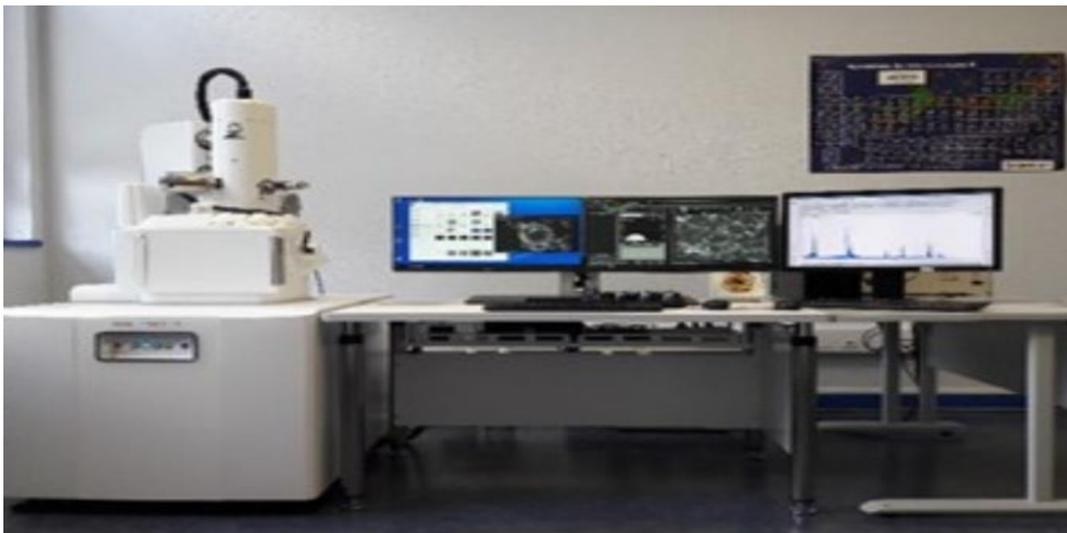


Figure.III.7. Microscopie électronique à balayage

III.4.3. Spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier (IR-TF)

- **Mode opératoire :**

Les échantillons à analyser sont préparés sous forme des pastilles à l'aide d'une presse à vide. Il s'agit de mélanger une quantité de 0.002g de farine et une quantité de 0.08g de bromure de potassium KBr.

Les spectres d'absorption infrarouge (IR) ont été enregistrés à l'aide d'un spectrophotomètre à transformée de Fourier de type SHIMADZU FTIR-8400S relié à un ordinateur.



Figure.III.8. Spectrophotomètre à transformée de Fourier de type SHIMADZU FTIR-8400S.

IV.4.4. Analyse thermogravimétrie (ATG)

Mode opératoire :

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une technique qui permet de mesurer la variation de masse d'un échantillon en fonction de la température. Elle consiste à évaluer toute perte de masse lors de la décomposition. Les tracés des courbes de la perte de masse (thermogramme) ont été obtenues à l'aide d'un équipement de marque SDT Q600 V20.9Build 20 (Figure. III.8.) piloté par un ordinateur. L'analyse est réalisée sous une atmosphère inerte d'azote et un programme de température allant de 20 à 600°C. La vitesse de chauffage est de 10°C/min.

Le but de cette analyse est d'étudier la stabilité thermique de nos échantillons à savoir : la farine ND, matrice polymérique EP et les composites à différents taux de renfort 10 et 30 (% en poids).



Figure.III.9. L'appareil thermogravimétrique de type SDT.Q600.V20.9.Build.20.

III.4.5. Angle de contact

- **Mode opératoire :**

Les mesures de l'angle de contact ont été réalisées à température ambiante sur un appareil de marque KRUSS (Drop Shape Analyzer). Le volume de la goutte sessile a été maintenu à 1 ml et ce à l'aide d'une micro-seringue. Pour plus de précision, l'angle de contact a été mesuré en cinq points différents de l'échantillon.



Figure.III.10. L'appareil de mesure d'angle de contact

Chapitre IV

Résultat et Discussion

Chapitre IV :

Résultat et Discussion

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté successivement, le mode opératoire pour extraire la graisse et la cire de la farine des noyaux des dates initialement broyée et tamisée, l'élaboration des composites à différents teneurs de renfort ainsi que les différents techniques utilisés pour caractériser le renfort et les composites. Le présent chapitre est consacré à la présentation des résultats

IV.1.Caractérisations de la farine ND

Nous commençons tout d'abord, par présenté les caractérisations morphologique et chimiques de la farine de noyaux de dattes FND utilisée comme étant un renfort dans une matrice polymère EP. La farine FND est caractérisée avant et après extraction, Ensuite, nous présentons les résultats des caractérisations structurale, thermique et physique pris en rapport au renfort, la matrice EP et aux différents composites EP/FND.

IV.1.1. Caractérisation de la farine des noyaux de dattes FND

La farine des noyaux de dattes FND a été obtenue après une série de tamisages à l'aide d'un tamis de la marque TEST STEVE de la norme ISO 3310-1BODY3116LMESH S-STEEL/RF. La taille de la farine utilisée dans cette étude est inférieure à 200 μ m.



d>200 μ m



125<d< 200 μ m

Figure .IV.1. Différentes granulométries de la farine des noyaux de dattes obtenues après broyage et tamisage.

IV.1.2. Taux d'extractibles

Le taux d'extractible dans la fibre FND est déterminé à partir d'une simple évaluation de la variation de la masse. L'extraction est effectuée avec un mélange hexane /éthanol (2/1) à l'aide d'un dispositif Soxhlet et à pour objectif d'éliminer les graisses et les cires [56].

Le taux des extractibles est déterminé par la relation suivante :

$$\text{Taux des extractibles (\%)} = \frac{m_0 - m_1}{m_0} * 100 \dots \dots \dots \text{IV.1}$$

m_0 : masse initiale de la fibre FND (g)

m_1 : masse de la fibre après extraction (g)

$$\text{Taux d'extractible (\%)} = 12\%$$

D'après l'équation IV.1, le taux d'extractible obtenu est donc de 12 %

IV.1.3. Taux d'humidité

On pèse $m_0=2\text{g}$ de poudre FND puis on l'étuve à 50°C pendant 24 heures, on pèse la poudre une deuxième fois après étuvage m_2 pour calculer le taux d'humidité.

$$\text{Taux d'humidité (\%)} = 100 - m_s(\%) \dots \dots \dots \text{IV.2}$$

Tel que :

m_s : masse sèche de la poudre FND avant extraction.

$$m_s(\%) = \frac{m_2 - m_1}{m_0} * 100 \dots \dots \dots \text{IV.3}$$

Tel que :

m_0 : masse de la prise d'essai

m_1 : masse du creuset vide

m_2 : masse du creuset avec le résidu

- **Avant extraction :**

D'après l'équation IV.3 : $m_s(\%) = 93.5\%$

Et d'après l'équation IV.2, le taux d'humidité obtenu est donc de 6.5%

- **Après extraction :**

D'après l'équation IV.3 : $m_s (\%) = 88.115\%$

Et d'après l'équation IV.2, le taux d'humidité obtenu est donc de 11.885%

IV.1.4. Détermination de la masse volumique de la poudre

On introduit une quantité de la poudre FND dans un récipient gradué rempli d'eau dont la poudre est préalablement pesée. La masse volumique de la poudre, est le ratio entre la masse et le volume de la poudre. Le volume de la poudre étant la différence entre le volume initiale et le volume final du mélange (poudre /eau) contenu dans le un récipient gradué

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau IV.1.

Tableau .IV.1. Masse volumique de la poudre

M (g)	V (ml)	$\rho = M/V$ (g/ml)
4.2	3	1.4
3.21	2.2	1.45
7.25	5	1.47

La moyenne des trois masse volumique donne : $\rho = 1.4$ g/ml ou $\rho = 1.4$ g/cm³.

IV.1.5. Analyse par microscopie électronique à balayage

La morphologie de la surface du renfort (Fibre de noyaux de datte FND) avant et après extraction a été obtenue à l'aide de la microscopie électronique à balayage (MEB). Les surfaces FND ont été initialement métallisées. Les images MEB sont représentées sur la figure IV.2.

On observe clairement que la morphologie de la surface de FND est différente (figure IV.2). La surface apparaît propre et lisse à l'état brut devient plus creusée et rugueuse avec apparition de trous aléatoirement répartis après extraction. L'extraction de la graisse et la cire pourrait améliorer les propriétés physico-mécanique des composites et ce, dû à un accrochage mécanique plus intense au niveau de l'interface fibre /matrice.

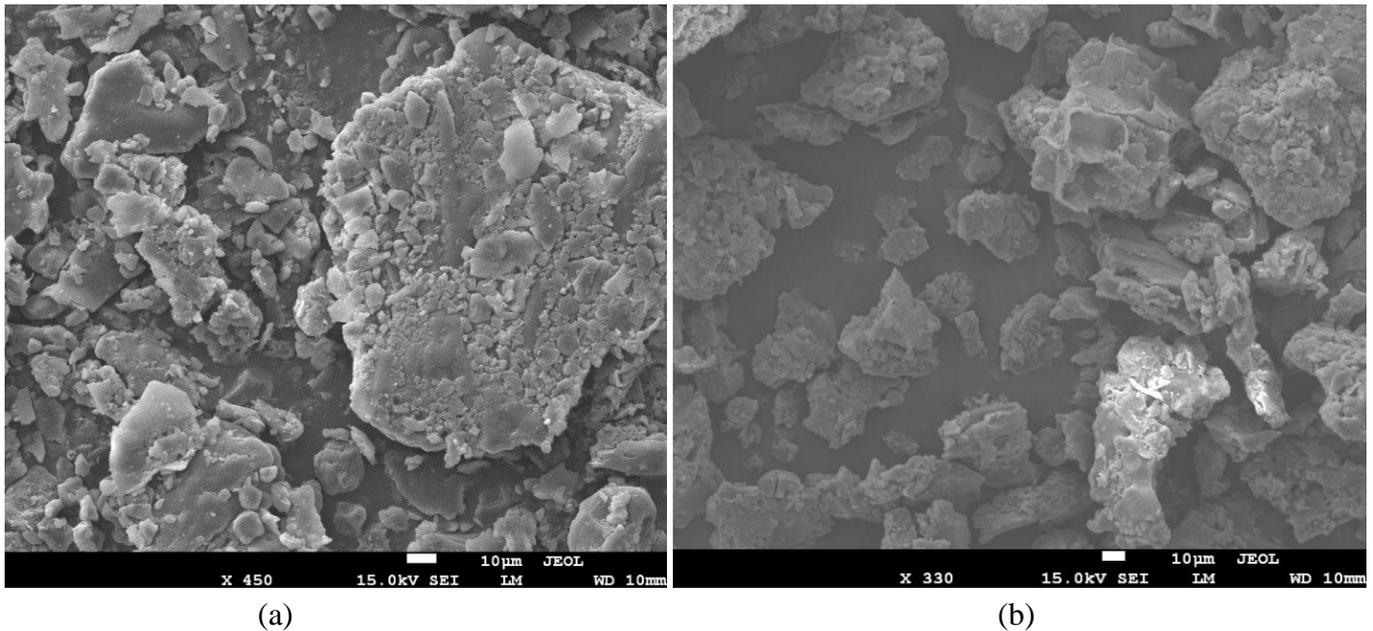


Figure IV.2. Morphologie de la surface de FND (a) à l'état brut, (b) après extraction

IV.1.6. Spectroscopie d'absorption infrarouge (IRTF) de la poudre

La figure IV.4 montre le spectre FTIR de la farine FND avant et après extraction des graisses et la cire. Les groupes fonctionnels tels que les groupes, hydroxyle, ester, aldéhyde, aromatique, carboxyle et méthyle...etc, ont été révélés.

Le spectre FTIR de la farine FND avant extraction a montré un large pic à environ 3330 cm^{-1} , attribué à l'étirement O-H, et deux bandes d'absorption fortes à environ 2923 cm^{-1} et 2851 cm^{-1} caractéristiques des bandes C-H asymétriques et symétriques dans les groupes alkyles. Le pic d'étirement dans la région située à 1742 cm^{-1} est caractéristique du carbonyle C=O présent dans les groupes carboxyle, esters, aldéhydes et dérivés acétylés. Un autre pic observé à 1604 cm^{-1} peut être attribué soit aux doubles bandes oléfiniques $\nu(\text{C}=\text{C})$ soit aux vibrations dans le domaine aromatique $\nu(\text{C}=\text{N})$, tandis que la bande d'absorption trouvée vers 1368 cm^{-1} est associée à la vibration de flexion du groupe $-\text{CH}_3$.

Après extraction, une diminution de l'intensité de la bande des groupes hydroxyle située à environ 3330 cm^{-1} a été constatée. Même tendance a été observée avec les bandes caractéristiques 2929 , 2851 , et 1604 cm^{-1} . Toutefois une diminution remarquable de l'intensité du pic à 1742 cm^{-1} a été constatée.

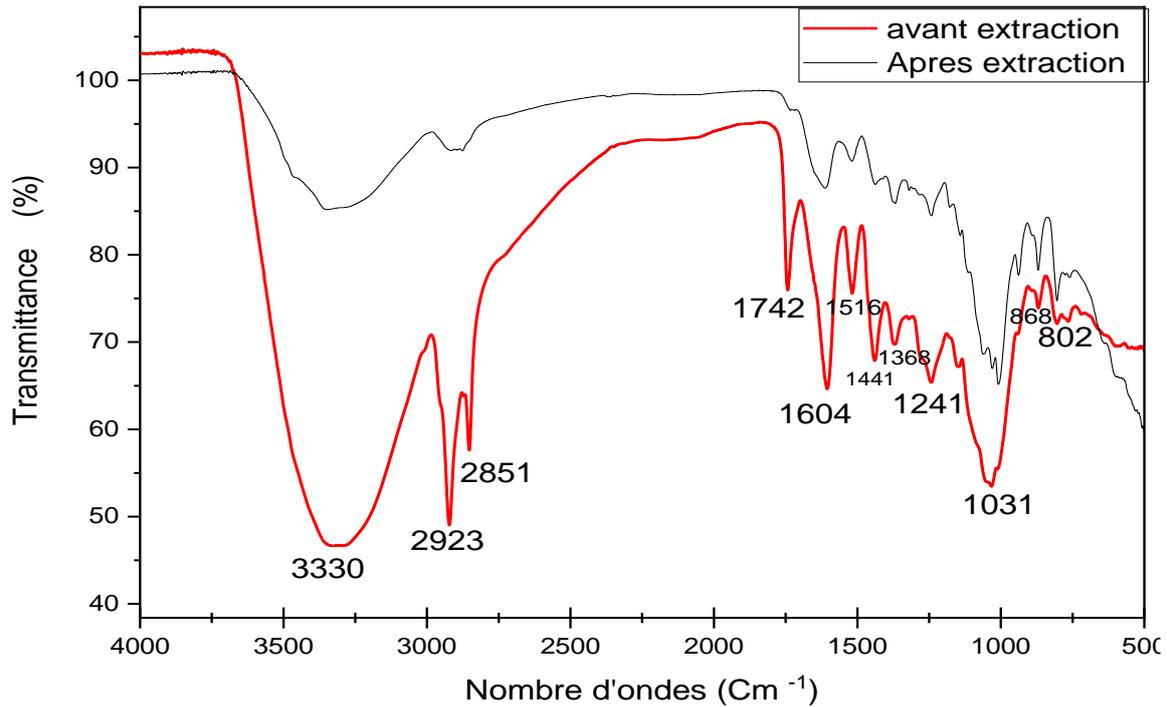


Figure.VI.3. Spectroscopie d'absorption infrarouge de la poudre

Le tableau suivant présente les bandes et pics caractéristiques du spectre FTIR de la poudre FND avant et après extraction.

Tableau.IV.2. Bandes caractéristiques du spectre FTIR de la poudre FND avant et après extraction

Nombre d'onde (cm ⁻¹)		Attribution	
Poudre FND avant extraction	Poudre FND après extraction		
Bande large à	3330	3330	vibration d'élongation O-H
Pics à	2923	2923	Vibration d'élongation asymétrique C-H
	2851	2851	Vibration d'élongation symétrique C-H
	1742	-	Vibration d'élongation C=O
	1604	1604	Vibration d'élongation C=C (alcène)
	1516	1516	Vibration d'élongation C-N02 (nitro)
	1441	1441	Déformation CH2 et CH3
	1368	1368	Alcanes (vibrations de déformation-CH3)

	1241	1241	Vibration d'élongation C-O (acide)
	1031	1031	Vibration d'élongation C-O (alcool primaire)
	868	868	vibrations de déformation =C-H et =CH
	802	802	Alcènes (vibrations de déformation)

IV.1.7. Comportement thermique ATG/DTG de FND

Le comportement de dégradation thermique du renfort FND est représenté sur le thermogramme TGA/DTG de la figure IV.5. Une faible perte de masse a été enregistrée au voisinage de 100% peut-être attribuée à l'évaporation de l'eau absorbée par la farine de noyaux de dattes FND, un pic intense apparaît à un intervalle de température compris entre 200° à 350 °C correspondant à la dégradation de l'hémicellulose. La dégradation enregistrée au- delà de 350 °C est associée à la décomposition de la cellulose et la condensation des cycles aromatiques de la lignine, elle est située dans un intervalle de température compris entre 330 et 420 °C [79].

La décomposition de la FND apparaît dans un pic intense défini entre 245°- 345°C, sa vitesse maximale de décomposition est estimée à 21.72%/min, correspondant à des températures de dégradation Td maximale à environ 299.42 °C.

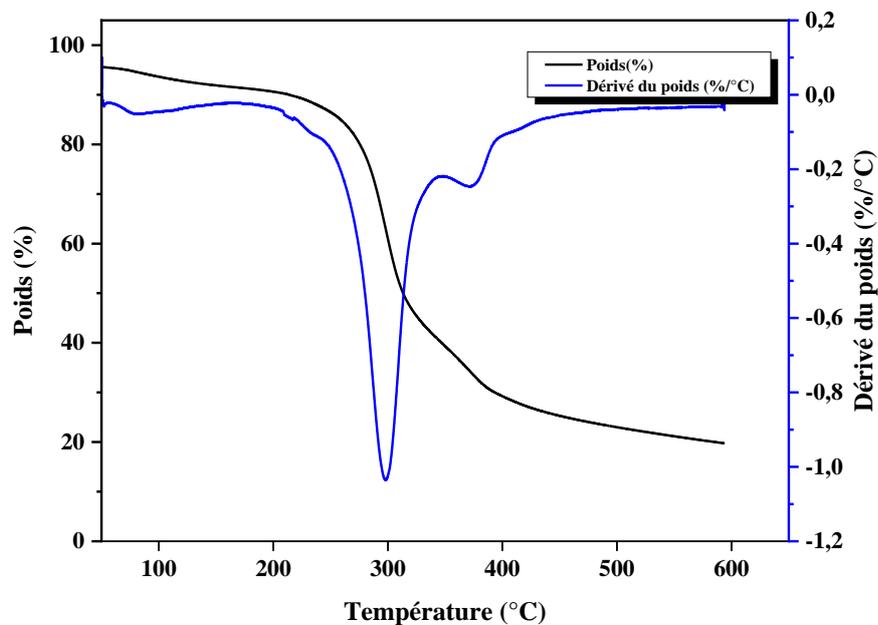


Figure.IV.4. Thermogramme ATG/DTG du renfort (poudre FND)

IV.2. Caractérisations des composites

IV.2.1. Mesure de la densité apparente

L'évaluation de la densité apparente de la matrice EP et des composites permet de donner une estimation de la fraction des pores contenues dans le matériau composite. Les densités sont mesurées à l'aide d'un pycnomètre.

Le tableau IV.3 rassemble les différents résultats obtenus. La densité apparente de la matrice EP est de l'ordre de 1.148 ± 0.012 . Elle est respectivement environ de 1.3663 ± 0.013 et 1.107 ± 0.014 pour les composites 10 et 30 % en poids. La diminution de la densité apparente est due probablement à l'augmentation de la fraction de cavités présent dans le composite à 30% en poids de renfort. Toutefois la valeur mesurée est comparable à celle de la matrice EP (1.148 ± 0.01184).

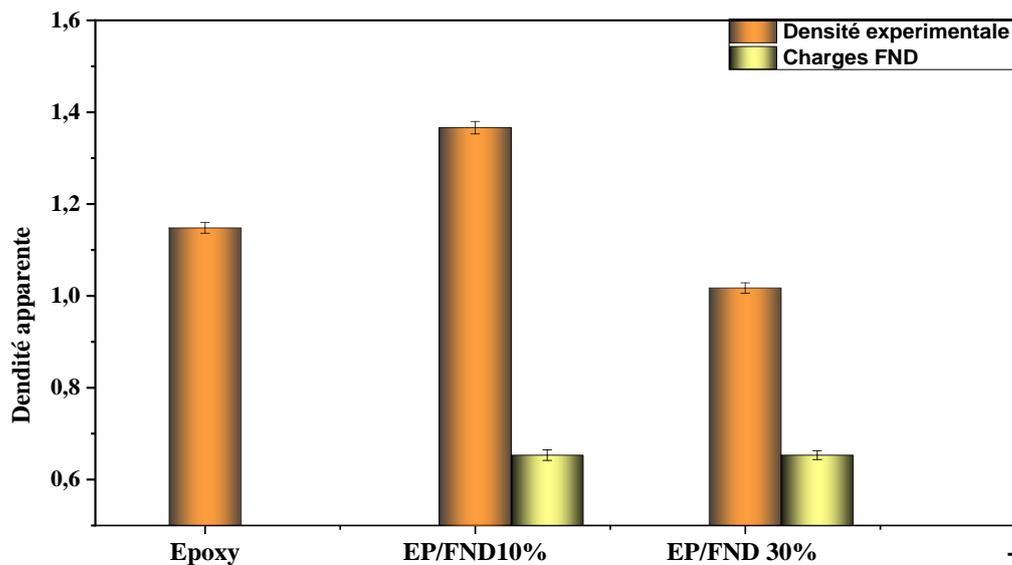


Figure. IV.5. Densité apparente des différents composites

Le tableau .IV.3 représente la densité apparente des différents composites.

Tableau .IV.3. Densité apparente des différents composites

Echantillons	Masse volumique (kg/m ³)	Densité
Résine 0	1147.9563	1.1480
Composite 20	1366.3243	1.3663
Composite 30	1129.5580	1.1296
Composite 40	1017.0799	1.0171

IV.2.2. Tests visuels

L'observation à l'œil nu de tous nos échantillons, montre des surfaces planes lisse et brillantes et une couleur très foncée de la matrice pure EP. Et dont les tendances diminuent avec l'augmentation du taux de renfort. Nous signalons également la présence de quelques cavités à la surface des composites.

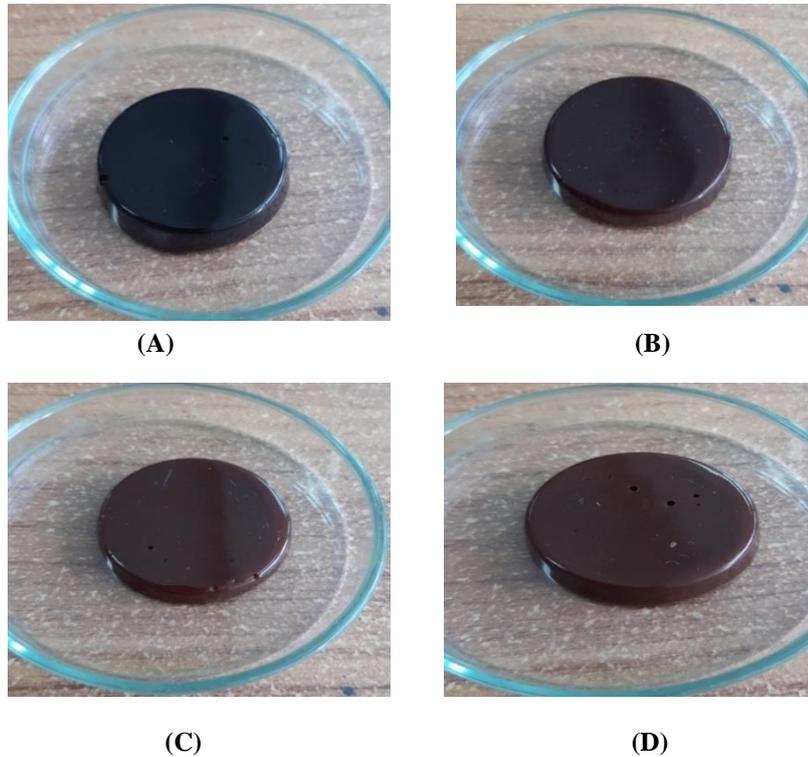


Figure.IV.6. Les composites

A) Résine MEDAPOXY812, B) Composite à 20%FND, C) Composite à 30%FND, D)
Composite à 40%FND

IV.2.3. Observation par microscope optique

Les observations au microscope optique à faible grossissement, sur les surfaces des composites montrent une distribution non homogène du renfort FND dans la matrice ainsi que la porosité de quelques micromètres à la surface de contact avec l'air. La présence des défauts de différentes tailles pourrait être attribuée à des bulles d'air, ou à la vaporisation des amines lors d'élaboration. Cela est souvent observé sur les composites à matrices époxydes renforcées de fibres naturelles, et ce, quelle que soit le taux de renfort [90]. Toutefois, le composite EP/FND 30% présente un taux de cavité relativement plus faible par rapport aux autres composites.

IV.2.4. FTIR des composites

Les spectres FTIR des composites EP/FND 10% et EP/FND 30% sont donnés dans la figure IV.7. Les principales bandes sont 3630, 2963, 2866, 1612, 1510, 456, 1257, 1246 et 1030.

La bande de 3630 à 3100 cm^{-1} correspond à la vibration d'étirements des groupes hydroxyles- OH subit après renfort FND une diminution de l'intensité. Les bandes à 2963 et 2866 cm^{-1} sont attribuées au groupe alkyle C-H , les bandes à 1612 et 1510 cm^{-1} attribuées à C=C, 1456 et 1257 cm^{-1} attribuées aux groupes H-C-H , 1246 et 1030 cm^{-1} attribués à l'éther C-O-C [91]. Toutes ces bandes de l'époxy prédominent dans les composites et avec des bandes caractéristiques du renfort FND(Figure .VI.3)[92]. Cela peut être comme une indication d'une interaction active entre l'époxy et les groupes moléculaires du renfort. Des résultats similaires ont également été constatés pour les composites (fibre de chanvre/polyester) [91].

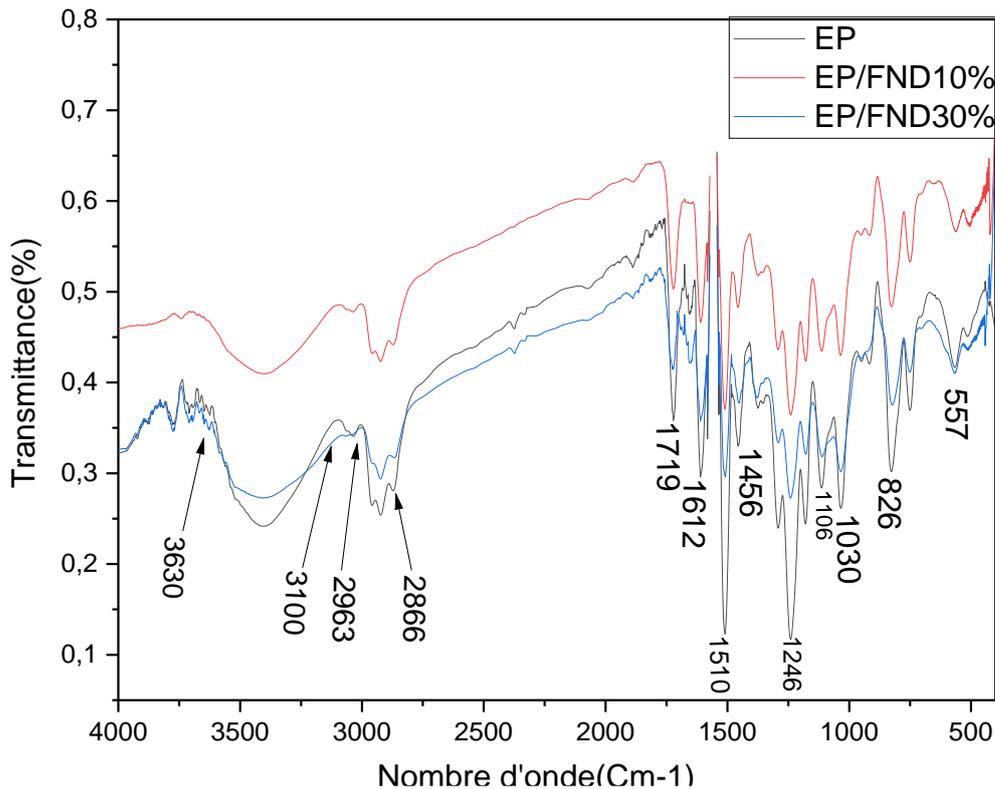


Figure .IV.7. Spectroscopie d'absorption infrarouge des composites.

IV.2.5. Comportement thermique ATG/DTG des composites

Une analyse thermogravimétrique a été réalisée pour étudier la stabilité thermique de la matrice EP et des composites EP/FND 10% et EP/FND 30% **Figure .IV.8-IV.9.**

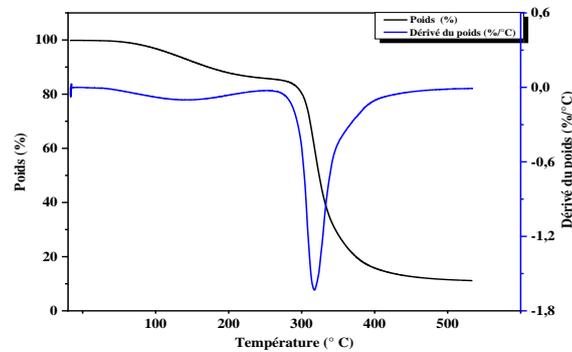


Figure.IV.8. Thermogramme ATG de l'époxy

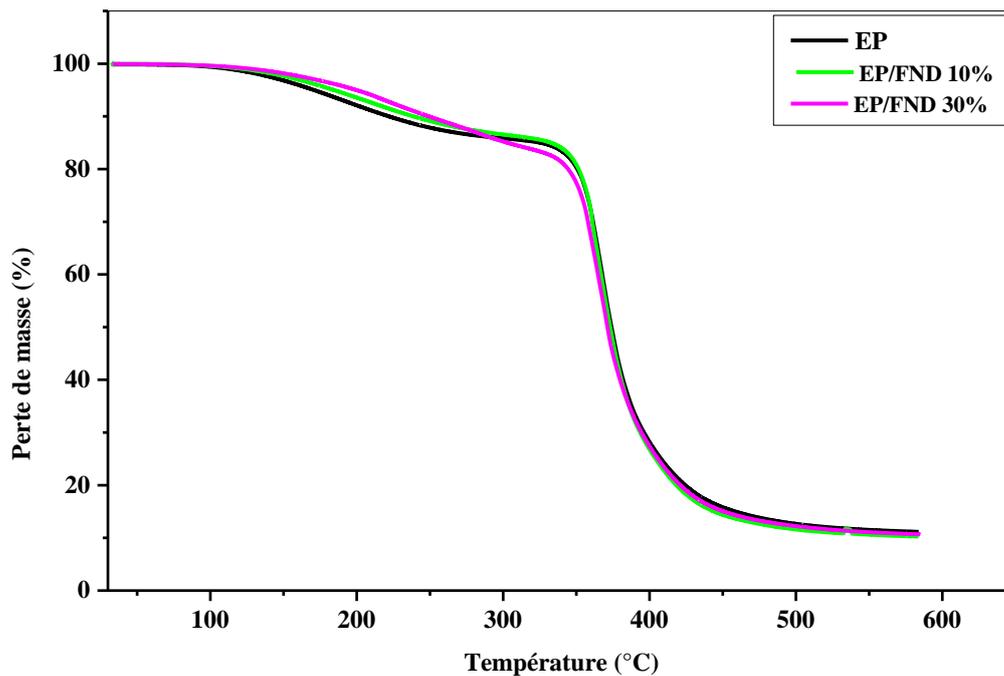


Figure IV.9. Thermogramme ATG de EP et des composites à 10 et 30 % de renfort FND

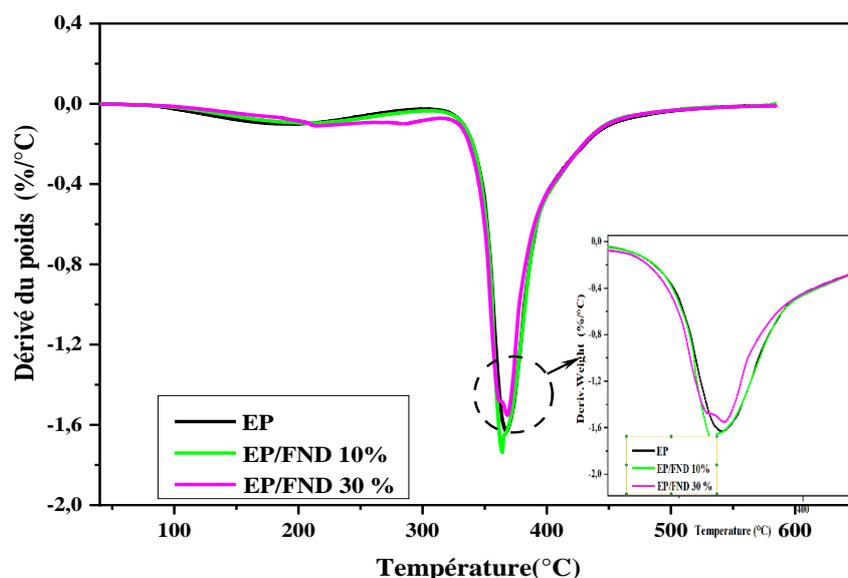
Tableau .IV.4. Evaluation des propriétés thermiques des composites (Époxy/ FND)

Formulation	T (5%) (°C)	T (10%) (°C)	T (50%) (°C)	Td max (°C)	DTG (%/°C)	Résidu (%)
Epoxy	172,16	223,59	374,1	369,90	1.629	11,14
EP/FND10%	184,69	239,09	373,16	371,66	1.641	10,26
EP/FND 30%	199,98	249,46	371,23	372,55	1.546	10,67

Le tableau. IV.4 donne les principales températures de décompositions d'EP et des composites EP/FND 10% et EP/FND 30%. On constate que l'incorporation du renfort FND dans la matrice EP augmente la température de la première étape de dégradation des composites. En effet à T 5% elle est de 172.16 °C pour la matrice EP, passe respectivement à 184.69°C et à 199.98 °C pour EP/FND 10% et 30%. D'où, une augmentation de 7,287%, 16.16%.

À T 10 % elle est de 223.59 °C pour la matrice EP, passe respectivement à 239.09°C et à 249.46°C, pour EP/FND 10% et 30% d'où une augmentation de 7%, 11.6%.

L'analyse a montré une légère augmentation de la température où la vitesse de décomposition maximale T_d max est par conséquent une légère amélioration de la stabilité thermique.

**Figure.IV.10.** Thermogramme DTG de EP et des composites à 10 et 30 % de renfort FND

IV.2.6. Angle de contact

Afin d'évaluer l'effet du renfort (30% en poids) sur les propriétés hygroscopiques de la surface de la matrice EP nous avons mesuré expérimentalement la valeur de l'angle de contact qu'une goutte formée avec la surface. Le Tableau .IV.5. regroupe les valeurs de l'angle de contact obtenu par méthode de la goutte sensille.

D'après les valeurs du tableau, on constate qu'il y a une diminution de l'angle de contact avec le temps, et ce pour la matrice EP et le composite EP/ FND 30%. Elle est plus élevée pour le composite EP/ FND 30%. Comparés à EP.

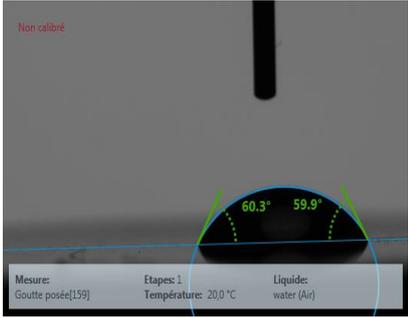
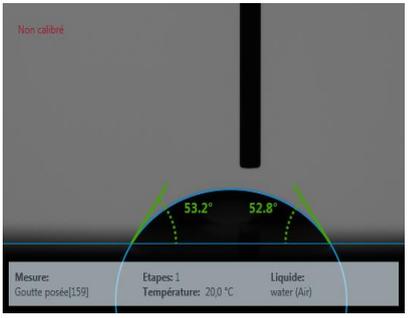
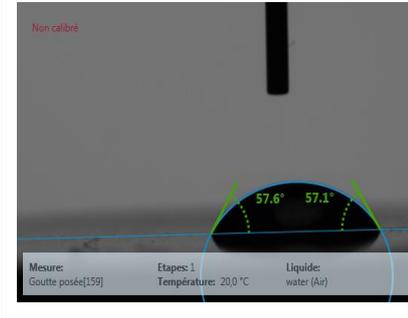
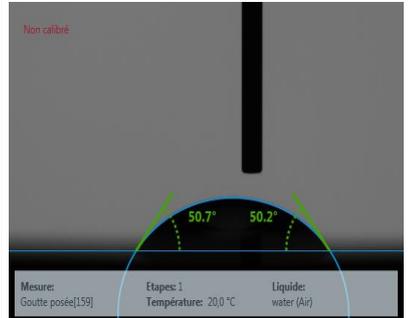
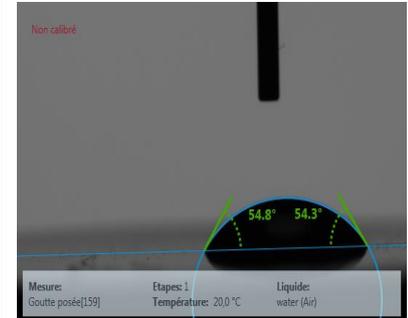
La diminution de l'angle de contact peut être attribué à la mouillabilité des surfaces par la goutte d'eau celle-ci est fortement influencée par les caractéristiques du liquide et de l'état de surface [93, 94].

Cela étant dit, la comparaison des mesures d'angle de contact de la matrice EP, et du composite EP/ FND 30% illustrée à la **figure.IV.11** montre clairement que la matrice EP présente un angle de contact de 59.5, typique pour un matériau hydrophile, et l'eau peut s'étale facilement dessus tandis que le composite EP/ FND 30% présente une valeur d'angle de contact un peu plus élevée mais toujours dans la plage hydrophile. Ce qui peut être dû aux forces d'interactions plus intenses entre l'eau et la surface de la matrice EP. Celle-ci est amoindrie dans le composite.

Par ailleurs, L'angle de contact dépend de la rugosité de surface du composite. La surface de la matrice EP est lisse, tandis que la surface du composite est rugueuse c'est probablement la raison de l'augmentation des valeurs d'angle de contact du composite EP/ FND 30%. Comparés à EP.

Tableau.IV.5. Angle de contact de la résine EP et le composite FND/EP 30% de FND

	Résine EP	Composite EP/FND30%
0min	<p>59.5°</p>	<p>67.65°</p>
2min	<p>58.25°</p>	<p>65.05°</p>
4min	<p>56.75°</p>	<p>62.5°</p>

<p>6min</p>	<p>54.9°</p>  <p>Non calibré</p> <p>Mesure: Goutte posée[159]</p> <p>Etapes: 1 Température: 20.0 °C</p> <p>Liquide: water (Air)</p> <p>55.2° 54.6°</p>	<p>60.1°</p>  <p>Non calibré</p> <p>Mesure: Goutte posée[159]</p> <p>Etapes: 1 Température: 20.0 °C</p> <p>Liquide: water (Air)</p> <p>60.3° 59.9°</p>
<p>8min</p>	<p>53.0°</p>  <p>Non calibré</p> <p>Mesure: Goutte posée[159]</p> <p>Etapes: 1 Température: 20.0 °C</p> <p>Liquide: water (Air)</p> <p>53.2° 52.8°</p>	<p>57.35°</p>  <p>Non calibré</p> <p>Mesure: Goutte posée[159]</p> <p>Etapes: 1 Température: 20.0 °C</p> <p>Liquide: water (Air)</p> <p>57.6° 57.1°</p>
<p>10min</p>	<p>50.45°</p>  <p>Non calibré</p> <p>Mesure: Goutte posée[159]</p> <p>Etapes: 1 Température: 20.0 °C</p> <p>Liquide: water (Air)</p> <p>50.7° 50.2°</p>	<p>54.55°</p>  <p>Non calibré</p> <p>Mesure: Goutte posée[159]</p> <p>Etapes: 1 Température: 20.0 °C</p> <p>Liquide: water (Air)</p> <p>54.8° 54.3°</p>

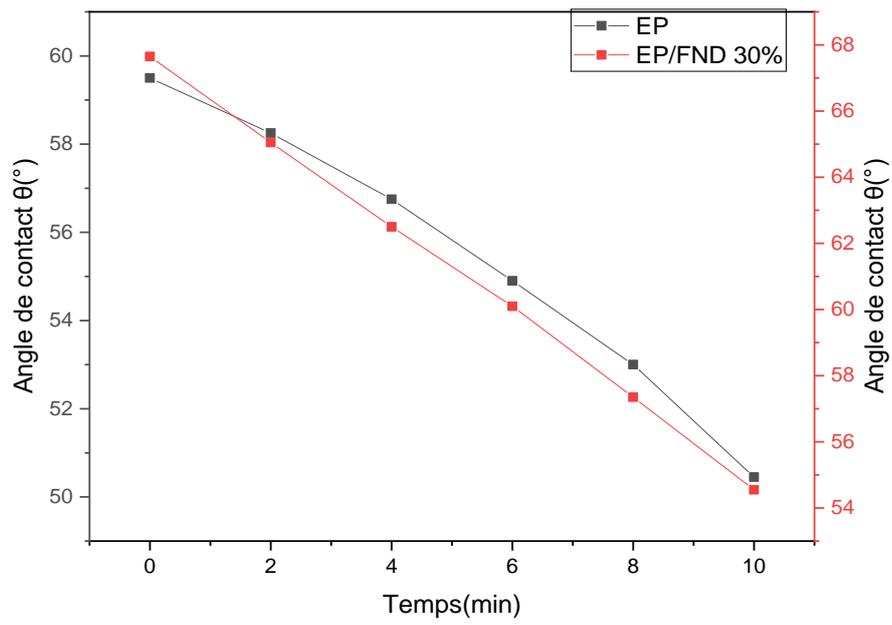


Figure.IV.11. Angle de contact θ de la résine EP et le composite FND/EP30% de FND.

Conclusion générale

La première partie de ce travail a été initiée par l'étude de l'effet de l'extraction des graisses et de la cire sur la morphologie du renfort en fibres de noyaux de dattes (FND). Ceci a été suivi par l'élaboration de matériaux composites à matrice époxyde EP et à renfort FND à différents taux massifs : 10, 20 et 30 %. Les matériaux élaborés ont par la suite fait l'objet d'une caractérisation structurale.

Par ailleurs, cette étude nous a également permis de mettre l'accent sur l'influence de l'incorporation de la fibre FND sur le comportement physico-chimique et thermique de ces composites.

Au terme de ce travail et sur la base de nos résultats expérimentaux, nous avons conclu les points suivants:

- ✓ L'extraction des graisses et de la cire à l'aide des solvants utilisés a effectivement changé la morphologie des FND et ce en présentant une surface plus creusée et rugueuse avec apparition de trous aléatoirement répartis à la surface de la fibre. Ce changement est confirmé par l'analyse par spectroscopie FTIR où une nette diminution de quelques bandes caractéristiques d'humidité, de graisses et de cire a été constatée.
- ✓ L'analyse par spectroscopie FTIR de la matrice EP et de ces composites, nous a permis d'observer une nette diminution de l'intensité de la bande hydroxyle sur le spectre indiquant ainsi la réactivité des groupements (-OH) de la fibre avec les groupes époxydes. Cette diminution est d'autant plus grande que le taux de renfort augmente.
- ✓ La stabilité thermique de la matrice EP a été peu affectée par rapport aux composites, où un léger déplacement vers des valeurs inférieures de la dégradation de la température initiale de la matrice a été observé. Ce qui pourrait mettre en évidence l'effet positif du renfort sur notre matrice EP.
- ✓ L'ensemble des résultats de la mesure d'angles de contact révèle que l'incorporation des FND à 30% dans la matrice époxydes EP ; augmente l'angle

de contact entre le liquide et le composite. Ce qui pourrait s'expliquer par une rugosité plus élevée de la surface du composite.

Références:

- [1] **Ladghem Chikouche Mohamed Djamel**, «Renforcement d'un polymère (polyester insaturé) par des fibres végétales (Arundo donax), thèse de Doctorat », Université Ferhat Abbas (Sétif)2016.
- [2] **Mme IHEMOUCHENE Chadia**, «Effet du traitement de surface sur les propriétés physico-mécaniques et thermiques des composites polyéthylène haute densité/Farine de grignon d'olive », Thèse de Magister, Université de ABDERRAHMANE MIRA BEJAIA 2009.
- [3] **M.Rokbi , H.Osmani ,A. Imad** ; «Effect of chemical treatment on flexure properties of natural fiber reinforced polyester composite»; Procedia Eng, 10: 2092–2097 (2011).
- [4] **S.GASMI, Ch. BELGUENDOZ**, « Elaboration et caractérisation d'un matériau composite renforcé par les fibres de paille de blé, Thèse de Master», UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA 2019
- [5] **J. Berthelot**, « Mécanique des matériaux et structures composites», imprimé en France par Jean Marie Berthelot .Les clousures , Chemin des Horst 05290 Vallouise ,Septembre2013.
- [6] **Ewa Rudnik**, « Compostable Polymère Matériels », Elsevier, p 21. 2008
- [7] **E. Jao Jules**, « Couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites thermodurcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis diélectrique », Thèse de Doctorat, L'école nationale supérieure d'arts et métiers Paris Tech, 2001, p242.
- [8] **BOUMERDASSI, K**, « Elaboration Et Caractérisation D'un Composite Biodégradable A matrice Thermoplastique Et Renfort Polysaccharide ». Mémoire de magistère. Université M'hemed Bouggara de Bumerdes, 2008.
- [9] **A. Korichi W.Tiaiba**, « Amélioration et élaboration d'un matériau composite à base d'une matrice thermodurcissable (iso et ortho polyester insaturé) renforcé par les déchets de MAGHREB PIPE "Msila" »,Université MOHAMED BOUDIAF - M'SILA 2019.
- [10] **BADEA1, A. GHEORGHE2, C.MĂRCULESCU3,C.,APOSTOL4,T**, « L'influence des Propriétés Physiques Du Bois Et Des Paramètres Du Processus Sur Les Produits De Pyrolyse.ISSN », 1454-234x, 2008.

- [11] **M.Ladghem chikouche**, « Renforcement d'un polymère (polyester insaturé) par des fibres végétales (Arundo donax) », Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas-Setif 1,2016, p110
- [12] **F.Z.Yahi**, « Caractérisation physique d'une fibre végétale (le DISS) », Mémoire de master, Université Mohamed Boudiaf – M'sila, 2016, p57.
- [13] **J. M. Berthelot**, « Matériaux composites comportement mécanique et analyse des structures », Tec & Doc, livre 4 éme édition 2005, p641
- [14] **C.A.R.M.A**, « Glossaire des matériaux composites », centre d'animation régional en matériaux avances, Livre, Actualisation octobre 2006, p34.
- [15] **Marianne le Troedec**, « caractérisation des interactions physico-chimique dans un matériau composite à base phyllosilicates, de chaux et de fibres cellulosiques », thèse doctorat école science et technologies, université de Limoges, décembre 2009.
- [16] **Aribi.C**, « Étude comparative du comportement des différents matériaux composites (différentes matrices) ». Mémoire de magister, Université de M'hamedBouguera, Boumerdès. Algérie
- [17] **O.Ghrib**, « Elaboration et caractérisation des composites de polyéthylène/ fibres de liège » MÉMOIRE DE MASTER, Université Mohamed Khider de Biskra,2021
- [18] **J. LUYCKX**, "Fibres de carbone," Techniques de l'Ingénieur, vol. A2210.
- [19] **M.HADDADI**, « Etude numérique avec comparaison expérimentale des propriétés thermophysiques des matériaux composites à matrice polymère »Mémoire de master, Université Batna2011.
- [20] **N. BELOUCIF**, "Etude d'un composite ABS charge végétale, université ferhat ABBAS de sétif- diplôme de licence LMD 2011.
- [21] **R.KAALOUL** ; «Valorisation des déchets solides d'huilerie cas de grignons d'olive comme agrégat d'un béton allège», Mémoire MASTER, Mohamed Boudiaf UniversitéM'sila, 2020.
- [22] **CARMA**, « Glossaire des matériaux composite ». INSA de Rouen, France. (2009).
- [23]**Ch.Kerbiche** , «Matériaux composites à base de déchets végétaux: Élaboration, caractérisation et propriétés thermiques » Master en Architecture, Université MOULOUD MAMMERI TIZI-OUZOU, 2019.
- [24] <http://www.adezif.fr/application-etancheite-moulage-sous-vide>

[25] **Donald HEARN**, « Moulage des composites par projection simultanée » Article plastiques et composite, 2012.

[26] <http://www-ipst.u-strasbg.fr/cours/materiaux-composites/comp0.htm>.

[27] **K.Boumerdassi**, « L'élaboration et caractérisation des composites à matrice polystyrène et à charge d'origine végétale : sciure d'épicéa et microcristaux de cellulose, élaborées par injection/compression », juin 2010.

[28] <https://news.europeanflax.com>.

[29] **M. SAIDI, A.GHANMI, F.SLIMANI, S.GHANMI, A.CHEROUAT** « Étude de l'élaboration des matériaux bio-composites en utilisant les fibres de palmiers dattiers », Mar 2017, Hammamet, Tunisie.

[30] **BROUWER, W**, « Natural Fibre Composites in Structural Components: Alternative Applications for Sisal » Seminar organised by FAO and CFC présenté à Alternative applications for sisal and henequen, Rome (2000, décembre).

[31] **FARUK, O., BLEDZKI, A. K., FINK, H.-P. & SAIN, M.**, (2012), « Biocomposites reinforced with natural fibers », 2000–2010, Progress in Polymer Science, vol. 37, n°11, p. 1552-1596.

[32] **E.Zini, and M. Scandola**, « Green composites: an overview. Polymer composites, 32(12), 1905-1915, 2011.

[33] **R.Fathi, H. Boudjellal, S.Ben aissa**, « Élaboration et caractérisation d'un matériau composite à base d'une résine thermodurcissables renforcé par la sciure de bois », Université Mohamed Boudiaf – M'sila, 2020.

[34] **Rowell, R. M., Jacobson R., O'dell, J. L. Proceeding of 3rd** , « Use of Natural Fibers in Resine Transfer molding ». International Conference on Wood fiber - plastic Composites. Madison, USA, , 1995. 137-140 p.

[35] **A. Sbiai**, « Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier Dattier: effet de l'oxydation au tempo sur les fibres », Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale Matériaux de Lyon, France, p236, 2011.

[36] **S.Neves Monteiro, V.Calado, R.J.S.Rodriguez, F.M.Margem**, «Thermogravimetric stability of polymer composites reinforced with less common lignocellulosic fibers-an overview », Journal ELSEVIER, 2012.

[37] **A.K. Bledzki, J. Gassan**, « Composites reinforced with cellulose based fibers. Progress in polymer Science », p221-274, 1999.

[38] **R. Prat, M. Mosiniak et J.C. Roland**, « La paroi primaire de la cellule végétale ».

Cours de biochimie de l'université Pierre et Marie Curie de Paris, 2002,05 p.

[39] **S.Thiebaud**, « Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux », thèse de doctorat, Institut National Polytechnique De Toulouse, 1995.

[40] **C.Couhert**, «Pyrolyse flash à haute température de la biomasse lignocellulosique et de ses composés - production de gaz de synthèse», Thèse de Doctorat, de l'Ecole des Mines de Paris Energétique,2007.

[41] **D. T.Vi Vi** , «Matériaux composites fibres naturelles/ polymère biodégradables ou non », thèse de doctorat, Université de Grenoble,2011

[42] **Li, X., L.G. Tabil, and S. Panigrahi**, « Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites »: a review. Journal of Polymers and the Environment, 2007. 15(1): p. 25-33.

[43] **I.ADRAR**, «Utilisation des noyaux de dattes pour l'élimination des ions Fe^{2+} en solution aqueuse», Mémoire de Magister en Chimie, Université MOULOUD MAMMARI DE UNIVERSITE. 2016.

[44] **Ahmed, T., T. Usmani, and H. Mumtaz**, « Removal of copper from aqueous solutions by adsorption on activated carbons ». Pak. J. Sci. Ind. Res, 1991. 34(4): p. 121.

[45] **El-Hendawy, A.-N.A.**, « Variation in the FTIR spectra of a biomass under impregnation, carbonization and oxidation conditions ». Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 2006. 75(2): p. 159-166.

[46] **A. Kriker**, « Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec », Thèse de doctorat, Ecole Nationale Polytechnique Alger, 2005.

- [47] **Rance, H.F**, « The Rawmaterials and processing of papermaking ». Vol. 1. 1980: Elsevier Science Limited.
- [48] **S.Acourene**, « Caractérisation physico-chimiques des principaux cultivars », 1997.
- [49] **A.Khalifa 1980**, « effect of source of pollen on the physical and chemical quality of (Amhat) date variety ». *date palm Journal*, Vol.2(2),p88-92.
- [50] **M.SENOUSI, C.CHENOUF**, « extraction et caractérisation physico-chimique de l'huile des noyaux de dattes », Mémoire Master, université Mohamed El Bachir El Ibrahimi B.B.A , 2019.
- [51] **MBELMIR Ikram, Melle. SBAI Aicha**, « Valorisation d'un déchet organique, le cas de noyaux de datte, dans le traitement des eaux », Mémoire Master, Université Ahmed Draïa Adrar,2020.
- [52] **Boudechiche.L , Arabe .A, Tahar.A, Ouzrout. R**, « étude de la composition chimique des noyaux de dattes en vue d'une incorporation en alimentation animale », Institut d'Agronomie Centre Universitaire d'El Tarf, 2009.
- [53] **Chaira. N, Ferchichi. A, Mrabet. A, Sghairoun. M**, « chemical composition of the flesh and the pit of date palm fruit and radical scavenging activity of their extracts », *Pakistan journal of biological science*. 2202- 2207p , 2007.
- [54] **Al – Farsi .M, Alsalvar. C, Al- Abid. C .M, Al – Shoaily .K, _ Mansorah. Al-Amry, Al rawahy. F**, « compositional and functional characterisations of date, syrups, and their products ». *Food chemistry*, vol. 104, pp 943- 947, 2007.
- [55] **A. Y. Nenonene**, « Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kéraf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage », thèse de doctorat de l'université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agro ressources, 2009.
- [56] **L. Yahiaoui**, « Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss)», Mémoire de magister, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, 2011, p96.
- [57] **R.Harrache** « élaboration et caractérisations des composites à matrice polymère et à renforts végétal et nanométrique lamellaire » Mémoire Magister, Université Ferhat Abbas Sétif-1- 2015.

- [58] **A. R. Sanadi, D. F. Caulfield, R. E. Jacobson, R. M. Rowell**, « Renewable agricultural fibers as reinforcing fillers in plastics: Mechanical properties of kenaf fiber-polypropylene composites », *I&EC Research*, 1995, 34, 1889-1896,
- [59] **M. S. Sreekala, M. G. Kumaran, S. Thomas**, « Oil Palm Fibers: Morphology, Chemical Composition, Surface Modification, and Mechanical Properties », *Journal of Applied Polymer Science*, 1997; 66: 821-835.
- [60] **M. M. Kabir, H. Wang, K.T. Lau, F. Cardona**, « Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites »: An over view, *Composites: Part B*, 2012; 43: 2883–2892.
- [61] **Z. Jinchun, , H. Zhu, J. Njuguna, H. Abhyankar**, « Recent Development of Flax Fibres and Their Reinforced Composites Based on Different Polymeric Matrices », *Journal of Material*, 2013; 6: 5171-5198.
- [62] **M.J. John, R.D. Anandjiwala**, « Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites », *Polymer composites*, 2008; 29: 187-207.
- [63] **Karama Borchani**, « Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa », These de doctorat, Université de Sfax École Nationale d'Ingénieurs de Sfax 2016.
- [64] **D.T.T. Loan**, « Investigation on jute fibres and their composites based on polypropylene and epoxy matrices », Thèse de doctorat, Université de Dresden, 2006.
- [65] **A. G. Valadez, J. M. Cervantes-Uc, R. Olayo, P. J. Herrera-Franco**, « Chemical modification of henequén fibers with an organosilane coupling agent », *Composites: Part B*, 1999; 30: 321-331.
- [66] **A. K. Rana, R. K. Basak, C. Mitra, M. Lawther, A. N. Banerjee**, « Studies of Acetylation of Jute Using Simplified Procedure and Its Characterization », *Journal of Applied Polymer Science*, 1997; 64: 1517-1523.

[67] **Kalia, S., Kaith, B.S., Kaur, I.** « Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites - A review », *Polymer Engineering and Science*, vol. 49, 1253-1272.

[68] **S.ATMANE, R.BARECHE**, « Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de PVC et de grignon d'olive local », Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2017.

[69] **Van Krevelen, D. W., & Te Nijenhuis, K.** « Properties of polymers: their correlation with chemical structure; their numerical estimation and prediction from additive group contributions ». Elsevier, 2009.

[70] **I.Idir, A.BOUCHERGUINE**, « Préparation et caractérisation des composites à base d'un renfort végétale méditerranéen », Mémoire Master, Université Abderrahmane Mira-BEJAIA, 2019.

[71] **Y.Kellouche, Abd .k Bougara, K.Ezziane**, «Présentation et réalisation d'un essai thermogravimétrique sur le laitier d'el-hadjar », Etudiant Magister, U H B de Chlef Maitre de Conférences, U H B de Chlef 2010.

[72] **H. L. Boudjema**, « Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables », Thèse de Doctorat, Université d'Oran, Algérie, 2015.

[73] **POUZET Martial**, « modification de l'énergie de surface du bois par fluoration », thèse doctorat, Université Clermont Auvergnecole Doctorale des Sciences Fondamentales, 2017.

[74] **Eberhart J.P.** Analyse structurale et chimique des matériaux 1ère Edition. France, (1989).

[75] **Libo Yan, Nawawi Chouw, Krishnan Jayaraman** , « Fibre de lin et ses composites », Université d'Auckland, Auckland Mail Centre, Journal ELSEVIER 2014.

[76] **A. M. Alaa**, « Study the thermal properties and water absorption of composite materials reinforced with date and olive seeds », *The Iraqi Journal For Mechanical* 2015.

[77] **Amaury Lepetit** « Elaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène », Thèse de doctorat en cotutelle, Université de Limoges, et Université du Québec à Trois-Rivières, 2017.

[78] **KOSSI SODOKE** «l'évaluation du comportement à long terme des matériaux composite à fibres naturelles » thèse de doctorat, Université du QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES 2017.

[79] **H. BOUSSEHEL** « Etude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène », Thèse doctorat en science, Université Mohamed Khider- Biskra 2018.

[80] **T. MASRI** « Contribution au développement des matériaux de construction à base des sous-produits du palmier dattier » Doctorat en sciences, Université Mohamed Khider – Biskra 2018.

[81] **H. Dhakal, A. Bourmaud, Françoise Berzin, F. Almansour, Zhongyi Zhang, Darshil U Shah, Jonhny Beaugrand** « Mechanical properties of leaf sheath date palm fibre waste biomass reinforced polycaprolactone (PCL) biocomposites ». *Industrial Crops & Products* 126 (394–402), Journal ELSEVIER 2018

[82] **Ricardo Nunes de Macedo, Demétrio Jackson dos Santos, Derval dos Santos Rosa** « Poly(acide lactique)–amidon thermoplastique–composites de coton : Effets de comptabilisation de l'amidon et biodégradabilité composite », Article *ADVANCED Science News*, Université fédérale, 2018.

[83] **N. Saba, Othman Y. Alothman, Zeyad Almutairi, M. Jawaid** « Date palm reinforced epoxy composites: tensile, impact and morphological properties » Vol. 8. Issue 5. Pages 3959-3969 (September - October 2019), Journal ELSEVIER.

[84] **C. Cerbu, Heaiwen Wang, MARIUS Florin BOTIS, Zhen Huang et Costel Plescan**, « Temperature effects on the mechanical properties of hybrid composites reinforced with vegetable and glass fibers », journal ELSEVIER, 2020.

[85] **KM Faridul Hasan¹, Péter György Horváth¹, Zsófia Kóczán² & Tibor Alpár¹**, « Propriétés thermomécaniques des composites multicouches renforcés de fibres de coco et de copeaux fibreux prétraités », *Scientific reports*, 2021.

[86] **LATRECHE LEILA**, « Characterization of the composite: Polyethylene / SiO₂ / Date stone powder », Article, Ecole Nationale Supérieure Moudjahid Ahmed Gaid Salah, Boussaâda, M'sila, 2021.

[87] **L. Klaai, D. Hammiche, A. Boukerrou, F.E. Arrakhiz**, « Assessment of natural cellulosic fibers derived from agricultural by-product », *Journal ELSEVIER*, 2022.

[88] **N. BOUCHEMAL**, « Préparation de charbons actifs à partir de noyaux de dattes caractérisation et application à l'adsorption en milieu aqueux de deux colorants ».

- [89] **Fontanille.M, Gnanou.Y** ;(2010). Chimie et physico-chimie des polymères. Paris. Éditeur de savoirs
- [90] **N. D. Alberola, G. Merle, K. Benzarti**, Undirectional fibre-reinforced polymers: analytical morphology approach and mechanical modelling based on the percolation concept. *Polymer*, 1999. 40: p. 315-328.
- [91] **Ngono Y, Maréchal Y, Mermilliod N**. Epoxy-amine reticulates observed by infrared spectrometry. I: hydration process and interaction configurations of embedded H₂O molecules. *J Phys Chem B* 1999, 103 (24), 4979-85.
- [92] **Bouvet G, Dang N, Cohendoz S, Feugas X, Mallarino S, Touzain S**. Impact of polar groups concentration and free volume on water sorption in model epoxy free films and coatings. *Prog Org Coat* 2016, 96 : 32-41.
- [93] **Gardner, D.J.** (1996). Application of the Lifshitz-van der Waals acide-base approach to determine wood surface tension components. *Wood and Fiber Science*, 28(4), 422-428
- [94] **Moutinho, Figueiredo, M. et Ferreira, P.** (2007). Evaluating the surface energy of laboratory made paper sheets by contact angle measurements. *Tappi Journal*, 6(6), 26-32.

Résumé

Ce travail porte sur l'élaboration et la caractérisation de nouveaux matériaux biocomposites à base de fibres naturelles. Cette étude consiste à exploiter la farine des noyaux de dates FND comme renforcement dans une matrice polymère en résine époxy EP. Des fractions pondérales de (10 à 30 % en poids) ont été utilisées comme renfort dans cette étude.

Nous nous sommes consacrés sur l'effet de taux de la farine FND sur la caractérisation structurale, le comportement thermique et l'angle de contact de l'époxy pur/FND.

Mots clés : Composites, matrice, fibres, farine des noyaux de dattes, FTIR, ATG.

Abstract

This work focuses on the development and characterization of new biocomposite materials based on natural fibers. This study consists in exploiting the flour of the FND date stones as reinforcement in a polymer matrix in epoxy resin EP. Weight fractions of (10 to 30% by weight) were used as reinforcement in this study.

We focused on the rate effect of FND flour on the structural characterization, thermal behavior and contact angle of pure epoxy/FND.

Keywords : Composites, matrix, fibres, flour from date pits, FTIR, ATG.