

Analyse statistique et effet des traitements chimique sur le comportement physico-mécanique des fibres des bras de grappe des palmiers dattier.

Statistical analysis and effect of chemical treatment on the physico-mechanical behavior of fibres from date-palm fruit branches

Abderrezak Bezazi ^{1*}, Salah Amroune ^{1,2}, Fabrizio Scarpa ³

¹ *Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux (LMANM), Université 8 Mai 1945, Guelma, 24000, Algérie.*

² *Université de M'sila, B.P 166, Ichbelia, M'sila, 28000, Algérie.*

³ *Advanced Composites Centre for Innovation and Science (ACCIS), University of Bristol, BS8 1TR Bristol, United Kingdom.*

Soumis le : 25.05.2015

Révisé le 07/07/2015

Accepté le : 09/09/2015

ملخص

تمثل هذه الدراسة مساهمة تقنية لاستخراج الألياف الموجودة في جذع عرجون التمر في شجرة النخيل. كما قمنا بتجارب لدراسة الخصائص الميكانيكية لشدة الألياف الغير معالجة والمعالجة بمحلول هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) بالتركيز 1 و 2٪ خلال فترات الغمس مابين 48 و 72 ساعة. وتظهر النتائج أن العلاج الكيميائي يحسن الخواص الميكانيكية (الإجهاد ومعامل يونج) ووجدنا أن أحسن نتيجة عندما نغمر الألياف في محلول هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) بتركيز 2٪ لمدة 48 ساعة. كما ننوه بأنه تم استخدام تقنية حيود الأشعة السينية XRD لتحديد درجة التبلور من الألياف المعالجة وغير المعالجة. وأخيرا نشير إلى أن جميع نتائج التجارب الميكانيكية تمت معالجتها إحصائيا باستعمال Anova.

الكلمات المفتاحية: ألياف نباتية، تمر النخيل، الشد، XRD حيود الأشعة السينية، تحليل إحصائي.

Résumé

Une méthode d'extraction des fibres des bras de grappe du palmier dattier est proposée. La caractérisation mécanique en traction quasi statique des fibres non traitées et de celles traitées chimiquement par une solution de NaOH de 1 et 2% de concentration pendant des durées d'immersions de 48 et 72 h montre que le traitement chimique améliore les propriétés mécaniques comme la contrainte à la rupture et le module de Young. L'optimum est trouvé pour les fibres traitées avec 2% de concentration de NaOH pendant 48h d'immersion. Le taux de cristallinité des fibres traitées et non traitées a été déterminé à l'aide d'essais de DRX. Les résultats ont fait l'objet d'une analyse statistique de variance Anova à un facteur.

Mots clés: fibres naturelles- palmier dattier – traction – DRX– analyse statistique.

Abstract:

In this paper the authors propose a method of extracting fibres from date palm cluster arm as well as the mechanical characterization quasi static tensile untreated fibers and chemically treated by NaOH solution of 1 and 2% concentration during immersions durations of 48 and 72 h. The results show that the chemical treatment improves the mechanical properties (failure stress and Young's modulus) and the optimum was found for the fibres treated with 2% concentration of NaOH for 48h immersion. XRD tests were performed to determine the degree of crystallinity of the treated and untreated fibres. Finally, all the results of mechanical tests were statistically analyzed by ANOVA with a factor.

Keywords: natural fibres - date Palm - traction – XRD – statistical analysis.

*Auteur correspondant: ar_bezazi@yahoo.fr

1. INTRODUCTION

Les composites à base de fibres végétales trouvent de plus en plus des applications industrielles et leurs utilisations augmentent de jour en jour. Les principales raisons sont la disponibilité d'un grand éventail de fibres végétales, le respect de l'environnement et la recyclabilité quand ils sont combinés avec des polymères adéquats. L'incorporation des fibres végétales à savoir le lin [1], le chanvre [2], le jute [3], le ramie [4], le sisal [5], le kenaf [6], le coco [7], le abaca [8] et d'autres fibres, dans des matériaux thermo-plastiques ou thermodurcissables en remplacement des fibres de verre est un concept qui commence à être industrialisé et commercialisé. Les composites renforcés par des fibres végétales trouvent des applications dans la fabrication des habitacles de plusieurs marques de voitures [9-11], de petits bateaux et kayaks [12-14], et même dans la boiserie et les constructions en génie civil ou bien dans des structures secondaires dans des applications qui répondent au souci de la préservation de l'environnement [15,16].

Les travaux de recherche sur la caractérisation des fibres végétales ont pris de l'importance ces dernières années. Krieker et al. [17] ont étudié la possibilité d'incorporer des fibres de palmier dattier pour renforcer le béton en vue de l'utiliser dans des régions chaudes. Pour ce faire ils ont choisi quatre types de palmier dattier à savoir: Paume Mâle, Deglette-Nour, Degla-Bida et Elguers Palmiers. Les fibres utilisées sont extraites de la surface du tronc (DPSF). Deux paramètres sont pris en compte: la longueur d'essai de traction entre mors (GL) et l'état de la fibre (humide ou sèche). Les résultats montrent que les fibres sèches ont une résistance à la traction et un module de Young plus élevés de 10 à 20% par rapport aux fibres humides. Une étude expérimentale présentée par Taha et al. [18] permet de déterminer les propriétés mécaniques des fibres qui sont extraites de la tige spadice de palmier dattier DPSS de la région Ezbet El-Nakhl en Egypte. Ces tiges sont ensuite divisées en fibres longues de 50 cm avant de subir un traitement chimique par l'hydroxyde de sodium (NaOH) de concentration de 2 et 5% avec des durées de traitement de 2, 4, 6 et 24 heures à une température de 23°C. Les meilleurs résultats sont obtenus avec une solution de NaOH de concentration de 2% pendant une durée de traitement de 2 heures. Les valeurs de la contrainte à la rupture des fibres traitées et non traitées sont respectivement de 400 et de 600

MPa ce qui représente une augmentation de 50%. Abdei-rahman et al. [19] ont déterminé les propriétés mécaniques des tiges de palmiers (rachis). Les résultats de leur étude montrent que la résistance à la traction de la paroi de la tige varie entre 116 à 208 MPa, tandis que celle du cœur est aux alentours de la moitié de ces valeurs. La valeur du module d'élasticité des tiges est comprise entre 10 à 30 GPa. Une étude expérimentale a été réalisée par Agoudjil et al. [20] avec pour objectif la caractérisation de différents échantillons de parties renouvelables de bois de palmier provenant de l'oasis de Biskra (Algérie) en vue de l'utiliser dans des matériaux isolants. Les résultats de ce travail expérimental ont montré que les parties renouvelables du palmier dattier (pétiole et grappe) constituent un bon isolant thermique présentant une faible masse volumique. Une étude récente présentée par Bezazi et al. [21] a permis de déterminer les propriétés mécaniques des fibres d'Agave americana obtenus par deux techniques d'extraction: celles obtenues par rouissage dans l'eau pendant 10 à 13 jours et celles obtenues par enfouissement dans la terre pendant 90 jours. Les auteurs ont varié la longueur entre les mors (GL) de 10 à 40 mm. Les résultats obtenus montrent que la contrainte à la rupture et le module de Young sont influencés par la longueur GL.

Le présent travail a pour objectif de déterminer les caractéristiques mécaniques des fibres de palmier dattier traitées par le NaOH et non traitées en traction monotone. Afin de mieux comprendre les phénomènes liés aux propriétés physiques, des essais par DRX sont aussi effectués et comparés à d'autres résultats de la littérature. Les résultats des essais mécaniques sont analysés statistiquement par l'analyse de variance Anova à un facteur. Ce type de fibre peut être utilisé dans des matériaux composites.

2. EXPERIMENTATIONS

2.1. Morphologie et extraction des fibres des bras de grappe des palmiers dattiers

Les fibres végétales testées sont issues des bras de grappe des palmiers dattiers de la région de Hodna M'sila (Fig. 1a). Les bras de grappe sont d'un coût négligeable car elles sont récupérées lors de la récolte des dattes en général au mois de Décembre. Ces tiges sont en abondance en Algérie au vue que cette dernière possède plus de 18,5 millions de palmier dattier [22]. Ces fibres sont jetées ou brûlées chaque

année après l'entretien et la récolte des palmiers. Cette ressource naturelle et renouvelable mérite ainsi d'être valorisée. Le palmier-dattier, comme le précise son nom, appartient à une grande famille d'arbres à palme et produit des dattes. Le palmier dattier est aussi désigné date palm en anglais, Nakhil ou Tamr en arabe. Cependant, dans tous les pays, il porte le même nom latin, *Phoenixdactylifera*. *Phoenixdactylifera* est un terme générique, utilisé par les grecs pour dénommer les plantes de ce genre. Celui-ci dérive de (phoenix = phénicien), car ce serait justement les phéniciens qui auraient diffusé cette plante. Le terme spécifique est composé de (dactylus = dattes) du grec dactylos et (fero = je porte), soit porteur de dattes [23]. Le palmier est un arbre géant de 20 à 30 m de hauteur qui pousse dans des régions arides et semi-arides, au tronc cylindrique (le stipe), portant une couronne de feuilles. Il porte des inflorescences mâles ou femelles [24]. Les feuilles sont pennées, divisées avec une longueur de 4 à 7 m.

Le palmier dattier produit entre 5 à 15 bouquets de dattes par arbre. Chaque bouquet peut

contenir jusqu'à 1000 dattes correspondant à un poids approximatif compris entre 6 à 8 Kg. Un arbre de palmier commence à produire des dattes à partir de 3 ans. Mais généralement entre 3 à 5 ans il peut rester vivant et productif pendant 150 ans environ [24]. La forme, la taille et la couleur des fruits varient selon la variété.

La méthode d'extraction de la fibre utilisée dans ce travail consiste à plonger les bras de grappes (tiges) du palmier dattier dans un bain d'eau pendant 48 heures pour faciliter l'extraction de la fibre. Ensuite, les tiges sont épluchées (enlèvement de la partie extérieure). L'opération suivante consiste à séparer les fibres. Pour cela on dispose d'un peigne formé de pointes d'acier fixées sur un socle en bois. On prend alors une partie de la tige que l'on tape vigoureusement sur le peigne puis on tire ces bandes vers soi pour que les dents séparent les bandes en fibres séparées. La tige est retournée ensuite pour effectuer la même opération sur les autres bouts, avec 3 ou 4 passes à chaque fois. Enfin des fibres de longueur allant jusqu'à 1m sont ainsi obtenues (Fig. 1b).

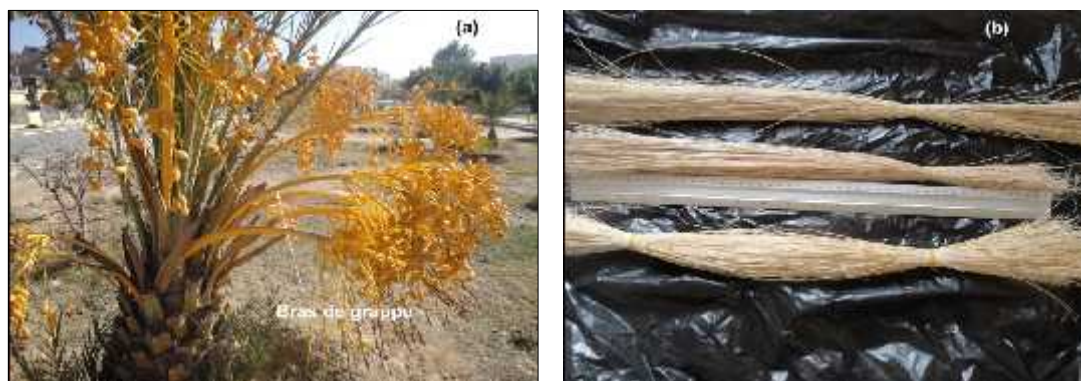


Figure 1 : (a) Arbre de palmier dattier. (b) Fibres extraites des bras de palmier dattier.

2.2. Traitement alcalin de la fibre de palmier dattier

Les fibres des bras de grappe de palmier dattier ont été émergées dans une solution de NaOH avec 1 et 2% de concentration pour les durées de 48 et 72 heures à la température ambiante. Ensuite, elles ont été rincées à l'eau avant d'être plongées dans l'acide sulfurique à 1% de concentration pendant 5 minutes, lavées encore une fois à l'eau douce, puis émergées dans l'eau distillée pendant 15 min pour avoir un PH neutre, et enfin séchées dans une étuve à une température de 70°C pendant une durée de

5 heures.

2.3. Observation au microscope optique de la fibre de palmier dattier

Les fibres des bras de grappe de palmier dattier ont un diamètre qui varie entre 330 à 560 μm et une longueur de 0,4 à 1,2 m (Fig. 2a). Le diamètre de la fibre a été mesuré en utilisant un microscope optique Olympus AX 70 piloté par un programme de traitement d'images. La section de la fibre a été considérée comme circulaire (Fig. 2b et 3d).

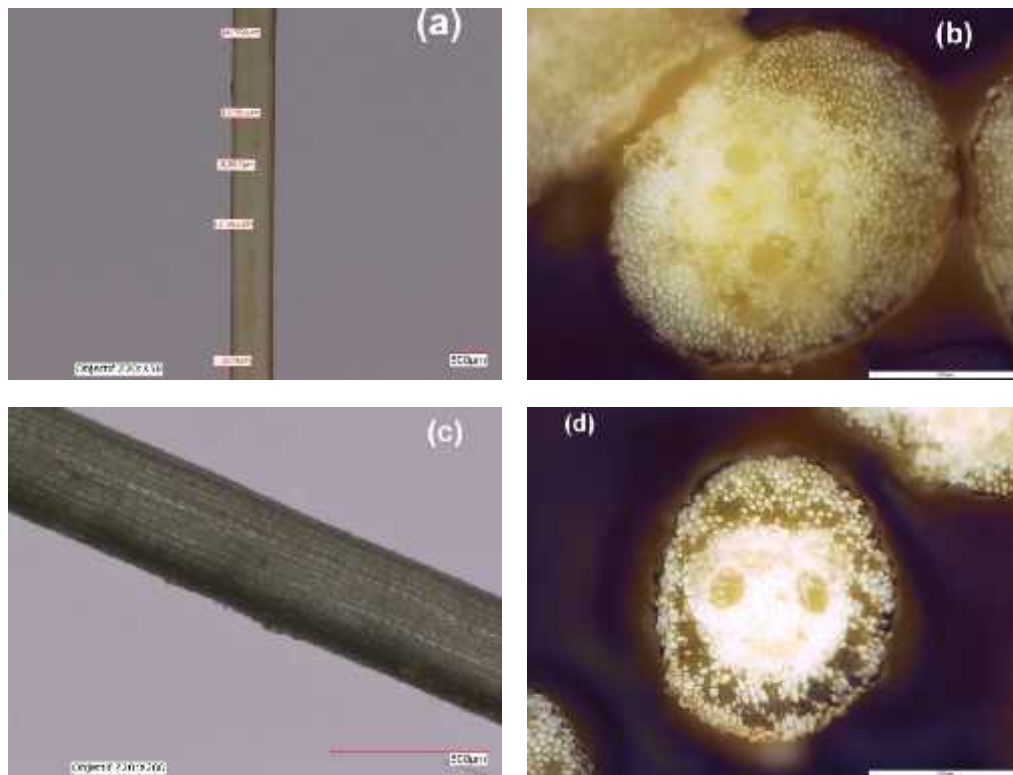


Figure 2 : (a) Mesure des diamètres. (b,d) Section de la fibre extraite. (c) Vue longitudinale de la fibre.

2.4. Diffractomètre RX

Le diffractomètre aux rayons X utilisé est de modèle X'Pert Pro PW3209, PANalytical (Fig. 3a et Fig 3b). Il est constitué de différents éléments pouvant être classés en trois catégories suivant leur fonction : source, positionnement et acquisition des données.

Les expériences ont été réalisées sous vide à

l'aide d'un générateur de rayons *X'PANalytical X'Pert*, avec une tension 40 kV et une intensité de 40 mA. L'échantillon analysé est mis dans un moule en acier rectangulaire (15 x 10 millimètres) sous forme de poudre. L'intensité diffractée du rayonnement de $\text{CuK}\alpha$ (longueur d'onde de 0,1542 nm) a été enregistrée entre $2\theta = 10^\circ$ et 40° .

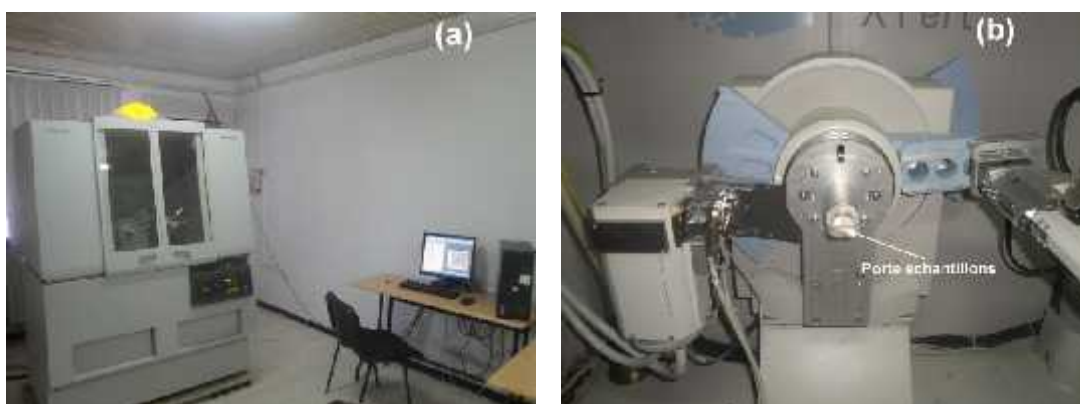


Figure 3 : (a) Diffractomètre PANalytical X'Pert. (b) Porte échantillons.

2.5. Essai de traction sur une fibre unitaire

Les propriétés mécaniques (contrainte et déformation à la rupture et module de Young) de la fibre de palmier dattier sont déterminées selon la norme ASTM D 3822-01 utilisant une longueur de mesure (GL) de 50 mm. En raison de la variabilité des fibres naturelles, 8 échantillons par type (soit un total de 40 fibres) sont testés. Les tests ont été réalisés sur une machine de traction universelle de type ZWICK Z005 équipée d'une cellule de charge d'une capacité de 5 kN. Les tests ont été effectués avec une vitesse de déplacement de la traverse

de 1 mm/min. Les mors utilisés dans ce travail sont des mors mécanique à serrage manuel. Les deux mors sont auto concentriques et ils sont chargés par des ressorts. La température et le taux d'humidité pour toutes les expériences sont d'environ 24°C et 60% respectivement. La figure 4 montre le dispositif utilisé.

Les valeurs de la force et du déplacement de la traverse mobile sont enregistrées simultanément. Le module de Young et les contraintes peuvent être estimées grâce aux relations classiques de la RDM et de la mécanique des milieux continus.

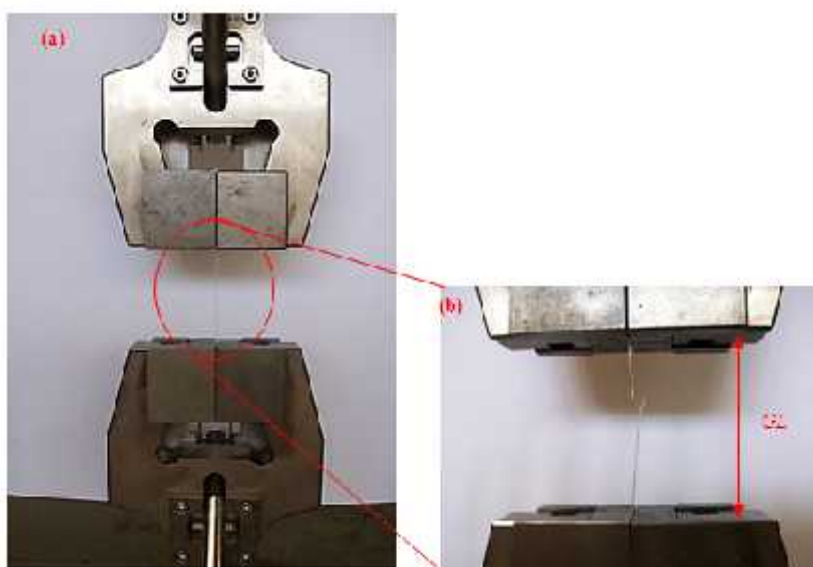


Figure 4 : (a) Montage de la fibre entre les mors (b) Rupture de la fibre de palmier dattier.

2.6. Analyse statistique

Dans cette étude on vérifie l'influence des facteurs explicatifs (variable indépendante c'est à dire les concentrations), qui ont un impact significatif sur les variables dépendantes (contrainte et module de Young). L'analyse statistique des résultats a été réalisée en effectuant une analyse de la variance à un facteur (ANOVA) en utilisant le logiciel MINITAB version 17.

3. RESULTATS ET DISCUSSION

3.1 Diffractomètre RX

La diffraction par rayon X a été utilisée pour étudier les changements des structures physiques des fibres en fonction de l'indice de cristallinité (CrI). Segal et al. [25] ont

développé une méthode empirique pour estimer le degré de cristallinité, donné par :

$$\text{CrI}\% = (I_{002} - I_m) / I_{002}$$

où: I_{002} est l'intensité du capital de la cellulose du pic aux alentours de $2\theta = 22,7^\circ$

I_m est l'intensité attribuée à la cellulose amorphe environ $2\theta = 18,9^\circ$.

Les courbes de diffraction des rayons X de la fibre non traitée et traitée à 2% de concentration de NaOH pendant 48h et 72h sont représentées sur la figure 5. L'indice de cristallinité (CrI) est déterminé en utilisant l'équation (4). La courbe de diffraction des rayons X montre que l'intensité des pics correspondant au cristallographe a augmenté de

façon significative après un traitement alcalin des fibres.

L'indice de cristallinité de la fibre non traitée et ceux de la fibre traitée à 2% NaOH pendant 48 et 72 heures ont été calculés et les valeurs trouvées sont respectivement égales à 42,76, 56,63 et 51,28%. Le traitement des fibres par le NaOH conduit donc à une augmentation du (CrI) de 32,43 et 19,92% par rapport à la fibre

non traitée. L'augmentation de la cristallinité obtenue par le traitement alcalin des fibres est le principal facteur qui contribue à l'augmentation de la résistance de la fibre. En effet, il a été démontré par Bendahou et *al.* [26] que des fibres de palmier dattier extraites de (rachis et leaf) présentent des spectres similaires à ceux trouvés dans ce travail avec un taux de cristallinité égal respectivement à 50 et 55%.

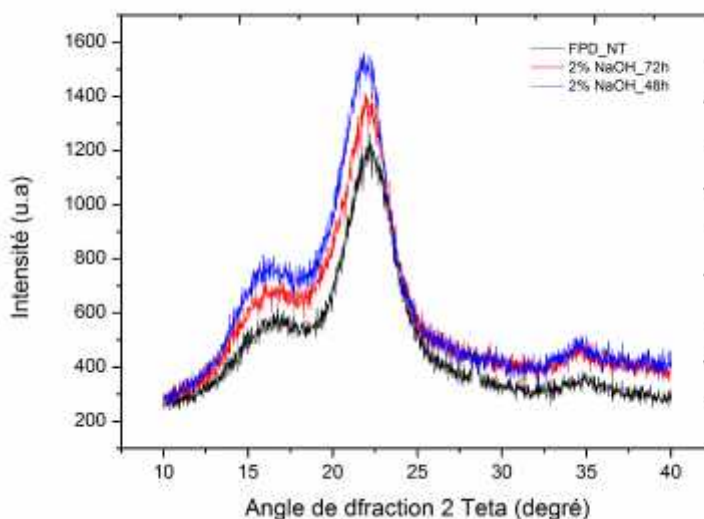


Figure 5 : Courbes de diffraction des rayons X des fibres de palmier dattier non traitées et traitées à 2% de NaOH pendant 48h et 72h.

3.2 Résultats des essais de traction sur une fibre unitaire

Les fibres de palmier dattier testées en traction statique dans les mêmes conditions sont regroupées en cinq séries de huit spécimens chacune. Un total de 40 fibres a été utilisé dans ce travail : deux séries de fibres traitées par une solution NaOH avec les concentrations de 1% et 2% pour une durée de 48 heures et deux séries traitées avec les mêmes concentrations mais pendant une durée de 72 heures et une cinquième série de fibres non traitées. Les résultats de tous les essais effectués sont récapitulés dans le tableau 1. La figure 6 montre la comparaison de deux courbes types (courbe moyenne) du comportement contrainte-déformation des essais effectués sur des fibres non traitées et traitées avec une concentration de 2 % de NaOH pendant 48 heures donnant les meilleurs résultats.

Le tableau 1 récapitule les différentes valeurs expérimentales obtenues des contraintes et déformations à la rupture et des modules de Young des spécimens testés de la fibre de

palmier dattier traitée et non traitée. L'analyse de ce tableau montre bien les dispersions assez significatives des diamètres des fibres testées ainsi que des valeurs des propriétés mécaniques obtenues. Ceci confirme le caractère hétérogène du matériau utilisé. Les dispersions dans les valeurs obtenues peuvent être dues à trois catégories de facteurs principaux : (i) paramètres d'essai, (ii) caractéristiques de la fibre et (iii) la mesure de sa section. Les paramètres d'essais qui pourraient influencer les résultats peuvent être: la précision de l'instrumentation, la longueur de mesure, la vitesse de déformation, le type de mors (grips) de la machine, et la précision de la machine d'essai. Pour ce qui concerne les caractéristiques de la fibre, l'âge, le type de traitement (méthodes d'extraction de la fibre), sa disposition dans le bras de grappe ainsi que sa microstructure sont les facteurs d'influence [28]. L'effet du traitement alcalin est bien visible et permet l'augmentation des propriétés mécaniques. Il dépend de la concentration du produit chimique utilisé (NaOH) et de la durée du traitement.

A titre d'exemple, la fibre non traitée montre des caractéristiques mécaniques moyennes de la contrainte à la rupture et du module de Young respectivement de 126 MPa et 4,52 GPa. Des augmentations de la contrainte à la rupture sont enregistrées et sont respectivement de l'ordre de 71, 79, 131 et 102% pour des fibres traitées pendant une durée de 48h et 72h dans une solution NaOH ayant des concentrations de 1 et 2% par rapport aux fibres non traitées et des augmentations du module de Young sont respectivement de 16, 85, 98 et 108 %. Le comportement contrainte déformation des courbes types de la fibre non traité et celle traité par 2% de NaOH pendant 48 heures est presque le même. La contrainte varie quasi-linéairement avec l'augmentation de la déformation jusqu'à ce qu'elle atteigne sa valeur maximale où une rupture brutale est obtenue (Fig. 6).

L'analyse des résultats présentés dans la figure 7 (a-c) montre que les fibres traitées possèdent des propriétés beaucoup plus élevées (contrainte à la rupture et module de Young) par rapport à celles non traitées.

Les figures 7a et 7c représentent les propriétés mécaniques des fibres naturelles de palmier dattier non traitées et traitées aux différentes

concentrations de NaOH pour des durées de 48h et 72h. L'analyse des résultats obtenus permet de signaler que les fibres de palmier dattier traitées, pour une durée de 48h, à 2% de NaOH possèdent le meilleur comportement permettant d'avoir une augmentation de la contrainte à la rupture de l'ordre de 131%. Il est à noter que dans le travail d'Al-Khanbashi *et al.* [29] le traitement avec une concentration de 5% de NaOH à 100°C et pendant une durée de 2h a permis une augmentation de l'ordre de 45%

Dans les figures 8 (a-c) la résistance et le module de Young de la fibre sont fortement dépendant du diamètre de la fibre. Ces deux paramètres diminuent avec l'augmentation du diamètre de la fibre. Par contre, les traitements chimiques par le NaOH ont une faible influence sur la déformation à la rupture. La variation des diamètres serait le fait de l'âge ou du stade de maturité, de la position de la fibre dans le bras et aussi de l'existence de différentes variétés de palmier dattier. En effet, les bras de grappe n'ont pas une section constante. La section du côté du tronc du palmier est plus grande que celle du côté des branches de fruits, ce qui explique la variation de la section (du diamètre) d'une même fibre le long de sa longueur.

Tableau1 : Résultats des propriétés mécaniques obtenues.

Fibres	Type	GL [mm]	Ø [µm]	σ [MPa]	ε [%]	E [MPa]	Ref
FPD	Non traité	50	549 ^a 96 ^b 0.17 ^c	125.97 ^a 33 ^b 0.26 ^c	3.44 ^a 0.8 ^b 0.23 ^c	4.52 ^a 1.58 ^b 0.35 ^c	Présent travail
FPD	1%NaOH 48h	50	366 ^a 46 ^b 0,13 ^c	215.8 ^a 72 ^b 0.33 ^c	4.12 ^a 0.6 ^b 0.15 ^c	5.23 ^a 2.80 ^b 0.54 ^c	
FPD	1%NaOH 72h	50	426 ^a 86 ^b 0.20 ^c	225.3 ^a 79 ^b 0.35 ^c	3.19 ^a 0.5 ^b 0.16 ^c	8.37 ^a 3.06 ^b 0.37 ^c	
FPD	2 %NaOH 48h	50	333 ^a 90 ^b 0.27 ^c	291.9 ^a 83 ^b 0.28 ^c	4.10 ^a 0.6 ^b 0.15 ^c	8.96 ^a 3.14 ^b 0.35 ^c	
FPD	2 %NaOH 72h	50	364 ^a 73 ^b 0.20 ^c	255.4 ^a 82 ^b 0.32 ^c	3.18 ^a 0.6 ^b 0.19 ^c	9.42 ^a 3.39 ^b 0.36 ^c	
FPD ^a	Non traité	50	100-1000	58-203	5-10	2-7.5	
FAA	Water	40	223	132	33.29	1.83	[21]
FAA	Earth	40	265	142	25.60	2.14	[21]

FPD : Fibres des bras de grappe de palmier dattier.-

FPD^a : Fibres qui entourent les tiges (Natural mat) de palmier dattier.

FAA^a : Agave Americana L.

Les valeurs suivies des lettres a, b et c représentent respectivement : la moyenne, l'écart type et la covariance.

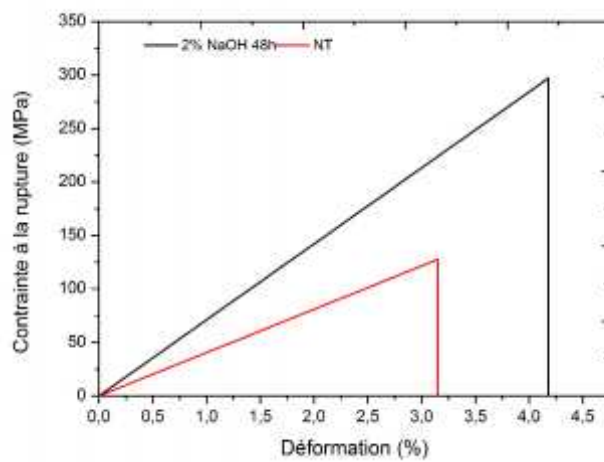


Figure 6: Courbe type contrainte/déformation des fibres traitées par 2% de NaOH pendant 48h par rapport à ceux non traitées

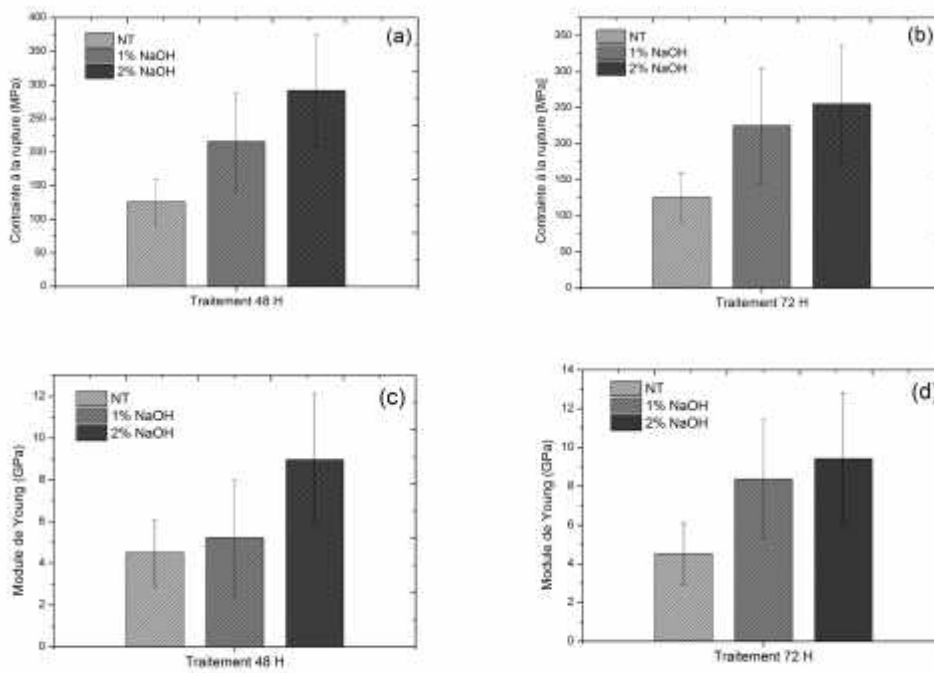


Figure 7: Histogramme des propriétés mécaniques des fibres non traitées et traitées par NaOH avec 1 et 2 % de concentrations pour des durées de 48h et 72h.

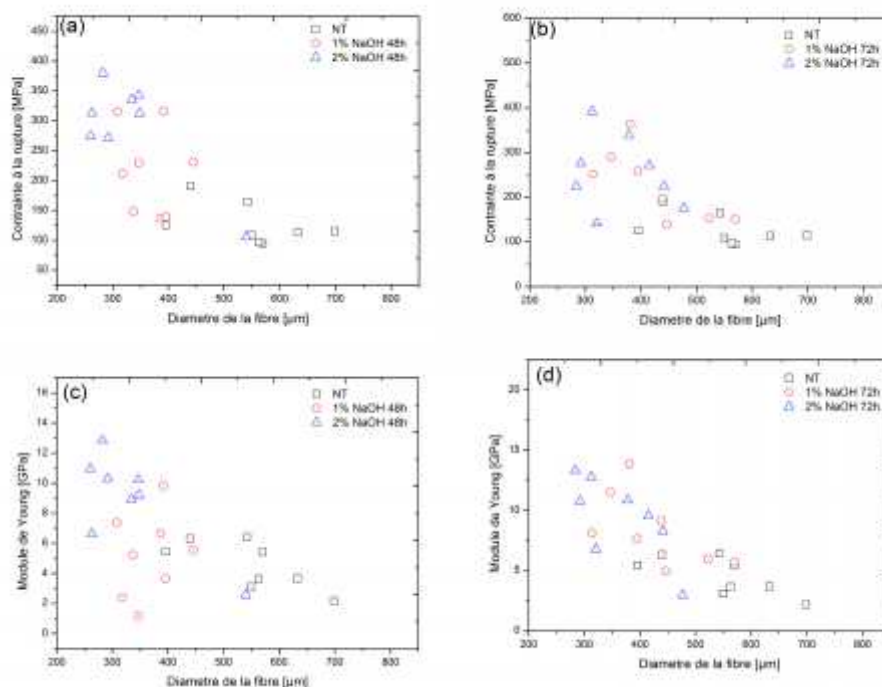


Figure 8: Nuage de points des propriétés mécaniques en fonction des diamètres des fibres non traitées et traitées par le NaOH avec 1 et 2 % de concentrations pour les durées de 48h et 72h.

3.3 Analyse statistique

Le tableau 2 regroupe les résultats de l'analyse de variation à un facteur ANOVA. L'utilisation de l'ANOVA a été réalisée avec un niveau de signification $\alpha \leq 0,05$ correspondant à un niveau de confiance d'au moins 95% pour connaître les différences entre les groupes.

L'analyse du tableau 2 montre que les contraintes à la rupture et le module de Young du F (Fisher) observé sont égaux respectivement à 5,77 et à 4,96. Cependant F critique est égal à 2,64. Dans ce cas la, les moyennes des différents groupes ne sont pas égaux. Ceci conduit à conclure que l'influence des facteurs explicatifs (variable indépendante c'est à dire les concentrations) sur les variables dépendantes (contrainte et module de Young) a un impact significatif sur les propriétés mécaniques.

Les figures 9 et 10 représentent les diagrammes de valeurs individuelles en fonction du type de traitement chimique qui indiquent que les propriétés mécaniques (contraintes à la rupture et module de Young) varient en fonction des concentrations. Ceci est cohérent avec les graphiques de la partie expérimentale. Tous les

traitements par le NaOH permettent des augmentations de la contrainte et du module de Young en dépendance avec la concentration et la durée du traitement. Les figures 11 et 12 représentent les diagrammes de valeurs résiduelles des propriétés mécaniques (contraintes à la rupture et module de Young) en fonction des types de traitements chimiques disponibles avec de nombreuses commandes statistiques, afin de vérifier les hypothèses statistiques. Les figures 11a et 12a représentent les droites de Henry, diagramme destiné à repérer la non-normalité. On remarque une ligne à peu près droite ce que signifie que les valeurs résiduelles sont réparties normalement. Les figures 11b et 12b représentent les valeurs résiduelles en fonction des valeurs ajustées. Ce diagramme permet de repérer la variance non constante, les termes d'ordre supérieur manquants et les valeurs aberrantes. On remarque que les valeurs résiduelles sont réparties de manière aléatoire autour de zéro.

Les figures 11c et 12c représentent l'histogramme des valeurs résiduelles, diagramme destiné à repérer les pics multiples, les valeurs aberrantes et la non-normalité. On remarque que l'histogramme est sensiblement symétrique. Les figures 11d et 12d représentent

les valeurs résiduelles en fonction de l'ordre, diagramme permettant de repérer la dépendance chronologique des valeurs résiduelles. On

remarque que les valeurs résiduelles ne présentent pas de structure bien définie.

Tableau 2 : Analyse de variance à un facteur (ANOVA).

Source des variations	S.C	D.L	M.C	F	P	F _{crit}
Test d'Anova pour les contraintes à la rupture						
Entre Groupes	122211.71	4	30552.92	5.77	1.12E-03	2.64
A l'intérieur des groupes	185226.34	35	5292.18			
Total	307438.06	39				
Test d'Anova pour les Modules Young						
Entre Groupes	163.33	4	40.83	4.96	2.81E-03	2.64
A l'intérieur des groupes	287.72	35	8.22			
Total	451.06	39				

S.C : Somme des carrés – D.L : Degré de liberté – M.C : Moyenne des carrés – F : F-test d'Anova à un facteur – P : Probabilité – Fcrit : Valeur critique pour F

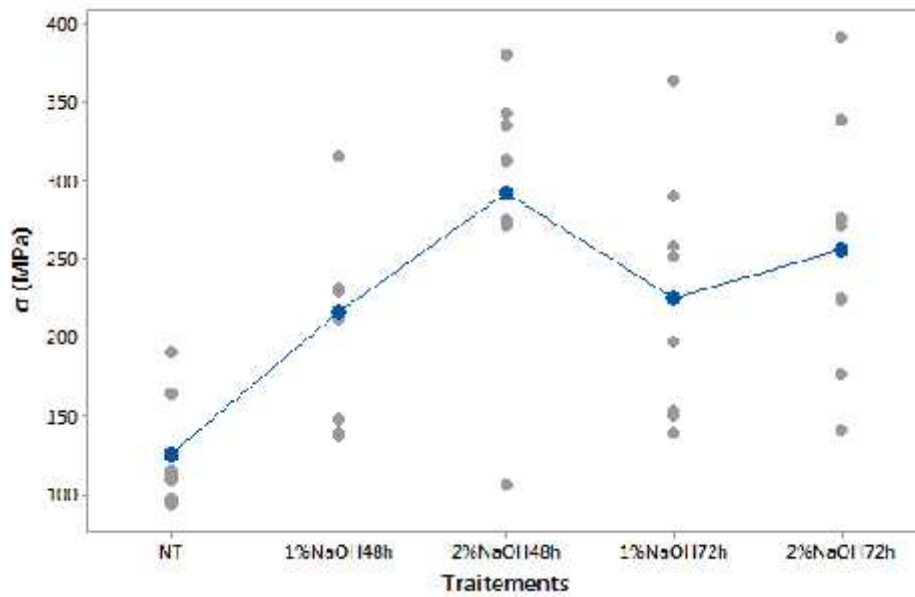


Figure 9: Diagrammes de valeurs individuelles de la contrainte à la rupture en fonction du type de traitement.

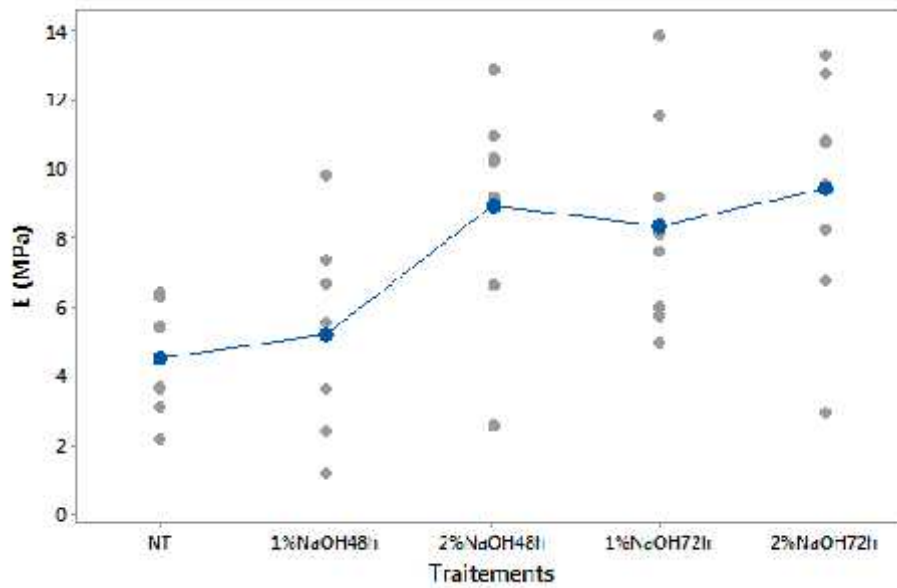


Figure 10: Diagrammes de valeurs individuelles du module de Young en fonction de type de traitement.

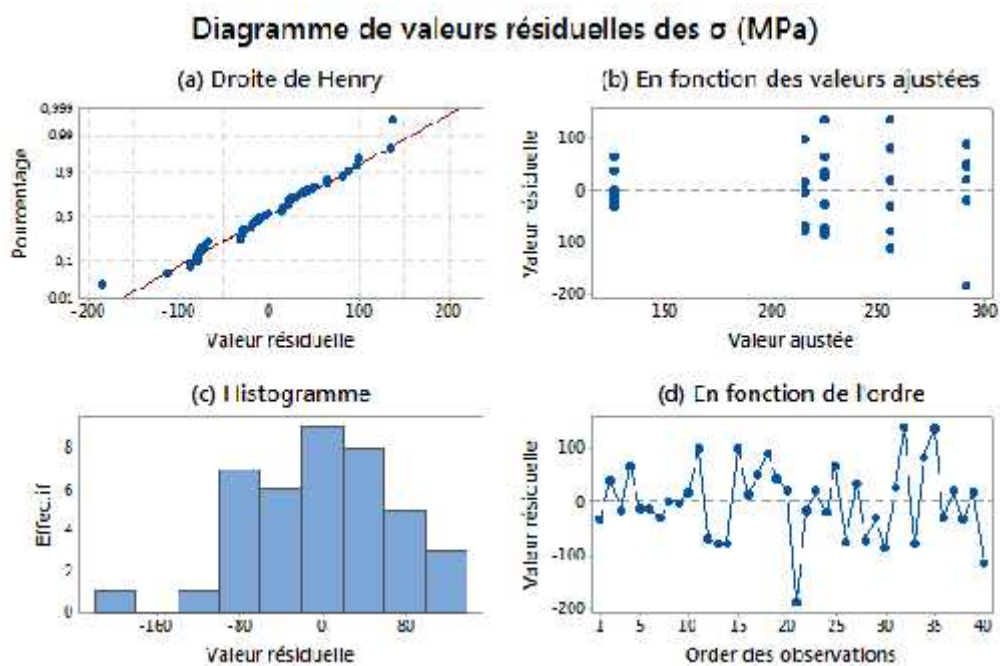


Figure 11: Diagrammes de valeurs résiduelles des contraintes à la rupture en fonction de type de traitement.

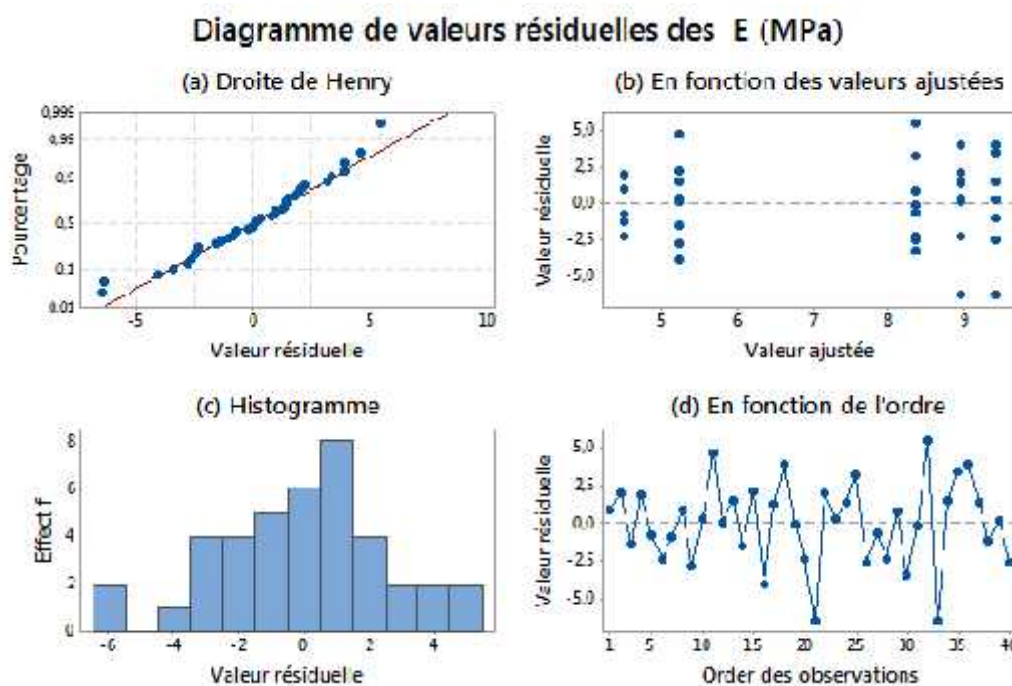


Figure 12: Diagrammes de valeurs résiduelles des modules de Young en fonction de type de traitement.

4. CONCLUSION

Ce travail, qui s'intéresse à l'influence des traitements chimiques par le NaOH sur les propriétés physico-mécaniques des fibres des bras de grappe des palmiers dattiers a permis de dégager les principaux points suivants :

- Le traitement chimique par le NaOH a un effet sur les essais par DRX : le traitement à 2% de NaOH pendant 48h a donné une augmentation du taux de cristallinité de 32,43% par rapport à la fibre non traitée.

- Le traitement par le NaOH permet d'améliorer les propriétés mécaniques. Le meilleur cas est obtenu suite à un traitement par le NaOH avec une concentration de 2% pendant 48h qui permet une augmentation de 131% de la contrainte à la rupture et de 98% de la valeur du module de Young par rapport aux fibres non traitées.

- l'analyse de variance ANOVA a donné un résultat statistiquement significatif.

- Il est à signaler que l'extraction des fibres des bras de grappe est un travail difficile dans le but d'obtenir des fibres longues et non endommagées.

REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à remercier Mrs Les Professeurs Radja Chabadi et Imad Abdellatif de l'Université de Lille1 (France) pour leur aide

à l'utilisation du microscope optique et Mr Berabeh Laid, Ingénieur du laboratoire de physique des matériaux de l' Université de M'sila (Algérie) pour son aide à l'utilisation du DRX.

REFERENCES

- [1] Baley C. & Bourmaud A., 2014. Average tensile properties of French elementary flax fibers, *Materials Letters*, Vol. 122, 159-161.
- [2] George M., Mussone P. G., Abboud Z. & Bressler C. D., 2014. Characterization of chemically and enzymatically treated hemp fibres using atomic force microscopy and spectroscopy, *Applied Surface Science*, Vol 314, 1019-1025.
- [3] Memon A. & Nakai A., 2013. Mechanical Properties of Jute Spun Yarn/PLA Tubular Braided Composite by Pultrusion Molding, *Energy Procedia*, Vol 34, 818-829.
- [4] Chen D., Jing Li & Jie Ren, 2011. Influence of fiber surface-treatment on interfacial property of poly(l-lactic acid)/ramie fabric biocomposites under UV-irradiation hydrothermal aging, *Materials Chemistry and Physics*, Vol 126, 524-531.
- [5] Belaadi A., Bezazi A., Bouchak M. & Scarpa F., 2013. Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres, *Materials and Design*, Vol 46, 76-83.
- [6] Mahjoub R., Yatim J. M., Mohd Sam A. R. & Hashemi S. H., 2014. Tensile properties of kenaf fiber due to various conditions of chemical fiber surface modifications, *Construction and Building Materials*, Vol 55, 103-113.
- [7] Mizanur M. R. & Mubarak A. K., 2007. Surface treatment of coir (Cocos nucifera) fibers and its influence

on the fibers physico-mechanical properties, *Composites Science and Technology*, Vol 67, 2369–2376.

- [8] Liu K, Zhang X., Takagi H., Yang Z. & Wang D., 2014. Effect of Chemical Treatments on Transverse Thermal Conductivity of Unidirectional Abaca Fiber/Epoxy Composite. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol 66, 227-236.
- [9] Sivam R., 2009. Potential of Brazilian natural cellulosic fibres for composite manufacturing. *Symposium on fibre reinforced composites*, South Africa, 24-25.
- [10] Zah, R., Hischier, R., Leão, A. L., & Braun, I., 2007. Curauá fibers in the automobile industry—a sustainability assessment. *Journal of Cleaner Production*, Vol 11, 1032-1040.
- [11] Lovins AB, Cramer DR., 2004. Hypercars(R), hydrogen, and the automobile transition. *International Journal of Vehicle Design*, Vol 35, 50-85.
- [12] Taboni J.& Yu Xin, 2009. Composites non tissés avec des fibres naturelles et PP recyclés pour les applications intérieures en automobile. Rapport *ENSAIT*.
- [13] Moveo M., 2008. Étude prospective de la valorisation du lin par l'industrie automobile. Rapport de synthèse, *Goyhenetche consultants*.
- [14] Christophe B., 2013. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. Éditions Techniques de l'Ingénieur • 249, rue de Crimée 75019 Paris – France.
- [15] Taallah B., Guettala A. & Kriker A., 2014. Effet de la teneur en fibres de palmier dattier et de la contrainte de compactage sur les propriétés des blocs de terre comprimée, *Courrier du Savoir*, N°18, 45-51.
- [16] Abdelaziz S., Bouaziz A., Hamzaoui R. & Bennabi A., 2013. Valorisation des tiges de dattiers dans la formulation des mortiers: propriétés physiques et mécaniques, *31^{èmes} Rencontres de l'AUGC*, E.N.S. Cachan (France).
- [17] Kriker A., Debicki G., Bali A., Khenfer M.M. & Chabannet M., 2005. Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry, Climate, *Cement & Concrete Composite*, Vol. 27, 554-564.
- [18] Taha I., Steuernagel L. & Ziegmann G., 2007. Optimization of the alkali treatment process of date palm fibres for polymeric composites. *Composite Interfaces*; 14: 669–684.
- [19] Abdei-rahman H., Ai-juruff R., Ahmad F. & Alam I., 1988. Physical, mechanical and durability characteristics of date palm frond stalks as reinforcement in structural concrete. *Cement Composites and Lightweight Concrete*, Vol 10, 175-181.
- [20] Agoudjil B., Benchabane A., Boudenne A., Ibos L. & Fois M., 2011. Renewable materials to reduce heat loss : characterization of date palm wood. *Energy and Buildings*, Vol 43, 491-497.
- [21] Bezazi A., Belaadi A., Bourchak M., Scarpa F. & Boba K., 2014. Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterization of Agave americana L. natural fibres, *Composites: Part B*, Vol 66, 194–203.
- [22] Abdouche F., March 2010. Communication from the Botanic Unit Development at the ministry of agriculture and rural development, *Algerian Press Service*, Alger.
- [23] Peyron G., 2000. Cultiver le palmier-dattier. Editions QUAE, Montpellier France.
- [24] Alaoui S. B., 2005. Référentiel pour la Conduite Technique du palmier dattier. In "Référentiel de Conduite Technique des Principales Cultures au Maroc". Éditeurs: Si Bennasseur Alaoui et Ajiro Yasuhei. 102-112.
- [25] Segal L., Creely J.J. , Martin A.E. & Conrad C.M., 1959. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer. *Textile Research Journal*, Vol. 29, 786-794.
- [26] Bendahou A., Habibi Y., Kaddami H. & Dufresne A., 2009. Physico-Chemical Characterization of Palm from Phoenix Dactylifera–L, Preparation of Cellulose Whiskers and Natural Rubber –Based Nano-composites, *Biobased Materials and Bioenergy*, Vol. 3, 1-10.
- [27] Alawar A., Hamed A., Al-Kaabi K., 2009. Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement, *Composites: Part B*, Vol. 40, 601–606.
- [28] Andrade Silva, F., Chawla, N., & Toledo Filho, R., 2008. Tensile behavior of high performance natural (sisal) fibers. *Composites Science and Technology*, Vol. 68, 3438-3443.
- [29] Al Khanbashi A., Al Kaabi K., & Hammami, A., 2005. Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: fiber characterization. *Polymer composites*, Vol. 26, 486-497.