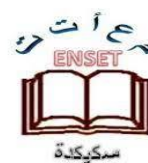




République algérienne démocratique et populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la  
Recherche Scientifique  
Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement  
Technologique-Skikda



Département de Technologie

Filière : Génie civil

Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du Diplôme de de professeur de  
l'enseignement secondaire technique

**Thème :**

**Elaboration et caractérisation d'un matériau biocomposite**

Présenté par : Bouhania Nourhene \_Yahyaoui Meryem Zeyneb

Jury de Soutenance :

Nom et prénom	Grade	Université	Role
Dob Hannane	MCB	Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique-Skikda	Président
Biskri Yasmina	MCA	Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique-Skikda	Encadrant
Kersenna Soumaya	MCB	Université Badji Mokhtar-Annaba	Co- Encadrant
Moudjari Maroua	MCB	Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique-Skikda	Examineur

Année Universitaire : 2024/2025

## Remerciements

---

Tout d'abord, nous tenons à remercier Allah, le clément et le miséricordieux de nous avoir donné la force et le courage de mener à bien ce modeste travail.

Nous souhaitons remercier le docteur Biskri Yasmina et Kersenna Soumaya qui ont encadré cette mémoire, Elles nous ont soutenues tout au long de ce travail, leurs disponibilités et son soutien constant, son confiance et ces conseils instructifs et avisés à la hauteur de ses compétences et de ses réelles qualités humaines. Nous le remercions également pour les nombreuses heures passées à la lecture et aux corrections du manuscrit.

Nous tenons à exprimer toute mes reconnaissances à Mm. Dob Hanane « Maitre de conférences classe B », pour avoir accepté de présider le jury de la présente mémoire. Ainsi mes remerciements s'adressent également aux madame Moudjari Maroua « maitre de conférences classe B » pour avoir accepté la tâche de l'évaluation de ce travail.

Nous tenons à remercier également Dr. Sihem Achouri, Maître de recherche A pour ses aides et efforts pour la réalisation des essais de caractérisations expérimentales (essai de traction, essai de choc, essais de Micro dureté) durant et après nos stages dans l'unité de recherche en Mine et Métallurgie (URMM / CRTI) ANNABA.

Nous tenons à remercier le chef du département de technologie de ENSET SKIKDA, Monsieur RAHMOUNI SALIH pour sa disponibilité.

Nous remercions tous les membres de Laboratoire de l'unité de recherche en Mine et Métallurgie (URMM / CRTI) ANNABA, Ingénieur et personnels administratifs avec qui nous eut le plaisir de travailler sans oublier à remercier vivement les ingénieurs et les personnels administratifs de l'association SIDAR ; Annaba avec qui nous avons eu le plaisir de travailler.

Nous exprimons toutes nos profondes reconnaissances à tous ceux et celles qui de près ou de loin nous ont apporté aide et encouragement. Qu'ils trouvent ici l'expression de notre profonde gratitude.

Sans oublier aussi on dédie ce travail à nos parents et à toute la famille qui m'ont toujours soutenu et encouragé dans mes différents choix d'études et personnels.

## Résumé

---

Les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans le génie civil pour leurs nombreux avantages, notamment leur légèreté, leur résistance et leur durabilité. Ils sont utilisés dans diverses applications, allant des éléments structurels aux revêtements de sol en passant par la réhabilitation d'anciennes constructions.

Dans un but de protéger l'environnement et de valoriser les ressources végétales, une étude expérimentale de mise en oeuvre et de caractérisation de matériaux innovants est réalisée dans le cadre de la présente mémoire. Le matériau élaboré est un biocomposite à base de résine époxy renforcée par des fillers des noyaux de dattes no traité et traitée par l'anhydride acétique avec deux tailles différentes : 250 micromètres et 180 micromètres. Chaque taille est utilisée à cinq pourcentages différents : 5pcr, 7pcr, 10pcr, 15pcr et 20pcr. Les techniques de caractérisation utilisées comprennent des tests physiques tels que la densité et l'absorption d'eau et des tests mécanique à savoir l'essai de traction, l'essai de choc charpy, l'essai de micro dureté.

Les résultats obtenus contribuent à une meilleure compréhension des propriétés physicomécaniques du biocomposite à base de résine époxy renforcée par des fillers des noyaux de dattes. Les résultats enregistrés montrent une amélioration de l'adhérence interfaciale fillers matrice et une augmentation de la dureté et de la rigidité des biocomposites. Ces matériaux peuvent donc être utilisés dans le domaine de génie civil.

Cette recherche ouvre des perspectives prometteuses pour le développement et l'application de matériaux composites durables et respectueux de l'environnement dans diverses industries.

**Mots clés :** biocomposites, résine époxy, fillers des noyaux de datte, Anhydride acétique.

## Abstract

---

Composite materials are increasingly used in civil engineering for their many advantages, including lightness, strength and durability. They are used in a variety of applications, from structural elements to flooring and the rehabilitation of old buildings.

To protect the environment and enhance plant resources, an experimental study on the implementation and characterization of innovative materials is conducted as part of this work. The material developed is a biocomposite based on epoxy resin reinforced with date pits fillers treated with acetic anhydride, with two different sizes: 250 $\mu$ m and 180 $\mu$ m. Each size is used at five different percentages: 5phr, 7phr, 10phr, 15phr, and 20phr. The characterization used include physical tests such as density and water absorption, and mechanical tests such as tensile testing, Charpy impact testing, and micro hardness testing.

The results obtained contribute to a better understanding of the physico-mechanical properties of the biocomposite based on epoxy resin reinforced with date pits fillers. The results show improved filler-matrix interfacial adhesion and increased hardness and stiffness of the biocomposites. These materials can therefore be used in civil engineering.

This research opens promising prospects for the development and application of sustainable and environmentally friendly composite materials in various industries.

**Keywords:** biocomposite, epoxy resin, date pits fillers, acetic anhydride.

## ملخص

يتم استخدام المواد المركبة بشكل متزايد في الهندسة المدنية لمزاياها العديدة، بما في ذلك الخفة والقوة والمتانة. يتم استخدامها في مجموعة متنوعة من التطبيقات، من العناصر الهيكلية إلى الأرضيات وإعادة تأهيل المباني القديمة.

ولحماية البيئة وتعزيز الموارد النباتية، يتم إجراء دراسة تجريبية حول تنفيذ وتوصيف المواد المبتكرة كجزء من هذا العمل.

المادة التي تم تطويرها عبارة عن مركب حيوي يعتمد على راتنجات الإيبوكسي المعززة بحشوات نواة التمر المعالجة بأنهدريد الأستينيك، بنوعتين مختلفين: 250 ميكرومتر و180 ميكرومتر. يتم استخدام كل حجم بخمس نسب مختلفة: 5%، 7%، 10%، 15% و20%. تشمل الخصائص المستخدمة الاختبارات الفيزيائية مثل الكثافة وامتصاص الماء، والاختبارات الميكانيكية مثل اختبار الشد، واختبار تأثير شاربلي، واختبار الصلابة الدقيقة.

تساهم النتائج التي تم الحصول عليها في فهم أفضل للخصائص الفيزيائية والميكانيكية للمركب الحيوي المعتمد على راتنجات الإيبوكسي المعززة بحشوات نواة التمر. أظهرت النتائج تحسناً في الالتصاق السطحي لمصفوفة الحشو وزيادة صلابته وصلابة المركبات الحيوية. وبالتالي، يمكن استخدام هذه المواد في الهندسة المدنية.

يفتح هذا البحث آفاقاً واعدة لتطوير وتطبيق المواد المركبة المستدامة والصديقة للبيئة في مختلف الصناعات.

**الكلمات المفتاحية:** مركب حيوي، راتنجات الإيبوكسي، حشوات نواة التمر، أنهيدريد الأستينيك.

## Sommaire

---

Remerciements .....	i
Résumé .....	ii
Abstract .....	iii
ملخص .....	iv
Liste des symboles .....	vii
Liste des figures .....	viii
Liste des tableaux .....	ix
Introduction générale .....	1
Chapitre I. Généralité sur les matériaux composites .....	2
I.1.Introduction.....	3
I.2. Les matériaux composites.....	3
1.2.1. Définition .....	3
1.2.2. Les matrices polymères .....	4
1.2.3. Résines Epoxy.....	5
1.2.3.1. Notion sur Résines Epoxy.....	5
1.2.3.2. Propriétés du Résines Epoxy .....	5
1.2.3.3. Additifs du Résines Epoxy .....	5
1.2.3.4. Domaines d’application du Résines Epoxy .....	6
1.2.3.5. Les avantages du Résines Epoxy .....	7
1.2.4. Les renforts .....	7
1.2.5. Les noyaux de dattes .....	12
1.2.5.1. Composition des noyaux de dattes.....	13
I.3. Interface matrice-renfort dans un matériau composite .....	13
I.3.1. Notion d’adhésion interfaciale .....	14
I.3.2. Amélioration de l’adhésion interfaciale.....	15
I.3.2.1. Traitement physique des fibres naturelles .....	15
I.3.2.2. Traitement chimique des fibres naturelles .....	15
I.4. Application des composites à base de fibres végétales.....	17
I.5.Conclusion .....	18
ChapitreII : Matériaux utilisés et techniques expérimentales .....	20
II.1. Introduction .....	21
II.2. Matériaux utilisés .....	21

II.2.1. MEDAPOXY 812 .....	21
II.2.2. Filler de noyaux des dattes (FND).....	21
II.3.Elaboration de composites.....	23
II.3.1. Protocole de traitement des Filler de noyaux des dattes (FND).....	23
II.3.2.Composites EPR/FND.....	24
II.3.2.1. Préparation des composites .....	24
II.4. Techniques expérimentales .....	25
II.4.1. Préparation des échantillons et essais de caractérisation.....	25
II.4.2. Essais mécaniques .....	26
II.4.2.1. Essai de traction.....	26
II.4.2.2. Essai de résistance au choc .....	26
II.4.2.3. Micro dureté .....	27
II.4.3. Essais physiques .....	28
II.4.3.1. Mesure de la densité des composites.....	28
II.4.3.2. Test d'absorption d'eau .....	30
II.4.4. Test de morphologie .....	30
II.4.4.1. Microscopie optique .....	30
II.5. Conclusion.....	31
Chapitre III : Résultats et discussions .....	32
III.1. Introduction .....	33
III.2. Caractérisation de la farine des noyaux de dattes .....	33
III.2.1. Caractérisation physico-chimique de la farine des noyaux de dattes.....	33
III.3. Caractérisation des composites EPR/FND.....	34
III.3.1. Caractérisation mécanique .....	34
III.3.1.1. Contrainte à la rupture.....	34
III.3.1.2. Allongement à la rupture.....	36
III.3.1.3. Essai de choc .....	37
III.3.1.4. Test de Micro dureté .....	38
III.3.2. Caractérisation physique .....	39
III.3.2.1. Test de densité.....	39
III.3.2.2. Test d'absorption d'eau.....	40
III.4. Microscopie optique.....	43
III.5. Conclusion.....	45
Conclusion générale et perspectives .....	46
Références bibliographiques .....	50

## Liste des symboles

---

**UV** : Rayons Ultra-Violet.

**NaOH** : Hydroxyde de Sodium.

**EPR** : Epoxy Resin.

**FND** : Filler des noyaux de dattes.

**FNDT** : Filler des noyaux de dattes traités.

**w<sub>a</sub>**: poids de l'échantillon dans l'air, exprimé en g.

**ρ(fl)** : masse volumique du liquide d'immersion exprimée en g/cm<sup>3</sup>

**w<sub>fl</sub>** : valeur absolue de la poussée hydrostatique, exprimé en g.

**MPa** : MégaPascal.

**σ**: Contrainte à la rupture (MPa).

**ε**: Allongement à la rupture (%).

## Liste des figures

---

Figure I.1: Représentation schématique d'un matériau composite.....	4
Figure I.2: Structures moléculaires des polymères ; (a) thermoplastiques, (b) thermodurcissa.	4
Figure I. 3 : Eventail des applications de résines époxy. ....	6
Figure I.4: Les structures géométriques des renforts de composites à fibres .....	8
Figure I.5: Classement des fibres végétales .....	9
Figure I. 6 : Structure de cellulose. ....	9
Figure I.7: Structure Hemicellulose. ....	10
Figure I. 8 : structure de la pectine.....	10
Figure I.9: Motifs élémentaires de la lignine. ....	11
Figure I.10: Représentation schématique de l'agencement des différents composants des.....	11
Figure I.11: Noyaux de dattes .....	12
Figure I.12: Noyaux de date.....	13
Figure I.13: interface fibre matrice. ....	14
Figure I.14: Structure typique de la fibre lignocellulosique, (i) : non traitée. ....	16
Figure I.15: traitement de silane sur les fibres végétales .....	17
Figure I.16: Acétylation de la cellulose. ....	17
Figure II.1: Types de renfort utilisés : (a) ND (b) FND250 µm (c) .....	21
Figure II.2: Structure chimique de l'Anhydride acétique.....	21
Figure II.3: Schéma du processus du traitement chimique de la FND. ....	23
Figure II.4: Installation du traitement chimique de la FND.....	23
Figure II.5: Etapes de préparation des composites. ....	25
Figure II 6: Forme des éprouvettes. ....	25
Figure II.7: Dispositif d'essai de traction.....	26
Figure II.8: Appareillage pour l'essai de la résilience. ....	27
Figure II.9: Appareillage pour l'essai de Micro dureté.....	28
Figure II.10: Test d'absorption d'eau. ....	30
Figure II.11: Appareillage pour microscopie optique.....	30
Figure III.1: Contrainte à la rupture des biocomposites EPR/ FND. ....	34
Figure III.2: Contrainte à la rupture des biocomposites EPR/ FNDDT.....	35
Figure III.3: Déformation à la rupture des biocomposites EPR/ FND.....	36
Figure III.4: Effet du traitement de surface sur la déformation à la rupture des biocomposites EPR/ FND.....	37
Figure III.5: Variations de la résilience des biocomposites EPR/ FND.....	38
Figure III.6: Variations de la dureté des biocomposites EPR/ FND.....	39
Figure III.7: Variations de la densité des biocomposites EPR/ FND et EPR/FNDDT.....	40
Figure III.8: Variation de taux d'absorption d'eau des composites vierges et EPR/FND 5pcr.....	41
Figure III.9: Variation de taux d'absorption d'eau des composites vierges et EPR/FND 7pcr.....	41
Figure III.10: Variation de taux d'absorption d'eau des composites vierges et EPR/FND 10pcr.....	42
Figure III.11: Variation de taux d'absorption d'eau des composites vierges et EPR/FND 15pcr.....	42
Figure III.12: Variation de taux d'absorption d'eau des composites vierges et EPR/FND 20pcr.....	43
Figure III.13: Microscopie optique des biocomposites.....	44

## Liste des tableaux

---

Tableau I.1: composition chimique des noyaux de dattes. ....	13
Tableau II.1: Caractéristiques générales de la résine époxy. ....	20
Tableau II.2: Propriétés de l'anhydride acétique. ....	22
Tableau II.3: Propriétés de l'acide acétique. ....	22
Tableau II.4: Propriétés de l'acide sulfurique. ....	22
Tableau III.1: Caractéristiques physico-chimiques de la FND et la FNDT. ....	33



**INTRODUCTION  
GENERALE**

## Introduction générale

---

Le problème croissant des déchets, les normes législatives environnementales ainsi que l'épuisement des ressources fossiles sont à l'origine de l'orientation de la recherche scientifique vers le développement des matériaux verts.

Les dernières décennies ont vu une augmentation considérable de l'utilisation des matériaux composites dans pratiquement tous les domaines notamment dans les constructions en génie civil. Cette augmentation est le résultat direct des performances remarquables offertes par ces types de matériaux.

Les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans le génie civil pour leurs nombreux avantages, notamment leur légèreté, leur résistance et leur durabilité. Ils sont utilisés dans diverses applications, allant des éléments structurels aux revêtements de sol en passant par la réhabilitation d'anciennes constructions.

Les polymères jouent un rôle très important dans notre vie quotidienne, leurs applications sont plus en plus vastes. La demande mondiale de ces matières augmente d'une année à une autre ceci grâce à leurs diverses propriétés physico-chimiques, leurs résistances au changement de la température, la facilité de mise en forme, leur élasticité et leur compatibilité avec d'autres milieux, font que les polymères peuvent être utilisés pour protéger l'environnement. L'introduction de charge de renfort dans une matrice polymère permet d'obtenir des matériaux aux propriétés améliorées.

La recherche de technologies vertes durables est à l'origine de l'orientation de la recherche scientifique vers le développement des matériaux biocomposites. Cette nouvelle catégorie des matériaux biocomposite offre plusieurs avantages telles qu'une rigidité élevée, un bas prix, peu d'énergie pour la production, une faible densité, un caractère écologique et offre une bonne isolation thermique et phonique.

Cependant, le manque d'adhésion entre les charges végétales et les matrices polymères grâce à le caractère hydrophobe de la majorité des polymères synthétiques et le caractère hydrophile des fibres cellulosiques. A cet effet plusieurs études s'intéressent sur la modification de la surface des charges végétale afin d'améliorer leur adhésion et entraîner une compatibilité avec la matrice polymérique.

Parmi les charges naturelles on trouve les fillers des noyaux de dattes qui attirent de plus en plus l'attention des chercheurs.

L'Algérie produit près de 1.100.000 tonnes de dattes/an et le poids moyen des noyaux de dattes s'étend entre 10% et 15% du poids de dattes. Ces noyaux sont rejetés et sont considérés comme sous-produit de l'industrie de dattes, ils sont mal exploités et représentent une perte de gisement de biomasse.

L'objectif de cette étude est double. Il consiste, d'une part, de proposer des matériaux à bas coût avec des propriétés comparables à celles des composites de grande diffusion, et d'autre part consiste à trouver un moyen de réduire les déchets des noyaux de dattes.

Dans cette étude, nous nous concentrons sur l'élaboration et la caractérisation d'un biocomposite à base d'une résine époxy renforcée par des fillers des noyaux de dattes non traités et traités par l'anhydride acétique avec deux tailles différentes : 250 micromètres et 180 micromètres.

Chaque taille est utilisée à cinq pourcentages différents : 5pcr, 7pcr, 10pcr, 15pcr et 20pcr.

Le travail réalisé est structuré en trois chapitres et est terminé par une conclusion générale et des perspectives :

## Introduction générale

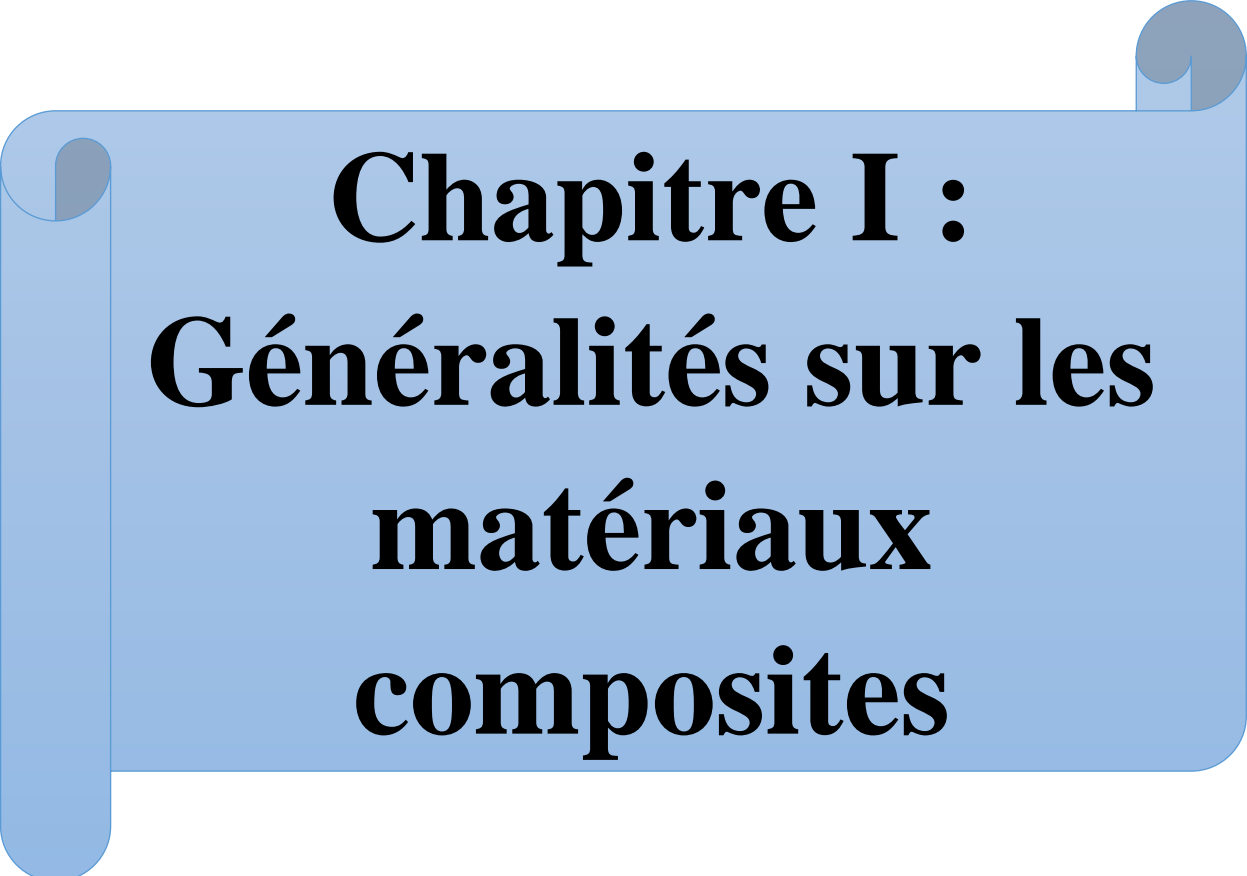
---

Le premier chapitre est consacré à l'état de l'art sur les matériaux composites, ce chapitre traite toutes les définitions, compositions et comportement des composites et les différents types de fibres, la nature, classification, nature chimique et les différents traitements chimique.

Le chapitre II de ce travail concerne premièrement à l'étude expérimentale de tous les matériaux utilisés (Résine, fillers des noyaux de dattes et les produits chimique). Ensuite nous avons présenté la méthode pour la confection des différents composites, tenant compte des paramètres : variation de la concentration en fillers à incorporés dans la matrice et enfin les protocoles des essais proposés pour la caractérisation physique et mécanique des composites élaboré.

En fin le chapitre III présente une analyse des résultats obtenus des essais de traction, essai de choc, essai de la dureté ainsi que la densité et l'absorption d'eau sont représentés sous forme des courbes.

Ce travail est finalisé par une conclusion générale et des perspectives.



**Chapitre I :**  
**Généralités sur les**  
**matériaux**  
**composites**

## I.1.Introduction

Les matériaux composites jouent un rôle crucial dans le développement des matériaux contemporains en raison de leur légèreté, de leur résistance mécanique et de leur capacité à s'adapter à différents environnements. Ces matériaux, composés de différents éléments distincts qui se complètent mutuellement, proposent une solution efficace aux matériaux classiques tels que les métaux et les polymères.

Les composites suscitent de plus en plus d'intérêt en raison de leur capacité à satisfaire les besoins de différents secteurs industriels tels que l'aéronautique, l'automobile, le bâtiment et le sport. Grâce à la création de nouvelles matrices et de renforts, y compris ceux provenant de sources naturelles, il est possible d'améliorer les performances tout en diminuant l'empreinte écologique.

Ce chapitre abordera les principes essentiels des matériaux composites, en examinant leur structure, leurs catégories et leurs caractéristiques principales. De plus, nous soulignerons l'importance de l'interface matrice-renfort et les progrès technologiques visant à améliorer l'adhésion interrassiale afin d'améliorer les performances.

## I.2. Les matériaux composites

### 1.2.1. Définition

Le terme « matériau composite » désigne un matériau solide et hétérogène, formé de plusieurs composants distincts, dont l'association confère à l'ensemble des propriétés qu'aucun des composants considérés ne possède séparément [1]. La réalisation d'un matériau composite nécessite donc l'association d'au moins deux composants : Le composé principal est appelé matrice. Le second, étant le renfort, qui doit être compatibles entre eux et se solidariser. Pour cela, un agent de liaison, appelé interface, est nécessaire [2].

Des charges et des additifs peuvent être ajoutés au composite sous forme d'éléments fragmentaires, de poudres ou liquide, afin de modifier une propriété de la matière à laquelle on l'ajoute (par exemple la tenue aux chocs, la résistance aux UV, la résistance au feu...) [3].

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice [4] :

- Les composites à matrices organiques (CMO), qui constituent aujourd'hui la très grande majorité des composites industriels.
- Les composites à matrices céramiques (CMC) réservés aux applications de très haute technicité et travaillant à haute température comme dans les domaines spatial, nucléaire et militaire, ainsi que le freinage (freins carbone).
- Les composites à matrices métalliques (CMM) intéressent les concepteurs des industries automobiles, électroniques et de loisirs pour répondre à des exigences mécaniques spécifiques.

Les matériaux composites ont été utilisés depuis des décennies. Leurs avantages par rapport aux matériaux classiques résident dans leurs performances et leur légèreté. Ces atouts ont attiré de nombreuses industries comme l'aérospatial, l'automobile, les infrastructures, le sport...etc. notamment grâce à leur bonne tenue mécanique comparable aux matériaux homogènes comme l'acier et à leur faible masse volumique [5].

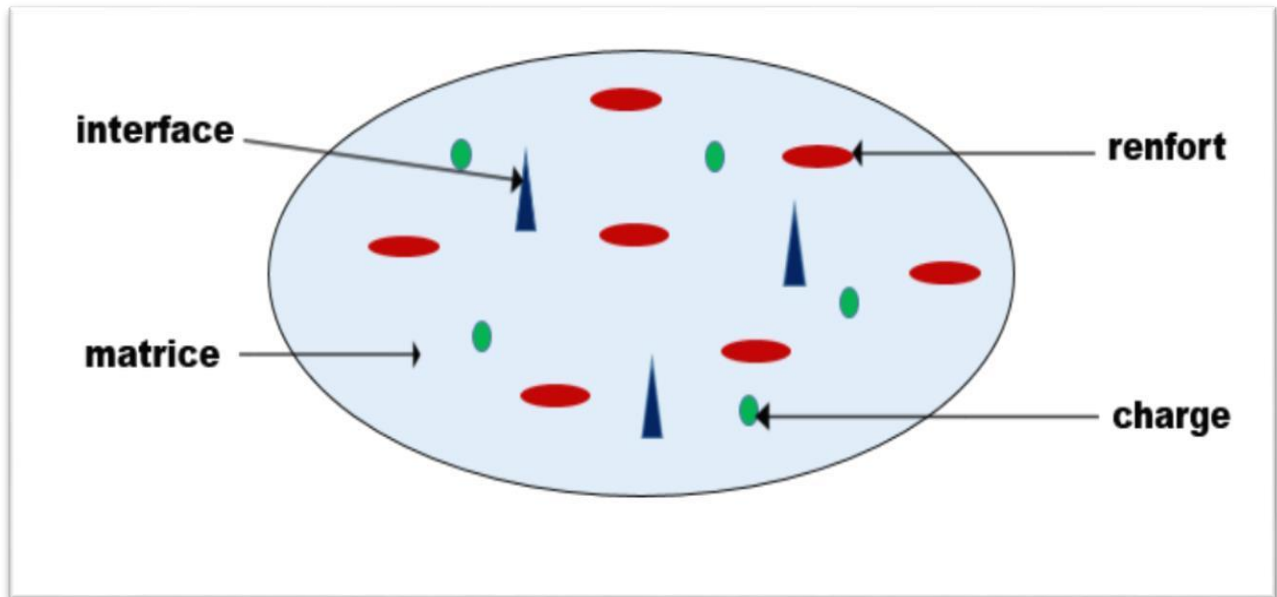


Figure I.1: Représentation schématique d'un matériau composite [5].

### I.2.2. Les matrices polymères

Il existe deux types de matrices polymères qui possèdent des propriétés foncièrement différentes et sont employées dans des filières distinctes :

- **Les thermoplastiques** : qui se présentent sous forme solide (granulés, plaques...) et que l'on met en forme en les ramollissant par chauffage, puis en les solidifiant par refroidissement.
- **Les thermodurcissables** : qui se présentent sous forme liquide visqueuse et que l'on met en forme en déclenchant une réaction chimique de polymérisation par ajout d'un durcisseur, ce qui entraîne une solidification.

La principale différence entre ces deux types de polymères est la nature des phénomènes physiques qui assurent leur cohésion. Les thermoplastiques sont constitués de longues molécules linéaires, maintenues ensemble par des liaisons physiques à faible énergie (Figure 2(a)). Au contraire, les thermodurcissables sont des molécules sous forme de réseaux tridimensionnels, liés par des liaisons chimiques à haute énergie qui se marquent de manière irréversible lors de la polymérisation (Figure 2(b)) [6].

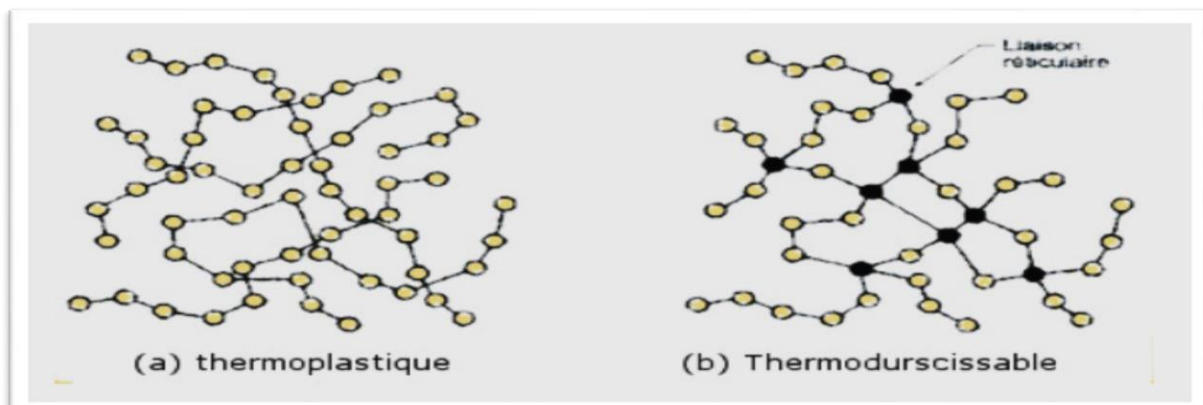


Figure I.2: Structures moléculaires des polymères ; (a) thermoplastiques, (b) thermodurcissables [6].

### I.2.3. Résines Epoxy

#### I.2.3.1. Notion sur Résines Epoxy

Parmi les matières plastiques courantes, les résines époxy ont une place à part en raison de leur polyvalence dans les applications industrielles. Elles sont employées en tant que matériau de surface ou de structure. De nombreuses applications font appel aux propriétés particulières de ces résines comme leur résistance à la corrosion ou leur caractère adhésif. Les résines époxy sont des polymères thermodurcissables ayant la particularité de durcir irréversiblement sous l'effet de la température ou par adjonction d'un réactif [7].

#### I.2.3.2. Propriétés du Résines Epoxy

- La faible absorption d'eau et l'absence de post-retrait assurent à ces produits une exceptionnelle stabilité dimensionnelle.
- Le maintien des performances électriques initiales, même après exposition à l'humidité, explique en partie leur emploi dans les applications électroniques et électriques (à moyenne et haute tension).
- Le pouvoir adhésif sur l'ensemble des matériaux minéraux, et sur certaines matières plastiques (grâce à un traitement de surface approprié) [8].
- Grande souplesse (emboutissage).
- Bonne résistance chimique (surtout alcalis).
- Bonne résistance aux chocs et abrasion.
- Séchage air-four.
- Moins résistance aux rayons ultra-violet (UV).
- Une inaltérabilité en présence d'hydrocarbures et de divers solvants.
- Bonne propriété diélectrique.
- Excellente tenue aux cycles thermiques.
- Haute stabilité dimensionnelle et faible retrait au durcissement [9].

#### I.2.3.3. Additifs du Résines Epoxy

##### ❖ Agents de durcissement

- Amines aliphatiques, cycloaliphatiques et aromatiques : Utilisées pour le durcissement à température ambiante ou basse température.
- Polyamides et anhydrides : Utilisées pour le durcissement par chauffage [10].
- Photoinitiateurs : Pour le durcissement sous lumière UV [10].

##### ❖ Modificateurs

- Caoutchouc polythiol : Améliore la résistance aux chocs.
- Résine polyamide : Améliore l'adhérence et réduit la fragilité.
- Polyvinylbutyral : Augmente la résistance aux chocs.
- Résine phénolique : Améliore la résistance à la température et à la corrosion [10].

- ❖ **Charges** : Utilisées pour améliorer certaines propriétés physiques, réduire les coûts et améliorer la dissipation thermique. Exemples incluent le talc micronisé [11].

- ❖ **Diluants** : Réduisent la viscosité et améliorent la pénétrabilité. Exemples incluent le xylène, le toluène et l'acétone [10].
- ❖ **Autres additifs**
  - Plastifiants : Améliorent la flexibilité.
  - Stabilisants UV : Protègent contre les rayons UV.
  - Agents anti mousses : Réduisent la formation de bulles.
  - Accélérateurs de polymérisation : Réduisent le temps de durcissement [12].
  - Colorants et pigments : Modifient l'apparence visuelle [13].
  - Additifs conducteurs : Améliorent la conductivité électrique, comme les nanotubes de carbone [14].

Ces additifs permettent de personnaliser les propriétés des résines époxy pour répondre à des besoins spécifiques dans diverses applications industrielles et créatives.

#### I.2.3.4. Domaines d'application du Résines Epoxy

On peut utiliser la résine époxy dans les domaines suivants :

- Les revêtements de sol.
- Composite
- Electronique
- Alimentaire
- Revêtements automobiles
- Construction nautique adhésif
- Construction
- Outil médical

Le diagramme suivant résume les applications industrielles diverses des résines époxy dans l'industrie :

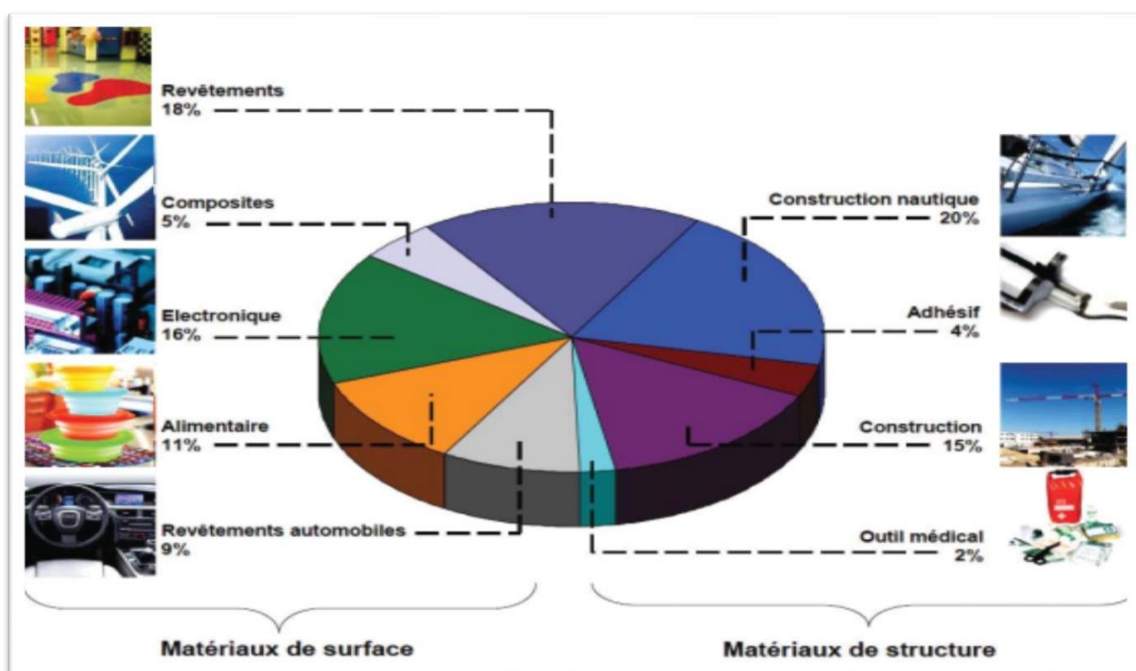


Figure I. 3 : Eventail des applications de résines époxy [7].

### I.2.3.5. Les avantages du Résines Epoxy

- Tenue mécanique, thermique, chimique et fatigue.
- Faible retrait (1 à 2 %).
- Excellente adhérence sur fibres. ➤ Autoextinguibilité.
- Mise en œuvre facile, sans solvant [15].

### I.2.3.6. Les inconvénients du Résines Epoxy

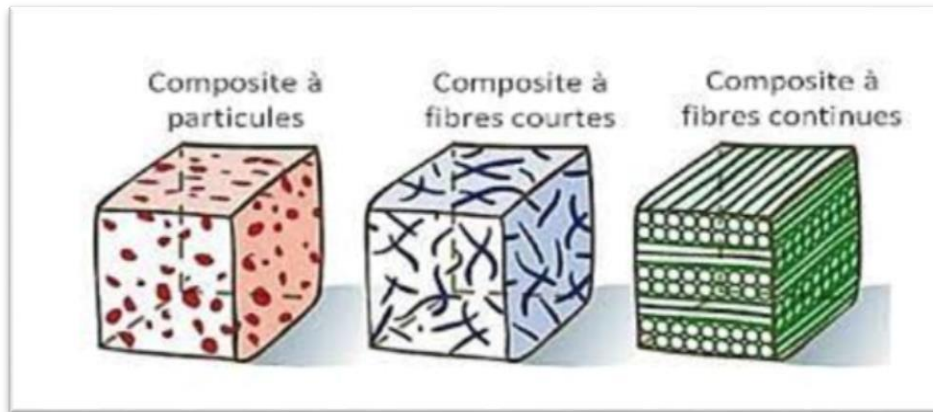
- Prix élevé.
- Sensibilité à l'humidité et aux UV.
- Vieillessement sous température.
- Sensibilité aux chocs.
- Temps de polymérisation [15].

### I.2.4. Les renforts

Le renfort se compose généralement d'un matériau plus dur que la résine, est principalement chargé d'assurer une grande résistance du matériau, en particulier à la traction, et se présente sous forme de fibres de diamètres compris entre 5 et 20  $\mu\text{m}$ . Les fibres peuvent prendre différentes formes, notamment des fibres longues unidirectionnelles (en carbone ou en verre), des fibres longues tissées (en tissus 3D ou 2D), ou encore des fibres courtes réparties aléatoirement sans directions privilégiées (en mat).

Les fibres peuvent être organiques (en polyamide, polyester, polypropylène...) ou inorganiques (en verre, en carbone...), voire naturelles (en cellulose). En général, ces fibres présentent d'excellentes caractéristiques mécaniques, et leur forme dépend du type de renfort utilisé. On distingue deux types de composites [16] :

- Les Composites à fibres : Constitués des fibres continues ou discontinues (fibres coupées ou courtes). L'orientation de ces fibres peut être modulée pour ajuster les propriétés mécaniques du matériau, ce qui permet d'obtenir des matériaux isotropes ou anisotropes.
- Les composites à particules : Lorsque le renfort est sous forme de particules, celles-ci ne possèdent pas de dimension privilégiée. Les particules sont souvent utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, telles que la rigidité, la résistance à la température, l'abrasion et la diminution du retrait. Dans certains cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau sans en diminuer les caractéristiques. Le choix de l'association matrice-particules dépend des propriétés souhaitées [16].



**Figure I.4:** Les structures géométriques des renforts de composites à fibres continues, à fibres courtes et à particules [17].

#### I.2.4.1. Les fibres végétales

Les fibres végétales sont des structures biologiques composées principalement de cellulose, de hémicelluloses et de lignine. Elles contiennent également des quantités relativement faibles de composés non azotés extractibles, de matière protéique brute, de lipides et de matières minérales.

Les proportions de ces constituants varient considérablement en fonction de l'espèce végétale, de son âge et des organes de la plante [18].

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

- Les fibres des feuilles : Ces fibres sont extraites des plantes monocotylédones, principalement à partir de leurs feuilles. Les fibres sont obtenues en superposant des faisceaux de fibres le long des feuilles pour les renforcer. Ces fibres sont connues pour leur dureté et leur rigidité. Les types de fibres de feuilles les plus couramment cultivés sont la fibre de sisal et la fibre d'abaca.
- Les fibres de bois : Les fibres de bois proviennent du broyage des arbres. Elles sont généralement courtes.
- Les fibres de surface : Les fibres de surface se trouvent généralement autour de la tige, des fruits ou des grains des plantes. Parmi ces fibres, celles qui entourent les grains sont les plus répandues.
- Les fibres de tige : Les fibres de tige sont extraites des tiges des plantes dicotylédones et leur principal rôle est de conférer une rigidité aux tiges végétales. Elles sont disponibles commercialement sous forme de faisceaux ou de fibres continues. Parmi les fibres de tige les plus couramment utilisées, on trouve le jute, le lin, la ramie, le kenaf et le chanvre [18].

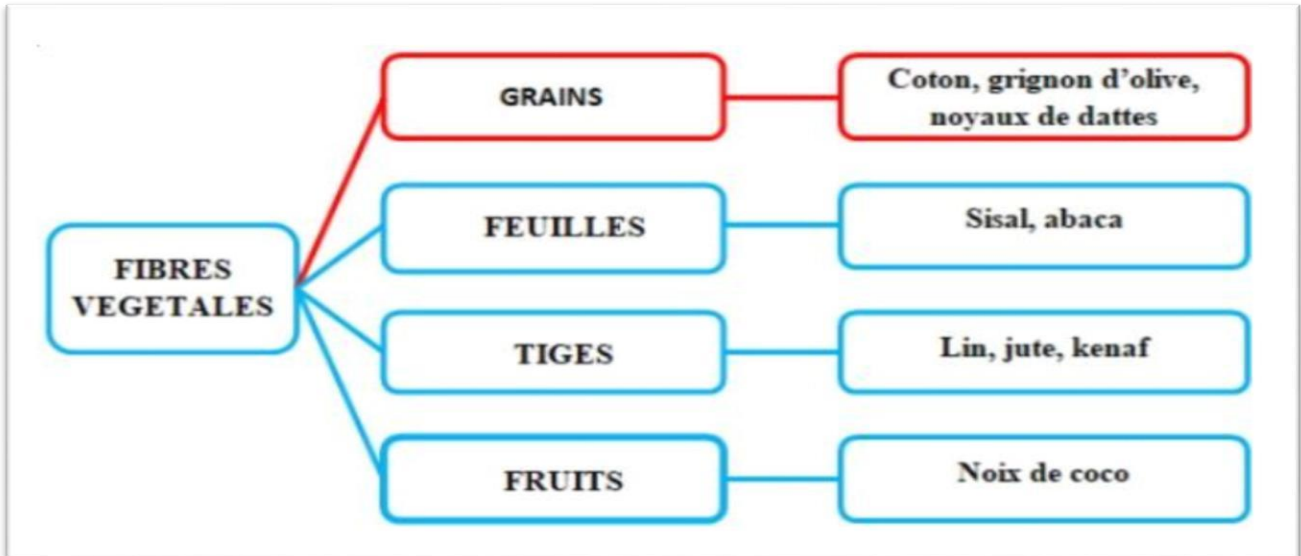


Figure I.5: Classement des fibres végétales [18].

#### I.2.4.2. Composition des fibres végétales

La biomasse végétale est formée de diverses macromolécules étroitement liées au sein de la paroi végétale. Les composants les plus abondants sont la cellulose, l'hémicellulose, les pectines et les lignines. Ces différents constituants sont organisés de manière extrêmement complexe [19].

- Cellulose :** La cellulose est la molécule biologique la plus abondante sur Terre. Sur le plan chimique, elle est constituée d'une chaîne très longue et stéréo régulière de maillons de glucose ( $C_6H_{12}O_6$ ). La cellulose présente une structure fibrillaire partiellement cristalline. Les microfibrilles de cellulose se composent de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes totalement désordonnées. Dans les zones cristallines, les chaînes de cellulose sont alignées de manière parallèle les unes aux autres, liées par des liaisons hydrogène à la fois intramoléculaires et intermoléculaires. Toutes les propriétés de la cellulose sont étroitement liées à la forte densité de ces liaisons hydrogène qui se forment entre les chaînes. Ces interactions moléculaires sont solides et assurent la cohésion de la cellulose tout en empêchant la pénétration des réactifs. Grâce à cette forte cohésion, la cellulose est insoluble dans la plupart des solvants. De plus, la cellulose est naturellement hydrophile, ayant une grande affinité pour l'eau [20].

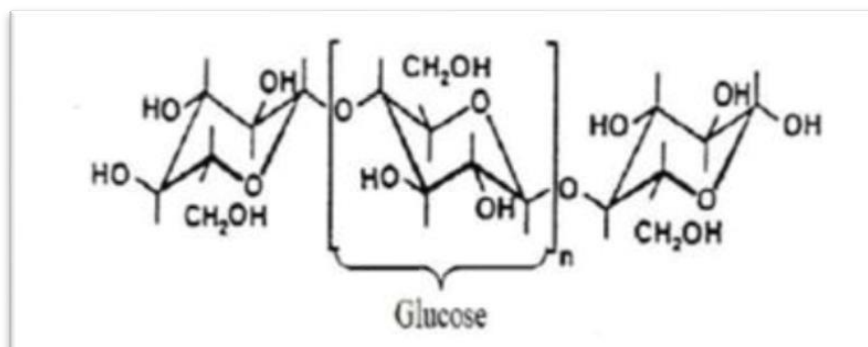


Figure I. 6 : Structure de cellulose [20].

- **Hémicellulose** : Les hémicelluloses sont des polysaccharides, qui se trouvent dans tous les végétaux caractérisés par des masses molaires beaucoup plus faibles que celle de la cellulose et par des structures moins régulières à la fois par la présence de différentes unités dans leurs chaînes et/ou de ramifications. Si l'on considère que le bois est un matériau composite dans lequel la cellulose est la fibre de renfort et la lignine est la matrice, les hémicelluloses jouent le rôle de comptabilisant à l'interface entre ces deux éléments [21].

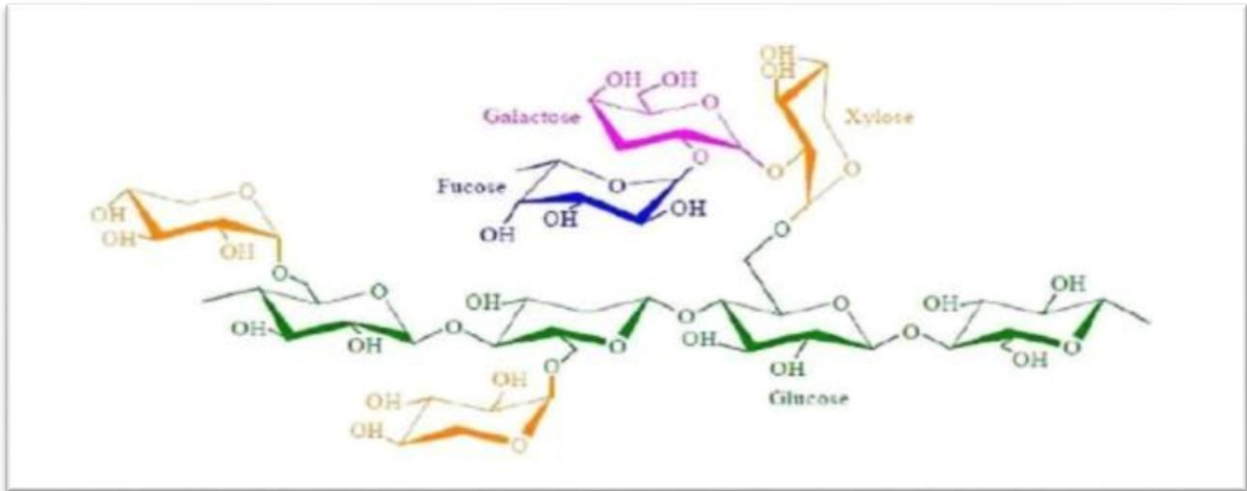


Figure I.7: Structure Hemicellulose [20].

- **Pectines** : Les pectines sont un groupe de polysaccharides hétérogènes présents généralement dans les parois cellulaires primaires des fibres végétales, à l'exception du bois. La structure des pectines varie en fonction de l'espèce végétale, et les proportions des différents types de pectines varient en fonction de leur emplacement dans les parois cellulaires. Les pectines sont les composés les plus hydrophiles présents dans les fibres végétales en raison de la présence de groupes acide carboxylique [20].

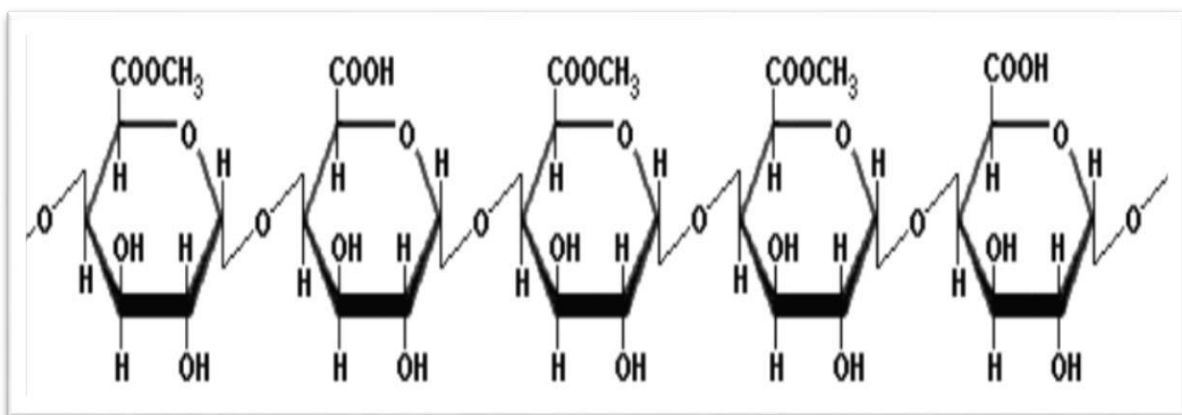


Figure I. 8 : structure de la pectine [19].

- **La lignine** : La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable et la plus abondante à la surface terrestre. La lignine originelle ou "protolignine" constitue la plus importante fraction non saccharique des fibres végétales. C'est la matière "incrustante"

de la cellulose. La lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant trois unités différentes de type pénylopropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique [19].

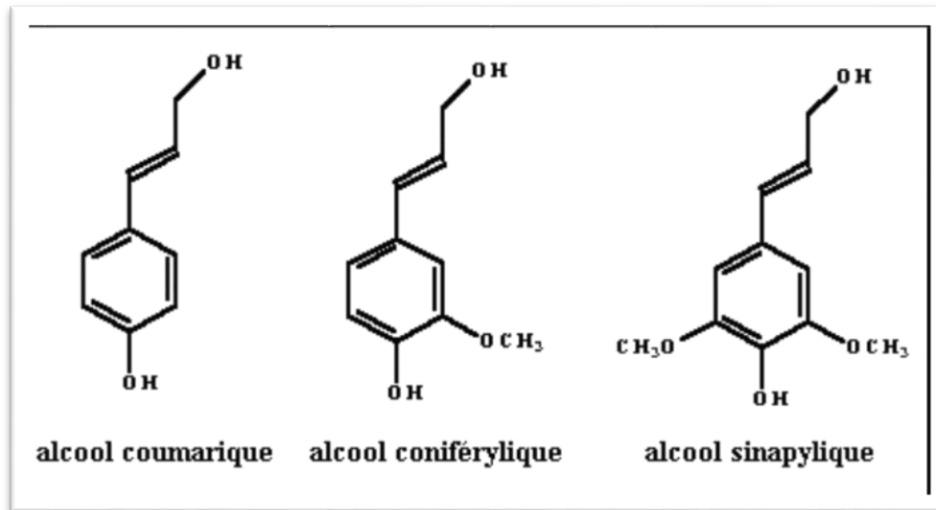


Figure I.9: Motifs élémentaires de la lignine [19].

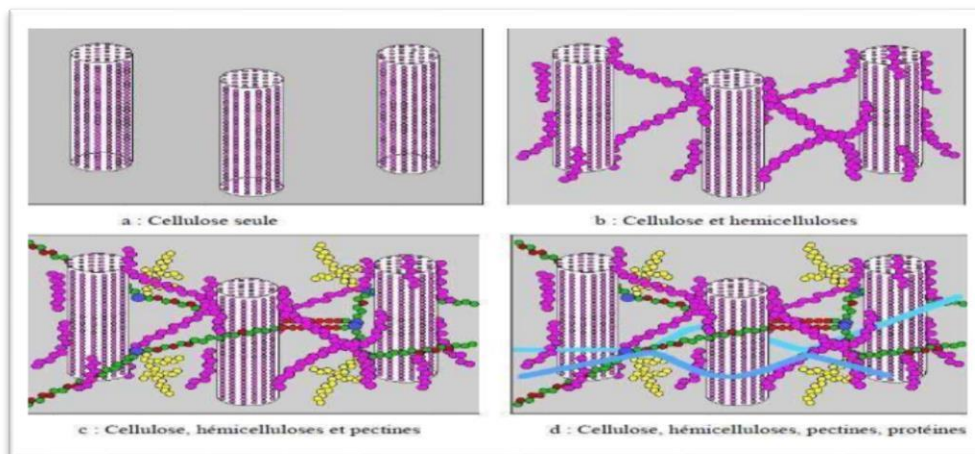


Figure I.10: Représentation schématique de l'agencement des différents composants des fibres végétales à l'échelle micrométrique [22].

- **Extractibles** : Les extractibles sont des molécules de faible poids moléculaire qui remplissent la lumière des cellules végétales. Ils représentent généralement de 2 à 5 % de la masse sèche. La plupart de ces composés extractibles sont solubles dans l'eau ou des solvants organiques, d'où leur appellation. La composition en extractibles varie en fonction de l'espèce végétale considérée et influence la couleur et l'odeur. Parmi ces composés, on trouve des tanins, des pectines, des sucres et d'autres substances [19].

#### I.2.4.3. Avantages et inconvénients des fibres végétales

Les principaux avantages des fibres végétales sont les suivants :

- ✓ Faible densité.
- ✓ Faible coût ou coût modéré

- ✓ Issus des ressources renouvelables
- ✓ Faible consommation d'énergie pour leur production.
- ✓ Biodégradables.
- ✓ Stock disponible important.
- ✓ Découpage et usinage faciles.

Grâce à un compromis idéal rigidité/résistance/légèreté, les composites renforcés par des fibres végétales concurrencent efficacement les matériaux traditionnels incorporant des charges ou fibres minérales. Par contre, à ces avantages sont associés les inconvénients suivants [23] :

- ✓ Fibres hydrophiles.
- ✓ Stabilité thermique limitée.
- ✓ Gonflement de fibres.
  
- ✓ Propriétés non constantes des fibres, elles dépendent des conditions climatiques.

### I.2.5. Les noyaux de dattes

Les noyaux de palmier dattier sont des déchets de nombreuses industries de transformation, ils sont dans la plupart des pays producteurs de dattes jetés ou partiellement mélangé à l'alimentation animale, Leur valorisations dans l'alimentation humaine reste très faiblement explorée en dehors de quelques applications traditionnelles [24].



Figure I.11: Noyaux de dattes

Les noyaux de dattes (ou grains) sont de forme allongée et de tailles variables. Leur poids moyen est environ d'un gramme, ils représentent 7 à 30 % du poids de la datte. Le noyau de datte, enveloppé dans l'endocarpe membraneux, est constitué d'un albumen corné d'une consistance dure protégé par une enveloppe cellulosique [25].

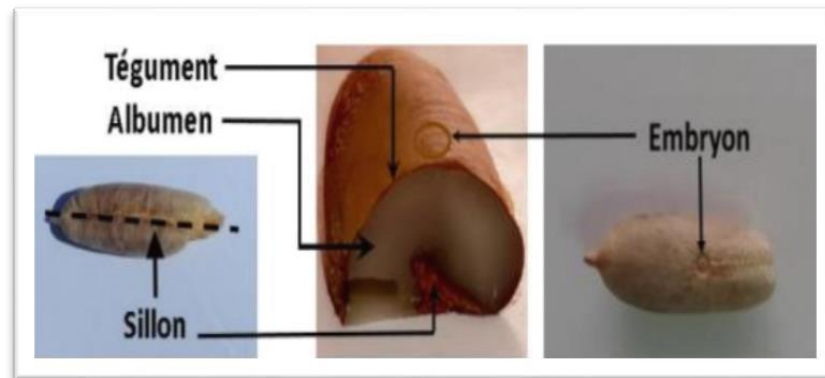


Figure I.12: Noyaux de date [18].

### I.2.5.1. Composition des noyaux de dattes

Le palmier dattier « *Phoenix dactylifera L.* » provient du mot « *Phoenix* » qui signifie dattier chez les phéniciens et « *Phoenix Dactylifera* » dérive du terme grec « *dactulos* » signifiant doigt, allusion faite à la forme du fruit : la datte.

La datte, est une baie constituée d'une partie comestible « pulpe ou chair » et d'une partie dure non comestible « la graine ou noyau » de forme allongée et de grosseur variable, son poids moyen est environ d'un gramme et qui représente 10 à 15 % du poids de la datte.

Les noyaux de dattes sont composés principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. La cellulose et l'hémicellulose contiennent la majorité des groupes fonctionnels d'oxygène présents dans le matériau lignocellulosique. La lignine, quant à elle, est une substance complexe, polymérisée de manière systématique et fortement aromatique [26].

Tableau I.1: composition chimique des noyaux de dattes [27].

Constituents	Teneur (%)
Eau	6,46
Glucides	62,51
Protides	5,22
Lipides	8,49
Cellulose	16,20
Cendre	1,12

### I.3. Interface matrice-renfort dans un matériau composite

L'interface n'est pas une entité bien définie ; c'est un maillon très important au niveau d'un matériau composite ; elle est la surface de jonction entre deux matériaux en contact. C'est l'élément qui conditionne le degré de synergie de l'association fibre/matrice qui s'établit entre les constituants lors de l'élaboration du composite. A l'échelle macroscopique l'interface est une

surface sans épaisseur qui peut être classée en deux groupes : - les interfaces générées par le Procédé de mise en œuvre du matériau. L'interface inter plis, défini par la superposition des plis et intra-plis ou intermèches au niveau d'un pli. - les interfaces liées à la structure elle-même du composite, créées par l'association des composants de base (matrice/renfort) [28].

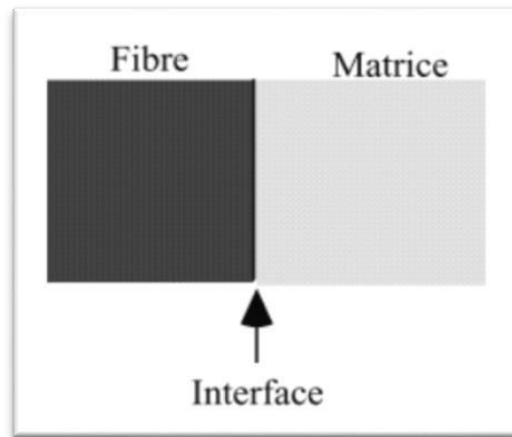


Figure I.13: interface fibre matrice [28].

#### ❖ Rôle des interfaces

Plusieurs rôles essentiels sont attribués aux interfaces pour un bon comportement du composite :

- Assurer la continuité physique d'un constituant à l'autre à travers tout le matériau, en empêchant, par exemple, la formation de porosités.
- Transmettre les efforts : en effet, la matrice répartit et transmet les efforts aux fibres par l'intermédiaire des interfaces.
- Protéger l'une des deux phases : les fissures peuvent ainsi être déviées, l'humidité arrêtée par l'ensimage (fibre de verre) ou la réaction chimique de la matrice sur le renfort ralentie (matrice métallique) [28].

#### I.3.1. Notion d'adhésion interfaciale

Les phénomènes d'adhésion aux interfaces fibre-matrice jouent un rôle essentiel sur les propriétés des matériaux composites. De telles interfaces sont le siège de phénomènes physico-chimiques complexes dus aux interactions moléculaires entre deux matériaux de nature et de propriétés différentes, pouvant conduire à la formation de véritables interphases aux propriétés intrinsèques. Ces interfaces et interphases doivent être en mesure de supporter toutes les contraintes mécaniques, résiduelles ou externes, et de les transmettre de la matrice à la fibre pour que les matériaux composites présentent les propriétés mécaniques à l'usage requis [23].

### I.3.2. Amélioration de l'adhésion interfaciale

Les fibres végétales doivent être traitées pour améliorer leur fixation et leur dispersion dans la matrice polymère. Les différents traitements pouvant être appliqués se répartissent généralement en deux catégories : chimique et physiques. Nous nous intéressons à cette partie, pas au traitement chimique, qui nettoie la surface de la fibre, modifie sa composition chimique, réduit la rétention d'humidité, augmente sa rugosité, modifier ses propriétés mécaniques et améliore sa stabilité thermique. La modification chimique des fibres végétales est. En fait équivalent à la modification de la cellulose, principal composant des fibres. La conformation spatiale de la cellulose contrôle ses propriétés chimiques et physiques. En fait, les régions amorphes sont plus vulnérables à l'attaque des réactifs que les régions cristallines [29].

#### I.3.2.1. Traitement physique des fibres naturelles

Les méthodes physiques visent à améliorer les liaisons mécaniques des fibres avec les matrices polymères. L'adhésion est, par conséquent, améliorée mécaniquement seulement. Les plus intéressantes sont le traitement plasma et le traitement corona [30].

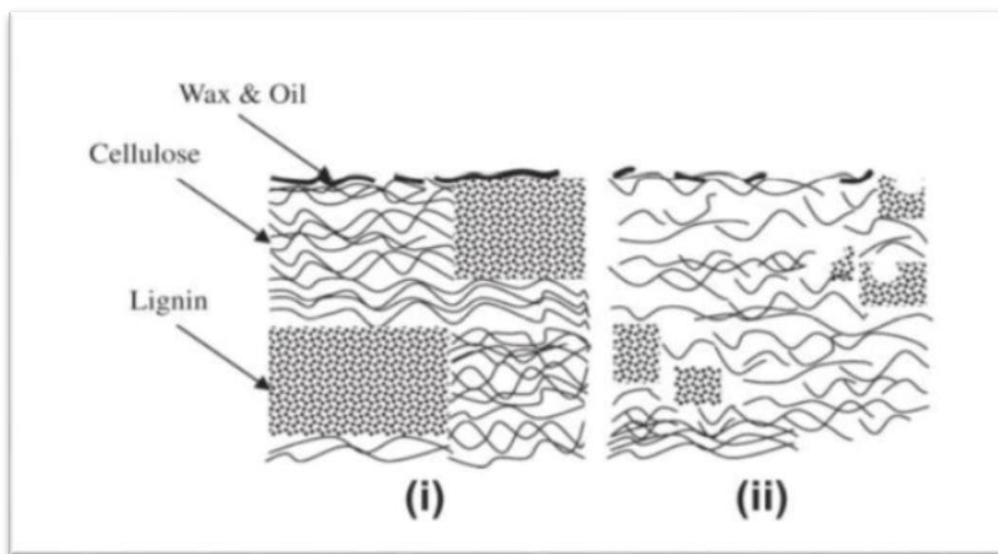
- a. **Traitement Plasma** : La propriété du plasma est exploitée par cette méthode pour induire des changements à la surface de la fibre (altération). Une variété de modifications de la surface peut être réalisée en fonction du type et de la nature des gaz utilisés. Elle modifie l'énergie de surface des fibres cellulosiques, des radicaux et groupes libres réactifs peuvent être produits. A titre d'exemple, sous un traitement plasma oxygène, on accroît le nombre de groupements aldéhydes dans la fibre, afin d'améliorer l'adhésion interfaciale [30].
- b. **Traitement Corona** : Cette méthode consiste à soumettre la fibre à une décharge corona pour l'oxydation et l'activation de la surface. Les fibres traitées par Corona présentent des composants polaires significativement plus élevés avec une production croissante d'énergie de traitement. Donc la fibre est plus rugueuse et présente une meilleure adhésion avec la matrice [31].

#### I.3.2.2. Traitement chimique des fibres naturelles

Ces traitements visent à réduire la tendance hydrophile de la fibre et à améliorer sa compatibilité avec la matrice. Ils sont effectués, soit par l'ajout d'un agent de couplage, qui est déterminé par les objectifs recherchés et le domaine d'application, soit par des traitements qui modifient la morphologie de la fibre. En général, ce type de modification conduit à une meilleure mouillabilité du renfort, une diminution du taux d'absorption de l'eau et de meilleures propriétés mécaniques [30].

- **Traitement alcalin (NaOH)** : Le traitement à la soude ou mercerisage est l'un des traitements chimiques les plus utilisés avec les fibres naturelles lorsqu'elles sont utilisées pour renforcer les thermoplastiques et thermodurcissables. La modification importante apportée par un traitement alcalin est la diminution des liaisons hydrogène entre la cellulose et les deux autres principaux constituants, hémicellulose et lignine. La définition standard du mercerisage (proposée par la norme ASTM D 1965) est la suivante : procédé qui consiste à soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse

concentrée d'une base forte, dans le but de provoquer un gonflement important résultant en des changements dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés mécaniques. Ce traitement des fibres naturelles, appelé aussi mercerisage, est la méthode la plus fréquente pour produire des fibres de haute qualité. Il consiste à immerger les fibres dans une solution alcaline telle qu'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH), de potassium (KOH) ou encore de Lithium (LiOH). Celui-ci provoque la décomposition du faisceau de fibres composites en fibres plus petites engendrant ainsi une augmentation de la surface de contact. En outre, cette technique permet d'augmenter le nombre de sites réactifs et un meilleur mouillage des fibres. Le traitement alcalin diminue le taux des groupements  $3\text{OH}$  de la cellulose et forme des groupements  $3\text{O}^- \text{Na}^+$  entre les chaînes moléculaires de la cellulose

$$\text{OH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{Fibre O}^- \text{Na}^+ + \text{H}_2\text{O} \quad [31].$$


**Figure I.14:** Structure typique de la fibre lignocellulosique, (i) : non traitée, (ii) : après traitement alcalin [32].

- **Traitement de Silane :** L'utilisation incontinent agents d'accouplement pour silane oriental un perfectionnement peu vraiment connue sur les composites de support pour fibres pour gobelet et pour matrices polymériques Ces agents sont aussi utilisés sur l'éventualité incontinent composites fibres pour bois/ciment. Le silane  $\text{SiH}_4$  oriental préposé contrairement inspecteur d'accouplement il peut diminuer le effectif incontinent groupes hydroxyles pour le celluloid sur l'interface fibre/matrice En Omniprésence pour l'humidité l'attroupement alkyl hydrolysable mène de la structuration du silane Ce dernier-né réagit sans le attroupement hydroxyle pour le filament d'élément incontinent liens covalents stables de la cloison pénitentiaire Dans conséquence les chaînes d'hydrocarbure dues à l'application pour silane retiennent le ballonnement pour la filament de créant seul canalisation réticulé obligé de la jonction covalente avec la forme et la filament[29].

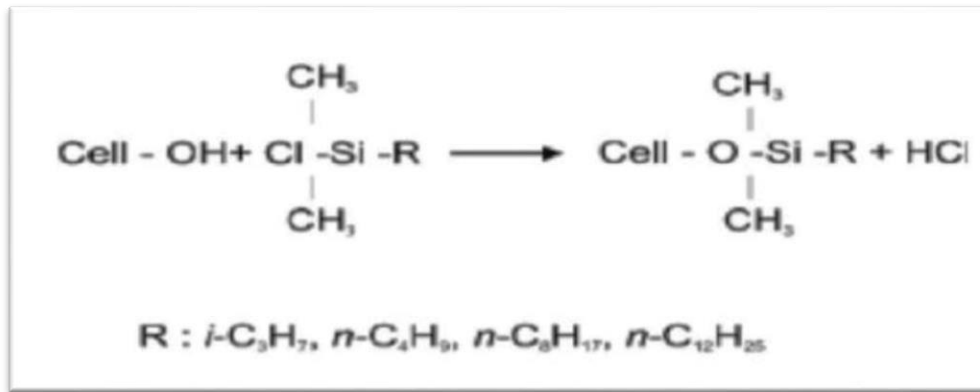


Figure I.15: traitement de silane sur les fibres végétales [29].

- **Acétylation** : L'acétylation est une technique d'estérification des fibres naturelles. Les fibres sont traitées avec l'acide acétique ou l'anhydride acétique en présence ou non d'un catalyseur acide. Les groupements acétyles (CH<sub>3</sub>CO) sont greffés sur la cellulose et remplacent les groupements hydroxyles (OH). Ainsi, la nature hydrophile de la fibre est diminuée et une amélioration des propriétés mécaniques est observée [32].

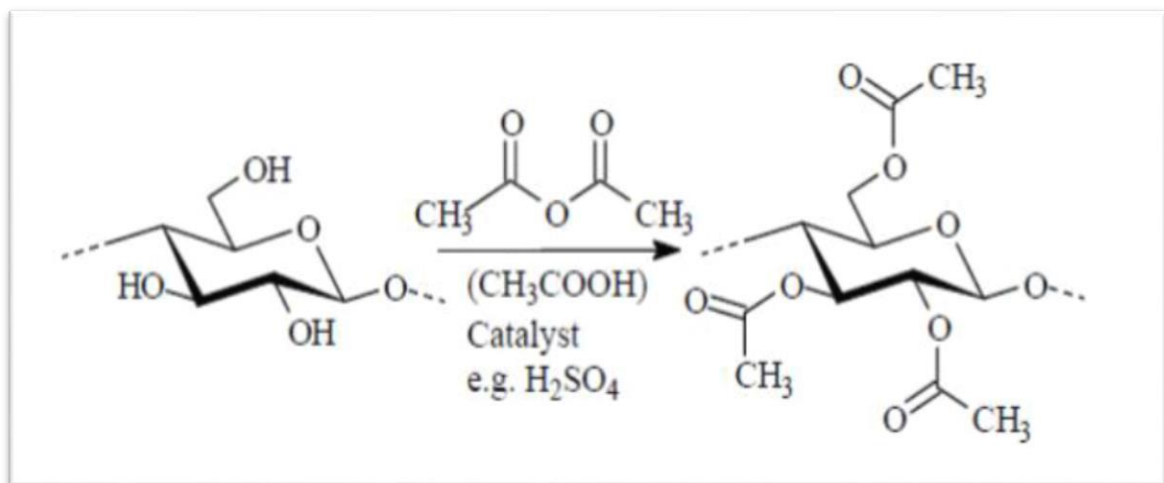


Figure I.16: Acétylation de la cellulose [32].

#### I.4. Application des composites à base de fibres végétales

L'utilisation des matériaux composites s'inscrit dans une démarche d'éco conception. On note enfin le développement de granulés thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles végétales est utilisé dans différents domaines.

- **En automobile:** Les principales applications sont les suivantes: garnissage des coffres, revêtements pour plancher, revêtement pour paroi intérieure (habillage des toits d'habitacle par la technique de contre collage/compression), revêtement pour avant et arrière, revêtement pour passage de roue, revêtements de garnissage pour plage arrière, habillage de sièges, garnitures, housse, rembourrages en mousse, filtre à huile (pour la transmission), moquette de garnissage des panneaux de portières, capitonnage des panneaux de portières routières et ferroviaires, tableaux de bord (injection de granulés).

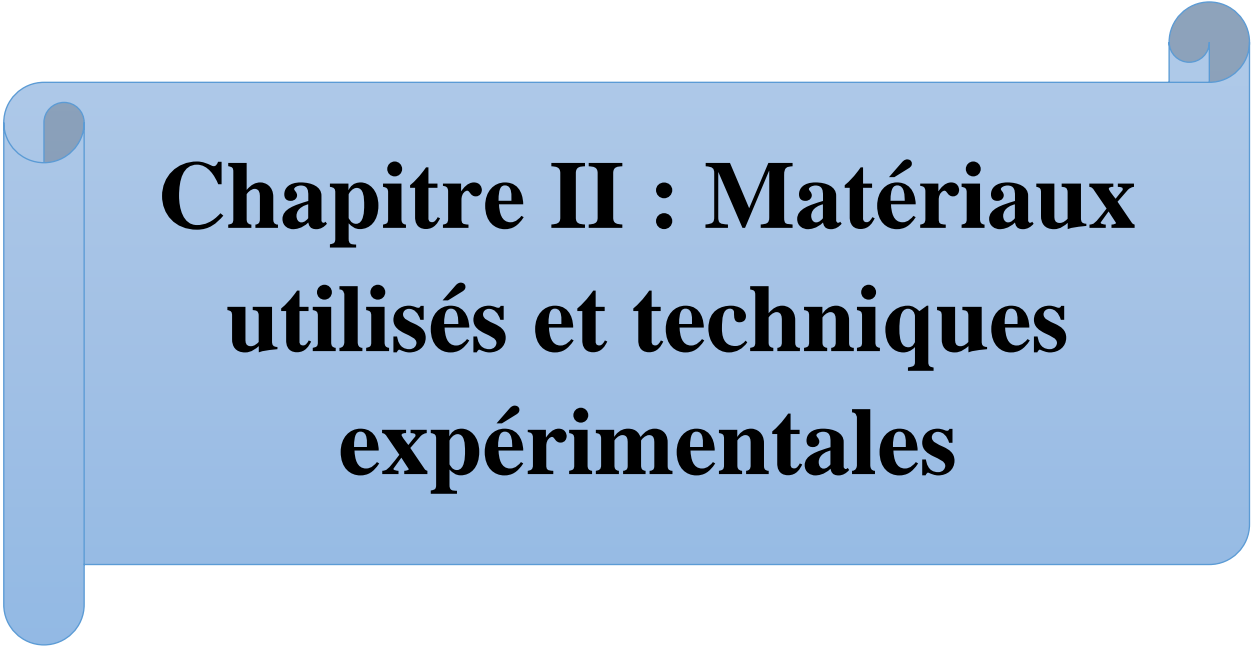
- **En construction** : Les fibres végétales sont utilisées comme renfort de matériaux, notamment d'isolation, de produits en ciment.
- **Autres applications** : La recherche porte sur la caractérisation des fibres, la capacité à les utiliser à des conditions économiques comme renforts de composites structuraux tels que des hublots d'avion, et les moyens permettant d'améliorer l'interaction entre les fibres et la matrice dans laquelle elles sont noyées [33].

### I.5. Conclusion

Les matériaux composites constituent une avancée majeure dans le domaine des matériaux en raison de leurs caractéristiques mécaniques, thermiques et chimiques exceptionnelles. En raison de leur aptitude à combiner légèreté, résistance et adaptabilité, ils sont privilégiés pour de multiples applications industrielles, telles que l'aéronautique, l'automobile, la construction et les équipements sportifs.

Les composites évoluent grâce à l'émergence de nouvelles matrices et de renforts performants, tels que des fibres végétales, qui proposent une solution durable et respectueuse de l'environnement. Il est essentiel d'améliorer les interfaces entre la matrice et le renfort pour maximiser les performances globales des composites.

Les avancées scientifiques et technologiques continuent donc de faire progresser les matériaux composites, offrant ainsi de nouvelles opportunités en matière d'innovation et de durabilité.



**Chapitre II : Matériaux  
utilisés et techniques  
expérimentales**

## II.1. Introduction

Ce chapitre vise principalement à introduire les matériaux employés ainsi que la méthode expérimentale mise en œuvre pour fabriquer les composites à base de résine époxy (EPR) renforcés par des fillers de noyaux de dattes, qu'elles soient traitées ou non. Les composites ont été confectionnés avec différents pourcentages de Filler : 5, 7, 10, 15 et 20 pcr, et deux tailles différentes de 250 $\mu$ m et 180  $\mu$ m.

## II.2. Matériaux utilisés

### II.2.1. MEDAPOXY 812

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

#### Propriétés :

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

Les caractéristiques complètes de la résine époxy sont récapitulées dans le (Tableau II.1).

**Tableau II.1:** Caractéristiques générales de la résine époxy.

Propriétés	Unité	Valeur
Densité	g/ml	1,5
Viscosité Brookfield à 25 °C	mPa.S	17 sec (+2)
Teneur en sytène	%	39,5
Valeur acide	mg KOH/g	15,8

### II.2.2. Filler de noyaux des dattes (FND)

Les noyaux de dattes utilisées comme renfort dans cette étude sont issus des dattes de la variété de Deglet-Nour. La préparation des noyaux ont subi plusieurs prétraitements qui sont fait au laboratoire de chimie de l'ENSET :

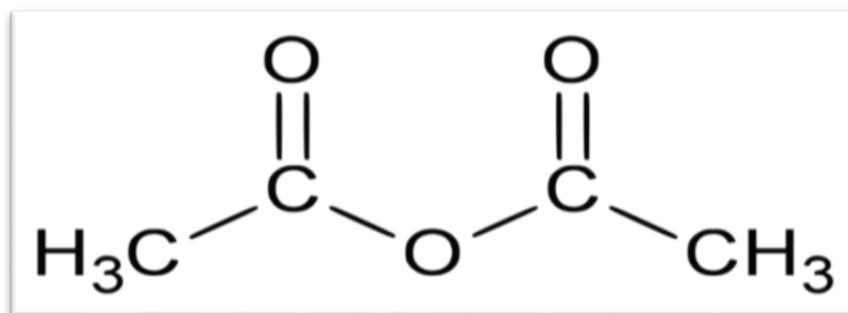
1. **Séparation pulpe- noyau** : La séparation pulpe- noyau est facile, elle se fait à la main.
2. **Lavage** : Nous avons procédé au lavage à l'eau chaude des noyaux pour enlever les traces de pulpe et toutes sortes d'impuretés qui collent à ces derniers.
3. **Broyage** : Après concassage des noyaux, le broyage a été réalisé au moyen d'un broyeur afin d'avoir une poudre très fine.
4. **Tamisage** : Après séchage de la poudre, Le tamisage a été réalisé suivant l'ordre décroissant des tamis (600, 500, 300 $\mu$ m) en utilisant une tamiseuse à vibration pour la détermination de la granulométrie.



**Figure II.1:** Types de renfort utilisés : (a) ND (b) FND250  $\mu$ m (c) FND180  $\mu$ m.

### II.2.3. Produit chimique utilisés

- **Anhydride acétique** : Fourni par BRITISH DRUG HOUSES LTD. Sa structure chimique est donnée sur la figure II.2.



**Figure II.2:** Structure chimique de l'Anhydride acétique.

Les propriétés d'anhydride acétique sont données dans le tableau II.2.

Tableau II.2: Propriétés de l'anhydride acétique.

Propriétés	Valeur
Pureté (%)	98
Masse molaire (g /mol)	102,09
Point d'ébullition (°C)	140
Densité	1,08

- **Acide Acétique** : Fourni par l'entreprise SIGMA-ALDRICH. Les propriétés de l'acide acétique sont données dans le tableau II.3.

Tableau II.3: Propriétés de l'acide acétique.

Propriétés	Valeur
Pureté (%)	99
Masse molaire (g /mol)	60,05
Densité	1,049

- **Acide sulfurique** : Fourni par FLUKA, il est utilisé comme catalyseur dans la réaction d'acétylation de la FND. Les propriétés d'acide sulfurique sont données dans le tableau II.4.

Tableau II.4: Propriétés de l'acide sulfurique.

Propriétés	Valeur
Pureté (%)	97
Masse molaire (g /mol)	98,08
Densité	1,83

## II.3. Elaboration de composites

## II.3.1. Protocole de traitement des Filler de noyaux des dattes (FND)

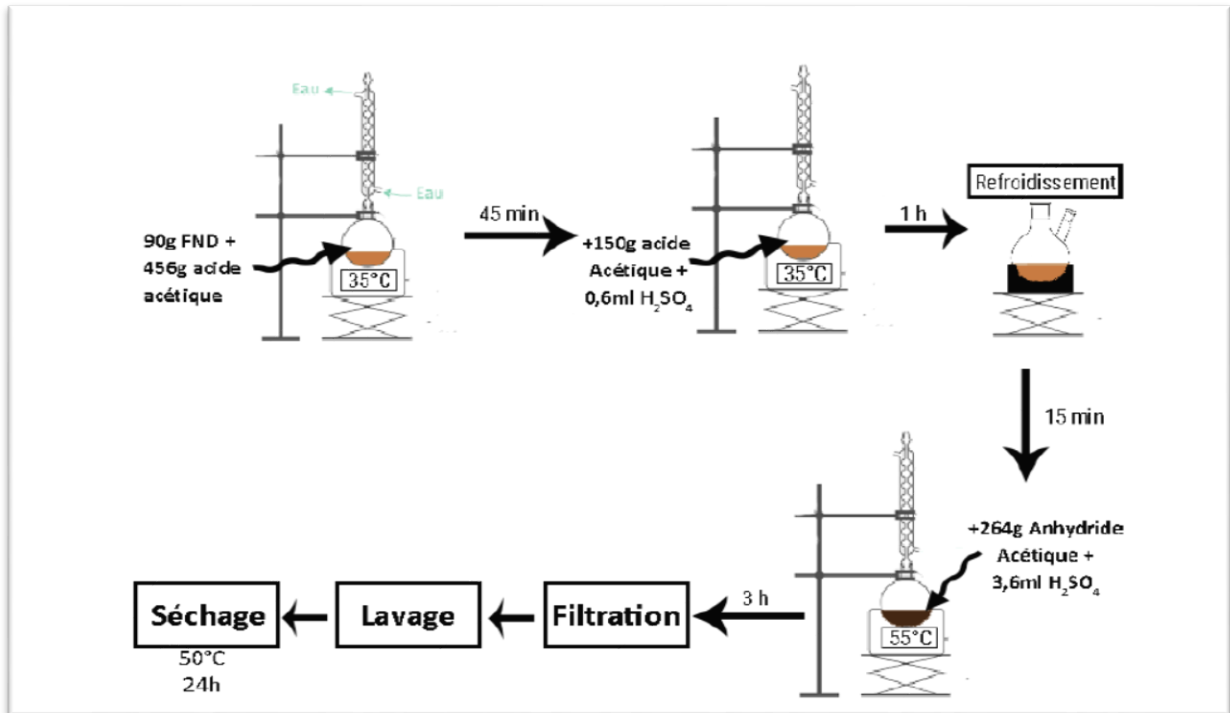


Figure II.3: Schéma du processus du traitement chimique de la FND.



Figure II.4: Installation du traitement chimique de la FND.

### II.3.2. Composites EPR/FND

#### II.3.2.1. Préparation des composites

Dans le cadre de cette étude, nous avons employé la méthode de moulage au contact pour fabriquer des composites. Cette technique est largement répandue en raison de sa simplicité et de son efficacité à température ambiante.

Le processus de préparation des échantillons se déroule comme suit :

1. **Préparation de la résine époxy** : Dans un premier temps, la résine époxy est mélangée avec le durcisseur dans des proportions spécifiques. Le mélange est effectué pendant environ 20 minutes pour assurer une dispersion homogène des composants. Les proportions courantes sont de 2/3 pour la résine époxy et de 1/3 pour le durcisseur.
2. **Incorporation du renfort** : Une fois la résine époxy et le durcisseur bien mélangés, on ajoute les fillers de noyau des dattes en proportions de 5, 7, 10, 15 et 20 pcr en poids de résine, distribuées de manière aléatoire.
3. **Mélange homogène** : Le mélange de résine époxy, de durcisseur et de particules de dattes est soigneusement agité à la main pour garantir une distribution uniforme du renfort dans la matrice polymère. Un brassage méticuleux est essentiel pour éviter les grumeaux ou les agglomérats de particules de dattes et assurer une dispersion homogène dans tout le mélange.
4. **Coulée dans un moule** : Une fois le mélange préparé, il est versé dans un moule approprié. Le moule est choisi en fonction de la forme souhaitée pour les échantillons. Une fois le mélange versé dans le moule, il est nivelé et uniformément réparti pour obtenir des échantillons de qualité.
5. **Durcissement à l'air libre** : Les échantillons sont laissés à l'air libre pour durcir pendant une période de 24 heures. Durant cette période, la résine époxy réagit avec le durcisseur, formant une matrice solide qui maintient les particules de dattes en place et confère au matériau ses propriétés renforcées. Puis soumises à une post-cuisson de 16 heures à 40°C.

La figure II.5 montre les étapes de préparation des différentes composites étudiées.



Figure II.5: Etapes de préparation des composites.

## II.4. Techniques expérimentales

### II.4.1. Préparation des échantillons et essais de caractérisation

On taille des pièces rectangulaires pour les essais mécaniques à partir de plaques de résine et de composite EPR/FND traité et non traité. On utilise une méthode douce avec une coupeuse diamantée en adoptant des vitesses d'avance et des profondeurs de coupe modérées. Cette technique permet de réduire l'échauffement des pendant la découpe et d'obtenir des échantillons avec une surface lisse et de qualité, idéales pour les essais.

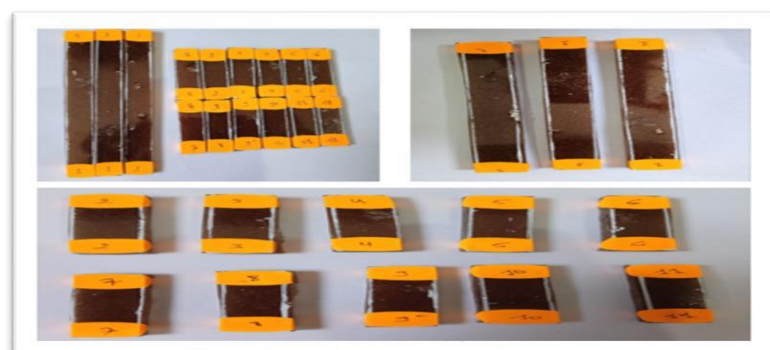


Figure II 6: Forme des éprouvettes.

## II.4.2. Essais mécaniques

### II.4.2.1. Essai de traction

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

Le test a été réalisé dans le laboratoire du Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI)/ Unité de Recherche en Mines et Métallurgie (URMM) située sur le campus BADJI MOKHTAR à Sidi Amar/Annaba, sur une machine universelle de traction, muni des accessoires nécessaires pour ce type d'essai (voir Figure II.7). La vitesse d'application est fixée à 5mm/min avec une charge maximale de 50KN. Des échantillons rectangulaires, issus de découpes dans des plaques du EPR/FND, sont utilisés conformément aux dimensions préconisées par les normes ASTM D5083 [34] et ASTM D3039 [35]. Cet essai de traction est crucial pour établir la relation contrainte – déformation dans une direction donnée.



Figure II.7: Dispositif d'essai de traction.

### II.4.2.2. Essai de résistance au choc

Le test de résistance au choc est une méthode pour évaluer la solidité d'un matériau en mesurant l'énergie absorbée lorsqu'il se casse. Le test ISO148-1 est le plus utilisé et consiste à libérer un pendule pour frapper un échantillon, causant sa rupture instantanée. Cela nous aide à comprendre si le matériau est plutôt fragile ou souple.

Pour le test suivant la norme NF EN ISO148-1[36], on utilise un appareil spécial de marque Sintco appelé Resil Impactor pour frapper rapidement l'échantillon avec beaucoup d'énergie, ce qui le casse également en un instant.



**Figure II.8:** Appareillage pour l'essai de la résilience.

### II.4.2.3. Micro durezza

La micro durezza est définie par les empreintes de petites dimensions, généralement de l'ordre de quelques microns. Dans la plupart des tests de micro durezza, la charge maximale appliquée est de 2 kg. Différentes méthodes de mesure de la micro durezza existent, telles que la durezza Vickers (HV), la durezza Brinell (HB), la durezza Rockwell (HRB et HRC) et la durezza de Mohs (MPa) [37].

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

$$HV = 1.854 \frac{F}{D^2} \quad (\text{Eq.II.1})$$

$$D = \frac{1}{2} (d_1 + d_2) \quad (\text{Eq.II.2})$$

Avec :

**F** = la charge appliquée.

**D** = la diagonale de l'empreinte.



(a) L'appareil utilisé pour la mesure

(b) L'empreinte

(c) Schéma représentatif de dureté Vickers

Figure II.9: Appareillage pour l'essai de Micro dureté.

### II.4.3. Essais physiques

#### II.4.3.1. Mesure de la densité des composites

La densité ( $d$ ) des fragments de résine et de composite a été mesurée conformément à la norme ISO 1183, méthode A [38], appropriée pour les matériaux avec une densité dépassant L'essai s'est déroulé en plusieurs étapes :

1. Préparation du pycnomètre.
2. Calibration de la balance.
3. Sélection d'un échantillon pesant entre 1 et 5g.
4. Placement de l'échantillon dans la corbeille et notation de la masse  $w_a$ .
5. Recalibration de la balance, suivie de l'immersion de l'échantillon dans le liquide d'immersion.
6. Calcul de la masse volumique en utilisant la formule appropriée.

$$d = \frac{w_a \cdot \rho(fl)}{w_a - w_{fl}} + 0.0012 \text{ g/cm}^3$$

(Eq.II.3)

Où :

 $w_a$ : poids de l'échantillon dans l'air, exprimé en g. $\rho(fl)$ : masse volumique du liquide d'immersion exprimée en  $\text{g/cm}^3$  (dans notre cas c'est l'eau  $\rho(fl)=1\text{g/cm}^3$ ). $w_{fl}$ : valeur absolue de la poussée hydrostatique, exprimé en g. $0,0012 \text{ g/cm}^3$  = masse volumique de l'air dans les conditions normales.  $\delta$

### II.4.3.2. Test d'absorption d'eau

Lors du test d'absorption d'eau, les biocomposites préparés ont été soigneusement séchés au laboratoire afin d'éliminer toute trace d'humidité préalable. Ensuite, 3 échantillons pour chaque formulation ont été placés individuellement dans des récipients contenant de l'eau distillée. Les échantillons ont été immergés pendant une période de 24 heures, une semaine et un mois, respectivement. Après chaque intervalle de temps spécifié, les échantillons ont été soigneusement retirés de l'eau et leur poids a été mesuré avec précision. Cette mesure permet d'évaluer la quantité d'eau absorbée par les biocomposites au fil du temps. En comparant les poids initiaux des échantillons avec les poids mesurés après chaque période d'immersion, il est possible de quantifier l'absorption d'eau et d'analyser la capacité des biocomposites à résister à l'humidité.

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

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

$$\Delta m (\%) = [(m - m_0) / m_0].100$$

(Eq.II.4)

Avec :

$m_0$  : La masse initiale des échantillons (g).

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

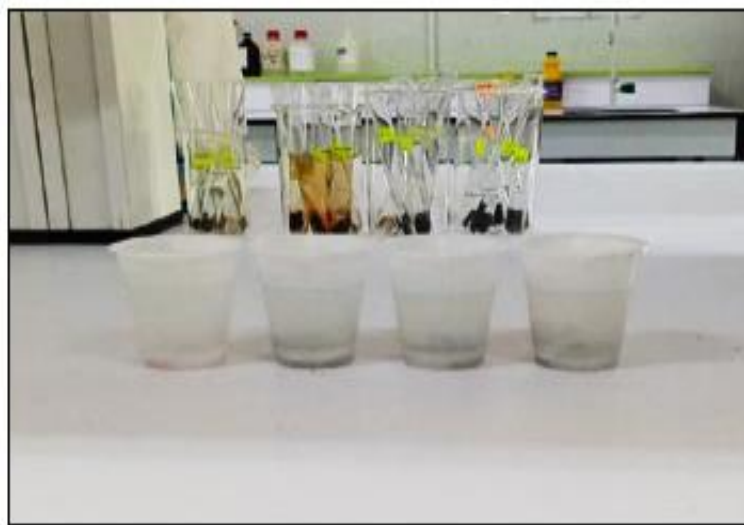


Figure II.10: Test d'absorption d'eau.

## II.4.4. Test de morphologie

### II.4.4.1. Microscopie optique

Au laboratoire de l'unité de Recherche en Mine et Métallurgie, nous avons utilisé un microscope optique pour réaliser le test de morphologie. Ce test nous permet d'observer et d'analyser les diverses caractéristiques des échantillons, offrant ainsi une visualisation détaillée sur la dispersion des fillers dans la matrice polymérique, ainsi que la présence des vides ou des microvoids.



Figure II.10: Appareillage pour microscopie optique.

## II.5. Conclusion

Dans ce chapitre, on a présenté les différents matériaux utilisés ainsi que le protocole de traitement des noyaux de dattes. Ensuite nous avons présenté la méthode de l'élaboration qu'on a choisie pour la confection de notre biocomposite et les protocoles expérimentaux pour les différents essais réalisés sur les biocomposite élaboré telle que les essais physiques (densité et l'absorption d'eau) et les essais mécaniques (essai de traction, l'essai de choc et l'essai de dureté).

Le chapitre III sera consacré pour le traitement des résultats obtenus à partir des différents essais présentés dans le présent chapitre.



# **Chapitre III : Résultats et discussions**

### III.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous allons analyser les éprouvettes préparées et utilisées pour effectuer les essais physiques et mécaniques. Par la suite, nous allons interpréter les caractéristiques physico-mécaniques résultant de ces essais (Absorption d'eau, densité, traction, Choc, dureté).

### III.2. Caractérisation de la farine des noyaux de dattes

#### III.2.1. Caractérisation physico-chimique de la farine des noyaux de dattes

Cette première partie rassemble les différents résultats de la caractérisation physico-chimique de fillers des noyaux de dattes brute (FND) et de fillers des noyaux de dattes traitée (FNBT), telles que la densité, le taux d'humidité et le taux de matière sèche obtenus expérimentalement.

Les différents résultats obtenus sont enregistrés dans le tableau III.1.

**Tableau III.1:** Caractéristiques physico-chimiques de la FND et la FNBT.

Caractéristiques	FND	FNBT
Densité	0,74	1,02
Taux de matière sèche (%)	87,5	84,5
Taux d'humidité (%)	10,50	11,50

D'après les résultats montrés dans le tableau III.1, on constate que les fillers des noyaux de dattes traitée présentent une densité supérieure à celle non traitée. On peut justifier cette augmentation de densité par le rapprochement des microfibrilles de cellulose après le traitement chimique des fillers des noyaux de dattes qui augmente la densité.

Les résultats montrent aussi que le taux de matière sèche est diminué après le traitement des fillers de noyaux de datte, une diminution de 3% est enregistrée. Cela est justifié par l'élimination de la plupart de l'hémicellulose et la lignine contenue dans les fillers des noyaux de datte, donc la quantité ou le taux de matière sèche diminue. Ce qui concerne le taux d'humidité, une augmentation de 1% a été enregistrée après traitement. Cela est probablement dû au traitement chimique.

### III.3. Caractérisation des composites EPR/FND

#### III.3.1. Caractérisation mécanique

##### III.3.1.1. Contrainte à la rupture

Les variations des caractéristiques en traction, notamment, la contrainte à la rupture, en fonction du taux et tailles des fillers ainsi que le traitement chimique de noyaux des dattes sont représentées par les figures III.1 et III.2.

##### ✚ Effet du taux de charge et tailles des fillers

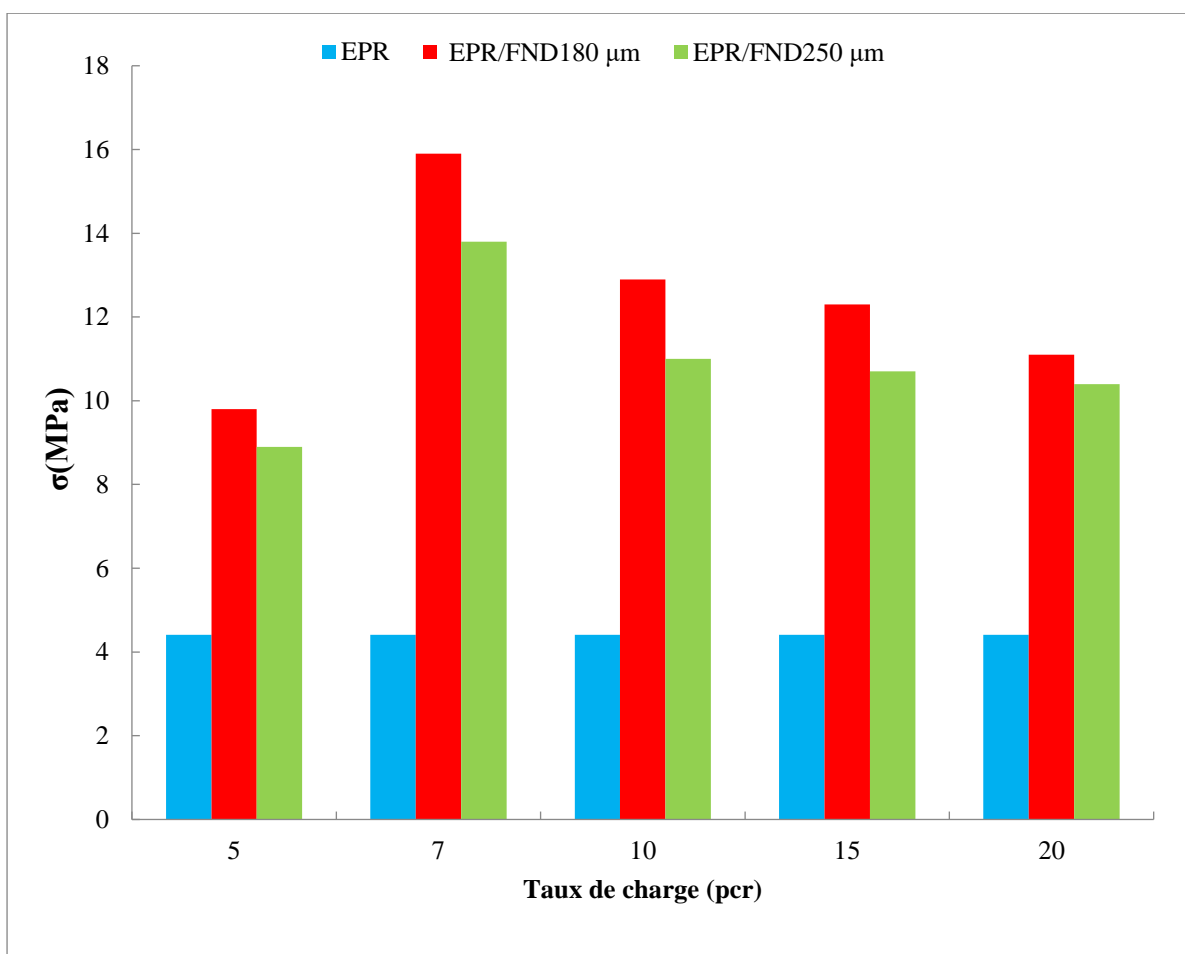


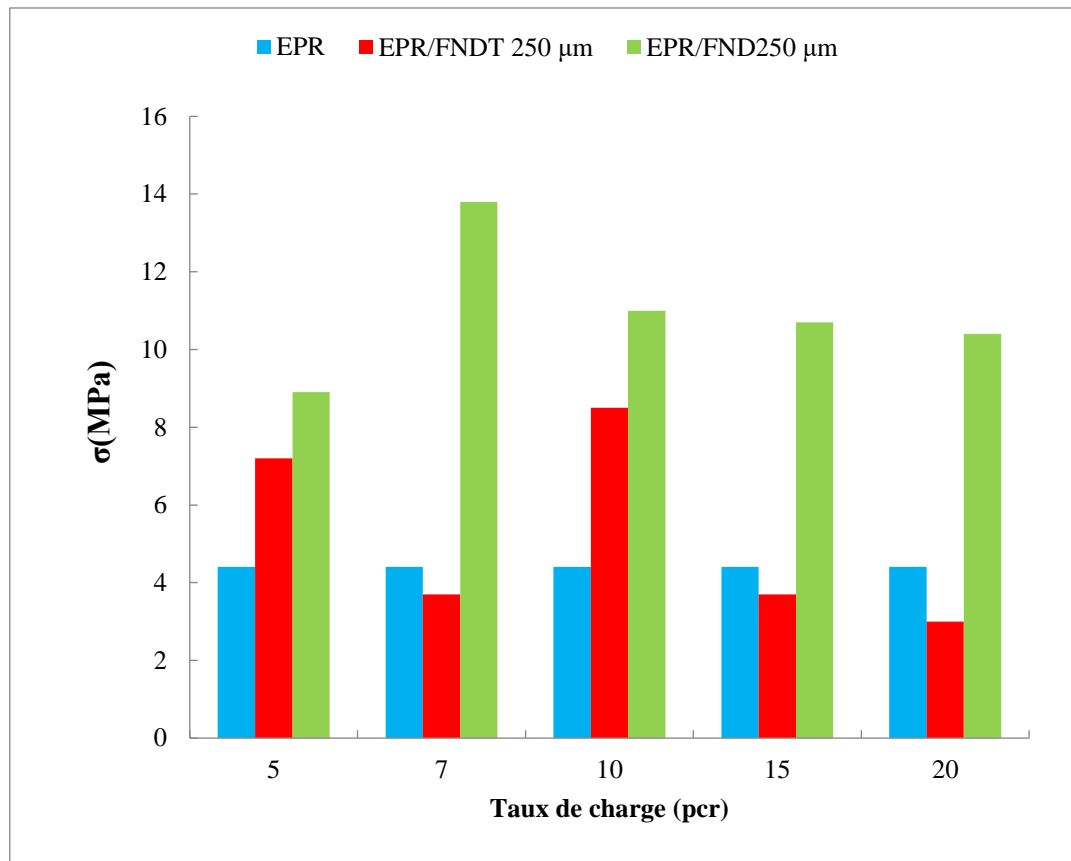
Figure III.1: Contrainte à la rupture des biocomposites EPR/ FND.

Les propriétés mécaniques des biocomposites dépendent non seulement à la nature des charges et le type de résine utilisées mais il est relié aux plusieurs facteurs, telles que la dispersion des fillers, la quantité d'air formé lors du malaxage et l'absorption d'eau.

D'après la figure III.1, qui montre la variation de la contrainte en fonction du taux de charge et tailles des fillers, On observe que la contrainte à la rupture des biocomposites résine Epoxy EPR/FND no

traité en fonction du taux de charge sont supérieurs à ceux de la matrice (EPR), ce qui confirme que les particules naturelles améliorent les propriétés mécaniques. Pour les biocomposites de 180  $\mu\text{m}$ , nous constatons que les biocomposites renforcés à 7 pcr présentent la plus haute résistance à la traction, cette résistance diminue pour les composites de 15 pcr et 20 pcr.

#### ✚ Effet du traitement chimique



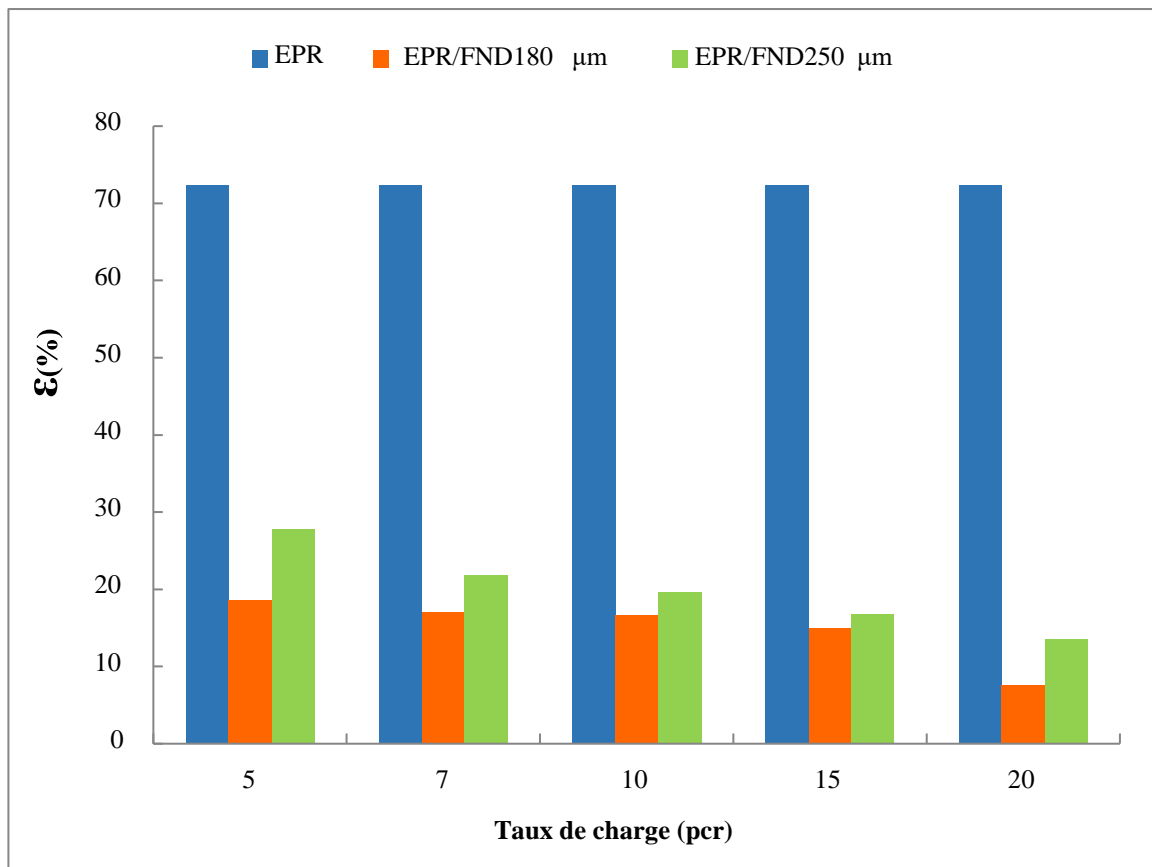
**Figure III.2:** Contrainte à la rupture des biocomposites EPR/ FNDT.

D'après la figure III.2, on constate baisse des résistances à la traction par l'augmentation de taux de charge, Cette diminution est plus remarquable dans le cas des fillers traité chimiquement, est dû à l'augmentation de la surface de contact, d'où l'affaiblissement des interactions entre la matrice et le renfort. Ce résultat est en accord avec plusieurs travaux de recherche [39]. On constate aussi qu'après le traitement chimique de la FND, on remarque une diminution de la contrainte par rapport aux composites préparés avec la FND no traité. Cela peut être attribué à la dégradation de la cellulose lors de l'acétylation, ce qui se traduit par la suite par une dépolymérisation de cette dernière et une perte de la cristallinité conduisant à une chute de ses propriétés mécaniques ces résultats est en concordance avec littérature [40, 41].

### III.3.1.2. Allongement à la rupture

L'évolution de l'allongement à la rupture des composites EPR/FND et EPR/FNDT avec 5, 7, 10, 15 et 20pcr de charge sont représentées sur les figures III.3 et III.4.

#### ✚ Effet du taux de charge et tailles des fillers



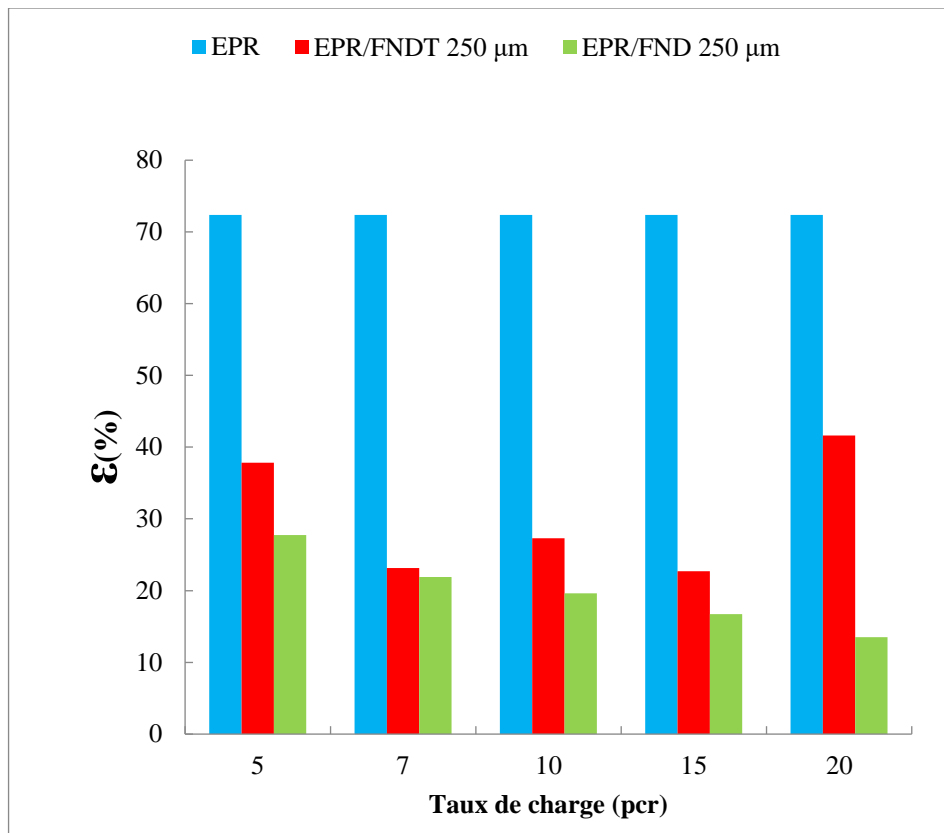
**Figure III.3:** Déformation à la rupture des biocomposites EPR/ FND.

La figure III.3 représente la variation de la déformation à la rupture des différents biocomposite en fonction du taux de charge et tailles des fillers,

D'après cette figure, On remarque que la tendance de l'ensemble des biocomposite en fonction du taux de charge et tailles des particules est caractérisée par une baisse importante de l'allongement en le comparant à celui de l'EPR vierge. En effet l'allongement passe de 72,35% pour EPR vierge à 13,5 % pour les composite EPR/FND 250μm et 7,62% pour les composites EPR/FND180 μm (20pcr en charge).

On constate aussi que les valeurs de la déformation des biocomposite EPR/ FND180 μm sont inférieures à celle avec les biocomposite EPR/ FND 250μm.

### ✚ Effet du traitement chimique



**Figure III.4:** Effet du traitement de surface sur la déformation à la rupture des biocomposites EPR/ FND.

La figure III.4 montre la variation de l'allongement à la rupture en fonction de taux de charge et traitement de surface. En comparant les résultats des différents composites, on peut voir que les biocomposite EPR/FNDT donne des valeurs de la déformation à la rupture inférieur à celle des composite vierge (EPR), En effet l'allongement passe de 72,35% pour EPR vierge à 22,7% pour les composite EPR/FNDT 250μm et avec un taux de charge 15pcr.

#### III.3.1.3. Essai de choc

L'évolution de la résilience des composites EPR/FND avec 5, 7, 10,15 et 20pcr de charge et deux tailles de renfort sont représentées sur la figure III.5.

### ✚ Effet du taux de charge et tailles des fillers

La figure III.5, représente la variation de la résilience des biocomposites résine Epoxy EPR/ FND no traité en fonction du taux de charge et tailles des fillers.

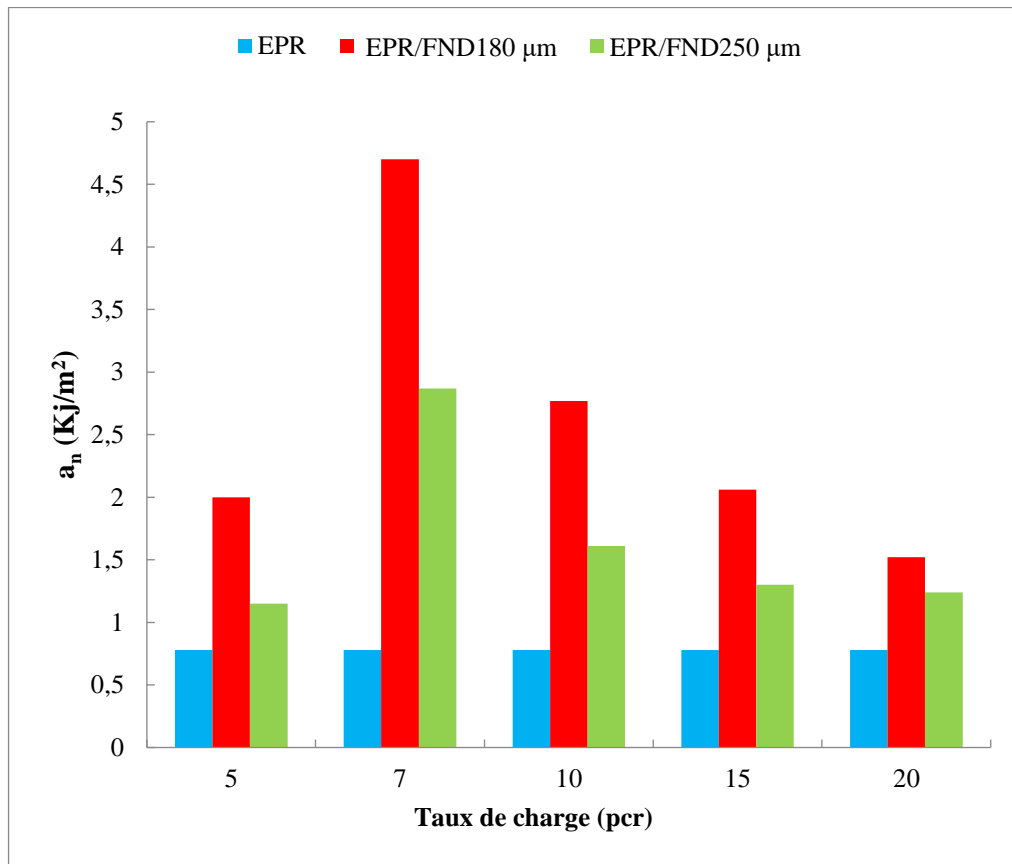
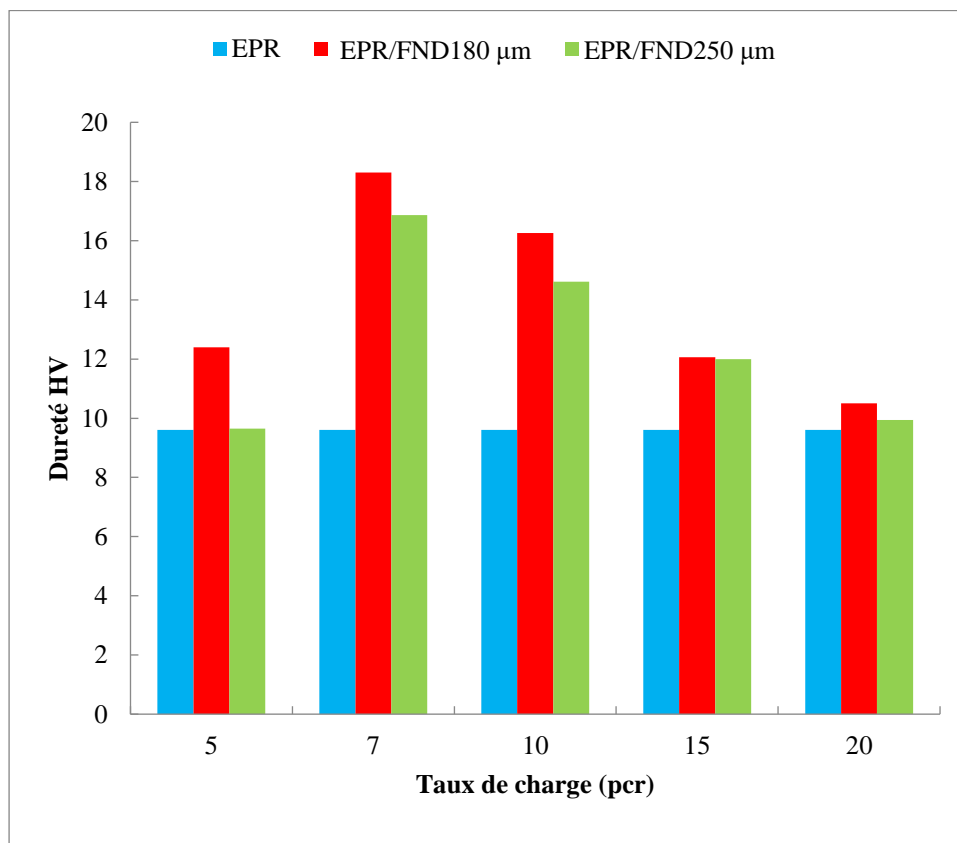


Figure III.5: Variations de la résilience des biocomposites EPR/ FND.

D'après la figure III.5 qui donnant les variations de la résistance au choc des composites EPR/FND en fonction du taux de charge et taille de renfort, on peut montrer que la résilience varie avec l'ajout de charge et nous avons enregistré une augmentation de cette résilience pour le taux de 7pcr suivie d'une diminution lorsque la teneur en charge augmente. Ceci semble suggérer que les composites présentent différentes dispersions dépendamment des taux de charge incorporés et que lorsque celui-ci atteint 7pcr, la distribution du renfort au sein de la matrice devient optimale.

#### III.3.1.4. Test de Micro dureté

Le test de micro dureté a été effectué en utilisant la machine Buehler Micromet 3 Micro Hardness Tester. Le pénétrateur exerce une force de 100 gf sur les échantillons. Les résultats de ce test sont présentés dans la figure III.6.



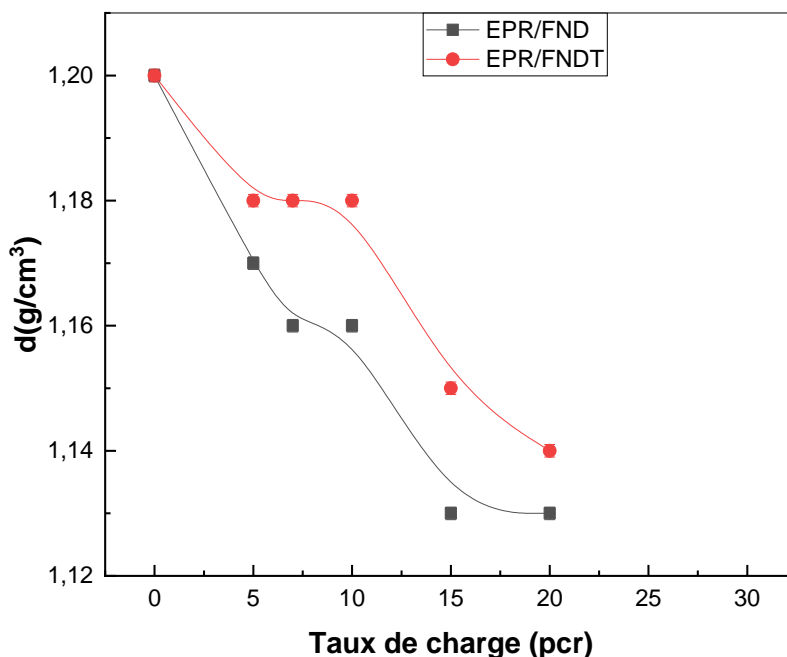
**Figure III.6:** Variations de la dureté des biocomposites EPR/ FND.

La figure III.6, montre la variation de la dureté des biocomposite résine Epoxy EPR/ FND en fonction du taux de charge et tailles des fillers. A partir de cette figure on observe une augmentation de la dureté des biocomposite avec filler des noyaux de dattes par rapport EPR vierge, on peut justifier cette augmentation de dureté des biocomposite par la nature de renfort utilisée ainsi que la tailles de ce dernier qui joue un rôle très important dans la distribution des particules dans la matrice. En autre une diminution de la dureté est observée pour les taux les plus élevés, à savoir 15 et 20pcr.

### III.3.2. Caractérisation physique

#### III.3.2.1. Test de densité

Les résultats du test de densité des composites EPR/FND et EPR/FNDT pour les différents taux de charge sont présentés sur la figure III.7.



**Figure III.7:** Variations de la densité des biocomposites EPR/ FND et EPR/FNDT.

D'après la figure III.7, on constate que l'incorporation de filler des noyaux de datte dans la résine époxy conduit à l'obtention de composites à faible densité.

En effet, la figure III.7, montre l'évolution de la densité en fonction du taux de charge, nous observons que l'augmentation du taux de charge (5pcr, 7pcr, 10pcr, 15pcr et 20pcr) affiche une tendance à la diminution de la densité des biocomposites résine époxy EPR/FND. En effet cette incorporation dans la matrice époxy entraîne l'obtention d'un matériau léger.

### III.3.2.2. Test d'absorption d'eau

Les échantillons de composite vierge et biocomposite avec filler de noyaux des dattes traité et non traité ont été immergés dans l'eau et leur masse a été mesurée après 1h, 24h, 168h et 720h.

Les résultats du test d'absorption d'eau sont présentés par la figure III.8, III.9, III.10, III.11 et III.12.

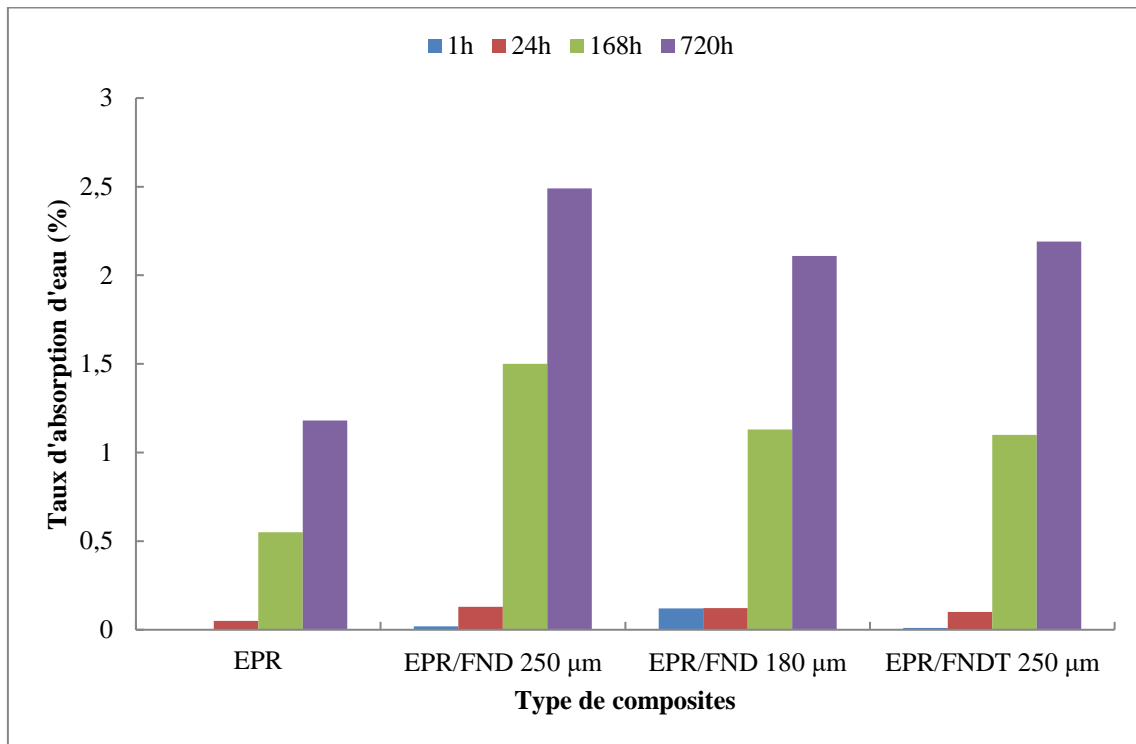


Figure III.8: Variation de taux d'absorption d'eau des composites vierges et EPR/FND 5pcr.

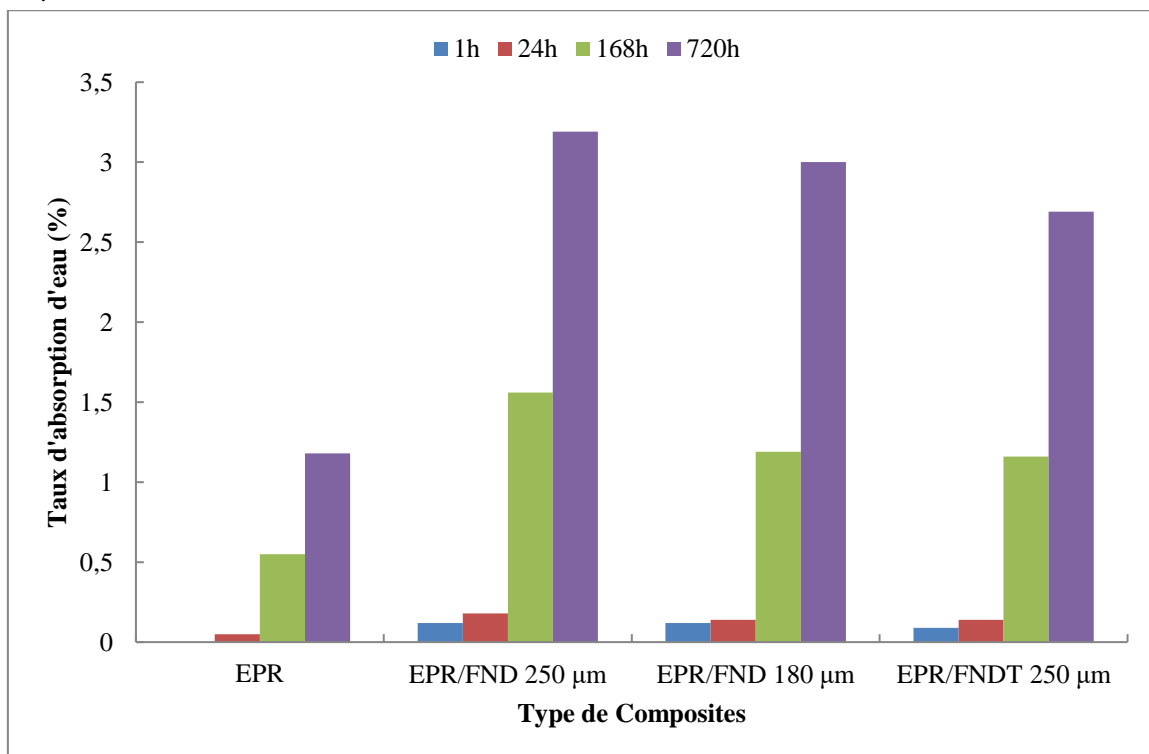


Figure III.9: Variation de taux d'absorption d'eau des composites vierges et EPR/FND 7pcr.

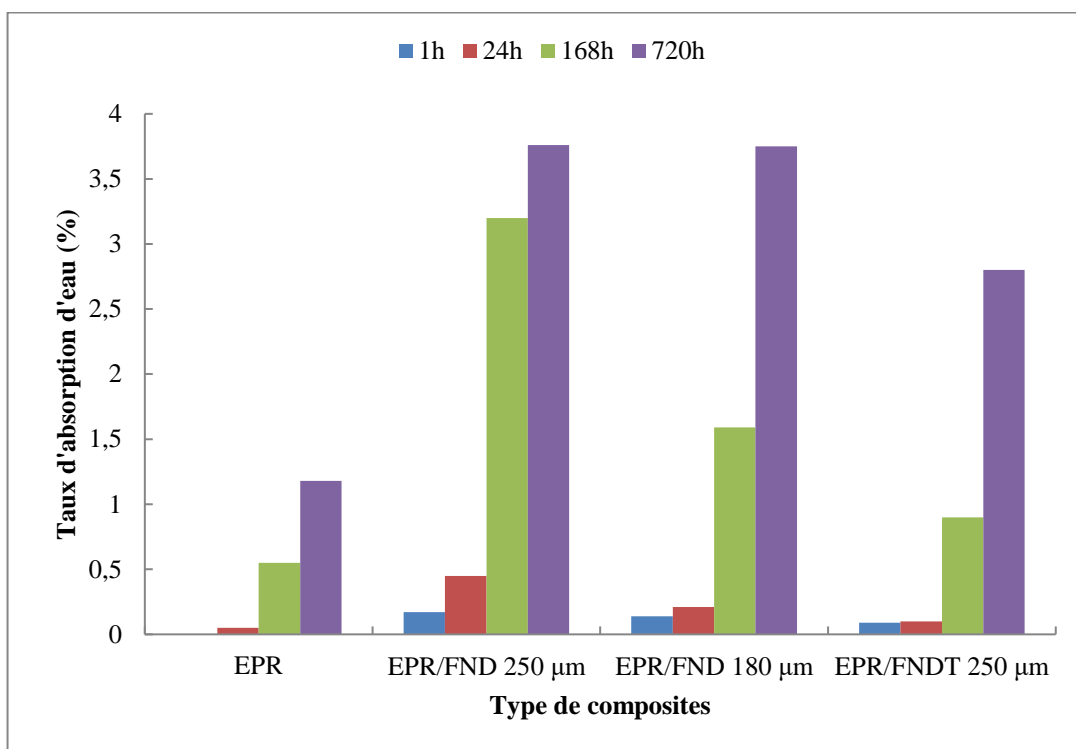


Figure III.10: Variation de taux d'absorption d'eau des composites vierges et EPR/FND 10pcr.

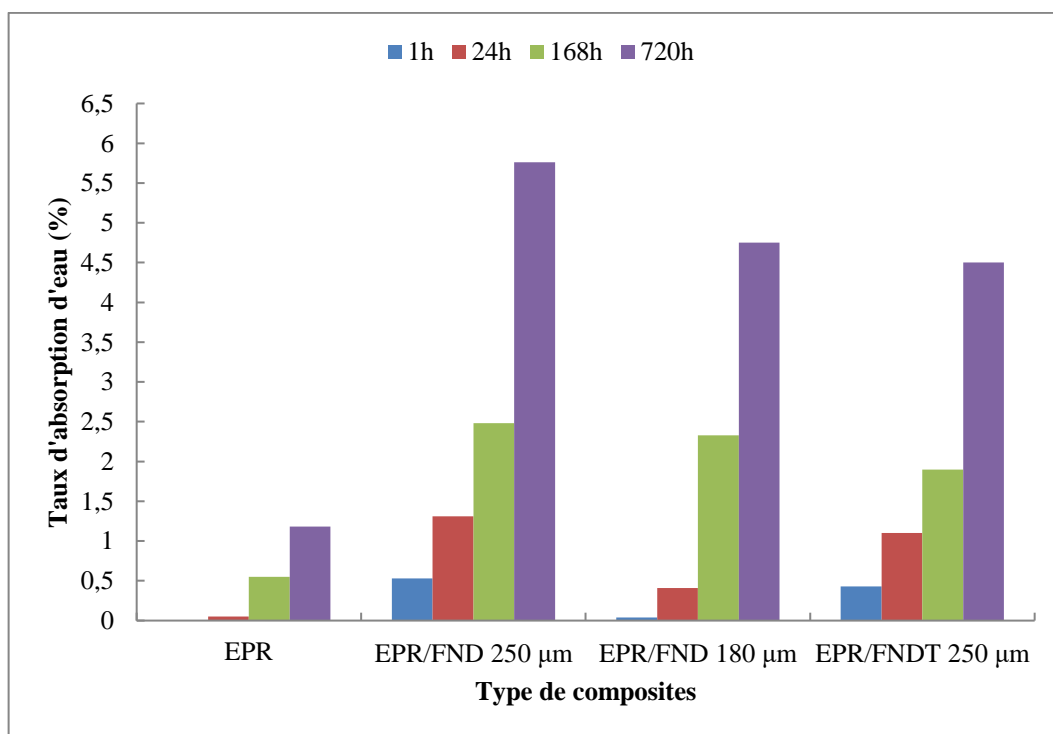
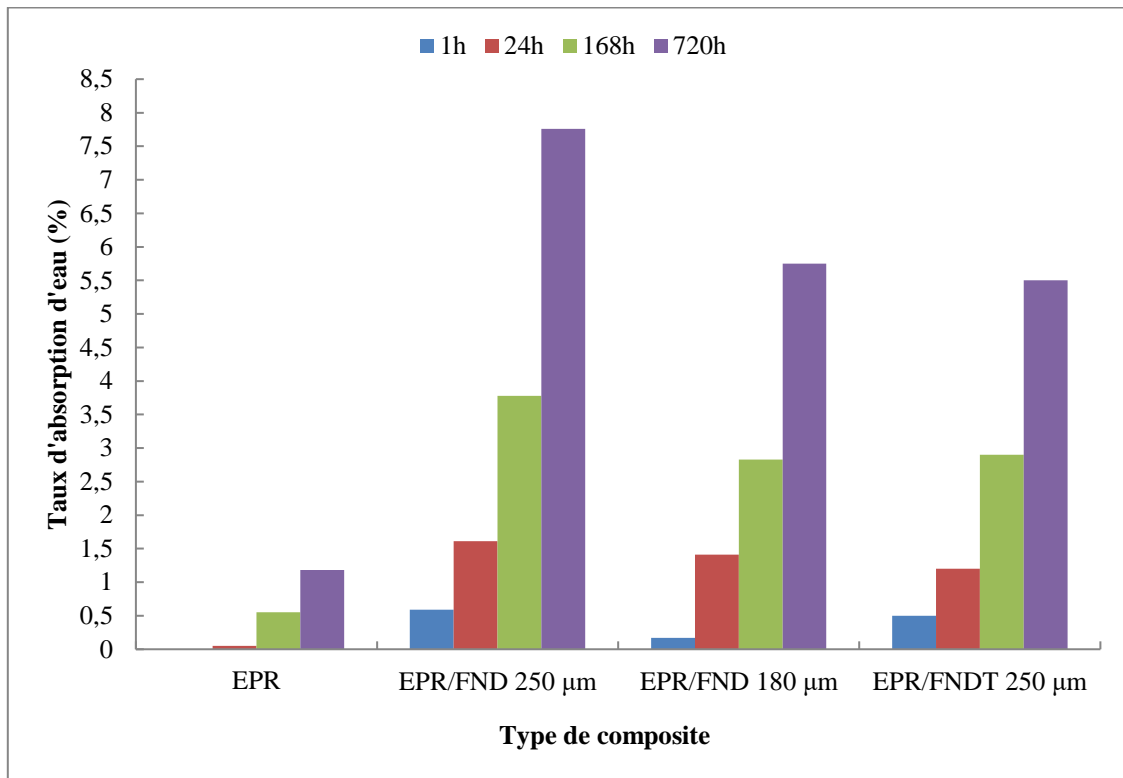


Figure III.11: Variation de taux d'absorption d'eau des composites vierges et EPR/FND 15pcr.



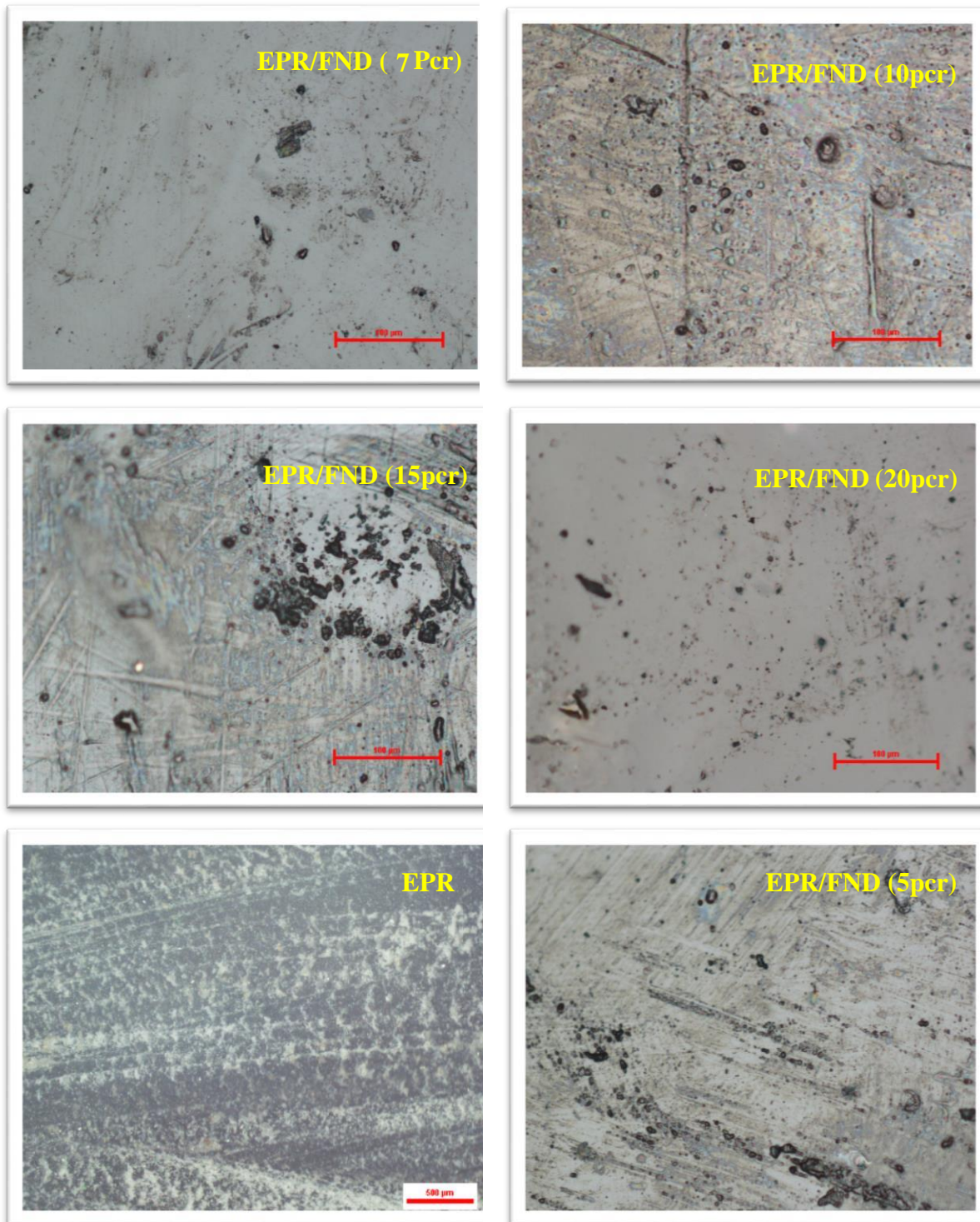
**Figure III.12:** Variation de taux d'absorption d'eau des composites vierges et EPR/FND 20pcr.

Selon les figures (III.8 – III.12), on peut remarquer que tous les composites ont absorbé de l'eau pendant la période de test. Les composite vierge (sans charge) présente la plus faible absorption d'eau avec seulement 1,16 % après 720 heures. On peut remarquer aussi que la capacité d'absorption d'eau des biocomposite EPR/FND varie en fonction du pourcentage de fillers. Les biocomposite avec 20pcr présentent le taux d'absorption le plus élevé. Ceci peut être expliqué par la nature hydrophile des fibres naturelles, ce qui signifie qu'elles ont une affinité pour l'eau et ont tendance à absorber l'humidité. Cela est dû à la présence de groupes fonctionnels dans leur structure chimique, tels que les groupes hydroxyle (OH), qui sont polaires et interagissent avec les molécules d'eau.

On comparaison les résultats des biocomposite EPR/FND 250 µm et les biocomposite EPR/FNDT 250 µm, on constate qu'après le traitement de la surface par l'anhydride acétique l'absorption d'eau à diminuer par rapport au biocomposite non traité ce qui justifié par l'effet de traitement chimique des groupes hydroxyle des fillers des noyaux de dattes qui réduit l'absorption d'eau dans les biocomposites.

#### III.4. Microscopie optique

Les images obtenues par le microscope optique sont présentées dans la figure III.13.



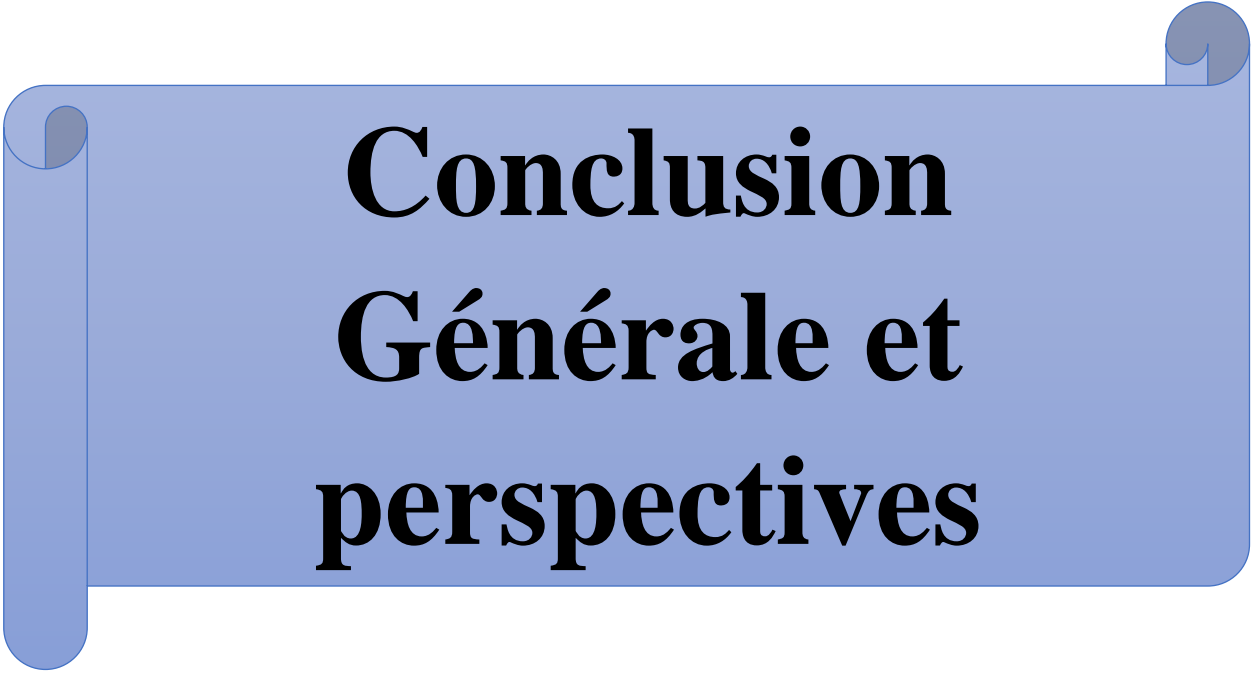
**Figure III.13:** Microscopie optique des biocomposites.

D'après la figure III.13 qui montre l'observation des images au microscope optique, nous remarquons tout d'abord la présence de bulles d'air dans tous les composites, ce qui signifie que la présence des fillers des noyaux de dattes réduit la formation de bulles d'air. De plus, nous constatons que les fillers des noyaux de dattes ne sont pas répartis de manière homogène dans les composites. Ces deux observations sont très probablement dues au processus de fabrication.

### III.5. Conclusion

En conclusion, l'élaboration et la caractérisation d'un biocomposite à base d'époxy renforcé par des fillers des noyaux de dattes traité et no traité avec deux tailles a savoir 250  $\mu\text{m}$  et 180  $\mu\text{m}$  et différentes concentrations (5,7,10,15 et 20pcr) ont permis d'obtenir des informations essentielles sur les propriétés du matériau composite :

- Après modification chimique des fillers des noyaux de dattes, la densité et le taux d'humidité ont augmenté et le taux de la matière sèche a diminué.
- La contrainte à la rupture des biocomposites résine Epoxy EPR/FND no traité en fonction du taux de charge sont supérieurs à ceux de la matrice (EPR).
- Les biocomposites EPR/FND 180  $\mu\text{m}$  présentent des résistances en traction supérieur en comparaison avec les biocomposite EPR/FND 250  $\mu\text{m}$ .
- Les biocomposites EPR/FND 180  $\mu\text{m}$  renforcés à 7 pcr présentent la plus haute résistance à la traction, cette résistance diminue pour les composites de 15pcr et 20pcr.
- La variation de la déformation à la rupture des différents biocomposite en fonction du taux de charge et tailles des fillers, montre que l'ensemble des biocomposite est caractérisée par une baisse importante de l'allongement en le comparant à celui de l'EPR vierge.
- Les variations de la résistance au choc des composites EPR/FND en fonction du taux de charge et taille de renfort, montrent que la résilience varie avec l'ajout de charge, une augmentation de cette résilience pour le taux de 7pcr suivie d'une diminution lorsque la teneur en charge augmente.
- La micro dureté a fourni des informations sur la dureté locale du biocomposite, indiquant que l'ajout de particules de dattes peut renforcer la matrice époxy à certaines concentrations de particules.
- Les résultats de l'absorption d'eau montrent que la capacité d'absorption d'eau des échantillons varie en fonction du pourcentage de renfort. Ceci est observé pour les composites à 15pcr et 20pcr de renfort, qui présentent les taux d'absorption le plus élevé.



**Conclusion  
Générale et  
perspectives**

## Conclusion générale et perspectives

---

Afin de promouvoir l'utilisation des déchets dans la construction civile, un biocomposite à base de déchets de composantes végétaux sont développés et étudiés.

Cette étude ouvre la voie à de nouvelles recherches pour optimiser les propriétés du biocomposite en modulant la taille et la concentration des particules de dattes. Ce biocomposite est élaboré à partir des déchets des noyaux de datte comme renfort et une résine Epoxy comme matrice. Nous nous sommes intéressés particulièrement dans ce travail au problème d'adhésion interfaciale matrice-charge en raison de la polarité différente des deux constituants. Pour cela, on a opté dans cette étude approfondie sur l'optimisation de la dispersion des particules, la modification de la surface des particules pour renforcer l'adhérence avec la matrice époxy et l'exploration de nouvelles techniques de caractérisation pour une évaluation plus complète des propriétés du matériau sont des axes de développement futurs prometteurs.

Plusieurs techniques ont été utilisées pour caractériser les fillers des noyaux de dattes traitée (FNNT) et non traitée (FND). L'effet de la taille et de traitement chimique sur les propriétés physico-mécaniques des biocomposites élaborés a été aussi étudié.

L'analyse des différents résultats expérimentaux enregistrés, nous ont permis de tirer les principales conclusions suivantes :

### ❖ Caractérisation de la FNNT

- Après modification chimique des fillers des noyaux de dattes, la densité et le taux d'humidité ont augmenté et le taux de la matière sèche a diminué.

### ❖ Caractérisation des composites EPR/FND

- La contrainte à la rupture des biocomposites résine Epoxy EPR/FND no traité en fonction du taux de charge sont supérieurs à ceux de la matrice (EPR).
- Les biocomposites EPR/FND 180  $\mu\text{m}$  présentent des résistances en traction supérieur en comparaison avec les biocomposite EPR/FND 250  $\mu\text{m}$ .
- Les biocomposites EPR/FND180 $\mu\text{m}$  renforcés à 7 pcr présentent la plus haute résistance à la traction, cette résistance diminuent pour les composites de 15pcr et 20pcr.
- La variation de la déformation à la rupture des différents biocomposite en fonction du taux de charge et tailles des fillers, montre que l'ensemble des biocomposite est caractérisée par une baisse importante de l'allongement en le comparant à celui de l'EPR vierge.
- Les variations de la résistance au choc des composites EPR/FND en fonction du taux de charge et taille de renfort, montrer que la résilience varie avec l'ajout de charge, une augmentation de cette résilience pour le taux de 7pcr suivie d'une diminution lorsque la teneur en charge augmente.
- La micro dureté a fourni des informations sur la dureté locale du biocomposite, indiquant que l'ajout de particules de dattes peut renforcer la matrice époxy à certaines concentrations de particules.
- Les résultats de l'absorption d'eau sont acceptables.

## Conclusion générale et perspectives

---

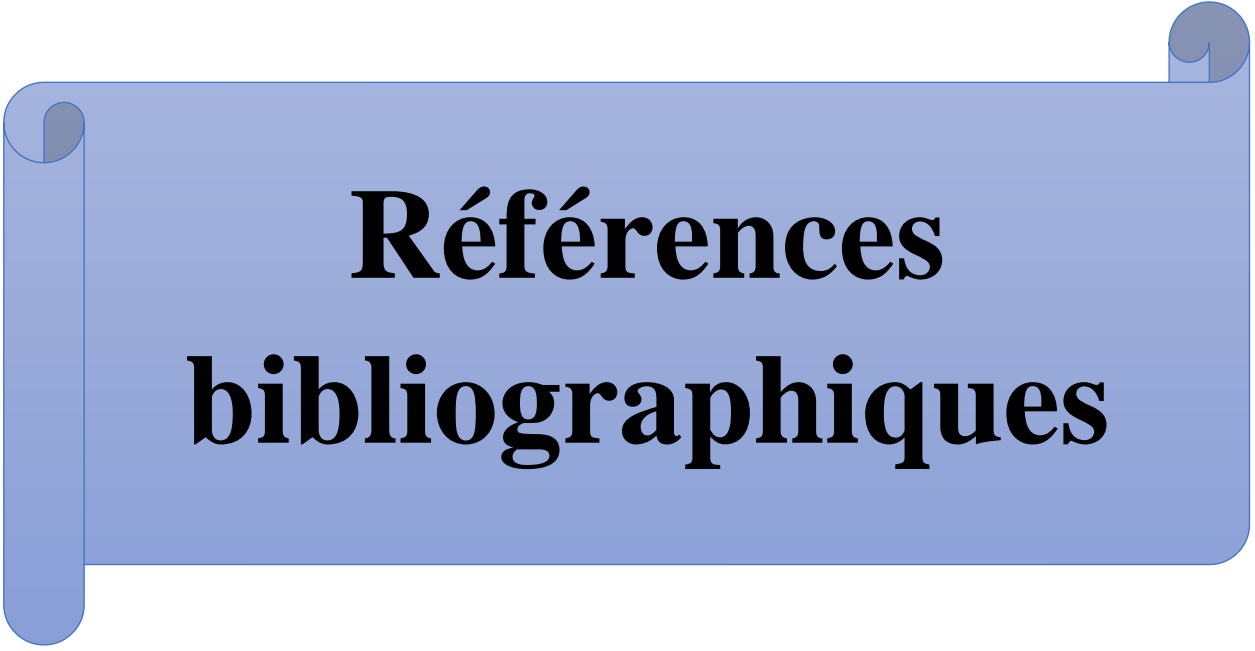
En tant que nous sommes des ingénieurs en génie civil, cette étude nous permet de contribuer à l'avancement des connaissances dans le domaine des matériaux composites durables et respectueux de l'environnement, offrant des perspectives pour des applications dans divers secteurs.

### Perspectives

Il serait intéressant de poursuivre cette recherche :

- En utilisant d'autres techniques de caractérisation (MEB, ATG, FTIR,...) des composites élaborés.
- En étudiant l'influence d'autres types de traitement de la FND.

Ce travail doit être aussi complété par une étude technico-économique.



**Références  
bibliographiques**

## Références bibliographiques

---

- [1] Neher, B; Bhuiyan, R; Kabir, H; Qadir, R; (2014), Study of Mechanical and Physical Properties of Palm Fiber Reinforced Acrylonitrile Butadiene Styrene Composite, Materials Sciences and Applications, pp 39-45.
- [2] Boudenne, A ;(2003), Etude expérimentale et théorique des propriétés thermo physiques de matériaux composites à matrice polymère, Thèse de Doctorat, Université PARIS XII.
- [3] Bouzouita, S ; (2011), Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel, Thèse de Doctorat, l'École Centrale de Lyon.
- [4] Avila, A.F; Paulo, C.M; Santos, D.B; Fari, C.A; (2003), a dual analysis for recycled particulate composites: linking micro- and macro-mechanics, Materials Characterization,50 PP 281–291.
- [5] EL Hadji Babacar, L. Y;(2008), Nouveaux matériaux composites thermo formables à base de fibres de cellulose, Thèse de Doctorat, L'INP Grenoble.
- [6] Djoudi,T; (2019), Elaboration et caractérisation de composites bio-sources à base de fibres de palmier dattier, Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider de Biskra.
- [7] Guo-Hua Delmas ; (2011), Structure et Application l'Elaboration à de Résine Epoxy, Thèse de Doctorat, Université de Toulouse.
- [8] Bardonne, P;(1992), Propriétés des résines époxydes Résines époxydes (EP) -Composants et propriétés, Réf : A3465 v1.
- [9] Kessouri, N ; Kenane, F ;(2016), Développement et application d'une peinture époxydique monocouche anticorrosion à faible teneur en COV, Thèse de Master, Université A. M. Oulhadj – Bouira.
- [10][https://fr.jhd-material.com/knowledge/analysis-of-epoxy-resin-formulation-that technicians-must-understand](https://fr.jhd-material.com/knowledge/analysis-of-epoxy-resin-formulation-that-technicians-must-understand), 02/02/2025
- [11] <https://www.castrocompositesshop.com/fr/16-pigments-charges-et-additifs/> 02/02/2025
- [12] <https://resinpro.fr/pro500/additifs-resine/>?, 19/02/2025
- [13] <https://www.stardustcolors.com/content/63-composants-resine>19/02/2025
- [14] <https://tuball.com/fr/carbon-nanotube-products/20325/02/2025>
- [15] Belhadj Ahmed, F ; (2016), Eude de la diffusion d 'un matériau composite « résine époxy », Université des sciences et de la technologieMouhamed Boudiaf, Oran.
- [16] Moumene, T ; (2022), Les composites, Diplôme de Master, UniversitéIbn Khaldoun de Tiaret.

- [17] Nedjma, S ; (2010), Effet du désencrage et du traitement de surface sur les propriétés physico-mécaniques et thermiques des composites pvc/fibre de papier journal, Université Abderahmane Mira Bejaia.
- [18] Baloul, A ; Bengorir, L ;(2021), Caractérisation des fibres végétales locales, Diplôme de Master, Université Abderahmane Mira Bejaia.
- [19] Negoudi, A ; Khinech, S ; (2015), Étude de comportement mécanique des composites biosourcées, Diplôme de Master, Université Kasdi Merbah, Ouargla.
- [20] Nacer, H ;(2020), Effet des différentes méthodes d'extractions de traitements des fibres végétales (palmier dattier) sur les propriétés mécaniques, Diplôme de Master, Université Mouhamed Khider de Biskra.
- [21] Gandini, A ; Belgacem M. N ;(2002), La chimie des substances renouvelables,  
L'actualité chimique, pp 6-14.
- [22] Dovid, S ;(2007), Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibre de chanvre/ciment, Influence sur les propriétés mécaniques du composite, Thèse de doctorat Université de Limoges.
- [23] Ferhat, H ; Hamadene, S ;(2018), Elaboration d'un matériau composite thermodurcissable à base résine polyester/fibres de verre /déchet de fibres de jute, Diplôme de Master, Université M'hamed Bougara - Boumerdès.
- [24] Lecheb, F ; (2010), Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique de la matière grasse du noyau des dattes : essai d'incorporation dans une crème cosmétique de soin, Université m'hamed Bougara de Boumerdes.
- [25] Khali, M ;Boussena, Z ;Boutekrabort, L ; (2013), Effet de l'incorporation de noyaux de dattes sur les caractéristiques technologiques et fonctionnelles de la farine de blé tendre, Université Saad Dahlab.
- [26] Khenchelaoui, S (2021), Valorisation des noyaux issus des différentes variétés de dattes dans le traitement des effluents industriels, Thèse de doct, Ecole Nationale Polytechnique.
- [27] I. Adrar ;(2016), Utilisation des noyaux des dattes pour l'élimination des ions Fe<sup>+3</sup> en solution aqueuse, Mémoire de master, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.
- [28] Mezzou Aghilas, M ; (2012), Etude d'une Sollicitation hors axe d'un composite unidirectionnel (verre e/époxyde) : cas de la traction, Mémoire de master, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.
- [29] Djaidja, F ; Saddouk, A ;(2022), Etude et caractérisation de l'effet des traitements chimiques par NaOH sur la morphologie structurelle des fibres végétales, Mémoire de Master, Université Mouhamed Boudiaf - M'SILA.

- [30] Bourahli, M.E.H ;(2018), Caractérisation d'un composite verre époxy, Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas Sétif 1.
- [31] Bouchekrit, A ; Benbabaali, S ; (2020), Elaboration et caractérisation de composites renforcés par des fibres lignocellulosiques, Mémoire de projet de fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique.
- [32] Hajj, R ;(2018), Procédés de Modification des Fibres naturelles (PROMOF), Thèse de doctorat, Ecole doctorale science chimique Balard.
- [33] Bouhadj, L ; Hani, T ;(2020), Etude des Composites à base d'une Matrice Epoxy-amine et Fibre de Luffa, Mémoire de Master, Université Abderahmane Mira Bejaia.
- [34] ASTM D 5083-10e1; (2010), Standard Test Method for Tensile Properties of Reinforced.
- [35] ASTM D3039 / D3039M-14; (2014), Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA.
- [36] NF EN ISO148-1, Matériaux métalliques - Essai de flexion par choc sur éprouvette Charpy - Partie 1 : méthode d'essai.
- [37] Aouadi, KH, (2017) Développement d'une nouvelle génération de revêtements ultra- durs Etude de leur comportement tribologique et anticorrosif, Thèse de doct, ENSAM Paris.
- [38] ISO1183, Méthodes de détermination de la masse volumique des plastiques non alvéolaires, Partie 1 : Méthode par immersion, méthode du pycnomètre en milieu liquide et méthode par titrage.
- [39] ISLAM, Md Nazrul, RAHMAN, Md Rezaur, HAQUE, Md Mominul, *et al.* Physicomechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2010, vol. 41, no 2, p. 192-198.
- [40] Beztout, M, (2010), Etude de l'effet du traitement chimique de la cellulose sur les propriétés physico-mécaniques des composites PVC/cellulose, Mémoire de magister, Université Abderrahmane Mira de Bejaïa.
- [41] Amaury, L, (2017), Elaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène, Thèse de doctorat : Chimie organique, Université de Limoges.