

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي



جامعة وهران للعلوم و التكنولوجيا محمد بوضياف

THÈSE En vue de l'obtention du Diplôme de Doctorat

Présentée par : MERZOUG ABDERRAZEK

Intitulé

Analyse dynamique d'un panneau sandwich à base de fibres naturelles

Faculté	: Génie mécanique
Département	:Génie maritime
Domaine	:ST
Filière	:Génie maritime
Intitulé de la Formation	:Architecture et construction navale

Devant le Jury Composé de :

Membres de Jury	Grade	Qualité	Domiciliation
ADJLOUT Lahouari	Pr	Président	USTOMB
SEREIR Zouaoui	Pr	Encadrant	USTOMB
BOUHAMIDA Bachir	МСА	Co-Encadrant	USTOMB
AOUR Benaoumeur	Pr		ENPO
ERROUANE Lahouaria	MCA	Examinateurs	USTOMB
BOURADA Mohamed	МСА		UNIV-SBA

Année Universitaire : 2020/2021

Remerciements

Tout d'abord, je tiens à remercier en premier lieu, le bon Dieu, le tout puissant, de m'avoir donné autant de courage, de patience et de volonté pour atteindre ce but.

Je voudrais exprimer ma sincère gratitude à mes promoteurs, *Professeur SEREIR Zouaoui* et *Docteur BOUHAMIDA Bachir*, pour leur soutien continu dans mes études et recherches doctorales, pour leur patience, leur motivation, leurs conseils avisés et leur efficacité redoutable face aux problèmes rencontrés.

Je suis très reconnaissant au ministère de l'enseignement supérieur et la recherche scientifique Algérien et l'organisation d'Erasmus+ pour le financement d'une bourse de courte durée vers l'université technique d'Istanbul. De la même manière, je tiens à remercier mes Professeures turques pour leur contribution dans mes travaux chaleureusement, professeur *KILIC Ali* et *CANDAN Zeki* de l'université technique d'Istanbul et l'université d'Istanbul.

Je remercie particulièrement le directeur de laboratoire de la mécanique appliquée de l'université 8 mai 1945 Guelma Professeur *BEZAZI Abderrazek* et le Professeur *BOUTCHICHA Djilali* de l'université de science et de la technologie USTO Oran pour leur aide apportée à la partie expérimentale.

Je remercie vivement Prof Lahouari ADJLOUT, Prof AOUR BENAOUMEUR, Dr Mohamed BOURADA, Dr Lahouaria ERROUANE, pour avoir accepté d'être les jurys de ce travail.

Je souhaiterais remercier mes collègues de laboratoire LSCMI, TEMAG *lab*, mes enseignants de l'*Université USTO-Oran* et D*r Boumediri Haithem* de l'Université 8 mai 1945 que j'ai eu la chance de côtoyer pendant ces quatre ans.

Enfin, Je profite de cette occasion pour ré-exprimer toute mon affection et ma gratitude à mes parents et à ma famille pour leur exemple et leur soutien inconditionnel.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail en signe de respect et de reconnaissance à toute ma famille, mes amis et mes proches ;

Merzoug Abderrazek

Publications et Communications

En plus de ce mémoire de thèse, ces travaux ont conduit aux publications et communications suivantes

:

- A. MERZOUG, B. BOUHAMIDA, Z. SEREIR, A. KILIC, Z. CANDAN, "Physical, thermal and thermomechanical investigation on novel bio-mass wood waste (petiole date palm) as a core of sandwich panels," (*submitted to Green Materials journal*).
- A. MERZOUG, B. BOUHAMIDA, Z. SEREIR, A. BEZAZI, A. KILIC, Z. CANDAN "Morphological, thermal properties of petiole date palm fibers and its dynamic mechanical properties as a reinforcement of polymer composites," *Book of proceeding*, International fiber and polymer research symposium, ISBN-978-605-9332-05-7, pp. 93-98, 2020.
- A. MERZOUG, B. BOUHAMIDA, Z. SEREIR, A. BEZAZI, A. KILIC, Z. CANDAN "Quasi-static and dynamic mechanical thermal performance of date palm / glass fiber hybrid composites," J. Ind. Text., pp. 1–23, 2020.
- A. MERZOUG, Y. AKGUL, B. BOUHAMIDA, Z. SEREIR and A. KILIC, "Sliding wear properties of palm/glass fiber hybrid reinforced vinylester resin," In Advances in Materials, Mechanics and Manufacturing, *Springer Cham*, pp. 103-114, 2020.
- A.MERZOUG, Y.AKGUL, B. BOUHAMIDA, Z. SEREIR, A. KILIC, "Sliding Wear Properties Of Palm/Glass fiber Hybrid Reinforced Vinylester Resin, " The international conference on Advanced Materials, Mechanics and Manufacturing "a3m 2018", Hammemt, Tunisia.
- A. MERZOUG, Z. SEREIR, B. BACHIR, R. BENZIDANE, A. BEZZAZI, "Effet des traitements chimique sur le comportement physico-mécanique des fibres de petiole des palmiers dattier," 1^{ères} Journées Nationales sur les Structures et les Matériaux Nano-Composites (JNSMNC2017), Sidi bel abbes, Algerie
- A. MERZOUG, Z. SEREIR, B. BACHIR, "Analyse dynamique d'un panneau sandwich à base des fibres naturelles," Students symposium on engineering application of mechanics. 19-20 Avril 2017, Mascara Algérie.
- A. MERZOUG, Z. SEREIR, B. BACHIR, R. BENZIDANE, "L'effet d'environnement sur le comportement physico-mecanique du bois de palmier dattier," Conférence Internationale sur les Matériaux Polymères et leurs Composites (CIMPC'17), Tlemcen 2017, Algeria.

ملخص

يقدم العمل الحالي در اسة تجريبية للخصائص الحرارية والميكانيكية للمركبات الهجينة من ألياف نخيل التمر / (PDPF) , الألياف الزجاجية (GF) كراتنج تقوية وراتنج فينيلستر (VE) . من أجل تحسين الالتصاق بالألياف / المصفوفة ، تمت معالجة PDPF القلوي بمحلول هيدروكسيد الصوديوم بنسبة 5٪ لمدة 24 ساعة -72 ساعة. كشفت التحاليل MES و ATR-FTIR أن المعالجة لمدة 48 ساعة لمدة 48 ساعة لحروكسيد الصوديوم بنسبة 5٪ لمدة 24 ساعة -27 ساعة. كشفت التحاليل MES و ATR-FTIR أن المعالجة لمدة 48 ساعة لحروكسيد الصوديوم بنسبة 5٪ لمدة 24 ساعة -27 ساعة. كشفت التحاليل MES و MAR-FTIR أن المعالجة لمدة 48 ساعة لـ PDFP بنسبة 5٪ لمدة 24 ساعة ليف خشن. تم استخدام نظام قولبة نقل الراتينج بمساعدة الفراغ (VARTM) لابتتاج مركبات هجينة (OGF 300 / PDPF) محالات الي سطح ألياف خشن. تم استخدام نظام قولبة نقل الراتينج بمساعدة الفراغ (VARTM) لابتتاج مركبات هجينة (ODPF / 30GF 000 / 20GF) المعالج على شكل حصيرة غير منسوجة وتوضع بين تصميمات بنسبة الوزن الإجمالي للألياف بنسبة 30 ٪. كما تم ترتيب PDPF المعالج على شكل حصيرة غير منسوجة وتوضع بين تصميمات ألوزني (LGA) لتقليل الحراري الميكانيكي الديناميكي للشد والانتثاء والديناميكية (DMTA) والقياس الحراري الميراري الميكانيكي الديناميكي للشد والانتثاء والديناميكية (DMTA) والقياس الحراري الوزني (TGA) والقياس الحراري الميكانيكي الديناميكي للشد والانتثاء والديناميكية (DMTA) والقياس الحراري الوزني (LGA) و 20. الحواري الميكانيكي الديناميكي للشد والانتثاء والديناميكية (DMTA) و 20. جراري إلى زيادة الثبا و 20. الوزني (TGA) و 20. الوزني (TGA) والقياس الحراري باسكال ، على التوالي) بالقراري المركبات الهجينة. أظهر مركب PDPF والالتناء والانتثاء والديناميكية (ولايتئاء والديناميكي والاي مقارني والوزني والورني الزوبي من تلك المذكورة في الأدبيات. أدى التهجين بنسبة 20. بالوزن من الألياف الزجاجية إلى زيادة الثبات الحراري وتعزيز قوة الشد والانثناء بنسبة 20. الادبيات. أدى التهجين بنسبة 20. بالوزن من الألياف الزجاجية إلى زيادة الثبات والوري مقارنة بمركب 20. مال الحراري وتعزيز قوة الشد والانثناء بنسبة 20. الادبيات. أدى التهجين بنسبة 20. بالوزن من الألياف الزجاجية إلى زيادة المركباك والحم يال الحراري وتعزيز قوة الشد والانثناء بنسبة 20. الادبيات. أدى التهجين مقا

الكلمات المفتاحية : ألياف نخيل التمر ، مركبات هجينة ، تحليل حراري ميكانيكي ديناميكي

Abstract

This work reports an experimental study of the thermal and mechanical properties of hybrid composites based on Petiole Dattier Fiber (PDPF) / glass Fiber (GF) as reinforcement and vinyl ester resin (VE). In order to improve the Fiber / Matrix adhesion, the PDPFs were treated with a 5% NaOH solution for 24 hours, 48 hours and 72 hours. SEM, ATR-FTIR and TGA analysis revealed that the 48 hour treatment of PDFP with 5% NaOH resulted in a rough fiber surface and improved its thermal stability. The Vacuum Assisted Resin Transfer Molding (VARTM) system has been used to produce hybrid composites (30PDPF / 0GF, 20PDPF / 10GF, 10PDPF / 20GF and 0PDPF / 30GF), where the total fiber weight ratio has been maintained at 30%. The treated PDPFs were arranged as a non-woven mat sandwiched between two layers of glass fabric. Mechanical thermal analysis in tension, bending, dynamic (DMTA) and thermogravimetric (TGA) were carried out to evaluate the performance of hybrid composites. The pure PDPF composite showed good flexural strength and modulus (60 MPa and 3.87 GPa, respectively) close to those in the literature. Hybridization of 20% to glass fibers resulted in an increase in thermal stability and also an improvement in tensile and flexural strength of 71.72% and 74.51% respectively compared to the pure PDPF composite. The incorporation of 10% of PDPF led to an increase in the damping factor which is 0.2 for the glass / VE composite and 0.54 for the 10PDPF / 20GF hybrid. Therefore, it is possible that PDPF-based composites can be used as secondary structures, internal automobile parts and boat components.

Keywords: Petiole date palm fiber, Hybrid composites, Dynamic mechanical thermal analysis

Résumé

Le présent travail rapporte une étude expérimentale des propriétés thermiques et mécaniques des composites hybrides à partir de Petiole Dattier Fibre (PDPF) / Fibre de verre (GF) comme renfort et résine vinylester (VE). Afin d'améliorer l'adhérence Fibre/Matrice, les PDPF ont été traités alcali avec une solution de NaOH à 5% pendant 24h-72h. L'analyse SEM, ATR-FTIR et ATG a révélé que le traitement de 48 heures de PDFP avec 5% de NaOH a conduit à une surface de fibre rugueuse et une amélioration de leur stabilité thermiques. Le système de moulage par transfert de résine assisté sous vide (VARTM) a été utilisé pour produire des composites hybrides (30PDPF / 0GF, 20PDPF / 10GF, 10PDPF / 20GF et 0PDPF / 30GF) où le rapport de poids total de fibre a été maintenu à 30%. Les PDPF traités ont été disposés comme un tapis non tissé intercalé entre deux couches de tissu de verre. Des analyses thermiques mécaniques en traction, flexion, dynamique (DMTA) et thermogravimétrique (TGA) ont été réalisées pour évaluer les performances des composites hybrides. Le composite pur PDPF a montré une bonne résistance à la flexion et un bon module (60 MPa et 3,87 GPa, respectivement) proches de ceux de la littérature. L'hybridation de 20% en fibres de verre a entraîné une augmentation de la stabilité thermique et aussi une amélioration de la résistance à la traction et à la flexion de 71,72% et 74,51% respectivement par rapport au composite pur PDPF. L'incorporation de 10% de PDPF a conduit à une augmentation du facteur d'amortissement qui est de 0.2 pour le composite verre /VE et de 0.54 pour l'hybride 10PDPF/20GF. Donc, il est possible que les composites à base de PDPF peuvent être utilisés comme structures secondaires, pièces automobiles internes et composants de bateaux.

Mots clés: Fibres de palmier dattier pétiole, Composites hybrides, Analyse thermique mécanique dynamique.

TABLE DE MATIERE

Remerciements	i
Dédicace	ii
Résumé	iv
Table de matière	vii
Liste des figures	xi
Liste des tableaux	xvii
Liste des abréviations et symboles	XX
Introduction générale	1

CHAPITRE I: REVUE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LES STRUCTURES SANDWICH EN BIO-MASS.

I.1 Introduction	5
I.2 Matériaux composites	5
I.2.1 Différents types de fibres ligno-cellulosiques	6
I.2.2 Structure et composition chimique	8
I.2.2.1 Composition chimique des fibres végétales	9
I.2.3 Performances des fibres végétales	13
I.2.3.1 Résistance mécanique	13
I.2.3.2 Teneur thermique	14
I.2.3.3 Hygroscopie	14
I.2.4 Matériaux composites hybrides	15
I.2.5 Procédé de la production des composites thermodurcissables	15
I.2.5.1 Moulage au contact	16

	I.2.5.2 Moulage par compression	16
	I.2.5.3 Moulage par transfère de résine (RTM)	17
	I.3 Structure sandwich et leurs constituants	18
	I.3.1 Les âmes	19
	I.3.2 Les peaux	21
	I.4 Comportement mécanique des matériaux sandwichs en composite	21
	I.4.1 Les constituants	21
	I.4.1.1 Caractérisation des composite en statique	21
	I.4.1.2 Comportement dynamique-thermique-mécanique (DMTA)	23
	I.4.1.3 Comportement en vibration	24
	I.4.2 Structure sandwich entier	27
	I.4.2.1 Comportement en statique	27
	I.4.2.1 Comportement vibratoire	28
	I.5 Conclusion	28
CHAPITRE II	EXTRACTION ET CARACTERISATION DE FIBRES DE PALMIER DATTIER	
	II.1 Introduction	38
	II.2 Palmier dattier	38
	II.2.1 Distribution géographique du palmier dattier	39
	II.2.2 Description botanique de palmier dattier	43
	II.2.3 Industries associées au palmier dattier	45
	II.3 Extraction des fibres	46
	II.3.1 Procédé mécanique	46
	II.3.1.1 Extraction par teillage	46
	II.3.1.2 Extraction par flexion	47
	II.3.1.3 Extraction par laminage	48

	II.3.1.4 Extraction par explosion à la vapeur	49
	II.3.2 Procédé chimique	50
	II.3.2.1 Procédé au bisulfite	50
	II.3.2.2 Procédé au sulfate neutre de sodium	51
	II.3.3 Procédé à la soude	51
	II.3.3.1 Procédé Kraft	51
	II.3.3.2 Procédé par acétylation	52
	II.4 Matériaux et méthodes	52
	II.4.1 Matériaux	52
	II.4.2 Méthodes	53
	II.4.2.1 Analyse de morphologie par microscope à balayage (MEB)	53
	II.4.2.2 Spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier (FTIR)	54
	II.4.2.3 Thermogravimétrique analyse (ATG/DTG)	55
	II.5 Résultats et discussions	56
	II.5.1 Modification de la surface	56
	II.5.2 FTIR spectroscopie	57
	II.5.3 Thermogravimétrique	58
	II.6 Conclusion	60
CHAPITRE III	ELABORATION ET CARACTERISATION DES CONSTITUANTS SANDWICHES	
	III.1 Introduction	66
	III.2 Matériaux et méthodes	67
	III.2.1 Matériaux utilisés	67
	III.2.1.1 Fibre de pétiole de palmier dattier (PDPF)	67
	III.2.1.2 Fibre de Verre	67
	III.2.1.3 La matrice	68

III.2.1.4 Préparation des âmes en BPPD	68
III.2.2 Procédé de mise en ouvre du composite	69
III.2.3 Caractérisation des constituants (Peaux/Ame)	72
III.2.3.1 Peaux	72
III.2.3.1.1 Essais de traction et flexion	72
III.2.3.1.2 Analyse thermogravimétrique	74
III.2.3.1.3 Analyse mécanique dynamique (DMA)	74
III.2.3.1.4 Vibration par FRF	74
III.2.3.1.5 Test d'usure	75
III.2.3.1.6 Surface morphologies of composites	76
III.2.3.2 Ame	76
III.2.3.2.1 MEB	76
III.2.3.2.2 FTIR	76
III.2.3.2.3 ATG/DTG	77
III.2.3.2.4 Taux d'humidité	77
III.2.3.2.5 Absorbation d'eau	78
III.2.3.2.6 Analyse mécanique dynamique (DMA)	78
III.3 Résultats et discussions	79
III.3.1 Peaux	79
III.3.1.1 Caractérisation mécanique en quasi-statique	79
III.3.1.1.1 Traction	79
III.3.1.1.2 Flexion	82
III.3.1.2 Caractérisation thermique	85
III.3.1.2.1 Analyse thermogravimétrique (ATG/DTG)	85
III.3.1.2.2 Analyse mécanique dynamique (DMA)	87
III.3.1.3 Vibration FRF	92
III.3.1.3.1 Expérimentale	92

	III.3.1.3.2 Elément finis (Numérique ANSYS)	95
	III.3.1.4 Caractérisation tribologique (Usure)	96
	III.3.1.5 Morphologies de surface des composites	98
	III.3.2 Ames	103
	III.3.2.1 Analyse morphologique	103
	III.3.2.2 Fourier transfert par infrarouge spectroscopie (FTIR)	105
	III.3.2.3 Taux d'humidité	105
	III.3.2.4 Absorbation d'eau	106
	III.3.2.5 Thermogravimétrie (TGA)	107
	III.3.2.6 Analyse mécanique dynamique	108
	III.3.2.7 Vibration FRF	110
	III.4 Conclusion	112
CHAPITRE IV	CARACTERISATION MECANIQUE ET VIBRATOIRE DES POUTRES SANDWICHS	
	IV.1 Introduction	118
	IV.2 Matériaux	118
	IV.3 Résistance à la flexion	120
	IV.3.1 Flexion trois points	123
	IV.3.2 Modes d'endommagements sous flexion trois points	127
	IV.4 Analyse modale	130
	IV.5 Modélisation et simulation par élément finis	135
	IV.6 Conclusion	141
Conclusion généra	ale et perspectives	144

LISTE DES FIGURES

Chapitre I

Figure I 1:	Composants principaux du matériau composite	5
E:	Structures géométriques des composites:	C
Figure 1 2 :	(a) fibres longues, (b) fibres courtes, (c) particules	0
Figure I 3 :	Différents types de fibres végétales	7
Eigung I.A.	Images des plantes naturelles et leurs fibres, a. Bambou, b. Agave, c.	7
Figure 14 :	Lin, d. Chanvre	1
Figure I 5 :	Distribution globale des fibres végétales dans le monde	8
Figure I 6 :	Modèle de la paroi cellulaire	9
Figure I 7 :	Structure d'une fibre lignocellulosiques	10
Figure I 8 :	Structure chimique de la cellulose	10
Figure I 9 :	Principaux glucides constituant les hémicelluloses	11
Figure I 10 :	Motifs élémentaires de la lignine	12
Figure I 11 :	Structure de la pectine	12
Figure I 12 :	Diagramme de choix des matériaux à fibres naturelles	13
Figure I 13 :	Méthode de moulage au contact	16
Figure I 14 :	Méthode de moulage par compression	17
Figure I 15 :	Méthode de moulage par transfère de résine	18
Figure I 16:	Schématisation de la structure sandwich, b. panneaux sandwich	18
Figure I 17:	Coût-performance des différentes structures sandwiches	19
Figure I 18 :	Mousse en PVC b. MEB images de mousse en PVC	20
Figure I 19 :	a. Bois de balsa, b. MEB de structure de balsa	20
Figure I 20 :	Nid d'abeilles en aluminium	21
Figure I 21 :	Nid d'abeilles en polypropylène	21
Figure I 22 :	Diapositives des échantillons sous sollicitation, a. flexion, b. traction .	22
Figure I 23 :	Echantillons sous sollicitation, a. Cisaillement, b. Compression	23
E: 104	DMTA courbes, Verte : module de stockage, Bleu : module de perte,	24
Figure I 24:	Noire : coefficient de perte	24
	Configuration (encastré-libre) des matériaux composite stratifie en	25
Figure I 25:	vibration	25

Figure I 26:	Illustration de la méthode de la bande passante –3dB	26
Figure I 27:	Description de la méthode de cercle de Nyquist	26
Chapitre II		
Figure II 1:	Arbres de palmier dattier	39
Eigung II 2.	Propagation de la culture du palmier dattier dans l'ancien continent.	20
Figure II 2 :	Carte publiée in Munier (1973)	39
Figure II 3 :	Zones préférées du palmier dattier	40
Figure II 4 :	Présentation géographique de la région Biskra	42
Figure II 5 :	Schématisation de la morphologie d'arbre de palmier dattier	43
Figure II 6 :	Tronc recouvert par des vieilles feuilles (Pétiole)	44
Figure II 7 :	Schématisation du Palm et leur composition	44
Figure II 8 :	Déchets de palmier dattier non exploitable	45
Figure II 9 :	Schéma de la méthode de teillage, produit et coproduits issu du teillage (tige de lin)	47
Figure II 10 :	Machine à ficelle pour l'extraction des fibres naturelles	48
Figure II 11 :	Extraction des fibres par laminage	48
Figure II 12 :	Pilote d'explosion à la vapeur a été développé par Gembloux Agro-Bio Tech	50
Figure II 13 :	Extraction chimique des fibres naturelles	50
Figure II 14 :	Formulation chimique de la réaction de NaOH sur Fibre végétale	51
-	Etapes d'extraction de fibre de palmier dattier, a. sèchement du	
Figure II 15 :	bois, b. Découpage sur le long, c. Imprégnation dans l'eau, d.	53
	PDPF fibres	
	Traitement alcalin des fibres, a. PDPF, b, Imprégnation dans 5%	
Figure II 16:	de NaOH, c. Sèchement des fibres dans le four à 50°C	53
Figure II 17:	Microscope Electronique à balayage (MEB) Tescan Vega3	54
Figure II 18 :	Machine Fourier transfert spectroscopie d'infrarouge (FTIR)	55
Figure II 19 :	Machine Mettler Toledo TGA / DSC 3+	55
Figure II 20 :	MEB images de PDPF non-traité et traités pour différente température, a. non-traité, b. 24h, c. 48h et d. 72h	57
Figure II 21 :	FTIR spectroscopies de PDP fibres traités et non-traité	58
Figure II 22 :	TGA et DTG masse perdue en fonction de température de PDPF non-	59

	traité	
	Comparaison de masse perdue en fonction de température de PDPF	~~~
Figure II 23 :	traités/non-traité (TGA et DTG graphes)	60
Chapitre III		
	Préparation de renfort naturels PDPF, a. tissu en mat de PDPF, b.	
Figure III 1:	sechement de la fibre à une température de 50°C durant 5h, c. plie	67
	PDPF en mat de 600 g/m ²)	
Figure III 2 :	Tissu roving de fibre de verre 49g/m ²	68
Figure III 3 :	Préparation des spécimens en BPPD	69
Figure III 4 :	Schématisation du procédé utilisé pour la fabrication des composites hybrides	71
	Images réelles descriptives du procédé VRTM, a. mettre les fibres	
Figure III 5 .	configurées sur un film polyuréthane, b. emplacement de peler et tissu	71
Figure III 5 :	d'arrachage, c. vérification du fonctionnement de la bague, d. injection	/1
	de la résine dans bague	
Figure III 6 :	Schématisation des spécimens de traction (ASTM D3039)	72
Figure III 7 :	Spécimens de traction	72
Figure III 8 :	Schématisation des spécimens de flexion (ASTM D790)	73
Figure III 9 :	Spécimens de flexion	73
Figure III 10 :	Image représentative de la machine Shimadzu 100 KN	74
Figure III 11.	Réalisation des essais de vibration, a. Echantillons, b. emplacement	75
Figure III II ?	d'échantillons en mode encastrement-libre	15
Figure III 12 :	Machine UTS tribometer	76
	Evaluation du taux d'humidité de BPPD, a. spécimens en cube de	
Figure III 13 :	20x20x20 m3, b. pesés de BPPD dans une balance digitale, c.	77
	sèchement du BPPD dans un four à 102°C	
Figure III 14:	Evaluation d'absorbation d'eau du BPPD	78
Eigung III 15.	Echantillons BPPD normalisés avec différentes directions des fibres	70
Figure III 15:	pour l'essai DMA	79
	Courbes contrainte-déformation en traction des composites hybrides, a.	
Figure III 16 :	30PDPF/0GF, b. 20PDPF/10GF, c. 10PDPF/20GF, d. 0PDPF/30GF	80
Figure III 17 :	Comparaison de courbe typique contrainte/déformation en traction	81

Figure III 18 :	Diagramme de barre des propriétés moyennes des composites hybrides en traction	81
Figure III 19 :	Courbes contrainte-déformation à la flexion des composites hybrides, a. 30PDPF/0GF, b. 20PDPF/10GF, c. 10PDPF/20GF, d. 0PDPF/30GF	83
Figure III 20 :	Comparaison de courbe typique contrainte/déformation en flexion	84
Figure III 21 :	Diagramme de barre des propriétés moyennes des composites hybrides en traction	84
Figure III 22:	ATG/DTG courbe des composites hybrides	86
Figure III 23:	Module de stockage des composites hybrides	88
Figure III 24 :	Module de perte des composites hybrides	89
Figure III 25:	Facteur de perte des composites hybrides	90
Figure III 26 :	Cole-Cole diagramme	91
	Exemple de fonction de réponse en fréquence de composite hybride	
Figure III 27 :	30PDPF/0GF (3ème fréquences), encastré-libre, excitée par un marteau	93
	d'impact	
Figure III 28	Evaluation des fréquences propres et le module de Young des hybrides réalisés (a et b, respectivement).	94
Figure III 29	a. Elément 3D solide 20 nœuds 186, b. Maillage de la poutre	95
Figure III 30	Présentation des trois premières fréquences (avec leurs modes) par la méthode des éléments finis (Ansys)	95
Figure III 31	Taux d'usure spécifique des composites hybrides soumis à un chargement de 20 N	97
Figure III 32	Effet de chargement sur le taux d'usures spécifique des composites hybrides	98
	Images microscopique (MEB) des composites hybrides après	
Figure III 33	fabrication, a.30PDPF/0GF, b.20PDPF/10GF, c. 10PDPF/20GF, d.	99
	0PDPF/30GF	
	Images microscopique (MEB) des composites hybrides après l'essai de	
Figure III 34	traction, a.30PDPF/0GF, b.20PDPF/10GF, c. 10PDPF/20GF, d.	10
	0PDPF/30GF	
	Images MEB de la surface usée des composites hybrides sous	
Figure III 35	chargement 20N, a.30PDPF/0GF, b.20PDPF/10GF, c. 10PDPF/20GF, d. 0PDPF/30GF	102

	Images MEB de la surface usée des composites hybrides sous	
Figure III 36	chargement 40N, a.30PDPF/0GF, b.20PDPF/10GF, c. 10PDPF/20GF,	103
	d. 0PDPF/30GF	
E. 111.27	Images MEB de BPPD nord et sud dans les directions des deux fibres,	104
Figure III 37	a. BPPD nord <i>Oy</i> , b. BPPD sud <i>Oy</i> , c. BPPD nord <i>Ox</i> , d. BPPD sud <i>Ox</i>	104
Figure III 38	FTIR spectroscopies de BPPD (nord et sud)	105
Figure III 39	Taux d'humidité graphe du BPPD (nord et sud)	106
Figure III 40	Diagramme de barre présente l'absorbation d'eau du BPPD (nord et sud)	107
Figure III 41	TGA/DTG graphes du BPPD (nord et sud)	108
Figure III 42	Module de stockage du BPPD nord et sud suivant les deux directions (Ox et Oy)	109
Figure III 43	Facteur de perte du BPPD nord et sud suivant les deux directions (Ox et Oy)	110
	Courbe de fonction de réponse en fréquence du bois de palmier dattier	
Figure III 44	sud : Ox direction des fibres, épaisseur 5mm, 2èmes fréquences,	111
	encastré-libre et excitée par marteau d'impact	
Figure III 45	Effet d'épaisseur sur les deux premières fréquences propres du BPPD.	111
Figure III 46	Module de Young évaluation, b. Amortissement en 1er mode	112
Chapitre IV		
Figure IV 1:	Le procédé de la fabrication des poutres sandwiche	120
Figure IV 2 :	Schématisation d'éprouvettes normalisé ASTM C393	121
Figure IV 3 :	Disposition des éprouvettes sous chargement flexion 3 points	122
Figure IV 4 :	Force en fonction de la flèche sous chargement d'une flexion 3 points	124
Figure IV 5 ·	Contrainte d'interface (peau/âme) et contrainte de cisaillement de	124
1 18410 11 5 .	l'âme par rapport au déplacement	121
Figure IV 6 :	a. Les contraintes ultimes des âmes en cisaillement, b. Les contraintes	126
1.000011.01	d'interface	120
Figure IV 7 :	Evaluation d'épaisseur d'âme sur la résistance des poutres sandwiches.	127
Figure IV 8 :	Modes de ruptures concurrentes des poutres sandwiches soumises à une flexion en trois points	128
Figure IV 9 :	Modes d'endommagement des éprouvettes à la flexion d'épaisseur de l'âme 10 mm, a. 30PDPF/00GF, b. 20PDPF/10GF, c.10PDPF/20GF, d.	129

0PDPF/30GF	•••••
------------	-------

Eigung W 10.	Modes d'endommagement des éprouvettes à la flexion 10PDPF/20GF		
Figure IV 10 :	et de différente épaisseur d'âme (5 mm et 15 mm)	150	
Figure W 11.	Positionnement des points d'impact et points de mesure. a.	121	
Figure IV II .	schématisation de la configuration, b. disposition des poutres	151	
Figure W 12.	Chaine de base pour les mesures des fréquences propres de la poutre	122	
rigure IV 12.	sandwiches	132	
Figure W 12.	Courbe typique de la réponse modale (fréquence/Amplitude) de la	122	
rigure IV 15.	poutre sandwich élaborées	155	
Figure W 14.	Comparaison de la réponse modale des quatre groupes sandwiche. a.	134	
rigure IV 14.	amplitude [g/N], b. amplitude [Log]	134	
Figure IV 15.	Modélisation des poutres sandwiche, a. élément utilisé, b. âme, c.	126	
rigure IV 15.	adhésif, d. poutre sandwiche, e. Agrandissement du maillage	150	
Figure IV 16.	Exemple sur la flèche et la contrainte Von mises de la poutre	138	
rigure IV 10.	sandwiche CG02A10	130	
Figure IV 17 ·	Validation numérique (par Ansys) de la flexion des poutres	138	
rigure IV 17.	sandwiches		
Figure IV 18 .	Diagramme en colonne des résultats expérimentaux et numériques.	120	
1 igure 1v 10.	a. CG01A10, b. CG02A10, c. CG03A10	139	
Figure IV 19 :	Comparaison de l'expérimentale et le numérique des modes propres.	141	

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre	I
1	

Tableau I. 1 :	Composition chimique des fibres végétales (% en poids)			
	Présente les propriétés physique et mécanique des fibres naturelles			
Tableau I. 2 :	généralement utilisées pour le renforcement des matrices	14		
	polymérique			
Tableau I. 3 :	Modes d'endommagements des poutres sandwichs	27		
Chapitre II				
Tableau II. 1	Dix principaux producteurs des dattes (FAO 2002)	41		
Tableau II. 2	Potentiel Phoenicicole Algérien	42		
Chapitre III				
Tableau III.1	Configuration de composites hybrides élaborés	69		
Tableau III.2	Propriétés élémentaire des constituants	70		
Tableau III.3	Dimensions des échantillons testés	75		
Table and III 4	Propriétés moyennes (résistance, module de Young et déformation)	Q1		
Tableau III.4	en traction des composites hybrides élaborés	81		
T 11 HI 5	Propriétés moyennes (résistance, module de Young et déformation)	05		
Tableau III.5	en traction des composites hybrides élaborés	85		
Tableau III. 6	ATG tests évaluation des composites hybrides (PDPF/FV)	86		
Tableau III 7	Module de stockage des hybrides à quatre différentes températures	00		
Tableau III./	(30, 50, 100 et 150°C)	00		
	Pics de température maximale de la courbe de tan δ et T _g de la	00		
Tableau III.8	courbe de tan δ et de la courbe E''	90		
Tableau III 0	Comparaison des fréquences propres des composites hybrides	06		
Tableau III.9	(analytique, numérique et expérimentale)	90		
Table and III 10	Pics maximal de la courbe de tan δ et T _g de la courbe de tan δ et de	110		
1 abieau 111.10	la courbe E''	110		
Tablaay III 11	Comparaison des deux premières fréquences du BDPD numériques	110		
1 avieuu 111.1 l	xpérimentaux			

Chapitre IV

Tableau IV.1	Configuration des poutres sandwiche élaborées	119
Tableau IV.2	Les dimensions et les poids des constituants	121
Tableau IV.3	Identification des équipements de vibration.	132
Tableau IV.4	Fréquences propres des poutres sandwiches élaboré	133
Tablaan W 5	Amortissement des deux poutres sandwiches CG03A10 et	133
Tubleau IV.S	CG04A10	155
Tableau IV. 6	Propriétés des constituants introduits sur ANSYS	137

LISTE DES ABREVIATIONS ET SYMBOLES

Chapitre I

S1, S2 et S3	Les parois secondaires
AMF	Orientation des micro-fibrilles
FRP	Plastic renforcé de fibre
RTM	Moulage par transfert de résine
PVC	Polychlorure de vinyle
DMTA	Analyse dynamique-thermique-mécanique
T_g	Température vitreuse
ζn	Amortissement (n)
Δf	Largeur de bande
fn	Fréquences propres (n)
ωi	Fréquences propres angulaire (i)
(EI)eq	La rigidité en flexion équivalente
t_p	Epaisseur de peau
E_f	Module d'élasticité de peau
a	Epaisseur d'âme
E_a	Module de Young de l'âme
b	Largeur de la poutre sandwich
d	Epaisseur de la poutre sandwich

Chapitre II

NaOH	Hydroxyde de sodium
PDPF	Pétiole de palmier dattier
MEB	Microscope à balayage
FTIR	Infrarouge par transformée de Fourier
ATG	Thermogravimétrique analyse

Chapitre III

FRF	Fonction de réponse fréquentielle
BPPD	Bois de pétiole palmier dattier
MEK-P	Peroxyde de méthyléthylcétone
V	Le volume

TH	Taux d'humidité
\mathbf{M}_{t}	Masse humide
M_0	Masse sèche
WA	Absorption d'eau
Pt	Poids du spécimen mouillé
Pi	Poids du spécimen séché
E'	Module de stockage
E''	Module de perte
tan δ	Facteur de perte
E1	Module de Young longitudinale
Fn	Fréquences naturelles (n)
Н	L'épaisseur des échantillons en m
l	La longueur en m
ρ	La densité de la poutre
Cn	Coefficient d'approche
WR	Taux d'usure
SWR	Taux d'usure spécifique
Fn	Force appliqué
Δm	Le poids de perte enregistré pendant l'essai (g)
L	La distance de glissement parcourue (m).

Chapitre IV

F_s^{ult}	La contrainte ultime de l'âme en cisaillement
Fmax	La force maximale
d	Epaisseurs des peaux
c	L'épaisseur d'âme
b	La largeur de la poutre sandwich
S	La longueur entre les appuis
t	L'épaisseur globale de la poutre sandwiche
σ	La contrainte d'interface

Introduction générale

Le développement des technologies industrielles modernes requis l'utilisation des matériaux a des propriétés mécaniques spécifiques élevées à leur emploi de faible densité. A cause de leur grande résistance, rigidité importante, légèreté et de leur excellente durabilité, les structures sandwich sont utilisées de plus en plus dans nombreuses domaines, notamment dans les transports, la construction navale, l'aéronautique, l'aérospatial, le sport et les loisirs [1]. Les structures sandwich se composent d'une âme (souvent épaisse et de faibles densités) généralement en nid d'abeilles d'aluminium, de mousses ou du bois, comprimée entre deux peaux rigides et minces. L'avantage de ces matériaux est la possibilité de concevoir des structures adaptées aux applications bien définies [2]. Au but de la fabrication des panneaux internes d'un hélicoptère, Gourinat et al, [3] ont produit une nouvelle âme à base des fibres de verre. Ce dernier a montré leur contribution significative sur l'amortissement des matériaux sandwiches. Afin de démontrer le gain du poids des structures internes des avions, bateaux et automobile utilisant les mousses (polymériques et métalliques), quelques études ont investigué l'effet de certains paramètres (densité, taille des cellules et l'épaisseur) sur le comportement mécanique statique et dynamique des plaques sandwiches [4_6]. Selon Atas et al, [7] et Monti et al, [8], l'utilisation des biomasses (bois de balsa) comme une âme conduite a des propriétés mécaniques significatives des structures sandwiches, due à sa rigidité, faible déflection et un module de cisaillement important en comparaison avec celle des mousses polymériques.

Toutefois face à l'impact environnemental, les contraintes économiques, la vaste prise de conscience des impératifs écologiques a encouragé les chercheures à recourir à une technologie verte durable. Donc, l'incorporation des renforts à fibres naturelles dans les composites à matrices organiques apparaît aujourd'hui comme une alternative de choix. L'intérêt pour ces fibres réside notamment dans leurs bonnes propriétés spécifiques, biodégradabilité, abondance, caractère renouvelable et faible coût [9]. La recherche sur le sujet s'est ainsi fortement dynamisée au cours de ces dernières années et un certain nombre de produits commencent à apparaître sur le marché [10]. Des nouvelles applications et des composites plus performants sont déjà anticipés, mais les connaissances restent insuffisantes et des études doivent être menées afin de mieux comprendre quelques mécanismes.

Certains pays ont déjà une longue expérience dans l'utilisation des fibres naturelles dans la résine polyester pour la fabrication de conduites, de panneaux ou de profilés pultrudés. D'autres ont lancé de vastes programmes de recherche sur les fibres naturelles telles que le chanvre, le lin, la feuille de banane, le bambou, alfa, de noix de coco, l'huile de palme [11-17].

Parmi les diverses sources naturel rencontrées (ou cultivées) dans l'Algérie le palmier dattier. Cette ressource est particulièrement utilisée grâce à sa morphologie (fibrillaires) et leurs comportements mécaniques, mais aussi grâce aux qualités agronomiques de leurs plantes. La valorisation des déchets de palmiers dattiers produit annuellement une quantité importante de palm, estimée environ 250 000 tonnes pour l'Algérie seulement et presque 2 millions de tonnes mondialement [18]. Ce type de matériau est ainsi actuellement envisagé comme matériau d'isolation pouvant être utilisé dans le domaine du bâtiment. Récemment, Boumdiri et al, [9] et Amroun et al, [19] ont évalué les propriétés mécaniques de différente fibres de palmier dattier afin d'améliorer sa morphologie utilisant des traitements chimique. Une étude expérimentale sur les performances thermiques d'un biocomposite palmier dattier/ Cornstarch a été réalisée par Ali et al, [20]. Haseli et al, [21,22] ont déterminé les propriétés élastiques et dynamiques des plaques sandwiches à base du bois de palmier dattier par des nouvelles techniques non destructives.

La résistance et les performances viscoélastiques des matériaux polymères peuvent être décrites en utilisant le module d'élasticité (MOE) comme indicateur de rigidité. Certaines techniques destructives et non destructives ont été utilisées pour identifier le MOE et d'autres propriétés mécaniques des matériaux anisotropes [23–26]. Le contrôle par vibration est considéré comme une technique efficace pour la détermination des plusieurs paramètres tels que les fréquences naturelles, le module de stockage, le module perdue et l'amortissement. Généralement, l'amortissement des structures métalliques est faible. Pour les matériaux composites, l'amortissement est plus élevé et dépend des propriétés du constituant. Dans les vibrations des structures en matériaux sandwich, l'amortissement dépend des propriétés des constituants et une grande partie de l'énergie est dissipée par les effets de cisaillement transversal induits dans l'âme sandwich, ce qui conduit à augmenter l'amortissement des matériaux [27].

La présente thèse s'inscrit dans le cadre de la continuité des travaux cités auparavant. Pour cette raison, nous avons proposé cette thèse qui a pour objet valorisation les performances thermiques et mécaniques des poutres sandwich sous des sollicitations statiques et dynamiques. Les poutres élaborées sont constituées d'une âme en bois de Pétiole Palmier Dattier (BDPD) et de peaux hybrides à fibres de pétiole de palmier dattier (PDPF) et fibres de verre renforcé vinyles ter résine. Ce travail se plaçait dans la continuité des travaux déjà réalisés au sein du laboratoire, sur l'analyse mécanique de bois de palmier dattier.

Après une introduction qui donne une synthèse sur les travaux déjà effectués, il vient le premier chapitre qui propose lui-même une synthèse bibliographique sur les matériaux

composites. Puis, l'imposition des renforts en bio-mass dans le domaine matériaux et son valeurs dans l'industrie. En suite, il nous décrit la structure sandwich et la nature de leurs principaux constituants. Finalement, il évoque le comportement thermique et mécanique de constituant et la structure sandwich entier.

Le deuxième chapitre décrit l'arbre palmier dattier et son abondance en Algérie. Par la suite, il nous a décrit des techniques utilisées pour l'extraction les différents types de fibres naturelles ainsi que la morphologie des fibres PDPF. De plus, des analyses thermiques et chimiques ont été faites au but de connaitre les composants et les performances des PDPF.

Le troisième chapitre a été consacré à la caractérisation des propriétés chimiques, physiques, thermiques et mécaniques de l'âme et des peaux. Cette caractérisation a été menée à partir des analyses par infrarouge (FTIR), thermogravimétrique (ATG), Microscope à balayage (MEB). Plus, des essais classiques de traction, de flexion 3 points et de la dynamique mécanique thermique analyses (DMTA). Ce chapitre comporte aussi des essais expérimentaux de vibration en flexion des constituants de matériaux sandwichs. Les résultats ont été comparés aux résultats numériques par une analyse par élément fini (ANSYS). Des divers essais en traction, flexion et DMTA ont étés effectués sur pour les peaux hybrides avec fraction massique variable.

Le quatrième chapitre propose une analyse expérimentale comportement en vibration d'une plaque sandwich hybride. La réponse fréquentielle menée à l'aide d'un accéléromètre, nous a permis de mesurer la fréquence et l'amortissement de ces matériaux autour de chaque pic de résonance en fonction de la longueur. En parallèle, un modèle numérique en éléments finis en 3D a été aussi proposé et comparé aux résultats expérimentaux.

Enfin une conclusion générale et quelques perspectives sur les structures sandwichs.

Chapitre I :

Revue bibliographique sur les structures sandwich en bio-mass

I.1 INTRODUCTION

L'usage des matériaux composites dans les domaines technologiques : automobile, aéronautique, navale, etc., s'augmente de plus en plus. Ces matériaux polymériques permettent à la fois rigidité et légèreté, offrent une grande flexibilité à la mise en œuvre. Les matériaux composites se trouvent généralement en deux formes : les stratifies (inter ou intra plie) et les structures sandwichs. Ces derniers sont largement utilisés dans divers domaines dus à leurs masses, propriétés mécaniques, excellentes caractéristiques d'isolation thermique et acoustique. Toutefois, même si le développement des matériaux composites synthétique est qualifié de prometteur, cette progression est néanmoins jalonnée de quelques contraintes à surmonter : par exemple celles liées à l'environnement, l'hygiène et la santé humaine [28]. Récemment, plusieurs recherches sur la possibilité d'utiliser des fibres lignocellulosiques aux but d'une production moins toxique et moins cher. Dans ce chapitre, nous avons présenté des connaissances et des travaux existant sur le choix des constituants, les techniques de fabrication des différentes structures en matériaux composites et leurs comportements mécaniques (dynamiques et statiques).

I.2 MATERIAUX COMPOSITES

Un matériau composite est un assemblage non miscible de deux ou plusieurs matériaux à l'échelle macroscopique au but de former un matériau hétérogène (figure I.1). D'une façon courante, c'est le renforcement des matrices (thermoplastique ou thermodurcissable) par des fibres synthétiques de propriétés mécanique élevées comparées au celle de la matrice. L'avantage de ce type de matériau est de rassembler les meilleures propriétés de chacun de ces constituants (figure I.2).



Figure I.1. Composants principaux du matériau composite.



Figure I.2. Structures géométriques des composites [28] :

(a) fibres longues, (b) fibres courtes, (c) particules.

Les fibres de verre représentent 95% du marché des composites. Leur production pour les composites est estimée à environ 250 000 T/an. Celle des fibres de carbone 16% plus que les fibres de verre [29]. L'influence des composites à base de fibres synthétiques sur le changement climatique et l'environnement mettre les chercheurs et les organisations scientifique travail dur pour trouver des solutions alternatives à constituant naturel [30]. Dans ces dernières années, des travaux nombreux ont été effectués sur les matériaux composites à base de fibres naturelles où les performances trouvées ont été assez importantes [31-33].

I.2.1 Différents types de fibres ligno-cellulosiques.

Les fibres lignocellulosiques (végétales) sont des fibres naturelles issues de la biomasse, elles peuvent être extraites du tronc, feuilles ou du fruit d'une plante (figure I.3-4). Elles ont une structure fibrillaire composée de celluloses, d'hémicelluloses, de lignines et d'autres composantes chimiques. Elles sont surtout utilisées pour leurs avantages inégalés : leur biodégradabilité, leur faible densité, leur pouvoir d'isolant thermique, leurs propriétés mécaniques, et notamment pour l'intérêt écologique [34].



Figure I. 3. Différents types de fibres végétales.



Figure I.4. Images des plantes naturelles et leurs fibres, a. Bambou, b. Agave, c. Lin, d. Chanvre.

Ce type de fibres se segmente encore en fonction de la zone de prélèvement de la fibre au sein de la plante. On retrouve par exemple le sisal en Amérique du Sud et l'Afrique, le jute en Inde, le kénaf en Chine et le lin et le chanvre en Europe. La France est le premier pays producteur de lin (figure I.5). Elle représente plus de 50% de la production européenne, suivie par la Belgique et les Pays-Bas [29].



Figure I.5. Distribution globale des fibres végétales dans le monde. [35]

I.2.2 Structure et composition chimique

Même si les différents types de plantes aient des conditions différentes pour se nourrir (climat, minéraux, etc.), elles ont toujours les mêmes caractéristiques générales [36]. La fibre végétale prend une forme géométrique de sa paroi cellulaire, dont celle-ci est composée d'une lamelle moyenne et deux sous parois (primaire et secondaire) superposées dans le sens radial. De plus, elles sont parallèles à l'axe de la fibre. A l'échelle microscopique, la sous paroi primaire, d'épaisseur 0.1 μ m, est constituée de micro-fibrilles orientées aléatoirement. La sous paroi secondaire est constitué de trois couches (S1, S2, S3) dont la couche centrale S2 peut représenter 85% de l'épaisseur totale de la sous paroi ; les deux autres couches étant pratiquement identiques. Les micro-fibrilles, qui constituent cette sous paroi secondaire, sont orientées sous forme de spirales croisées. L'orientation de ces micro-fibrilles est de 50° à 90° (ou 60° à 80°, selon les auteurs) par rapport à l'axe de la cellule dans les couches S1 et S3 est de 5° minimum à 30° ou 40° maximum dans la couche S2 (figure I.6). Ces couches se diffèrent par leurs épaisseurs et leurs orientations des micro-fibrilles qui les constituent. L'épaisseur totale peut aller de 5 à 10 μ m [37].



Figure I.6. Modèle de la paroi cellulaire. [38]

L'orientation moyenne des micro-fibrilles est à l'origine de l'anisotropie observée sur les phénomènes de retrait-gonflement hydrique. Les propriétés dans la direction longitudinale peuvent trouver leur explication par l'inclinaison des micro-fibrilles dans la couche S2 [37-39].

L'association des parois cellulaires est marquée par la présence d'une lamelle mitoyenne riche en lignine et d'un canal libre appelé lumen à travers lequel l'eau peut circuler librement. La lamelle mitoyenne a un rôle prépondérant dans la contribution aux propriétés mécaniques puisque c'est elle qui fait le lien entre les cellules. Lors d'une sollicitation mécanique, la lamelle mitoyenne et la paroi primaire peuvent glisser sur les couches S1 et S2 avec plus ou moins de facilité selon la présence de l'eau sur les parois.

L'orientation des micro-fibrilles (AMF) par rapport à l'axe de la cellule affect significativement sur les propriétés mécaniques des fibres (l'angle d'orientation est improportionnelle avec la rigidité) [36].

I.2.2.1 Composition chimique des fibres végétales

La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale (figure I.7). Nous venons de voir que la fibre lignocellulosique est un matériau extrêmement complexe, se compose d'une matrice, constituée principalement d'hémicelluloses et lignine, renforcée par des fibrilles de cellulose (tableau I.1) [40].



Figure I.7. Structure d'une fibre lignocellulosiques. [41]

• Cellulose

Cellulose c'est le principal, l'important et le spécifique composant de la structure du plant, bactérie et tuniciers. En particulièrement, c'est le constituant qui assure la protection, le soutien dans les organismes végétaux et le responsable essentiel des propriétés mécaniques. Ça formule générale a été déterminée en 1913 âpres des études portant sur la structure du glucose et de la celloboise (figure I.8). En général, cellulose est considérée comme une condensation des polymères linéaire consiste de D-anhydroglucopyranose réunies par des liaisons glycosidiques β -1,4 [42]. Les micros fibrilles de cellulose forment un système élastique de résistance mécanique, chimique et thermique. La cellulose est censée être résistante aux alcalis forts, cependant, il est facilement hydrolysé par l'acide en sucres solubles dans l'eau. Il est relativement résistant aux agents oxydants [37].



Figure I.8. Structure chimique de la cellulose. [43] Chapitre I : Kevue bibliographique sur les structures sandwich en bio-mass

• Hémicellulose

Les hémicelluloses forment la matrice de soutien des micro-fibrilles de cellulose, probablement par liaison hydrogène. Ils comprennent un groupe de polysaccharides (à l'exclusion de la pectine) et ce groupe reste associé à la cellulose après l'élimination de la lignine [43]. Il y a 3 choses différentes entre l'hémicellulose et la cellulose en trois aspects importants. Premièrement, les hémicelluloses contiennent plusieurs unités de sucre alors que la cellulose ne contient que des unités de 1,4- β -D-glucopyranose. Deuxièmement, ils présentent un degré considérable de ramification de la chaîne, alors que la cellulose est un polymère strictement linéaire (figure I.9). Et troisièmement, le degré de polymérisation (DP) de la cellulose native est de dix à cent fois supérieures à celui de l'hémicellulose (50-300). En raison de sa structure ouverte contenant de nombreux groupes hydroxyle et acétyle, l'hémicellulose est hygroscopique, partiellement soluble dans l'eau, soluble dans les bases et facilement hydrolysée dans les acides.



Figure I.9. Principaux glucides constituant les hémicelluloses. [44]

• Lignine

Lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable et la plus abondante à la surface terrestre. Ce définie comme un polymère phénoliques tridimensionnels constituée de trois copolymères aliphatiques et aromatiques de poids moléculaire très élevé (les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique) [45]. La lignine est de nature thermoplastique (température de ramollissement ~ 90 C° et écoulement à ~ 170 C°) et présente une faible affinité avec l'eau (figure I.10). La lignine a une faible propriété mécanique à celle de la cellulose (le module élastique est inférieur plus de 30 fois) [46].



Figure I.10. Motifs élémentaires de la lignine. [44]

• Pectine

Pectine est consistée essentiellement d'acide polygalacturonique. Se solidifie dans l'eau après une neutralisation partielle avec alcalin ou ammonium d'hydroxyde (figure I.11). Elle joue le rôle de ciment intercellulaire et la flexibilité de la plante [19].



Figure I.11. Structure de la pectine. [45]

• Cires

Les cires constituent la partie des fibres, qui peuvent être extraites avec des solutions organiques. Ces matériaux cireux sont constitués de différents types d'alcools, qui sont insolubles dans l'eau ainsi que dans plusieurs acides.

Fibre	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Pectines	Cires
	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
Lin	64.1-85	3.7-16.7	2-6.2	1.8-2.3	1.7
Cotton	82.7-90	1-5.7	0.7-1.6	<1	0.6
chanvre	57-78.3	4.15-17	2.9-13	0.9	0.8
Bambou	42.3-49.1	24.1-27.7	23.8-26.1	-	-
Bagasse	40-46	24.5-29	12.5-20	-	-
Jute	61-71.5	12-20.4	11.8-13	0.2	0.5
Kenaf	51-59	21.5	15-19	-	-
Ensete	56.05	24.04	2.21	-	-

Tableau I.1. Composition chimique des fibres végétales (% en poids). [38, 48-52]

Chapitre I : Revue bibliographique sur les structures sandwich en bio-mass

I.2.3 Performances Des Fibres Végétales

I.2.3.1 Résistance mécanique

Les fibres lignocellulosiques peuvent concurrencer les fibres pétrochimiques en terme aux performances mécaniques (tableau I.2). Leurs propriétés varie significativement en fonction d'extraction des fibres, leurs morphologies, leur degré de polymérisation de cellulose ainsi la cristallinité de la fibre. Des études ont montré que les fibres végétales peuvent remplacer certaines fibres synthétiques notamment la fibre de verre dans certains domaines (figure I.12). Les fibres végétales présentent un faible impact environnemental (moins énergivore que les fibres synthétiques). Ces dernières sont des fibres non irritables à la peau et nuire à la santé humaine [53].



Figure I.12. Diagramme de choix des matériaux à fibres naturelles. [55]
Fibre	Résistance en traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Densité [g/cm ³]
Lin	345-1035	27.6	2.7-3.2	1.5
chanvre	690	70	1.6	1.48
Bambou	140-230	11-17	-	0.6-1.1
Bagasse	290	17	-	1.25
Jute	393-77.	26.5	1.5-1.8	1.3
Kenaf	930	53	1.6	-
Palme dattier	256	13.7	2.62	0.7

Tableau I.2 Présente les propriétés physique et mécanique des fibres naturelles généralement utilisées pour le renforcement des matrices polymérique. [48-49, 53-56]

C'est important de noter que la différence de l'âge et de la source des plantes influe sur les propriétés physiques et mécaniques des fibres naturelles. La résistance à la traction des fibres naturelles dépend également de la longueur de test des éprouvettes, ce qui est primordial pour l'efficacité du renforcement [57]. Les propriétés mécaniques de bio-composite restent proportionnellement avec le choix de fibre. Néanmoins, la rigidité de la fibre n'est pas le seul facteur, même l'interface (fibre/matrice), le bon choix d'orientation de la fibre et leur dispersion.

I.2.3.2 Teneur thermique

La microstructure et la nature tridimensionnelle des fibres lignocellulosiques sont variables, influençant leur stabilité thermique au cours de la combustion. La fibre commence à se dégrader à partir d'une température de 170 °C, où l'hémicellulose se décompose en premier lieu. Suivis par la cellulose et la lignine respectivement [58]. Van de Veld et al [59] ont évalué les propriétés de la fibre de lin avant et après un traitement thermique de 180°C durant 2h. La résistance de fibres a connu une diminution comprise entre 32% à 36% avec une diminution dramatique de la déformation de 40% à 56%.

I.2.3.3 Hygroscopie

Les polymères organiques de la paroi cellulaire ont imposé une nature hygroscopique, due à la présence des groupements d'hydroxyle (OH). La courte chaine ramifie, structure ouverte plus l'emplacement d'hémicellulose sont les principales raisons. Dans le cadre du renforcement d'une matrice hydrophobe, la présence des molécules de l'eau et groupement

Chapitre I : Revue bibliographique sur les structures sandwich en bio-mass

d'hydroxyle dans les fibres végétales conduit a une interface fragile et sensibilité aux sollicitations mécanique [60].

I.2.4 Matériaux Composites Hybrides

Les hybrides sont des matériaux composites plus avancés que les conventionnels (FRP). Ils peuvent avoir plus d'une phase de renforcement et une seule phase de matrice, une phase de renforcement de plusieurs matrices ou les deux en même temps. Le comportement des composites hybrides est une somme pondérée des composants individuels dans lesquels il existe un équilibre plus favorable entre les avantages et les inconvénients inhérents. Lors de l'utilisation d'un composite hybride contenant deux types de fibres ou plus, les avantages d'un type de fibre pourraient s'ajouter à ceux de l'autre. Par conséquent, un bon rapport coût / performance peut être atteint par une conception appropriée des matériaux. Un meilleur comportement d'hybride résulte quand les contraintes des fibres hautement compatibles. Modeste nombre de recherches sur le comportement mécanique des composites polymères hybride (fibres naturelles/ fibres synthétiques). Généralement la combinaison du verre avec une fibre naturelle est la plus populaire. Thwe et al [61] ont investigué les propriétés mécaniques de composite hybride à base de bambou/verre fibres renforcés polypropylène résine pour différentes fractions massiques. Par l'ajout de 20% de fibres de verre, la résistance à la traction et à la flexion des composites a augmenté légèrement, de l'ordre de 12,5% et 10% respectivement par rapport au composite en bambou pur. Ramesh et. Al [62] a utilisé des composites hybrides kenaf / verre. Ils ont découvert que les composites hybrides kenaf/ fibre de verre possèdent des propriétés mécaniques similaires à celles des matériaux classiques, à l'exception des propriétés de résistance aux chocs. Ils concluent que le kénaf / verre hybride peut être utilisé pour la fabrication de composants d'automobile. Mishra et al [63] ont utilisé les fibres courtes de verre pour l'amélioration les propriétés mécaniques du composite à base des fibres de pineapple et sisal. Ils ont trouvé que les propriétés en traction et flexion augmentent (38 % et 30 %, respectivement) par l'ajout 8.5% de fibre de verre. Dans le cadre des propriétés dynamiques, Meriem et al [64], ont utilisé les fibres de lin comme un moyen pour augmenter l'amortissement des composites à base des fibres de carbone.

I.2.5 Procédé de la production des composites thermodurcissables

Les techniques de fabrication des matériaux composites peuvent adapter sous différentes méthodes de réalisation. Ces dernières se sectionnent avec certains paramètres « le type et l'architecture des fibres utilisés, le type de la résine, ainsi que sur les attentes prévues pour la structure finale ». Moulage au contact, moulage par compression et moulage par transfert de résine (RTM).

I.2.5.1 Moulage au contact

La plus ancienne méthode, (simple et largement utilisées) procédé pour une fabrication d'un matériau composite (figure I.13). Il s'agit essentiellement de placer manuellement les fibres sèches dans le moule ou le mandrin et d'appliquer ultérieurement la matrice de résine. Apres le mouillage de fibres, un rouleau à main (d'ébulleur) sera utilisé pour une distribution uniforme de la matrice, pour assurer une bonne interaction entre les composants et pour obtenir l'épaisseur souhaitée [65]. La structure stratifie est ensuite polymérisée. Jawaid et al [10] ont déterminé les propriétés mécaniques de biocomposites fibres de palm à l'huile/époxyde fabriqués à l'aide du moulage au contact.



Figure I.13. Méthode de moulage au contact. [66]

I.2.5.2 Moulage par compression

Le moulage par compression est la méthode la plus répondue au moulage des matériaux thermodurcissables renforcés par des fibres naturelles. Cette technique de moulage implique la compression de matériaux contenant un catalyseur chauffé à laide d'une presse verticale telle qu'une presse à froid ou à chaud (figure I.14). La procédure est similaire au moulage en contacte sauf que l'on utilise ici un ensemble de matrices assorties, qui sont fermées avant le durcissement avec l'application de pressions. Selon cette méthode, près de 70% en poids de fibres pourraient être incorporé et l'épaisseur du produit peut être comprise entre 1 et 10 mm.

Pour le pressage à froid et le moulage à chaud, la température de durcissement est normalement comprise entre 40 et 50 ° C et entre 80 et 100 ° C pendant 1 à 2 heures, respectivement. Shanmungam et al [67] ont étudié le comportement statique et dynamique des composite hybrides: résine polyester renforcée par palmera/fibre de verre. La fabrication a été réalisé par la méthode de moulage en contacte combinés avec le moulage par compression.



Figure I.14. Méthode de moulage par compression. [66]

I.2.5.3 Moulage par transfère de résine (RTM)

Le moulage par transfert de résine (RTM) est un procédé de transformation des thermodurcissables renforcés par des fibres naturelles. Il est utilisé pour la fabrication des matériaux composites simple et complexe (figure I.15). Sisal/polyester composite a été fabriqué en utilisant le moulage par transfert de résine (RTM) par Sreekumar et al [68], où l'effet de précéder le moulage à donner des bonnes propriétés mécaniques et physiques (absorbation d'eau). La température de moule constante joue un rôle essentiel à la polymérisation et l'homogénéité du matériau.



Figure I.15. Méthode de moulage par transfère de résine.

I.3 STRUCTURE SANDWICH ET LEURS CONSTITUANTS

Un matériau composite sandwich résulte d'un assemblage de deux éléments (peaux et âme) par collage (figure I.16). Généralement, les âmes de forte épaisseur et faible densité enserré par deux peaux de faibles épaisseurs et possèdent de très bonnes propriétés mécaniques (rigidité et résistance). L'utilisation d'âme a un but d'augmenter le moment d'inertie de la structure, et par conséquent sa rigidité en flexion. De plus, en minimisant la masse de la structure entière et le coût. L'adhésif est un composant essentiel qui permet un bon assemblage et de faire une bonne transmission des contraintes d'un élément à l'autre. Ce composant doit être résistant en cisaillement.



Figure I.16. a. Schématisation de la structure sandwich, b. panneaux sandwich

A partir de ces constituants, on peut adapter les propriétés mécaniques, phoniques ou thermiques des matériaux sandwichs selon le milieu voulu. Ceci explique leur emploi de plus en plus fréquent comme cloison et border des fonds des bateaux de plaisance.

I.3.1 Les âmes

Les structures sandwichs exigent des âmes de faible masse volumique, résistance aux chargements ponctuels et des bonnes propriétés en cisaillement pour transmettre les contraintes de traction-compression supportées par les peaux. Fréquemment, les âmes pleines, telles que les mousses, liège ou le balsa, permettent la conception des structures sandwich complexe (planes ou courbées) avec un bon rapport performance/coût relativement élevé (figure I.17). Par contre, les âmes creuses (nidas d'abeilles), sont plus performantes mais de faible rapport vu à sont prix.



Figure. I.17 Coût-performance des différentes structures sandwiches.

Les mousses : ce sont des matériaux moins cher, elles sont de nature polymérique (polyuréthane, polystyrène, polychlorure de vinyle....ect) (figure I.18). Leurs masses volumiques varient de 20 à 300 kg/m3. Elles sont thermo-formables et permettent donc de réaliser des pièces de formes complexes. Leurs propriétés mécaniques sont assez importantes, la possibilité d'adhérence avec les résines et absorbent peu d'eau. Par contre, leur point faible réside dans une faible résistance à l'impact.



Figure I.18 a. Mousse en PVC b. MEB images de mousse en PVC

Le bois : c'est un matériau de très bonne résistance à la compression notamment pour les supports d'accastillage. Le balsa est la variété la plus courante car c'est la plus légère : 100 kg/m3 de masse volumique suivis par le liège. Leur inconvénient est sa nature hydrophile et hétérogène (figure I.19).



Figure I.19. a. Bois de balsa, b. MEB de structure de balsa [69].

Le nid d'abeilles : c'est une structure hexagonale qui peut être réalisée en divers matériaux comme le papier et l'aluminium. Sa masse volumique varie de 15 à 100 kg/m3 et son épaisseur de 3 à 50 mm. Le type de matériau et la taille des cellules sont les principaux paramètres influents sur les propriétés mécaniques de la structure (figure I.20-21). Le collage peut aussi être un problème, car il se réalise sur la tranche de la structure. Leurs propriétés sont exceptionnelles, mais ils sont difficiles à former et leurs prix sont élevés [70].



Figure I.20. Nid d'abeilles en aluminium.



Figure I.21. Nid d'abeilles en polypropylène

I.3.2 Les peaux

Les peaux utilisées dans les structures sandwichs sont des matériaux de rigidité élevée ainsi qu'une grande résistance à la compression et à la traction. Elles peuvent être en bois, métal ou matériaux composite (stratifie), d'où le choix dépend toujours du domaine d'utilisation. Les peaux en stratifie à base de fibres synthétiques ou hybrides (synthétiques/naturelles) sont les plus répondus dans divers domaines. Notamment les fibres de verre, carbone, aramide, lin et chanvre.

I.4 COMPORTEMENT MECANIQUE DES MATERIAUX SANDWICHS EN COMPOSITE

I.4.1 Les constituants

I.4.1.1 Caractérisation des composite en statique

Le comportement mécanique des constituants séparément est essentiel pour élaborer des performantes structures sandwichs. Le comportement des peaux se détermine théoriquement à l'aide de la théorie des stratifies, expérimentalement à l'aide des essais spécifiques ou les deux en même temps au but d'une validation. Traction et flexion sont les plus utiles tests pour une caractérisation assez suffisante en quasi statique (figure I.22). De nombreux travaux ont été effectués au laboratoire de recherche Hamouda et al [71] et Hassanin et al [72] sur le comportement mécanique en traction et flexion 3-points pour des différents composites ayant différentes fibres (fibre naturelles/ synthétiques), résine et séquence d'empilement.



Figure I.22. Diapositives des échantillons sous sollicitation, a. flexion, b. traction. [69]

On trouve de nombreuses études qui traitent le comportement des bio-composites (renfort naturel). Poilane et al [73] et Baley et al [74] ont trouvé que les composites renforcés par la fibre de lin à des propriétés mécaniques (en traction et flexion) relativement importantes dues à leur faible densité. De plus, les bio-composites ont un comportement quasi linéaire et différent de celui des composites à fibres synthétiques. La morphologie des fibres (poreuse et non uniforme) est la principale cause.

Ce qui concerne les âmes, elles nécessitent un bon comportement en compression et cisaillement avec un rapport élevé par rapport à leur densité (figure I.23). Les âmes en balsa, nid d'abeilles et en mousses sont couramment utilisées dans les structures sandwichs. Monti et al [8], Zakaria [75] ont produit des matériaux sandwichs à base des âmes en bois (balsa et macaranga) où elles conduisent à des bonnes propriétés spécifiques comparativement au nid abeilles en aluminium. De nombreuses études ont été effectuées sur le comportement mécanique sur les différentes natures des âmes. Assarar et al [76] ont travaillait sur le comportement des mousses PVC de différentes masses volumiques (60, 80 et 200 kg/m³) en compression et cisaillement où les résultats montrent que les mousses à un comportement linéaire de faible déformation, la rigidité est disproportionnelle avec la déformation suivie par une apparition d'un plateau de contrainte. De plus, ils ont conclu que la masse volumique joue un rôle important pour l'amélioration de : rigidités et contraintes à la rupture.



Figure I.23. Echantillons sous sollicitation, a. Cisaillement, b. Compression I.4.1.2 Comportement dynamique-thermique-mécanique (DMTA)

Les structures en matériaux composites maritimes, aérospatiale et d'automobile sont soumis à des chargements dynamiques (thermique et mécanique). Ces derniers influent directement sur la durabilité et durée de vie de matériaux. Les essais de fatigues et DMTA sont pratiquement utiles pour l'évolution des propriétés dynamiques des matériaux polymériques.

DMTA est un procédé dynamique (Hors-résonance) basée sur la réponse du matériau viscoélastique à une sollicitation mécanique sinusoïdale en fonction du temps et de la température. Cette technique peut être configurée sous différentes sollicitations comme flexion en trois points, traction, torsion, ou le cisaillement. Par conséquent, on peut déterminer les variations du module d'Young complexe (modules de stockage et de perte), facteur de perte (facteur d'amortissement) et en particulièrement la transition vitreuse du matériau (figure I.24). La température vitreuse (T_g) des matériaux composites est un facteur primordial pour l'identification du domaine d'utilisation de matériaux. Dans cette phase, les matériaux seront en état amorphe : état d'un fluide figé. Au-dessus de la (T_g), les polymères seraient en état caoutchouteux où leur viscosité diminue fortement, les propriétés mécaniques chutent à cause des mouvements libres de chaines. Point de vue précision, T_g extrait de la courbe de facteur de perte est plus correct et précise que la T_g de la courbe de module de perte [77].



Figure I.24. DMTA courbes, Verte : module de stockage, Bleu : module de perte, Noire : coefficient de perte

I.4.1.3 Comportement en vibration

La connaissance des propriétés en statique et en DMTA (dynamic thermal mechanical analysis) des matériaux ne suffit pas pour la détermination du domaine d'application de la structure. Le comportement en vibration est essentiel pour une caractérisation complémentaire des propriétés dynamiques. La détermination de comportement vibratoire se fait à l'aide de différentes méthodes analytiques (méthode de Raileigh), numériques (Eléments finis) ou expérimentales.

La méthode de Raileigh est une méthode d'approximation analytique permettant d'estimer les fréquences naturelles en utilisant les énergies potentielles et cinétiques maximales. Ceci en utilisant les fonctions de la vibration des poutres en tant qu'une fonction de déplacement transverse. En parallèle, des études numériques par élément fini sont beaucoup utilisées dans les cas des études paramétriques, études des géométries complexes grâce à son temps de calcul très court. Ansys, MSC Nastran et Abaqus sont les codes de calcul les plus utiles pour une caractérisation fiable des matériaux composites. Daoud et al [78] ont utilisé MSC Nastran logiciel pour la caractérisation vibratoire des poutres en matériaux composites de différentes configurations.

L'analyse expérimentale représente une méthode efficace et rapide, mettant en œuvre des moyens modestes. Ce procédé permet de déterminer les propriétés dynamiques (E dynamique, l'amortissement et le module de cisaillement) d'un système mécanique à partir de ses fréquences de résonances. Les méthodes vibratoires sont basées sur la mise en résonance d'un

échantillon par une force oscillante (excitation par un marteau d'impact ou un pot vibrant) où l'amplitude maximale signifie la résonance de la structure (figure I.25). Les propriétés mécanique du matériau est relies directement avec la fréquence de résonance.



Figure I.25. Configuration (encastré-libre) des matériaux composite stratifie en vibration.

Pintelon et al [79] ont présenté une méthode d'identification du module élastique de matériaux viscoélastiques homogènes à partir des vibrations longitudinales et transverses. El mahi [80], Duc et al [81] ont utilisé des techniques expérimentales au but de déterminer les propriétés d'un matériau viscoélastique. Les résultats montrent que les fibres naturelles à des effets importants sur les propriétés dynamiques précisément l'amortissement de la structure due à leur morphologie particulière et leurs propriétés spécifiques.

La détermination des fréquences propres des structures est basé sur la réponse FRF, d'où elle nous permettre l'estimation de l'amortissement des structures testés a partir des méthodes: (3db) et/ ou le cercle de Nyquist (figure I.26-27).

$$\zeta n = \frac{\Delta f}{fn} = \frac{Fr - Fv}{Fn} \tag{I.1}$$

Où n : nombre du mode, les points de demi-puissance sont utilisés pour déterminer le rapport d'amortissement (fr-fv/ fn), fv et fr se réfèrent aux points de largeur de bande de demi-puissance.



Figure I.26. Illustration de la méthode de la bande passante -3dB.

La méthode de lissage du cercle de Nyquist s'appuis sur détermination du centre et le rayon du cercle qui ajustent au mieux la fonction de réponse en fréquence dans le plan complexe au voisinage d'un pic (figure I.25), puis à calculer la fréquence angulaire ω i et l'amortissement du mode ζ i de la manière suivante :

$$\omega_i^2 = \frac{\omega_1^2 \tan\left(\frac{\theta_2}{2}\right) - \omega_2^2 \tan\left(\frac{\theta_1}{2}\right)}{\tan\left(\frac{\theta_2}{2}\right) - \tan\left(\frac{\theta_1}{2}\right)} \tag{I.2}$$

$$\zeta i = \frac{\omega_2^2 - \omega_1^2}{\omega_i^2 (\tan\left(\frac{\theta_2}{2}\right) - \tan\left(\frac{\theta_1}{2}\right))}$$
(I.3)



Figure I.27. Description de la méthode de cercle de Nyquist.

I.4.2 Structure sandwich entier

I.4.2.1 Comportement en statique

Les structures sandwichs sont généralement soumises à des chargements statiques en flexion. Les propriétés de leurs constituants influent directement sur la rigidité de la structure entière. Sa rigidité en flexion équivalente $(EI)_{eq}$ s'écrit sous forme :

$$(EI)_{eq} = \frac{E_p t_p b}{2} + \frac{E_p b t_p^3}{6} + \frac{E_a b a^3}{12} \approx \frac{E_p b t_p d^2}{2}$$
(I.4)

- *t_p* et *E_f* sont respectivement l'épaisseur et le module d'élasticité du matériau constituant les peaux,
- *a et E_a* sont respectivement l'épaisseur et le module d'élasticité du matériau constituant le matériau d'âme,
- *b* et *d* sont respectivement la largeur et l'épaisseur de la poutre sandwich.

Le Duigou et al [57] ont étudié le comportement en flexion des poutres sandwichs où les peaux en matériaux composites (lin mat/ PLLA) et l'âme en bois de balsa. Les propriétés mécaniques ont été importantes par apport aux poutres sandwich à base des matériaux synthétiques (verre/polyester). De plus, d'autres auteurs ont trouvé que les panneaux sandwich à base du balsa 'âme' ont des bons comportements en absorbation d'énergie comparativement au mousse en PVC [7]. Par conséquent, les contraintes appliquées et la géométrie des poutres en flexion trois points influent considérablement sur les modes d'endommagements des poutres en matériaux sandwichs. On peut trouver cinq modes en général (tableau I.3).

Mode d'endommagement	Causes	Résolutions
Empture de la peau Rupture de la peau en traction	 les peaux excédent aux contraintes admissibles 	 Utilisation des peaux de rigidités élevées Modification le moment d'inertie des peaux et/ou âmes
Poinçonnement de l'ime Poinçonnement de l'âme	 Les poinçonnent produise quand l'âme soumise à des chargements concentré dans points ou linéaire 	 Application des chargements dans une surface grande Augmente l'épaisseur des peaux Augmenter la masse volumique des âmes

Tableau I.3. Modes d'endommagements des poutres sandwichs.

Rupture de l'inne Rupture par cisaillement dans l'âme	- Quand les poutres sujette surement en cisaillement	 Augmentation d'épaisseur d'âme Augmentés le module de cisaillement de l'âme
Decobesion Décollement entre la peau et l'âme	- Dégradation d'adhésif	- Bon choix d'adhésif
Flambage localisé Peau subissant un flambage localisé	- Faible propriétés des constituants en compression	 Utilisation des matériaux (peau et/ou âme) de module élastique élevé



Il existe un nombre modeste de recherche sur le comportement vibratoire des poutres sandwich en matériaux composites. Nous donnons un aperçu général sur des travaux expérimentaux qui ont été réalisés. Sokolinsky et al [83] ont étudié les modes et les fréquences propres des poutres sandwich à base d'âme mousseuse. Ils ont trouvé que les propriétés d'amortissement d'âme influent dans le cas des modes de vibration symétrique par contre dans les modes asymétriques sont négligeables. Gourinat et al [3] ont comparé les propriétés dynamiques des poutres sandwich de différentes natures d'âme (enchevêtrées en fibre de verre, mousse et en nid d'abeilles) enserrée par des peaux en composite (fibre de verre/époxyde). Les essais de vibration montrent que les poutres sandwich enchevêtrées possèdent des rapports d'amortissements plus élevés et des niveaux vibratoires faibles par rapport aux poutres sandwich en nid d'abeilles et en mousse, ce qui les rend adaptées aux applications vibro-acoustiques pour lesquelles la résistance de la structure revêt une importance secondaire. Assarar et al [76] ont trouvé que les propriétés dynamiques des poutres sandwichs dépendent les fréquences propres de la structure. En plus, ils ont estimé que l'amortissement dépend de la masse volumique et l'épaisseur de l'âme, type de renfort, épaisseur des peaux et l'orientation des renforts.

I.5. Conclusion

Notre travail de thèse est consacré à la valorisation des déchets biomass comme un renfort alternative aux fibres pétrochimiques. De plus, on a mis en évidence l'utilisation des fibres végétales dans les secteurs automobile, navaletc.

Dans ce chapitre les techniques de la fabrication des matériaux composites à base des matrices polymères. Ensuite, la structure sandwich a été définie avec leur constituant.

Différente méthode d'analyse du comportement mécanique (statique et dynamique) des structures composites a été présentée.

Références

- [1].H. Ku, H. Wang, N. Pattarachaiyakoop, and M. Trada, "A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites," *Compos. Part B*, vol. 42, no. 4, pp. 856– 873, 2011.
- [2].M. Safarabadi, "Experimental and numerical study of buckling behavior of foam-filled honeycomb core sandwich panels considering viscoelastic effects," J. Sandw. Struct. Mater., pp. 1–31, 2020.
- [3].C. Gourinat, L. Morlier, J. Shahdin, and A. Fabrication, "Open archive toulouse archive ouverte (oatao) a comparison with honeycomb and foam sandwich beams," *Compos. Struct.*, vol. 90, no. 4, pp. 404–412, 2009.
- [4].F. Saint-Michel, L. Chazeau, and J. Cavaillé, "Mechanical properties of high density polyurethane foams: II Effect of the filler size," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 66, no. 15, pp. 2709–2718, 2006.
- [5].R. Umer, E. Waggy, M. Haq, and A. Loos, "Experimental and numerical characterizations of flexural behavior of VARTM-infused composite sandwich structures," *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 3, no. 2, pp. 67–76, 2012.
- [6].D. Yang , H. Wang , S. Guo , J. Chen , Y. Xu and J. Jiang, A. Sun and Lei Wang, "Coupling Effect of Porosity and Cell Size on the Deformation Behavior of Al Alloy Foam under," *Materials (Basel).*, vol. 12, no. 6, pp. 951–961, 2019.
- [7].C. Atas and C. Sevim, "On the impact response of sandwich composites with cores of balsa wood and PVC foam," *Compos. Struct.*, vol. 93, no. 1, pp. 40–48, 2010.
- [8].A. Monti, A. El, Z. Jendli, and L. Guillaumat, "Experimental and finite elements analysis of the vibration behaviour of a bio-based composite sandwich beam," *Compos. Part B*, vol. 110, pp. 466–475, 2017.
- [9].H. Boumediri, A. Bezazi, G. Garcia, D. Pino, and A. Haddad, "Extraction and characterization of vascular bundle and fi ber strand from date palm rachis as potential bioreinforcement in composite," *Carbohydr. Polym.*, vol. 222, p. 114997, 2019.
- [10]. M. Jawaid, H. P. S. A. Khalil, A. Hassan, R. Dungani, and A. Hadiyane, "Composites : Part B Effect of jute fibre loading on tensile and dynamic mechanical properties of oil palm epoxy composites," *Compos. Part B*, vol. 45, no. 1, pp. 619–624, 2015.

- [11]. C. Neves, A. Rohen, P. Carvalho, F. Vieira, D. Lopes, et al. "Comparative mechanical properties between biocomposites of Epoxy and polyester matrices reinforced by hemp fiber," *J Mater Res Technol*, vol. 9, no. 2 pp. 1296-1304, 2020.
- [12]. H. Daoud, A. El Mahi, J. L. Rebière, M. Taktak, and M. Haddar, "Characterization of the vibrational behaviour of flax fibre reinforced composites with an interleaved natural viscoelastic layer," *Appl. Acoust.*, vol. 128, pp. 23–31, 2017.
- [13]. G. Pillai, P. Manimaran, and V. Vignesh, "Physico-chemical and mechanical properties of alkali-treated Red Banana Peduncle Fiber," J. Nat. Fibers, pp. 1–10, 2020. (en ligne)
- [14]. N. Zuhairah, M. Zuhudi, and R. Lin, "Flammability, thermal and dynamic mechanical properties of bamboo glass hybrid composites," *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, vol. 29, no. 9, pp. 1210–1228, 2014.
- [15]. M. Khaldi, A. Vivet, A. Bourmaud, Z. Sereir, and B. Kada, "Damage analysis of composites reinforced with Alfa fibers : Viscoelastic behavior and debonding at the fiber / matrix interface," J. Appl. Polym. Sci. Polym., vol. 43760, pp. 1–11, 2016.
- [16]. V. Singh and S. Mukhopadhyay, "Studies on the Effect of Hybridization on Sound Insulation of Coir-banana-polypropylene Hybrid Biocomposites," J. Nat. Fibers, pp. 1– 10, 2020 (en ligne).
- [17]. F. Hanan, M. Jawaid, M. Paridah, J. Naveen, "Characterization of hybrid oil palm empty fruit," *Polymers (Basel).*, vol. 12, no. 9, pp. 2052, 2020.
- [18]. B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, M. Fois, "Renewable materials to reduce building heat loss: Characterization of date palm wood," *Energy and Buildings*, vol. 43 no 2, 491 – 497, 2011
- [19] S. Amroune, A. Bezazi, A. Belaadi, C. Zhu, and F. Scarpa, "Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (Phoenix dactylifera L .)," *Compos. Part A*, vol. 71, pp. 95–106, 2015.
- [20]. M. Ali and A. Alabdulkarem, "On thermal characteristics and microstructure of a new insulation material extracted from date palm trees surface fibers," *Constr. Build. Mater.*, vol. 138, pp. 276–284, 2017.
- [21] M. Haseli, M. Layeghi, H. Hosseinabadi, "Characterization of blockboard and battenboard sandwich panels from date palm waste trunks", *Measurement*, Vol 124, 329-337, 2018.

- [22]. M. Haseli, Mohammad Layeghi, Hamid Zarea Hosseinabadi. "Evaluation of modulus of elasticity of date palm sandwich panels using ultrasonic wave velocity and experimental models", *Measurement*, Vol 149, 107016, 2020.
- [23]. L. Karlinasari, M. Wahyuna, N. Nugroho, "Non-destructive ultrasonic testing method for determining bending strength properties of Gmelina wood (Gmelina arborea), " J. Trop. For. Sci. 20 99–104, 2008.
- [24]. F. Cheng, Y. Hu, "Nondestructive test and prediction of MOE of FRP reinforced fastgrowing poplar glulam," *Compos. Sci. Technol.* Vol 71 no8, 1163–1170, 2011.
- [25]. Y. Hu, F. Wang, J. Gu, Y. Liu, T. Nakao, Nondestructive test and prediction of modulus of elasticity of veneer-overlaid particleboard composite, *Wood Sci. Technol.*, vol. 39, no. 6, pp. 439, 2005.
- [26]. K. Hassan, P. Horác^{ek}, J. Tippner, Evaluation of stiffness and strength of Scots pine wood using resonance frequency and ultrasonic techniques, *BioResources.*, vol. 8, no. 2, pp. 1634–1645. 2013.
- [27]. M. Assarar, A. El Mahi, and J. M. Berthelot, "Analysis of the Damping of Sandwich Materials and Effect of the Characteristics of the Constituents," *Int. J. of Mat. Sci*, vol. 3, no. 2, pp. 61–71, 2013.
- [28]. S. Teklili, "Comportement sous sollicitations dynamiques des structures renforcées par matériaux composites," Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar Annaba pp. 1–139, 2017.
- [29]. C. Gourier, "Contribution à l'étude de matériaux biocomposites à matrice thermoplastique polyamide-11 et renforcés par des fibres de lin. Matériaux," Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud, 2016.
- [30]. D. Sandberg, A. Kutnar, "Wood modification technologies a review," *i Forest.*, vol. 10, pp. 895–908, 2017.
- [31]. A. Satapathy, A. Kumar Jha, S. Mantry, S. K. Singh, and A. Patnaik, "Processing and characterization of jute-epoxy composites reinforced with SiC derived from rice husk," J. *Reinf. Plast. Compos.*, vol. 29, no. 18, pp. 2869–2878, 2010.
- [32]. S. Suresh Kumar, D. Duraibabu, and K. Subramanian, "Studies on mechanical, thermal and dynamic mechanical properties of untreated (raw) and treated coconut sheath fiber reinforced epoxy composites," *Mater. Des.*, vol. 59, pp. 63–69, 2014.

- [33]. N. Venkateshwaran, A. Elayaperumal, and G. K. Sathiya, "Composites: Part B Prediction of tensile properties of hybrid-natural fiber composites," *Compos. Part B*, vol. 43, no. 2, pp. 793–796, 2012.
- [34]. M. Dallel, "Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil ", thèse de doctorat, Université de Haute Alsace, 2012.
- [35]. D. Aizi, "Extraction, caractérisation morphologique, physico-chimique et mécanique des fibres caulinaires de Retama monosperma L.Boiss," these de doctorat, université de la science et de la technologie USTOMB, 2017.
- [36]. C. Baley, "Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, " *Techniques de l'ingénieur*, réf : N2220 V1, 2005.
- [37]. C. Gachet, "Inventaire et hiérarchisation de paramètres structuraux et ultra-structuraux facteurs de variabilité intra spécifique de certaines propriétés mécano physiques des tissus ligneux," thèse de doctorat, Université bordeaux I, 2003.
- [38]. R. Baettig, "Exploitation d'un rayonnement x poly- énergétique pour la détermination de la teneur en eau et de l'angle de microfibrilles du bois : approche théorique et expérimentale," Thèse de doctorat, Ecole nationale du génie rural, des eaux et des forêts Nancy, 2005.
- [39]. K. Bytebier, "Etude du comportement mécanique de la paroi cellulaire du bois par Microscopie à Force Atomique," Thèse de doctorat, Université Montpellier II, 2011.
- [40]. E. Navale, "Modification des fibres végétales par un procédé écologique: effets sur la microstructure et la compatibilité avec les matrices polymériques, " Thèse de doctorat, l'Université du Québec à Trois-Rivières, 2016.
- [41]. J. Rojas, M. Bedoya, Y. Ciro, "Current Trends in the Production of Cellulose Nanoparticles and Nanocomposites for Biomedical Applications," *Intech*, 8, 193-228, 2015.
- [42]. C. Pomel, C. Baley et B. Lamy, «Influence de prétraitements et traitements chimiques sur l'adhérence fibre de lin / résine thermodurcissable polyester. », XVème Congrès Français de Mécanique, Nancy, pp. 236, 2001.
- [43]. P. Laurent, R. Julie, W. Jean-luc, R. Aurore, P. Michel., "Le bioraffinage, une alternative prometteuse à la pétrochimie," *Biotechnol. Agron. Société environnement/Biotechnology, Agron. Soc. Environ.*, vol. 15, no. 4, pp. 597–610, 2011.

- [44]. Q.Minh Do " Etude des matériaux composites de matrices polymères issus de ressources renouvelables et fibres de bambou", thèse de doctorat, Université de Reims Champagne-Ardenne, 2016.
- [45]. N. Stark, D. Yelle, and U. Agarwal., "Techniques for characterizing lignin," *In Lignin in Polymer Composites*, pp. 49–66, 2016.
- [46]. S, Thiebaud, "Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux", thèse de doctorat, Institut National Polythechnique De Toulouse, 1995.
- [47]. L. Sorrentino, L. Cafiero, M. D'Auria, S. Iannace, "Cellular thermoplastic fibre reinforced composite (CellFRC): A new class of lightweight material with high impact properties", *Composites: Part A*, vol. 64, pp. 223–227, 2014.
- [48]. Monties B. Les polymères végétaux: Polymères pariétaux et alimentaires non azotés.Paris: Gauthier-villard; 1980.
- [49]. S. Kalia, B. Kaith, I. Kaur, "Cellulose fibers: bio-and nano-polymer composites," Springer Science & Business Media. pp 8-87, 2011.
- [50]. H. Carvalho, H. Salman, and M. Leite, "Natural Fibre Composites and Their Applications: A Review," J. Compos. Sci., vol. 2, no. 4, pp. 1–20, 2018.
- [51]. A. Mohanty, M. Misra, and G. Hinrichsen, "Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview," *Macromol. Mater. Eng*, vol. 24, pp. 1–24, 2000.
- [52]. T. Negawo, Y. Polat, F. Buyuknalcaci, A. Kilic, N. Saba, and M. Jawaid, "Mechanical, Morphological, Structural and Dynamic Mechanical Properties of Alkali Treated Ensete Stem Fibers Reinforced Unsaturated Polyester Composites," *Compos. Struct.*, 2018.
- [53]. S. Joshi, L. Drzal, A. Mohanty, and S. Arora, "Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites ?," *Compos. - Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 35, no. 3, pp. 371–376, 2004.
- [54]. X. Li, L. Tabil., S. Panigrahi and W. Crerar., "The Influence of Fiber Content on Properties of Injection Molded Flax Fiber-HDPE Biocomposites," *Canadian Biosystem. Eng.* Vol. 8, pp. 1-10. 2009.
- [55]. H. Daoud, "Contribution à l'étude du comportement mécanique et vibratoire des composites biosourcés incorporant des matériaux fonctionnels." Thèse de doctorat, Université du Maine, 2018.
- [56]. A. Monti, "Elaboration et caractérisation mécanique d'une structure sandwich a base de constituant naturels," These de doctorat, Universite de Maine, Le Mans, 2016.

- [57]. M. Zaki, S. Sapuan, S. Amni, A. Aziz, and S. Sarip, "Optimization of tensile behavior of banana pseudo-stem (Musa acuminate) fiber reinforced epoxy composites using response surface methodology," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 8, no. 4, pp. 3517–3528, 2019.
- [58]. M. Elboustani, "Procédé, modification des fibres végétales par un la, écologique: effets sur la microstructure et polymériques, compatibilité avec les matrices," thèse de doctorat, 'Université du Québec à Trois-Rivière, 2016.
- [59]. K. Van de Veld, E. Baetens, "Thermal and mechanical properties of flax fibers as potential composite reinforcement," *Macromolecular Materials Ingineering*, vol. 286, no. 6, pp. 342-349, 2001.
- [60]. M. Khaldi " Modélisation micromécanique de la propagation des fissures aux interfaces fibre d'alfa/résine époxy d'un composite unidirectionnel, " université Mohamed Boudiaf USTMO, 2016.
- [61]. M. Thwe and K. Liao, "Effects of environmental aging on the mechanical properties of bamboo-glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites," *Compos. - Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, no. 1, pp. 43–52, 2002.
- [62]. M. Ramesh and S. Nijanthan, "Mechanical property analysis of kenaf glass fibre reinforced polymer," *Bulletin of Materials Science*, vol. 39, no. 1, pp. 147–157, 2016.
- [63]. S. Mishra et A. Mohanty, L. Drzal, M. Misra, and S. Parija, "Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, no. 10, pp. 1377–1385, 2003.
- [64]. M. Ben Ameur, A. El Mahi, J., M. Abdennadher and M. Haddar, "Damping Analysis of Unidirectional Carbon/Flax Fiber Hybrid Composites," *Int. J. Appl. Mech.*, vol. 10, no. 5, pp. 1–15, 2018.
- [65]. E. Osman, "The mechanical properties of natural fiber composites,", doctorate thesis, Swinburne University of Technology, 2013.
- [66]. J. Berthlot, "Matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures,"4eme édition, ed tec&doc, Lavoisier, 2005.
- [67]. D. Shanmugam and M. Thiruchitrambalam, "Static and dynamic mechanical properties of alkali treated unidirectional continuous Palmyra Palm Leaf Stalk Fiber / jute fiber reinforced hybrid polyester composites," *Mater. Des.*, vol. 50, pp. 533–542, 2013.
- [68]. P. Sreekumar, K. Joseph, G. Unnikrishnan, and S. Thomas, "A comparative study on mechanical properties of sisal-leaf fibre-reinforced polyester composites prepared by

resin transfer and compression moulding techniques," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, pp. 453–461, 2006.

- [69]. A. Silva, S. Kyriakides, "Compressive response and failure of balsa wood," Int. J. Solids Struct, vol. 44, no. 25–26, Pages 8685-8717, 2007.
- [70]. C. Abdenacer, "Etude de la Performance des Matériaux Composites," thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar Annaba, 2012.
- [71]. T. Hamouda, A. H. Hassanin, A. Kilic, Z. Candan, and M. Bodur, "Hybrid composites from coir fibers reinforced with woven glass fabrics: physical and mechanical evaluation," *Polym. Compos.*, vol. 38, no. 10, pp. 2212–2220, 2017.
- [72]. A. Hassanin, T. Hamouda, Z. Candan, A. Kilic, and T. Akbulut, "Developing high-performance hybrid green composites," *Compos. Part B*, vol. 92, pp. 384–394, 2016.
- [73] C. Poilane, Z. Cherif, F. Richard, A. Vivet, B. Ben Doudou et J. Chen, Polymer reinforced by flax fibres as a visco-elasto-plastic material, *Composites structures*, vol. 112, pp. 100-112, 2014.
- [74]. C. Baley, "Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase," *Compos. - Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, no. 7, pp. 939–948, 2002.
- [75]. N. Zakari, J. Mohamed, N. Rahman, A. Rahman, And Z. Rabidin, "Mechanical properties of mahang (macaranga) wood as a core material in sandwich composites," *Int. J. Curr. Res. Sci. Eng. Technol.*, vol. 1, no. Spl-1, p. 390, 2018.
- [76]. M. Assarar "Étude expérimentale et modélisation du comportement dynamique des composites stratifiés et sandwichs,", Université du Maine, 2007.
- [77]. H. Ornaghi, H.. da Silva, A. Zattera, and S. Amico, "Hybridization effect on the mechanical and dynamic mechanical properties of curaua composites," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, no. 24, pp. 7285–7289, 2011.
- [78]. H. Daoud, J. Rebière, A. Makni, M. Taktak, A. El Mahi and M. Haddar "Numerical and experimental characterization of the dynamic properties of flax fiber reinforced composites," *Int. J. Appl. Mech.*, vol. 8, no. 5, pp. 1–16, 2016.
- [79] R. Pintelon, P. Guillaume, S. Vanlanduit, K. D. Belder, Y. Rolain, "Identification of Young's modulus from broadband modal analysis experiments", *Mechanical systems and signal processing*, vol. 18, pp. 699-726, 2003.
- [80]. A. El mahi, M. Assarar, Y. Sefrani, and J. Berthelot, "Damping analysis of orthotropic composite materials and laminates," *Compos. Part B*, vol. 39, pp. 1069–1076, 2008.

- [81]. F. Duc, P. Bourban, C. Plummer, and J. Manson, "Damping of thermoset and thermoplastic flax fibre composites," *Compos. Part A*, vol. 64, pp. 115–123, 2014.
- [82]. A. Le Duigou, J. Deux, P. Davies, and C. Baley, "PLLA / flax mat / balsa bio-sandwich environmental impact and simplified life cycle analysis," *Appl. Compos. Mater*, vol. 18, no. 5, pp. 421–438, 2012.
- [83]. V. Sokolinsky, H. Von Bremen, J. Lavoie And S. Nutt, "Analytical and experimental study of free vibration response of soft-core sandwich beams," *J. Sandw. Struct. Mater.* vol. 6, no. 3, pp. 239–261, 2004.

Chapitre II :

Extraction et caractérisation de fibres de palmier dattier

II.1 INTRODUCTION

Dans les dernières années, les matériaux composites à base des renforts naturels (végétaux) s'augmentent de plus en plus, due à leur occupation mondiale, faible coût et leurs propriétés spécifiques. Ces avantages présents de l'intérêt pour des applications dans divers domaines comme par exemple structure marine et automobile, qui nécessite des matériaux légers à haute performance, le minimum d'impact sur l'environnement avec la possibilité de recyclage. Par contre, ces fibres lignocellulosiques (lin, chanvre, jute, etc.) sont incompatibles avec les polymères hydrophobes [1]. Or, la qualité de l'interface fibre-matrice est importante pour avoir un matériau bio-composite performant. Les chercheurs ont trouvé que la modification de la surface des fibres après l'extraction, influe considérablement sur les propriétés des matériaux que la modification de la matrice [2]. Les régions arides et semiarides se spécifient par une abondance significative de palmier dattier. L'Algérie est considérée comme le premier pays en Afrique en production de cet arbre, mais avec un nombre limité de recherche sur cette ressource [3]. Par le présent chapitre, nous avons présenté un aperçu général sur les palmiers de dattier, notamment, leurs distributions géographiques et botaniques. Ensuite, on a procède à une description sur les techniques d'extraction des fibres naturelles. Enfin, une caractérisation morphologique, chimique et thermique des fibres de palmier dattier va être menée.

II.2 PALMIER DATTIER

Phoenix dactylifera L (Le palmier dattier) est un nom botanique, provient d'un ancien nom phénicien, "phénix", qui signifie palmier dattier, et "dactylifera", du mot grec "daktulos" qui désigne l'arbre qui porte les doigts, les fruits ressemblent aux doigts sur la paume de la main [4]. Il est considéré comme l'un des arbres les plus anciens dont l'homme ait tiré profit (figure II.1). Il est cultivé en Afrique du nord et au Moyen-Orient depuis au moins 5000 ans. Au cours des trois derniers siècles, les dattes ont également été introduites dans de nouvelles zones de production en Australie, en Inde / au Pakistan, au Mexique, en Afrique australe, en Amérique du Sud et aux États-Unis [5]. Les palmiers dattiers ont joué un rôle important dans l'agriculture et représentent un rôle important dans le programme de remise en état. Outre, les valeurs nutritionnelles et les avantages pour la santé des fruits, les sous-produits du palmier dattier sont utilisés quotidiennement par la population locale dans de nombreux pays où ils sont cultivés [6]. Ce type d'espèce est largement répandue présente dans diverses zones géographiques, pédologiques et climatiques [7].



Figure II.1. Arbres de palmier dattier

II.2.1 Distribution géographique du palmier dattier

L'Iraq est considéré comme le berceau du palmier dattier et cette culture s'est déplacée vers d'autres pays (figure II.2).



Figure II.2. Propagation de la culture du palmier dattier dans l'ancien continent. Carte publiée in Munier (1973)

Les palmiers dattiers poussent dans les régions chaudes et arides du monde ou la température au moins 35 °C (la région du désert aride du monde se situe entre 10° N (Somalie) et 39° N (Elche/Espagne ou Turkménistan) dans l'hémisphère Nord et entre 7°C et

33°C dans l'hémisphère Sud) et dans les régions presque sans pluie situées entre 9°C et 39°C degrés de latitude nord-nord, qui sont représentées par le Sahara et la frange méridionale du Proche-Orient (Maroc, Algérie, Tunisie, Libbie, Egypte, Iraq et l'Iran) [8]. En raison de facteurs climatiques, le palmier dattier poussera mais ne fructifiera pas correctement en dehors des limites géographiques définies ci-dessus.



Figure II.3. Zones préférées du palmier dattier (Source: http://www.mapsofworld.com.)

La superficie cultivée en palmiers-dattiers a presque doublé de 1990 à 2007 (0.63 à 1.23 million d'hectares), mais a quelque peu diminué entre 2008 et 2010 (figure II.3). La superficie de 2011 s'établissait à 1.20 million d'hectares (FAO, 2012), ce qui représente une augmentation de 90.5% par rapport aux années 1990. Il est à noter que les superficies cultivées en datation ont augmenté plus rapidement de 1990 à 2001, une augmentation d'environ 70% pour atteindre 1.07 million d'hectares alors qu'une augmentation de 11% seulement a été observée de 2001 à 2011. Le tableau II.1 résume la distribution de palmier dattier dans les principaux pays producteurs en pourcentage :

Pays	Pourcentage		
Egypte	17		
Iran	14		
Arabie Saoudite	13		
Emirats	12		
Iraq	10		
Pakistan	10		
Algérie	7		
Oman	4		
Soudan	4		
Libye	2		

Tableau II.1. Dix principaux producteurs des dattes (FAO 2002)

Le grand Maghreb compte actuellement plus de 26 millions de palmiers dattiers, repartis sur les 5 pays du nord de l'Afrique. Avec une source de vie de 2 millions d'habitant du sud d'Algérie, 0.8-1 million d'habitant du sud en Tunisie et 1 million d'habitant du sud du Maroc [9].

En Algérie, selon les statistiques récentes disponibles, les palmiers dattier occupent une superficie évaluée à près de 164 695 hectares pour un nombre de palmiers estimé à plus de 18 millions d'unités et une production de dattes, toutes variétés confondues, de près de 790.000 tonnes par an. Les régions Phoenicicoles se situent généralement au sud de l'atlas saharien et couvrent 17 wilayas (en réalité 16 wilayas seulement car la wilaya de M'sila a perdu son potentiel phoenicicole) (tableau II.2). La wilaya de Biskra est la première région phoenicicole avec 25.6% de la superficie totale, 23,1 % du nombre total de palmiers dattiers, 37% de la production nationale de dattes (figure II.4). Elle est suivie par la wilaya d'El Oued avec respectivement 22%, 20,5% et 25,6%. Ces deux wilayas totalisent à elles seules 62,6% de la production nationale des dattes [9].



Figure II.4. Présentation géographique de la région Biskra

Tableau	II.2	Potentiel	Phoen	icicole	Algérien.	[9]
I acroad		I otomeror	1 110 01	1010010	1 inger tern.	L / J

	Superficie occupée	Deglet nour	Ghers et analogueDegla balda et analogue		Total palmier- dattier	
	На	Nbre d'arbre	Nbre d'arbre	Nbre d'arbre	Nbre d'arbre	
Adrar	27 804	0	0	3 733 350	3 733 350	
Laghouat	318	10 500	14 160	12 616	37 276	
Batna	193	8 656	9 033	10 977	28 666	
Biskra	42 493	2 612 862	545 626	1 090 812	4 249 300	
Bechar	13 945	0	1 386 738	239 394	1 626 132	
Tamanrasset	7 001	0	0	688 822	688 822	
Tébessa	812	39 000	22 400	0	61 400	
Djelfa	100	6 310	2 160	813	9 283	
Ouargla	21 515	1 370 357	989 538	162 800	2 522 695	
El-Bayad	639	19 820	15 900	28 200	63 920	
Illizi	1 220	7 727	74 213	43 760	125 700	
Tindouf	434	0	45 206	0	45 206	
El-Oued	36 317	2 422 411	703 835	618 937	3 745 183	

Khenchela	766	51 200	61 300	11 542	124 042
Naama	506	1 790	48 810	0	50 600
	10 632	521 750	219 670	483 390	1 224 810
Ghardaïa					
	164 695	7 072 383	4 138 589	7 125 413	18 336 385
Totale					

II.2.2 Description botanique de palmier dattier

La durée de vie économique moyenne d'un palmier dattier est de 40 à 50 ans, mais certains sont toujours productifs jusqu'à 150 ans. Il y a quelques palmiers dattiers qui ont probablement plusieurs centaines d'années. Cet arbre a une morphologie spécifique de nature renouvelable, elle se compose de plusieurs constituants :



Figure II.5. Schématisation de la morphologie d'arbre de palmier dattier.

- **Tronc** : La croissance en hauteur de l'arbre peut atteindre environ 30 à 36 m et environ 50 cm de diamètre du tronc. Ce dernier est totalement entouré des bases de frondes qui montent du sol au sommet de l'arbre. Ces bases ligneuses de feuilles sont disposées sur le tronc en un système constant et qui se chevauchent. Lorsque l'arbre a entre 6 et 16 ans, les ramifications émergent autour du tronc. Les ramifications basales ou basses émergent de la partie proche de la surface du sol. Tandis que les ramifications hautes émergent de la partie moyenne ou supérieure du tronc, loin de la surface du sol (figure II.5). recouverte de vieilles feuilles mortes (Figure II.6) [10].



Figure II.6. Tronc recouvert par des vieilles feuilles (Pétiole). [11]

- *Rejet* : Les ramifications basses développeront leur propre système racinaire, prêt pour la transplantation et la croissance d'un nouveau jeune arbre ailleurs. Les rejets élevés meurent s'ils sont séparés de l'arbre mère car ils n'ont pas de système racinaire. Pour inciter ces rejetons à développer des racines, celles-ci doivent être entourées d'un récipient de terre et irriguées régulièrement, bien que cette procédure soit assez coûteuse. Parfois, les rejets élevés sur le tronc, poussant jusqu'à une autre tête (Figure II.6), contiennent des feuilles, des fleurs et des fruits.

- **Bulbe** : Se situant à la base du stipe, le bulbe constitue la réserve du palmier. De là part le système racinaire d'où émergent les racines primaires courtes de moins d'un mètre, et longues de plus de 20 mètres.

- *Palm*: Les feuilles du palmier dattier sont pennées et ressemblent à une grande plume. Elles peuvent être aussi longues que 6m. Elles sont composées d'une longue nervure médiane et de minces folioles gris-vert ou bleu-vert de 20 à 40 cm de long (figure II.7). De nombreuses feuilles de palmier dattier ont une dominante bleuâtre. Un palmier dattier en bonne santé devrait avoir au moins 20 à 30 feuilles vertes vivantes, formant une couronne lâche avec les feuilles de base recourbées [11].



Figure II.7. Schématisation du Palm et leur composition. [12]

II.2.3 Industries associées au palmier dattier

Chaque saison de récolte, un chiffre énorme de rejetés de palmier dattier considéré comme déchets atteint environ de 1 130 000 tonnes dans le monde et 250 000 tonnes pour seulement l'Algérie (figure II.8) [13-14].



Figure II.8. Déchets de palmier dattier non exploitable.

Ces déchets sont bénéfiques dans divers domaines industriels d'une part et d'autre part se brulent ou se jettent dans la nature. Le tableau suivant présente quelque domaines d'utilisation [12] :

Réalisation des cadres

Il est fabriqué à partir de différentes parties du palmier, en particulier des frondes. Dans certains cas, ces frondes sont pigmentées avec différentes couleurs pour donner un aspect esthétique.

Industrie des tapis

Cet artisanat a une grande histoire en Palestine. Beaucoup de gens l'ont hérité de leurs parents et grandsparents. Les tapis sont fabriqués en grande quantité en raison de la forte demande, surtout en hiver. Les gens utilisent des nattes pour couvrir le sol, où ils donnent une belle vue aux chambres meublées.





L'industrie des boîtes

Ces boîtes sont couramment utilisées pour conserver des papiers spéciaux, des aiguilles et des fils, des accessoires, des produits cosmétiques ou des décorations. Ils sont parfois utilisés pour abriter des bonbons et des chocolats lors d'occasions spéciales telles que les fêtes et les fêtes.

Industrie de la pergola

Ils sont souvent constitués de feuilles et de troncs de palmiers. L'environnement interne à l'intérieur de cette pergola est conçu pour être plus frais que l'extérieur.

Décors de troncs de palmier dans les stations balnéaires et les restaurants

Certaines personnes utilisent les troncs de palmiers pour décorer leurs maisons, leurs centres de villégiature et leurs restaurants, où ils sont placés comme des colonnes décoratives plutôt que comme des colonnes en béton.

Malheureusement, l'utilisation de cette ressource comme un renfort naturel (matériaux composite) dans les domaines industriels est presque nulle malgré l'existence de différentes techniques d'extraction de fibres avec des moyens simples.

II.3 EXTRACTION DES FIBRES

Il existe en générale deux familles de procédés pour extraire les fibres cellulosiques en fonction de la plantes : mécanique et chimique

II.3.1 Procédé mécanique

II.3.1.1 Extraction par teillage

Une technique ancestrale de séparation par tilleul ou l'écang (instrument manuel à levier) des plants à tiges. Généralement l'extraction des fibres de lin et chanvre se fait avec cette méthode. Pour avoir des fibres souples des actions répétitives seront imposés jusqu'à les achever. Récemment, des systèmes complètement automatisés engagent, maintiennent et dégagent automatiquement les tiges sans aucune intervention humaine grâce à des systèmes







de roues cannelées à grosses dentures au début puis à plus fines dentures (Figure II.9) [16]. De plus, l'état des tiges s'influe considérablement à l'opération d'extraction, d'où la nécessité d'une étape préliminaire qui consiste à chauffer les tiges dans une température de 50-60 °C.



Figure II.9. Schéma de la méthode de teillage, produit et coproduits issu du teillage (tige de lin).

Lin teillé (filasse) 22 % : fibre unitaire longue ; favorisé pour le renforcement de composites *Etoupe* 15% : fibre courte ; serve pour l'isolation thermique et renfort non-tissé pour les matériaux composites ;

Anas 50% : serve à la fabrication de panneaux agglomérés

Graines 5% : Bénéfique pour la fabrication de l'huile et/ou la réutilisation comme semences *Poussières* : Servir à l'amendement des cultures

II.3.1.2 Extraction par flexion

Les machines Raspadors (grattoir en langue français) sont les plus utiles de ce procédé. Elles fonctionnent par une combinaison de deux traitements : grattage et battage. Ces machines principalement constituées par un axe rotatif entrainé par un moteur, sur lequel des supports maintiennent des batteurs en acier ont été fixés. Les tiges insérées en amont de la machines, sont prises entre ces batteurs et une table à ciseaux, râpées et guidées vers le coté opposé (figure II.10). La poudre et le bois passent à travers des cribles. La distance qui sépare les lames est réglable en fonction du lot [17].



Figure II.10. Machine à ficelle pour l'extraction des fibres naturelles

https://www.engineeringforchange.org/news/sisal-twine-manufacturing-machines/ II.3.1.3 *Extraction par laminage*

C'est une technique qui s'appuis sur des mécanismes de compression : presse, laminage ou une combinaison des deux traitements. Ceci est effectué plusieurs fois de suite jusqu'à une séparation quasi-parfaite des fibres (figure II.11).



Figure II.11. Extraction des fibres par laminage.

https://www.agencia.cnptia.embrapa.br/gestor/sisal/arvore/CONT000gte8ftn402wx7ha087apz

2fspevqb.html

II.3.1.4 Extraction par explosion à la vapeur

L'explosion à la vapeur est une technique avancée connue également sous l'appellation anglaise (Steam explosion). Elle est réalisée en 1924 par Collier et al. sur les fibres de Kenaf. Cette technique est considérée comme un procède thermo-mécano-chimique qui permet de briser la structure des matériaux ligno-cellulosiques par les actions combinées de la chaleur apportée par la vapeur et du cisaillement appliqué au matériau lors du retour à la pression atmosphérique (figure II.12). Le procédé est composé de deux phases distinctes:

- <u>Vapocraquage</u>: cette première phase consiste à faire pénétrer de la vapeur sous haute pression à l'intérieur de la structure du matériau. Ainsi, la vapeur se condense et mouille la surface du matériau. Ensuite, la haute température va initier l'hydrolyse des groupements acétylés et méthylgucuroniques contenus dans les xylènes et dans certaines fractions galactomannanes. L'occupation d'acides organiques libérés serait proportionnelle avec la dépolymérisation de lignine [18].

- <u>Décompression explosive</u> : la 2^{ème} phase qui se provoque par une chute brutale de pression entraînant la revaporisation d'une partie de l'eau de condensation présente dans le matériau. L'explosion à la vapeur est typiquement initiée à une température de 160-260 °C pendant quelques secondes à quelques minutes avant que le matériau ne soit exposé à la pression atmosphérique. Les deux paramètres contrôlant l'explosion à la vapeur sont la température de réaction et le temps de séjour [19].

Ces actions combinées vont, selon les conditions et le type de la plante.



 Pompe haute pression. 2. Colliers chauffants. 3. Mesures de pression et de température du générateur. 4. Mesures de pression et de température du réacteur. 5. Vanne d'isolement. 6. Vanne de mise en charge. 7. Soupape de sécurité du générateur. 8. Soupape de sécurité du réacteur. 9. Vanne d'éclatement. 10. Vanne de purge lente; 11. Vannes de récupération des produits. 12. Manomètre éclateur.


(b)

Figure II.12. Pilote d'explosion à la vapeur a été développé par Gembloux Agro-Bio Tech. [20]

II.3.2 Procédé chimique

Pour gain de temps, d'économiser la consommation d'énergie et particulièrement d'éviter les inconvénients de l'extraction mécanique, plusieurs méthodes d'extractions chimiques ont été proposées par des spécialistes dans ce domaine pour la séparation des composants cellulosiques ou non cellulosiques des ressources naturelles (végétales). Nous présentons les méthodes les plus répondues dans la recherche scientifique et l'industrie (figure II.13).



Figure II.13. Extraction chimique des fibres naturelles.

II.3.2.1 Procédé au bisulfite

Ce procédé se fait à l'aide de divers sels d'acide sulfureux (SO₃⁻² sulfites ou HSO⁻³ bisulfites) pour la séparation de la lignine uniquement. Le PH des sels utilisés dans ce

processus de réduction doit être pris en considération (entre 1.5 et 5). En plus, la durée se fait entre 4 et 14 heures et la température de 130 °C jusqu'à 160 °C qui sont aussi en fonction de la base utilisée.

II.3.2.2 Procédé au sulfate neutre de sodium

Utilisant un milieu de température de 170°C à 180 °C et sous pression dans un autoclave, on peut entamer l'extraction des fibres par solution de sulfate de sodium en ajoutant le carbonate de sodium. D'où les hémicelluloses dissoutes avec la dépolymérisation de lignine, par conséquent les fibres cellulosiques seront libérées.

II.3.3 Procédé à la soude

Ce procédé demande que de la soude NaOH dans un milieu ajuster (PH=7) pour dissoudre les composants non cellulosiques de la plante (tiges, feuilleetc.), ainsi les autres constituants (cire, impureté ...) autour de la paroi extérieure de la plante. La température, la concentration et la durée du traitement sont à définir en fonction du lot, l'âge et le type de la plante de telle façon à ne pas dégrader les fibres cellulosiques (figure II.14).



Figure II.14. Formulation chimique de la réaction de NaOH sur Fibre végétale.

II.3.3.1 Procédé Kraft

Utilisant une mixture d'hydroxyde de sodium NaOH pour l'élimination des composants non cellulosiques (Lignine, hémi-cellulosique, pectine ...etc.) et pour la protection de la cellulose et d'éviter son oxydation on ajoutant le sulfure de sodium (Na₂S). Ce procédé exige une température entre 170° et 175 °C pour une durée de 2 à 4 heures. Lors de la cuisson, le sulfure de sodium est hydrolysé en soude, en NaHS et en H2S.

II.3.3.2 Procédé par acétylation

Une méthode attrayante pour modifier la surface des fibres naturelles et les rendre plus hydrophobe. Le principe de la méthode est de faire une réaction chimique entre les groupes hydroxyles (-OH) de la fibre avec les groupements acétyls (CH3CO-) et donc rendre ainsi la surface de la fibre plus hydrophobe. D'où les groupe d'hydroxyle de constituant mineurs qui réagissent. Par contre, les groupes (-OH) des celluloses sont étroitement compactés grâce à des liaisons intermoléculaires fortes, et sont inaccessibles aux réactifs chimiques.

II.4 MATERIAUX ET METHODES

II.4.1 Matériaux

A la fin de la récolte des fruits du palmier dattier, des grandes quantités de pétiole, rachis, feuilles et grappes mortes seront accumulées dans les terres agricoles. Cette importante quantité abondante de déchets présente un intérêt potentiel en tant qu'une ressource renouvelable. Les palmiers dattiers utilisés dans ce travail ont été obtenus à partir d'oasis de Biskra, au sud de l'Algérie. On s'y basé sur la caractérisation des fibres de pétiole de palmier dattier (PDPF), où les pétioles ont été conservés dans des conditions ambiantes pendant 3 à 4 mois. Ensuite, l'extraction des fibres a été réalisée manuelle après le découpage du bois en morceau long et l'immersion du bois de pétiole entier dans de l'eau pendant 72h à une température ambiante jusqu'à se qu'il devient sec (figure II.15).







b.



Figure II.15. Etapes d'extraction de fibre de palmier dattier, a. sèchement du bois, b. Découpage sur le long, c. Imprégnation dans l'eau, d. PDPF fibres

✤ Traitement alcalin de la surface des fibres par NaOH

On a préparé une solution à 5% d'hydroxyde de sodium de concentration en utilisant des poudres de NaOH dans de l'eau distillée. Les fibres extraites étaient complètement immergées dans cette solution pour différentes durées 24h, 48h et 72h à une température ambiante. Puis, les fibres traitées dans un milieu alcalin ont été à nouveau lavées avec de l'eau distillée (PH=7) et séchées dans l'étuve à une température 50 ° C pendant 5 heures (figure II.16).



a.

b.

c.

Figure II.16. Traitement alcalin des fibres, a. PDPF, b, Imprégnation dans 5% de NaOH, c. Sèchement des fibres dans le four à 50°C.

II.4.2 Méthodes

II.4.2.1 Analyse de morphologie par microscope à balayage (MEB)

Les morphologies des fibres ont été examinées au microscope électronique à balayage Tescan Vega 3 (MEB) au niveau de l'université technique d'Istanbul, Turquie (figure II.17). En raison de leurs dimensions spécifiques, des grossissements allant de 1,00 à 10,00 KX sont proposés. Les échantillons ont été recouverts d'or avant de les soumettent au MEB.



Figure II.17. Microscope Electronique à balayage (MEB) Tescan Vega3.

II.4.2.2 Spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier (FTIR)

Avant d'effectuer tout test mécanique, les fibres traitées doivent être analysées par spectroscopie FTIR. Pour cela, une comparaison des spectres IR du PDPF avant et après les traitements chimiques a été réalisée. Les mesures FTIR des fibres ont été effectuées au niveau de Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux, Guelma, Algérie, en utilisant un appareil de type Thermo Scientific Nicolet iS10 avec son propre logiciel d'analyse quantitative (figure II.18). Le spectre a été obtenu avec une vitesse de balayage de 32 acquisitions entre 500 et 4000 cm-1 avec une résolution de 2 cm-1. La bande IR principale correspondant aux vibrations de différents groupes a été extraite et comparée à la littérature. Les principales bandes IR correspondant aux vibrations de différents groupes ont été déduites et comparées à la littérature.



Figure II.18. Machine Fourier transfert spectroscopie d'infrarouge (FTIR)

II.4.2.3 Thermogravimétrique analyse (ATG/DTG)

L'analyse thermogravimétrique des PDPF traités et non-traités a été effectuée à l'aide d'un système en étoile Mettler Toledo TGA / DSC 3+ (situé à l'université du 8 mai 1954, Guelma, Algérie) sous une atmosphère d'azote dynamique chauffant à la température ambiante ($25 \circ C$ à 600 ° C) de 10 ° C / min. Les variations de poids des échantillons d'environ 6 mg ont été mesurées (figure II.19).



Figure II.19. Machine Mettler Toledo TGA / DSC 3+

II.5 RESULTATS ET DISCUSSIONS

II.5.1 Modification de la surface

Le traitement par l'hydroxyde de sodium (NaOH) est une méthode efficace pour améliorer l'adhérence fibre-matrice dans les composites à fibres naturelles. La figure II.20_montre les micrographies (SEM) de la surface longitudinale du PDPF non traité et traité à une concentration de 5% de NaOH pendant 24h, 48h et 72h. Cette figure révèle que la fibre non traitée est clairement recouverte d'impuretés, de couches de cire et de graisse (Figure II.20.a). Les mêmes remarques ont été faites lors de l'observation sur la majeure partie des fibres naturelles [21, 22]. Cependant, les morphologies de surface des fibres traitées sont nettement meilleures que celles des fibres non traitées. Figure II.20 b-d, où la cire et les impuretés sont éliminées en fonction du temps de traitement chimique. Un traitement chimique prolongé (72 h) provoque la création de trous autour de la paroi de la fibre et cause une destruction partielle (Figure II 20.d). Pendant 24 heures, des impuretés, de la cire et de la graisse existent en petites quantités, la plupart d'entre elles sont attachées aux fibres. Des résultats optimaux sont observés pendant 48H et on remarque l'aspect de la fibre sans aucun trou.



a.





d.

Figure II.20. MEB images de PDPF non-traité et traités pour différente température, a. nontraité, b. 24h, c. 48h et d. 72h.

II.5.2 FTIR spectroscopie

Les spectres obtenus par les analyses FTIR ont confirmé l'effet de la modification apportée aux PDPF traités et non-traité (figure II.21). Au but d'interprétation, on a appuis sur les résultats trouvés dans les littératures.

L'analyse du spectre montre plusieurs pics communs. Une large et forte bande observée dans la région 3338 cm⁻¹ était principalement liée au groupe hydroxyle OH [23]. La largeur de cette bande était sensiblement réduite en fonction de l'augmentation du temps de traitement

aux alcalins. Les pics situés entre 2846–2922 cm⁻¹ sont liés à l'étirement des vibrations des hydrocarbures provenant de C-H et de C-H2 dans la cellulose et les hémicelluloses [24, 25]. Le pic de 1743 cm-1 signifie la présence de vibrations d'étirement de C-O à partir de groupes acide carboxylique et ester d'hémicellulose [26]. Autour 1427 cm-1, un pic correspond à CH2 à partir de groupes de cellulose. Le nombre d'onde pour 1238 cm-1 correspond aux groupes d'hémicelluloses (C = O) [27]. De plus, le pic fort localisé à 1032 cm-1 indique un mode d'étirement des groupes hydroxyle et éther dans la cellulose. La présence d'un pic dans la plage de 899 cm-1 est associée à des groupes (C-O) qui sont liés aux liaisons β -glycosidiques entre les monosaccharides de cellulose [28].



Figure II.21. FTIR spectroscopies de PDP fibres traités et non-traité.

II.5.3 Thermogravimétrique (ATG/DTG)

L'étude de la stabilité thermique de PDPF est d'une importance primordiale, principalement dans le cadre de la valorisation de cette ressource en tant que renfort pour les matériaux composites. En particulier, la détermination du choix de la matrice et la température de mise en œuvre de la structure. La figure II.22 représente la courbe TGA/DTG de la fibre PDP non-traité (contrôle). Cette figure illustre 4 phases de décompositions des constituants chimiques de la fibre PDPF, d'où elle a perdu 92.44 % de sa masse initiale.

La première perte de masse (9.76%) a été constatée entre 30 et 115 ° C, ce qui a été mentionné par plusieurs auteurs [29-30] à l'absorption d'eau dans la fibre, ce qui confirme son caractère hydrophile. Ensuite, une stabilité thermique a été notée jusqu'à environ 170 ° C, aucun pic significatif n'a été observé dans la courbe DTG, ce qui concorde parfaitement avec les travaux de [31].

Le deuxième processus de perte de masse, qui représente l'initiation de la dégradation du PDP fibres, a été observé entre 200 ° C et 360 ° C. Cela peut être attribué à la décomposition thermique des hémicelluloses et aux liaisons glycosidiques de la cellulose [32]. Le pic observé autour de 319.86 °C indique la décomposition de la cellulose I et de l'α-cellulose [33]. Des pics similaires ont été signalés dans la littérature pour les fibres de bambou, de chanvre, de jute et de kenaf à 321, 308,2, 298,2 et 307,2 °C, respectivement [32]. Le pic observé à 442.22 °C est attribué à la dégradation de la lignine. De plus, une masse résiduelle ou un résidu de carbonisation a été inclus dans cette dernière phase. Les produits finaux de la dégradation de la cellulose contiennent des résidus de carbone et des charges non dégradées.



Figure II.22. TGA et DTG masse perdue en fonction de température de PDPF non-traité.

Les courbes TG, DTG des fibres PDP non-traitées et traitées aux alcalis sont illustrées à la figure II.23. Les données thermogravimétriques des fibres traitées et non-traitées indiquent que le sodium d'hydroxyde élève leur stabilité thermique. Ceci est traduit par l'augmentation de la température du début de dégradation et le déplacement des pertes de masse à des températures inférieures particulièrement à la dégradation de cellulose (336 °C, 335 °C et 334

°C pour les traitements de 24h, 48h et 72 h, respectivement). Par comparaison, on observe que le taux d'humidité des fibres traités a été réduit à cause d'influence de la NaOH sur les groupes d'hydroxyle (moins hydrophobe). De plus, on trouve que le pic à la température 207.13 ° C disparaît pour les fibres traitées due à l'effet de NaOH sur l'hémicellulose, ainsi une stabilité thermique plus que de celle de fibre non-traitée (250°C).



Figure II.23. Comparaison de masse perdue en fonction de température de PDPF traités/nontraité (TGA et DTG graphes).

II.6 CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons présenté un aperçu général (histoire, distribution et morphologie) sur les palmiers dattier dans le monde et en particulier en Algérie. De plus, on a cité les méthodes d'extraction des fibres naturelles (végétaux) utilisées dans la littérature. Pour valoriser les déchets de cette ressource en tant qu'un renfort aux matériaux composites, on a étudié le comportement chimique, thermique et morphologique des fibres PDP brute et traités à l'aide de Sodium d'hydroxyle. Comme résultat, on a trouvé que le traitement par NaOH s'influe significativement sur la performance de la fibre :

 A partir des images MEB, on constate que le NaOH a enlevé les impuretés, cires et les résidus situent autour de la paroi des fibres. Le traitement durant 48h des PDPF a donné une surface de fibre rugueuse avec moins de concentration des impuretés. Apres (72h de traitement), l'influence de NaOH a dégradée les parois avec la création des trous).

- La spectroscopie infrarouge de transformer de Fourier (FTIR) a fourni des informations supplémentaires sur la réactivité des fibres après le traitement par alcalinisation. Cette technique a également permis d'identifier et de confirmer l'élimination efficace des groupes chimiques lors de l'alcalinisation (tels que cellulose, l'hémicellulose, la lignine, la présence de groupes hydroxyles réactifs à la surface de la fibre et dans la région amorphe).
- L'analyse thermogravimétrique de la fibre de PDP traités et non-traité a mis en évidence une stabilité thermique jusqu'à (170 °C et 230 ° C, respectivement), ce qui confirme la possibilité de l'utiliser comme renforcement pour les matériaux composites à base de polymère (bio ou non bio).

Référence

- F. Yao, Q. Wu, Y. Lei, W. Guo, and Y. Xu, "Thermal decomposition kinetics of natural fibers: Activation energy with dynamic thermogravimetric analysis," *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 93, pp. 90–98, 2007.
- [2]. C. Igwe, I. James, E. Ndem, and V. Obiana, "Influence of chemical modification of kenaf fiber on xGNP - PP nano - biocomposites," *SN Appl. Sci.*, vol. 1, no. 10, pp. 1–11, 2019.
- [3]. A. Chaouch, A. Akkak, and H. Benbouza, "Scientia Horticulturae Molecular identification of Date palm (Phoenix dactylifera L .) " Deglet noor " pollinator through analysis of genetic diversity of Algerian male and female ecotypes using SSRs markers," *Sci. Hortic*. (Amsterdam)., vol. 274, pp. 109668, 2020.
- [4]. A. Ibrahim, "Date palm the tree of life". Arab Centre for the Study of Arid Zones and Dry Lands (ACSAD), *Damascus*, 2008.
- [5]. C. Chao and R. Krueger, "The date palm (Phoenix dactylifera L.): Overview of biology, uses, and cultivation," *HortScience*, vol. 42, no. 5, pp. 1077–1082, 2007.
- [6]. S. Bekheet, "Direct Organogenesis of Date Palm (Phoenix dactylifera L .) for Propagation of True-to-Type Plants," *Sci. Agric.*, vol. 4, no. 3, pp. 85–92, 2013.
- [7]. A. El Hadrami and J. Al-Khayri, "Socioeconomic and traditional importance of date palm," *Emirates J. Food Agric.*, vol. 24, no. 5, pp. 371–385, 2012.

- [8]. N. Al-Khalifah, E. Askari, A. Shanavaskhan, "Date palm tissue culture and genetical identification of cultivars grown in Saudi Arabia", National Center for Agriculture Technologies, King Abdulaziz City for Science and Technology, Kingdom of Saudi Arabia, 2013.
- [9]. N. Bouguedoura, A. Benkhalifa, "Biotechnologies du palmier dattier". Actes du 3e Séminaire du réseau AUF-BIOVEG «Biotechnologies du palmier dattier» Montpellier (France), 2008.
- [10]. M. Robinson, C. Williams, "The date palm in southern Nevada", The University of Nevada, pp. 23, 2012.
- [11]. V. Battesti, L'agro biodiversité du dattier (Phoenix dactylifera L.) dans l'oasis de Siwa (Égypte) : entre ce qui se dit, s'écrit et s'oublie. Revue d'ethnoécologie 4 (The Date Palm: Origin and Cultivation in the Middle East and in Egypt), 2013.
- [12]. R. Benzidane, "Étude du comportement en fatigue des plaques sandwichs à base de bois de palmier,", Thèse de doctorat, Université de la science et de la technologie USTOMB, 2018.
- [13]. A. Rhouma, N. Nasr, M. Ben Salah, M. Allala. Analyse de la diversité génétique du palmier dattier dans les Iles Kerkennah, Projet Palmier Dattier au Maghreb, 2005.
- [14]. A. Chehma, H. Longo, Valorisation des sous-produits du palmier dattier en vue de leur utilisation en alimentation du bétail, "*Rev. Energ. Ren. : Prod et Valo –Biom*, pp. 59-64, 2001.
- [15]. A. Fattah, A. Rabou, E Radwan, "The current status of the date palm (Phoenix dactylifera) and its uses in the Gaza Strip, Palestine," *Biodiversitas*, vol. 18, no. 3, pp. 1047–1061, 2017.
- [16]. R. Allaby, G. Peterson, D. Merriwether, Y.Fu, "Evidence of the domestication history of flax (Linum usitatissimum L.) from genetic diversity of the sad2 locus", *Theoretical and Applied Genetics*, Vol 112, no 1, pp. 58- 65, 2005.
- [17]. S. Msahli "Etude du potentiel textile des fibres d'Agave Americana L.", Thèse de Doctorat, Université de Haute Alsace, Juillet 2002.
- [18]. X. Sun, F. Xu, R. Sun, Z. Geng, P. Fowler and M. Baird, "Characteristics of degraded hemicellulosic polymers obtained from steam exploded wheat straw", *Carbohydr.Polym*, Vol 60, pp.15-26, 2005.

- [19] E.Chornet E and R. Overend, "Phenomenological kinetics and reaction engineering. Aspects of steam/ aqueous treatments ", Proceedings of the International workshop on steam explosion technique: fundamentals and industrial applications, pp.21-58, 1988.
- [20]. B. Ringuette," Matériaux composites a base de fibres de Chanvre", Mémoire présenté à la Faculté des études supérieures de l'Université Laval dans le cadre du programme de maîtrise en génie chimique pour l'obtention du grade de maître es sciences (M.Sc.), 2011.
- [21]. X. Liu and G. Dai, "Surface modification and micromechanical properties of jute fiber mat reinforced polypropylene composites," *Express Polym. Lett.*, vol. 1, no. 5, pp. 299– 307, 2007.
- [22]. A. Karthikeyan, K. Balamurugan, and A. Kalpana, "The effect of sodium hydroxide treatment and fiber length on the tensile property of coir fiber-reinforced epoxy composites," *Sci. Eng. Compos. Mater.*, vol. 21, no. 3, pp. 315–321, 2014.
- [23]. M. Maache, A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, and A. Dufresne, "Characterization of a novel natural cellulosic fiber from Juncuseffusus L.," *Carbohydr.Polym.*, vol. 171, pp. 163–172, 2017.
- [24]. V. Alvarez and A. Vázquez, "Influence of fiber chemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of Mater Bi-Y/sisal fiber composites," *Compos. Part A.*, vol. 37, no. 10, pp. 1672–1680, 2006.
- [25]. M. Gholami, M. Ahmadi, M. Tavanaie, and M. 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. 1–9, 2017.
- [26]. M. Paiva, I. Ammar, A. Campos, R. Cheikh, and A. Cunha, "Alfa fibers: Mechanical, morphological and interfacial characterization," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, no. 6, pp. 1132–1138, 2007.
- [27]. Z. Belouadah, A. Ati, and M. Rokbi, "Characterization of new natural cellulosic fiber from Lygeumspartum L.," *Carbohydr.Polym.*, vol. 134, pp. 429–437, 2015.
- [28]. I. De Rosa, J. Kenny, M. Maniruzzaman, M. Moniruzzaman, M. Monti, D. Puglia, C. Santulli, F. Sarasini, "Effect of chemical treatments on the mechanical and thermal behaviour of okra (Abelmoschusesculentus) fibers," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 71, no. 2, pp. 246–254, 2011.

- [29]. M. Ali and A. Alabdulkarem, "On thermal characteristics and microstructure of a new insulation material extracted from date palm trees surface fibers," *Constr. Build. Mater.*, vol. 138, pp. 276–284, 2017.
- [30]. F. Yao, Q. Wu, Y. Lei, W. Guo, and Y. Xu, "Thermal decomposition kinetics of natural fibers: Activation energy with dynamic thermogravimetric analysis," *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 93, pp. 90–98, 2007.
- [31]. I. De Rosa, J. Kenny, D. Puglia, C. Santulli, and F. Sarasini, "Morphological, thermal and mechanical characterization of okra (Abelmoschus esculentus) fibres as potential reinforcement in polymer composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 70, no. 1, pp. 116–122, 2010.
- [32]. S. Indran, R. Raj, and V. Sreenivasan, "Characterization of new natural cellulosic fiber from Cissus quadrangularis root," *Carbohydr. Polym.*, vol. 110, pp. 423–429, 2014.
- [33]. R. Rajkumar, A. Manikandan, and S. S. Saravanakumar, "Physicochemical properties of alkali treated new cellulosic fiber from cotton shell," *Int. J. Polym. Anal. Charact.*, vol. 21, no. 4, pp. 359–364, 2016.

Chapitre III :

Elaboration et caractérisation des constituants sandwiches

III.1 INTRODUCTION

Les structures composites à base des fibres naturelles ont montré leur importance dans nombreux domaines, à cause de leurs propriétés mécaniques spécifiques et leur faible densité. En plus, l'hybridation permet aux concepteurs d'adapter les propriétés des composites en fonction de l'usage souhaité. L'hybridation des fibres naturelles avec des fibres synthétiques est plus résistante et résistante à la corrosion, telles que le carbone, l'aramide, le verre, etc., peuvent améliorer la rigidité, la résistance ainsi que la résistance à l'humidité des composites. Les défauts des composites renforcés par des fibres naturelles peuvent être corrigés par une combinaison avec de la fibre de verre afin de produire des composites hybrides dotés des attributs souhaités, qui incluent les caractéristiques optimales de la combinaison ainsi que le rapport coût / performance.

Pour évaluer les performances du composite, les propriétés mécaniques conventionnelles (quasi-statique) sont largement utilisées. Néanmoins, les propriétés mécaniques dynamiques, obtenues sur une large plage de températures ou de fréquences, peuvent être très utiles pour comprendre la structure du composite. L'analyse mécanique dynamique (DMA), l'analyse modale et la vibration FRF (fonction de réponse fréquentielle) sont, par exemple, des techniques sensibles pour étudier les caractéristiques de l'interface fibre / matrice, et les résultats peuvent corroborer avec ceux des tests mécaniques.

Le présent chapitre a pour l'objet d'élaboration et caractérisation élémentaire des constituants (peaux/âme) des poutres sandwich. En premier lieu, on a fabriqué des peaux en matériaux composites hybrides de différentes fractions massique de PDPF en mat traités à 5% de NaOH pendant 48h avec des fibres de verre en tissu par la technique d'infusion (VARTM). Des essais de, traction, flexion, ATG, DMA et vibration ont été réalisés. En deuxième lieu, une investigation physique, chimique, thermique et mécanique des âmes en bois de pétiole palmier dattier (BPPD) a été faite pour comprendre leur comportement. Les surfaces et la section de rupture en traction ont été réalisés par MEB. En dernier lieu, une comparaison des essais de vibration a été faite avec des résultats numériques obtenus par le code ANSYS.

III.2 MATERIAUX ET METHODES

III.2.1 Matériaux utilisés

Les matériaux considérés dans cette étude sont des matériaux hybrides et le bois brute de palmier dattier de la région Biskra. Nos matériaux sont des composites hybrides et élastiques qui résultent du mélange de nos fibres traitées de PDPF avec les fibres de verre en tissu renforcées par une résine vinylester.

III.2.1.1 Fibre de pétiole de palmier dattier (PDPF).

Les pétioles de palmier dattier utilisées dans cette étude viennent de la région de sud Biskra. Les mêmes étapes d'extraction citées dans le chapitre précédent ont été appliquées mais pour une quantité importante de fibres PDPF. Afin d'assurer une bonne interface (fibre e/résine), on a pris le traitement de 48h de temps d'imprégnation dans 5% de NaOH. Les fibres extraites on été configurées sous une forme non-tissé (mat) de masse surfacique 600 g/m^2 d'où la langueur de la fibre a été limitée entre 50 et 120 mm (figure III.1).



Figure III.1. Préparation de renfort naturels PDPF, a. tissu en mat de PDPF, b. sechement de la fibre à une température de 50°C durant 5h, c. plie PDPF en mat de 600 g/m²

III.2.1.2 Fibre de Verre

La fibre de verre est l'une des fibres synthétiques les plus utilisées. Elle est fabriquée avec des matières premières telles que le calcaire, la silice, l'argile, le spath fluor et la dolomite. Ces ingrédients sont fondus et extrudés à travers des filières comportant de multiples petits orifices pour obtenir des filaments. Les filaments extrudés sont enduits de produits chimiques pour obtenir la taille requise. Le diamètre des filaments et le nombre de filaments dans une mèche déterminent son poids. La fibre E-Glass sélectionnée pour ce travail est un tissé Roving E-Glass de 49 g/m² produite au niveau de la société DostKimya à Tuzla, Istanbul, Turquie (figure III.2).



Figure III.2. Tissu Roving de fibre de verre 49g/m²

III.2.1.3 La matrice

La matrice utilisée pour la fabrication des composites hybrides est un mélange de résine venylester, cobalt et peroxyde de méthyléthylcéton (MEK-P). Ces produits sont développés et commercialisés par la société Poliya de Istanbul, Turquie. La résine Vinylester (polives 702) désignée à la fabrication par technique d'infusion. Le mélange de ces composants s'effectue sous un pourcentage normalisé, pour chaque 100g de résine est exigée 2% de MEK-P et 0.2% du cobalt. Le mélange est réalisé dans un milieu à température ambiante, pression atmosphérique normale et nécessite une agitation uniforme et continue durant quelques minutes.

III.2.1.4 Préparation des âmes en BPPD

Le BPPD étudié dans ce chapitre est ramené de deux différentes régions, le nord à Sidi bel Abess où le climat est humide et le sud à Biskra où le climat est chaud et sec. Avant d'entamer les essais, on a placé le BPPD dans un milieu isolé à température ambiante durant 3 mois, ensuit, on les a découpés selon la normalisation d'essai voulu (figure III.3).



Figure III.3. Préparation des spécimens en BPPD

III.2.2 Procédé de mise en ouvre du composite

Pour obtenir des spécimens composites hybrides, des fibres de palmier dattier (PDPF) et des fibres de verre (GF) ont été mélangées de manière à obtenir 30% de la fraction massique totale en fibres. Dans le tableau III.1, on propose quatre combinaisons différentes de PDPF et des fibres de verre pour la réalisation des composites hybrides (30PDPF / 0GF, 20PDPF / 10GF, 10PDPF / 20GF et 0PDPF / 30GF). Les propriétés mécaniques et géométriques des spécimens sont rassemblées dans le tableau III.2. Techniquement, le tissé de verre de densité 49 g / m² a été utilisé comme peau et PDPF comme âme.

Hybride	Fibre PDP	Fibre de verre (GF)	Vinylester	
	%	%	%	
30PDPF/0GF	30	0	70	
20PDPF/10GF	20	10	70	
10PDPF/20GF	10	20	70	
0PDPF/30GF	0	30	70	

Tableau III.1. Configuration de composites hybrides élaborés

Physico-mécanique propriétés	PDPF fibre	Fibre de verre	Vinylester
Densité (kg/m3)	790	2560	1400
Diamètre (µm)	100-300	5-25	-
<i>Résistance à la traction</i> (MPa)	240	2400	76
Module de Young (GPa)	7.14	70	3
Elongation à la traction (%)	3.75	3	5

Tableau III.2. Propriétés élémentaire des constituants

Le procédé d'hybridation entre couches a été adopté en plaçant un mat de PDPF entre les deux couches de fibres de verre tissées. Après cela, un moulage par le transfert de la résine assisté par le vide a été utilisé pour préparer les échantillons hybrides. Tous les spécimens ont été fabriqués sur une plaque de verre nettoyée. Un film détachable en polyuréthane a été placé sur le dessus de la plaque de verre pour retirer facilement les échantillons après le processus de durcissement. Pour assurer une répartition homogène de la résine et créer un vide constant dans tout le moule, deux tubes en spirale ont ensuite été fixés sur les bords supérieurs de la couche supérieure, comme indiqué sur la figure III.4. Un tube en spirale a été utilisé comme entrée, laquelle a été reliée au seau de résine via un tuyau de perfusion. L'autre tube en spirale a été utilisé comme sortie et connecter à la pompe à vide via un tuyau d'infusion à vide. Deux couches de peler et de film antiadhésif perforé ont été placées sur le tissu en fibre de verre et les tubes en spirale, suivies d'une couche de fluide d'écoulement pour faciliter l'écoulement de la résine pendant le processus d'infusion. À la fin, l'ensachage sous vide a été placé sur le dessus du verre et sceller à l'aide d'un ruban adhésif pour empêcher toute fuite d'air pendant le processus VARTM. Pour démarrer le processus d'infusion de résine, le tuyau d'infusion a été placé dans un seau de résine, la pompe à vide a été mise en marche et le mélange de résine a commencé à s'écouler de l'entrée à la sortie. Une fois que la résine a atteint la sortie, le tuyau de perfusion a été clampé et le vide a été désactivé. Les échantillons ont été mis à consolider pendant 24 heures (figure III.4 et 5).



Figure III.4. Schématisation du procédé utilisé pour la fabrication des composites hybrides







c.



d.

Figure III.5. Images réelles descriptives du procédé VRTM, a. mettre les fibres configurées sur un film polyuréthane, b. emplacement de peler et tissu d'arrachage, c. vérification du fonctionnement de la bague, d. injection de la résine dans bague.

III.2.3 Caractérisation des constituants (Peaux/Ame)

III.2.3.1 Peaux

III.2.3.1.1 Essais de traction et flexion

Les essais de traction et de flexion ont été réalisés à l'aide d'une machine Shimadzu d'une cellule de charge 100 KN situé dans l'université technique d'Istanbul, Turquie. Le module d'élasticité et la résistance à la rupture ont été évalués. La géométrie et les dimensions des éprouvettes ont été élaborées selon les normalisations ASTM D3039 et ASTM D790 (traction et flexion, respectivement) (Figure III. 6_9). Cinq essais ont été réalisés pour chaque groupe d'échantillons, avec une vitesse de 1 mm/min (figure III.10).



Figure III.6. Schématisation des spécimens de traction (ASTM D3039).



Figure III.7. Spécimens de traction.



Figure III.8. Schématisation des spécimens de flexion (ASTM D790).



Figure III.9. Spécimens de flexion.



Configuration en traction

Configuration en flexion



III.2.3.1.2 Analyse thermogravimétrique.

La stabilité thermique des composites hybrides a été caractérisée à l'aide d'un analyseur thermogravimétrique TGA/DSC3p (METTLER TOLEDO) sous atmosphère d'azote et une vitesse de chauffage de 10 C / min de 30 °C à 600 °C.

III.2.3.1.3 Analyse mécanique dynamique (DMA)

L'instrument DMA (Hitachi, Japon) situé dans les laboratoires «Thermal Analysis Laboratory» et «Nanotechnology Laboratory» de l'Université d'Istanbul-Cerrahpasa a été utilisé pour évaluer les propriétés des échantillons composites hybrides de dimension $50 \times 10 \times (0.5-3) \text{ mm}^3$. Les tests ont été configurés en flexion trois points à une fréquence de 1Hz, où ils ont été effectués à une température de 30 °C à 150 °C avec à un taux de température accrue de 5 °C / min. Le module de stockage, le module de perte et le facteur de perte ont été représenté par le système d'acquisition.

III.2.3.1.4 Vibration par FRF

L'analyse FRF expérimentale des vibrations avec excitation par impact présente l'avantage d'être assez simple à mettre en œuvre. La figure III.11 montre le dispositif (NATIONAL INSTRUMENTS (NI) cDAQ-9184) expérimental utilisé pour étudier les vibrations des poutres en configuration encastrée-libre. La structure est excitée en un point à l'aide d'un marteau d'impact et la réponse est détectée en un autre point de la structure à l'aide d'un accéléromètre. Les signaux d'excitation des poutres et de sortie de l'accéléromètre sont ensuite numérisés et traiter par un analyseur dynamique de signaux. Cet analyseur est constitué d'une carte d'acquisition et de traitement et associer à un logiciel résidant de contrôle et traitement des signaux. ASTM E750 a été utilisée pour la détermination de module de Young effectif.



Figure III.11. Réalisation des essais de vibration, a. Echantillons, b. emplacement d'échantillons en mode encastrement-libre.

Echantillons	Longueur[m]	Largeur [m]	Epaisseur[m]	Masse volumique
groupes				ρ[m/v]
<i>30PDPF/0GF</i>	180 e-3	20 е-3	3 e-3	1092
20PDPF/10GF	180 e-3	20 e-3	2.24 e-3	1100
10PDPF/20GF	180 e-3	20 e-3	1.6 e-3	1218
Résine	180 e-3	20 e-3	3.74 e-3	1092

Tableau III. 3. Dimensions des échantillons testés

II.2.3.1.5 Test d'usure

La résistance à l'usure des échantillons d'hybrides à base de PDPF et de GF a été évaluée à l'aide d'un testeur pin-on-disc. UTS Tribomter Test Machine (Université Karabuk, Turquie) a été utilisé pour étudier les propriétés d'usure d'échantillons à une température de 20–25 °C et à

une humidité relative de 30-45% (figure III.12). Les tests d'usure ont été effectués pour tous les échantillons soumis à des charges de 20 N et 40 N. La distance et la vitesse de glissement ont été maintenues constantes à 1000 m et à 1,7 m / s, respectivement.



Figure III.12. Machine UTS tribometer

III.2.3.1.6 Surface morphologies of composites

Les observations morphologiques de l'interface de composites hybrides, la surface après la rupture en traction et la surface usée ont été analysées sur un microscope électronique à balayage TESCAN VEGA 3.

III.2.3.2 Ame

III.2.3.2.1 MEB

Des examens microscopiques des échantillons de BPDP et de son interface (fibre / matrice) ont été réalisés à l'aide d'un microscope électronique à balayage Tescan Vega3 (MEB) à 10 kV et 15 kV. Après avoir couvert les échantillons avec de l'or, ont été montés sur des supports en aluminium à l'aide de languettes adhésives en carbone électriquement conductrices avec double face avant l'analyse.

III.2.3.2.2 *FTIR*

Les spectres FTIR du BPDP (Nord / Sud) ont été réalisés à l'aide d'un appareil de type Thermo Scientific Nicolet iS10 doté de son propre logiciel d'analyse quantitative. Le spectre a été obtenu avec une vitesse de balayage de 32 acquisitions entre 500 et 4000 cm-1 avec une résolution de 2 cm-1.

III.2.3.2.3 ATG/DTG

Le même procédé qui a été réalisé aux fibres dans le précédent chapitre et encore utiliser une fois pour BPPD des deux régions du nord et du sud.

III.2.3.2.4 Taux d'humidité

La norme américaine (ASTM 4442-92) a été suivie. Le volume (V) a été évalué par la méthode du déplacement d'eau et les poids ont été mesurés à la fois dans des conditions humides et sèches (séchées à 103 ± 2 °C). Les spécimens BPPD réalisés avec les dimensions $20*\ 20\ *20\ \text{mm}^3$ (figure III.13). La teneur en humidité des deux PDPW (Nord / Sud) a été évaluée à l'aide de la formule suivante :

$TH = (M_t - M_0) / M_t .100$

Où, Mt et Mo représentent les masses humide et sèche, respectivement.





Figure III. 13. Evaluation du taux d'humidité de BPPD, a. spécimens en cube de 20x20x20 m³, b. pesés de BPPD dans une balance digitale, c. sèchement du BPPD dans un four à 102°C.

III.2.3.2.5 Absorbation d'eau

En utilisant la norme ASTM D5795-16, l'absorption d'eau a été réalisée pour les spécimens BPPD des deux régions. Tout d'abord, le bois a été séché au four à 102 °C jusqu'à le poids constant. Ensuite, le poids a été mesuré et considérer comme le poids initial à l'aide d'une balance numérique. Ensuite, les échantillons ont été immergés dans de l'eau distillée et peser à des périodes de temps spécifique (24, 48 et 72h). La différence de poids a été utilisée pour estimer l'absorption d'eau par les spécimens (figure III.14). La formule ci-dessous représente l'équation d'absorption d'eau utilisée.

$WA = (P_t - P_i) / P_t .100$

Où, P*t* représente le poids du spécimen mouillé et P*i* représente le poids du spécimen séché au four à un intervalle de temps t = 0.







b.

Figure III.14. Evaluation d'absorbation d'eau du BPPD

III.2.3.2.6 Analyse mécanique dynamique (DMA)

Cette analyse a été effectuée aussi pour le bois de pétiole palmier dattier de deux différentes régions. Leur comportement viscoélastique a été évalué pour différentes directions de fibres (Perpendiculaire Ox et en parallèle Oy) (figure III.15).



Figure III.15. Echantillons BPPD normalisés avec différentes directions des fibres pour l'essai DMA

III.3 RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.3.1 Peaux

III.3.1.1 Caractérisation mécanique en quasi-statique

III.3.1.1.1 Traction

Les figures III.16 (a, b, c et d) illustre les courbes contrainte-déformation des composites hybrides fabriqués. Ces courbes ont été enregistrées directement à partir de la machine Shimadzu, afin de les tracer avec logiciel Origin2018.



Chapitre III : Elaboration et caractérisation des constituants sandwiches



Figure III.16. Courbes contrainte-déformation en traction des composites hybrides, a. 30PDPF/0GF, b. 20PDPF/10GF, c. 10PDPF/20GF, d. 0PDPF/30GF

On observe qu'il y a une quasi-similitude (homogénéités) de résultats pour chaque groupe. Les résultats obtenus montrent que l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation se déroule en deux phases de différentes valeurs. La première phase ou la zone linéaire, la où on peut évaluer les caractéristiques élastiques du matériau (Module de Young, contrainte élastique). Ensuite, une partie quasi-linéaire apparaît jusqu'à la rupture des spécimens qui sont de type fragile. Une répétition a été observée des essais de la première phase et une légère dispersion dans la deuxième. Une exception a été notée pour l'hybride 0PDPF/30GF où le premier spécimen connait des caractéristiques élevées, peut être due à la manœuvrabilité d'essai. Pour une analyse approfondie du comportement mécanique des composites hybrides, on a effectué une étude comparative (figure III.17_18 et Tableau III.4).



Figure III.17. Comparaison de courbe typique contrainte/déformation en traction.



Tableau III.4. Propriétés moyennes (résistance, module de Young et déformation) en traction des composites hybrides élaborés

	Hybride spécimens	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Déformation (%)
	30PDPF/0GF	20.78 ±2.33	2.76 ±0.24	1.18 ±0.21
Propre	20PDPF/10GF	44.84 ±8.7	3.26 ±0.52	2.8 ±0.42
travail	10PDPF/20GF	73.48 ±9.13	4.62 ±0.33	3.24 ±0.43
	0PDPF /30GF	287.02 ± 26.81	11.43 ±0.24	4.13 ±0.19
Djoudi et al. [1]	DPF/epoxy (15:85 wt%)	11.04 ±1.95	0.44 ±0.06	0.04 ± 0.009
Arthanarieswaran et al. [2]	Banana- verre/epoxy (20:15:65wt%)	46	1.42	5.2

La figure III.17 présente les courbes de contrainte-déformation typiques des spécimens hybrides. On observe que le module de Young et la résistance à la traction s'améliorent avec

l'augmentation du rapport de fibres de verre. Les valeurs quantitatives sont données dans le tableau III.5. En comparant les propriétés de traction des échantillons (figure III.18.), nous trouvons que les types 30PDPF / 0GF ont des propriétés inférieures à celles des autres échantillons en raison de la faible adhérence, de la nature du composant (hydrophile et neutre, hydrophobe et la non uniformité des fibres). Comparativement à 30PDPF / 0GF, les hybridations avec 20PDPF / 10GF et 10PDPF / 20GF ont significativement amélioré la résistance à la traction de 52% et 73%, respectivement. La résistance à la traction la plus élevée correspond au 0PDPF / 30GF avec 93%. Cette amélioration est due aux propriétés mécaniques les plus élevées du tissu de verre et à la bonne adhérence entre le tissu de verre et la fibre de palmier dattier. L'allongement à la rupture augmente également avec l'augmentation de la quantité de tissu de verre (tableau III.4). Concernant le module d'élasticité, les résultats indiquent clairement l'effet significatif de l'hybridation. En ajoutant 10% et 20% de fibres de verre, le module augmente de 15% et de 38%, respectivement.

En comparaison avec les différents résultats de la littérature sur les hybridations entre fibres de verre tissées et d'autres fibres naturelles, nos résultats sont très concordants. Le composite PDPF pur (30PDPF / 0GF) a montré une augmentation significative de la résistance à la traction et le module de Young (de 20,6% et 58,0% respectivement) par rapport à celui du composite en bois de palmier dattier / polypropylène avec les mêmes fractions massique [3]. En plus, son module de traction est de 51% plus élevé que le composite polymère de bois de sciure produit par Rahman et al. [4]. Même, le composite hybride 10PDPF / 20GF a présenté une plus grande résistance à la traction par rapport aux fibres de coco / verre et banane-sisal-fibres de verre / époxy de 41% et 13%, respectivement [1,5].

III.3.1.1.2 Flexion

La figure III.19 (a, b, c et d) présente les résultats des spécimens testés en flexion trois points. On peut observer un cohérent résultat avec la traction.



Figure III.19. Courbes contrainte-déformation à la flexion des composites hybrides, a. 30PDPF/0GF, b. 20PDPF/10GF, c. 10PDPF/20GF, d. 0PDPF/30GF

Les propriétés de flexion de quatre composites hybrides ont été présentées aux figures III.19_20. Les propriétés de traction et de flexion ont montré la même tendance. En raison de la teneur en GF dans les composites hybrides et de sa configuration sur les composites (couches intérieure et extérieure), une différence considérable de comportement en flexion a été notée au tableau 5. Tel qu'obtenu par Mishra et al. [6] lors des essais de flexion, trois mécanismes se produisent simultanément : traction, compression et cisaillement. L'échantillon composite 30PDPF/0GF présentait une résistance à la flexion de 60,05 MPa, qui était augmentée de 51.00% et 74.51%, lorsque la quantité de fibres de verre était de 10% et 20%, respectivement. L'augmentation pourrait être due à la résistance élevée de la fibre de verre et au transfert uniforme des contraintes entre le GF et la matrice. D'autre part, la quantité de fibres PDP était proportionnelle aux valeurs de déformation de rupture en raison de sa faible

résistance au cisaillement par rapport à la fibre de verre. Comme prévu, le vinylester renforcé de GF a présenté la valeur de flexion la plus élevée de 311.59 MPa. Le module de flexion s'est avéré être de 18GPa pour le vinylester renforcé de GF pur, suivi de 17.23 GPa pour 10PDPF / 20GF où la diminution n'était que de 4.2%. Le module de flexion était considérablement bas pour des teneurs en PDPF plus élevées: 4.92 GPa pour 20PDPF / 10GF et 3.87 GPa pour un composite PDPF pur. La conclusion était en accord avec les travaux de Safri et al. [7] pour les composites hybrides fibres de palmier à sucre / fibre de verre (tableau III.5). Des composites renforcés de fibres de palmier dattier/fibre de verre pétiole ont également été étudiés par d'autres. Par exemple, Saba et al. [8] ont étudié les propriétés de flexion des enduits / époxy de palmier dattier fabriqués selon la technique de stratification manuelle. Ils ont trouvé la résistance à la flexion et le module optimisés lorsque la charge de remplissage était de 50%. Alshammari et coll. [9], ont trouvé que chaque partie de la fibre de palmier dattier donne des propriétés différentes (la tige de brunch aux fruits a donné les valeurs les plus élevées). Tapas et al. [10] ont produit des composites hybrides de composite époxy renforcé de fibre de tige de palmier dattier / fibre de verre. La résistance à la flexion et le module de Young des composites de fibres de tige étaient 30% et 16% plus élevés par rapport à ceux obtenus dans cette étude, ce qui peut être dû à la résine époxy et aux fibres de tige plus résistantes.



Figure III.20. Comparaison de courbe typique contrainte/déformation en flexion.

Figure III.21. Diagramme de barre des propriétés moyennes des composites hybrides en traction

	Hybride	Résistance à la	Module de flexion	déformation
	spécimens	flexion (MPa)	(GPa)	(%)
	30PDPF/0GF	60.05 ±3.82	3.87 ±0.78	1.7 ±0.3
Propre	20PDPF/10GF	122.68 ± 10.87	4.92 ± 0.68	2.58 ±0.19
travail	10PDPF/20GF	$235.59 \pm\! 13.65$	17.23 ± 1.6	1.83 ±0.3
	0PDPF/30GF	311.59 ±25.55	18 ±1.53	2.15 ±0.05
Safri et al. [7]	Sugar palm- verre/epoxy (3:7:90 vt%)	56.93	3.58	-
Hamdy et al. [11]	DP charges/epoxy (50:50 vt%)	32.64	3.28	-

 Tableau III.5. Propriétés moyennes (résistance, module de Young et déformation) en traction

 des composites hybrides élaborés

III.3.1.2 Caractérisation thermique

III.3.1.2.1 Analyse thermogravimétrique (ATG/DTG)

La figure III.22 montre les courbes TGA / DTG obtenues à partir des quatre échantillons composites hybrides et leurs étapes de dégradation avec leurs pertes de masse. Une légère perte de poids entre 30°C et 180°C a été notée pour 30PDPF / 0GF, 20PDPF / 10GF, 10PDPF / 20GF et 0PDPF / 30GF de 4%, 3.32%, 2.87% et 1.92%, respectivement, ce qui était associé à la teneur en humidité de chaque composite. Entre 180°C et 530°C, la perte de poids de 0PDPF / 30GF était d'environ 37.61% en raison de la dégradation et de la volatilisation de la résine présente dans le composite. Les échantillons composites maintiennent une perte de masse quasi linéaire jusqu'à 600 °C, et le résidu final ne représentait que 59.12% de la masse d'origine (tableau III.6). En outre, l'ajout de fibre de verre a montré un changement significatif dans le processus de dégradation vers un niveau de température considérablement plus élevé autour de 535°C. Ces quantités de résidus prouvent que les stabilités thermiques des composites ont été légèrement améliorées par la présence de fibres de verre en raison de leur stabilité thermique élevée jusqu'à 1000 °C [12].
	Hybride désignation	T [°] début (°C)	$T^{\circ}_{max}(^{\circ}C)$	Résidu (%)	
	30PDPF/0GF	214.89	488.94	2.05	
Propre	20PDPF/10GF	224.77	497.26	7.71	
travail	10PDPF/20GF	231.65	488.09	10.80	
	0PDPF/30GF	287.48	505.23	59.12	
Tapas et al.	Date Palm Leaf-glass/epoxy	320	450	40	
[10]	(0:10:90 wt%)	520	450	70	
Nurazzi et	Sugar palm-glass /unsaturated polyester (21:8:70 wt%)	299.89	364.84	13.31	
al. [13]	Sugar palm-glass /unsaturated polyester (15:15:70 wt%)	308.57	364.84	8.49	
Zuhairah et	Bamboo-glass/polypropylene	245	450	15	
al. [14]	(35:24:41)	243	430	15	
100 -		1			

Tableau III.6 : ATG tests évaluation des composites hybrides (PDPF/FV)



Figure III.22 ATG/DTG courbe des composites hybrides

Le dérivé des courbes thermogravimétriques (DTG) présentée sur la figure III.22 (b) montre une dégradation mineure détectée entre 250 °C et 340 °C en raison de la décomposition des éléments organiques dans les composites hybrides. La deuxième étape d'environ 340 °C à °460 C révèle la décomposition des hémicelluloses et des constituants cellulosiques de la teneur en PDPF, tandis que la troisième étape de dégradation entre 460 °C

à 560 °C a montré la décomposition de la lignine et des composants hydrocarbonés volatils. Les résultats étaient en accord avec les études précédentes [10,15].

III.3.1.2.2 Analyse mécanique dynamique (DMA)

L'analyse mécanique dynamique est un moyen efficace d'étudier la structure du réseau moléculaire, la morphologie et les propriétés thermostables d'un système polymérisé. Les résultats mécaniques dynamiques exprimés en module de stockage E', module de perte E'' et la tangence de perte en fonction de la température.

- Module de stockage

Le module de stockage (E') est le paramètre le plus important pour déterminer la capacité de charge d'un matériau visqueux [16]. La figure III.23 montre la variation du module de stockage (E') en fonction de la température pour les échantillons composites hybrides. Tous les échantillons présentent deux processus de relaxation. Le stade vitreux initial se situe dans la plage de 30 à 80 °C, indiquant la mobilité du groupe moléculaire serré, l'état de transition vitreuse s'est produit entre 100 et 120 °C. La température augmente la mobilité moléculaire des chaînes, conduisant ainsi au démarrage de la phase de transition entre l'état vitreux et caoutchouteux [17]. A 30 °C. L'échantillon hybride (0PDPF / 30GF) enregistre le module de stockage le plus élevé de 9,50 GPa, suivi de 10PDPF / 20GF avec 3,85 GPa, puis de 20PDPF / 10GF avec 3,52 GPa et enfin le 30PDPF / 0GF avec 1,88 GPa (tableau III.7). Cela était dû aux propriétés mécaniques élevées de la fibre de verre et aux fortes forces inter-faciales fibre / matrice [18,19]. Cependant, la température de module de stockage de début la plus élevée a été noté pour 10PDPF / 20GF à 72,25 °C, qui a augmenté de 23,25% par rapport au composite de fibre de verre pure. Cela suggère que le PDPF pourrait améliorer la stabilité thermique des composites. La phase caoutchouteuse a commencé à 120-150 °C, où la température a excité les liaisons moléculaires dans les échantillons. Le DMTA a également été réalisé sur différents composites hybrides, y compris le curoua-verre / époxy et la fibre de verre Purpureum / époxy [17,20] respectivement (tableau III.7). Les échantillons à base de PDPF présentaient une rigidité similaire à ceux obtenus à partir de cuaua et purpureum. Dans une autre recherche [21]. Une proportionnalité significative a été observée entre E' et le rapport fibre de verre dans les composites feuilles d'ananas / vinylester renforcé GF. Cependant, tan δ diminue à cause du module de Young élevé de la fibre de verre.



Figure III.23. Module de stockage des composites hybrides

Tableau III.7 : Module de stockage des hybrides à quatre différentes températures $(30, 50, 100 \text{ et } 150^{\circ}\text{C})$

	(,,		-)		
	Spécimens	T= 30°C	T= 50°C	T= 100°C	T= 150°C
	30PDPF/0GF	1.88	1.63	0.29	0.05
Module de stockage E'	20PDPF/10GF	3.52	3.04	0.78	0.13
[GPa]	10PDPF/20GF	3.85	3.68	1.40	0.29
	0PDPF/30GF	9.50	9.15	4.43	2.57
	Purpureum-				
Ridzuan et al. [17]	verre/epoxy	3.95	3.8	0.25	0.25
	(24:6:70 vt%)				
	Curaua-				
Ornaghi et al. [20]	verre/epoxy	3.24	3.12	2.05	0.3
-	(5.5:16.5:78vt%)				

- Module de perte (E'')

Le module de perte évalue l'énergie libérée par le matériau sous chargement cyclique [22]. Pour le cas des composites, E'' dépend principalement de l'interaction fibre-matrice. La figure III.24 montre la variation du module de perte en fonction de la température. Comme on le voit clairement, le module de perte des spécimens hybrides augmente avec l'augmentation de la température et atteint des pics, puis il a été considérablement diminué. Ce comportement est dû au mouvement libre des chaînes polymériques à haute température.

La température vitreuse initiale du 30PDPF / 0GF et du 20PDPF / 10GF était trop proche (71,84 °C et 75,32 °C). Pour les rapports de fibres de verre plus grands, la température vitreuse a été considérablement augmentée (91,05 °C et 93,05 °C). La seconde transition

vitreuse est apparue en raison de la mobilité des segments de chaîne détectée entre 100 °C et 115 °C. La température de transition vitreuse la plus élevée (111,25 °C) a été obtenue pour le composite hybride 10PDPF / 20GF, suivi de 0PDPF / 30GF (104,97 °C), suggérant ainsi que l'utilisation de PDPF améliore la stabilité thermique du composite.

Le pic de transition initial (T_g) a été déplacé vers la température la plus élevée de 19%, 28%, 17% et 15% pour les composites hybrides 30PDPF / 0GF, 20PDPF / 10GF, 10PDPF / 20GF et 0PDPF / 30GF, respectivement. Cela pourrait être dû à l'immobilisation des molécules de polymère à l'interface et aux interactions moléculaires au sein de la matrice d'ester vinylique. Une tendance similaire a été rapportée dans la littérature pour l'analyse thermique de E'' [21].



Figure III.24. Module de perte des composites hybrides

- Facteur de perte (amortissement)

La variation de l'amortissement (tangente de perte) à 1 Hz a été représentée sur la figure III. 25. Elle montre que le facteur d'amortissement augmente avec l'augmentation de la température qui peut atteindre un niveau maximal aux environs de 110–115 °C, puis diminue pratiquement à la même vitesse.

Le 10PDPF / 20GF a donné la T_g la plus élevée à 116,12 °C avec un amortissement de 0,54, malgré sa grande quantité de fibre de verre. En raison de la rigidité plus élevée de la fibre de verre et de sa bonne interface avec la matrice vinylester, l'amortissement a été réduit à 0,2 pour le composite 0PDPF / 30GF. Les deux pics de relaxation du module de perte sont

également apparus dans ces données, mais avec une température élevée par rapport aux courbes de module de perte (tableau III.8). Il a été observé que la présence de fibres de verre réduisait considérablement le facteur d'amortissement [23]. La réduction s'est avérée être de 67,7%. L'utilisation de PDPF a permis d'améliorer la stabilité thermique et d'améliorer les performances d'amortissement dans les applications structurelles.

Le composite 30PDPF / 70VE a un facteur d'amortissement de 0,62, ce qui est bien supérieur aux valeurs d'amortissement obtenues à partir de composites à base de feuilles de palmier Palmyra. Aussi, l'ajout de 20% de fibre de verre (10PDPF / 20GF) a conduit à une légère diminution de l'amortissement, cependant les pics 1 et 2 de Tg (E'') augmentent, ce qui était en bon accord avec les travaux de Shanmugam et Al. [23]. De plus, le composite hybride verre-feuille d'ananas / vinylester présentait [48] à peu près les mêmes valeurs de Tg avec 20PDPF / 10GF et 10PDPF / 20GF du présent travail (tableau III.8). De même, Jawaid et al. [24] ont rapporté que l'incorporation de poudre de bambou avec de la fibre de verre montrait un module de stockage élevé et un amortissement faible δ , ce qui indique une rigidité plus élevée des spécimens hybrides. En outre, l'ajout de bambou a abouti à des composites thermiquement stables.



Figure III.25. Facteur de perte des composites hybrides

			T_s	(E'')	T_g (i	tan δ)
	Composite hybride	Amortissement	(°C)	(*	°C)
			Pic 1	Pic 2	Pic 1	Pic 2
	30PDPF/0GF	0.62	71.84	100.87	93.21	115.86
Propre	20PDPF/10GF	0.66	75.32	104.82	88.67	116.06
travail	10PDPF/20GF	0.54	91.84	111.25	/	116.12
	0PDPF /30GF	0.20	93.02	104.97	94.99	111.65
Hanafee et al. [21]	Pineapple feuille-verre /vinylester (13.7:13.7:72.6)	0.76	74.95	-	-	116.85
Shanmugam	Palmyra palm feuille /unsaturated polyester (30:70 wt%)	0.31	74.56	-	86.19	-
et al. [23]	Palmyra palm feuille- fiber de verre /unsaturated polyester (7.5:22.5:70 wt%)	0.26	81.23	-	93.01	-

Tableau III.8. Pics de température maximale de la courbe de tan δ et T_g de la courbe de tan δ et de la courbe E''.

- Cole-Cole graphe





La figure III.26 montre le diagramme Cole – Cole où les données du module de perte (E'') sont tracées en fonction du module de stockage (E') pour tous les composites hybrides. Le but de ces courbes est d'indiquer l'homogénéité du système polymère [20]. Le diagramme en

demi-cercle indique que le système polymère est homogène [25]. Toutes les courbes montrent une forme semi-circulaire imparfaite. Le système purement homogène présente une courbe semi-circulaire parfaite. L'incorporation de la fibre DP donne une large courbe, tandis que le composite hybride donne une étroite. Cela montre que ces composites hybrides ne sont pas parfaitement homogènes. On voit que la nature, la quantité, les caractéristiques de surface des fibres et le type de fibres affecteront la forme du tracé Cole-Cole, influençant ainsi la réponse viscoélastique.

III.3.1.3 Vibration FRF

III.3.1.3.1 Expérimentale

Cette partie est consacrée à l'analyse du comportement vibratoire des composites hybrides réalisée par le test FRF. On a présenté les moyennes des résultats des trois premières fréquences de flexion pour chaque groupe.

L'analyse FRF des spécimens hybride a été réalisée sous configuration encastrée-libre pour une valeur de 500 Hz de bande passante, la figure III.27 présente deux graphes typiques correspond au 30PDPF/0GF.

A partir des fréquences résonance extrait des échantillons et à base de la normalisation ASTM E756-05, on a déterminé le module de Young longitudinale E_1 .

$$E_1 = \frac{12\rho l^4 f_n^2}{H^2 C_n^2} \tag{III.1}$$

D'où :

(*Fn*) la fréquence de résonance, (*H*) l'épaisseur des échantillons en m, (*l*) c'est la longueur en m, (ρ) densité de la poutre en Kg/m³ et (*Cn*) coefficient d'approche.

 $Cn: C_1 = 0.55959, C_2 = 3.5069, C_3 = 19.242.$



Figure III.27. Exemple de fonction de réponse en fréquence de composite hybride 30PDPF/0GF (3^{ème} fréquences), encastré-libre, excitée par un marteau d'impact.

Au premier lieu, une comparaison des réponses pour chaque groupe des composites élaborés a été faite, d'où on a observé un rapprochement assez important des résultats. A titre d'exemple, le composite 30PDPF/0GF (figure III.27) donne une faible différence entre les fréquences propres de deux échantillons différents (0.78 % pour la $1^{\text{ère}}$ fréquence, 8% pour la $2^{\text{ème}}$ fréquence et 2.86% pour la $3^{\text{ème}}$ fréquence) qui signifie une quasi-homogénéité de la structure.



Figure III.28. Evaluation des fréquences propres et le module de Young des hybrides réalisés (a et b, respectivement).

La figure III.28a, représente les fréquences propres des trois groupes composites hybrides et de la résine. On observe un rapprochement de résultats pour la 1^{ère} fréquence, ensuite un faible écartement entre 20PDPF/10GF et 10PDPF/20GF. Par contre, une différence importante de la 2^{ème} et la 3^{ème} fréquence entre 10PDPF/20GF et 30PDPF/0GF et de la résine (16%, 24%, respectivement pour la 2^{ème} fréquence et 17%, 30% respectivement pour la 3^{ème} fréquence). Le paramètre '' épaisseur '' a été considérablement influant sur les valeurs de fréquences.

Pour monter l'effet de l'hybridation sur le comportement vibratoire des poutres composites réalisées et avec la base de la normalisation ASTM E756, on a tracé l'évolution du module de Young en fonction des fréquences (figure III.28 b). On remarque une stabilité du module de Young des deux premières fréquences avec une légère diminution sur la troisième fréquence pour les deux composites hybrides 30PDPF/0GF, 20PDPF/10GF et la résine pure. Les valeurs du module à basses fréquences correspondent à celles déterminées lors des essais de flexion. Par contre, une instabilité du module de Young du composite hybride 10PDPF/20GF a été notée, d'où juste la première fréquence nous a conduits à un module de Young correspond au même module mesuré lors d'essais de flexion. De plus, on remarque que le renforcement de la résine Vinylester par fibre de palmier dattier a amélioré le module de Young. D'une autre part, les valeurs des modules augmentent lorsque la fraction massique de fibre de verre augmente.

III.3.1.3.2 Elément finis (Numérique ANSYS)

La méthode des éléments finis est utilisée pour déterminer les fréquences propres des matériaux composites. L'analyse a été conduite en utilisant Ansys APDL 16. L'élément utilisé est un élément solide 3-D de 20 nœuds 186 est basé sur la théorie d'élasticité (figure III.29). Un maillage aléatoire a été effectué. Les matériaux sont modélisés comme isotropie.



a.

Figure III.29. a. Elément 3D solide 20 nœuds 186, b. Maillage de la poutre.





	30	30PDPF/0GF		20PDPF/10GF		10	PDPF/2	0GF		Resin		
	FEM	Exp	STDV	FEM	Exp	STDV	FEM	Exp	STDV	FEM	Exp	STDV
f_1	28.32	31.87	2.51	23.09	25.87	1.96	29.9	30.5	0.42	31.48	33.62	1.51
f_2	177.23	182.03	3.39	144.61	159.88	10.79	187.27	153.13	24.14	196.92	200.75	2.70
f_3	495.23	471.25	16.95	404.78	390.38	10.18	524.46	376.13	104.88	550.10	540.75	6.61

Tableau III.9. Comparaison des fréquences propres des composites hybrides (numérique et expérimentale)

Le tableau III.9 illustre les résultats obtenus numériquement et expérimentalement. Il présente l'évolution des fréquences pour chaque hybride. Un bon accord entre les résultats obtenus par éléments finis et ceux obtenus expérimentalement a été constaté. L'effet de la fraction massique de fibre de verre à été proportionnel avec le module de Young. En contraste que l'effet de la géométrie (épaisseur) a été proportionnel avec la fréquence propre de structure.

III.3.1.4 Caractérisation tribologique (Usure)

La perte de poids des échantillons hybrides a été déterminée après test, en utilisant une balance de \pm 0,01 mg. Utilisant les relations 1 et 2, le taux d'usure (WR) et le taux d'usure spécifique (SWR) ont été déterminés.

Taux d'usure

$$WR = \frac{\Delta m}{\rho L} \tag{III.2}$$

Le taux d'usure spécifique est le rapport entre le taux d'usure et la charge appliquée Fn.

Taux d'usure spécifique

$$SWR = \frac{WR}{Fn} = \frac{\Delta m}{\rho L} \cdot \frac{1}{Fn}$$
(III.3)

Où, Δm est le poids de perte enregistré pendant l'essai (g) . ρ est la densité de l'échantillon en (g / cm³) et L est la distance de glissement parcourue (m).



Figure III.31. Taux d'usure spécifique des composites hybrides soumis à un chargement de

20 N

La figure III.31 illustre le taux d'usure spécifique d'échantillons hybrides ayant différentes fractions massiques de PDPF et de fibres de verre. L'hybride 0PDPF/30GF présente la résistance à l'usure la plus élevée ($0.015*10^{-2}$ mm³ / Nm), suivi de 10PDPF / 20GF. En raison de sa bonne interface fibre/matrice, de ses propriétés mécaniques élevées et de sa direction des fibres (normale aux mouvements de glissement) [26]. Le tissu de verre a considérablement augmenté la résistance à l'usure des spécimens hybrides. Cependant, la résistance à l'usure la plus faible est observée sur les échantillons hybrides 30PDPF / 0GF, en raison des faibles propriétés mécaniques du PDPF, de la distribution aléatoire et de sa faible adhérence avec la résine venylester comparativement à la résine GF / résine.



Figure III.32. Effet de chargement sur le taux d'usures spécifique des composites hybrides.

L'effet de la charge appliquée sur le taux d'usure spécifique du vinylester hybride renforcé PDPF / GF est illustré dans la figure III.32. On observe une augmentation du taux d'usure spécifique avec une augmentation de la charge appliquée pour tous les échantillons. Le taux d'usure spécifique 0PDPF/30GF a été augmenté de 64% par rapport au taux d'usure spécifique inférieur à 20N. En outre, le 30PDPF/0GF a été légèrement augmenté de 34%. La proportionnalité entre le taux d'usure spécifique et la charge appliquée implique un taux de perte de poids plus élevé. En comparaison, lorsque 40N a été appliqué, une dimension et une instabilité dimensionnelle des échantillons ont été observées à différents niveaux. Cela pourrait être dû à la résistance axiale élevée répétée lors du glissement. En outre, les faibles performances tribologiques du matériau composite polymère et sa faible propriété thermique peuvent affecter la stabilité dimensionnelle. Par conséquent, les échantillons se sont coincés sur la contre-face à une charge plus élevée. En raison de l'orientation des fibres et de la combinaison de propriétés thermiques élevées (GF) et de bonnes propriétés viscoélastiques (PDPF), l'échantillon hybride 10PDPF / 20GF a connu la plus grande résistance à l'usure.

III.3.1.5 Morphologies de surface des composites

En utilisant des observations au MEB, les morphologies de spécimens hybrides réalisées avant et après les essais de traction ont été présentées sur les figures III.33_34. Sur la figure III.33 le phénomène le plus indésirable était le décollement des fibres de la matrice. Ce phénomène ne concerne que les fibres naturelles (PDPF). Cependant, les fibres de verre permettent une bonne adhésion à la résine Vinylester (figure III.33.d). En raison de leur nature

hydrofoil, les fibres de palmier dattier pétiole (PDPF) absorbent l'eau et subissent un gonflement à travers le mélange. Pendant le moulage, les fibres adsorbent l'eau et impliquent le processus de retrait pendant le séchage. Ce processus a conduit au décollement entre les fibres et la matrice, ce qui est clairement observé sur la figue III.33.a et c. Ce phénomène réduit l'adhérence entre les fibres et la matrice. Nous observons également la dispersion des fibres dans la matrice et le pontage des fibres, les deux observés sont dus à l'orientation aléatoire et à l'irrégularité du diamètre des fibres.



Figure III.33. Images microscopique (MEB) des composites hybrides après fabrication, a.30PDPF/0GF, b.20PDPF/10GF, c. 10PDPF/20GF, d. 0PDPF/30GF

La figure III.34 montre les surfaces des composites après les essais de traction des éprouvettes. Dans l'ensemble, quatre phénomènes sont observés: décollement des fibres,

étirement des fibres, rupture des fibres et fissures de la matrice. Dans la figure III.34.a, nous n'avons que PDPF (30PDPF / 0GF) avec des propriétés mécaniques faibles. Ensuite, la contrainte de traction appliquée dépasse la résistance des fibres; celui-ci atteint sa limite critique et se casse. Par contre, si la résistance est supérieure à la contrainte de traction et à l'adhésion fibre/matrice, les fibres seront étirées à partir de la matrice (figure III.34, d). L'étirement des fibres est souvent accompagné d'une cavité qui représente l'endommagement local de la matrice. Dans le cas des deux hybridations (10PDPF / 20GF) et (20PDPF / 10GF), les fibres de verre sont partiellement fissurées et une partie du PDPF s'étire facilement de la matrice. La surface des fibres ne présente aucun résidu de la matrice (figure III.34, b-c).



Figure III.34. Images microscopique (MEB) des composites hybrides après l'essai de traction, a.30PDPF/0GF, b.20PDPF/10GF, c. 10PDPF/20GF, d. 0PDPF/30GF

La figure III.35 (a, b, c et d) montre l'observation microscopique de spécimens hybrides usés soumis à une charge de 20N. L'élimination de la couche supérieure de résine, des fibres déliées, des micro-piqûres, de la fragmentation et des fibres partiellement cassées de verre a été le principal mécanisme d'usure. Les fosses ont été produites en raison de l'adhésion entre la broche et la contre-face. La figure (III.35, a) montre la surface usée de PDPF pur renforcé la résine vinylester. Où, l'effet du traitement Alcalin des fibres était considérable (bonne interface). En outre, l'hybride 30PDPF / 0GF avait connu une élimination de résine plus élevé. Comparativement aux autres, en raison de la distribution aléatoire des fibres. De plus, cela pourrait être dû à la présence de microporosités [10]. L'ajout de fibres de verre est fortement influencé par la résine d'interface (b, c et d). La disposition du tissu de verre a joué un rôle important dans la résistance à l'usure. Où, la direction de la fibre parallèle à la force normale a résisté plus que la direction perpendiculaire (résistance à la traction). Cependant, l'autre direction était facile à endommager et à casser.



b.



Figure III.35. Images MEB de la surface usée des composites hybrides sous chargement 20N, a.30PDPF/0GF, b.20PDPF/10GF, c. 10PDPF/20GF, d. 0PDPF/30GF

La figure III.36 (a, b, c et d) montre l'observation microscopique de spécimens hybrides usés soumis à une charge de 40N. L'augmentation de la charge était intense pour les mécanismes d'usure. De plus, en raison de la charge thermomécanique élevée et de la grande distance de glissement (1000 m), les surfaces hybrides se ramollissent. Où, il a produit des fragmentations et des fibres cassées [27]. L'hybride 10PDPF/20GF montre les surfaces à haute stabilité dimensionnelle par rapport aux autres. Cela pourrait être dû aux propriétés (thermomécaniques et viscoélastiques) de la fibre de verre et de la fibre du palmier dattier, respectivement. Nous suggérons l'utilisation de PDPF comme âme, car ils sont plus appropriés pour améliorer la résistance à l'usure des fibres synthétiques et réduire l'impact sur l'environnement.





III.3.2 Ames

III.3.2.1 Analyse morphologique

La figure III.37 montre des images, prises par microscope électroniques à balayage, de bois de palmiers dattiers BPPD (nord et sud). Les surfaces transversales de PDPW (nord et sud) ont été montrées que ce bois a une morphologie d'un matériau composite quasi unidirectionnel, d'où la matrice de parenchyme tissulaire renforcée de fibres techniques et de vasculaire. La surface BPPD*n* présente un nombre élevé de trous par rapport à la surface des BPPD*s*. Cependant, le taux de fibres de BPPD*s* était considérablement plus important que

celle de PDPW*n*. Ces notes affectent les propriétés physiques en particulier la densité. La figure III.37 (c, d) présente la surface longitudinale des bois PPD, montre clairement les directions des fibres et son interface avec la matrice. Nous notons que les BPPD*s* ont une bonne adhérence entre ses composants comparativement à BPPD*n*. Des microfissures sont présentes dans la matrice de parenchyme gonflable de PDPWn en raison des environnements. Des observations similaires ont été rapportées par R. Benzidane et al. [28]



Figure III.37. Images MEB de BPPD nord et sud dans les directions des deux fibres, a. BPPD nord *Oy*, b. BPPD sud *Oy*, c. BPPD nord *Ox*, d. BPPD sud *Ox*.

III.3.2.2 Fourier transfert par infrarouge spectroscopie (FTIR)

La spectroscopie infrarouge a été utilisée pour définir la composition chimique du BPPD des régions nord et sud (figure III.38). Nous pouvons voir clairement que des pics similaires aux deux spectres correspondent à BPPD (nord et sud) sans déviation mais avec des intensités différentes. Les groupes de bandes présentés sur les spectres sont associés à des hémicelluloses, à l' α -cellulose et à la lignine. Par exemple, le pic fort à 1034 cm-1 est associé aux modes d'étirement O-H et C-O des polysaccharides dans les groupes cellulose [29]. La bande à 1240 cm-1 est liée aux groupes de vibrations des éthers C-O, phénoliques et esters, elle est attribuée à la présence de motifs de cires, de lignine et de xylènes à la surface du bois [30]. En outre, le groupe acétyle des hémicelluloses et les composants de la cellulose ont été définis par les deux pics 2925 et 2848 cm-1 "bandes C-H2 et C-H". Le panneau et le pic intense ont été observés à 3351 cm-1 associés aux groupes hydroxyle O-H présents dans la structure de la cellulose, de l'eau et de la lignine [31]. Nous avons observé que l'intensité de transmission du BPPD sud est la plus basse, ce qui signifie une quantité moindre de groupes hydroxyle et de lignine dans cette région ligneuse par rapport à celle de la région nord.



Figure III.38. FTIR spectroscopies de BPPD (nord et sud)

III.3.2.3 Taux d'humidité

La teneur d'humidité joue un rôle important sur les propriétés thermiques et mécaniques des matériaux polymères, en particulier de la biomasse due à leur nature hydrophilique. La figure III.39 présente l'évaluation de la teneur d'humidité de BPPD de deux régions nord et sud, où ils étaient séchés à 102 °C pendant 24 heures. Les figures ont montré des courbes

Chapitre III : Elaboration et caractérisation des constituants sandwiches

similaires avec des valeurs différentes. Après une heure de séchage, une grande quantité d'eau était évaporée des deux BPPD. En particulier, le BPPD*n* (environ 12% de son poids initial) était dû à la concentration d'eau dans cette région et au mouvement le plus facile de l'eau dans leurs porosités. Comparativement aux BPPD*s*, la plus petite dimension des trous, une bonne adhérence (fibre / matrice) et un rapport élevé des fibres conduisent à une moindre évaporation de l'eau. Ensuite, le taux d'humidité commence à se stabiliser progressivement pour les deux régions. La teneur d'humidité des BPPD*s* était environ 12% plus élevé que BPPD*n* de 3%. L'environnement a influé considérablement sur la morphologie et la tenure d'humidité de BPPD.



Figure III.39. Taux d'humidité graphe du BPPD (nord et sud)

III.3.2.4 Absorbation d'eau

Les schémas d'absorption d'eau des deux BPPD*n* et BPPD*s* du bois pendant 24, 48 et 72 heures sont présentés dans la figure III.40. Il est clair que les deux spécimens de bois ont connu une absorption initiale élevée (en particulier BPPD*s*). Cela pourrait s'expliquer par le remplissage des capillaires, les phénomènes de diffusion, le bois des parois cellulaires et les trous présents dans le bois. Les BPPD*s* ont absorbé 69,02% d'eau après 24 heures d'absorption, soit 7% de plus que le BPPD*n*, en raison de l'absorption d'eau par les fibres et le parenchyme (taux de fibres élevé et présence de moins de trous). Cependant, la présence de larges trous dans BPPD*n* a entraîné une libre circulation de l'eau, ce qui a ralenti l'absorption de l'eau. Après les phases initiales (temps d'immersion de 48h et 72h), la saturation en bois diminue lentement jusqu'à ce que le grain du bois se remplisse complètement, y compris

Chapitre III : Elaboration et caractérisation des constituants sandwiches

l'absorption des fibres par l'eau. L'absorption d'eau a été légèrement augmentée de 4%, puis 2% respectivement pour les BPPDs. De plus, le pourcentage d'absorption d'eau par BPPDs était légèrement supérieur à celui de région sud.



Figure III.40. Diagramme de barre présente l'absorbation d'eau du BPPD (nord et sud) III.3.2.5 *Thermogravimétrie (TGA)*

Afin d'étudier le comportement de stabilité thermique du bois BPPD (Nord et Sud), tous les échantillons ont été chauffés dans un dispositif Mettler Toledo TGA / DSC 3+. La figure III.41 (a, b) affiche la courbe TGA et sa dérivée DTG obtenue pour le PDPWood (nord et sud). Une allure similaire avec différents pourcentages de perte de poids a été montrée, les BPPDn et BPPDs ont respectivement perdu 92,43% et 89,97% de leur poids total. Lors du chauffage initial des échantillons, l'évaporation de l'eau a commencé à environ 40 °C et s'est terminée à environ 128 °C. Elle a également été observée dans le cas du bois de balsa et de chêne [32-33]. Les valeurs de MC étaient cohérentes avec celles des tests précédents, respectivement 10,51% et 13,04% pour BPPDn et BPPDs. Ensuite, une phase de paralysie active comprenant trois domaines (figure III.41) a été clairement établie: 1: décompositions des hémicelluloses, 2: décomposition de la cellulose et 3: décomposition de la lignine entre 405 et 500 °C. Les décompositions des hémicelluloses et de la cellulose sont présentées. La perte de poids majeure est survenue dans la plage de températures comprise entre 175 et 405 °C, où BPPDs a considérablement perdu 51% de son poids, par rapport aux PDPW. S. Ceylan et al. [34] ont expliqué que la décomposition se produisait dans la plage de températures de 180 à 350 °C, jusqu'à la dépolymérisation des hémicelluloses, plus le clivage aléatoire de la

liaison glycosidique de la cellulose entre 180 et 350 °C. En outre, une paralysie passive fait partie des valeurs quasi-constantes associées à la masse de résidus ou à la teneur en carbone 27,97% de BPPD*n* et 32,47% de BPPD*s*. Les produits finaux de la dégradation de la cellulose contiennent des charges non dégradées et des résidus de carbone.



Figure III.41. TGA/DTG graphes du BPPD (nord et sud)

III.3.2.6 Analyse mécanique dynamique

La rigidité, l'amortissement et la transition vitreuse des échantillons de bois PDP ont été étudiés à l'aide d'une analyse thermomécanique dynamique (DMTA). L'effet de la direction du grain et de la région environnementale a été pris comme paramètres à étudier. Les résultats sont représentés graphiquement comme module de stockage (E') et facteur de perte (tan δ).

- <u>Module de stockage</u>: La variation du module de stockage en fonction de la température pour les spécimens de bois PDP à la fréquence 1Hz est donnée dans la figure III.42. Les résultats ont montré des courbes similaires avec des valeurs différentes pour les mêmes groupes (régions). Les spécimens de direction perpendiculaire des fibres (Ox) étaient nettement plus grands que les spécimens parallèles correspondants, où la valeur la plus élevée constatée était de 120 MPa de bois du sud. Le taux de fibre, la performance de la fibre et sa longueur ont joué le rôle de cette propriété. Dans le cas de la direction des fibres perpendiculaire (Oy), E' BPPDs était considérablement plus important que BPPDn (supérieur de 40%). Cela pourrait être dû aux effets de porosités, une mauvaise interface (fibre / matrice) et l'état du parenchyme. Le module de stockage de tous les spécimens était improportionnel à la température, en particulier BPPDn (dans les deux sens), où son E' diminuait

considérablement jusqu'à 70°C. Cette diminution est due au mouvement micro-brownien des chaînes de polymère à l'approche de la transition vitreuse du polymère [30]. De plus, l'augmentation des fibres complètement séparées, en conséquence, les fibres ne seront pas susceptibles de se lier à nouveau. Les BPPD ont connu une diminution progressive de E' avant la transition vitreuse en raison de la diminution du nombre de trous, du taux de fibres élevé et de la densité de l'interface [31]. En dessous de T_g , le bois nordique E' a légèrement augmenté en raison de l'évaporation finale de l'eau des fibres. Cependant, les bois du sud ont continué à diminuer de E' parce que l'évaporation de l'eau était parallèle aux fibres et à la matrice du parenchyme.



Figure III.42. Module de stockage du BPPD nord et sud suivant les deux directions (Ox et Oy)

-*Eacteur de perte* : La variation des facteurs de perte de BPPD nord et sud pour les deux directions de fibre différentes en fonction de la température est illustrée à la figure III.43. Tan δ est expliqué par le rapport de E"/ E' et on peut appeler cela l'amortissement. Il était très élevé dans la direction parallèle de BPPD*n* (0,33), en raison de la diminution de E' lorsque la température augmentait. En outre, la diminution du taux de fibres et la présence de vides ont permis la mobilité du polymère moléculaire librement. De plus, nous avons observé que BPPD*n* dans les fibres perpendiculaires était plus amortisseur (20% plus élevé) que les BPPD dans une direction parallèle, même si son module de stockage était inférieur à BPPD*n* (Ox). En outre, aucun changement considérable entre les propriétés de fibre du PDPWood du sud n'a été observé. La transition vitreuse de spécimens a été similaire dans le cas des mêmes

régions (tableau III.9). En d'autres termes, la T_g de BPPD était relative à l'environnement plus que les directions de la fibre.



Figure III.43. Facteur de perte du BPPD nord et sud suivant les deux directions (Ox et Oy)

Tableau III.10. Pics maximal de la courbe de tan δ et T_g de la courbe de tan δ et de la courbe E''.

BPPD	Fibre direction	Tan <i>δ</i>	Température (•C)
Nond	Ox	0.15	67.7
Inora	Оу	0.33	65.43
C 1	Ox	0.10	81.44
Sud	Оу	0.12	79.55

III.3.2.7 Vibration FRF

Pour le but d'analyser le comportement vibratoire du bois de palmier dattier et leur épaisseur sur l'effet des propriétés dynamiques (Module de Young et l'amortissement). L'étape (3.1.2.2) a été refaite. Les figures III.44 et III.45 montrent les 2^{èmes} fréquences propres du BPDP pour trois différentes épaisseurs (5mm, 10mm et 15 mm). On a pu déterminer le gain du poids de la structure par rapport aux fréquences propres.



Figure III.44. Courbe de fonction de réponse en fréquence du bois de palmier dattier sud : Ox direction des fibres, épaisseur 5mm, 2^{èmes} fréquences, encastré-libre et excitée par marteau d'impact.



Figure III.45. Effet d'épaisseur sur les deux premières fréquences propres du BPPD.

Les résultats sont présentés à la figure III.46.a. L'amortissement (facteur de perte) ont été presque constants pour la 1^{ère} fréquence, égal à 4.4 % en moyenne. Le module de Young

calculé a été légèrement proche du module de Young déterminé en quasi-statique à 0.465 GPa (figure III.46.b). La diffusion des résultats peut être expliquée par les variations locales de la masse volumique dans le taux des fibres et taux de porosités.



Figure III.46. Module de Young évaluation, b. Amortissement en 1^{er} mode.

Le tableau III.10 illustre une comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux. On trouve une compatibilité des résultats entre les fréquences, où elle était de légères différences pour le 1^{er} mode.

Tableau III.11. Comparaison des deux premières fréquences du BDPD numériques et

	Epaisseur 5 mm			Epais	seur 10	mm	Epaisseur 15 mm		
	FEM	Exp	STD V	FEM	Exp	STD V	FEM	Exp	STD V
f_{I}	38.7	41.7	±2.1	81.5	78.6	±1.5	112.4	119.0	±4.6
f_2	241.9	211.2	±21.6	502.6	493.4	±18.2	682.4	769.8	±61.7

III.4 CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressé à l'analyse expérimentale et numérique du comportement mécanique de chaque des constituants des panneaux sandwichs (Peaux/âme). Au premier lieu, on a fabriqué quatre groupes de composites hybrides de différentes fractions massiques à base des fibres de palmier dattier traité par NaOH, en mat la fibre de verre Roving et la résine vineylester. Des essais quasi statique (traction, flexion), l'usure et la dynamique (DMA/vibration FRF) on été menées pour la détermination de la résistance, la rigidité, les fréquences propres et la viscoélasticité des matériaux. Ensuite, une analyse par

microscope à balayage électronique a été faite avant et après les essais pour comprendre les phénomènes arrivés. En deuxième lieu, on a fait une étude du comportement physique et dynamique du bois de palmier dattier. Comme résultats, dus à la modification de surface de PDPF et le procédé de fabrication, l'hybride 30PDPF/0GF a montré une bonne résistance à la traction et la flexion par rapport aux autres composites à base de fibre naturelle dans la littérature. L'effet de changement de la fraction massique des fibres de verre a été significatif sur le module de Young et la résistance des composites. De plus, on note que la présence de fibres de verre augmente la température vitreuse d'une part et influe négativement sur le taux d'usure autant qu'une fibre rigide. Le bois de palmier dattier a montré une morphologie d'un composite quasi unidirectionnel, d'où leurs propriétés physique et viscoélastique se varient d'une direction à l'autre et d'une région à l'autre avec un amortissement assez important au but d'une utilisation comme âme amortie. En dernier stade, une validation a été faite des résultats entre expérimentaux et numériques du comportement vibratoire.

Référence

- [1].T. Djoudi, M. Hecini, D. Scida, and Y. Djebloun, "Physico-Mechanical Characterization of Composite Materials Based on Date Palm Tree Fibers," J. Nat. Fibers, pp. 1–14, 2019.
- [2].V. Arthanarieswaran, A. Kumaravel, and M. Kathirselvam, "Evaluation of mechanical properties of banana and sisal fiber reinforced epoxy composites: Influence of glass fiber hybridization," J. *Mater & des.*, vol. 64, pp. 194–202, 2014.
- [3].M. A. Almaadeed, R. Kahraman, P. N. Khanam, and N. Madi, "Date palm wood flour / glass fibre reinforced hybrid composites of recycled polypropylene: Mechanical and thermal properties," J. Mater., vol. 42, pp. 289–294, 2012.
- [4].R. Rahman, J. Sing, H. Ting, S. Hamdan, M. Hasan, and S. Salleh, "Impact of delignification on mechanical, morphological, and thermal properties of wood sawdust reinforced unsaturated polyester composites," *J. Vinyl Addit. Technol*, vol. 24, no. 2, pp. 185–191, 2016.
- [5].T. Hamouda, A. Hassanin, A. Kilic, Z. Candan, and M. Bodur, "Hybrid composites from coir fibers reinforced with woven glass fabrics: physical and mechanical evaluation," *Polym. Compos.*, vol. 38, no. 10, pp. 2212–2220, 2017.
- [6].S. Mishra et A. Mohanty, L. Drzal, M. Misra, and S. Parija, "Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, no. 10, pp. 1377–1385, 2003.
- [7].S. Safri, M. Sultan, N. Saba, and M. Jawaid, "Effect of benzoyl treatment on flexural and compressive properties of sugar palm/glass fibres/epoxy hybrid composites," *Polym. Test.*, vol. 71, pp. 362–369, 2018.

- [8].N. Saba, O. 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, 2019.
- [9].B. Alshammari, N. Saba, M. Alotaibi, M. Alotibi, M. Jawaid, and O. Alothman, "Morphological Properties of Epoxy Composites Reinforced with Di ff erent Date Palm Fillers," *Materials (Basel).*, vol. 12, no. 13, p. 2145, 2019.
- [10]. P. Tapas, R. Swain, S. Narayan, and S. Prakash, "Manufacturing and Study of Thermo-Mechanical Behaviour of Surface Modified Date Palm Leaf / Glass Fiber Reinforced Hybrid Composite," *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 9, pp. 18332–18341, 2018.
- [11]. M. Hamdy, M. Abdel, W. Ghori, and N. Saba, "Flexural, thermal and dynamic mechanical properties of date palm fibres reinforced epoxy," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 8, no. 1, pp. 853– 860, 2018.
- [12]. U. Javaid, Z. Khan, M. Khan, M. Bassyouni, and S. Hasan, "Fabrication and thermo-mechanical characterization of glass fiber/vinyl ester wind turbine rotor blade," *Compos. Part B*, vol. 91, pp. 257–266, 2016.
- [13]. N. Nurazzi, A. Khalina, S. Sapuan, R. Ilyas, S. Rafiqah, and Z. Hanafee, "Thermal properties of treated sugar palm yarn / glass fiber reinforced unsaturated polyester," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 8, no. 5, pp. 3959–3969, 2019.
- [14]. N. Zuhairah, M. Zuhudi, and R. J. T. Lin, "Flammability, thermal and dynamic mechanical properties of bamboo – glass hybrid composites," *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, vol. 29, no. 9, pp. 1210–1228, 2014.
- [15]. A. Atiqah, M. Jawaid, S. Sapuan, M. Ishak, and O. Alothman, "Thermal properties of sugar palm/glass fiber reinforced thermoplastic polyurethane hybrid composites," *Compos. Struct.*, vol. 202, pp. 954–958, 2018.
- [16]. S. Chee, M. Jawaid, M. Sultan, O. Alothman, and L. C. Abdullah, "Thermomechanical and dynamic mechanical properties of bamboo/woven kenaf mat reinforecd epoxy hybrid composites," *Compos. Part B*, vol. 163, pp. 165–174, 2018.

- [17]. M. Ridzuan, M. Majid, M. Afendi, M. Mazlee, and A. Gibson, "Thermal behaviour and dynamic mechanical analysis of Pennisetum purpureum/glass-reinforced epoxy hybrid composites," *Compos. Struct.*, vol. 152, pp. 850–859, 2016.
- [18]. I. Dagwa and J. Ohaeri, "Property evaluation of hybrid OPEBF/banana/glass fiber reinforced unsaturated polyester composites," *Am. J. Mater. Sci. Eng.*, vol. 2, no. 4, pp. 45–53, 2014.
- [19]. P. Taylor et al., "Banana / glass fiber-reinforced polypropylene hybrid composites: fabrication and performance evaluation," *Polym. Plast. Technol. Eng.*, vol. 48, pp. 37–41, 2009.
- [20]. H. Ornaghi, H. da Silva, A. Zattera, and S. Amico, "Hybridization effect on the mechanical and dynamic mechanical properties of curaua composites," Mater. Sci. Eng. A, vol. 528, no. 24, pp. 7285–7289, 2011.
- [21]. M. Hanafee, K. Abdan, N. Mazlan, E. Syams, K. Ern, and M. Nurazzi, "Automated spray up process for Pineapple Leaf Fibre hybrid biocomposites," *Compos. Part B*, vol. 177, no. July, p. 107306, 2019.
- [22]. N. Venkateshwaran, A. Elayaperumal, and R. Raj, "Mechanical and Dynamic Mechanical Analysis of Woven Banana / Epoxy Composite," J. Polym. Environ., no. 123, pp. 565–572, 2012.
- [23]. D. Shanmugam, M. Thiruchitrambalam, and R. Thirumurugan, "Continuous unidirectional palmyra palm leaf stalk fiber/glass - Polyester composites: Static and dynamic mechanical properties," *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 33, no. 9, pp. 836–850, 2014.
- [24]. M. Shah, M. Sultan, M. Jawaid, "Sandwich-structured bamboo powder / glass fibre-reinforced epoxy hybrid composites – Mechanical performance in static and," J. Sandw. Struct. Mater., pp. 1-18, 2019.
- [25]. M. Sreekala, S. Thomas, and G. Groeninckx, "Dynamic mechanical properties of oil palm fiber/phenol formaldehyde and oil palm fiber/glass hybrid phenol formaldehyde composites," *Polym. Compos.*, vol. 26, no. 3, pp. 388–400, 2005.
- [26]. U. Dwivedi and N. Chand, "Influence of fibre orientation on friction and sliding wear behavior of jute fibre reinforced polyester composite," *Appl. Compos. Mater.*, vol. 16, no. 2, pp. 93–100, 2009.
- [27]. B. Yousif and N. El-Tayeb, "Adhesive wear performance of T-OPRP and UT-OPRP composites," *Tribol. Lett.*, vol. 32, no. 3, pp. 199–208, 2008.

- [28]. R. Benzidane, Z. Sereir, M. 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, 2018.
- [29]. O. Gonultas and Z. Candan, "Chemical characterization and FTIR spectroscopy of thermally compressed," *Maderas. Cienc. y Tecnol*, vol. 20, no. 3, pp. 431–442, 2018.
- [30]. B. Esteves, A. V. Marques, and H. Pereira, "Chemical changes of heat treated pine and eucalypt," *Maderas. Cienc. y Tecnol.*, vol. 15, no. 2, pp. 245–258, 2013.
- [31]. D. Romanzini, H. Luiz, O. Junior, S. Campos, and A. José, "Preparation and Characterization of Ramie-Glass Fiber Reinforced Polymer Matrix Hybrid Composites 2. Experimental Procedures," *Mater. Res.*, vol. 15, no. 3, pp. 415–420, 2012.
- [32]. J. Eiichi Obataya, M. Norimoto, "The effects of adsorbed water on dynamic mechanical properties of wood," *polym.*, vol. 39, no. 14, pp. 3059–3064, 1998.
- [33]. A. Backman, "Differences in wood material responses for radial and tangential direction as measured by dynamic," J. Mater. Sci., vol. 6, pp. 3777–3783, 2001.
- [34]. S. Ceylan and Y. Topçu, "Bioresource Technology Pyrolysis kinetics of hazelnut husk using thermogravimetric analysis," *Bioresour. Technol.*, vol. 156, pp. 182–188, 2014.

Chapitre IV :

Caractérisation mécanique et vibratoire des poutres sandwiches

IV.1 INTRODUCTION

Les structures sandwiches sont de plus en plus utilisées dans différents domaines de la construction. Elles sont constituées de deux éléments essentiels: peaux (de faible épaisseur et de haute rigidité) et d'une âme (épaisse et de faible densité) qui s'introduit entre les peaux, l'adhésion entre ces deux éléments se fait par de la résine de collage. Les mousses PU (polyuréthane) et PVC (poly-vinyl-chloride) sont généralement utilisées dans l'industrie comme des âmes pour leur disponibilité et faible coût, par contre ils ont un effet toxique sur la santé humaine. L'utilisation des structures à base des ressources écologique reste un besoin pour un environnement moins toxique. La valorisation des déchets de bois de palmier dattier dans le domaine structurel est moins recherchée par les industries à cause de la nonconnaissance de leurs propriétés mécaniques. Récemment, Benzidane et al, [1] ont fait une étude physique et mécanique sur le bois de palmier dattier de deux régions différentes. Ils ont trouvé que ce bois a une faible densité avec une moyenne de 211 Kg/m³. Par ce chapitre, on a tenté de traiter dans un premier temps les procédures d'élaboration des poutres sandwiches à base des âmes en bois de palmier dattier, où les composites hybrides réalisées dans le chapitre précédent ont été utilisés comme des peaux. Dans un deuxième temps, il expose l'évaluation de la résistance, la rigidité et le mode de ruptures des poutres sandwiches à la flexion en trois points. Une détermination des fréquences propres des poutres sandwiches par analyse vibratoire a été prise en considération. Finalement, un modèle numérique (par Ansys) a été développé pour valider les résultats obtenus expérimentalement.

IV.2 MATERIAUX

A base des composites hybrides élaborés et le bois de palmier dattier de pétiole, on a fabriqué quatre types des poutres sandwiches à différents peaux pour une âme constante (tableau IV.1).

Constituant		
Poutre	Peau	Ame
Sandwiche élaboré		
CG01A10	30PDPF/0GF	
CG02A10	20PDPF/10GF	Ame : BDPD
CG03A10	10PDPF/20GF	Epaisseur 10 mm
CG04A10	0PDPF/30GF	

Tableau IV.1. Configuration des poutres sandwiche élaborées.

CG : Composite Groupe

• Procédés d'élaboration des sandwiches

Après le découpage du bois de palmier en dimension 210 mm*20 mm*10 mm, un pansage des surfaces des peaux et de bois a été effectué. L'assemblage entre les constituants a été assuré par une résine époxyde, afin de les compresser par la mise de plaque métallique.

L'adhésif thermodurcissable (MEDAPOXY COLLE) a été choisi en raison de sa capacité de transfert de charge, collage durable des surfaces ainsi que de sa rigidité élevée. Cette colle est obtenue par un mélange d'une résine primaire (MEDAPOXY A) avec un durcisseur (MEDAPOXY COLLE B) avec un rapport 60/40 (résine : durcisseur) selon la notice du fournisseur (figure IV.1).



Chapitre IV: Caractérisation mécanique et vibratoire des poutres sandwiches



Figure IV.1. Le procédé de la fabrication des poutres sandwiche.

		Dimensions / Poids						
Constituants		Longueur	Largeur	Epaisseur	Poids			
		(mm)	(mm)	(mm)	(g)			
	30PDPF/0GF	210	19.83	2.9	13.3			
Domeses	20PDPF/10GF	210	19.50	2.12	8.5			
Peaux	10PDPF/20GF	210	19.74	1.62	8.2			
	0PDPF/30GF	210	19.7	0.56	3.9			
	5 mm	210	20.06	5.16	9.1			
Ame	10 mm	210	20.05	10.10	17.9			
	15 mm	210	20.05	15.2	27.4			
Adhésif	0.3-0.5 mm	//	//	1.2 ^e -3	//			

Tableau IV.2. Les dimensions et les poids des constituants

IV.3 RESISTANCE A LA FLEXION

Les essais de flexion trois points ont été réalisés suivant la norme ASTM C393 (figure IV.2). Tous les échantillons ont été sollicités de la même manière en servant d'une machine Zwick Roell Z010 de 10kN (situé à l'université M'hamed Bougarra de Boumerdès) pour déterminer les propriétés de flexion (figure IV.3). Les éprouvettes ont été testées d'une façon monotone jusqu'à la rupture à une vitesse de 2 mm/min. Toutes les poutres mesurent 210 mm de long, 20 mm de largeur et ont une épaisseur totale variable (selon la variation de l'épaisseur des peaux). L'âme a une épaisseur de 10 mm. Une investigation a été réalisée pour voir l'effet de son d'épaisseur sur les modes d'endommagement.



Figure IV.2. Schématisation d'éprouvettes normalisées ASTM C393
avec:

F est la charge correspondant pour l'essai de flexion en trois points, [N].

*l*₀ la longueur totale de la poutre sandwiche [mm].

t est l'épaisseur totale de la structure sandwiche, [mm].

b la largeur de l'éprouvette, [mm].

l est la distance entre appuis, [mm].

c est l'épaisseur de l'âme, [mm].



Figure IV.3. Disposition des éprouvettes sous chargement en flexion 3 points.

La contrainte ultime d'âme en cisaiellement

$$F_s^{ult} = \frac{F_{max}}{(d+c)b} \tag{IV.1}$$

Contrainte d'interface

$$\sigma = \frac{F_{max}S}{2t(d+c)b}$$
(IV.2)

D'où : F_s^{ult} la force de cisaillement ultime, *d* épaisseurs des peaux, c épaisseur d'âme, *b* la largeur, *S* la longueur entre les appuis et *t* c'est l'épaisseur globale de la poutre sandwiche.

En utilisant une caméra rapide, on a pu voir l'évaluation des modes d'endommagement des poutres testées.

IV.3.1 Flexion trois points

Le comportement quasi-statique des poutres sandwiche élaborées sous la sollicitation flexion en 3 points a été présenté sur la figure IV.4. On remarque une quasi-similitude des résultats pour chaque groupe. A partir des courbes, deux régions ont été observées: région élastique linéaire initiale à une déflexion considérable de 400kN, 300kN, 390kN et 220 KN pour les quatre groupes, suivie d'une faible région élasto-plastique jusqu'à ce qu'une valeur de pic soit atteinte. Par la suite, on a une réduction de la charge jusqu'a la rupture.

A la figure IV.5, on présente l'évolution de la contrainte de cisaillement de l'interface et de l'âme en fonction du déplacement de la poutre (CG01A10). On remarque un comportement quasi-linéaire jusqu'a un pic. Due à l'endommagement imminent des composites sandwiches, on assiste à une diminution dramatique de cette contrainte. Par conséquent, le moment d'inertie des peaux révèle une influence significative de la rigidité globale. Ces résultats sont en bonne concordance avec la littérature [2-5].



Chapitre IV: Caractérisation mécanique et vibratoire des poutres sandwiches



Figure IV.4. Force en fonction de la flèche sous chargement d'une flexion 3 points



Figure IV.5. Contrainte d'interface (peau/âme) et contrainte de cisaillement de l'âme par rapport au déplacement.

La figure IV.6 a et b présente la contrainte ultime des âmes en cisaillement et la contrainte d'interface des poutres sandwiche élaborées. La contrainte ultime d'âme maximale a été atteinte par la poutre CG01A10 (1.03 MPa) (figure IV.6a). On observe que le changement des peaux (CG02A10 et CG03A10) a influe légèrement sur la contrainte ultime par rapport a celle

de CG01A10 (par 4% et 9%, respectivement). Les peaux purement en fibre de verre (CG04A10) ont conduit à une faible contrainte 0.56MPa due à leurs propriétés mécaniques élevées. La figure IV.6b montre une contradiction des résultats avec celle de contrainte ultime. La poutre CG04A10 a abouti a une valeur maximale (91.32 MPa), d'où une différence significative de 78%) a été remarquée par rapport a celle de CG01A10. Ces remarques révèlent la bonne adhésion des peaux 0PDGF/30GF avec l'âme en comparaison aux autres poutres. Selon la littérature [2,6], les valeurs maximales de la contrainte de cisaillement de l'âme et de la contrainte d'interface les plus élevées sont obtenues avec les âmes commerciaux Nomex®, Rohacell® et les agglomérats de liège. Par comparaison, la contrainte d'interface obtenue par une poutre sandwich CG04A10 est proche de celle d'un sandwich en fibre de verre/ agglomérats de liège peau/âme (Reis et al [7]).





Figure IV.6. a. Les contraintes ultimes des âmes en cisaillement, b. Les contraintes d'interface

La Figure IV.7 présente une comparaison effectuée sur les poutres sandwich 10PDPF/20GF avec des épaisseurs d'âme différentes (5, 10 et 15 mm). Les trois courbes représentent un comportement élastique linéaire initial suivi d'une zone non-linaire qui illustre l'endommagent des échantillons. Il est clair qu'au fur et à mesure que l'épaisseur d'âme d'échantillon et la rigidité à la flexion augmentaient, le matériau devient plus résistant. Comparativement à une charge de rupture de 295.33N pour une éprouvette d'une épaisseur d'âme 5mm, l'augmentation de la charge rupture a significativement augmentée 36% et 39 % d'une une poutre sandwiches d'épaisseur d'âme 10 mm et 15 mm. L'échantillon avec l'âme de 10 mm d'épaisseur a montré une rupture brutale. Par contre, l'échantillon de 15 mm a présenté une meilleure ductilité avec un retardement du point de la rupture.



Figure IV.7. Evaluation d'épaisseur d'âme sur la résistance des poutres sandwiches

IV.3.2 Modes d'endommagements sous flexion trois points

Pour toute poutre sandwiche donnée soumise à un chargement en trois points, le mode de rupture opérationnelle est considéré comme le mode le plus faible. Conformément à la littérature (figure IV.8), quatre modes principaux d'endommagement ont été identifiés pour les poutres sandwiches en flexion en trois et quatre points. Il s'agit de la rupture de la peau en traction, flambage localisé, cisaillement de l'âme et indentation sous les rouleaux de chargement. Ces modes d'endommagement ont été confirmés par un certain nombre de chercheurs, dont Gibson et Ashby [8,9], TriantaDllou et Gibson [10,11], Lingaiah et Suryanarayana [12], Theotokoglou [13], Zenkert [14] et Chen et al. [15].

Il est intéressant de noter que le type de mécanisme de rupture est fortement influencé par la configuration d'essai ainsi que par le type des peaux. Figure IV.9 montre les modes d'endommagement en respectant une épaisseur identique de l'âme. A base des images capturées, les sandwiches subissent une séquence de trois mécanismes de défaillance de cisaillement de l'âme. La défaillance initiale commence au niveau de la peau inférieure, puis la fissure se développe à travers l'âme et enfin la delamination entre l'âme et la peau supérieure aura lieu. Une chute de charge brutale causée par la rupture de la peau inférieure (Figure IV.9 a, b, c), dû à la faible capacité portante des deux peaux. Dans le cas d'échantillon (0 PDPF/30 GF : 10mm, peau: âme, respectivement), une rupture de peau en traction a été observée parce que les peaux excédent aux contraintes admissibles:



Figure IV.8. Modes de ruptures concurrentes des poutres sandwiches soumises à une flexion en trois points.



Chapitre IV: Caractérisation mécanique et vibratoire des poutres sandwiches





d.

Figure IV.9. Modes d'endommagement des éprouvettes à la flexion d'épaisseur de l'âme 10 mm, a. 30PDPF/00GF, b. 20PDPF/10GF, c.10PDPF/20GF, d. 0PDPF/30GF

Dans la figure IV.10, on a essayé de mettre en valeur l'effet de l'épaisseur de l'âme sur les différents modes d'endommagement. On observe que les poutres sandwiches avec des peaux épaisses et d'une âme fine abouti à un délaminage. Parce que l'âme épaisse empêche la rupture transversale du sandwich. Donc, l'énergie de rupture a tendance à se dévier vers les deux interfaces en aboutissant à un délaminage. Par contre pour faible épaisseur de l'âme, on a plutôt une rupture transfère ou un cisaillement.





b.

Figure IV.10. Modes d'endommagement des éprouvettes à la flexion 10PDPF/20GF et de différentes épaisseurs d'âme (5 mm et 15 mm).

IV.4 ANALYSE MODALE

On souhaite déterminer les propriétés vibratoires (modales) des poutres sandwiche élaborées tel que : les fréquences propres, les modes de flexion et l'amortissement. L'analyse expérimentale a été réalisée dans le cas de la flexion libre des poutres (selon la normalisation ASTM-E756). Les échantillons ont étés encastrées à une extrémité et libres à l'autre. Tout d'abord, on a marqué 6 points d'impact sur la poutre, avec 3 cm d'écart, afin de repérer le point de mesure (figure IV.11.a). Avant d'entamer les expériences, on a placé des piges

métalliques sur les talons d'étau pour répartir la pression de contact lors du serrage. La figure IV.11.b montre la configuration de test modal qui a été confectionné en excitant tous les points d'impact marqué à l'aide d'un marteau de choc dont la sensibilité est de 2,25 mV. Par conséquent, un accéléromètre PCB356A15 a été fixé à la limite de l'encastrement (point vert). Un analyseur de réponse en fréquence NATIONAL INSTRUMENTS (NI) cDAQ-9184 a exécuté l'acquisition et le conditionnement du signal. Enfin, les mesures des fonctions de réponse en fréquence (FRF) et la forme de mode associée ont étés affichées sur le logiciel. Nous avons effectué les analyses sur les poutres sandwiches dont les hauteurs d'âme mesurent 10 mm. Par la suite, l'effet d'épaisseur a été évalué sur la rigidité et l'amortissement de la structure. La densité moyenne de l'âme (bois de palmier dattier) est de 211 kg/m³.



Figure IV.11. Positionnement des points d'impact et points de mesure. a. schématisation de la configuration, b. disposition des poutres.

Appareil	Model	Constructeur
Marteau de choc	PCB086C03	PCB piezotronics, inc.
Accéléromètre	PCB356A15	PCB piezotronics, inc.
Système d'acquisition	cDAQ-9184	National instruments

Tableau IV.3. Identification des équipements de vibration.

Une série d'essais de vibrations libres a été soumise pour obtenir les fréquences propres et les formes modales des poutres sandwiches avec différentes hybridations. La poutre sandwiche était encastrée à un bord à l'aide d'un support métallique et libre à l'autre (figure. IV.12). Pour mesurer les fréquences naturelles du panneau, une chaîne de mesure de base composée d'instruments d'excitation, de transducteurs, d'amplificateurs et d'un analyseur à transformée de Fourier rapide (FFT) a été effectuée. Le panneau était excité par l'un des méthodes les plus courantes et utilisées avec succès, c'est-à-dire marteau à percussion instrumenté avec une sensibilité de 2,25 mV. La gamme de fréquences a été fixée entre 0,1 et 5000 Hz. La réponse de la poutre a été détectée en attachant un accéléromètre miniature à un DOF prédéterminé sur la poutre sandwiche. Après cela, l'excitation par l'entrée de force sur la poutre et la réponse associée ont été mesurées et les FRF contenant les propriétés modales générées dans l'analyseur FFT ont été enregistrées. Selon le changement de comportement sur la poutre, l'auto-spectre de réponse et le transversales reliant ces deux, les FRF individuels ont été évalués en conséquence. Seul un bon impact a été retenu, car il donne un graphe de cohérence qui doit être proche de l'unité sur toute la gamme de fréquences. Pour cette raison plusieurs impactes ont étés effectués puis moyennées avant d'être transférées au PC pour analyse en ne conservant qu'une valeur de fonction de cohérence acceptable.



Figure IV.12. Chaine de base pour les mesures des fréquences propres de la poutre sandwiches.

La figure IV.13 illustre la réponse fréquentielle de la poutre sandwiche CG01A10 testée à 7 positions différentes. Par la répétition de l'excitation par marteau, on a voulu voir si la position d'excitation a un effet sur la variation de la fréquence propre de notre système. On a remarqué que sur cette gamme de fréquences fixée entre 0.1 et 4700 Hz, seulement quatre fréquence propres on été repérées. Ce qui nous permettra aussi de déduire les coefficients de perte causés par l'énergie dissipés. De plus, selon les conditions aux limités imposées, le changement de la position d'excitation n'a pratiquement aucun effet sur les quatre fréquences propres repérées. L'unique différence réside dans la variation de l'amplitude parce que les coups de marteau se font manuellement. Donc, il est impossible d'avoir la même amplitude.



Figure IV.13. Courbes typiques de la réponse fréquentielle obtenues après 7 coups par marteau.

La figure IV.14 a été tracée dans le but de valoriser l'effet de chacune des quatre groupes d'hybridation sur la réponse fréquentielle des poutres sandwiches. Il est clair que l'ajout des fibres de palmier améliore le comportement dynamique des poutres. Le groupe GC04A10 augmente considérablement les fréquences propres ce qui repousse l'apparition du phénomène de la résonnance. Par exemple pour le 4^{ème} mode, la fréquence naturelle du groupe GC01A10 est de 3819.37Hz contre 3379.37Hz pour le groupe GC04A10 où nous avons seulement des fibres de verre. De plus, une diminution de l'amplitude FRF signifie une augmentation de la capacité d'amortissement des poutres. Une comparaison quantitative a été représentée au tableau IV.4.

En utilisant la méthode -3db décrite au chapitre I, nous avons déterminé l'amortissement correspondant aux 2^{eme}, 3^{eme} et 4^{eme} fréquences naturelles des poutres sandwiches. Les

résultats ont étés regroupées au tableau IV.5. Ce tableau nous démontre que l'hybridation représentée par le groupe CG01A10 a un amortissement élevé que celui du CG03A10, à cause de la contribution des fibres de palmier.



Figure IV.14. Comparaison de la réponse modale des quatre groupes sandwiche. a. amplitude [g/N], b. amplitude [Log]

-	Mode 01	Mode 02	Mode 03	Mode 04
CG01A10	203.75	827.5	1997.5	3819.37
CG02A10	183.12	717.5	1755	3617.5
CG03A10	203	788.12	2010.62	4026.25
CG04A10	205	711.87	1776.87	3379.37

Tableau IV.4. Fréquences propres des poutres sandwiches élaboré

Tableau IV.5. Amortissement des deux poutres sandwiches CG03A10 et CG04A10

	Amortissement (coefficient de perte)		
	Mode 2	Mode 3	Mode 4
CG01A10	3.45	4.75	0.96
CG03A10	2.38	3.77	1.45

IV.5 Modélisation et simulation par élément finis

Les matériaux mis en œuvre dans ce modèle numérique sont souvent hétérogène. Donc, il serait très compliqué de pouvoir développé un modèle fin reproduisant leurs propriétés par détail. Techniquement, il est plus réaliste de modéliser les constituants de notre structure par matériaux quasi homogènes au lieu d'un matériau hétérogène. C'est dans cette optique, qu'un modèle numérique en éléments finis ANSYS 14.5 (APDL) a été établie pour simuler le comportement statique et dynamique à l'échelle macroscopique des poutres sandwiches (figure IV.15). Dans cette partie les données expérimentales issus de la caractérisation mécanique ont étés utilisées pour alimenter le modèle numérique (Tableau IV.6). Cette technique nous permettra nous permettra d'établir une comparaison avec les résultats expérimentaux. Pour la modélisation sous ANSYS APDL, des poutres sandwiches de cinq couches (deux peaux, une âme et deux couches d'adhésif) ont été analysées. La simulation a été faite en 3D en se servant de l'élément solide 186 de 20 nœuds pour les trois matériaux. Cet élément se base sur la théorie d'élasticité avec une formulation de déplacement. Concernant la flexion, on a simulé uniquement la partie linéaire du comportement de sandwiche. Pour reproduire le modèle expérimentale, l'une deux extrémités de la poutre a été simplement appuyée et l'autre sur appuis un double.



Figure IV.15. Modélisation des poutres sandwiche, a. élément utilisé, b. âme, c. adhésif, d. poutre sandwiche, e. Agrandissement du maillage.

Propriétés mécaniques des constituants				
	E1 module longitudinal	Nu Coefficient de	ρ Densité	
	(GPa)	poisson	(g/cm ³)	
	Peau	IX		
30PDPF/0GF	3.87 ±0.78		1092	
20PDPF/10GF	4.92 ±0.68	0.25	1100	
10PDPF/30GF	17.23 ±1.6		1218	
0PDPF/30GF	18 ±1.53		1582	
Ame				
BPDP	4.65E+08	0.3	211	
Adhésif				
MEDAEPOXY	1.5	0.23	1400	

Tableau IV.6. Propriétés des constituants introduits sur ANSYS.

Afin d'avoir un assemblage solidaire entre les constituants, on a crée en premier lieu l'âme uniquement, puis un maillage cubique a été appliqué (volume sweep). En utilisant l'option "extruder" et "mesh attribut", on a pu ajouter l'adhésif et les peaux. Donc une superposition des éléments et nodales des constituants du sandwich a été assurée. Ensuite, on a évalué la fonction "chargement/déplacement" sur la partie linéaire figure IV.16.





Figure IV.16. Exemple sur la flèche et la contrainte Von mises de la poutre sandwiche CG01A10.



Figure IV.17. Validation numérique (par Ansys) de la flexion des poutres sandwiches.

La figure IV.17 a, b montent une corrélation satisfaisante entre les résultats expérimentaux et numériques. Dans le cas du 3^{ème} groupe (CG03A10), une divergence remarquable a été observée (figure IV.18c). Cette différence peut été causée par surépaisseur des échantillons ou les défauts structurels lors du la mise en ouvre.

On plus de l'analyse statique, une analyse dynamique a été aussi effectuée pour prédire les fréquences et les modes propres. Ces résultats ont étés comparées aux résultats expérimentaux. Les fréquences et les modes propres des poutres sandwiches issues de la simulation numériques et du modèle expérimental ont étés confrontés à la figures IV.18. Une légère différence entre les fréquences propres obtenues par éléments finis (Ansys) et ceux de l'expérimentale a été notée. En outre, la différence minimale de la première fréquence propre a été de 0.65 % dans le cas de la poutre sandwiche CG01A10. Par contre, le groupe CG03A10 nous a montré de différences signifiantes estimées à 17%.



Figure IV.18. Diagramme en colonne des résultats expérimentaux et numériques.

a. CG01A10, b. CG02A10, c. CG03A10.

Les fréquences propres correspondantes aux pics des FRF ont des formes de mode spécifiques. Pour ce raison, on a examiné les quatre premières formes de mode des poutres sandwiches, comme le montre la figure IV.19. Les formes de mode des deux types de poutres sandwiches étaient similaires quelle que soit les types des peaux. Due à la configuration de l'essai, les quatre modes sont des modes purement de la flexion. Cela implique que la variation des peaux n'influe pas sur la forme de mode mais seulement sur les valeurs ou les plages des fréquences de résonance.





Figure IV.19. Comparaison de l'expérimentale et le numérique des modes propres.

IV.6 CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons analysé sur le comportement à la flexion en trois points et vibratoire des poutres sandwich. Au début, on a représenté les différentes étapes de la fabrication des poutres sandwiche à partir des constituants préparés au chapitre III. On se servant d'une compagne d'essais expérimentaux, on a dévoilé la loi de comportement de la flexion en trois points selon la normalisation. Deux paramètres ont été pris en compte, le type de la peau et l'épaisseur de l'âme. Les essais expérimentaux ont montré l'effet de l'hybridation des peaux sur le comportement et les modes d'endommagement. Une diminution assez remarquable de la contrainte d'interface des peaux et la contrainte de cisaillement a été constatée. Cette chute de contrainte a été causée par l'endommagement de l'âme qui a abouti à la perte des performances poutres sandwiches. Une faible augmentation du poids de l'âme (BDP) a augmenté considérablement la rigidité du sandwich. De plus, le bois de palmier dattier a pris un rôle important sur le comportement viscoélastique de la structure (amortissement). La légère différence entre les résultats expérimentaux et numérique montre la fiabilité des modèles développés.

Référence

- R. Benzidane, Z. Sereir, M. L. Bennegadi, P. Doumalin, and C. Poilâne, "Morphology, static and fatigue behavior of a natural UD composite : the date," *Compos. Struct.*, vol. 203, pp. 110–123, 2018.
- [2]. L. Reis, "Mechanical Behavior of Sandwich Structures using Natural Cork Agglomerates as Core Materials," J. Sandw. Struct. Mater., vol. 11, no. 6, pp. 487–500, 2009.

- [3]. O. Castro, J. Silva, T. Devezas, A. Silva, and L. Gil, "Cork agglomerates as an ideal core material in lightweight structures," *Mater. Des.*, vol. 31, no. 1, pp. 425–432, 2010.
- [4]. N. Lakreb, B. Bezzazi, and H. Pereira, "Mechanical strength properties of innovative sandwich panels with expanded cork agglomerates," Eur. J. Wood Wood Prod., pp. 465– 473, 2015
- [5]. R. Umer, E. Waggy, M. Haq, and A. Loos, "Experimental and numerical characterizations of flexural behavior of VARTM-infused composite sandwich structures," *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 3, no. 2, pp. 67–76, 2012.
- [6]. R. Hoto, G. Furundarena, J. P. Torres, E. Muñoz, J. Andrés, and J. A. García, "Flexural behavior and water absorption of asymmetrical sandwich composites from natural fi bers and cork agglomerate core," *Mater. Lett.*, vol. 127, pp. 48–52, 2014.
- [7]. L.Gibson, M. Ashby. Cellular solids. Cambridge: Cambridge University Press; 1988.
- [8]. M. Ashby, A. Evans, N. Fleck, L. Gibson, J. Hutchinson, H. Wadley. Metal foams: a design guide. London: Butterworth, Heinemann; 2000
- [9]. T. TriantaDllou, L. Gibson. Failure mode maps for foam core sandwich beams. Materials Science and Engineering 1987;95:37–53.
- [10]. T. TriantaDllou, L. Gibson. Minimum weight design of foam core sandwich panels for a given strength. Materials Science and Engineering 1987;95:55–62.
- [11]. K. Lingaiah, B. Suryanarayana. Strength and sti7ness of sandwich beams in bending. Experimental Mechanics 1991;31(1):1–7.
- [12]. E. Theotokoglou. Analytical determination of the ultimate strength of sandwich beams.Applied Composite Materials 1996;3:345–53
- [13]. D. Zenkert. An introduction to sandwich construction. SheOeld, UK: Engineering Materials Advisory Service; 1995.
- [14]. C. Chen, A. Harte, and N. A. Fleck, "The plastic collapse of sandwich beams with a metallic foam core," *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 43, pp. 1483–1506, 2001.

Conclusion générale et perspectives

Par la présente thèse, nous avons préparé, fabriqué et évalué le comportement quasistatique et dynamique des poutres sandwich à base de bois de palmier dattier. Au but d'éclaircissement notre travail, nous avons fait une présentation sur les matériaux composites (définition et notions principales). Une fois les notions de la structure sandwich et les détails de leurs constituants présentés, une investigation morphologique, chimique et thermique des fibres de palmier dattier (PDPF) a été menée au but de la préparation des peaux. A partir de ces analyses, on a constate que le NaOH éliminé les impuretés, les cires et les résidus situent autour de la paroi des fibres. Le traitement durant 48h des PDPF a donné une surface de fibre rugueuse avec moins de concentration des impuretés. La spectroscopie infrarouge de transformer de Fourier (FTIR) a permis d'identifier et de confirmer l'élimination efficace des groupes chimiques lors de l'alcalinisation (tels que cellulose, l'hémicellulose, la lignine, la présence de groupes hydroxyles réactifs à la surface de la fibre et dans la région amorphe). L'analyse thermogravimétrique de la fibre de PDP traités et non-traité a mis en évidence une stabilité thermique jusqu'à (170 °C et 230 ° C, respectivement), ce qui confirme la possibilité de l'utiliser comme renforcement pour les matériaux composites à base de polymère (bio ou non bio).

Apres le traitement des fibres, quatre groupes de composites hybrides a été fabriqués de différentes fractions massiques à base des fibres de palmier dattier traité par NaOH, en mat la fibre de verre Roving et la résine vineylester. Des essais quasi statiques (traction, flexion) et dynamique (DMA/vibration FRF) on été menées pour la détermination de la résistance, la rigidité, les fréquences propres et la viscoélasticité des matériaux. Ensuite, une analyse morphologique a été faite avant et après les essais pour comprendre les phénomènes apparus.

Comme résultats, dus à la modification de surface de PDPF et le procédé de fabrication, l'hybride 30PDPF/0GF a montré une bonne résistance à la traction et la flexion par rapport aux autres hybridations à base de fibre naturelle. L'effet de changement de la fraction massique des fibres de verre a été significatif sur le module de Young et la résistance des composites. De plus, on note que la présence de fibres de verre améliore la température vitreuse d'une part et augmente considérablement la résistance à l'usure autant qu'une fibre rigide.

En deuxième lieu, on a fait une étude du comportement physique et dynamique du bois de palmier dattier de deux différentes régions. Le bois de palmier dattier a montré une morphologie d'un composite quasi unidirectionnel, d'où leurs propriétés physique et viscoélastique se varient d'une direction à l'autre et d'une région à l'autre avec un amortissement assez important au but d'utilisation comme âme amortie. A la fin, la confrontation entre les résultats expérimentaux et numériques a montré une très bonne concordance en statique ou en dynamique.

L'étude expérimentale du comportement à la flexion en trois points et vibratoire des poutres sandwiches normalisées a été effectue. Au début, on a assuré l'assemblage des constituants utilisant une résine de collage. Deux paramètres ont été pris, le type de peau et l'épaisseur de l'âme. Les essais expérimentaux ont été montre l'effet l'hybridation des peaux sur le comportement et les modes d'endommagement. Une chute conséquente de la contrainte d'interface des peaux et la contrainte de cisaillement de l'âme due à l'endommagement du sandwiche. Le rapport d'âme épaisseur/ rigidité a été considérable. A partir du comportement vibratoire, le bois de palmier dattier a pris un rôle important sur le comportement viscoélastique de la structure (amortissement).

Due à leurs performances thermiques, mécaniques et morphologiques, nous sommes convaincus qu'il est possible de valoriser cette ressource renouvelable (palmier dattier) dans différents domaines d'applications. Cette thèse se limite à l'analyse morphologique, physique, thermomécanique et dynamique e avec une caractérisation statique et dynamique, elle peut être poussée à une analyse de fatigue cyclique pour étudier la durabilité de ces matériaux. Des essais d'impact et cisaillement des poutres sandwiches peut aussi faire l'objet d'autres thèses de doctorat.

Article



Quasi-static and dynamic mechanical thermal performance of date palm/glass fiber hybrid composites 0(0) 1–23 © The Author(s) 2020 Article reuse guidelines: sagepub.com/journals-permissions DOI: 10.1177/1528083720958036 journals.sagepub.com/home/jit



Abderrazek Merzoug^{1,2}, Bachir Bouhamida¹, Zouaoui Sereir¹, Abderrezak Bezazi³, Ali Kilic² and Zeki Candan⁴

Abstract

The present work reports an experimental study on the thermal and mechanical properties of hybrid composites obtained from Petiole Date Palm Fiber (PDPF)/Glass fiber (GF) as reinforcement and vinylester resin (VE). In order to improve the fiber/matrix adhesion, palm fibers were alkali treated with 5% NaOH solution for 24 h–72h. SEM and ATR-FTIR analysis revealed that the 48 h treatment of PDFP with NaOH solution led to rough fiber surface. Vacuum assisted resin transfer molding (VARTM) system was used to produce four hybrid composites (30PDPF/0GF, 20PDPF/10GF, 10PDPF/20GF and 0PDPF/30GF) where the weight ratio of total fiber reinforcement was kept 30%. The treated palm fibers were arranged as a nonwoven mat and placed between woven glass fabrics. Tensile, flexural, dynamic mechanical thermal analysis (DMTA), and thermogravimetric (TGA) were carried out to evaluate the performance of the hybrid composites. The flexural strength and modulus for pure PDPF composite were

Corresponding author:

Email: alikilic@itu.edu.tr

¹Laboratoire de Structures de Composites et Matériaux innovants, Faculté de Génie Mécanique, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran, Oran, Algeria

²TEMAG Labs, Faculty of Textile Technologies and Design, Istanbul Technical University, Istanbul, Turkey ³Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux (LMANM), Université 08 Mai 1945, Guelma, Algeria

⁴Department of Forest Products Engineering, Istanbul University-Cerrahpasa, Istanbul, Turkey

Ali Kilic, TEMAG Labs, Faculty of Textile Technologies and Design, Istanbul Technical University, Istanbul, Turkey.

found to be 60 MPa and 3.87 GPa respectively. Addition of 20%wt glass fiber led an increase in the thermal stability and an enhancement in the tensile and flexural strength by 71.72% and 74.51%, respectively compared to pure PDPF composite. However, the incorporation of 10% of PDPF increases the damping factor from 0.2 for the composite glass/VE to 0.54 for the hybrid 10PDPF/20GF. According to findings of this study, PDPF based composites can be used as non-structural parts in automotive and boat industries.

Keywords

Petiole date palm fibers, hybrid composites, dynamic mechanical thermal analysis

Introduction

The use of natural fibers is a sustainable and environmentally friendly strategy that reduces the negative impact of human activities. Due to the increasing environmental concerns, natural fibers received significant attention as alternative reinforcement for composite structures. They particularly offer higher strength-to-weight ratio compared to synthetic fibers, reduction in toxic gas emission, less dependency on oil sources, and reduction in energy consumption [1,2]. Compared to the structures reinforced with glass fibers, the use of natural fibers reduces the cost and weight by 5 to 10%, while reducing energy requirements by about 80%.

Their hydrophilic surface causes weak interface with polymer matrix. For this reason, several approaches have been developed to improve the adhesion between fibers and matrix by increasing the wettability of natural fibers [3–6]. This can be achieved by removing the outer layers and impurities, changing the topography or the chemical nature of the fiber surface [5]. Pothan et al. [7] evaluated the mechanical properties of alkali treated banana fibers to enhance the adhesion with polyester resin. The alkali treatment improved fiber-matrix interface significantly and led to 39% and 10% increase in fiber and composite tensile strength, respectively. Reddy et al. [8] investigated the effect of alkali treatment (5%, 10% and 15% concentrations) on the mechanical properties of epoxy resin reinforced by prosopis juliflora fiber. The optimum alkali concentration was found to be 10%, where the flexural strength of the composites was improved by 12%. Guduriet al. [9] showed that alkali treatment enhances the adhesion between hydrophobic and hydrophilic contents, where the flexural strength increased by around 30 MPa after treatment of H.Populifolia fabric by 5% NaOH. Khaldi et al. [10] investigated the mechanical properties of anisotropic vegetal Alfa fibers and interface between fiber and epoxy matrix. The energy release rate around the interface decreases which is higher in the presence of debonding areas generated after insufficient wetting.

High performance glass or carbon fibers can be additionally used when the natural fibers do not meet the requirements. Thwe et al. [11] investigated the mechanical properties of bamboo/glass fibers reinforced polypropylene composites subjected to

different loading ratios. By adding 20% of glass fibers, tensile and flexural strength of composites increased around 12.5% and 10% respectively compared to pure bamboo composite. Mishra et al. [12] used short glass fibers to further enhance the mechanical performance of pineapple leaf fiber mat (PALF) and sisal fiber reinforced polyester composites. By adding 8.5% of glass fibers, the mechanical properties increased significantly by 38% and 30%, respectively. Dagwa et al. [13] studied the hybrid use of banana, oil palm and glass fibers to reinforce unsaturated polyester resin. They showed that as the banana fiber content increase, there was a gradual decrease in flexural strength which can be optimized by increasing the glass fiber content.

The performance parameters of the natural fiber reinforced composites can be further investigated via thermogravimetric analysis (TGA), which can be used to evaluate the degradation of elementary components and moisture content of composite [14]. In addition, the dynamic mechanical thermal analysis (DMTA) is used to determine different phases, viscoelastic properties and transition temperatures of composite materials [15]. Few studies have investigated the thermo-mechanical properties using hybrid reinforcement. The alkaline treated kenaf and coconut fibers reinforced epoxy resins showed 10% and 38% larger storage modulus compared to the untreated composites [16,17]. Hamdy et al. [18] produced DPFiller/epoxy composites with different fiber ratios (40%, 50% and 60%) and they found an increase in the storage modulus of the composite compared to neat epoxy. However, the damping factor was decreased due to stiffness of DPFiller. Taylor et al. [19] and Ornaghi et al. [20] studied the effect of glass fiber on the viscoelastic properties of composites. Due to the good adhesion and better mechanical properties of glass fibers, the storage and loss modulus was improved according to the amount of glass fiber. Moreover, the glass transition temperature of hybrid composite increases with the glass fiber content.

In this research, the Petiole date palm fibers (PDPF) was selected as reinforcement for the production of composite materials, due to their abundance as agro-waste, high cellulose amount, lightness and low costs [3,21]. Despite numerous studies on the use of DPF as reinforcement for thermoset [22,23] or thermoplastic matrices [24,25], no data have been reported for the mechanical and thermal properties of hybrid PDPF/ GF reinforced vinylester (VE). The aim of this study was to improve the surface morphology of PDPF using alkaline treatment and then to investigate the effects of hybridization of PDPF and woven glass fabric on mechanical and thermal properties of composites. The changes in surface morphology were investigated by ATR-FTIR and SEM analysis. Tensile and flexural properties were analyzed to see the effect of hybridization and surface modification on final composite performance. Thermomechanical properties were further investigated using TGA and DMTA.

Materials and methods

Extraction of date palm fibers

Once the date palm fruits are harvested, large quantities of date palm petiole, rachis, and leave wastes are accumulated in agricultural lands. The abundant

amount of valuable biomass wastes is of potential interest as a renewable cellulosic material resource [26]. The petiole date palms (PDP) used in this work was collected from oases of Biskra, south of Algeria and kept in room conditions for 3–4 months (Figure 1(a)). The PDP was cut in longitudinal direction to obtain the maximum fiber length about (15–25cm) using fixed jigsaw. Obtained small parts were immersed in water for 72 h at room temperature which softens cellulosic components. Then the PDP fibers were manually extracted by peeling (Figure 1 (b)). After the extraction, PDPF were treated with 5% NaOH solution for 24 h, 48 h and 72 h at room temperature and finally, they were dried for 5 h in an oven at 50 °C.

Hybrid composite preparation

Four hybrid composite specimens were prepared by hybridizing of treated petiole date palm fibers (PDPF)with 5% NaOH for 48 h and glass fibers (GF) at different weight ratio (30PDPF/0GF, 20PDPF/10GF, 10PDPF/20GF and 0PDPF/30GF), where the total fiber content was kept 30% by weight (Table 1). PDPF was arranged in nonwoven mat form having an areal density of 600 g/m^2 where average fiber length varied between 60 and 120 mm. Further, a woven glass fiber fabric with an areal density of 49 g/m² (supplied from Areka LLC, Turkey) was used as skins. The vinylester resin (Poliya 702), methyl ethyl ketone peroxide (MEK-P) and cobalt naphthenate 6% were purchased from Poliya, Turkey. Mechanical and physical properties of the components were given in Table 2.

Layer by layer hybridization method was adopted by putting PDPF mat between woven glass fiber fabrics. After that, vacuum assisted resin transfer molding (VARTM) was used to prepare the composite hybrid specimens. Polyurethane based release film was placed on the top of the VARTM table to remove specimens



Figure I. The PDP fiber extraction process: (a) Petiole of date palm wood, (b) PDPF fibers obtained from petiole.

easily after curing. To ensure a homogeneous resin distribution and to establish a consistent vacuum throughout the mold, two spiral tubes were fixed on the edges of the top layer. One spiral tube was used as an inlet, which was connected to the resin bucket via an infusion hose. The other spiral tube was used as an outlet and connected to the vacuum pump via vacuum infusion hose. Two layers of peel ply and perforated release film was placed on top of the glass fiber fabric and spiral tubes to facilitate the resin flow during the infusion process. At the end, vacuum bagging was placed on top and sealed to the glass top using a sealing tape to prevent any air leakage during the VARTM process. To start the resin infusion process, infusion hose was placed into the resin bucket and vacuum pump was turned on and resin mixture started to flow through sandwich mats. Once the resin reached the outlet, infusion hose was clamped and vacuum was turned off. Samples were set to consolidate for 24 hours (Figure 2).

Characterization

Morphology. The morphologies of untreated and treated PDPF were examined using an optical microscope (OM) equipped with a Moticam2500 camera digitally controlled by Motic Images Plus V2.0 and Tescan Vega 3 scanning electron microscope (SEM) with 10.00 kV acceleration voltage. Due to their specific dimensions, magnifications ranging from 1 to 1000 X were used. The hybrid composites morphologies were investigated before and after the fracture tensile tests while the magnification was 100 X. The specimens were coated with a 10 nm gold layer before analysis.

Hybrid specimens	PDP fiber (%)	Glass fiber (%)	Vinylester resin (%)
30PDPF/0GF	30	0	70
20PDPF/10GF	20	10	70
10PDPF/20GF	10	20	70
0PDPF /30GF	0	30	70

Table 1. Configuration of the hybrid composite specimens.

 Table 2. Physico-mechanical properties of hybrid composite components.

Physico-mechanical properties	Raw PDPF [26]	Glass fiber	Vinyl ester resin
Density (g/cm ³)	0.79	2.56	1.004
Diameter (µm)	100-300	5-25	_
Average length (cm)	20	-	_
Tensile strength (MPa)	240	2400	76
Tensile modulus (GPa)	7.14	70	3
Breaking elongation (%)	3.75	3	5



Figure 2. Hybrid composites manufacturing using VARTM process: (a) Nonwoven PDPF fiber mat on the glass fabric, (b) peel ply and perforated films, (c) fixing the tube for inlet and outlet resin, (d) resin infusion.

Infrared spectroscopic analysis (ATR-FTIR). The ATR-FTIR spectra of the PDPF before and after the chemical treatments were compared using a Thermo Scientific Nicolet iS10 equipped with a Golden Gate single reflection ATR accessory. The spectrum was obtained between 500 and 4000 cm^{-1} with a resolution of 2 cm^{-1} . The main ATR-FTIR bands corresponding to the vibration of different groups were extracted and compared with the literature.

Mechanical tests. The mechanical properties (tensile and flexural) of the hybrid composite specimens were investigated. Tensile tests were performed using a Shimadzu testing machine with a 100 kN load cell according to the ASTM D3039 standard. Test specimens were cut into $100 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ pieces. Flexural tests were done following ASTM D790 where the specimens have dimensions of $60 \text{ mm} \times 12.7 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$. Five specimens were tested for each group (20 specimens in total),and their averages with their standard deviations (SD) were reported.



Figure 3. Optical microscopy images of longitudinal surface of PDPF fiber: (a) untreated fiber, (b) treated with 5% NaOH.

Thermogravimetric analysis. Thermal stability of hybrid composites was characterized using a thermo-gravimetric analyzer TGA/DSC^{3+} (METTLER TOLEDO) under a nitrogen atmosphere and a heating rate of $10 \,^{\circ}C/min$ from $30 \,^{\circ}C$ to $600 \,^{\circ}C$.

Dynamic mechanical thermal analysis (DMTA). This technique is a used to analyze viscoelastic properties as a function of temperature. Storage modulus (E'), loss modulus (E''), damping and glass transition temperatures of composite specimens were measured using Hitachi DMA 7100 located at "Nanotechnology Laboratory & Thermal Analysis Laboratory", Istanbul University-Cerrahpasa. Sample dimensions were $50 \times 10 \times 3 \text{ mm}^3$. All samples were tested in dual cantilever mode (3-point bending) at a frequency of 1 Hz. The temperature was increased from room temperature to $150 \,^{\circ}$ C at a rate of $5 \,^{\circ}$ C/min. 3 to 5 samples were analyzed by DMTA for each hybrid composite group.

Results and discussion

Surface morphology

The optical microscopy images reveal the presence of high amount of waxes around the fiber core for the untreated PDPF (Figure 3(a)), while a smoother surface was observed for the treated one with 5% NaOH for 24 h (Figure 3(b)). This could be due to removal of impurities from the fiber surfaces.

Figure 4 shows the longitudinal SEM images of the untreated and alkali treated PDPF in 5% of NaOH during 24 h, 48 h and 72 h. The untreated fibers were clearly covered with impurities, wax and grease layers (Figure 4(a)). The same remarks were also observed on most of the natural fibers reported in the literature [27,28]. However, the surface morphologies of the treated fibers were significantly better compared to untreated ones (Figure 4(b) and (d)), where wax and impurities were removed. Longer chemical treatment (72 h) causes creation of holes around the wall of the fibers (Figure 4(d)). For 24 h treatments, there were still impurities and

wax with smaller quantities and most of them were attached to the fiber surface. Optimum results were observed after treatment for 48 h, where fiber surface was free from holes and breakages (Figure 4(c)).

Infrared spectroscopy

ATR-FTIR spectroscopy was utilized to determine the chemical composition of treated and untreated PDPF (Figure 5). Spectrum analysis shows several common peaks for the treated samples. The large band observed in the 3338 cm⁻¹ region was mainly related to hydroxyl group [29]. The intensity of the –OH band decreased with alkali treatment time, which was due to removal of undesirable components like wax, hemicelluloses and lignin. Multiple small peaks located at







Figure 4. SEM images of petiole date palm fibers: (a) untreated, (b) 5% NaOH for 24h, (c) 5% NaOH for 48h, (d) 5% NaOH for 72h.

2846–2922 cm⁻¹are related to stretching vibration of hydrocarbons from –CH and –CH₂ in cellulose and hemicelluloses [30,31]. The peak of 1743 cm⁻¹ means the presence of C–O stretching vibration from carboxylic acid and ester groups of hemicelluloses [32]. The peak around 1427 cm⁻¹ corresponds to CH₂ from cellulose groups. The wave number of 1238 cm⁻¹ corresponds to the C=O groups of hemicelluloses [33]. Moreover, the strong peak localized at 1032 cm⁻¹ indicates a stretching mode of hydroxyl and other groups in cellulose. The presence of a peak in the range of 899 cm⁻¹ is associated to C-O groups which are related to the β-glycosidic linkages between cellulose monosaccharides [34].

Tensile properties

Figure 6 shows the stress-strain curves of hybrid specimens. It was observed that both Young modulus and tensile strength improved with the increasing glass fiber ratio as summarized in Table 3. In comparison between the tensile properties of the samples, 30PDPF/0GF samples exhibited lower strength due to the nature of the components (hydrophilic and hydrophobic) and possibly random distribution of the PDP fibers. Compared to 30PDPF/0GF, hybridizations with 20PDPF/10GF and 10PDPF/20GF significantly improved the tensile strength by 52% and 73%, respectively. As expected solely GF reinforced samples exhibited the highest tensile strength around 287.02 ± 26.81 MPa. This was due to superior mechanical properties and uniform distribution of glass fibers within woven glass fabric. The elongation at break also increased with the increase in the amount of glass



Figure 5. ATR-FTIR spectra of treated and untreated PDPF fibers.



Figure 6. Typical tensile stress-strain curves for hybrid composite specimens.

Hybrid specimens	Tensile strength (MPa)	Young modulus (GPa)	Strain (%)
Present work			
30PDPF/0GF	$\textbf{20.78} \pm \textbf{2.33}$	$\textbf{2.76} \pm \textbf{0.24}$	1.18 ± 0.21
20PDPF/10GF	$\textbf{44.84} \pm \textbf{8.7}$	$\textbf{3.26} \pm \textbf{0.52}$	$\textbf{2.8} \pm \textbf{0.42}$
I OPDPF/20GF	$\textbf{73.48} \pm \textbf{9.13}$	$\textbf{4.62} \pm \textbf{0.33}$	$\textbf{3.24} \pm \textbf{0.43}$
0PDPF/30GF	$\textbf{287.02} \pm \textbf{26.81}$	11.43 ± 0.24	$\textbf{4.13} \pm \textbf{0.19}$
Djoudi et al. [21]			
DPF/epoxy	11.04 ± 1.95	$\textbf{0.44} \pm \textbf{0.06}$	$\textbf{0.04} \pm \textbf{0.009}$
(15:85 wt%)			
Arthanarieswaran et al. [37]			
Banana-glass/epoxy	46	1.42	5.2
(20:15:65wt%)			

Table 3. Tensile properties of the hybrid composites.

fabric (Table 3). The tensile modulus of the samples results indicates clearly the significant effect of hybridization. By adding 10% and 20% of glass fibers, the Young modulus improved almost by 15% and 38%, respectively.

The neat PDPF composite (30PDPF/0GF) exhibited significant increase in tensile strength and modulus (by 20.6% and 58.0% respectively) compared to that of date palm wood/polypropylene composite with the same weight ratio [35]. Besides, its tensile modulus was 51% higher compared to sawdust wood polymer composite



Figure 7. Flexural stress-strain curves for hybrid composite specimens.

produced by Rahman et al. [36]. Even, the hybrid composite 10PDPF/20GF exhibited larger tensile strength compared to coir/glass mat and banana-sisal-glass fibers/epoxy by 41% and 13%, respectively [2,37].

Flexural properties

Flexural properties of four hybrid composites were presented in Figure 7. Tensile and flexural properties showed the same tendency. Because of the GF content in hybrid composites and its configuration on composites (inner and outer layers), a considerable difference in bending behavior was noted in Table 4. As obtained by Mishra et al. [12] during bending tests, three mechanisms occur simultaneously: tension, compression and shearing. Due to lack of woven GF layers, the PDPF (30PDPF/0GF) was more flexible. The 30PDPF/0GF composite sample exhibited a flexural strength of 60.05 MPa, which was increased by 51.00% and 74.51%, when the glass fibers amount was 10% and 20%, respectively. The increase could be due to the high glass fiber strength and uniform stress transfer between GF and matrix. On the other hand, the PDP fibers amount was proportional to the failure strain values due to its weak shear resistance compared to the glass fiber. As expected GF reinforced vinylester exhibited the highest flexural value of 311.59 MPa. Flexural modulus was found to be 18 GPa for pure GF reinforced vinylester, followed by 17.23 GPa for 10PDPF/20GF where the decrease was only by 4.2%. The flexural modulus was dramatically low for higher PDPF contents: 4.92 GPa for 20PDPF/10GF and 3.87 GPa for pure PDPF composite. This finding

Hybrid specimens	Flexural strength (MPa)	Flexural modulus (GPa)	Strain (%)
Present work			
30PDPF/0GF	60.05 ± 3.82	$\textbf{3.87} \pm \textbf{0.78}$	1.7 ± 0.3
20PDPF/10GF	122.68 ± 10.87	$\textbf{4.92} \pm \textbf{0.68}$	$\textbf{2.58} \pm \textbf{0.19}$
10PDPF/20GF	$\textbf{235.59} \pm \textbf{13.65}$	17.23 ± 1.6	1.83 ± 0.3
0PDPF/30GF	$\textbf{311.59} \pm \textbf{25.55}$	18 ± 1.53	$\textbf{2.15} \pm \textbf{0.05}$
Hamdy et al. [17]			
DP filler/epoxy (50:50 vt%)	32.64	3.28	_
Safri et al. [38]			
Sugar palm-glass/epoxy (3:7:90 vt%)	56.93	3.58	_

 Table 4. Flexural properties of the hybrid composites.

was in agreement with the work of Safri et al. [38] for hybrid sugar palm fiber/glass fiber composites (Table 4).

Petiole date palm fiber/glass fiber reinforced composites were also investigated elsewhere. For instance, Saba et al. [39] studied the flexural properties of date palm filler/epoxy manufactured through hand lay-up technique. They have found flexural strength and modulus optimized when the filler loading was 50%. Alshammari et al. [40], found each part of date palm fiber tree gives different properties (fruit brunch stalk gave the highest values). Tapas et al. [41] produced hybrid composites of date palm stem fiber/glass fiber reinforced epoxy composite. The flexural strength and modulus of the stem fiber composites were 30% and 16% higher compared to those obtained in this study which can be due to the epoxy resin and stronger stem fibers.

Thermogravimetric analysis (TGA)

Figure 8 shows TGA/DTG curves obtained from the four hybrid composite samples and their degradation stages with their mass losses. A small weight loss between $30 \,^{\circ}$ C and $180 \,^{\circ}$ C was noted for 30PDPF/0GF, 20PDPF/10GF, 10PDPF/20GF and 0PDPF/30GF by 4%, 3.32%, 2.87% and 1.92%, respectively, which was associated to the moisture content in each composite. Between $180 \,^{\circ}$ C and $530 \,^{\circ}$ C the weight loss of 0PDPF/30GF was approximately 37.61% due to the degradation and volatilization of the resin present in the composite. Composite specimens maintain a quasi-linear mass loss up to $600 \,^{\circ}$ C, and the final residue was only 59.12% of the original mass (Table 5). Besides, the addition of glass fiber showed a significant change in the degradation process towards a considerably higher temperature level around $535 \,^{\circ}$ C. These quantities of residues prove that the thermal stabilities of the composites have been slightly improved by the presence of glass fibers due to their high thermal stability up to $1000 \,^{\circ}$ C [42].
Hybrid designation	T_{onset}° (°C)	T°_max (°C)	Residue (%)	
Present work				
30PDPF/0GF	214.89	488.94	2.05	
20PDPF/10GF	224.77	497.26	7.71	
I 0PDPF/20GF	231.65	488.09	10.80	
0PDPF/30GF	287.48	505.23	59.12	
Tapas et al. [41]				
Date palm leaf-glass/epoxy (0:10:90 wt%)	320	450	40	
Nurazzi et al. [43]				
Sugar palm-glass/unsaturated polyester (21:8:70 wt%)	299.89	364.84	13.31	
Sugar palm-glass/unsaturated polyester (15:15:70 wt%)	308.57	364.84	8.49	
Zuhairah et al. [44]				
Bamboo-glass/polypropylene (35:24:41)	245	450	15	

Table 5. TGA analysis for PDPF/GF hybrid composites.



Figure 8. TGA/DTG curves of hybrid composite samples.

The derivative of thermogravimetric (DTG) curves presented in Figure 8(b) show minor degradation detected between $250 \,^{\circ}$ C to $340 \,^{\circ}$ C due to the decomposition of the organic elements in the hybrid composites. The second stage from around $340 \,^{\circ}$ C to $460 \,^{\circ}$ C reveal the decomposition of the hemicelluloses and cellulose constituents of the PDPF content, while the third degradation step between $460 \,^{\circ}$ C to $560 \,^{\circ}$ C showed the decomposition of the lignin and volatile hydrocarbon components. The results were in agreement with previous studies [14,41].

Dynamic mechanical thermal analysis (DMTA)

Storage modulus. The storage modulus (E') is the most significant parameter to determine the load bearing capacity of a viscous material [45]. Figure 9 shows



Figure 9. Storage modulus curves of the hybrid composites.

the variation of storage modulus (E') as a function of temperature for the hybrid composite specimens. All samples exhibit two relaxation processes. Initial glassy stage falls in the range of $30-80^{\circ}$ C indicating the mobility of tight molecular group, and the glass transition state occurred between 100 and 120 °C, by which higher temperature increases the molecular mobility of chains, thus lead to the starting of transition phase between glassy and rubbery state [46].

At 30 °C, the hybrid specimen (0PDPF/30GF) record highest storage modulus of 9.50 GPa, followed by 10PDPF/20GF with 3.85 GPa, then by 20PDPF/10GF with 3.52 GPa and finally the 30PDPF/0GF with 1.88 GPa (Table 6). This was due the high mechanical properties possessed by glass fiber and strong fiber/matrix interfacial forces [13,19]. However, the highest onset storage modulus temperature was noted for 10PDPF/20GF at 72.25 °C, which increased by 23.25% compared to the pure glass fiber composite. This suggests that PDPF could improve the thermal stability of composites. The rubbery phase started at 120-150°C, where the temperature excited the molecular bonds within the specimens. DMTA was also performed on different hybrid composites including curoua-glass/epoxy and Purpureum-glass fibre/epoxy [20,46] respectively (Table 6). PDPF based samples exhibited similar rigidity with those obtained from cuaua and purpureum. In another research [47], significant proportionality was observed between E' and the glass fiber ratio within pineapple leaf/GF reinforced vinylester composites. However, tan δ decreases due to high modulus of glass fiber.

.				,	
Specimens	$T = 30^{\circ}C$	$T = 50^{\circ}C$	$T = 100^{\circ}C$	T = 150°C	
Storage modulus E' [GPa]					
30PDPF/0GF	1.88	1.63	0.29	0.05	
20PDPF/10GF	3.52	3.04	0.78	0.13	
10PDPF/20GF	3.85	3.68	1.40	0.29	
0PDPF/30GF	9.50	9.15	4.43	2.57	
Ornaghi et al. [20]					
Curaua-glass/epoxy					
(5.5:16.5:78vt%)	3.24	3.12	2.05	0.3	
Ridzuan et al. [46]					
Purpureum-glass/epoxy					
(24:6:70 vt%)	3.95	3.8	0.25	0.25	

Table 6. Storage modulus E' at four different temperatures (30, 50, 100 and 150 °C).

Loss modulus (E''). The loss modulus evaluates the energy released by the material under cyclic loading [48]. For the case of composites, E'' is mostly dependent on fiber-matrix interaction. Figure 10 shows the variation of the loss modulus as a function of temperature. As clearly seen, the loss modulus of hybrid specimens increases with increase in temperature and reaches peaks, then it was dramatically decreased. This behavior is due to the free motion of polymeric chains at high temperatures.

Initial glassy temperature of the 30PDPF/0GF and 20PDPF/10GF were too close (71.84 °C and 75.32 °C). For the larger glass fiber ratios, the glassy temperature were significantly increased (91.05 °C and 93.05 °C). The second glass transition was appeared due to the mobility of chain segments detected between 100 °C and 115 °C. The highest glass transition temperature (111.25 °C) was obtained for 10PDPF/20GF hybrid composite, followed by 0PDPF/30GF (104.97 °C), thus suggests that the using of PDPF improves the thermal stability of the composite.

The initial transition peak (T_g) was shifted to the higher temperature by 19%, 28%, 17% and 15% for the 30PDPF/0GF, 20PDPF/10GF, 10PDPF/20GF and 0PDPF/30GF hybrid composites, respectively. This could be caused by the immobilization of the polymer molecules at the interface and molecular interactions within vinyl ester matrix. A similar trend was reported in literature for the thermal analysis of E'' [47].

Damping factor (Tan Delta). The variation of the damping (loss tangent) at 1 Hz was plotted in Figure 11. It was shown that damping factor increases with increase in temperature and it reaches maximum level at around 110–115°C and then decreases with practically the same rate.

The 10PDPF/20GF yielded highest T_g at 116.12 with the damping of 0.54, despite its high amount of glass fiber. Due to the higher stiffness of glass fiber and its good interface with vinylester matrix, the damping was reduced to 0.2 for 0PDPF/30GF composite. The two relaxation peaks in loss modulus were also



Figure 10. Loss modulus curves of the hybrid composites.



Figure 11. Tan δ values of the hybrid composites for temperatures 30–155°C.

	Damping	<i>T_g</i> (E″) (°C)		T_g (tan δ) (°C)	
Hybrid specimens		Peak I	Peak 2	Peak I	Peak 2
Present work					
30PDPF/0GF	0.62	71.84	100.87	93.21	115.86
20PDPF/10GF	0.66	75.32	104.82	88.67	116.06
I 0PDPF/20GF	0.54	91.84	111.25	1	116.12
0PDPF /30GF	0.20	93.02	104.97	94.99	111.65
Hanafee et al. [47]					
Pineapple Leaf-glass/vinylester	0.76	74.95	-	-	116.85
(13.7:13.7:72.6)					
Shanmugam et al. [49]					
Palmyra palm leaf/unsaturated polyester	0.31	74.56	-	86.19	-
(30:70 wt%)					
Palmyra palm leaf-glass/unsaturated polyester	0.26	81.23	-	93.01	-
(7.5:22.5:70 wt%)					

Table 7. T_g results obtained from tan delta or E^{$\prime\prime$} curves.

appeared in these data, but with high temperature compared to the loss modulus curves (Table 7). It was observed that, the presence of glass fibers reduced the damping factor dramatically [49]. The reduction was found to be 67.7%. Using PDPF led to the enhancement of thermal stability and benefit in damping performance in structural applications.

The composite 30PDPF/70VE has a damping factor of 0.62 which is quite larger than damping values obtained from Palmyra palm leaf based composites. Also, the addition of 20% of glass fiber (10PDPF/20GF) led to a slight decrease on the damping, however the peaks 1 and 2 of T_g (E") increases, which was in good agreement with the work of Shanmugam et al. [49]. Moreover, the hybrid composite pineapple leaf-glass/vinylester exhibited [47] nearly same T_g values with 20PDPF/10GF and 10PDPF/20GF of the present work (Table 7). Similarly, Jawaid et al. [50] reported that the incorporation of bamboo powder with glass fiber showed high storage modulus and low tan δ which indicates higher rigidity of the hybrid specimens. Besides, addition of bamboo resulted with thermally stable composites.

Fracture surface analysis

SEM images of hybrid specimens before and after tensile tests were given in Figures 12 and 13. For structural composites the most undesirable phenomenon was debonding of the fibers from the matrix. This phenomenon is more pronounced for the natural fibers (PDPF) than the glass fibers which exhibit good adhesion with the vinylester resin (Figure 12(d)). Due to its hydrophilic nature,



Figure 12. SEM of the four hybridization cases before tensile tests: (a) 30PDPF/0GF, (b) 20PDPF/10GF, (c) 10PDPF/20GF and (d) 00PDPF/30GF.

the PDPF absorbs water and undergoes a swelling through the mixture which causes micro-cracks and debonding (poor adhesion) after drying. This was clearly observed in Figure 12(a) and (c). Random fiber orientation and irregularity in fibers diameters are basic reasons behind the comparatively weak performance of hybrid composites.

Figure 13 shows the fracture mechanisms of hybrid specimens after tensile tests where four phenomena can be observed: matrix cracking, fiber debonding, fibers stretching and fiber broken. The Figure 13(a) showed poor PDPF/VE interfacial bonding, resin cracking and fibers pull out which led to weak tensile property. Some holes were located on the surface of the fracture, which were probably



Figure 13. SEM images of the samples after tensile tests: (a) Pulled-out fibers, cracked resin, (b) pulled-out fibers, (c) partial fracture of glass fiber fabric and (d) broken glass fibers.

formed after the stretching of fibers. The presence of glass fibers affected the PDPF/VE interface (Figure 13(b) and (c)). It was found that a less number of PDPF pull out from the matrix and most of them were broken, which could be due to the good interface. Woven glass fabric distributed the load more uniformly over the hybrid specimens and enhanced the performance (Figure 13(d)).

Conclusion

In this study, hybrid composites were produced using date palm and glass fibers. Their thermal, quasi-static and dynamic mechanical properties were analyzed. Main conclusions are:

- The alkaline treatment led to elimination of impurities resulting in rough fiber surface and improved fiber/matrix interface. The optimum results were obtained after 5% NaOH treatment for 48h.
- The mechanical analysis revealed that 30% PDPF composites performed superior flexural properties compared to those obtained from most of the other stem fiber composites.
- Glass fiber hybridization led to an increase in the mechanical properties, while the incorporation of PDPF enhances the damping factor and glass transition temperature (T_g) by 74% and 62%, respectively.
- Based on density, biodegradability and low cost, PDPF might be used as an outstanding alternative for secondary structural applications in automotives and boats.

Declaration of conflicting interests

The author(s) declared no potential conflicts of interest with respect to the research, authorship, and/or publication of this article.

Funding

The author(s) disclosed receipt of the following financial support for the research, authorship, and/or publication of this article: The authors would like to acknowledge ERASMUS Funds, ITU-BAP (Grant No 41,292) and gratefully acknowledge also to AREKA LLC for the financial support of this work.

ORCID iD

Ali Kilic 🕩 https://orcid.org/0000-0001-5915-8732

References

- [1] Sahu P and Gupta MK. Sisal (*Agave sisalana*) fibre and its polymer-based composites: a review on current developments. J Reinf Plast Compos 2017; 36: 1759–1780.
- [2] Hamouda T, Hassanin AH, Kilic A, et al. Hybrid composites from coir fibers reinforced with woven glass fabrics: physical and mechanical evaluation. *Polym Compos* 2017; 38: 2212–2220.
- [3] Boumediri H, Bezazi A, Del Pino GG, et al. Extraction and characterization of vascular bundle and fiber strand from date palm rachis as potential bio-reinforcement in composite. *Carbohydr Polym* 2019; 222: 114997.
- [4] Wang Y and Gong X. Superhydrophobic coatings with periodic ring structured patterns for self-cleaning and oil-water separation. Adv Mater Interfaces 2017; 4: 1700190.
- [5] Zhong L and Gong X. Phase separation-induced superhydrophobicpolylactic acid films. Soft Matter 2019; 15: 9500–9506.
- [6] Peng J, Zhao X, Wang W, et al. durable self-cleaning surfaces with superhydrophobic and highly oleophobic properties. *Langmuir* 2019; 35: 8404–8412.

- [7] Pothan LA, George J and Thomas S. Effect of fiber surface treatments on the fibermatrix interaction in banana fiber reinforced polyester composites. *Compos Interfaces* 2002; 9: 335–341.
- [8] Reddy PV, Krishnudu DM and Prasad PR. A study on alkali treatment influence on prosopisjuliflora fiber-reinforced epoxy composites. J Natural Fibers 2019. https://doi.org/10.1080/15440478.2019.1687063.
- [9] Guduri BR, Rajulu AV and Luyt AS. Effect of alkali treatment on the flexural properties of hildegardia fabric composites. J Appl Polym Sci 2006; 102: 1297–1302.
- [10] Khaldi M, Vivet A, Bourmaud A, et al. Damage analysis of composites reinforced with alfa fibers: viscoelastic behavior and debonding at the fiber/matrix interface. J Appl Polym Sci 2016; 133: 11.
- [11] Thwe MM and Liao K. Effects of environmental aging on the mechanical properties of bamboo-glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites. *Compos – PartA: Appl Sci Manuf* 2002; 33: 43–52.
- [12] Mishra S, Mohanty AK, Drzal LT, et al. Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites. *Compos Sci Technol* 2003; 63: 1377–1385.
- [13] M, Dagwa I, O and Ohaeri J. Property evaluation of hybrid OPEBF/banana/glass fiber reinforced unsaturated polyester composites. *Am J Mater Sci Eng* 2014; 2: 4–53.
- [14] Atiqah A, Jawaid M, Sapuan SM, et al. Thermal properties of sugar palm/glass fiber reinforced thermoplastic polyurethane hybrid composites. *Compos Struct* 2018; 202: 954–958.
- [15] Saba N, Jawaid M, Alothman OY, et al. A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites. *Constr Build Mater* 2016; 106: 149–159.
- [16] Fiore V, Bella G, Di and Valenza A. The effect of alkaline treatment on mechanical properties of kenaf fibers and their epoxy composites. *Compos Part B* 2015; 68: 14–21.
- [17] Suresh Kumar SM, Duraibabu D and Subramanian K. Studies on mechanical, thermal and dynamic mechanical properties of untreated (raw) and treated coconut sheath fiber reinforced epoxy composites. *Mater Des* 2014; 59: 63–69.
- [18] Gheith MH, Aziz MA, Ghori W, et al. Flexural, thermal and dynamic mechanical properties of date palm fibres reinforced epoxy. J Mater Res Technol 2019; 8: 853–860.
- [19] Taylor P, Samal SK, Mohanty S, et al. Banana/glass fiber-reinforced polypropylene hybrid composites: fabrication and performance evaluation. *Polym-Plast Technol Eng* 2009; 48: 397–341.
- [20] Ornaghi HL, da Silva HSP, Zattera AJ, et al. Hybridization effect on the mechanical and dynamic mechanical properties of curaua composites. *Mater Sci Eng A* 2011; 528: 7285–7289.
- [21] Djoudi T, Hecini M, Scida D, et al. Physico-mechanical characterization of composite materials based on date palm tree fibers. J Natural Fibers 2019; https://doi.org/10.1080/ 15440478.2019.1658251
- [22] Shalwan A and Yousif BF. Influence of date palm fibre and graphite filler on mechanical and wear characteristics of epoxy composites. *J Mater Des* 2014; 59: 264–273.
- [23] Abdal-Hay A, Putu N, Suardana G, et al. 2012. Effect of diameters and alkali treatment on the tensile properties of date palm fiber reinforced epoxy composites *Int. J. Precis. Eng. Manuf.* 13: 1199–1206.
- [24] Oushabi A, Sair S, Hassani FO, et al. 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 2017; 23: 116–123.

- [25] Chaari R, Khlif M, Mallek H, et al. Industrial crops & products enzymatic treatments effect on the poly (butylene succinate)/date palm fibers properties for composite applications. *Ind Crops Prod* 2020; 148: 112270.
- [26] Benzidane R, Sereir Z, Bennegadi ML, et al. Morphology, static and fatigue behavior of a natural UD composite : the date palm petiole 'wood'. *Compos Struct* 2018; 203: 110–123.
- [27] Liu XY and Dai GC. Surface modification and micromechanical properties of jute fiber mat reinforced polypropylene composites. *Express Polym Lett* 2007; 1: 299–307.
- [28] Karthikeyan A, Balamurugan K and Kalpana A. The effect of sodium hydroxide treatment and fiber length on the tensile property of coir fiber-reinforced epoxy composites. *Sci Eng Compos Mater* 2014; 21: 315–321.
- [29] Maache M, Bezazi A, Amroune S, et al. Characterization of a novel natural cellulosic fiber from juncuseffusus L. *Carbohydr Polym* 2017; 171: 163–172.
- [30] Alvarez VA and Vázquez A. Influence of fiber chemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of MaterBi-Y/sisal fiber composites. *Compos Part A: Appl Sci Manuf* 2006; 37: 1672–1680.
- [31] Gholami M, Ahmadi MS, Tavanaie MA, et al. Effect of oxygen plasma treatment on tensile strength of date palm fibers and their interfacial adhesion with epoxy matrix. *Sci Eng Compos Mater* 2018; 25: 993–1001.
- [32] Paiva MC, Ammar I, Campos AR, et al. Alfa fibres: mechanical, morphological and interfacial characterization. *Compos Sci Technol* 2007; 67: 1132–1138.
- [33] Senthilkumar K, Rajini N, Saba N, et al. Effect of alkali treatment on mechanical and morphological properties of pineapple leaf fibre/polyester composites. J Polym Environ 2019; 27: 1191–1201.
- [34] De Rosa IM, Kenny JM, Maniruzzaman M, et al. Effect of chemical treatments on the mechanical and thermal behavior of okra (abelmoschusesculentus) fibres. *Compos Sci Technol* 2011; 71: 246–254.
- [35] Almaadeed MA, Kahraman R, Khanam PN, et al. Date palm wood flour/glass fibre reinforced hybrid composites of recycled polypropylene : mechanical and thermal properties. J Mater Des 2012; 42: 289–294.
- [36] Rahman R, Sing J, Ting H, et al. Impact of delignification on mechanical, morphological, and thermal properties of wood sawdust reinforced unsaturated polyester composites. J Vinyl Addit Technol 2018; 24: 185–191.
- [37] Arthanarieswaran VP, Kumaravel A and Kathirselvam M. Evaluation of mechanical properties of banana and sisal fiber reinforced epoxy composites : Influence of glass fiber hybridization. J Mater Des 2014; 64: 194–202.
- [38] Safri SNA, Sultan MTH, Saba N, et al. Effect of benzoyl treatment on flexural and compressive properties of sugar palm/glass fibres/epoxy hybrid composites. *Polymer Test* 2018; 71: 362–369.
- [39] Saba N, Alothman OY, Almutairi Z, et al. Date palm reinforced epoxy composites: tensile, impact and morphological properties. J Mater Res Technol 2019; 8: 3959–3969.
- [40] Alshammari BA, Saba N, Alotaibi MD, et al. Evaluation of mechanical, physical and morphological properties of epoxy composites reinforced with different date palm fillers. *Materials* 2019; 12: 2145.
- [41] Tapas P, Swain R, Narayan S, et al. Manufacturing and study of thermo-mechanical behaviour of surface modified date palm leaf/glass fiber reinforced hybrid composite. *Mater Today: Proc* 2018; 5: 18332–18341.

- [42] Javaid U, Khan ZM, Khan MB, et al. Fabrication and thermo-mechanical characterization of glass fiber/vinyl ester wind turbine rotor blade. *Composites Part B* 2016; 91: 257–266.
- [43] Nurazzi NM, Khalina A, Sapuan SM, et al. Thermal properties of treated sugar palm yarn/glass fiber reinforced unsaturated polyester. J Mater Res Technol 2020; 9: 1606–3969.
- [44] Zuhairah N, Zuhudi M and Lin RJT. Flammability, thermal and dynamic mechanical properties of bamboo – glass hybrid composites. *J Thermoplast Compos Mater* 2016; 29: 1210–1228.
- [45] Chee SS, Jawaid M, Sultan MTH, et al. Thermomechanical and dynamic mechanical properties of bamboo/woven kenaf mat reinforced epoxy hybrid composites. *Compos Part B* 2019; 163: 165–174.
- [46] Ridzuan MJM, Majid MSA, Afendi M, et al. Thermal behaviour and dynamic mechanical analysis of pennisetum purpureum/glass-reinforced epoxy hybrid composites. *Compos Struct* 2016; 152: 850–859.
- [47] Zin MH, Abdan K, Mazlan N, et al. Automated spray up process for pineapple leaf fibre hybrid composites. *Composites Part B* 2019; 177: 107306.
- [48] Venkateshwaran N, Elayaperumal A and Raj RHA. Mechanical and dynamic mechanical analysis of woven banana/epoxy composite. J Polym Environ 2012; 20: 565–572.
- [49] Shanmugam D, Thiruchitrambalam M and Thirumurugan R. Continuous unidirectional palmyra palm leaf stalk fiber/glass-polyester composites: static and dynamic mechanical properties. J Reinf Plast Compos 2014; 33: 836–850.
- [50] Md Shah AU, Sultan MT and Jawaid M. Sandwich-structured bamboo powder/glass fibre-reinforced epoxy hybrid composites – mechanical performance in static and dynamic evaluations. J Sandw Struct Mater 2019; 1: 109963621882274.