الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Université Mohamed Khider -Biskra-

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département : Génie Mécanique



جامعة محمد خيضر بسكرة

كلية العلوم والتكنولوجيا

قسم: الهندسة الميكانيكية

THÈSE

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

Spécialité : GÉNIE MÉCANIQUE

Option : CONSTRUCTION MÉCANIQUE

CONTRIBUTION DANS LA PRÉDICTION DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE NON LINÉAIRE DE MATÉRIAUX COMPOSITES COMPLEXES

Présentée par :
ABDESSEMED Khaled

Soutenue publiquement le 17/06/2026 devant le jury composé de :

Pr. L. SEDIRA	Professeur	Président	Université de Biskra
Pr. O. ALLAOUI	Professeur	Encadreur	Université de Laghouat
Dr. Y. DJEBLOUN	Maître de Conférences "A"	Examinateur	Université de Biskra
Pr. A. YOUSFI	Professeur	Examinateur	Université de Laghouat
Pr. S. ZIDELMAL	Professeur	Examinateur	Université de Laghouat
Pr. B. GUERIRA	Professeur	Invité	Université de Biskra

REMERCIEMENTS

Au terme de ce travail, je tiens à adresser mes remerciements les plus sincères à mes deux directeurs de thèse, le défunt Professeur M. HADID (rahimahou allah) et le Professeur O. ALLAOUI pour leurs précieux conseils et leur soutien tout au long de l'élaboration de cette thèse. Mes remerciements vont également au Professeur B. GUERIRA, Chef du Département de Génie Mécanique de l'Université de Biskra, ainsi qu'au personnel du PTAPC-CRAPC de Laghouat sans lesquels une grande partie du travail expérimental n'aurait jamais pu voir le jour. Je tiens aussi à remercier Docteur Djemoui MOHAMDI, Chef de département-Adjoint Chargé de la post-graduation au Département de Génie Mécanique de l'Université de Biskra, pour sa patience, son accueil et ses encouragements.

Mes remerciements vont également au Professeur L. SEDIRA, président du jury ainsi qu'aux membres du jury Docteur Y. DJEBLOUN, Professeur A. YOUSFI et Professeur S. ZIDELMAL pour m'avoir fait l'honneur de juger ce travail.

DÉDICACES

À la mémoire du Professeur Mohamed HADID.

À tous les hommes justes.

RÉSUMÉ :

Cette étude constitue une contribution à la valorisation des sous-produits du palmier dattier en les utilisant comme renfort dans les matériaux composites. Les matrices choisies sont constituées du mélange de deux résines époxy, l'une rigide et l'autre flexible, de formulations respectueuses de l'environnement. Nous avons élaboré cinq matrices contenant différentes proportions des deux précédentes résines. Après avoir subies un traitement de mercerisation, des fibres courtes issues du régime (grappe) du palmier dattier sont ajoutées aux matrices pour obtenir cinq composites contenants 30% en masse de fibres. Les essais de traction ont prouvé que, selon la composition du mélange, le comportement des matrices passe du linéaire fragile au non linéaire ductile. Globalement, l'incorporation des fibres de palmier dattier améliore la rigidité des composites obtenues tout en diminuant la contrainte et l'allongement à la rupture. Il a été constaté que l'absorption d'eau augmente avec le pourcentage de résine époxy flexible. L'incorporation des fibres de palmier dattier multiplie cette absorption par un facteur d'environ six. L'analyse thermogravimétrique (ATG) a montré que la température maximale de dégradation augmente à mesure que la proportion d'époxy flexible s'accroît. L'ajout de fibres de palmier dattier réduit légèrement cette température. L'analyse mécanique dynamique (DMA) a révélé que l'augmentation du pourcentage de la résine flexible fait baisser le module de conservation E' tout en élargissant la zone de transition. L'incorporation des fibres de palmier dattier augmente le module de conservation sur toute la gamme de températures étudiée. D'un autre côté, l'augmentation du pourcentage de résine flexible abaisse la température de transition vitreuse T_g tandis que l'ajout de fibres de palmier dattier l'améliore. Les essais de fluage ont prouvé que, à température ambiante, la résine époxy R50S50 (50% rigide + 50% flexible) et le composite R50S50R (R50S50 + 30% de fibres) présentent un comportement viscoélastique linéaire pour une contrainte de 0.5 MPa et un comportement non linéaire pour des contraintes plus élevées. Enfin, le modèle de Schapery a été utilisé avec succès pour modéliser ce comportement non-linéaire.

Mots clés : Palmier dattier, Epoxy, Absorption d'eau, DMA, ATG, Fluage-Recouvrance, Modèle de Schapery.

ABSTRACT:

This study contributes to the valorization of date palm by-products by utilizing them as reinforcement in composite materials. The selected matrices consist of a blend of two epoxy resins, one rigid and one flexible, formulated with environmentally friendly compositions. We developed five matrices containing different proportions of the two aforementioned resins. Short fibers derived from the date palm bunch were subjected to mercerization treatment and then added to the matrices to obtain five composites containing 30 wt% fibers. Tensile tests demonstrated that, depending on the blend composition, the matrices' behavior transitioned from linear-brittle to non-linear-ductile. Overall, the incorporation of date palm fibers improves the stiffness of the resulting composites while decreasing the tensile strength and the elongation at break. It was found that water absorption increases with the percentage of the flexible epoxy resin. The incorporation of date palm fibers multiplies this absorption by a factor of approximately six. Thermogravimetric Analysis (TGA) showed that the maximum degradation temperature increases as the proportion of flexible epoxy increases. The addition of date palm fibers slightly reduces this temperature. Dynamic Mechanical Analysis (DMA) revealed that increasing the percentage of the flexible resin decreases the storage modulus E' while broadening the transition zone. The incorporation of date palm fibers increases the storage modulus over the entire temperature range studied. Furthermore, increasing the percentage of flexible resin lowers the glass transition temperature T_g, whereas the addition of date palm fibers improves it. Creep tests proved that, at ambient temperature, the epoxy resin R50S50 (50% rigid + 50% flexible) and the composite R50S50R (R50S50 + 30% fibers) exhibit linear viscoelastic behavior for a stress of 0.5 MPa and non-linear behavior for higher stresses. Finally, the Schapery model was successfully used to model this non-linear behavior.

Keywords: Date-palm, Epoxy, Water absorption, DMA, TGA, Creep-Recovery, Schapery model.

ملخص

تساهم هذه الدراسة في تثمين مخلفات نخيل التمر من خلال استخدامها كعنصر مقوٍ في المواد المركبة. تتكون المصفوفات المختارة من مزيج من نوعين من راتنجات الإيبوكسي (Epoxy Resins)، أحدهما صلب والآخر مرن، تم تشكيلها بتركيبات صديقة للبيئة. قمنا بتطوير خمس مصفوفات تحتوي على نسب مختلفة من الراتنجين المذكورين أعلاه. تعرضت الألياف القصيرة المشتقة من عذق نخلة التمر إلى معالجة قلوية (Mercerization treatment) ثم أضيفت إلى المصفوفات للحصول على خمس مواد مركبة تحتوي على 30% من وزنها ألياف. أظهرت اختبارات الشد (Tensile tests) أن سلوك المصفوفات، اعتمادًا على تركيب المزيج، تحول من سلوك خطي هش (linear-brittle) إلى لا خطي مطيل (non-linear-ductile). بشكل عام، يؤدي دمج ألياف نخيل التمر إلى تحسين الجساءة (Stiffness) للمواد المركبة الناتجة، بينما يقلل من مقاومة الشد (Tensile strength) والاستطالة عند الكسر (Elongation at break). وُجد أن امتصاص الماء يزداد بزيادة النسبة المئوية لراتنج الإيبوكسي المرن. يؤدي دمج ألياف نخيل التمر إلى مضاعفة هذا الامتصاص بعامل يقارب ستة. أظهر التحليل الحراري الموزون (Thermogravimetric Analysis -TGA) أن درجة الحرارة القصوى للتدهور (Maximum degradation temperature) تزداد مع زيادة نسبة الإيبوكسي المرن. تقلل إضافة ألياف نخيل التمر من هذه الدرجة بشكل طفيف. كشف التحليل الميكانيكي الديناميكي (Dynamic Mechanical Analysis -DMA) أن زيادة النسبة المئوية للراتنج المرن تقلل من معامل التخزين E' (Storage modulus) بينما تعمل على توسيع منطقة الانتقال (transition zone). يؤدي دمج ألياف نخيل التمر إلى زيادة معامل التخزين على مدى نطاق درجات الحرارة المدروس بأكمله. علاوة على ذلك، تؤدي زيادة النسبة المئوية للراتنج المرن إلى خفض درجة حرارة الانتقال الزجاجي T_g (Glass transition temperature)، في حين أن إضافة ألياف نخيل التمر تحسنها. أثبتت اختبارات الزحف (Creep tests) أن راتنج الإيبوكسي R50S50 (50% صلب + 50% مرن) والمادة المركبة R50S50R (R50S50 + 30% ألياف) تظهران سلوكًا لزجًا مرنًا خطيًا (linear viscoelastic behavior) عند درجة الحرارة المحيطة تحت إجهاد قدره 0.5 MPa، وسلوكًا لا خطيًا (non-linear behavior) عند إجهادات أعلى. أخيرًا، تم استخدام نموذج شابيري (Schapery model) بنجاح لنمذجة هذا السلوك اللا خطي.

الكلمات المفتاحية : نخيل التمر، الإيبوكسي، امتصاص الماء، DMA، TGA، الزحف، نموذج شابيري.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION GÉNÉRALE 1
CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE 4
I.1 INTRODUCTION 4
I.2 ÉLABORATION DES COMPOSITES À FIBRES VÉGÉTALES 4
I.2.1 Constituants des fibres végétales 4
I.2.2 Structure d'une fibre végétale 6
I.2.3 Le palmier dattier 8
I.2.3.1 Présentation 8
I.2.3.2 Importance du palmier dattier 9
I.2.3.3 Sous-produits du palmier dattier 12
I.2.3.4 Coût des fibres de palmier dattier 12
I.2.4 Adhérence entre les matrices polymères et les fibres végétales 13
I.2.5 Extraction et prétraitement des fibres végétales 14
I.2.5.1 L'extraction mécanique 14
I.2.5.2 Le rouissage 15
I.2.5.3 L'explosion à la vapeur "Steam explosion" 15
I.2.5.4 Le traitement alcalin (mercerisation ou mercerisage) 16
I.2.5.5 Le traitement enzymatique 18
I.2.5.6 Le traitement plasma 19
I.2.5.7 Le traitement par les silanes 20
I.2.5.8 L'acétylation 22
I.2.6 Matrices utilisées dans les composites à fibres végétales 22
I.2.6.1 Les biopolymères 22
I.2.6.2 Les matériaux inorganiques 23
I.2.6.3 Les polymères thermoplastiques 23
I.2.6.4 Les polymères thermodurcissables 23
I.2.6.4.1 Les résines époxy 23
I.2.6.4.2 Les résines polyesters insaturées 26
I.2.7 Statistiques de la recherche scientifique sur les fibres végétales dans les composites 28
I.3 CARACTÉRISATION DES COMPOSITES À FIBRES VÉGÉTALES 29
I.3.1 Composition chimique des fibres du palmier dattier 29
I.3.2 Propriétés physiques des fibres 30

I.3.3 Essai de traction 34
I.3.3.1 Essai de traction des matrices 34
I.3.3.2 Essai de traction des fibres 35
I.3.3.3 Essai de traction des composites 36
I.3.4 Essai de flexion 37
I.3.5 Essai de torsion 37
I.3.6 Caractérisation de l'interface fibre/matrice 41
I.3.6.1 Essai de déchaussement "pull-out" 41
I.3.6.2 Essai de fragmentation 41
I.3.6.3 Essai de micro-indentation 42
I.3.7 Absorption d'eau 42
I.3.8 Analyse thermogravimétrique (ATG) 44
I.3.9 Caractérisation du comportement viscoélastique 45
I.3.9.1 L'essai de fluage 46
I.3.9.2 L'essai de relaxation 46
I.3.9.3 L'analyse mécanique dynamique (DMA) 47
I.3.9.4 L'équivalence temps-température 50
I.3.9.5 Viscoélasticité linéaire 50
I.3.9.5.1 Principe de superposition de Boltzmann 50
I.3.9.5.2 Modèle de Maxwell 51
I.3.9.5.3 Modèle de Kelvin-Voigt 52
I.3.9.5.4 Modèle de Zener (Modèle du solide linéaire standard) 53
I.3.9.5.5 Modèle de Burgers 54
I.3.9.5.6 Modèles généralisés 55
I.3.9.6 Courbes isochrones 56
I.3.9.7 Viscoélasticité non linéaire 57
I.3.9.7.1 Utilisation des courbes de fluage en 3D 58
I.3.9.7.2 Loi de Findley 58
I.3.9.7.3 Modèles rhéologiques non linéaires 59
I.3.9.7.4 Modèle de Leaderman 59
I.3.9.7.5 Modèle de Schapery 60
I.3.9.7.6 Modèles à intégrales multiples 61
I.3.9.7.7 Modèles à dérivée fractionnaire 61
I.3.9.8 Prise en compte de la viscoplasticité 62
I.4 CONCLUSION 64

CHAPITRE II : MATÉRIAUX ET MÉTHODES 66
II.1 INTRODUCTION 66
II.2 ÉLABORATION DES MATÉRIAUX 66
II.2.1 Préparation des fibres 66
II.2.2 Préparation des matrices 68
II.2.3 Préparation des composites 72
II.3 CARACTÉRISATION 73
II.3.1 Essais de traction 73
II.3.2 Essais d'absorption d'eau 74
II.3.3 Analyse thermogravimétrique 75
II.3.4 Analyse mécanique dynamique (DMA) 75
II.3.5 Essais de fluage-recouvrance 76
II.3.6 Modélisation du comportement viscoélastique non linéaire 77
II.4 CONCLUSION 80
CHAPITRE III : RÉSULTATS ET DISCUSSION 81
III.1 INTRODUCTION 81
III.2 TRACTION 81
III.3 ABSORPTION D'EAU 85
III.4 ANALYSE THERMOGRAVIMÉTRIQUE (ATG) 88
III.5 ANALYSE MÉCANIQUE DYNAMIQUE (DMA) 91
III.6 FLUAGE-RECOUVRANCE 94
III.6.1 Détermination du domaine de viscoélasticité non linéaire 96
III.6.2 Détermination des paramètres viscoélastiques 97
CONCLUSION GÉNÉRALE 104
BIBLIOGRAPHIE 106

LISTE DES SYMBOLES

A	Energie de Helmholtz.
$A\%$	Allongement à la rupture.
a_α	Paramètre viscoélastique non linéaire (modèle de Schapery).
C	Paramètre viscoélastique linéaire (modèle de Schapery).
D	Coefficient de diffusion.
D_0	Complaisance initiale.
D_i	Fonction noyau.
$D(t)$	Complaisance de fluage.
D^α	Opérateur à dérivée fractionnaire.
E	Module d'élasticité.
E'	Module de conservation.
E''	Module de perte.
f	Fréquence.
g_0, g_1, g_2	Paramètres viscoélastiques non linéaires (modèle de Schapery).
G	Module de cisaillement.
$G(t)$	Module de relaxation.
G_e	Module de relaxation à l'équilibre.
h	Epaisseur de l'éprouvette.
H	Enthalpie.
$H(t)$	Fonction de Heaviside.
k	Pente initiale de la courbe d'absorption d'eau.
l_c	Longueur critique de la fibre.
l_e	Longueur insérée de la fibre.
m_0	Masse initiale de l'éprouvette.
m_t	Masse de l'éprouvette après immersion.
$M_t(\%)$	Absorption d'eau.
M_∞	Absorption d'eau à la saturation.
n	Paramètre viscoélastique linéaire (modèle de Schapery).
P	Pression hydrostatique.
R	Constante des gaz parfaits.
R_e	Limite élastique.
r_f	Rayon moyen de la fibre.
R_r	Résistance à la rupture.
$R_{r(f)}$	Résistance à la rupture de la fibre.
S	Entropie.
t	Temps.
T	Température.
$\mathrm{Tan}(\delta)$	Facteur de perte.
T_g	Température de transition vitreuse.
U	Energie interne.
v	Volume d'activation.
β	Angle microfibrillaire
γ_{SV}	Energie de surface du solide en présence de vapeur.

γ_{LV}	Energie de surface du liquide en présence de vapeur.
γ_{SL}	Energie interfaciale solide-liquide.
δ	Angle de déphasage
ΔD	Complaisance transitoire.
ΔG	Module de relaxation transitoire.
ΔH	Energie d'activation.
ε	Déformation.
ε_e	Déformation élastique.
ε_{ve}	Déformation viscoélastique.
ε_{vp}	Déformation viscoplastique.
$\varepsilon_c(t)$	Déformation de fluage.
$\varepsilon_r(t)$	Déformation de recouvrance.
η	Viscosité.
θ	Angle de contact.
λ	Temps de relaxation.
ν	Coefficient de Poisson.
σ	Contrainte.
τ	Temps de retard.
τ_i	Résistance interfaciale au cisaillement
ψ	Temps réduit (fluage).
ω	Pulsation.

LISTE DES FIGURES

Figure I.1 : Structure moléculaire de la cellulose. 4
Figure I.2 : Motif de répétition de la cellulose (cellobiose). 5
Figure I.3 : Monomères de la lignine. 6
Figure I.4 : Structure de la chaîne de l'acide polygalacturonique. 6
Figure I.5 : Structure d'une fibre végétale. 7
Figure I.6 : Angle microfibrillaire β 7
Figure I.7 : Différentes parties du palmier dattier. 8
Figure I.8 : Dessin schématique d'une palme. 9
Figure I.9 : Evolution de la superficie cultivée et de la production de dattes en Algérie. 10
Figure I.10 : Production de dattes par pays en 2023. 10
Figure I.11 : Superficie cultivée de palmier dattier par pays en 2023. 11
Figure I.12 : Angle de contact d'une goutte de liquide sur un solide. 13
Figure I.13 : Extraction mécanique des fibres végétales. 14
Figure I.14 : Schéma d'une machine d'extraction de fibres végétales. 15
Figure I. 15 : Schéma de principe du procédé de l'explosion à la vapeur. 16
Figure I.16 : Schéma du traitement de surface par plasma. 19
Figure I.17 : Mécanisme de réaction du silane avec les fibres végétales. 21
Figure I.18 : Evolution de l'angle de contact d'une goutte d'eau déminéralisée sur une fibre de palmier dattier. 22
Figure I.19 : Fonction époxyde (oxirane). 24
Figure I.20 : Consommation de résines époxy par secteur d'activité. 24
Figure I.21 : Synthèse de la résine époxy diglycidyléther de bisphénol A (DGEBA). 25
Figure I. 22 : Formule générale du diclycidyléther de bisphénol A (DGEBA). 25
Figure I.23 : Bisphénol F. 25
Figure I.24 : Structure chimique de la résine époxy TGMDA. 26
Figure I.25 : Synthèse de la résine époxy Novolac (EPN). 26
Figure I.26 : Synthèse du polyester insaturé. 27
Figure I.27 : Nombre d'articles scientifiques publiés durant la période 2000-2024. 28
Figure I.28 : Classement des pays par nombre d'articles durant la période 2000-2024. 29
Figure I.29 : Section réelle d'une fibre végétale (chanvre). 31
Figure I.30 : Sections de différentes fibres végétales. 32
Figure I.31 : Fixation d'une fibre pour l'essai de traction. 35
Figure I.32 : Exemple de courbes de traction des fibres du palmier dattier. 36
Figure I.33 : Essai de déchaussement "pull-out" 41
Figure I.34 : Eprouvette pour l'essai de fragmentation. 42
Figure I.35 : Essai de micro-indentation. 42
Figure I.36 : Variation de l'absorption d'eau en fonction de la racine carrée du temps. 43
Figure I.37 : Absorption d'eau en fonction du temps pour la résine époxy et les composites époxy/fibres de palmier dattier. 44
Figure I.38 : Courbes ATG et DTG pour la résine époxy et les composites époxy/fibres de palmier dattier. 45
Figure I.39 : Différentes phases du fluage. 46
Figure I.40 : Relaxation de la contrainte. 46
Figure I.41 : Variation de E', E'' et Tan(δ) en fonction de la température. 48

Figure I.42 : Variation de *E'*, *E''* et Tan(δ) en fonction de la température pour les composites hydrides époxy/fibres de palmier dattier et de kénaf. 49
Figure I.43 : Relation contrainte/déformation pour un ressort et un amortisseur. 50
Figure I.44 : Fluage d'un solide à comportement viscoélastique linéaire. 51
Figure I.45 : Modèle de Maxwell avec sa réponse en fluage et en relaxation. 52
Figure I.46 : Modèle de Kelvin-Voigt avec sa réponse en fluage-recouvrance. 53
Figure I.47 : Modèle de Zener. 54
Figure I.48 : Modèle de Burgers. 55
Figure I.49 : Modèle de Maxwell généralisé. 55
Figure I.50 : Modèle de Kelvin-Voigt généralisé. 56
Figure I.51 : Traçage des courbes isochrones. 56
Figure I.52 : Courbes isochrones pour matériau viscoélastique linéaire et non linéaire. 57
Figure I.53 : Représentation des résultats de fluage en 3D. 58
Figure I.54 : Modèle de Burgers non linéaire. 59
Figure I.55 : Exemples de modèles rhéologiques fractionnaires. 62
Figure I.56 : Modèle de Kelvin-Voigt-Bingham. 63
Figure I.57 : Modèle fractionnaire élasto-viscoplastique (Nishihara modifié). 64
Figure II.1 : Régimes du palmier dattier : (a) avant séchage, (b) après séchage. 66
Figure II.2 : Broyeur. 67
Figure II.3 : Tamis N°150 (taille de maille 0.1 mm). 67
Figure II.4 : Fibres broyées : (a) avant tamisage, (b) après tamisage. 67
Figure II.5 : Traitement alcalin des fibres de palmier dattier. 68
Figure II.6 : Séchage des fibres de palmier dattier traitées. 68
Figure II.7 : Résines époxy Resoltech : (a) Rigide 1050 avec durcisseur 1055S, (b) Souple 1600 avec durcisseur 1606. 69
Figure II.8 : Caractéristiques géométriques des différentes éprouvettes : (a) Traction, (b) Absorption d'eau, (c) DMA 70
Figure II.9 : Moules et couvercles en silicone RTV. 71
Figure II.10 : Exemples d'éprouvettes démoulées avant ébavurage. 71
Figure II.11 : Eprouvettes en époxy : (a) Traction, (b) DMA, (c) Absorption d'eau. 72
Figure II.12 : Eprouvettes en époxy scellées sous vide. 72
Figure II.13 : Eprouvettes en composite : (a) Traction, (b) DMA, (c) Absorption d'eau. 73
Figure II.14 : Eprouvettes en composite scellées sous vide. 73
Figure II.15 : Machine de traction Instron 5969. 74
Figure II.16 : Balance analytique et vases d'immersion. 74
Figure II.17 : Appareil d'analyse thermogravimétrique SETARAM Labsys Evo STA. 75
Figure II.18 : Appareil d'analyse dynamique mécanique (DMA) Metravib DMA50. 76
Figure II.19 : Variation de la contrainte en fonction du temps pour un essai de fluage-recouvrance. 77
Figure III.1 : Courbes de traction des résines époxy. 81
Figure III.2 : Courbes de traction des composites époxy-fibres de palmier dattier. 82
Figure III.3 : Modules d'élasticité des résines et des composites. 83
Figure III.4 : Contrainte à la rupture des résines et des composites. 84
Figure III.5 : Allongement à la rupture des résines et des composites. 84
Figure III.6 : Absorption d'eau des résines époxy. 86
Figure III.7 : Absorption d'eau des composites époxy-fibres de palmier dattier. 86

Figure III.8 : Liaison hydrogène entre les molécules d'eau et les groupes hydroxyles de la cellulose d'une fibre végétale [33]..... 88
Figure III.9 : Courbes ATG et DGT pour les fibres de palmier dattier..... 89
Figure III.10 : Courbes ATG et DGT pour les résines époxy. 89
Figure III.11 : Courbes ATG et DTG pour les composites époxy-fibres de palmier dattier. .. 89
Figure III.12 : Variation du module de conservation *E*' des résines époxy en fonction de la température..... 92
Figure III.13 : Variation du module de conservation *E*' des composites en fonction de la température..... 92
Figure III.14 : Variation du facteur de perte Tan(δ) des résines époxy en fonction de la température..... 93
Figure III.15 : Variation du facteur de perte Tan(δ) des composites en fonction de la température..... 93
Figure III.16 : Température de transition vitreuse T_g des résines époxy et des composites correspondants..... 94
Figure III.17 : Courbes de fluage de la résine époxy R50S50. 94
Figure III.18 : Courbes de fluage du composite R50S50R. 95
Figure III.19 : Courbes de recouvrance de la résine époxy R50S50..... 95
Figure III.20 : Courbes de recouvrance du composite R50S50R..... 96
Figure III.21 : Courbes isochrones pour la résine époxy R50S50. 96
Figure III.22 : Courbes isochrones pour le composite R50S50R..... 97
Figure III.23 : Régression sur Excel (domaine linéaire). 98
Figure III.24 : Paramétrage du Solveur sur Excel. 99
Figure III.25 : Régression sur Excel (domaine non linéaire) 101

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1 : Nombre de palmiers dattier en Algérie selon différentes sources. 11
Tableau I.2 : Quantités de sous-produits générées annuellement par le palmier dattier. 12
Tableau I.3 : Détails des sous-produits générés annuellement par le palmier dattier. 12
Tableau I.4 : Conditions de mercerisage des fibres du palmier dattier. 17
Tableau I.5 : Propriétés des résines époxy [148]. 24
Tableau I.6 : Propriétés du polyester insaturé [153]. 27
Tableau I.7 : Composition chimique moyenne des fibres du palmier dattier. 29
Tableau I.8 : Propriétés physiques moyennes des fibres du palmier dattier. 32
Tableau I.9 : Propriétés mécaniques des fibres du palmier dattier. 38
Tableau II.1 : Propriétés des résines époxy Resoltech 1050 et 1600. 69
Tableau II.2 : Composition des résines époxy préparées. 69
Tableau II.3 : Caractéristiques de l'appareil SETARAM Labsys Evo STA. 75
Tableau II.4 : Caractéristiques de l'appareil Metravib DMA50. 76
Tableau III.1 : Caractéristiques mécaniques des résines et des composites. 83
Tableau III.2 : Absorption d'eau à la saturation M_∞ et coefficient de diffusion D. 87
Tableau III.3 : Absorptions d'eau à la saturation M_∞ publiées par d'autres chercheurs. 88
Tableau III.4 : Résultats de l'ATG pour les fibres, les résines époxy et les composites. 90
Tableau III.5 : Paramètres viscoélastiques linéaires. 101
Tableau III.6 : Paramètres viscoélastiques non linéaires. 102
Tableau III.7 : Exemples de paramètres non linéaires pour différents matériaux. 102

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Le développement de l'être humain a toujours été associé au développement des matériaux qu'il utilise. Ainsi, on parle d'âge de pierre, âge de bronze, âge de fer, …[1]. Actuellement, nous vivons l'ère de la révolution industrielle 4.0 à laquelle correspondent les matériaux 4.0 avec de nouvelles exigences et nouvelles performances [2]. L'utilisation des fibres constitue un exemple d'évolution des exigences : Depuis la nuit des temps, l'être humain a toujours utilisé les fibres naturelles pour répondre à ses différents besoins : confection d'habits, construction de gîtes … Il s'agit aussi bien de fibres d'origine animale (soie, laine, …) que de fibres d'origine végétale (coton, lin, …). Ces fibres répondaient parfaitement aux besoins des humains et ne représentaient pas de risque ni pour la santé ni pour l'environnement. Les fibres synthétiques ne sont apparues que depuis quelques dizaines d'années. Elles présentent plusieurs avantages tels que les bonnes caractéristiques mécaniques, le bas prix, la facilité de mise en œuvre notamment pour l'élaboration des matériaux composites …Ceci a provoqué une explosion de la consommation de ces fibres surtout dans les pays développés. C'est alors que surgit un nouveau problème qui était inconnu auparavant avec les fibres naturelles ; il s'agit de l'impact écologique. En effet, la production des fibres synthétiques et des matières plastiques en général consomme beaucoup d'énergie et génère d'énormes quantités de gaz carbonique CO_2 ce qui est néfaste pour l'environnement. De plus, ces matières sont produites en quelques heures mais nécessitent plusieurs siècles pour se dégrader ; la planète ne peut plus absorber tous ces déchets. C'est l'une des raisons pour lesquelles les scientifiques ont inventé le concept d'Analyse du Cycle de Vie (ACV) (en anglais Life Cycle Assessment, LCA) qui est définie par les normes ISO 14040 et ISO 14044 comme étant une "compilation et évaluation des intrants, des extrants et des impacts environnementaux potentiels d'un système de produits au cours de son cycle de vie". En bref, il s'agit d'analyser le cycle de vie du produit depuis la phase de "naissance" jusqu'à la phase de "mort" en passant par la phase de "maturation". On doit essayer de réduire la consommation de ressources et l'émission de gaz dans chacune de ces trois phases. Dans le même contexte, le spécialiste en écoconception doit réfléchir à l'élimination du produit conçu en fin de vie avant même sa fabrication.

Poursuivant ses efforts pour la promotion de la prospérité et la protection de la planète, l'Organisation des Nations Unis (ONU) a fixé dix-sept objectifs à atteindre entre 2015 et 2030 pour assurer le développement durable de l'humanité [3]. Les deux objectifs N°9 et N°12 insistent sur la nécessité absolue de réduire les déchets et de promouvoir une industrialisation durable. Par ailleurs, les différentes campagnes de sensibilisation ont créé une attitude positive des consommateurs envers les produits respectant l'environnement [4]. En effet, l'individu civilisé considère que l'achat de produits alignés sur les standards environnementaux contribue au développement durable. Ainsi, le respect de l'environnement est devenu un argument d'achat chez le consommateur. Ceci a poussé les grands groupes industriels à proposer des produits qui répondent aux attentes de leurs clients notamment en élaborant des matériaux ayant une faible empreinte carbone. C'est le cas par exemple de la voiture Mercedes-Benz classe A (2018) dont plusieurs composants d'intérieur sont fabriqués en composites à fibres naturelles (toit ouvrant, panneaux de portes, couvercle moteur, habillage arrière, …) [5]. Cette tendance va se renforcer avec l'entrée en vigueur (en 2026) du Mécanisme d'Ajustement Carbone aux Frontières (MACF) (en anglais Carbon Border Adjustment Mechanism, CBAM) qui va imposer un droit de douane environnemental sur les produits importés en Europe et possédant une forte

empreinte carbone. À performances égales, tout gain de poids aura un impact positif sur l'empreinte carbone : la réduction du poids d'un véhicule de 10% améliorerait son efficacité énergétique de 7% [6]. De même, la réduction du poids d'un Boeing 747 de 1 kg se traduirait par une diminution des émissions de gaz de 0.94 kg et une réduction de la consommation de carburant de 0.3 kg [7].

Devant ces nouveaux défis, la communauté scientifique s'est mobilisée pour élaborer des produits respectant les normes environnementales. En particulier, le nombre de travaux de recherche concernant les matériaux composites écologiques ne cesse d'augmenter d'année en année. Les scientifiques explorent les possibilités d'utilisation des fibres naturelles (Bambou, chanvre, jute, lin, kénaf, …) comme renfort ou charge dans différents types de matrices. Cette tendance est encouragée par le volume du marché mondial des composites à fibres naturelles qui est estimé à 9.44 milliards de dollars en 2024 et pourrait atteindre les 18.65 milliards de dollars en 2030 avec taux de croissance annuel de 12% [8]. D'autres sources [9] estiment le volume de ce marché à 12.4 milliards de dollars en 2025 et pourrait atteindre les 35.7 milliards de dollars en 2034 avec un taux de croissance annuel de 12.5%. Les fibres végétales possèdent plusieurs avantages tels que l'abondance, le faible coût, les bonnes caractéristiques spécifiques, le caractère non-abrasif, la biodégradabilité, la faible émission de substances toxiques, … Les efforts des chercheurs se concentrent sur les techniques d'élaboration et les méthodes de caractérisation.

Le développement d'un composite à fibres naturelles, comme pour tout type de matériau, passe par deux grandes étapes : l'élaboration et la caractérisation. Les techniques d'élaboration concernent d'abord l'extraction et le prétraitement des fibres. Ensuite, les composites sont fabriqués par l'une des techniques d'élaboration classiques (injection, moulage au contact, moulage sous pression, moulage sous vide, …). La caractérisation détermine le champ d'application, elle concerne la matrice, les fibres végétales ainsi que le composite élaboré. Elle couvre une large gamme de caractéristiques (caractéristiques physiques, caractéristiques de l'interface, caractéristiques mécaniques, caractéristiques viscoélastiques, absorption d'eau, fluage, fatigue, vieillissement, …). En général, la détermination des caractéristiques instantanées ne pose pas de grands problèmes. Par contre, les phénomènes qui n'apparaissent qu'après un certain temps sont beaucoup plus difficiles à appréhender. C'est le cas du fluage, de la fatigue, de l'absorption d'humidité, de l'usure, du vieillissement, …Dans ces cas, la modélisation mathématique est tout aussi difficile que la conduite des expériences pratiques.

Le comportement non linéaire des matériaux se manifeste à chaque fois que le rapport entre une grandeur de sortie et une grandeur d'entrée n'est plus constant ; autrement dit, lorsque le principe de superposition n'est plus applicable [10]. Ce comportement est tellement répandu qu'il doit être considéré comme étant la règle et non l'exception [11]. La linéarisation est, de ce fait, une simplification qui altère les caractéristiques naturelles et qui peut entraîner des conclusions erronées [12]. Il existe trois types de non-linéarité en mécanique du solide [10], [13], [14], [15] : La non-linéarité matérielle (la relation entre la contrainte et la déformation n'est plus linéaire), la non-linéarité géométrique (la définition linéarisée des déformations et des contraintes n'est plus adéquate) et la non-linéarité dû au changement des conditions aux limites. Dans les matériaux composites, la non-linéarité peut aussi être provoquée par l'endommagement (fissuration de la matrice, décohésion fibre-matrice, délaminage, rupture du renfort) et par le changement d'orientation des fibres au cours de la sollicitation (Effet de cisaillement, "Scissoring effect") [16]. Il existe beaucoup d'autres phénomènes qui ont un

caractère non linéaire tels que l'absorption d'eau, la dilatation thermique (lorsque le coefficient de dilatation thermique est variable), …

Le comportement viscoélastique devient non linéaire lorsque le niveau de chargement est élevé ainsi que lorsque la température est élevée et que le temps de sollicitation est long. L'absorption d'humidité accentue encore plus ce phénomène [17]. Dans ce cas, la complaisance de fluage et le module de relaxation ne dépendent pas seulement du temps ce qui fait que le principe de superposition de Boltzmann n'est plus applicable. Selon les conditions de sollicitation, des matériaux de différentes natures présentent un comportement viscoélastique non linéaire : bitume [18], métal [19], tissu biologique [20], roche [21], adhésif [22], thermoplastique [23], thermodurcissable [24], élastomère [25], composite à matrice thermoplastique [26], composite à matrice thermodurcissable [27], composite à fibres naturelles [28], … Ce comportement est modélisé par plusieurs modèles mathématiques : Loi de Findley, modèle de Green et Rivlin, modèles rhéologiques non linéaires, modèle de Schapery, modèles à dérivées fractionnaires, … La caractérisation consiste à choisir un modèle et à identifier ses paramètres par ajustement numérique du modèle aux résultats expérimentaux réalisés.

Le travail de cette thèse se fixe comme objectif le développement d'un matériau écologique en explorant les possibilités d'utilisation des fibres de palmier dattier comme renfort dans les matériaux composites ; l'Algérie est l'un des plus grands producteurs de dattes dans le monde ($3^{ème}$ rang mondial en 2023 [29]). L'exploitation du palmier dattier dans notre pays génère annuellement de grandes quantités de sous-produits (tonnage estimé entre 397713 et 1077802 tonnes en 2023). Il serait donc intéressant d'explorer les voies de valorisation de ces sous-produits notamment dans l'élaboration des matériaux composites. Il s'agit de la poursuite d'un effort qui a déjà été entamé depuis plusieurs années par différentes équipes de recherche où les fibres de palmier dattier sont associées à des matrices thermoplastiques [30], [31], thermodurcissables [32], [33], [34], [35], biopolymères [36], [37] et inorganiques [38], [39]. Dans notre cas, nous cherchons à élaborer et caractériser un composite à matrice époxy renforcée par des fibres courtes de palmier dattier. L'accent sera mis sur les effets de la composition de la matrice et de l'ajout de fibres sur certains comportements non linéaires (élasticité, viscoélasticité et absorption d'eau).

La thèse est divisée en trois chapitres. Le premier chapitre est une revue bibliographique des travaux scientifiques réalisés dans le domaine étudié. Il s'agit de parcourir la littérature scientifique afin de rassembler le maximum d'informations sur les techniques d'élaboration et les méthodes de caractérisation. Le deuxième chapitre est consacré à l'étude expérimentale. Nous allons y expliquer les détails de l'élaboration des différentes éprouvettes ainsi que les conditions de réalisation des différents essais de caractérisation. Le troisième chapitre contient les principaux résultats obtenus avec les interprétations correspondantes : courbes de traction, courbes d'absorption d'eau, courbes d'ATG/DTG, courbes de DMA et courbes de fluage-recouvrance. Les courbes isochrones mettront en évidence le comportement viscoélastique non linéaire qui sera modélisé par le modèle de Schapery. La démarche de détermination des paramètres de ce modèle y sera expliquée en détail. Nous terminons la thèse par une conclusion générale résumant les principaux résultats et proposant certaines idées susceptibles de constituer des noyaux pour de futurs travaux de recherche.

CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 INTRODUCTION

Ce chapitre est divisé en deux grandes parties : une première partie consacrée à l'élaboration et une deuxième consacrée à la caractérisation. Nous allons passer en revue quelques techniques d'extraction et de prétraitement des fibres végétales en insistant sur les fibres de palmier dattier. La caractérisation concerne les fibres, les matrices et les composites. Nous allons nous intéresser aux caractéristiques physiques (masse volumique, morphologie, absorption d'eau) ainsi qu'aux caractéristiques mécaniques (module d'élasticité, résistance à la rupture, allongement à la rupture) et viscoélastiques (module de conservation, module de perte, facteur de perte). Des tableaux comparatifs résumeront les résultats obtenus par différents chercheurs à travers le monde. Nous terminons par exposer les différents modèles utilisés en viscoélasticité linéaire et non linéaire.

I.2 ÉLABORATION DES COMPOSITES À FIBRES VÉGÉTALES

I.2.1 Constituants des fibres végétales

Les trois principaux constituants des fibres végétales sont la cellulose, l'hémicellulose et la lignine dans des proportions qui varient d'une plante à une autre et même au sein d'une même plante [40]. Les fibres végétales contiennent également de la pectine, des cires, des substances solubles et de l'huile … D'après Zeitoun [41] les liaisons hémicelluloses-cellulose sont constituées de liaisons hydrogènes et Van der Waals, tandis que les liaisons hémicelluloses-lignines sont des liaisons covalentes de type ester et éther.

a. <u>La cellulose</u>

La cellulose (figure I.1) est un polymère linéaire d'unités de D-anhydroglucopyranose reliées entre elles par des liaisons β-1,4-glucosidiques [42]. Le degré de polymérisation est notée "*n*".

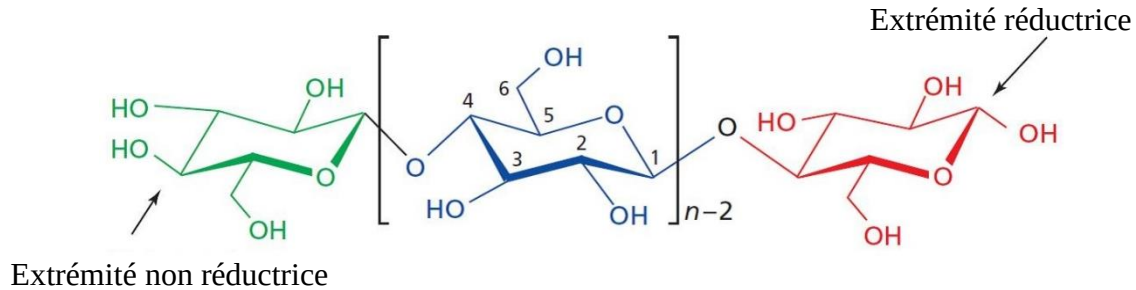


Figure I.1 : Structure moléculaire de la cellulose [42].

La cellulose est aussi définie comme une macromolécule constituée de maillons de glucose $C_6H_{12}O_6$. Le motif de répétition est le dimère cellobiose (figure I.2) qui est constitué de deux molécules de glucose [43].

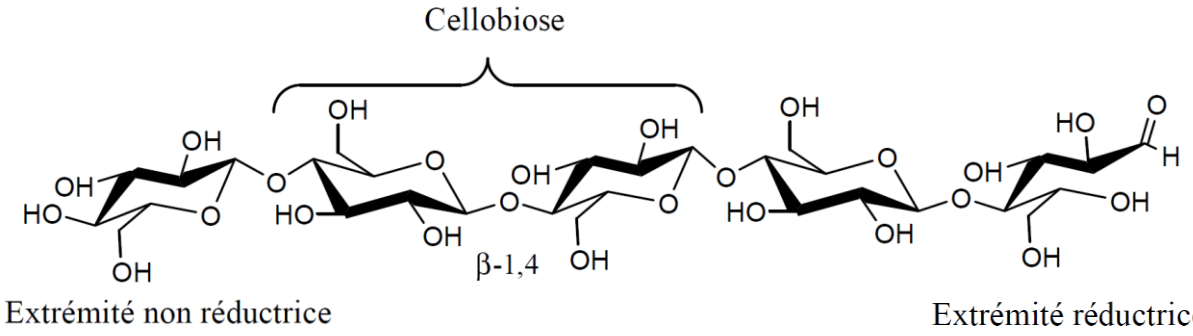


Figure I.2 : Motif de répétition de la cellulose (cellobiose) [43].

Le degré de polymérisation de la cellulose (c'est-à-dire la longueur de sa chaîne) varie d'une plante à une autre, il peut atteindre ou même dépasser 10000 [44]. Les trois groupes hydroxyles (-OH) de chaque molécule de glucose forment des liaisons hydrogène intramoléculaires et intermoléculaires conditionnant ainsi la structure cristalline et les propriétés physiques. Les chaînes de cellulose se combinent pour former des structures de base appelées microfibrilles qui sont constituées de zones cristallines et de zones amorphes. Ces dernières ont moins de liaisons hydrogène intermoléculaires ce qui expose les groupes hydroxyles (-OH) à la liaison avec la molécule d'eau [45]. Toutes les fibres végétales sont ainsi hydrophiles possédant un taux d'humidité compris entre 8 et 13% [46]. La cellulose cristalline possède un module d'élasticité d'environ 136 GPa [4]. La quantité de cellulose formée annuellement dans le monde est estimée à 1.5×10^{12} tonnes ce qui représente le biopolymère le plus abondant sur terre [47].

b. L'hémicellulose

L'hémicellulose n'est pas une forme de cellulose comme son nom le laisse croire. Elle est constituée d'un ensemble de polymères polysaccharides contenant principalement les sucres D-xylopyranose, D-glocopyranose, D-galactopyranose, L-arabinofuranose, D-mannopyranose, ainsi que l'acide D-glycopyranosyluronique [45]. Contrairement à la cellulose qui est un polymère linéaire, les hémicelluloses présentent un degré considérable de ramification de chaînes [48]. Les hémicelluloses sont amorphes et forment un lien entre la cellulose et la lignine. Elles sont aussi responsables de l'absorption d'eau dans la paroi des fibres.

c. La lignine

La lignine est composée de différents monomères aliphatiques et aromatiques tels que l'alcool P-coumarylique, l'alcool P-coniférylique et l'alcool sinapylique (figure I.3). Il s'agit donc d'un polymère complexe qui présente une structure de réseau amorphe et tridimensionnelle [49]. Elle est hydrophobe, insoluble dans la majorité des solvants et ne peut être décomposée en monomères unitaires [44]. La lignine joue un important rôle dans le transport des liquides dans les plantes [50]. Elle sert comme "colle" ou "ciment" reliant les différents constituants et contribue aussi à la rigidité de la plante [51].

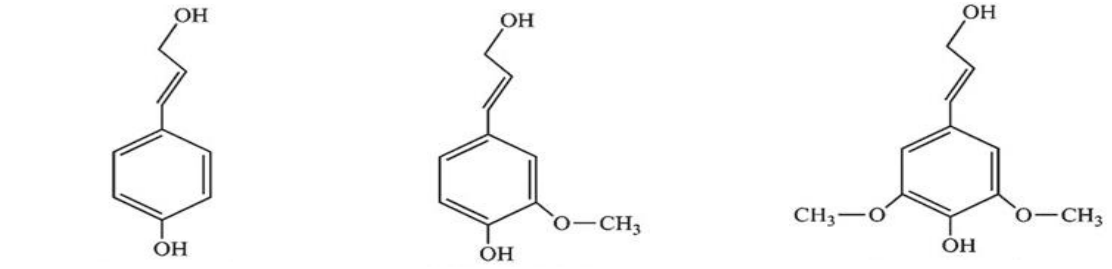


Figure I.3 : Monomères de la lignine [49].

d. <u>Les pectines</u>

Les pectines sont des polysaccharides acides dont la chaîne principale est composée de monomères d'acide uronique liés en 1-4 (figure I.4) [52]. Souvent, des molécules de rhamnose sont insérées entre ces monomères par les liaisons 1-2 et 1-4. Certaines de ces unités de rhamnose portent des chaînes latérales composées de monosaccharides neutres tels que le galactose et l'arabinose. Les pectines régulent la porosité et l'hydratation des parois de la plante [53]. Elles participent aussi à l'adhésion et aux mécanismes de défense des cellules. Les pectines peuvent être extraites par l'eau, les acides dilués ou l'oxalate d'ammonium [41].

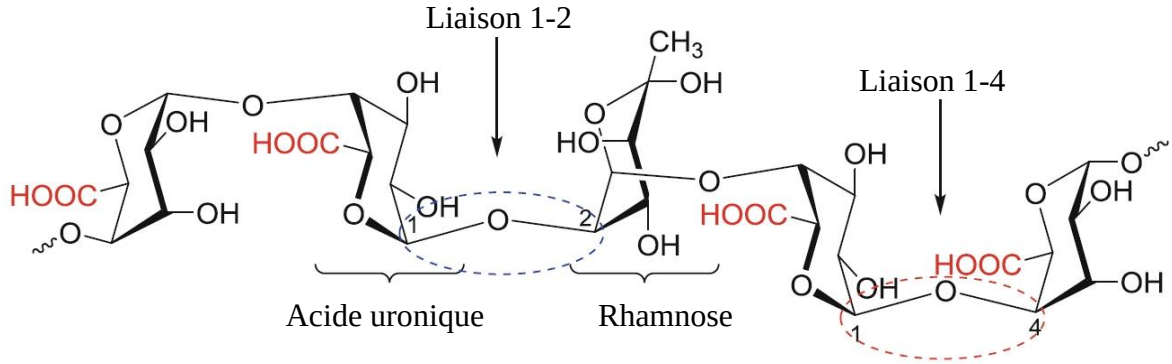


Figure I.4 : Structure de la chaîne de l'acide polygalacturonique [52].

I.2.2 Structure d'une fibre végétale

La fibre végétale typique (figure I.5) n'est pas homogène. Elle a une forme grossièrement assimilable à un cylindre avec un diamètre qui varie selon la nature de la fibre (typiquement 10 µm environ [54]). Elle est constituée d'une lamelle mitoyenne "LM", d'une paroi primaire "P" et de trois parois secondaires "S1", "S2", "S3" [55]. Le creux de la paroi secondaire "S3" s'appelle lumen, il permet le transfert de la sève et de l'eau [56]. Les différentes parois contiennent des microfibrilles de cellulose noyées dans une matrice d'hémicellulose, de lignine et de pectines [57]. Le diamètre des microfibrilles typiques est compris entre 10 nm et 30 nm [44]. Le pourcentage de cellulose, d'hémicellulose et de lignine varie considérablement d'une paroi à une autre. La paroi secondaire "S2" est la plus épaisse, elle contient la majeure partie de la cellulose. La lamelle mitoyenne "LM" qui relie les cellules adjacentes est presque entièrement constitué de lignine [58].

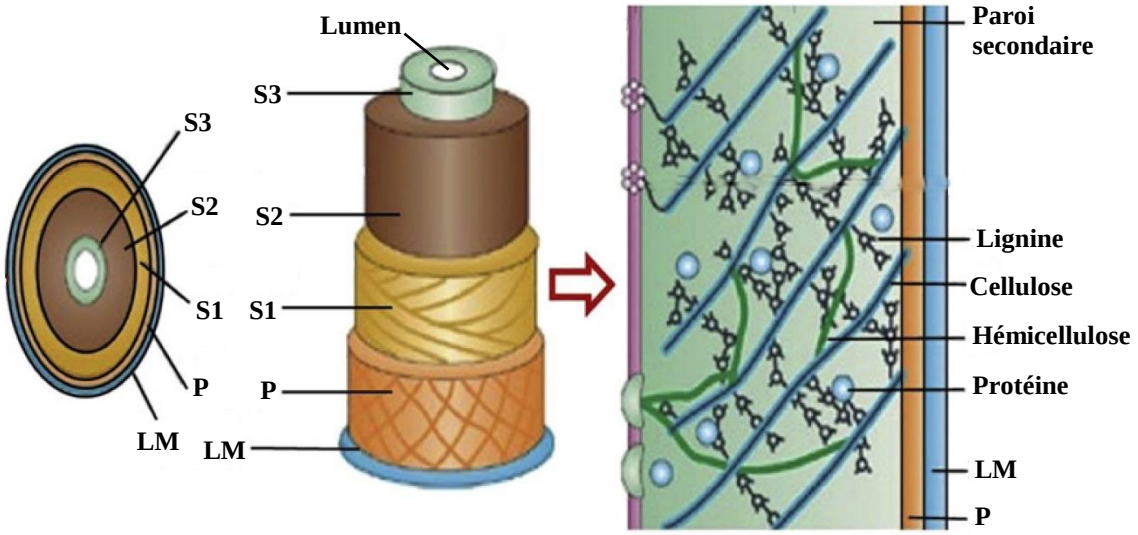


Figure I.5 : Structure d'une fibre végétale [55].

Les microfibrilles de cellulose sont disposées en hélice dans les différentes parois de la fibre (figure I.6) selon un angle β par rapport à l'axe appelé angle microfibrillaire [57]. Les propriétés mécaniques des fibres végétales sont fortement liées à la teneur en cellulose et à l'angle microfibrillaire [46]. Les fibres végétales les plus performantes sont celles possédant une importante teneur en cellulose ainsi qu'un faible angle microfibrillaire (7° à 12°) [45].

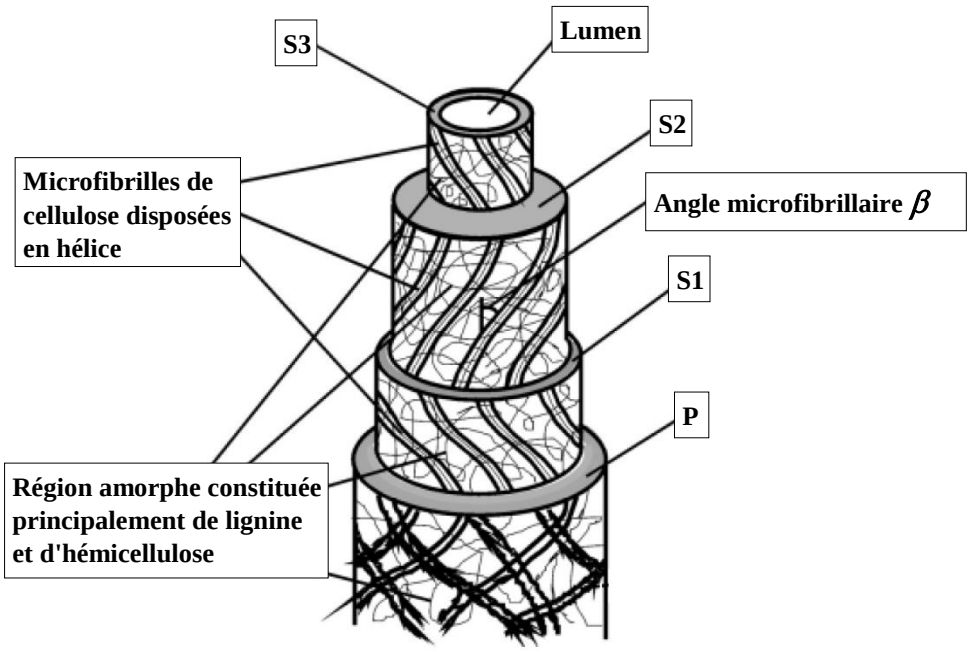


Figure I.6 : Angle microfibrillaire β [59].

Chaque fibre végétale peut être considérée comme un matériau composite dans lequel des microfibrilles de celluloses rigides sont immergées dans une matrice de lignine et d'hémicellulose [59].

I.2.3 Le palmier dattier

I.2.3.1 Présentation

Le palmier dattier (figure I.7) est une plante fruitière monocotylédone arborescente de la famille des Arécacées [60]. Son pseudo tronc (stipe) possède un diamètre de 40 à 50 cm avec une hauteur pouvant atteindre 20 à 30 m. Il peut contenir jusqu'à 100 palmes de 3 à 6 m de long possédant chacune une durée de vie variant de 3 à 7 ans. Chaque année, il produit environ 12 nouvelles palmes [61]. Au niveau de la base des palmes (pétioles), le stipe est recouvert d'une sorte de bourre fibreuse appelée fibrillium [62]. Les fruits (dattes) sont supportés par le régime (grappe) qui est accroché au stipe par la hampe. La datte est approximativement de forme cylindrique avec une largeur pouvant atteindre 4 cm et une longueur comprise entre 2.5 et 7.5 cm [63]. Chaque année, le palmier dattier produit entre 5 et 15 régimes (grappes) de dattes pouvant contenir chacun 1000 dattes pour une masse comprise entre 6 et 8 kg [64]. A pleine maturité, la productivité peut atteindre les 100 à 200 kg/palmier/année [65]. Le palmier dattier est dioïque, c'est-à-dire qu'il porte des fleurs mâles et femelles sur des pieds distincts [61]. La durée de vie économique d'un palmier dattier est généralement de 40 à 50 ans, mais certains peuvent vivre jusqu'à 150 ans et continuer à produire [66].

Le palmier-dattier peut survivre dans une large gamme de températures allant de -15 °C jusqu'à +60 °C [67].

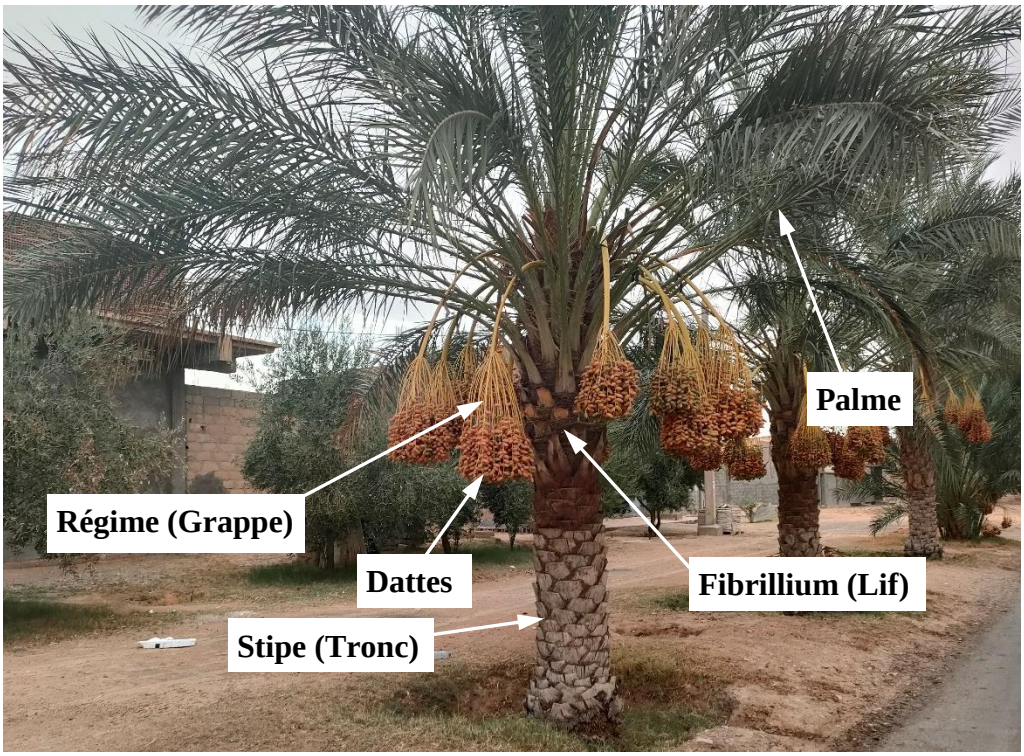


Figure I.7 : Différentes parties du palmier dattier.

En 1753, le naturaliste suédois Carl von Linné a nommé le palmier dattier *Phoenix dactylifera*. Son nom de genre est dérivé de *Phoenix* (= Phéniciens), puisque ce sont les Phéniciens qui auraient diffusé le palmier dattier. Quant à son nom d'espèce, il se compose de *dactyles* = dattes (du grec dactylos = doigt) et *fero* = porté (c'est-à-dire porteur de dattes) [60].

La palme adulte est composée de trois parties (figure I.8) : Le pétiole, le rachis et les folioles (feuilles).

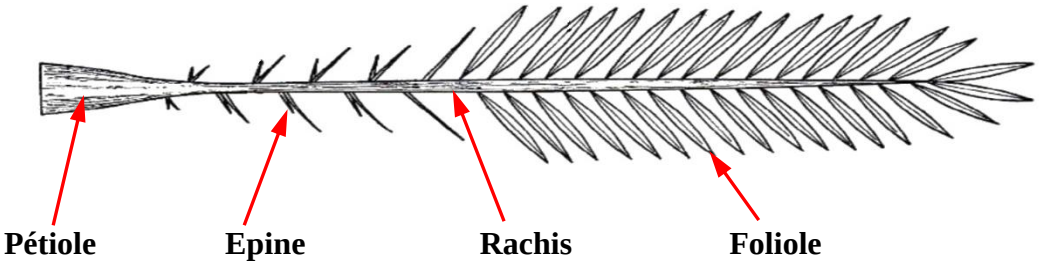


Figure I.8 : Dessin schématique d'une palme.

I.2.3.2 Importance du palmier dattier

La culture du palmier dattier (phœniciculture) est l'activité agricole la plus importante dans les régions désertiques de la zone MENA (Moyen orient et Afrique du nord) [68]. Elle est considérée comme le pivot de l'agriculture dans les oasis en créant un microclimat adapté à la culture d'arbres fruitiers, de céréales et de légumes [69]. Actuellement, le palmier dattier est cultivé aussi en Espagne, en Australie, en Inde, au Pakistan, au Mexique, en Afrique du Sud, en Amérique du Sud et aux Etats-Unis. Ceci étant, la première apparition du palmier dattier remonte vraisemblablement à 4000 ans avant J.-C. en Mésopotamie [56]. Avec 23 citations, le palmier dattier est l'arbre le plus cité dans le livre saint du Coran [67]. En 2022, le Comité de sauvegarde du patrimoine culturel immatériel de l'Unesco a inscrit les connaissances, savoir-faire, traditions et pratiques associés au palmier dattier sur la Liste représentative du patrimoine culturel immatériel de l'humanité [70].

Il existe plus de 2600 variétés de palmier dattier dans le monde [56] dont 952 cultivars en Algérie [71] où Deglet-Nour reste la variété dominante.

Toutes les parties du palmier dattier possèdent une valeur économique [69]. Les produits dérivés des dattes, tels que le jus de datte, le sucre liquide, la levure protéique, le vinaigre, la marmelade, le chocolat, l'alcool, les acides organiques … font de ce fruit un intrant important pour l'industrie alimentaire et les industries connexes, ce qui permet aux agropasteurs d'améliorer leurs revenus et donc leurs moyens de subsistance [67].

La production de dattes en Algérie a évolué de 100000 tonnes en 1962 à 1324767 tonnes en 2023 (figure I.9) [29]. Quant à la superficie cultivée de palmiers dattiers, elle a évolué de 40000 hectares en 1962 à 179150 hectares en 2023 [29].

De ce fait, l'Algérie occupe en 2023 le troisième rang mondiale en terme de volume de production de dattes (figure I.10) et le deuxième rang mondiale en terme de superficie cultivée en palmiers dattiers (figure I.11) [29].

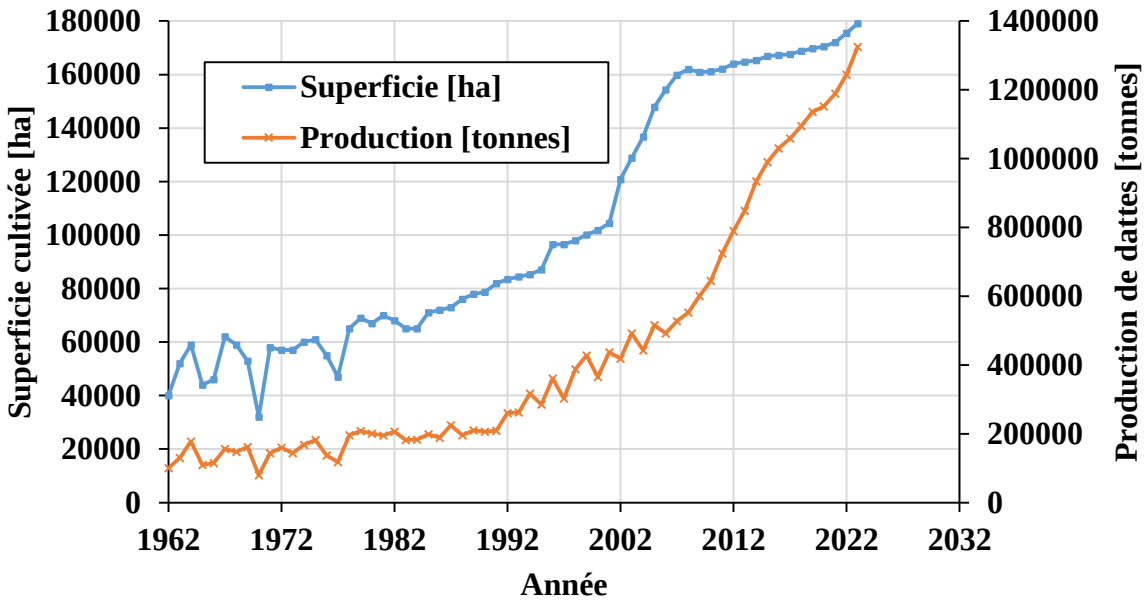


Figure I.9 : Evolution de la superficie cultivée et de la production de dattes en Algérie [29].

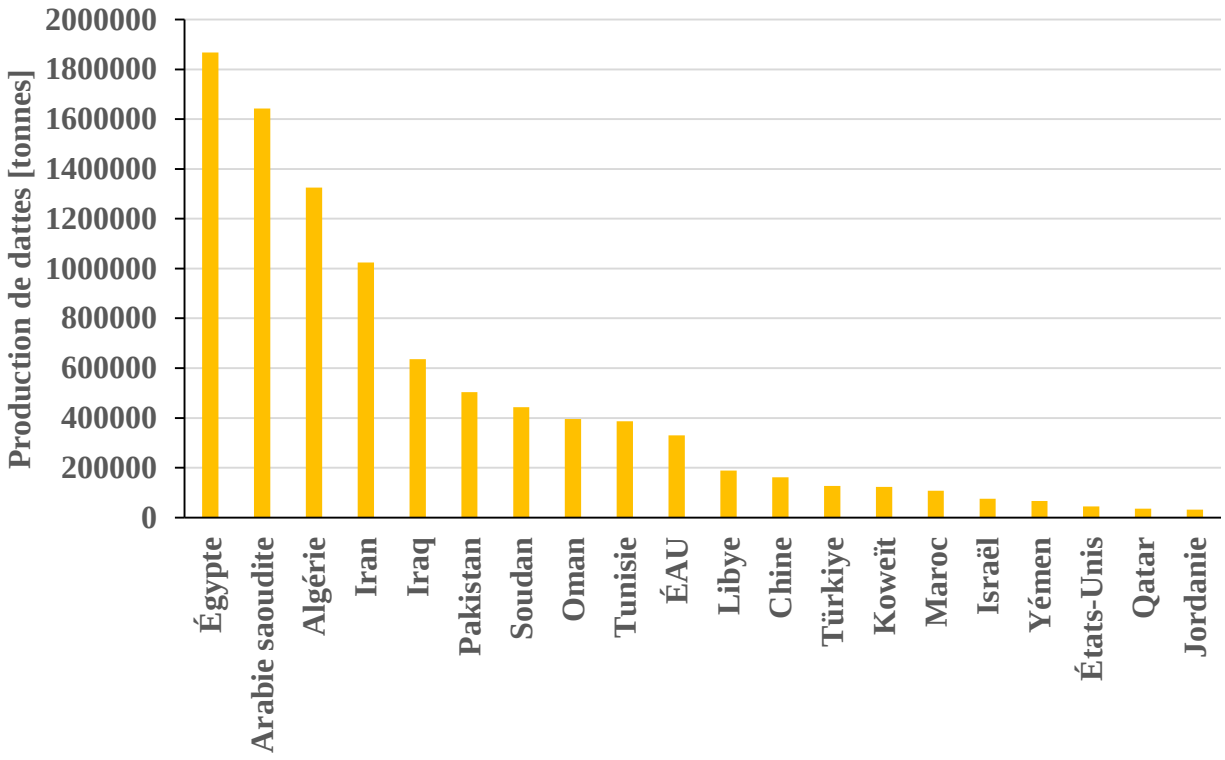


Figure I.10 : Production de dattes par pays en 2023 [29].

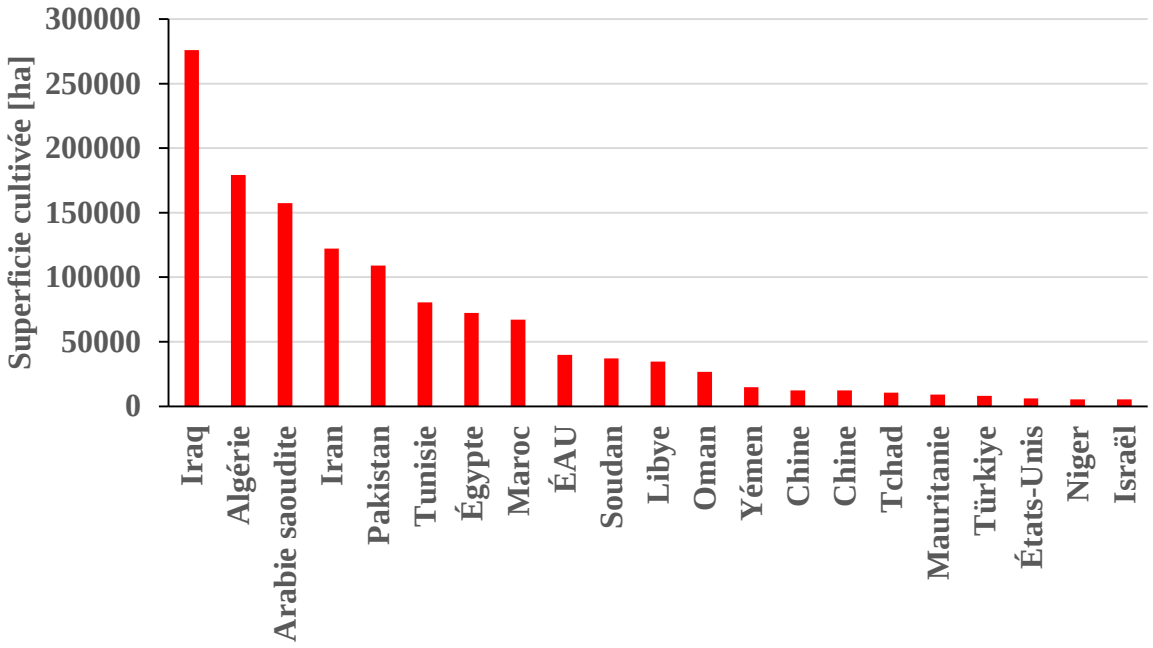


Figure I.11 : Superficie cultivée de palmier dattier par pays en 2023 [29].

Le site de statistiques de l'Organisation des nations unis pour l'alimentation (FAOSTAT) ne fournit pas d'informations sur le nombre de palmiers dattiers par pays. Le tableau I.1 présente quelques chiffres publiés dans la littérature scientifique concernant l'Algérie :

Tableau I.1 : Nombre de palmiers dattier en Algérie selon différentes sources.

Nombre de palmiers dattiers	Année	Références
18×10^6	2019	Rekis [72]
18×10^6	2015	Bouguedoura [69]
18.7×10^6	2016	Tahar [62], Touloum [73]
18.6×10^6	2015	Almi [74]
18.4×10^6	2014	Djoudi [75]
18.2×10^6	2012	Djebloun [76]
25×10^6	2012	Hamed [67]

En nous basant sur les données de la référence [74] qui rapporte qu'en 2015 il y avait, en Algérie, un nombre de palmiers dattiers de 18605100 pour une superficie cultivée de 166900 hectares (D'après le site FAOSTAT, cette superficie était de 166893 hectares en 2015 [29]), nous en déduisons que chaque hectare contient environ 111 palmiers. Ainsi, nous pouvons estimer le nombre de palmiers dattiers en Algérie en 2023 (superficie cultivée 179150 hectares [29]) à **19885650**.

I.2.3.3 Sous-produits du palmier dattier

La récolte des dattes et l'entretien annuel du palmier dattier génèrent d'importantes quantités de sous-produits. Les résultats rapportés par la littérature scientifique concernant ces quantités présentent de grandes disparités. Le tableau I.2 donne quelques exemples de ces résultats :

Tableau I.2 : Quantités de sous-produits générées annuellement par le palmier dattier.

Quantités de sous-produits [kg/palmier/année]	Références
47.57	Tahar [62]
50.87	Almi [74]
54.20	Midani [56], Hamed [67]
26.00	Elseifi [77]
20.00	Faiad [66], Mousa [37]
35.00	Nasser [78]

En tenant compte du nombre de palmiers dattiers estimé précédemment (19885650), le tonnage des sous-produits du palmier dattier en Algérie en 2023 serait compris entre **397713** et **1077802** tonnes.

Le tableau I.3 donne quelques détails sur la composition des sous-produits du palmier dattier tels que cités par les différents auteurs :

Tableau I.3 : Détails des sous-produits générés annuellement par le palmier dattier.

Sous-produit	Quantité [kg/palmier/année]	Référence
Pétiole+Rachis	24.21	Tahar [62]
	27.52	Almi [74]
	29.00	Midani [56], Hamed [67]
	9.75	Elseify [77]
Foliole	13.65	Tahar [62]
	13.67	Almi [74]
	14.60	Midani [56], Hamed [67]
	8.00	Elseify [77]
Fibrillium (Lif)	3.00	Tahar [62]
	3.00	Almi [74]
	1.56	Midani [56], Hamed [67]
	1.25	Elseify [77]
Régime (Grappe)	3.90	Tahar [62]
	3.91	Almi [74]
	9.00	Midani [56], Hamed [67]
	7.00	Elseify [77]

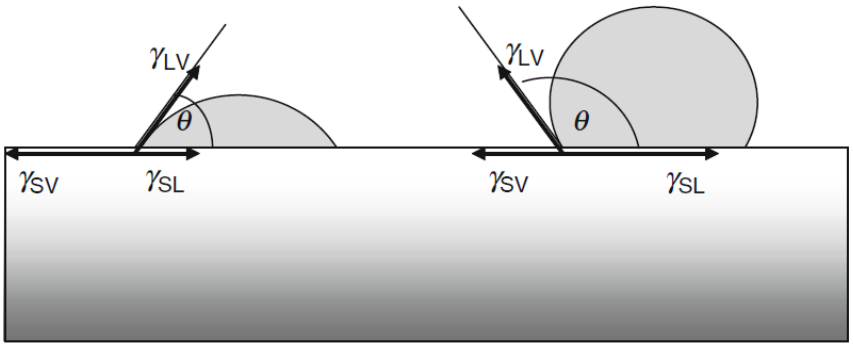
I.2.3.4 Coût des fibres de palmier dattier

En plus de tous les autres critères de performance, la compétitivité d'un matériau quelconque repose grandement sur son prix de revient. D'après AL-Oqla et Sapuan [79], de toutes les fibres végétales connues, les fibres du palmier dattier seraient les moins chères. En effet, le prix des fibres du palmier dattier serait de 0.02 $/kg (environ 2.72 DA/kg) ce qui

constitue un prix inférieur à 15 fois le prix des fibres de coco et inférieur à 60 fois le prix des fibres du chanvre [79]. Ce faible coût est certainement dû au fait que ce sont des fibres issues des sous-produits de l'exploitation du palmier dattier.

I.2.4 Adhérence entre les matrices polymères et les fibres végétales

Les caractéristiques mécaniques d'un matériau composite dépendent des propriétés de la matrice, du renfort et de l'interface entre les deux. Une bonne adhérence entre le renfort et la matrice assure un bon transfert de contrainte et donc de bonnes caractéristiques mécaniques du composite. Plusieurs théories sont proposées pour expliquer le phénomène d'adhérence [43] : théorie mécanique, théorie électrostatique, théorie de la diffusion, théorie chimique et théorie thermodynamique. Pour une matrice liquide, l'adhérence est conditionnée par une bonne mouillabilité des fibres par la résine [80]. Cette mouillabilité est liée à l'énergie de surface (tension de surface) du liquide qui doit être inférieure à celle du substrat. Dans le cas contraire, le liquide roule sur la surface du substrat et n'y adhère pas. La mouillabilité est inversement proportionnelle à l'angle de contact θ d'une goutte de liquide sur le substrat (figure I.12). Lorsque θ est faible, le liquide s'étale facilement sur le substrat ce qui indique que les forces d'attraction entre le liquide et le substrat sont plus fortes que les forces de cohésion du liquide.



γ_{SV} : Energie de surface du solide en présence de vapeur.
γ_{LV} : Energie de surface du liquide en présence de vapeur.
γ_{SL} : Energie interfaciale solide-liquide.

Figure I.12 : Angle de contact d'une goutte de liquide sur un solide [81].

L'un des problèmes rencontrées lors de l'élaboration des composites à fibres végétales est la faible adhérence entre les fibres hydrophiles et les matrices polymères hydrophobes [82]. Sous contrainte mécanique, cette incompatibilité entraîne une décohésion fibre-matrice et donc une dégradation des propriétés du composite. Sous contrainte thermique, le même problème risque d'avoir lieu par dilatation thermique différentielle entre les fibres et la matrice [44]. D'un autre côté, les fibres végétales sont rarement présentes dans la nature sous forme de fibres individuelles, le plus souvent elles se rassemblent pour former des faisceaux (torons) [40]. Du moment que ces faisceaux de fibres agissent comme des barrières au transfert de contraintes, leur utilisation comme renfort dans les matériaux composite aboutit à des structures moins performantes que lorsqu'on utilise des fibres individuelles [83]. Selon Dittenber et GangaRao [54], l'idéal pour un composite à fibres végétales serait de voir les groupes hydroxyles de la résine se lier avec les groupes hydroxyles des fibres végétales créant ainsi des liaisons hydrogènes. En présence d'humidité pendant le durcissement, la force de liaison entre la résine

et les fibres est considérablement réduite car les molécules d'eau se lient aux groupes hydroxyles de la surface de la fibre réduisant ainsi les connexions disponibles pour la liaison. En s'évaporant, l'eau laisse ainsi des vides dans le composite durci. De ce fait, il devient très important de sécher correctement les fibres végétales avant l'introduction de la matrice afin d'assurer une meilleure liaison d'un côté et limiter l'absorption future d'humidité d'un autre côté.

Dans les paragraphes qui suivent nous donnons un aperçu sur quelques techniques utilisées pour améliorer la compatibilité entre les fibres végétales et les matrices polymères.

I.2.5 Extraction et prétraitement des fibres végétales

I.2.5.1 L'extraction mécanique

Il s'agit d'une opération de décortication (ou défibrage) qui consiste à rompre les liaisons dans les faisceaux fibreux afin de séparer les fibres et les nettoyer des impuretés [84]. Ces opérations de teillage et peignage étaient autrefois réalisées manuellement en martelant les faisceaux de fibres bruts puis en les passant à travers des peignes ou cardes (figure I.13 a et b). L'opération est actuellement entièrement mécanisée en utilisant différentes machines équipées de rouleaux (cannelés et lisses) [85] qui agissent par broyage, battage et laminage (figure I.13 c et d). Ces machines sont capables de traiter de grandes quantités de fibres [52]. La figure I.14 représente une vue schématique d'une machine d'extraction mécaniques des fibres végétales.

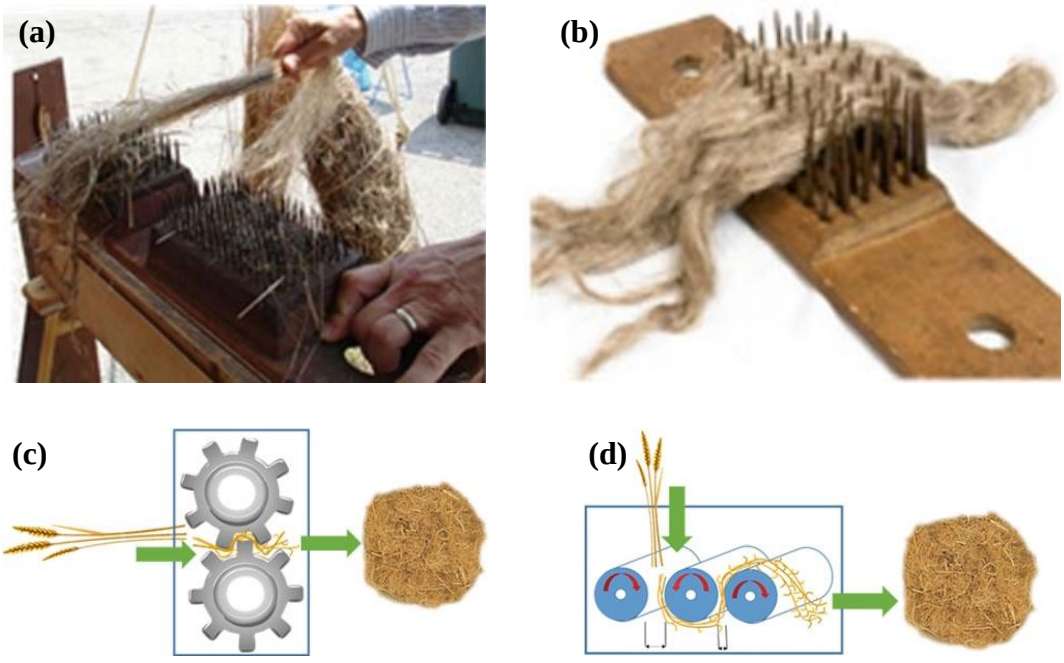


Figure I.13 : Extraction mécanique des fibres végétales [52].

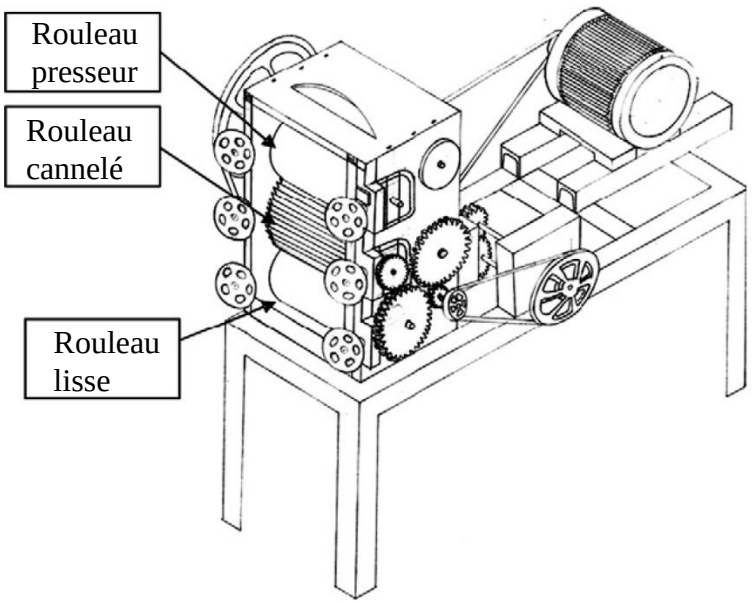


Figure I.14 : Schéma d'une machine d'extraction de fibres végétales [86].

L'efficacité du défibrage peut être estimée par le taux de défibrage *D* qui est défini par le rapport suivant [87] :

$$D = \frac{\text{Somme des surfaces des sections des fibres unitaires}}{\text{Somme des surfaces des sections de toutes les fibres}} \times 100 \qquad \textbf{(1.1)}$$

I.2.5.2 Le rouissage

Le rouissage est l'opération de macération des plantes végétales dans le but de faciliter la séparation des fibres. Cette opération est réalisée en étalant les fibres brutes soit sur champs soit dans l'eau [88]. Souvent, le rouissage dure plusieurs jours voire plusieurs semaines durant lesquels divers micro-organismes et bactéries produisent des enzymes qui permettent la dégradation des polysaccarides [48]. Dans le rouissage sur champs, l'air ambiant, la pluie et le rayonnement solaire contribuent aussi à la dégradation [86]. De cette manière, on arrive à dissoudre une bonne partie de la cire, des pectines et des lignines [84]. Cette technique peut aussi être réalisée en immergeant les plantes végétales dans de l'eau de mer [89].

I.2.5.3 L'explosion à la vapeur "Steam explosion"

Les fibres végétales brutes sont soumises à de la vapeur d'eau sous pression dans un réacteur spécial (figure I. 15). Une valve est ensuite ouverte provoquant une chute brutale de la pression, les fibres passent alors dans un deuxième élément appelée l'éclateur [87]. La forte pression et la haute température permettent la pénétration de la vapeur d'eau et des additifs éventuels à l'intérieur des espaces interstitiels entre les fibres [90], [91], [92]. La chute brutale de la pression permet de décomposer les faisceaux en fibres plus fines.

La pression utilisée varie de 0.2 à 5 MPa tandis que la température varie de 160 à 280°C [93]. Ce procédé doit être optimisé de manière à éviter la dégradation thermique des fibres.

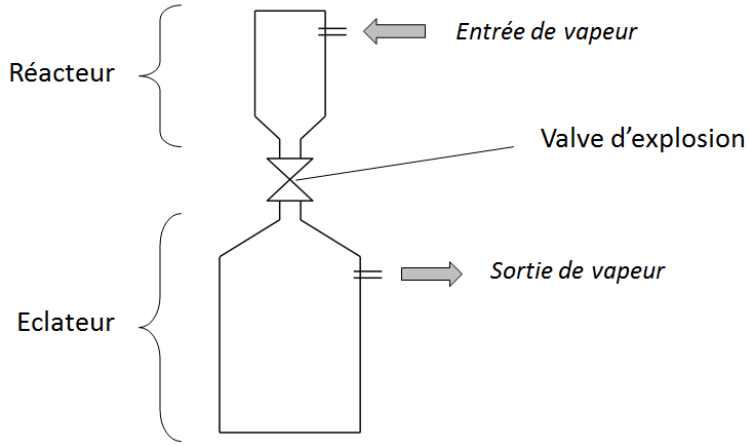


Figure I. 15 : Schéma de principe du procédé de l'explosion à la vapeur [87].

I.2.5.4 Le traitement alcalin (mercerisation ou mercerisage)

Le traitement alcalin (mercerisation ou mercerisage) permet de nettoyer la surface de la fibre végétale des impuretés naturelles et artificielles d'un côté [94] et, d'un autre côté, de réduire la capacité d'absorption d'humidité de cette fibre en éliminant les groups hydroxyles ouverts qui ont tendance à se lier aux molécules d'eau [54]. En effet, le traitement alcalin élimine une certaine quantité de lignine, de cire et d'huiles recouvrant la surface des fibres [95]. En outre, ce traitement permet aussi de dissoudre l'hémicellulose qui est considérée comme le constituant le plus hydrophile. Les surfaces des fibres végétales ayant reçu un traitement alcalin ont une plus grande mouillabilité ainsi qu'une plus grande rugosité facilitant ainsi l'accrochage mécanique avec la matrice. Plusieurs alcalins peuvent être utilisées (KOH, LiOH, NaOH, $Ca(OH)_2$), mais le plus utilisé reste la solution de NaOH (la soude caustique). Il a été aussi observé une décomposition des faisceaux de fibres en fibres individuelles après le traitement à la soude [96]. De ce fait, la surface de contact effective disponible pour la liaison avec la matrice va augmenter ce qui va améliorer considérablement l'adhésion interfaciale.

Le traitement de la fibre végétale à la soude donne lieu la réaction suivante [44] :

$$\text{Fibre-OH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{Fibre-O}^{-}\text{Na}^{+} + \text{H}_2\text{O}$$

Le mercerisage dépend de trois facteurs : concentration de la base, température et temps de traitement [94].

Le tableau I.4 contient des exemples de traitements de mercerisage réalisés sur des fibres extraites de différentes parties du palmier dattier dans différentes régions dans le monde. Nous voyons qu'il n'y a pas de consensus clair établi sur les conditions optimales de réalisation de ce prétraitement, ni sur la concentration de NaOH, ni sur la température, ni sur la durée du traitement. Les différents essais réalisés par les chercheurs ont prouvé que les conditions de mercerisage peuvent être optimales pour une caractéristique et ne pas l'être pour les autres.

Tableau I.4 : Conditions de mercerisage des fibres du palmier dattier.

Partie étudiée du palmier	Lieu de collecte	Température [°C]	Concentration de NaOH [%]		Durée du traitement [heures]		Référence
			Valeurs testées	Optimum	Valeurs testées	Optimum	
Fibrillium	Al-Ain (Emirats arabes unis)	100	5	5	1 2 3	2	Al-Khanbashi [97]
Fibrillium	Al-Ain (Emirats arabes unis)	100	5	5	2	2	Al Kaabi [98]
Régime (Grappe)	Ezbet El-Nakhl (Egypte)	23	2 5	-	2 4 6 24	2 4	Taha [99]
Fibrillium	Emirats arabes unis	100	0.5 1 1.5 2.5 5	1 ($R_{r(f)}$) 0.5 ($E_{(f)}$)	1	1	Alawar [100]
Fibrillium	Koweït	Ambiante	3 6 9	3 ($R_{r(f)}$) 6 (Adh.)	24	24	Alsaeed [32]
Foliole	Non spécifié	100	5	5	1	1	Dehghani [101]
Foliole	Qatar	100	0.5 1 2 5	0.5 (S.T) 2 ($R_{r(f)}$ et $E_{(f)}$)	2	2	AlMaadeed [102]
Fibrillium	Koweït	Ambiante	3 6 9	6 ($R_{r(f)}$)	24	24	Shalwan [103]
Régime (Grappe)	Egypte	90	5	5	3	3	Ibrahim [104]
Fibrillium	Koweït	Ambiante	6	6	24	24	Shalwan [105]
Fibrillium	El Faiyum (Egypte)	100	1	1	1	1	Elbadry [106]

Tableau I.4 : Conditions de mercerisage des fibres du palmier dattier (suite).

Partie étudiée du palmier	Lieu de collecte	Température [°C]	Concentration de NaOH [%]		Durée du traitement [heures]		Référence
			Valeurs testées	Optimum	Valeurs testées	Optimum	
Régime (Grappe)	M'sila (Algérie)	23	0.5 1 2 3	0.5 ($R_{r(f)}$ et $E_{(f)}$)	12 24 48 72 96	12 ($R_{r(f)}$ et $E_{(f)}$)	Amroune [64]
Non spécifiée	Er-rachidia (Maroc)	25	2 5 10	5 ($R_{r(f)}$ et $E_{(f)}$)	1	1	Oushabi [107]
Foliole	Qatar	80	1	1	1	1	Zadeh [108]
Fibrillium	Caire (Egypte)	90	5	5	3	3	Menna [109]

$R_{r(f)}$: Résistance à la rupture de la fibre.
$E_{(f)}$: Module d'Young de la fibre.
Adh. : Adhésion de la fibre avec la matrice.
S.T : Stabilité thermique.

I.2.5.5 Le traitement enzymatique

Les enzymes sont synthétisées par les organismes vivants pour jouer un rôle de biocatalyseurs dans les processus biochimiques [110]. Elles augmentent la vitesse des réactions chimiques sans modifier le résultat final et leur structure se retrouve inchangée. Elles sont non toxiques ce qui rend le traitement enzymatique respectueux de l'environnement. De plus, ce traitement permet d'économiser l'eau et l'énergie. Un autre avantage de l'utilisation des enzymes est la possibilité de leur réutilisation [111]. Il faut aussi souligner le fait que les enzymes n'attaquent que les constituants indésirables sans altérer les autres composants [112]. Dans le traitement des fibres végétales, différentes familles d'enzymes sont utilisées selon la cible sur laquelle on désire agir, par exemple : les cellulases agissent sur la cellulose, les hémicellulases sur les hémicelluloses, les ligninases sur les lignines et les pectinases sur les pectines [53]. L'efficacité du traitement enzymatique dépend de beaucoup de facteurs parmi lesquels on peut citer [110] : la concentration de l'enzyme, la nature du substrat, le temps d'incubation, la température, le PH, …

Chaari et al. [113] ont traité les fibres de palmier dattier (tronc et palme) par les enzymes xylanase, pectinase et une combinaison xylanase+pectinase pour une durée de 8 heures. Il s'est avéré que la combinaison xylanase+pectinase est la plus efficace pour l'élimination de la lignine, de l'hémicellulose et des extractibles. Après ce traitement, la rigidité du composite poly (butylene succinate)/fibres de palmier dattier a été améliorée d'un pourcentage compris entre 29% et 42%.

Hassan et al. [114] ont isolé les microfibrilles de cellulose issues du palmier dattier après un prétraitement par l'enzyme xylanase. Les microfibrilles traitées avaient un plus grand

diamètre, une plus grande densité, une meilleure résistance à la rupture ainsi qu'une faible absorption d'eau.

George et al. [111] ont amélioré la stabilité thermique et la résistance à l'absorption d'eau des fibres de chanvre et de lin en éliminant l'hémicellulose par l'enzyme xylanase (avec et sans cellulase) et la pectine par l'enzyme polygalacturonase. Werchefani et al. [112] ont étudié l'effet de quatre traitements (eau salée, eau chaude, soude et enzyme xylanase) sur les performances des fibres d'Alfa. Les essais de traction réalisés ont prouvé que le traitement enzymatique (xylanase) donne les meilleurs résultats en ce qui concerne le module d'Young et la résistance à la rupture du composite Alfa/Cereplast.

I.2.5.6 Le traitement plasma

Le plasma (figure I.16) est une sorte de gaz contenant des espèces chargées et neutres telles que les électrons, les ions positifs, les ions négatifs, les radicaux libres, les atomes et les molécules [115]. Il est considéré comme le quatrième état de la matière [116]. Il peut être généré en appliquant un champ électrique intense entre deux électrodes provoquant l'ionisation du gaz.

Il existe deux classes de plasma :

- Les plasmas chauds qui sont en équilibre thermodynamique où toutes les espèces sont à la même température (5000 à 50000 K) [117].
- Les plasmas froids qui sont hors équilibre thermodynamique où les électrons sont beaucoup plus chauds que les ions et les espèces neutres qui restent à la température ambiante.

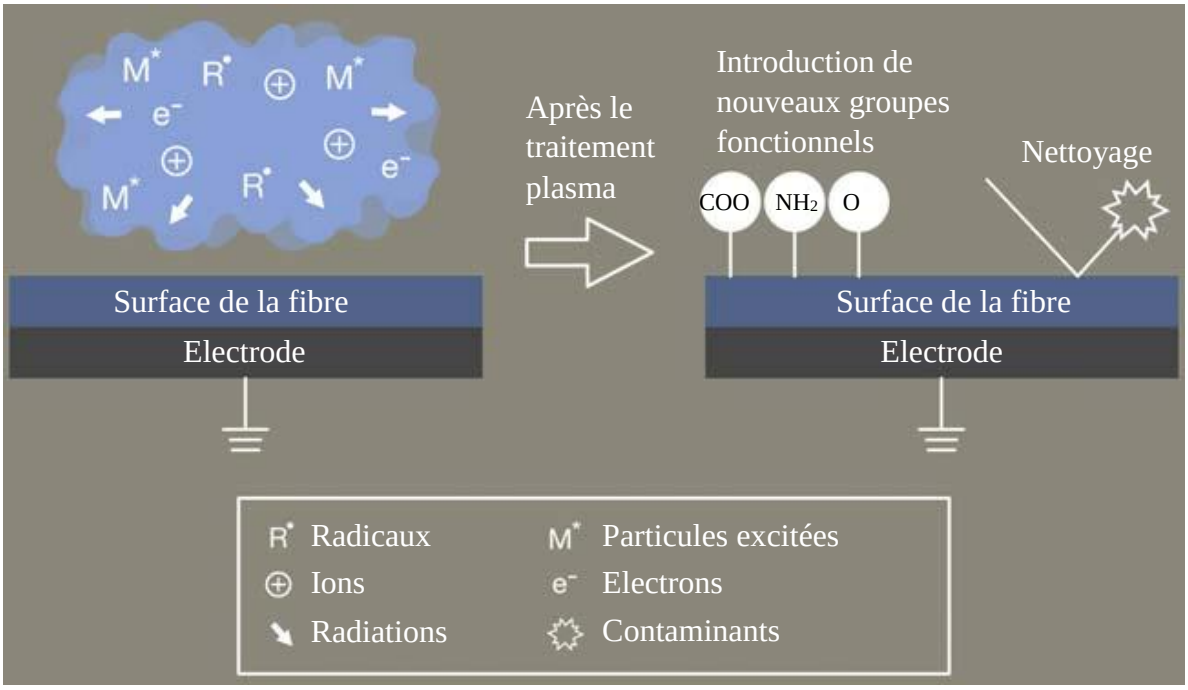


Figure I.16 : Schéma du traitement de surface par plasma [118].

Il n'y a que les plasmas froids qui sont utilisés dans le prétraitement des fibres naturels. Les gaz les plus utilisés sont l'oxygène, l'azote, l'hélium et l'air [118] soit à la pression atmosphérique soit sous vide. Certains chercheurs ont utilisé aussi l'argon et le dioxyde de carbone. Les surfaces traitées par le plasma subissent une variété d'effets chimiques et physiques telles que l'ablation, la fonctionnalisation, la polymérisation et la réticulation. Ce

traitement permet de nettoyer la surface des fibres et d'augmenter son énergie libre ce qui améliore la mouillabilité et donc l'adhérence avec la matrice [118]. Le résultat obtenu dépend de beaucoup de facteurs parmi lesquels on peut citer la tension appliquée, la durée du traitement, la nature du gaz utilisé ainsi que son débit et sa pression [119]. Le traitement corona est une variante du traitement plasma. Selon la référence [52], un plasma froid peut être produit par l'énergie des micro-ondes à haute fréquence tandis que le corona est produit à basse fréquence et à pression atmosphérique. Pour la référence [118], la décharge à barrière diélectrique (DBD) est produite entre deux électrodes métalliques dont au moins une est recouverte d'une couche de diélectrique, tandis que dans le traitement corona les électrodes métalliques sont nues. Enfin, la référence [120] parle de traitement plasma lorsque le type de gaz, son débit et sa pression sont contrôlés ; dans le cas contraire il s'agit d'un traitement corona.

Siham et al. [121] ont amélioré l'adhérence entre les fibres de palmier dattier et le biopolymère PLA (acide polylactique) en appliquant un traitement corona de tension 15 kV et de fréquence 50 Hz. Pour le composite PLA/Fibres de palmier dattier (30%), ils sont arrivés à augmenter le module d'élasticité de 2708 MPa à 2951 MPa et la limite élastique de 48.45 MPa à 57.35 MPa.

Gholami et al. [122] ont étudié l'effet du traitement plasma à oxygène sur les fibres de palmier dattier. Ils ont utilisé un générateur de plasma de 13.56 MHz et ils ont expérimenté deux puissances (100 et 200 W) avec trois temps de traitement (3, 5 et 8 minutes). La pression de l'oxygène était de 100 torrs et son débit de 100 cm^3/min. Les essais de traction sur les fibres unitaires du palmier dattier ont permis de constater une nette amélioration de la résistance à la rupture et du module d'Young. Les essais de microgoutte ont prouvé que la meilleure adhérence avec la résine époxy est obtenue pour une puissance de 100 W et un temps de traitement de 5 minutes.

Dawood [123] a étudié l'effet du traitement plasma sur les fibres des folioles du palmier dattier. Il a utilisé un générateur de plasma de 13.56 MHz et a expérimenté trois puissances (80, 100 et 120 W) ainsi que trois temps de traitement (1, 5 et 8 minutes). La pression a été maintenue à 0.95 torrs. Il s'est avéré que l'angle de contact d'une goutte d'eau sur la fibre du palmier dattier diminue avec l'augmentation de la puissance et du temps de traitement. Ceci témoigne d'une meilleure mouillabilité qui serait due à la formation de groupes polaires à la surface des fibres. Les observations au microscope électronique à balayage confirment le fait que le traitement plasma nettoie la surface des fibres et augmente sa rugosité ce qui permet un meilleur accrochage mécanique avec la matrice.

I.2.5.7 Le traitement par les silanes

Les silanes sont des agents de couplage de formule générale R'-$Si(OR)_3$ contenant différents groupes associés au silicium dont une extrémité réagit avec la matrice et l'autre avec la fibre constituant ainsi un pont matrice-fibre [52]. Le traitement commence d'abord par une hydrolyse de l'agent de couplage silane qui est ensuite mélangé aux fibres naturelles pour former des liaisons hydrogène avec les groupes OH de la surface de ces fibres (figure I.17). D'un autre côté, les groupes alkyles (alcanes ayant perdus un atome d'hydrogène) vont relier l'atome de silicium aux groupes fonctionnels organiques de la matrice (polymère). L'efficacité de ce traitement dépend de plusieurs facteurs parmi lesquels on peut citer le PH, la température et le temps d'hydrolyse [52]. Il a été démontré que le traitement par les silanes est plus efficace lorsqu'il est précédé par un traitement alcalin [118].

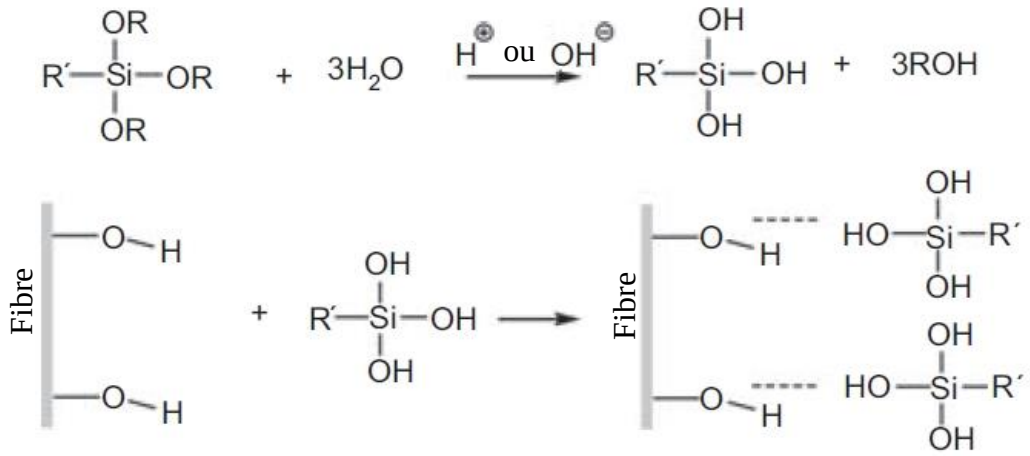


Figure I.17 : Mécanisme de réaction du silane avec les fibres végétales [118], [124].

Oushabi et al. [125] ont amélioré l'adhésion entre les fibres du palmier dattier et les deux résines polyuréthane et époxy en appliquant un traitement de soude à 5% pendant une heure suivi d'un traitement de deux types de silanes (3-Mercaptopropyltrimethoxysilane et 3-Aminopropyltrimethoxysilane) à différentes concentration (0.1, 0.5, 1 et 2%). La concentration optimale s'est avérée de 0.5 % pour le polyuréthane et 1% pour l'époxy.

Samira et al. [126] ont étudié l'effet de plusieurs traitements chimiques sur les propriétés des fibres de palmier dattier ainsi que sur celles du composites PVC-PEHD/fibres de palmier dattier. Parmi ces traitements, ils ont expérimenté le traitement alcalin, le traitement silane (3-aminopropyltriethoxysilane) et le traitement combiné alcalin-silane. L'observation des surfaces des fibres de palmier dattier sous le MEB a mis en évidence le fait que le traitement alcalin-silane donne naissance à une surface plus rugueuse que celle obtenue par le traitement alcalin seul. L'analyse thermogravimétrique a démontré que les trois traitements alcalin, silane et alcalin-silane réduisent la dégradation thermique des fibres. De même, la compatibilité entre les fibres du palmier dattier et la matrice thermoplastique PVC-PEHD a été nettement améliorée par le traitement silane. Ceci se traduit par l'amélioration des propriétés mécaniques (résistance et module de flexion) du composite PVC-PEHD/fibres de palmier dattier.

Perera et al. [127] ont étudié l'effet du traitement de deux types de silanes, le Perfluorooctyl-trichlorosilane (FOTS) et l'Octadécyltrichlorosilane (OTS), sur les fibres du palmier dattier (DPF). En utilisant la diffraction des rayons X, ils ont constaté une diminution du taux de la cellulose amorphe dans les fibres traitées et donc une plus grande fraction de cellulose cristalline. De même, l'analyse thermogravimétrique a prouvé que les fibres traitées avaient une stabilité thermique meilleure que celle des fibres à l'état brut. Enfin, il a été observé aussi une augmentation de l'angle de contact d'une goutte d'eau déminéralisée sur les fibres traitées ce qui prouve qu'elles sont devenues hydrophobes (figure I.18).

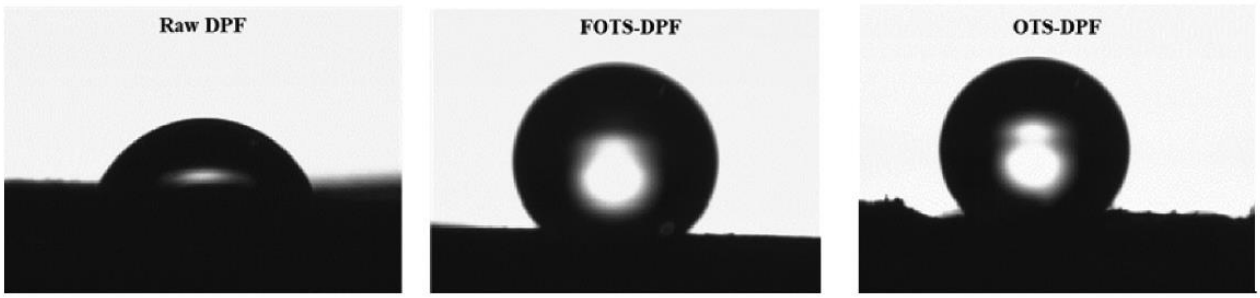
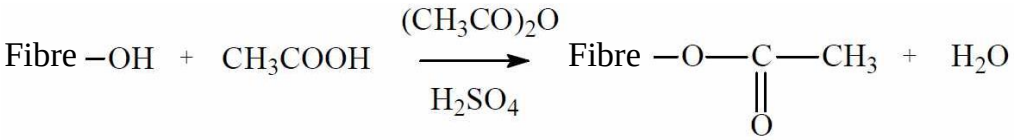


Figure I.18 : Evolution de l'angle de contact d'une goutte d'eau déminéralisée sur une fibre de palmier dattier [127].

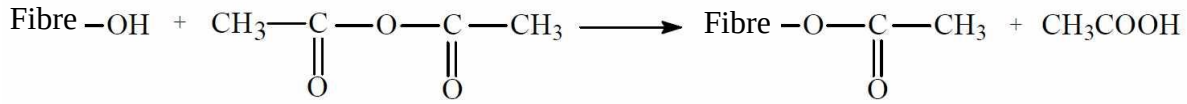
I.2.5.8 L'acétylation

Le principe de ce traitement consiste à faire réagir les groupes hydroxyles (-OH) des constituants des fibres végétales avec les groupes acétyles (CH_3CO-) [128]. Ceci permet de remplacer les groupements hydroxyles par des groupes acétyles, réduisant ainsi la polarité et le caractère hydrophile des fibres. Afin d'accélérer la réaction, les fibres végétales sont d'abord trempées dans l'acide acétique puis traitées avec de l'anhydride acétique pendant 1 à 3 heures. Cette réaction peut être réalisée avec ou sans catalyseur acide [129] :

Acétylation avec catalyseur acide :



Acétylation sans catalyseur acide :



Boussehel et al. [130] ont expérimenté les prétraitements d'acétylation et de mercerisage sur les fibres de palmier dattier utilisées dans les composites à matrice PVC. Ils ont constaté une amélioration de la température de décomposition et des caractéristiques mécaniques ainsi qu'une réduction de l'absorption d'eau.

I.2.6 Matrices utilisées dans les composites à fibres végétales

Les matériaux qui sont utilisés comme matrice dans les composites renforcés par des fibres de palmier dattier sont les biopolymères, les matériaux inorganiques, les polymères thermoplastiques et les polymères thermodurcissables.

I.2.6.1 Les biopolymères

Les biopolymères (ou bioplastiques) sont des polymères biodégradables et/ou d'origine biologique (biosourcés) [49]. Ainsi, les polymères fabriqués à partir des hydrocarbures issus de la fermentation de la biomasse (maïs, soja, canne à sucre) sont considérés comme des biopolymères (bio-polyéthylène, bio-polypropylène) [2]. D'autres biopolymères, tels que le

PLA (polylactide, acide polylactique) et le PHA (polyhydroxyalcanoate), sont d'origine exclusivement biologique. Jusqu'à nos jours (2024), le nombre de publications scientifiques concernant les composites à matrice biopolymère renforcée par des fibres de palmier dattier est relativement réduit par rapport aux autres types de matrice, on peut citer par exemple les composites à matrice d'amidon [109], [131] et ceux à matrice de PLA [36], [37], [121].

I.2.6.2 Les matériaux inorganiques

Les fibres de palmier dattier, comme toutes les fibres végétales, ne sont pratiquement pas utilisées avec les matrices céramiques ou métalliques, elles sont plutôt utilisées avec les matrices minérales. Ainsi, Taallah et al. [38] ont constaté une meilleure résistance à la compression d'un bloc de terre chargé de 0.05% de fibres de palmier dattier et 8% de ciment. Al-Rifaie et Al-Niami [132] ont amélioré la résistance à l'impact des panneaux en gypse en les renforçant par des fibres de palmier dattier. De leur côté, Chaib et al. [133] ont augmenté la résistance thermique des briques d'argile et de sable en les renforçant avec 3% de fibres de palmier dattier. Selon Boumhaout et al. [134], l'incorporation de fibres de palmier dattier dans le mortier améliore ses caractéristiques thermophysiques tout en diminuant ses performances mécaniques.

I.2.6.3 Les polymères thermoplastiques

Les polymères thermoplastiques sont des polymères constitués de chaînes de molécules linéaires qui se ramollissent sous l'effet de la chaleur et durcissent sous l'effet du froid. L'opération peut être répétée indéfiniment ce qui fait qu'ils sont parfaitement recyclables. A l'état fondu, leur viscosité est très élevée ce qui complique énormément le mouillage des renforts dans les composites [135]. Plusieurs thermoplastiques renforcés par des fibres de palmier ont fait l'objet de travaux de recherche : polypropylène (PP) [136], polyéthylène téréphtalate (PET) [137], polychlorure de vinyle (PVC) [130], polyéthylène basse densité (PEBD) [138], PVC + polyéthylène haute densité (PEHD) [126], …

I.2.6.4 Les polymères thermodurcissables

Les polymères thermodurcissables sont obtenus en mélangeant une résine avec un durcisseur. Une fois durcies, les chaînes moléculaires se présentent sous forme de réseaux tridimensionnels infusibles et insolubles. Ainsi, il n'est plus possible de les ramollir par un apport de chaleur. Ils ne peuvent donc être mis en forme qu'une seule fois. En général, la dégradation thermique (destruction des liaisons chimiques) des thermodurcissables débute à des températures plus élevées que celles correspondantes aux thermoplastiques. De même, les thermodurcissables possèdent des caractéristiques mécaniques supérieures à celles des thermoplastiques, c'est pour cela qu'ils constituent les matrices les plus utilisées dans les matériaux composites. Un autre avantage des thermodurcissables par rapport aux thermoplastiques réside dans le fait qu'ils se trouvent sous forme liquide ce qui facilite leur mise en œuvre pratique. Les deux polymères thermodurcissables utilisés avec les fibres de palmier dattier et qui ont fait l'objet du plus grand nombre de travaux de recherche sont le polyester [35], [98], [139] et surtout l'époxy [33], [34], [105], [122], [140], [141], [142].

I.2.6.4.1 Les résines époxy

L'époxyde (oxirane) est une structure moléculaire cyclique contenant un atome d'oxygène et deux atomes de carbone déjà liés formant ainsi un anneau triangulaire [143] (figure I.19). Les résines époxy sont une classe de thermodurcissables caractérisées par la présence d'au moins deux fonctions époxyde (oxirane) dans leur structure moléculaire [144]. En général,

les fonctions époxyde (oxirane) se trouvent aux extrémités de la structure moléculaire bien que parfois elles peuvent se trouver au milieu [145].

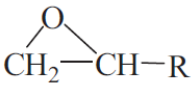


Figure I.19 : Fonction époxyde (oxirane) [146].

La production mondiale des résines époxy est estimée à 4.69 millions de tonnes [147]. Elles sont utilisées dans différents secteurs tels que les revêtements, les adhésifs, les substances d'isolation électrique et les composites de hautes performances. La consommation de ces résines par secteur d'activité est illustrée sur la figure I.20.

En pratique, les systèmes époxy sont composés de deux parties principales : résine et durcisseur [148]. Plusieurs autres additifs peuvent être ajoutés tels que des accélérateurs, des charges minérales, des ignifugeants, des diluants réactifs, …etc. Selon la nature du durcisseur choisi (amine ou anhydride), il est possible d'obtenir une large gamme de propriétés telles qu'une bonne résistance chimique, une bonne résistance à la chaleur, une grande résistance électrique, une grande résistance à l'abrasion ainsi que des propriétés mécaniques allant d'une extrême flexibilité à une résistance et une rigidité élevées [149]. Le tableau I.5 contient les valeurs de quelques propriétés de ces résines.

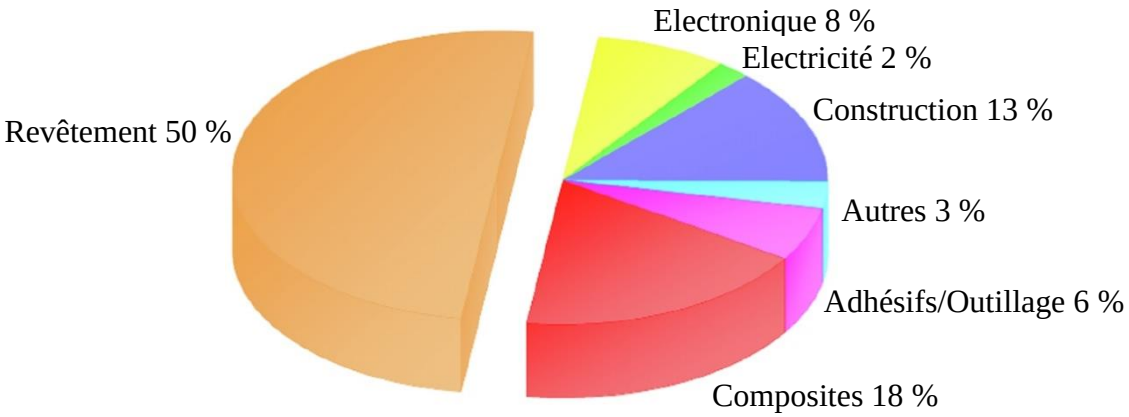


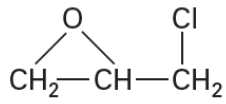
Figure I.20 : Consommation de résines époxy par secteur d'activité [147].

Tableau I.5 : Propriétés des résines époxy [148].

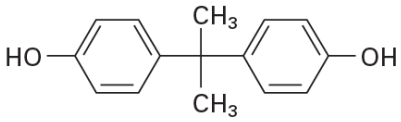
Propriété	Valeurs
Masse volumique [g/cm^3]	0.86 – 2.60
Viscosité [cP]	1.00 – 1.20E+6
Masse molaire [g/mol]	471 – 1690
Dureté Shore D	55.0 – 95.0
Résistance à la rupture [MPa]	5.17 – 97.0
Allongement à la rupture [%]	0.000 – 50.0
Module d'élasticité [GPa]	0.0207 – 215
Absorption d'eau [%]	0.0300 – 1.2

a. Résine époxy diglycidyléther de bisphénol A (DGEBA)

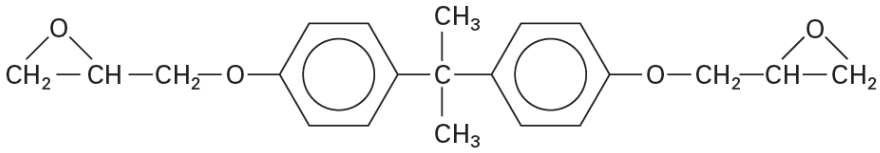
La diglycidyléther de bisphénol A (DGEBA) est considérée comme la résine époxy la plus utilisée [144]. Elle est obtenue en faisant réagir l'épichlorhydrine avec le bisphénol A (figure I.21) en présence d'un catalyseur basique (NaOH).



Épichlorhydrine



Bisphénol A



Diglycidyléther de bisphénol A (DGEBA)

Figure I.21 : Synthèse de la résine époxy diglycidyléther de bisphénol A (DGEBA) [150].

En diminuant la quantité d'épichlorhydrine et en opérant dans des conditions plus alcalines, on peut produire une résine (figure I. 22) avec une grande masse moléculaire [150] : ($1 \leq n \leq 14$)

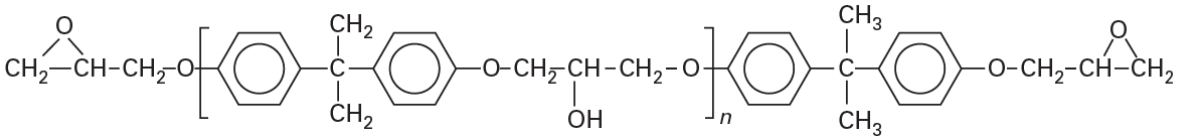


Figure I. 22 : Formule générale du diclycidyléther de bisphénol A (DGEBA) [150].

b. Résine époxy diglycidyléther de bisphénol F (DGEBF)

La résine DGEBF est produite de la même manière que la résine DGEBA, il suffit de remplacer le bisphénol A par le bisphénol F (figure I.23).

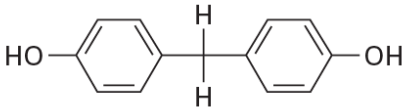


Figure I.23 : Bisphénol F [150].

Comparées aux résines DGEBA, les résines DGEBF possèdent de meilleures propriétés mécaniques et chimiques ainsi qu'une plus faible viscosité. Il est possible d'utiliser un mélange des deux résines DGEBA et DGEBF afin d'abaisser la viscosité permettant ainsi d'empêcher la cristallisation et de faciliter la manipulation à basse température [150].

c. Résine époxy tétraglycidylamine (TGMDA)

La résine époxy TGMDA (tétraglucidyl méthylène dianiline) (figure I. 24) est obtenue par la réaction de l'épichlorhydrine avec une amine [151]. Elle possède d'excellentes propriétés mécaniques ainsi qu'une température de transition vitreuse élevée. C'est pour cette raison qu'elle

est largement utilisée dans l'élaboration des composites avancés destinés aux applications aérospatiales.

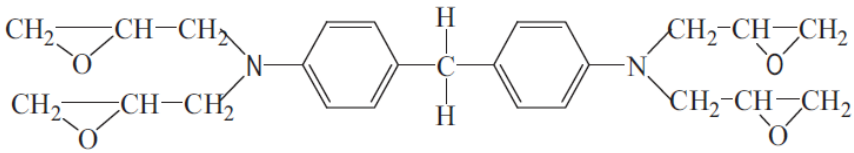
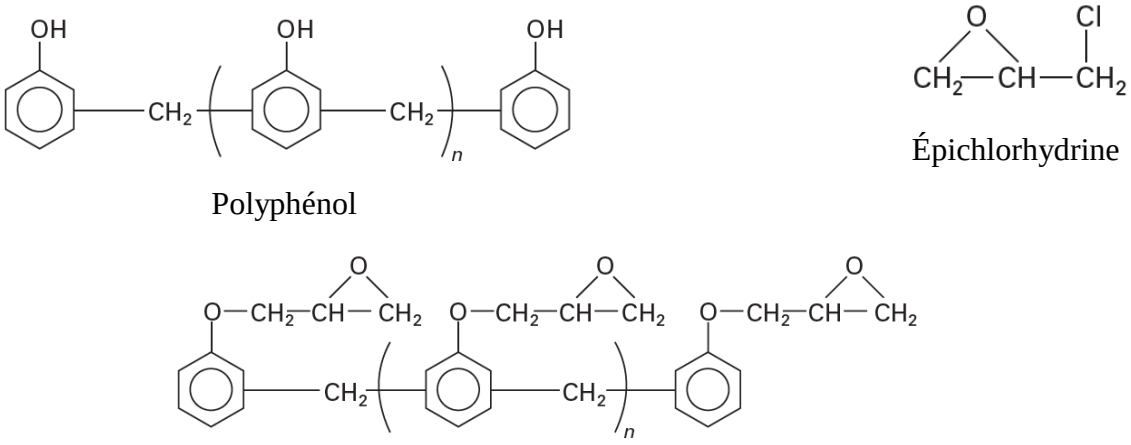


Figure I.24 : Structure chimique de la résine époxy TGMDA [146].

d. Résine époxy Novolac (EPN)

La synthèse de la résine époxy Novolac (EPN) se fait en deux étapes [151]. Dans la première étape le polyphénol est obtenu par la réaction du phénol avec un excès de formaldéhyde en présence d'un acide comme catalyseur [150]. Dans la deuxième étape, le polyphénol réagit avec un excès d'épichlorhydrine (figure I.25) pour former la résine époxy Novolac.

La résine époxy Novolac est caractérisée par une forte densité de réticulation qui est due aux multiples fonctions époxydes (oxiranes) dans sa structure chimique. Ceci lui confère d'excellentes propriétés thermiques et chimiques ainsi qu'une bonne résistance aux solvants [146]. Comparée à d'autres types de résines époxy, la résine Novolac (EPN) possède une température de transition vitreuse plus élevée ce qui lui permet de conserver une rigidité élevée même à haute température. La viscosité de la résine époxy Novolac (EPN) est plus élevée que celle de la résine époxy DGEBA ce qui se traduit par une difficulté de manipulation [150].



Polyphénol

Épichlorhydrine

Epoxy Novolac (EPN)

Figure I.25 : Synthèse de la résine époxy Novolac (EPN) [150].

I.2.6.4.2 Les résines polyesters insaturées

Les polyesters insaturés sont les résines les plus utilisées dans les applications courantes des matériaux composites. Ce sont des macromolécules obtenues par polycondensation d'un ou de plusieurs diols avec plusieurs diacides [152]. On utilise couramment l'anhydride maléique (insaturé) et l'anhydride phtalique (saturé). De même, les diols les plus courants sont l'éthylène glycol ou le propylène glycol [144]. La résine polyester insaturée est un thermodurcissable amorphe qui contient un certain nombre de liaisons doubles C=C. Le terme "insaturé" signifie

qu'il subsiste des sites réactifs dans la molécule. Le styrène est utilisé pour réduire la viscosité du polyester [153]. En plus, il contient des liaisons doubles C=C et permet la réticulation des molécules de polyester adjacentes. Des agents de durcissement et de réticulation ainsi que des absorbants ultraviolets sont généralement ajoutés. Souvent, un catalyseur (communément le peroxyde de méthyléthylcétone**)** est aussi ajouté pour initier l'action de durcissement. On peut également utiliser un accélérateur tel que le naphténate de cobalt. La figure I.26 montre une réaction de synthèse du polyester insaturé. La réaction de polymérisation étant exothermique, la température augmente progressivement jusqu'à un maximum pour ensuite redescendre à la température ambiante. Les polyesters insaturés sont de très bons isolants électriques et résistent bien aux acides non oxydants et aux alcools. Par contre ils sont caractérisés par un retrait important au moulage [152].

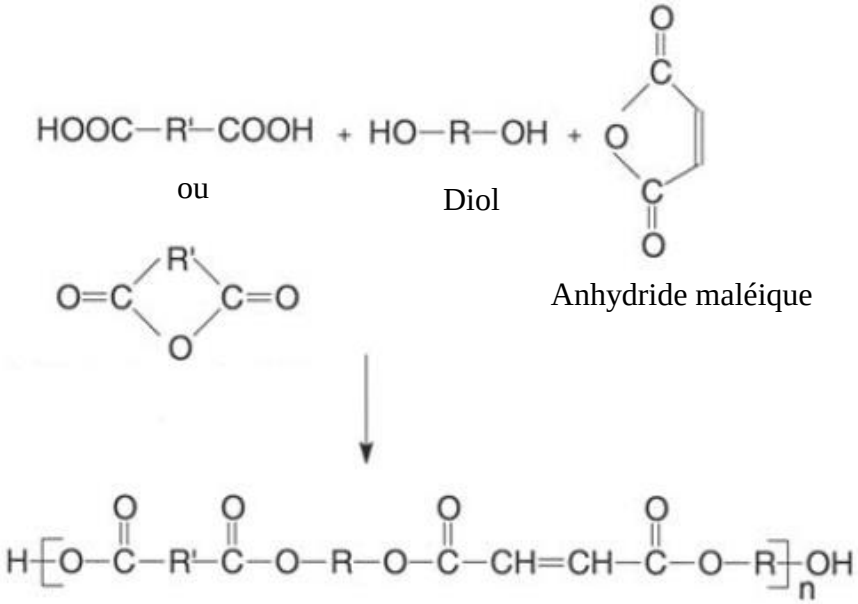


Figure I.26 : Synthèse du polyester insaturé [144].

Le tableau I.6 contient les valeurs de quelques propriétés du polyester insaturé.

Tableau I.6 : Propriétés du polyester insaturé [153].

Propriété	Valeurs
Masse volumique [g/cm^3]	1.1 – 1.4
Résistance à la rupture [MPa]	30 – 100
Module d'élasticité [GPa]	2 – 4
Coefficient de Poisson	0.2 – 0.33
Coefficient de dilatation thermique [K^{-1}]	50 – 100 (×10^6)
Retrait à la cuisson [%]	5 – 12
Température maximale d'utilisation [°C]	80

Dans l'industrie des matériaux composites, il existe principalement deux types de résine polyester insaturé : orthophtalique et isophtalique [154]. La résine polyester orthphtalique contient entre 35% et 45% de styrène et convient pour des applications peu exigeantes. La résine polyester isophtaliques contient entre 42% et 50% de styrène. Elle possède de meilleures caractéristiques mécaniques et elle est mieux adaptée aux environnements corrosifs et aux températures élevées.

I.2.7 Statistiques de la recherche scientifique sur les fibres végétales dans les composites

La figure I.27 représente l'évolution du nombre d'articles scientifiques publiés durant la période 2000-2024 concernant les principales fibres végétales utilisées dans l'élaboration des composites. Ce graphique a été généré à partir de la base de données Scopus [155] en introduisant, comme mots clés, le nom de la fibre végétale concernée et le mot "Composite*" (Par exemple : "Date palm" AND "Composite*"). On voit bien que l'intérêt de la communauté scientifique pour les composites à renfort de fibres végétales ne cesse d'augmenter d'année en année. Il s'avère que les fibres végétales qui ont reçu le plus d'attention sont les quatre fibres de bambou, de chanvre, de jute et de lin. Elles sont suivies par les trois fibres de sisal, de kénaf et de coco. Enfin, les deux fibres de ramie et de palmier dattier ferment la marche avec le plus faible nombre d'articles. Par exemple, le nombre d'articles concernant les composites à fibres de palmier dattier publiés en 2024 est de 124, ce qui se situe loin derrière les 661 articles publiés durant la même période concernant les composites à fibres de bambou.

Nous avons aussi noté que les recherches réalisées sont concentrées dans les pays où se cultivent les différentes fibres végétales étudiées. Ceci nous encourage à multiplier les efforts pour lancer des recherches sur les fibres végétales qui poussent en Algérie et qui sont potentiellement utilisables dans les matériaux composites, notamment les fibres de palmier dattier.

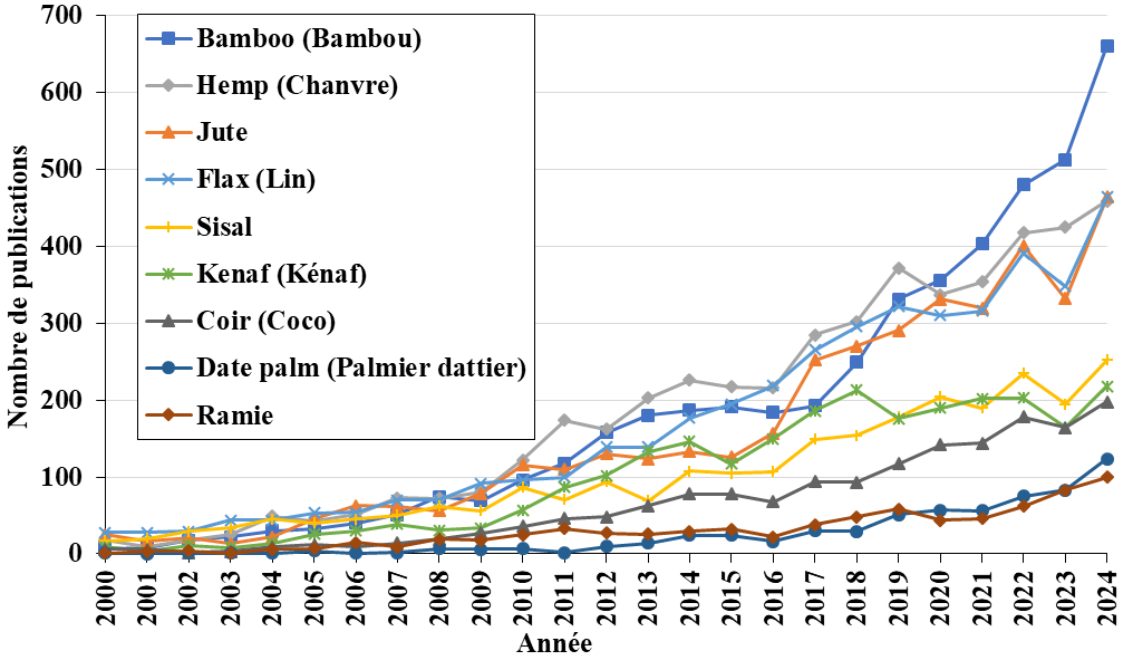


Figure I.27 : Nombre d'articles scientifiques publiés durant la période 2000-2024 [155].

En réalisant un classement par pays (figure I.28) du nombre d'articles scientifiques concernant les composites à fibres de palmier dattier publiés durant la période 2000-2024, nous découvrons qu'en dépit de toutes les difficultés, l'Algérie occupe une honorable deuxième place avec 108 publications juste derrière l'Arabie saoudite avec 130 publications.

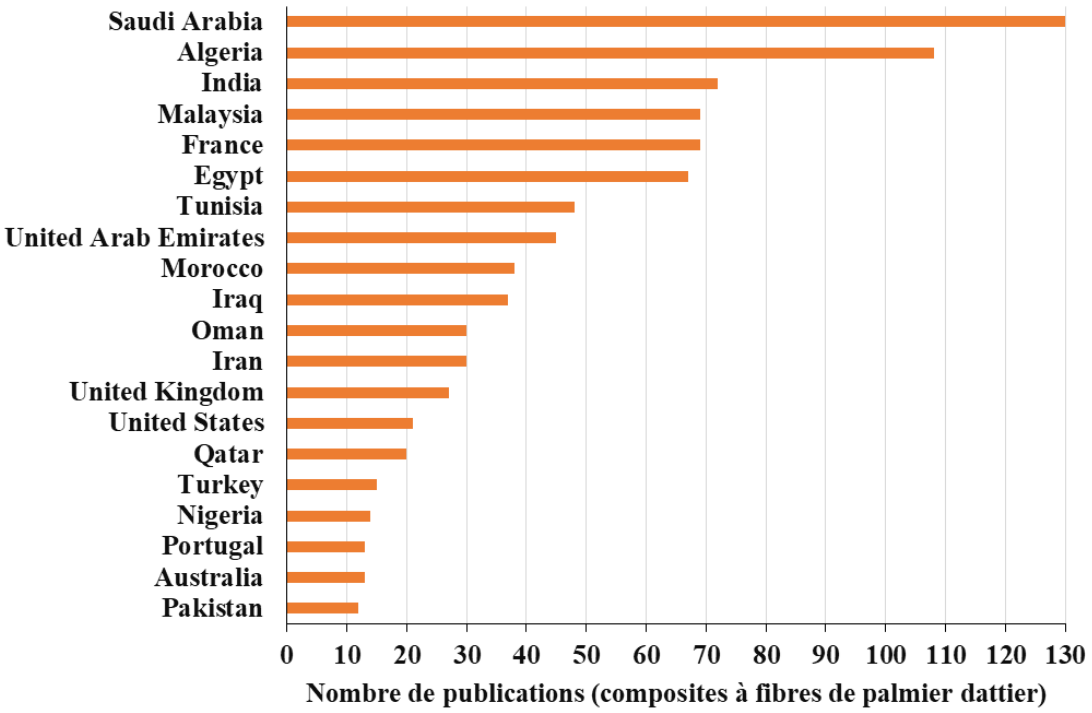


Figure I.28 : Classement des pays par nombre d'articles durant la période 2000-2024 [155].

I.3 CARACTÉRISATION DES COMPOSITES À FIBRES VÉGÉTALES

I.3.1 Composition chimique des fibres du palmier dattier

En parcourant la littérature scientifique, nous remarquons des différences notables dans la composition chimique des fibres de dattier palmier déterminée par les différents auteurs. Ceci est propre à toutes les fibres lignocellulosiques où la composition chimique dépend de beaucoup de facteurs [54] : variété (cultivar), nature du sol, qualité de l'eau, climat, partie étudiée, âge de la plante, technique d'extraction …

Le tableau I.7 donne quelques exemples de composition chimique concernant différentes parties du palmier dattier étudiées par différents auteurs à travers le monde. On aurait dû rajouter une colonne supplémentaire indiquant l'âge du palmier dattier étudié, mais les différents auteurs ne précisent que rarement ce détail.

Tableau I.7 : Composition chimique moyenne des fibres du palmier dattier.

Partie étudiée		Lieu de culture	Cellulose [%]	Hémicelluloses [%]	Lignine [%]	Référence
Pétiole		Algérie	33.79	20.44	26.03	Almi [156]
	Cœur	Egypte	52.52	20.41	8.91	Elseify [157]
	Peau		52.67	20.98	10.65	
		Maroc	34.00	28.90	18.20	Saadaoui [158]
		Arabie saoudite	43.05	31.34	25.61	Nasser [78]

Tableau I.7 : Composition chimique moyenne des fibres du palmier dattier (suite).

Partie étudiée	Lieu de culture	Cellulose [%]	Hémicelluloses [%]	Lignine [%]	Référence
Rachis	Algérie	41.42	19.35	33.00	Almi [156]
	Maroc	39.80	31.4	14.00	Saadaoui [158]
	Arabie saoudite	45.16	28.16	26.68	Nasser [78]
	Iran	40.21	12.80	32.20	Mirmehdi [159]
Foliole	Algérie	38.58	20.05	28.57	Almi [156]
	Maroc	29.70	23.30	11.60	Saadaoui [158]
	Arabie saoudite	47.14	16.13	36.73	Nasser [78]
	Iran	38.26	28.17	22.53	Mirmehdi [159]
	Inde	54.75	20.00	15.30	Mohanty [160]
Régime (Grappe)	Algérie	39.82	20.68	29.97	Almi [156]
	Egypte	58.91	19.18	4.96	Elseify [157]
	Arabie saoudite	44.40	24.30	31.30	Nasser [78]
	Arabie saoudite	44.00	26.00	11.00	Alshammari [33]
Fibrillium	Algérie	43.94	21.68	27.80	Almi [156]
	Maroc	50.60	8.10	31.90	Saadaoui [158]
	Algérie	45.00	26.00	5.00	Siham [121]
	Algérie	43.00	8.00	35.00	Chaib [133]
	Arabie saoudite	45.10	27.70	16.90	Bourmaud [161]

I.3.2 Propriétés physiques des fibres

Les propriétés physiques comprennent les caractéristiques dimensionnelles (longueur et diamètre), la masse volumique, l'angle microfibrillaire, la cristallinité et l'absorption d'humidité.

Les dimensions de la fibre ont une importance capitale dans la détermination des caractéristiques mécaniques (la contrainte normale et la déformation lors d'un essai de traction ainsi que la contrainte de cisaillement dans l'interface fibre/matrice lors d'un essai de déchaussement). La mesure des dimensions des fibres lignocellulosiques ne peut pas être réalisée par contact (pied à coulisse ou micromètre) à cause de la finesse de ces fibres et du risque de déformation au cours de la mesure. On préfère plutôt soit des microscopes (optique ou à balayage) soit des projecteurs de profils. En général, la mesure de la longueur de la fibre

ne pose pas de problème. Par contre, la mesure de son diamètre est plus difficile à cause du fait que la forme de la fibre végétale n'est pas parfaitement cylindrique et que ces dimensions transversales varient le long de sa longueur. De ce fait, plusieurs mesures doivent être faites le long de la fibre pour ensuite utiliser les outils statistiques afin de déterminer une moyenne et un écart type. Amroune et al. [64] ont utilisé un microscope optique équipé d'un logiciel de traitement d'images pour réaliser neuf mesures du diamètre sur une longueur de 120 mm de chaque fibre issue de la grappe (régime) du palmier dattier étudié. Nguyen [80] a conçu un dispositif qui permet de faire pivoter la fibre de chanvre de différents angles autour de son axe au cours de la mesure. Il arrive ainsi à effectuer cinq mesures des dimensions transversales (r_1, r_2, r_2, r_2 et r_5) sur une même section (figure I.29). L'opération est répétée plusieurs fois sur la longueur ce qui permet de se rapprocher sensiblement de la forme réelle de la fibre. Le diamètre est finalement moyenné transversalement et longitudinalement [80].

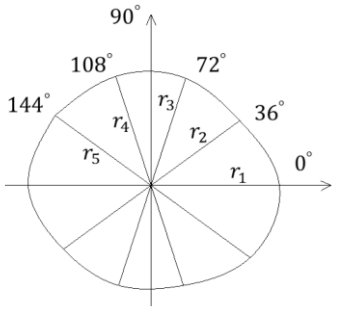


Figure I.29 : Section réelle d'une fibre végétale (chanvre) [80].

Charlet et al. [162] ont enrobé les fibres unitaires de lin dans une matrice époxy pour réaliser ensuite des coupes transversales perpendiculairement à la longueur de la fibre. En observant ces sections sous un microscope optique, ils ont déterminé les aires des sections de la fibre "A_f" et du lumen "A_l" dans différentes régions à l'aide d'un logiciel d'analyse d'image. Le diamètre équivalent de la fibre "d_f" et la porosité "p" sont alors déterminés par les relations suivantes :

$$d_f = \sqrt{\frac{4A_f}{\pi}} \qquad \textbf{(1.2)}$$

$$p = \frac{A_l}{A_f} \qquad \textbf{(1.3)}$$

Murali et al. [163] ont déterminé la forme et les dimensions des sections de plusieurs fibres végétales sans détailler la démarche suivie (figure I.30).

Sauvageon [87] a traité les images MEB des fibres de chanvre en coupe transversale à l'aide du logiciel "Image Pro Premier" afin de déterminer les diamètres d'au moins 500 fibres sur chaque lot étudié. Il définit ensuite l'indice d'uniformité *IU* comme suit :

$$IU = \frac{\text{Diamètre moyen de toutes les fibres de l'échantillon}}{\text{Diamètre moyen de la moitié supérieure des fibres de l'échantillon}} \qquad \textbf{(1.4)}$$

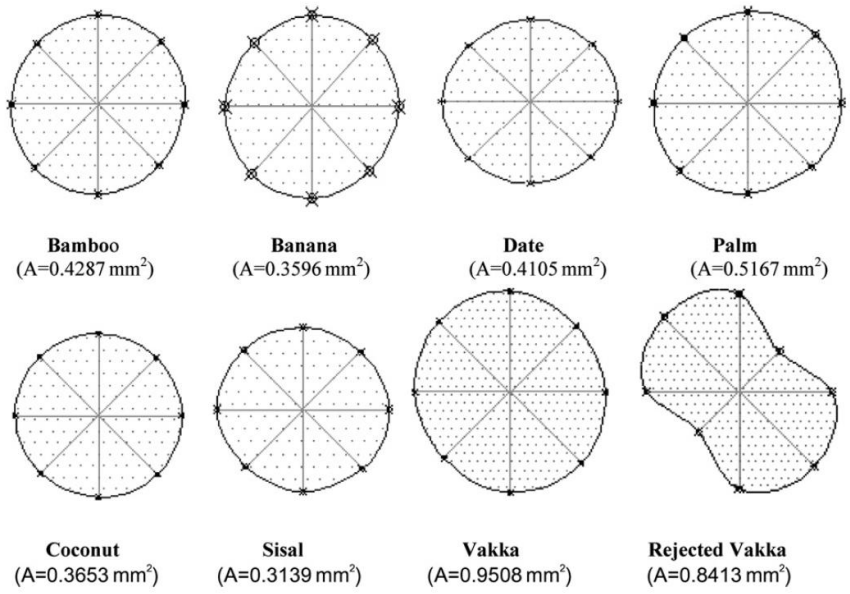


Figure I.30 : Sections de différentes fibres végétales [163].

La masse volumique des fibres peut être mesurée de différentes méthodes selon différentes normes :

Pour les plastiques : ASTM D1505, ASTM D792, ASTM D1895 et ISO 1183.
Pour le bois : ASTM D 2395.
Pour les fibres de carbone : ISO 10119.
Pour les fibres à haut module : ASTM D3800.
Pour les fibres de lin : ASTM D8171.

Il est important de distinguer la masse volumique apparente (y compris le vide) de la masse volumique réelle. Cette dernière est mesurée après compression des échantillons. Les différents auteurs n'indiquent pas toujours le contenu en eau des fibres lors de la détermination de la masse volumique.

Le tableau I.8 contient quelques propriétés physiques telles que déterminées par différents chercheurs concernant les fibres issues de différentes parties du palmier dattier. Là aussi, on aurait dû rajouter une colonne supplémentaire indiquant l'âge du palmier dattier étudié, mais les différents auteurs ne précisent que rarement ce détail.

Tableau I.8 : Propriétés physiques moyennes des fibres du palmier dattier.

Partie étudiée	Cultivar	Lieu de culture	Diamètre [μm]	Longueur [mm]	Masse volumique		Référence
					Valeur [g/cm^3]	Norme	
Rachis	Deglet-Nour	Algérie	600–750	-	0.635 0.751*	-	Almi [156]
	-	Maroc	426	-	0.289	-	Saadaoui [158]
	Sayer	Iran	510	1.69	-	-	Mirmehdi [159]

*Masse volumique absolue.

Tableau I.8 : Propriétés physiques moyennes des fibres du palmier dattier (suite).

Partie étudiée	Cultivar	Lieu de culture	Diamètre [μm]	Longueur [mm]	Masse volumique		Référence
					Valeur [g/cm^3]	Norme	
Pétiole	Deglet-Nour	Algérie	400-1000	-	0.160 0.866*	-	Almi [156]
	Deglet-Nour	Algérie	-	-	0.276	-	Agoudjil [164]
	Mech-Deglet		-	-	0.187		
	Elghers		-	-	0.206		
	Barhi	Arabie saoudite	-	1.09	0.628	ASTM D 2395–07a	Hegazy [165]
	Saqie		-	1.14	0.731		
	Sukkari		-	1.06	0.683		
	Sayer	Iran	470	2.73	-	-	Mirmehdi [159]
	-	Maroc	354	-	0.199	-	Saadaoui [158]
	-	Arabie saoudite	12.79	1.18	0.130	ASTM E-873	Abdel-Aal [166]
Foliole	Deglet-Nour	Algérie	350–900	-	0.411 0.830*	-	Almi [156]
	-	Maroc	374	-	0.316	-	Saadaoui [158]
	Sayer	Iran	460	3.42	-	-	Mirmehdi [159]
Régime (Grappe)	Deglet-Nour	Algérie	300–500	-	0.555 0.826*	-	Almi [156]
	Deglet-Nour	Algérie	-	-	0.389	-	Agoudjil [164]
	Mech-Deglet		-	-	0.388		
	Elghers		-	-	0.341		
	-	Egypte	196	13.8	0.67 1.35 (traitée) 1.37*	-	Ibrahim [104]

*Masse volumique absolue.

Tableau I.8 : Propriétés physiques moyennes des fibres du palmier dattier (suite).

Partie étudiée	Cultivar	Lieu de culture	Diamètre [μm]	Longueur [mm]	Masse volumique		Référence
					Valeur [g/cm^3]	Norme	
Fibrillium	Deglet-Nour	Algérie	500–800	-	0.209 0.786*	-	Almi [156]
	-	Maroc	389	-	0.241	-	Saadaoui [158]
	Berhi	Irak	-	-	1-1.98	-	Hammood [139]
	-	Maroc	< 700	20-50	0.121	-	Boumhaout [134]
	Deglet-Nour	Algérie	-	-	0.570	ISO 10119:2002	Djebloun [167]
	Elghers		-	-	0.470		
	Deglet-Beida		-	-	0.560		
	Mech-Deglet		-	-	0.500		
	Dhokar		-	-	0.450		

*Masse volumique absolue.

I.3.3 Essai de traction

L'essai de traction d'un matériau permet de tracer la courbe contrainte-déformation d'où il est possible de déduire les caractéristiques suivantes :

- Limite élastique R_e.
- Module d'élasticité E.
- Résistance à la rupture R_r.
- Allongement à la rupture A%.

I.3.3.1 Essai de traction des matrices

Les normes ASTM D638 et ISO 527 spécifient les conditions d'exécution de ce type d'essai.

Dans le cas où l'éprouvette est munie d'une jauge de mesure des déformations latérales, il est possible aussi de déterminer le coefficient de Poisson ν. De cette façon, on arrive à calculer le module de cisaillement G :

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} \qquad \textbf{(1.5)}$$

Le coefficient de Poisson ν peut être aussi déterminé en suivant les directives de la norme ASTM E 132.

La norme ASTM D638 exige d'utiliser au moins cinq éprouvettes pour les plastiques isotropes et au moins dix éprouvettes pour les plastiques renforcées. Afin d'assurer la répétabilité, la différence entre les valeurs les plus éloignées de la propriété mesurée ne doit dépasser la valeur de I :

$$I = 2.83 \times s \quad \textbf{(1.6)}$$

$$s = \sqrt{\frac{\left(\sum X^2 - n\bar{X}^2\right)}{(n-1)}} \quad \textbf{(1.7)}$$

X : Valeur de la propriété mesurée.
$\bar{X}$: Moyenne de la propriété concernée.
n : Nombre de mesures effectuées.

I.3.3.2 Essai de traction des fibres

Les normes ASTM D3822 et ASTM C1557 donnent tous les détails concernant l'exécution de ce type d'essai. La fibre est collée sur un support (généralement en papier ou en plastique) contenant une ouverture au milieu (figure I.31). Le support est ensuite monté sur la machine de traction. Après la déchirure du support au niveau de l'ouverture centrale, la traverse commence à se déplacer à une vitesse constante. L'enregistrement de la variation de la force en fonction du déplacement peut alors débuter.

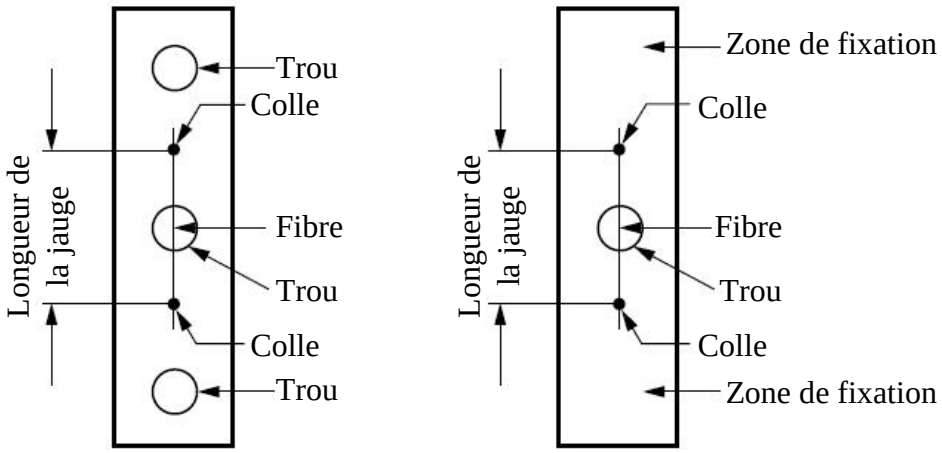


Figure I.31 : Fixation d'une fibre pour l'essai de traction.

Il est aussi possible d'utiliser la norme NF EN ISO 5079 qui elle-même recommande la norme ISO 3060 pour la caractérisation des fibres naturelles en réalisant des essais sur des faisceaux de fibres. De même, la norme ASTM D4018 permet de caractériser les faisceaux de fibres de carbone.

La norme ASTM D3379 est recommandée pour les fibres unitaires à haut module. La norme ASTM D7269 est quant à elle destinée au test des fils d'aramide.

Lors de l'essai de traction des fibres de lin, Charlet et al. [162] ont observé une petite zone non linéaire pour les petites déformations. Ils ont expliqué ce phénomène par le glissement des microfibrilles au début de l'application de la charge pour s'aligner avec la direction de l'axe de la fibre (l'angle microfibrillaire initial était d'environ 10°). Ces mêmes tests ont montré que le module d'Young et la résistance à la rupture diminuent avec l'augmentation du diamètre. Ceci s'explique probablement par l'augmentation du diamètre du lumen, par l'évolution de la composition biochimique ou encore par l'augmentation du nombre et de la taille des défauts dans les parois des fibres [85].

Afin de remédier au problème de la grande disparité des valeurs de la résistance à la rupture des fibres de lin obtenues lors d'un essai de traction, Hu et al. [168] ont décidé de calculer la contrainte en utilisant l'aire de la section de rupture et non une valeur moyenne mesurée avant l'essai de traction. Ils sont arrivés à réduire l'écart type à moins de 11% au lieu de 24% pour le calcul avec les valeurs moyennes des diamètres mesurées avant l'essai de traction.

En réalisant des essais de traction sur 785 fibres de jute, Virk et al. [169] ont remarqué une grande disparité dans les valeurs de la résistance à la rupture mesurée qui serait due à l'incertitude sur les valeurs des aires des sections résistantes. Les valeurs des allongements à la rupture sont, quant à elles, moins dispersées parce qu'elles sont indépendantes de l'aire de la section. De ce fait, Virk et al. [169] recommandent d'utiliser le critère de l'allongement à la rupture plutôt que celui de la résistance à la rupture.

Plusieurs chercheurs ont réalisé des essais de traction sur des fibres issues de différentes parties du palmier dattier. La figure I.32 présente un exemple des courbes de traction obtenues.

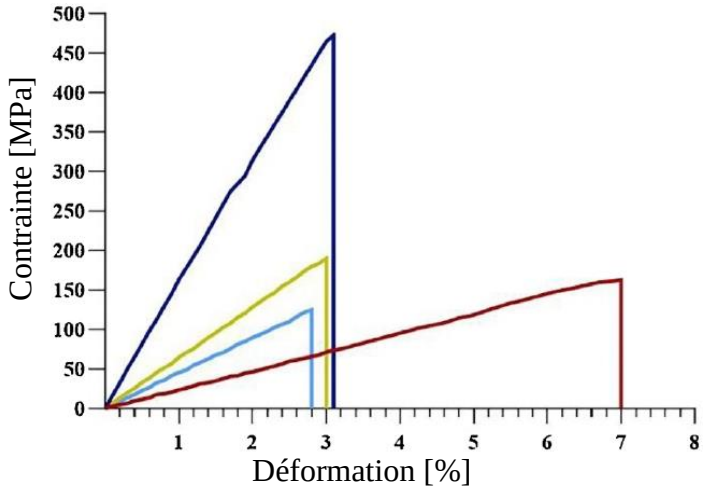


Figure I.32 : Exemple de courbes de traction des fibres du palmier dattier [170].

Le tableau I.9 présente quelques exemples de caractéristiques mécaniques des fibres de palmier dattier déterminées par différents chercheurs dans le monde. Comme pour le cas des propriétés physiques, nous remarquons là aussi une grande disparité dans les valeurs aussi bien du module d'élasticité que de l'allongement et de la résistance à la rupture. Ceci est propre à toutes les fibres végétales où les caractéristiques mécaniques dépendent de plusieurs facteurs : variété, nature du sol, qualité de l'eau, climat, partie étudiée, âge de la plante, technique de prétraitement, …

I.3.3.3 Essai de traction des composites

Les normes ASTM D3039/ASTM D3039M et ISO 527-5 contiennent tous les détails nécessaires à l'exécution des essais de traction sur des matériaux composites à fibres unidirectionnelles permettant de déterminer les modules d'élasticité, les coefficients de Poisson et les résistances à la traction aussi bien dans la direction longitudinale que transversale.

Pour les matériaux composites stratifiés il est possible d'utiliser la norme ASTM D5083 ou la norme ISO 527-4 notamment pour les composites à matrice thermodurcissable.

I.3.4 Essai de flexion

L'essai de flexion 3 points peut être réalisé selon la norme ASTM D790. A partir de la courbe de variation de la flèche en fonction de la force appliquée au milieu de l'éprouvette, il est possible de calculer le module de flexion, la limite élastique en flexion et la résistance à la flexion.

La norme ASTM D6272 donne les détails de l'exécution de l'essai de flexion 4 points. Dans ce cas, le moment fléchissant maximal est constant dans toute la région comprise entre les deux points d'application de la charge.

La norme ASTM D7264/D7264M est plutôt destinée aux composites à matrice polymère et fibres longues. Elle contient les spécifications nécessaires à l'exécution aussi bien de l'essai de flexion 3 points (procédure A) que de l'essai de flexion 4 points (procédure B).

I.3.5 Essai de torsion

Il est possible de mesurer indirectement le module de cisaillement d'une fibre unitaire en mesurant la fréquence de vibration d'un pendule de torsion constitué de la fibre étudiée dont une extrémité est fixée et l'autre attachée à une masse subissant des vibrations de torsion. Après avoir déterminé le module d'Young lors d'un essai de traction du fibrillium (Lif) d'un palmier dattier, Djebloun et al. [167] ont mesuré la période des oscillations d'un pendule de torsion constitué de ce fibrillium auquel est attachée une masse. Ceci a permis de calculer les coefficients de Lamé et d'en déduire le module de cisaillement et le coefficient de Poisson. L'expérience a été répétée pour cinq types de fibres de palmier dattier. Le module de cisaillement calculé était compris entre 1.751 GPa et 2.907 GPa tandis que le coefficient de Poisson calculé était compris entre 0.1 et 0.176.

Tableau I.9 : Propriétés mécaniques des fibres du palmier dattier.

Partie étudiée	Cultivar	Lieu de culture	Traitement	Résistance à la rupture [MPa]	Module d'élasticité [GPa]	Allongement à la rupture [%]	Norme	Référence
Pétiole	Deglet-Nour	Algérie	Non traitée	90.00±8.87	7.00±2.00	0.95±0.42	NF EN ISO 5079	Almi [156]
	Barhi	Egypte	Non traitée	118	4.4	2.78	ASTM D 3822 - 01	Elseify [170]
			1% NaOH, 25°C, 2h	193	6.4	2.88		
			3% NaOH, 75°C, 2h	453	16.1	3.06		
			5% NaOH, 100°C, 3h	164	2.3	7.1		
Rachis	Deglet-Nour	Algérie	Non traitée	213.00±58.00	8.50±2.33	2.68±0.49	NF EN ISO 5079	Almi [156]
Foliole	Deglet-Nour	Algérie	Non traitée	100.12±43.87	4.00±1.33	2.68±0.49	NF EN ISO 5079	Almi [156]
	-	Inde	Non traitée	32.43±2.23	6.48±0.89	4.33±0.41	-	Mohanty [171]
			5% NaOH, 80°C, 1h	33.33±3.49	9.70±1.26	5.03±0.75		
			NaOH + Acide acrylique	70.27±5.64	16.34±1.72	5.84±0.89		
			10% NaOH+chlorure de benzoyle, 15 min	37.83	-	-	-	Mohanty [160]
			NaOH+ 0.003% permanganate de potassium	42.34	-	-		
			NaOH + 6% Peroxyde de benzoyle	48.64	-	-		
			NaOH+ 5% anhydride maléique, 65°C, 3h	35.62	-	-		

Tableau I.9 : Propriétés mécaniques des fibres du palmier dattier (suite).

Partie étudiée	Cultivar	Lieu de culture	Traitement	Résistance à la rupture [MPa]	Module d'élasticité [GPa]	Allongement à la rupture [%]	Norme	Référence
Régime (Grappe)	Deglet-Nour	Algérie	Non traitée	113.95±54.00	4.33±2.67	3.37±1.39	NF EN ISO 5079	Almi [156]
	-	Algérie	Non traitée	117 ± 35	4.3 ± 1.4	3.13 ± 0.7	ASTM D 3822-01	Amroune [64]
			0.5% NaOH, 12 h	328 ± 119	11.6 ± 4.8	3.33 ±0.6		
			0.5% NaOH, 24 h	178 ± 78	5.2 ± 3.0	3.95 ± 1.0		
			0.5% NaOH, 48 h	199 ± 87	5.4 ± 3.6	3.98 ±1.9		
			0.5% NaOH, 72 h	206 ± 88	7.5 ± 3.8	3.52 ± 0.8		
			0.5% NaOH, 96 h	233 ± 94	8.8 ± 3.8	3.26 ± 0.7		
			1% NaOH, 12 h	245 ± 89	9.5 ± 3.3	3.13 ± 0.7		
			1% NaOH, 24 h	276 ± 115	9.2 ± 4.5	3.73 ± 0.7		
			1% NaOH, 48 h	229 ± 72	6.7 ± 3.7	3.88 ± 0.9		
			1% NaOH, 72 h	227 ± 98	7.9 ± 3.2	3.32 ± 0.6		
			1% NaOH, 96 h	222 ± 87	7.8 ± 2.7	3.76 ± 1.0		
			2% NaOH, 12 h	234 ± 90	7.2 ± 3.4	4.19 ± 1.6		
			2% NaOH, 24 h	235 ± 117	8.2 ± 3.6	3.41 ± 0.7		
			2% NaOH, 48 h	231 ±100	8.1 ± 3.9	3.76 ± 1.0		
			2% NaOH, 72 h	229 ± 117	8.2 ± 4.2	3.33 ± 0.9		
			2% NaOH, 96 h	220 ± 76	8.0 ± 3.1	3.36 ± 1.0		
			3% NaOH, 12 h	292 ± 105	9.4 ± 3.4	3.73 ± 0.7		
			3% NaOH, 24 h	237 ± 105	7.7 ± 3.4	3.67 ± 1.0		
			3% NaOH, 48 h	224 ± 101	7.1 ± 3.5	4.04 ± 1.0		
			3% NaOH, 72 h	268 ± 88	10.1 ± 3.4	3.55 ± 1.1		
			3% NaOH, 96 h	220 ± 78	9.2 ± 3.6	3.09 ± 0.7		
	-	Egypte	Non traité	90 ± 30.8	7.8 ± 2.7	-	-	Ibrahim [104]
			5% NaOH, 90°C, 3h	195 ± 28.8	8.8 ± 1.5	-		

Tableau I.9 : Propriétés mécaniques des fibres du palmier dattier (suite).

Partie étudiée	Cultivar	Lieu de culture	Traitement	Résistance à la rupture [MPa]	Module d'élasticité [GPa]	Allongement à la rupture [%]	Norme	Référence
Fibrillium	Deglet-Nour	Algérie	Non traitée	90.00±30.70	3.66±2.33	4.59±0.90	NF EN ISO 5079	Almi [156]
	Berhi	Irak	Eau salée 48h + 5% acide maléique 20h	95–190	2.7–5.8	2.5–5	-	Hammood [139]
	Deglet-Nour	Algérie	Non traitée	125.57–182.25	5.47–9.85	5.39–7.56	ASTM D7269	Djebloun [167]
	Elghers		Non traitée	38.02–89.35	4.16–4.30	1.62–7.95		
	Deglet-Beida		Non traitée	217.91–318.55	5.57–9.86	8.80–13.66		
	Mech-Deglet		Non traitée	39.92–154.98	5.08–7.21	1.05–5.61		
	Dhokar		Non traitée	49.55–97.95	3.30–4.01	3.06–12.58		

I.3.6 Caractérisation de l'interface fibre/matrice

La caractérisation de l'interface fibre/matrice vise à évaluer l'efficacité du transfert de charge entre les fibres et la matrice ce qui constitue l'élément clé des performances des matériaux composites. Il existe plusieurs techniques de caractérisation de l'interface parmi lesquelles on peut citer :

I.3.6.1 Essai de déchaussement "pull-out"

Le principe de cette méthode consiste à extraire une fibre partiellement enchâssée dans un bloc constitué de la matrice (figure I.33)**.** La résistance interfaciale au cisaillement est égale au rapport entre la force nécessaire au décollement et la surface de contact fibre/matrice [172]. Pour obtenir le déchaussement il faut que la longueur enchâssée l_e soit inférieure à la longueur critique l_c. Lorsqu'on tient compte de l'élasticité de la matrice et de la fibre ainsi que du frottement entre les deux, le problème devient un peu plus compliqué et nécessite le traçage de la courbe de traction. La contrainte moyenne de cisaillement à l'interface est donnée par l'expression suivante [80] :

$$\tau_i = \frac{F_{\max}}{2\pi r_f l_e} \qquad \textbf{(1.8)}$$

τ_i : Résistance interfaciale au cisaillement.
$F_{\max}$: Force maximale mesurée.
r_f : Rayon moyen de la fibre.
l_e : Longueur de la partie enchâssée de la fibre.

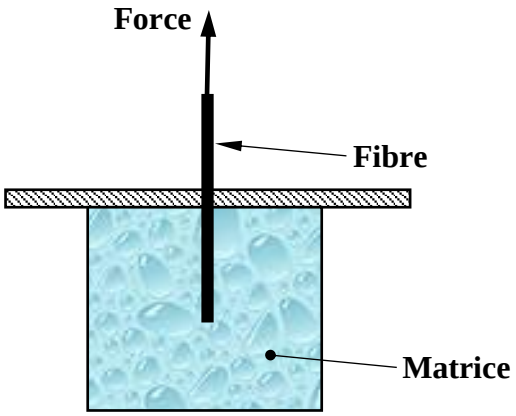


Figure I.33 : Essai de déchaussement "pull-out"

I.3.6.2 Essai de fragmentation

Dans ce cas, l'éprouvette est constituée d'une fibre unique complètement enchâssée dans la matrice en forme haltère (figure I.34) qui est alors soumise à un essai de traction jusqu'à ce que la fibre se fragmente en segments correspondant à la longueur critique l_c [173]. Celle-ci est mesurée soit par un microscope optique (matrice transparente) soit par tout autre instrument après pyrolyse (matrice opaque). La résistance interfaciale au cisaillement est ensuite calculée par l'expression suivante [172] :

$$\tau_i = \frac{R_{r(f)} r_f}{l_c} \qquad \textbf{(1.9)}$$

$R_{r(f)}$: Résistance à la rupture de la fibre.

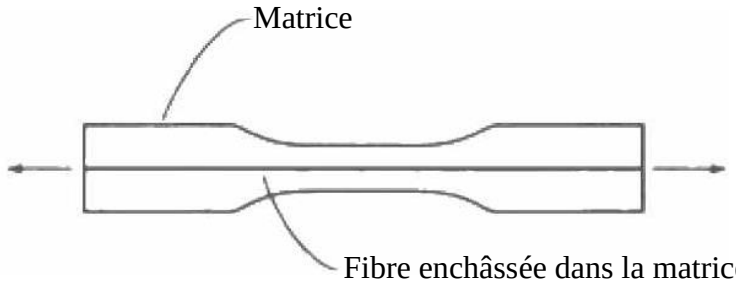


Figure I.34 : Eprouvette pour l'essai de fragmentation [173].

Shalwan et Yousif [103] ont utilisé la technique de fragmentation pour caractériser l'interface entre les fibres issues du fibrillium du palmier dattier et une matrice en résine époxy. Ils ont constaté que la meilleure adhérence fibre/matrice est obtenue pour un diamètre de fibre de 0.3 mm avec un prétraitement à 6% de NaOH.

I.3.6.3 Essai de micro-indentation

L'essai commence par un polissage de la surface du composite perpendiculaire à l'axe de la fibre. Un micro-indenteur en diamant est utilisé pour appliquer une force parallèle à l'axe de fibre jusqu'à la décohésion (figure I.35) [173]. La résistance interfaciale au cisaillement est déduite à partir de la force de décohésion. Il est aussi possible de combiner les résultats expérimentaux avec une discrétisation par éléments finis de la région d'étude.

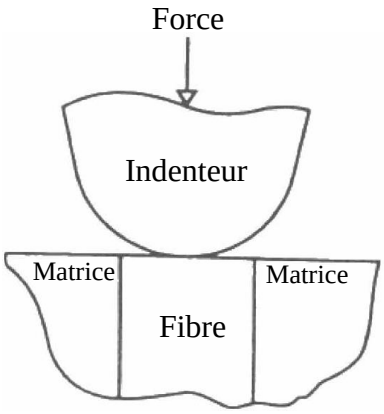


Figure I.35 : Essai de micro-indentation [173].

I.3.7 Absorption d'eau

Le test d'absorption d'eau est l'un des tests les plus importants surtout pour les matériaux destiné à travailler dans une atmosphère humide. En effet, l'absorption d'eau réduit considérablement les performances des matériaux. C'est pour cela qu'il est impératif de connaître la capacité du matériau étudié à absorber l'eau et l'humidité. La norme ASTM D570 détermine les conditions d'exécution d'un tel essai. L'éprouvette est d'abord séchée pendant 24 heures pour être ensuite pesée et immédiatement immergée dans de l'eau distillée. La masse de l'éprouvette est alors pesée à intervalle de temps régulier. L'absorption d'eau M_t (%) est calculée comme suit [174] :

$$M_t(\%) = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100 \qquad \textbf{(1.10)}$$

m_0 : Masse initiale de l'éprouvette.
m_t : Masse de l'éprouvette après immersion.

Au début de l'absorption d'eau, on peut considérer que le comportement est Fickien ce qui nous permet d'écrire [175] :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 4\sqrt{\frac{Dt}{\pi h^2}} \qquad \textbf{(1.11)}$$

M_∞ : Absorption d'eau à la saturation.
D : Coefficient de diffusion.
t : Temps.
h : Epaisseur de l'éprouvette.

Pour calculer le coefficient de diffusion D, on écrit l'équation précédente à deux instants successifs t_1 et t_2 [176] :

$$M_{t_1} = 4M_\infty\sqrt{\frac{D}{\pi h^2}}\sqrt{t_1} \quad ; \quad M_{t_2} = 4M_\infty\sqrt{\frac{D}{\pi h^2}}\sqrt{t_2}$$

$$M_{t_2} - M_{t_1} = 4M_\infty\sqrt{\frac{D}{\pi h^2}}\left(\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}\right) \quad \Rightarrow \quad \left[\frac{M_{t_2} - M_{t_1}}{\left(\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}\right)}\right]^2 = \left(4M_\infty\right)^2\frac{D}{\pi h^2}$$

$$\boxed{D = \pi\left(\frac{h}{4M_\infty}\right)^2\left[\frac{M_{t_2} - M_{t_1}}{\left(\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}\right)}\right]^2} \qquad \textbf{(1.12)}$$

Cette dernière équation peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\boxed{D = \pi\left(\frac{kh}{4M_\infty}\right)^2} \qquad \textbf{(1.13)}$$

Avec : $k = \dfrac{M_{t_2} - M_{t_1}}{\left(\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}\right)}$

Ainsi, si nous traçons la courbe de variation de l'absorption d'eau M_t (%) en fonction de la racine carrée du temps $t^{0.5}$ (figure I.36), nous pourrons déterminer le coefficient de diffusion D à partir de la pente initiale k de cette courbe et de l'absorption d'eau à la saturation M_∞.

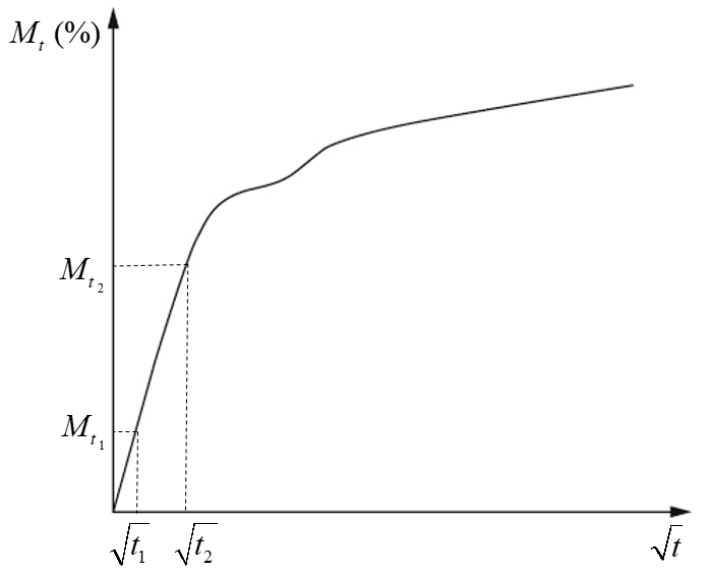


Figure I.36 : Variation de l'absorption d'eau en fonction de la racine carrée du temps.

Plusieurs chercheurs ont réalisé des essais d'absorption d'eau sur les fibres de palmier dattier ainsi que sur leurs composites. La figure I.37 représente un exemple de courbes de variation de l'absorption d'eau en fonction du temps pour une résine époxy ainsi que pour plusieurs composites de cette résine renforcée par des fibres issus de différentes parties du palmier dattier [33] :

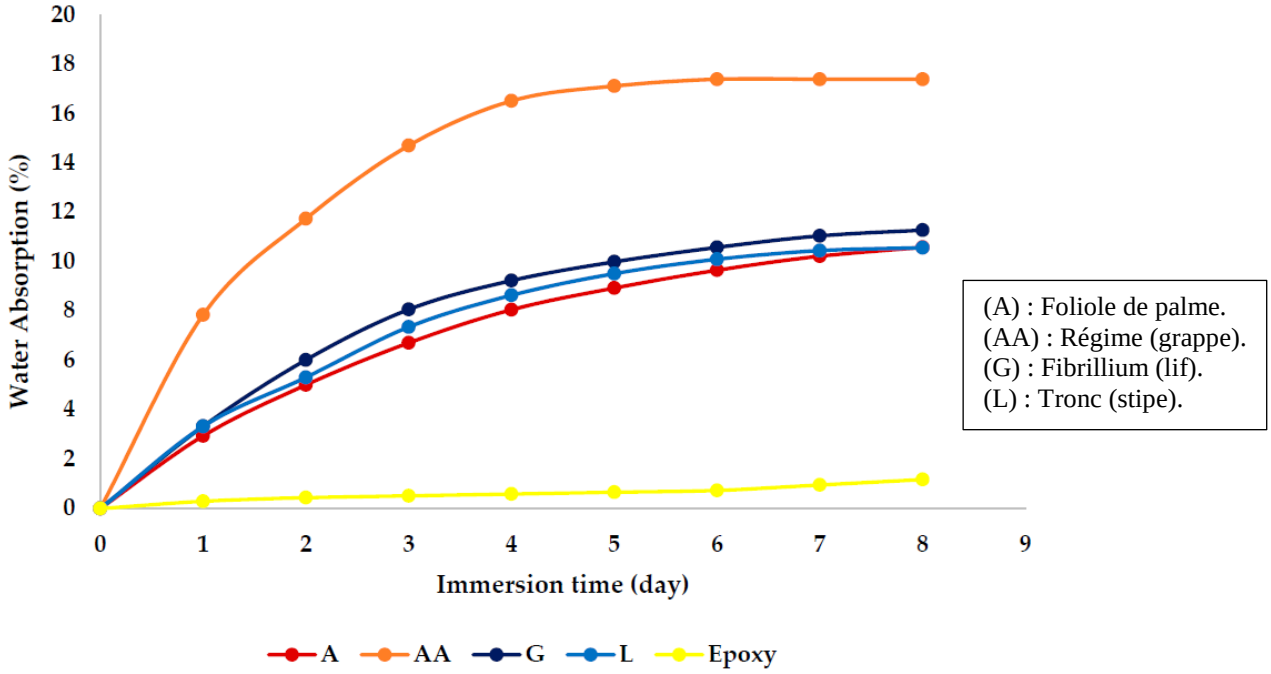


Figure I.37 : Absorption d'eau en fonction du temps pour la résine époxy et les composites époxy/fibres de palmier dattier [33].

Remarque : Selon Lahouioui et al. [177], le mécanisme de diffusion d'eau dans le composite est modélisé par l'équation suivante :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = k_d t^n \qquad \textbf{(1.14)}$$

k_d, n : Constantes dépendant du matériau.

Pour n = 0.5 la diffusion est Fickienne tandis que pour n compris entre 0.5 et 1 la diffusion est non Fickienne [177].

I.3.8 Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une technique d'analyse thermique qui consiste à chauffer un échantillon progressivement dans une atmosphère contrôlée et à enregistrer la quantité et le taux de variation de sa masse en fonction de la température et du temps. Ceci permet de caractériser un matériau qui présente une perte ou un gain de masse dus à la perte de substances volatiles, à la décomposition chimique et à l'oxydation.

L'appareil utilisé est constitué d'une unité de commande, d'une thermo-balance de grande sensibilité, d'un système de gestion des gaz et d'un four pouvant chauffer l'échantillon jusqu'à une température de 2400 °C avec une vitesse de chauffage réglable [178]. La stabilité thermique de l'échantillon peut être étudiée dans une atmosphère inerte ou oxydante. Le débit du gaz utilisé est aussi réglable.

Les appareils modernes permettent de réaliser l'analyse thermique différentielle (ADT) simultanément avec l'ATG. L'ADT mesure la variation de température entre l'échantillon étudié et un corps témoin inerte lors d'une réaction exothermique ou endothermique. De cette façon, il est possible de caractériser plusieurs phénomènes tels que les diagrammes de phases, la transition vitreuse et la polymérisation.

Les normes ASTM E2550, ASTM E1131 et ISO 11358 décrivent la démarche à suivre pour exécuter une analyse thermogravimétrique.

La grande majorité des chercheurs travaillant sur les composites à fibres de palmier dattier réalisent des analyses thermogravimétriques afin de caractériser les matériaux utilisés. Le résultat de cet essai est présenté sous forme de courbe de perte de masse en fonction de la température accompagnée de sa courbe dérivée (DTG). La figure I.38 représente un exemple de courbes gravimétriques (ATG) avec leurs dérivées (DTG) concernant la résine époxy et les composites époxy/fibres de palmier dattier [141].

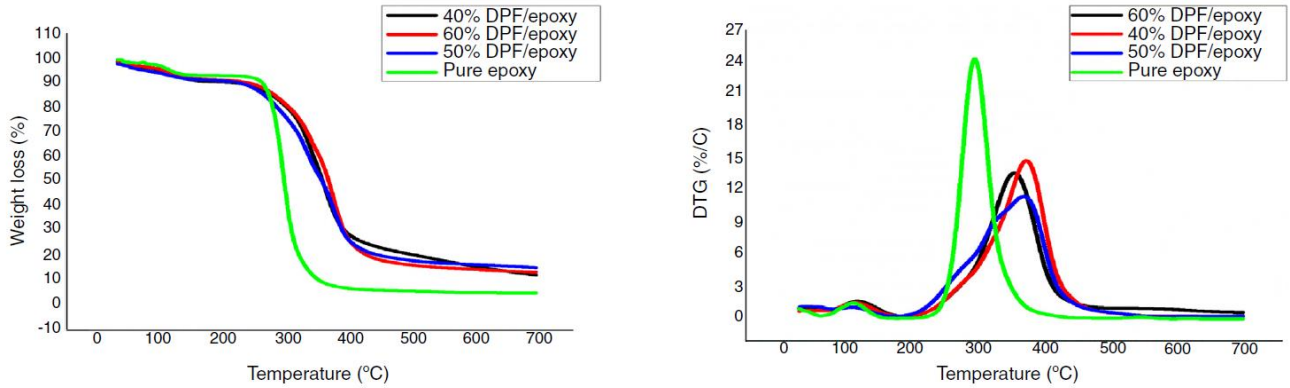


Figure I.38 : Courbes ATG et DTG pour la résine époxy et les composites époxy/fibres de palmier dattier [141].

I.3.9 Caractérisation du comportement viscoélastique

Un solide élastique parfait est capable de stocker l'énergie de déformation mais il est incapable de la dissiper. Au contraire, un fluide visqueux est capable de dissiper l'énergie mais il est incapable de la stocker. Un corps viscoélastique a un comportement intermédiaire entre celui du solide élastique et celui du fluide visqueux. Ainsi, selon les conditions, il est capable aussi bien de stocker l'énergie que de la dissiper. La réponse aux sollicitations d'un matériau viscoélastique dépend de l'historique des sollicitations récentes ("fading memory") contrairement au solide élastique parfait dont les déformations actuelles ne dépendent que des contraintes actuelles ("simple memory"). On distingue quatre comportements importants pour un matériau viscoélastique [173] :

a) Lorsqu'il est soumis à une contrainte constante, la déformation résultante va augmenter avec le temps (fluage).

b) Lorsqu'il est soumis à une déformation constante, la contrainte résultante va diminuer avec le temps (relaxation).

c) Lorsqu'il est soumis à une contrainte alternative, la courbe contrainte/déformation va se présenter sous forme de boucle d'hystérésis dont l'aire est une mesure de l'énergie dissipée.

d) Lorsqu'on change la vitesse de sollicitation, la courbe contrainte/déformation va changer en conséquence. Le comportement dépend donc de la vitesse de sollicitation.

Il existe plusieurs essais pour caractériser le comportement viscoélastique parmi lesquels on peut citer : l'essai de fluage, l'essai de relaxation et l'analyse mécanique dynamique (DMA) [179].

I.3.9.1 L'essai de fluage

Lorsqu'on applique une contrainte constante σ_0 à une éprouvette en matériau présentant un comportement viscoélastique, le fluage se manifeste par une augmentation de sa déformation $\varepsilon(t)$ au cours du temps t (figure I.39). A partir de la déformation instantanée ε_0, la vitesse de déformation ($d\varepsilon/dt$) décroit durant la phase I (fluage primaire), ensuite elle reste constante durant la phase II (fluage secondaire) pour s'accélérer durant la phase III (fluage tertiaire) jusqu'à la rupture de l'éprouvette [180].

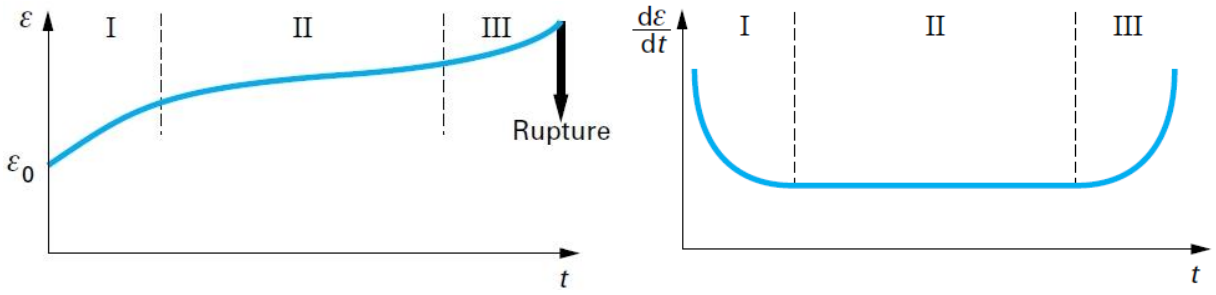


Figure I.39 : Différentes phases du fluage [180].

La complaisance de fluage $D(t)$ est définie comme suit :

$$D(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma} \qquad \textbf{(1.15)}$$

Il existe différentes normes expliquant les démarches à suivre pour réaliser des essais de fluage :

- ISO 899-1 : Fluage en traction des plastiques.
- ISO 899-2 : Fluage en flexion 3 points des plastiques.
- ASTM D2990 : Fluage des plastiques en traction, compression et flexion.
- ISO 7850 : Fluage en compression des plastiques alvéolaires.
- ISO 9967 : Fluage des tubes en thermoplastiques.
- ASTM D1598 : Fluage des tubes en plastiques.
- ASTM D7337/D7337M : Fluage en traction des composites à matrice polymère.

Le test de fluage est souvent suivi d'un test de recouvrance au cours duquel on enregistre l'évolution de la déformation après la suppression de la contrainte.

I.3.9.2 L'essai de relaxation

Lors d'un essai de relaxation, l'éprouvette du matériau étudié est soumise rapidement à une déformation qui est maintenue constante, la diminution de la contrainte résultante σ (figure I.40) est alors enregistrée en fonction du temps t [179].

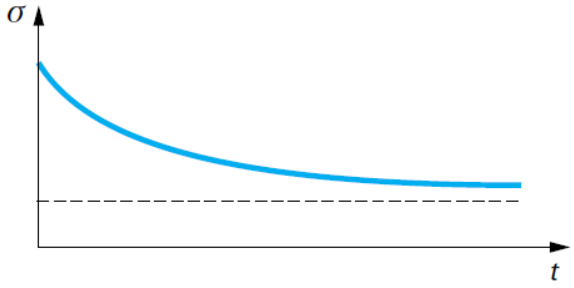


Figure I.40 : Relaxation de la contrainte [180].

Le module de relaxation $G(t)$ est défini comme suit :

$$G(t) = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon} \quad \textbf{(1.16)}$$

Les organismes de normalisation ont émis quelques normes relatives à l'essai de relaxation dont on cite :

- ISO 3384 et ASTM D6147 : Relaxation en compression des caoutchoucs et des thermoplastiques.
- ISO 6914 : Relaxation en traction des caoutchoucs et des thermoplastiques.
- ASTM D6048 : Relaxation des élastomères.
- ASTM E328 : Relaxation des matériaux et des structures.

I.3.9.3 L'analyse mécanique dynamique (DMA)

L'analyse mécanique dynamique (DMA) est une technique expérimentale utilisée pour caractériser le comportement viscoélastique des matériaux. L'éprouvette du matériau est soumise à une déformation sinusoïdale de faible amplitude (domaine linéaire) et la contrainte résultante est enregistrée en fonction de la température et de la fréquence [144]. Dans le cas d'une sollicitation en traction, la déformation appliquée $\varepsilon(t)$ s'écrit :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t) \quad \textbf{(1.17)}$$

Avec :

ε_0 : Amplitude de la déformation.

ω : Pulsation, $\omega = 2\pi f$

f : Fréquence.

t : Temps.

La contrainte résultante $\sigma(t)$ sera déphasée d'un angle δ par rapport à la déformation à cause du temps nécessaire aux mouvements des molécules [144]. Ainsi :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta) \quad \textbf{(1.18)}$$

Avec :

σ_0 : Amplitude de la contrainte.

δ : Angle de déphasage.

L'angle de déphasage δ est nul pour les matériaux parfaitement élastiques et égal à 90° pour les matériaux parfaitement visqueux. Pour les matériaux viscoélastiques, il est compris entre 0° et 90°.

L'équation précédente peut s'écrire comme suit [181] :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t)\cos(\delta) + \sigma_0 \cos(\omega t)\sin(\delta)$$

$$\sigma(t) = \varepsilon_0 E' \sin(\omega t) + \varepsilon_0 E'' \cos(\omega t)$$

Avec :

Module de conservation : $E' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0}\cos(\delta)$ **(1.19)**

Module de perte : $E'' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0}\sin(\delta)$ **(1.20)**

Facteur de perte : $\mathrm{Tan}(\delta) = \frac{E''}{E'}$ **(1.21)**

En utilisant la notation complexe, on peut écrire ($i^2 = -1$) :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 e^{i\omega t} \quad ; \qquad \sigma(t) = \sigma_0 e^{(i\omega t+\delta)}$$

Le module complexe E^* est alors défini comme suit :

$$E^* = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon(t)} = \frac{\sigma_0 e^{(i\omega t+\delta)}}{\varepsilon_0 e^{i\omega t}} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{i\delta} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0}\left(\cos(\delta) + i\sin(\delta)\right)$$

$$E^* = E' + iE'' \qquad \textbf{(1.22)}$$

Le module de conservation E' est la composante du module qui est en phase avec la déformation. Il caractérise la capacité du matériau à stocker l'énergie. Le module de perte E'' est la composante du module qui est en déphasage de 90° par rapport à la déformation. Il caractérise la tendance du matériau à dissiper l'énergie [182]. Le facteur de perte Tan(δ) représente la proportion de l'énergie dissipée durant un cycle relativement à l'énergie emmagasinée [144].

Les tests de DMA comprennent les balayages de température, les balayages de fréquence, le comportement au cours de cuisson, l'étude du fluage/recouvrance, …

Différents types de sollicitations peuvent être utilisées : traction, compression, flexion, torsion ou cisaillement [183]. Il existe le test de DMA en flexion 3 points et en flexion sur éprouvette simplement ou doublement encastrée [184].

Pour un balayage en température, les résultats du test de DMA sont représentés sous forme de courbes de variation du module de conservation E', du module de perte E'' et du facteur de perte Tan(δ) en fonction de la température (figure I.41).

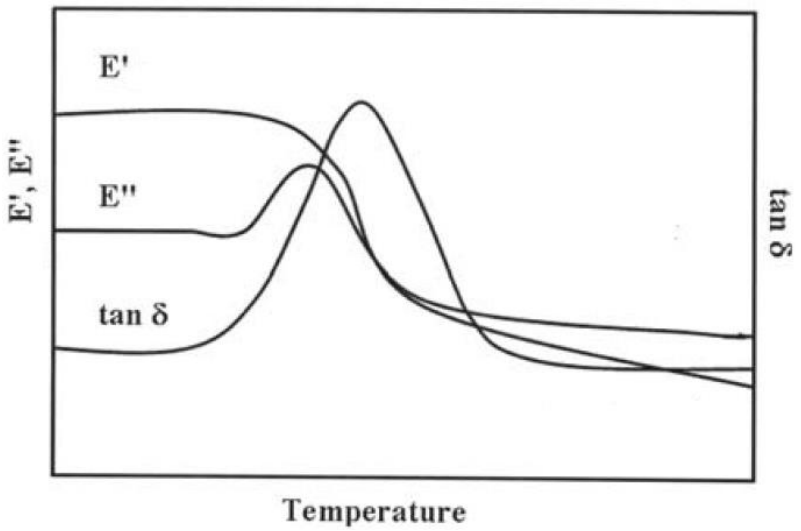


Figure I.41 : Variation de E', E'' et Tan(δ) en fonction de la température [144].

La température de transition vitreuse T_g est définie comme étant la température à laquelle un matériau passe de l'état vitreux à l'état caoutchouteux. Lorsqu'on réalise un balayage de température à une fréquence fixe, on considère que T_g est la température à laquelle le facteur de perte Tan(δ) passe par un maximum [182]. Nous pouvons alors définir trois zones :

- Zone vitreuse : E' est très élevé pour des températures $T << T_g$.
- Zone de transition : E' diminue rapidement au voisinage de T_g.
- Zone caoutchouteuse : E' est très faible aux températures $T >> T_g$.

Les mécanismes moléculaires associés au comportement viscoélastique peuvent être interprétés par la variation du volume libre (volume non occupé par les molécules du matériau

étudié) [15]. En effet, au-dessous de la température de transition vitreuse T_g, le volume libre est très petit ce qui laisse peu d'espace pour le mouvement des molécules lors de la sollicitation. A partir de la température de transition vitreuse T_g, le volume libre augmente avec l'augmentation de la température ce qui donne de plus en plus d'espace pour le mouvement des molécules.

Il existe différentes normes relatives à l'essai de DMA :

- ISO 6721 et ASTM D4065 : Considérations générales pour les plastiques.
- ASTM D5418 : Flexion sur éprouvette en plastique doublement encastrée.
- ASTM D5023 : Flexion 3 points sur éprouvette en plastique.
- ASTM D5024 : Compression sur éprouvette en plastique.
- ASTM D5026 : Traction sur éprouvette en plastique.
- ASTM D5279 : Torsion sur éprouvette en plastique.
- ASTM D7028 : Température de transition vitreuse pour les composites à matrices polymères.

Plusieurs auteurs ont réalisé des essais DMA sur les composites à fibres de palmier dattier. Nous citons, à titre d'exemple, l'étude de Ghori et Rao [185] portant sur les composites hybrides de la résine époxy renforcée par des fibres de palmier dattier et de kénaf. La figure I.42 représente la variation de E', E'' et Tan(δ) en fonction de la température pour les différentes formulations étudiées :

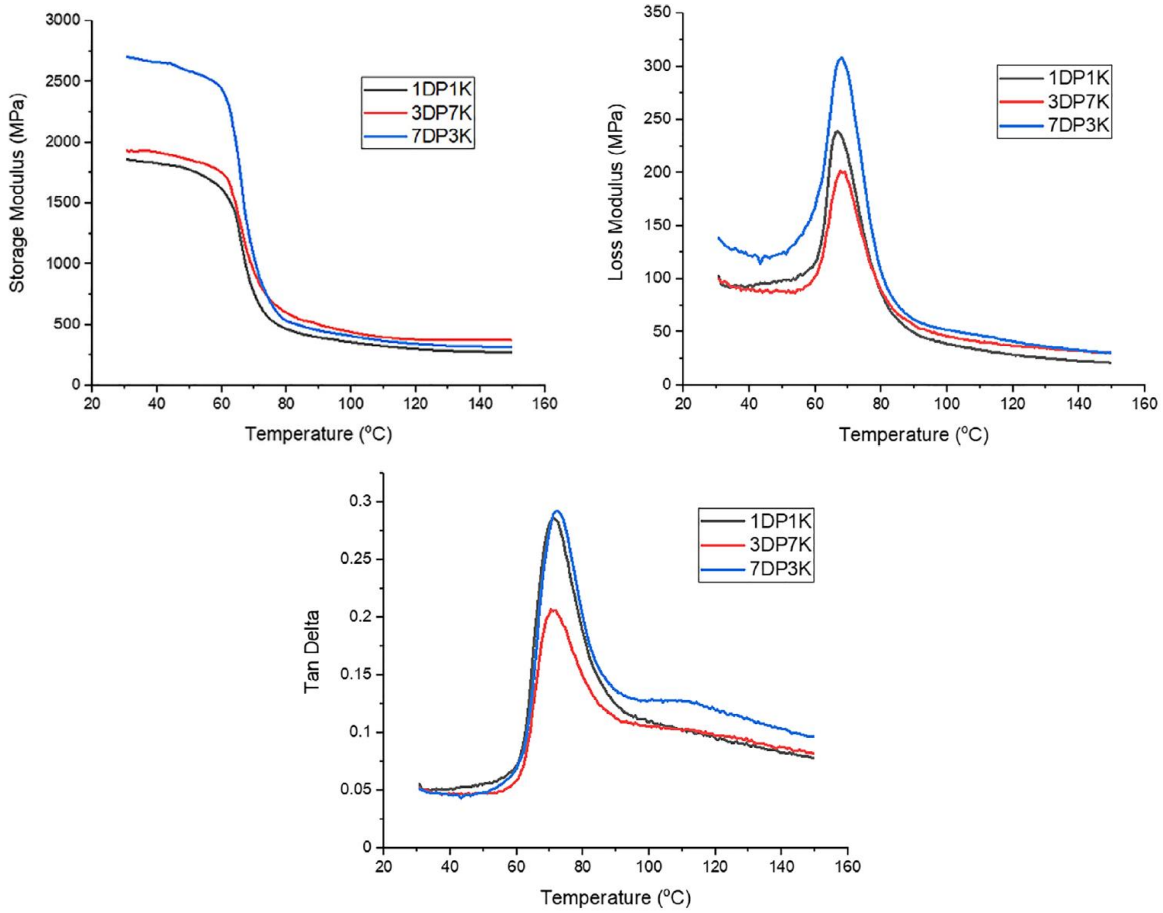


Figure I.42 : Variation de E', E'' et Tan(δ) en fonction de la température pour les composites hydrides époxy/fibres de palmier dattier et de kénaf [185].

I.3.9.4 L'équivalence temps-température

L'équivalence temps-température implique que le comportement viscoélastique à une température donnée peut être relié au comportement à une autre température seulement par un changement de l'échelle du temps [181]. Ainsi, la réponse d'un matériau viscoélastique sollicité à haute température pendant de courtes durées est équivalente à celle du même matériau sollicité à basse température pendant de longues durées. De cette façon, il est possible de construire une courbe maîtresse caractérisant le comportement viscoélastique du matériau étudié.

I.3.9.5 Viscoélasticité linéaire

Un solide est considéré comme viscoélastique linéaire s'il présente une relation de linéarité dépendante du temps entre la contrainte et la déformation. Notons $R = R(I)$ la réponse d'un solide à une excitation quelconque I. Le comportement est considéré comme viscoélastique linéaire si les deux conditions suivantes sont satisfaites [186] :

a) Proportionnalité : $R(cI) = cR(I)$, (c : constante).

b) Superposition : $R(I_a + I_b) = \mathrm{R}(I_a) + \mathrm{R}(I_b)$, ($I_a$, I_b : excitations quelconques).

Le comportement viscoélastique linéaire peut être représenté soit sous forme intégrale (principe de Boltzmann) soit sous forme différentielle (Maxwell, Kelvin-Voigt, Burgers, …). Pour cette dernière forme, on utilise différentes combinaisons de ressorts et d'amortisseurs. Le ressort (corps de Hooke) est caractérisé par une relation linéaire entre la contrainte σ et la déformation ε tandis que l'amortisseur (liquide de Newton) est caractérisé par une relation linéaire entre la contrainte σ et la vitesse de déformation ($\mathrm{d}\varepsilon/\mathrm{d}t$) (figure I.43) :

Pour le ressort : $\sigma = E\varepsilon$ **(1.23)**

E : Module.

Pour l'amortisseur : $\sigma = \eta \dfrac{\mathrm{d}\varepsilon}{\mathrm{d}t}$ **(1.24)**

η : Viscosité.

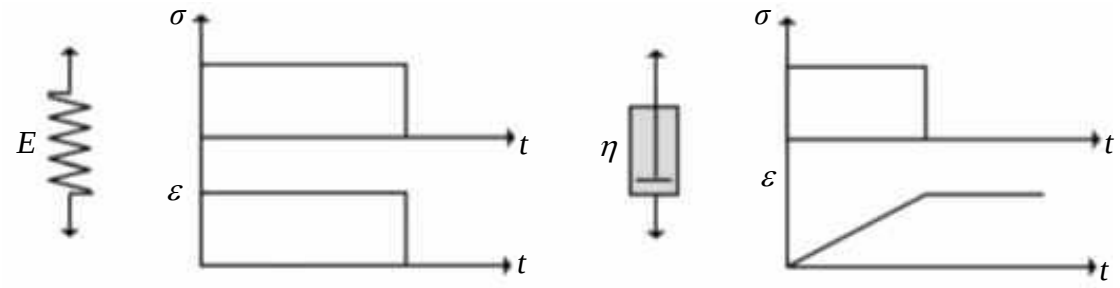


Figure I.43 : Relation contrainte/déformation pour un ressort et un amortisseur.

I.3.9.5.1 Principe de superposition de Boltzmann

Pour un historique de chargement donné sur un solide viscoélastique, le principe de superposition de Boltzmann s'énonce comme suit [181] :

a) La réponse en fluage est fonction de l'ensemble de l'historique de chargement.

b) La déformation totale est la somme de toutes les contributions qui ont des effets indépendants les uns des autres.

Considérons un solide à comportement viscoélastique ayant subi un historique de chargement défini par les incréments de contraintes $\Delta\sigma_1$, $\Delta\sigma_2$, $\Delta\sigma_3$, … appliquées aux temps τ_1, τ_2, τ_3, … respectivement (figure I.44).

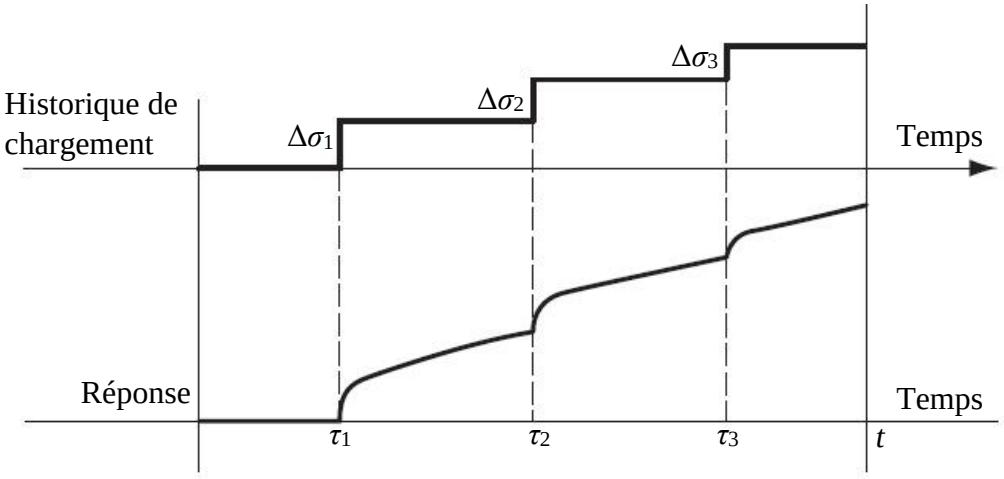


Figure I.44 : Fluage d'un solide à comportement viscoélastique linéaire [181].

La déformation de fluage totale à l'instant *t* s'écrit :

$$\varepsilon(t) = \Delta\sigma_1 D(t-\tau_1) + \Delta\sigma_2 D(t-\tau_2) + \Delta\sigma_3 D(t-\tau_3) + \ldots$$

Avec :

$D(t-\tau_i)$: Complaisance de fluage au temps *t* pour un incrément de contrainte $\Delta\sigma_i$ appliqué au temps τ_i [187].

Dans le cas où les incréments de contrainte sont infinitésimaux, la contrainte $\sigma(\tau)$ varie d'une manière continue. Ainsi, la somme ci-dessus prend la forme d'une intégrale [173] :

$$\varepsilon(t) = \int_{-\infty}^{t} D(t-\tau)\frac{\mathrm{d}\sigma(\tau)}{\mathrm{d}\tau}\mathrm{d}\tau \qquad \textbf{(1.25)}$$

D'une manière similaire, la contrainte résultante de l'application d'un historique de déformation quelconque $\varepsilon(\tau)$ s'écrit [173] :

$$\sigma(t) = \int_{-\infty}^{t} G(t-\tau)\frac{\mathrm{d}\varepsilon(\tau)}{\mathrm{d}\tau}\mathrm{d}\tau \qquad \textbf{(1.26)}$$

Avec :

$G(t-\tau)$: Module de relaxation.

Le principe de superposition de Boltzmann est parfois appelé "représentation intégrale de la viscoélasticité linéaire" à cause des formes intégrales ci-dessus [181].

I.3.9.5.2 Modèle de Maxwell

Le modèle de Maxwell est constitué d'un ressort et d'un amortisseur montés en série (figure I.45).

L'équation différentielle qui gouverne le comportement de ce modèle s'écrit [173] :

$$\frac{\mathrm{d}\varepsilon}{\mathrm{d}t} = \frac{1}{E}\frac{\mathrm{d}\sigma}{\mathrm{d}t} + \frac{\sigma}{\eta} \qquad \textbf{(1.27)}$$

Sous l'action d'une contrainte constante σ_0, la réponse en fluage s'écrit :

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma_0}{E} + \frac{\sigma_0}{\eta}t$$

La complaisance de fluage sera : $D(t)=\frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0}=\frac{1}{E}+\frac{t}{\eta}$ **(1.28)**

Sous l'action d'une déformation constante ε_0, la relaxation de contrainte s'écrit :

$$\sigma(t)=\sigma_0 e^{-\frac{t}{\lambda}}$$

$\lambda=\frac{\eta}{E}$: Temps de relaxation. **(1.29)**

Le module de relaxation sera : $G(t)=\frac{\sigma(t)}{\varepsilon_0}=Ee^{-\frac{t}{\lambda}}$ **(1.30)**

La figure I.45 représente le modèle de Maxwell ainsi que ses réponses en fluage (milieu) et en relaxation (à droite).

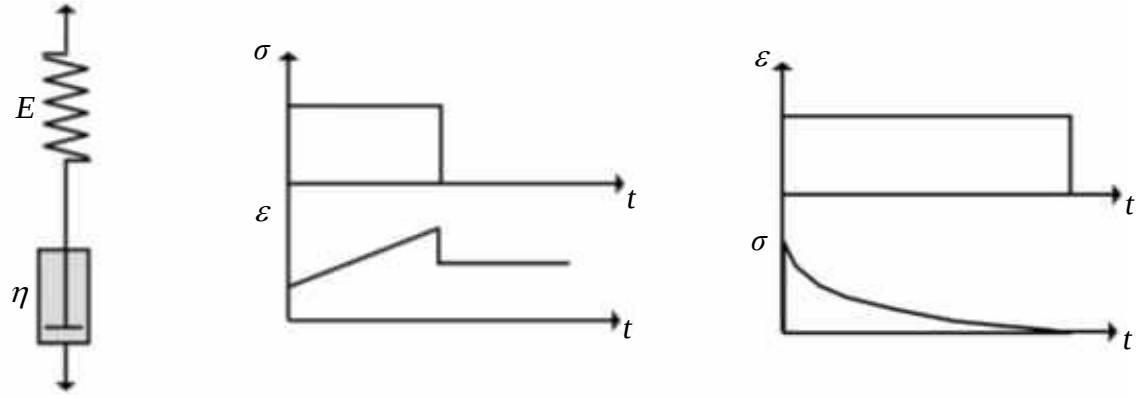


Figure I.45 : Modèle de Maxwell avec sa réponse en fluage et en relaxation.

Les observations expérimentales prouvent que, pour une première approximation, le modèle de Maxwell décrit assez bien le phénomène de relaxation mais il est très mal adapté pour décrire le phénomène de fluage [173].

I.3.9.5.3 Modèle de Kelvin-Voigt

Le modèle de Kelvin-Voigt (figure I.46) est constitué d'un ressort et d'un amortisseur montés en parallèle.

L'équation différentielle qui gouverne le comportement de ce modèle s'écrit comme suit [173] :

$$\sigma=E\varepsilon+\eta\frac{\mathrm{d}\varepsilon}{\mathrm{d}t} \quad \textbf{(1.31)}$$

Sous l'action d'une contrainte constante σ_0, la réponse en fluage s'écrit [178] :

$$\varepsilon(t)=\frac{\sigma_0}{E}\left(1-e^{-\frac{t}{\tau}}\right)$$

$\tau=\frac{\eta}{E}$: Temps de retard. **(1.32)**

La complaisance de fluage sera : $D(t)=\frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0}=\frac{1}{E}\left(1-e^{-\frac{t}{\tau}}\right)$ **(1.33)**

Pour un test de relaxation, la déformation est constante, donc la vitesse de déformation ($\mathrm{d}\varepsilon/\mathrm{d}t$) est nulle. En remplaçant dans l'équation différentielle ci-dessus on trouve :

$$\sigma=E\varepsilon \quad \textbf{(1.34)}$$

On voit bien qu'il s'agit de la réponse d'un solide élastique où la contrainte est constante. De ce fait, il n'y a pas de relaxation.

La figure I.46 représente le modèle de Kelvin-Voigt ainsi que sa réponse en fluage-recouvrance.

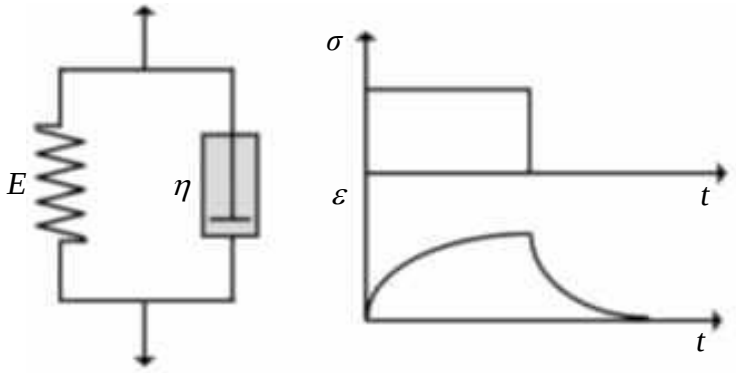


Figure I.46 : Modèle de Kelvin-Voigt avec sa réponse en fluage-recouvrance.

Pour une première approximation, le modèle de Kelvin-Voigt décrit bien le phénomène de fluage mais il est incapable de décrire le phénomène de relaxation.

I.3.9.5.4 Modèle de Zener (Modèle du solide linéaire standard)

Le modèle de Zener (ou modèle du solide linéaire standard) est composé du modèle de Maxwell auquel on a ajouté un ressort en parallèle (figure I.47). L'équation différentielle qui gouverne le comportement de ce modèle s'écrit [188] :

$$\eta\frac{\mathrm{d}\sigma}{\mathrm{d}t}+E_1\sigma=\eta\left(E_1+E_2\right)\frac{\mathrm{d}\varepsilon}{\mathrm{d}t}+E_1E_2\varepsilon \qquad \textbf{(1.35)}$$

Sous l'action d'une contrainte constante σ_0, la réponse en fluage s'écrit :

$$\varepsilon\left(t\right)=\frac{\sigma_0}{E_2}-\frac{\sigma_0E_1}{E_2\left(E_1+E_2\right)}e^{-\frac{t}{\tau_1}}$$

$\tau_1=\dfrac{\eta\left(E_1+E_2\right)}{E_1E_2}$: Temps de retard.

La complaisance de fluage sera : $$D\left(t\right)=\frac{1}{E_2}\left(1-\frac{E_1}{\left(E_1+E_2\right)}e^{-\frac{t}{\tau_1}}\right) \qquad \textbf{(1.36)}$$

Sous l'action d'une déformation constante ε_0, la relaxation de contrainte s'écrit :

$$\sigma\left(t\right)=\varepsilon_0\left(E_2+E_1e^{-\frac{t}{\lambda_1}}\right)$$

$\lambda_1=\dfrac{\eta}{E_1}$: Temps de relaxation.

Le module de relaxation sera : $G\left(t\right)=E_2+E_1e^{-\frac{t}{\lambda_1}}$ **(1.37)**

Contrairement aux modèles de Maxwell et de Kelvin-Voigt, le modèle de Zener peut prévoir approximativement le comportement viscoélastique aussi bien en fluage qu'en relaxation.

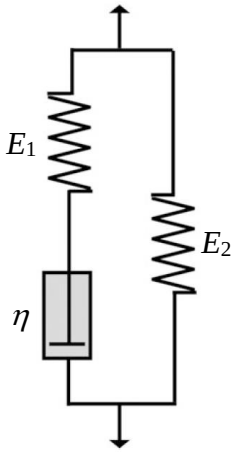


Figure I.47 : Modèle de Zener.

Remarque :

Le modèle de Zener peut être aussi composé du modèle de Kelvin-Voigt auquel on ajoute un ressort en parallèle. L'équation différentielle qui gouverne son comportement est similaire à celle déjà développée, la différence réside dans les coefficients des différents termes.

I.3.9.5.5 Modèle de Burgers

Le modèle de Burgers est composé du modèle de Maxwell et du modèle de Kelvin-Voigt montés en série (figure I.48). L'équation différentielle qui gouverne le comportement de ce modèle s'écrit [189] :

$$\sigma+\left[\frac{\eta_V}{E_V}+\eta_M\left(\frac{1}{E_M}+\frac{1}{E_V}\right)\right]\frac{\mathrm{d}\sigma}{\mathrm{d}t}+\frac{\eta_M\eta_V}{E_ME_V}\frac{\mathrm{d}^2\sigma}{\mathrm{d}t^2}=\eta_M\frac{\mathrm{d}\varepsilon}{\mathrm{d}t}+\frac{\eta_M\eta_V}{E_V}\frac{\mathrm{d}^2\varepsilon}{\mathrm{d}t^2} \qquad \textbf{(1.38)}$$

Sous l'action d'une contrainte constante σ_0, la réponse en fluage s'écrit :

$$\varepsilon(t)=\frac{\sigma_0}{E_M}+\frac{\sigma_0}{\eta_M}t+\frac{\sigma_0}{E_V}\left(1-e^{-\frac{E_V}{\eta_V}t}\right)$$

La complaisance de fluage sera : $D(t)=\dfrac{1}{E_M}+\dfrac{t}{\eta_M}+\dfrac{1}{E_V}\left(1-e^{-\frac{E_V}{\eta_V}t}\right)$ **(1.39)**

Sous l'action d'une déformation constante ε_0, la relaxation de contrainte s'écrit :

$$\sigma(t)=\frac{\varepsilon_0}{A}\left[\left(q_1-q_2r_1\right)e^{-r_1t}-\left(q_1-q_2r_2\right)e^{-r_2t}\right]$$

Avec :

$q_1=\eta_M$; $q_2=\dfrac{\eta_M\eta_V}{E_V}$

$r_1=\eta_M\left(\dfrac{1}{E_M}+\dfrac{1}{E_V}\right)+\dfrac{\eta_V}{E_V}$; $r_2=\dfrac{\eta_M\eta_V}{E_ME_V}$

$A=\sqrt{z_1^2-z_2^2}$

z_1 et z_2 sont les racine de l'équation suivante : $r_2z^2+r_1z+1=0$

Le module de relaxation sera : $G(t)=\frac{1}{A}\left[\left(q_1-q_2r_1\right)e^{-r_1t}-\left(q_1-q_2r_2\right)e^{-r_2t}\right]$ **(1.40)**

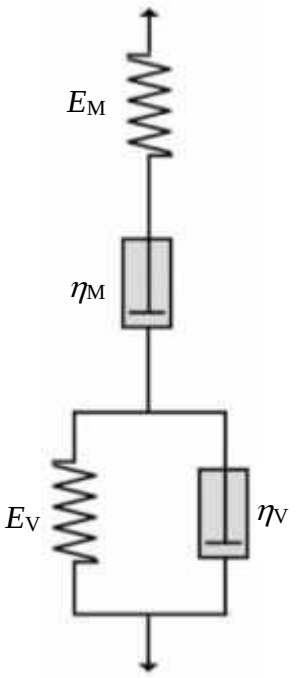


Figure I.48 : Modèle de Burgers.

I.3.9.5.6 Modèles généralisés

Les modèles viscoélastiques précédents sont améliorés en utilisant soit plusieurs éléments de Maxwell montés en parallèle (figure I.49) soit plusieurs éléments de Kelvin-Voigt montés en série (figure I.50). Afin d'assurer une recouvrance totale on ajoute au modèle de Maxwell généralisé un ressort de raideur (module) E_0. De même, l'élasticité instantanée est prise en compte en insérant un ressort de raideur (module) E_0 au modèle de Kelvin-Voigt généralisé.

Le module de relaxation du modèle de Maxwell généralisé est [173] :

$$G(t)=E_0+\sum_{i=1}^{n}E_i e^{-\frac{t}{\lambda_i}} \quad \textbf{(1.41)}$$

$\lambda_i=\frac{\eta_i}{E_i}$: Temps de relaxation de l'élément *i*.

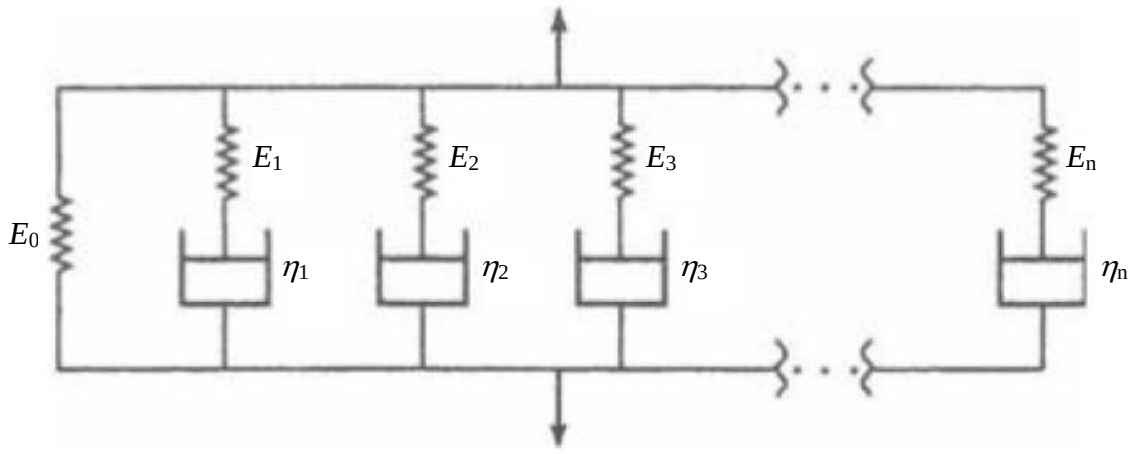


Figure I.49 : Modèle de Maxwell généralisé.

La complaisance de fluage du modèle de Kelvin-Voigt généralisé est [173] :

$$D(t) = \frac{1}{E_0} + \sum_{i=1}^{n} \frac{1}{E_i}\left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}}\right) \qquad \textbf{(1.42)}$$

$\tau_i = \frac{\eta_i}{E_i}$: Temps de retard de l'élément *i*.

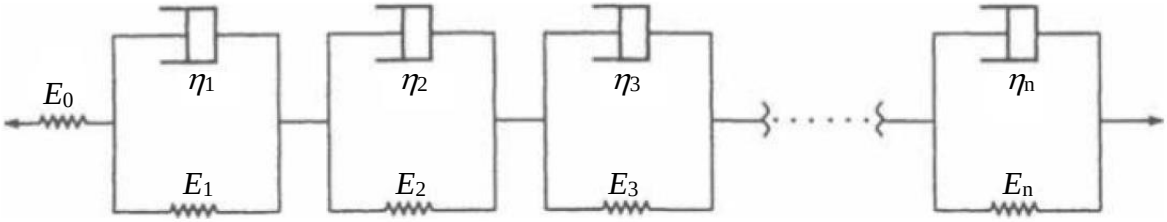


Figure I.50 : Modèle de Kelvin-Voigt généralisé.

I.3.9.6 Courbes isochrones

A partir des courbes de fluage à différents niveaux de contrainte σ_1, σ_2, σ_3, σ_4, …, on peut tracer les courbes isochrones reliant les contraintes aux déformations comme suit :

- Sur le graphique des courbes de fluage (figure I.51 à gauche) on trace des lignes verticales correspondantes aux différents temps t_1, t_2, t_3, t_4, … Ces lignes vont couper les courbes de fluage correspondantes aux différentes contraintes σ_1, σ_2, σ_3, σ_4, …
- En traçant des lignes horizontales à partir des points d'intersection des courbes de fluage avec la ligne verticale correspondante au temps t_1 par exemple, nous définissons un ensemble de valeurs de déformations $\varepsilon_1(t_1)$, $\varepsilon_2(t_1)$, $\varepsilon_3(t_1)$, $\varepsilon_4(t_1)$, …Nous aurons ainsi un ensemble de couple de valeurs (σ_i, ε_i) correspondants au temps t_1.
- La courbe isochrone correspondante au temps t_1 est tracée en reliant les points (σ_i, ε_i).
- On suit la même démarche pour tracer les courbes isochrones correspondantes aux différents temps (figure I.51 à droite).

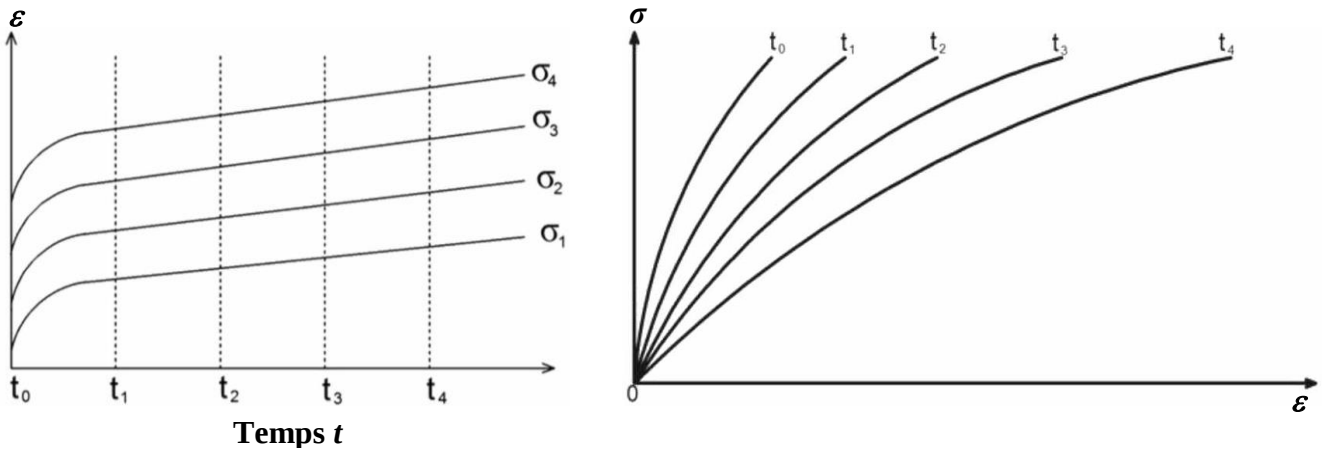


Figure I.51 : Traçage des courbes isochrones [190].

Remarque : Certains auteurs [191], [192] tracent les courbes isochrones en utilisant les résultats de recouvrance plutôt que ceux de fluage.

I.3.9.7 Viscoélasticité non linéaire

Le caractère non linéaire du comportement viscoélastique peut être mis en évidence en traçant les courbes isochrones représentant l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation à différents temps (figure I.52). Le comportement est considéré comme viscoélastique linéaire si la courbe isochrone est linéaire. Dans le cas contraire, le comportement est considéré comme viscoélastique non linéaire [15]**.**

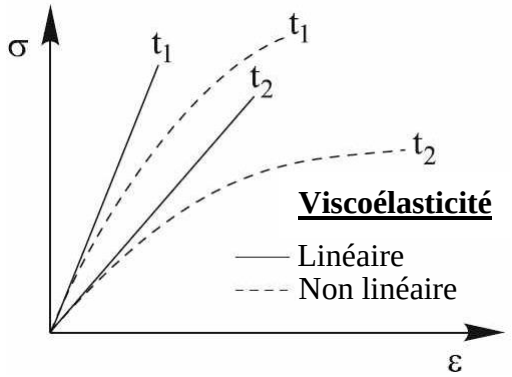


Figure I.52 : Courbes isochrones pour matériau viscoélastique linéaire et non linéaire [15].

De même, si la complaisance de fluage $D(t)$ et le module de relaxation $G(t)$ ne dépendaient que du temps t, le comportement sera considéré comme viscoélastique linéaire. Dans le cas où ces deux conditions ne sont pas respectées, le comportement est considéré comme viscoélastique non linéaire [181].

La première conséquence du comportement non linéaire est le fait que le principe de Boltzmann n'est plus applicable.

En général, le comportement viscoélastique non linéaire est observable dans le cas où les niveaux de chargement et de température sont élevés ainsi que dans le cas où les temps de sollicitation sont longs [193].

La viscoélasticité non linéaire des polymères fondus (liquides non newtoniens) se manifeste par un ensemble de phénomènes [194] tels que le gonflement à la sortie des filières, la présence de recirculation à l'entrée des contractions, l'effet Weissenberg, …

Il existe trois grandes approches pour la modélisation du comportement viscoélastique non linéaire [181] :

L'approche de l'ingénieur : Il s'agit de réaliser un ensemble d'essais expérimentaux afin d'aboutir à un modèle qui prédit le comportement viscoélastique sans se soucier de l'interprétation physique des paramètres utilisés.

L'approche rhéologique : Dans ce cas, on procède à la généralisation des modèles utilisés en viscoélasticité linéaire. Le principe de Boltzmann est généralisé en utilisant des formes intégrales simples et multiples. De même, sous forme différentielle, on utilise des modèles contenant des ressorts et des amortisseurs non linéaires.

L'approche moléculaire : Etant donné que le fluage et la relaxation sont des processus thermiquement activés impliquant le mouvement des chaînes de molécules, les chercheurs ont eu l'idée d'introduire dans la modélisation un amortisseur thermiquement activé. De ce fait, le

modèle peut décrire le comportement viscoélastique non linéaire impliquant l'utilisation d'un paramètre dépendant d'une énergie d'activation et donnant ainsi une indication sur les mécanismes moléculaires relatifs à la déformation viscoélastique.

I.3.9.7.1 Utilisation des courbes de fluage en 3D

La figure I.53 représente un exemple de courbes de fluage en 3D. Ces courbes sont tracées à partir d'essais expérimentaux couvrant l'ensemble de la plage de contraintes étudiée sur des périodes aussi longues que possible. Des relations empiriques reliant la contrainte, la déformation et le temps peuvent alors être facilement obtenues. Ces relations peuvent ne pas avoir de signification physique et leur utilisation reste très limitée [181].

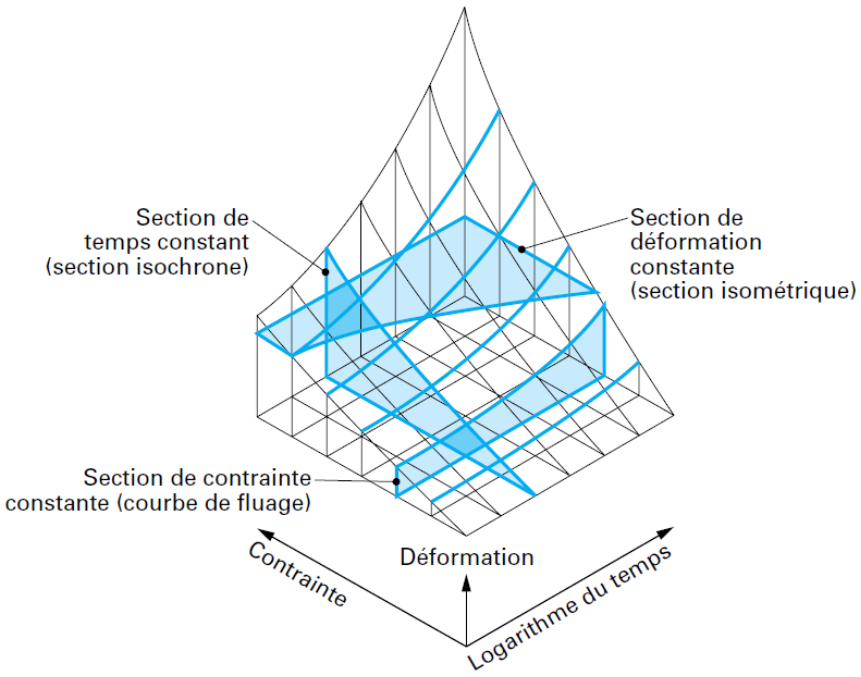


Figure I.53 : Représentation des résultats de fluage en 3D [180].

I.3.9.7.2 Loi de Findley

Après avoir réalisé des essais de fluage sur plusieurs polymères, Findley et ses collaborateurs [195] ont établi une loi empirique exprimant l'évolution de la déformation $\varepsilon(t)$ en fonction du temps t et de la contrainte appliquée σ :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 + mt^n \qquad \textbf{(1.43)}$$

Avec :

$$\varepsilon_0 = \varepsilon_0' \sinh\frac{\sigma}{\sigma_\varepsilon} \qquad \textbf{(1.44)}$$

$$m = m' \sinh\frac{\sigma}{\sigma_m} \qquad \textbf{(1.45)}$$

Les paramètres ε'_0, m', σ_ε, σ_m et n peuvent être des fonctions de la température ou de l'humidité mais pas des fonctions du temps ou de la contrainte appliquée [196].

Lors de la modélisation du fluage du polyamide 66 renforcé par 44% de fibres de verre, Hadid et al. [26] ont proposé une loi de Findley modifiée de la forme :

$$\varepsilon(t) = a\sigma^b t^{c.\exp(e.\sigma)} \qquad \textbf{(1.46)}$$

Les paramètres *a*, *b*, *c* et *e* sont des constantes dépendantes du matériau.

I.3.9.7.3 Modèles rhéologiques non linéaires

En introduisant des éléments rhéologiques non linéaires (ressorts et amortisseurs), il est possible d'utiliser les modèles précédents (Maxwell, Kelvin-Voigt, Zener, Burgers, …) pour modéliser le comportement viscoélastique non linéaire. Dans ce cas, le module du ressort *E* et la viscosité de l'amortisseur η ne seront plus des constantes mais des fonctions de la contrainte, de la déformation, de la température, ...

Par exemple, le modèle de Burgers non linéaire (figure I.54**)** a été utilisé avec succès pour caractériser le comportement viscoélastique non linéaire du Polyméthacrylate de méthyle (PMMA) [23] et de l'aluminium monocristallin [19]**.**

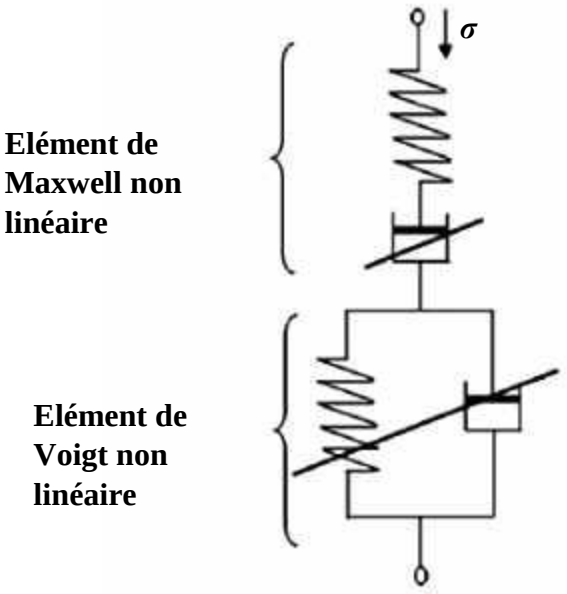


Figure I.54 : Modèle de Burgers non linéaire [19].

Certains auteurs [25], [197], ont modifié le modèle du solide linéaire standard (modèle de Zener) afin de l'adapter à la modélisation du comportement viscoélastique non linéaire. Dans ce cas, le mouvement de l'amortisseur est gouverné par un processus thermiquement activée. La vitesse de déformation est alors donnée par l'équation d'Eyring [198] :

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \dot{\varepsilon}_0 \exp\left(-\frac{\Delta H}{RT}\right)\sinh\left(\frac{v\sigma}{RT}\right) \qquad \textbf{(1.47)}$$

ΔH est l'énergie d'activation, *R* est la constante des gaz parfait, *v* est le volume d'activation, *T* est la température et $\dot{\varepsilon}_0$ est une constante.

I.3.9.7.4 Modèle de Leaderman

En réalisant des essais de fluage-recouvrance sur des fibres textiles, Leaderman fut l'un des premiers chercheurs à constater que le principe de superposition de Boltzmann n'est plus applicable pour certains niveaux de contrainte [181]. Afin d'inclure les effets de la non linéarité, il proposa la généralisation suivante :

$$\varepsilon(t) = \int D(t-\tau)\frac{\mathrm{d}}{\mathrm{dt}}\psi\left[\sigma(t)\right]\mathrm{d}\tau \qquad \textbf{(1.48)}$$

$\psi\left[\sigma(t)\right]$ est une fonction de la contrainte qui doit être déterminé expérimentalement pour chaque matériau étudié.

I.3.9.7.5 Modèle de Schapery

A partir des principes de la thermodynamique des processus irréversibles, Schapery [199], [200], [201] a développé un modèle qui permet d'exprimer les propriétés du matériau étudié en terme de déformation ε ou de contrainte σ :

$$\varepsilon = g_0 D_0 \sigma + g_1 \int_0^t \Delta D\left(\psi - \psi'\right) \frac{d\left(g_2\sigma\right)}{d\tau} d\tau \qquad \textbf{(1.49)}$$

$$\sigma = h_e G_e \varepsilon + h_1 \int_0^t \Delta G\left(\rho - \rho'\right) \frac{d\left(h_2\varepsilon\right)}{d\tau} d\tau \qquad \textbf{(1.50)}$$

D_0 : Complaisance initiale.
ΔD : Complaisance transitoire.
G_e : Module de relaxation à l'équilibre.
ΔG : Module de relaxation transitoire.
ψ et ρ sont les temps réduits définis par les expressions suivantes :

$$\psi = \int_0^t \frac{dt'}{a_\sigma} \quad ; \quad \psi' = \psi(\tau) = \int_0^\tau \frac{dt'}{a_\sigma} \qquad \textbf{(1.51)}$$

$$\rho = \int_0^t \frac{dt'}{a_\varepsilon} \quad ; \quad \rho' = \rho(\tau) = \int_0^\tau \frac{dt'}{a_\varepsilon} \qquad \textbf{(1.52)}$$

Pour une température et une humidité constantes, les paramètres g_0, g_1, g_2 et a_σ sont des fonctions de la contrainte σ tandis que les paramètres h_e, h_1, h_2 et a_ε sont des fonctions de la déformation ε.

Certains auteurs [202], [203], [204] ont ajouté un terme au membre de droite de l'équation (1.49) pour tenir compte de l'effet de la dilatation thermique.

La variation des paramètres g_0, g_1, g_2 reflète l'effet de la contrainte appliquée sur l'énergie libre de Gibbs tandis que la variation du paramètre a_σ reflète le même effet sur l'entropie et l'énergie libre [201].

Energie libre de Gibbs : $F = H - T \cdot S$ **(1.53)**

H : Enthalpie : $H = U + P \cdot V$
U : Energie interne.
P : Pression hydrostatique.
V : Volume.
T : Température.
S : Entropie.

De la même manière, la variation des paramètres h_e, h_1, h_2 est due aux effets des déformations sur l'énergie libre de Helmholtz tandis que la variation du paramètre a_ε est due aux mêmes effets sur l'entropie et l'énergie libre [201].

Energie libre de Helmholtz : $A = U - T \cdot S$ **(1.54)**

Selon Papanicolaou et al. [205], le paramètre g_0 caractérise les effets de la contrainte et de la température sur la complaisance élastique instantanée, il constitue une mesure de la variation de la rigidité. Le paramètre g_1 a une signification similaire agissant sur la complaisance de fluage. Le paramètre g_2 traduit l'influence de la vitesse de chargement sur le fluage, il dépend de la contrainte et de la température. Le paramètre a_σ est un facteur de décalage de l'échelle de temps, il dépend lui aussi de la contrainte et de la température.

Selon W. Albouy [191], le paramètre g_0 prend en compte les effets de la contrainte sur la complaisance initiale (instantanée) D_0. Le paramètre g_1 prend en compte les effets de la contrainte sur la complaisance transitoire. Le paramètre g_2 gère les effets de la vitesse de chargement sur la réponse en fluage. Le paramètre a_σ est un facteur de glissent agissant sur le temps effectif.

Dans le cas où $g_0 = g_1 = g_2 = a_\sigma = 1$, nous retrouvons le principe de Boltzmann qui devient ainsi un cas particulier du modèle de Schapery. On observe ce cas dans les applications où les contraintes appliquées sont suffisamment petites.

I.3.9.7.6 Modèles à intégrales multiples

A partir des travaux de Volterra et Fréchet, les chercheurs Green et Rivlin sont arrivés à exprimer l'évolution de la déformation en fonction de l'historique de variation de la contrainte par la série d'intégrales suivante [181], [15], [206] :

$$\begin{aligned}\varepsilon(t) = &\int_0^t D_1(t-\tau_1)\frac{d\sigma(\tau_1)}{d\tau_1}d\tau_1 + \\ &+\int_0^t\int_0^t D_2(t-\tau_1,t-\tau_2)\frac{d\sigma(\tau_1)}{d\tau_1}\frac{d\sigma(\tau_2)}{d\tau_2}d\tau_1 d\tau_2 + \\ &+\int_0^t\int_0^t\int_0^t D_3(t-\tau_1,t-\tau_2,t-\tau_3)\frac{d\sigma(\tau_1)}{d\tau_1}\frac{d\sigma(\tau_2)}{d\tau_2}\frac{d\sigma(\tau_3)}{d\tau_3}d\tau_1 d\tau_2 d\tau_3 + ...\end{aligned} \qquad \textbf{(1.55)}$$

Les D_i sont les fonctions noyaux (Kernel functions).

Il existe une formulation équivalente pour l'évolution de la contrainte en fonction de l'historique de variation de la déformation (relaxation).

La complexité de ce modèle a fait qu'il n'existe que peu de travaux le mettant en œuvre. L'un de ces travaux est celui publié par Li-Lan Gao et al. [207] concernant la caractérisation du comportement viscoélastique non linéaire d'un film conducteur anisotrope (adhésif conducteur thermodurcissable constitué d'une résine époxy et de petites sphères conductrices Au-Ni). Pour un essai de fluage sous une contrainte unidirectionnelle constante σ, la variation de la déformation ε en fonction du temps t s'écrit (la série étant limitée aux trois premiers termes) :

$$\varepsilon(t) = D_1(t)\sigma + D_2(t)\sigma^2 + D_3(t)\sigma^3$$

Les fonctions noyaux (Kernel functions) proposées par les auteurs ont la forme d'une loi puissance :

$$D_1(t) = \mu_1 + \omega_1 t^n$$
$$D_2(t) = \mu_2 + \omega_2 t^n$$
$$D_3(t) = \mu_3 + \omega_3 t^n$$

Les constantes n, μ_i et ω_i sont déterminées expérimentalement en réalisant des essais de fluage à différents niveaux de contraintes.

Il existe une forme alternative à ce modèle formulée par Pipkin et Rogers [206].

I.3.9.7.7 Modèles à dérivée fractionnaire

La dérivée fractionnaire (non entière) d'ordre α d'une fonction f est définie par la relation suivante [208] :

$$\frac{d^\alpha}{dt^\alpha} f(t) = D^\alpha f(t) = \frac{1}{\Gamma(1-\alpha)}\frac{d}{dt}\int_0^t \frac{f(\tau)}{(t-\tau)^\alpha}d\tau \qquad 0<\alpha<1 \qquad \textbf{(1.56)}$$

D^{α} : Opérateur à dérivée fractionnaire (non entière).

Fonction Γ : $\Gamma(z) = \int_0^{\infty} x^{z-1} e^{-x} dx$

Il faut souligner le fait qu'il y a plusieurs définitions de la dérivée fractionnaire.

Pour une fonction nulle lorsque $t < 0$, la dérivée fractionnaire peut être calculée par l'expression suivante [209] :

$$D^{\alpha} f(t) = \frac{1}{h^{\alpha}} \sum_{k=0}^{n} (-1)^k \frac{\alpha(\alpha-1)(\alpha-2)...(\alpha-k+1)}{k!} f\left[(t-kh)\right] \qquad \textbf{(1.57)}$$

Avec $t = nh$, h infiniment petit (Pas de l'échantillonnage).

On définit alors un nouvel élément rhéologique, appelé le spring-pot, caractérisé par une relation entre la contrainte σ et la déformation ε de la forme [209], [210] :

$$\sigma(t) = cD^{\alpha}\varepsilon(t) \qquad \textbf{(1.58)}$$

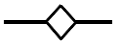
c : Constante positive : $c = E\tau^{\alpha}$ **(1.59)**

τ : Temps de relaxation : $\tau = \frac{\eta}{E}$

$\alpha = 0$ correspond à un ressort.

$\alpha = 1$ correspond à un amortisseur.

De ce fait, le spring-pot a un comportement rhéologique intermédiaire entre celui du ressort et celui de l'amortisseur visqueux.

Il est symbolisé par un petit losange : 

En associant le spring-pot à des ressorts en série ou en parallèle, on obtient des modèles rhéologiques fractionnaires (figure I.55**)**.

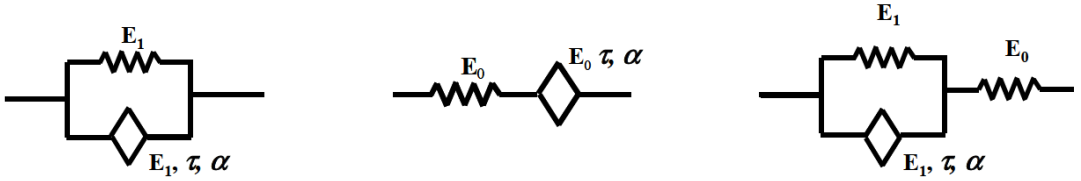


Figure I.55 : Exemples de modèles rhéologiques fractionnaires [210].

Les équations différentielles aux dérivées fractionnaires obtenues sont résolues en utilisant la transformée de Laplace.

On peut citer comme exemple d'utilisation des modèles fractionnaires, le travail de Wilkie et al. [211] qui ont utilisé le modèle de Kelvin-Voigt fractionnaire pour modéliser le comportement viscoélastique non linéaire du tissu cérébral du nourrisson.

I.3.9.8 Prise en compte de la viscoplasticité

On parle de viscoplasticité lorsqu'on observe des déformations irréversibles et dépendantes du temps. Plusieurs essais de fluage/recouvrance, réalisés par des chercheurs sur différents matériaux, ont prouvé l'existence d'une déformation irréversible à la fin du test sous certaines conditions. Cette déformation étant dépendante du temps d'application des charges, le comportement du matériau sera donc considéré comme viscoélastique et viscoplastique (élasto-viscoplastique). C'est le cas par exemple du polyéthylène à haut poids moléculaire (UHMWPE) [212], du composite fibres de verre/époxy [213], du composite chanvre/lignine [214], du

composite lin/époxy [215], du papier imprégnés de phénol-formaldéhyde [216], de la roche [21], des mélanges bitumeux [18], …

Pour ce type de comportement, la déformation ε est composée de trois parties : une partie élastique ε_e (réversible et instantanée), une partie viscoélastique ε_{ve} (réversible et étalée dans le temps) et une partie viscoplastique ε_{vp} (irréversible et étalée dans le temps) [217] :

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_{ve} + \varepsilon_{vp} \qquad \textbf{(1.60)}$$

Les modèles viscoplastiques sont associés aux modèles viscoélastiques pour une modélisation complète du comportement du matériau. C'est le cas par exemple du modèle de Kelvin-Voigt-Bingham [218], [219], [220] (figure I.56) pour lequel nous avons :

$$\begin{cases} \varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_{ve} & \sigma \le \sigma_e \\ \varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_{ve} + \varepsilon_{vp} & \sigma > \sigma_e \end{cases} \qquad \textbf{(1.61)}$$

$$\begin{cases} \sigma = E\varepsilon_e = K\varepsilon_{ve} + \mu_{ve}\dot{\varepsilon}_{ve} & \sigma \le \sigma_e \\ \sigma = \sigma_e + H\varepsilon_{vp} + \mu_{vp}\dot{\varepsilon}_{vp} & \sigma > \sigma_e \end{cases} \qquad \textbf{(1.62)}$$

σ_e est la limite élastique.
E, K et μ_{ve} sont les paramètres viscoélastiques.
H et μ_{vp} sont les paramètres viscoplastiques.

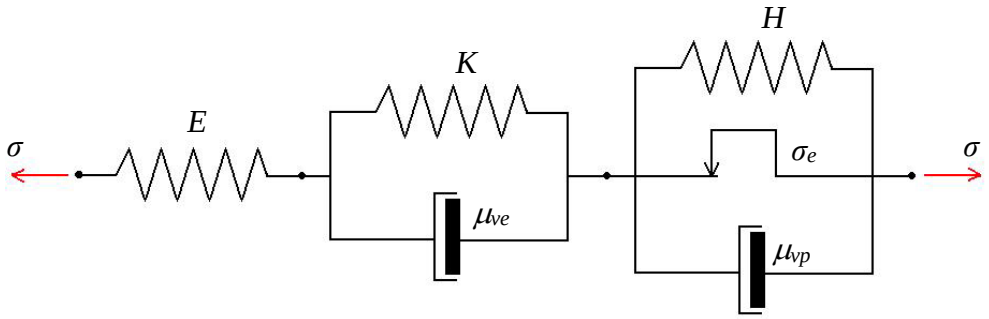


Figure I.56 : Modèle de Kelvin-Voigt-Bingham [218].

Afin de tenir compte de l'effet de l'humidité sur le comportement élasto-viscoplastique du composite lin/époxy, Abida et al. [217] ont proposé un modèle similaire à celui de Kelvin-Voigt-Bingham. Il est constitué d'une combinaison d'un ressort linéaire (élasticité), d'un modèle de Kelvin-Voigt (viscoélasticité) et d'un modèle viscoplastique décrit par un écrouissage cinématique. Dans ce cas, les six paramètres du modèle varient avec le taux d'humidité absorbée.

Zhang et al. [18] ont modifié le modèle de Nishihara en remplaçant le premier amortisseur par un spring-pot (figure I.57**)**. Le résultat est un modèle fractionnaire élasto-viscoplastique. En tenant compte de l'endommagement ω, la réponse $\varepsilon_c(t)$ pour un essai de fluage à contrainte constante σ_c s'écrit :

$$\varepsilon_c(t) = \frac{\sigma_c}{E_0} + \frac{\bar{\sigma}_c}{E_1}\left\{1 - E_{\alpha,1}\left[-\left(\frac{t}{\tau}\right)^{\alpha}\right]\right\} + \frac{\langle \bar{\sigma}_c - \sigma_s \rangle}{\eta_2} t^n \qquad \textbf{(1.63)}$$

$$\bar{\sigma}_c = \frac{\sigma_c}{1-\omega} \quad ; \quad \omega = 1 - \left(1 - \frac{t}{t_r}\right)^{\frac{1}{1+q}} \quad ; \quad t_r = \frac{1}{c(1+q)\sigma_c^m}$$

$$E_{\alpha,1}(z) = \sum_{k=0}^{\infty} \frac{z^k}{\Gamma(\alpha k + 1)} \quad ; \quad \langle \sigma - \sigma_s \rangle = \frac{(\sigma - \sigma_s + |\sigma - \sigma_s|)}{2} = \begin{cases} 0 & \sigma \le \sigma_s \\ \sigma - \sigma_s & \sigma > \sigma_s \end{cases}$$

σ_s : Limite d'écoulement du matériau.
E_0, E_1, α, τ, η_2, n, q, c et m sont les paramètres du matériau dépendants de la température.

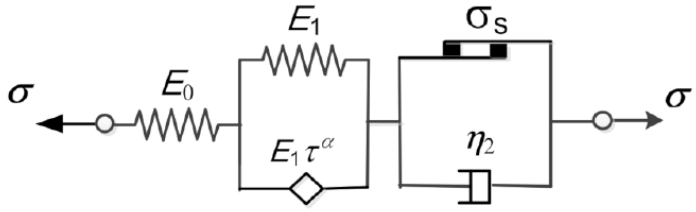


Figure I.57 : Modèle fractionnaire élasto-viscoplastique (Nishihara modifié) [18].

Ce modèle a été utilisé avec succès pour la modélisation du comportement élasto-viscoplastique des mélanges bitumeux [18].

Chen et al. [21] ont utilisé quasiment le même modèle fractionnaire pour modéliser le comportement élasto-viscoplastique des roches. La différence réside dans la manière de tenir compte de l'endommagement. Le vocabulaire utilisé diffère aussi légèrement de ce qui a été utilisé par la suite.

Plusieurs auteurs [213], [214], [216] ont associé le modèle viscoélastique non linéaire de Schapery au modèle viscoplastique de Zapas et Crissman :

$$\varepsilon = g_0 D_0 \sigma + g_1 \int_0^t \Delta D(\psi - \psi') \frac{d(g_2\sigma)}{d\tau} d\tau + \varepsilon_{vp} \qquad \textbf{(1.64)}$$

Avec [212], [221] : $\varepsilon_{vp}(t) = \phi\left(\int_0^t g\left[\sigma(\tau)\right] d\tau\right)$

ϕ est une fonctionnelle basée sur l'historique de la sollicitation.

Pour une contrainte constante σ : $\varepsilon_{vp}(t) = \phi\left(g(\sigma)t\right)$

En admettant les formes simples suivantes :

$$\phi\left(g(\sigma)t\right) = \left[g(\sigma)t\right]^n$$
$$g(\sigma) = B\left(\sigma^m\right)$$

Nous aurons : $\varepsilon_{vp} = \left(B\sigma^m t\right)^n = A\left(\sigma^m t\right)^n$ **(1.65)**

Les paramètres A, m et n doivent être déterminés expérimentalement.

Lors de la modélisation du comportement élasto-viscoplastique du polyéthylène haute densité, Lai et Bakker [222] ont utilisé la même démarche et ont proposé la forme suivante pour la déformation viscoplastique :

$$\varepsilon_{vp} = \sigma D_{pl}(\sigma) t^{m(\sigma)} \qquad \textbf{(1.66)}$$

Les paramètres $D_{pl}(\sigma)$ et $m(\sigma)$ sont des fonctions de la contrainte σ qu'il est nécessaire de déterminer expérimentalement.

I.4 CONCLUSION

L'évolution des normes environnementales nous pousse à réfléchir à la valorisation des grandes quantités de sous-produits issues de l'exploitation du palmier dattier notamment dans l'élaboration des matériaux composites écologiques. La grande disparité des caractéristiques des fibres du palmier dattier ne peut être cernée que par la multiplication des travaux de recherches dans ce domaine. Les fibres végétales doivent impérativement subir un prétraitement permettant l'amélioration de l'adhérence avec les matrices. Il existe une multitude de modèles décrivant le comportement viscoélastique linéaire et non linéaire : la caractérisation consiste à

choisir un modèle et à calculer ses différents paramètres en exploitant les résultats des essais de fluage-recouvrance.

CHAPITRE II : MATÉRIAUX ET MÉTHODES

II.1 INTRODUCTION

Dans ce chapitre, nous expliquons les détails de l'extraction des fibres courtes à partir des régimes du palmier dattier ainsi que leur traitement par la soude (NaOH). Nous enchaînons par la présentation de la technique utilisée pour le moulage des cinq matrices utilisées qui sont constituées du mélange de deux résines époxy, l'une rigide et l'autre flexible. De même, nous expliquerons la démarche d'élaboration des différentes éprouvettes en composite à partir des matrices précédentes auxquelles on ajoute 30% en masse de fibres courtes de palmier dattier traitées. Enfin, nous terminons par donner les détails des appareils et des conditions de réalisation de tous les essais de caractérisation effectués : essais de traction, essais d'absorption d'eau, essais de l'ATG (analyse thermogravimétrique), essais de DMA (analyse mécanique dynamique) et essais de fluage-recouvrance.

II.2 ÉLABORATION DES MATÉRIAUX

II.2.1 Préparation des fibres

Les fibres végétales utilisées dans cette étude sont extraites des régimes (grappes) d'un palmier dattier (figure I.7) de la variété Deglet-Nour cultivée dans la région d'El Ghrous (Biskra, Algérie). Une fois séparés des fruits (dattes), les régimes sont exposés à l'air libre pendant deux mois pour un séchage complet (climat chaud et sec). La durée du séchage adoptée varie d'un chercheur à l'autre : 3 mois pour Mirmehdi [159], 6 mois pour Djoudi [223] et 12 mois pour Almi [156] et Benzidane [224]. La figure II.1 montre les régimes avant et après séchage.

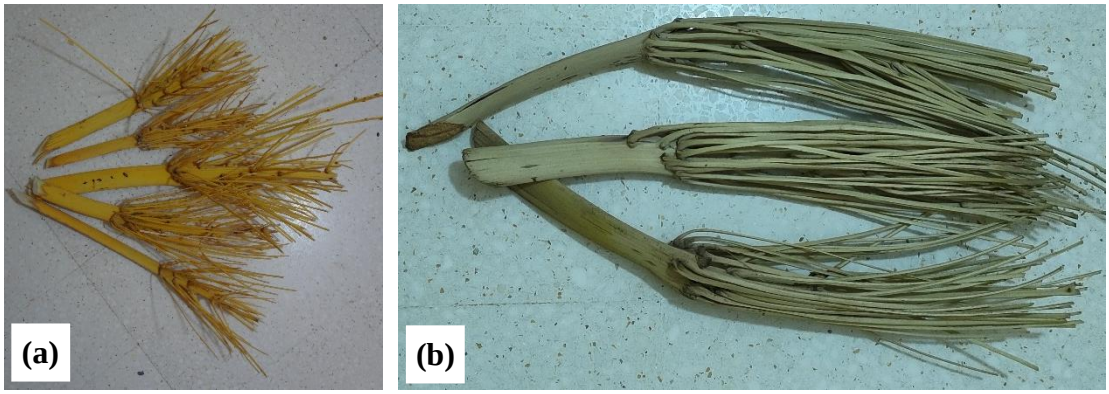


Figure II.1 : Régimes du palmier dattier : (a) avant séchage, (b) après séchage.

Par la suite, les tiges des régimes ont été découpées et lavées puis séchées à nouveau pour être broyées dans un broyeur de 4 kW tournant à 25000 tr/min (figure II.2).



Figure II.2 : Broyeur.

L'étape suivante consiste à passer les fibres broyées au tamis. Nous avons sélectionné les fibres qui passent à travers le tamis N°150 possédant une taille de maille de 0.1 mm (figure II.3).



Figure II.3 : Tamis N°150 (taille de maille 0.1 mm).

Les longueurs des fibres sélectionnées étaient inférieures à 5 mm (figure II.4).

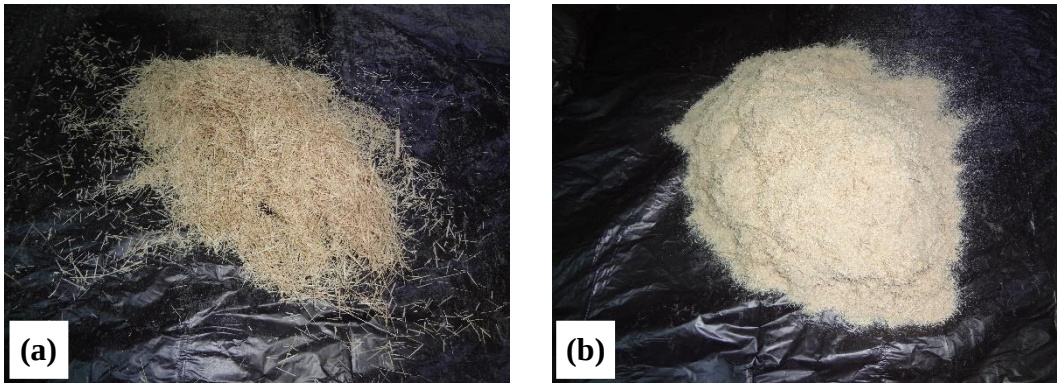


Figure II.4 : Fibres broyées : (a) avant tamisage, (b) après tamisage.

Les fibres broyées ont été soumise à un traitement de mercerisation (mercerisage) afin d'améliorer leur qualité et favoriser l'adhérence avec la matrice époxy. Ainsi, elles ont été plongées dans une solution à 5% de NaOH (soude caustique) et maintenues à 60 °C pendant une heure (figure II.5). Ces conditions de traitement sont inspirées de la recherche bibliographique du premier chapitre. La solution de soude a été préparée en ajoutant 50 g de NaOH à 950 g d'eau distillée. Nous avons utilisé deux litres de solution de NaOH pour 500 g de fibres broyées.



Figure II.5 : Traitement alcalin des fibres de palmier dattier.

Enfin, les fibres traitées sont séchées à 70 °C pendant 8 heures pour ensuite être scellées sous vide dans des sacs en plastique en attendant leur utilisation. L'opération de séchage est réalisée en utilisant un séchoir de légumes électrique (figure II.6).



Figure II.6 : Séchage des fibres de palmier dattier traitées.

II.2.2 Préparation des matrices

Nous avons utilisé deux types de résine époxy commercialisés par l'entreprise française Resoltech (figure II.7) :

a)- Résine époxy rigide désigné par 1050 avec un durcisseur 1055S : Le dosage est de 100/35 en masse (35 parts de durcisseur pour 100 parts de résine). Il s'agit d'une résine époxy de stratification qui ne contient ni acide salicylique ni composants CMR (Cancérogène, Mutagène, Reprotoxique). De ce fait, elle respecte les exigences du règlement européen REACH. Elle est caractérisée par une grande mouillabilité qui lui permet d'imprégner toute sorte de fibres. La réticulation complète peut se faire soit à 23 °C pendant 14 jours, soit à 60 °C pendant 16 heures.

b)- Résine époxy souple désigné par 1600 avec un durcisseur 1606 : Le dosage est de 100/126 en masse (126 parts de durcisseur pour 100 parts de résine). C'est une résine flexible avec une bonne résistance à l'impact et à la fatigue ainsi qu'une forte adhésion. Le fabricant garantie l'absence de composés CMR. La réticulation peut se faire selon les mêmes conditions que celles précédemment citées (23 °C pendant 14 jours ou 60°C pendant 16 heures).

La flexibilité de la matrice utilisée peut être modulée en mélangeant ces deux résines à différents pourcentages.

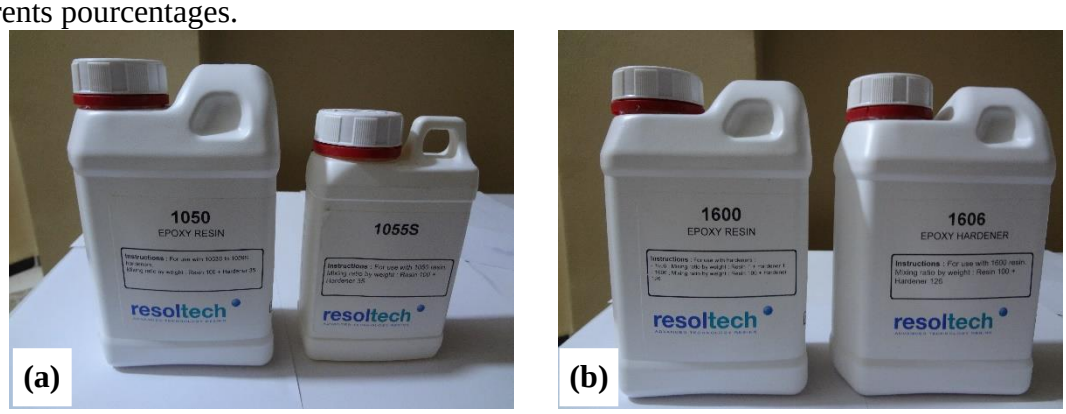


Figure II.7 : Résines époxy Resoltech : (a) Rigide 1050 avec durcisseur 1055S, (b) Souple 1600 avec durcisseur 1606.

Le tableau II.1 contient quelques caractéristiques de ces deux résines tel que publiées par le fabricant.

Tableau II.1 : Propriétés des résines époxy Resoltech 1050 et 1600.

Propriété	**Epoxy 1050 (Durcisseur 1055S)**	**Epoxy 1600 (Durcisseur 1606)**
Module d'élasticité [GPa]	3.30-3.48 (flexion)	0.0026 (traction)
Allongement à la rupture [%]	3-8.2	72
Contrainte maximale [MPa]	94-107	1.2
Masse volumique [g/cm^3]	1.09	1.06
Viscosité [mPa.s]	274	500
Temps de gel	2h37min	3h40min

Remarque : Les valeurs des différentes propriétés de la résine époxy 1050 peuvent varier selon la date d'édition des fiches techniques publiées par le fabricant. Les valeurs du tableau II.1 correspondent à l'édition du 06/01/2021.

Chaque résine époxy est préparée séparément : Selon le volume des éprouvettes à mouler, une quantité de résine est versée dans un gobelet en plastique. La quantité nécessaire du durcisseur correspondant est calculée selon les instructions du fabricant pour être ajoutée à la résine. A l'aide d'une spatule, le mélange est remué énergiquement jusqu'à l'homogénéisation complète. Ensuite, les deux résines époxy sont mélangées dans différentes proportions. Nous avons préparé ainsi cinq types de résines dont la composition est indiquée dans le tableau II.2. La désignation contient la lettre R (pour rigide) et S (pour souple) suivies du pourcentage en masse correspondant.

Tableau II.2 : Composition des résines époxy préparées.

Désignation de la résine	**Composition**	
	Epoxy 1050 [% en masse]	**Epoxy 1600 [% en masse]**
R100	100	0
R75S25	75	25
R50S50	50	50
R25S75	25	75
S100	0	100

Les différents essais de caractérisation exigent de réaliser des éprouvettes selon les caractéristiques géométriques de la figure II.8 :

(a) Essais de traction et de fluage (forme haltère selon la norme ASTM D638, type I).
(b) Essai d'absorption d'eau (norme ASTM D570).
(c) Essai de DMA (analyse mécanique dynamique). Forme exigée par le fabricant.

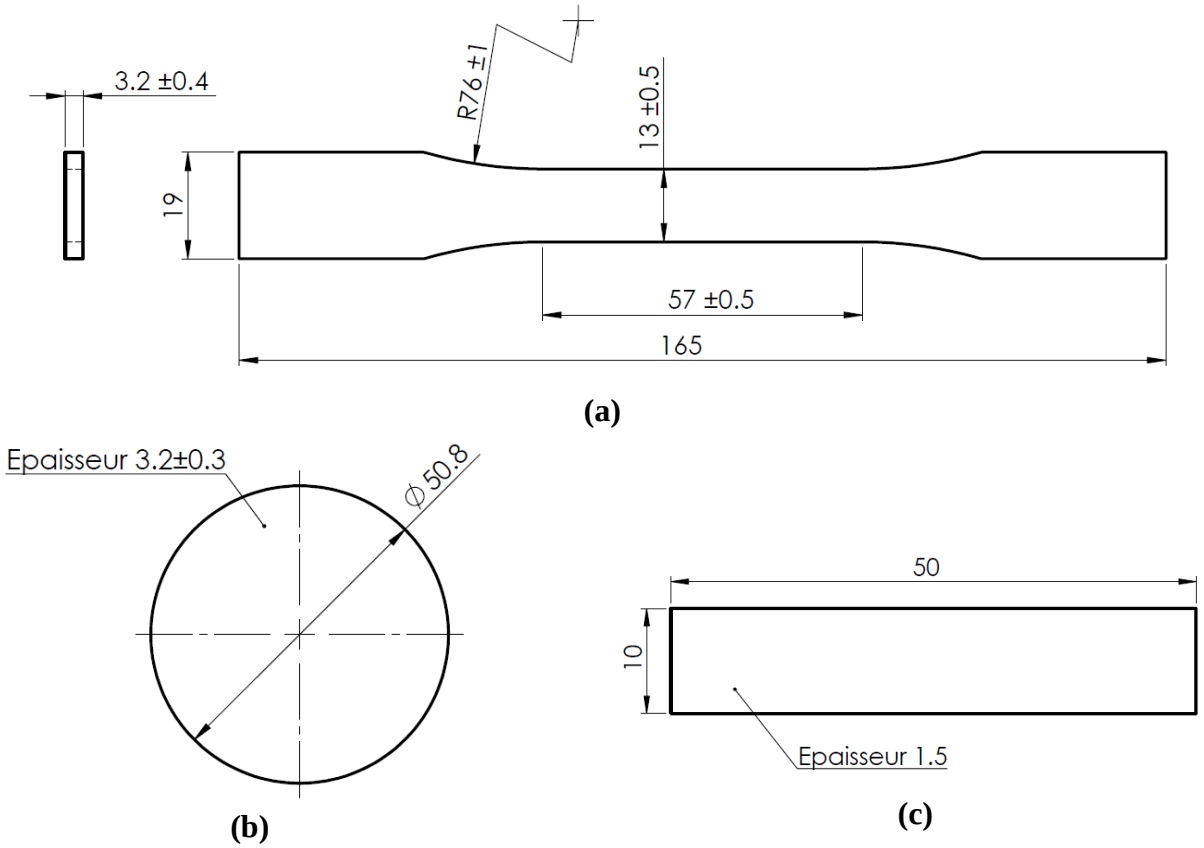


Figure II.8 : Caractéristiques géométriques des différentes éprouvettes : (a) Traction, (b) Absorption d'eau, (c) DMA

De ce fait, nous avons réalisé des moules en silicone RTV (Room Temperature Vulcanizing) à partir de modèles en acier possédant des caractéristiques géométriques identiques à celles des éprouvettes désirées. Pour la forme (a) nous avons usiné une pièce en acier inoxydable par électroérosion (Robofil). Pour la forme (b), nous avons utilisé un disque en acier de diamètre Ø50 mm et d'épaisseur 3 mm. Pour la forme (c) nous avons utilisé des jauges d'épaisseur et des bouts de tôles plates en acier. Chaque modèle est collé sur une plaque en verre pour assurer un bon état de surface. Les dimensions extérieures du moule sont délimitées par un cadre métallique posé sur la plaque de verre et entourant le modèle. Enfin, une quantité de silicone RTV est versé à l'intérieur du cadre permettant de couvrir le modèle et d'assurer une épaisseur suffisante du moule (15 mm environ). La durée du durcissement dépend de la quantité de durcisseur ajoutée au silicone RTV.

La figure II.9 contient une photo des différents moules réalisés en silicone RTV (cette photo contient aussi des moules pour l'essai de résilience dont les résultats étaient non concluants).

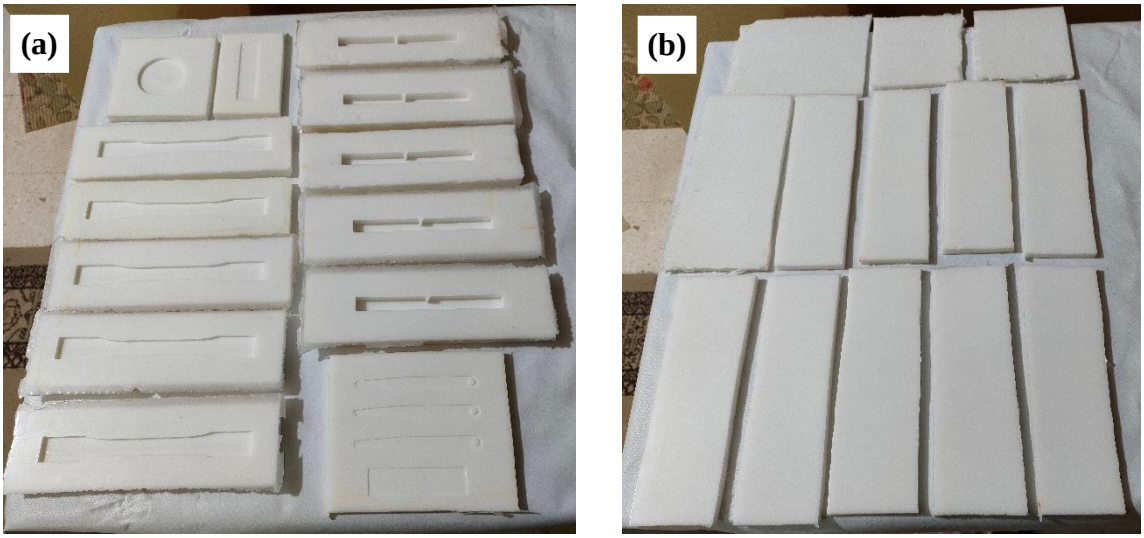


Figure II.9 : Moules et couvercles en silicone RTV.

Les moules sont remplis avec un léger excès de résine époxy. Après débullage, ils sont fermés par un couvercle en silicone (figure II.9.b) puis maintenus sous pression jusqu'au gel final afin d'assurer une planéité parfaire de la surface supérieure.

Après démoulage (figure II.10**)**, les éprouvettes sont ébavurées et placées dans des barquettes à température ambiante pendant 14 jours pour assurer une réticulation complète.

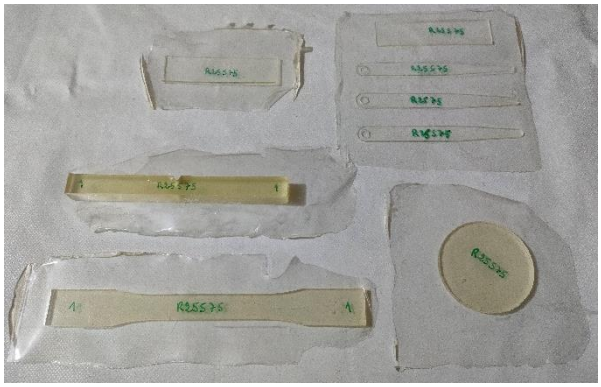


Figure II.10 : Exemples d'éprouvettes démoulées avant ébavurage.

La figure II.11 montre les différentes éprouvettes après la réticulation complète. Les éprouvettes destinées aux essais de DMA sont découpées selon les dimensions de la figure II.8.c.

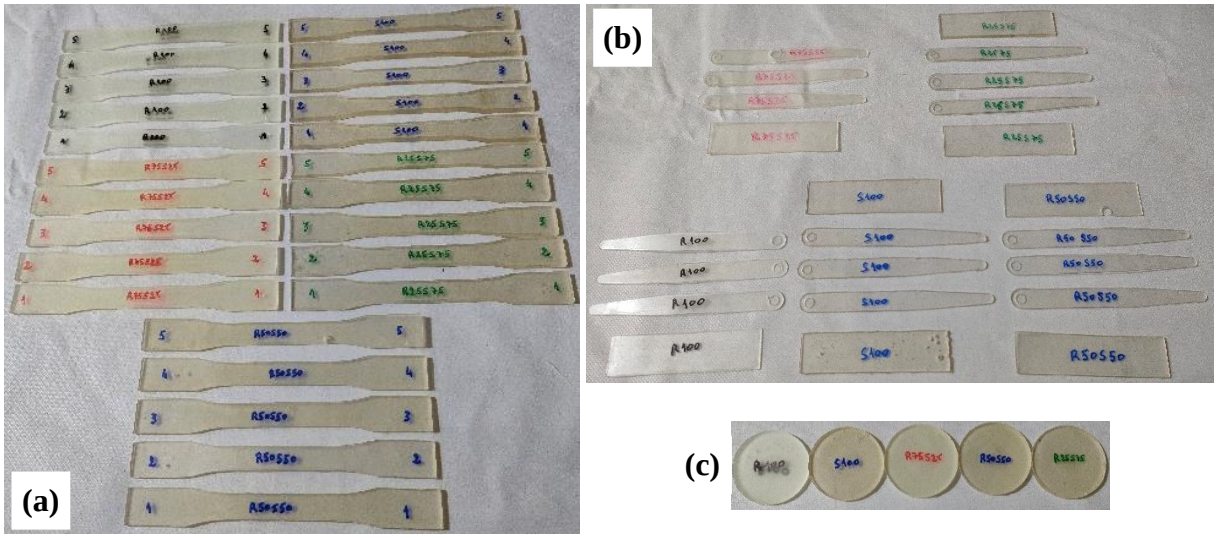


Figure II.11 : Eprouvettes en époxy : (a) Traction, (b) DMA, (c) Absorption d'eau.

Finalement, les éprouvettes sont conditionnées à 70 °C pendant 24 heures puis scellées sous vide dans des sacs en plastique afin d'éliminer tout risque d'absorption d'humidité (figure II.12).



Figure II.12 : Eprouvettes en époxy scellées sous vide.

II.2.3 Préparation des composites

Nous avons élaboré cinq types de composites en ajoutant 30% (en masse) de fibres de palmier dattier traitées aux cinq résines époxy précédentes. Nous avons ajouté la lettre R (renforcé) à la fin de la désignation pour les distinguer des résines (R100R, R75S25R, R50S50R, R25S75R, and S100R). Les formes géométriques des éprouvettes en composites sont identiques à celles des éprouvettes en résines époxy (figure II.8). Le mode opératoire consiste à ajouter les fibres traitées à la résine époxy en petites quantités tout en remuant énergiquement afin d'éviter l'agglomération des fibres. Un soin particulier a été apporté à l'opération de débullage. Le mélange est ensuite versé avec un peu d'excès dans les différents moules puis pressé énergiquement jusqu'au gel total. Après démoulage et ébavurage, les éprouvettes sont entreposées dans des barquettes à température ambiante pendant 14 jours pour assurer une réticulation complète. La figure II.13 montre les différentes éprouvettes après réticulation. De la même manière que précédemment, les éprouvettes en composite sont conditionnées à 70°C pendant 24 heures pour être scellées sous vide dans des sacs en plastique afin d'éliminer tout risque d'absorption d'humidité (figure II.14).

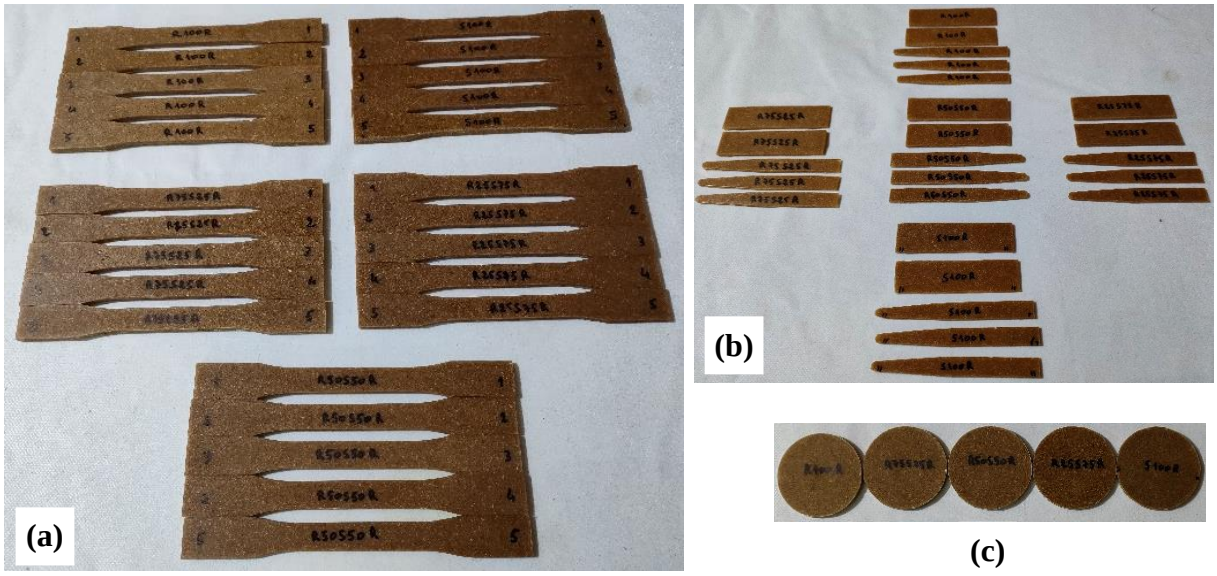


Figure II.13 : Eprouvettes en composite : (a) Traction, (b) DMA, (c) Absorption d'eau.



Figure II.14 : Eprouvettes en composite scellées sous vide.

II.3 CARACTÉRISATION

II.3.1 Essais de traction

Les essais de traction ont été réalisés selon les recommandations de la norme ASTM D638-14 sur une machine de test universelle de type Instron 5969 (figure II.15) équipée d'une cellule de force de 5 kN et pilotée par le logiciel Bluehill 3. Les éprouvettes ont la forme haltère de type I (figure II.8). La vitesse de sollicitation choisie est de 5 mm/min. Les différents essais ont été réalisés à la température ambiante. Selon la norme ASTM D638-14, la zone initiale de la courbe contrainte-déformation ne représente pas une propriété du matériau, c'est une anomalie causé par le rattrapage du jeu ou l'alignement de l'éprouvette.



Figure II.15 : Machine de traction Instron 5969.

II.3.2 Essais d'absorption d'eau

Le test d'absorption d'eau a été réalisé conformément aux recommandations de la norme ASTM D570. Les éprouvettes conditionnées (Ø50 mm × 3 mm) de résines époxy (figure II.11.c) et de composites (figure II.13.c) sont pesées à l'aide d'une balance analytique (0.001g) (figure II.16). Tout de suite après, elles sont immergées dans des vases contenant un litre d'eau distillée. Toutes les 24 heures, les éprouvettes sont sorties, essuyées et pesées pour être à nouveau immergées dans les différents vases. L'essai a été réalisé à température ambiante.



Figure II.16 : Balance analytique et vases d'immersion.

L'absorption d'eau M_t est calculée par l'expression (1.10) :

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

m_0 : Masse initiale de l'éprouvette.
m_t : Masse de l'éprouvette après immersion.

Selon la norme ASTM D570, la saturation est atteinte lorsque trois pesées successives, après deux semaines d'immersion, révèlent une augmentation de la masse inférieure à 1% de l'augmentation totale. Selon Wang et al. [225], la saturation serait atteinte lorsque le gain de masse quotidien est inférieur à 0.01%.

II.3.3 Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique a été réalisée sur l'appareil SETARAM Labsys Evo STA représenté sur la figure II.17. Le tableau II.3 contient quelques caractéristiques de cet appareil.



Figure II.17 : Appareil d'analyse thermogravimétrique SETARAM Labsys Evo STA.

Tableau II.3 : Caractéristiques de l'appareil SETARAM Labsys Evo STA.

Plage de température	Ambiante à 1600 °C
Exactitude de la température	+/- 1 °C
Vitesse de balayage de température programmable (chauffe et refroidissement)	0.01 à 100 °C/min
Refroidissement du four	32 min (1600°C à 50°C)
Capacité maximum de la balance	20 g
Exactitude de pesée	+/- 0.01%

Le balayage s'est fait de la température ambiante à la température de 800 °C avec une vitesse de chauffe de 10 °C/min sous un flux d'azote de 40 ml/min. Nous avons analysé des échantillons d'environ 9 mg de fibres de palmier dattier brutes, 13 mg de résines époxy ainsi que 20 mg de composites et de fibres de palmier dattier traitées.

II.3.4 Analyse mécanique dynamique (DMA)

L'analyse mécanique dynamique (DMA) a été réalisée sur l'appareil Metravib DMA50 représenté sur la figure II.18. Le tableau II.4 contient quelques caractéristiques de cet appareil.

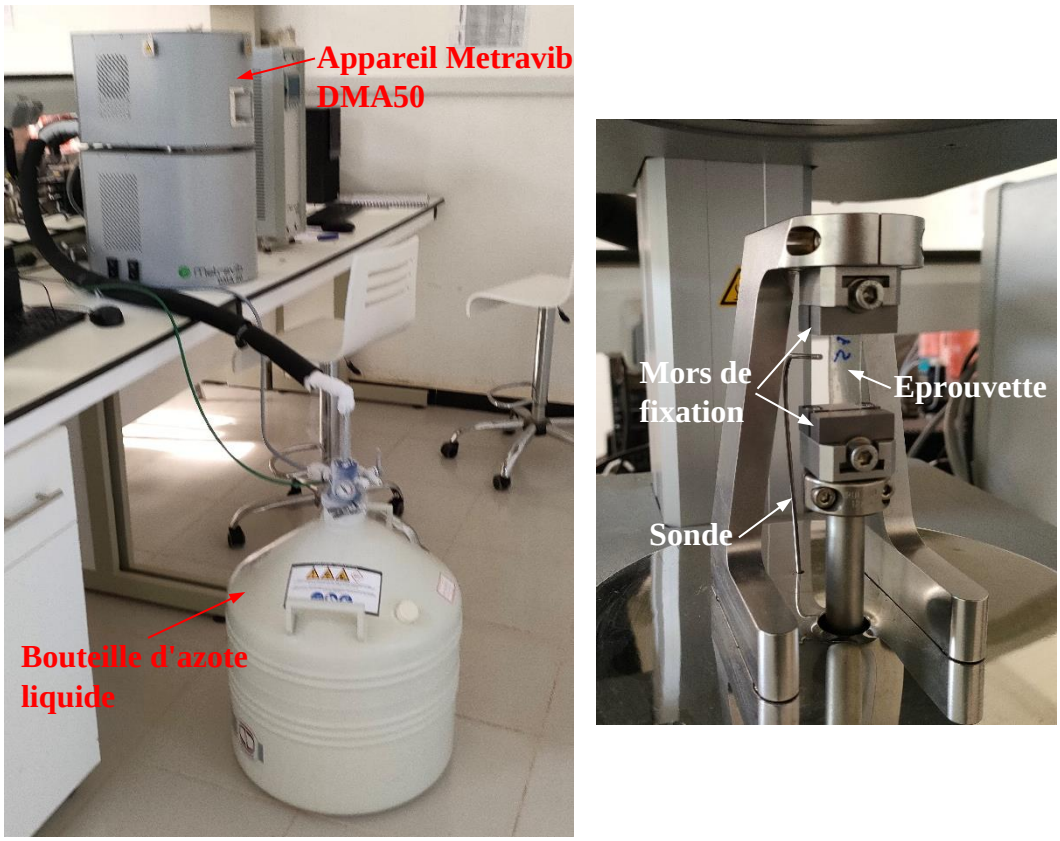


Figure II.18 : Appareil d'analyse dynamique mécanique (DMA) Metravib DMA50.

Tableau II.4 : Caractéristiques de l'appareil Metravib DMA50.

Force	De ± 0.001 N à ± 50 N avec une résolution de 0.000012 N.
Déplacement	De ± 1 µm à ± 3000 µm avec une résolution de 1.5 nm.
Fréquence	De 1×10^{-5} Hz à 200 Hz avec une résolution de 0.01 %.
Température	De -150 °C à 600 °C.
Vitesse de chauffe et de refroidissement	De 0.1 °C/min à 10 °C/min.
Module	De 1000 Pa à 3×10^{12} Pa.
Tan(δ)	Sensibilité de 0.0001 avec une résolution de 0.00001.

Les essais d'analyse mécanique dynamique (DMA) ont été réalisés en mode traction selon les recommandations de la norme ASTM D5026. Le balayage de température s'est fait de -20 °C à 100 °C avec une vitesse de chauffe de 3 °C/min et une fréquence de 1 Hz. Les éprouvettes sont en forme de plaque de $50\times10\times1.5$ mm^3 (figures II.11.b et II.13.b).

II.3.5 Essais de fluage-recouvrance

Nous avons réalisé des essais de fluage-recouvrance sur la résine époxy R50S50 ainsi que sur le composite R50S50R en mode traction à température ambiante. Nous avons utilisé une machine de test universelle de type Istron 5969 équipée d'une cellule de force de 5 kN et pilotée par le logiciel Bluehill 3. Les éprouvettes de traction de type haltère (ASTM D638 type I) ont été soumises à quatre niveaux de contrainte : 0.5 MPa, 2 MPa, 4 MPa et 6 MPa. Chaque essai a consisté en une période de fluage d'une heure, suivie d'une période de recouvrance d'une heure.

II.3.6 Modélisation du comportement viscoélastique non linéaire

La réponse en fluage unidirectionnel selon le modèle de Schapery s'écrit (§ I.3.9.7.5) :

$$\varepsilon = g_0 D_0 \sigma + g_1 \int_0^t \Delta D\left(\psi - \psi'\right) \frac{d\left(g_2 \sigma\right)}{d\tau} d\tau \qquad \textbf{(2.1)}$$

D_0 : Complaisance initiale.
ΔD : Complaisance transitoire.
g_0, g_1, g_2 : Paramètres non linéaires dépendants de la contrainte appliquée.
ψ : Temps réduit. Il est défini par les expressions suivantes :

$$\psi = \int_0^t \frac{dt'}{a_\sigma} \quad ; \quad \psi' = \psi(\tau) = \int_0^\tau \frac{dt'}{a_\sigma} \qquad \textbf{(2.2)}$$

a_σ : Paramètre non linéaire dépendant de la contrainte appliquée.

Les deux lois les plus utilisées pour décrire la complaisance transitoire sont :

- La loi de puissance [196], [205], [226] : $\Delta D(t) = Ct^n$ **(2.3)**

  C et n : Paramètres dépendants du matériau.

- La série de Prony [191], [227], [228] : $\Delta D(t) = \sum_{i=1}^{N} D_i \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}}\right)$ **(2.4)**

  D_i, τ_i : Paramètres dépendants du matériau.
  N : Nombre d'éléments de la série de Prony.

En adoptant une loi de puissance pour la complaisance transitoire, le modèle de Schapery s'exprime ainsi :

$$\varepsilon = g_0 D_0 \sigma + g_1 C \int_0^t \left(\psi - \psi'\right)^n \frac{d\left(g_2 \sigma\right)}{d\tau} d\tau \qquad \textbf{(2.5)}$$

Lors d'un essai de fluage-recouvrance sous sollicitation unidirectionnelle, une contrainte constante σ_0 est appliquée jusqu'à l'instant t_a puis supprimée pendant le reste du temps (figure II.19) :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \left[H(t) - H(t - t_a) \right] \qquad \textbf{(2.6)}$$

$H(t)$ est la fonction de Heaviside (échelon unité) : $H(t) = \begin{cases} 0 \ , & t < 0 \\ 1 \ , & t > 0 \end{cases}$ **(2.7)**

La contrainte peut aussi s'écrire : $\sigma(t) = \begin{cases} \sigma_0 \ , & 0 \le t \le t_a \\ 0 \ , & t > t_a \end{cases}$ **(2.8)**

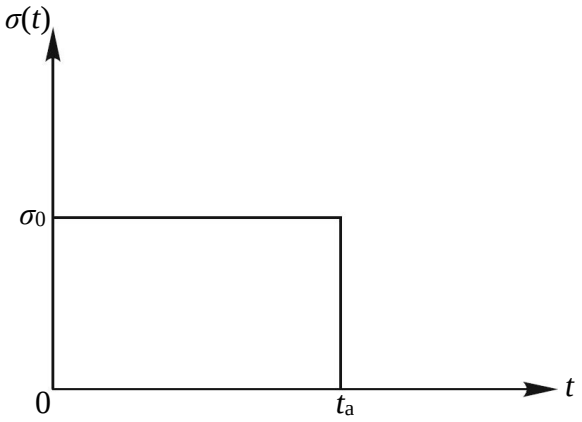


Figure II.19 : Variation de la contrainte en fonction du temps pour un essai de fluage-recouvrance.

La dérivée de la fonction de Heaviside est la fonction (distribution) de Dirac $\delta(t)$ [15] :

$$\frac{dH(t)}{dt} = \delta(t) = \begin{cases} \infty \ , \ t = 0 \\ 0 \ , \ t \neq 0 \end{cases}$$

Ainsi [229] : $\frac{dg_2\sigma}{d\tau} = g_2\sigma_0\left[\delta(\tau) - \delta(\tau - t_a)\right]$

Pour $0 < t < t_a$: (fluage)

$$\sigma = \sigma_0 \qquad \Rightarrow \qquad \frac{dg_2\sigma}{d\tau} = g_2\sigma_0\delta(\tau)$$

$$\psi = \int_0^t \frac{dt}{a_\sigma} = \frac{t}{a_\sigma}$$

$$\psi' = \int_0^{\tau=0} \frac{dt'}{a_\sigma} = 0$$

En replaçant dans l'équation (2.5), nous aurons :

$$\boxed{\varepsilon(t) = \varepsilon_c(t) = g_0 D_0 \sigma_0 + g_1 g_2 C\left(\frac{t}{a_\sigma}\right)^n \sigma_0} \qquad \textbf{(2.9)}$$

Pour $t > t_a$: (recouvrance)

$$\sigma = 0 \qquad ; \qquad g_0 = g_1 = 1$$

En replaçant dans l'équation (2.5), nous aurons :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_r(t) = C\int_0^t (\psi - \psi')^n \frac{d(g_2\sigma)}{d\tau} d\tau$$

$$\varepsilon_r(t) = C\int_0^{t_a} (\psi - \psi')^n \frac{d(g_2\sigma)}{d\tau} d\tau + C\int_{t_a}^t (\psi - \psi')^n \frac{d(g_2\sigma)}{d\tau} d\tau$$

Pour le premier terme de droite : $\frac{dg_2\sigma}{d\tau} = g_2\sigma_0\delta(\tau)$

$$\psi = \int_0^t \frac{dt}{a_\sigma} = \int_0^{t_a} \frac{dt}{a_\sigma} + \int_{t_a}^t \frac{dt}{1} = \frac{t_a}{a_\sigma} + t - t_a$$

$$\psi' = \int_0^{\tau=0} \frac{dt'}{a_\sigma} = 0$$

Pour le deuxième terme de droite : $\frac{dg_2\sigma}{d\tau} = -g_2\sigma_0\delta(\tau - t_a)$

$$\psi = \frac{t_a}{a_\sigma} + t - t_a$$

$$\psi' = \int_0^{\tau=t_a} \frac{dt'}{a_\sigma} = \frac{t_a}{a_\sigma}$$

Ainsi :

$$\varepsilon_r(t) = g_2 C\sigma_0\left[\left\{\frac{t_a}{a_\sigma}\left(\frac{t_a + a_\sigma t - a_\sigma t_a}{t_a}\right)\right\}^n - \left\{\frac{t_a}{a_\sigma}\left(\frac{a_\sigma t - a_\sigma t_a}{t_a}\right)\right\}^n\right]$$

Ce qui s'écrit :

$$\boxed{\varepsilon_r(t) = \frac{\Delta\varepsilon_c}{g_1}\left[\left(1+a_\sigma\lambda\right)^n - \left(a_\sigma\lambda\right)^n\right]} \quad \textbf{(2.10)}$$

Avec :

λ : Temps adimensionnel : $\lambda = \dfrac{t-t_a}{t_a}$ **(2.11)**

$$\Delta\varepsilon_c = g_1 g_2 C\left(\frac{t_a}{a_\sigma}\right)^n \sigma_0 \quad \textbf{(2.12)}$$

Nous avons donc sept paramètres à déterminer :

- Trois paramètres indépendants de la contrainte appliquée : D_0, C et n.
- Quatre paramètres dépendants de la contrainte appliquée : g_0, g_1, g_2 et a_σ.

Pour déterminer ces sept paramètres il est nécessaire de réaliser au moins un essai de fluage-recouvrance dans le domaine linéaire et plusieurs essais de fluage-recouvrance dans le domaine non linéaire [230].

Dans le domaine viscoélastique linéaire, nous avons [205] : $g_0 = g_1 = g_2 = a_\sigma = 1$

Les équations (2.9) et (2.10) deviennent :

- Durant la phase de fluage ($0 \le t \le t_a$) : $\boxed{\varepsilon_c(t) = D_0\sigma_0 + C(t)^n\sigma_0}$ **(2.13)**
- Durant la phase de recouvrance ($t > t_a$) : $\boxed{\varepsilon_r(t) = \Delta\varepsilon_c\left[\left(1+\lambda\right)^n - \left(\lambda\right)^n\right]}$ **(2.14)**

Les deux paramètres $\Delta\varepsilon_c$ et n sont calculés par ajustement numérique de l'équation (2.14) aux résultats expérimentaux de recouvrance dans le domaine linéaire. Les deux autres paramètres D_0 et C sont ensuite déterminés par ajustement numérique de l'équation (2.13) aux résultats expérimentaux de fluage dans le domaine linéaire aussi. Dans notre cas, l'ajustement numérique est une régression non linéaire utilisant la méthode des moindres carrés pour ajuster les différents paramètres de manière à minimiser l'erreur entre les valeurs expérimentales et les valeurs calculées par les différentes équations. Pour cela différents outils numériques existent tels que la fonction lsqnonlin sur Matlab ou le complément Solveur sur Excel.

Les quatre paramètres non linéaires g_0, g_1, g_2 et a_σ sont déterminés comme suit :

L'équation (2.9) peut se mettre sous la forme :

$$\varepsilon_c(t) = \varepsilon_0 + C' t^n \quad \textbf{(2.15)}$$

Avec : $\varepsilon_0 = g_0 D_0 \sigma_0$

$$C' = \frac{g_1 g_2 C \sigma_0}{\left(a_\sigma\right)^n} \quad \textbf{(2.16)}$$

On commence par déterminer les paramètres $\dfrac{\Delta\varepsilon_c}{g_1}$ et a_σ par ajustement numérique de l'équation (2.10) aux résultats expérimentaux de recouvrance dans le domaine non linéaire.

Ensuite, on détermine les paramètres ε_0 et C' par ajustement numérique de l'équation (2.15) aux résultats expérimentaux de fluage dans le domaine non linéaire.

Sachant que : $\Delta\varepsilon_c = \varepsilon_c(t_a) - \varepsilon_0 = C'(t_a)^n$, nous pouvons donc facilement calculer les trois paramètres g_0, g_1 et g_2 pour chaque niveau de contrainte.

II.4 CONCLUSION

Ce deuxième chapitre a permis d'exposer de manière détaillée l'ensemble de la démarche expérimentale et méthodologique mise en œuvre pour l'élaboration et la caractérisation des résines époxy et des composites étudiés.

Le protocole d'extraction et de préparation des fibres courtes issues des régimes du palmier dattier a été défini, incluant les étapes de séchage, de broyage et de tamisage pour l'obtention de fibres de diamètres inférieurs à 0.1 mm et de longueurs inférieures à 5 mm. Un traitement chimique de mercerisation par immersion dans une solution de soude (NaOH à 5 %) à 60 °C pendant une heure a été appliqué avec succès afin de purifier la surface des fibres et d'améliorer leur adhérence avec les matrices époxy. Au début de ce travail, nous avons essayé différentes techniques pour extraire des fibres longues du palmier dattier mais sans succès. Il existe peu de chercheurs [64], [231] qui ont utilisé des fibres longues issues du palmier dattier. Théoriquement, l'utilisation des fibres courtes permet d'obtenir un matériau quasi isotrope. Cependant, ceci reste tributaire de l'efficacité du mélange avec la résine où l'agglomération des fibres risque de compliquer l'opération.

L'élaboration des matrices a reposé sur la formulation de cinq mélanges distincts associant, dans des proportions variables, une résine époxy rigide (Resoltech 1050) et une résine époxy souple (Resoltech 1600). Cette approche a permis de moduler efficacement la flexibilité des matrices de base avant d'y intégrer un taux massique fixe de 30 % de fibres courtes traitées pour la fabrication des matériaux composites correspondants. Le mélange a été réalisé par ajout progressif de petites quantités de fibres courtes à la résine tout en mélangeant énergiquement l'ensemble. L'opération de débullage doit être menée avec le plus grand soin afin d'obtenir un matériau sans défauts. C'est à ce niveau que nous comprenons l'intérêt de l'utilisation des résines avec des temps de gel aussi longs que possible : 2h37 min pour l'époxy Resoltech 1050 + durcisseur 1055S et 3h40 min pour l'époxy Resoltech 1600 + durcisseur 1606. Des éprouvettes homogènes et conformes aux exigences géométriques des normes en vigueur ont pu être moulées, réticulées et scellées sous vide pour être préservées de toute reprise d'humidité.

Le volet instrumental a cartographié les différents appareils et configurations retenus pour évaluer les performances de ces matériaux. Ainsi, les techniques de caractérisation physique, thermique, mécanique et dynamique ont été détaillées (essais de traction, d'absorption d'eau, d'ATG, de DMA et de fluage-recouvrance). La stratégie d'ajustement numérique par régression non linéaire a également été exposée pour l'identification des sept paramètres du modèle viscoélastique non linéaire de Schapery.

L'analyse et la discussion des résultats expérimentaux obtenus feront l'objet du chapitre suivant.

CHAPITRE III : RÉSULTATS ET DISCUSSION

III.1 INTRODUCTION

Dans ce chapitre, nous présentons les principaux résultats obtenus avec les interprétations correspondantes : courbes de traction, courbes d'absorption d'eau, courbes d'ATG/DTG, courbes de DMA et courbes de fluage-recouvrance. Les courbes isochrones mettront en évidence le comportement viscoélastique non linéaire qui sera modélisé par le modèle de Schapery. La démarche de détermination des paramètres de ce modèle sera expliquée en détail.

III.2 TRACTION

Les courbes de traction des résines époxy et des composites époxy-fibres de palmier dattier sont représentées sur les figures III.1 et III.2 respectivement.

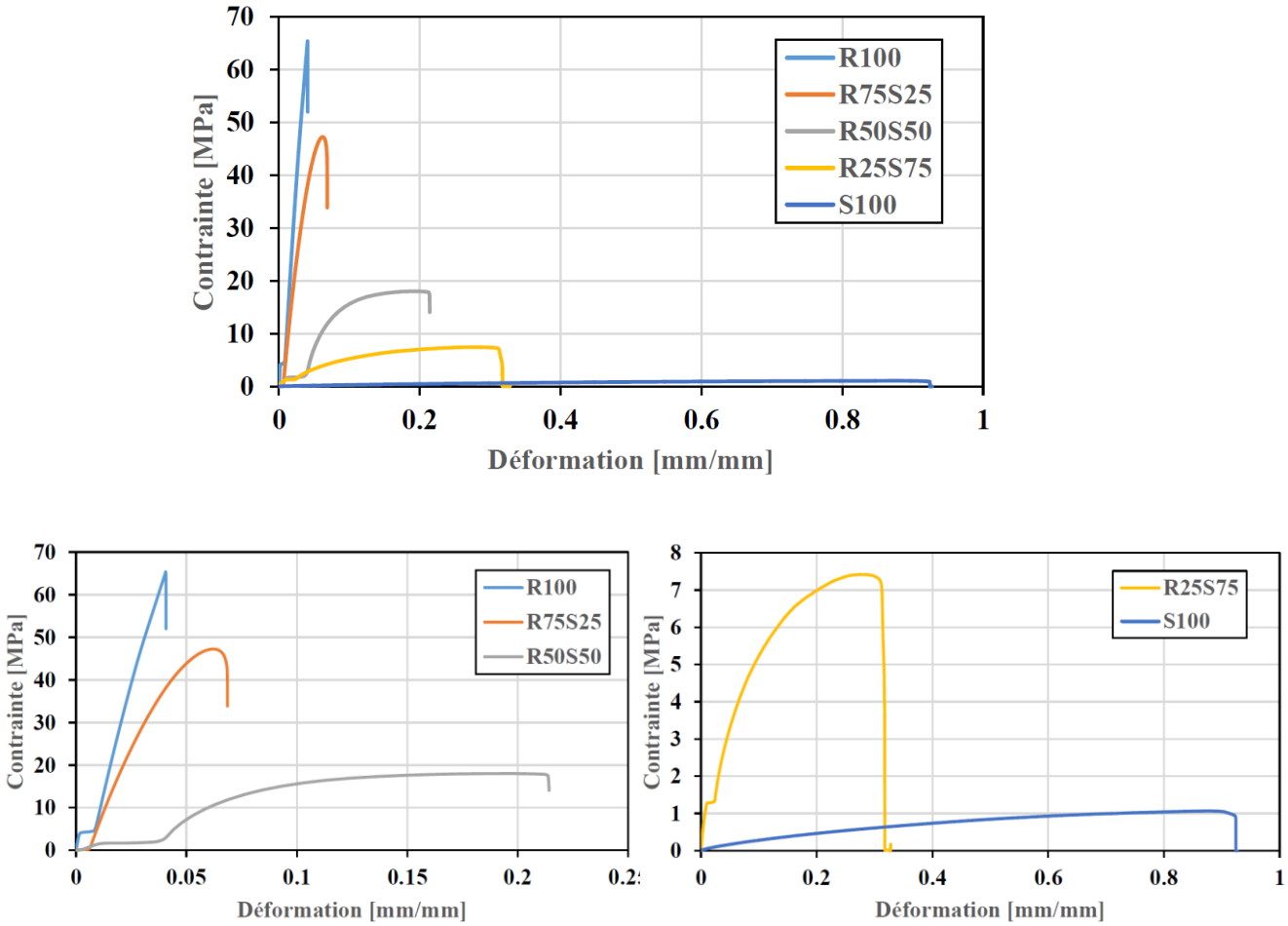


Figure III.1 : Courbes de traction des résines époxy.

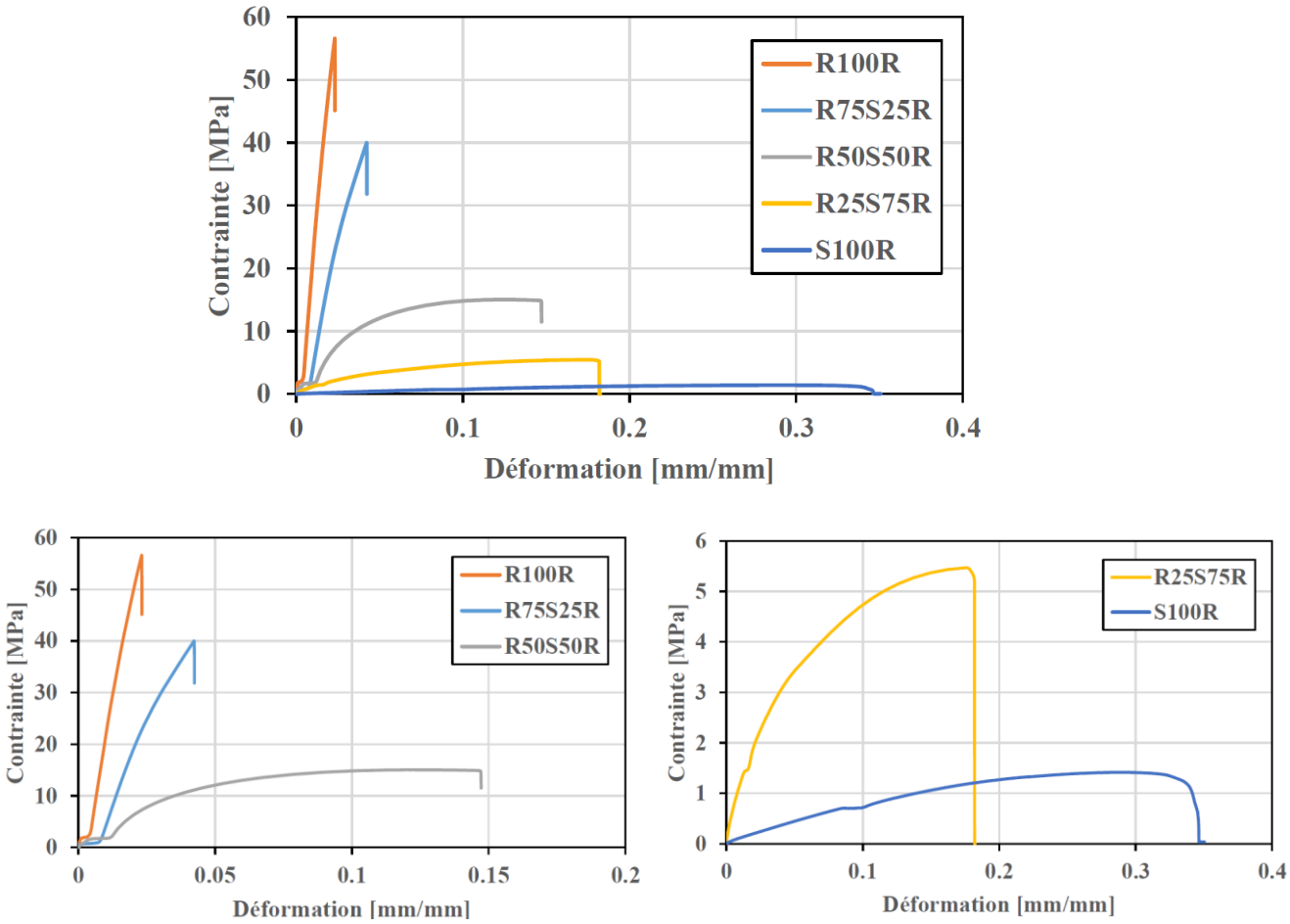


Figure III.2 : Courbes de traction des composites époxy-fibres de palmier dattier.

Les courbes de traction obtenues mettent en évidence la grande différence de comportement entre les différents matériaux étudiés. C'est ce qui nous a poussé à représenter ces courbes d'abord sur une même figure ensuite séparées en deux groupes distincts selon l'ordre de grandeur des caractéristiques mécaniques (figures III.1 et III.2).

La résine époxy R100 (100% de résine Resoltech 1050) présente un comportement élastique linéaire fragile. En effet, nous remarquons qu'il n'y a pratiquement pas de déformation plastique et la rupture survient immédiatement après que la charge ait atteint la valeur maximale. Au fur et à mesure que le pourcentage de la résine flexible (Resoltech 1600) augmente, la partie linéaire de la courbe de traction disparait pour laisser la place à une forme courbée et étalée témoignant d'un comportement non linéaire et ductile. L'incorporation des fibres de dattier palmier augmente la rigidité des résines. Nous remarquons alors la réapparition d'une partie quasiment linéaire au début de la déformation pour tous les composites étudiés.

Les valeurs numériques des caractéristiques mécaniques obtenues sont résumées dans le tableau III.1. Il s'agit de la moyenne des trois meilleures mesures pour chaque caractéristique. Ces mêmes résultats sont représentés sur les histogrammes des figures III.3, III.4 et III.5.

Pour les résines époxy, le module d'élasticité passe d'une valeur d'environ 2180 MPa pour la R100 jusqu'à environ 2.5 MPa pour la S100. De même, la contrainte à la rupture passe d'environ 62 MPa pour la R100 à environ 1 MPa pour la S100. L'allongement à la rupture suit l'ordre inverse en passant d'environ 4% pour la R100 à environ 89.5% pour la S100. Ces grandes plages de variation donnent la possibilité aux ingénieurs de moduler les caractéristiques des résines époxy selon leurs besoins. Il reste à signaler que les valeurs expérimentales obtenues diffèrent de celles figurant dans les fiches techniques publiées par le fabricant des résines

(tableau II.1). Ceci est probablement dû aux conditions de réticulation et aux défauts de débullage.

L'incorporation des fibres de palmier dattier améliore la rigidité de toutes les résines époxy étudiées. En effet, le module d'élasticité augmente d'un pourcentage compris entre 19% et 232%. L'augmentation la plus spectaculaire est observée pour le composite S100R. L'allongement à la rupture suit la tendance inverse en diminuant d'un pourcentage compris entre 27% et 60%. La diminution la plus spectaculaire est observée là aussi pour le composite S100R. Enfin, nous observons une augmentation de la contrainte à la rupture d'environ 41% pour le composite S100R et une diminution comprise entre 5% et 12% pour les quatre autres (R100R, R75S25R, R50S50R, R25S75R).

Tableau III.1 : Caractéristiques mécaniques des résines et des composites.

Matériau	Module d'élasticité [MPa]	Contrainte à la rupture [MPa]	Allongement à la rupture [%]
R100	2180.37±357.16	62.15±2.98	3.92±0.58
R100R	3352.47±631.22	56.17±2.59	2.32±0.28
R75S25	1224.23±126.37	45.13±1.91	6.60±0.33
R75S25R	1646.90±507.15	39.82±1.98	4.10±0.61
R50S50	456.40±78.56	16.38±1.45	19.41±2.17
R50S50R	599.99±185.17	15.54±0.45	14.08±0.83
R25S75	89.22±17.37	6.54±0.77	30.36±2.96
R25S75R	105.88±13.47	5.84±0.91	17.91±1.99
S100	2.47±0.44	1.00±0.16	89.50±6.72
S100R	8.20±2.62	1.41±0.08	36.18±4.41

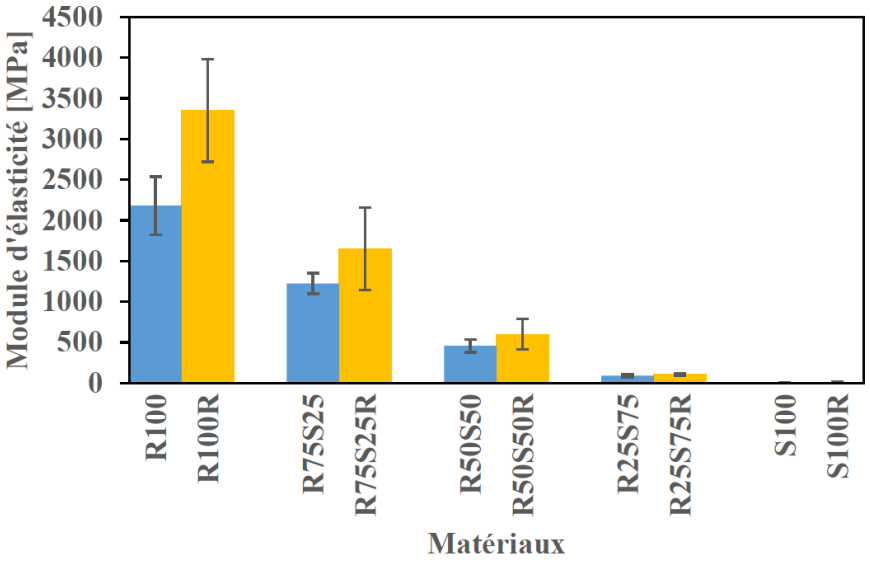


Figure III.3 : Modules d'élasticité des résines et des composites.

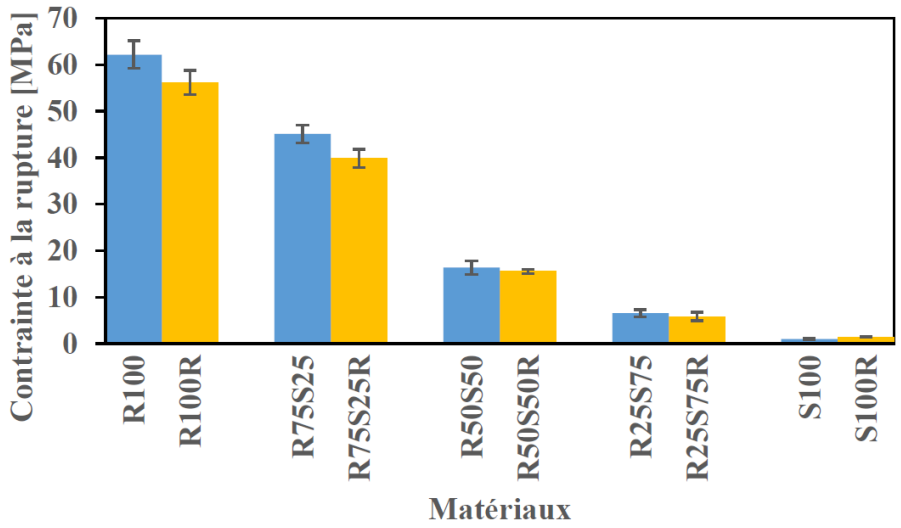


Figure III.4 : Contrainte à la rupture des résines et des composites.

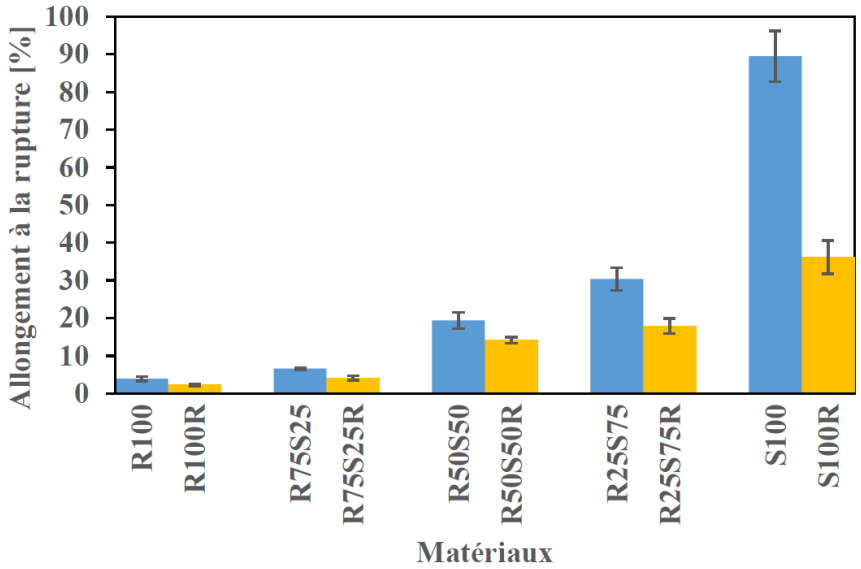


Figure III.5 : Allongement à la rupture des résines et des composites.

Rappelons les valeurs des caractéristiques mécaniques des fibres issues des régimes (grappes) du palmier dattier telles que déterminées par différents chercheurs (tableau I.9) :

Module élastique : entre 4.3 GPa et 10.1 GPa.

Contrainte à la rupture : entre 90 MPa et 328 MPa.

Allongement à la rupture : entre 3.09% et 4.19%.

Ainsi, le comportement mécanique des composites préparés ne peut être justifié par la déformation et la rupture des fibres. Il serait probablement dû au comportement mécanique de l'interphase qui, contrairement à l'interface, est une région d'une certaine épaisseur entourant la fibre et présentant des caractéristiques mécaniques différentes de celles de l'époxy et de la fibre du palmier dattier. Elle peut être mise en évidence par un essai d'émission acoustique [232]. Le logiciel de micromécanique Digimat permet de discrétiser cette région et lui affecter des caractéristiques différentes de celles de la matrice et du renfort. Dans notre cas, l'interphase a probablement consolidé la structure au début de la sollicitation ce qui a augmenté le module

d'élasticité. Suite à l'augmentation de la contrainte, l'interphase serait fissuré ce qui aurait provoqué un déchaussement prématuré des fibres et donc une diminution de la résistance à la rupture. Le composite S100R constitue l'exception pour laquelle il y a une augmentation aussi bien du module élastique que de la résistance à la rupture.

A. Abdal-hay et al. [233] ont étudié l'effet du diamètre des fibres et du traitement alcalin sur les propriétés des composites époxy-fibres de palmier dattier. Ils ont constaté une diminution de l'allongement à la rupture pour les composites à fibres traitées par rapport à ceux à fibres non traitées. Pour les auteurs, la cause serait un changement de la structure chimique de la cellulose des fibres qui acquièrent localement une structure plus cristalline.

Alshammari et al. [33] ont évalué les caractéristiques mécaniques de plusieurs composites à matrice époxy renforcée par 50% de fibres issues de différentes parties du palmier dattier. Ils ont constaté une amélioration générale du module d'élasticité et de la résistance à la rupture en traction. La meilleure performance est atteinte pour les composites à fibres issues des régimes (grappes) du palmier dattier. Le module d'élasticité est passé de 0.57 GPa pour l'époxy à 2.88 GPa pour le composite. De même, la résistance à la rupture est passée de 20.6 MPa à 40.12 MPa. Les auteurs ont attribué cette amélioration principalement à la forte teneur en cellulose et en hémicellulose des fibres de palmier dattier ainsi qu'à une dispersion homogène et une meilleure adhérence avec l'époxy.

M. Alarifi [142] a mené une série d'expériences sur les composites à matrice époxy et renfort de fibres issues de différentes parties du palmier dattier. Il a mesuré une résistance à la rupture comprise entre 1.44 MPa et 3.45 MPa, un module d'élasticité compris entre 389.01 MPa et 727.04 MPa ainsi qu'un allongement à la rupture compris entre 0.37 % et 1.98%.

Saba et al. [234] ont étudié les composites à matrice époxy renforcée par différents fractions massiques de fibres issues du fibrillium (lif) du palmier dattier. Les meilleurs résultats sont obtenus pour un fraction de fibres de 50% où la résistance à la traction est passée de 20.5 MPa à 25.77 MPa, le module d'élasticité est passé de 0.51 GPa à 1.55 GPa tandis que l'allongement à la rupture est passé de 0.91% à 1.41%. Ce changement de caractéristiques est attribué à la rigidité des fibres qui gênent la mobilité des chaines de polymère. Selon les auteurs, une fraction massique de 40% ne permet pas un transfert de force efficace entre l'époxy et les fibres. Par contre, une fraction massique de 60% résulte en une agglomération des fibres ce qui entraine un mauvais mouillage et donc une mauvaise adhérence avec l'époxy. L'endommagement du composite serait alors attribué à la rupture des fibres et non à la rupture de l'interface fibre-matrice.

De son côté, M. Ali [235] a mesuré la contrainte à la rupture des composites époxy-fibres de palmier dattier. Celle-ci augmente avec l'augmentation de la fraction massique des fibres. Elle évolue de 18 MPa pour une fraction de 5% à 23 MPa pour une fraction de 20%.

III.3 ABSORPTION D'EAU

Les figures III.6 et III.7 représentent la variation de l'absorption d'eau en fonction de la racine carrée du temps $t^{0.5}$ pour les résines époxy et les composites époxy-fibres de palmier dattier respectivement.

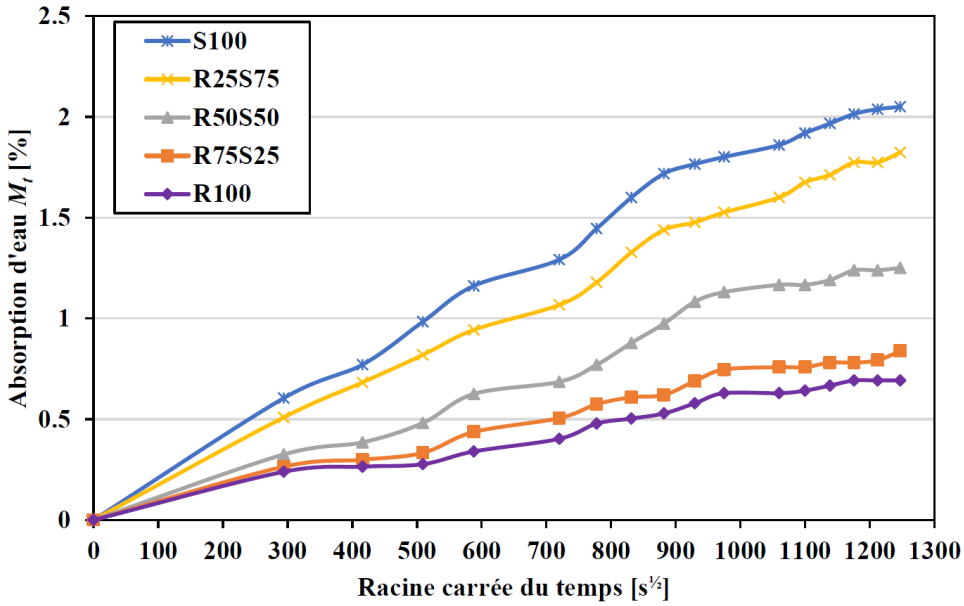


Figure III.6 : Absorption d'eau des résines époxy.

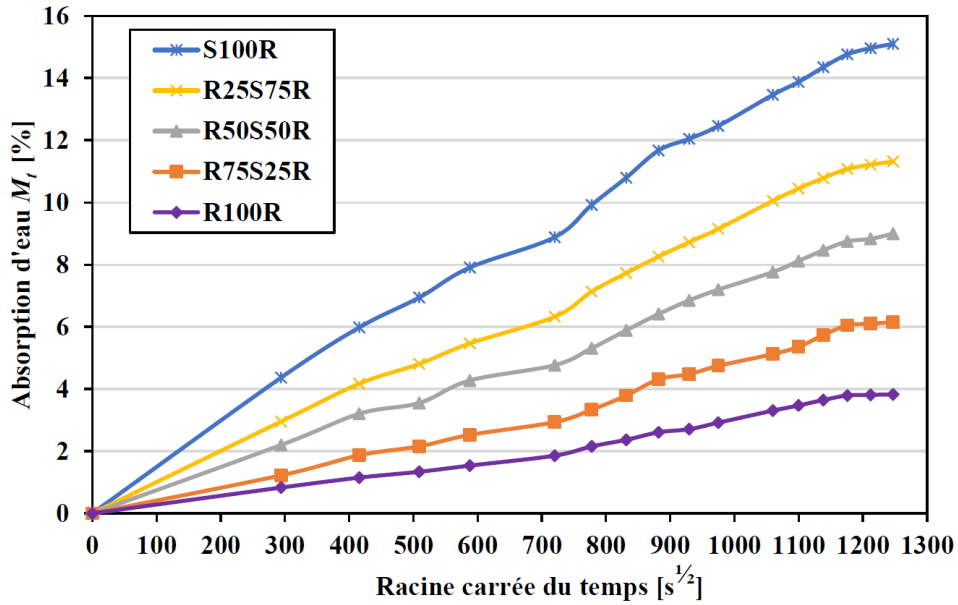


Figure III.7 : Absorption d'eau des composites époxy-fibres de palmier dattier.

Pour calculer la pente initiale k des différentes courbes d'absorption, nous avons choisi deux instants t_1 et t_2 dans la partie linéaire de ces courbes où nous connaissons les valeurs des absorptions M_{t1} et M_{t2} :

$$k = \frac{M_{t_2} - M_{t_1}}{\left(\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}\right)}$$

Ensuite, nous avons calculé le coefficient de diffusion pour chaque matériau à partir de l'équation (1.13) :

$$D = \pi \left(\frac{kh}{4M_\infty} \right)^2$$

h = 3 mm (épaisseur des éprouvettes).

Le tableau III.2 contient les valeurs des absorptions d'eau à la saturation M_∞ et des coefficients de diffusion D pour les différents matériaux étudiés.

Tableau III.2 : Absorption d'eau à la saturation M_∞ et coefficient de diffusion D.

Matériau	Pente k [10^{-2} $s^{-0.5}$]	Absorption d'eau à la saturation M_∞ [%]	Coefficient de diffusion D [10^{-6} mm^2/s]
R100	0.0175	0.6919	0.11
R100R	0.2764	3.8219	0.92
R75S25	0.0320	0.8382	0.26
R75S25R	0.4491	6.1444	0.94
R50S50	0.0727	1.2508	0.60
R50S50R	0.7708	8.9948	1.30
R25S75	0.1441	1.8238	1.10
R25S75R	1.0029	11.3144	1.39
S100	0.1762	2.0500	1.31
S100R	1.4383	15.0969	1.60

L'absorption d'eau à la saturation M_∞ augmente avec l'augmentation du pourcentage de la résine époxy flexible Resoltech 1600. Elle passe de 0,69% pour la résine R100 (100% rigide) à 2,05% pour la résine S100 (100% flexible). Le coefficient de diffusion D suit la même tendance en passant de 0.11×10^{-6} mm^2/s (R100) à 1.31×10^{-6} mm^2/s (S100). Les molécules d'eau dans les résines époxy peuvent se trouver sous deux formes : soit sous forme libre à l'intérieur des microfissures, soit fortement liées à des groupes polaires [236]. La polarité de la matrice époxy résulte de l'utilisation d'amines comme espèces réactives dans le durcisseur. Ces amines servent à ouvrir les fonctions époxydes pour former des réseaux tridimensionnels de liaisons covalentes [237]. Cette réaction crée des groupes hydroxyles. La molécule d'eau étant polaire, elle peut donc former des liaisons hydrogène avec d'autres molécules polaires telles que les amines et les hydroxyles. Du moment que l'absorption d'eau des résines époxy testées augmente avec l'augmentation du pourcentage de la résine flexible (Resoltech 1600), nous en déduisons que cette dernière contient une concentration plus élevée de microfissures et de molécules polaires. Becker et al. [236] ont comparé l'absorption d'eau de trois résines époxy. Ils ont constaté qu'à l'équilibre, la résine TGAP (triglycidyl para-amino phénol) absorbait 4,797% d'eau, suivie de la résine TGDDM (tétraglycidyldiammino diphénylméthane) avec 3,967% et de la résine DGEBA (diglycidyléther de bisphénol A) avec 2,810%. Alshammari et al. [33] ont trouvé une absorption d'eau à la saturation d'environ 1% pour la résine époxy étudiée après une période d'immersion de 8 jours.

L'incorporation des fibres de palmier-dattier dans les résines époxy augmente considérablement l'absorption d'eau à la saturation, atteignant 3.82% pour le composite R100R et 15.10% pour le composite S100R. Globalement, l'ajout de fibres de palmier-dattier multiplie l'absorption d'eau par un facteur variant de 5.68 à 7.37. De la même manière, le coefficient de diffusion D passe de 0.92×10^{-6} mm^2/s pour le composite R100R à 1.6×10^{-6} mm^2/s pour le composite S100R. En plus de ce qui est absorbé par les résines, l'augmentation de l'absorption d'eau dans les composites renforcés par des fibres végétales est due à la formation de liaisons hydrogène (figure III.8) entre les molécules d'eau et les groupes hydroxyles de la paroi cellulosique [238]. Ce phénomène est aggravé par le vide central (lumen) des fibres végétales, qui permet d'absorber davantage de molécules d'eau [239]. D'un autre côté, les fibres végétales

dans les composites gonflent lorsqu'elles sont exposées à l'humidité [240]. Ceci favorise la formation de microfissures qui accentuent encore plus l'absorption d'eau.

Selon Marzouk et al. [241], l'essai d'absorption d'eau peut fournir des informations sur la solidité de l'adhésion entre les fibres lignocellulosiques et la matrice dans les matériaux composites. En effet, une faible absorption d'eau prouve qu'il y a peu de sites dans l'interface pouvant stocker des molécules d'eau ce qui constitue une preuve de la solidité de l'adhésion.

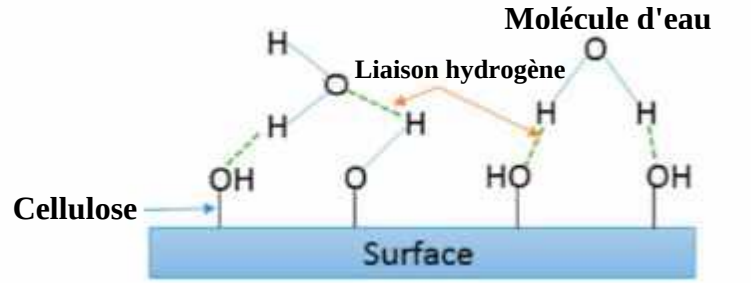


Figure III.8 : Liaison hydrogène entre les molécules d'eau et les groupes hydroxyles de la cellulose d'une fibre végétale [33].

Le tableau III.3 contient quelques exemples de valeurs d'absorption d'eau à la saturation M_∞ de certains composites renforcées par des fibres de palmier dattier telles que publiées par différents chercheurs.

Tableau III.3 : Absorptions d'eau à la saturation M_∞ publiées par d'autres chercheurs.

Matériaux	**Absorption d'eau à la saturation M_∞ [%]**	**Référence**
Epoxy/Fibres de palmier dattier.	10 à 18	Alshammari et al. [33]
Epoxy/Fibres de palmier dattier.	1.2 à 7.6	Tripathy et al. [242]
Amidon de maïs/Fibres de palmier dattier + Lin.	30 à 48	Ibrahim et al. [104]
PEBD/Fibres de palmier dattier (poudre).	5 à 27	AlMaadeed et al. [30]

III.4 ANALYSE THERMOGRAVIMÉTRIQUE (ATG)

Les figures III.9, III.10 et III.11 représentent respectivement les courbes de l'ATG (analyse thermogravimétrique) accompagnées des courbes dérivées (DTG) pour les fibres de palmier dattier, les résines et les composites. Le tableau III.4 résume les principaux résultats de l'analyse thermogravimétrique. Les valeurs $T_{10\%}$, $T_{25\%}$ et $T_{50\%}$ correspondent aux températures de perte de masse de 10 %, 25 % et 50 % respectivement. T_{max} est la température de dégradation maximale obtenue à partir des courbes DTG.

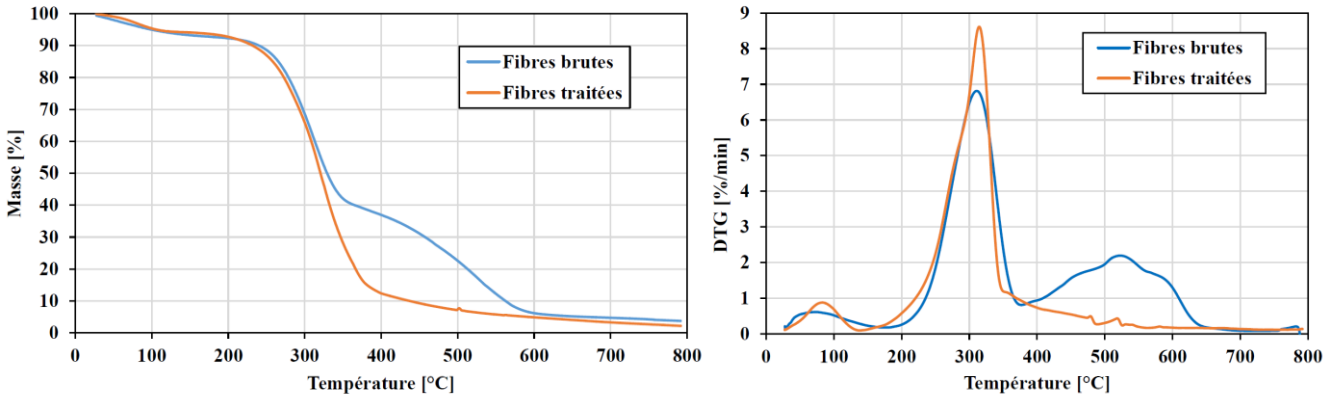


Figure III.9 : Courbes ATG et DGT pour les fibres de palmier dattier.

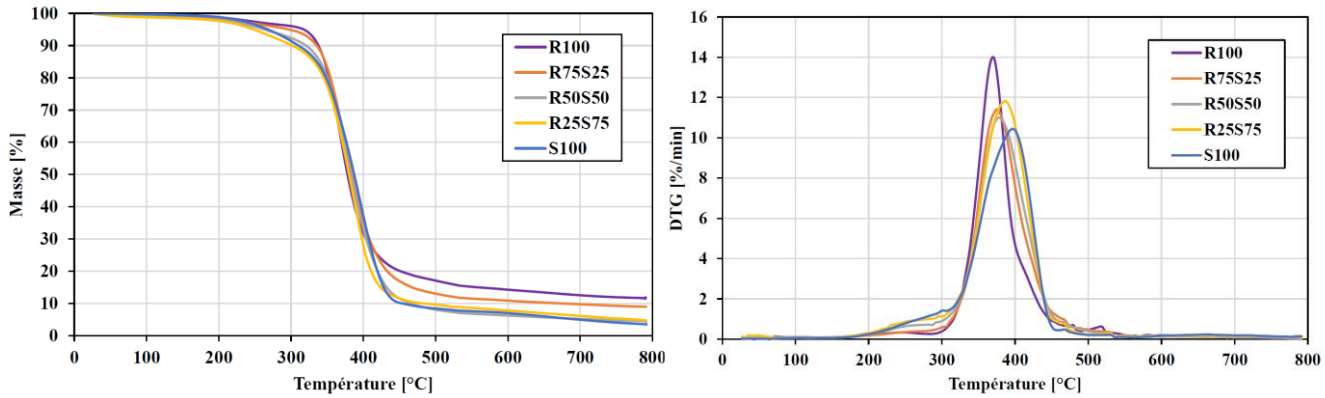


Figure III.10 : Courbes ATG et DGT pour les résines époxy.

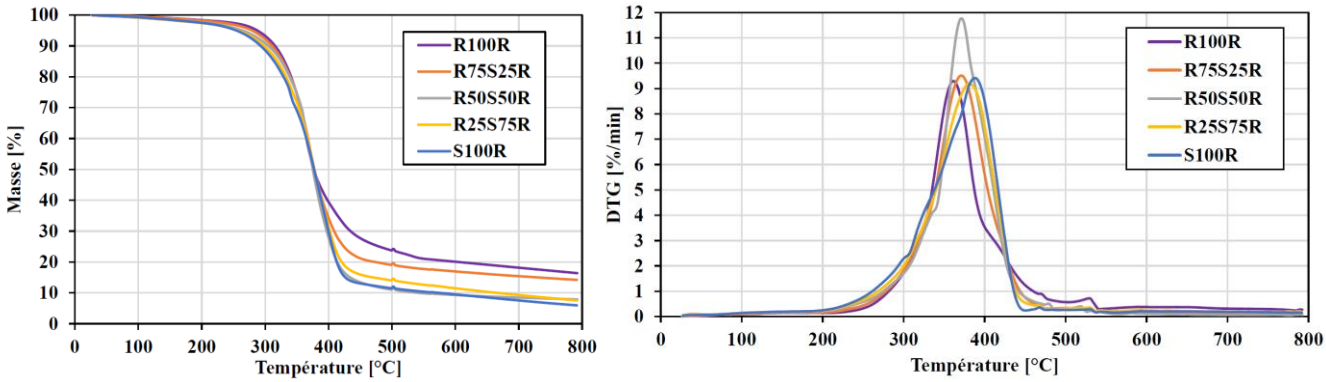


Figure III.11 : Courbes ATG et DTG pour les composites époxy-fibres de palmier dattier.

Tableau III.4 : Résultats de l'ATG pour les fibres, les résines époxy et les composites.

Matériau	$T_{10\%}$ **[°C]**	$T_{25\%}$ **[°C]**	$T_{50\%}$ **[°C]**	T_{max} **[°C]**	**Résidu [%]**
Fibres de palmier dattier brutes	240.1	288.9	329.3	310.8	3.7
Fibres de palmier dattier traitées	231.6	283.5	320.6	314.6	2.2
R100	337.8	357.3	378.1	369.9	11.7
R100R	315.6	349.2	376.8	361.5	16.4
R75S25	335.5	360.4	384.0	375.6	9.0
R75S25R	311.0	349.2	377.5	371.2	14.2
R50S50	320.7	357.5	382.8	378.1	4.3
R50S50R	305.2	349.2	375.2	371.3	7.9
R25S75	301.7	353.9	380.4	386.7	4.8
R25S75R	298.1	343.3	377.7	380.8	7.5
S100	310.4	357.4	387.3	396.7	3.5
S100R	293.0	339.1	377.2	388.0	6.0

La dégradation thermique des fibres de palmier dattier brutes s'est produite essentiellement en trois étapes (figure III.9). Au début, il y a eu l'évaporation des produits volatiles entre 30 °C et 140 °C, où nous avons enregistré une perte de masse d'environ 6 %. La deuxième étape se situe entre 190 °C et 370 °C, avec une perte de masse d'environ 36 %, correspondant à la dégradation de la cellulose, de l'hémicellulose et de la pectine. La dernière étape a lieu entre 370 °C et 600 °C, avec une perte de masse d'environ 59 %, correspondant à la dégradation de la lignine. Ces résultats concordent bien avec ceux publiés dans des travaux antérieurs [31], [37], [101]. D'autres chercheurs [170], [243], [244] ont identifié quatre étapes de dégradation pour les fibres de palmier dattier ; en fait, il s'agit d'une distinction entre la dégradation de l'hémicellulose et celle de la cellulose, qui apparaissent dans la même étape dans notre étude. Les fibres de palmier dattier traitées ne présentent qu'une seule étape de dégradation après la phase d'évaporation. Cela est dû à la diminution de la teneur en hémicellulose, en pectine et en lignine après le traitement alcalin.

Les courbes de l'ATG et DTG des résines époxy et des composites époxy-fibres de palmier dattier (figure III.10 et III.11) montrent trois étapes de dégradation. La première étape est attribuée à l'évaporation des molécules d'eau qui se produit entre 80 °C et 250 °C [245]. Pour les résines époxy, cette évaporation entraîne une perte de masse de 2.6 % à 5.1 %, tandis que pour les composites, elle entraîne une perte de masse de 2.6 % à 4.7 %. À des températures supérieures à 250 °C, nous assistons à la pyrolyse et à la décomposition des groupes aromatiques du réseau époxy, ainsi qu'à la dégradation de l'hémicellulose, de la lignine, de la pectine et des liaisons glycosidiques des composants cellulosiques des fibres de palmier dattier [246]. Cela correspond à la deuxième étape de dégradation au cours de laquelle une perte de masse substantielle se produit, allant de 79.9 % à 89.8 % pour les résines époxy et de 72.3 % à 87.0 % pour les composites. À environ 650 °C, la troisième étape de la dégradation thermique a lieu pour les résines époxy et les composites. Au cours de cette étape, le réseau époxy se volatilise, entraînant une dégradation complète. Par la suite, à des températures encore plus élevées, les segments non volatiles des résines époxy et des composites donnent lieu à la formation d'un résidu solide (char) [247].

La température de dégradation maximale T_{max} (tableau III.4) augmente avec l'augmentation de la teneur en résine époxy flexible (Resoltech 1600). Elle passe de 369.9 °C

pour la résine époxy R100 (100% rigide) à 396.7 °C pour la résine époxy S100 (100 % flexible). De plus, le taux de perte de masse maximal de la résine époxy R100 est supérieur à celui de la résine époxy S100 (figure III.10). Cela confirme le fait que la résine époxy flexible S100 est thermiquement plus stable que la résine époxy rigide R100. Nous remarquons aussi que la masse résiduelle diminue avec l'augmentation de la teneur en résine époxy flexible (Resoltech 1600).

L'incorporation des fibres de palmier dattier abaisse légèrement la température de dégradation maximale pour toutes les résines époxy (tableau III.4). Cette diminution varie de 1.2 % à 2.3 %. Ce phénomène a également été observé par Dehghani et al. [101] pour les composites à matrice PET et par Mousa et al. [37] pour les composites à matrice PLA. Nous remarquons également une augmentation notable de la masse résiduelle pour tous les composites étudiés. Cette augmentation varie de 40.2 % à 83.7 %. Ces résultats concordent bien avec ceux obtenus par M. H. Gheith et al. [141].

III.5 ANALYSE MÉCANIQUE DYNAMIQUE (DMA)

Les figures III.12 et III.13 montrent l'évolution du module de conservation E' en fonction de la température pour les résines époxy et les composites respectivement. Dans tous les cas étudiés, nous observons trois zones principales : à basse température, le module de conservation E' est maximal (zone vitreuse). Avec l'augmentation de la température, ce module diminue progressivement (zone de transition) pour atteindre de très faibles valeurs à haute température (zone caoutchouteuse). Ce comportement est causé par l'augmentation de la mobilité des chaînes moléculaires à mesure que la température augmente [141]. La résine époxy rigide R100 présente la chute de module la plus rapide. Nous remarquons que la zone de transition s'étale avec l'augmentation du pourcentage de la résine flexible (Resoltech 1600) dans le mélange des résines. L'ajout de fibres de palmier dattier rend cette zone moins étalée. Nous remarquons également que le module de conservation E' diminue avec l'augmentation de la teneur en résine flexible (Resoltech 1600) sur toute la plage de température étudiée. L'incorporation de fibres de palmier dattier augmente le module de conservation des composites par rapport aux résines. Ceci confirme les observations faites dans des travaux de recherche antérieurs avec des matrices à la fois thermoplastiques [171], [248] et thermodurcissables [141], [185], [249]. Ce phénomène s'explique par l'augmentation du nombre de liaisons hydrogène entre la fibre et la matrice ce qui entraîne une réduction du mouvement segmental dans le matériau composite permettant ainsi une amélioration du module de conservation [250].

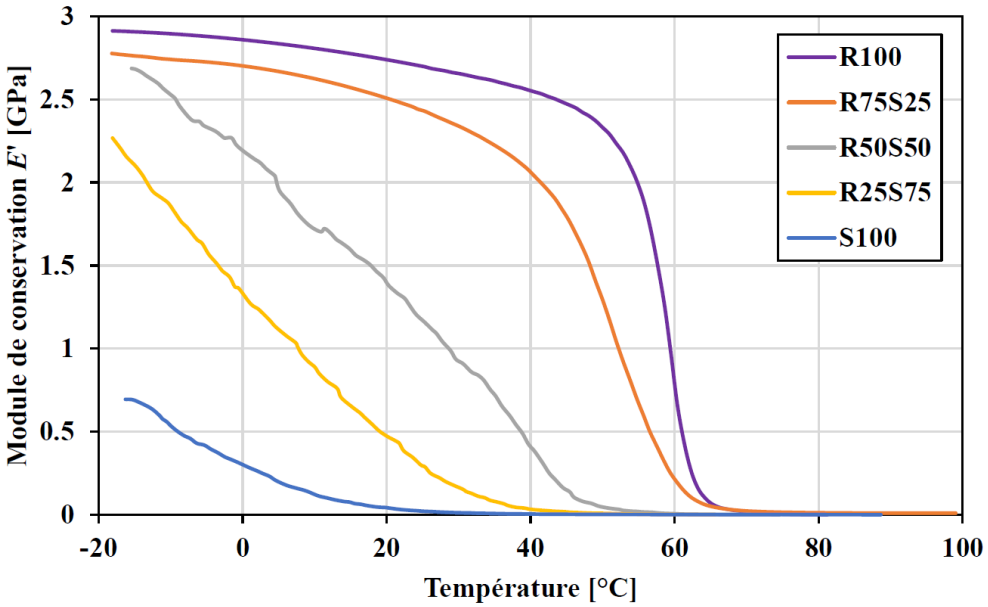


Figure III.12 : Variation du module de conservation *E'* des résines époxy en fonction de la température.

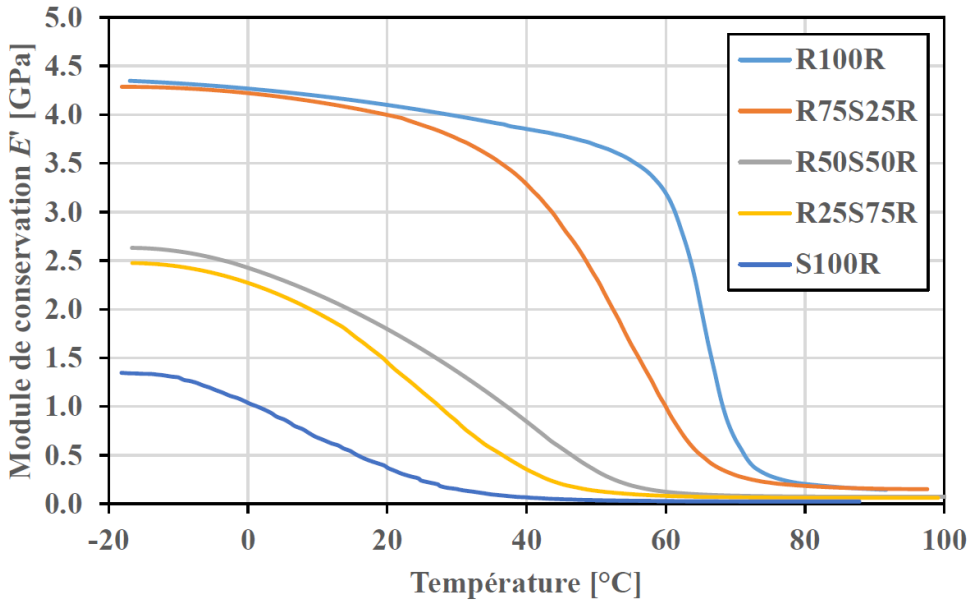


Figure III.13 : Variation du module de conservation *E'* des composites en fonction de la température.

Le facteur de perte Tan(δ) est le rapport entre le module de perte E'' et le module de conservation E' (équation 1.21). Les figures III.14 et III.15 montrent la variation de Tan(δ) en fonction de la température, pour les résines époxy et les composites respectivement. Tan(δ) est lié au facteur d'amortissement du matériau qui fournit des indications sur la compatibilité et l'adhérence entre les interfaces des deux phases (matrice et renfort) [251]. Tan(δ) augmente dans la région de transition et atteint un maximum à la température de transition vitreuse (T_g). La figure III.16 présente les températures de transition vitreuse des matériaux étudiés. Pour des températures supérieures à T_g, le facteur de perte Tan(δ) diminue dans tous les cas étudiés. Nous remarquons également que Tan(δ) diminue avec l'augmentation de la teneur en résine époxy

flexible (Resoltech 1600). De même, Tan(δ) diminue avec l'incorporation des fibres de palmier dattier pour tous les composites étudiés. Ceci est en accord avec les résultats de Cordeiro et al. [252] pour les composites époxy-fibres de palmier pêche (Bactris gasipaes). D'autre part, la température de transition vitreuse T_g augmente légèrement avec l'incorporation des fibres de palmier dattier pour tous les cas étudiés (figure III.16) ; l'augmentation maximale (11,6 %) est observée pour le composite S100R. Notons qu'une réduction de la valeur maximale de Tan(δ) indique une meilleure interaction interfaciale fibres-époxy [246]. De même, l'augmentation de T_g serait attribuée à l'effet de renforcement, entraînant une plus grande rigidité des chaînes de polymères [246]. Selon Alothman et al. [34], une faible valeur de Tan(δ) combinée à une valeur élevée de T_g constitue une preuve de l'efficacité du renfort.

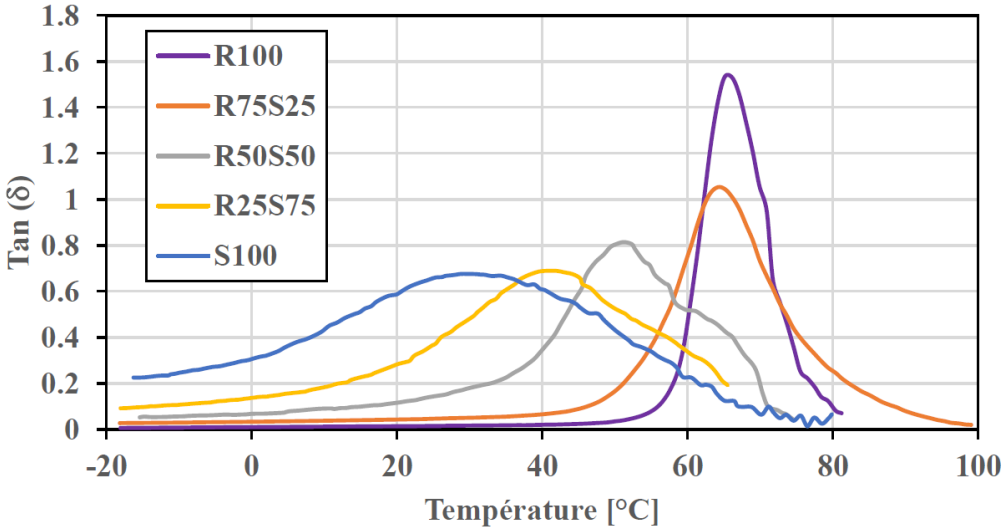


Figure III.14 : Variation du facteur de perte Tan(δ) des résines époxy en fonction de la température.

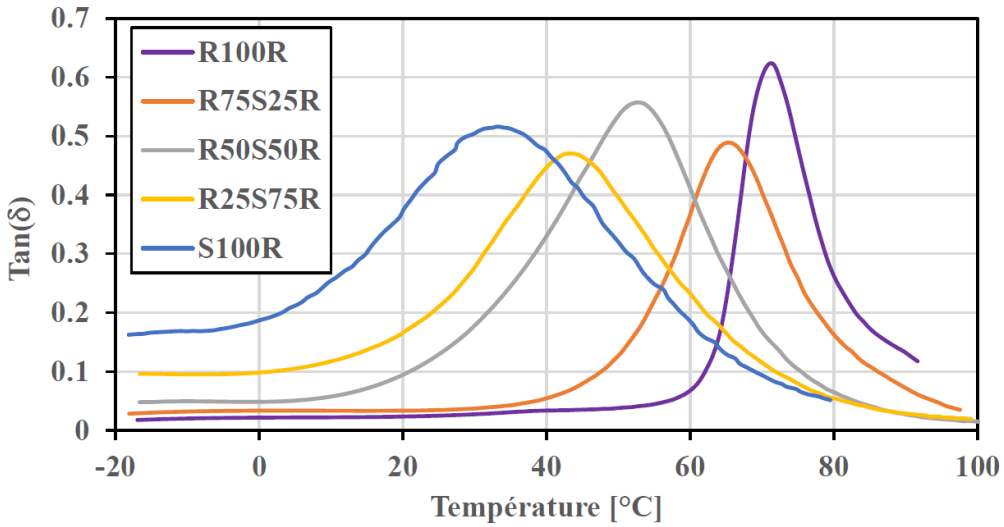


Figure III.15 : Variation du facteur de perte Tan(δ) des composites en fonction de la température.

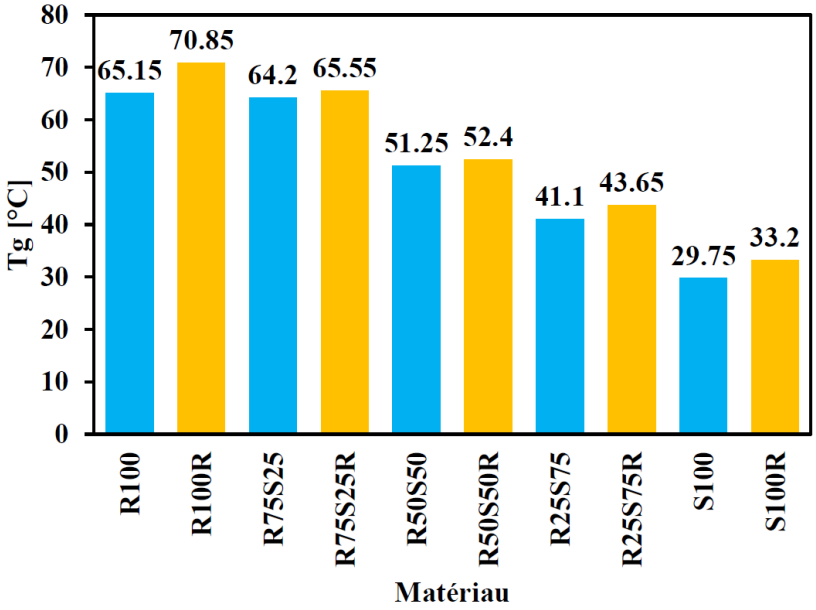


Figure III.16 : Température de transition vitreuse T_g des résines époxy et des composites correspondants.

III.6 FLUAGE-RECOUVRANCE

Les courbes de fluage de la résine époxy R50S50 et du composite R50S50R sont présentées sur les figures III.17 et III.18 respectivement. Les courbes de recouvrance correspondantes sont représentées sur les figures III.19 et III.20. Les symboles (marques) représentent les valeurs expérimentales.

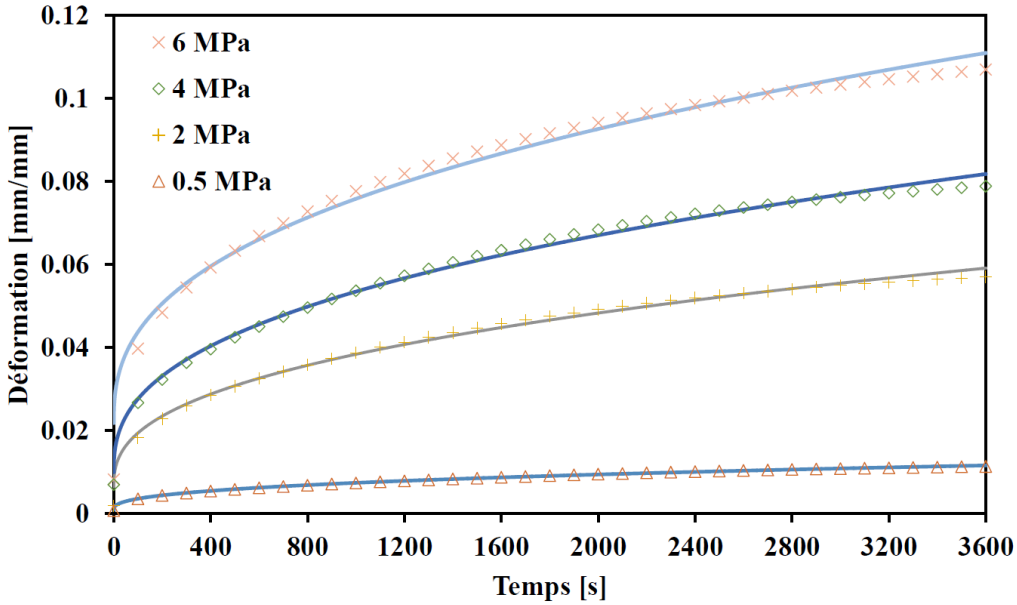


Figure III.17 : Courbes de fluage de la résine époxy R50S50.

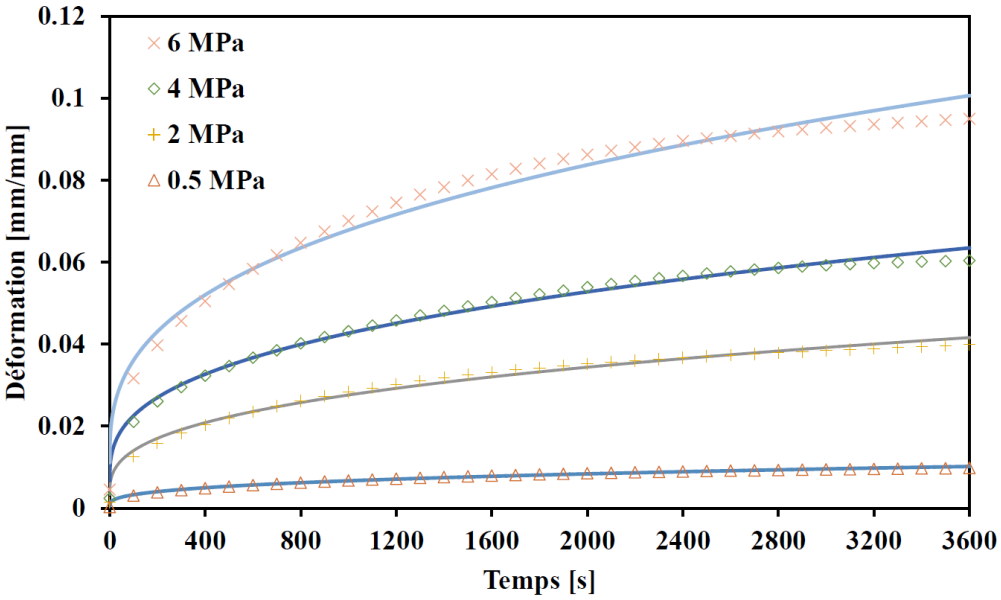


Figure III.18 : Courbes de fluage du composite R50S50R.

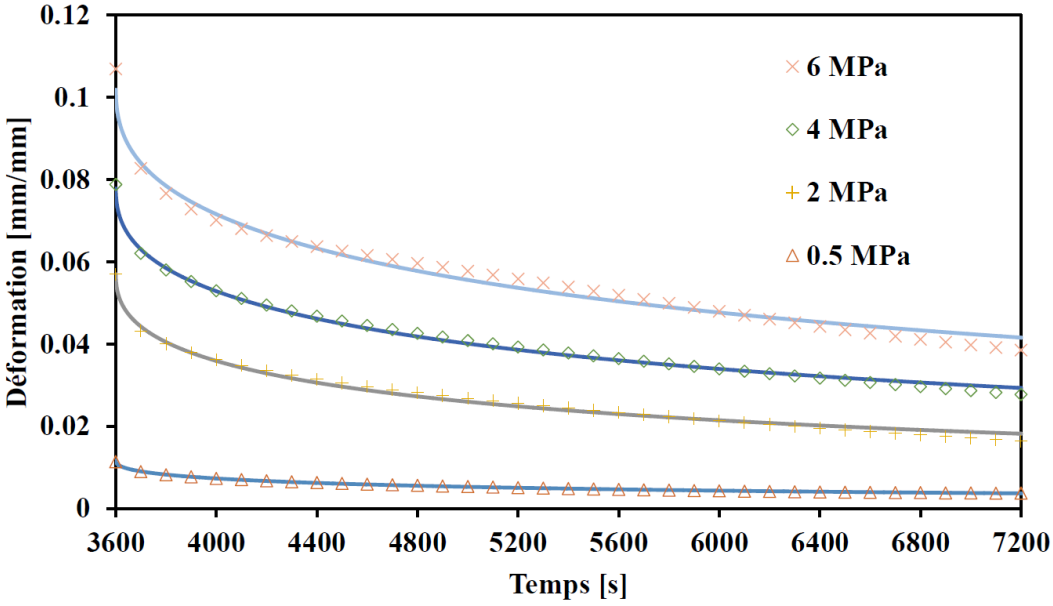


Figure III.19 : Courbes de recouvrance de la résine époxy R50S50.

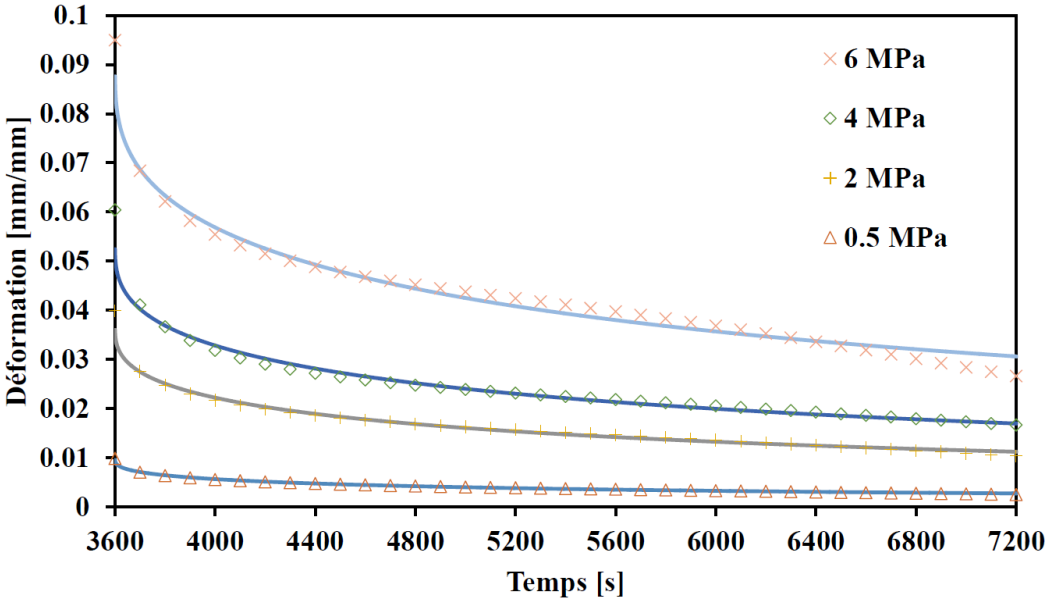


Figure III.20 : Courbes de recouvrance du composite R50S50R.

III.6.1 Détermination du domaine de viscoélasticité non linéaire

Afin de déterminer le domaine de viscoélasticité non linéaire, nous avons tracé les courbes isochrones (figures III.21 et III.22) à partir des résultats de fluage de l'époxy R50S50 et du composite R50S50R pour six instants différents : 500 s, 1000 s, 1500 s, 2000 s, 2500 s et 3000 s. Le comportement est considéré comme viscoélastique linéaire si les courbes isochrones sont linéaires et viscoélastiques non linéaires dans le cas contraire.

En observant les figures III.21 et III.22, nous estimons que le comportement de ces matériaux peut être considéré comme viscoélastique linéaire pour la contrainte de 0.5 MPa et viscoélastique non linéaire pour les trois autres contraintes : 2 MPa, 4MPa et 6 MPa.

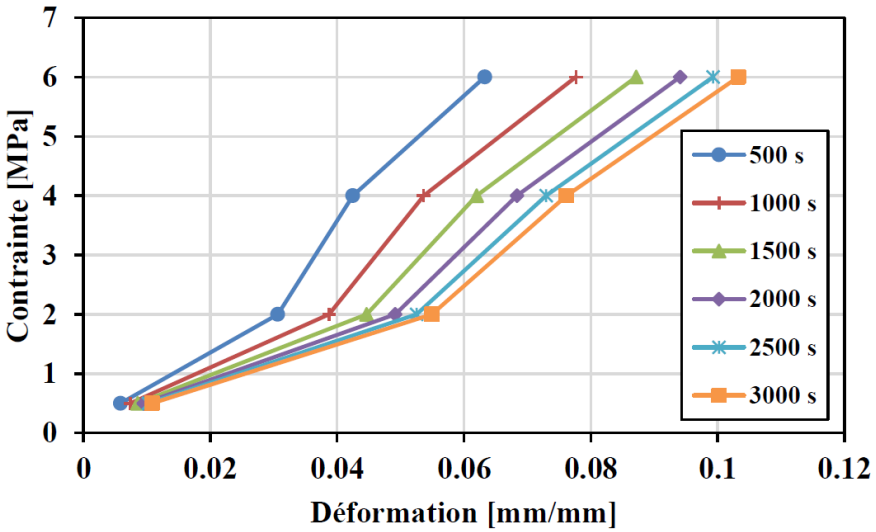


Figure III.21 : Courbes isochrones pour la résine époxy R50S50.

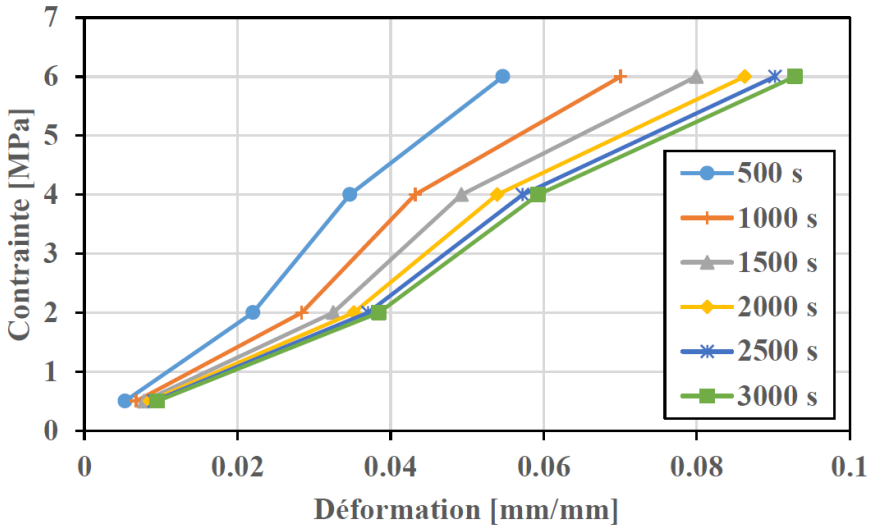


Figure III.22 : Courbes isochrones pour le composite R50S50R.

III.6.2 Détermination des paramètres viscoélastiques

Nous avons calculé les sept paramètres caractérisant le comportement viscoélastique de la résine époxy R50S50 et du composite R50S50R en suivant la démarche expliquée dans les paragraphes précédents.

Pour l'ajustement numérique des paramètres viscoélastiques linéaires, nous avons utilisé le complément Solveur du tableur Microsoft Excel (figure III.23) :

1- On commence par séparer les résultats expérimentaux du fluage et de la recouvrance sur des colonnes différentes (B et C pour le fluage, G et H pour la recouvrance).

2- Pour la recouvrance, on calcule les valeurs du temps adimensionnel λ (colonne I) :

$$\lambda = \frac{t - t_a}{t_a}$$, (t_a = 3600 s).

3- On introduit des valeurs initiales pour les deux paramètres $\Delta\varepsilon_c$ et n (cellules H1 et H2).

4- On calcule les déformations estimées de la recouvrance (colonne J) en utilisant l'équation (2.14) : $\varepsilon_r(t) = \Delta\varepsilon_c\left[(1+\lambda)^n - (\lambda)^n\right]$

5- Pour chaque valeur de la déformation en recouvrance, on calcule le carré de l'erreur entre la valeur expérimentale et la valeur estimée (colonne K = (J-H)^2).

6- On calcule la somme des carrées des erreurs en recouvrance (cellule H3).

7- On lance le Solveur pour calculer les valeurs de $\Delta\varepsilon_c$ et n (cellules H1 et H2) qui minimisent la somme des carrées des erreurs en recouvrance (cellule H3). Pour cela on procède comme suit (figure III.24) :

- Objectif à définir : On choisit la cellule H3 (somme des carrées des erreurs).
- Optimisation : On choisit "min".
- Cellules variables : On choisit les cellules H1 et H2 ($\Delta\varepsilon_c$ et n).
- Algorithme de résolution : On choisit "GRG non linéaire".

8- On introduit des valeurs initiales pour les deux paramètres $\varepsilon_{0lin}=D_0\times\sigma_0$ (cellule C1) et $C'_{lin}=C\times\sigma_0$ (cellule C2).

9- Le paramètre n étant déjà déterminé, on calcule alors les déformations estimées du fluage (colonne D) en utilisant l'équation (2.13) : $\varepsilon_c(t) = D_0\sigma_0 + C(t)^n\sigma_0$

10- Pour chaque valeur de la déformation en fluage, on calcule le carré de l'erreur entre la valeur expérimentale et la valeur estimée (colonne E = (D-C)^2).

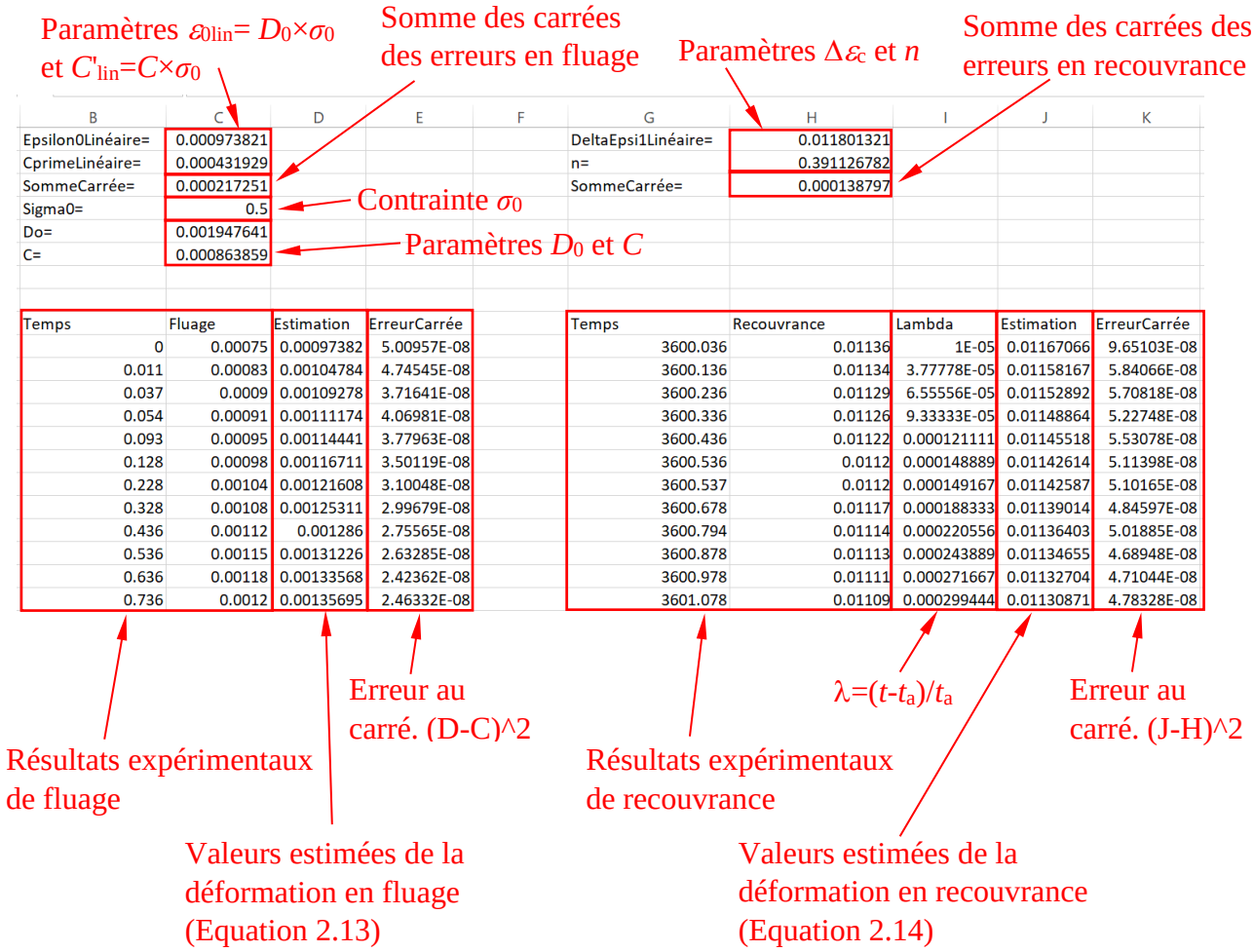
11- On calcule la somme des carrées des erreurs en fluage (cellule C3).

12- On lance le Solveur pour calculer les valeurs de $\varepsilon_{0lin}=D_0\times\sigma_0$ (cellule C1) et $C'_{lin}=C\times\sigma_0$ (cellule C2) qui minimisent la somme des carrées des erreurs en fluage (cellule C3). Pour cela on procède comme suit (Fig. III.24) :

- Objectif à définir : On choisit la cellule C3 (somme des carrées des erreurs).
- Optimisation : On choisit "min".
- Cellules variables : On choisit les cellules C1 et C2 (ε_{0lin} et C'_{lin}).
- Algorithme de résolution : On choisit "GRG non linéaire".

13- On introduit la valeur de la contrainte σ_0 (cellule C4).

14- On finit par calculer les valeurs de D_0 (cellule C5) et C (cellule C6) : $D_0=\varepsilon_{0lin}/\sigma_0$ et $C = C'_{lin}/\sigma_0$.



	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
	Epsilon0Linéaire=	0.000973821				DeltaEpsi1Linéaire=	0.011801321			
	CprimeLinéaire=	0.000431929				n=	0.391126782			
	SommeCarrée=	0.000217251				SommeCarrée=	0.000138797			
	Sigma0=	0.5								
	Do=	0.001947641								
	C=	0.000863859								

Temps	Fluage	Estimation	ErreurCarrée
0	0.00075	0.00097382	5.00957E-08
0.011	0.00083	0.00104784	4.74545E-08
0.037	0.0009	0.00109278	3.71641E-08
0.054	0.00091	0.00111174	4.06981E-08
0.093	0.00095	0.00114441	3.77963E-08
0.128	0.00098	0.00116711	3.50119E-08
0.228	0.00104	0.00121608	3.10048E-08
0.328	0.00108	0.00125311	2.99679E-08
0.436	0.00112	0.001286	2.75565E-08
0.536	0.00115	0.00131226	2.63285E-08
0.636	0.00118	0.00133568	2.42362E-08
0.736	0.0012	0.00135695	2.46332E-08

Temps	Recouvrance	Lambda	Estimation	ErreurCarrée
3600.036	0.01136	1E-05	0.01167066	9.65103E-08
3600.136	0.01134	3.77778E-05	0.01158167	5.84066E-08
3600.236	0.01129	6.55556E-05	0.01152892	5.70818E-08
3600.336	0.01126	9.33333E-05	0.01148864	5.22748E-08
3600.436	0.01122	0.000121111	0.01145518	5.53078E-08
3600.536	0.0112	0.000148889	0.01142614	5.11398E-08
3600.537	0.0112	0.000149167	0.01142587	5.10165E-08
3600.678	0.01117	0.000188333	0.01139014	4.84597E-08
3600.794	0.01114	0.000220556	0.01136403	5.01885E-08
3600.878	0.01113	0.000243889	0.01134655	4.68948E-08
3600.978	0.01111	0.000271667	0.01132704	4.71044E-08
3601.078	0.01109	0.000299444	0.01130871	4.78328E-08

Figure III.23 : Régression sur Excel (domaine linéaire).

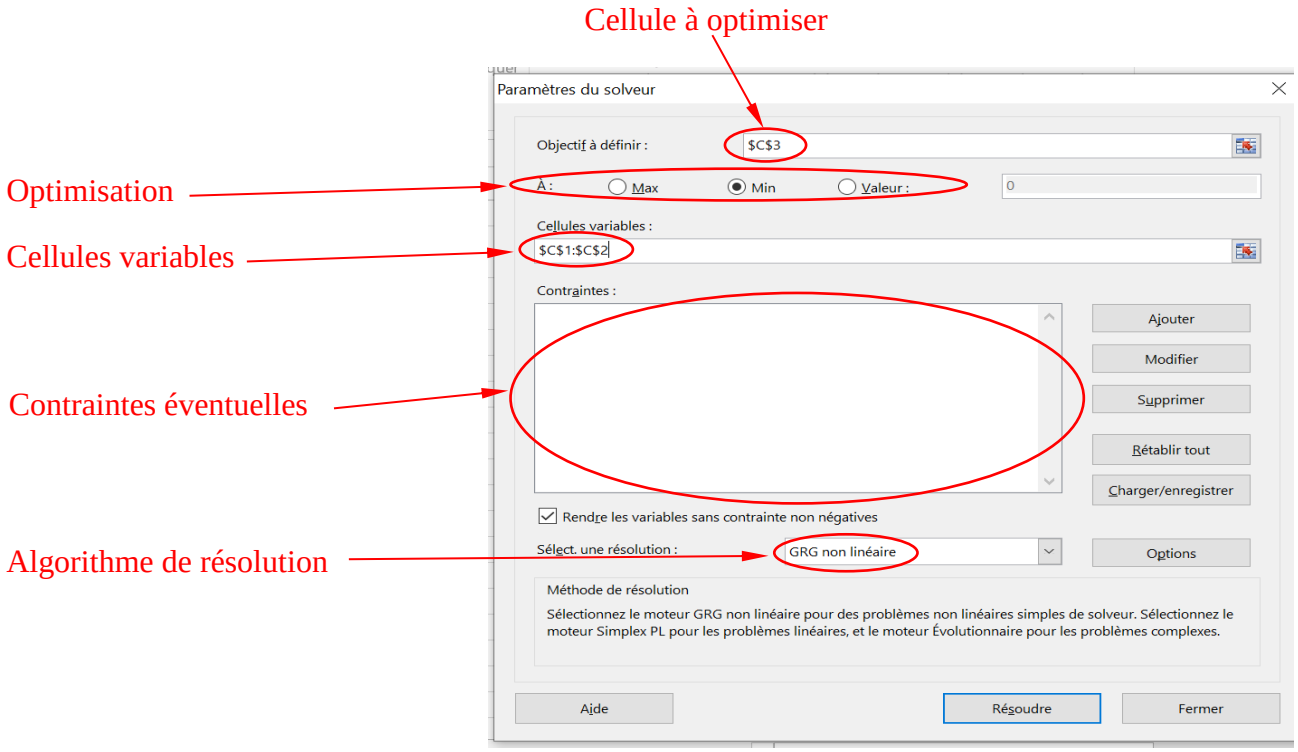


Figure III.24 : Paramétrage du Solveur sur Excel.

L'ajustement numérique des paramètres viscoélastiques non linéaires est réalisé de la même manière (figure III.25) :

1- On commence par séparer les résultats expérimentaux du fluage et de la recouvrance sur des colonnes différentes (A et B pour le fluage, G et H pour la recouvrance).

2- Pour la recouvrance, on calcule les valeurs du temps adimensionnel λ (colonne I) :

$$\lambda = \frac{t - t_a}{t_a}$$, (t_a = 3600 s).

3- On introduit des valeurs initiales pour les deux paramètres $\Delta\varepsilon_c G_1$ et a_σ (cellules H1 et H2). $\Delta\varepsilon_c G_1 = \frac{\Delta\varepsilon_c}{g_1}$

4- On calcule les déformations estimées de la recouvrance (colonne J) en utilisant l'équation (2.10) : $\varepsilon_r(t) = \frac{\Delta\varepsilon_c}{g_1}\left[\left(1+a_\sigma\lambda\right)^n - \left(a_\sigma\lambda\right)^n\right] = \Delta\varepsilon_c G_1\left[\left(1+a_\sigma\lambda\right)^n - \left(a_\sigma\lambda\right)^n\right]$

5- Pour chaque valeur de la déformation en recouvrance, on calcule le carré de l'erreur entre la valeur expérimentale et la valeur estimée (colonne K = (J-H)^2).

6- On calcule la somme des carrées des erreurs en recouvrance (cellule H4).

7- On lance le Solveur pour calculer les valeurs de $\Delta\varepsilon_c G_1$ et a_σ (cellules H1 et H2) qui minimisent la somme des carrées des erreurs en recouvrance (cellule H4). Pour cela on procède comme suit (Fig. III.24) :

- Objectif à définir : On choisit la cellule H4 (somme des carrées des erreurs).
- Optimisation : On choisit "min".
- Cellules variables : On choisit les cellules H1 et H2 ($\Delta\varepsilon_c G_1$ et a_σ).
- Algorithme de résolution : On choisit "GRG non linéaire".

8- On introduit les valeurs des paramètres déjà calculés dans le domaine linéaire : D_0 (cellule E1), C (cellule E2) et n (cellule E3)

9- On introduit des valeurs initiales pour les deux paramètres ε_0 (cellule B1) et C' (cellule B2) : $\varepsilon_0 = g_0 D_0 \sigma_0$ et $C' = \dfrac{g_1 g_2 C \sigma_0}{(a_\sigma)^n}$

10- On calcule alors les déformations estimées du fluage (colonne C) en utilisant l'équation (2.15) : $\varepsilon_c(t) = \varepsilon_0 + C' t^n = g_0 D_0 \sigma_0 + g_1 g_2 C \left(\dfrac{t}{a_\sigma}\right)^n \sigma_0$

11- Pour chaque valeur de la déformation en fluage, on calcule le carré de l'erreur entre la valeur expérimentale et la valeur estimée (colonne D = (C-B)^2).

12- On calcule la somme des carrées des erreurs en fluage (cellule B3).

13- On lance le Solveur pour calculer les valeurs de ε_0 (cellule B1) et C' (cellule B2) qui minimisent la somme des carrées des erreurs en fluage (cellule B3). Pour cela on procède comme suit (Fig. III.24) :

- Objectif à définir : On choisit la cellule B3 (somme des carrées des erreurs).
- Optimisation : On choisit "min".
- Cellules variables : On choisit les cellules B1 et B2 (ε_0 et C').
- Algorithme de résolution : On choisit "GRG non linéaire".

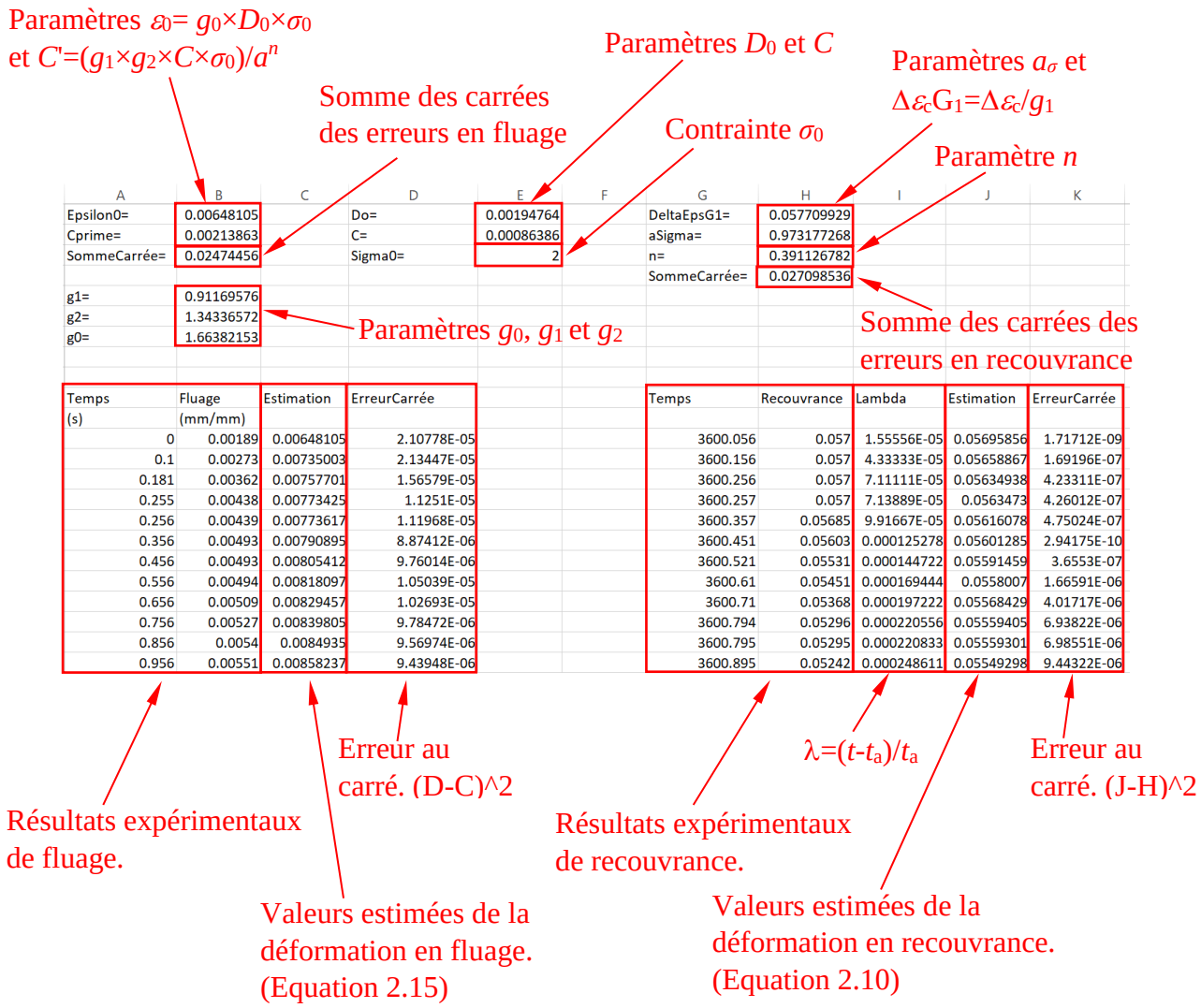
14- On introduit la valeur de la contrainte σ_0 (cellule E3).

15- On finit par calculer les valeurs de g_1 (cellule B5), g_2 (cellule B6) et g_0 (cellule B7) :

$$g_0 = \frac{\varepsilon_0}{D_0 \sigma_0}$$

$$g_1 = \frac{\Delta\varepsilon_c}{\Delta\varepsilon_c G_1} = \frac{C'(t_a)^n}{\Delta\varepsilon_c G_1}$$

$$g_2 = \frac{C'(a_\sigma)^n}{g_1 C \sigma_0}$$



	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
1	Epsilon0=	0.00648105		Do=	0.00194764		DeltaEpsG1=	0.057709929			
2	Cprime=	0.00213863		C=	0.00086386		aSigma=	0.973177268			
3	SommeCarrée=	0.02474456		Sigma0=	2		n=	0.391126782			
4							SommeCarrée=	0.027098536			
5	g1=	0.91169576									
6	g2=	1.34336572									
7	g0=	1.66382153									

Temps (s)	Fluage (mm/mm)	Estimation	ErreurCarrée
0	0.00189	0.00648105	2.10778E-05
0.1	0.00273	0.00735003	2.13447E-05
0.181	0.00362	0.00757701	1.56579E-05
0.255	0.00438	0.00773425	1.1251E-05
0.256	0.00439	0.00773617	1.11968E-05
0.356	0.00493	0.00790895	8.87412E-06
0.456	0.00493	0.00805412	9.76014E-06
0.556	0.00494	0.00818097	1.05039E-05
0.656	0.00509	0.00829457	1.02693E-05
0.756	0.00527	0.00839805	9.78472E-06
0.856	0.0054	0.0084935	9.56974E-06
0.956	0.00551	0.00858237	9.43948E-06

Temps	Recouvrance	Lambda	Estimation	ErreurCarrée
3600.056	0.057	1.55556E-05	0.05695856	1.71712E-09
3600.156	0.057	4.33333E-05	0.05658867	1.69196E-07
3600.256	0.057	7.11111E-05	0.05634938	4.23311E-07
3600.257	0.057	7.13889E-05	0.0563473	4.26012E-07
3600.357	0.05685	9.91667E-05	0.05616078	4.75024E-07
3600.451	0.05603	0.000125278	0.05601285	2.94175E-10
3600.521	0.05531	0.000144722	0.05591459	3.6553E-07
3600.61	0.05451	0.000169444	0.0558007	1.66591E-06
3600.71	0.05368	0.000197222	0.05568429	4.01717E-06
3600.794	0.05296	0.000220556	0.05559405	6.93822E-06
3600.795	0.05295	0.000220833	0.05559301	6.98551E-06
3600.895	0.05242	0.000248611	0.05549298	9.44322E-06

Figure III.25 : Régression sur Excel (domaine non linéaire)

Les tableaux III.5 et III.6 présentent respectivement les résultats du calcul des paramètres viscoélastiques linéaires D_0, C, et n et des paramètres viscoélastiques non linéaires g_0, g_1, g_2 et a_σ.

Tableau III.5 : Paramètres viscoélastiques linéaires.

	Epoxy R50S50	**Composite R50S50R**
n	0.39113	0.35622
***D*₀**	1.94764E-03	1.25154E-03
C	8.63859E-04	1.03450E-03

Tableau III.6 : Paramètres viscoélastiques non linéaires.

Matériaux	Contrainte σ_0 [MPa]	Paramètres non linéaires			
		a_σ	g_0	g_1	g_2
R50S50	2	0.97318	1.66382	0.91170	1.34337
	4	0.64952	1.27680	0.91021	0.78391
	6	0.52237	1.86920	0.86314	0.62758
R50S50R	2	0.83074	1.36019	1.03991	0.89923
	4	0.74957	1.34717	1.06584	0.62805
	6	0.62490	1.48367	1.00360	0.65730

Les lignes continues sur les figures III.17, III.18, III.19 et III.20 représentent le comportement prédit par le modèle de Schaprey. Nous voyons que, pour la plage de contraintes étudiée, il y a une bonne corrélation aussi bien pour la phase de fluage que pour la phase de recouvrance.

L'incorporation des fibres de palmier dattier à la résine époxy a légèrement diminué les paramètres n et D_0, tout en augmentant légèrement le paramètre C.

Avec l'augmentation de la contrainte, le paramètre a_σ diminue à la fois pour la résine époxy R50S50 et pour le composite R50S50R. Papanicolaou et al. [205] ont observé la même tendance pour le composite carbone/époxy à 90°. D'un autre côté, nous remarquons que le paramètre g_1 varie très peu pour les trois niveaux de contrainte étudiés aussi bien pour la résine époxy R50S50 que pour le composite R50S50R.

Le tableau III.7 contient quelques exemples de valeurs des paramètres non linéaires du modèle de Schapery déterminées par d'autres chercheurs.

Tableau III.7 : Exemples de paramètres non linéaires pour différents matériaux.

Matériaux	Contrainte équivalente [MPa]	Paramètres non linéaires				Références
		a_σ	g_0	g_1	g_2	
PEM Nafion® NRE 211 (DuPont) (à 40°C)	1	1.12	1.12	1.15	1.17	[253]
	2	1.43	1.18	1.21	1.20	
	3	1.83	1.21	1.21	1.27	
	5	2.21	1.25	1.31	1.41	
	10	2.90	1.30	1.41	1.73	
PMMA	25	1.00	0.98	1.06	1.20	[254], [255]
	30	1.04	0.97	1.20	1.59	
	35	1.07	0.90	1.32	1.89	
	40	1.49	0.85	1.19	2.65	
Epoxy (5208)	40	0.94	1.00	1.00	1.06	[256]
	50	0.90	1.06	1.00	1.20	
	60	0.86	1.09	1.00	1.44	
	70	0.83	1.15	1.00	1.76	
Polyester	35	0.99	1.30	1.00	1.20	[257]
	55	0.97	1.85	1.00	1.42	
	83	0.94	2.95	0.99	1.80	
	104	0.93	3.88	0.99	2.15	

Une pratique courante consiste à faire des interpolations sur les différentes valeurs des paramètres non linéaires calculées et proposer ainsi des lois de variation de ces paramètres qui peuvent être extrapolées à d'autres programmes de sollicitations. C'est le cas par exemple du travail de W. Albouy [191] sur les composites à matrice PPS (polysulfure de phénylène) renforcée par un tissu de fibres de carbone où il propose les interpolations polynomiales suivantes pour le calcul des paramètres viscoélastiques non linéaires relatifs au modèle de Schapery :

$$g_0 = \begin{cases} 1 & \text{Pour } \sigma < 40 \text{ MPa} \\ -9.4\times10^{-4}\left(\sigma-40\right)^2 + 6.9\times10^{-2}\left(\sigma-40\right)+1 & \text{Pour } \sigma > 40 \text{ MPa} \end{cases}$$

$$g_1 = \begin{cases} 1 & \text{Pour } \sigma < 40 \text{ MPa} \\ 2.8\times10^{-4}\left(\sigma-40\right)^2 + 2.1\times10^{-3}\left(\sigma-40\right)+1 & \text{Pour } \sigma > 40 \text{ MPa} \end{cases}$$

$$g_2 = \begin{cases} 1 & \text{Pour } \sigma < 40 \text{ MPa} \\ -1.3\times10^{-3}\left(\sigma-40\right)^2 + 3.6\times10^{-2}\left(\sigma-40\right)+1 & \text{Pour } \sigma > 40 \text{ MPa} \end{cases}$$

$$a_\sigma = \begin{cases} 1 & \text{Pour } \sigma < 40 \text{ MPa} \\ 1.1\times10^{-3}\left(\sigma-40\right)^2 - 6.7\times10^{-2}\left(\sigma-40\right)+1 & \text{Pour } \sigma > 40 \text{ MPa} \end{cases}$$

CONCLUSION GÉNÉRALE

Partant de deux résines époxy respectueuses de l'environnement, l'une rigide et l'autre flexible, nous avons élaboré cinq mélanges de résines dans différentes proportions. Après avoir subies un traitement de mercerisation, des fibres courtes issues du régime (grappe) du palmier dattier sont ajoutées aux résines précédentes pour obtenir cinq composites contenants 30% en masse de fibres. Différents essais de caractérisation sont alors effectués dont les principaux résultats sont :

Essais de traction :

- Le module d'élasticité et la contrainte à la rupture diminuent avec l'augmentation du pourcentage de la résine flexible.
- L'allongement à la rupture augmente avec l'augmentation du pourcentage de la résine flexible.
- Le comportement des mélanges de résines passe donc du linéaire fragile au non linéaire ductile.
- Dans le cas général, l'incorporation des fibres de palmier dattier améliore la rigidité des composites obtenues tout en diminuant la contrainte et l'allongement à la rupture.

Essais d'absorption d'eau :

- L'absorption d'eau augmente avec l'augmentation du pourcentage de la résine époxy flexible.
- L'incorporation des fibres de palmier dattier (DPF) multiplie l'absorption d'eau par un facteur d'environ 6.

Analyse thermogravimétrique (TGA) :

- La dégradation thermique des résines époxy, des fibres brutes et des composites se fait en trois phases tandis que celle des fibres traitées se fait en une seule phase.
- La température maximale de dégradation T_{max} augmente avec l'augmentation de la proportion de résine époxy flexible.
- L'incorporation des fibres de palmier dattier provoque une légère diminution de T_{max}.

Analyse mécanique dynamique (DMA) :

- L'augmentation du pourcentage de la résine époxy flexible diminue le module de conservation E' tout en élargissant la zone de transition.
- L'incorporation des fibres augmente E' sur la totalité de l'intervalle de température étudié.
- L'augmentation du pourcentage de la résine flexible abaisse la température de transition vitreuse T_g de 65,15°C (100 % rigide) à 29,75°C (100 % flexible).
- L'incorporation des fibres améliore la T_g.

Essais de fluage :

- à température ambiante, la résine époxy R50S50 (50% rigide + 50% flexible) et le composite R50S50R (R50S50 + 30% de fibres) présentent un comportement viscoélastique linéaire pour une contrainte de 0.5 MPa et un comportement non linéaire pour des contraintes plus élevées.
- Le modèle de Schapery a été utilisé avec succès pour modéliser le comportement viscoélastique non linéaire de l'époxy R50S50 et du composite R50S50R.

Nous avons réalisé des essais de résilience sur des éprouvettes en époxy et en composite à fibres courtes de palmier dattier mais les résultats obtenus étaient en deçà des espérances à cause de la défaillance du mouton de Charpy utilisé pour l'essai de choc. Il est donc vivement recommandé de compléter la caractérisation par des essais de choc.

Comme suite à ce travail, nous suggérons d'expérimenter d'autres techniques de prétraitements des fibres de palmier dattier (rouissage, explosion à la vapeur, traitement enzymatique, traitement plasma, …). Il serait aussi intéressant d'étudier l'élaboration et la caractérisation d'un composite à matrice biosourcée renforcé par des fibres de palmier dattier. L'effet de l'absorption d'eau sur les caractéristiques des composites à fibres de palmier dattier est un autre aspect à explorer. L'effet du vieillissement naturel ou accéléré constitue aussi un axe de recherche intéressant. Il existe beaucoup d'autres modèles viscoélastiques non linéaires (modèles rhéologiques non linaires, modèles à dérivée fractionnaires, …) qu'il serait intéressant de comparer avec le modèle de Schapery. Enfin, l'utilisation de la micro mécanique permettra de confronter les résultats expérimentaux aux résultats numériques. Pour cela, il faut choisir un VER (volume élémentaire représentatif) composé de la résine époxy renforcée par des fibres courtes de palmier dattier disposées aléatoirement. On pourra alors expérimenter numériquement différents types de comportements (par exemple, une matrice viscoélastique non linéaire avec des fibres parfaitement élastique). Ce modèle permettra aussi l'étude de l'interphase.

BIBLIOGRAPHIE

[1] W. D. Callister Jr and D. G. Rethwisch, *Materials science and engineering: an introduction*. John wiley & sons, 2020.

[2] M. F. Ashby, *Materials and the Environment: Eco-informed Material Choice*. Amsterdam: Butterworth-Heinemann, 2021.

[3] UNITED NATION, "Take Action for the Sustainable Development Goals," United Nations Sustainable Development. [Online]. Available: https://www.un.org/sustainabledevelopment/sustainable-development-goals/

[4] A. Polyportis, R. Mugge, and L. Magnier, "Consumer acceptance of products made from recycled materials: A scoping review," *Resour. Conserv. Recycl.*, vol. 186, p. 106533, 2022.

[5] V. Naik and M. Kumar, "A review on natural fiber composite material in automotive applications," *Eng. Sci.*, vol. 18, no. 18, pp. 1–10, 2021.

[6] V. Khatkar, B. K. Behera, and R. N. Manjunath, "Textile structural composites for automotive leaf spring application," *Compos. Part B Eng.*, vol. 182, p. 107662, 2020.

[7] D. Bhadra and N. R. Dhar, "Selection of the natural fiber for sustainable applications in aerospace cabin interior using fuzzy MCDM model," *Materialia*, vol. 21, p. 101270, 2022.

[8] "Natural Fiber Composites Market Size | Industry Report, 2030." Accessed: Sep. 09, 2025. [Online]. Available: https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/natural-fiber-composites-market

[9] "Natural Fiber Composites Market, Size to Reach USD 35.7 Bn by 2034 | DMR," Dimension Market Research. Accessed: Sep. 09, 2025. [Online]. Available: https://dimensionmarketresearch.com/report/natural-fiber-composites-market/

[10] N.-H. Kim, *Introduction to Nonlinear Finite Element Analysis*. New York, NY: Springer US, 2015. doi: 10.1007/978-1-4419-1746-1.

[11] A. H. Nayfeh and P. P. Frank, *Linear and Nonlinear Structural Mechanics*. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2004.

[12] L. Dai and R. N. Jazar, Eds., *Nonlinear Approaches in Engineering Applications*. New York, NY: Springer, 2012. doi: 10.1007/978-1-4614-1469-8.

[13] G. A. Drosopoulos and G. E. Stavroulakis, *Nonlinear mechanics for composite heterogeneous structures*. CRC Press, 2022.

[14] J. N. Reddy, *An Introduction to Nonlinear Finite Element Analysis: with applications to heat transfer, fluid mechanics, and solid mechanics*. Oxford university press, 2015.

[15] H. F. Brinson and L. C. Brinson, *Polymer Engineering Science and Viscoelasticity: An Introduction*. Boston, MA: Springer US, 2015. doi: 10.1007/978-1-4899-7485-3.

[16] H. Fallahi, F. Taheri-Behrooz, and A. Asadi, "Nonlinear Mechanical Response of Polymer Matrix Composites: A Review," *Polym. Rev.*, vol. 60, no. 1, pp. 42–85, Jan. 2020, doi: 10.1080/15583724.2019.1656236.

[17] R. M. Haj-Ali and A. H. Muliana, "A multi-scale constitutive formulation for the nonlinear viscoelastic analysis of laminated composite materials and structures," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 41, no. 13, pp. 3461–3490, 2004.

[18] Y. Zhang, X. Liu, B. Yin, and W. Luo, "A nonlinear fractional viscoelastic-plastic creep model of asphalt mixture," *Polymers*, vol. 13, no. 8, p. 1278, 2021.

[19] S. U. A. Hamim, "Parameter estimation of a nonlinear Burger's model using nanoindentation and finite element-based inverse analysis," PhD Thesis, Oklahoma State University, 2016.

[20] P. P. Provenzano, R. S. Lakes, D. T. Corr, and R. Vanderby, "Application of nonlinear viscoelastic models to describe ligament behavior," *Biomech. Model. Mechanobiol.*, vol. 1, no. 1, pp. 45–57, Jun. 2002, doi: 10.1007/s10237-002-0004-1.

[21] H. Chen, W. Xu, W. Wang, R. Wang, and C. Shi, "A NONLINEAR VISCOELASTIC-PLASTIC RHEOLOGICAL MODEL FOR ROCKS BASED ON FRACTIONAL DERIVATIVE THEORY," *Int. J. Mod. Phys. B*, vol. 27, no. 25, p. 1350149, Oct. 2013, doi: 10.1142/s021797921350149x.
[22] Y. Chen and L. V. Smith, "A nonlinear viscoelastic–viscoplastic model for adhesives," *Mech. Time-Depend. Mater.*, vol. 25, no. 4, pp. 565–579, Dec. 2021, doi: 10.1007/s11043-020-09460-2.
[23] Y. Kucuk, C. Mollamahmutoglu, Y. Wang, and H. Lu, "Nonlinearly Viscoelastic Nanoindentation of PMMA Under a Spherical Tip," *Exp. Mech.*, vol. 53, no. 5, pp. 731–742, Jun. 2013, doi: 10.1007/s11340-012-9695-0.
[24] F. Ellyin and Z. Xia, "Nonlinear Viscoelastic Constitutive Model for Thermoset Polymers," *J. Eng. Mater. Technol.*, vol. 128, no. 4, pp. 579–585, May 2006, doi: 10.1115/1.2345450.
[25] A. Zacharatos and E. Kontou, "Nonlinear viscoelastic modeling of soft polymers," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 132, no. 26, p. app.42141, Jul. 2015, doi: 10.1002/app.42141.
[26] M. Hadid, S. Rechak, and A. Zouani, "Empirical nonlinear viscoelastic model for injection molded thermoplastic composite," *Polym. Compos.*, vol. 23, no. 5, pp. 771–778, Oct. 2002, doi: 10.1002/pc.10475.
[27] G. A. Holmes, R. C. Peterson, D. L. Hunston, W. G. McDonough, and C. L. Schutte, "The effect of nonlinear viscoelasticity on interfacial shear strength measurements," *ASTM Spec. Tech. Publ.*, vol. 1357, pp. 98–117, 2000.
[28] E. Marklund, J. Varna, and L. Wallström, "Nonlinear viscoelasticity and viscoplasticity of flax/polypropylene composites," 2006.
[29] "FAOSTAT." Accessed: Jul. 21, 2024. [Online]. Available: https://www.fao.org/faostat/fr/#data/QCL
[30] M. A. AlMaadeed, Z. Nógellová, M. Mičušík, I. Novák, and I. Krupa, "Mechanical, sorption and adhesive properties of composites based on low density polyethylene filled with date palm wood powder," *Mater. Des.*, vol. 53, pp. 29–37, 2014.
[31] F. M. AL-Oqla, M. T. Hayajneh, and M. M. Al-Shrida, "Mechanical performance, thermal stability and morphological analysis of date palm fiber reinforced polypropylene composites toward functional bio-products," *Cellulose*, vol. 29, no. 6, pp. 3293–3309, Apr. 2022, doi: 10.1007/s10570-022-04498-6.
[32] T. Alsaeed, B. Yousif, and H. Ku, "The potential of using date palm fibres as reinforcement for polymeric composites," *Mater. Des.*, vol. 43, pp. 177–184, Jan. 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2012.06.061.
[33] B. A. Alshammari, N. Saba, M. D. Alotaibi, M. F. Alotibi, M. Jawaid, and O. Y. Alothman, "Evaluation of Mechanical, Physical, and Morphological Properties of Epoxy Composites Reinforced with Different Date Palm Fillers," *Materials*, vol. 12, no. 13, p. 2145, Jul. 2019, doi: 10.3390/ma12132145.
[34] O. Y. Alothman *et al.*, "Thermal characterization of date palm/epoxy composites with fillers from different parts of the tree," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 9, no. 6, pp. 15537–15546, Nov. 2020, doi: 10.1016/j.jmrt.2020.11.020.
[35] A. Berkouk, A. Meghezzi, H. Chelali, and M. T. Soltani, "Mechanical, Morphological, Thermal and Dynamic Study of Composites of Unsaturated Polyesters-Date Palm Leaf Fiber DPLF," *Rev. Compos. Matér. Avancés*, vol. 31, no. 6, pp. 317–323, Dec. 2021, doi: 10.18280/rcma.310602.
[36] H. Al Abdallah, B. Abu-Jdayil, and M. Z. Iqbal, "The Effect of Alkaline Treatment on Poly(lactic acid)/Date Palm Wood Green Composites for Thermal Insulation," *Polymers*, vol. 14, no. 6, p. 1143, Mar. 2022, doi: 10.3390/polym14061143.

[37] N. Mousa, E. Galiwango, S. Haris, A. H. Al-Marzouqi, B. Abu-Jdayil, and Y. L. Caires, "A New Green Composite Based on Plasticized Polylactic Acid Mixed with Date Palm Waste for Single-Use Plastics Applications," *Polymers*, vol. 14, no. 3, p. 574, Jan. 2022, doi: 10.3390/polym14030574.
[38] B. Taallah, A. Guettala, S. Guettala, and A. Kriker, "Mechanical properties and hygroscopicity behavior of compressed earth block filled by date palm fibers," *Constr. Build. Mater.*, vol. 59, pp. 161–168, 2014.
[39] W. N. Al-Rifaie and M. Al-Niami, "Mechanical performance of date palm fibre-reinforced gypsums," *Innov. Infrastruct. Solut.*, vol. 1, no. 1, p. 18, Dec. 2016, doi: 10.1007/s41062-016-0022-y.
[40] A. Karimah *et al.*, "A review on natural fibers for development of eco-friendly bio-composite: characteristics, and utilizations," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 13, pp. 2442–2458, Jul. 2021, doi: 10.1016/j.jmrt.2021.06.014.
[41] R. Zeitoun, "Procédés de fractionnement de la matière végétale: application à la production des polysaccharides du son et de la paille de blé," PhD Thesis, 2011.
[42] J.-L. Wertz, O. Bédué, and J. P. Mercier, *Cellulose science and technology*. EPFL press, 2010.
[43] M. Ragoubi, "Contribution à l'amélioration de la compatiblilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne," PhD Thesis, Nancy 1, 2010.
[44] M. J. John and R. D. Anandjiwala, "Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites," *Polym. Compos.*, vol. 29, no. 2, pp. 187–207, 2008.
[45] V. K. Thakur, *Green composites from natural resources*. CRC Press, 2013.
[46] M. Jawaid, M. T. Paridah, and N. Saba, *Lignocellulosic fibre and biomass-based composite materials: processing, properties and applications*. Woodhead Publishing, 2017.
[47] S. Fujisawa, T. Saito, and A. Isogai, "All-Cellulose (Cellulose–Cellulose) Green Composites," in *Advanced Green Composites*, John Wiley & Sons, Ltd, 2018, pp. 111–133. doi: 10.1002/9781119323327.ch6.
[48] S. Bouzouita, "Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel," PhD Thesis, Ecole Centrale de Lyon; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir, 2011.
[49] M. T. H. Sultan, M. S. A. Majid, M. R. M. Jamir, A. I. Azmi, and N. Saba, *Biocomposite Materials: Design and Mechanical Properties Characterization*. Springer, 2021.
[50] A. Hind, "17 - Cellulose fiber-reinforced polymer composites as packaging materials," in *Cellulose Fibre Reinforced Composites*, R. ArunRamnath, M. R. Sanjay, S. Siengchin, and V. Fiore, Eds., in Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering. , Woodhead Publishing, 2023, pp. 283–316. doi: 10.1016/B978-0-323-90125-3.00002-1.
[51] D. D. Stokke, Q. Wu, and G. Han, *Introduction to wood and natural fiber composites*. John Wiley & Sons, 2013.
[52] S. Kalia, *Lignocellulosic composite materials*. Springer, 2017.
[53] L. B. Ratiarisoa, "Etude de matériaux naturels 2D: Potentialités d'utilisation comme renfort de matériaux composites," PhD Thesis, Antilles, 2019.
[54] D. B. Dittenber and H. V. GangaRao, "Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, no. 8, pp. 1419–1429, 2012.
[55] V. Menon and M. Rao, "Trends in bioconversion of lignocellulose: biofuels, platform chemicals & biorefinery concept," *Prog. Energy Combust. Sci.*, vol. 38, no. 4, pp. 522–550, 2012.

[56] M. Midani, N. Saba, and O. Y. Alothman, *Date palm fiber composites*. Springer, 2020.
[57] C. BALEY, "Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites," *Tech. Ing.*, vol. AM5130v3, 2020.
[58] A. Pandey, *Handbook of plant-based biofuels*. CRC press, 2008.
[59] M. Z. Rong, M. Q. Zhang, Y. Liu, G. C. Yang, and H. M. Zeng, "The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 61, no. 10, pp. 1437–1447, Aug. 2001, doi: 10.1016/S0266-3538(01)00046-X.
[60] M. Elhoumaizi, "Modélisation de l'architecture du palmier dattier (Phoenix dactyliferaL.) et application à la simulation du bilan radiatif en oasis," 2002.
[61] D. V. Johnson, J. M. Al-Khayri, and S. M. Jain, "Introduction: Date Production Status and Prospects in Africa and the Americas," in *Date Palm Genetic Resources and Utilization: Volume 1: Africa and the Americas*, J. M. Al-Khayri, S. M. Jain, and D. V. Johnson, Eds., Dordrecht: Springer Netherlands, 2015, pp. 3–18. doi: 10.1007/978-94-017-9694-1_1.
[62] M. Tahar, "Contribution au développement des matériaux de construction à base des sous-produits du palmier dattier," PhD Thesis, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER BISKRA, 2018.
[63] J. M. Al-Khayri, P. M. Naik, S. M. Jain, and D. V. Johnson, "Advances in date palm (Phoenix dactylifera L.) breeding," *Adv. Plant Breed. Strateg. Fruits Vol. 3*, pp. 727–771, 2018.
[64] S. Amroune *et al.*, "Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (Phoenix dactylifera L.)," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 71, pp. 95–106, 2015.
[65] A. A. Jaradat and A. Zaid, "Quality traits of date palm fruits in a center of origin and center of diversity," *J. Food Agric. Environ.*, vol. 2, pp. 208–217, 2004.
[66] A. Faiad, M. Alsmari, M. M. Z. Ahmed, M. L. Bouazizi, B. Alzahrani, and H. Alrobei, "Date Palm Tree Waste Recycling: Treatment and Processing for Potential Engineering Applications," *Sustainability*, vol. 14, no. 3, p. 1134, Jan. 2022, doi: 10.3390/su14031134.
[67] E.-M. Hamed, M. Midani, and E. A. Darwish, *Date Palm Byproducts: A Springboard for Circular Bio Economy*. Springer, 2023.
[68] W. Ghori, N. Saba, M. Jawaid, and M. Asim, "A review on date palm (phoenix dactylifera) fibers and its polymer composites," in *IOP conference series: materials science and engineering*, IOP Publishing, 2018, p. 012009.
[69] N. Bouguedoura, M. Bennaceur, S. Babahani, and S. E. Benziouche, "Date palm status and perspective in Algeria," *Date Palm Genet. Resour. Util. Vol. 1 Afr. Am.*, pp. 125–168, 2015.
[70] "UNESCO - Les connaissances, savoir-faire, traditions et pratiques associés au palmier dattier." Accessed: Jul. 27, 2023. [Online]. Available: https://ich.unesco.org/fr/RL/les-connaissances-savoir-faire-traditions-et-pratiques-associes-au-palmier-dattier-01902
[71] S. E. Benziouche, "Challenges of Algeria exports dates in light of the current competition," in *The Fifth International Date Palm Conference. Abu Dhabi, UAE March*, 2014, pp. 16–18.
[72] A. REKIS, "Conservation des ressources phytogénétiques en Algérie. Cas des palmiers dattiers cultivés et sub-spontanés (Phoenix dactylifera L.)," PhD Thesis, Université Mohamed Khider de Biskra, 2021.
[73] F. TOULOUM, "Contribution au développement de matériaux isolants dans le domaine du bâtiment. Utilisation du bois de palmier dattier.," PhD Thesis, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER BISKRA, 2018.

[74] K. ALMI, "Développement et caractérisation de matériaux à base du bois de palmier dattier adaptés aux applications de développement durable en Algérie.," PhD Thesis, Université Mohamed Khider BISKRA, 2018.
[75] T. DJOUDI, "Elaboration et caractérisation de composites bio-sourcés à base de fibres de palmier dattier," PhD Thesis, Université Mohamed Khider-Biskra, 2019.
[76] Y. DJEBLOUN, "Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales," PhD Thesis, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER BISKRA, 2018.
[77] L. A. Elseify, M. Midani, L. A. Shihata, and H. El-Mously, "Review on cellulosic fibers extracted from date palms (Phoenix Dactylifera L.) and their applications," *Cellulose*, vol. 26, pp. 2209–2232, 2019.
[78] R. Nasser *et al.*, "Chemical Analysis of Different Parts of Date Palm (Phoenix dactylifera L.) Using Ultimate, Proximate and Thermo-Gravimetric Techniques for Energy Production," *Energies*, vol. 9, no. 5, p. 374, May 2016, doi: 10.3390/en9050374.
[79] F. M. Al-Oqla and S. M. Sapuan, "Natural fiber reinforced polymer composites in industrial applications: feasibility of date palm fibers for sustainable automotive industry," *J. Clean. Prod.*, vol. 66, pp. 347–354, 2014.
[80] D. C. Nguyen, "Caractérisation de l'interface fibre/matrice: application aux composites polypropylène/chanvre," PhD Thesis, Troyes, 2016.
[81] L. F. Da Silva, A. Öchsner, and R. D. Adams, *Handbook of adhesion technology*. Springer Science & Business Media, 2011.
[82] A. El-Sabbagh, "Effect of coupling agent on natural fibre in natural fibre/polypropylene composites on mechanical and thermal behaviour," *Compos. Part B Eng.*, vol. 57, pp. 126–135, 2014.
[83] A. Stamboulis, C. A. Baillie, S. K. Garkhail, H. G. H. van Melick, and T. Peijs, "Environmental Durability of Flax Fibres and their Composites based on Polypropylene Matrix," *Appl. Compos. Mater.*, vol. 7, no. 5, pp. 273–294, Nov. 2000, doi: 10.1023/A:1026581922221.
[84] F. Munder, C. Fürll, and H. Hempel, "Processing of bast fiber plants for industrial application," in *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*, CRC Press, 2005, pp. 129–161.
[85] N. A. M. Martin, "Contribution à l'étude de paramètres influençant les propriétés mécaniques de fibres élémentaires de lin: Corrélation avec les propriétés de matériaux composites," PhD Thesis, Université de Bretagne Sud, 2014.
[86] M. R. Sanjay, S. Siengchin, J. Parameswaranpillai, M. Jawaid, C. I. Pruncu, and A. Khan, "A comprehensive review of techniques for natural fibers as reinforcement in composites: Preparation, processing and characterization," *Carbohydr. Polym.*, vol. 207, pp. 108–121, 2019.
[87] T. Sauvageon, "Caractérisation et valorisation de fibres de chanvre issues de sols et de matériels délaissés: cas du traitement par explosion à la vapeur," *Univ. Lorraine*, 2017.
[88] S. Kalia, B. S. Kaith, and I. Kaur, *Cellulose fibers: bio-and nano-polymer composites: green chemistry and technology*. Springer Science & Business Media, 2011.
[89] L. L. Zhang, R. Y. Zhu, J. Y. Chen, J. M. Chen, and X. X. Feng, "Seawater-retting treatment of hemp and characterization of bacterial strains involved in the retting process," *Process Biochem.*, vol. 43, no. 11, pp. 1195–1201, 2008.
[90] R. W. Kessler, U. Becker, R. Kohler, and B. Goth, "Steam explosion of flax—a superior technique for upgrading fibre value," *Biomass Bioenergy*, vol. 14, no. 3, pp. 237–249, 1998.
[91] Z. Yu, B. Zhang, F. Yu, G. Xu, and A. Song, "A real explosion: The requirement of steam explosion pretreatment," *Bioresour. Technol.*, vol. 121, pp. 335–341, Oct. 2012, doi: 10.1016/j.biortech.2012.06.055.

[92] I. Ziegler-Devin, L. Chrusciel, and N. Brosse, “Steam Explosion Pretreatment of Lignocellulosic Biomass: A Mini-Review of Theorical and Experimental Approaches,” *Front. Chem.*, vol. 9, 2021.
[93] M. N. F. Norrrahim *et al.*, “Greener pretreatment approaches for the valorisation of natural fibre biomass into bioproducts,” *Polymers*, vol. 13, no. 17, p. 2971, 2021.
[94] J. M. Faulstich de Paiva and E. Frollini, “Unmodified and Modified Surface Sisal Fibers as Reinforcement of Phenolic and Lignophenolic Matrices Composites: Thermal Analyses of Fibers and Composites,” *Macromol. Mater. Eng.*, vol. 291, no. 4, pp. 405–417, 2006, doi: 10.1002/mame.200500334.
[95] F. M. AL-Oqla, O. Y. Alothman, M. Jawaid, S. M. Sapuan, and M. H. Es-Saheb, “Processing and Properties of Date Palm Fibers and Its Composites,” in *Biomass and Bioenergy*, K. R. Hakeem, M. Jawaid, and U. Rashid, Eds., Cham: Springer International Publishing, 2014, pp. 1–25. doi: 10.1007/978-3-319-07641-6_1.
[96] Y. Cao, S. Shibata, and I. Fukumoto, “Mechanical properties of biodegradable composites reinforced with bagasse fibre before and after alkali treatments,” *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 37, no. 3, pp. 423–429, Mar. 2006, doi: 10.1016/j.compositesa.2005.05.045.
[97] A. Al-Khanbashi, K. Al-Kaabi, and A. Hammami, “Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: Fiber characterization,” *Polym. Compos.*, vol. 26, pp. 486–497, Aug. 2005, doi: 10.1002/pc.20118.
[98] K. Al-Kaabi, A. Al-Khanbashi, and A. Hammami, “Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: DPF/polyester composite properties,” *Polym. Compos.*, vol. 26, pp. 604–613, Oct. 2005, doi: 10.1002/pc.20130.
[99] I. Taha, L. Steuernagel, and G. Ziegmann, “Optimization of the alkali treatment process of date palm fibres for polymeric composites,” *Compos. Interfaces*, Jan. 2007, doi: 10.1163/156855407782106528.
[100] A. Alawar, A. Hamed, and K. Al-Kaabi, “Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement,” *Compos. Part B-Eng. - COMPOS PART B-ENG*, vol. 40, pp. 601–606, Oct. 2009, doi: 10.1016/j.compositesb.2009.04.018.
[101] A. Dehghani, S. Madadi Ardekani, M. A. Al-Maadeed, A. Hassan, and M. U. Wahit, “Mechanical and thermal properties of date palm leaf fiber reinforced recycled poly (ethylene terephthalate) composites,” *Mater. Des. 1980-2015*, vol. 52, pp. 841–848, Dec. 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2013.06.022.
[102] M. A. AlMaadeed, R. Kahraman, P. Noorunnisa Khanam, and S. Al-Maadeed, “Characterization of untreated and treated male and female date palm leaves,” *Mater. Des.*, vol. 43, pp. 526–531, Jan. 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2012.07.028.
[103] A. Shalwan and B. Yousif, “Investigation on interfacial adhesion of date palm/epoxy using fragmentation technique,” *Mater. Des.*, vol. 53, pp. 928–937, Jan. 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2013.07.083.
[104] H. Ibrahim, M. Farag, H. Megahed, and S. Mehanny, “Characteristics of starch-based biodegradable composites reinforced with date palm and flax fibers,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 101, pp. 11–19, Jan. 2014, doi: 10.1016/j.carbpol.2013.08.051.
[105] A. Shalwan and B. Yousif, “Influence of date palm fibre and graphite filler on mechanical and wear characteristics of epoxy composites,” *Mater. Des.*, vol. 59, pp. 264–273, Jul. 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2014.02.066.
[106] E. A. Elbadry, “Agro-Residues: Surface Treatment and Characterization of Date Palm Tree Fiber as Composite Reinforcement,” *J. Compos.*, vol. 2014, pp. 1–8, Nov. 2014, doi: 10.1155/2014/189128.
[107] A. Oushabi, S. Sair, F. Oudrhiri Hassani, Y. Abboud, O. Tanane, and A. El Bouari, “The effect of alkali treatment on mechanical, morphological and thermal properties of date

palm fibers (DPFs): Study of the interface of DPF–Polyurethane composite," *South Afr. J. Chem. Eng.*, vol. 23, pp. 116–123, Jun. 2017, doi: 10.1016/j.sajce.2017.04.005.

[108] K. Zadeh, D. Ponnamma, and M. AlMa'adeed, "Date palm fibre filled recycled ternary polymer blend composites with enhanced flame retardancy," *Polym. Test.*, vol. 61, May 2017, doi: 10.1016/j.polymertesting.2017.05.006.

[109] M. Saleh, M. Al Haron, A. Adel, and M. Farag, "Fatigue behavior and life prediction of biodegradable composites of starch reinforced with date palm fibers," *Int. J. Fatigue*, vol. 103, pp. 216–222, Jun. 2017, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2017.06.005.

[110] R. M. Kozlowski and M. Mackiewicz-Talarczyk, *Handbook of natural fibres: Volume 2: Processing and applications*. Woodhead Publishing, 2020.

[111] M. George, P. G. Mussone, K. Alemaskin, M. Chae, J. Wolodko, and D. C. Bressler, "Enzymatically treated natural fibres as reinforcing agents for biocomposite material: mechanical, thermal, and moisture absorption characterization," *J. Mater. Sci.*, vol. 51, no. 5, pp. 2677–2686, Mar. 2016, doi: 10.1007/s10853-015-9582-z.

[112] M. Werchefani, A. Elloumi, C. Lacoste, H. Belguith, A. Gargouri, and C. Bradai, "Influence des traitements chimique et biologiques sur les propriétés mécaniques des bio-composites Cereplast-fibres d'Alfa," in *CFM 2017-23ème Congrès Français de Mécanique*, AFM, Maison de la Mécanique, 39/41 rue Louis Blanc-92400 Courbevoie, 2017.

[113] R. Chaari *et al.*, "Enzymatic treatments effect on the poly (butylene succinate)/date palm fibers properties for bio-composite applications," *Ind. Crops Prod.*, vol. 148, p. 112270, Jun. 2020, doi: 10.1016/j.indcrop.2020.112270.

[114] M. Hassan, J. Bras, E. Hassan, C. Silard, and E. Mauret, "Enzyme-assisted isolation of microfibrillated cellulose from date palm fruit stalks," *Ind. Crops Prod.*, vol. 55, pp. 102–108, Apr. 2014, doi: 10.1016/j.indcrop.2014.01.055.

[115] S. M. Rossnagel, W. D. Westwood, and J. J. Cuomo, *Handbook of Plasma Processing Technology: Fundamental, Etching, Deposition and Surface Interactions*, 1st edition. Park Ridge, N.J., U.S.A: William Andrew, 1991.

[116] C. S. Wong and R. Mongkolnavin, *Elements of Plasma Technology*. in SpringerBriefs in Applied Sciences and Technology. Singapore: Springer, 2016. doi: 10.1007/978-981-10-0117-8.

[117] J. Larbre, "Décontamination de surface par un procédé plasma froid à pression atmosphérique," These de doctorat, Paris 11, 2006.

[118] Georgios Koronis, Arlindo Silva, *Green Composites for Automotive Applications*. Elsevier Science, 2018.

[119] A. Sidana and S. Yadav, "Recent developments in lignocellulosic biomass pretreatment with a focus on eco-friendly, non-conventional methods," *J. Clean. Prod.*, vol. 335, p. 130286, Dec. 2021, doi: 10.1016/j.jclepro.2021.130286.

[120] A. Gholampour and T. Ozbakkaloglu, "A review of natural fiber composites: Properties, modification and processing techniques, characterization, applications," *J. Mater. Sci.*, vol. 55, no. 3, pp. 829–892, 2020.

[121] A. Siham, A. Zerizer, I. HADDADOU, and A. Merlin, "Effects of corona discharge treatment on the mechanical properties of biocomposites from polylactic acid and Algerian date palm fibres," *Sci. Res. Essays*, vol. 8, pp. 946–952, Jun. 2013, doi: 10.5897/SRE2013.5507.

[122] M. Gholami, M. S. Ahmadi, M. A. Tavanaie, and M. K. Mehrizi, "Effect of oxygen plasma treatment on tensile strength of date palm fibers and their interfacial adhesion with epoxy matrix," *Sci. Eng. Compos. Mater.*, vol. 25, no. 5, pp. 993–1001, Sep. 2018, doi: 10.1515/secm-2017-0102.

[123] N. Dawood, "Surface modification of date palm leaves by cold plasma treatment," *J. King Saud Univ. - Sci.*, vol. 33, no. 5, p. 101465, Jul. 2021, doi: 10.1016/j.jksus.2021.101465.

[124] Y. Xie, C. Hill, Z. Xiao, H. Militz, and C. Mai, "Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 41, pp. 806–819, Jul. 2010, doi: 10.1016/j.compositesa.2010.03.005.

[125] A. Oushabi, F. Oudrhiri Hassani, Y. Abboud, S. Sair, O. Tanane, and A. El Bouari, "Improvement of the interface bonding between date palm fibers and polymeric matrices using alkali-silane treatments," *Int. J. Ind. Chem.*, vol. 9, no. 4, pp. 335–343, Dec. 2018, doi: 10.1007/s40090-018-0162-3.

[126] M. Samira, A. Meghezzi, Y. Grohens, Y. Meftah, A. Kervoelen, and A. Magueresse, "Effect of various chemical modifications of date palm fibers (DPFs) on the thermo-physical properties of polyvinyl chloride (PVC)–high-density polyethylene (HDPE) composites," *Ind. Crops Prod.*, vol. 171, p. 113974, Nov. 2021, doi: 10.1016/j.indcrop.2021.113974.

[127] H. Perera, A. Goyal, and S. Alhassan, "Morphological, Structural and Thermal Properties of Silane-treated Date Palm Fibers Enhanced Reader," *J. Nat. Fibers*, vol. 19, Mar. 2022, doi: 10.1080/15440478.2022.2051672.

[128] A. K. Bledzki, A. A. Mamun, M. Lucka-Gabor, and V. S. Gutowski, "The effects of acetylation on properties of flax fibre and its polypropylene composites," *Express Polym. Lett.*, vol. 2, no. 6, pp. 413–422, 2008.

[129] M. M. Kabir, H. Wang, K. T. Lau, and F. Cardona, "Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview," *Compos. Part B Eng.*, vol. 43, no. 7, pp. 2883–2892, Oct. 2012, doi: 10.1016/j.compositesb.2012.04.053.

[130] H. Boussehel, D. Mazouzi, N. Belghar, B. Guerira, and M. Lachi, "Effect of Chemicals Treatments on the Morphological, Mechanical, Thermal and Water Uptake Properties of Polyvinyl Chloride/Palm Fibers Composites.," *J. Compos. Adv. Mater. Compos. Matér. Avancés*, vol. 29, no. 1, 2019.

[131] H. Ibrahim, M. Farag, H. Megahed, and S. Mehanny, "Characteristics of starch-based biodegradable composites reinforced with date palm and flax fibers," *Carbohydr. Polym.*, vol. 101, pp. 11–19, 2014.

[132] W. N. Al-Rifaie and M. Al-Niami, "Mechanical performance of date palm fibre-reinforced gypsums," *Innov. Infrastruct. Solut.*, vol. 1, no. 1, p. 18, Dec. 2016, doi: 10.1007/s41062-016-0022-y.

[133] H. Chaib, A. Kriker, and A. Mekhermeche, "Thermal Study of Earth Bricks Reinforced by Date palm Fibers," *Energy Procedia*, vol. 74, pp. 919–925, Aug. 2015, doi: 10.1016/j.egypro.2015.07.827.

[134] M. Boumhaout, L. Boukhattem, H. Hamdi, B. Benhamou, and F. A. Nouh, "Thermomechanical characterization of a bio-composite building material: Mortar reinforced with date palm fibers mesh," *Constr. Build. Mater.*, vol. 135, pp. 241–250, 2017.

[135] M. K. Buragohain, *Composite structures: design, mechanics, analysis, manufacturing, and testing*. CRC press, 2017.

[136] F. M. AL-Oqla, M. T. Hayajneh, and M. M. Al-Shrida, "Mechanical performance, thermal stability and morphological analysis of date palm fiber reinforced polypropylene composites toward functional bio-products," *Cellulose*, vol. 29, no. 6, pp. 3293–3309, Apr. 2022, doi: 10.1007/s10570-022-04498-6.

[137] A. Dehghani, S. M. Ardekani, M. A. Al-Maadeed, A. Hassan, and M. U. Wahit, "Mechanical and thermal properties of date palm leaf fiber reinforced recycled poly (ethylene terephthalate) composites," *Mater. Des. 1980-2015*, vol. 52, pp. 841–848, 2013.

[138] H. A. Alodan, M. S. Alsuhybani, B. A. Alshammari, and T. S. Alkhuraiji, "Effect of fiber loading on physical, mechanical, and thermal properties of low density polyethylene/palm tree waste fiber composites," *Sci. Adv. Mater.*, vol. 10, no. 9, pp. 1341–1350, 2018.

[139] A. S. Hammood, "Effect of erosion on water absorption and morphology for treated date palm fiber-reinforced polyester composites," *Int J Mech Mechatron Eng*, vol. 15, no. 6, p. 108, 2015.

[140] A. Abdal-hay, N. P. G. Suardana, D. Y. Jung, K.-S. Choi, and J. K. Lim, "Effect of diameters and alkali treatment on the tensile properties of date palm fiber reinforced epoxy composites," *Int. J. Precis. Eng. Manuf.*, vol. 13, no. 7, pp. 1199–1206, Jul. 2012, doi: 10.1007/s12541-012-0159-3.

[141] M. H. Gheith *et al.*, "Flexural, thermal and dynamic mechanical properties of date palm fibres reinforced epoxy composites," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 8, no. 1, pp. 853–860, Jan. 2019, doi: 10.1016/j.jmrt.2018.06.013.

[142] I. M. Alarifi, "Investigation into the morphological and mechanical properties of date palm fiber-reinforced epoxy structural composites," *J. Vinyl Addit. Technol.*, vol. 27, no. 1, pp. 77–88, Feb. 2021, doi: 10.1002/vnl.21785.

[143] A. Kelly, Ed., *Comprehensive Composite Materials*, 1st edition. Amsterdam New York: Pergamon, 2000.

[144] D. Ratna, *Recent Advances and Applications of Thermoset Resins*, 2nd edition. Amsterdam Oxford Cambridge,MA: Elsevier, 2022.

[145] M. Gilbert, *Brydson's plastics materials*. William Andrew, 2016.

[146] F.-L. Jin, X. Li, and S.-J. Park, "Synthesis and application of epoxy resins: A review," *J. Ind. Eng. Chem.*, vol. 29, pp. 1–11, 2015.

[147] X. Mi *et al.*, "Toughness and its mechanisms in epoxy resins," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 130, p. 100977, 2022.

[148] C. Muthukumar, S. M. K. Thiagamani, S. Krishnasamy, and A. I. B. Rushdan, *Epoxy-Based Biocomposites*. CRC Press, 2023.

[149] K. P. Unnikrishnan and E. T. Thachil, "Toughening of epoxy resins," *Des. Monomers Polym.*, vol. 9, no. 2, pp. 129–152, Jan. 2006, doi: 10.1163/156855506776382664.

[150] V. Fiore and A. Valenza, "Epoxy resins as a matrix material in advanced fiber-reinforced polymer (FRP) composites," in *Advanced fibre-reinforced polymer (FRP) composites for structural applications*, Elsevier, 2013, pp. 88–121.

[151] D. B. Miracle, S. L. Donaldson, S. D. Henry, and H. ASM, "Volume 21: Composites," *ASM Int.*, 2001.

[152] M. Carrega, *Aide-mémoire - Matières plastiques - 2ème édition*, 2e édition. Dunod, 2009.

[153] K. K. Chawla, *Composite Materials: Science and Engineering*, 4th ed. 2019 edition. Cham: Springer, 2019.

[154] M. Jawaid, M. T. H. Sultan, and N. Saba, *Mechanical and physical testing of biocomposites, fibre-reinforced composites and hybrid composites*. Woodhead Publishing, 2018.

[155] "Scopus - Document search." Accessed: Oct. 20, 2025. [Online]. Available: https://www-scopus-com.sndl1.arn.dz/search/form.uri?display=basic#basic

[156] K. Almi, A. Benchabane, S. Lakel, and A. Kriker, "Potential utilization of date palm wood as composite reinforcement," *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 34, no. 15, pp. 1231–1240, 2015.

[157] L. A. Elseify, M. Midani, A. A. El-Badawy, S. Awad, and M. Jawaid, "Comparative study of long date palm (Phoenix dactylifera L.) midrib and spadix fibers with other commercial leaf fibers," *Cellulose*, vol. 30, no. 3, pp. 1927–1942, 2023.

[158] N. Saadaoui, A. Rouilly, K. Fares, and L. Rigal, "Characterization of date palm lignocellulosic by-products and self-bonded composite materials obtained thereof," *Mater. Des.*, vol. 50, pp. 302–308, 2013.
[159] S. M. Mirmehdi, F. Zeinaly, and F. Dabbagh, "Date palm wood flour as filler of linear low-density polyethylene," *Compos. Part B Eng.*, vol. 56, pp. 137–141, Jan. 2014, doi: 10.1016/j.compositesb.2013.08.008.
[160] J. R. Mohanty, S. N. Das, H. C. Das, and S. K. Swain, "Effective mechanical properties of polyvinylalcohol biocomposites with reinforcement of date palm leaf fibers," *Polym. Compos.*, vol. 34, no. 6, pp. 959–966, 2013.
[161] A. Bourmaud *et al.*, "Exploring the potential of waste leaf sheath date palm fibres for composite reinforcement through a structural and mechanical analysis," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 103, pp. 292–303, Dec. 2017, doi: 10.1016/j.compositesa.2017.10.017.
[162] K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J. P. Jernot, M. Gomina, and J. Bréard, "Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 38, no. 8, pp. 1912–1921, Aug. 2007, doi: 10.1016/j.compositesa.2007.03.006.
[163] K. M. M. Rao and K. M. Rao, "Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo," *Compos. Struct.*, vol. 77, no. 3, pp. 288–295, 2007.
[164] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, and M. Fois, "Renewable materials to reduce building heat loss: Characterization of date palm wood," *Energy Build.*, vol. 43, no. 2–3, pp. 491–497, 2011.
[165] S. S. Hegazy and K. Ahmed, "Effect of date palm cultivar, particle size, panel density and hot water extraction on particleboards manufactured from date palm fronds," *Agriculture*, vol. 5, no. 2, pp. 267–285, 2015.
[166] M. A. Abdel-Aal, R. A. Nasser, P. R. Khan, and H. A. Al-Mefarrej, "Anatomical and physical characterisations of some lignocellulosic residues and their suitability for fibre production," *J. Environ. Biol.*, vol. 36, no. 3, p. 543, 2015.
[167] Y. Djebloun, M. Hecini, T. Djoudi, and B. Guerira, "Experimental determination of elastic modulus of elasticity and Poisson's coefficient of date palm tree fiber," *J. Nat. Fibers*, vol. 16, no. 3, pp. 357–367, 2019.
[168] W. Hu, M.-T. Ton-That, F. Perrin-Sarazin, and J. Denault, "An improved method for single fiber tensile test of natural fibers," *Polym. Eng. Sci.*, vol. 50, no. 4, pp. 819–825, 2010, doi: 10.1002/pen.21593.
[169] A. S. Virk, W. Hall, and J. Summerscales, "Failure strain as the key design criterion for fracture of natural fibre composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 70, no. 6, pp. 995–999, Jun. 2010, doi: 10.1016/j.compscitech.2010.02.018.
[170] L. A. Elseify, M. Midani, A. H. Hassanin, T. Hamouda, and R. Khiari, "Long textile fibres from the midrib of date palm: Physiochemical, morphological, and mechanical properties," *Ind. Crops Prod.*, vol. 151, p. 112466, 2020.
[171] J. R. Mohanty, S. N. Das, H. C. Das, and S. K. Swain, "Effect of chemically modified date palm leaf fiber on mechanical, thermal and rheological properties of polyvinylpyrrolidone," *Fibers Polym.*, vol. 15, no. 5, pp. 1062–1070, May 2014, doi: 10.1007/s12221-014-1062-6.
[172] A. Bergeret and P. Krawczak, "Liaison renfort/matrice: Définition et caractérisation," in *Plastiques et composites*, 2006, pp. AM5305 & Doc.AM5308. doi: 10.51257/a-v1-am5305.
[173] R. F. Gibson, *Principles of Composite Material Mechanics*, 4th ed. Boca Raton: CRC Press, 2016. doi: 10.1201/b19626.

[174] I. Widiastuti, Y. Pratiwi, and D. Cahyo, "A Study on Water Absorption and Mechanical Properties in Epoxy-Bamboo Laminate Composite with Varying Immersion Temperatures," *Open Eng.*, vol. 10, pp. 814–819, Sep. 2020, doi: 10.1515/eng-2020-0091.

[175] E. Muñoz and J. A. García-Manrique, "Water Absorption Behaviour and Its Effect on the Mechanical Properties of Flax Fibre Reinforced Bioepoxy Composites," *Int. J. Polym. Sci.*, vol. 2015, p. e390275, Oct. 2015, doi: 10.1155/2015/390275.

[176] R. Nayak and K. Mahato, "Water Absorption Behavior, Mechanical and Thermal Properties of NanoTiO 2 Enhanced Glass Fiber Reinforced Polymer Composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 90, Sep. 2016, doi: 10.1016/j.compositesa.2016.09.003.

[177] M. Lahouioui, R. Ben Arfi, M. Fois, L. Ibos, and A. Ghorbal, "Investigation of Fiber Surface Treatment Effect on Thermal, Mechanical and Acoustical Properties of Date Palm Fiber-Reinforced Cementitious Composites," *Waste Biomass Valorization*, vol. 11, no. 8, pp. 4441–4455, Aug. 2020, doi: 10.1007/s12649-019-00745-3.

[178] U. W. Gedde, M. S. Hedenqvist, M. Hakkarainen, F. Nilsson, and O. Das, *Applied Polymer Science*. Cham: Springer International Publishing, 2021. doi: 10.1007/978-3-030-68472-3.

[179] J. D. Menczel and R. B. Prime, *Thermal analysis of polymers: fundamentals and applications*. Hoboken, N.J: John Wiley, 2009.

[180] P. Krawczak, "Essais mécaniques des plastiques : Caractéristiques à long terme et ténacité," in *Techniques de l'Ingénieur*, vol. Traité "Plastiques et Composites", Editions T.I., 1999, p. AM3511. doi: 10.51257/a-v1-am3511.

[181] I. M. Ward and J. Sweeney, *Mechanical properties of solid polymers*. John Wiley & Sons, 2012. Accessed: Aug. 15, 2024. [Online]. Available: https://books.google.com/books?hl=fr&lr=&id=osfPBe3QarkC&oi=fnd&pg=PR13&dq=mechanical+properties+of+solid+polymers&ots=_I7JiWmcY6&sig=hTi6eVR_IjqFH2DBikREz193Rac

[182] N. Saba, M. Jawaid, O. Y. Alothman, and M. T. Paridah, "A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites," *Constr. Build. Mater.*, vol. 106, pp. 149–159, 2016.

[183] P. KRAWCZAK, "Essais mécaniques des plastiques: Essais rhéologiques et thermiques," *Tech. Ing. Plast. Compos.*, no. AM3512, pp. AM3512-1, 2000.

[184] I. M. McAninch, G. R. Palmese, J. L. Lenhart, and J. J. La Scala, "DMA testing of epoxy resins: The importance of dimensions," *Polym. Eng. Sci.*, vol. 55, no. 12, pp. 2761–2774, Dec. 2015, doi: 10.1002/pen.24167.

[185] S. W. Ghori and G. S. Rao, "Mechanical and thermal properties of date palm/kenaf fiber-reinforced epoxy hybrid composites," *Polym. Compos.*, vol. 42, no. 5, pp. 2217–2224, May 2021, doi: 10.1002/pc.25971.

[186] R. A. Schapery, "Viscoelastic behavior and analysis of composite materials," *Mech. Compos. Mater.*, 1974.

[187] M. Hadid, "Etude viscoélastique d'un composite thermoplastique," PhD Thesis, 2005. Accessed: Aug. 20, 2024. [Online]. Available: http://repository.enp.edu.dz/jspui/handle/123456789/677

[188] R. J. Crawford and P. J. Martin, *Plastics engineering*. Butterworth-Heinemann, 2020.

[189] E. Riande, R. Diaz-Calleja, M. Prolongo, R. Masegosa, and C. Salom, *Polymer viscoelasticity: stress and strain in practice*. CRC Press, 1999.

[190] A. Iskakbayev, B. Teltayev, C. Oliviero Rossi, and G. Yensebayeva, "Determination of nonlinear creep parameters for hereditary materials," *Appl. Sci.*, vol. 8, no. 5, p. 760, 2018.

[191] W. Albouy, "De la contribution de la visco-élasto-plasticité au comportement en fatigue de composites à matrice thermoplastique et thermodurcissable," PhD Thesis, INSA de Rouen, 2013.
[192] C. Stochioiu, "Contribution à l'étude du comportement visco-élastoplastique d'un composite structural lin/époxy," PhD Thesis, Université Bourgogne Franche-Comté; Universitatea politehnica (Bucarest), 2020.
[193] B. Guerira, "CONTIBUTION DANS L'EXPOLRATION DES PHENOMENES VISCOELASTIQUES DES COMPOSITES THERMOPLASTIQUES," PhD Thesis, Université Mohamed Khider-Biskra, 2016.
[194] A. Roncin, "Etude de la modification des propriétés rhéologiques linéaires et non linéaires par ingénierie moléculaire: Vers le contrôle des propriétés adhésives de matériaux autocollants," PhD Thesis, Pau, 2011.
[195] W. N. Findley and G. Khosla, "Application of the superposition principle and theories of mechanical equation of state, strain, and time hardening to creep of plastics under changing loads," *J. Appl. Phys.*, vol. 26, no. 7, pp. 821–832, 1955.
[196] D. A. Dillard, M. R. Straight, and H. F. Brinson, "The nonlinear viscoelastic characterization of graphite/epoxy composites," *Polym. Eng. Sci.*, vol. 27, no. 2, pp. 116–123, Jan. 1987, doi: 10.1002/pen.760270204.
[197] G. Halsey, H. J. White, and H. Eyring, "Mechanical Properties of Textiles, I," *Text. Res. J.*, vol. 15, no. 9, pp. 295–311, Sep. 1945, doi: 10.1177/004051754501500901.
[198] P. Béguelin, "Approche expérimentale du comportement mécanique des polymères en sollicitation rapide," EPFL, 1996.
[199] R. A. Schapery, *A theory of non-linear thermoviscoelasticity based on irreversible thermodynamics*. American Society of Mechanical Engineers New York, NY, 1966.
[200] R. A. Schapery, *Further development of a thermodynamic constitutive theory: stress formulation*. Purdue University School of Aeronautics, Astronautics and Engineering Sciences, 1969.
[201] R. A. Schapery, "On the characterization of nonlinear viscoelastic materials," *Polym. Eng. Sci.*, vol. 9, no. 4, pp. 295–310, Jul. 1969, doi: 10.1002/pen.760090410.
[202] D. Touati and G. Cederbaum, "Stress Relaxation of Nonlinear Thermoviscoelastic Materials Predicted from Known Creep," *Mech. Time-Depend. Mater.*, vol. 1, no. 3, pp. 321–330, Sep. 1997, doi: 10.1023/a:1009759205294.
[203] A. H. Muliana and R. Haj-Ali, "A multi-scale framework for layered composites with thermo-rheologically complex behaviors," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 45, no. 10, pp. 2937–2963, 2008.
[204] A. Muliana, A. Nair, K. A. Khan, and S. Wagner, "Characterization of thermo-mechanical and long-term behaviors of multi-layered composite materials," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 66, no. 15, pp. 2907–2924, 2006.
[205] G. C. Papanicolaou, S. P. Zaoutsos, and A. H. Cardon, "Further development of a data reduction method for the nonlinear viscoelastic characterization of FRPs," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 30, no. 7, pp. 839–848, Jul. 1999, doi: 10.1016/S1359-835X(99)00004-4.
[206] R. M. Guedes, *Creep and fatigue in polymer matrix composites*. Woodhead publishing, 2019.
[207] L.-L. Gao, X. Chen, H. Gao, and S.-B. Zhang, "Description of nonlinear viscoelastic behavior and creep-rupture time of anisotropic conductive film," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 20, pp. 5115–5121, Jul. 2010, doi: 10.1016/j.msea.2010.05.002.
[208] K. Adolfsson and M. Enelund, "Fractional Derivative Viscoelasticity at Large Deformations," *Nonlinear Dyn.*, vol. 33, no. 3, pp. 301–321, Aug. 2003, doi: 10.1023/A:1026003130033.

[209] P. Saad, "Modélisation et identification du comportement non linéaire des cales en caoutchouc," These de doctorat, Ecully, Ecole centrale de Lyon, 2003.
[210] A. H. K. Long, "Analyse du comportement dynamique d'un élastomère: modélisation et identification," PhD Thesis, Ecole des Ponts ParisTech, 2005.
[211] K. P. Wilkie, C. S. Drapaca, and S. Sivaloganathan, "A nonlinear viscoelastic fractional derivative model of infant hydrocephalus," *Appl. Math. Comput.*, vol. 217, no. 21, pp. 8693–8704, Jul. 2011, doi: 10.1016/j.amc.2011.03.115.
[212] L. J. Zapas and J. M. Crissman, "Creep and recovery behaviour of ultra-high molecular weight polyethylene in the region of small uniaxial deformations," *Polymer*, vol. 25, no. 1, pp. 57–62, 1984.
[213] K. Giannadakis and J. Varna, "Analysis of nonlinear shear stress–strain response of unidirectional GF/EP composite," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 62, pp. 67–76, 2014.
[214] E. Marklund, J. Eitzenberger, and J. Varna, "Nonlinear viscoelastic viscoplastic material model including stiffness degradation for hemp/lignin composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 68, no. 9, pp. 2156–2162, 2008.
[215] C. Poilâne, Z. E. Cherif, F. Richard, A. Vivet, B. B. Doudou, and J. Chen, "Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material," *Compos. Struct.*, vol. 112, pp. 100–112, 2014.
[216] L.-O. Nordin and J. Varna, "Nonlinear viscoplastic and nonlinear viscoelastic material model for paper fiber composites in compression," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 37, no. 2, pp. 344–355, 2006.
[217] M. Abida, F. Gehring, J. Mars, A. Vivet, F. Dammak, and M. Haddar, "A viscoelastic–viscoplastic model with hygromechanical coupling for flax fibre reinforced polymer composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 189, p. 108018, 2020.
[218] P. Vialettes, "Simulation numérique et expérimentale du comportement mécanique des ballons pressurisés stratosphériques," These de doctorat, Toulouse, ENSAE, 2005.
[219] M. Hadid, Y. Saadallah, A. Debilou, B. Guerira, and A. Guerrah, "The creep of an elastoviscoplastic beam under a bending loading," *Mech. Time-Depend. Mater.*, vol. 18, no. 3, pp. 573–587, Aug. 2014, doi: 10.1007/s11043-014-9242-8.
[220] Y. SAADALLAH, "Modélisation du comportement élasto-viscoplastique d'un matériau composite sollicité en flexion par une technique d'homogénéisation," PhD Thesis, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER BISKRA, 2018.
[221] A. Pasricha, M. E. Turtle, and A. F. Emery, "Time-dependent response of IM7/5260 composites subjected to cyclic thermo-mechanical loading," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 56, no. 1, pp. 55–62, 1996.
[222] J. Lai and A. Bakker, "An integral constitutive equation for nonlinear plasto-viscoelastic behavior of high-density polyethylene," *Polym. Eng. Sci.*, vol. 35, no. 17, pp. 1339–1347, Sep. 1995, doi: 10.1002/pen.760351703.
[223] T. Djoudi, M. Hecini, D. Scida, Y. Djebloun, and B. Guerira, "Caractérisation physique et mécanique du bois et des fibres issus d'une palme mûre de palmier dattier," *Matér. Tech.*, vol. 106, no. 4, p. 403, 2018.
[224] R. Benzidane, Z. Sereir, M. L. Bennegadi, P. Doumalin, and C. Poilâne, "Morphology, static and fatigue behavior of a natural UD composite: The date palm petiole 'wood,'" *Compos. Struct.*, vol. 203, pp. 110–123, Nov. 2018, doi: 10.1016/j.compstruct.2018.06.122.
[225] W. Wang, M. Sain, and P. A. Cooper, "Study of moisture absorption in natural fiber plastic composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 66, no. 3, pp. 379–386, Mar. 2006, doi: 10.1016/j.compscitech.2005.07.027.

[226] D. Peretz and Y. Weitsman, "Nonlinear Viscoelastic Characterization of FM-73 Adhesive," *J. Rheol.*, vol. 26, no. 3, pp. 245–261, 1982.
[227] L.-O. Nordin and J. Varna, "Methodology for Parameter Identification in Nonlinear Viscoelastic Material Model," *Mech. Time-Depend. Mater.*, vol. 9, no. 4, pp. 57–78, Dec. 2005, doi: 10.1007/s11043-005-9000-z.
[228] M. Jafaripour and F. Taheri-Behrooz, "Creep behavior modeling of polymeric composites using Schapery model based on micro-macromechanical approaches," *Eur. J. Mech.-ASolids*, vol. 81, p. 103963, 2020.
[229] M. E. Tuttle and H. F. Brinson, "Accelerated Viscoelastic Characterization of T300/5208 Graphite-Epoxy Laminates, Virginia Polytechnic Institute and State University Report No," VPI-E-9, 1984.
[230] R. Mohan and D. F. Adams, "Nonlinear creep-recovery response of a polymer matrix and its composites," *Exp. Mech.*, vol. 25, no. 3, pp. 262–271, Sep. 1985, doi: 10.1007/BF02325096.
[231] L. A. Elseify, M. Midani, A. H. Hassanin, T. Hamouda, and R. Khiari, "Long textile fibres from the midrib of date palm: Physiochemical, morphological, and mechanical properties," *Ind. Crops Prod.*, vol. 151, p. 112466, Sep. 2020, doi: 10.1016/j.indcrop.2020.112466.
[232] A. Elouaer, "Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales," *PhD Univ. Reims Champagne-Ardenne*, 2011.
[233] A. Abdal-hay, N. P. G. Suardana, D. Y. Jung, K.-S. Choi, and J. K. Lim, "Effect of diameters and alkali treatment on the tensile properties of date palm fiber reinforced epoxy composites," *Int. J. Precis. Eng. Manuf.*, vol. 13, no. 7, pp. 1199–1206, Jul. 2012, doi: 10.1007/s12541-012-0159-3.
[234] N. Saba, O. Y. Alothman, Z. Almutairi, M. Jawaid, and W. Ghori, "Date palm reinforced epoxy composites: tensile, impact and morphological properties," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 8, no. 5, pp. 3959–3969, Sep. 2019, doi: 10.1016/j.jmrt.2019.07.004.
[235] M. Ali, "Epoxy–Date Palm Fiber Composites: Study on Manufacturing and Properties," *Int. J. Polym. Sci.*, vol. 2023, pp. 1–12, Jan. 2023, doi: 10.1155/2023/5670293.
[236] O. Becker, R. J. Varley, and G. P. Simon, "Thermal stability and water uptake of high performance epoxy layered silicate nanocomposites," *Eur. Polym. J.*, vol. 40, no. 1, pp. 187–195, Jan. 2004, doi: 10.1016/j.eurpolymj.2003.09.008.
[237] C. L. Soles, F. T. Chang, B. A. Bolan, H. A. Hristov, D. W. Gidley, and A. F. Yee, "Contributions of the nanovoid structure to the moisture absorption properties of epoxy resins," *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.*, vol. 36, no. 17, pp. 3035–3048, 1998, doi: 10.1002/(SICI)1099-0488(199812)36:17%3C3035::AID-POLB4%3E3.0.CO;2-Y.
[238] M. Ghofrani, A. Ashori, and R. Mehrabi, "Mechanical and acoustical properties of particleboards made with date palm branches and vermiculite," *Polym. Test.*, vol. 60, pp. 153–159, Jul. 2017, doi: 10.1016/j.polymertesting.2017.03.028.
[239] H. Alamri and I. M. Low, "Mechanical properties and water absorption behaviour of recycled cellulose fibre reinforced epoxy composites," *Polym. Test.*, vol. 31, no. 5, pp. 620–628, Aug. 2012, doi: 10.1016/j.polymertesting.2012.04.002.
[240] E. Mahdi, D. R. Hernández, and E. O. Eltai, "Effect of Water Absorption on the Mechanical Properties of Long Date Palm Leaf Fiber Reinforced Epoxy Composites," *J. Biobased Mater. Bioenergy*, vol. 9, no. 2, pp. 173–181, Apr. 2015, doi: 10.1166/jbmb.2015.1508.
[241] W. Marzouk, F. Bettaieb, R. Khiari, and H. Majdoub, "Composite materials based on low-density polyethylene loaded with date pits: Mechanical and thermal

characterizations," *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, vol. 30, no. 9, pp. 1200–1216, Sep. 2017, doi: 10.1177/0892705715618742.

[242] S. Tripathy, J. Dehury, and D. Mishra, "A Study On the effect of Surface treatment on the Physical and Mechanical properties of date-palm stem liber embedded epoxy composites," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 115, p. 012036, Feb. 2016, doi: 10.1088/1757-899X/115/1/012036.

[243] O. Y. Alothman, H. M. Shaikh, B. A. Alshammari, and M. Jawaid, "Structural, Morphological and Thermal Properties of Nano Filler Produced from Date Palm-Based Micro Fibers (Phoenix dactylifera L.)," *J. Polym. Environ.*, vol. 30, no. 2, pp. 622–630, Feb. 2022, doi: 10.1007/s10924-021-02224-0.

[244] A. Bezazi *et al.*, "Alkali Treatment Effect on Physicochemical and Tensile Properties of Date Palm Rachis Fibers," *J. Nat. Fibers*, vol. 19, no. 10, pp. 3770–3787, Oct. 2022, doi: 10.1080/15440478.2020.1848726.

[245] J. Naveen, M. Jawaid, E. S. Zainudin, M. T. H. Sultan, R. Yahaya, and M. S. Abdul Majid, "Thermal degradation and viscoelastic properties of Kevlar/Cocos nucifera sheath reinforced epoxy hybrid composites," *Compos. Struct.*, vol. 219, pp. 194–202, Jul. 2019, doi: 10.1016/j.compstruct.2019.03.079.

[246] N. Saba, O. Y. Alothman, Z. Almutairi, and M. Jawaid, "Magnesium hydroxide reinforced kenaf fibers/epoxy hybrid composites: Mechanical and thermomechanical properties," *Constr. Build. Mater.*, vol. 201, pp. 138–148, Mar. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.12.182.

[247] V. Mishra and A. Agrawal, "Eco-Friendly Epoxy-Based Composites," in *Epoxy Composites*, John Wiley & Sons, Ltd, 2021, pp. 97–123. doi: 10.1002/9783527824083.ch5.

[248] A. M. Poulose *et al.*, "Date palm biochar-polymer composites: An investigation of electrical, mechanical, thermal and rheological characteristics," *Sci. Total Environ.*, vol. 619–620, pp. 311–318, Apr. 2018, doi: 10.1016/j.scitotenv.2017.11.076.

[249] M. Jawaid, S. Awad, H. Fouad, M. Asim, N. Saba, and H. N. Dhakal, "Improvements in the thermal behaviour of date palm/bamboo fibres reinforced epoxy hybrid composites," *Compos. Struct.*, vol. 277, p. 114644, Dec. 2021, doi: 10.1016/j.compstruct.2021.114644.

[250] Y. Xu *et al.*, "Mechanical and thermal properties of a room temperature curing epoxy resin and related hemp fibers reinforced composites using a novel in-situ generated curing agent," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 203, pp. 293–301, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.matchemphys.2017.10.004.

[251] S. Sismanoglu, U. Tayfun, and Y. Kanbur, "Effect of alkali and silane surface treatments on the mechanical and physical behaviors of date palm seed-filled thermoplastic polyurethane eco-composites," *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, vol. 35, no. 4, pp. 487–502, Apr. 2022, doi: 10.1177/0892705719890904.

[252] E. P. Cordeiro, V. J. R. R. Pita, and B. G. Soares, "Epoxy–Fiber of Peach Palm Trees Composites: The Effect of Composition and Fiber Modification on Mechanical and Dynamic Mechanical Properties," *J. Polym. Environ.*, vol. 25, no. 3, pp. 913–924, Sep. 2017, doi: 10.1007/s10924-016-0841-0.

[253] K. A. Patankar, "Linear and Nonlinear Viscoelastic Characterization of Proton Exchange Membranes and Stress Modeling for Fuel Cell Applications," PhD Thesis, Virginia Tech, 2009.

[254] R. M. Haj-Ali and A. H. Muliana, "Numerical finite element formulation of the Schapery non-linear viscoelastic material model," *Int. J. Numer. Methods Eng.*, vol. 59, no. 1, pp. 25–45, Jan. 2004, doi: 10.1002/nme.861.

[255] J. Lai and A. Bakker, "3-D schapery representation for non-linear viscoelasticity and finite element implementation," *Comput. Mech.*, vol. 18, no. 3, pp. 182–191, Jul. 1996, doi: 10.1007/BF00369936.

[256] R. M. Haj-Ali and A. H. Muliana, "A multi-scale constitutive formulation for the nonlinear viscoelastic analysis of laminated composite materials and structures," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 41, no. 13, pp. 3461–3490, Jun. 2004, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2004.02.008.

[257] A. H. Muliana and R. M. Haj-Ali, "Nested nonlinear viscoelastic and micromechanical models for the analysis of pultruded composite materials and structures," *Mech. Mater.*, vol. 36, no. 11, pp. 1087–1110, Nov. 2004, doi: 10.1016/j.mechmat.2003.10.003.