



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences de la Matière

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine: Sciences de la Matière
Filière: Physique
Spécialité: Physique des matériaux

Réf. :

Présenté et soutenu par :
Zeroug Rekia et Chaouch Hana

Le : 04 juillet 2019

Titre : Etude mécanique, morphologique et dynamique mécanique des Composites à base de PVC (cas DPLF-noix de dattes)

Jury :

Meghezzi Ahmed
Slimani Mohamed
Youcef Lakhdar

Pr.
M.A.A
M.C.B

Université Med Khider- Biskra
Université Med Khider- Biskra
Université Med Khider- Biskra

Président
Rapporteur
Examineur

Année universitaire : 2018/2019

Remerciements

À Dieu le Tout Puissant de nous avoir donné le courage, la santé, et nous a accordé son soutien durant les périodes les plus difficiles.

*Nous tiendrons à adresser nos sincères remerciements à monsieur: **Slimani Mohammed**, notre encadreur, pour ses conseils, sa bonne orientation et surtout pour sa patience durant toute une année de travail.*

*Nous souhaitons exprimer notre gratitude et nos chaleureux remerciements à monsieur le professeur **Meghezzi Ahmed**, le directeur du laboratoire **LCA**, pour ses précieux conseils, son orientation, son aimable générosité de nous avoir ouvert les portes de son laboratoire et d'avoir accepté de présider le jury.*

*Nous tiendrons également à remercier l'ensemble du personnel de l'entreprise **ENICAB** à Biskra pour leur accueil.*

*Nous pensons en particulier à Mme **Amina LOUCIF**, pour son aide à l'élaboration et caractérisation des échantillons.*

*Nous tiendrons aussi à remercier Mme **Benmachiche Hayat** chef du laboratoire pédagogique de Chimie de l'université de Biskra.*

*Nous tiendrons aussi à remercier M. **Gasmi Brahim** Ingénieur au laboratoire de recherche **PCMA** de l'université de Biskra.*

*Nous remercions tous nos **enseignants** de master 2 qui nous ont suivis pour notre formation et pour leurs précieux conseils.*

*Nos remerciements s'adressent également à M. **Lakdar Youcef** d'avoir accepté de lire et d'évaluer ce modeste travail de recherche.*

Merci à tous nos collègues qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Merci à tous

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à mes très chers parents : A mon cher père et ma chère mère

Je leurs remercie pour leurs sacrifices, leurs patiences, leurs soutien, l'aide et les encouragements qui m'ont apporté durant toutes ces années d'étude sans eux je ne serais pas ce que je suis aujourd'hui.

A mon cher fiancé qui m a toujours encouragé et qui a tout fait pour me voir réussir.

A mon cher frère et mes chères sœurs.

A mes oncles et tantes chacun par son nom.

A ma grande mère.

A toute ma famille : « zeroug », « saidi », et pour ma nouvel famille « ben brahim ».

A mes amis.

A tous ceux qui ont contribué de loin ou de près pour réussir ce travail.

Rekia

Dédicace

*Je dédie ce modeste travail à mes très chers parents : A mon cher père et ma chère
mère*

*Je leurs remercie pour leurs sacrifices, leurs patiences, leurs soutien, l'aide et
les encouragements qui m'ont apporté durant toutes ces années d'étude sans
eux je ne serais pas ce que je suis aujourd'hui.*

A mes chers frères et mes chères sœurs.

A mes oncles et tantes chacun par son nom.

*A toute ma famille : « chaouch », et A tous ceux qui ont contribué de loin ou de
prés pour réussir ce travail.*

HANA

SOMMAIRE

Titre	page
Liste des abréviations.	
Liste des Figures.	
Liste des Tableaux.	
Introduction générale.	
CHAPITRE I GÉNÉRALITÉS SUR LES POLYMÈRES.	
I .Introduction	2
I.1.historique	2
I.2.Etapes importantes de l’histoire des polymères	3
I.3.Définition de polymère	4
I.4. Classification des polymères organiques	5
I.4.1. Selon leur origine	5
I.4.1. 1. Les polymères naturels	5
I.4.1.2. Les polymères artificiels	5
I.4.1.3. Les polymères synthétiques	5
I.4.2. Selon leur domaine d’application	5
I.4.2.1. Les polymères de grande diffusion	5
I.4.2.2. Les polymères techniques	5
I.4.2.3. Les polymères spéciaux	5
I.4.3. Selon leur structure (dimensionnalité)	6
I.4.3.1. Les polymères linéaires (ou monodimensionnels)	6
I.4.3.2. Celle des polymères bidimensionnels	6
I.4.3.3. les polymères tridimensionnels	6

SOMMAIRE

I.5.Propriétés des polymères	7
I.5.1. Propriétés physiques des polymères	7
I.5.2. Propriétés mécaniques	7
I.5.2.1. La résistance et la contrainte	7
I.5.3. Propriétés thermiques	9
I.5.3.1. La température	9
I.6.Mélanges des polymères	9
I.6.1.Définition	9
I.6.1.2. Mélanges miscibles	10
I.6.1.3. Mélanges non miscibles (ou immiscibles)	10
I.6.1.4. Mélanges compatibles	10
I.7.Thermodynamique des mélanges de polymères	11
I.8.Domaine d'application	12
I.9.Généralités Sur Les Composites	13
I.9.1.Définitions	13
I.9.2.Renforts	13
I.9.3.Les matrices	14
CHAPITRE II : GENERALITE SUR LES MATÉRIAUX UTILISES	
II. Matériau utilisé.	15
II .1 .le polychlorure de vinyle (PVC)	15
II .1 .1.Définition de PVC	15
II .1 .2.Préparation de polychlorure de vinyle	15
II .1.2.1.Mode de synthèse	16
II .1.2.1 .a . synthèse du monomère	16

SOMMAIRE

II .1.2.1 .b .polymérisation	16
II.1.3. Propriétés de Polychlorure de vinyle	17
II.1.3.1 .Propriétés physiques	17
II.1.3.2 .Propriétés mécaniques	17
II.1.3.3 .Propriétés thermiques de PVC	18
II.1.3.4 .Propriétés chimiques	18
II.1.3.4.1.Résistance aux agents chimiques	18
II.1.3.4.2.Tenue à la lumière : (Résistance photochimique)	18
II.1.3.5.Propriétés électriques	18
II.1.3.6.Propriétés dimensionnelles	18
II.1.3.7.Propriétés de mise en œuvre	19
II.2. Les Renforts	19
II .2.1. Fibres végétales	19
II .2.1.1. Définition	19
II.2.1.2. Origines des fibres végétales	20
II.2 .1. 3. Structure d'une fibre végétale	20
II.2 .1. 4. Constitution d'une fibre naturelle	21
II.2 .1. 5. Composition chimique des fibres végétales	23
II.2 .1. 5 .1. La cellulose	23
II.2 .1. 5.1.1. Structure de cellulose	23
II.2.1.5 .1.2. Propriétés de cellulose	23
II.2.1.5.1.3. Utilisation de cellulose	24
II.2.1.5.2. Les hémicelluloses	24
II.2.1.5. 3 .La lignine	24

SOMMAIRE

II.3 .Les additifs utilisé	26
II.3.1 DPLF : (les Feuilles de palmier-dattier : date palm leaf fiber)	26
II.3.1.1. Fibre de palmier dattier	26
II.3.2.2 Composition chimiques des fibres de palmier dattier	27
II.3.2. Noyaux de datte	27
II.3.2.1. Caractéristiques physico-chimiques des noyaux de dattes	27
II.3.2.2. Composition chimiques des noyaux des dattes	28
CHAPITRE III MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE	
III. 1 Technique experimentales	29
III.1.1. Préparation des fibres	29
III.1.1.1. Préparation de fibre de palmier dattier	29
III.1.2.Modification chimique des fibres de palmier dattier	29
III.1.2.1.Traitement par NaOH	29
III.1.2.2 .Traitement par (3-(triméthoxysilyl) propyl méthacrylate)	30
III.1.1.3. Préparation de farine de noyaux de datte	30
III.2.Elaboration des composites PVC / (DPLF, ND)	31
III.2.1. Préparation des mélanges	31
III.2.2 Malaxage des composites	32
III.2. 3. Moulage des composites	34
III.3.Méthodes d'analyses	35
III.3.1. Introduction.	35
III.3.2. Spectroscopie Infrarouge à transformée de fourrier (IRTF)	35
III.3.2.1.Principe	35

SOMMAIRE

III.3.2.2. Technique de mesure de l'absorption par spectrométrie Infrarouge à Transformée de fourrier (FTIR)	36
III.3.2.3. Préparation des échantillons	37
III.4. Microscopie électronique à balayage (MEB)	38
III.4.1. Principe	39
III.4.2. Préparation des échantillons	40
III.5. Analyse mécanique dynamique (DMA)	41
III.6. Diffraction des rayons X (DRX)	41
III.7. Caractérisations mécaniques	42
III.7.1. la traction	42
III.7.1.1. Principe	43
III.7.2. Dureté shore A	44
III.7.3. Stabilité thermique	45
CHAPITRE IV : LES RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS	
IV.1. Résultats et discussions DRX	46
IV.2. L'analyse Spectroscopique (infrarouge) FTIR:	46
IV.2.1. Étude spectroscopique des diverses compositions	49
IV.3. Analyse par MEB des mélanges PVC- noix de dattes	52
IV.4. Les résultats d'étude mécaniques	53
IV.4.1. Étude des compositions PVC- Fibre DPLF 15%	53
IV.4.2. Composites PVC + noix de dattes	56
IV.5. L'interprétation des résultats de la stabilité thermique	58
IV.6. L'étude dynamique par DMA	58
IV.6.1. Étude de la transition vitreuse (T _g , °C)	58

SOMMAIRE

IV.6.2. Analyse du domaine visco-élastique ou caoutchoutique des compositions	59
Conclusion	64
Liste des références.	
Annexe.	
Résumé.	

LISTE DES FIGURES

Figure	page
Figure I.1 : Représentation de la chaîne d'un polymère linéaire.	6
Figure I.2 : Représentation schématique d'un polymère bidimensionnel	6
Figure I.3 : Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel	7
Figure I.4 : Grandeurs caractéristiques déterminées à partir des courbes Contrainte – déformation (essai de traction) pour différents types de matériaux A : fragiles, B, B : ductiles avec seuil d'écoulement, C : ductile sans seuil d'écoulement.	9
Figure I.5 : Matériau composite.	13
Figure I.6 : Type de renfort	14
Figure I.7 : Type de matrice.	14
Figure II.1: Formule général du PVC	15
Figure II.2 : Polymérisation de PVC	16
Figure II. 3: Les différents types de fibres naturelles.	19
Figure II.4 : Représentation schématique d'une fibre végétale	20
Figure II.5: Origines des fibres végétales	20
Figure II.6: Schéma de la structure d'une fibre végétale	22
Figure II.7 : Schéma de la structure de la cellulose	23
Figure II.8 : Schéma de la structure de la hémicellulose	24
Figure II.9 : Schéma de la structure de la lignine	25
Figure II. 10 : Schéma d'une palme de palmier dattier	26
Figure II.11: Noyaux de dattes	27
Figure III. 1: Préparation de fibre de palmier dattier.	29
Figure III.2: Fibres traitées par NaOH.	30
Figure .III. 3 : Fibres traitées par silane.	30
Figure III.4: Farine des noyaux de dattes.	31

LISTE DES FIGURES

Figure III. 5: Calandre de type schwabenthanpolymix 200p	33
Figure III.6 : Préparation des films de composite.	33
Figure III.7 : Presse hydraulique de type Schwaben han polystat 300 S.	34
Figure III.8 : Préparation des plaques	34
Figure. III.9 : Découpage des éprouvettes.	35
Figure. III.10 : Principe du phénomène d'absorption-émission des photons en infrarouge	36
Figure .III .11 : Schéma représentant la partie centrale d'un interféromètre de Michelson.	37
Figure .III .12 : Préparation des échantillons : a : une balance , b : 0,001 g de noix de dattes et 0 ,2 g KBr , c : mélange de KBr et noix de dattes .	37
Figure .III .13 : Préparation de la pastille.	38
Figure .III .14 : Appareil de spectroscopie infrarouge.	38
Figure .III .15 : Appareil de MEB.	39
Figure .III .16 : Principe de fonctionnement de MEB.	40
Figure .III .17 : Métallisation de l'échantillon.	40
Figure .III .18 : Appareil de DMA	41
Figure .III .19 : La machine de traction Zwick/Roell Z050.	42
Figure .III .20 : Eprouvette de l'essai de traction.	43
Figure .III .21 : Eprouvette en forme d'altère.	44
Figure .III .22 : Principe d'uromètre Shore utilisé.	44
Figure .III .23 : L'uromètre utilisé.	45
Figure .III .24 : Essai de la stabilité thermique.	45
Figure IV.1 : DRX cellulose	46
Figure IV.2 : Spectre infrarouge du PVC vierge	47

LISTE DES FIGURES

Figure IV.3 : Spectre infrarouge de la fibre DPLF	48
Figure IV.4 : Spectre infrarouge de la composition PVC / fibre 15%	49
Figure IV.5: Spectre IR de l'huile DOP.	50
Figure IV.6: Spectre IR de la fibre DPLF.	50
Figure IV.7 : Spectre IR du PVC vierge.	50
Figure IV.8 : Spectre IR des noix de dattes.	50
Figure IV.9 : Spectre IR de la composition PVC / fibre 15% traitée par NaOH 1%	51
Figure IV.10 : Spectre IR de la composition PVC /fibre 15% traitée par 3-(Triméthoxysilyl) propyl méthacrylate 1%.	51
Figure IV.11 : Micrographies MEB : D1 (PVC/ 15% noix de dattes), D2 (PVC/25% noix de dattes)	52
Figure IV.12 : Évolution de l'allongement à la rupture de différentes compositions.	54
Figure IV.13: Évolution de la dureté Shore de différentes compositions.	55
Figure IV.14 : Évolution de la résistance à la rupture des compositions PVC/noix de dattes.	55
Figure IV.15 : Évolution de l'allongement à la rupture des compositions PVC/noix de dattes.	56
Figure IV.16 : Évolution de la Dureté Shore a des compositions PVC/noix de dattes.	57
Figure IV.17 : Évolution de la stabilité thermique des compositions PVC/noix de dattes.	57
Figure IV.18 : Courbes DMA des compositions suivantes.	
(A) polymère PVC 100% (sans additifs)	59
(B) polymère PVC + Fibre DPLF 10% (non traitée)	60
(C) polymère PVC + Fibre DPLF 30% (non traitée)	60
(D) polymère PVC + Fibre DPLF 10% (traitée)	61
(E) polymère PVC + Fibre DPLF 20% (traitée).	62

LISTE DES TABLEAUX

Tableau	page
Tableau I.1 : Domaine d'application de polymère.	12
Tableau II.1 : Propriétés mécanique du PVC.	17
Tableau II.2 : Composition et les propriétés mécaniques de certaine fibre naturelle.	22
Tableau II. 3 : Composition chimique des fibres de palme.	27
Tableau II .4 : Composition chimique des noyaux des dattes.	28
Tableau. III.1 : Les enchantions et leurs compositions PVC-fibre.	32
Tableau IV.1: Fréquences caractéristiques du PVC vierge.	47
Tableau IV.2 : Fréquences caractéristiques de la fibre DPLF.	48
Tableau IV.3: Fréquences caractéristiques de la composition PVC/Fibre.	49
Tableau. IV.4 : Propriétés mécaniques des compositions de PVC/ traitement de la fibre par NaOH/ - traitement de la fibre par silane /Charge +fibre Non traitée	53
Tableau. IV.5 : L'allongement à la rupture des compositions PVC/ traitement de la fibre par NaOH - traitement de la fibre par silane - Charge +fibre Non traitée.	53
Tableau. IV.6 : Dureté Shore A des compositions PVC/ traitement de la fibre par NaOH/ traitement de la fibre par silane/ charge +fibre Non traitée.	54
Tableau. IV.7 : Résistance à la rupture de compositions polymère / noix de dattes	55
Tableau. IV.8 : L'allongement à la rupture de compositions polymère / noix de dattes	56
Tableau. IV.9 : Dureté shore A de compositions polymère / noix de dattes	56
Tableau. IV.10 : Stabilité thermique de compositions polymère / noix de dattes.	57
Tableau A. IV.11: La température de transition vitreuse Tg pour les compositions PVC vierge- PVC/ DPLF- PVC/ DPLF traitée par NaOH 1%.	58

Liste des abréviations

DRX :	Diffraction Des Rayons X
DPLF :	La Fibre De La Feuille De Palmier Dattier (Métrés On Anglais)
DMA :	Analyse Mécanique Dynamique
FTIR :	Technique de mesure de l'absorption par Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier
PVC:	Polyvinyle De Chlorure
MVC:	Monomère Vinyle De Chlorure
MEB	Microscope Electronique A Balayage
Tg:	La température de transition vitreuse
Tf :	la température de fusion
ND :	Noix De Dattes
NaCl :	le chlorure de sodium
KBr :	bromure de potassium

Introduction générale

Introduction Générale

Les polymères ont été découverts depuis un siècle de temps. Ils sont devenus plus exploités que les alliages métalliques dans tous les domaines de l'industrie, de la construction,...etc. L'amélioration des propriétés physico-chimiques de ces matériaux reste un centre d'investigation des chercheurs de ce domaine.

Les additifs sont considérés parmi les moyens d'amélioration des caractéristiques physico-chimiques de ces matériaux. Cela s'avère intéressant compte tenu de leur coût, tel est le cas des matériaux utilisés dans notre présent travail. Sachant que dans notre pays, l'Algérie, nous comptons des millions de palmiers dattiers dont les feuilles et les noix de dattes sont jetées chaque année comme déchets naturels non exploités. Ces données nous ont incités à exploiter les fibres naturelles (des feuilles de palmiers et des noix de dattes) comme étant des additifs aux PVC en formant des matériaux composites à large utilisation.

Afin de bien mener notre travail de recherche, nous avons réparti le mémoire en quatre chapitres.

Dans le premier chapitre, nous présentons des généralités sur les polymères et leurs propriétés physico-chimiques.

Dans le deuxième chapitre nous insistons sur les propriétés des matériaux utilisés PVC/DPLF/ND.

Dans le troisième chapitre nous décrivons les méthodes expérimentales utilisées, y compris les méthodes de caractérisation des matériaux étudiés.

Et enfin, dans le quatrième chapitre nous résumons les résultats obtenus avec leurs interprétations et discussions.

Le mémoire se termine par une conclusion générale sur le travail entrepris.

Chapitre I :

Généralité sur les polymères

I. Introduction:

Les polymères sont de plus en plus présents dans la vie quotidienne. De tout temps l'homme a cherché à les exploiter pour se nourrir, pour produire de l'énergie, pour construire, améliorer et agrémenter son habitat, pour se protéger et se vêtir, pour se déplacer et transporter, mais aussi pour décorer. Cependant, on les utilise rarement seuls, mais combinés à d'autres matériaux, permettant ainsi d'associer les propriétés de chacun. L'utilisation de matériaux composites, préférentiellement aux matériaux traditionnels (polymères, céramiques, métaux, et alliages) se justifie par de meilleures propriétés spécifiques. [1]

I.1. Historique:

De tous temps, les **polymères naturels** avaient été utilisés par l'homme sous la forme de matériaux ou de fibres textiles. La rareté de certains d'entre eux avait mobilisé les chercheurs, lesquels étaient parvenus, dès la fin du 19^{ème} siècle, en transformant chimiquement des polymères naturels, à générer les **polymères artificiels**. Ainsi, ils avaient créé la nitrocellulose (celluloïd, soie artificielle) pour le remplacement de l'ivoire, de la soie..., ou bien des matériaux présentant des propriétés nouvelles susceptibles d'engendrer de nouvelles applications (ébonite par vulcanisation extrême du caoutchouc naturel).

Une étape importante avait été franchie avec la production industrielle des premiers polymères synthétiques (Bakélite, caoutchoucs synthétiques). Mais c'est à partir de la théorie proposée par STAUDINGER que leur variété s'est accrue de façon considérable. Il en fut le principal utilisateur et la plupart des **polymères synthétiques** vinyliques utilisés aujourd'hui sont issus de ses travaux.

Dès la décennie 1940-1950, on avait fait appel aux polymères pour qu'ils soient substitués à nombre de matériaux traditionnels. Cette opération n'a pas toujours été réalisée avec le sérieux qu'elle aurait mérité, ce qui a entraîné une réputation de médiocre qualité des objets fabriqués. Les recherches effectuées dans les laboratoires industriels et académiques ont conduit à pallier les principaux défauts des polymères, lesquels sont maintenant utilisés pour les applications les plus sophistiquées et les domaines les plus avancés de la technologie.

Les jurys du prix Nobel ont voulu honorer cette science encore jeune, en attribuant les prix de Chimie ou de Physique à nombre de ses représentants : STAUDINGER fut le premier récompensé mais on peut aussi citer ZIEGLER et NATTA, FLORY, la triade Mc DIARMID, SHIRAKAWA, HEEGER ainsi que, plus récemment, une autre triade avec CHAUVIN, GRUBBS et SCHROCK. Pierre-Gilles de GENNES a aussi été honoré par le jury du prix

Nobel ; les polymères n'ont été que l'un de ses centres d'intérêt mais son nom est connu de tous les scientifiques pour ses théories dans le domaine de la science des polymères.

En raison de son importance économique, l'industrie des polymères a généré une multitude de travaux de recherche et stimulé, en amont, une recherche académique de grande qualité. Celle-ci est fortement soutenue par les milieux industriels qui ont su avantageusement valoriser la recherche de base.

I.2. Etapes importantes de l'histoire des polymères:

1838 : A. PAYEN identifie un composé de formule $(C_6H_{10}O_5)_n$ qu'il a extrait du bois et auquel il donne le nom de cellulose.

1844 : Ch. GOODYEAR réalise la vulcanisation du caoutchouc naturel au moyen du soufre.

1846 : C. SCHONBEIN prépare le premier polymère « artificiel », la nitrocellulose, par estérification de la cellulose au moyen d'un mélange sulfo-nitrique.

1866 : découverte du polystyrène par M. BERTHELOT.

1883 : la "soie artificielle" est obtenue par H. de CHARDONNET, par filage d'une solution concentrée de nitrocellulose.

1907 : premiers caoutchoucs synthétiques par polymérisation de diènes conjugués, par A. HOFMANN.

1910 : industrialisation du procédé de production du premier polymère synthétique, par L. BAEKELAND ; les résines phénol-formol sont produits sous le nom de "bakélite".

1919 : H. STAUDINGER propose sa théorie macromoléculaire, ouvrant ainsi la voie à la science et à la technologie des polymères.

1925 : confirmation de la théorie macromoléculaire par Th. SVEDBERG ; il réussit à mesurer la masse molaire d'un polymère, par ultracentrifugation.

1928 : K. MEYER et H. MARK établissent le lien entre structure moléculaire et structure cristallographique des polymères.

1933 : polymérisation radicalaire de l'éthylène sous haute pression, par E. FAWCETT et R. GIBSON (I.C.I.).

1938 : premiers polyamides synthétiques ("nylons") par W. CAROTHERS (Du Pont de Nemours).

1942 : P. FLORY et M. HUGGINS proposent la première théorie sur le comportement des polymères en solution.

1943 : la famille des polyuréthanes est découverte par O. BAYER.

1947 : T. Alfrey et C. Price proposent la théorie de la copolymérisation en chaîne.

1953 : F. CRICK et J. WATSON (Prix Nobel de médecine 1962) proposent la structure en double hélice de l'ADN.

1953 : K. ZIEGLER polymérise l'éthylène sous basse pression.

1954 : G. NATTA découvre le polypropène isotactique.

1955 : établissement d'une relation entre le temps de relaxation des chaînes et l'écart à la température de transition vitreuse par M. WILLIAMS, R. LANDEL et J. FERRY.

1956 : découverte de la polymérisation « vivante » par M. SZWARC.

1957 : premiers monocristaux polymères obtenus par A. KELLER.

1959 : mise au point de la chromatographie d'exclusion stérique par J. MOORE.

1960 : Découverte des élastomères thermoplastiques à partir des copolymères à blocs.

1970-1980 : formulation des lois d'échelle et notion de reptation des chaînes polymères à l'état fondu, par P-G. de GENNES.

1974 : Développement des polyamides aromatiques par la firme Du Pont de Nemours.

1980 : W. KAMINSKY et H. SINN utilisent la combinaison aluminoxanes/métalloènes, pour la polymérisation des oléfines.

1982 : T. OTSU introduit la notion de contrôle de la polymérisation radicalaire.

1986 : les premiers dendrimères sont synthétisés par D. TOMALIA.

1994 : la polymérisation radicalaire contrôlée par transfert d'atome, une méthode mise au point par M. SAWAMOTO et K. MATYJASZEWSKI

2000 : H. SHIRAKAWA, A.J. HEEGER et A.G. Mc DIARMID obtiennent le Prix Nobel de Chimie pour leurs travaux sur les polymères conducteurs intrinsèques.

2005 : Prix Nobel de Chimie pour Y. CHAUVIN, R. GRUBBS et R. SCHROCK, pour leurs travaux sur la réaction de métathèse et son application aux polymères [2].

Un polymère est une macromolécule formée de l'enchaînement covalent d'un très grand nombre d'unités de répétition qui dérivent d'un ou de plusieurs monomères (qui sont également appelées motifs) et préparée à partir de molécules appelées monomère [3].

I.3.Définition de polymère:

Le mot polymère d'origine Grec *polus* -meros, est composé de deux mots, « *polus* » qui veut dire plusieurs et « *méros* » qui veut dire partie est par définition une macromolécule organique ou inorganique constituée de l'enchaînement répété d'un même motif. Les monomères sont liés les uns aux autres par des liaisons covalentes.

Les polymères peuvent être constitués d'un seul motif ou d'un seul monomère dans ce cas on parle d'un homopolymère. Dans le cas où il y'a deux monomères différents on parle d'un copolymère. [4]

I.4. Classification des polymères organiques:**I.4.1 Selon leur origine:**

On peut les classer en trois catégories.

I.4.1. 1. Les polymères naturels:

Sont issus des règnes végétal ou animal, leur importance est considérable. On peut cependant mentionner, dans cette catégorie, la famille des polysaccharides (cellulose, amidon...), celle des protéines (laine, soie...), le caoutchouc naturel, etc [5].

I.4.1.2. Les polymères artificiels:

Sont obtenus par modification chimique de polymères naturels, de façon à transformer certaines de leurs propriétés ; l'ester cellulosique (nitrocellulose, acétate de cellulose....) ont toujours connu une certaine importance économique.

I.4.1.3. Les polymères synthétiques:

Totalement issus du génie de l'homme, sont obtenus par polymérisation de molécules monomères. Leur variété est extrême et ce sont ceux qui seront le plus souvent considérés par la suite.

I.4.2. Selon leur domaine d'application:

Il est difficile de proposer une classification exhaustive tant la variété des propriétés a multiplié les applications des polymères, comme matériaux en particulier. Il est cependant possible de regrouper les polymères en trois grandes catégories :

I.4.2.1. Les polymères de grande diffusion:

Encore appelés polymères de commodité), dont la production annuelle s'évalue par millions de tonnes, sont devenus d'un emploi quotidien pour tous. Le polyéthylène, le polystyrène, le poly(chlorure de vinyle) et quelques autres sont à classer dans cette catégorie d'une importance économique considérable [5].

I.4.2.2. Les polymères techniques:

Ont des caractéristiques qui leur permettent de se substituer, de plus en plus aux matériaux traditionnels (métaux, céramiques...) pour de nombreuses applications; les polyamides, les polyacétals font partie de cette famille.

I.4.2.3. Les polymères spéciaux:

Où polymères de fonction présentent généralement une propriété qui induit leur utilisation pour une application particulière. C'est dans cette catégorie que se trouvent les polymères conducteurs, photo actifs, thermostables, adhésifs, etc. Tous les spécialistes ne donnent pas la même définition à chacune de ces catégories même s'ils s'accordent sur les termes.

I.4.3. Selon leur structure (dimensionnalité):

Les polymères peuvent encore être classés en trois catégories [6]:

I.4.3.1. Les polymères linéaires (ou monodimensionnels):

Pour lesquels chaque chaîne macromoléculaire est constituée d'un nombre (éventuellement) élevé mais fini d'unités monomères ; de tels systèmes correspondent à la polymérisation de monomères bivalents et une macromolécule linéaire peut être très schématiquement représentée par un trait continu divisé en intervalles figurant chacun une unité monomère (**figure I.1**).



Figure I.1: Représentation de la chaîne d'un polymère linéaire [6].

I.4.3.2. Celle des polymères bidimensionnels:

Dont certains peuvent être produits par la nature (carbone graphite, kératine...) ; dans le domaine des polymères synthétiques ce sont encore des curiosités de laboratoire. Ils se présentent sous la forme de feuillets bidimensionnels, d'épaisseur comparable à celle des molécules simples (**figure I.2**).

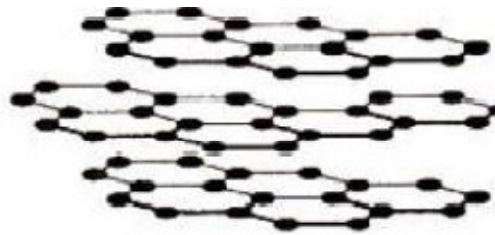


Figure I.2: Représentation schématique d'un polymère bidimensionnel [6].

I.4.3.3. les polymères tridimensionnels,:

Qui résultent de la polymérisation de monomères dont la valence moyenne est supérieure à deux ou encore de la réticulation (formation d'un réseau tridimensionnel), par voie physique ou chimique, de polymères linéaires. Leur dimension moléculaire peut être considérée comme infinie puisque toutes les unités monomères constitutives d'un objet sont liées de façon covalente pour former une seule macromolécule. Les liaisons se développent

dans les trois dimensions et un élément de volume d'un tel système peut être représenté sur la **figure I.3**.

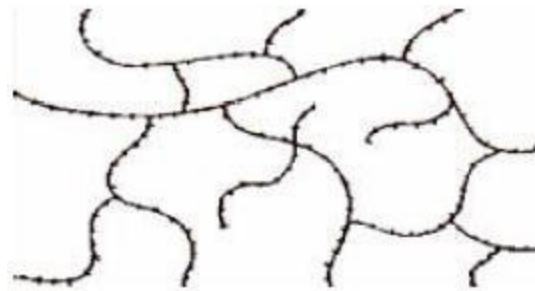


Figure I.3: Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel [7].

I.5. Propriétés des polymères:

Les propriétés des matériaux polymères sont beaucoup plus sensibles que celles des métaux aux influences extérieures telles que la température, la dureté, l'intensité de la contrainte appliquée, les radiations UV et les agents chimiques. Leur module d'élasticité est en général inférieur de deux ordres de grandeur à celui des métaux.

Les caractéristiques de résistance peuvent différer seulement d'un ordre de grandeur. Hormis les paramètres spécifiques ou matériaux (masse molaire, taux de ramification, mobilité des chaînes, taux de réticulation,.....), et les conditions extérieures (humidité, agents chimiques, température, vitesse de sollicitation, type et intensité des contraintes appliquées).

I.5.1. Propriétés physiques des polymères:

Avant tout, rappelons qu'il existe une grande variété de matières plastiques, tout comme il existe un grand nombre d'alliages métalliques, une des caractéristiques physiques générales des polymères est :

- **La masse volumique :** La masse volumique des matières plastiques est peu élevée.

La légèreté des polymères est sans aucun doute une des qualités qui a le plus largement contribué à leur diffusion. En ce qui concerne le rapport (résistance à la traction / masse Volumique), certains polymères sont en fait supérieurs bien à des matériaux métalliques.

La faible masse volumique des plastiques est due au faible poids atomique des principaux atomes de leurs chaînes (principalement l'hydrogène et le carbone) [7].

I.5.2. Propriétés mécaniques:

I.5.2.1. La résistance et la contrainte:

Les grandeurs caractéristiques permettant de comparer le comportement mécanique des différents matériaux sont définies ci-dessous et illustrées sur **Figure I.4:** [8].

➤ **Contrainte au seuil d'écoulement " σ_y " :**

Définie comme la contrainte en traction pour laquelle la pente de la courbe ($\sigma - \varepsilon$) s'annule pour la première fois.

➤ **Résistance en traction σ_M (ou contrainte maximale en traction) :**

Elle caractérise, comme son nom l'indique la contrainte maximale supportée par l'éprouvette pendant l'essai de traction [9].

➤ **Contrainte à $x\%$ d'allongement σ_x :**

Définie comme la contrainte en traction pour laquelle la courbe ($\sigma - \varepsilon$) est décalée, par rapport à la courbe initialement linéaire, d'une distance correspondante à un allongement de $x\%$ [7].

➤ **Contrainte à la rupture σ_B :**

Elle est déterminée à la rupture de l'éprouvette (quand il n'y a pas de seuil d'écoulement et donc de contrainte correspondante ou qu'il n'est pas possible de déterminer la contrainte à $x\%$ d'allongement) [9].

➤ **La résistance en flexion:**

Elle est calculée selon des normes et pour les thermoplastiques ductiles [10].

➤ **La résistance en compression σ_{cm} :**

Elle est mesurée sur des petites éprouvettes d'essai, pour limiter le risque de flambage, il est important de noter que la présence d'entailles et de petites fissures est moins.

➤ **La résistance en compression σ_{cm} :**

Elle est mesurée sur des petites éprouvettes d'essai, pour limiter le risque de flambage, il est important de noter que la présence d'entailles et de petites fissures est moins importante dans ce type d'essai que dans l'essai de traction, puisque ces défauts morphologiques peuvent se fermer sous l'effet de pression. Pour cette raison, la résistance en compression des matériaux polymères est généralement plus élevée que la résistance en traction.

➤ **La résistance en cisaillement τ_m :**

Elle peut être déterminée à partir des éprouvettes cylindriques, soumis à une sollicitation de torsion. Les déformations non homogènes des éprouvettes sont à éviter pendant l'essai. La résistance en cisaillement " τ_m " est généralement mieux définie à partir de la résistance en traction, en utilisant le critère de déformation de "Haber Von Mises Henky".

$$\tau_m = 0.58 \sigma_M$$

On peut en général appliquer le classement suivant [7] : Résistance en cisaillement < Résistance en traction < Résistance en compression < Résistance flexion.

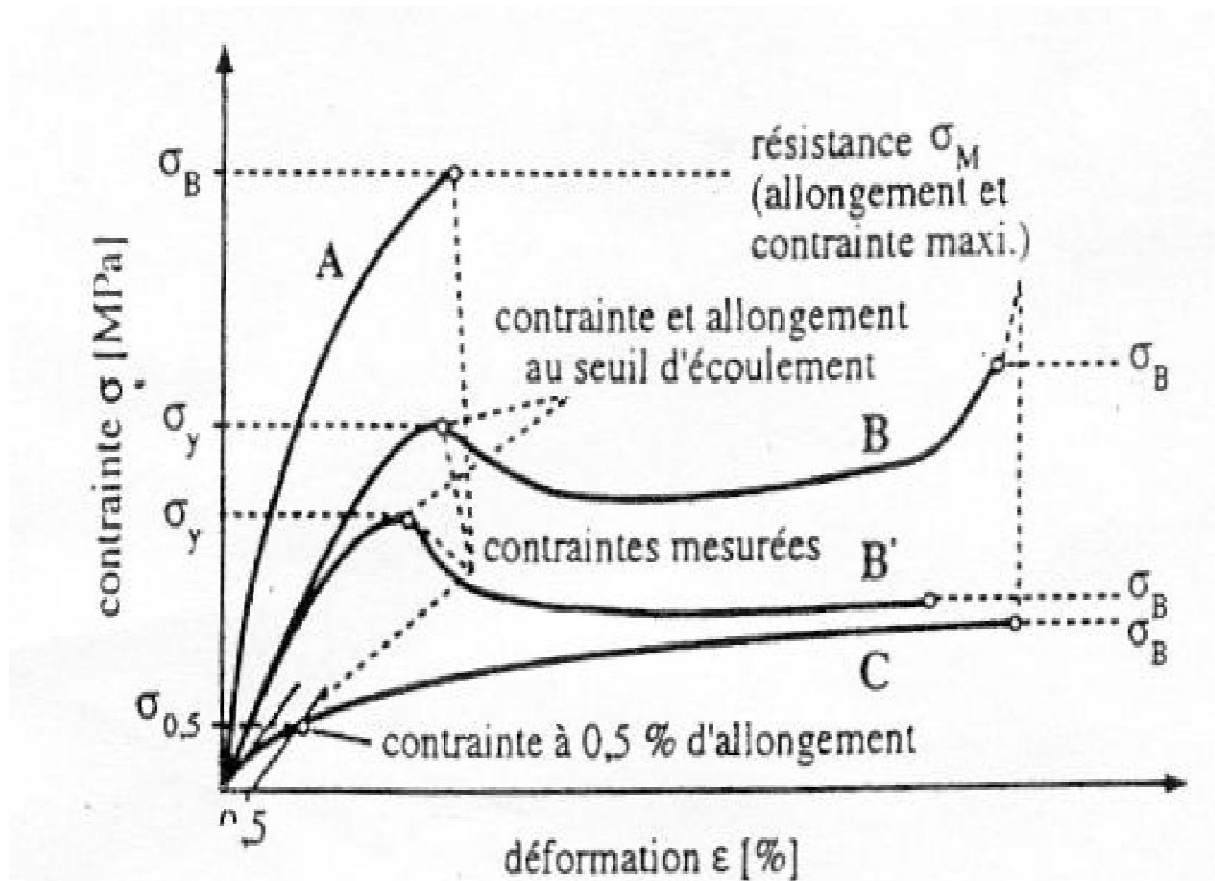


Figure I.4: Grandeurs caractéristiques déterminées à partir des courbes Contrainte – déformation (essai de traction) pour différents types de matériaux A : fragiles, B, B : ductiles avec seuil d'écoulement, C : ductile sans seuil d'écoulement. [12]

I.5.3. Propriétés thermiques

I.5.3.1. La température :

La température de transition vitreuse " T_g " et la température de fusion " T_f " sont les deux températures fondamentales nécessaires dans l'étude des matériaux polymères. La température de transition vitreuse est particulièrement importante pour les polymères amorphes, notamment les thermoplastiques amorphes, pour lesquels, il n'existe aucune force de cohésion importante autre que l'enchevêtrement [7].

I.6. Mélanges des polymères:

I.6.1. Définition:

Le mélange de deux ou de plusieurs polymères représente peut être la manière la plus facile à les modifier (du moins à l'échelle du laboratoire) de manière à obtenir un résultat voulu, en jouant sur la symbiose des propriétés des différents composants.

Les mélanges de polymères ou blendes (en anglais), sont parfois appelés alliages. Cependant, ce dernier terme se réfère plutôt aux polymères compatibles, c'est à dire à ceux

qui sont capables de former un mélange plus ou moins intime au niveau moléculaire (l'acceptation exacte de « Compatible » dépend du contexte).

Les polymères sont rarement miscibles mais sont souvent associés pour conférer des propriétés spécifiques (tenue mécanique...) [7,8], aux pièces qu'ils vont former.

Par exemple :

- **Les boucliers « polypropylène (PP) »** sont en fait des mélanges copolymère PP-PE + élastomère (EPDM) + talc.
- **le PP associé à de l'éthylène propylène diène monomère (EPDM)** est utilisé dans les tableaux de bords.
- **les polycarbonates (PC)** sont associés à des copolymères Acrylonitriles Butadiène Styrene (ABS) pour former des tableaux de bord.
- **Les mélanges polychlorure de vinyle (PVC)/ABS** sont utilisés dans les peaux de planches de bord.
- **Le polystyrène (PS)** est associé au polyphénylène éther (PPE ou PPO) et au polyamide (PA) pour former du noryl utilisé en carrosserie automobile [4].

I.6.1.2. Mélanges miscibles:

Mélange de polymère se comportant comme un système monophasé à l'échelle moléculaire. Son comportement est celui d'un homopolymère. Ses propriétés varient avec la composition suivant une loi de mélange simple. Les constituants du mélange peuvent être des polymères homologues, généralement avec des distributions en masses molaires étroites, ou bien de nature différente (exemple : polyphénylène éther/ polystyrène PPE/PS).

I.6.1.3. Mélanges non miscibles (ou immiscibles):

Mélange mécanique de deux polymères non miscibles, dont les propriétés dépendent de la technique et des paramètres de transformation. Le contrôle de la morphologie est alors délicat et conditionne les propriétés (exemple : polyéthylène téréphtalate/ polyamide 66 PET/PA66) [11].

I.6.1.4. Mélanges compatibles:

Les mélanges non miscibles donnent lieu en général à des propriétés plus faibles que celles des polymères de base, cependant, on peut par un procédé physique ou chimique modifier les propriétés interraciales et morphologique, entraînant ainsi l'amélioration d'une manière significative d'une propriété physique donnée; cette opération s'appelle la comptabilisation, c'est le cas par exemple du PS choc qui est un mélange immiscible mais compatible de Polystyrène (PS) et de Polybutadiène (PB), en effet la faible résistance au choc du PS (thermoplastique) est remarquablement améliorée par le PB (élastomère).[12]

I.7. Thermodynamique des mélanges de polymères:

D'une manière générale, la thermodynamique nous permet de calculer l'enthalpie libre de mélange par la relation suivante :

$$\Delta G_M = \Delta H_M - T\Delta S_{\text{comb}}$$

Où ΔH_M : correspond à une enthalpie d'interaction : c'est la partie énergétique liée aux interactions.

ΔS_{comb} : correspond à l'entropie combinatoire : c'est la partie liée aux conformations et au désordre. Pour que le mélange ait une chance d'être miscible, il faut que l'enthalpie libre de mélange soit négative ($\Delta G_M < 0$). L'enthalpie libre ΔG est une fonction d'état thermodynamique qui, en tant que telle, rend compte de l'état dans lequel se trouve le système constitué par les deux polymères mélangés. C'est une condition nécessaire mais pas suffisante car le mélange peut être immiscible (séparation de phase) bien que l'enthalpie libre de mélange soit négative dans tout le domaine de composition.

D'après les principes de la thermodynamique, c'est la valeur de ΔG qui nous renseigne sur la stabilité du mélange. Si $\Delta G < 0$, le mélange est stable, mais très rares sont les cas où cette condition est satisfaite entraînant le fait que la grande majorité des mélanges de polymères sont non miscibles. On peut rencontrer ces rares cas lorsqu'il existe des interactions préférentielles entre les polymères mélangés qui rendent la dispersion de l'un dans l'autre stable ; ce peut être par exemple des liaisons hydrogènes, qui permettent aux chaînes macromoléculaires en présence de s'organiser dans un pseudo-réseau.

Dans les autres cas, il faut essayer de rendre ΔG aussi faible que possible, voire négatif. C'est en général difficile, car ΔG étant lié à la structure chimique, les polymères de nature différente ont plus souvent tendance à se repousser qu'à s'attirer. Une autre solution est de placer les polymères dans un état hors équilibre. Pour cela, on peut procéder à un mélange mécanique. On peut ainsi parvenir à disperser des polymères et on peut figer la dispersion par trempe du matériau. On peut aussi jouer sur la valeur de l'enthalpie ΔH qui regroupe l'ensemble des forces internes d'attraction ou de répulsion qui peuvent exister, liées à la structure chimique et à la polarité des chaînes.

Par rapport à un volume de référence, plus les molécules seront petites, plus le nombre d'arrangements possibles sera grand et plus ΔS sera élevé. Donc, plus la longueur des chaînes sera grande, plus ΔS sera faible et plus la possibilité d'avoir $\Delta G < 0$ sera faible. On trouve donc ici l'explication thermodynamique aux problèmes d'immiscibilité de nombreux polymères.

Il est possible de calculer l'énergie libre de mélange grâce à la théorie de Flory Huggins, en émettant quelques hypothèses simplificatrices :

1. les chaînes sont isomoléculaires: Hypothèse de champ moyen (sans solvant et degré de polymérisation de A (NA) égal à celui de B (NB)).

2. les chaînes sont idéales: Elles sont placées dans le réseau selon une marche au hasard et on considère qu'il n'y a pas de volume exclu.

3. Les fluctuations de concentrations sont négligeables: La probabilité d'avoir un motif A à côté d'un B correspond à la composition globale.

4. la compressibilité est négligeable ($\Delta V = 0$) (La fraction volumique de motif ϕ_i est égale à la fraction molaire).

5. l'interaction effective $KT\chi = \Delta H/\phi_A\phi_B$ est constante.

Avec χ : paramètre d'interaction de Flory, k : la constante de Boltzmann et T : la température en kelvin. Cette approximation est bonne lorsque qu'il n'y a que des forces de Van der Waals. [13]

I.8. Domaine d'application :

Vêtement et textile	Fibres textiles, non tissés, skaï, simili cuir
Maroquinerie Chaussure	Skaï, simili cuir, mousses isolantes
Ameublement	Skaï, simili cuir, colles, vernis, mousses
Articles ménagers	Tupperware, poubelles, seaux, vaisselle
Sports-loisirs	Cannes à pêche, coques de bateaux, piscines, bandes magnétiques, DVD
Industrie chimique	Tuyauteries, cuves, revêtements
Emballage alimentaire	(bouteilles, pots de yaourt, briques de lait, boîtes à œufs) ou industriel (flacons de détergents, sacs et sachets, casiers, sacs poubelles)
Transports dans automobile	Boucliers, carrosserie, optiques, planches de bord, habillage intérieur, réservoirs d'essence
Industrie électrique et électronique	Boîtiers, gainage de câbles, façades de téléviseurs
Bâtiments travaux publics	Peintures, isolation, revêtement de sol, tuyauteries, géotextiles
Agriculture	Irrigation, arrosage, serres, bâches
Hygiène	Verres de lunettes, lentilles de contact, prothèses, matériel hospitalier, couches

Tableau I.1: domaine d'application de polymère. [14]

I.9.Généralités sur les composites :

I.9.1.Définitions:

Le matériau composite est défini comme étant un produit constitué d'au moins de deux matériaux non miscibles : le renfort et la matrice (figure.1). Ces deux matériaux n'ont pas une forte capacité d'adhésion entre eux. Le nouveau matériau ainsi formé présente un ensemble de propriétés que l'on ne trouverait pas dans chacun des éléments pris séparément [6].

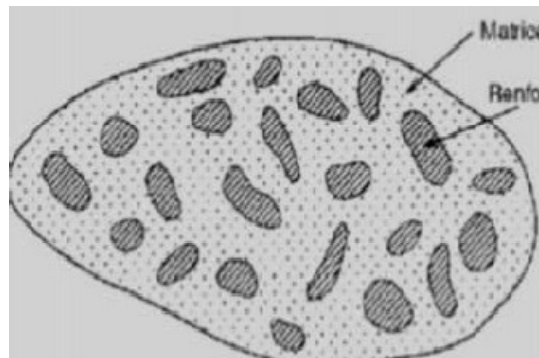


Figure I.5: Matériau composite [6].

Un matériau composite se compose comme suit: une matrice + un renfort.

- **Matrice:** constituée d'une ossature qui est généralement une matière plastique (résine thermoplastique ou thermodurcissable) assurant la cohésion de la structure.
- **Renfort:** c'est une matière ajoutée à la matrice donnant la propriété attendue du composite : tenue mécanique, propriété électrique etc. [4]

I.9.2.Renforts:

Le renfort est le squelette supportant les efforts mécaniques. Il contribue à améliorer la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites, Il se présente sous forme filamentaire (organique ou inorganique comme les fibres de verre, carbone, aramide et les fibres naturelles [15]).

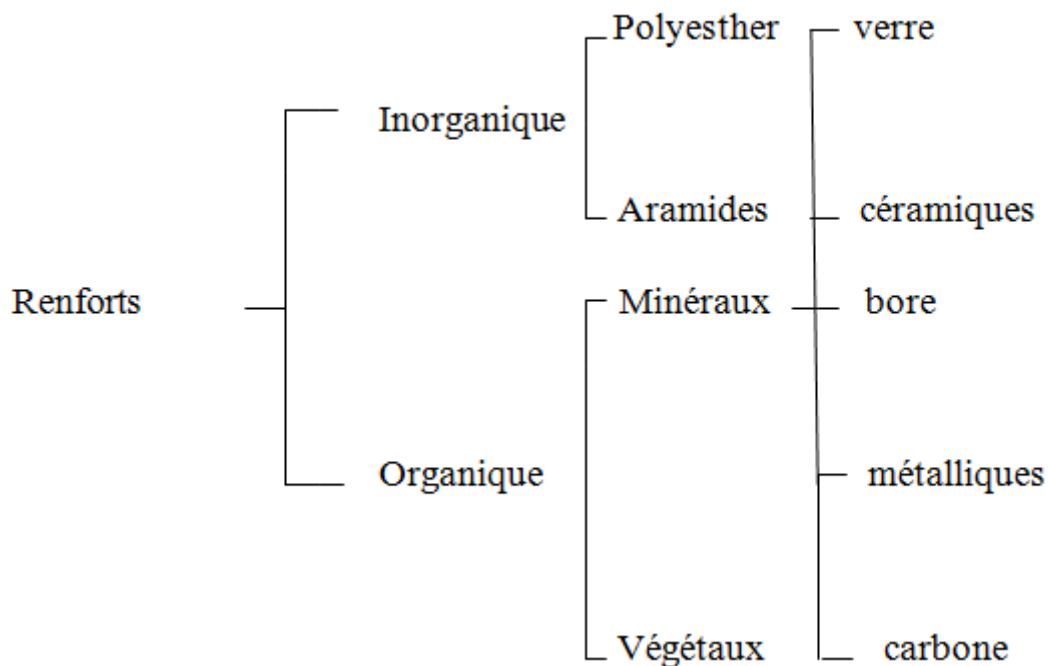


Figure I.6: Type de renfort. [15]

I.9.3. Les matrices:

Les matrices permettent de lier les fibres de renforts, de répartir les contraintes, d'apporter la tenue de la structure et de donner la forme désirée au produit final. La matrice a pour principal but de transmettre les efforts mécaniques au renfort. Elle assure aussi la protection du renfort vis-à-vis des diverses conditions environnementales. [16]

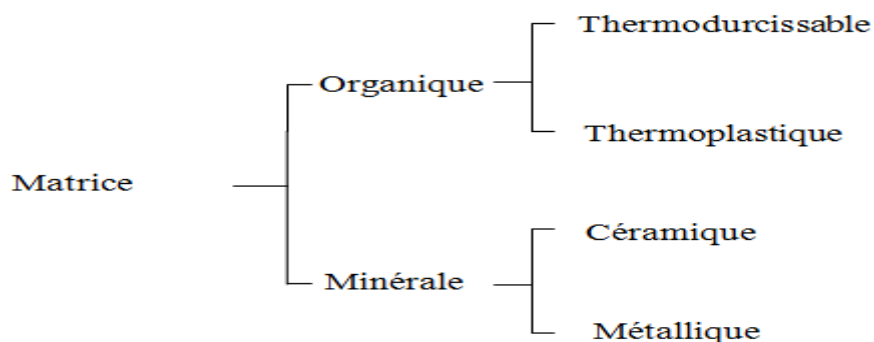


Figure I.7: Type de matrice. [16]

Chapitre II :
Généralité sur les matériaux
utilisés

II. Matériaux utilisés

Dans ce présent travail nous nous sommes intéressés au polychlorure de vinyle, du fait qu'il est très utilisé et il vient juste après le polyéthylène [1].

II .1 .le polychlorure de vinyle(PVC)

Le PVC est une des matières plastiques modernes qui connaît le plus grand succès. Il est utilisé dans notre vie quotidienne pour diverses applications et joue un rôle prépondérant dans la protection de notre santé et dans notre sécurité [17].

II .1 .1.Définition de PVC :

Le poly (chlorure de vinyle) ou chlorure de polyvinyle est un polymère thermoplastique de grande consommation, amorphe ou faiblement cristallin, connu généralement sous le sigle PVC (en anglais polyvinylechloride). Il est préparé à partir de deux matières premières : à 57 % de sel et à 43 % de pétrole. Le PVC est la seule matière plastique d'usage courant constituée par plus de 50 % de matière première d'origine minérale existant à profusion dans la nature.

Sous cette forme, elle est également utilisée dans l'industrie des vêtements et des tapisseries, et autres produits commerciaux [18].

La figure.1, représente la formule générale de PVC

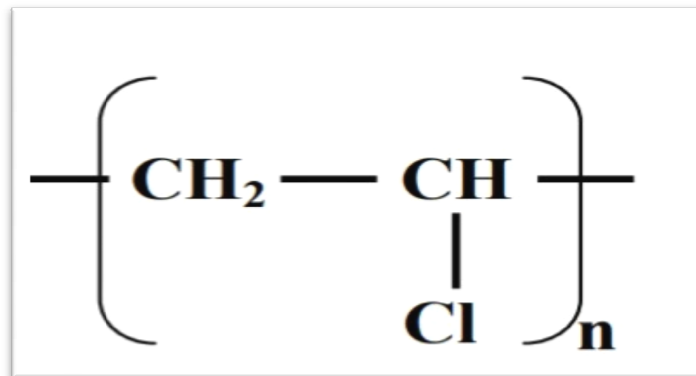


Figure II.1 : Formule général du PVC. [18]

II .1 .2.Préparation de polychlorure de vinyle

Découvert en 1835 par le physicien français Victor Regnault. Le chlore est obtenu par électrolyse du sel (chlorure de Sodium :NaCl). Par suite de réactions entre le chlore et l'éthylène, on obtient le chlorure de vinyle monomère (CVM) qui, par polymérisation, donne le PVC. La polymérisation est la réaction chimique par laquelle les molécules s'additionnent les unes aux autres pour une chaîne de grande longueur. [1]

Le schéma est le suivant :

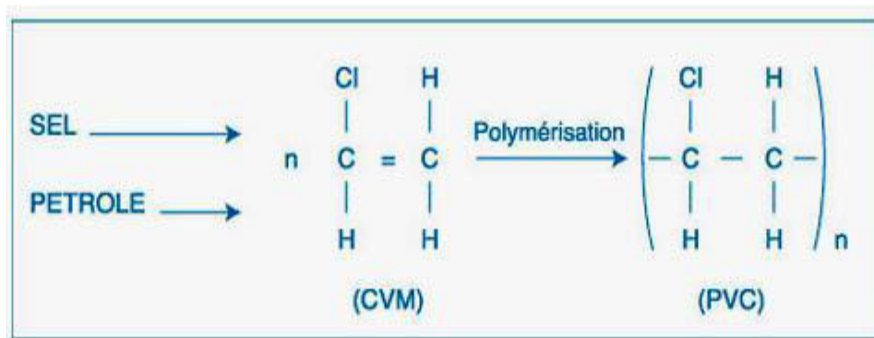


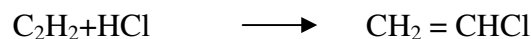
Figure II.2 : Polymérisation de PVC [4].

II .1.2.1.Mode de synthèse

II .1.2.1 .a .Synthèse du monomère

La synthèse du chlorure de vinyle monomère (CVM) est réalisée suivant deux principaux procédés [18] :

- L'addition du gaz chlorhydrique sur l'acétylène :



- La chloration de l'éthylène en 1,2-dichloroéthane, puis pyrolyse de ce dernier :



II.1.2.1.b.polymérisation

La réaction de polymérisation du chlorure de vinyle monomère par voie radicalaire donne naissance à des macromolécules linéaires de masses moléculaires moyennes déterminées dont la répartition présente une allure gaussienne asymétrique. C'est une réaction fortement exothermique.

Il existe plusieurs procédés industriels de polymérisation du chlorure de vinyle monomère:

- **En suspension :** Le chlorure de vinyle monomère est dispersé dans l'eau par agitation. On obtient alors de petites gouttelettes. La suspension est maintenue par un agent de tensioactif (Gélatine, la cellulose). Le PVC polymérisé obtenu possède de bonnes propriétés mécaniques et électriques et son absorption en eau est très faible.
- **En solution :** Elle est abandonnée, elle consiste à ajouter au monomère une certaine quantité de solvant dans lequel le polymère est insoluble, la séparation se fait par une simple filtration.

- **En émulsion :** Dans ce mode de polymérisation, le chlorure de vinyle monomère liquide est émulsifié dans l'eau sous pression. La polymérisation est activée par des amorceurs solubles dans l'eau. Après séchage, on obtient des grains de PVC de 15 à 20µm de diamètre. Les chaînes du PVC obtenues ont un poids moléculaire bas, et la présence de ces émulsifiants augmente l'absorption d'eau.
- **En masse:** La polymérisation se fait en présence d'un catalyseur (peroxyde en général). Les produits obtenus sont d'une excellente pureté, d'une bonne transparence et font preuve d'une faible absorption d'eau [19].

II.1.3. Propriétés de Polychlorure de vinyle

Le PVC a plusieurs propriétés :

II.1.3.1 .Propriétés physiques

Parmi les propriétés physiques, le PVC de couleur naturelle transparente (cristal), il est amorphe dans la majorité des cas , on note la présence de la phase cristalline qui varie de 5 à 15% en masse , à température ambiante 23 à 25 °C ,la phase amorphe est rigide , avec la température de transition vitreuse (T_v) qui se situe vers les 75 °C et 80°C ,c'est -à dire qu'il est rigide à température ambiante ,et qu'au -dessus de 90°C ,il est caoutchouteux (faible résistance ,grande déformation) [20] .

II.1.3.2 .Propriétés mécaniques

Le pvc résiste à l'abrasion et aux chocs encore plus à basse température < à 10 °C, et de bonne résistance à la rigidité jusqu'au voisinage de sa température de transition vitreuse, l'addition des plastifiants permet de diminuer la Tg. et selon la proportion de plastifiant, on distingue le PVC souple et le PVC rigide [21].

Tableau II.1 : propriétés mécanique du PVC [1].

Propriétés	Unité	PVC rigide	PVC souple
Masse volumique	g /cm ³	1 .38	1 .3- 1.7
Contrainte à la rupture	MPa	50	10-20
Allongement à la rupture	%	100-150	200 à 500
Résistance à la flexion		70-80	-
Module de traction	MPa	2400	-
Module de flexion	MPa	2000	-
Résilience	%	50-200	-
Dureté shore D	-	70-84	200 à 500

II.1.3.3 .Propriétés thermiques de PVC

- **Conductivité thermique** : Elle est d'environ $0,2 \text{ W. m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.
- **Capacité thermique massique** : Elle est d'environ $1\ 046 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.
- **Pouvoir calorifique** : Il est de 17 kJ/kg environ, pour les PVC non plastifiés et de valeur supérieure mais variable suivant la formulation pour les PVC plastifiés.
- **Coefficient de dilatation linéique** : Il est d'environ $5 \cdot 10^{-5}$ à $8 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ pour les PVC non plastifiés, Il est moins significatif pour les PVC plastifiés.
- **Température de ramollissement Vicat** : Mesurée uniquement sur les PVC non plastifiés, la température de ramollissement Vicat se situe entre 65 et $85 \text{ }^\circ\text{C}$.
Pour des mélanges de PVC et de PVC chloré, elle peut atteindre des valeurs supérieures à $100 \text{ }^\circ\text{C}$.
- **Température de fléchissement sous charge** : Elle ne s'applique qu'aux PVC non plastifiés. Elle varie de 55 à $70 \text{ }^\circ\text{C}$ selon les formulations et peut atteindre $90 \text{ }^\circ\text{C}$ pour celles contenant du PVC chloré [22].

II.1.3.4 .Propriétés chimiques

II.1.3.4.1.Résistance aux agents chimiques

Le PVC non plastifié possède une résistance remarquable à bon nombre de produits chimique, une gamme étendue d'application où cette qualité revêt une importance primordiale. Par contre, le PVC plastifié est sensible à certains solvants organiques (aromatiques, cétoniques et chlorés).

II.1.3.4.2.Tenue à la lumière : (Résistance photochimique)

Compte tenu des précautions spéciales présent au stade de la formulation qu'à celui de la transformation, les compositions à base de PVC présente une bonne tenue au vieillissement naturel, qui peut être améliorée par l'addition d'agents de protection anti-UV et le choix de colorants ou pigments sélectionnés en vue d'utilisations particulières [23].

II.1.3.5.Propriétés électriques

Le PVC a de bonnes propriétés isolantes mais les pertes électriques dans le matériau sont suffisamment importantes pour permettre le soudage par haute fréquence [24].

II.1.3.6.Propriétés dimensionnelles

Le PVC présente une bonne stabilité dimensionnelle et un retrait limité dû à sa structure amorphe [22].

II.1.3.7. Propriétés de mise en œuvre

Le PVC se forme très bien à chaud pour les aménagements intérieurs "PLASTICASE"[22].

II.2 Les Renforts

Le renfort constitue le squelette ou l'armature du composite et a pour fonction de supporter l'essentiel de l'effort mécanique appliqué au matériau. Il se présente généralement sous forme fibreuse et se compose de plusieurs centaines, voire de plusieurs milliers de filaments de très petit diamètre (5 à 20 µm). Sa nature fibreuse permet d'obtenir un matériau anisotrope avec un renforcement dans des directions préférentielles [25].

L'incorporation d'une charge au sein d'une matrice permet d'agir sur plusieurs propriétés des matériaux composites formés tel que : les propriétés physico-chimiques, les propriétés mécaniques et les propriétés électriques, ainsi que la facilité de mise en œuvre [26].

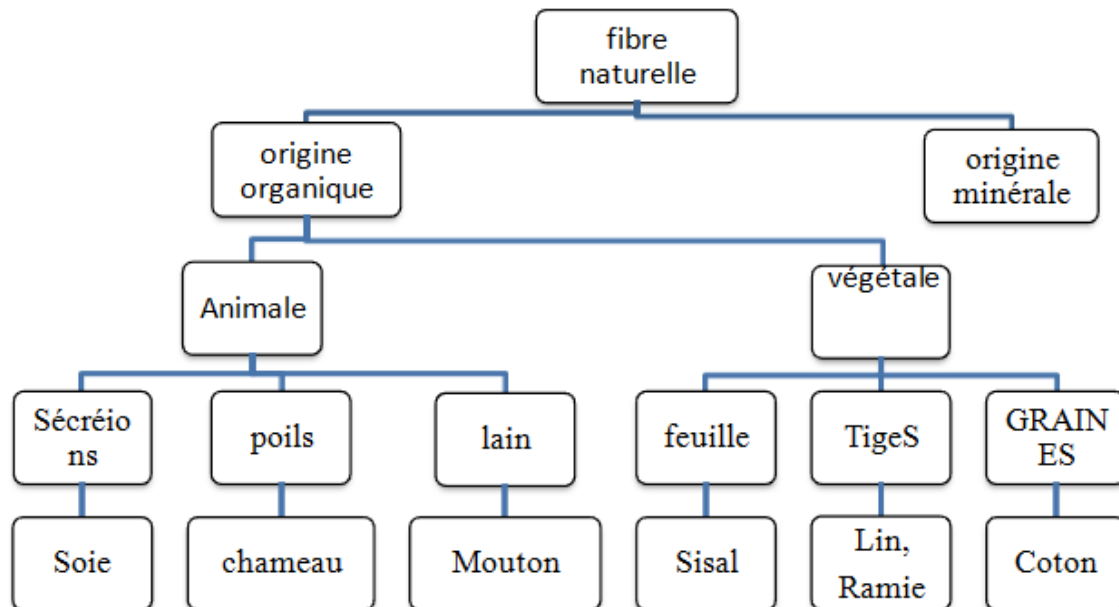


Figure II. 3 : Les différents types de fibres naturelles.

II .2.1 Fibres végétales

II .2.1.1 Définition :

Une fibre végétale est une expansion cellulaire morte qui principalement composée de cellulose, d'hémicelluloses, de lignine et de pectine. Elle est soit isolée, soit regroupée avec d'autres en un faisceau. Il est primordial de ne pas confondre fibre unitaire (ou fibre élémentaire) et faisceau de fibres. Une fibre unitaire correspond à une cellule élémentaire fibreuse, qui, regroupée avec d'autres, forme un faisceau de fibres ; le lien interstitiel entre les

fibres unitaires étant composé principalement de lignine et d'hémicelluloses. Ce sont généralement ces faisceaux de fibres qui sont communément appelés « fibres végétales » [27].

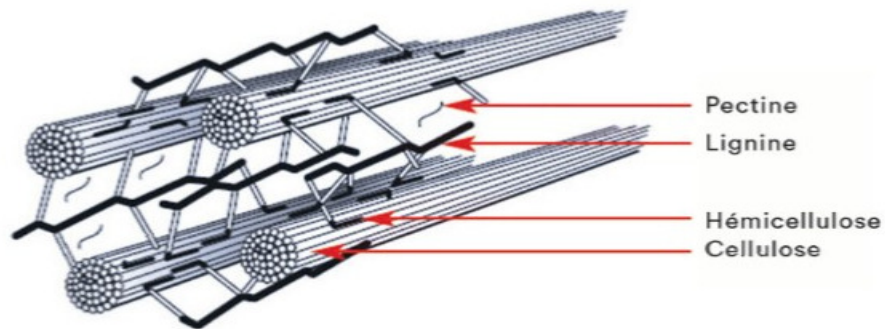


Figure II.4 : Représentation schématique d'une fibre végétale.

II.2.1.2 Origines des fibres végétales

La figure suivante montre différents origines des fibres végétales.

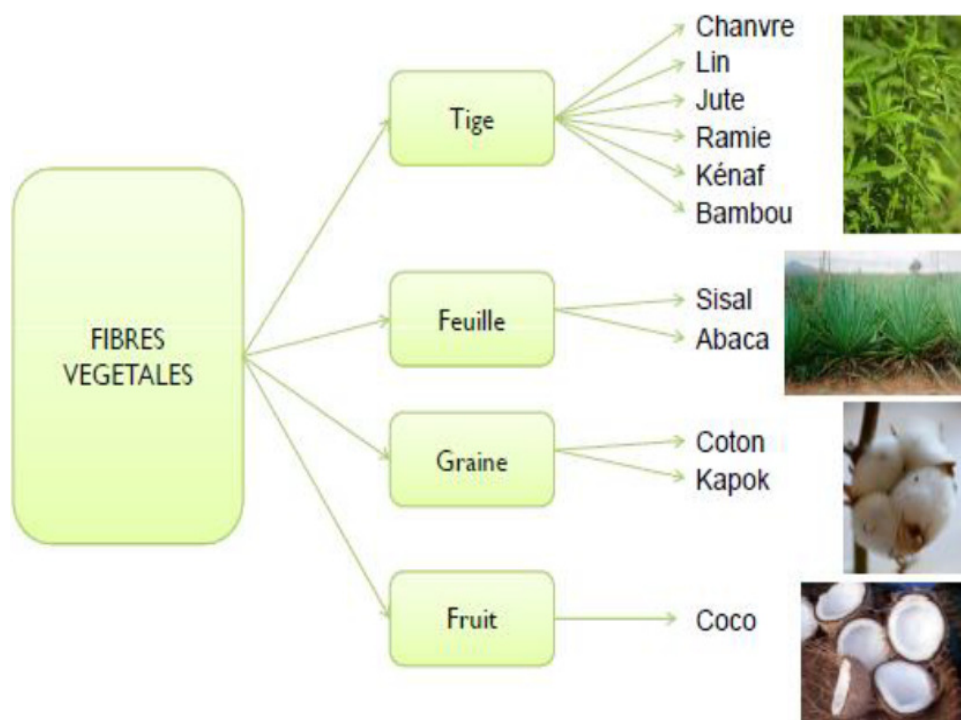


Figure II 5 : Origines des fibres végétales.

II.2 .1. 3 Structure d'une fibre végétale

Les fibres végétales sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. Dans une proportion beaucoup plus faible, elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques. Contrairement aux autres composants des fibres qui possèdent une structure amorphe, la

cellulose possède une structure en grande partie cristalline. La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant le module d'élasticité le plus élevé, soit environ 136 GPa à comparer au 75 GPa de la fibre de verre.

Cette rigidité provient de la structure cristalline qui suit un agencement supramoléculaire hélicoïdal très ordonné. Il est important de noter que cette structure moléculaire particulière entraîne lors d'une elongation des fibres, un couplage torsion/traction qui peut avoir des conséquences sur l'interface, sur la déformation ou sur les mécanismes de rupture du composite. A l'intérieur de la fibre, les chaînes cellulosiques sont réunies en microfibrilles qui en s'agglomérant forment des fibrilles sur plusieurs couches. L'angle qui existe entre ces éléments très structurés et l'axe de la fibre conditionne la rigidité de la fibre. Les liaisons hydrogènes qui s'établissent le long et entre les chaînes cellulosiques sont à la base des bonnes propriétés des fibres cellulosiques. Ces différences, constitutives ainsi qu'anatomiques, qui vont donner la grande variabilité des propriétés physico-mécaniques des fibres naturelles [28].

II.2 .1. 4 Constitution d'une fibre naturelle

Une fibre végétale est assimilable dans une première approche, à un matériau composite renforcé par fibrilles de cellulose .La matrice est principalement composée d'hémicellulose et de lignine .Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice un angle nommé angle microfibrillaire.

Habituellement, dans un matériau composite, le taux de renfort et l'orientation des fibres conditionnent les caractéristiques élastiques et de résistance à la rupture. De même, dans une fibre végétale, les propriétés physiques des fibres naturelles sont principalement déterminées selon la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage de cellulose, l'angle microfibrillaire, la section et le degré de polymérisation. Autrement dit, pour un pourcentage de cellulose donné, plus l'angle microfibrillaire sera faible et plus la rigidité et la résistance de la fibre seront élevées ; plus l'angle microfibrillaire sera important.

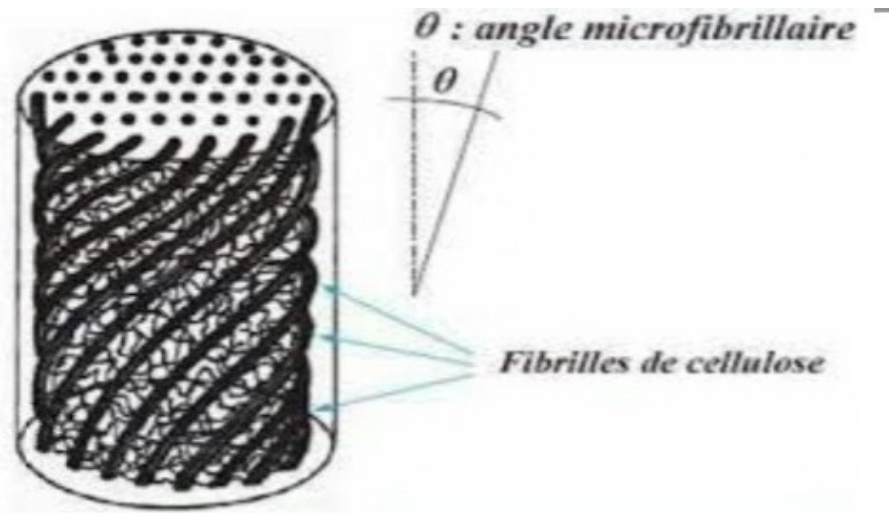


Figure II. 6 : Schéma de la structure d'une fibre végétale.

La résistance à la traction ainsi que le module d'Young des fibres végétales comme le chanver, la fibre de coco, sont inférieurs à ceux des fibres de verre couramment utilisées dans les composites. Toutefois, la densité de fibres de verre est plus élevée ($\sim 2.5 \text{ g/cm}^3$), tandis que celle des fibres naturelles est beaucoup plus faible ($\sim 1.4 \text{ g/cm}^3$). La résistance spécifique et le module de Young spécifique de certaines de ces fibres naturelles sont tout à fait comparables aux fibres synthétiques. Cela devient particulièrement important lorsque le poids de la structure a besoin d'être réduit.

Le tableau suivant compare les propriétés mécaniques de quelques fibres naturelles à celles des fibres de verre [28].

Type de fibre	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicelluloses (%)	Densité (g/cm^3)	Résistance A la traction (MPa)	Module de Young (GPa)
Lin	71	2,2	18,6-20,6	1,5	345-1035	27,6
Chanver	57-77	3,7-13	14-22,4	-	690	61,4-128
jute	41-48	21-24	18-22	1,3	393-773	26,5
sisal	47-78	7,11	70-24	1,5	511-635	6,4-22
coco	36-43	31-45	10	1,2	175	4-6
E-verre	---	---	---	2,5	2000-3500	70
R-verre	---	---	---	2,8	4570	86

Tableau II.2 : composition et les propriétés mécaniques de certaine fibre naturelle.

II.2 .1. 5 Composition chimique des fibres végétales

La composition chimique des fibres végétales varie selon la nature des fibres, et comporte principalement la cellulose, l'hémicellulose et de la lignine.

II.2 .1. 5 .1 La cellulose

La cellulose est un polymère de la famille des polysaccharides. Elle représente la molécule biologique la plus abondante sur notre planète. Ce homopolymère d'origine naturel est le constituant principal de la paroi cellulaire de nombreux végétaux avec une teneur variant de 15% à 99% [29].

II.2 .1. 5.1.1 Structure de cellulose

La cellulose est un polymère régulier du glucose, de formule $(C_6H_{10}O_5)_n$. Des liaisons hydrogène intra moléculaires et intermoléculaires, dues aux nombreux groupements hydroxyles de la chaîne, favorisent l'arrangement de celle-ci en domaines cristallins, avec des zones amorphes à intervalle d'environ 30 nm (mémoire). Ces biopolymères ont en commun la présence d'une liaison glycosidique de type β entre des maillons unitaires glucidiques qui ont généralement la conformation chaise 4C_1 [30].

La longueur du motif est d'environ 10,3 Å. Elle possède des hydroxyles (OH) libres sur les positions 2, 3, et 6. Les groupements terminaux de la cellulose sont des fonctions alcool et aldéhyde [31].

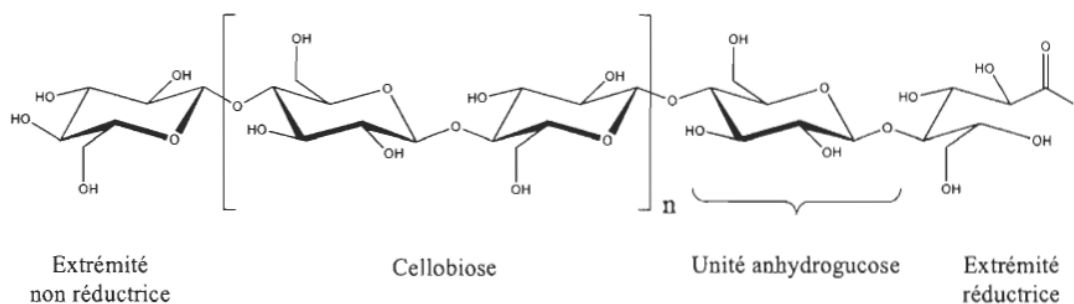


Figure II.7 : Schéma de la structure de la cellulose.

II.2.1.5 .1.2 Propriétés de cellulose

Les propriétés de la cellulose utilisée pour les différentes applications varient beaucoup en fonction de la source et du traitement d'obtention selon le procédé de préparation (type de pâtes), ou du traitement ultérieur (obtention de la cellulose régénérée). En conséquence, les propriétés comme la cristallinité ou la porosité, qui influencent l'accessibilité et la réactivité de ces matériaux, varient en fonction de l'origine et du traitement de la cellulose [32].

II.2.1.5.1.3. Utilisation de cellulose

La cellulose est une matière première industrielle importante. Les fibres de cellulose sont utilisées sous forme de fibres brutes pour la fabrication de pâte à papier. Elles sont également employées après transformation dans l'industrie chimique pour la fabrication de matières plastiques: celluloïd, cellophane, rhodoïd...ainsi que dans la fabrication de fibres textiles artificielles: viscose, lyocell, modal, rayonne. Les fibres de cellulose transformées sont, par ailleurs, utilisées comme précurseurs pour la production de fibres de carbone [28].

II.2.1.5.2 Les hémicelluloses

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 compatibilisant à l'interface entre ces deux éléments [33].

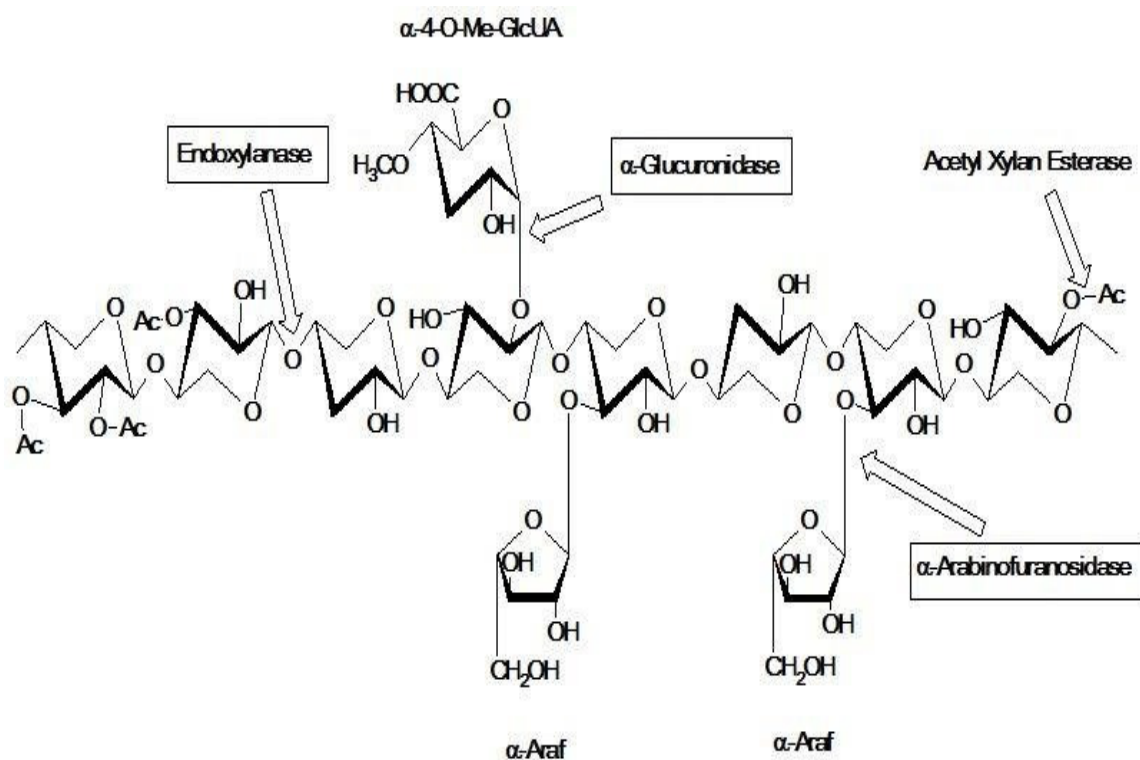


Figure .II. 8 : Schéma de la structure de la hémicellulose.

II.2.1.5. 3La lignine

Après la cellulose, la lignine est la deuxième macromolécule présente dans les végétaux. Il s'agit d'un polymère réticulé in situ ayant une structure très complexe qui varie aussi en

II.3 .Les additifs utilisé

II.3.1 DPLF (les Feuilles de palmier-dattier : date palm leaf fibre)

La palme ou « Djérid » est une feuille pennée dont les folioles sont régulièrement disposées en position oblique le long du rachis qui s'étend au pétiole.

Les segments inférieurs sont transformés en épines, plus ou moins nombreuses, et plus ou moins longues. Le pétiole (Kornaf) est dur et relativement rigide.

Chaque année, le palmier dattier produit un certain nombre de palmes à partir de bourgeon et perd un nombre similaire de palmes par dessèchement.

il existe environ 100 millions de palmier dattier dans le monde. Les palmes sèches et fraîches sont découpées chaque année. Une estimation annuelle des palmes découpées est évaluée à 1130 000 tonnes.

En Algérie, le nombre de palmier dattier est plus de 10 millions arbres, avec plus de 800variétés.

Le tonnage de la partie consommable des palmes sèches est environ de 135 103 tonnes de palmes sèches / an, les pédicelles de dattes est environ de 5 103 tonnes de pédicelles / an, avec 67500 tonnes de rebuts de dattes [35].

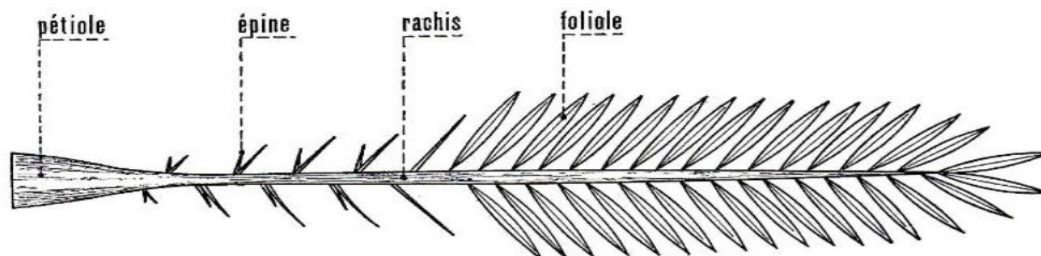


Figure II.10:Schéma d'une palme de palmier dattier .

II.3.1.1. Les Fibres de palmier dattier

Le palmier dattier a une structure fibreuse, possédant quatre types de fibres [35].

- fibres de bois de tronc.
- fibres de feuilles au niveau des pédoncules.
- fibres de tige au niveau des tiges des pédoncules et du support dattier (grappe).
- fibres de surface autour de son tronc ou de bases de palmes (pétiole)
- fibres de liffe (entre les Kornafs , le tronc est recouvert d'une bourre fibreuse que l'on appelle le liffe).

II.3.2.2 Composition chimiques des fibres de palmier dattier

La composition chimique des fibres de palmier dattier à partir des feuilles est indiquée dans le tableau suivant :

Constituent (%)	Cellulose	Hemicelluloses	Lignine	cendre	extractif
DPLF	40,21	12 ,8	32,2	10,54	4 ,25

Tableau. II. 3 : composition chimique des fibres de palme [3]

II.3.2 Noyaux de dattes :

Les noyaux du palmier dattier sont des déchets de beaucoup d'industries de transformation des dattes [36] .

Le noyau est entouré d'un endocarpe parcheminé ; il est de forme allongée, plus ou moins volumineux, lisse ou pourvu de protubérances latérales en arêtes ou ailettes, avec un sillon ventral; l'embryon est dorsal, sa consistance est dure et cornée.

Le noyau possède un albumen (endosperme) dur et corné dont l'embryon dorsal est toujours très petit par rapport à l'albumen (2 à 3 mm).



Figure II.11: noyaux de dattes.

II.3.2.1 Caractéristiques physico-chimiques des noyaux de dattes :

Une différence significative entre arbres a été relevée sur le diamètre, le poids, la longueur du noyau même si les palmiers pris en compte proviennent d'une même exploitation. De plus, ces différences peuvent être induites par les types de pollen utilisés par les phoeniculteurs (Khalifa, 1980). Ce dernier auteur a démontré l'effet significatif des pollens sur les caractères morphologiques du noyau.

Les études effectuées par Acourene et Tama, (1997), ont montré que le poids du noyau de dattes algériennes (Ziban) peut varier d'un cultivar à un autre selon différents paramètres: poids : 0,6 – 1,69 g, diamètre : 0,58 – 1 cm et longueur : 2,9 – 3,15 cm [37].

II.3.2.2 Composition chimiques des noyaux de dattes :

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

Tableau II.2 : composition chimique des noyaux de dattes [38].

Chapitre III :

Méthodologie expérimentales

III.1. Technique expérimentales

III.1.1. Préparation des fibres

III.1.1.1. Préparation de fibre de palmier dattier

Les feuilles de palmier dattier brutes ont été récupérées directement de la région de Biskra, située au sud d'Algérie.

Ces feuilles ont subi plusieurs prés traitements :

Lavage des feuilles de palmier avec l'eau froide puis Laver à l'eau et au savon puis laver à l'eau chaude afin d'éliminer les impuretés.

- Séchage des feuilles de palmier à l'air libre pendant 48h puis séchées à l'étuve à une température de 80°C pendant 24h
- Découpage de la fibre de palmier à une longueur de 2,5 cm environ
- Distribution de la fibre de palmier sur trois parts :
 - Une quantité de la fibre DPLF non traitée
 - Une quantité de la fibre DPLF qui va être traitée par NaOH
 - Une quantité de la fibre DPLF qui va être traitée par le silane
- Broyage à l'aide d'un moulin électrique
- Tamisage de la fibre obtenue à travers plusieurs tamis de différents diamètres.



Figure III.1: préparation de fibre de palmier dattier

III.1.1.2. Modification chimique des fibres de palmier dattier

III.1.1.2.1. Traitement par NaOH

Les fibres de fibres du palme ont été coupées à 3 de 5 cm de longueur et été trempés dans une solution de NaOH à 1% à 30 °C en maintenant un rapport de bain de 15 : 1.

Les fibres ont été maintenus immergés dans la solution alcaline pendant 24 h, les fibres ont ensuite été lavées plusieurs fois avec l'eau fraîche pour éliminer toute adhérence NaOH à la surface des fibres, on le neutralise avec l'acide acétique dilué et enfin lavé de nouveau avec de

l'eau distillée. Le pH final a été maintenue 7. Les fibres sont ensuite séchées à la température ambiante pendant 48 h, suivi par un séchage au four à 80°C pendant 48 h



Figure III.2 : fibres traitées par NaOH

III .1.1.2.2 Traitement par (3-(triméthoxysilyl) propyl méthacrylate)

On dissout le MPS silane à 1% dans un mélange [méthanol/eau (90 /10)] (w/w), le pH est ajusté à 4 par l'ajout de l'acide acétique, sous agitation continue pendant 10 mn et à température de 30°C.

Les fibres séchées auparavant sont immergées dans la solution préparée, sous une agitation pendant 3 heures et à température de 40°C, puis filtrées et séchées à 80 °C pendant 24 heures. On obtient des fibres séchées et traitées.



Figure III.3 : fibres traitées par silane

III.1.1.3. Préparation de farine de noyaux de datte

La préparation des noyaux comprend les étapes suivantes:

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

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.

Séchage : Après lavage, les noyaux sont séchés à l'air libre afin de faciliter le broyage.

Broyage : Le broyage a été réalisé au moyen d'un broyeur à meules afin d'avoir de petits fragments qui sont à leur tour broyés à l'aide d'un mixeur électrique.

Tamisage : Tamisage des noyaux obtenus à travers plusieurs tamis de différents diamètres.



Figure III.4 : farine des noyaux de dattes

III.2.Elaboration des composites PVC / (DPLF, ND)

III.2.1 Préparation des mélanges

Au cours de notre étude, les matériaux composites ont été fabriqués à partir de polychlorure de vinyle renforcés par des fibres de palmier dattier traités et non traités et noyaux de datte.

Mélanges	Compositions massique PVC/FIBRE (%)	Les quantités des matériaux en (g)					
		PVC		DPLF			ND
		Vierge	Avec charge (CaCO ₃)	Non traité	Traité Par NaOH	Traité par 3-(triméthoxysilyl) propyl méthacrylate	
1	Pvc 100 /DPLF NT 0	200	-	0	-	-	-
2	Pvc 90 /DPLFNT10	180	-	20	-	-	-
3	Pvc85 /DPLFNT15	170	-	30	-	-	-
4	Pvc 80 /DPLFNT20	160	-	40	-	-	-
5	Pvc70 /DPLFNT30	140	-	60	-	-	-
6	Pvc85 /DPLFNT15	-	185	15	-	-	-
7	Pvc90 /DPLFNA10	180	-	-	20	-	-
8	Pvc85 /DPLF NA 15	170	-	-	30	-	-
9	Pvc 80 /DPLF NA 20	160	-	-	40	-	-
10	Pvc70 /DPLFNA30	140	-	-	60	-	-
11	Pvc 85 /DPLF NA 15	-	185	-	15	-	-
12	Pvc90 /DPLF S 10	180	-	-	-	20	-
13	Pvc85 /DPLF S 15	170	-	-	-	30	-
14	Pvc80 /DPLF S 20	160	-	-	-	40	-
15	Pvc 70 /DPLF S 30	140	-	-	-	60	-
16	Pvc 85 /DPLF S 15	-	185	-	-	15	-
17	Pvc95 / ND 5	190	-	-	-	-	10
18	Pvc 85 / ND 15	170	-	-	-	-	30
19	Pvc75 / ND 25	150	-	-	-	-	50
20	Pvc85 / ND 15		185	-	-	-	15

Tableau. III.1 : Les enchantions et leurs compositions PVC-fibre.

III.2.2 Malaxage des composites

Les mélanges précédents vont alimenter une calandre de type Schwabenthanpolymix 200p. Celle-ci comporte deux cylindres dont les températures sont asservies par un régulateur.



Figure .III.5 : calandre de type schwabenthanpolymix 200p

Les mélanges sont introduits entre les deux cylindres de calandre pressés entre eux, qui tournent de façon régulière à une température de mise en œuvre la mieux adaptée au polychlorure de vinyle qui est de 160°C, et un temps de mélangeage de 10 min à l'aide d'une spatule jusqu' à fusion de polymère puis incorporation de la fibre, le film est obtenu puis refroidi à l'air libre .



Figure III.6 : préparation des films de composite.

III.2. 3. Moulage des composites

Pour mouler nos échantillons, nous utilisons une presse hydraulique de marque Schwaben han polystat 300S. Elle est constituée de deux plaques dont les températures sont asservies par un régulateur.



Figure III.7 : presse hydraulique de type Schwaben han polystat 300 S

Le moulage des composite s'effectue alors de la façon suivante : les films obtenus par le malaxage sont découpés à des petits morceaux et introduits dans le moule entre deux feuilles d'aluminium et compressées à l'aide de la presse, à une température de 160°C, sous une pression de 300 bar et pendant un temps de séjour de 15 min. Un préchauffage est réalisé jusqu'à une fusion préliminaire du mélange, afin d'éviter la présence des bulles d'air, un dégazage est effectué avant l'application de la pression finale, des plaques d'épaisseur de 2 mm sont obtenues.

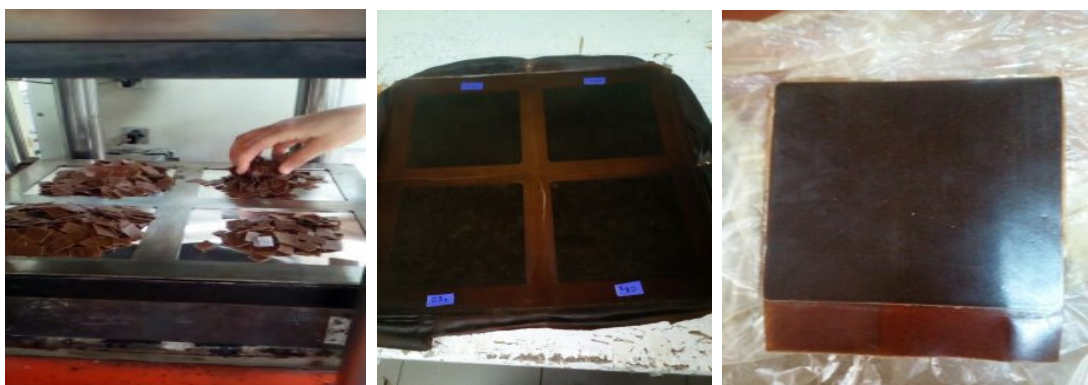


Figure III.8: préparation des plaques.

Les plaques sont par la suite découpées sous forme d'haltère afin de poursuivre les différents tests de caractérisation.



Figure III.9 : Découpage des éprouvettes.

III.3.Méthodes d'analyses :

III.3.1.introduction :

Les matières plastiques industrielles sont généralement des mélanges complexes de macromolécules (elles-mêmes hétérogènes sur le plan structural), avec des adjuvants et éventuellement des charges. Il est facile de prévoir que, dans la pratique, les problèmes d'analyse pourront se poser à des degrés de difficulté très différents, allant de l'identification sommaire à l'étude d'un détail particulier de la microstructure du polymère, ou au dosage d'une impureté à l'état de trace [01].

III. 3.2 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

III.3.2.1.Principe :

D'une façon générale la transmission du rayonnement infrarouge par la matière va dépendre de très nombreux facteurs et en particulier de l'absorption propre à chacun des matériaux traversés, de leur épaisseur, ou, pour les gaz et les liquides de leur concentration (donc de la température et de la pression)... Il en résulte que chacun de ces matériaux possède des zones d'absorptions spécifiques qui correspondent à certains modes de vibration moléculaires [39].

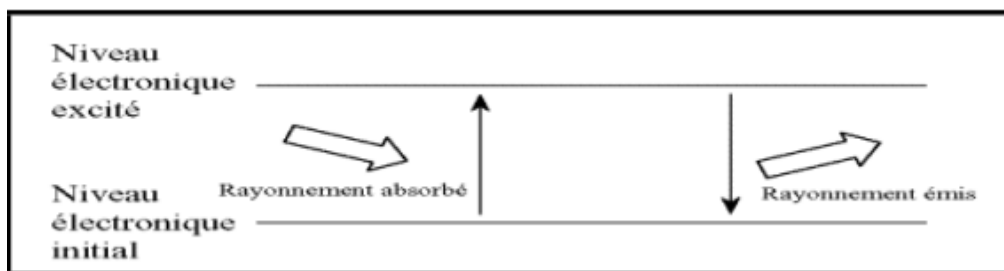


Figure III.10: Principe du phénomène d'absorption-émission des photons en infrarouge

III.3.2.2 Technique de mesure de l'absorption par Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet, via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau.

Une molécule illuminée par des radiations dans l'infrarouge peut absorber certaines d'entre elles à des longueurs d'onde qui correspondent aux fréquences de vibration des groupements chimiques la constituant. La mesure de l'intensité de lumière absorbée à chaque longueur d'onde λ conduit à un spectre caractéristique du produit étudié.

Le spectre obtenu représente $I/I_0 = f(\eta)$

avec I = intensité absorbée, I_0 = intensité initiale et η nombre d'onde = $1/\lambda$. La composante principale du spectrophotomètre à transformée de Fourier est l'interférogramme de Michelson. Ce dernier contient un miroir fixe (M2), un miroir mobile (M1) et un séparateur de faisceau.

Le séparateur de faisceau réfléchit approximativement la moitié de la radiation incidente au miroir mobile M1 et transmet l'autre moitié vers le miroir fixe M2. Les deux faisceaux sont de nouveau réfléchis par ces miroirs vers le séparateur de faisceau, où ils sont réunis.

Les deux faisceaux parcourent des distances différentes dépendant de la position du miroir mobile. Cette différence de trajet optique est appelée le « déphasage ». Les faisceaux interfèrent de façon constructive ou destructive dépendamment de la position du miroir mobile et de la fréquence de la radiation. Le déphasage diffère en fonction de la position du miroir mobile produisant ainsi le même effet sur l'intensité du signal. Le faisceau modulé est ensuite dirigé du porte-échantillon au détecteur. [01]

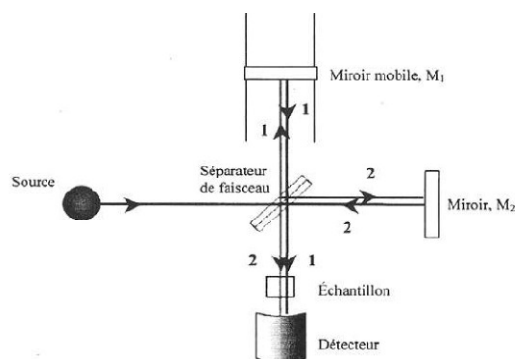


Figure III. 11 : Schéma représentant la partie centrale d'un interféromètre de Michelson.

III. 3.2. 3. Préparation des échantillons

Pour appliquer cette technique dans le cas d'échantillons solides, il est nécessaire, au préalable, de mélanger une petite quantité de notre mélange finement broyée à un composé transparent dans le domaine spectral étudié (4000 - 400 cm^{-1}). Pour cela, nous avons employé le bromure de potassium (KBr). Les échantillons à analyser sont préparés sous forme de pastilles en mélangeant 5 % en masse (0,001 g) d'échantillons avec 95% en masse (0,2g) de KBr .

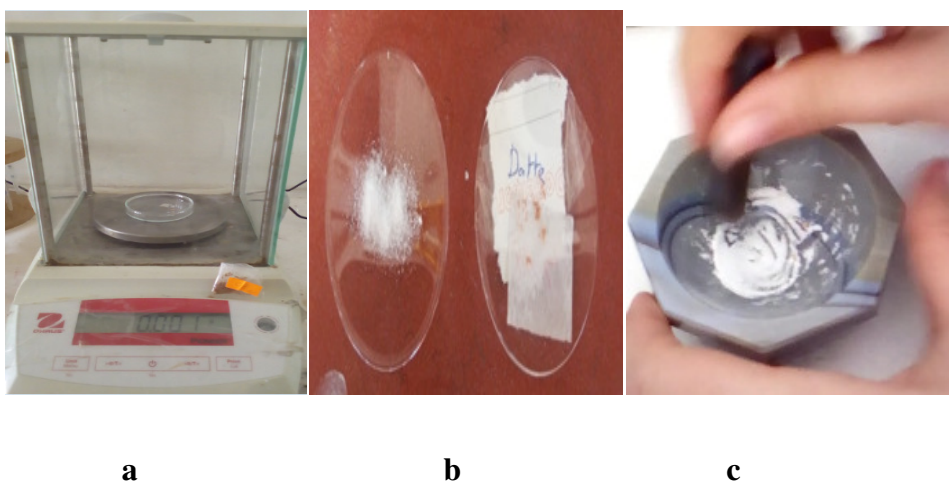


Figure III.12: préparation des échantillons : **a** : une balance , **b** : 0,001 g de noix de dattes et 0 ,2 g KBr , **c** : mélange de KBr et noix de dattes .

La technique consiste à préparer des pastilles par compression d'un mélange d'apatite avec le bromure de potassium (KBr).



Figure. III.13 : préparation de la pastille.

La pastille ainsi obtenue est fixée sur un support placé sur le trajet du faisceau infrarouge dont l'interaction avec la substance conduit à des états vibrationnels excités des molécules traduites par l'apparition des bandes d'absorption . [40]

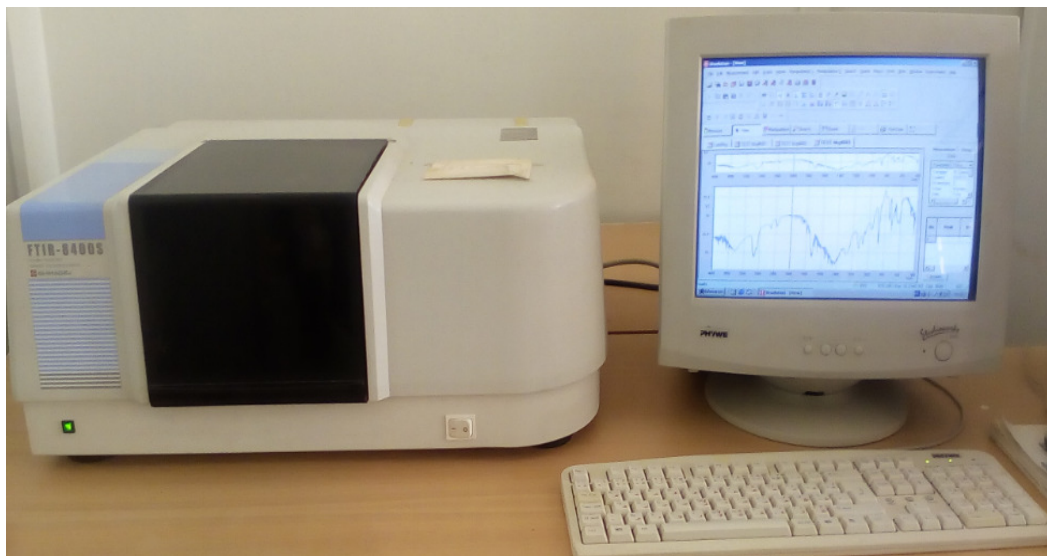


Figure III.14 : Appareil de spectroscopie infrarouge.

III.4. Microscopie électronique à balayage (MEB) :

Un microscope électronique à balayage est composé :

- D'un canon à électrons et d'une colonne électronique, dont la fonction est de produire une sonde électronique fine sur l'échantillon
- D'une platine porte-objet permettant de déplacer l'échantillon dans les trois directions

- De détecteurs permettant de capter et d'analyser les rayonnements émis par l'échantillon L'appareil doit nécessairement être équipé d'un système de pompes à vide. On utilise une pompe à diffusion afin d'effectuer un vidage secondaire. [41]



Figure III.15 : Appareil de MEB.

III.4.1.Principe :

Un faisceau d'électrons (produit par un canon à électrons) est projeté et se déplace sur l'échantillon à analyser. L'interaction entre la sonde et l'échantillon génère des électrons appelés « secondaires » (Ceux-ci sont dotés d'une énergie basse). Ces derniers sont alors accélérés vers un détecteur qui a pour rôle d'amplifier le signal électrique reçu (A chaque point, l'intensité est convertit en un signal électrique). Les différentes particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface.

La bobine peut être assimilée à une lentille optique au niveau du point focal. Son rôle est de dévier le faisceau d'électrons en délivrant un champ magnétique. En effet, lorsqu'on fait varier ce champ magnétique, le courant change lui aussi. Au milieu des bobines se situe la pièce polaire qui est un guide magnétique. Ces bobines sont appelées « bobines de correction». [41]

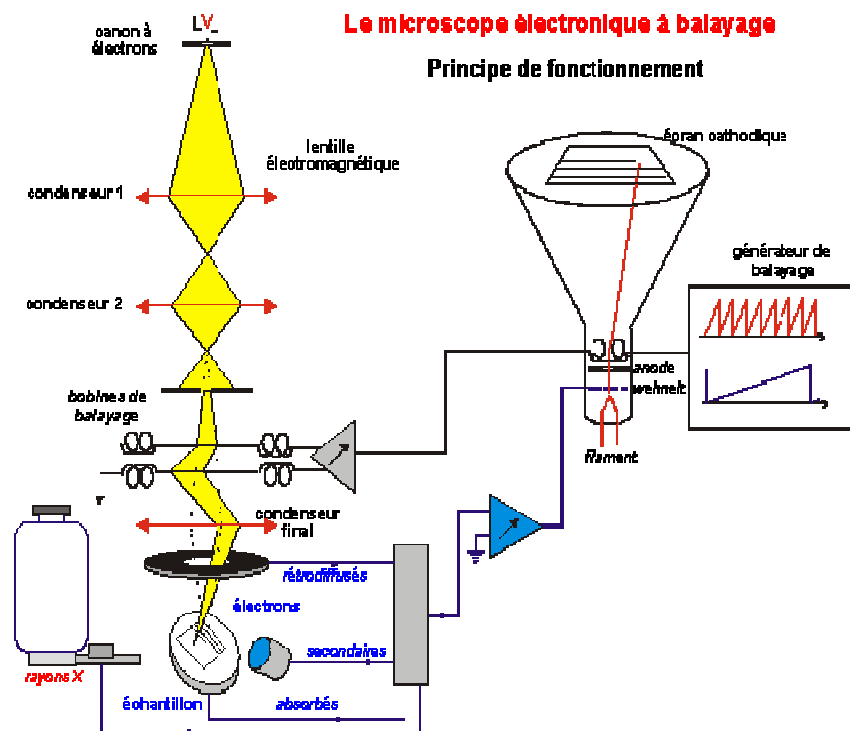


Figure III.16 : Principe de fonctionnement de MEB.

III.4.2. Préparation des échantillons :

Pour que l'échantillon réémette les électrons à l'intérieur de la chambre d'observation du microscope, celui-ci doit être recouvert d'une fine couche de métal. Cette étape est réalisée à l'aide d'un métalliseur qui va permettre la mise en place de cette fine pellicule d'argent d'environ 2 à 3 nm d'épaisseur.[42]

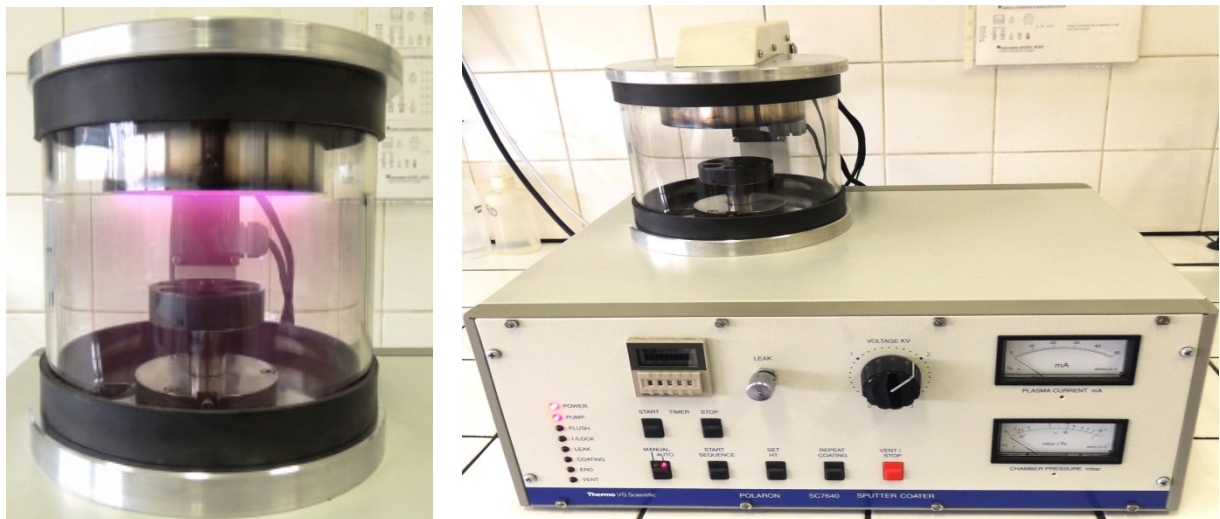


Figure III.17 : Métallisation de l'échantillon.

III.5. Analyse mécanique dynamique (DMA) :

Elle consiste à appliquer à l'échantillon une déformation sinusoïdale de très faible amplitude dans un intervalle de température. L'appareil utilisé est de RSA Rheometrics (DMA Q 800 ver 21.3). Cet appareil permet de mesurer le module de stockage (E') et de perte (E''), ainsi que le coefficient d'amortissement (facteur de perte) $\tan \delta = E''/E'$. Les propriétés ont été obtenues en utilisant une déformation de 6%, pour des températures allant de 25°C à 115°C à 10 °C/min et fréquence de 1 Hz. Les dimensions des échantillons sont de 35 x 10 x 3 mm³. [39]

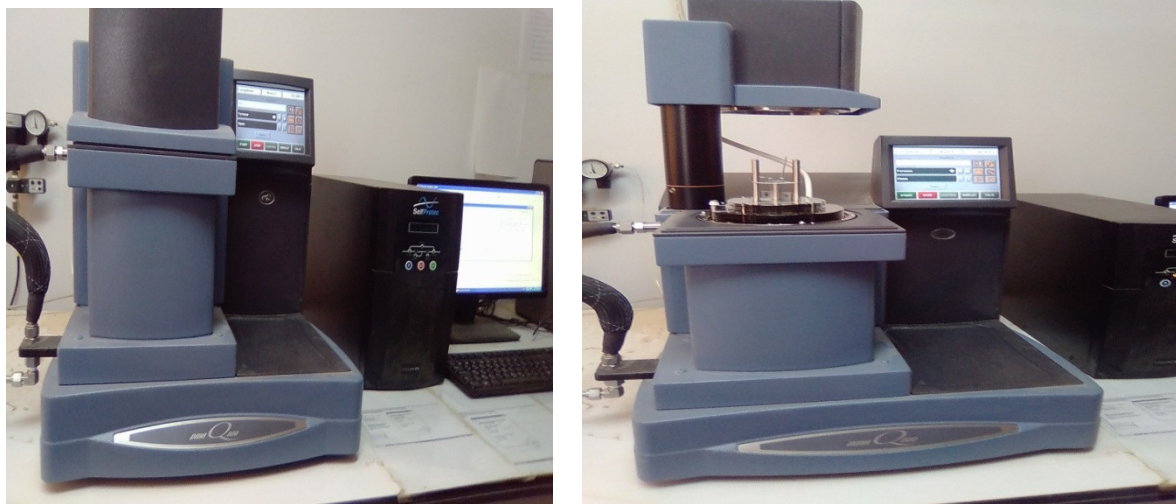


Figure III.18 : Appareil de DMA.

III.6. Diffraction des Rayons X (DRX) :

La méthode de diffraction des rayons X est l'une des méthodes les plus intéressantes pour caractériser les structures cristallines. Elle permet de déterminer des paramètres aussi importants que la conformation cristalline de la chaîne, le taux de cristallinité ; et avoir une estimation sur la taille des particules ou des grains.

Les analyses de diffraction des rayons X de nos échantillons ont été effectuées sur un diffractomètre de type Bruker D8. Le faisceau incident monochromatique est centré sur la raie $K\alpha_1$ du cuivre (longueur d'onde du rayonnement incident $\lambda = 1,54184 \text{ \AA}$). L'intensité présente est enregistrée en fonction de l'angle de diffraction 2θ compris entre 6 et 70°. [43]

III.7. Caractérisations mécaniques :

III.7.1. la traction :

Les essais de traction ont été effectués avec des éprouvettes obtenues selon la norme ISO 727 sur une machine de la marque DYNAMOMETRE WDT-20KN. Les éprouvettes ont été testées à la température ambiante à la vitesse de déplacement de 10 mm/min. Les propriétés en traction (module d'élasticité (E), contrainte à la rupture σ_r , déformation à la rupture ϵ_r) sont évaluées à partir des courbes contrainte- déformation.

Module d'élasticité:

C'est le rapport de la contrainte de traction à la déformation correspondante dans la limite de contrainte maximale qu'une matière peut supporter. Il représente un critère de rigidité, il s'exprime comme suit : $E = \sigma/\epsilon \text{ (N/m}^2\text{)}$

E: Module d'élasticité (MPa) , **σ :** Contrainte (N/m²), **ϵ :** Déformation (%).

Contrainte à la rupture:

C'est la charge de traction supportée par l'éprouvette à l'instant de sa rupture par unité de surface, elle est donnée par l'expression suivant : $\sigma_r = F/S \text{ (N/m}^2\text{)}$

F: Charge de traction supportée par l'éprouvette (N), **S:** Section initiale (m²)

Allongement à la rupture:

C'est l'augmentation de la distance entre les repères sur la partie calibrée de l'éprouvette produite par une charge de traction au moment de la rupture de l'éprouvette. Il est indiqué en pourcentage sous la forme suivante: $\epsilon_r = \Delta l/l_0 \text{ (%)}$

$\Delta l = l - l_0$: Allongement à la rupture; **l_0 :** Longueur initiale de l'éprouvette; **l :** Longueur finale de l'éprouvette. [44]

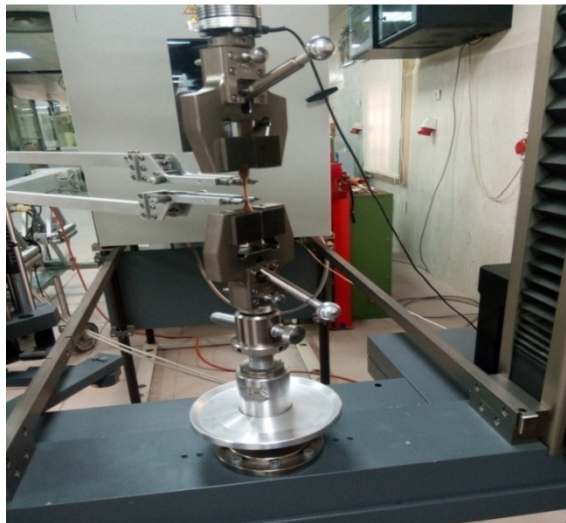


Figure III.19 : La machine de traction Zwick/Roell Z050.

III.7.1.1.Principe :

Des éprouvettes sous forme d'haltères ont été découpés par un appareil de type CEAST 8010-020 selon la norme ASTM D 638 sont testées à l'aide d'une machine de traction de type Instron-33R-4469 (Bluehill life), selon la norme NF T 51 – 034. Les éprouvettes sont soumises à une force de traction F à vitesse constante de 20 mm/min (vitesse de la traverse), dans le sens de la longueur, jusqu'à la rupture. La courbe $\sigma = f(\epsilon)$ est tracée. Le test nous permet de mesurer la contrainte à la rupture (σ_r), l'allongement à la rupture (ϵ_r), le module d'Young (E) et l'énergie de la rupture (e_r) [39] :

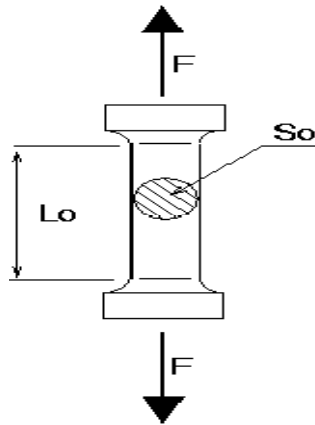


Figure III.20: éprouvette de l'essai de traction.

- La contrainte à la rupture (σ_r)

$$\sigma_r = F / S$$

Où :

σ_r : La contrainte à la rupture (Pa).

F : La force appliquée (N)

S : L'aire de la section droite (épaisseur x largeur) (mm^2)

- L'allongement à la rupture (ϵ_r)

$$\epsilon_r (\%) = (L - L_0) / L_0 \cdot 100$$

Où :

L : La longueur finale de l'éprouvette (partie linéaire étroite).

L_0 : La longueur initiale de l'éprouvette.

- Le module d'Young E

$$E = (\sigma / \epsilon).$$

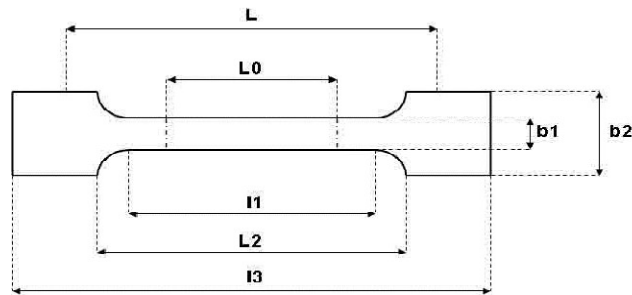


Figure III.21:épreuve en forme d'altère.

III.7.2.Dureté shore A :

La mesure de la dureté shore A à été réalisée au niveau du laboratoire de « UNICAB » à Biskra. L'essai consiste à appliquer un effort tendant à enfoncer l'aiguille d'un d'uromètre shore A suivant la norme NF ISO T 51-123, sur des plaques de $5 \times 5 \text{ cm}^2$. La lecture se fait directement sur le d'uromètre après la pénétration de 15 seconds. La photo du d'uromètre utilisé est illustrée sur la Figure III.4. [45]

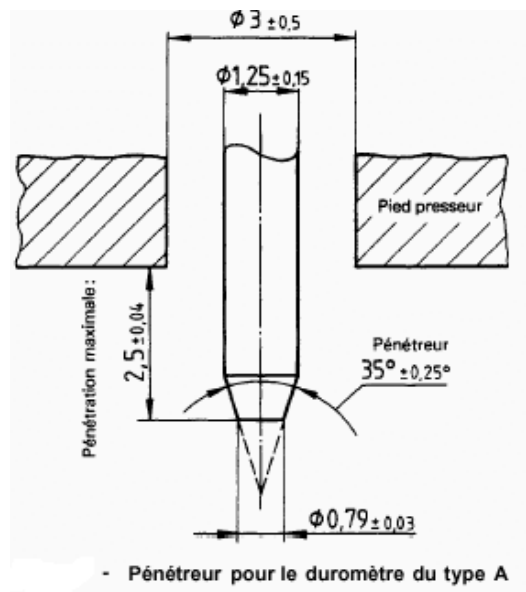


Figure III.22: Principe de d'uromètre Shore utilisé.



Figure III.23: Le d'uromètre utilisé.

III.7.3. Stabilité thermique :

Le but de ce test est de connaître le temps de dégradation de chaque mélange. On a posé les tubes en verre fermés à une extrémité dans un thermostat chargé par un thermomètre. La température sera toujours fixée à 200 °C, ce thermostat contient des orifices qui sont remplis avec l'huile (IRM 902-ASTM2) où les tubes sont émergés. On a utilisé le papier PH qui indique la dégradation du mélange (le dégagement de HCl donne la couleur rouge). Et la figure III.5. Montre clairement cet essai. [46]



Figure III.24: Essai de la stabilité thermique.

Chapitre IV :

Résultats et Interprétations

IV.1. Résultats et discussions DRX:

Dans le but de faire une caractérisation structurale de nos composites, une étude par diffraction des rayons X (DRX), une autre par spectroscopie infrarouge, et une étude micrographique par MEB, ont été faites.

- **Mélange PVC 85 DPLF 15:** le diffractogramme DRX de la composition PVC 85 DPLF 15 montrant deux pics situés respectivement à $2\theta = 21,483$ et $21,978$. L'autre composé cellulosique figure IV. 4. DRX cellulose

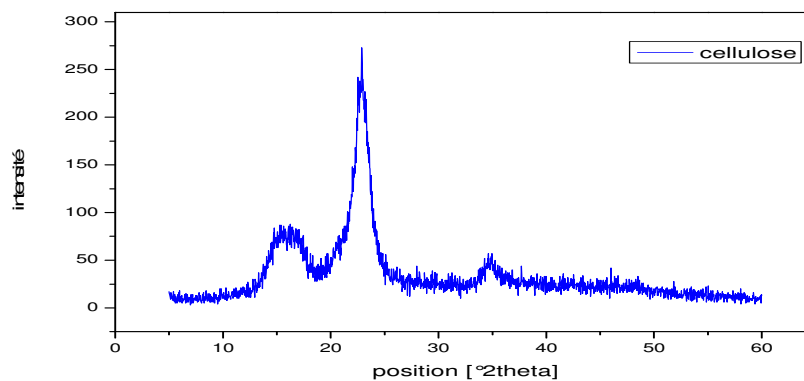


Figure. IV.1.DRX cellulose

IV.2.L'analyse Spectroscopique (infrarouge) FTIR:

L'étude spectroscopique infrarouge a été faite dans le but d'une caractérisation structurale de la fibre, du polymère et d'une composition fibre + polymère.

Les spectres ont été tirés sous forme solide, pastilles en KBr. D'après l'allure de ces derniers, on notera l'existence des pics caractéristiques, des différents groupements. Les valeurs des fréquences d'absorption caractéristiques sont regroupées dans les tableaux suivants.

➤ Polymère vierge PVC:

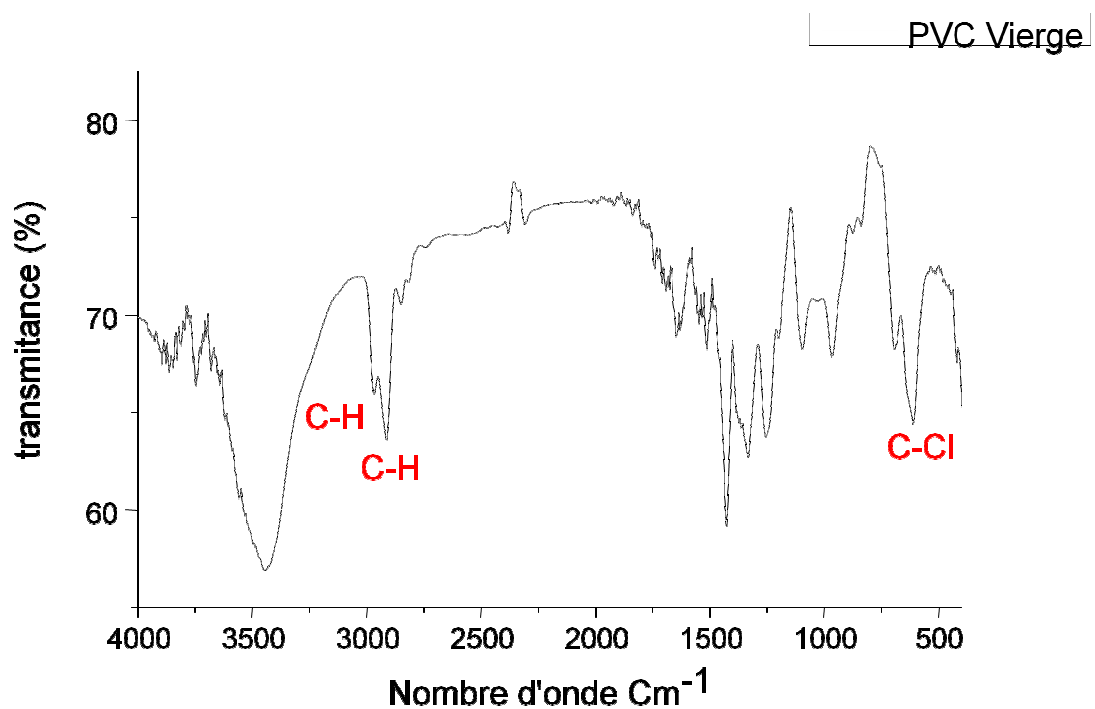


Figure IV.2: Spectre infrarouge du PVC vierge.

Liaison	C-H alcane	C-Cl
Fréquence cm^{-1}	2973 et 2921	611

Tableau IV.1: fréquences caractéristiques du PVC vierge.

- Fibre DPLF :

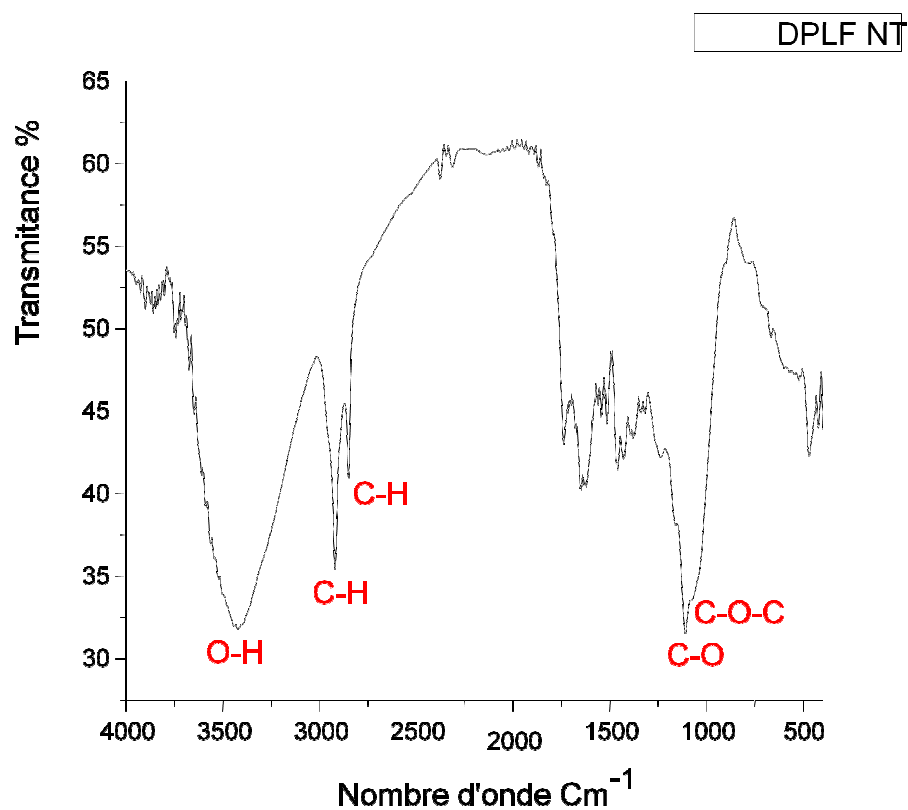


Figure IV.3: Spectre infrarouge de la fibre DPLF.

Liaison	O-H associée	C-O	C-O-C	C-H alcane
Fréquence cm^{-1}	3424	1107	1055	2913 et 2852

Tableau IV.2: fréquences caractéristiques de la fibre DPLF.

Composition PVC / DPLF 15 %

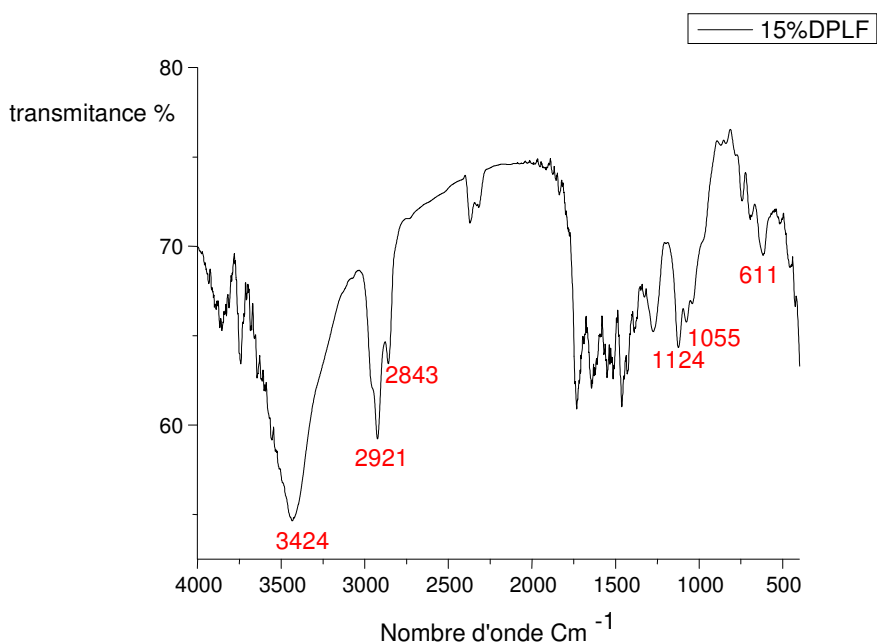


Figure IV.4: Spectre infrarouge de la composition PVC / fibre 15%

Liaison	O-H associée	C-H alcane	C-O	C-O-C	C-Cl
Fréquence cm^{-1}	3424	2921 2843	1224	1055	611

Tableau IV.3: fréquences caractéristiques de la composition PVC/Fibre.

IV.2.1. Étude spectroscopique des diverses compositions:

Dans un but de caractériser les divers constituants de nos mélanges. Une étude a été menée, les spectres infrarouges des constituants de ces compositions sont illustrés comme suit:

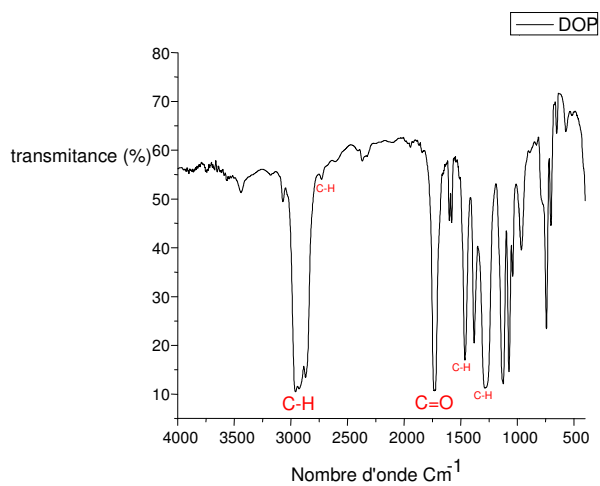


Figure. IV.5: Spectre IR de l'huile DOP.

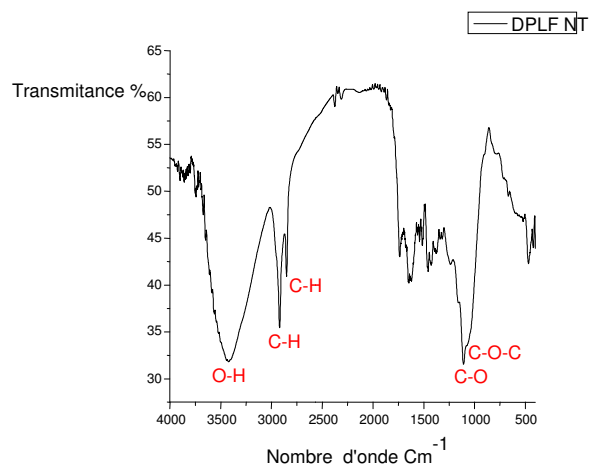


Figure. IV.6: Spectre IR de la fibre DPLF.

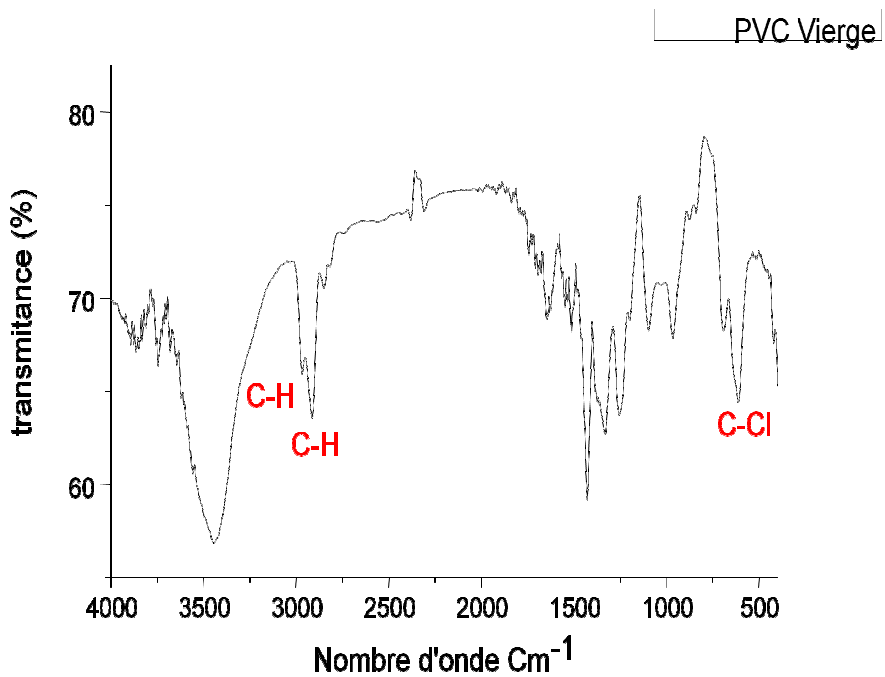


Figure IV.7: Spectre IR du PVC vierge.

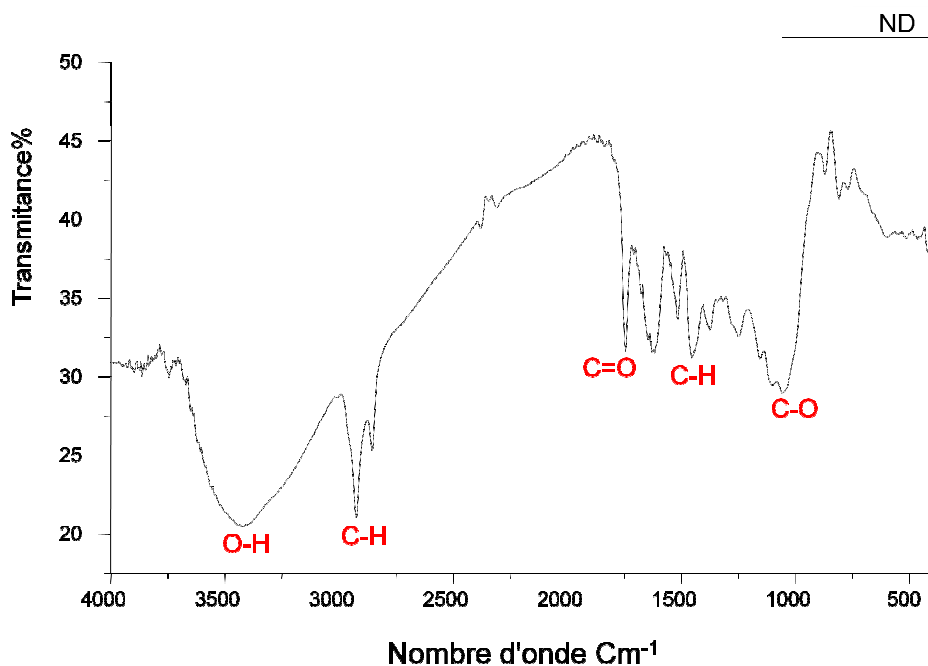


Figure. IV.8: Spectre IR des noix de dattes.

Pour une caractérisation structurale des diverses compositions, les spectres IR des compositions PVC/ fibre DPLF 15% traitée par NaOH et PVC/ fibre traitée par 3-(Triméthoxysilyl) propyl méthacrylate ont été tirés (voir **figure. IV.9** et **figure. IV.10**).

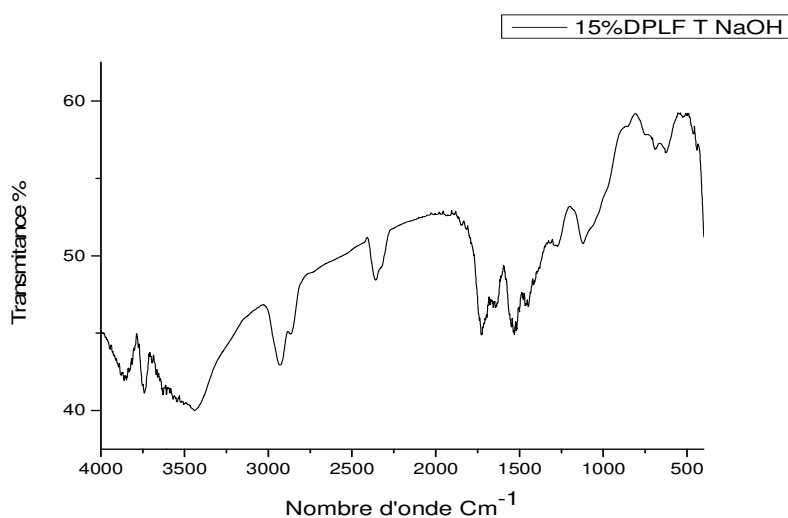


Figure. IV.9: Spectre IR de la composition PVC / fibre 15% traitée par NaOH 1%

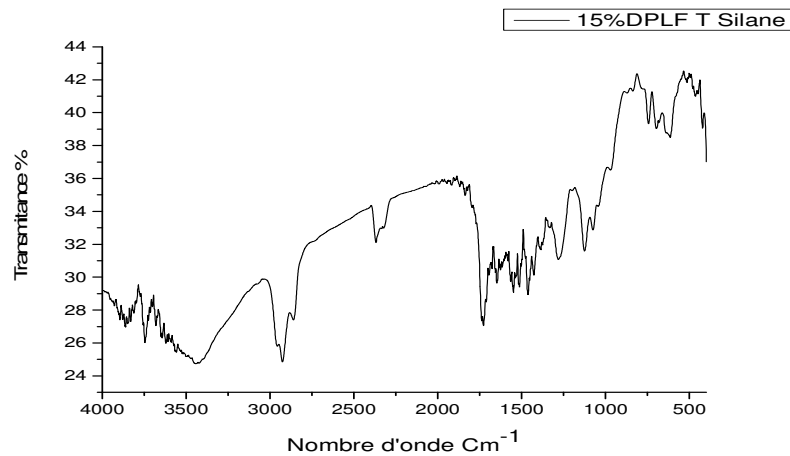
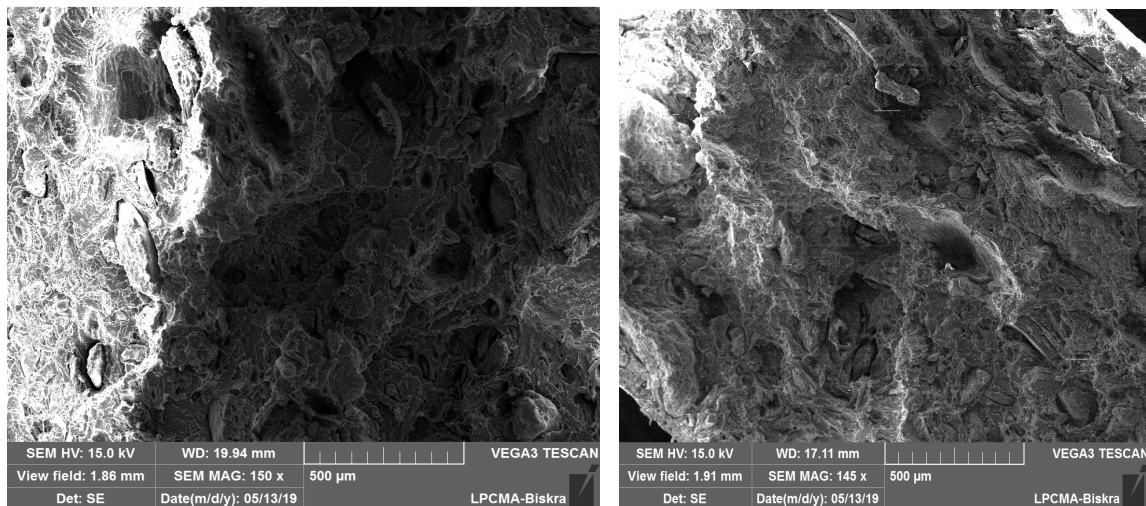


Figure. IV.10: Spectre IR de la composition PVC /fibre 15% traitée par 3-(Triméthoxysilyl) propyl méthacrylate 1%.

IV.3. Analyse par MEB des mélangés PVC - noix de dattes :

Les images de la micrographie MEB pour les composites renfermant 15% de la poudre noix de dattes ont montré une mauvaise cohésion entre la matrice polymère et l'additif noix de dattes, ceci peu être expliqué par la faible quantité de poudre, à l'encontre le composite renfermant un taux de poudre de 25% présente une certaine comptabilité avec la matrice polymère, les pores existent avec une faible proportion-ceci trouve son explication dans le fait que la composition chimique de la poudre noix de dattes ,est constituée d'une bonne partie cristalline de cellulose, ce qui améliore le cohésion entre les deux constituants.



D₁

D₂

Figure. IV.11: Micrographies MEB : **D₁** (PVC/ 15% noix de dattes), **D₂** (PVC/25% noix de dattes).

IV.4. Les résultats de l'étude mécanique:**IV.4.1. Étude des compositions PVC- Fibre DPLF 15%:**

L'étude des compositions à base de PVC et la fibre, comporte une étude mécanique détaillée à savoir la résistance, l'allongement à la rupture, la dureté Shore A et la stabilité thermique.

D'après les résultats obtenus qui sont regroupés dans le tableau suivant

Propriétés mécaniques	PVC vierge (1)	Traitement de la fibre par NaOH 15% (2)	DPLF sans traitement 15% (3)	Traitement de la fibre par 3-(Triméthoxysilyl) propyl méthacrylate 15% (4)	Charge CaCO ₃ +fibre DPLF NT 15% (5)
Résistance (MPa)	14.8	11.9	11.4	11.3	12.1
Allongement (%)	256.6	229.5	252.2	202.5	220
Dureté Shore A	82.88	89.86	88.38	89.9	89.32
Stabilité thermique (mn)	117	153.5	130.5	140.5	140.5

Tableau. IV.4 : propriétés mécaniques des compositions de PVC/ Traitement de la fibre par NaOH/ - Traitement de la fibre par silane /Charge +fibre Non traitée

On remarque peu de changement concernant les résistances, dureté Shore A et stabilité. A l'encontre, en ce qui concerne l'allongement à la rupture, il faut noter le changement dans la valeur pour la fibre traitée par le composé Triméthoxysilyl) propyl méthacrylate et NaOH 1%.

Propriétés mécaniques	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)
Allongement (%)	256.6	229.5	252.2	202.5	220

Tableau. IV.5 : L'allongement à la rupture des compositions PVC/Traitement de la fibre par NaOH - Traitement de la fibre par silane - Charge +fibre Non traitée.

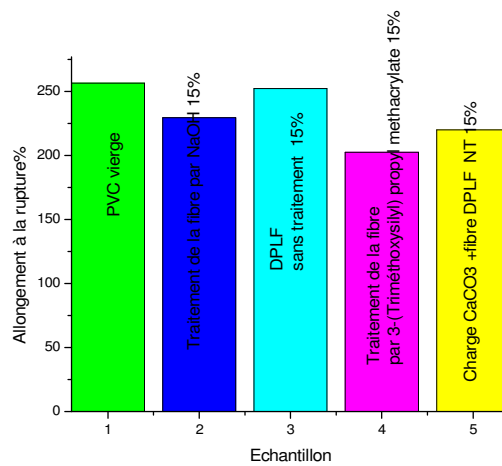


Figure. IV.12: Évolution de l'allongement à la rupture de différentes compositions.

Cette diminution de 252% à 202.5% laisse supposer que le caractère thermoplastique de la composition diminue car le traitement par le Triméthoxysilyl) propyl méthacrylate de la fibre, entraîne l'élimination de la partie hemicellulosique et la lignine à partir de la fibre, la fibre alors acquiert un caractère cristallin celui de la cellulose. Donc la composition devient plus ou moins rigide ce qui conduit à une diminution de la valeur de l'allongement. Le traitement par le 3-(Triméthoxysilyl) propyl méthacrylate a un effet plus accentué que celui pour l'hydroxyde de sodium NaOH, il a tendance à éliminer plus l'hémicellulose et la lignine de la fibre. Ceci apparait clairement lors de l'étude de la dureté Shore A (voir le tableau. IV.6) ou l'on voit une augmentation de sa valeur pour la composition renfermant la charge carbonate de calcium CaCO₃

Propriétés mécaniques	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)
Dureté Shore A	82.88	89.86	88.38	89.9	89.32

Tableau. IV.6: Dureté Shore A des compositions PVC/ Traitement de la fibre par NaOH/ Traitement de la fibre par silane/ Charge +fibre Non traitée.

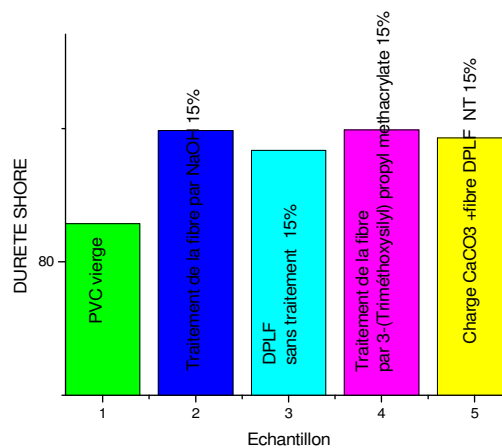


Figure IV.13: Évolution de la dureté Shore de différentes compositions.

IV.4.2. Composites PVC + noix de dattes:

L'étude mécanique complète des composites préparés a montré qu'avec l'augmentation du taux de la poudre des noix de dattes, la résistance à la rupture diminue par rapport à celle du polymère pris séparément.

	PVC Vierge	PVC /noix de dattes 5%	PVC /noix de dattes 15%	PVC /noix de dattes 25%
Résistance à la rupture (MPa)	14.8	14.3	11.5	8.88

Tableau. IV.7: Résistance à la rupture de compositions polymère / noix de dattes

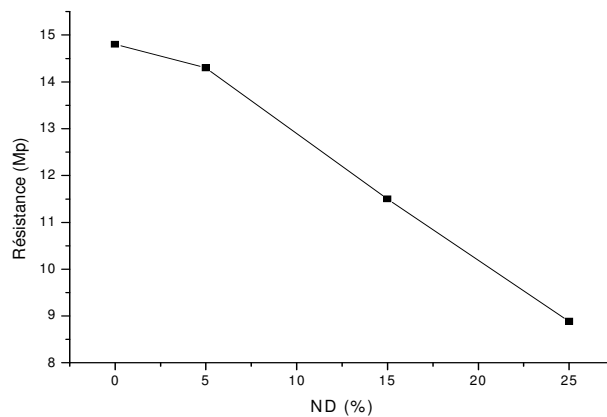


Figure. IV.14: Évolution de la résistance à la rupture des compositions PVC/noix de dattes.

Cette constatation laisse supposer que l'addition de la poudre noix de dattes diminue le caractère plastique du polymère, celui-ci devient plus ou moins rigide.

Pour ce qui de l'allongement à la rupture, on note le même phénomène plutôt la même variation à savoir une diminution de cette grandeur du fait de l'augmentation de rigidité du composite.

	PVC Vierge	PVC /noix de dattes 5%	PVC /noix de dattes 15%	PVC /noix de dattes 25%
L'allongement à la rupture (%)	256.6	358	227.9	156.2

Tableau. IV.8 : L'allongement à la rupture de compositions polymère / noix de dattes

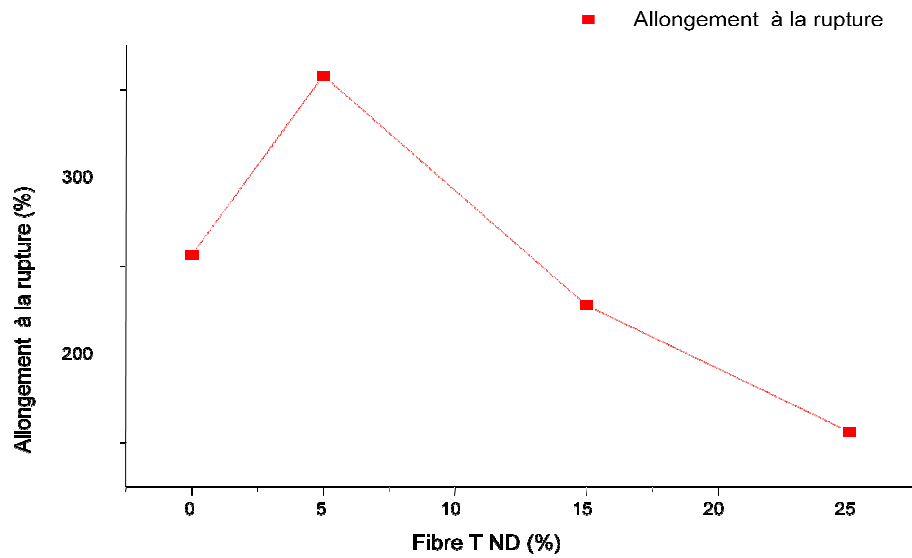


Figure. IV.15: Évolution de l’allongement à la rupture des compositions PVC/noix de dattes.

Pour ce qui est de la dureté Shore A, il ya une augmentation de sa valeur au fur et à mesure que le taux de l’additif augmente à cause du même phénomène.

	PVC Vierge	PVC /noix de dattes 5%	PVC /noix de dattes 15%	PVC /noix de dattes 25%
Dureté Shore A	82.88	83.1	89.64	90.12

Tableau. IV.9: Dureté Shore A de compositions polymère / noix de dattes

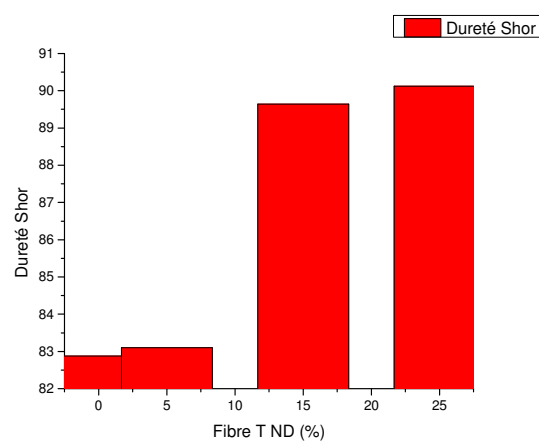


Figure. IV.16: Évolution de la Dureté Shore A des compositions PVC/noix de dattes.

IV.5. L'interprétation des résultats de la stabilité thermique:

En ce qui concerne la stabilité, le même phénomène apparaît, c'est-à-dire une augmentation du temps de stabilité en passant de 5 à 15%, que nous attribuons à la nature de la composition chimique des noix de dattes, présence d'une teneur de 16% de cellulose cristalline; qui parfois fait retarder le départ du chlorure d'hydrogène.

	PVC vierge	PVC /noix de dattes 5%	PVC /noix de dattes 15%
Stabilité thermique (mn)	117	123	139.5

Tableau. IV.10: Stabilité thermique de compositions polymère / noix de dattes.

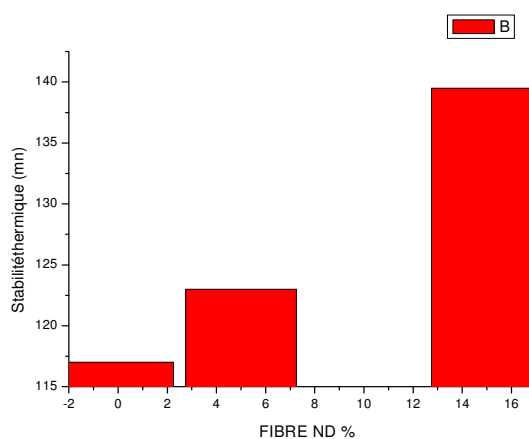


Figure. IV.17: Évolution de la stabilité thermique des compositions PVC/noix de dattes.

IV.6. L'étude mécanique dynamique DMA:

IV.6.1. Étude de la transition vitreuse (T_g , °C) :

L'étude des compositions citées dans le tableau -A- y compris le polymère PVC a montré une croissance de la valeur de la température de transition vitreuse pour la composition renfermant un taux de 10 % de fibre DPLF que nous attribuons à l'élévation de la rigidité de la composition ce qui conduit à une diminution des mouvements des chaînes macromoléculaires, ce phénomène s'accroît pour la composition renfermant 30% de fibre DPLF, la température atteint les 88.93 °C.

Compositions	PVC vierge	PVC/10 %DPLF	PVC/DPLF 30%	PVC/10% DPLF traitée par NaOH 1%	PVC/20% DPLF traitée par NaOH 1%	PVC/30% DPLF traitée par NaOH 1%
Tg (°C)	81.81	86.38	88.93	86.15	85.18	86.40

Tableau A. IV.11: La température de transition vitreuse Tg pour les compositions PVC vierge- PVC/ DPLF- PVC/ DPLF traitée par NaOH 1%.

Il est à noter que le traitement chimique de la fibre DPLF, n'apporte aucun changement aux constatations évoquées ci-dessus seulement une élévation de cette température comparativement à celle du polymère PVC renfermant le stabilisant. Le phénomène de transition vitreuse s'occupe beaucoup plus du volume libre dans la composition polymérique, ainsi que de la mobilité des chaînes dans le polymère, ce dernier et la mobilité sont responsables de cet accroissement de la température de transition vitreuse Tg.

IV.6.2. Analyse du domaine visco-élastique ou caoutchoutique des compositions:

En accord avec la théorie de la technique DMA, qui stipule que le module de conservation au cours d'une déformation plastique, diminue si l'amplitude de la déformation augmente- (fréquence de sollicitation).

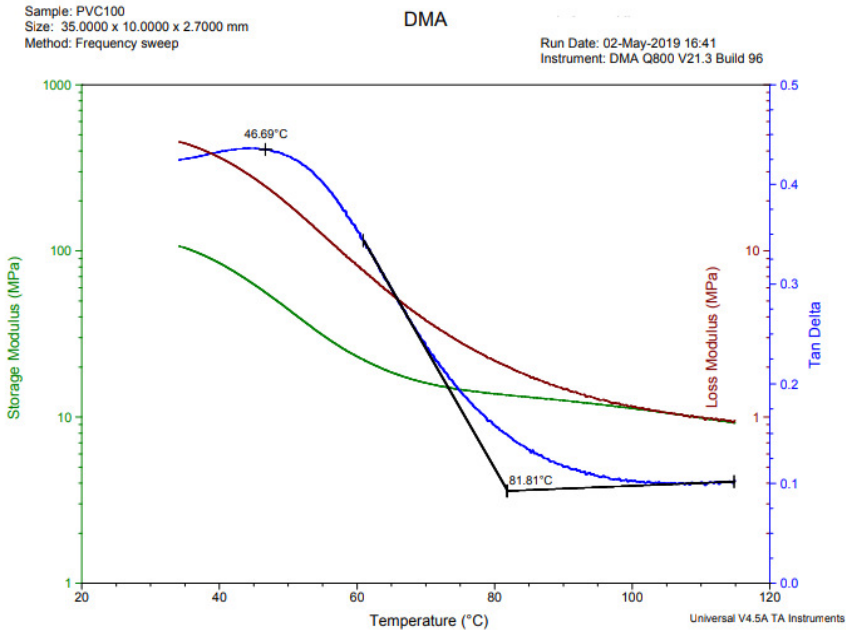
Les courbes DMA de nos échantillons représentées par le module de conservation (MPa), le module de perte (MPa) et tangente delta- (voir courbes)-; vérifient cette hypothèse:

Concernant le module de pertes mécaniques (Loss Modulus), dans le domaine au-delà de la transition vitreuse c.-à-d. le domaine visco-élastique, le comportement de nos compositions diffère d'une composition à une autre.

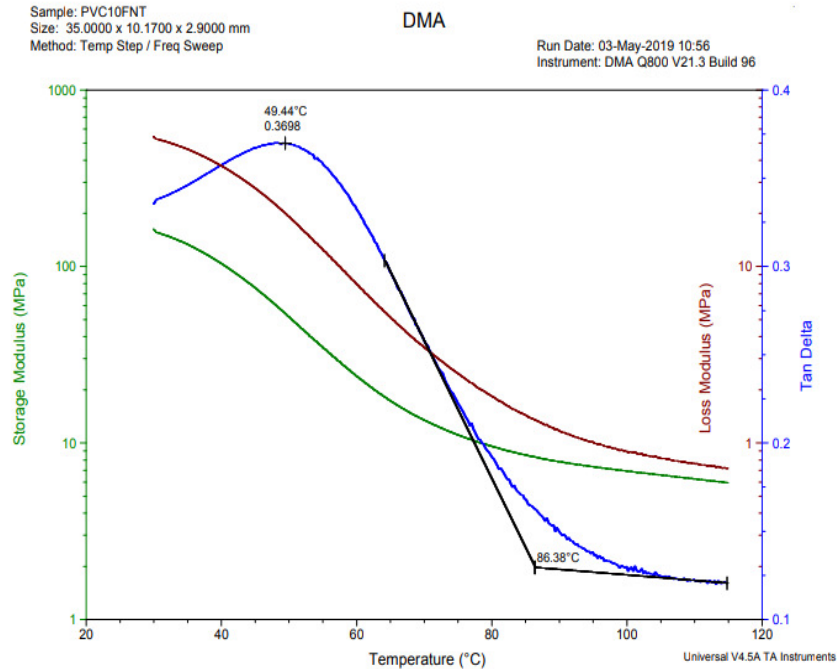
A titre d'exemple, la courbe DMA pour le polymère PVC vierge stabilisé, le module de perte diminue dans le domaine indiqué jusqu'à atteindre la valeur 0.92 MPa, alors que la composition renfermant la fibre: PVC+DPLF 10% traitée par NaOH; le facteur de perte atteint la valeur 0.26 MPa, toujours en diminution, ceci est en accord avec la théorie qui stipule que le module de perte est la réponse visqueuse à une sollicitation dynamique apportée au matériau.

PVC vierge E= 0.92 MPa (figure. A).

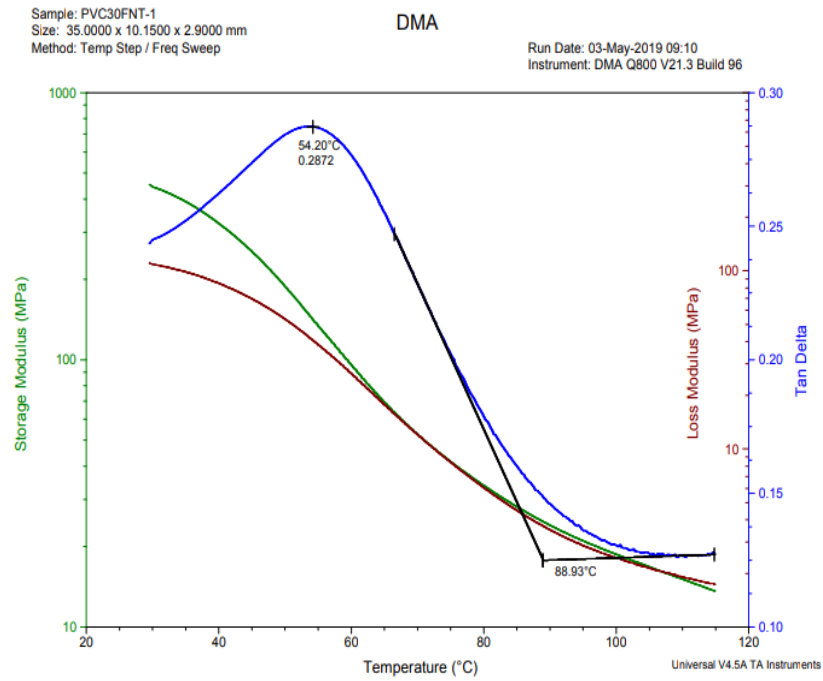
PVC + DPLF 10% traitée par NaOH E=0.26 MPa (figure.D).



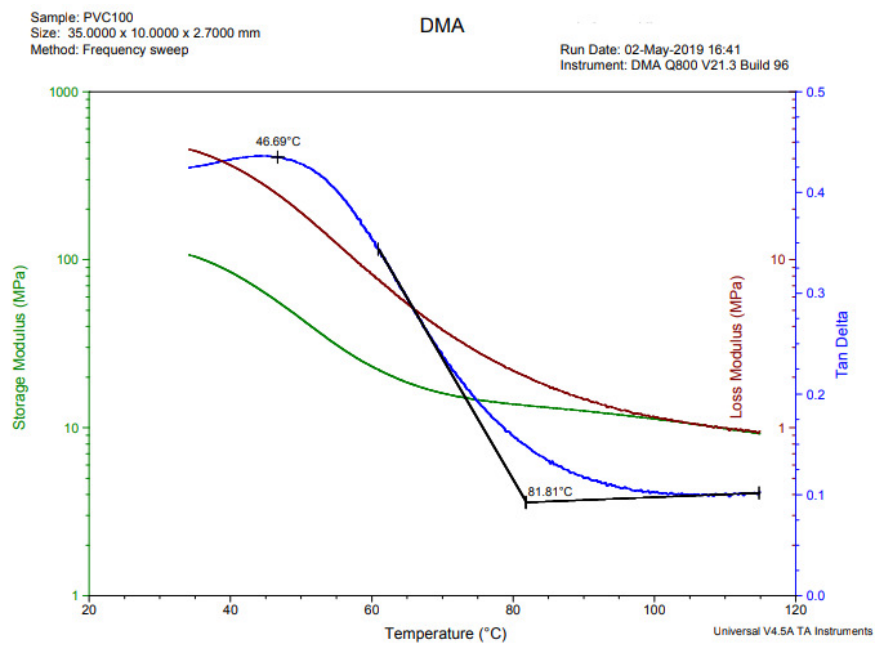
A



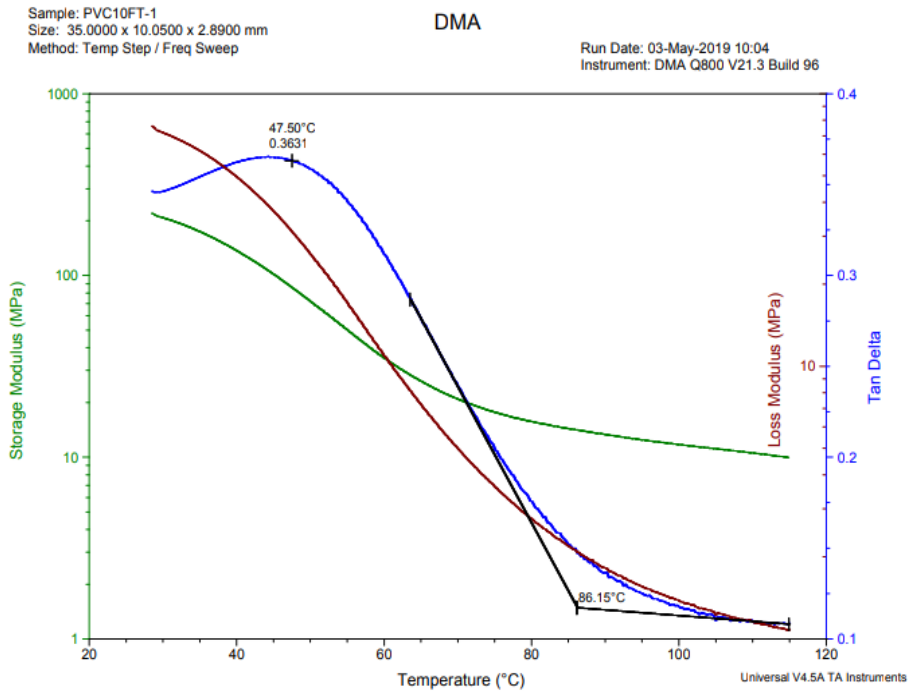
B



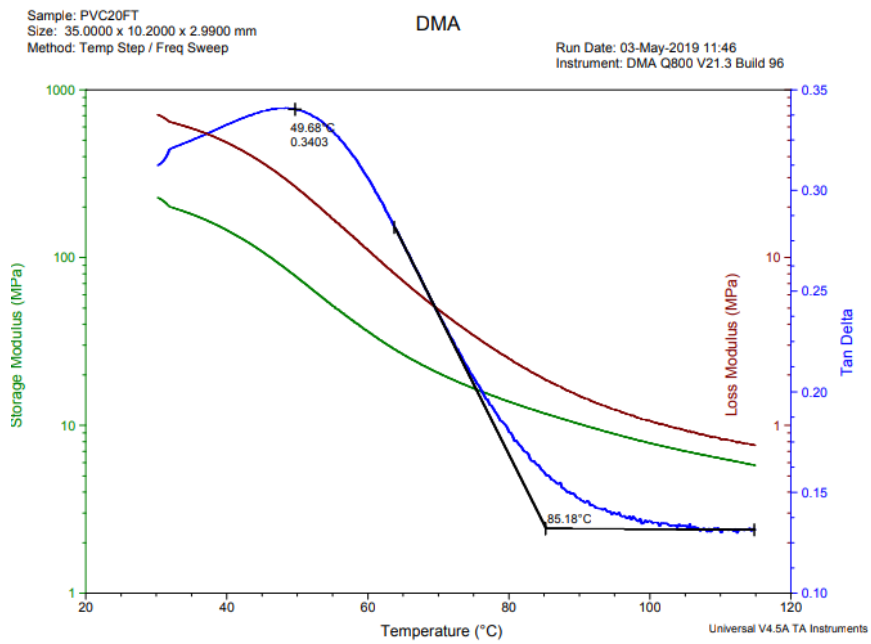
C



A



D



E

Figure. IV.18: Courbes DMA des compositions suivantes.

- (A) polymère PVC 100% (sans additifs)
- (B) polymère PVC + Fibre DPLF 10% (non traitée)
- (C) polymère PVC + Fibre DPLF 30% (non traitée)
- (D) polymère PVC + Fibre DPLF 10% (traitée)
- (E) polymère PVC + Fibre DPLF 20% (traitée).

Conclusion générale

Conclusion Générale

Après avoir mené l'étude de l'influence du taux du polymère PVC et de la fibre de palmier et farine de noix de dattes sur les propriétés de PVC, on a abouti à certains résultats très promettant quant à l'élargissement de leur champ d'application. Les résultats obtenus à travers les diverses techniques utilisées sont énumérés pour ces composites PVC/DPLF et composite PVC/ND comme suit :

L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR de la fibre ainsi que des compositions a confirmé l'existence de la bande d'absorption du groupement hydroxyle $-OH$ située à 3420cm^{-1} . On notera aussi l'apparition des bandes à 2900 et 1400cm^{-1} associées respectivement aux groupements C-H et C=O.

Le comportement mécanique des composites PVC/DPLF et PVC/Noix de dattes a montré qu'avec l'augmentation du taux de la fibre, ainsi que le taux des noix de dattes dans le composite, la contrainte (résistance à la rupture) et l'allongement à la rupture diminuent, alors que la dureté Shore croît progressivement.

Les images de la micrographie MEB pour les composites renfermant 15% de la poudre noix de dattes ont montré une mauvaise cohésion entre la matrice polymère et l'additif noix de dattes, à l'encontre le composite renfermant un taux de poudre de 25% présente une certaine comptabilité avec la matrice polymère, les pores existent avec une faible proportion.

L'étude des compositions compris le polymère PVC a montré une croissance de la valeur de la température de transition vitreuse T_g pour la composition renfermant un taux de 10 % de fibre DPLF que nous attribuons à l'élévation de la rigidité de la composition ce qui conduit à une diminution des mouvements des chaînes macromoléculaires, ce phénomène s'accroît pour la composition renfermant 30% de fibre DPLF, la température atteint les $88.93\text{ }^\circ\text{C}$.

La courbe DMA pour le polymère PVC vierge stabilisé, le module des pertes diminue dans le domaine viscoélastique (caoutchoutique) jusqu'à atteindre la valeur 0.92 MPa , alors que la composition renfermant la fibre : PVC+DPLF 10% traitée par NaOH ; le facteur de perte atteint la valeur 0.26 MPa , toujours en diminution.

Une étude supplémentaire comme perspective se rapportant à l'analyse de ces compositions par thermogravimétrie pour évaluer la stabilité thermique s'impose.

LES REFERENCES

Référence:

- [1] M. Samira, « Etude des propriétés thermiques de mélanges à base de PVC et PCV-PEHD et les phénomènes de dégradation », Mémoire de magister, Université Kasdi Merbeh, Ouargla (2012).
- [2] M. Fontanille et Y. Gnanou, « Chimie et physico-chimie des polymères », Dunod, Paris, (2002).
- [3] A. Bellel, « Traitement de surface de polymère par décharge couronne et plasma », Thèse de doctorat, Université Mentouri, Constantine (2004).
- [4] P. J. Flory, Principle of polymer chemistry, Cornell university press: NY, 1953.
- [5] C. Zhong, Y. Jiang, F. Guo, P. Liu, W. Wu, J. Liao, “ Effect of humidity on transport mechanism in Ag/ 7, 7, 8, 8- Tetracyanoquinodimethane bilayer films “, Japanese journal of applied physics vol. 45, No. 4 A, P. 2722-2725, (2006).
- [6] Michel Fontanille, Yves Gnanou, Chimie et Physico-chimie des polymères (cours), 2e et 3e cycles. Dunod, Paris, 4-8, (2005).
- [7] J. Mertin et al ; « Traité des matériaux » ; Tome 14, (2001).
- [8] SFIP-SIA, Les matériaux polymères en carrosserie automobile, Congrès international SFIP-SIA, Octobre 2000.
- [9] Ulracki, Commercial Polymer Blends London: Chapman et Hall, p. 658, 1998.
- [10] G. Scott, Atmospheric Oxidation and Antioxidants, London New York Elsevier, 1965.
- [11] K. Tassnim, “ Etude des mélanges PE/PS contribution au recyclage”, Thèse de doctorat, L’Institut National des sciences appliquées de Lyon, (2003).
- [12] Z. Chettouh, « Etude physico-chimique du composite PVC/PS – Fibre de palmier dattier, Mémoire de master, Université Mohamed Khider Biskra, (2018).
- [13] T. Fabien, “Formulation et morphologies de mélanges de polymères thermoplastiques à base d’amidon”, Thèse de doctorat, Autre INSA de Lyon, 2011, Français <NNT : 2011 SAL 0125 >, < tel- 00708484 >.
- [14] G. Ehrenstein et F. Montage, J. M Haudin, « Matériaux polymères. Structure. Propriétés et application, utilisation, élaboration polymère », Hermès, Paris 2000.
- [15] A. Viksm, A.K Bledzki, M. Letman, L. Rence, A comparaison of compounding processes and wood type for wood fiber-PP composites. Composites: Part A, 36, 789- 797 (2005).
- [16] WWW. Imfs. Ustrasbg. Fr, (2008).

LES REFERENCES

- [17] Christopher D. Anderson et Eric S Daniels, *Emulsion Polymerisation and Latex Applications*, Smithers Rapra Publishing, (2003), 160 p.
- [18] George Odian, «Principles of polymerization», Polytechnica, Paris, 823 p, 1994.
- [19] J.P .Mercier, « polymérisation des monomères vinyliques », Press. Polytechnique, Romandes, 1983.
- [20] P.Quennehen, *Etude de la dégradation de la fonction isolation de câbles HT isolés au PVC* ,Thèse de doctorat ,université de Grenoble,France,2006 .
- [21] Labidi Nour Elhouda , «Elaboration et caractérisation des composites de polychlorure de vinyle PVC/ fibre de palmier», Mémoire master, Université Mohamed Khider -Biskra, 2017.
- [22] M.Boutamine ;A.Rahal, «Etude Mécanique thermique et Economique dequelque Mélange à base de PVC Proposé parl'ENICAB de BISKRA», Mémoire master, Université Mohamed Khider -Biskra, 2013.
- [23] Christopher D. Anderson et Eric S Daniels, *Emulsion Polymerisation and Latex Applications*, Smithers Rapra Publishing, (2003), 160 p.
- [24] Peacock A.J. *Handbook of polyethylene: Structure, Properties, and Applications*, New York: Marcel Dekker, 534, (2001).
- [25] S. Sahri .*Etude de comportement mécanique d'un matériau composite. Thermoplastique (pp) \ verre : effet de différents milieu*, Mémoire magistère , Université Mouloud Mammeri de TIZI-OUZOU ,Algérie 2012
- [26] Hilaire Bewa, « Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétalesà usage matériaux en France », département bioressources, ADEME, 2011.
- [27] Mohanty. A. K, Misra. M et Hinrichsen. G, « Biofibres, Biodégradable polymers and biocomposites: an overview», *Macromolecular Materials and Engineering*, 276/277, p 1- 24, 2000.
- [28] Zerigui Ahlem , «Effet de différents modes de vieillissements sur les propriétés des composites de polychlorure de vinyle PVC/ farine de palmier», Mémoire master, Université Mohamed Khider -Biskra, 2017.
- [29] S. Binet, S. Malard, M. Ricaud, A. Romero-Hariot et B. Savary, « Fibres de cellulose ». Institut National de Recherche et de Sécurité (INRS), Fiche Toxicologique, (2011), pp. 1-9.
- [30] B. Monties, « Les polymères végétaux: Polymères pariétaux et alimentaires non azotés », Edition Gauthier –Villards, Paris, (1980), 345p.

LES REFERENCES

- [31] H. B. Ly, « Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres decellulose ». Thèse de doctorat, Institut national Polytechnique de Grenoble, France, (2008), 218 p.
- [32] J. Reguant et M. Rinaudo, « Etude bibliographique sur les matériaux issus de labiomasse végétale ». Document Centre national de la recherche scientifique (centre de recherches sur les macromolécules végétales), Grenoble, France, (1999) ,164 p.
- [33] A. Gandini et M. N. Belgacem, « La chimie des substances renouvelables». L'actualité chimique, 2002, pp 6-14.
- [34] A. Sbiai. «Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres depalmier Dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres». Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale Matériaux de Lyon, France, 2011, 236p.
- [35] Kareche *Abdelhak* , «Etude des matrériaux à base de bois de palmier dattier: durabilité ,dégradation et propriétés structales et de transfert », Mémoire de master, Université Hadj Lakhdar -Batna, 2014.
- [36] N.Announ et H.Bilek, «Caractérisation et incorporation dans une margarine des extraits de noyaux de datte d'une variété sèche», Mémoire de master, Université Abderrahmane Mira –Bejaia, 2013.
- [37] G.Kaanin et L.Harfi , «Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique del'huile du noyau de datte :essai d'incorporation dans une margarine de table», Mémoire master, Université Abderrahmane Mira –Bejaia,2012 .
- [38] I. Adrar. « Utilisation des noyaux de dattes pour l'élimination des ions Fe^{+3} en solution aqueuse », Mémoire de master, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.
- [39] B. Boussaha, « Etude de la plastification du PVC par des Huiles naturelles alimentaires », Mémoire de master, Université de Sétif, (2011).
- [40] I. Zoubir, « Elaboration et caractérisation d'un matériau composite polymère-ZnO.
- [41] Mr. Viallet, « Microscopie Electronique a balayage du 9 Mai 2011», Cours du TP, Université de Toulouse, (2011), Page 2/7-3/7.
- [42] Scm. Univ-Lorrain. Fr / préparation-en-microscopie-électronique-a-balayage.
- [43] B. Salim, « Elaboration des matériaux composites PVC/Fibres de Genet d'Espagne : formulations et caractérisations », Thèse de doctorat, Université de Sétif 1,(2017).
- [44] F. Ahlem, « Influence des diveres modifications du genet d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermique de composites à matrice

LES REFERENCES

- thermoplastique », Mémoire de magister, Université de Sétif- 1-, (2014).
- [45] H. Boussehel, « Etude de moyens stabilisation des composites à base de polystyrène », Thèse de doctorat, Université de Biskra,(2018).
- [46] B. Mimi et R. Abir, « Etude mécanique thermique et économique de quelque mélange à base de PVC proposé par L'ENICAB de Biskra», Université de Biskra, (2013).

ANNEX

Échantillon	La résistance à la rupture σ (MP)	L'allongement à la rupture ϵ (%)	Dureté Shore	Stabilité thermique (mn)
100% PVC NT	14,8	256,6	82,88	117
90PVC10DPLF NT	12,8	180,8	87,86	128,5
85PVC15DPLF NT	11,4	252,2	88,38	130,5
80PVC20DPLF NT	10,3	198	90,62	131
70PVC30DPLF NT	7,88	128,3	95,26	126,5
85PVC15DPLFNT+CHARGE	12,1	220	89,32	140,5
90PVC10DPLF T//NaOH	14,2	279,5	88,66	140
85PVC15DPLF T/NaOH	11,9	229,5	89,86	153,5
80PVC20DPLF T/NAOH	11,1	192,6	92,46	148
70PVC30DPLF T/NaOH	7,84	123,4	94,62	141
85PVC15DPLF T/NaOH+CHARGE	10,6	189,2	91,64	139
90PVC10DPLF T/SILANE	12,5	237,7	88,9	142
85PVC15DPLFT/SILANE	11,3	202,5	89,9	140,5
80PVC20DPLF T/SILANE	10,4	130	92,48	151,5
70PVC30DPLF T/SILANE	8,65	151,2	95,28	166
85PVC15DPLF T/SILANE+CHARGE	11,8	267	91,02	160,5
95PVC5ND NT	14,3	358	83,1	123
85PVC15ND NT	11,5	227,9	89,64	139,5
75PVC25ND NT	8,88	156,2	90,12	123
85PVC15NDNT+CHARGE	11,5	198,6	88,14	152

Tableau1 l'essai de traction, la dureté Shore et stabilité thermique

ANNEX

File: C:\TA\Data\DMA\PVC10FT-1.001 Run Date: 03-May-2019 10:04
Program: Universal V4.5A Run Number: 1

TA Instruments Thermal Analysis -- DMA Multi-Frequency - Strain

Sample: PVC10FT-1
Size: 35.0000 x 10.0500 x 2.8900 mm

Method: Temp Step / Freq Sweep

Poisson's Ratio: 0.440

Temperature °C	Storage Modulus MPaMPa	Tan Delta	LossModulus
28.48	219.6	0.3464	76.06
28.50	219.4	0.3464	76.02
28.53	219.2	0.3462	75.90
28.55	219.0	0.3462	75.83
28.57	218.9	0.3461	75.75
28.60	218.6	0.3461	75.65
28.62	218.4	0.3461	75.59
28.64	218.2	0.3460	75.51
28.67	218.0	0.3460	75.43
28.69	217.8	0.3460	75.35
28.71	217.6	0.3459	75.27
28.73	217.4	0.3459	75.20
28.75	217.1	0.3459	75.10
28.77	217.0	0.3459	75.05
28.79	216.8	0.3458	74.97
28.80	216.5	0.3459	74.90
28.82	216.3	0.3459	74.82
28.84	216.2	0.3458	74.75
28.86	216.0	0.3459	74.70
28.87	215.8	0.3458	74.60
28.89	215.5	0.3458	74.53
28.91	215.3	0.3458	74.46
28.92	215.2	0.3458	74.41
28.94	215.0	0.3459	74.35
28.95	214.8	0.3459	74.29
28.97	214.5	0.3458	74.20
28.99	214.3	0.3459	74.13
29.00	214.2	0.3459	74.08
29.01	214.0	0.3459	74.03
29.03	213.8	0.3459	73.95
29.04	213.6	0.3460	73.90
29.06	213.4	0.3459	73.82
29.07	213.2	0.3460	73.75
29.08	213.1	0.3460	73.72
29.10	212.9	0.3460	73.65
29.11	212.7	0.3460	73.59
29.12	212.5	0.3460	73.53
29.13	212.3	0.3461	73.47
29.15	212.1	0.3460	73.39
29.17	211.9	0.3460	73.31
29.20	211.7	0.3459	73.24
29.24	211.6	0.3458	73.16
29.30	211.2	0.3458	73.05
29.36	210.9	0.3458	72.91
29.43	210.4	0.3459	72.80
29.51	209.9	0.3459	72.62
29.61	209.4	0.3460	72.47
29.71	208.9	0.3460	72.30
29.82	208.3	0.3462	72.11
29.93	207.6	0.3463	71.89
30.06	206.9	0.3463	71.65
30.19	206.1	0.3466	71.43
30.33	205.3	0.3468	71.19
30.48	204.4	0.3469	70.92
30.63	203.5	0.3471	70.64
30.79	202.5	0.3474	70.34
30.95	201.5	0.3476	70.05
31.12	200.5	0.3479	69.73

ANNEX

31.29	199.4	0.3480	69.39
31.47	198.2	0.3484	69.05
31.65	197.1	0.3486	68.71
31.83	195.9	0.3490	68.35
32.02	194.6	0.3493	67.96
32.21	193.4	0.3496	67.60
32.41	192.0	0.3499	67.19
32.60	190.7	0.3502	66.78
32.80	189.4	0.3505	66.37
33.01	188.0	0.3509	65.95
33.21	186.5	0.3513	65.51
33.42	185.1	0.3517	65.09
33.62	183.6	0.3519	64.63
33.83	182.1	0.3525	64.18
34.05	180.6	0.3528	63.72
34.26	179.1	0.3531	63.24
34.47	177.5	0.3535	62.76
34.69	176.0	0.3538	62.26
34.91	174.4	0.3543	61.77
35.13	172.8	0.3547	61.29
35.35	171.1	0.3551	60.77
35.57	169.5	0.3555	60.25
35.79	167.9	0.3559	59.74
36.01	166.2	0.3562	59.19
36.23	164.5	0.3567	58.68
36.46	162.8	0.3570	58.11
36.68	161.1	0.3575	57.60
36.91	159.4	0.3578	57.04
37.14	157.7	0.3582	56.48
37.37	156.0	0.3586	55.93
37.59	154.2	0.3589	55.36
37.82	152.5	0.3593	54.80
38.06	150.7	0.3597	54.22
38.29	149.0	0.3601	53.65
38.52	147.3	0.3603	53.06
38.75	145.5	0.3607	52.50
38.98	143.8	0.3611	51.90
39.22	142.0	0.3614	51.33
39.45	140.3	0.3617	50.74
39.68	138.5	0.3621	50.15
39.92	136.8	0.3623	49.55
40.15	135.0	0.3626	48.96
40.39	133.3	0.3628	48.36
40.63	131.6	0.3632	47.78
40.86	129.8	0.3633	47.18
41.10	128.1	0.3636	46.58
41.34	126.4	0.3638	45.99
41.57	124.7	0.3641	45.39
41.81	123.0	0.3642	44.80
42.05	121.3	0.3644	44.18
42.29	119.6	0.3645	43.59
42.53	117.9	0.3647	42.99
42.77	116.2	0.3648	42.40
43.00	114.6	0.3649	41.80
43.24	112.9	0.3650	41.21
43.48	111.3	0.3650	40.61
43.72	109.6	0.3651	40.01
43.96	108.0	0.3651	39.43
44.20	106.3	0.3653	38.84
44.44	104.7	0.3650	38.24
44.69	103.2	0.3650	37.66
44.93	101.6	0.3650	37.07
45.17	99.99	0.3649	36.49
45.41	98.44	0.3649	35.92
45.65	96.87	0.3647	35.33
45.90	95.31	0.3646	34.75
46.14	93.82	0.3644	34.19
46.38	92.28	0.3643	33.61
46.62	90.77	0.3640	33.04
46.87	89.28	0.3637	32.47
47.12	87.82	0.3635	31.93
47.35	86.37	0.3632	31.37
47.60	84.89	0.3630	30.82
47.85	83.46	0.3625	30.26
48.08	82.02	0.3621	29.70

ANNEX

48.35	80.61	0.3620	29.18
48.57	79.25	0.3612	28.63
48.83	77.85	0.3612	28.12
49.09	76.51	0.3605	27.58
49.30	75.17	0.3599	27.05
49.60	73.83	0.3595	26.54
49.79	72.54	0.3586	26.01
50.05	71.20	0.3587	25.54
50.36	69.95	0.3576	25.01
50.50	68.68	0.3569	24.51
50.90	67.39	0.3564	24.01
51.08	66.19	0.3550	23.50
51.35	64.92	0.3551	23.05
51.71	63.76	0.3535	22.54
51.83	62.54	0.3532	22.09
52.24	61.36	0.3523	21.62
52.43	60.24	0.3505	21.12
52.67	59.02	0.3510	20.72
53.04	57.95	0.3492	20.23
53.15	56.86	0.3483	19.81
53.53	55.78	0.3476	19.39
53.75	54.77	0.3453	18.91
53.95	53.66	0.3456	18.54
54.34	52.69	0.3438	18.12
54.46	51.73	0.3429	17.74
54.79	50.73	0.3421	17.35
55.06	49.81	0.3401	16.94
55.20	48.88	0.3393	16.59
55.59	47.98	0.3381	16.22
55.75	47.11	0.3365	15.85
56.00	46.22	0.3360	15.53
56.34	45.42	0.3336	15.15
56.46	44.59	0.3328	14.84
56.79	43.77	0.3320	14.53
57.04	43.04	0.3292	14.17
57.19	42.26	0.3290	13.90
57.56	41.52	0.3273	13.59
57.74	40.83	0.3254	13.28
57.95	40.08	0.3247	13.02
58.30	39.42	0.3227	12.72
58.44	38.76	0.3211	12.45
58.72	38.12	0.3201	12.20
59.02	37.51	0.3179	11.92
59.15	36.87	0.3164	11.67
59.48	36.26	0.3154	11.44
59.73	35.69	0.3132	11.18
59.88	35.12	0.3119	10.95
60.23	34.55	0.3106	10.73
60.43	34.03	0.3086	10.50
60.62	33.49	0.3073	10.29
60.98	33.00	0.3052	10.07
61.13	32.51	0.3032	9.854
61.37	31.99	0.3025	9.676
61.70	31.53	0.3001	9.461
61.84	31.08	0.2984	9.273
62.13	30.60	0.2973	9.097
62.42	30.19	0.2947	8.897
62.56	29.75	0.2937	8.738
62.88	29.34	0.2918	8.562
63.13	28.95	0.2890	8.367
63.29	28.53	0.2884	8.229
63.63	28.14	0.2867	8.067
63.84	27.78	0.2839	7.888
64.02	27.39	0.2833	7.760
64.37	27.04	0.2809	7.597
64.54	26.71	0.2791	7.454
64.77	26.36	0.2775	7.313
65.10	26.04	0.2745	7.149
65.25	25.71	0.2732	7.026
65.52	25.37	0.2726	6.917
65.82	25.08	0.2696	6.763
65.96	24.78	0.2682	6.647
66.28	24.47	0.2666	6.525
66.53	24.21	0.2643	6.398
66.69	23.92	0.2631	6.293

ANNEX

67.03	23.65	0.2607	6.166
67.24	23.39	0.2589	6.054
67.43	23.12	0.2573	5.950
67.77	22.87	0.2552	5.837
67.95	22.62	0.2534	5.733
68.19	22.37	0.2520	5.637
68.50	22.15	0.2496	5.530
68.67	21.91	0.2482	5.439
68.95	21.69	0.2467	5.352
69.24	21.48	0.2437	5.234
69.41	21.26	0.2425	5.155
69.71	21.05	0.2412	5.078
69.96	20.85	0.2387	4.977
70.16	20.64	0.2378	4.907
70.47	20.45	0.2357	4.820
70.69	20.26	0.2336	4.733
70.93	20.08	0.2321	4.661
71.23	19.89	0.2297	4.568
71.43	19.72	0.2283	4.502
71.69	19.54	0.2266	4.430
71.97	19.38	0.2248	4.357
72.19	19.21	0.2231	4.287
72.46	19.05	0.2221	4.232
72.72	18.90	0.2194	4.147
72.95	18.75	0.2176	4.080
73.22	18.58	0.2157	4.009
73.47	18.45	0.2146	3.960
73.71	18.31	0.2129	3.898
73.97	18.17	0.2115	3.843
74.22	18.04	0.2090	3.771
74.47	17.91	0.2081	3.726
74.73	17.77	0.2069	3.677
74.97	17.66	0.2038	3.598
75.23	17.52	0.2033	3.563
75.48	17.40	0.2011	3.499
75.73	17.29	0.1994	3.446
75.98	17.17	0.1984	3.406
76.23	17.07	0.1964	3.352
76.49	16.95	0.1952	3.309
76.74	16.85	0.1933	3.257
76.99	16.75	0.1921	3.218
77.24	16.64	0.1904	3.170
77.49	16.52	0.1898	3.137
77.74	16.45	0.1874	3.083
78.00	16.34	0.1863	3.045
78.25	16.27	0.1845	3.000
78.50	16.17	0.1827	2.954
78.75	16.08	0.1815	2.919
79.01	16.00	0.1805	2.887
79.26	15.91	0.1797	2.859
79.51	15.82	0.1781	2.817
79.77	15.76	0.1758	2.771
80.02	15.66	0.1759	2.754
80.27	15.60	0.1735	2.706
80.53	15.52	0.1719	2.667
80.78	15.43	0.1716	2.648
81.04	15.37	0.1697	2.609
81.29	15.30	0.1685	2.578
81.54	15.23	0.1666	2.536
81.80	15.15	0.1671	2.532
82.05	15.09	0.1641	2.477
82.31	15.02	0.1639	2.462
82.56	14.95	0.1629	2.436
82.82	14.89	0.1612	2.400
83.07	14.83	0.1601	2.374
83.32	14.78	0.1584	2.340
83.58	14.70	0.1584	2.329
83.83	14.63	0.1580	2.312
84.09	14.58	0.1561	2.276
84.34	14.52	0.1550	2.251
84.60	14.46	0.1539	2.225
84.85	14.39	0.1523	2.192
85.10	14.34	0.1518	2.178
85.36	14.28	0.1505	2.150
85.61	14.23	0.1496	2.129

ANNEX

85.87	14.17	0.1498	2.123
86.12	14.12	0.1473	2.080
86.37	14.06	0.1474	2.073
86.62	14.01	0.1454	2.036
86.88	13.95	0.1453	2.027
87.13	13.90	0.1439	2.000
87.38	13.84	0.1438	1.990
87.64	13.79	0.1425	1.964
87.89	13.74	0.1417	1.947
88.14	13.68	0.1429	1.954
88.40	13.64	0.1397	1.906
88.65	13.58	0.1401	1.902
88.90	13.53	0.1389	1.879
89.15	13.48	0.1376	1.855
89.41	13.43	0.1369	1.839
89.66	13.39	0.1363	1.825
89.91	13.33	0.1367	1.822
90.16	13.29	0.1363	1.811
90.41	13.24	0.1336	1.769
90.67	13.19	0.1340	1.768
90.92	13.15	0.1338	1.758
91.17	13.10	0.1328	1.740
91.42	13.05	0.1321	1.725
91.67	13.00	0.1314	1.709
91.92	12.96	0.1319	1.709
92.18	12.92	0.1310	1.693
92.43	12.88	0.1289	1.660
92.68	12.82	0.1302	1.669
92.93	12.78	0.1286	1.643
93.18	12.74	0.1281	1.632
93.43	12.70	0.1279	1.624
93.68	12.66	0.1273	1.611
93.93	12.61	0.1267	1.598
94.18	12.57	0.1261	1.586
94.44	12.54	0.1260	1.580
94.68	12.49	0.1253	1.565
94.94	12.45	0.1251	1.557
95.19	12.41	0.1242	1.541
95.44	12.37	0.1240	1.535
95.69	12.34	0.1234	1.523
95.94	12.30	0.1240	1.524
96.19	12.26	0.1227	1.505
96.44	12.23	0.1221	1.494
96.69	12.18	0.1220	1.486
96.94	12.15	0.1220	1.483
97.19	12.12	0.1213	1.470
97.44	12.07	0.1210	1.462
97.69	12.05	0.1207	1.454
97.94	12.01	0.1206	1.448
98.19	11.97	0.1197	1.433
98.44	11.94	0.1199	1.431
98.69	11.91	0.1185	1.411
98.94	11.87	0.1191	1.413
99.19	11.84	0.1189	1.408
99.44	11.81	0.1180	1.394
99.69	11.77	0.1187	1.397
99.94	11.74	0.1178	1.382
100.19	11.71	0.1170	1.369
100.44	11.67	0.1172	1.368
100.69	11.65	0.1160	1.351
100.94	11.61	0.1166	1.354
101.19	11.58	0.1164	1.347
101.44	11.54	0.1161	1.340
101.69	11.52	0.1153	1.327
101.94	11.48	0.1161	1.333
102.19	11.46	0.1147	1.314
102.43	11.42	0.1146	1.309
102.68	11.39	0.1133	1.291
102.93	11.36	0.1143	1.298
103.18	11.33	0.1141	1.293
103.43	11.30	0.1140	1.288
103.68	11.27	0.1134	1.278
103.93	11.23	0.1135	1.275
104.18	11.21	0.1140	1.277
104.43	11.17	0.1131	1.264

ANNEX

104.69	11.15	0.1126	1.256
104.94	11.13	0.1101	1.225
105.19	11.09	0.1123	1.245
105.44	11.06	0.1119	1.238
105.69	11.04	0.1121	1.237
105.94	11.01	0.1116	1.229
106.19	10.98	0.1117	1.226
106.44	10.96	0.1111	1.217
106.69	10.92	0.1115	1.218
106.94	10.89	0.1098	1.195
107.19	10.87	0.1104	1.200
107.44	10.83	0.1108	1.200
107.69	10.81	0.1103	1.192
107.94	10.78	0.1104	1.190
108.19	10.75	0.1096	1.178
108.44	10.72	0.1101	1.180
108.69	10.70	0.1102	1.179
108.94	10.65	0.1105	1.177
109.19	10.65	0.1092	1.163
109.44	10.60	0.1106	1.173
109.69	10.57	0.1104	1.167
109.94	10.55	0.1099	1.160
110.18	10.52	0.1088	1.144
110.43	10.50	0.1095	1.149
110.68	10.47	0.1088	1.139
110.93	10.44	0.1091	1.138
111.18	10.40	0.1086	1.129
111.43	10.37	0.1092	1.132
111.68	10.34	0.1089	1.126
111.93	10.31	0.1091	1.125
112.18	10.29	0.1086	1.117
112.43	10.25	0.1086	1.113
112.68	10.22	0.1085	1.108
112.93	10.19	0.1079	1.100
113.18	10.15	0.1088	1.105
113.43	10.13	0.1082	1.097
113.68	10.10	0.1084	1.095
113.93	10.07	0.1084	1.092
114.18	10.04	0.1086	1.090
114.43	10.01	0.1083	1.084
114.68	9.978	0.1081	1.079
114.93	9.944	0.1087	1.081

TABLEAU 2 : Fichier DATA de DMA (exemple échantillon 90PVC 10 DPLF T/NaOH)

Résumé

L'Introduction de fibres naturelles (DPLF- noix de dattes), dans les polymères comme le polychlorure de vinyle PVC, influe sur les propriétés des polymères pris séparément. Il a été trouvé que :

Pour les mélanges PVC-DPLF traités et non traités, nous avons remarqué peu de changement concernant les résistances, dureté Shore A et stabilité. Pour l'allongement à la rupture, il faut noter un changement dans les valeurs pour la fibre traitée par le composé triméthoxysilyl) propyl méthacrylate et par l'hydroxyde de sodium NaOH 1%.

Une diminution de la résistance à la rupture, par rapport à celle du polymère pris séparément, quand on augmente le taux de la poudre des noix de dattes. Les valeurs trouvées pour l'allongement montrent un comportement plus souple pour la composition renfermant 5 % de cette poudre, chose inattendue lorsqu'on sait que l'élévation du taux de la poudre fait diminuer l'allongement. La dureté Shore A, augmente au fur et à mesure que le taux de l'additif augmente. Une augmentation du temps de stabilité en passant de 5 à 15% de noix de dattes.

L'étude par la technique DMA des compositions y compris le polymère PVC, a montré une croissance de la valeur de la température de transition vitreuse Tg pour la composition renfermant un taux de 10 % de fibre DPLF que nous attribuons à l'élévation de la rigidité de la composition ce qui conduit à une diminution des mouvements des chaînes macromoléculaires, ce phénomène s'accroît pour la composition renfermant 30% de fibre DPLF, la température Tg atteint les 88.93 °C.

LES MOTS CLÉS

Polymères, PVC, DPLF, noix de dattes DMA, stabilité thermique, résistance à la rupture, allongement à la rupture, dureté Shore.

ملخص

إن إدخال الألياف الطبيعية (أوراق النخيل و نواة التمر) في تركيبة متعدد كلورالفيثيل يؤثر على خواصها الميكانيكية والديناميكية بالنسبة لخلائط PVC ، لاحظنا تغيير طفيف للمقاومات صلادة Shore A. من أجل الاستطالة عند القطع تتغير بالنسبة للألياف المعالجة بمركب تريميثواكسيزيليل برويلميصاكريلات ومحلول الصودا 1% NaOH انخفاض للمقاومة عند القطع مقارنة مع البوليماز النقي، عندما تزداد نسبة بودرة نواة التمر. وجدنا أن قيم الاستطالة تبين مرونة أكبر للتركيبية التي تحتوي على 5% من البودرة، أن صلادة Shore A تزداد مع ازدياد نسبة الإضافات. هناك ارتفاع لزمان الاستقرار الحراري مرورا من 5% إلى 15 % .

الدراسة بتقنية DMA لمركبات مع بوليمار PVC، بينت زيادة لقيمة درجة حرارة التحول الزجاجي Tg للتركيبية التي تحتوي على نسبة 10% من أوراق النخيل DPLF. هذا الارتفاع راجع إلى ازدياد صلادة المركب الذي يؤدي إلى انخفاض حركة السلاسل الماكرو جزئية، هذه الظاهرة تزداد من أجل التركيبية المحتواة على 30% من سعف DPLF، نسجل عندها درجة حرارة التحول الزجاجي Tg تصل إلى 88.93° C.

الكلمات المفتاحية :

البوليميرات، متعدد كلور الفينيل، أوراق النخيل، نواة التمر، DMA، الاستقرار الحراري، المقاومة عند القطع، الاستطالة عند القطع. صلادة Shore A.