



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Ecole nationale polytechnique
Département de Métallurgie



Research Centre in Industrial Technologies

Mémoire de projet de fin d'étude

Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'État en Génie des matériaux

**Elaboration et caractérisation d'un bio-composite renforcé par
des particules naturelles**

Réalisé par :

M. HARIZI Souheib

M. BOULEFRAKH Khalef Abd Elilleh

Encadré par :

M. CHITROUB Mohammed

M. REKBI Mohamed Laid Fares

Soutenu le 03 Juillet 2023, Devant le jury composé de :

Mr Fateh HELLAL :

ENP - Président

Mr Abderrahmane DAIMELLAH :

ENP - Examineur

Mr Mohammed CHITROUB :

ENP - Encadrant



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Ecole nationale polytechnique
Département de Métallurgie



Research Centre in Industrial Technologies

Mémoire de projet de fin d'étude

Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'État en Génie des matériaux

**Elaboration et caractérisation d'un bio-composite renforcé par
des particules naturelles**

Réalisé par :

M. HARIZI Souheib

M. BOULEFRAKH Khalef Abd Elilleh

Encadré par :

M. CHITROUB Mohammed

M. REKBI Mohamed Laid Fares

Soutenu le 03 Juillet 2023, Devant le jury composé de :

Mr Fateh HELLAL :

ENP - Président

Mr Abderrahmane DAIMELLAH :

ENP - Examineur

Mr Mohammed CHITROUB :

ENP - Encadrant

Dédicace

“

Je dédie ce modeste travail, le fruit de plusieurs années d'études, aux deux êtres qui occupent la place la plus chère dans mon cœur : ma mère et mon père Leur dévouement et leur sacrifice envers moi ont été inébranlables,

À mes chers frères et mes sœurs, je vous exprime ma reconnaissance éternelle pour votre soutien indéfectible tout au long de ce parcours. vos encouragements ont été des sources d'inspiration inestimables,

Enfin, une dédicace spéciale à ma deuxième famille, mes chers amis sans exception. Vos encouragements, vos conseils et votre présence tout au long de cette aventure ont été inestimables. Vous avez partagé mes joies, mes peines et mes succès, et je suis reconnaissant de vous avoir à mes côtés.

Que cette dédicace témoigne de mon amour, de ma gratitude et de ma reconnaissance envers tous ceux qui ont contribué à mon cheminement personnel et académique, sans vous, cette réussite ne serait pas possible.

Merci du fond du cœur.

”

- Sohaib

Dédicace

“

Je dédie ce modeste travail, le fruit de plusieurs années d'études, aux deux êtres qui occupent la place la plus chère dans mon cœur : ma mère et mon père Leur dévouement et leur sacrifice envers moi ont été inébranlables,

À mes chers frères et mes sœurs, je vous exprime ma reconnaissance éternelle pour votre soutien indéfectible tout au long de ce parcours. vos encouragements ont été des sources d'inspiration inestimables,

Enfin, une dédicace spéciale à ma deuxième famille, mes chers amis sans exception. Vos encouragements, vos conseils et votre présence tout au long de cette aventure ont été inestimables. Vous avez partagé mes joies, mes peines et mes succès, et je suis reconnaissant de vous avoir à mes côtés.

Que cette dédicace témoigne de mon amour, de ma gratitude et de ma reconnaissance envers tous ceux qui ont contribué à mon cheminement personnel et académique, sans vous, cette réussite ne serait pas possible.

Merci du fond du cœur.

”

- Abd El Illeh

Remerciements

Tout d'abord, je remercie Allah le tout puissant de m'avoir donné le courage et la patience nécessaires à mener ce travail à son terme.

Je tiens à remercier également mon promoteur **Dr.REKBI Fares Mohamed Laid Fares** pour son aide immense, la qualité de son suivi ainsi que pour tous les conseils et les informations qu'il m'a prodigués avec un degré de patience et de professionnalisme sans égal.

Je tiens à remercier tout particulièrement mon encadrant **Pr.CHITROUB Mohammed**, pour l'aide qu'il m'a apportée, pour sa patience et son encouragement. Son œil critique m'a été très précieux pour structurer le travail et pour améliorer la qualité des différentes sections.

Nous aimerons bien remercier le chef de service du département des composites, Mr **Rafik HALIMI** et les membres de son équipe pour leur soutien pendant le stage que nous avons effectué au sein du CRTI.

Que les membres de jury trouvent, ici, l'expression de mes sincères remerciements pour l'honneur qu'ils me font en prenant le temps de lire et d'évaluer ce travail.

Je souhaite aussi remercier l'équipe pédagogique et administrative de l'ENP pour leurs efforts dans le but de nous offrir une excellente formation.

Pour finir, je souhaite remercier toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

ملخص

تلُكز هذه الدراسة على تطوير وتصيف مركب حيوي قائم على راتنج الايبكسي المعزز بجسيمات التمور ذات حجمين مختلفين: 300 ميكرومتر و 500 ميكرومتر. يتم استخدام كل حجم بنسب ثلاثة مختلفة: 5% و 10% و 15%. تشمل تقنيات التوصيف المستخدمة اختبارات الشد والانهاء بثلاث نقاط والمجهرية البصرية والصلادة الميكروية وامتصاص الماء وتفريق الاشعة السينية (DRX) وتصوير الحرارة بالاشعة تحت الحم (IRTI) واختبارالكشف غير المدمر بالموجات فوق الصوتية (NDT).

تساهم هذه التوصيفات في فهم الخواص الميكانيكية وتشتت جسيمات التمور في مصفوفة الايبكسي ومقاومة الانغراس وسلوك الترطيب وتحديد المراحل البلورية و الهيكل الداخلي للمركب الحيوي.

نُسهم النتائج المتحققة في فهم افضل للخواص الميكانيكية والحرارية والهيكلية للبيكوبوزيت القائم على راتنج الايبكسي المعزز بجسيمات التمور. تفتح هذه الابحاث افاقا واعدة لتطوير وتطبيق مواد مركبة مستدامة وصديقة للبيئة في مختلف الصناعات.

كلمات مفتاحية :

راتنج الايبكسي، اختبارات الشد، الانهاء بثلاث نقاط، تفريق الاشعة السينية، التصوير الحراري بالاشعة تحت الحمراء، الهيكل الداخلي، مواد مركبة، المتانة، اصدقية للبيئة، الصناعات.

Abstract

This study focuses on the development and characterisation of an epoxy resin-based biocomposite reinforced with date particles of two different sizes : 300 micrometres and 500 micrometres. Each size is used at three different percentages : 5%, 10% and 15%. The characterisation techniques used include tensile testing, three-point bending, optical microscopy, microhardness, water absorption, X-ray diffraction (XRD), infrared thermal imaging (IRTI) and ultrasonic non-destructive testing (NDT).

These characterisations make it possible to assess the mechanical properties, dispersion of date particles in the epoxy matrix, indentation resistance, hydrophilic behaviour, identification of crystalline phases and internal structure of the biocomposite.

The results obtained contribute to a better understanding of the mechanical, thermal and structural properties of the biocomposite based on epoxy resin reinforced with date particles. This research opens up promising prospects for the development and application of sustainable and environmentally-friendly composite materials in various industries.

Keywords : epoxy resin, tensile testing, three-point bending, X-ray diffraction, infrared thermal imaging, hydrophilic behaviour, environmentally-friendly composite.

Résumé

Cette étude porte sur l'élaboration et la caractérisation d'un biocomposite à base de résine époxy renforcée par des particules de dattes de deux tailles différentes : 300 micromètres et 500 micromètres. Chaque taille est utilisée à trois pourcentages différents : 5%, 10% et 15%. Les techniques de caractérisation utilisées comprennent des tests de traction, de flexion à trois points, de microscopie optique, de microdureté, d'absorption d'eau, de diffraction des rayons X (DRX), d'imagerie thermique infrarouge (IFTR) et de contrôle non destructif par ultrasons (CND).

Ces caractérisations permettent d'évaluer les propriétés mécaniques, la dispersion des particules de dattes dans la matrice époxy, la résistance à l'indentation, le comportement hydrophile, l'identification des phases cristallines et la structure interne du biocomposite.

Les résultats obtenus contribuent à une meilleure compréhension des propriétés mécaniques, thermiques et structurales du biocomposite à base de résine époxy renforcée par des particules de dattes. Cette recherche ouvre des perspectives prometteuses pour le développement et l'application de matériaux composites durables et respectueux de l'environnement dans diverses industries.

Mots clés : biocomposite, résine époxy, tests de traction, flexion à trois points, diffraction des rayons X, imagerie thermique infrarouge, structure interne, matériaux composites, durabilité, respect de l'environnement, industries.

Table des matières

Table des figures	
Liste des tableaux	
Liste des sigles et acronymes	
Introduction générale	14
1 Généralités sur les matériaux composites	16
1.1 Historique et définition	17
1.2 Matrice	19
1.2.1 Matrices Thermodurcissable :	19
1.2.2 Les résines époxy	20
1.2.3 Matrices Thermoplastiques :	23
1.2.4 Matrice Métallique :	23
1.2.5 Matrice Céramique :	23
1.3 Renforts	24
1.4 Les principales fibres :	24
1.5 Présentation commerciale des renforts fibreux :	25
1.5.1 Fibres Discontinus :	25
1.5.2 Fibres Continus :	25
1.6 Architecture des composites :	27
1.6.1 Les stratifiés :	27
1.6.2 Les matériaux sandwichs :	28
1.7 Les biocomposites (composites a fibres naturelles) :	29
1.7.1 Caractéristiques des biocomposites :	29
1.7.2 Applications des biocomposites :	29
1.7.3 Durabilité et impact environnemental :	30
1.8 Les techniques d'élaboration des biocomposites :	30
1.8.1 Moulage sans pression :	30
1.8.2 Moulage sous vide :	31
1.8.3 Moulage par pultrusion :	31
1.8.4 Moulage en continu :	32
1.8.5 Moulage par compression	33
1.9 Introduction :	34
1.10 Les fibres naturelles :	34
1.10.1 Définition :	34
1.10.2 Classification des fibres naturelles :	34

Table des matières

1.11	Les fibres végétales :.....	35
1.11.1	Définition :.....	35
1.11.2	Classification des fibres végétales :.....	35
1.12	Structure de fibre végétale :.....	35
1.13	Composition chimique d'une fibre végétale :.....	36
1.13.1	Cellulose :.....	37
1.13.2	Hemicellulose :.....	38
1.13.3	Pectines :.....	38
1.13.4	La lignine :.....	38
1.13.5	Les extractibles :.....	39
1.14	Caractéristiques des fibres végétales :.....	40
1.15	Les palmiers dattiers :.....	40
1.15.1	Morphologie des palmiers dattiers :.....	41
1.16	Les noyaux des dattes	43
1.16.1	Présentation du noyau :.....	43
1.16.2	Composition chimique des noyaux des dattes :.....	43
1.16.3	Utilisation des fibres végétales :.....	44
1.16.4	Avantages et inconvénients des fibre végétales :.....	44
2	Méthodes d'élaboration et caractérisations.....	45
2.1	Méthodes d'élaboration :.....	46
2.1.1	Matériaux utilisés :.....	46
2.1.2	Préparation des échantillons :.....	47
2.2	Techniques de caractérisation :.....	50
2.2.1	Les propriétés mécaniques :.....	50
2.2.2	Les propriétés physiques :.....	54
2.2.3	Analyse par Diffraction des rayons X :.....	55
2.2.4	Analyse par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) :.....	56
2.2.5	Test de morphologie :.....	58
2.2.6	Contrôle non destructif des propriétés élastiques :.....	58
3	Résultats et discussion	61
3.1	Microscopie optique :.....	62
3.2	Test de traction :.....	63
3.3	Test de flexion :.....	64
3.4	La densité :.....	67
3.5	Microdureté	67
3.6	Absorption de l'eau :.....	68
3.7	Caractérisation par la diffraction des rayons X (DRX).....	69
3.8	Spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (IRTF) :.....	71
3.9	Contrôle non destructif :.....	74
3.9.1	Les vitesses (VL) et (VT) :.....	74
3.9.2	Module d'élasticité :.....	75
	Conclusion et perspectives	78
	Bibliographie.....	81

Table des figures

1.1	Classification schématique des différents types de composites [5]	18
1.2	Principaux familles des matrices	19
1.3	Eventail des applications de résines époxy	22
1.4	Les structures géométriques des renforts de composites à fibres continues, à fibres courtes et à particules [14].....	24
1.5	Les armures les plus utilisés [16]	26
1.6	Constitution d'un stratifié [17]	27
1.7	Exemple de la désignation d'un stratifié[18]	28
1.8	Exemple d'un stratifié symétrique[18].....	28
1.9	Exemples des matériaux sandwichs[18]	29
1.10	Quelques applications des biocomposites dans l'industrie[18]	30
1.11	moulage sous vide [15].....	31
1.12	moulage par pultrusion [15]	32
1.13	moulage en continu de plaques [15].....	32
1.14	moulage en continu de panneaux ondulés [15].....	33
1.15	moulage par injection[15].....	33
1.16	Moulage par compression à chaud [15].....	34
1.17	Classement des fibres végétales[30].....	36
1.19	Structure de cellulose [33]	37
1.20	Structure Hemicellulose [33]	38
1.21	Structure de pectine [33].....	39
1.22	Motifs de lignine [34].....	39
1.23	Schéma d'un palmier- dattier [36]	41
1.24	Schéma de palmes [36]	42
1.25	Datte et noyau du palmier dattier[36].....	42
1.26	Noyau de dattes [35]	43
2.1	les tamis utilisés	47
2.2	Types de renfort utilisés : (a) ND (b) FND 300 μ m (c) poudre FND 500 μ m	47
2.3	les échantillons placés dans le moule	48
2.5	Machine universelle d'essai mécanique	50
2.9	Montage expérimentale de mesure de densité par la poussée d'archimède [43]	54
2.11	Le D2 Diffractomètre Phaser-Bruker	56
2.12	Schéma de principe d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier [46]	57
2.13	Spectroscopie ATR-FTIR utilisé.....	58
2.14	Oscilloscope ultrasonic	59
2.15	Schéma de l'expérimentation montage utilisé pour les mesures ultrasonores	60

Table des figures

3.1	Microscopie optique des composites	62
3.2	Courbes contrainte-déformation des échantillons 300 μ m et 500 μ m	63
3.3	diagrammes en bâtons des paramètres de l'essai de traction.....	64
3.4	Courbe de flexion de la résine.....	65
3.7	Courbes de flexion des échantillons 300 μ m et 500 μ m.....	65
3.8	Diagrammes en bâtons représentant les valeurs du module d'élasticité.....	66
3.11	le taux d'absorption des composites (%)	68
3.12	diagramme en bâtons qui représente le taux d'absorption pour les composites	68
3.13	Diagramme de diffraction des rayons X de la poudre de noyaux de datte .	69
3.14	Diagramme de diffraction des rayons X des composites COM305 COM505	70
3.16	Spectre FTIR du époxy 100% et FND.....	71
3.17	Spectres IRTF des composites EPOXY/FND 300 μ m avec 5%, 10% et 15% de charge et de l'époxy vierge.....	73
3.18	Spectres IRTF des composites EPOXY/FND 500 μ m avec 5, 10 et 15% de charge et de l'époxy vierge.	73
3.19	Exemple d'un courbe Ultrasonic pour mesure la vitesse (VL) d'un compo- site COM300.	74
3.20	Exemple d'un courbe Ultrasonic pour mesure la vitesse (VT) d'un compo- site COM500.	74
3.21	Variation de la vitesse de l'onde longitudinale (V_L) et (V_T) des composites de noyaux de dattes et résine époxy.....	75
3.22	Variation de la module élastique (E) de la résine pur et les composites.	76
3.23	Variation des modules élastiques (L, G et E) de résine pure et composites.	77

Liste des tableaux

1.1	Composition chimique de quelques fibres végétales [32]	37
1.2	Caractéristiques mécaniques de quelques fibres végétales [34]	40
1.3	Composition chimique des noyaux des dattes [37]	43
2.1	Caractéristiques de la résine MEDAPOXY 812	46
2.2	Les différentes pourcentages choisies pour la préparation de nos échantillons	49
3.1	Caractéristiques mécaniques des composites 300 μ m et 500 μ m	63
3.2	Tableau des caractéristiques mécaniques	66
3.3	Les différentes fréquences d'absorption caractéristiques pour l'epoxy pure [50]	71
3.4	Fonctions chimiques des bandes d'absorption d'un spectre IRTF d'une fibre ligno-cellulosique [14] [51].....	72
3.5	Vitesse des ondes ultrasonores d'échantillons élaborés.	75

Liste des sigles et acronymes

PRF	<i>Polymères Renforcés par des Fibres</i>
ND	<i>Noyaux de dattes</i>
EP	<i>Resine Epoxyde</i>
FND	<i>Farine des Noyaux de dattes</i>
COM305	<i>Composite renforcé par des particules de taille 300 μm avec une concentration de 5%</i>
COM310	<i>Composite renforcé par des particules de taille 500 μm avec une concentration de 10%</i>
COM315	<i>Composite renforcé par des particules de taille 500 μm avec une concentration de 15%</i>
COM505	<i>Composite renforcé par des particules de taille 500 μm avec une concentration de 5%</i>
COM510	<i>Composite renforcé par des particules de taille 500 μm avec une concentration de 10%</i>
COM515	<i>Composite renforcé par des particules de taille 500 μm avec une concentration de 15%</i>

Introduction générale

Contexte

Les polymères jouent un rôle essentiel dans notre environnement et notre vie quotidienne. Leur utilisation est omniprésente dans de nombreux domaines, des objets les plus courants aux applications techniques sophistiquées. Ils sont largement utilisés dans l'industrie alimentaire, l'hygiène, l'emballage, les produits pétroliers, les produits pharmaceutiques, les revêtements, etc. Ces polymères, qu'ils soient synthétiques ou naturels, offrent une vaste gamme de caractéristiques, tels que la dureté, la souplesse, l'élasticité, la transparence, l'opacité, l'isolation électrique et parfois la conductivité. Ils peuvent être plus ou moins résistants aux conditions agressives et sont généralement légers. Chaque type de polymère est spécifiquement conçu pour répondre à des besoins particuliers et possède des propriétés spécifiques [1].

Les matériaux composites à base de fibres naturelles jouent un rôle significatif dans l'histoire de la technologie. L'exploitation des ressources végétales offre une alternative intéressante aux problèmes environnementaux liés à l'épuisement des ressources fossiles. Cette nouvelle catégorie de matériaux se distingue par des caractéristiques telles qu'une rigidité élevée, un coût réduit, une faible densité, une origine renouvelable et biodégradable. De plus, leur production nécessite peu d'énergie [2].

Les résines époxydes sont fréquemment utilisées dans les composites à haute performance en raison de leur faible retrait par rapport aux polyesters. Elles se distinguent par leur adhérence, leur résistance mécanique et leur résistance chimique élevées [3].

Dans cette étude, nous nous concentrons sur l'élaboration et la caractérisation d'un biocomposite à base d'époxy renforcé par des particules de dattes de deux tailles différentes : 300 micromètres et 500 micromètres. Chaque taille de particules est étudiée à trois pourcentages différents : 5%, 10% et 15%.

Objectifs

L'objectif de cette recherche est d'évaluer l'effet de la taille des particules de dattes et de leur concentration sur les propriétés mécaniques, thermiques et morphologiques du

biocomposite. Nous utilisons plusieurs techniques de caractérisation, notamment des tests de traction et de flexion à trois points, la microscopie optique, la microdureté, l'absorption d'eau, la diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IFTR) et les ultrasons.

Organisation du mémoire

Le mémoire comprend une introduction générale, trois chapitres, une conclusion générale et des listes de références bibliographiques.

En introduction générale, on expose l'utilité et l'intérêt de travail entrepris.

Le premier chapitre "**Généralités sur les matériaux composites**" ce chapitre est composé de deux parties :

- La première partie aborde les Généralités sur les matériaux composites (historique, définition, les techniques d'élaboration. ..).
- La deuxième partie parle des fibres végétales.

Le deuxième chapitre "**Méthodes d'élaboration et caractérisations**" présente le procédé expérimentale de préparation des fibres naturelle (particules de dattes) et Préparation des éprouvettes ainsi que les méthodes analytiques qui ont permis de caractériser les propriétés des composites obtenus.

Le troisième chapitre "**Résultats et discussions**" est consacré à la discussion et l'interprétation des résultats obtenus.

Le mémoire se termine par une conclusion générale et une liste de références bibliographiques suivis d'annexe.

Chapitre 1

Généralités sur les matériaux composites

1.1 Historique et définition

L'utilisation des composites n'est pas seulement une tendance récente, elle a des racines qui remontent aux débuts de la civilisation. Le bois, par exemple, est constitué de longues fibres de cellulose reliées par la lignine et représente une forme précoce de composites naturels utilisés par l'homme pendant des siècles avant que de nouveaux procédés de fabrication ne soient mis au point. Les matériaux composites fusionnent deux ou plusieurs composants divers tout en conservant leurs caractéristiques individuelles et ne se dissolvent pas l'un dans l'autre au fil du temps. Il en résulte des propriétés uniques que l'on ne retrouve que dans ce type de combinaison. Au fil des ans, les êtres humains ont trouvé de nombreuses utilisations aux matériaux composites dans un large éventail de domaines. Les anciens Égyptiens et Mésopotamiens ont été parmi les pionniers des composites, ayant utilisé un mélange de boue et de paille vers 1500 avant notre ère. Ce mélange a permis de construire des édifices solides et durables, capables de résister à la compression, à la déchirure ou à la flexion grâce à la force apportée par l'ajout de paille. Par la suite, d'autres matériaux tels que la poterie ou les bateaux ont été renforcés de la même manière en incorporant de la paille[4].

Au 13^{ème} siècle, les Mongols ont créé le premier arc composite en utilisant une combinaison innovante de "colle animale", d'os et de bois. Ces arcs étaient renforcés et enveloppés d'écorce de bouleau. Ils se sont révélés à la fois puissants et précis, jouant un rôle essentiel dans l'établissement de la domination militaire de Gengis Khan. Les arcs mongols composites, caractérisés par leur légèreté et leur robustesse, ont été le fruit des nécessités de la guerre et ont marqué d'importantes avancées dans le domaine des composites. Un autre exemple marquant de l'évolution des composites s'est produit pendant la Seconde Guerre mondiale, où de nombreux matériaux composites ont été développés en laboratoire et utilisés ensuite dans la production réelle [4].

Le développement et la demande croissante de matériaux composites ont conduit à l'émergence de l'industrie des polymères renforcés par des fibres (PRF). En 1945, plus de 7 millions de livres de fibres de verre étaient déjà utilisées dans divers produits, principalement à des fins militaires. Après la guerre, l'utilisation des matériaux composites a continué à augmenter de manière significative, connaissant une croissance rapide dans les années 1950.

Les pionniers des composites se sont lancés avec ambition dans la diversification des marchés, notamment l'aérospatiale, la construction et le transport. Les avantages des composites PRF, en particulier leur résistance à la corrosion, sont rapidement devenus apparents et ont suscité l'intérêt du grand public. Les bateaux ont été l'un des premiers produits à en bénéficier, avec l'introduction de la première coque de bateau commercial composite en 1946. En 1947, une carrosserie d'automobile entière a été fabriquée à partir de composites et testée[4], ce qui a ultérieurement conduit au développement de la Chevrolet Corvette de 1953. L'avènement de l'ère automobile a également donné naissance à de nouvelles techniques de moulage, telles que le moulage par compression (BMC, Bulk Moulding Compound) et le moulage en feuille (SMC, Sheet Moulding Compound). Les deux techniques sont devenues la méthode de moulage dominante pour l'industrie

Chapitre 1. Généralités sur les matériaux composites

automobile et d'autres industries. Au début des années 1950, des méthodes de fabrication telles que l'enroulement de filament à grande échelle, la pultrusion et le moulage de sacs sous vide ont été développées. Dans les années 1960, le marché maritime est devenu le plus gros consommateur de matériaux composites [4]. En 1961, la première fibre de carbone a été brevetée et plusieurs années plus tard est devenue disponible dans le commerce. Dans les années 1970, l'industrie des composites a commencé à mûrir. De nombreuses résines meilleures et des fibres de renforcement améliorées ont été développées pendant cette période pour des applications de composites. Dans les années 1970, le marché de l'automobile a dépassé la marine en tant que marché numéro un - une position qu'il conserve aujourd'hui. À la fin des années 70 et au début des années 80, les composites ont été utilisés pour la première fois dans des applications d'infrastructure en Asie et en Europe. Le premier pont piétonnier entièrement composite a été installé à Aberfeldy, en Écosse, dans les années 1990. Au cours de cette période, le premier tablier de pont en béton armé PRF a été construit à McKinleyville, en Virginie occidentale, et le premier tablier de pont pour véhicules tout-composites a été construit à Russell, Kansas. Les composites continuent de trouver des applications aujourd'hui [4]. Les nanomatériaux sont incorporés dans des fibres et des résines améliorées utilisées dans les nouveaux composites. La nanotechnologie a commencé à être utilisée dans les produits commerciaux au début des années 2000. Les nanotubes de carbone peuvent être utilisés comme renforcement de composite dans les polymères pour améliorer les propriétés mécaniques, thermiques et électriques du produit pure [4].

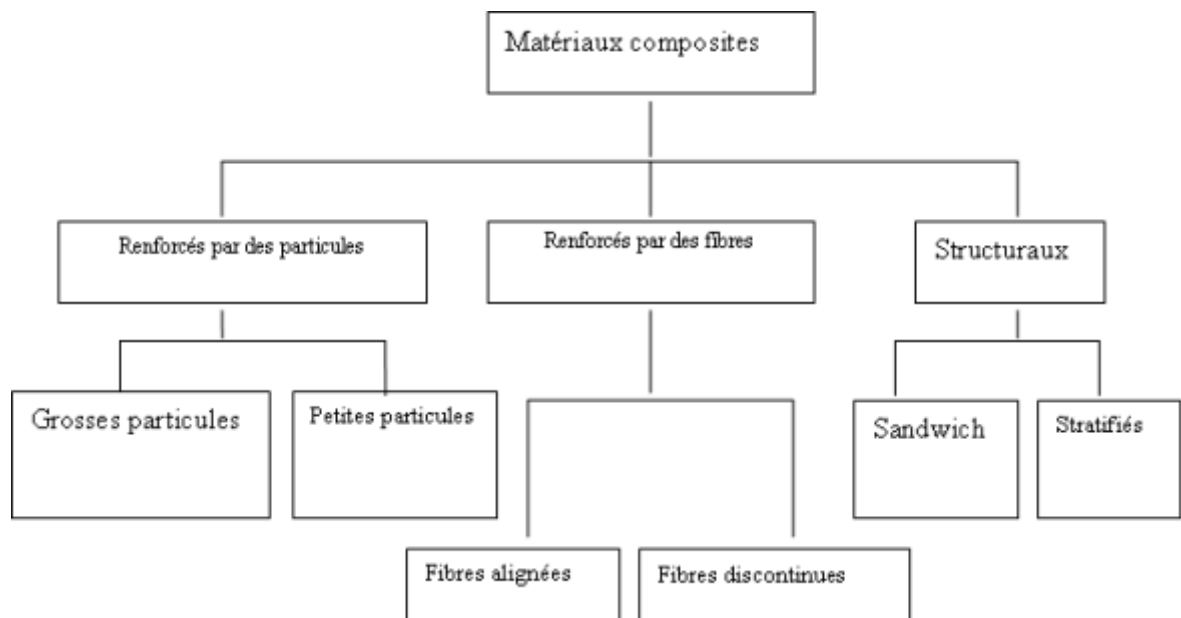


FIG. 1.1 : Classification schématique des différents types de composites [5]

De nos jours, l'industrie des composites est toujours en évolution, une grande partie de la croissance étant désormais concentrée sur les énergies renouvelables. Les pales d'éoliennes, en particulier, repoussent constamment les limites de la taille et nécessitent des matériaux composites avancés. Par exemple, les ingénieurs peuvent concevoir pour

adapter le composite en fonction des exigences de performance, ce qui rend la feuille composite très solide dans une direction en alignant les fibres, mais plus faible dans une autre direction où la force n'est pas si importante. Les ingénieurs peuvent également sélectionner des propriétés telles que la résistance à la chaleur, aux produits chimiques et aux intempéries en choisissant un matériau de matrice approprié. Ces dernières années, une conscience environnementale croissante et une prise de conscience de la nécessité d'un développement durable ont suscité l'intérêt d'utiliser des fibres naturelles comme renforts dans les composites pour remplacer les fibres synthétiques. Ce chapitre cherche à donner un aperçu de la science et de la technologie en relation avec le matériau composite, le processus de fabrication et l'utilisation.

1.2 Matrice

La matrice est l'un des composants essentiels des matériaux composites, dont le rôle principal est de maintenir les renforts en place et de leur assurer la cohésion et la protection, ainsi que de transmettre les efforts mécaniques aux renforts. Les matrices sont généralement homogènes et isotropes et peuvent être classées en différentes catégories telles que les matrices céramiques, métalliques, minérales et organiques. Les résines thermodurcissables sont les plus couramment utilisées dans la fabrication des composites, qui sont associées à des fibres longues. Cependant, les polymères thermoplastiques renforcés de fibres courtes gagnent en popularité. Les résines les plus courantes sont les polyesters, les résines époxy et les résines phénoliques. Les composites thermoplastiques sont fabriqués à partir de matériaux tels que le polypropylène et les polyamides [6].

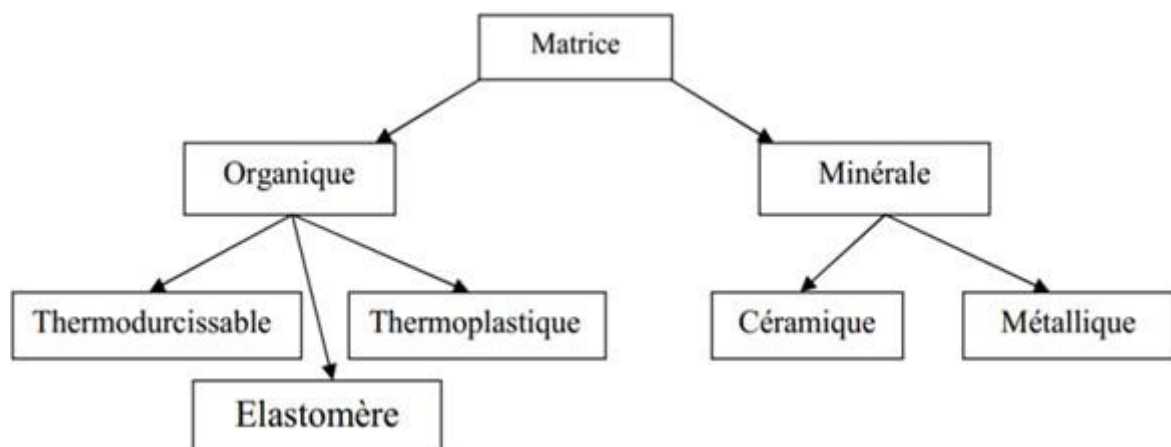


FIG. 1.2 : Principales familles des matrices

1.2.1 Matrices Thermodurcissable :

Les matrices thermodurcissables, qui se déclinent en différentes familles en fonction de leur composition chimique, sont fréquemment employées pour fabriquer des pièces en

matériaux composites. Les principales familles comprennent les matrices polyesters, les matrices époxydes, les matrices vinylesters, les matrices phénoliques, les matrices polyuréthanes et les matrices silicones. Chacune de ces familles présente des caractéristiques spécifiques qui les rendent adaptées à différents usages. Par exemple, les matrices époxydes sont appréciées pour leur tenue mécanique et chimique, tandis que les matrices phénoliques sont réputées pour leur résistance au feu [6].

1.2.2 Les résines époxy

Il est parfaitement naturel d'utiliser des matières renouvelables, surtout dans un secteur qui s'est largement développé grâce à l'utilisation croissante de produits de synthèse sophistiqués. Cependant, l'industrie des composites se prépare à l'ère post-pétrole et envisage de fabriquer des matériaux dont tous les composants, y compris les fibres, la matrice polymère et les additifs, seront d'origine renouvelable. Cet objectif ambitieux est désormais considéré comme réalisable, en grande partie en raison de la hausse des prix de l'énergie et du réchauffement climatique, qui encouragent la recherche tant dans les laboratoires que chez les industriels.

Les spécialistes du secteur mènent des études sur les futurs "biocomposites", mais ils se concentrent également sur une première étape : l'introduction de fibres naturelles dans des polymères de synthèse. Cette étape présente de multiples difficultés techniques qui ne sont pas encore toutes résolues. Les spécialistes des composites doivent donc trouver de nouvelles solutions techniques pour intégrer les fibres végétales à une matrice en polymère de synthèse [7].

Parmi les plastiques couramment utilisés, les résines époxy occupent une place particulière en raison de leur polyvalence. Elles sont utilisées par de nombreuses industries, que ce soit en tant que matériau de structure (matrice de matériaux composites) ou de surface (revêtement, adhésif, etc.). Même l'industrie pétrolière utilise largement ces résines en raison de leurs propriétés particulières [8].

• Historique

Les résines époxy ont été découvertes presque simultanément par le Suisse Castan et l'Américain Greenlee. Les termes "époxy résines" sont utilisés par les auteurs anglo-saxons pour mettre en évidence leur caractéristique commune, à savoir la présence d'un groupe époxy (un oxygène lié à deux atomes de carbone consécutifs). La notation abrégée universellement adoptée pour ces résines est EP.

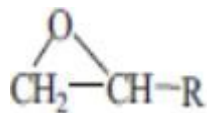
En 1936, Pierre Castan, qui recherchait un matériau adapté aux prothèses dentaires, a fait une découverte capitale : en ajoutant des anhydrides d'acides à des composés époxydes, il a déclenché une réaction de polyaddition conduisant à la formation de plastiques de haute qualité. Les premiers brevets ont été déposés par la Société de Trey Frères, où travaillait Castan. Par la suite, les droits des brevets ont été cédés à Ciba SA à Bâle, qui a entrepris un programme de recherche et de développement approfondi avant de lancer la première application industrielle des résines époxy en 1946. Quarante ans plus tard, la marque déposée Araldite est devenue mondialement célèbre.

Aux États-Unis, vers 1939, le Dr Greenlee, de la Société Devco Reynolds, a synthétisé des résines époxydes de manière similaire à P. Castan, mais en obtenant des

masses moléculaires plus élevées. Son invention, concrétisée par le dépôt de plusieurs brevets, était destinée à la préparation de résines époxydes pour des revêtements de surface [9].

- **Définition :**

Les résines époxy ont été découvertes en 1909 par Prileschajew. Elles sont définies comme des prépolymères de faible poids moléculaire qui contiennent plus d'un groupe époxyde, ayant la forme suivante : Les résines époxy sont des résines thermo-



durcissables qui sont durcies à l'aide d'une large gamme d'agents de durcissement par des réactions de durcissement. Leurs propriétés sont déterminées par la combinaison spécifique de la résine époxy et des agents de durcissement utilisés. Grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques, leur adhérence élevée à de nombreux substrats, ainsi que leur résistance à la chaleur et aux produits chimiques, elles offrent de nombreuses applications [10].

- **Propriétés physiques des résines époxy :**

Chaque résine époxy réticulée possède des propriétés physiques spécifiques, parmi lesquelles les plus couramment utilisées sont la température de transition vitreuse et le module d'élasticité, également connu sous le nom de module d'Young. Ces caractéristiques jouent un rôle crucial dans la détermination du comportement mécanique et des performances des résines époxy réticulées.

- **La température de transition vitreuse :**

La transition vitreuse est un changement d'état d'un polymère ou d'un matériau qui se produit en réponse à une variation de température, entraînant des modifications significatives de ses propriétés mécaniques et physiques. Elle est caractérisée par une température de transition vitreuse, notée T_g.

Lorsque la température d'un polymère est inférieure à sa T_g, le polymère se trouve dans un état vitreux et présente le comportement d'un solide. Au-dessus de sa T_g, le polymère entre dans un état caoutchouteux.

La transition vitreuse est réversible et peut être observée dans les polymères thermoplastiques. Elle est également déterminée pour les résines époxy, bien que leur densité de réticulation ne soit pas très élevée. La valeur de la T_g d'une résine époxy dépend de sa formulation et du type de durcisseur utilisé. Elle peut varier de températures négatives à des températures proches de 150°C [11].

- **Propriétés mécaniques [12] :**

Chapitre 1. Généralités sur les matériaux composites

Masse volumique	1100 à 1500 kg/m ³
Module d'élasticité en traction	3 à 5 GPa
Contrainte à la rupture en traction	60 à 80 MPa
Contrainte à la rupture en flexion	100 à 150 MPa
Allongement à la rupture	2 à 5%
Résistance au cisaillement	30 à 50 MPa
Température de fléchissement sous charge	290°C

Les résines époxy sont exceptionnelles parmi les plastiques courants grâce à leur polyvalence dans l'industrie. Elles sont utilisées comme revêtement ou matériau structural, offrant des propriétés uniques telles que la résistance à la corrosion et l'adhérence. De nombreuses applications bénéficient de ces caractéristiques spécifiques des résines époxy. Les résines époxy sont polyvalentes dans les applications industrielles, utilisées comme matériau de surface ou de structure. Leurs propriétés uniques, telles que la résistance à la corrosion et l'adhérence, sont exploitées dans de nombreuses applications. Les résines époxy sont des polymères thermodurcissables qui durcissent de manière irréversible par la chaleur ou par réaction avec un réactif. Les diverses applications industrielles des résines époxy sont résumées dans la figure 1.3.

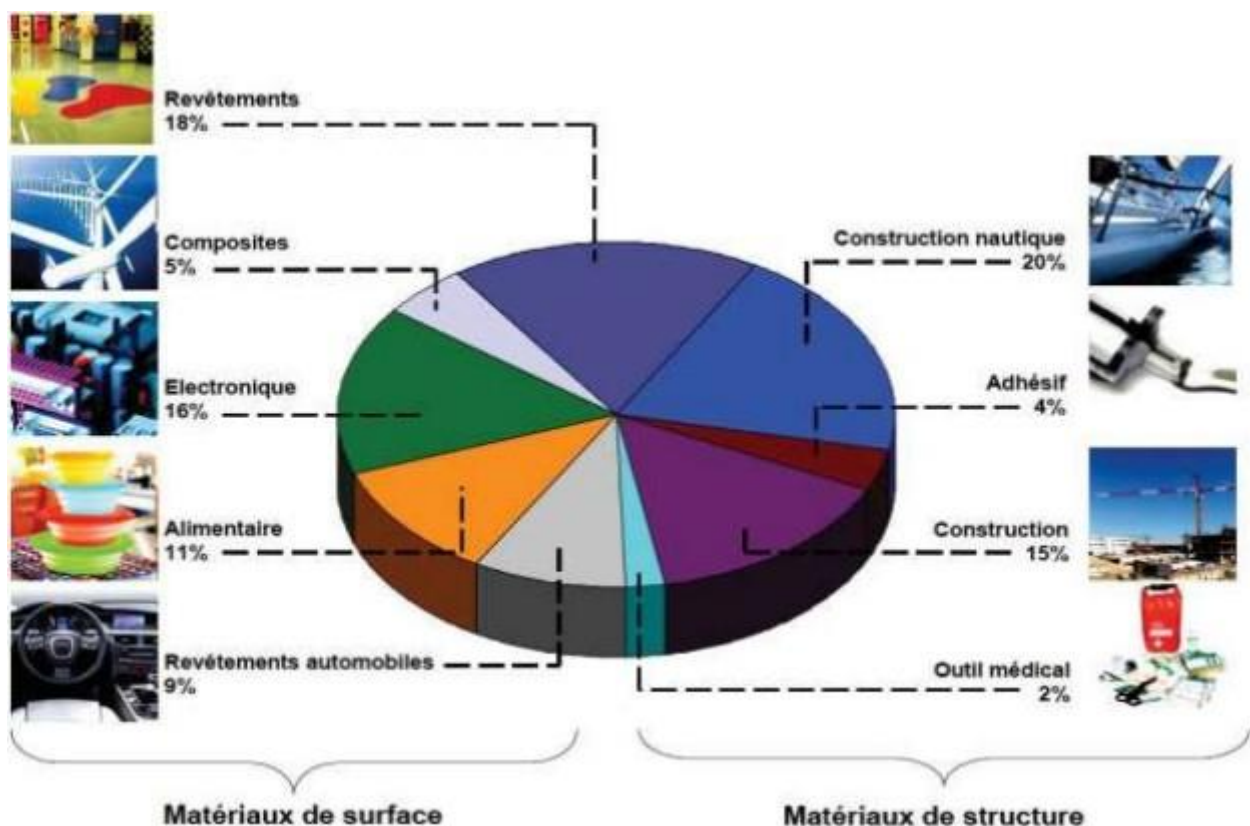


FIG. 1.3 : Eventail des applications de résines époxy

1.2.3 Matrices Thermoplastiques :

L'utilisation de matrices thermoplastiques dans la fabrication de matériaux composites est de plus en plus répandue, car ces matrices sont économiques, écologiques et offrent une bonne résistance à l'impact, tout en permettant des cadences de production élevées grâce à des cycles de transformation relativement courts. De plus, elles sont plus facilement recyclables que les matrices thermodurcissables. Cependant, leurs propriétés mécaniques sont généralement plus faibles, à l'exception de certains polymères techniques plus coûteux tels que le polyoxyméthylène et les polyaryléthercétone. Les principales matrices utilisées pour la fabrication de pièces en composites thermoplastiques sont les polyamides, les polyesters saturés, les polyoléfines, les polycarbonates et les polyacétals. Chacune de ces matrices possède des propriétés spécifiques qui les rendent adaptées à différents usages, par exemple les polyesters saturés sont appréciés pour leur rigidité élevée, leurs bonnes propriétés diélectriques et leur dureté, tandis que les polyacétals présentent une bonne dureté et de bonnes propriétés électriques [6].

1.2.4 Matrice Métallique :

Les composites à matrice métallique ont été développés pour améliorer les caractéristiques des métaux et pour surmonter les limites des composites à matrice organique, telles que la température d'utilisation limitée et le vieillissement. En renforçant les métaux et leurs alliages avec des fibres, leur rigidité, leur résistance mécanique et leur tenue à la fatigue sont améliorées à température ambiante (pour les métaux mous comme le plomb) et à température élevée (comme l'aluminium et le titane). Les composites à matrice métallique étudiés ou utilisés en faible quantité comprennent ceux à base d'aluminium, de magnésium ou de titane, renforcés par des fibres longues de carbone, de carbure de silicium, d'alumine ou de bore, ou par des fibres coupées ou des whiskers de carbure de silicium. Ces matériaux ont des caractéristiques mécaniques élevées et les conservent à des températures élevées (jusqu'à 400 °C pour l'aluminium). Ils sont également résistants à l'environnement, insensibles aux rayons ultraviolets, présentent une bonne stabilité dimensionnelle ainsi qu'une bonne conductivité électrique et thermique [6].

1.2.5 Matrice Céramique :

Les matériaux composites à matrice céramique sont principalement utilisés dans les secteurs de l'industrie spatiale et de l'aéronautique militaire. Les CMC contenant des céramiques sont prisées pour leur résistance à la température, leur légèreté et leur stabilité chimique, malgré leur fragilité. Les intégrer dans des structures composites permet de les rendre moins cassantes, et les matrices céramiques sont souvent fabriquées en multicouches pour réduire les risques de rupture du matériau [6].

1.3 Renforts

Le renfort se compose généralement d'un matériau plus dur que la résine, est principalement chargé d'assurer une grande résistance du matériau, en particulier à la traction, et se présente sous forme de fibres de diamètres compris entre 5 et 20 μm . Les fibres peuvent prendre différentes formes, notamment des fibres longues unidirectionnelles (en carbone ou en verre), des fibres longues tissées (en tissus 3D ou 2D), ou encore des fibres courtes réparties aléatoirement sans directions privilégiées (en mat). Les fibres peuvent être organiques (en polyamide, polyester, polypropylène...) ou inorganiques (en verre, en carbone...), voire naturelles (en cellulose). En général, ces fibres présentent d'excellentes caractéristiques mécaniques, et leur forme dépend du type de renfort utilisé. On distingue deux types de composites : [13]

- **Les Composites à fibres** : Constitués des fibres continues ou discontinues (fibres coupées ou courtes). L'orientation de ces fibres peut être modulée pour ajuster les propriétés mécaniques du matériau, ce qui permet d'obtenir des matériaux isotropes ou anisotropes.
- **Les composites à particules** : Lorsque le renfort est sous forme de particules, celles-ci ne possèdent pas de dimension privilégiée. Les particules sont souvent utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, telles que la rigidité, la résistance à la température, l'abrasion et la diminution du retrait. Dans certains cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau sans en diminuer les caractéristiques. Le choix de l'association matrice-particules dépend des propriétés souhaitées.



FIG. 1.4 : Les structures géométriques des renforts de composites à fibres continues, à fibres courtes et à particules [14]

1.4 Les principales fibres :

Les fibres sont des solides à une dimension dont la structure est hautement orientée et sont définies par leur section moyenne dans la direction transversale. Elles ont un diamètre moyen très petit, généralement entre 5 et 30 μm , et une longueur totale allant de 2 cm à plusieurs kilomètres. Il existe différents types de fibres utilisées comme renforts, tels que :

- **Les fibres de carbone :**

Les fibres de carbone sont un type de fibre utilisé comme renfort dans les matériaux composites. Elles sont fabriquées à partir de filaments de carbone très fins, d'un diamètre de quelques micromètres, qui sont tissés ensemble pour former une structure en forme de tissu. Les fibres de carbone sont très résistantes et rigides, ce qui les rend idéales pour les applications nécessitant une grande résistance et une faible masse, telles que l'aéronautique, les sports automobiles, les équipements de sport haut de gamme et les instruments de musique [13].

On distingue deux types de fibres :

- **Les fibres à haute résistance :** Les fibres de carbone à haute résistance ont été conçues pour offrir une résistance élevée à la traction. Elles sont utilisées comme renforts dans les matériaux composites pour améliorer leur résistance et leur rigidité. Les fibres de carbone à haute résistance sont fabriquées à partir de précurseurs de haute pureté et sont soumises à des traitements thermiques spécifiques pour améliorer leurs propriétés mécaniques. Elles sont utilisées dans des applications où une résistance élevée est essentielle, telles que l'industrie aérospatiale, l'industrie automobile, la construction navale et la fabrication d'équipements de sport haute performance.
- **Les fibres à haut module :** Les fibres de carbone à haut module ont une résistance à la traction légèrement inférieure à celle des fibres de carbone à haute résistance, mais leur module d'élasticité est beaucoup plus élevé, ce qui signifie qu'elles ont une rigidité plus élevée. Les fibres de carbone à haut module sont utilisées dans des applications nécessitant une grande rigidité et une faible déformation, telles que les équipements sportifs haut de gamme, les instruments de précision, les pièces de moteurs d'avions et les structures aérospatiales.

1.5 Présentation commerciale des renforts fibreux :

1.5.1 Fibres Discontinues :

L'ajout de fibres courtes ou de particules (sous forme de microbilles, de fibres broyées, d'écaillés ou de poudres) permet d'améliorer les propriétés mécaniques du matériau composite par rapport à la matrice seule, transformant ainsi le polymère en un polymère renforcé. La matrice reste néanmoins l'élément de base du composite.

1.5.2 Fibres Continues :

Les fibres courtes ou particules ont un rôle essentiel dans le comportement mécanique du composite, tandis que la matrice a pour fonction principale d'empêcher les déplacements relatifs des fibres continues. Ce type de composite est couramment utilisé dans les applications structurelles soumises à de fortes sollicitations. Les renforts continus se trouvent sous plusieurs formes commerciales :

1. **Nappes unidirectionnelles** : Les composites unidirectionnels sont constitués de fibres parallèles orientées dans une seule direction. La cohésion transversale de ces composites est assurée de différentes manières : Dans le cas des préimprégnés, elle est assurée par la résine. Dans le cas des nappes sèches, elle peut être assurée soit par un ruban adhésif déposé selon un pas déterminé, soit par un léger tissage, formant ainsi un tissu unidirectionnel dans lequel la masse de fibres dans la direction de la chaîne représente plus de 70% de la masse totale
2. **Tissus** : Les fibres (monofilaments) sont en général rassemblées en mèche (ou fil), éventuellement réunies par torsion, Le renfort tissé est constitué par l'entrecroisement de fils de chaîne (suivant la direction d'enroulement sur son support) et des fils de trame (déposés perpendiculairement)[15].
Un tissu est équilibré si le poids de chaîne est égal au poids de trame.
Les armures les plus courantes utilisées sont les suivantes :

- **Taffetas** : dans lequel les fibres de chaîne et trame s'entrecroisent alternativement, en obtient un tissu peut déformable ayant une planéité excellente.
- **Le satin** : le fil de chaîne flotte au-dessus de plusieurs fils de trame, cette forme est la plus déformable : elle est utilisée pour réaliser des formes complexes, Les satins utilisés pour les composites sont les satins de 5 et 8.
- **Le sergé** : est intermédiaire de taffetas et de satin. Un fil de chaîne passe sous plusieurs fils de trame successif puis en dessus d'un fil de trame, en suivant un schéma régulier, Ce type d'armure produit un motif diagonal, ces tissus sont à la fois denses et souples .

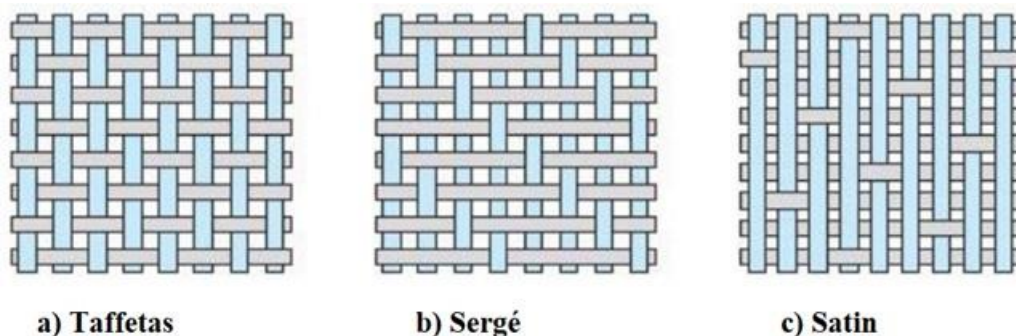


FIG. 1.5 : Les armures les plus utilisés [16]

3. **Feutres ou mats** : Le terme "feutre" ou "mat" désigne un tapis de fibres, coupées ou non, qui sont aléatoirement orientées dans un plan. Ces produits peuvent être utilisés tels quels ou sous forme pré-imprégnée. Dans le cas des produits non-imprégnés, les fibres doivent être liées entre elles soit chimiquement, par l'application d'une faible quantité de colles, soit mécaniquement, par un processus d'aiguilletage, afin de préserver leur structure en feuilles lors de leur mise en œuvre.

1.6 Architecture des composites :

L'ensemble des procédés de mise en œuvre montre la prépondérance d'une conception des pièces en matériaux composites :

- **Par surface** : plaques, coques
- **Par stratification de couches successives Stratifiés** :

1.6.1 Les stratifiés :

1. **Stratifiés à base de fils ou de tissus unidirectionnels** : Les stratifiés composés de fils ou de tissus unidirectionnels sont considérés comme le type de stratifié de base, à partir duquel tout autre type de stratifié peut être dérivé en théorie. Ces stratifiés sont formés de couches de fils ou de tissus unidirectionnels, dont la direction est décalée dans chaque couche. Les stratifiés peuvent

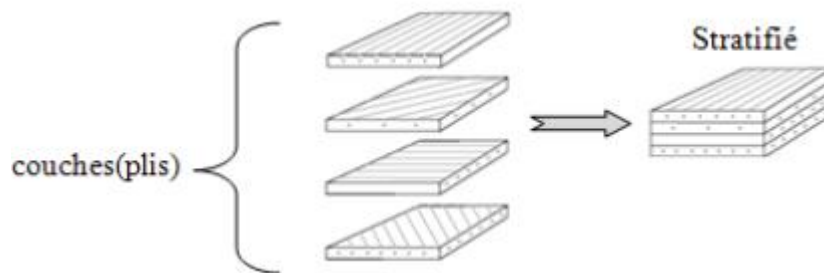


FIG. 1.6 : Constitution d'un stratifié [17]

être désignés selon un code standard, qui consiste en :

Un nombre indiquant l'angle que fait la direction des fibres avec l'axe de référence, pour chaque couche.

Un slash (/) sépare les couches avec des angles différents, tandis qu'un indice numérique est utilisé pour les couches successives de même orientation. Les couches sont nommées en partant de chaque face du stratifié. Des crochets ou parenthèses indiquent le début et la fin du code. La désignation dépend du système d'axe utilisé.

Pour les couches orientées à des angles égaux mais de signes opposés, les signes (+) ou (-) sont utilisés, la convention pour les angles positifs ou négatifs dépendant du système d'axe choisi.

La direction "0°" correspond à la direction de l'effort prédominant, à une direction privilégiée de la pièce, ou à l'axe des abscisses du repère sélectionné[17].

2. Stratifiés symétriques :

Un stratifié est considéré comme symétrique si son plan médian est un plan de symétrie. Dans ce cas, la désignation peut être simplifiée en n'incluant que la

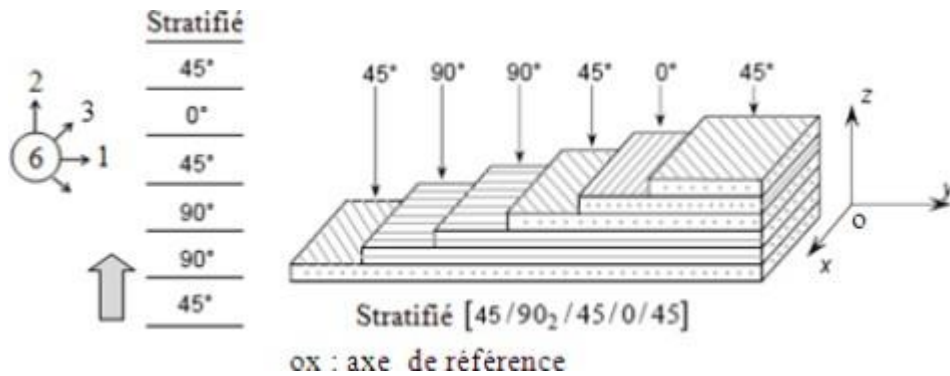


FIG. 1.7 : Exemple de la désignation d'un stratifié[18]

moitié des couches. Si le stratifié a un nombre pair de couches, la désignation commence sur une face et se termine au plan de symétrie, avec l'ajout d'un indice pour indiquer que le stratifié est symétrique. En revanche, si le stratifié a un nombre impair de couches, la désignation est similaire, mais la couche centrale est mise en évidence.

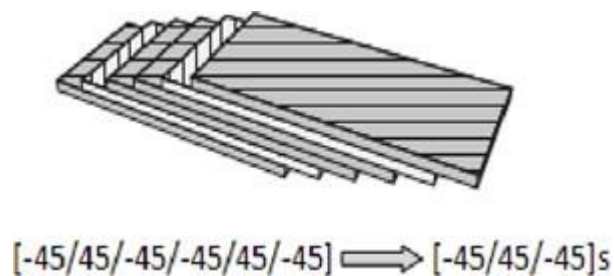


FIG. 1.8 : Exemple d'un stratifié symétrique[18]

3. Stratifiés hybrides :

Les stratifiés hybrides sont composés de couches successives contenant des fibres de natures différentes, ce qui doit être mentionné dans leur désignation. Ces stratifiés permettent d'exploiter au mieux les propriétés des fibres disponibles pour améliorer les performances.

Il existe différents types d'hybrides, tels que les hybrides intercouches, composés d'une série de couches de natures différentes, et les hybrides interacouches, constitués de couches identiques contenant des renforts différents [18].

1.6.2 Les matériaux sandwichs :

Les structures "sandwich" ont une place importante dans la fabrication de pièces composites dans une grande variété de domaines d'application.

Historiquement, ce sont les premières structures composites à la fois légères et performantes.

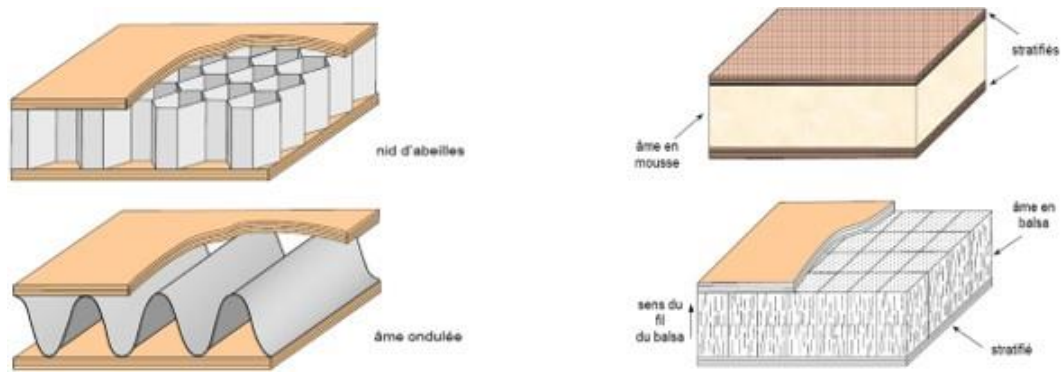


FIG. 1.9 : Exemples des matériaux sandwichs[18]

Bien qu'elles soient généralement fabriquées sur mesure pour répondre à des besoins spécifiques, certains matériaux "sandwich" sont disponibles dans le commerce sous forme de produits semi-finis. Les "sandwichs" sont composés de deux parties distinctes : les peaux ou revêtements qui sont des parties rigides et minces qui enveloppent le cœur ou l'âme qui est plus épaisse mais moins résistante[18].

1.7 Les biocomposites (composites à fibres naturelles) :

Les biocomposites, également connus sous le nom de composites à fibres naturelles, émergent comme une alternative prometteuse aux composites traditionnels dans de nombreuses applications industrielles. Ces matériaux sont fabriqués en combinant des fibres naturelles, telles que le lin, le chanvre, la jute ou le bambou, avec une matrice polymère. Les biocomposites offrent des avantages significatifs en termes de durabilité, de légèreté, de faible impact environnemental et de recyclabilité. Cette section explorera plus en détail les caractéristiques et les applications des biocomposites, en se basant sur une sélection de références pertinentes.

1.7.1 Caractéristiques des biocomposites :

Les biocomposites présentent des caractéristiques uniques qui les distinguent des composites traditionnels. Les fibres naturelles offrent une résistance mécanique adéquate et une bonne absorption des vibrations, tandis que la matrice polymère offre une résistance chimique et une facilité de mise en œuvre. Les propriétés mécaniques des biocomposites dépendent de plusieurs facteurs, tels que le type de fibre, la nature de la matrice polymère et les procédés de fabrication. Plusieurs études ont démontré les propriétés mécaniques et thermiques favorables des biocomposites, les rendant adaptés à diverses applications industrielles.[19][20]

1.7.2 Applications des biocomposites :

Les biocomposites trouvent des applications dans divers secteurs industriels, notamment dans l'automobile, l'aérospatiale, la construction et l'emballage. Dans l'industrie

automobile, les biocomposites sont utilisés pour fabriquer des pièces intérieures telles que les tableaux de bord et les panneaux de porte, réduisant ainsi le poids du véhicule et améliorant son efficacité énergétique [21][22]. Dans le secteur de la construction, les biocomposites sont utilisés pour les éléments structuraux, les panneaux isolants et les revêtements, offrant des performances thermiques et acoustiques supérieures[23][24]. Les biocomposites sont également utilisés dans l'emballage alimentaire, offrant une alternative écologique aux matériaux plastiques traditionnels [25][26].



FIG. 1.10 : Quelques applications des biocomposites dans l'industrie[18]

1.7.3 Durabilité et impact environnemental :

L'un des principaux avantages des biocomposites réside dans leur faible impact environnemental. Les fibres naturelles sont renouvelables et biodégradables, réduisant ainsi la dépendance aux ressources non renouvelables et la production de déchets. De plus, la fabrication des biocomposites nécessite généralement moins d'énergie que celle des composites traditionnels, ce qui contribue à réduire les émissions de gaz à effet de serre. Des études ont été réalisées pour évaluer l'impact environnemental des biocomposites tout au long de leur cycle de vie, démontrant leur potentiel pour une production plus durable[27][28]. Les biocomposites à fibres naturelles se positionnent comme une alternative durable aux composites traditionnels, offrant des avantages significatifs en termes de durabilité, de légèreté et de faible impact environnemental. Leur combinaison unique de fibres naturelles et de matrice polymère permet d'obtenir des propriétés mécaniques et thermiques favorables, adaptées à de nombreuses applications industrielles.

1.8 Les techniques d'élaboration des biocomposites :

1.8.1 Moulage sans pression :

Les techniques de moulage à froid sans utilisation de presse sont des méthodes simples et économiques à mettre en place. C'est grâce à cette facilité qu'elles ont contribué au

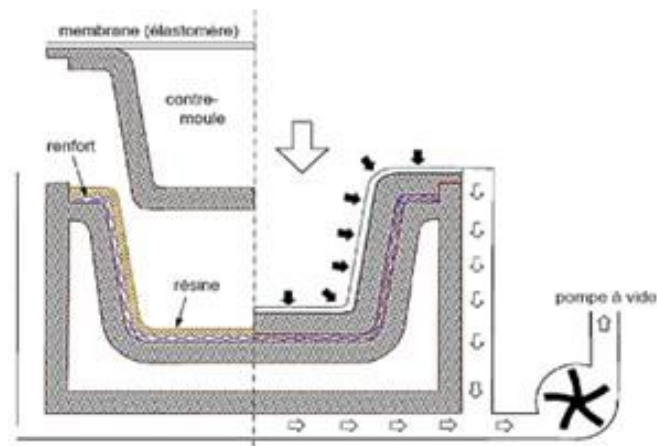


FIG. 1.11 : moulage sous vide [15]

succès des composites à base de fibres de verre dans les secteurs industriels et artisanaux. Ces techniques permettent la production de pièces en petites et moyennes quantités, sans aucune restriction sur leur forme ou leur taille. Toutefois, la proportion de fibres utilisée est limitée et les pièces finales n'ont qu'une seule surface lisse, reproduisant l'aspect du moule utilisé. Enfin, la qualité des pièces moulées dépend fortement de l'expertise du mouleur[15].

1.8.2 Moulage sous vide :

Le moulage sous vide est une technique qui utilise simultanément le vide et la pression atmosphérique. Après l'application d'un gel-coat, le renfort est placé sur un moule rigide et la résine est coulée. Ensuite, un contre-moule, recouvert d'une membrane étanche telle qu'une feuille de caoutchouc ou de nylon, est emboîté pour créer une dépression à travers le moule et le contre-moule poreux, qui permet de répartir uniformément la résine et d'éliminer les bulles d'air. Dans certains cas, la membrane peut être le seul élément du contre-moule. Le moulage sous vide est approprié pour la production de pièces en petites et moyennes séries. Il permet d'obtenir des propriétés mécaniques satisfaisantes grâce à une répartition uniforme de la résine et une réduction des inclusions d'air. Si un contre-moule rigide est utilisé, les deux faces de la pièce présentent une belle finition de surface. Cependant, la cadence de production est relativement lente[15].

1.8.3 Moulage par pultrusion :

Le procédé de pultrusion est utilisé pour fabriquer des profilés rectilignes ou courbes, à section constante, avec une forte résistance dans la direction principale. Les renforts tels que les fils, les stratifils, les rubans, etc. sont imprégnés dans un bain de résine catalysée, puis passent à travers une filière chauffée où ils sont mis en forme et polymérisés simultanément. Ce processus peut être utilisé avec des résines thermoplastiques ou thermodurcissables et permet d'obtenir des proportions élevées de renfort, allant jusqu'à 80% en volume, ce qui confère aux profilés des caractéristiques mécaniques élevées. La pultrusion convient pour les productions en grande série, avec une vitesse de défilement allant

jusqu'à 20 m/h, mais nécessite un investissement important en matériel. Des exemples de fabrication comprennent les cannes à pêche, les profilés divers et les raidisseurs[15].

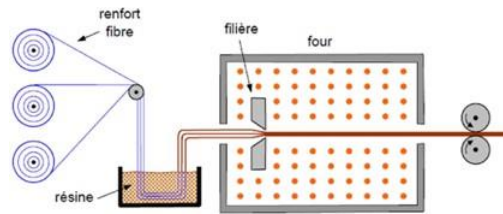


FIG. 1.12 : moulage par pultrusion [15]

1.8.4 Moulage en continu :

Le moulage en continu est une méthode utilisée pour la production de plaques plates, panneaux, sandwichs, panneaux ondulés pour les toitures, plaques nervurées, etc. Cette technique peut être schématiquement divisée en plusieurs étapes. Tout d'abord, les renforts tels que les fibres, les mats ou les tissus sont imprégnés de résine catalysée et sont déposés sur un film de démoulage tel que du cellophane ou du polyéthylène. Ensuite, la mise en forme se fait suivie de la phase de polymérisation qui se déroule dans une étuve en forme de tunnel dont la longueur dépend de la température et de la résine utilisée (15 à 50 mètres de longueur)[15].

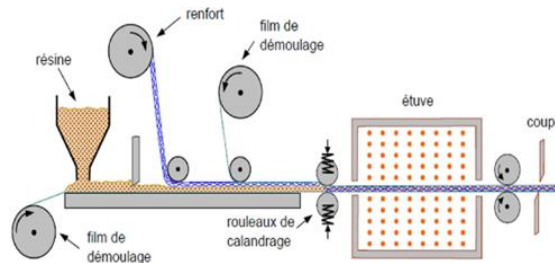


FIG. 1.13 : moulage en continu de plaques [15]

Finalement, la phase de refroidissement et de découpage est effectuée. Dans le cas de plaques planes, la mise en forme est simplement obtenue par pressage entre des rouleaux de calandrage. En revanche, pour les panneaux ondulés, la mise en forme est réalisée au cours de la polymérisation grâce à des rouleaux mobiles. Cette méthode peut être entièrement automatisée, permettant ainsi la production en continu de plaques et de panneaux. Toutefois, cette technique nécessite un investissement en équipement très important.

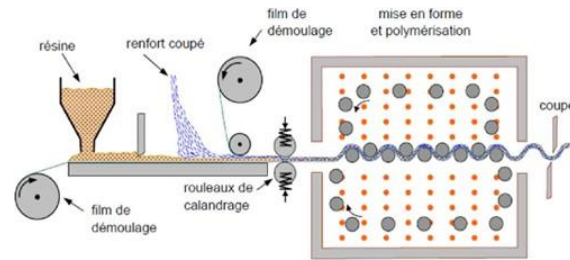


FIG. 1.14 : moulage en continu de panneaux ondulés [15]

1.8.5 Moulage par compression :

Moulage par injection de résine :

Le procédé d'injection consiste à utiliser une pression pour injecter de la résine et imprégner un renfort placé dans un moule rigide et fermé. L'alimentation en résine est automatisée, éliminant ainsi toute manipulation. Grâce à la possibilité d'obtenir des proportions de renfort élevées, les pièces produites ont des caractéristiques mécaniques élevées. Ce procédé est adapté à la fabrication de pièces à formes compliquées et profondes[15].

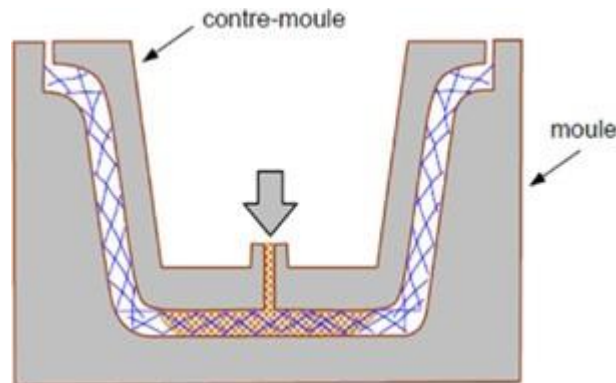


FIG. 1.15 : moulage par injection[15]

moulage par compression à chaud :

En utilisant des presses hydrauliques et des moules métalliques chauffants, cette méthode permet de produire des pièces en grandes quantités. Le renfort, composé de mat à fils coupés ou à fils continus, de tissus ou de préformes, est déposé sur le moule chauffant qui a été enduit d'un agent de démoulage. Ensuite, la résine catalysée est versée en vrac sur le renfort.

Le moule est ensuite fermé selon un cycle déterminé par la descente et la pression du contre-moule[15].

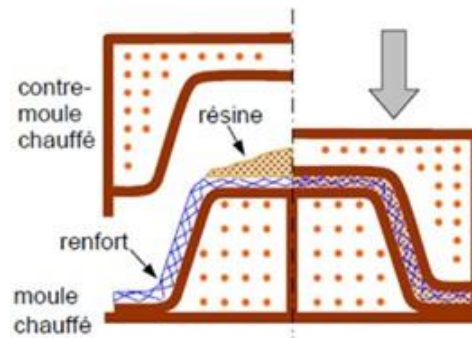


FIG. 1.16 : Moulage par compression à chaud [15]

1.9 Introduction :

Les fibres naturelles sont un élément de base des composites depuis des milliers d'années, notamment en Égypte antique où la paille et l'argile étaient mélangées pour construire des murs. Au cours de la dernière décennie, les composites renforcés par des fibres naturelles ont suscité un intérêt croissant tant dans le monde universitaire que dans diverses industries [29].

1.10 Les fibres naturelles :

1.10.1 Définition :

Les fibres naturelles sont des matières filamenteuses qui proviennent de plantes ou d'animaux et qui peuvent être transformées en fils et en cordes. Elles sont utilisées pour fabriquer des textiles tissés, tricotés ou tressés qui jouent un rôle essentiel dans la vie de la société [16].

1.10.2 Classification des fibres naturelles :

Les fibres naturelles sont principalement de type végétale, animale ou minérale.

1. **Végétale** : extraite de plantes, des fruits et d'arbres comme le coton, le lin, l'agave, le jute, le chanvre, etc.
2. **Animale** : extraites de poil d'animaux (chèvre, mouton ..etc)
3. **Minérale** : on trouve dans la nature des minéraux dont la texture fibreuse. il s'agit d'une matière toxique, comme l'amiante. [29]

1.11 Les fibres végétales :

1.11.1 Définition :

Les fibres végétales sont des structures biologiques composées principalement de cellulose, de hémicelluloses et de lignine. Elles contiennent également des quantités relativement faibles de composés non azotés extractibles, de matière protéique brute, de lipides et de matières minérales. Les proportions de ces constituants varient considérablement en fonction de l'espèce végétale, de son âge et des organes de la plante[30].

1.11.2 Classification des fibres végétales :

Les fibres végétales sont classées en quatre groupes suivant leur provenance à savoir : les fibres de feuille, de tiges, de bois et de surface.

1. **Les fibres des feuilles :** Ces fibres sont extraites des plantes monocotylédones, principalement à partir de leurs feuilles.
Les fibres sont obtenues en superposant des faisceaux de fibres le long des feuilles pour les renforcer. Ces fibres sont connues pour leur dureté et leur rigidité. Les types de fibres de feuilles les plus couramment cultivés sont la fibre de sisal et la fibre d'abaca.
2. **Les fibres de bois :** Les fibres de bois proviennent du broyage des arbres. Elles sont généralement courtes.
3. **Les fibres de surface :** Les fibres de surface se trouvent généralement autour de la tige, des fruits ou des grains des plantes. Parmi ces fibres, celles qui entourent les grains sont les plus répandues.
4. **Les fibres de tige :** Les fibres de tige sont extraites des tiges des plantes dicotylédones et leur principal rôle est de conférer une rigidité aux tiges végétales. Elles sont disponibles commercialement sous forme de faisceaux ou de fibres continues. Parmi les fibres de tige les plus couramment utilisées, on trouve le jute, le lin, le ramie, le kenaf et le chanvre[30].

1.12 Structure de fibre végétale :

La fibre végétale est intrinsèquement un matériau composite. Le renforcement est assuré par des couches de microfibrilles cellulosiques partiellement cristallines. Ces microfibrilles sont enveloppées d'une matrice polysaccharidique amorphe, composée d'hémicellulose et de pectine, qui est liée à la lignine par des liaisons hydrogène et covalentes. La fibre végétale est constituée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre, disposées en couches superposées dans le sens radial. Ces couches comprennent la lamelle moyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Un lumen de diamètre variable selon l'espèce est

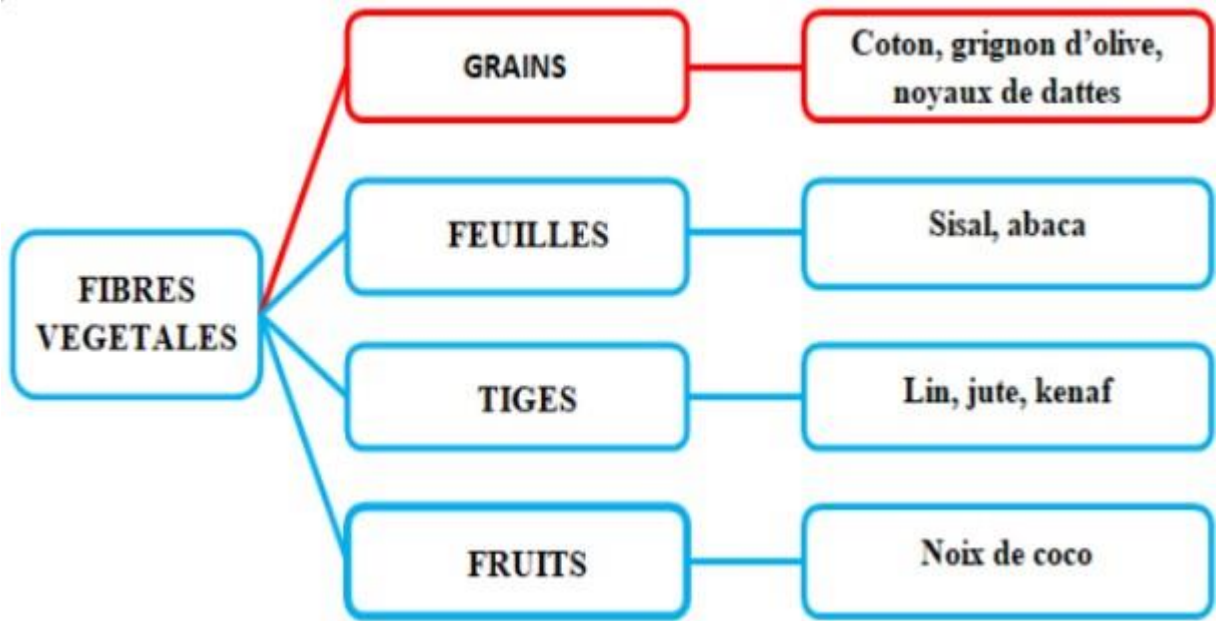
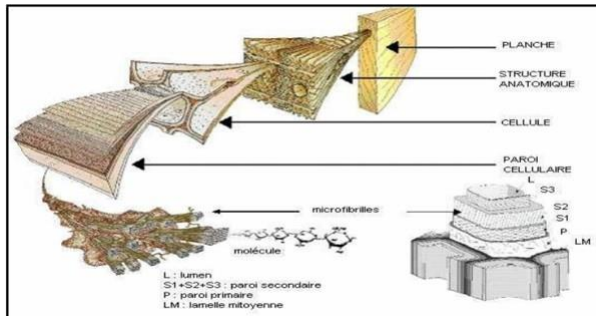
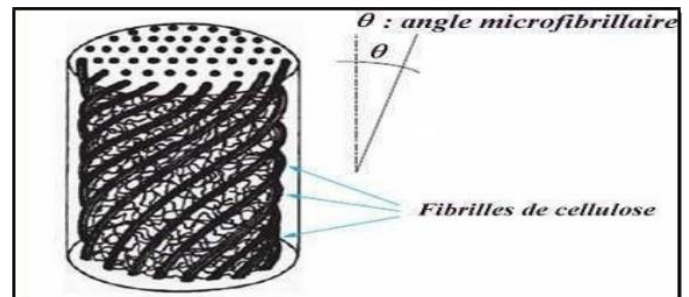


FIG. 1.17 : Classement des fibres végétales[30]

entouré par ces parois. La paroi secondaire est composée de trois couches de microfibrilles. Les microfibrilles présentent un angle, appelé angle microfibrillaire, par rapport à l'axe de la fibre. Cette valeur varie d'une espèce à l'autre. L'orientation des microfibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un rôle majeur dans les propriétés mécaniques des parois des fibres. En effet, à mesure que l'angle des microfibrilles augmente, le module de Young, qui mesure la rigidité, diminue, tandis que l'extensibilité des parois augmente[31].



(a) Structure des bois [31]



(b) Structure des fibres végétales [31]

1.13 Composition chimique d'une fibre végétale :

La biomasse végétale est formée de diverses macromolécules étroitement liées au sein de la paroi végétale. Les composants les plus abondants sont la cellulose, l'hémicellulose, les pectines et les lignines. Ces différents constituants sont organisés de manière extrêmement complexe.

Dans le cas du bois, la cellulose est principalement concentrée à l'intérieur de la fibre. Les parois externes de la fibre sont principalement composées de lignines et d'hémicellu-

loses, tandis que les lamelles de jonction entre les fibres sont principalement constituées de lignine. Un réseau supplémentaire de pectines, qui sont des polymères de polysaccharides acides, ajoute à la complexité de la matrice. De plus, un réseau secondaire de protéines HRGP (Hydroxyproline Rich Glyco Proteins) peut solidifier la structure polysaccharidique[31] .

TAB. 1.1 : Composition chimique de quelques fibres végétales [32]

Type de fibre	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicellulose (%)	Pectine (%)	Cendres (%)
Lin	71	2,2	18,6 - 22,6	2,3	-
Kenaf	31 - 57	15 - 19	21,5 - 23	-	2 - 5
Jute	45 - 71,5	12 - 26	13,6 - 21	0,2	0,5 - 2
Chanvre	57 - 77	3,7 - 13	14 - 22,4	0,9	0,8
Ramie	68,6 - 91	0,6 - 0,7	5 - 16,7	1,9	-
Abaca	56 - 63	7 - 9	15 - 17	-	3
Sisal	47 - 78	7 - 11	10 - 24	10	0,6 - 1

1.13.1 Cellulose :

La cellulose est la molécule biologique la plus abondante sur Terre. Sur le plan chimique, elle est constituée d'une chaîne très longue et stéréo-régulière de maillons de glucose ($C_6H_{12}O_6$).

La cellulose présente une structure fibrillaire partiellement cristalline. Les microfibrilles de cellulose se composent de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes totalement désordonnées.

Dans les zones cristallines, les chaînes de cellulose sont alignées de manière parallèle les unes aux autres, liées par des liaisons hydrogène à la fois intramoléculaires et intermoléculaires. Toutes les propriétés de la cellulose sont étroitement liées à la forte densité de ces liaisons hydrogène qui se forment entre les chaînes. Ces interactions moléculaires sont solides et assurent la cohésion de la cellulose tout en empêchant la pénétration des réactifs. Grâce à cette forte cohésion, la cellulose est insoluble dans la plupart des solvants. De plus, la cellulose est naturellement hydrophile, ayant une grande affinité pour l'eau [33].

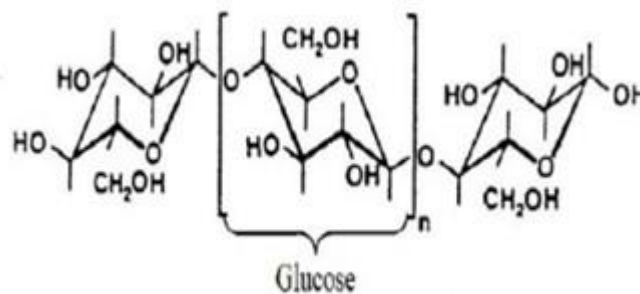


FIG. 1.19 : Structure de cellulose [33]

1.13.2 Hemicellulose :

Dans la plupart des fibres naturelles, la cellulose est mélangée à des hémicelluloses, qui sont également des polysaccharides constitués d'une combinaison de cycles de 5 et 6 carbonés. Les hémicelluloses sont des polysaccharides non cellulosiques présents dans la paroi des plantes. Elles jouent un rôle clé en tant que liant principal dans la structure de la paroi végétale, se liant par des liaisons hydrogène aux microfibrilles de cellulose et à la cellulose présente dans la paroi cellulaire. La variabilité des motifs monomères qui composent la chaîne principale (xylose, arabinose, glucose, mannose, galactose, etc.) permet de distinguer différents types d'hémicellulose.

Les hémicelluloses sont des polymères à chaînes courtes, amorphes et fortement hydrophiles. Elles sont souvent utilisées comme agents épaississants, stabilisants ou émulsifiants. L'hémicellulose est très hydrophile, soluble dans un milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides [29][33].

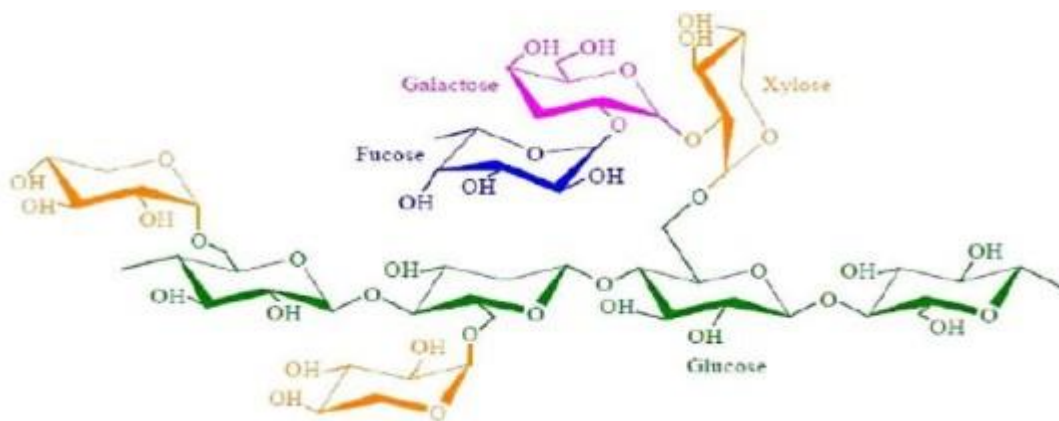


FIG. 1.20 : Structure Hemicellulose [33]

1.13.3 Pectines :

Les pectines sont un groupe de polysaccharides hétérogènes présents généralement dans les parois cellulaires primaires des fibres végétales, à l'exception du bois. La structure des pectines varie en fonction de l'espèce végétale, et les proportions des différents types de pectines varient en fonction de leur emplacement dans les parois cellulaires. Les pectines sont les composés les plus hydrophiles présents dans les fibres végétales en raison de la présence de groupes acide carboxylique [29][33].

1.13.4 La lignine :

La lignine est la deuxième substance organique renouvelable la plus abondante sur Terre après la cellulose. Elle joue un rôle essentiel dans la rigidité structurelle des parois cellulaires et assure la protection des plantes contre les organismes pathogènes.

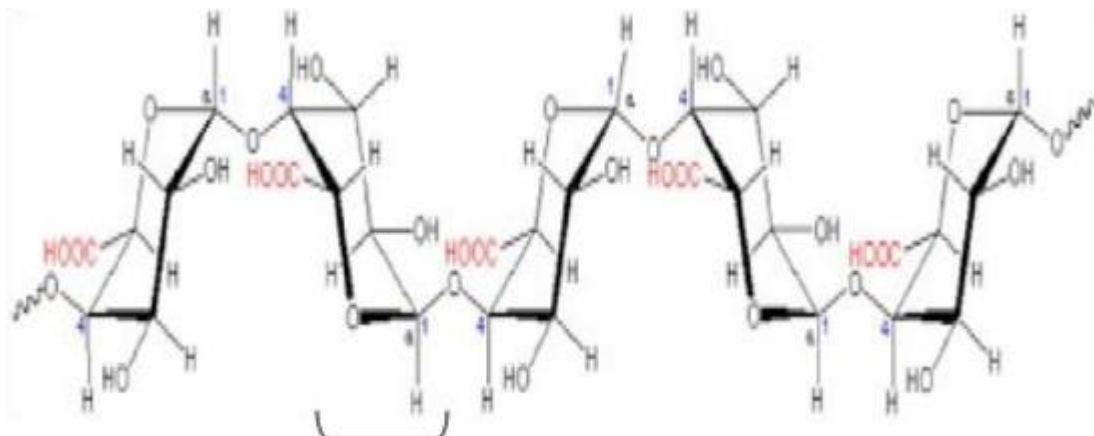


FIG. 1.21 : Structure de pectine [33]

La lignine, ou "les lignines", sont des polymères tridimensionnels formés par la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropénoïques. La structure de la lignine varie en fonction de l'espèce végétale et des trois alcools impliqués : alcool coumarylique, alcool coniférylique et alcool sinapylique. La lignine est entièrement amorphe et hydrophobe. Elle n'est pas hydrolysée par les acides, mais elle est soluble à chaud dans la soude, facilement oxydable et peut se condenser facilement avec le phénol[29][33].

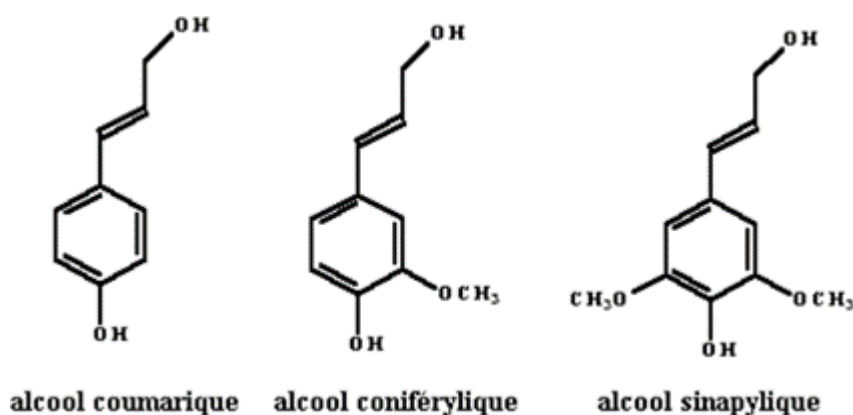


FIG. 1.22 : Motifs de lignine [34]

1.13.5 Les extractibles :

Les extractibles sont des molécules de faible poids moléculaire qui remplissent la lumière des cellules végétales. Ils représentent généralement de 2 à 5 % de la masse sèche. La plupart de ces composés extractibles sont solubles dans l'eau ou des solvants organiques, d'où leur appellation. La composition en extractibles varie en fonction de l'espèce végétale considérée et influence la couleur et l'odeur. Parmi ces composés, on trouve des tanins, des pectines, des sucres et d'autres substances[31].

1.14 Caractéristiques des fibres végétales :

Les fibres végétales se caractérisent par leur finesse et leur forme allongée par rapport à leur diamètre. La plupart de ces fibres ont une longueur comprise entre 10 et 150 mm et un diamètre de 10 à 50 micromètres, ce qui correspond à un rapport longueur sur diamètre de 10 à 100. Leur attrait en tant que matériaux potentiels est dû aux nombreux avantages qu'elles offrent. Il est important de noter que ces avantages varient d'une fibre à l'autre et dépendent de facteurs tels que la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage de cellulose, l'angle microfibrillaire, la section et le degré de polymérisation. Une fibre végétale est généralement caractérisée sur le plan physique par des paramètres tels que son diamètre, sa densité, sa teneur en eau et son taux d'absorption d'eau. Sur le plan mécanique, elle est caractérisée par sa résistance à la traction, son allongement ou élongation à la rupture, ainsi que son module d'élasticité [33][34].

TAB. 1.2 : Caractéristiques mécaniques de quelques fibres végétales [34]

Fibre	Densité (g/cm ³)	Module de traction (GPa)	Résistance en traction (MPa)	Allongement (%)
Lin	1,5	28	345-1100	2.7-3.2
Jute	1.45	13-27	350-550	1,2-2,5
Chanvre	1,48	29-70	550-900	1,6-3,5
Ramie	1,5	20-70	550-900	1,6-4
kénaf	1,47	6-8	1580	2,7
Abaca	1,35	20	900	3,5
Sisal	1,45	9-20	400-700	2-14
Coco	1,15	4-6	130-120	15-40
Coton	1,5	5-12	300-800	3-10

1.15 Les palmiers dattiers :

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) joue un rôle crucial sur les plans économique, social et écologique dans les régions arides et semi-arides. Il offre une source de vie essentielle grâce à la production de dattes et à l'utilisation variée de ses sous-produits. En Algérie, les ressources génétiques du palmier dattier sont peu exploitées, à l'exception de certaines variétés telles que Deglet Nour, Ghars, Degla Beida et Mech Degla, qui revêtent une importance économique considérable. En 2006, l'Algérie a produit près de 500 000 tonnes de dattes, dont plus de 10% étaient des dattes molles destinées principalement à la transformation industrielle en pâte de datte, vinaigre et jus de datte. Entre 40 et 60%

de la production était constituée de déchets et de dattes de faible valeur marchande, qui pourraient être valorisés de manière plus efficace [35].

1.15.1 Morphologie des palmiers dattiers :

Tronc :

Le palmier dattier présente un tronc généralement cylindrique au-dessus de sa base, qui ne se divise pas en branches. Cependant, la croissance de gourmands ou de rejets peut donner l'apparence de ramifications, bien que ce ne soit pas le cas réellement. La hauteur du tronc peut atteindre et dépasser les 20 mètres[36].

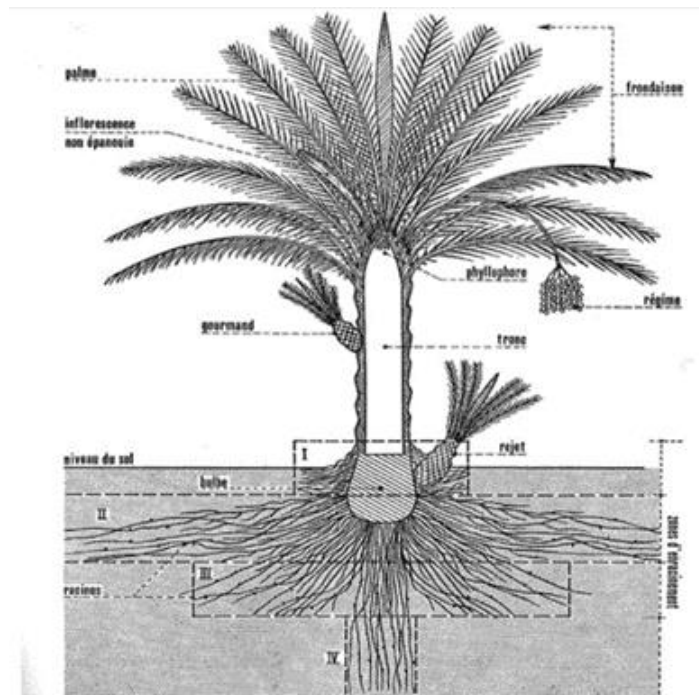


FIG. 1.23 : Schéma d'un palmier- dattier [36]

Palmes :

Les feuilles du palmier dattier sont de nature composée et pennée, ce qui signifie qu'elles sont formées de plusieurs folioles disposées de manière régulière le long du rachis. Ces folioles peuvent être isolées ou groupées, et elles présentent une forme pliée longitudinalement en gouttière. Les feuilles sont arrangées en spirale autour du tronc et elles restent actives pendant plusieurs années, généralement de quatre à sept ans. Après cette période, elles prennent une couleur jaunâtre, se dessèchent et finissent par mourir[36].

Racine :

Le système racinaire du palmier dattier présente une structure fasciculée, ce qui signifie que les racines ne se ramifient pas beaucoup et sont peu pourvues de radicelles.

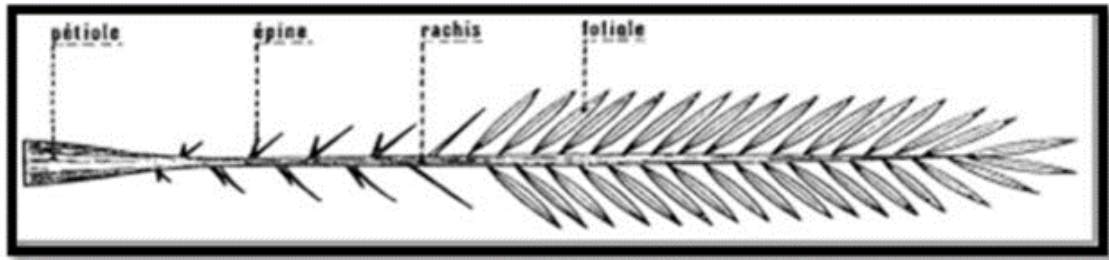


FIG. 1.24 : Schéma de palmes [36]

Le bulbe racinaire, également appelé plateau racinal, est de taille importante et émerge partiellement au-dessus du sol [36].

Fruit :

La datté, qui est le fruit du palmier dattier, a une forme allongée, oblongue ou arrondie. Elle est composée d'un noyau dur entouré de chair. La partie comestible, appelée chair ou pulpe, est constituée de plusieurs éléments :

- **La peau** qui est une fine enveloppe cellulosique, constitue le péricarpe.
- **Le mésocarpe** qui est généralement charnu, a une consistance variable en fonction de sa teneur en sucre et une couleur soutenue.
- **L'endocarpe** d'une teinte plus claire, a une texture fibreuse et entoure parfois le noyau sous la forme d'une membrane parcheminée [36].

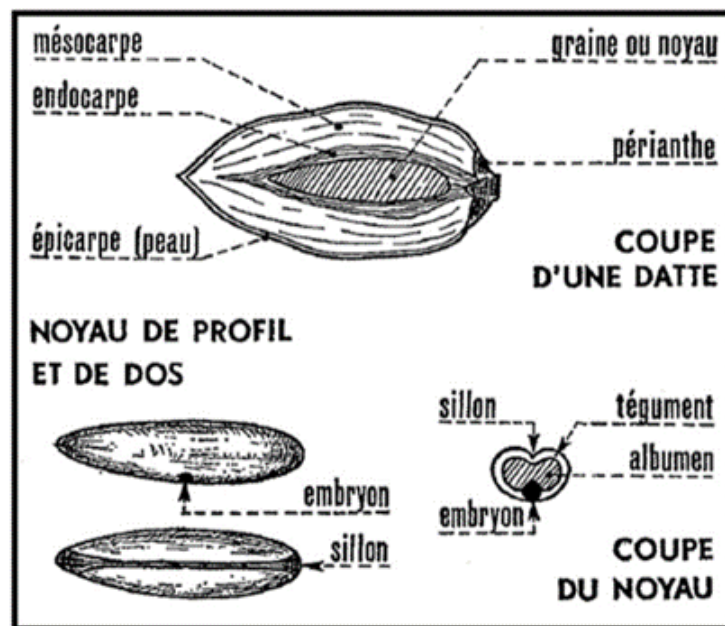


FIG. 1.25 : Datté et noyau du palmier dattier[36]

1.16 Les noyaux des dattes :

1.16.1 Présentation du noyau :

Le noyau de la dattes est entouré d'un endocarpe parcheminé. Il a une forme allongée, peut varier en taille, et peut être lisse ou présenter des protubérances latérales en forme d'arêtes ou d'ailettes. Il présente également un sillon ventral. À l'intérieur du noyau, on trouve un albumen (endosperme) dur et corné. L'embryon dorsal est toujours de petite taille par rapport à l'albumen [35].

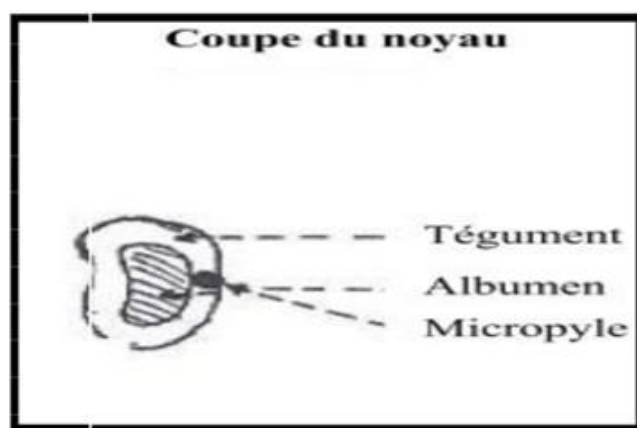


FIG. 1.26 : Noyau de dattes [35]

1.16.2 Composition chimique des noyaux des dattes :

Les noyaux de dattes sont composés principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. La cellulose et l'hémicellulose contiennent la majorité des groupes fonctionnels d'oxygène présents dans le matériau lignocellulosique. La lignine, quant à elle, est une substance complexe, polymérisée de manière systématique et fortement aromatique [35].

TAB. 1.3 : Composition chimique des noyaux des dattes [37]

Variété/ Paramètre	Deglet Nour	Degla Baida	Ghars	Hamraya
Taux d'Extraction (%)	76,00	75,00	65,00	60,00
Humidité (%)	8,08±0,09	6,37±0,04	12,42±0,37	6,79 ±0,02
Matière sèche (%)	91,92±0,09	93,63±0,04	87,58±0,37	93,21±0,02
Cendres (%MS)	1,08 ±0,00	1,01 ±0,05	0,80 ±0,00	0,85 ±0,01
Matière organique (%MS)	98,92 ±0,01	98,99 ±0,05	99,21±0,00	99,15 ±0,01
Protéines brutes (% MS)	8,59 ±0,68	6,61 ±0,17	6,51 ±0,11	6,72 ±0,29
Cellulose brute (% MS)	13,54 ±1,17	16,27 ±1,39	14,78 ±0,60	13,94 ±0,31
Sucres totaux hydrosolubles (% MS)	6,02 ±1,24	7,09 ±0,74	7,08 ±0,03	7,41 ±0,29
Matière grasse (% MS)	9,81 ±1,78	8,72 ±1,02	11,70 ± 1,76	10,39 ±2,21
Glucides totaux (%MS)	66,98 ±1,89	67,39 ±1,59	66,21 ± 2,11	68,10 ±0,47
pH	5,76 ±0,07	5,91 ±0,19	6,12 ±0 ,09	5,93 ±0,13
Acidité grasse (%)	0,03 ±0,01	0,02 ±0,01	0,04 ±0 ,00	0,02 ±0,00

1.16.3 Utilisation 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.
- Capitonnage des panneaux de portières routières et ferroviaires.
- Tableaux de bord (injection de granulés) [38].

1.16.4 Avantages et inconvénients des fibre végétales :

Avantages :

- 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.

Inconvénients :

- 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[38].

Chapitre 2

Méthodes d'élaboration et caractérisations

2.1 Méthodes d'élaboration :

2.1.1 Matériaux utilisés :

MEDAPOXY 812 :

Le MEDAPOXY INJECT 812 est un kit de résine époxy sans solvant spécialement conçu pour la réparation des fissures par injection. Il est composé de deux éléments pré-dosés : la résine et le durcisseur.

Propriétés :

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

Caractérisation :

TAB. 2.1 : Caractéristiques de la résine MEDAPOXY 812

Rapport pondéral $\frac{A}{B}$	$\frac{2}{1}$
Densité	1.1
Viscosité (CF6/20°C) (NFT30014)	17 sec(+2)
RC7 (20°C/65%HR) (NF P18-872)	70 MPa
Rt7 (20°C/65%HR) (NFP 18-894)	57 MPa

Farine de noyaux de dattes :

Les noyaux de dattes utilisées comme renfort dans cette étude sont issus des dattes de la variété de Deglet-Nour. La préparation des noyaux ont subi plusieurs prétraitements :

1. Séparation pulpe- noyau :

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

2. 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.

3. Broyage :

Après concassage des noyaux, le broyage a été réaliser au moyen d'un broyeur afin d'avoir une poudres très fine.

4. Tamisage :

Après séchage de la poudre, Le tamisage a été réalisé suivant l'ordre décroissant des tamis (600, 500, 300 μ m) en utilisant une tamiseuse à vibration pour la détermination de la granulométrie.



FIG. 2.1 : les tamis utilisés



FIG. 2.2 : Types de renfort utilisés : (a) ND (b) FND 300 μ m (c) poudre FND 500 μ m

2.1.2 Préparation des échantillons :

Mode Opératoire :

Nos échantillons sont préparés selon la méthode du "hand lay up" (mélange à la main) [39].

Le processus de préparation des échantillons se déroule comme suit :

1. **Préparation de la résine époxy** : Dans un premier temps, la résine époxy est mélangée avec le durcisseur dans des proportions spécifiques. Le mélange est effectué pendant environ 20 minutes pour assurer une dispersion homogène des composants. Les proportions courantes sont de 2/3 pour la résine époxy et de 1/3 pour le durcisseur.
2. **Incorporation du renfort** : Une fois la résine époxy et le durcisseur bien mélangés, un taux de renfort choisi est incorporé dans le mélange. Le renfort peut être sous forme de particules de dattes, telles que celles que nous utilisons dans notre étude. Le taux de renfort est généralement exprimé en pourcentage de poids, et il détermine la quantité de particules de dattes ajoutées par rapport à la quantité totale de résine époxy.

3. **Mélange homogène** : Le mélange de résine époxy, de durcisseur et de particules de dattes est soigneusement agité à la main pour garantir une distribution uniforme du renfort dans la matrice polymère. Un brassage méticuleux est essentiel pour éviter les grumeaux ou les agglomérats de particules de dattes et assurer une dispersion homogène dans tout le mélange.
4. **Coulée dans un moule** : Une fois le mélange préparé, il est versé dans un moule approprié. Le moule est choisi en fonction de la forme souhaitée pour les échantillons. Une fois le mélange versé dans le moule, il est nivelé et uniformément réparti pour obtenir des échantillons de qualité.
5. **Durcissement à l'air libre** : Les échantillons sont laissés à l'air libre pour durcir pendant une période de 24 heures. Durant cette période, la résine époxy réagit avec le durcisseur, formant une matrice solide qui maintient les particules de dattes en place et confère au matériau ses propriétés renforcées.

Une fois la période de durcissement à l'air libre terminée, les échantillons sont retirés du moule pour poursuivre leur processus de durcissement. Pour cela, ils sont placés dans un four préchauffé à la température 80°C, Les échantillons sont soigneusement disposés sur une grille à l'intérieur du four voir la figure (2.4a).



FIG. 2.3 : les échantillons placés dans le moule

Pendant le chauffage, les échantillons sont surveillés attentivement pour s'assurer qu'ils atteignent la température souhaitée sans dépasser les limites recommandées. Une fois que la température souhaitée est atteinte, le four est éteint et les échantillons sont laissés à l'intérieur pour refroidir à température ambiante.

Une fois refroidis, les échantillons durcis peuvent être soigneusement retirés du four. Il est important de manipuler les échantillons avec précaution pour éviter toute casse ou endommagement. Les échantillons sont alors prêts à être utilisés pour les tests et des analyses et des évaluations supplémentaires. Les différentes formulations choisies de nos échantillons sont données dans le tableau (2.2) .

Chapitre 2. Méthodes d'élaboration et caractérisations

TAB. 2.2 : Les différentes pourcentages choisies pour la préparation de nos échantillons

Formulations	Matrice (%)	Renfort (fibre) (%)
EP	100	0
EP/ FND 5 %	95	5
EP/ FND 10 %	90	10
EP/ FND 15 %	85	15



(a) Les échantillons placés dans le four



(b) Les échantillons préparés

2.2 Techniques de caractérisation :

2.2.1 Les propriétés mécaniques :

Les performances mécaniques des matériaux composites revêtent une importance primordiale, car elles fournissent des informations essentielles sur le comportement du matériau tout au long de son processus de transformation et de sa durée de vie dans le produit final.

Test de traction :

Le test a été réalisé dans le laboratoire du Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI) en utilisant une machine d'essai mécanique universelle (MTS Criterion Model 45) avec une capacité de force de 100 kN, comme illustré dans la figure(2.5) :



FIG. 2.5 : Machine universelle d'essai mécanique

Dans le processus d'essai de traction, une petite éprouvette du matériau à étudier est positionnée entre les mâchoires de la machine d'essai mentionnée précédemment. La machine applique une force progressive sur l'éprouvette jusqu'à ce qu'elle se rompe. Tout au long de cet essai, les mesures de l'allongement de l'éprouvette et de la force appliquée sont enregistrées, ces mesures sont ensuite utilisées pour calculer les paramètres clés de déformation et de contrainte du matériau. L'allongement enregistré est converti en déformation, qui représente la variation de longueur de l'éprouvette par rapport à sa longueur initiale. La force appliquée est convertie en contrainte, qui est le rapport de la force appliquée à la section transversale de l'éprouvette.

L'essai de traction fournit plusieurs valeurs importantes qui permettent de caractériser les propriétés mécaniques du matériau. Parmi ces valeurs, on trouve :

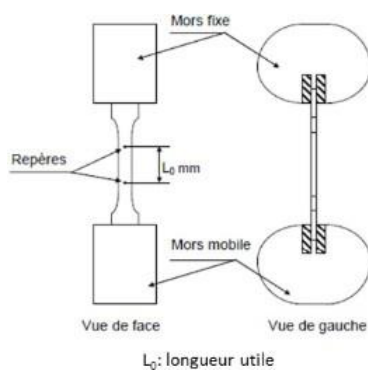
Chapitre 2. Méthodes d'élaboration et caractérisations

1. Le module de Young (E), également appelé module d'élasticité longitudinale, exprimé en (MPa) ou (GPa). Il représente la raideur du matériau et sa capacité à résister à la déformation élastique. On peut le calculer à partir des courbes de traction suivant la formule :

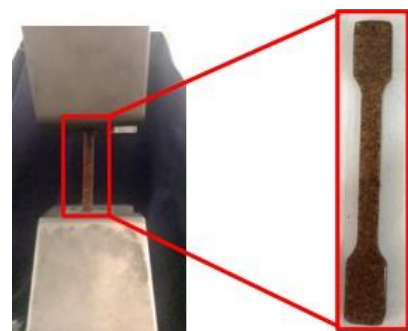
$$E = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\epsilon} \quad (2.1)$$

2. La limite d'élasticité R_e (σ_e), qui indique le niveau de contrainte au-delà duquel le matériau commence à se déformer de manière permanente.
3. La résistance à la traction R_m (σ_m), qui correspond à la contrainte maximale supportée par le matériau avant qu'il ne se rompe.
4. L'allongement à la rupture $A\%$, qui mesure la capacité d'un matériau à s'allonger sous l'effet de la force avant de se rompre. C'est une propriété importante dans certaines applications.
5. Le coefficient de Poisson ν , qui représente la relation entre la déformation transversale (diminution de section) et la déformation longitudinale (allongement relatif) du matériau dans la plage élastique.

Ces paramètres mécaniques permettent de caractériser la résistance, la ductilité et le comportement élastique du matériau lorsqu'il est soumis à des contraintes de traction. Ils sont essentiels pour évaluer la performance et la capacité du matériau à résister aux forces de traction dans diverses applications.[33]



(a) Schéma de l'essai de traction d'une éprouvette [40]



(b) Échantillon soumis au test de traction

Test de flexion à 3 points :

Le test a été effectué au niveau du laboratoire du centre de recherche en technologies Industrielles (CRTI) à l'aide de la même machine d'essai mentionnée précédemment (voir la figure 1.2).

L'essai de flexion est largement utilisé, en particulier pour les matériaux fragiles. L'essai de flexion à trois points consiste à placer l'éprouvette sur deux supports et à lui appliquer une force de manière constante et perpendiculaire à sa surface. La distance entre les supports doit être au moins 16 fois l'épaisseur de l'éprouvette, conformément à la norme ASTM D790, ce qui permet d'obtenir une flexion pure.

Lors de cet essai, des propriétés mécaniques importantes telles que la contrainte à la rupture et le module de Young en flexion peuvent être déterminées à l'aide des formules spécifiées dans la norme ASTM D790 [41].

$$\sigma_f = \frac{3Fl}{2bh^2} \quad (2.2)$$

$$E_f = \frac{Fl^3}{4wbh^3} \quad (2.3)$$

$$\epsilon_f = \frac{6wf}{h^2} \quad (2.4)$$

F : la force (N)

l : la longueur entre appuis (mm)

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

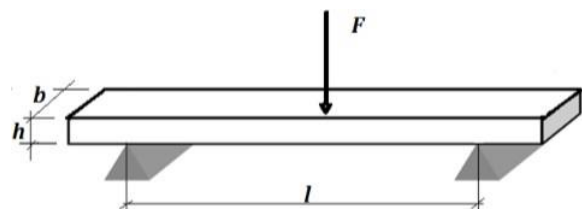
σ_f : la contrainte à la rupture (MPa)

ϵ_f : la déformation (%)

E : le module de Young (GPa). **w** : la déflexion



(a) Exemple d'un échantillon soumis au test de flexion



(b) Principe de flexion à 3 points [41]

Microdureté :

La microdureté est définie par les empreintes de petites dimensions, généralement de l'ordre de quelques microns. Dans la plupart des tests de microdureté, la charge maximale appliquée est de 2 kg. Différentes méthodes de mesure de la microdureté existent, telles

Chapitre 2. Méthodes d'élaboration et caractérisations

que la dureté Vickers (HV), la dureté Brinell (HB), la dureté Rockwell (HRB et HRC) et la dureté de Mohs (MPa)[42].

La dureté Vickers est caractérisée par l'utilisation d'un indenteur en forme de pyramide à base carrée en diamant avec un angle au sommet de 136° . Une charge F est appliquée à l'indenteur pour créer l'empreinte. Le côté de l'empreinte de l'indenteur est d'environ 0,5 mm[1]. L'objectif est de mesurer la diagonale de l'empreinte à l'aide d'un microscope optique. La dureté Vickers (HV) est calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$HV = 1.854 \frac{F}{D^2} \quad (2.5)$$

Avec :

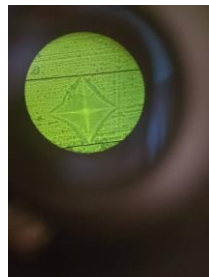
$$D = \frac{1}{2}(d_1 + d_2) \quad (2.6)$$

F = la charge appliquée.

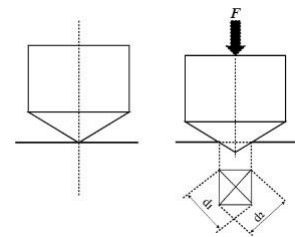
D= la diagonale de l'empreinte.



(a) L'appareil utilisé pour la mesure



(b) L'empreinte



(c) Schéma représentatif de dureté Vickers [42]

Mesure de la densité :

La méthode de mesure de densité d'un matériau repose sur le principe de la poussée d'Archimède.

Selon ce principe, tout solide immergé dans un liquide subit une force de poussée égale à la masse du liquide déplacé divisée par le volume du solide. Par conséquent, en mesurant la masse du solide dans l'air (m_a) et sa masse lorsqu'il est immergé dans le liquide (m_e), il est possible de déterminer sa densité.

La densité d'un matériau est définie comme la masse par unité de volume. En utilisant les mesures de masse du solide dans l'air et dans le liquide, ainsi que les propriétés connues du liquide.

La méthode de mesure de densité basée sur la poussée d'Archimède est largement utilisée dans divers domaines scientifiques et industriels pour déterminer la densité des matériaux solides et liquides. Elle permet d'obtenir des informations précieuses sur les propriétés physiques des matériaux, telles que leur compacité, leur porosité et leur composition [43]. La densité peut être calculée par la relation suivante :

$$\rho = \frac{m_a d_{\text{fluide}}}{A(m_a - m_e)} + d_{\text{air}} \quad (2.7)$$

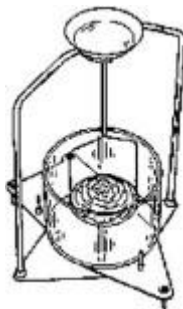


FIG. 2.9 : Montage expérimentale de mesure de densité par la poussée d'archimède [43]

2.2.2 Les propriétés physiques :

Test d'absorption d'eau :

Lors du test d'absorption d'eau, les biocomposites préparés ont été soigneusement séchés au laboratoire du Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI) afin d'éliminer toute trace d'humidité préalable. Ensuite, 7 échantillons ont été placés individuellement dans des récipients contenant de l'eau distillée. Les échantillons ont été immergés pendant une période de 24 heures, une semaine et un mois, respectivement.

Après chaque intervalle de temps spécifié, les échantillons ont été soigneusement retirés de l'eau et leur poids a été mesuré avec précision. Cette mesure permet d'évaluer la quantité d'eau absorbée par les biocomposites au fil du temps. En comparant les poids initiaux des échantillons avec les poids mesurés après chaque période d'immersion, il est possible de quantifier l'absorption d'eau et d'analyser la capacité des biocomposites à résister à l'humidité.

Ce test d'absorption d'eau est essentiel pour évaluer la stabilité dimensionnelle et la résistance à l'humidité des biocomposites renforcés par des particules de dattes. En mesurant les variations de poids, on peut obtenir des informations précieuses sur la performance à long terme des matériaux en présence d'environnements humides. Ces données sont cruciales pour déterminer l'applicabilité des biocomposites dans des applications réelles où ils sont susceptibles d'être exposés à des conditions humides ou à une humidité environnementale élevée.

Le pourcentage (ou la variance) de la masse est donnée par la formule suivante :

$$\Delta_m (\%) = \frac{m - m_0}{m_0} \quad (2.8)$$

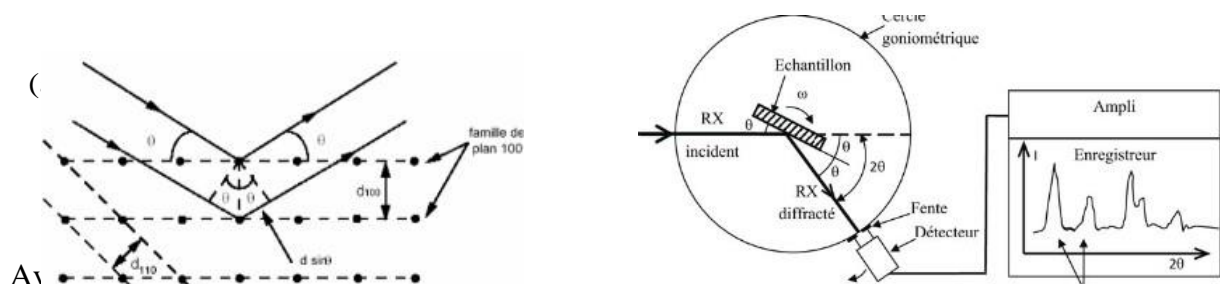
Avec :

m_0 : La masse initiale des échantillons (g).

m : La masse des échantillons après un temps t (jours).

2.2.3 Analyse par Diffraction des rayons X :

En général, un matériau est constitué d'un agencement de grains, formant un polycristal, où chaque grain est en réalité un mono-cristal composé d'un arrangement régulier d'atomes. Cet arrangement peut être décrit par des plans cristallins définis par une distance inter-réticulaire d_{hkl} , qui dépend des indices de Miller h, k, l . La mesure de cette distance peut être réalisée par la diffraction des rayons X en utilisant la loi de Bragg. La diffraction se produit en raison du phénomène de diffusion impliquant un grand nombre d'atomes, qui sont disposés de manière périodique dans un réseau cristallin. La distance inter-réticulaire des plans hkl , sur lesquels la mesure est effectuée, est liée à une position angulaire 2ϑ de la raie de diffraction par l'intermédiaire de la loi de Bragg. Cela permet d'analyser et de caractériser la structure cristalline d'un matériau en mesurant les propriétés de diffraction des rayons X [44].



(b) Schéma de fonctionnement d'un diffractomètre de rayons X [45]

$$2d\sin\vartheta = n\lambda \quad (2.9)$$

λ : [nm] longueur d'onde monochromatique

n : ordre de diffraction

d : [nm] distance inter réticulaire des plans hkl

ϑ [°] : angle de diffraction

Le test a été effectué par le D2 Diffractomètre Phaser-Bruker à température ambiante Fig 2.11, un Source de rayonnement $Cu-K\alpha$ ($\lambda = 1,54184 \text{ \AA}$), et un générateur travaillé à 30 kV et 10 mA. Pour ce faire, les échantillons en poudre ont été placés sur un porte-échantillon et balayé ensuite dans l'intervalle 2ϑ d'angles de 10° à 80° avec une vitesse de pas de $1^\circ/\text{min}$



FIG. 2.11 : Le D2 Diffractomètre Phaser-Bruker

2.2.4 Analyse par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est une technique qui se base sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge (IR) par les molécules à analyser. Dans la plage du moyen infrarouge, qui englobe des longueurs d'onde de $2,5$ à $25 \mu\text{m}$ ($4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$), le rayonnement est absorbé par les molécules lorsque l'énergie des photons incidents correspond à l'énergie du mode de vibration de la molécule absorbante. L'intensité de l'absorption dépend des variations du moment dipolaire de la molécule. Ainsi, seules les molécules dipolaires sont capables d'absorber dans l'infrarouge, tandis que les atomes et les molécules diatomiques symétriques (comme O_2 , N_2 , H_2 , etc.) sont transparents à cette région.

L'ensemble des bandes d'absorption obtenues grâce à la spectroscopie infrarouge permet d'identifier les molécules présentes dans l'échantillon de gaz. Chaque molécule a une empreinte spectrale unique qui correspond à ses modes de vibration spécifiques. En mesurant l'absorbance à une longueur d'onde spécifique, il est possible de déterminer la concentration d'un composé en utilisant la loi de Beer-Lambert, qui établit une relation entre l'absorbance, la concentration et le coefficient d'extinction molaire du composé [46].

Le schéma de principe d'un spectromètre IR à transformée de Fourier est composé :

- d'une source infrarouge
- d'un interféromètre (lame séparatrice + miroir fixe + miroir mobile)
- d'une cellule contenant l'échantillon à analyser
- d'un détecteur

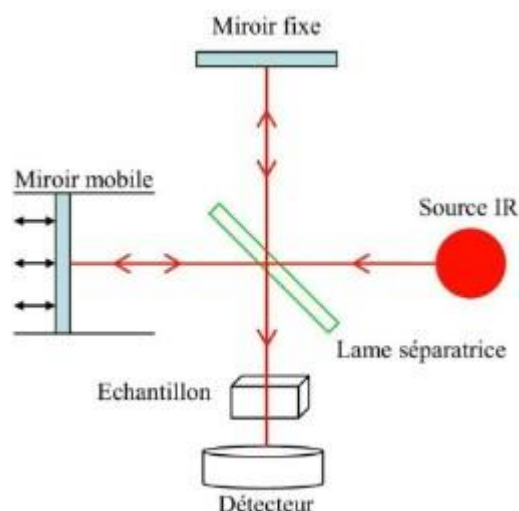


FIG. 2.12 : Schéma de principe d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier [46]

Le rayonnement infrarouge émis par la source est dirigé vers l'interféromètre où une lame séparatrice semi-transparente divise le faisceau en deux parties identiques. L'une de ces parties est réfléchi vers un miroir fixe, tandis que l'autre est transmise vers un miroir mobile. Le miroir mobile se déplace, ce qui entraîne une différence de longueur du chemin optique entre les deux faisceaux. Lorsque les deux faisceaux se rejoignent sur la lame séparatrice, des interférences constructives ou destructives se produisent en fonction de la position du miroir mobile par rapport au miroir fixe. Le signal résultant de l'interféromètre, appelé interférogramme, contient toutes les composantes en fréquence et en amplitude du rayonnement infrarouge émis par la source.

Ensuite, le faisceau infrarouge traverse la cellule contenant l'échantillon à analyser. la forme et l'amplitude de l'interférogramme sont modifiées en fonction des molécules présentes dans l'échantillon, l'interférogramme atteint ensuite un détecteur où il est converti en signal électrique.

Finalement, un traitement mathématique, réalisé à l'aide d'une transformée de Fourier, est appliqué pour obtenir un spectre de transmittance ou d'absorbance en fonction du nombre d'onde. ce spectre permet d'analyser et d'identifier les composants présents dans l'échantillon en se basant sur les variations d'absorption infrarouge spécifiques des différentes molécules. Ainsi, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier permet d'obtenir des informations détaillées sur la composition chimique des échantillons étudiés [46].

La spectroscopie FT-IR donc est l'une des méthodes les plus efficaces pour identifier les molécules organiques et inorganiques à partir de leur vibration propriétés.

Le test a été effectué au niveau du laboratoire du centre de recherche des technologies Industrielles (CRTI). Des spectres ATR-FTIR ont été enregistrés à l'aide de l'instrument Cary 630 FTIR spectromètre (Agilent Technologies) à température ambiante pour des nombres d'onde allant de 4000 à 600 cm^{-1} et avec une résolution spectrale de 1 cm^{-1} .



FIG. 2.13 : Spectroscopie ATR-FTIR utilisé

2.2.5 Test de morphologie :

Microscopie optique :

Au laboratoire du Centre de Recherche des Technologies Industrielles (CRTI), nous avons utilisé un microscope optique pour réaliser le test de morphologie. Ce test nous permet d'observer et d'analyser les diverses caractéristiques des échantillons, offrant ainsi une visualisation détaillée.

2.2.6 Contrôle non destructif des propriétés élastiques :

Les techniques de contrôle non destructif (CND) offrent de nombreux avantages par rapport aux méthodes de mesure destructives. Parmi les techniques de CND couramment utilisées pour la caractérisation des matériaux, le contrôle par ultrasons se démarque. Dans le cas des solides isotropes, seules deux constantes élastiques sont nécessaires pour décrire entièrement leur comportement élastique. Afin de déterminer ces propriétés, on réalise des mesures ultrasonores des vitesses des ondes longitudinales (VL) et transversales (VT) en utilisant la méthode de transmission ultrasonore[47].

Les mesures de la vitesse des ondes ultrasonores ont été réalisées en mode contact, comme illustré dans la figure 2.15. Tout d'abord, l'épaisseur de l'échantillon a été mesurée à l'aide d'un pied à coulisse numérique. Ensuite, les mesures ultrasonores ont été effectuées en utilisant la méthode de transmission directe des ultrasons, avec des transducteurs de

Chapitre 2. Méthodes d'élaboration et caractérisations

transmission et de réception positionnés sur les côtés opposés de l'échantillon, comme indiqué dans la figure 2.15. Afin de minimiser l'atténuation des ondes ultrasonores entre les transducteurs et la surface de l'échantillon, un gel de couplage a été utilisé. De plus, une force constante a été appliquée aux sondes pour assurer une épaisseur constante de la couche de liquide de couplage à l'interface entre la sonde et l'échantillon.

Dans cette étude, les mesures ont été menées à l'aide de capteurs de contact (Olympus/Panametrics V153) de fréquence de 1 MHz et 12,5 mm de diamètre, respectivement. Un générateur d'impulsions/récepteur (OLYMPUS 35 MHz-5800Pr) a été utilisé pour fournir une alimentation avec une durée d'impulsion de 5 s. Les signaux détectés ont été amplifiés et transférés à un oscilloscope numérique (WaveSurfer10 TELEDYNE Lecroy) avec une fréquence de 1 GHz. Finalement, les données ont été traitées sur ordinateur (Figure 2.14).

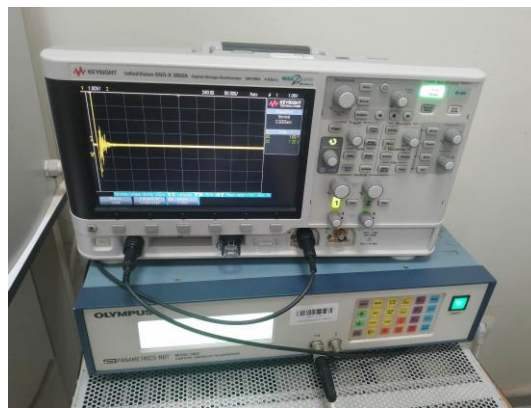


FIG. 2.14 : Oscilloscope ultrasonic

Après avoir mesuré le temps de vol (temps requis par les impulsions pour parcourir l'épaisseur de l'échantillon), les vitesses des ondes ultrasonores sont déterminées en utilisant l'équation 2.10. Premièrement, la densité expérimentale des échantillons a été mesurée. Ensuite, les vitesses (V_L) et (V_T) ont été déterminées par l'application de l'équation 2.10

$$V = \frac{d}{t} \quad (2.10)$$

Où V , d et t sont la vitesse du son, l'épaisseur de l'échantillon, et le temps de vol, respectivement, entre les signaux de fond sur l'oscilloscope.

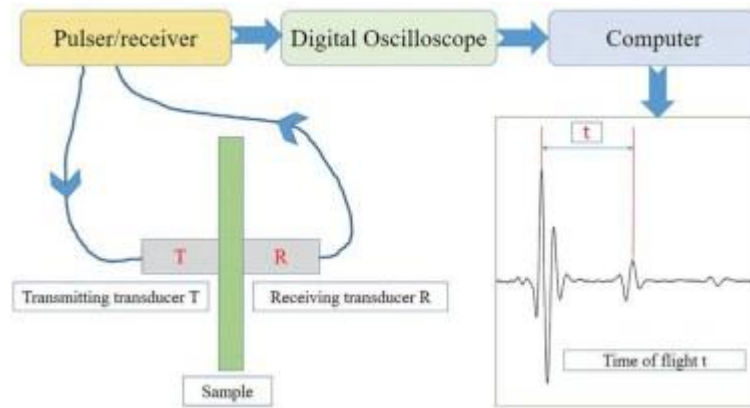


FIG. 2.15 : Schéma de l'expérience montage utilisé pour les mesures ultrasonores

Tous les échantillons ont été supposés être isotropes, ayant donc les mêmes propriétés dans toutes les directions. On sait que dans le cas d'un matériau isotrope, les modules élastiques pourraient être déterminés en utilisant les équations (2.11) (2.12) (2.13).

$$L = \rho_e v_L^2 \quad (2.11)$$

$$G = \rho_e v_T^2 \quad (2.12)$$

$$E = 2G(1 + \mu) \quad (2.13)$$

Où L , G , E et ρ , sont respectivement le module longitudinal, module de cisaillement, module Young d'élasticité et densité expérimentale de l'échantion.

Le coefficient de Poisson (μ) a également été déduit à l'aide des équations précédentes.

$$\mu = \frac{L - 2G}{2(L - G)} \quad (2.14)$$

Chapitre 3

Résultats et discussion

3.1 Microscopie optique :

Les images obtenues par le microscope optique sont présentées dans la figure ci-dessous :

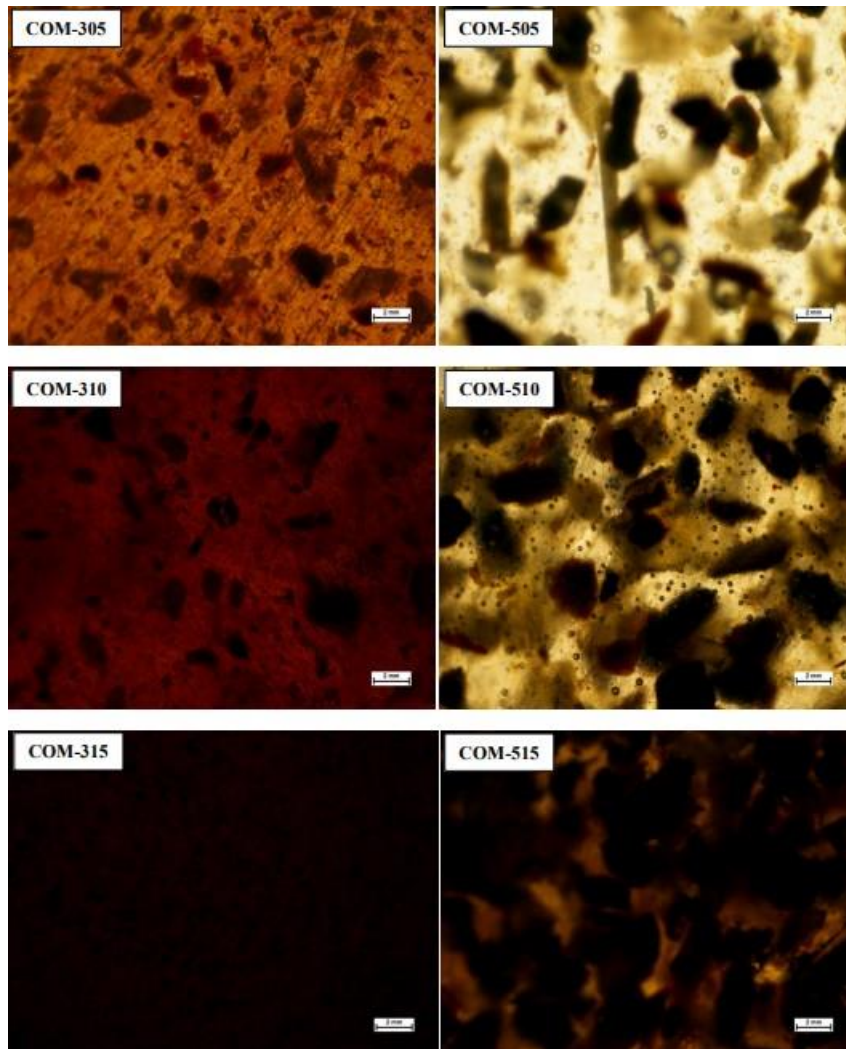


FIG. 3.1 : Microscopie optique des composites

Lors de l'observation des images au microscope optique, nous remarquons tout d'abord la présence de bulles d'air dans tous les composites, en particulier dans les composites de 5%, ce qui signifie que la présence de particules de noyaux de dattes réduit la formation de bulles d'air. De plus, nous constatons que les particules de noyaux de dattes ne sont pas réparties de manière homogène dans les composites. Ces deux observations sont très probablement dues au processus de fabrication.

L'autre observation concerne la forme irrégulière des grains de noyaux de dattes. Cela peut avoir un effet sur les propriétés mécaniques[48]. L'effet de la forme des particules sur les propriétés mécaniques du composite est significatif. La forme des particules peut influencer la résistance mécanique, la ductilité, la résistance à la fatigue et d'autres caractéristiques du matériau composite. En général, des particules de forme régulière et uniforme ont tendance à améliorer les propriétés mécaniques du composite, car elles permettent une meilleure distribution des contraintes et une interconnexion plus efficace entre

les particules et la matrice. En revanche, des particules de forme irrégulière ou non uni-forme peuvent entraîner des concentrations de contraintes, une mauvaise interconnexion et des défauts internes, ce qui peut réduire les performances mécaniques du composite. Il est donc important de prendre en compte la forme des particules lors de la conception et de la fabrication des composites afin d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques possibles.

3.2 Test de traction :

L'analyse des résultats repose sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation (Tableau 3.1).

TAB. 3.1 : Caractéristiques mécaniques des composites 300 μ m et 500 μ m

	E(MPa)	σ (MPa)	ϵ (%)
Résine	4,5118	11,1238	24,7007
COM 305	20,3435	35,2913	3,058
COM310	17,8298	28,8447	3,1849
COM 315	16,1943	20,5598	2,207
COM 505	16,8781	22,9224	3,8656
COM 510	18,7322	24,8632	3,3244
COM 515	14,0271	15,7111	3,4053

Les courbes contrainte-déformation présentent une phase initiale où la relation entre la contrainte et la déformation est linéaire et élastique, ce qui indique un module d'élasticité constant du matériau.

Par la suite, les courbes montrent une perte de linéarité, suggérant un comportement non élastique. Les principales caractéristiques mécaniques des biocomposites sont répertoriées dans le tableau. Les résultats mettent clairement en évidence les différences de valeurs des caractéristiques mécaniques en fonction des différentes tailles de grains et pourcentages du renfort du composite.

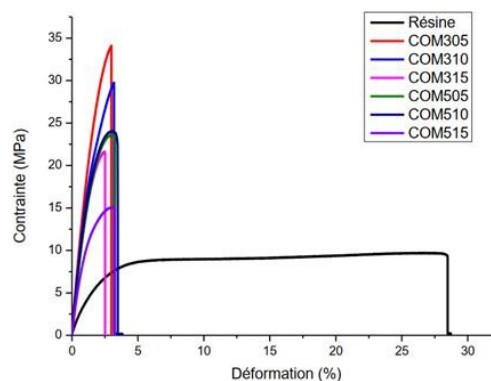


FIG. 3.2 : Courbes contrainte-déformation des échantillons 300 μ m et 500 μ m

Chapitre 3. Résultats et discussion

Les histogrammes de la Figure 3.3 montrent une comparaison des valeurs moyennes des caractéristiques mécaniques (Module de Young, contrainte maximale, allongement) des composites 300μ et composites 500μ :

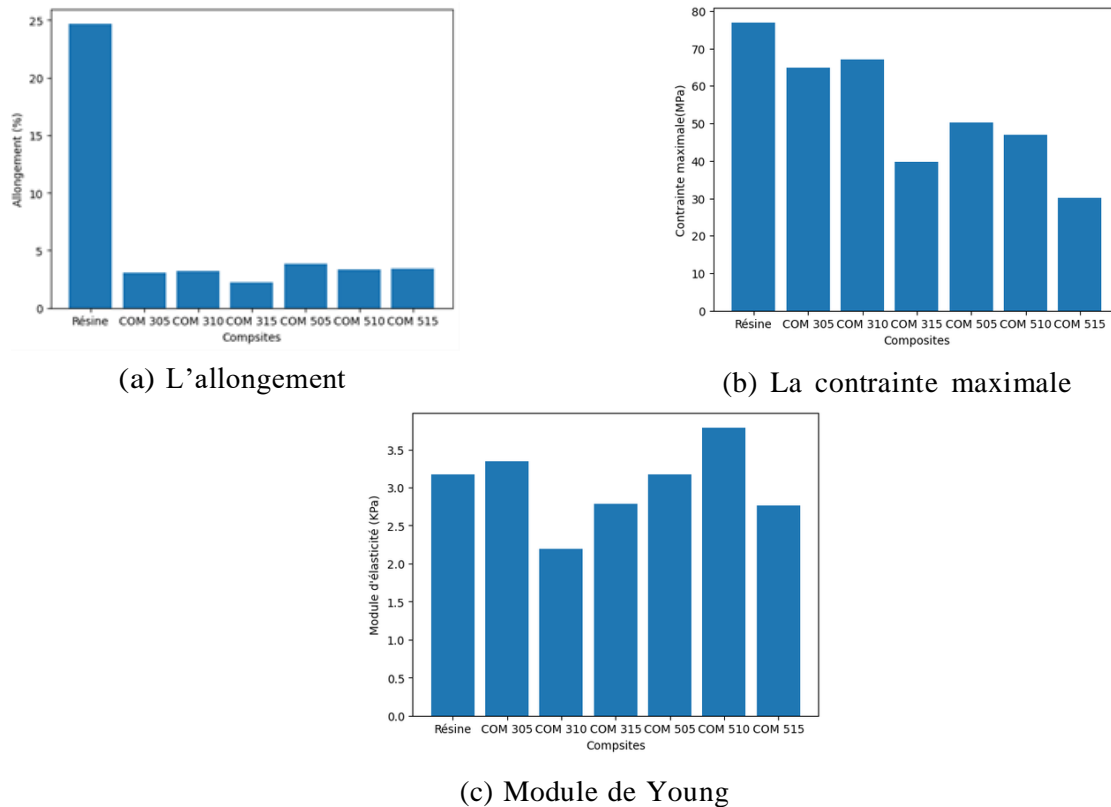


FIG. 3.3 : diagrammes en bâtons des paramètres de l'essai de traction

On observe que le module de Young et la résistance à la traction des composites sont supérieurs à ceux de la matrice, ce qui confirme que les particules naturelles améliorent les propriétés mécaniques. Pour les composites de 300μ , nous constatons que les composites renforcés à 5 % présentent la plus haute résistance à la traction et le module de Young le plus élevé, ces deux paramètres diminuent pour les composites de 10 % et 15 %. D'autre part, pour les composites de 500μ , les meilleurs résultats ont été obtenus avec les composites de 10 %. Cela signifie que l'adhérence entre la matrice et les particules renforcées est meilleure avec 5 % de grains de 300μ et 10 % de grains de 500μ .

3.3 Test de flexion :

Les résultats du test de flexion à 3 points sont obtenus par l'analyse des courbes Force-Allongement.

Les courbes présentent une relation linéaire entre la contrainte appliquée et la déformation du matériau.

Ensuite, la courbe perd sa linéarité et entre dans une phase de non-linéarité, où la déformation augmente plus rapidement que la contrainte. Enfin, lors de la phase de rupture brutale, le matériau atteint sa limite de résistance et se rompt.

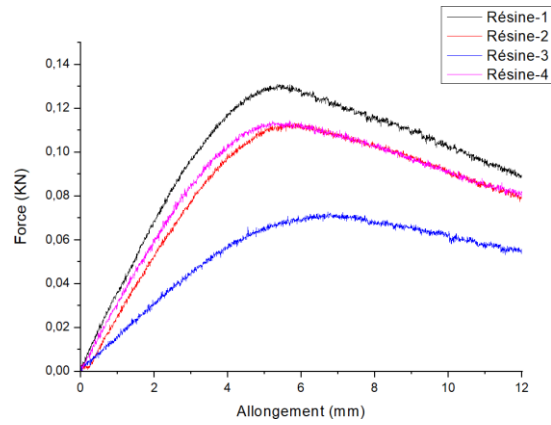


FIG. 3.4 : Courbe de flexion de la résine

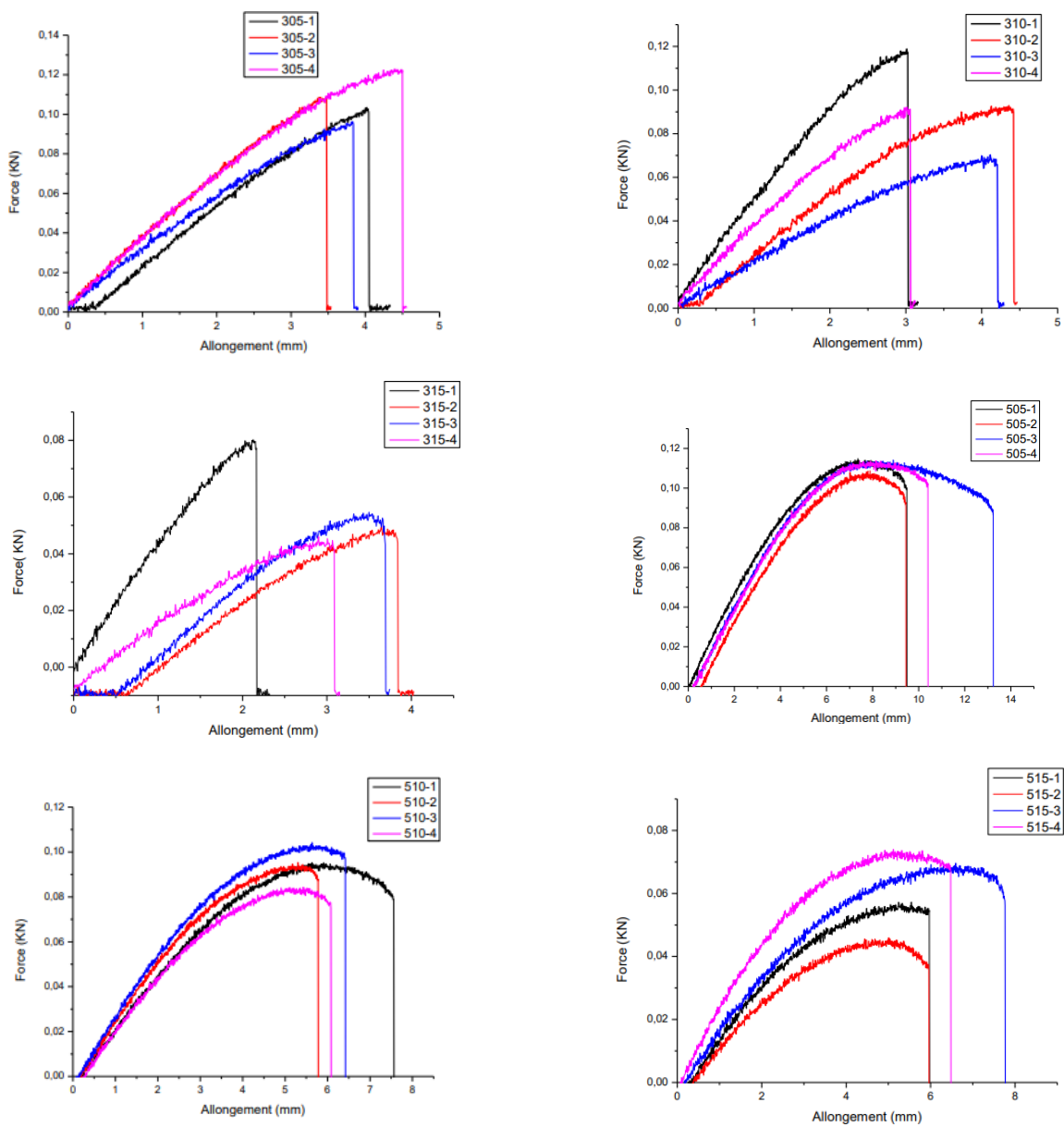


FIG. 3.7 : Courbes de flexion des échantillons 300 μ m et 500 μ m

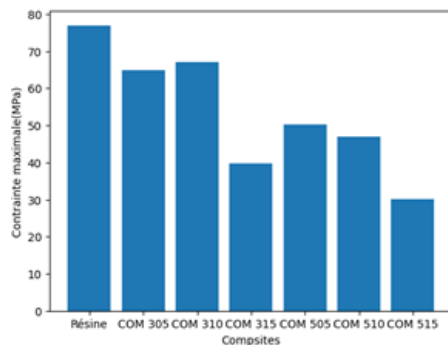
Chapitre 3. Résultats et discussion

Le tableau des caractéristiques mécaniques résume les principaux résultats obtenus lors du test de flexion. Il présente la contrainte maximale supportée par le matériau avant la rupture, ainsi que le module d'élasticité qui mesure la rigidité du matériau .

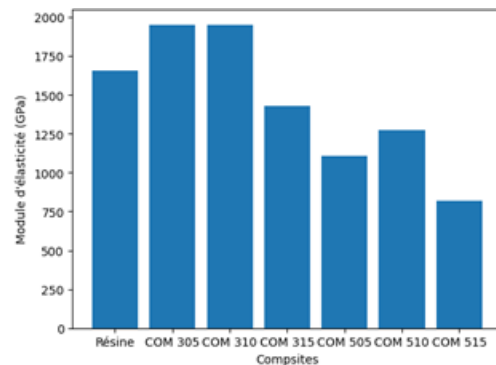
TAB. 3.2 : Tableau des caractéristiques mécaniques

	σ_f (Mpa)	E_f (Mpa)
Resine	76.9684	1653.672
COM305	64.8226	1948.489
COM310	67.1742 MPa	1951.464
COM315	39.8086 MPa	1430.309
COM305	50.3017	1104.787
COM310	46.8580 MPa	1275.608
COM315	30.0809 MPa	817.711

Les diagrammes en bâtons permettent de visualiser et comparer les résultats obtenus des échantillons testés , Les barres du diagramme ci-dessous représentent les valeurs de contrainte maximale et de module d'élasticité.



(a) Diagrammes en bâtons représentant les valeurs de contrainte maximale



(b) Diagrammes en bâtons représentant les valeurs de contrainte maximale

FIG. 3.8 : Diagrammes en bâtons représentant les valeurs du module d'élasticité

Comme cela apparaît sur le diagramme en bâtons, on observe que la résistance maximale de la matrice est supérieure à celle des composites (76,968 MPa). Un facteur à considérer est l'adhésion entre les particules de renfort et la matrice. Si l'adhésion n'est pas suffisamment forte, ou s'il y a des problèmes de liaison interfaciale, le transfert de contrainte de la matrice aux renforts peut être compromis. Cela peut entraîner une défaillance prématurée et une diminution de la résistance en flexion. De plus, la distribution des éléments de renfort à l'intérieur du composite peuvent influencer sa résistance.

Si les renforts ne sont pas répartis uniformément, le transfert de charge et la répartition des contraintes dans tout le matériau peuvent être inégaux. Cette répartition non uniforme des contraintes peut entraîner des zones localisées de contrainte élevée, ce qui réduit la résistance en flexion.

Chapitre 3. Résultats et discussion

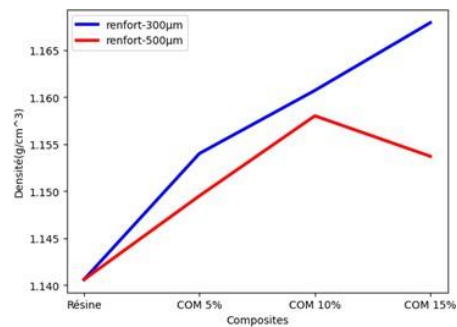
Le pourcentage de renfort utilisé dans le composite peut également influencer sa résistance en flexion. Bien que les renforts puissent améliorer les propriétés mécaniques du composite, une quantité excessive ou une sélection inappropriée de matériau de renfort peut avoir un impact négatif sur la résistance globale, ce qui montre clairement pour les composites de 300 μm (15 %) et de 500 μm (15 %).

3.4 La densité :

La mesure de densité a été réalisée en utilisant la méthode de la poussée d'Archimède. Cette méthode se base sur le principe selon lequel tout solide immergé dans un liquide subit une force de poussée égale à la masse du liquide déplacé divisée par le volume du solide. Ainsi, en mesurant la masse du solide dans l'air et sa masse immergée dans le liquide (eau distillée), nous avons pu calculer sa densité, de la résine et des composites. Les résultats de ces mesures de densité sont présentés ci-dessous :

Composites	Densité (g/cm ³)
Résine	1,1406
300-5%	1,154
300-10%	1,1607
300-15%	1,1679
500-5%	1,1495
500-10%	1,158
500-15%	1,1537

(a) les résultats de test de Densité



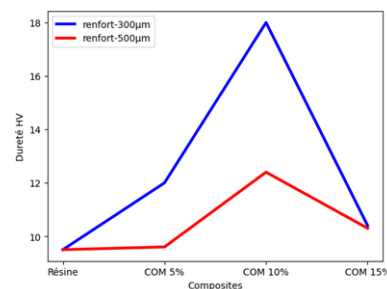
(b) les courbes de densité pour les composites

3.5 Microdureté

Les test de microdureté a été effectué en utilisant la machine Buehler Micromet 3 Micro Hardness Tester. Le pénétrateur exerce une force de 100 gf sur les échantillons. Les résultats de ce test sont présentés dans les courbes et le tableau ci-dessous :

Composites	Dureté HV
Résine	9,5
300-5%	12
300-10%	18
300-15%	10,4
500-5%	9,6
500-10%	12,4
500-15%	10,3

(a) les résultats de dureté.



(b) Courbes de dureté pour les composites 300 μm et 500 μm

Chapitre 3. Résultats et discussion

La dureté des composites peut être interprétée en fonction de plusieurs facteurs, tels que la nature des renforts, la matrice utilisée et la distribution des particules de renfort. En général, l'ajout de renforts rigides et résistants dans une matrice plus tendre peut augmenter la dureté globale du composite. Cela est dû à la résistance accrue offerte par les renforts, qui résistent à la déformation et à l'indentation. Cependant, il est important de noter que la dureté n'est pas uniquement déterminée par les pourcentages des renforts, la distribution des particules de renfort peut également avoir un impact sur la dureté. Une distribution uniforme et homogène des renforts peut permettre une meilleure répartition des contraintes et une augmentation de la dureté globale du matériau.

3.6 Absorption de l'eau :

Les échantillons ont été immergés dans l'eau et leur masse a été mesurée après 1h, 24h, 168h et 720h. Les résultats du test d'absorption d'eau sont présentés dans le tableau ci-dessous :

	Résine	COM 305	COM 310	COM 315	COM 505	COM 510	COM 515
1h	0	0,12	0,14	0,07	0,05	0,17	0,51
24h	0,05	0,12	0,21	0,41	0,13	0,45	1,31
168h	0,55	0,13	1,26	2,31	0,5	3,31	2,84
720h	1,18	2,13	4,76	5,87	2,49	3,75	8,03

FIG. 3.11 : le taux d'absorption des composites (%)

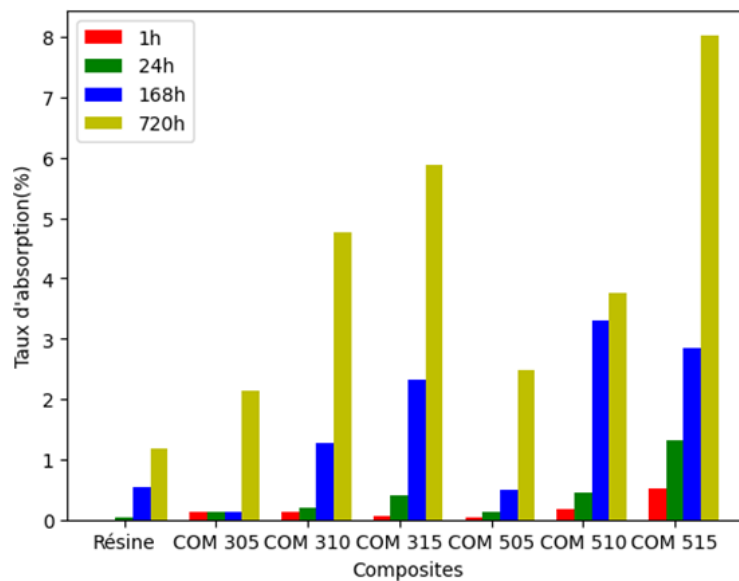


FIG. 3.12 : diagramme en bâtons qui représente le taux d'absorption pour les composites

Les résultats indiquent que tous les échantillons ont absorbé de l'eau pendant la période de test. La résine présente la plus faible absorption d'eau avec seulement 1,18 % après 720 heures. Ces résultats suggèrent que la capacité d'absorption d'eau des échantillons varie en fonction du pourcentage de renfort. Ceci est observé pour les composites à 15 % de renfort, qui présentent le taux d'absorption le plus élevé. Ceci peut être expliqué par la nature hydrophile des fibres naturelles, ce qui signifie qu'elles ont une affinité pour l'eau et ont tendance à absorber l'humidité. Cela est dû à la présence de groupes fonctionnels dans leur structure chimique, tels que les groupes hydroxyle (OH), qui sont polaires et interagissent avec les molécules d'eau.

En conséquence, les fibres végétales ont la capacité d'absorber et de retenir une certaine quantité d'eau, ce qui peut influencer leurs propriétés physiques et mécaniques. Cette caractéristique hydrophile peut être bénéfique dans certains contextes, comme dans les matériaux absorbants ou les textiles, mais elle peut également poser des défis lorsqu'il est nécessaire de minimiser l'absorption d'eau, comme dans le cas des composites ou des matériaux destinés à des applications en environnement humide. La gestion de l'hydrophilie des fibres végétales est donc un aspect important à prendre en compte lors de la conception et de l'utilisation de ces matériaux.

3.7 Caractérisation par la diffraction des rayons X (DRX)

Les diagrammes de diffraction obtenus pour les poudres de noyaux de datte, dans la plage angulaire de 2 allant de 10 à 80°, sont présentés. Le diffractogramme ne présente pas de ligne de base horizontale, mettant en évidence la présence de quelques pics de diffraction. Ce résultat suggère que la structure principale des noyaux de datte bruts est amorphe, ce qui indique la présence de composants amorphes tels que la cellulose, l'hémicellulose, la pectine et la lignine. Cependant, quelques pics de diffraction émergent de la raie de base, ce qui démontre la présence d'une petite quantité de substances cristallines, ce qui est expliqué par la cristallinité des fibres ligno-cellulosiques [49].

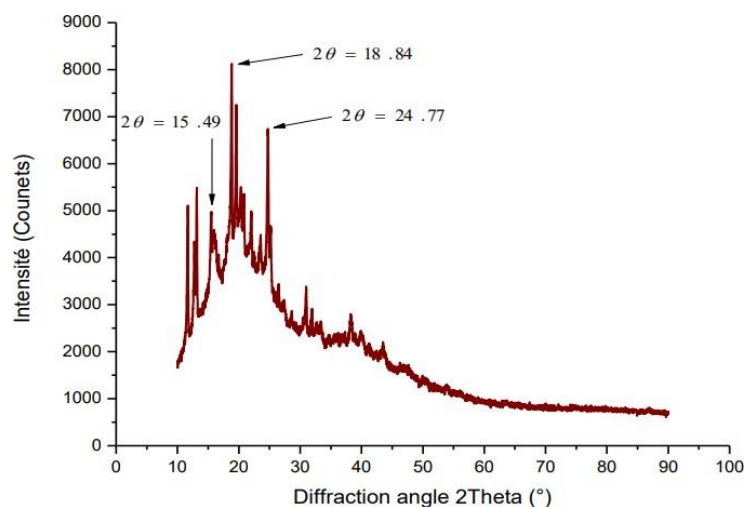


FIG. 3.13 : Diagramme de diffraction des rayons X de la poudre de noyaux de datte

Chapitre 3. Résultats et discussion

Les figures ci-dessous présentent les diagrammes de diffraction de la matrice et des composites :

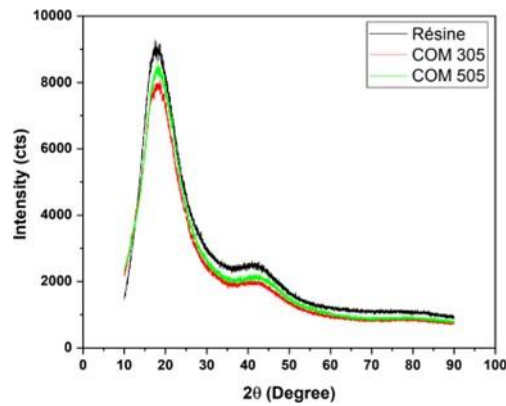
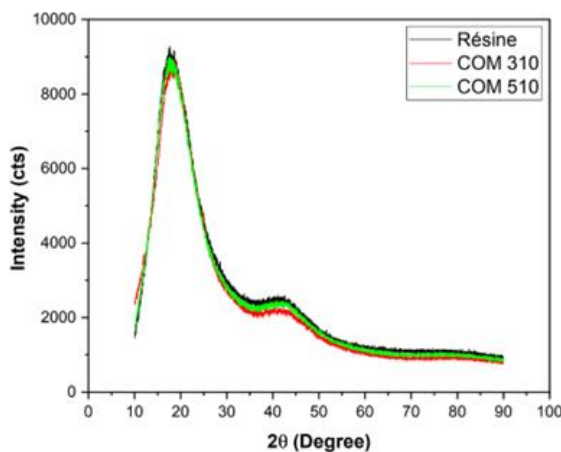
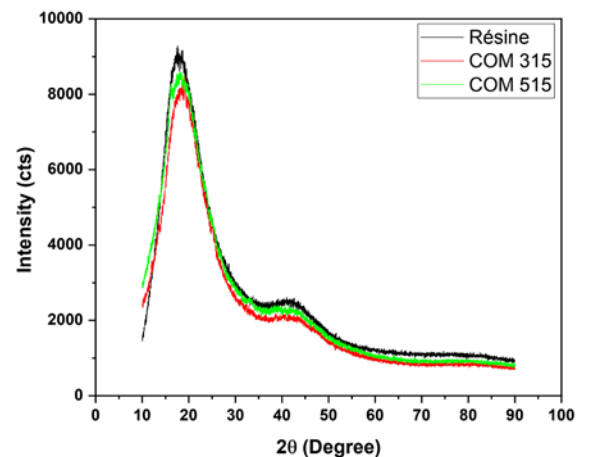


FIG. 3.14 : Diagramme de diffraction des rayons X des composites COM305 COM505



(a) Diagramme de diffraction des rayons X des composites COM310 COM510



(b) Diagramme de diffraction des rayons X des composites COM315 COM515

À partir de la figure ci-dessus, nous pouvons observer l'absence de pics de diffraction significatifs, ce qui implique la nature amorphe de la matrice. Cela signifie que la matrice, dans ce cas, ne présente pas une structure cristalline régulière et ordonnée.

La deuxième observation à souligner est que l'ajout de grains de noyaux de dattes réduit l'intensité dans la courbe de diffraction. Cette diminution de l'intensité des pics de diffraction est cohérente avec les propriétés amorphes des particules de noyaux de dattes et confirme leur influence sur la structure amorphe de la matrice. Cette observation met en évidence la modification de la structure et des propriétés de la matrice en raison de l'incorporation de ces particules, ce qui peut avoir des implications sur les propriétés mécaniques et les performances globales du composite.

3.8 Spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (IRTF) :

L'analyse spectrale est réalisée dans le but d'étudier les différentes interactions entre la matrice epoxy et les particules de dattes en déterminant les différentes bandes d'absorption et en vérifiant si le nombre d'onde a changé suite à l'ajout des différents types de FND.

Les différentes fréquences d'absorption de la résine sont indiquées dans le tableau suivant :

TAB. 3.3 : Les différentes fréquences d'absorption caractéristiques pour l'epoxy pure [50]

Attribution	O-H	C-H	C-H	C=O	C-O
Fréquence cm^{-1}	3342.4	2918.9	2851.1	1734.3	1023

La figure 3.16 ci-dessous représente les deux spectres de la resine pure et la farine des noyaux de dattes, on peut observer :

- Un pic à 1046 cm^{-1} correspond aux élongations C-O.
- Un pic à 1245 cm^{-1} attribué au COC.
- Un pic de la déformation C=O à 1602 cm^{-1} .
- la présence des pics à 2853 cm^{-1} et 2924 cm^{-1} correspondant aux élongations de CH_2 et CH respectivement.
- le pic à 3200 cm^{-1} correspond aux élongations O-H.

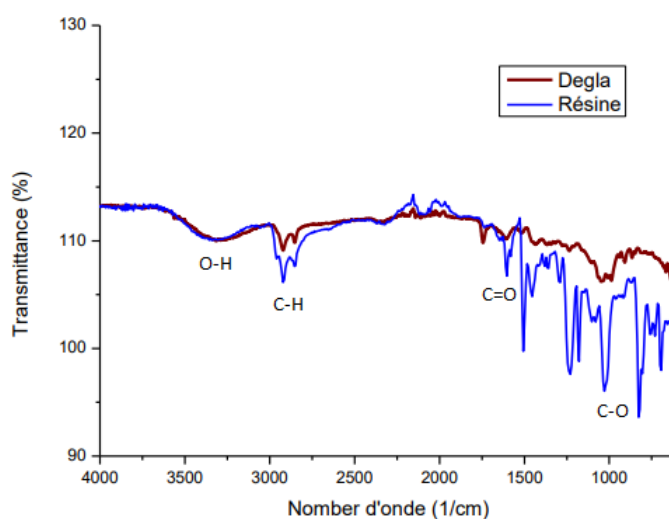


FIG. 3.16 : Spectre FTIR du époxy 100% et FND.

Chapitre 3. Résultats et discussion

Les attributions des fonctions chimiques pour chaque bande d'absorption qui apparaît sur les spectres IRTF d'une fibre ligno-cellulosique sont énumérées dans le tableau 3.4 .

TAB. 3.4 : Fonctions chimiques des bandes d'absorption d'un spectre IRTF d'une fibre ligno-cellulosique [14] [51]

Longueur d'onde (cm ⁻¹)	Type de vibration
3500	Vibration d'élongation des hydroxyles O-H
2880-2890	Vibration d'élongation asymétrique et symétrique des groupements C-H du groupe C-H ₂
1600-1650	Vibration d'élongation des hydroxyles O-H de l'eau
1440-1460	Vibration d'élongation du cycle aromatique
1168	Vibration de déformation symétrique des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose
1039	Vibration de déformation des liaisons C-O de la cellulose

On voit, que les spectres obtenu (figures 3.17 et 3.18) montre que les six attributions citées dans le tableau 3.4 sont présentes :

- Une large bande autour de 3300 cm⁻¹, qui est caractéristique de la vibration d'élongation des hydroxyles O-H de la fibre, due à la liaison hydrogène du groupement hydroxyle.
- Une bande entre 2880 et 2890 cm⁻¹, correspondant aux vibrations d'élongation symétrique et asymétrique de la liaison C-H des groupes (CH₂).
- Des pics entre 1500 et 1550 cm⁻¹, attribués aux liaisons C-O correspondant à l'eau liée contenue dans la fibre en raison de la nature hydrophile de la fibre cellulosique.
- Une bande entre 1440-1460 cm⁻¹, indiquant la présence de cycles aromatiques.
- Un pic à 1068 cm⁻¹, correspondant à l'élongation des groupements éthers (C-O) présents dans la cellulose et l'hémicellulose [52].

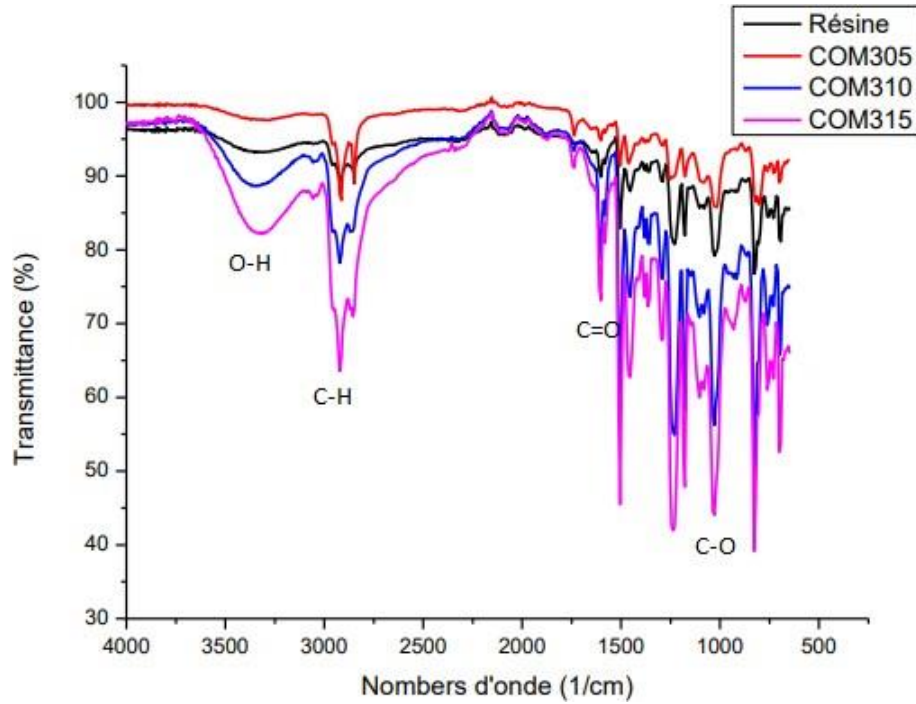


FIG. 3.17 : Spectres IRTF des composites EPOXY/FND 300µm avec 5%, 10% et 15% de charge et de l'époxy vierge.

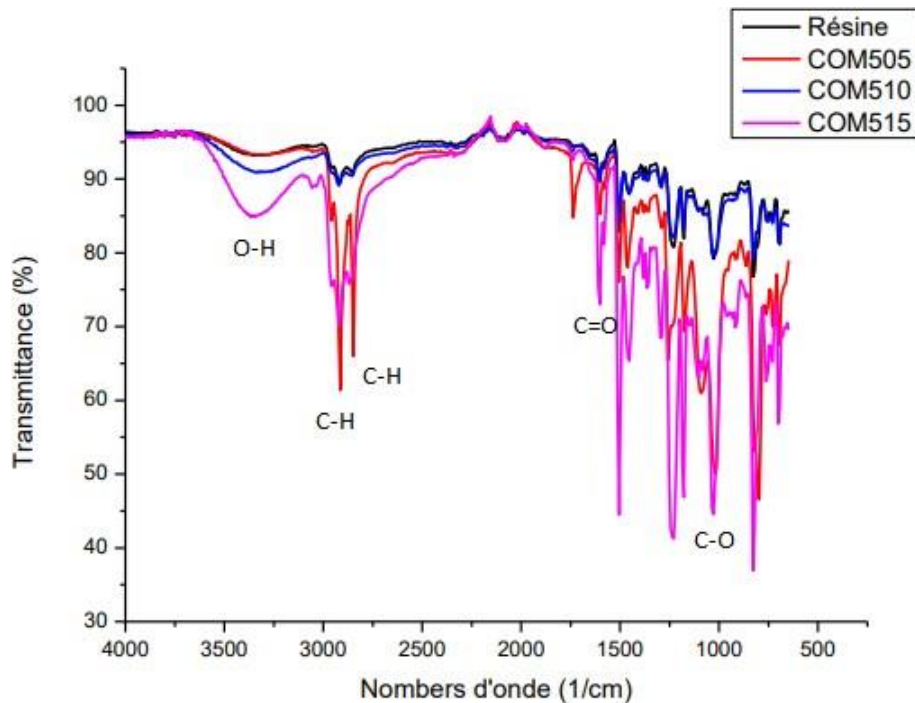


FIG. 3.18 : Spectres IRTF des composites EPOXY/FND 500µm avec 5, 10 et 15% de charge et de l'époxy vierge.

Lorsque le pourcentage de poudre de noyaux de dattes dans la résine est augmenté, on

observe une augmentation de l'absorbance mesurée par l'IFTR. Cela suggère que l'ajout de poudre de noyaux de dattes renforce les interactions moléculaires entre les composants de la résine et les noyaux de dattes.

Cette augmentation de l'absorbance peut être attribuée à une meilleure adhésion et à une augmentation de la surface d'interface entre la résine et les noyaux de dattes, ce qui conduit à une amélioration des propriétés mécaniques et structurales du biocomposite.

3.9 Contrôle non destructif :

3.9.1 Les vitesses (V_L) et (V_T) :

Après avoir obtenu le temps (t) de vol à partir la courbe amplitude V_s . Temps (figure 3.19), nous appliquons l'équation 2.10 et calculons les deux valeurs (V_L) et (V_T). Le tableau 3.5 montre les résultats obtenus.

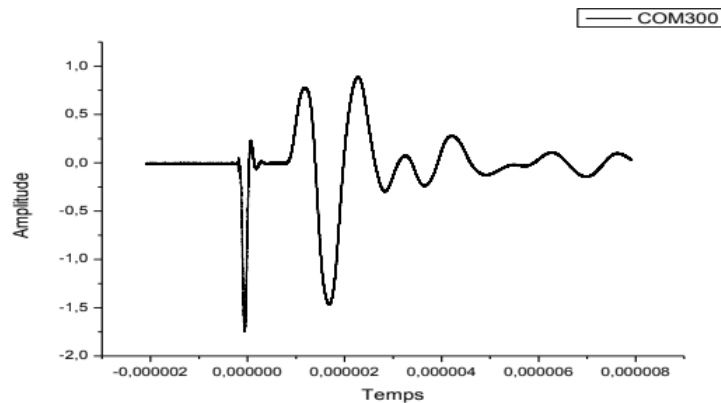


FIG. 3.19 : Exemple d'un courbe Ultrasonic pour mesure la vitesse (V_L) d'un composite COM300.

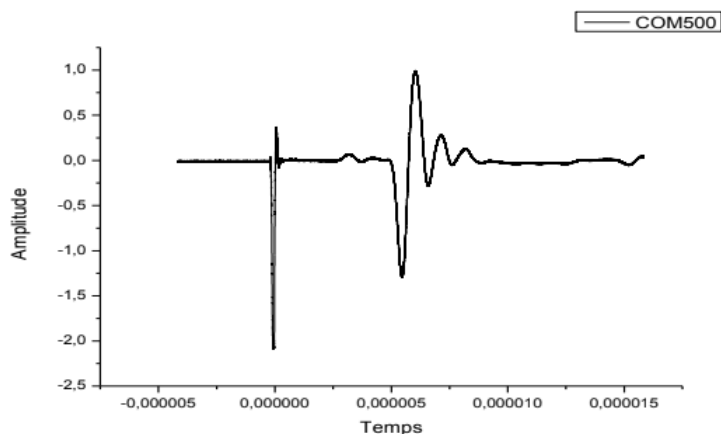


FIG. 3.20 : Exemple d'un courbe Ultrasonic pour mesure la vitesse (V_T) d'un composite COM500.

TAB. 3.5 : Vitesse des ondes ultrasonores d'échantillons élaborés.

	<i>Epaisseur</i>	<i>T-Long</i>	<i>T-Trans</i>	<i>V-Long</i>	<i>V-Trans</i>
Résine	4,09	2,26	3,86	1,809735	1,059585
COM305	4,43	2,4	4,09	1,845833	1,08313
COM310	2,31	1,68	2,39	1,375	0,966527
COM315	1,86	1,45	2,06	1,282759	0,902913
COM505	4,09	2,36	3,79	1,733051	1,079156
COM510	6,2	3,1	5,44	2	1,139706
COM515	3,63	2,19	3,57	1,657534	1,016807

La vitesse des ondes ultrasonores est liée aux constantes élastiques et à la densité expérimentale des matériaux. Par conséquent, il donne des informations importantes sur les propriétés mécaniques et propriétés élastiques. Comme on peut le voir sur la figure 3.21.

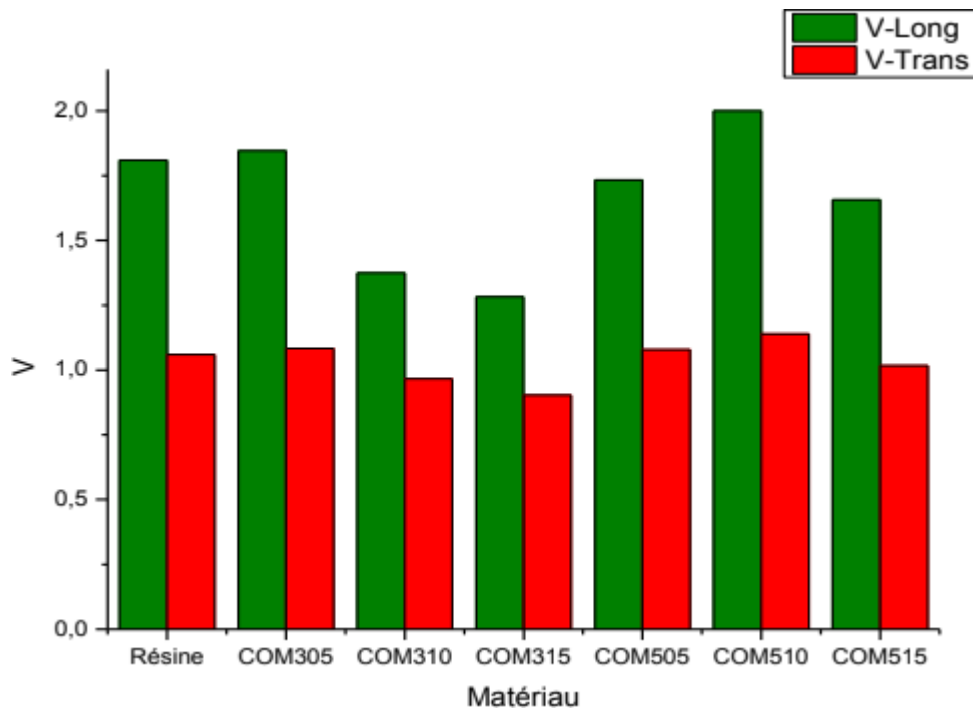


FIG. 3.21 : Variation de la vitesse de l'onde longitudinale (V_L) et (V_T) des composites de noyaux de dattes et résine époxy.

3.9.2 Module d'élasticité :

L'obtention des valeurs des deux vitesses (V_L) et (V_T) nous permet de calculer les valeurs des modules élastiques par l'application des équations 2.11, 2.12 et 2.13. Les valeurs calculées des modules élastiques (L , G et E) de résine pure et les composites obtenus sont reportés dans le tableau 3.9.2.

De plus, la variation de ces modules sont illustrés à la figure 3.23.

	L	G	μ	E
Resine	3.7354	1.2803	0.2392	3.1730
COM305	3.93	1.3537	0.2372	3.3495
COM310	2.1944	1.0842	0.0117	2.1937
COM315	2.7921	1.3687	0.0192	2.7899
COM505	3.4522	1.3385	0.1833	3.1676
COM510	4.632	1.5041	0.2595	3.7888
COM515	3.1695	1.1927	0.1983	2.8584

Tab 3.9.2 : Les modules élastiques (L, G et E), coefficient de Poisson (μ) de résine pure et composites

Comme on peut le remarquer sur la figure 3.22, la valeur du module de young dynamique des composites est inférieure à celle de la résine pure, sauf pour les échantillons (COM305) et (COM510), qui présentent les valeurs maximales. Ceci est cohérent avec les résultats de l'essai de traction. on observe également que la valeur du module E des composites diminue avec l'augmentation du pourcentage de poudre dans le cas des composites avec une dimension de poudre de 300 μ m.

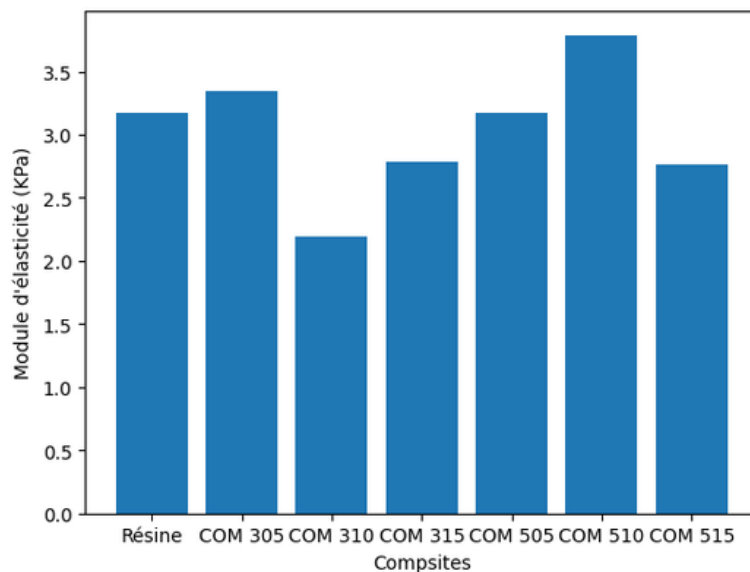


FIG. 3.22 : Variation de la module élastique (E) de la résine pur et les composites.

En revanche, dans le cas des composites avec une dimension de poudre de 500 μ m, nous constatons que la valeur du module de young dynamique E augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale pour un pourcentage de poudre de 10%, puis diminue pour un pourcentage de poudre de 15%.

Dans l'ensemble, parmi tous les composites élaborés, les valeurs les plus élevées des modules d'élasticité (L, G et E) sont obtenues avec l'échantillon (COM510), comme le montre la figure 3.23.

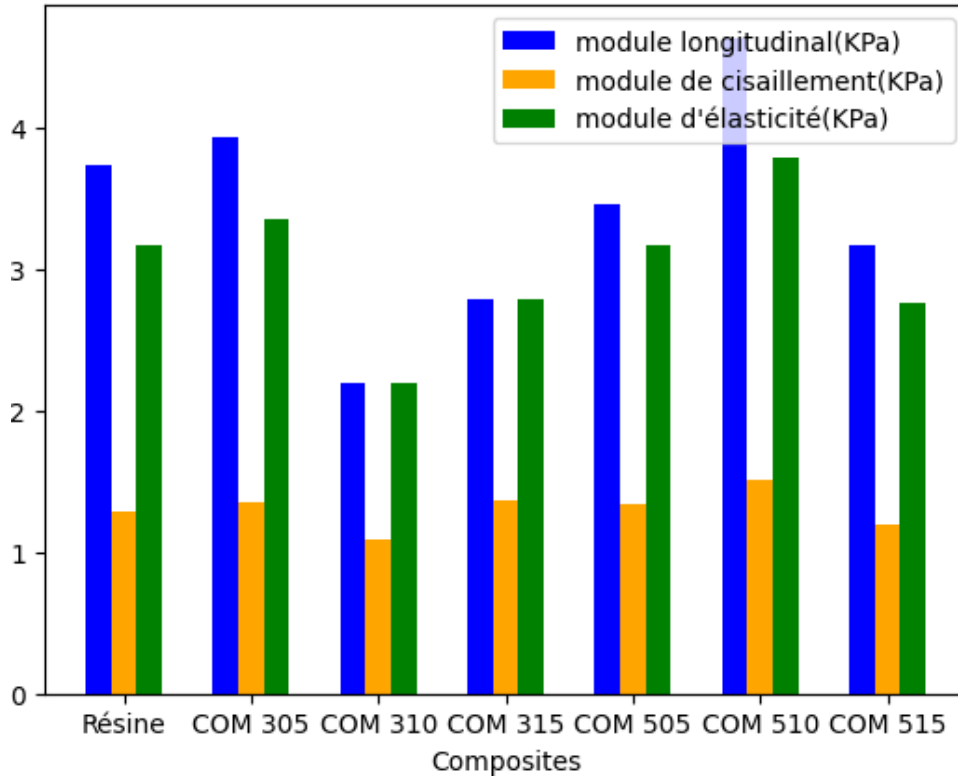


FIG. 3.23 : Variation des modules élastiques (L, G et E) de résine pure et composites.

Remarque :

Il convient de noter que le module de Young statique et le module de Young dynamique sont des propriétés intrinsèques du matériau et peuvent varier en fonction de la composition et ils ne doivent pas avoir les mêmes valeurs car ils représentent des propriétés différentes.

Conclusion et perspectives

Conclusion générale

En conclusion, l'élaboration et la caractérisation d'un biocomposite à base d'époxy renforcé par des particules de dattes de différentes tailles et concentrations ont permis d'obtenir des informations essentielles sur les propriétés du matériau composite.

Les tests de traction et de flexion à trois points ont révélé que la résistance mécanique du biocomposite variait en fonction de la taille et de la concentration des particules de dattes. Une augmentation de la concentration de particules jusqu'à 10% a généralement conduit à une amélioration des performances mécaniques, mais l'effet de la taille des particules était plus complexe, avec des comportements différents en fonction des paramètres étudiés.

La microscopie optique a permis d'observer la distribution des particules de dattes dans la matrice époxy, mettant en évidence l'importance d'une dispersion homogène pour assurer une adhésion efficace et une répartition de charge optimale. Des défauts ou des agglomérats de particules peuvent avoir un impact négatif sur les performances du matériau composite.

La microdureté a fourni des informations sur la dureté locale du biocomposite, indiquant que l'ajout de particules de dattes peut renforcer la matrice époxy à certaines concentrations et tailles de particules.

L'absorption d'eau a démontré la sensibilité du biocomposite à l'humidité, avec une augmentation de la teneur en eau à mesure que la concentration de particules augmentait. Cela souligne l'importance de la protection du matériau composite contre l'humidité dans certaines applications.

La diffraction des rayons X a permis d'analyser la structure cristalline du biocomposite, mettant en évidence d'éventuels changements induits par la présence des particules de dattes.

Enfin, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier a permis d'étudier les interactions moléculaires entre les phases et de mieux comprendre les mécanismes de renforcement dans le biocomposite.

Cette étude ouvre la voie à de nouvelles recherches pour optimiser les propriétés du biocomposite en modulant la taille et la concentration des particules de dattes. Des études approfondies sur l'optimisation de la dispersion des particules, la modification de la surface des particules pour renforcer l'adhérence avec la matrice époxy et l'exploration de nouvelles techniques de caractérisation pour une évaluation plus complète des propriétés du matériau sont des axes de développement futurs prometteurs.

En tant qu'ingénieurs en génie des matériaux, cette étude nous permet de contribuer à l'avancement des connaissances dans le domaine des matériaux composites durables et respectueux de l'environnement, offrant des perspectives pour des applications dans divers secteurs tels que l'automobile, l'aérospatiale et l'emballage, tout en valorisant les ressources renouvelables.

Perspectives

Le mémoire sur l'élaboration et la caractérisation d'un biocomposite à base d'époxy renforcé par des particules de dattes de différentes tailles et concentrations ouvre plusieurs perspectives intéressantes :

- **Optimisation de la formulation** : Sur la base des résultats obtenus, il serait possible d'explorer différentes combinaisons de tailles et de concentrations de particules de dattes pour obtenir des performances optimales du biocomposite. Des études supplémentaires pourraient être menées pour déterminer les paramètres idéaux qui maximisent la résistance mécanique, la stabilité dimensionnelle et d'autres propriétés souhaitées.
- **Renforcement de la matrice époxy** : L'étude des interactions entre les particules de dattes et la matrice époxy pourrait ouvrir la voie au développement de traitements de surface spécifiques pour améliorer l'adhésion et renforcer les propriétés mécaniques du biocomposite. Des techniques telles que le prétraitement chimique ou la modification de la surface des particules pourraient être envisagées.
- **Caractérisation avancée** : Outre les techniques de caractérisation utilisées dans notre mémoire, il serait intéressant d'explorer d'autres méthodes avancées pour étudier plus en détail les propriétés du biocomposite. Par exemple, l'utilisation de techniques d'imagerie avancées telles que la microtomographie à rayons X pourrait fournir des informations précieuses sur la distribution des particules et la structure interne du matériau composite.
- **Applications spécifiques** : Une fois les propriétés du biocomposite bien caractérisées, des études supplémentaires pourraient être entreprises pour explorer ses applications potentielles dans des domaines tels que l'industrie automobile, l'aérospatiale, la construction ou l'emballage. La durabilité, la légèreté et les propriétés écologiques du biocomposite pourraient en faire un matériau attractif pour des applications spécifiques.
- **Durabilité et recyclage** : Dans le contexte actuel de durabilité et de protection de l'environnement, il serait pertinent d'étudier la durabilité à long terme du biocomposite et ses possibilités de recyclage. Des études sur la dégradation du matériau dans différents environnements et la possibilité de récupérer les particules de dattes pour une réutilisation pourraient être envisagées.

En résumé, ce mémoire offre de nombreuses perspectives pour approfondir les recherches sur les biocomposites renforcés par des particules de dattes. Les résultats obtenus ouvrent la voie à des développements futurs visant à optimiser la formulation, à renforcer les propriétés mécaniques, à explorer de nouvelles techniques de caractérisation, à identifier des applications spécifiques et à promouvoir la durabilité et le recyclage du matériau. Ces perspectives offrent des opportunités passionnantes pour contribuer au domaine du génie des matériaux et de la conception de matériaux durables.

Bibliographie

- [1] Noria BERRAHOU. “Diplôme de Doctorat en Sciences”. Thèse de doct. Université des Sciences et de la Technologie d’Oran, 2016.
- [2] BOUCHAREB Yousra CHERFEDDINE SAFA. “Étude et caractérisation des composites polyester-fibre naturelle, Cas DPLF”. In : ().
- [3] Prunduș Călin GEORGEL. “Résines époxydes renforcées avec des fibres naturelles”. Thèse de doct. Université Laval, 2009.
- [4] Tri-Dung NGO. *Composite and Nanocomposite Materials : From Knowledge to Industrial Applications*. BoD–Books on Demand, 2020.
- [5] F TOULOUM, A BENCHABANE et A KACI. “Nouveau bio-composite local à base de fibres cellulósiques”. In : *Application à l’isolation thermique en bâtiment, Premier séminaire national de génie mécanique (SNGM01), Biskra, Algérie* (2011).
- [6] TADJEDIT SAMIR. “Optimisation par un algorithme génétique de l’endommagement de l’interface fibre”. Thèse de doct. Université Mohamed Boudiaf des sciences et de la technologie, 2014.
- [7] Calin Georgel PRUNDUS. “Résines époxydes renforcées avec des fibres naturelles”. Thèse de doct. Université Laval, 2009.
- [8] C BARRERE et F DAL MASO. “Résines époxy réticulées par des polyamines : structure et propriétés”. In : *Revue de l’institut français du pétrole* 52.3 (1997), p. 317-335.
- [9] Pierre BARDONNET. “Résines époxydes : composants et propriétés”. In : *Techniques de l’ingénieur, traité de Plastique et Composites* 10 (1992).
- [10] Fan-Long JIN, Xiang LI et Soo-Jin PARK. “Synthesis and application of epoxy resins : A review”. In : *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 29 (2015), p. 1-11.
- [11] Guo-Hua DELMAS. “La Biolignine™ : Structure et Application à l’élaboration de résines époxy”. Thèse de doct. 2011.
- [12] Moaadh AOUI, Hamidat SIDALI et al. “Etude numérique du comportement mécanique des plaques en matériaux composites munies de trou circulaire”. Thèse de doct. university of M’sila, 2021.
- [13] Taqiyeddine MOUMENE. “Les composites”. In : (2022).
- [14] Nedjma SAMIRA. “Effet du desencrage et du traitement de surface sur les propriétés physico-mécaniques et thermiques des composites pvc/fibre de papier journal”. In : (2010).

- [15] Mohammed BOUTERAA. “WORKS OF GTU Institute”. Thèse de doct. university of M’sila, 2021.
- [16] DEGHBODJ SAMIR. “Matériaux Composites”. In : ().
- [17] Youcef SOUFI. “Plenary Talk”. In : ().
- [18] Brek SAMIR. “Modélisation numérique de la propagation de l’endommagement et de la rupture dans les matériaux composites stratifiés sous sollicitations thermomécaniques et cycliques. Doctorat thesis,(2012) Université de Batna 2.” In : (2016).
- [19] et T. Matuanal G. LI S. H. Lee. “Mechanical properties of biocomposites from poly(lactic acid)/thermoplastic starch blends reinforced with kenaf fibers,. [Composites Part A : Applied Science and Manufacturing]”. In : *vol. 40, no. 5, pp. 669-674, 2009.* ().
- [20] R. MALLICK et V. K. THAKUR. *Green Biocomposites : Processing, Characterization, and Properties.* in Handbook of Composites from Renewable Materials, Volume 5: Biodegradable Materials, Scrivener Publishing LLC. 2017.
- [21] C. BALEY. *Characteristic properties of flax fibres and their composites.* in Flax, Hemp Fiber : Preparation et Composite Manufacturing, CRC Press, 2014.
- [22] M. Carus et AL. *Market study : Biocomposites (Wood-Plastic Composites (WPC) and Natural Fibre Composites (NFC)) in the European automotive industry.* nova-Institut GmbH, 2018.
- [23] A. N. Netravali et M. M. OGALE. *Composites from Renewable and Sustainable Resources : Challenges and Innovations.* in Green Composites, CRC Press, 2019.
- [24] M. Misra et L. T. Drzal A. K. MOHANTY. *Processing of Green Composites in Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites.* 2005.
- [25] M. Reddy et Y. YANG. *Biodegradable Polymers and Composites : Processing, Properties, and Applications.* 2017.
- [26] T. A. P. Teixeira de FREITAS. *Chapter 17 - Biodegradable and Biobased Materials for Packaging Applications.* in Multilayer Flexible Packaging, Woodhead Publishing. 2016.
- [27] S. Sahoo S. KUMAR et S. K. NAYAK. *Natural Fiber Reinforced Polymer Composites : An Overview.* in Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites, CRC Press. 2005.
- [28] M. A. Abdul Khalil A. M. BALAKRISHNAN et H. P. S. Abdul KHALIL. *Review on the processing and properties of linear low-density polyethylene/natural fiber composites.* Polymer Composites. 2017.
- [29] Fatima Zahra YAHI. “Caractérisation physique d’une fibre végétale (le DISS”. Thèse de doct. Université Mohamed BOUDIAF de M’Sila, 2016.
- [30] Dalila HAMMICHE, Asma BALOUL, Lynda BENGORIR et al. “Caractérisation des fibres végétales locales”. Thèse de doct. université Abderahmane Mira Bejaia, 2021.
- [31] Abdelhakim NEGOUDI et Sayah KHINECH. “étude de comportement mécanique des composites biosourcés”. Thèse de doct. 2015.

Bibliographie

- [32] Amel MEZNAD, Nacera BENGHANEM, Hadda NOUI et al. "Elaboration et caractérisations des composites à matrice thermodurcissable renforcée par des fibres naturelles". Thèse de doct. Univer. Abderrahmane Mira-Béjaia, 2022.
- [33] Hamza NACER. "Effet des différentes méthodes d'extractions de traitements des fibres végétales (palmier dattier) sur les propriétés mécaniques". In : ().
- [34] Lamia YAHIAOUI. "Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss)". Thèse de doct. 2018.
- [35] Sabrina KHENCHELAOU. "Valorisation des noyaux issus des différentes variétés de dattes dans le traitement des effluents industriels". Thèse de doct. 2021.
- [36] Abdelhak RHOUMA et al. "TECHNICAL DOCUMENT ON DOWNY MILDEW OF SOYBEANS". In : *Education* 2014 (2012).
- [37] Mustapha KHALI, Zahida BOUSSENA et Lynda BOUTEKRABT. "Effet de l'incorporation de noyaux de dattes sur les caractéristiques technologiques et fonctionnelles de la farine de blé tendre". In : *Nature & Technology* 12 (2015), p. 15.
- [38] GRICHI AMIRA GRIRA ZINEB. "Elaboration et caractérisation des composites à matrice polyéthylène renforcés par des fibres de noix". In : ().
- [39] Michael ELKINGTON et al. "Hand layup : understanding the manual process". In : *Advanced manufacturing : polymer & composites science* 1.3 (2015), p. 138-151.
- [40] Lata SOCCALINGAME. "Étude des Scénarios de fin de vie des Biocomposites : Vieillesse et Retransformation de Biocomposites PP/Farine De bois et PLA/Fibres de lin". Thèse de doct. Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc, 2014.
- [41] Mabrouk MAACHE. "Elaboration et caractérisation des composites à renfort en fibres naturelles des plantes sauvages." Thèse de doct. 2018.
- [42] Khalil AOUADI. "Développement d'une nouvelle génération de revêtements ultra-durs. Etude de leur comportement tribologique et anticorrosif." Thèse de doct. Paris, ENSAM, 2017.
- [43] Olivier DE ALMEIDA et al. "Comment utiliser un polypropylène-choc issu de boucliers automobiles : conséquences microstructurales et mécaniques du recyclage et de la pollution". In : ().
- [44] Issam RAHIL. "Elaboration et caractérisation de revêtements à base de nitrure de chrome, carbonitrure et carbure de titane élaborés par pulvérisation magnétron". Thèse de doct. Paris, ENSAM, 2013.
- [45] WEE RUI QI. "SYNTHESIS AND STUDY OF ZINC OXIDE NANOSTRUCTURES AND FILMS." In : (2012).
- [46] Huu Thien PHAM. "Contribution à l'étude de la dépollution de l'air chargé en composés organiques volatils par un procédé associant un plasma de décharge à barrière diélectrique impulsionnelle et des catalyseurs". Thèse de doct. Université d'Orléans, 2014.
- [47] Anna CASTELLANO et al. "Characterization of material damage by ultrasonic immersion test". In : *Procedia Engineering* 109 (2015), p. 395-402.

Bibliographie

- [48] K MANSOURI et al. “Effect of Reinforcing Particle Shape on the Behavior of Composites Materials”. In : (2021).
- [49] Martin A HUBBE et al. “Cellulosic nanocomposites : a review”. In : ().
- [50] METLOUG Farida LAIADHI NOUHA. “INFLUENCE DU TAUX DE FIBRE NATURELLE SUR LES PROPRIETES DU COMPOSITE A BASE DE RESINE EPOXY”. In : ().
- [51] Dairi BADRINA. “Effet de la taille des fibres lignocellulosiques sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites polychlorure de vinyle/farine de bois”. Thèse de doct. Université de Béjaia-Abderrahmane Mira, 2010.
- [52] Salim BOUHANK. “Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d’Espagne : Formulations et caractérisations”. Thèse de doct. 2017.