



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: des Sciences de la Matière  
Filière: de Physique  
Spécialité: Physique énergétique et énergies renouvelables

Réf. :

---

Présenté et soutenu par :  
**TABIB MAROUA**

Le : 25-9-2020

## **Préparation et étude comparative des composites de polyester-fibre naturelle, cas (DPLF, feuilles d'olive et écorce d'orange)**

---

### **Jury :**

Pr.	MECGHEZZI AHMED	Pr.	Université de Biskra	président
Mr.	SLIMANI MOHAMMED	M.A.A	Université de Biskra	Rapporteur
Dr.	LAKHDAR YUCEF	M.C.B.	Université de Biskra	Examineur

Année universitaire : 2019/2020

## **Dédicace**

Je dédie ce travail :

A ma très chère mère, ta prière et ta bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études.

A Mon père, qui peut être fier et trouvera ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans mes études.

A mes beaux-frères et mes belles-sœurs

A toute ma famille

A tous mes amies et mes collègues.

Et à tous ceux qui m'ont, de loin ou de près, aidé pour achever ce mémoire.

**Maroua**

## Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant et miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

Je tiens à remercier beaucoup mon encadreur, Dr Mohammed Slimani, pour ses conseils, sa bonne orientation et surtout pour sa patience durant toute une année de travail

Je tiens à remercier beaucoup le Pr Ahmed MEGHEZZI, directeur du laboratoire LCA pour l'encadrement, les précieuses orientations méthodologiques et scientifiques et l'assistance qu'il a portées durant toutes les étapes de la réalisation de notre mémoire.

Je tiens à remercier le Dr. Lakdar Youcef d'avoir accepté de lire et d'évaluer ce modeste travail de recherche.

Je tiens aussi à remercier Mme Hayat Benmachiche technicienne du laboratoire pédagogique de Chimie de l'université de Biskra pour leurs disponibilités.

Merci à toute ma collègue qui a contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Merci à tous

Table des matières	
Dédicace .....	I
Remerciements.....	II
Table des matières .....	III
Liste des figures .....	VIII
Liste des tableaux .....	X
Liste des abréviations .....	XI
Introduction générale .....	1

## Chapitre 1 : Notions générales sur les polymères

Introduction.....	3
1. Etape importantes de l’histoire des polymère.....	3
2. Définition.....	5
2.1. Polymère.....	5
2.2. Monomère.....	5
2.3. Polymérisation.....	5
2. 4.Degré de polymérisation.....	5
3. Classification des polymères.....	6
3.1. Selon leur origine.....	6
3.1.1. Les polymères naturels.....	6
3.1.2. Les polymères synthétiques.....	6
3.1.3. Les polymères artificiels.....	6
3.2. Selon leur nature chimique.....	7
3.2.1. Les polymères minéraux.....	7
3.2.2. Les polymères organiques.....	7
3.2.3. Les polymères mixtes .....	7
3.3. Selon leur structure de chaînes .....	7

3.3.1. Les polymères linéaires (monodimensionnels) .....	7
3.3.2. Les Polymères bidimensionnels .....	8
3.3.3. Les Polymères tridimensionnels .....	8
3.4. Selon leur structure chimique .....	8
3.4.1. Les homopolymères .....	8
3.4.2. Les copolymères .....	9
3.5. Selon leur comportement thermique .....	10
3.5.1. Les thermoplastique .....	10
3.5.2. Les thermodurcissables .....	10
3.5.3. Les élastomères .....	11
4. Les propriétés des polymères .....	11
4.1. Propriétés physiques.....	11
4.2. Propriétés mécaniques.....	12
4.3. Propriétés thermiques.....	13
5. Application des polymères.....	13
<b>Chapitre 2 : Les matériaux composites et Les matériaux utilisés</b>	
Introduction.....	15
I .Les matériaux composites .....	15
I.1.Définition .....	15
I.2.Constituants des matériaux composites .....	15
I.2.1.Matrice .....	16
I.2.2.Le Renfort.....	16
I. 2.3.Les charges et les additifs.....	17
I.2.3.1.Les charges .....	17
I .2.3.1.1.Charges renforçantes .....	17
I .2.3.1.2. Charges non renforçantes.....	17
I .2.3.2.Les additifs.....	17

II. Les matériaux utilisés.....	18
II.1. La matrice polyester insaturé.....	18
II.1.1. Définition.....	18
II.1.2. Formule du polyester insaturé(UP).....	18
II.1.3. Propriétés des polyesters insaturés.....	18
II.1.3.1. Propriétés physiques.....	18
II.1.3.2. Propriétés mécaniques.....	18
II.1.3.3. Propriétés thermiques.....	19
II.1.3.4. Propriétés chimiques-corrosion.....	19
II.1.3.5. Propriétés électriques.....	19
II.1.4. Application.....	20
II.1.5. Les aditifs.....	20
II.2. Propriétés des fibres naturelles.....	21
II.2.1. Propriétés des écorces d'oranges.....	21
II.2.1.1. Définition.....	21
II.2.1.2. Composition chimique globale des écorces d'oranges.....	21
II.2.1.2.1. Lipides.....	22
II.2.1.2.2. Protéines.....	22
II.2.1.2.3. Glucides.....	22
II.2.1.2.4. Huiles essentielles.....	23
II.2.1.2.5. Fibres.....	23
II.2.1.2.6. Minéraux.....	23
II.2.1.2.7. Caroténoïdes.....	24
II.2.1.2.8. Les phénoliques.....	24
II.2.1.2.8.1. Les acides phénoliques.....	25
II.2.1.2.8.2. Les flavonoïdes.....	26
II.2.1.2.8.3. Les Tannins.....	26

II.2.1.2.9. Vitamine C.....	27
II.2.2. Composition chimique globale des fibres de palmier dattier.....	28
II.2.3. Composition chimique globale des fibres de feuilles d'olivier.....	28
<b>Chapitre 3: Techniques expérimentales de synthèse et caractérisations</b>	
Introduction.....	29
1. Préparation des fibres naturelles.....	29
1.1. Préparation de la poudre d'écorce d'orange.....	29
1.2. Préparation de la poudre la feuille de palmier dattier non traitée.....	30
1.3. Préparation de la poudre des feuilles d'olives:.....	31
2. Préparation des mélanges.....	32
2.1. Les calculs théoriques.....	32
3. Préparation des plaques.....	33
3.1. Moulage.....	33
4. Techniques de caractérisations.....	35
4.1. Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR).....	35
4.1.1. Principe.....	35
4.1.2. Préparation des échantillons.....	36
4.2. Test d'absorption d'eau.....	38
4.3. Tests mécaniques.....	39
4.3.1. Test de traction.....	39
4.3.1.1. Paramètres d'études de traction.....	40
4.3.2. Test de la dureté shore D.....	41
4.3.2.1. Mode opératoire.....	41
4.4. La microscopie électronique à balayage (MEB).....	41
4.5. Analyse Mécanique Dynamique (DMA).....	42
<b>Chapitre 4 : Les résultats et interprétation</b>	
1. L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR.....	44

1.1.L'analyse spectroscopique infrarouge Pour l'écorce d'orange.....	44
1.2.L'analyse spectroscopique infrarouge pour DPLF.....	45
1.3.L'analyse spectroscopique infrarouge Pour feuilles d'olive.....	46
1.4L'analyse spectroscopique infrarouge Pour noix d'olive.....	47
2. L'absorption d'eau distillée.....	48
2.1. Influence du taux de fibre sur l'absorption.....	48
2.1.1 écorce d'orange.....	48
2.1.2 DPLF.....	49
2.1. 3 .feuilles d'olive.....	50
2.2. Influence de la nature de la fibre.....	51
Conclusion générale.....	53
Bibliographie.....	54
Annexe .....	57
Résumé .....	59



## Liste des figures

Figure 1 : Modèle schématique de la synthèse d'un polymère.....	6
Figure 2 : polymère linéaire.....	7
Figure 3 : polymère Bidimensionne.....	8
Figure 4 : polymère Tridimensionnel.....	8
Figure 5 : Formation d'un polymère.....	12
Figure 6: Différentes sollicitations mécaniques.....	12
Figure7: Représentation schématique d'un matériau composite.....	16
Figure 8: formule chimique de polyester insaturé.....	18
Figure 9: Structure de Peroxyde de méthyle éthyle cétone «PMEC».....	20
Figure 10: l'écorce d'orange.....	21
Figure 11: Structure chimique du limonène.....	23
Figure 12: Structure du phénol.....	25
Figure 13: Structure chimique de l'acide p-coumarique.....	25
Figure 14 : Structure chimique de base des flavonoides.....	26
Figure 15:Structure chimique des tannins condensés (a) et des tannins hydrolysables(b).....	27
Figure 16: Structure de l'acide ascorbique.....	27
Figure 17 : l'écorces d'oranges séché dans l'étuve à 80°C pendant 24h.....	29
Figure18: Broyage et tamisage d'écorces d'oranges.....	30
Figure 19: Feuilles des Palmes.....	30
Figure 20: DPLF séché dans l'étuve à 80°C pendant 2h.....	31
Figure 21: Broyage et tamisage de DPLF.....	31
Figure 22 : Préparation de la poudre des feuilles d'olives.....	32
Figure 23 : Étapes à suivre pour préparer le mélange.....	34
Figure 24: Le composite (UP/ER) moulée au contact.....	34
Figure 25: Les plaques préparées.....	35
Figure 26: Spectrophotomètre à transformée de Fourier de type SHIMADZU FTIR-8400S..	36
Figure 27: préparation des échantillons : a : une balance, b : 0,001 g de poudre de fibre naturelle et 0.2g KBr, c : mélange ( KBr + poudre de fibre naturelle).....	37
Figure 28: Presse à vide.....	37

Figure 29: Les pastilles de nos échantillons.....	38
Figure 30 : la balance électronique utilisée.....	39
Figure 31 : les éprouvettes dans un récipient d'eau distillée.....	39
Figure 32 : Le duromètre utilisé.....	41
Figure 33: Représentation schématique des interactions faisceau -surface d'échantillon.....	42
Figure 34 : Machine de DMA de marque DMA Q 800.....	43
Figure 35 : Spectre FTIR Pour l'écorce d'orange.....	44
Figure 36 : Spectre FTIR Pour DPLF.....	46
Figure 37 : Spectre IR Pour feuilles d'olive.....	47
Figure :38 Spectre FTIR Pour noix d'olive.....	48
Figure 39 : L'absorption de l'eau distillée en fonction de tempsUP100%, Ecorce d'orange 15% -UP85%, Ecorce d'orange30%-UP70%.....	49
Figure 40 : L'absorption de l'eau distillée en fonction de temps UP100%, DPLF15%-UP85%, DPLF30%-UP70%.....	50
Figure 41 : L'absorption de l'eau distillée en fonction de tempsUP100%, feuilles d'olives 15% -UP85%, feuilles d'olives 30%-UP70%.....	51
Figure 42 : L'absorption de l'eau distillée en fonction de tempsUP, écorce d'orange, DPLF, feuilles d'olives et noix d'olive.....	52

## Liste des tableaux

Tableau 1 : Application des polymères. ....	14
Tableau 2 : les propriétés mécaniques de polyesters.....	19
Tableau 3 : propriétés électriques de polyesters. ....	19
Tableau 4: Composition chimique globale des écorces d'orange (g/100g MS). ....	22
Tableau 5 : La composition en fibres des écorces d'oranges.....	23
Tableau 6: Composition en minéraux des écorces d'orange. ....	24
Tableau 7: Teneurs en caroténoïdes des écorces d'orange ( $\mu\text{g/gMS}$ ). ....	24
Tableau 8: Composition chimique des fibres de palmier dattier.....	28
Tableau 9 : Composition chimique global des feuilles d'olivier (exprimé en g par 100g)....	28
Tableau 10: Les différentes formulations choisies pour la préparation de nos échantillons....	33
Tableau 11 : Attribution des bandes IR de l'écorce d'orange.....	44
Tableau 12 :Attribution des bandes FTIR de DPLF.....	45
Tableau 13 :Attribution des bandes IR de feuilles d'olive.....	46
Tableau 14 : Attribution des bandes IR de noix d'olive.....	47

## Liste des abréviations

**%** : Pourcent.

**MPa** : Méga pascal.

**PVC**: Polyvinyle de Chlorure.

**UP** : Polyester insaturé.

**ER** : Ecorce d'orange.

**Cat** : Catalyseur.

**M(UP)** : Masse de polyester insaturé.

**M(ER)** : Masse de la fibre d'écorce d'orange.

**M(Cat)** : Masse de catalyseur.

**Tg**: La température de transition vitreuse.

**Tf** : la température de fusion.

**KBr** : bromure de potassium.

**U.V** : Ultra violet.

**DPLF** : La Fibre de La Feuille de Palmier Dattier (Métré On Anglais).

**DMA** : Analyse Mécanique Dynamique.

**FTIR** : Technique de mesure de l'absorption par Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier.

**MEB** : Microscope Electronique A Balayage.



# **Introduction générale**

## Introduction générale

Les polymères sont de plus en plus présents dans notre vie quotidienne. Depuis longtemps l'homme cherche à les exploiter pour se nourrir, pour produire de l'énergie, pour construire, améliorer et agrémenter son habitat, 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]

Le développement des matériaux composites est conditionné par les exigences des utilisateurs dans les différents domaines industriels en respectant la réglementation en matière de recyclage et valorisation. Donc l'utilisation des constituants de base d'un matériau composites d'origine naturels devient un axe de recherche essentiel pour faire face aux besoins du marché qui est toujours en croissance. Les composites renforcés par des fibres naturelles ont donc attiré une attention de plus en plus grande en raison de leur faible coût, leur densité peu élevée, leur biodégradabilité et leur disponibilité, leur facilité de mise en œuvre, leur haut module spécifique, et leur capacité à être recyclé, ...etc. [2]

Le polyester insaturée (UP) devenu l'une des principales matières plastiques vu son caractère économique réduit et ces propriétés mécaniques et physiques peuvent être modifiées selon les besoins.

L'objectif principal de notre travail de recherche est l'étude des propriétés de composites à base de Polyester insaturée renforcé par la fibre naturelle.

Le mémoire est divisé en quatre chapitres :

Une introduction générale parlant du travail entrepris.

Le premier chapitre est une étude bibliographique qui présente des généralités sur les polymères, leurs classifications, leurs synthèses et leurs propriétés.

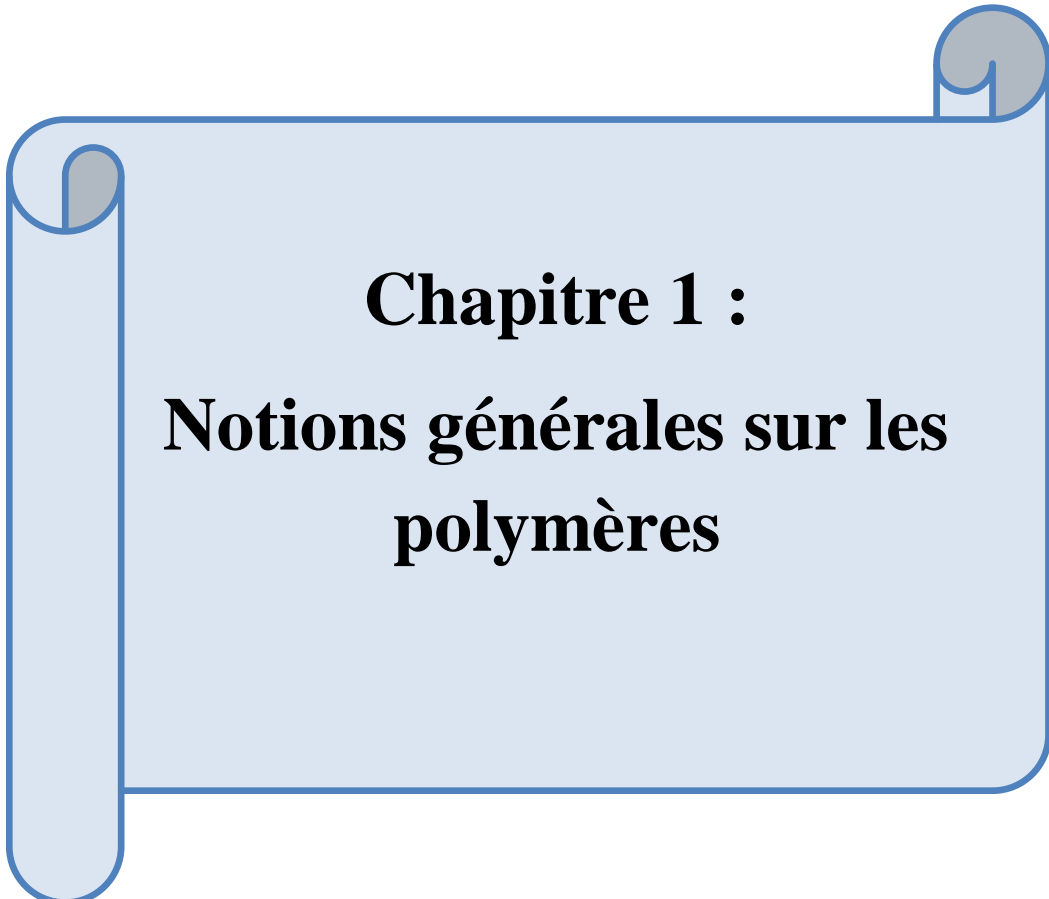
Le deuxième chapitre est divisé en deux parties principales, la première décrit les matériaux composites, leurs constituants ainsi que leurs procédés de production. La deuxième partie

couvre des généralités sur le polyester insaturé, les types de matériaux (fibres naturelles) utilisés pour la préparation de nos mélanges à base de Polyester : fibres d'écorces d'oranges, fibres des feuilles de palmiers dattiers, fibres des feuilles d'olives.

Le troisième chapitre présente le dispositif expérimental de synthèse par voie fondue ainsi que les méthodes analytiques qui ont permis de caractériser les propriétés des composites obtenus.

Le quatrième chapitre est consacré à la discussion et les résultats et interprétation obtenus.

Le mémoire se termine par une conclusion générale et une liste de références bibliographiques.



**Chapitre 1 :**  
**Notions générales sur les**  
**polymères**



## Introduction

En 1922, le chimiste allemand Hermann Staudinger introduisit la notion de macromolécule, molécule comportant plusieurs milliers à plusieurs centaines de milliers d'atomes. Cette notion permet de poser les bases de l'étude des polymères, composants essentiels des matières plastiques et des élastomères. En se substituant aux matériaux traditionnels tels que les métaux, le verre ou le textile, la production de plastiques est sans cesse croissante depuis pratiquement un siècle. [3]

## 1. 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/métallocènes, 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. [4]

## 2. Définition

### 2.1. Polymère

Le mot polymère vient du grec « polys » plusieurs, et « meros » partie. Un polymère est une macromolécule, organique ou inorganique. Il est grande molécule constituée d'unités fondamentales appelées monomères (ou motifs monomères) reliées par des liaisons covalentes. [5]

### 2.2. Monomère

Le monomère du grec monos: un seul ou une seule, et meros : partie, reliés les uns aux autres par des liaisons covalentes. [6]

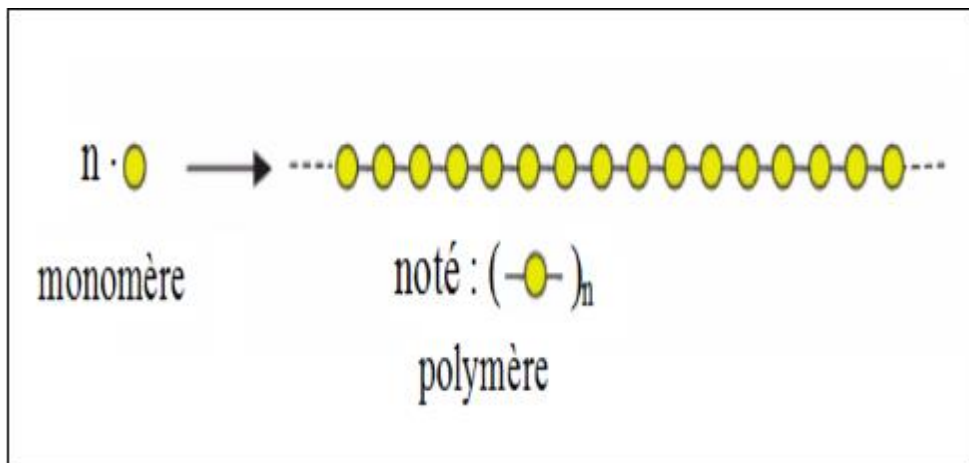
### 2.3. Polymérisation

La réaction qui à partir des monomères, forme en les liants, des composés de masse moléculaire plus élevée : les polymères ou macromolécules. Les noyaux des monomères sont le plus souvent constitués d'un atome de carbone (molécules organiques) ou d'un atome de silicium (polymères siliconés). [6]

La polymérisation, qui désigne la réaction chimique de fabrication des macromolécules. Lorsque ce degré de polymérisation (DP) est inférieur à 30, on parle d'oligomère et lorsqu'il est supérieur à 30, c'est un polymère. [5]

### 2.4. Degré de polymérisation

C'est le nombre total de monomères contenus dans une macromolécule. [6]



**Figure 1** : Modèle schématique de la synthèse d'un polymère. [5]

La lettre n est appelée « degré de polymérisation » ou « indice de polymérisation ».

### 3. Classification des polymères

Il existe plusieurs manières de classer les polymères selon les propriétés retenues pour les caractériser, nous indiquons ci-après les classifications les plus courantes.

#### 3.1. Selon leur origine

##### 3.1.1. 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. [7]

##### 3.1.2. Les polymères synthétiques

Les polymères synthétiques totalement issus du génie de l'homme, sont obtenus par polymérisation de molécules monomères. [7]

##### 3.1.3. Les polymères artificiels

Sont obtenus par modification chimique de polymères naturels de façon à transformer certaines de leurs propriétés. Exemples : les esters cellulosiques (nitrocellulose, acétate de cellulose...etc.), ébonite (caoutchouc fortement réticulé par le soufre). [7]

## 3.2. Selon leur nature chimique

### 3.2.1. Les polymères minéraux

Sont constitués par des chaînes renfermant un seul corps simple comme le diamant, le graphite, le phosphore et le soufre ou par des chaînes renfermant plusieurs hétéronomes comme les silicates, les acides poly phosphoriques et les chlorures de polyphosphoriques. [8]

### 3.2.2. Les polymères organiques

C'est la classe la plus riche ceux réalisés à partir de monomères composés d'atomes utilisés en chimie organique : C, H, O, et N principalement ainsi que d'autres éléments comme les halogènes (F, Cl, Br, I) ou le soufre, le phosphore...Il existe d'autres polymères où l'atome de carbone est remplacé par Si (silicones). [5]

### 3.2.3. Les polymères mixtes

Sont doués de propriétés intéressantes dont une bonne résistance thermique (300-350 °C). L'hétéroatome peut être soit dans la chaîne principale soit dans les motifs latéraux. [8]

## 3.3. Selon leur structure de chaînes

Les polymères sont classés en trois catégories :

### 3.3.1. Les polymères linéaires (monodimensionnels)

L'enchaînement des monomères s'effectue dans une seule direction de l'espace. [3]

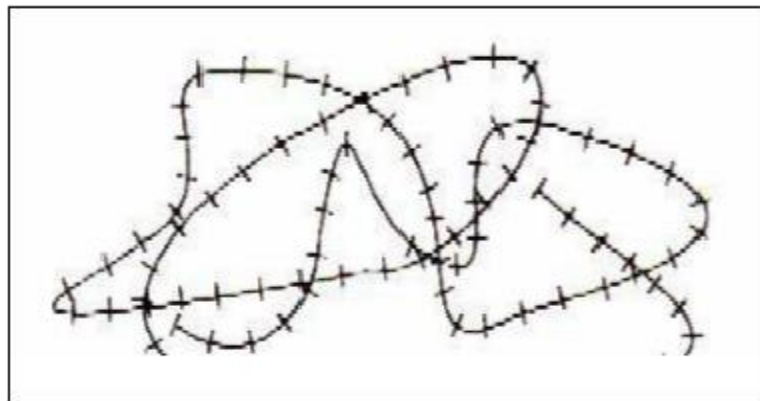


Figure 2 : polymère linéaire. [3]

### 3.3.2. Les Polymères bidimensionnels

L'enchaînement des monomères s'effectue dans deux directions de l'espace. Ex : le graphite, carbone, kératine. [3]

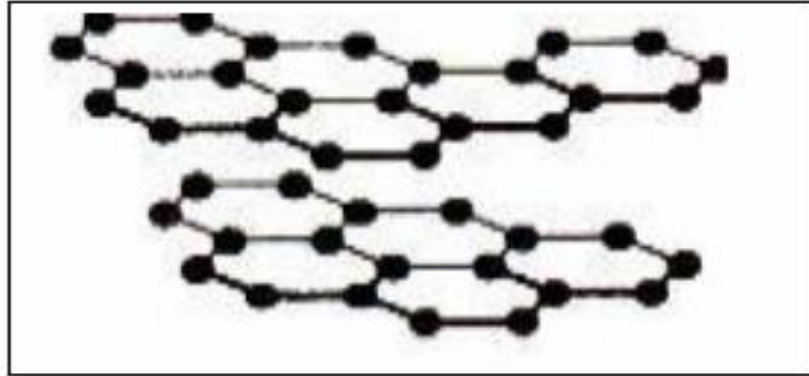


Figure 3 : polymère Bidimensionnel. [3]

### 3.3.3. Les Polymères tridimensionnels

L'enchaînement des monomères s'effectue dans trois directions de l'espace. [3]

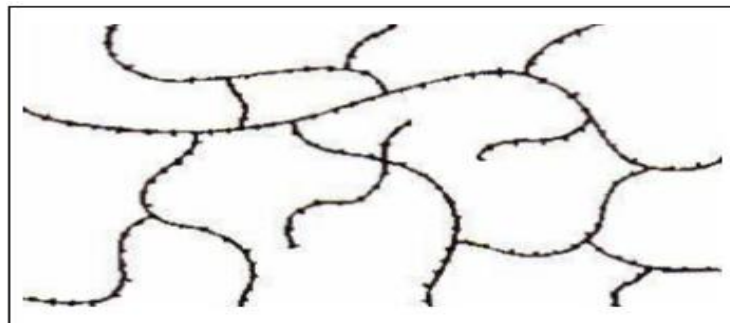


Figure 4 : polymère Tridimensionnel. [3]

## 3.4. Selon leur structure chimique

La structure chimique des motifs permet une classification des composés macromoléculaires en homopolymères et copolymères

### 3.4.1. Les homopolymères

Sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité(A), homopolymères sont des longues chaînes formées par la répétition d'un monomère. [5]



➤ **Copolymère séquencé**

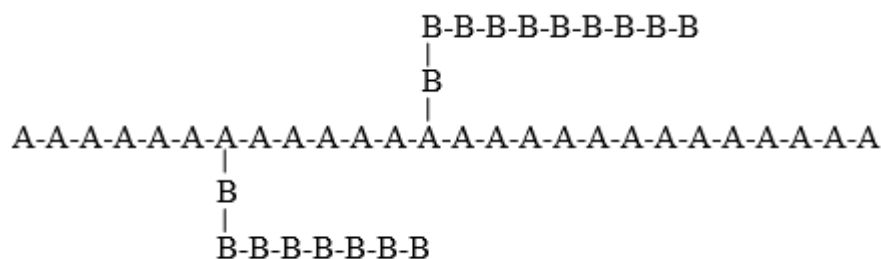
Chaque unité constitutive est répétée plusieurs fois de suite pour former de longues séquences

dibloc [AB] : -A-A-A-A-A-B-B-B-B-B-B-

tribloc [ABA] : -A-A-A-A-A-B-B-B-B-B-B-A-A-A

➤ **Copolymères greffés**

Exemple le plus simple : une chaîne d'un homopolymère principal, sur lequel des chaînes secondaires d'un autre polymère sont greffées. [5]



### 3.5. Selon leur comportement thermique

Les polymères sont classés d'après leurs propriétés thermodynamiques en trois types.

#### 3.5.1. Les thermoplastiques

Les thermoplastiques ramollissent sous l'effet de la chaleur. Ils deviennent souples, malléables et durcissent à nouveau quand on les refroidit. Leurs polymères de base sont constitués par des macromolécules linéaires, reliées par des liaisons faibles qui peuvent être rompues sous l'effet de la chaleur ou de fortes contraintes. Ex : Polyéthylène, Polystyrène, PVC... [9]

#### 3.5.2. Les thermodurcissables

Ils sont constitués par des macromolécules s'étendant dans les trois directions de l'espace, d'autant plus rigides que le réseau tridimensionnel est plus dense. Leur «réticulation» obtenue le plus souvent sous l'effet de la chaleur est irréversible; ces produits résistent donc mieux à l'effet de la chaleur. Ex : Polyester, époxy... [9]



### 3.5.3. Les élastomères

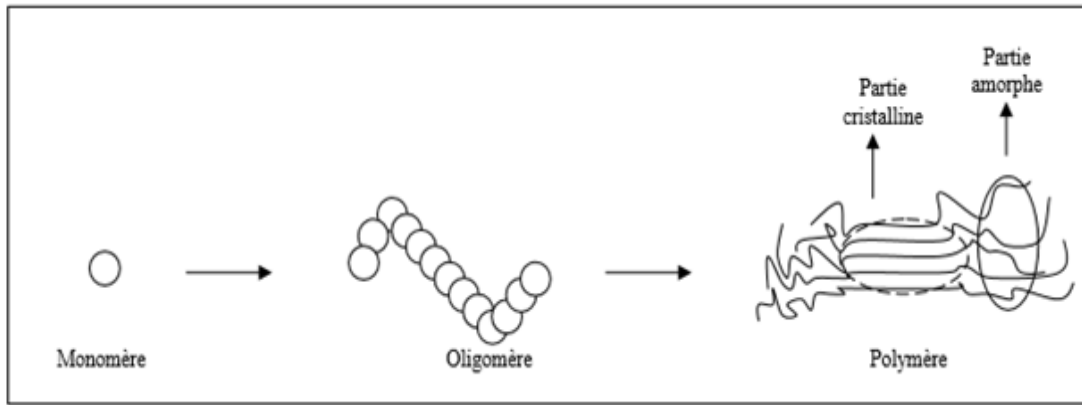
Un élastomère est un polymère linéaire ou ramifié transformé par vulcanisation en un réseau tridimensionnel faiblement réticulé infusible et insoluble. Les élastomères se différencient des thermodurcissables par leur propriété d'élasticité caoutchoutique, c'est-à-dire la capacité à subir de très grandes déformations réversibles sous l'action de contraintes mécaniques [9]

## 4. Les propriétés des polymères

### 4.1. Propriétés physiques

En fonction de la structure physique des polymères, on peut les classer en quatre types d'état :

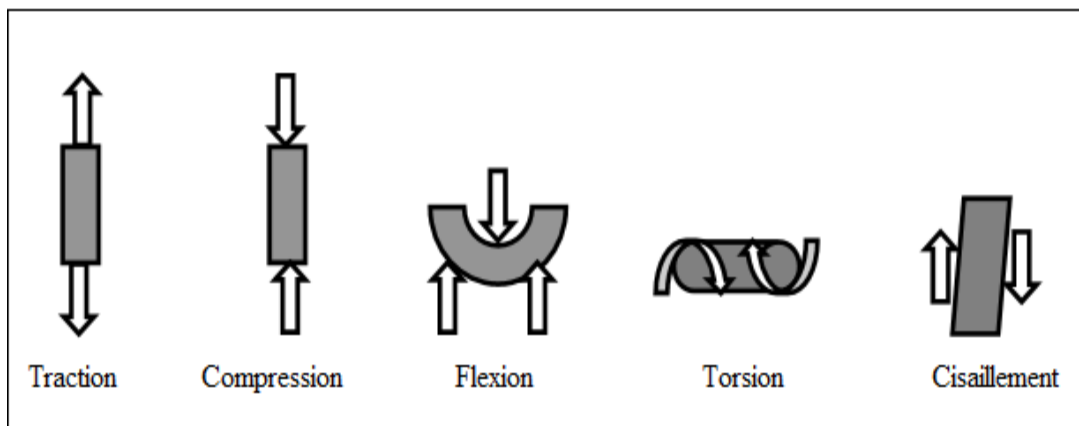
- **l'état amorphe**, dans lequel les arrangements moléculaires n'ont pas d'ordre prédéfini. Les macromolécules ont enchevêtrées en pelotes. Cette absence d'ordre engendre une absence de point de fusion, l'existence d'une température de transition vitreuse qui marque le passage d'un état vitreux (où le matériau se comporte comme un verre, c'est-à-dire dur et cassant) à un état caoutchoutique (où les chaînes peuvent glisser plus facilement), ainsi qu'une transparence dans le visible comme cela est le cas du polystyrène « cristal » ou du poly (chlorure de vinyle) « cristal » qui sont tous deux amorphes.
- **l'état amorphe orienté**, où les arrangements moléculaires sont tous orientés dans la même direction.
- **l'état cristallin**, caractérisé par un arrangement organisé des molécules. Les chaînes s'organisent de façon ordonnée et compacte. Le cristal polymère est décrit par son réseau et son motif. Le réseau caractérise la périodicité dans les trois directions de l'espace. Les principales caractéristiques de l'état cristallin sont une compacité supérieure à celle de la phase amorphe, l'existence d'un point de fusion et l'absence de transition vitreuse, une rigidité supérieure à celle de la phase amorphe.
- **l'état semi cristallin**, qui associe à la fois un arrangement organisé et des zones amorphe.[10]



**Figure 5 :** Formation d'un polymère. [10]

#### 4.2. Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques décrivent le comportement des matériaux soumis à des sollicitations mécaniques telles que des pressions, des étirements, des torsions, des frottements, des cisaillements, des chocs ou sous l'effet de la pesanteur (figure6). Elles dépendent fortement du type de contrainte appliquée.



**Figure 6:** Différentes sollicitations mécaniques. [11]

C'est la structure du réseau résultant de l'enchevêtrement des chaînes qui confère aux polymères leurs propriétés mécaniques les plus importantes, à savoir l'élasticité caoutchoutique et le comportement viscoélastique à l'état fondu d'une part, et un comportement à la fois vitreux et ductile à l'état solide d'autre part.

On peut en général appliquer le classement suivant : **Résistance en cisaillement < Résistance en traction < Résistance en compression < Résistance flexion.** [11]

### 4.3. Propriétés thermiques

#### ➤ La température :

La température de transition vitreuse "Tg" et la température de fusion "Tf" sont les deux températures fondamentales nécessaires dans l'étude des matériaux polymères.

La température de transition vitreuse est partiellement importante pour les polymères amorphes, notamment les thermoplastiques amorphes, pour lesquels, il n'existe aucune force de cohésion importante autre que l'enchevêtrement

Les températures caractéristiques d'un seul et même matériau peuvent alors être classées de la façon suivante : **Température de transition vitreuse < Température de cristallisation < Température de fusion < Température de décomposition thermique.**

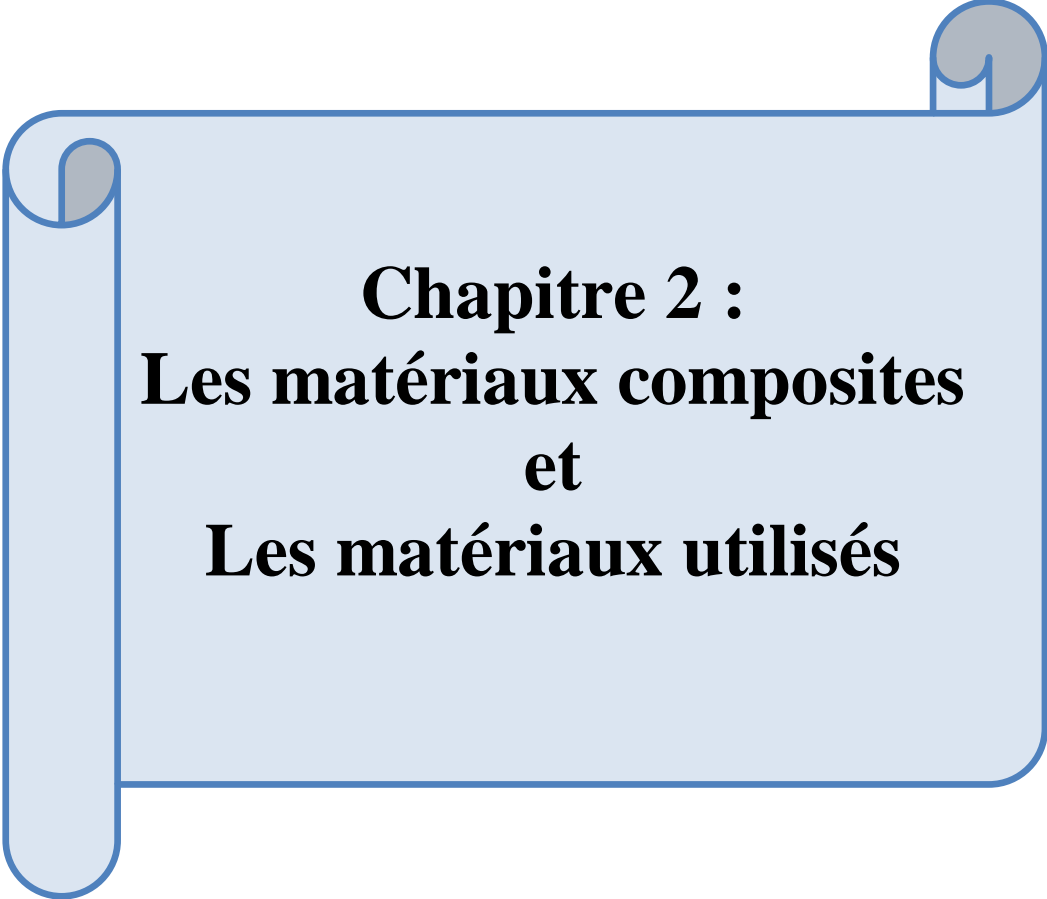
Selon la température à laquelle il est soumis, un matériau polymère peut présenter des comportements mécaniques différents. Ceci peut se produire pour les thermoplastiques semi cristallins dans un domaine même étroit de la température. [12]

### 5. Application des polymères

Les polymères constituent une des principales révolutions techniques. Ceux-ci sont utilisés pour un nombre extraordinaires d'applications à tous les échelons de la vie .Le tableau suivante présente l'Application des polymères. [13]

Tableau 1 : Application des polymères. [13]

Domaines	Exemples
<b>Le secteur de la construction</b>	Les portes, conduites d'eau et l'assainissement, peinture des murs des planchers et des plafonds, revêtement du sol.
<b>Industrie de l'emballage</b>	Bouteilles, pots de yaourt, boîtes aux lettres, problème thermique, gainage films vidéo.
<b>Médecine et santé</b>	Poches de sang, gants, lentilles, verres de lunettes, les organes artificiels, Seringues, industrie dentaire, prothèses, outils de chirurgie
<b>Articles ménagers</b>	Tupperware, poubelles, seaux, vaisselle.
<b>Matériel électrique et électronique</b>	Tension d'isolement, isolation, laveuses, ordinateurs et les caméras, Radio et télévision, téléphone.
<b>Industrie automobile</b>	Système vitre claire, Tapie, carrosserie, optiques, planches de bord, habillage intérieur, Façades de téléviseurs, gainage De câbles.
<b>Industrie textile</b>	Vêtement, fibres textiles naturelles et synthétiques, sacs, skaï, similicuir, non tissés.
<b>Sports-loisirs</b>	Certaines parties des bâtiments, des avions et des bateaux, DVD, bandes magnétiques, Files de pêche et les cordons utilisés, piscines, coques de bateaux.
<b>Industrie chimique</b>	Tuyauterie, cuves, revêtements.
<b>Le domaine alimentaire</b>	Procédés de fabrication d'aliments, emballages (bouteilles, pots de yaourt, briques de lait, boîtes à œufs) ou industriel (flacons de détergent, sachets et sacs, casiers)...



**Chapitre 2 :**  
**Les matériaux composites**  
**et**  
**Les matériaux utilisés**

### Introduction

Ce deuxième chapitre est divisé en deux parties principales, la première traite en détail les matériaux composites. Elle décrit leurs types, leurs composants, leurs fabrication par différentes voies. La seconde partie est consacrée à la présentation bibliographique de la matrice polyester insaturé ainsi que les différents types de charges utilisées dans ce mémoire.

### I .Les matériaux composites

D'une manière générale, les propriétés d'un polymère seul sont insuffisantes pour conférer à l'objet que l'on veut fabriquer, toutes les propriétés souhaitées en terme de rigidité, résistance mécanique, ou autre propriété physico-chimique, électrique. C'est pour cela, qu'on s'oriente de plus en plus vers les matériaux composites. [3]

#### I.1.Définition

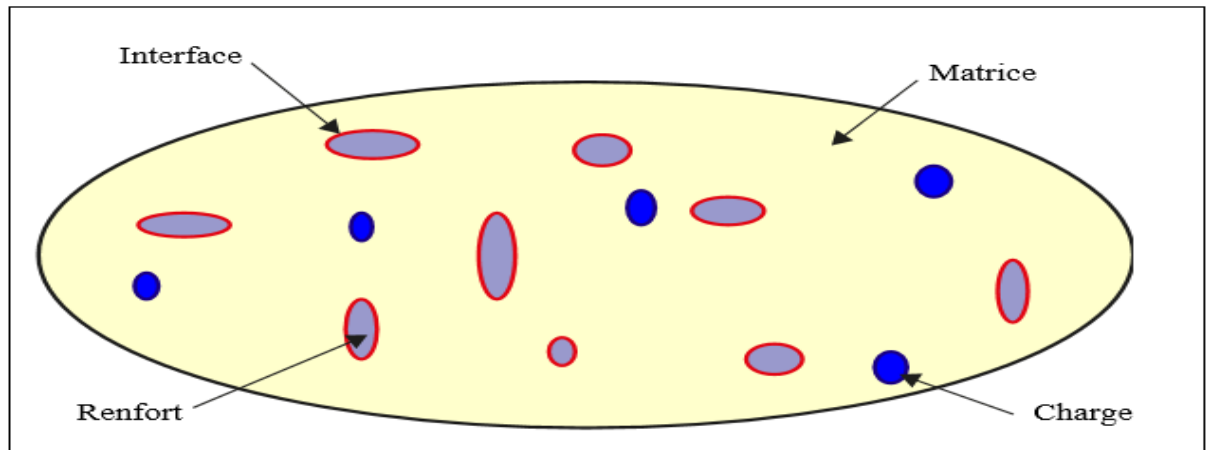
Les matériaux composites sont des matériaux solides constitués de l'assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles et de natures différentes, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont l'association confère à l'ensemble des propriétés qu'aucun des composants pris séparément ne possède. [14] La nature de la matrice est un de ces critères qui permet de répartir les composites en trois grandes familles :

- Les Composites à Matrices Organiques (CMO) qui constituent aujourd'hui la très grande majorité des composites industriels (résine thermodurcissable ou thermoplastique).
- Les Composites à Matrices Céramiques (CMC) réservés aux applications de technologie de pointe en travaillant à haute température (peuvent être utilisés au-delà de 1000°C) comme le spatial, le nucléaire et le militaire, ainsi que le freinage (freins carbone).
- Les Composites à Matrice Métallique (CMM) dont le domaine d'utilisation en température allant jusqu'à 600°C, intéressent les concepteurs des industries automobiles, électroniques et de loisirs pour répondre à des exigences mécaniques spécifiques. [15,16]

#### I.2.Constituants des matériaux composites

En général les constituants principaux d'un matériau composite sont :

- La matrice.
- Le renfort.
- Les charges et les additifs. [17]



**Figure7: Représentation schématique d'un matériau composite. [2]**

### I.2.1.Matrice

La matrice permet de lier les fibres du renfort fibreux entre elles, ainsi que de répartir les efforts (résistance à la compression ou à la flexion). La matrice est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres, lie les fibres du renfort entre eux et assure la répartition de la contrainte c'est « l'emballage ». Les matrices doivent présenter une bonne compatibilité avec le renfort. En outre, elles doivent avoir une masse volumique faible de manière à conserver aux matériaux composites des caractéristiques mécaniques spécifiques élevées. Trois catégories de ces matières plastiques peuvent cependant être distinguées :

- Les polymères thermoplastiques (cristallins, semi-cristallins ou amorphes).
- Les polymères thermodurcissables (amorphes).
- Les élastomères (amorphes). [18]

### I.2.2.Le Renfort

Le renfort du matériau composite est le constituant qui va supporter la plus grosse partie des efforts mécaniques. Il peut se présenter sous différentes formes:

- particulaire, charges sous forme de microbilles, de fibres broyées, d'écailles ou de poudre micro ou nano particulaire.
- fibres courtes, pour les renforts surfaciques non texturés tel que le mat.

- fibres continues pour les renforts texturés tels que les tissus (taffetas, sergé et satin,...), ou les renforts unidirectionnels tels que les nappes. [19]

### I. 2.3. Les charges et les additifs

#### I.2.3.1. Les charges

**I.2.3.1.1. Charges renforçantes :** l'objet de l'incorporation de charges renforçantes est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine. Ces charges peuvent être classées suivant leur forme géométrique :

- Charges sphériques
- Charges non sphériques

**I.2.3.1.2. Charges non renforçantes :** les charges non renforçantes ont pour rôle soit de diminuer le coût des résines en conservant les performances des résines, soit d'améliorer certaines propriétés des résines. Parmi ces classes on trouve :

- Charges de faible coût.
- Charges ignifugeantes.
- Charges conductrices et antistatiques. [17]

#### I.2.3.2. Les additifs

Les additifs se trouvent en faible quantité (quelques % et moins) et interviennent comme :

- Lubrifiants et agents de démoulage.
- Pigments et colorants.
- Agents anti-retrait.
- Agents anti-ultraviolets. [20]



## II. Les matériaux utilisés

### II.1. La matrice polyester insaturé

#### II.1.1. Définition

Les polyesters insaturés sont obtenus par polycondensation d'un ou de plusieurs glycols avec un ou plusieurs diacides dont l'un au moins contient une double liaison éthylénique. Le plus fréquemment, la résine polyester insaturée standard est obtenue par polycondensation d'anhydride maléique, d'anhydride phtalique et de propylène glycol : le polycondensat obtenu est dissous dans le styrène. Le durcissement est assuré à l'aide d'un catalyseur et d'un accélérateur. [21]

#### II.1.2. Formule du polyester insaturé(UP)

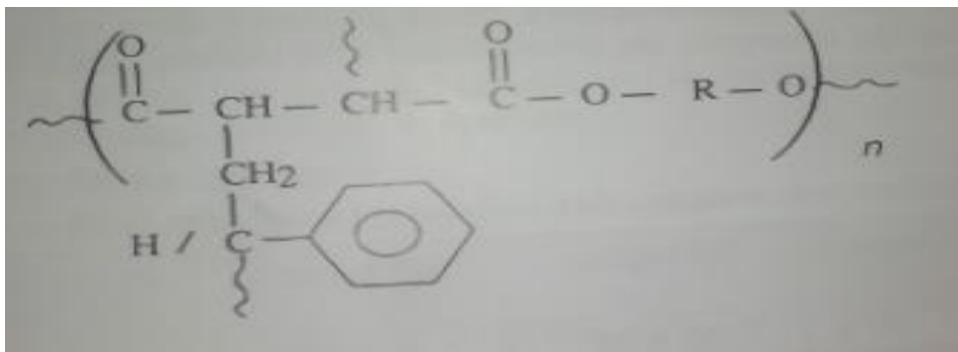


Figure 8: formule chimique de polyester insaturé. [21]

#### II.1.3. Propriétés des polyesters insaturés

##### II.1.3.1. Propriétés physiques

Les polyesters insaturés non chargés sont transparents. Leur masse volumique est comprise entre 1.1 et 1.4 g/cm<sup>3</sup>. [21]

##### II.1.3.2. Propriétés mécaniques

Les polyesters insaturés sont rarement utilisés seuls mais presque toujours associés à des charges carbonate de calcium, silice, mica...ou à des fibres .Le tableau 2 présente les propriétés mécaniques de différentes qualités de polyesters.

Tableau 2 : les propriétés mécaniques de polyesters. [21]

Propriétés	Unités	UP rigide	UP souple
Contrainte à la rupture	MPa	50 à 62	5 à 18
Allongement à la rupture	%	2 à 3	18 à 140
Module d'élasticité (traction)	MPa	2850 à 3450	570 à 1000
Contrainte en flexion : rupture	MPa	100 à 115	Pas de bris
Module d'élasticité (flexion)	MPa	3100	340
Résistance en compression	MPa	90 à 200	-
Résistance Au choc Izod entaillé	J/m	10	-
Dureté Barcol	-	46	-

### II.1.3.3. Propriétés thermiques

Les polyesters insaturés sont inflammables mais peuvent être rendus auto extinguibles par addition de charges. Ils présentent une bonne tenue à la température jusqu'à 130 C°. [21]

### II.1.3.4. Propriétés chimiques-corrosion

Les polyesters insaturés résistent bien aux acides non oxydants, aux solvants tels qu'alcools, hydrocarbures aliphatiques. Ils sont attaqués par les solvants chlorés, les cétones, les esters, les bases et les acides oxydants. [21]

### II.1.3.5. Propriétés électriques

Les polyesters insaturés présentent d'excellentes propriétés d'isolants électriques (tableau 3).

Tableau 3 : propriétés électriques de polyesters. [21]

Propriétés	Unités	UP rigide	UP souple
Résistivité volumique	$\Omega \cdot \text{cm}$	1015	1014
Permittivité relative	-	3 à 9	4 à 8
Facteur de pertes diélectriques	-	0.003 à 0.006	0.02 à 0.06

### II.1.4. Application

Les marchés des résines polyesters se développent régulièrement ; ceux des polyesters renforcés progressent notablement en Europe. Les principales applications sont les suivantes :

- **Polyesters non renforcés** -environ 18% du marché total des polyesters : vernis gel-coats, boutons, inclusion, mastics, mortiers et bétons, pierres et marbres reconstitués, faux-bois.
- **Polyesters renforcés fibres de verre** –environ 82% du marché total des polyesters :

-transports, automobile : pièces de carrosserie, pare-chocs, cabines.

-bâtiment : plaques planes et ondulées, profilés, dômes, coupoles, éléments de façade, unités sanitaires, piscines.

-réservoirs, citernes, appareils de génie chimique : cuves à vin, à fuel, citernes d'épandage, silos, revêtements de réacteurs chimiques.

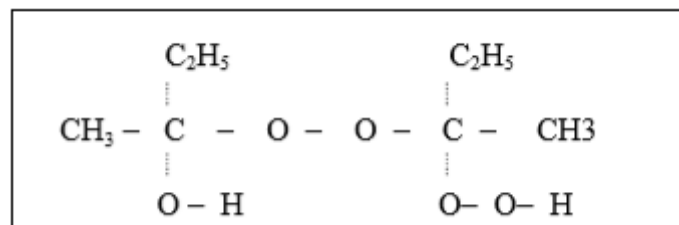
-électricité et électronique : armoires, boîtiers, isolants, chemins de câbles, citernes.

-sports et loisirs : bateaux de plaisance, chalutiers, planches à voile, télécabines... [21]

### II.1.5. Les aditifs

L'additif utilisé dans notre étude est le Peroxyde de méthyle éthyle céton «PMEC».

Le catalyseur initie la réticulation des chaînes de polyesters insaturés et des monomères réactifs en les faisant passer de l'état liquide à l'état solide, ce sont des peroxydes organiques. Le plus utilisé est le Peroxyde de méthyle éthyle céton «PMEC». Il est employé pour le travail au contact.[12] Sa formule est la suivante :



**Figure 9:** Structure de Peroxyde de méthyle éthyle céton «PMEC». [22]

### II.2. Propriétés des fibres naturelles

#### II.2.1. Propriétés des écorces d'oranges

##### II.2.1.1. Définition

L'écorce d'orange est constituée de deux tissus différents qui sont : l'épicarpe et le mésocarpe.



**Figure 10:** l'écorce d'orange

##### ➤ Flavédo ou épicarpe

Le flavédo est la partie de l'écorce colorée qui est verte et devient jaune à maturité. Il représente 8 à 10% en volume des fruits orange. Il est composé des glandes à huiles essentielles, des pigments caroténoïdes, des vitamines... etc. [23]

##### ➤ Albédo ou mésocarpe

Le mésocarpe: le mésocarpe interne est appelé 'albédo'. il représente 12 à 30 % du fruit, de couleur blanchâtre, il contient de la cellulose, des sucres solubles, des acides aminés, des vitamines et de la pectine. [23]

#### II.2..12.Composition chimique globale des écorces d'oranges

La composition globale est représentée dans le tableau ci-dessous.

**Tableau 4:** Composition chimique globale des écorces d'orange (g/100g MS). [24]

Composition chimique	Concentration
Eau	60- 75 %
Lipides	1.66g/100g MS
Protéines	1.79g/100g MS
Glucides	15.01g/100g MS
Minéraux	3.45g/100gMS
Fibres	41.64g/100gMS
Caroténoïdes	0.04g/100gMS
Phénols totaux	19.62g/100gMS
Vitamine C	1.15g/100g MS
Huiles essentielles	0.6g/100g MS

### II.2.1 2.1. Lipides

Les lipides et principalement leurs acides gras polyinsaturés sont la cible privilégiée de l'attaque par le radical hydroxyle capable d'arracher un hydrogène sur les carbones situés entre deux doubles liaisons, pour former un radical diène conjugué, oxydé en radical peroxy. [25]

### II.2. 1.2.2. Protéines

Les protéines les plus sensibles aux attaques radicalaires sont surtout celles qui comportent un groupement sulfhydryle. C'est le cas de nombreuses enzymes cellulaires et protéines de transport qui vont ainsi être oxydées et inactivées. [25]

### II.2.1. 2.3. Glucides

Les sucres solubles comme le glucose ( $C_6H_{10}O_{12}$ ), fructose et le sucrose, et les sucres insolubles tels que la cellulose, l'hémicellulose et les pectines sont présents dans les écorces de l'orange. Les sucres insolubles cités précédemment se trouvent essentiellement dans les parois cellulaires de l'écorce d'orange, et jouent un rôle important pour la santé humaine. [24]

### II.2.1 2.4. Huiles essentielles

L'huile essentielle d'orange est composée de limonène (C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>) à plus de 95%. Elle a un aspect huileux mobile, de couleur jaune orange et, elle a la même odeur caractéristique douce et fruitée de la peau d'orange. De plus, elle est principalement composée des chimio types (Figure11). [26]

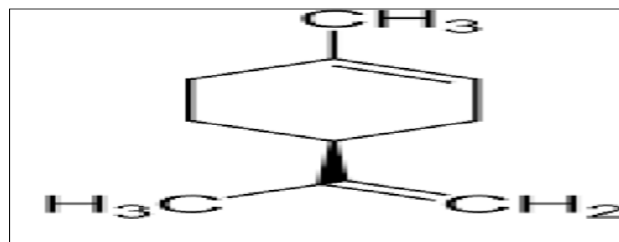


Figure 11: Structure chimique du limonène. [24]

### II.2.1. 2.5. Fibres

L'écorce d'orange est un élément riche en fibres alimentaires Elle contient des fibres non soluble telles que la cellulose et l'hémicellulose avec des teneurs plus importantes par rapport aux autres variétés. Le tableau(6) représente la composition en fibres des écorces d'oranges.

Tableau 5 : La composition en fibres des écorces d'oranges. [24]

Variétés	Pectine	Lignine	Cellulose	Hémicellulose
Orange(%)	0,22-23,02	7,52	37,08	11,04

### II.2.1. 2.6. Minéraux

Les écorces d'oranges sont riches en minéraux. La composition en minéraux des écorces d'orange est représentée dans le tableau ci-dessous.

**Tableau 6:** Composition en minéraux des écorces d'orange. [24]

Type d'agrume	Orange (g/100g MS)
<b>Potassium (K)</b>	220.40
<b>Sodium (Na)</b>	312.89
<b>Calcium (Ca)</b>	1201.4
<b>Magnésium (Mg)</b>	156.77
<b>Zinc (Zn)</b>	1.86
<b>Cuivre (Cu)</b>	1.13
<b>Fer (Fe)</b>	1.58

### II.2.1 2.7. Caroténoïdes

La couleur des écorces et de la pulpe des oranges matures est due aux pigments dit caroténoïdes, qui sont des pigments synthétisés par les plantes dans le but de les protéger avec leurs propriété antioxydante, et leurs abondances fait une source importante des nutriments alimentaires. Les caroténoïdes sont classés généralement en deux principales classes qui sont les caroténoïdes hydrocarbonés connus sous le nom de carotènes et les caroténoïdes oxygénés connus sous le nom de xanthophylles. [24]

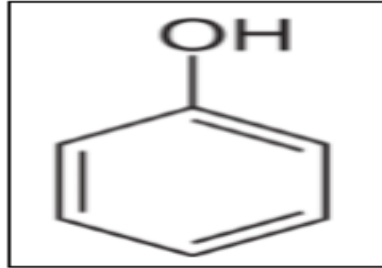
**Tableau 7:** Teneurs en caroténoïdes des écorces d'orange ( $\mu\text{g/gMS}$ ). [24]

Variété	Lutéine	Zéaxanthine	Béta-crypto Xanthine	Béta-carotène
<b>Orange</b>	29.0	27.70	0.76	50.30

### II.2.1 2.8. Les phénoliques

Les composés phénoliques sont des métabolites secondaires synthétisés par les végétaux. Les composés phénoliques sont un moyen de défense contre le rayonnement U.V, les agressions par les pathogènes et ils contribuent à la pigmentation des plantes. Ils sont caractérisés par la présence d'un cycle aromatique et d'un ou plusieurs groupements phénoliques dans leur structure (Figure 12) et se différencient par le nombre et

l'enchaînement des noyaux aromatiques, le nombre et la position des groupes hydroxyles ainsi que la présence de divers substituant (groupes alkyles, glycosyles, acides organiques...) .Les oranges sont une très bonne source de composés phénoliques. [27]

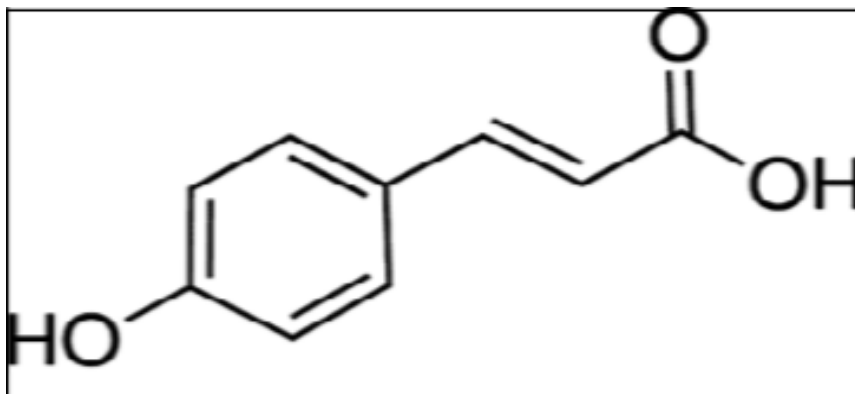


**Figure 12:** Structure du phénol. [27]

Principaux composés phénoliques des écorces d'oranges: les acides phénoliques, les flavonoïdes et les tannins.

### II.2.1. 2.8.1. Les acides phénoliques

Dans les écorces d'orange, les acides phénoliques sont principalement représentés par l'acide hydroxy cinnamique qui dérive de l'acide cinnamique, ils ont une structure de base de type C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>.L'acide phénolique le plus abondant dans les écorces d'orange est l'acide p-coumarique avec une teneur de 229.1ug/gMs (Figure 13). [24]



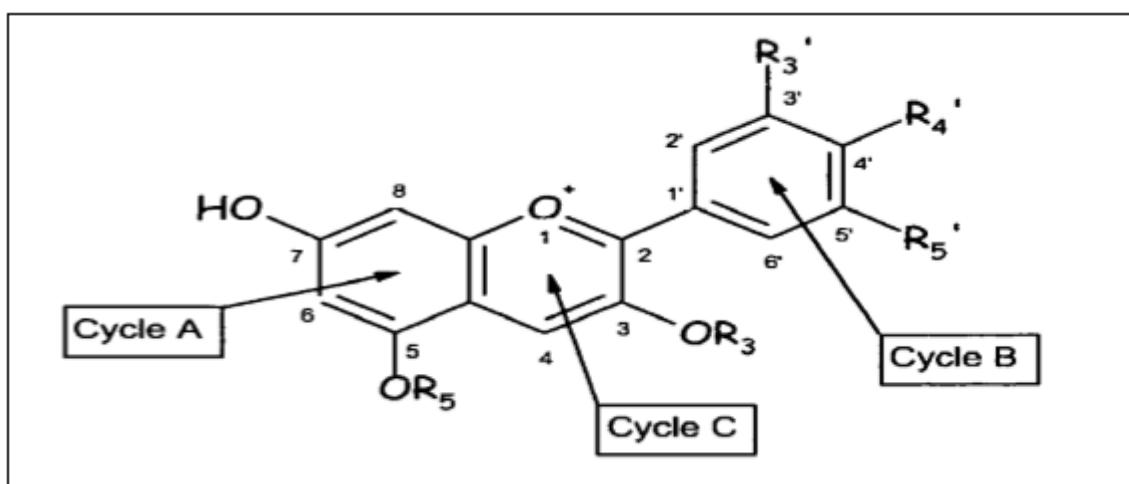
**Figure 13:** Structure chimique de l'acide p-coumarique. [24]

### II.2. 1.2.8. 2. Les flavonoïdes



Les flavonoïdes représentent une classe de métabolites secondaires largement répandus dans le règne végétal. Ce sont des composés phénoliques de faible poids moléculaire possédant un squelette carboné en C6-C3-C6. Ils sont constitués d'un squelette à 15 atomes de carbone (Figure 14) formant 2 noyaux aromatiques (A et B) et un hétérocycle (C) à oxygène dont la nature définit l'appartenance du flavonoïde à un groupe déterminé.

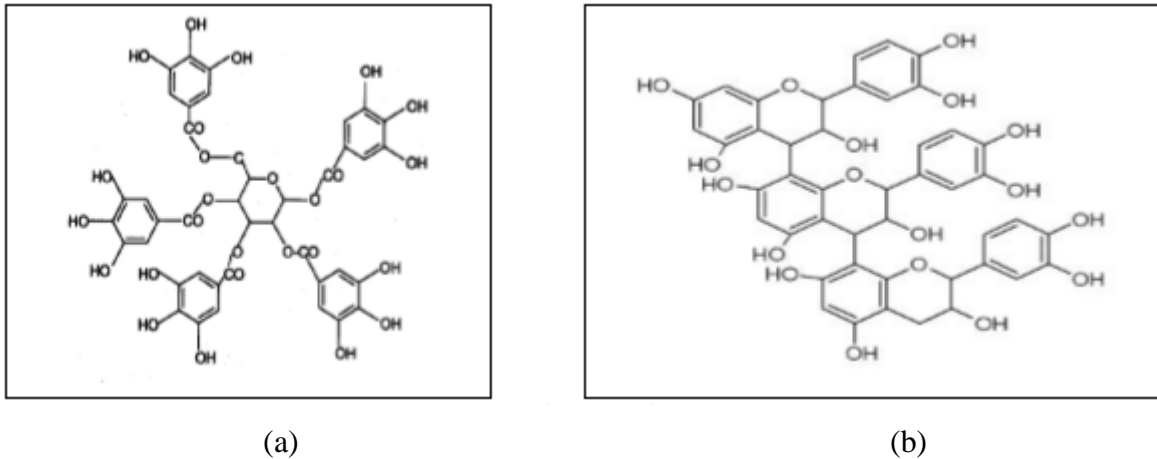
Les principaux groupes de flavonoïdes présents dans les écorces d'oranges sont les flavanones, les flavones et les flavonols. [27]



**Figure 14 :** Structure chimique de base des flavonoïdes. [26]

### II.2. 1.2.8.3. Les Tannins

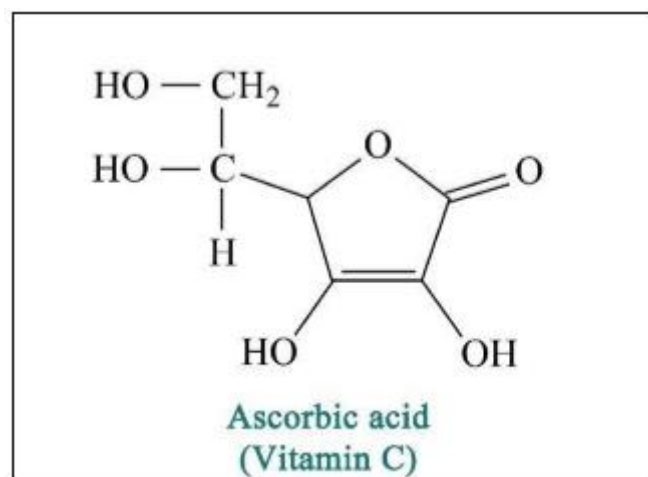
Les tannins sont des molécules à poids moléculaire élevé qui constituent le troisième groupe important des composés phénoliques. Ainsi, les tannins se réfèrent à l'acide tannique, il a une structure qui est composée d'un glucose central et 10 groupes galloyl. Sur le plan structural, les tannins sont divisés en tannins hydrolysables et tannins condensés ou proanthocyanidines. [27]



**Figure 15:** Structure chimique des tannins condenses (a) et des tannins hydrolysables(b). [27]

### II.2.1.2.9. Vitamine C

La vitamine C ou acide ascorbique de formule brute  $C_6H_8O_6$  (Figure16) est l'un des principaux antioxydants hydrosolubles présent dans les fluides intra- et extracellulaires (compartiments hydrophiles). Elle est sensible à la chaleur, aux ultraviolets et à l'oxygène, elle n'est pas synthétisée par l'homme. [27]



**Figure 16:** Structure de l'acide ascorbique. [27]

### II.2.2. Composition chimique globale des fibres de palmier dattier

Le tableau suivant présente les constituants des fibres de palmier dattier DPLF.

**Tableau 8:** Composition chimique des fibres de palmier dattier. [3]

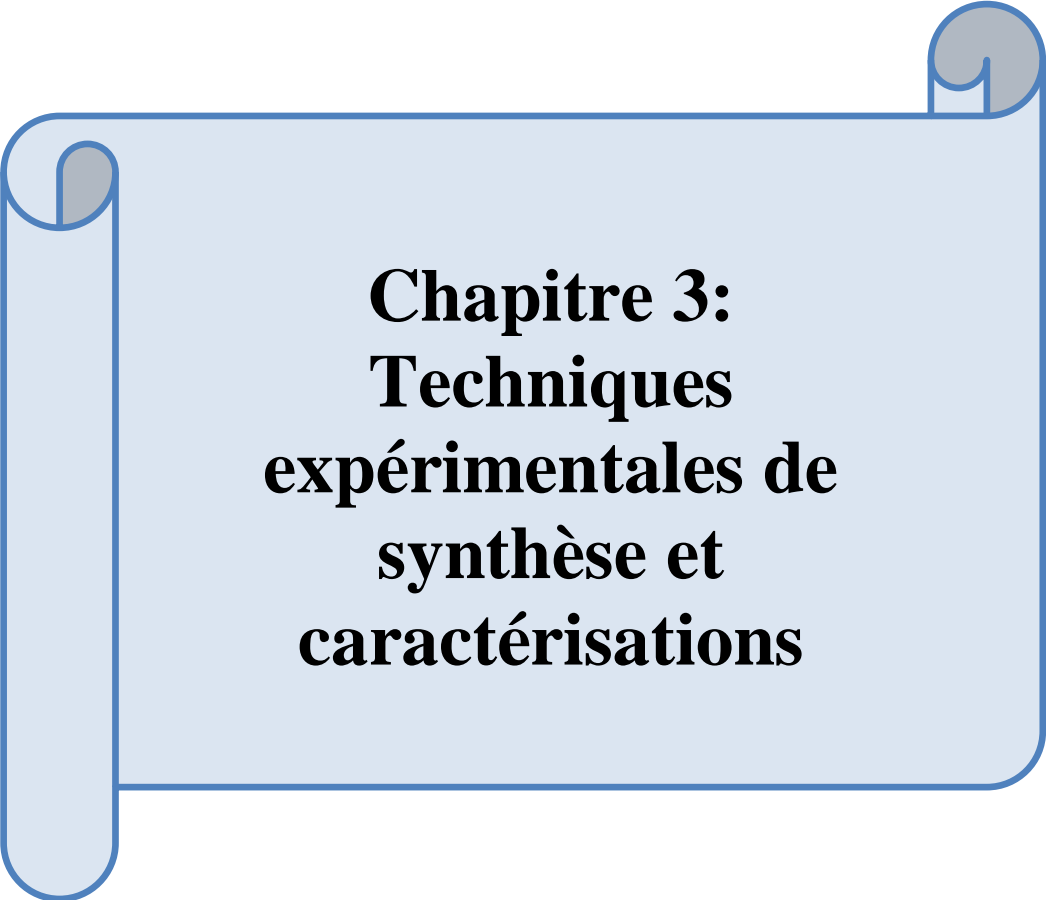
Composition chimique	Valeur %
Cellulose	40.21
Hémicellulose	12.8
Lignine	32.2
Cendre	10.54
Extractif	4.25

### II.2.3. Composition chimique globale des fibres de feuilles d'olivier

Les feuilles d'olivier sont particulièrement riches en carbohydrates. La matière organique se compose : des protéines, des lipides, des monomères et polymères phénoliques (tel que les tannins) et principalement par des polysaccharides (tel que cellulose, hémicelluloses). La teneur en protéine est faible dans les feuilles d'olivier. Le tableau suivant présente sa composition chimique. [29]

**Tableau 9 :** Composition chimique global des feuilles d'olivier (exprimé en g par 100g). [29]

Composition chimique	Valeur %
Lipides	3.2
Protéines	7.0
Minéraux	16.2
Carbohydrates	27,5
Fibres brutes	7.0
Cellulose	19.4
Hémicellulose	25.4
Phénols totaux	1,3-2,3
Lignine	30.4



**Chapitre 3:  
Techniques  
expérimentales de  
synthèse et  
caractérisations**

### Introduction

Ce chapitre est consacré à la description de la méthode de synthèse utilisée pour élaborer les composites à base de polyester insaturé et les diverses techniques de caractérisation utilisées : la Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier pour l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau, test d'absorption d'eau.

### 1. Préparation des fibres naturelles

#### 1.1. Préparation de la poudre d'écorce d'orange

Pour préparer la poudre d'écorce d'orange, on procède comme suit:

D'abord, on lave bien les oranges, on doit s'assurer qu'elles sont propres puis, on les essuie afin qu'ils sèchent.

Ensuite, nous utilisons un éplucheur de légumes pour éliminer la couche d'orange, en prenant soin de la couche éponge blanche.

Après, on doit sécher les oranges à l'air libre pendant 24 heures, et on les met à l'étuve à 80 °C pendant 24 heures, pour se débarrasser complètement de l'humidité. Puis on refroidit les oranges et les coupe progressivement en morceaux. (figure17)



**Figure 17** : l'écorces d'oranges séché dans l'étuve à 80°C pendant 24h.

Enfin, on procède au broyage et au tamisage des écorces d'orange pour obtenir une poudre fine. On les garde dans une boîte pour les protéger de l'humidité. (figure18)



**Figure18:** Broyage et tamisage d'écorces d'oranges.

### 1.2. Préparation de la poudre des feuilles de palmier dattier non traitée

Pour obtenir une poudre des feuilles de palmiers, on doit d'abord laver les feuilles avec du savon liquide.

Ensuite, on lave les feuilles avec l'eau distillée .Puis on les sèche pendant 24 heures dans des conditions ambiantes selon le climat et on les met pendant 2 heures dans l'étuve à 80 °C.

En fin, il faut faire le broyage et tamisage des feuilles de palmier dattier pour obtenir une poudre fine.



**Figure 19:** Feuilles des Palmes



**Figure 20:** DPLF séché dans l'étuve à 80°C pendant 2h



**Figure 21:** Broyage et tamisage de DPLF

### 1.3. Préparation de la poudre des feuilles d'olives:

D'abord, on lave les feuilles d'olive avec l'eau.

Ensuite, on les sèche à l'air pendant 24 heures dans les conditions ambiantes selon le climat et on les met 24 heures dans l'étuve à 80 °C.

A la fin, on fait progressivement le broyage et tamisage des feuilles d'olives pour obtenir une poudre fine.



Figure 22 : Préparation de la poudre des feuilles d'olives.

## 2. Préparation des mélanges

### 2.1. Les calculs théoriques

Pour obtenir des plaques, on utilise un moule dont les dimensions:

Épaisseur 0.2 cm.

Largeur 16 cm.

Hauteur 16 cm.

#### ➤ La masse du moule :

$$V = E \times L \times H = 0.2 \times 16 \times 16 = 51.2 \text{ cm}^3$$

V : Le volume du moule (cm<sup>3</sup>).

E : L'épaisseur du moule (cm).

L : La largeur du moule (cm).

H : La hauteur du moule (cm).

#### ➤ Pour un mélange de (85UP/15ER)

Pour le polyester insaturé (UP) :

$$\begin{array}{l}
 \text{On a : } 100\% \longrightarrow 51.2 \text{ g} \\
 \quad \quad 85\% \longrightarrow M(\text{UP}) \text{ g}
 \end{array}
 \left. \vphantom{\begin{array}{l} 100\% \\ 85\% \end{array}} \right\} \longrightarrow \boxed{M(\text{UP}) = 43.52 \text{ g}}$$

Pour la poudre d'écorce d'orange :



$$\begin{array}{l}
 85\% \longrightarrow M(\text{UP}) \text{ g} \\
 15\% \longrightarrow M(\text{ER}) \text{ g}
 \end{array}
 \left. \vphantom{\begin{array}{l} 85\% \\ 15\% \end{array}} \right\} \longrightarrow \boxed{M(\text{ER}) = 7.68 \text{ g}}$$

Pour le catalyseur :

$$\begin{array}{l}
 85\% \longrightarrow M(\text{UP}) \text{ g} \\
 1\% \longrightarrow M(\text{Cat}) \text{ g}
 \end{array}
 \left. \vphantom{\begin{array}{l} 85\% \\ 1\% \end{array}} \right\} \longrightarrow \boxed{M(\text{Cat}) = .0512\text{g}}$$

Les différentes formulations choisies pour la préparation de nos échantillons sont données dans le tableau 6 Suivant :

**Tableau 6:** Les différentes formulations choisies pour la préparation de nos échantillons

Mélange	Taux de la UP (%)	Poids de la UP (g)	Taux de la ER (%)	Poids de la ER (g)	Taux de la Cat (%)	Poids de la Cat (g)
1	100	51.2	0	0	1	0.512
2	92	47.104	8	4.096	1	0.512
3	85	43.52	15	7.68	1	0.512
4	80	40.96	20	10.24	1	0.512
5	70	35.84	30	15.36	1	0.512
6	60	30.72	40	20.48	1	0.512

### 3. Préparation des plaques

#### 3.1. Moulage

Dans ce travail, nous avons choisi la technique de mise en forme par contact, qui est la méthode d'exécution manuelle. Le principe de ce procédé est de réaliser des plaques de divers mélanges (fibres et résines) à la température ambiante à l'aide d'un moule à surface lisse et ouverte.

Les étapes suivantes sont suivies pour préparer nos plaques:

1 / On colle le moule avec de la silicone et on s'assure que ses bords sont scellés pour éviter l'échappe de deux côtés, puis je le pose sur un sol plat.

2 / Dans un récipient en plastique, on pèse le polyester insaturé et la poudre d'écorce d'orange, on ajoute progressivement la poudre d'écorce d'orange au polyester et on mixe le mélange jusqu'à ce qu'il devienne homogène pendant 30 ou 45 minutes, puis on ajoute le catalyseur après on mélange rapidement le contenu pendant 5 minutes

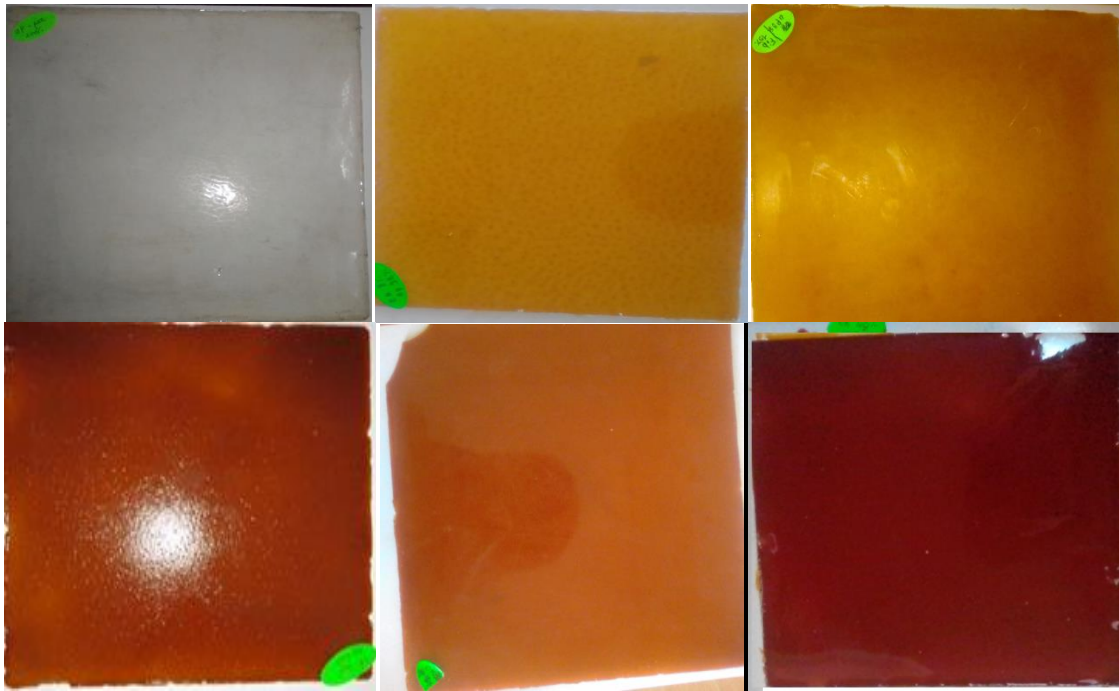


**Figure 23 :** Étapes à suivre pour préparer le mélange

3/ Nous versons le mélange directement dans le moule, puis nous le répartissons uniformément dans le moule et nous le laissons sécher à l'air pendant 24 heures. Enfin Les échantillons sont prêts à être démouler sous forme de carrés. (Figure 24)



**Figure 24:** Le composite (UP/ER) moulée au contact.



**Figure 25:** Les plaques préparées.

### 4. Techniques de caractérisations

Pour mettre en évidence la modification chimique d'écorce d'orange et les performances des matériaux composites élaborés, différents tests ont été utilisés à savoir :

- Analyse spectrale par Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF).
- Propriétés physiques : test d'absorption d'eau

#### 4.1. Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR)

##### 4.1.1. Principe

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par l'échantillon à analyser. Cet échantillon peut être à l'état gazeux, solide ou liquide. Elle permet via l'absorption des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, de déterminer la présence de certaines fonctions chimiques présentes dans la matière. Le principe du FTIR repose sur l'absorption du rayonnement infrarouge lorsque la longueur d'onde (l'énergie) du faisceau est égale à l'énergie de vibration de la molécule. Le domaine infrarouge entre  $4000\text{ cm}^{-1}$  et  $400\text{ cm}^{-1}$  ( $2,5 - 25\ \mu\text{m}$ ) correspond au domaine d'énergie de vibration de la plupart des molécules (infrarouge moyen). Cependant, certaines molécules ne donnent pas lieu à une absorption infrarouge, c'est le cas par exemple des

molécules diatomiques homonucléaires ( $N_2$ ,  $O_2$ , etc.) car leur moment dipolaire est nul. Il existe deux principaux types de vibrations : les élongations (stretching) le long de l'axe de la liaison, et les déformations (bending) occasionnant une modification de l'angle entre deux liaisons adjacentes, dans le plan ou hors du plan. Ces élongations et déformations peuvent être symétriques ou asymétriques.

L'objectif de cette technique d'analyse est d'étudier les réactions chimiques entre la postdécharge et le précurseur organométallique (APTES) – c'est-à-dire d'identifier les molécules qui apparaissent et/ou qui disparaissent lors de la décomposition du précurseur – et de suivre leurs évolutions en fonction des paramètres opératoires (pression, puissance, débit).  
[30]

### 4.1.2. Préparation des échantillons

Les mesures de spectroscopie infrarouge des différents échantillons, ont été enregistrées à l'aide d'un spectrophotomètre infrarouge à transformée de fourrier (IRTF) de modèle SHIMADZU FTIR-8400S qui est installé au laboratoire de chimie de l'université de Biskra.



**Figure 26:** Spectrophotomètre à transformée de Fourier de type SHIMADZU FTIR-8400S.

1/ Nous broyons et mélangeons une quantité de 0.001g d'échantillon solide et une quantité de 0.2g de bromure de potassium KBr. dans un mortier d'agate avec un pilon.



(a)

(b)

(c)

**Figure 27:** préparation des échantillons : **a** : une balance, **b** : 0,001 g de poudre de fibre naturelle et 0.2g KBr, **c** : mélange (KBr + poudre de fibre naturelle).

2/ Les échantillons à analyser sont préparés sous forme des pastilles, nous plaçons le mélange à l'intérieur de la Presse à vide pour former la pastille.



**Figure 28:** Presse à vide.



**Figure 29:** Les pastilles de nos échantillons.

3/ 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.

#### 4.2. Test d'absorption d'eau

Le problème d'affinité des fibres naturelles avec l'eau intervient négativement sur les propriétés des composites Polymères/ Fibres naturelles. Pour cela nous effectuons un test d'absorption d'eau pour le polymère. [31]

Cet essai est l'une des méthodes les plus utilisées pour suivre l'absorption des liquides par des matériaux. Il est utilisé pour simuler un vieillissement naturel et mettre en évidence les défauts liés à l'absorption. Il consiste à suivre l'évolution de la masse des échantillons vieillissés en fonction du temps. Pour ce test d'abord, nous avons préparé des éprouvettes de dimensions 1 cm x 1 cm. Puis on sèche les éprouvettes dans une étuve pendant deux heures à 80 ° C, puis on les pèse à l'aide d'une balance analytique avec une précision de 0,0001 g. Ensuite, on fait l'immersion dans un récipient d'eau distillée à température ambiante. Chaque 24h, on contrôle les éprouvettes et on enlève toute l'eau superficielle avec du papier absorbant. Après On pèse de nouvelle éprouvette (m). Cette opération est faite d'une manière régulière, tous les jours. En se référant à la masse initiale de chaque échantillon, l'opération continue pendant 15 jours. La valeur de la prise en masse (en % par rapport à la masse initiale) au cours du vieillissement est calculée comme suit :

$$\Delta m = \frac{m - m_0}{m_0} \times 100$$

$\Delta m$  : Taux d'absorption d'eau

$m_0$  : La masse de l'échantillon avant l'immersion (g).

$m$  : La masse de l'échantillon après l'immersion (g).



**Figure 30 :** la balance électronique utilisée



**Figure 31 :** les éprouvettes dans un récipient d'eau distillée.

### 4.3. Tests mécaniques

Les tests mécaniques effectués sont : les tests de traction, et de dureté shore D.

#### 4.3.1. Test de traction

C'est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé, qui consiste à soumettre une éprouvette en forme d'altère de type « H2 », dans les mâchoires d'un dynamomètre. La mesure des propriétés mécaniques à la rupture des plaques est effectuée au niveau de

laboratoire de « UNICAB » à Biskra à l'aide d'une machine de traction de type Zwick / Roell, selon la norme ISO 527. La vitesse de déformation est maintenue constante à 250 mm/min.

La machine est reliée à un micro-ordinateur qui effectue tous les calculs nécessaires et trace les courbes contrainte/déformation. [15]

### 4.3.1.1. Paramètres d'études de traction [1]

Les caractéristiques mécaniques déterminées par l'essai de traction sont :

#### ➤ **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 :

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$

E: Module d'élasticité (N/m<sup>2</sup>) .

$\sigma$ : Contrainte (N/m<sup>2</sup>) .

$\varepsilon$ : Déformation (%).

#### ➤ **Contrainte à la rupture**

La contrainte à la quelle la rupture a eu lieu, exprimé en Pascal est donnée par la formule suivante :

$$\sigma_r = \frac{F}{S}$$

$\sigma_r$  : Contrainte à la rupture (N/m<sup>2</sup>).

S : Section de l'éprouvette (m<sup>2</sup>).

F : La force d'étirement (N).

#### ➤ **Allongement à la rupture**

L'allongement à la rupture correspondant est exprimé en %, selon la formule suivante :

$$A\% = \frac{L - L_0}{L_0} \times 100$$



A: Allongement à la rupture%.

L : Longueur finale de l'éprouvette(m).

$L_0$  : Longueur initiale de l'éprouvette(m).

### 4.3.2. Test de la dureté shore D [3]

La mesure de la dureté shore D a été réalisée au niveau du laboratoire de « UNICAB » à Biskra. L'essai consiste à appliquer un effort tendant à enfoncer l'aiguille d'un duromètre shore D suivant la norme NF ISO T 51-123, sur des plaques de  $16 \times 16 \text{ cm}^2$ . La lecture se fait directement sur le duromètre après la pénétration de 15 seconds.

#### 4.3.2.1. Mode opératoire

1. Tenir l'appareil à la main.
2. Appliquer lentement et régulièrement la partie avec la pointe (pénétrateur) sur la plaque.
3. Lire la valeur indiquée. Effectuer 5 mesures et calculer la moyenne pour obtenir la valeur de dureté la plus précise possible. La photo du duromètre utilisé est illustrée sur la figure(32)

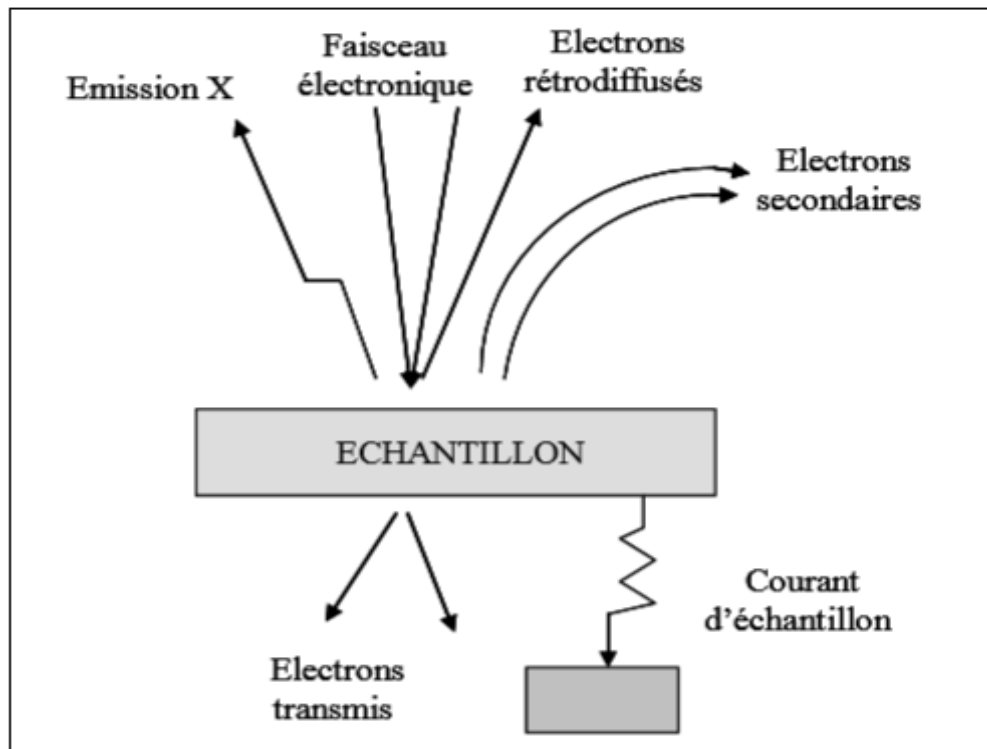


**Figure 32** : Le duromètre utilisé. [3]

### 4.4. La microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique est une technique basée sur le principe des interactions électrons-matière, capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon. Un faisceau d'électrons focalisé est dévié à travers des lentilles

électromagnétiques, balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet différents types d'émissions (Figure). [11]



**Figure 33:** Représentation schématique des interactions faisceau -surface d'échantillon.[11]

Chaque type d'électron est recueilli sélectivement puis analysé par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface.

### 4.5. Analyse Mécanique Dynamique (DMA)

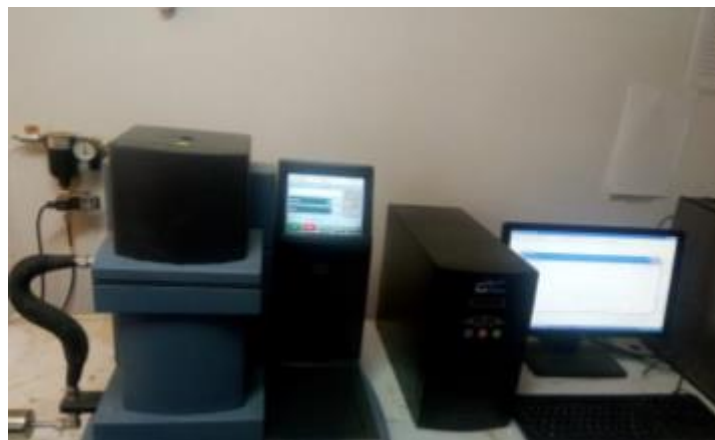
C'est une technique d'analyse expérimentale, couramment utilisée dans l'étude des polymères, permettant d'extraire les propriétés thermiques et mécaniques d'un matériau viscoélastique. Elle met en jeu des essais mécaniques de flexion, torsion ou traction compression, et rend compte de l'évolution de la réponse du matériau sous sollicitations harmoniques « hors résonances ». Elle est généralement utilisée dans l'identification de la température de transition vitreuse des matériaux composés d'une matrice polymère. En effet, l'ensemble des études montre une forte dépendance du comportement viscoélastique à certains paramètres, principalement la température et la fréquence des sollicitations. Ce comportement viscoélastique est généralement décrit par un module complexe

$$(E^* = E' + iE'')$$

Dont la partie réelle  $E'$  appelée module élastique, traduit le comportement élastique conservatif du matériau.

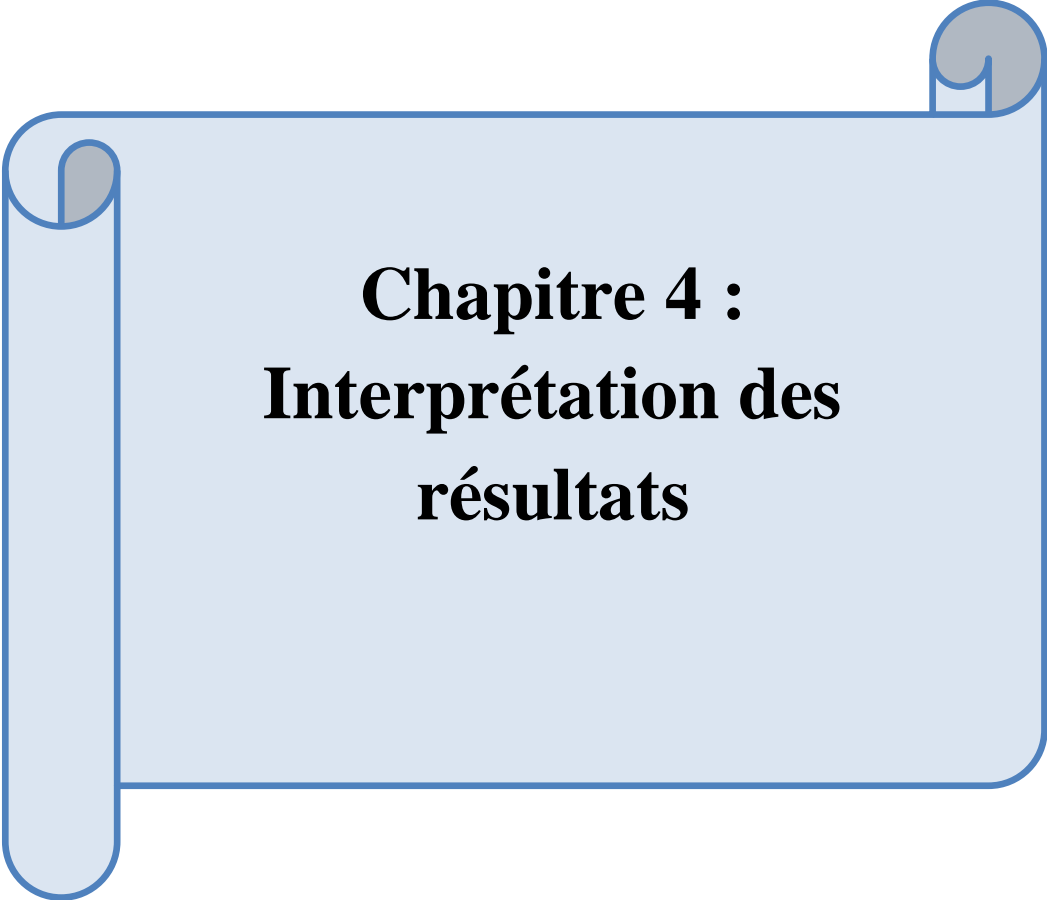
La partie imaginaire  $E''$ , appelée module de perte, caractérise le comportement visqueux du matériau.

Le rapport  $E''/E' = \tan(\delta)$  est appelé facteur de perte,  $\delta$  l'angle de déphasage entre contrainte et déformation. La température du maximum de  $\tan \delta$  est la relaxation principale  $T_\alpha$  du matériau. Elle est supérieure à la température de transition vitreuse de  $T_g$ . [3]



**Figure 34 :** Machine de DMA de marque DMA Q 800. [3]

**NB :** On n'a pas pu réaliser les trois derniers travaux (Tests mécaniques, La microscopie électronique à balayage (MEB), et Analyse Mécanique Dynamique (DMA)), à cause de la fermeture de l'université et la suspension de la convention entre l'université et l'entreprise ENICAB-BISKRA pendant la pandémie de COVID19.

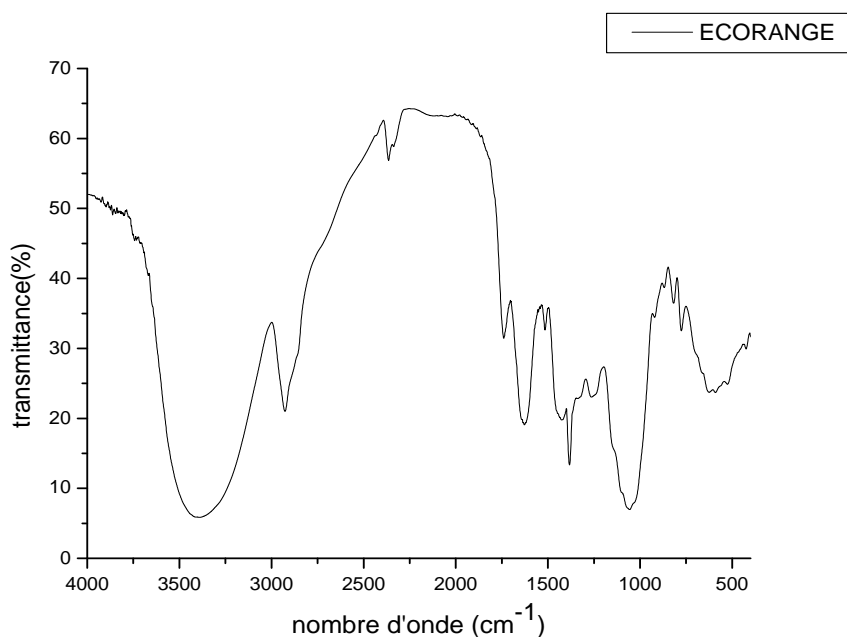


**Chapitre 4 :  
Interprétation des  
résultats**

## 1. L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR

### 1.1.L'analyse spectroscopique infrarouge Pour l'écorce d'orange

Les données du spectre sont regroupées dans le tableau suivant Fig.35



**Figure 35** : Spectre FTIR Pour l'écorce d'orange.

**Tableau 11** : Attribution des bandes IR de l'écorce d'orange

Liaison	C-H alcène	Chelates	C-H aromatique	CH <sub>3</sub> déformation	C-H déformation
Fréquence Cm <sup>-1</sup>	3080 2922	2751	1650	1388	833

A partir du spectre infrarouge ,on note les fréquences relatives aux vibrations C-H alcène vers les 3080 et 2922 cm<sup>-1</sup> , il y a lieu de noter la formation de structures chélates vers 2751 cm<sup>-1</sup> du fragment aldéhydique , de plus on note la vibration de valence du C-H aromatique vers 1650 cm<sup>-1</sup> (liaison double C=C) aussi la fréquence de vibration de déformation du groupement CH<sub>3</sub> – (mouvement de ciseau symétrique) et enfin la vibration de déformation des C-H à 833 cm<sup>-1</sup>.

### 1.2.L'analyse spectroscopique infrarouge pour DPLF

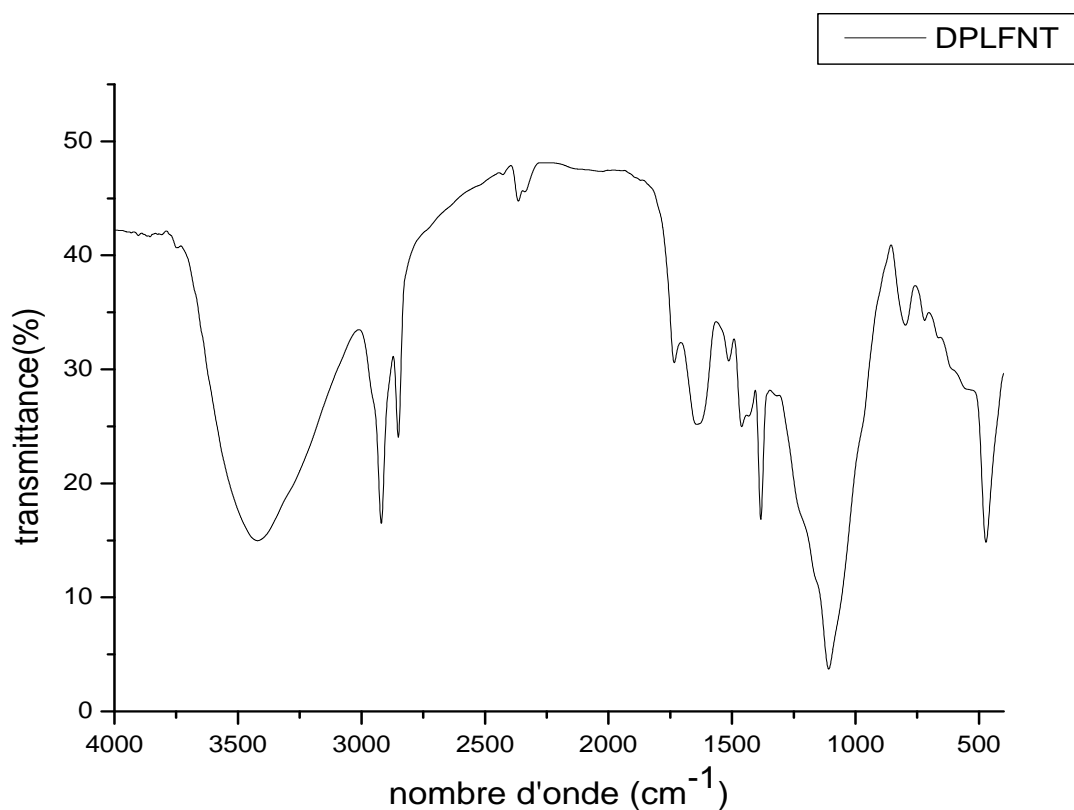
Chaque bande d'absorption qui apparaît sur le spectre correspond à une fonction ou groupement chimique. On observe à  $3426\text{ cm}^{-1}$  une large bande de forte intensité correspondante à la vibration d'élongation des groupements hydroxyles (-OH). Les bandes fines d'intensité moyenne centrées vers  $2924\text{ cm}^{-1}$  et  $2852\text{ cm}^{-1}$  traduisent les vibrations d'élongation symétrique et asymétrique des liaisons C-H du groupe  $-\text{CH}_2$  des segments de la cellulose et de la lignine.

Le spectre révèle aussi des bandes d'absorption à  $1738$  et  $1234\text{ cm}^{-1}$  associées aux vibrations d'élongation des groupements carbonyles C=O et C-O présentes dans les hémicelluloses et lignine extractives. La bande d'absorption à  $1640\text{ cm}^{-1}$  assignée à la déformation (H-O-H) de l'eau adsorbée, due au caractère hydrophilyque de la fibre cellulosique. La bande d'absorption à  $1510\text{ cm}^{-1}$  qui traduit la vibration d'élongation symétrique des liaisons (C=C) du cycle aromatique présent dans la lignine. On note également l'apparition des bandes d'absorption entre  $1460$  et  $1381\text{ cm}^{-1}$  qui sont essentiellement dues aux vibrations de déformation des groupements  $-\text{CH}_2$  et  $-\text{CH}_3$ , contenus dans les structures de la lignine et l'hémicellulose. Le pic caractéristique à  $1111\text{ cm}^{-1}$  qui correspond à la vibration d'élongation antisymétrique des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose.

Enfin, un pic vers  $672\text{ cm}^{-1}$  lié à la déformation du groupement (C-OH).

**Tableau 12** :Attribution des bandes FTIR de DPLF

Liaison	O-H associée	C=O	C=C	C-H alcane
Fréquence $\text{cm}^{-1}$	3426	1738	1510	2924 et 2852



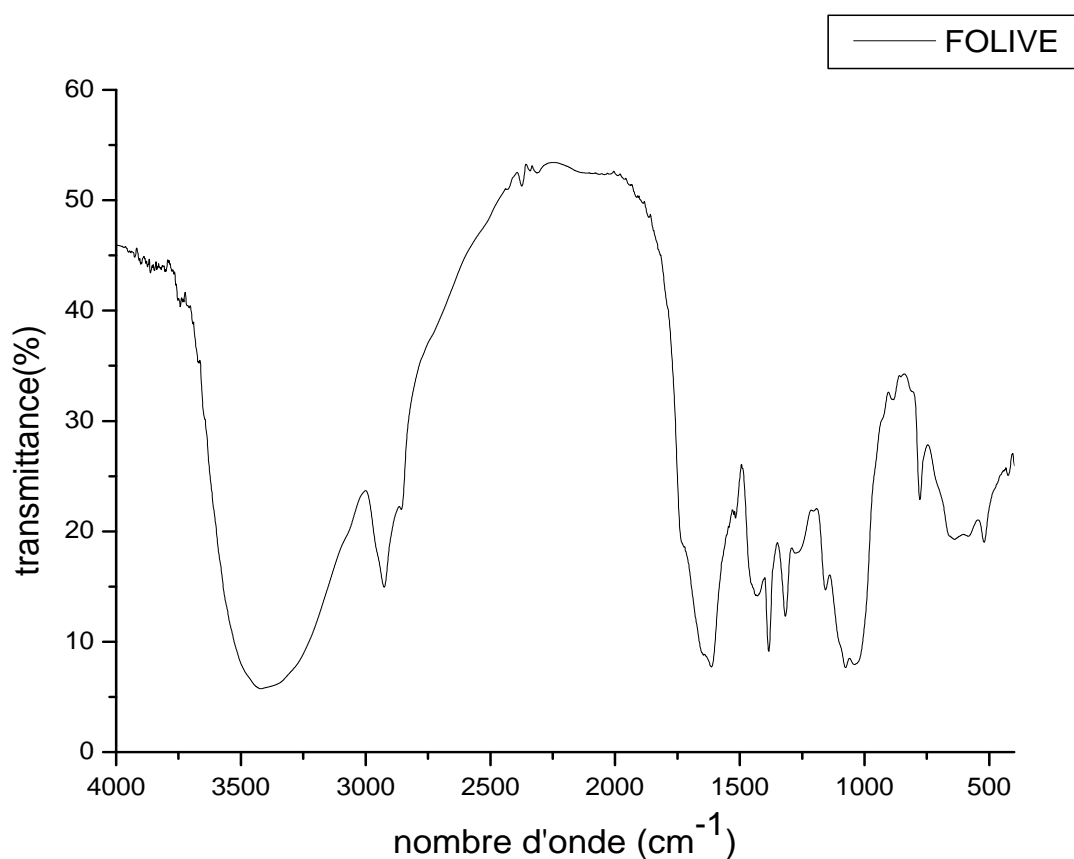
**Figure 36 :** Spectre FTIR Pour DPLF

### 1.3.L'analyse spectroscopique infrarouge Pour feuilles d'olive

Le spectre infrarouge pour la poudre des feuilles d'olive montre une forte bande large d'absorption aux alentours de  $3400\text{ cm}^{-1}$  relative à l'absorption de la bande O-H, un pic fin à  $2950\text{ cm}^{-1}$  attribuée au C-H alcène, un pic fin d'intensité moyenne attribué au groupement carbonyle C=O, un pic aux environs de  $1100\text{ cm}^{-1}$  relatif à l'absorption de la liaison C-O-C.

**Tableau 13 :** Attribution des bandes IR de feuilles d'olive

Liaison	O-H	C-H	C=O	C-H
	associée	alcène		alcane
Fréquence $\text{cm}^{-1}$	3400	2950	1680	2913 et 2852



**Figure 37 :** Spectre IR Pour feuilles d'olive

#### 1.4L'analyse spectroscopique infrarouge Pour noix d'olive

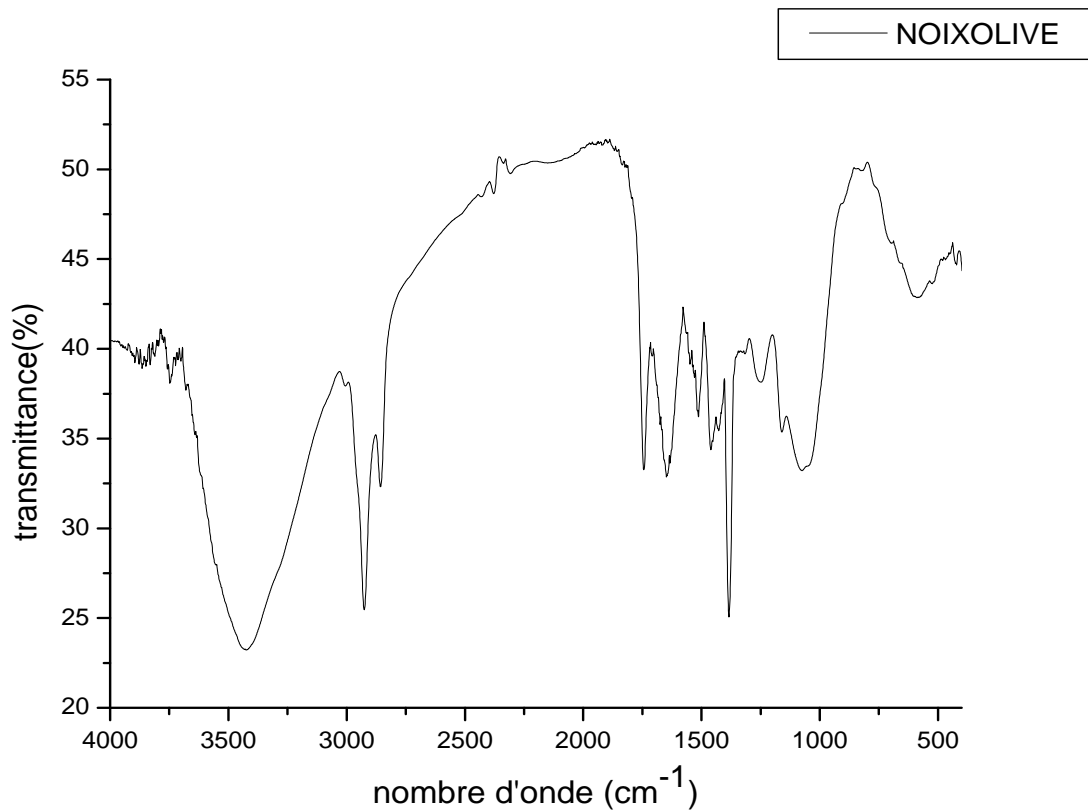
Le spectre infrarouge pour la poudre des noix d'olives montre une similitude avec le spectre des feuilles d'olives ceci est confirmé par le fait que les feuilles et les noix présentent en général la même composition chimique, les résultats sont regroupés dans le tableau 14 :

Le spectre infrarouge montre des bandes d'absorption caractéristiques des groupements hydroxyles OH (bande large à  $3450\text{ cm}^{-1}$ ) un doublet de C-H alcanes vers  $2850$  et  $2950\text{ cm}^{-1}$  respectivement, on notera aussi la vibration de valence du groupement carbonyle C=O à  $1760\text{ cm}^{-1}$

**Tableau 14 :** Attribution des bandes IR de noix d'olive

Liaison	O-H associée	C-H alcane	C=O	C- O-C
Fréquence $\text{Cm}^{-1}$	3450	2950 2850	1760	10 55





**Figure :38** Spectre FTIR Pour noix d'olive

## 2. L'absorption d'eau distillée

Dans le but d'en déterminer la capacité de nos composites à pouvoir absorber l'eau, une série d'analyse a été effectuée pendant des intervalles de temps bien déterminées. Les résultats auxquels on est parvenu sont regroupés dans ce qui suit :

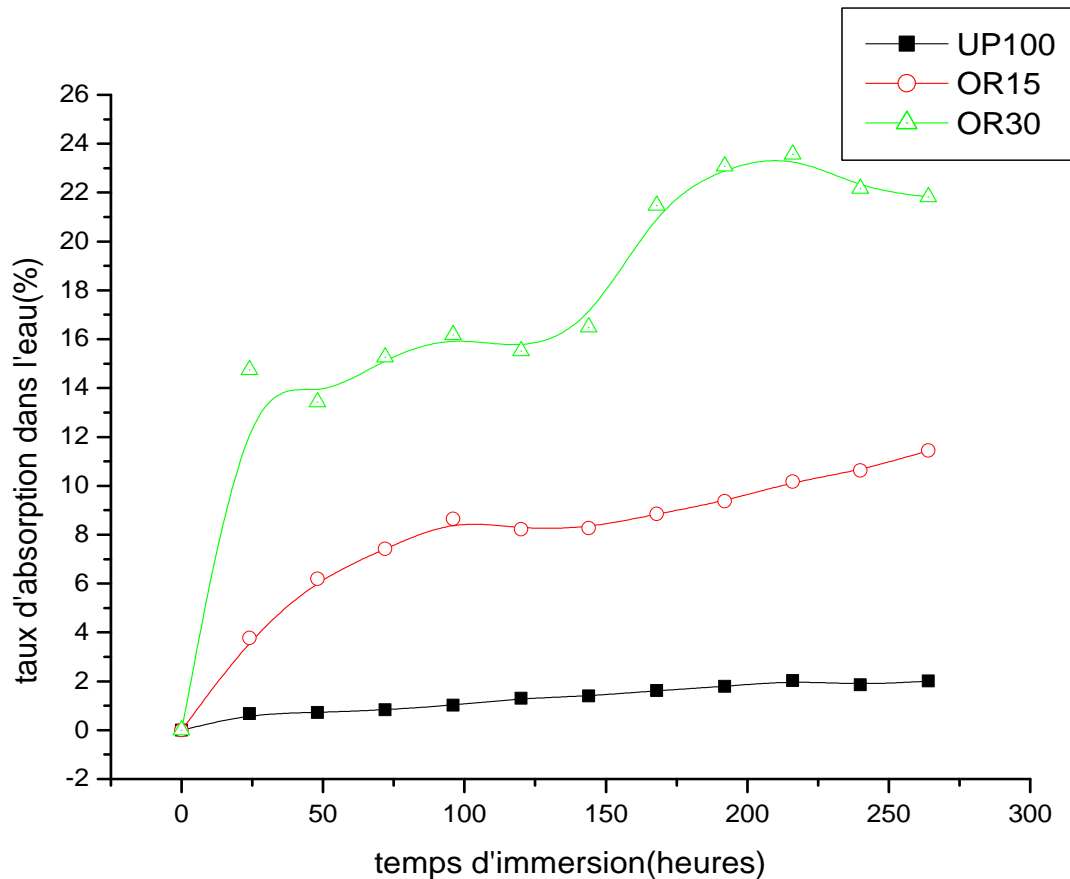
### 2.1. Influence du taux de fibre sur l'absorption

Dans ce travail trois types de fibres sont utilisés l'écorce d'orange en poudre, la DPLF et les feuilles d'olive en poudre

#### 2.1.1 écorce d'orange

Les composites renfermant un taux d'écorce d'orange de 30 % absorbent mieux l'eau distillée ceci trouve son explication dans le caractère amorphe des composants chimiques de

l'écorce, On remarque aussi et en accord avec les données spectrales l'existence de la fonction hydroxyle qui permet des associations intermoléculaires type liaisons H

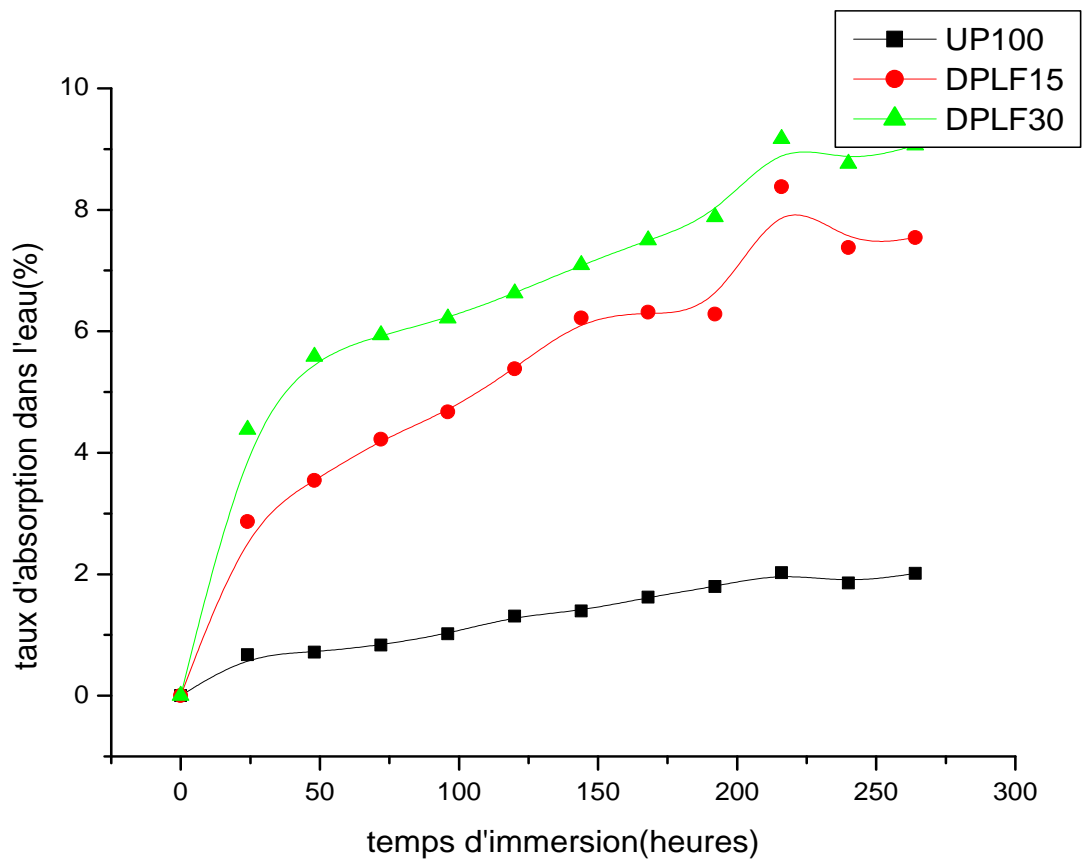


**Figure 39** : L'absorption de l'eau distillée en fonction de temps

UP100%, Ecorce d'orange15%-UP85%, Ecorce d'orange30%-UP70%

### 2.1.2 DPLF

D'après la figure40 on constate clairement que le taux d'adjonction de la fibre au polymère influe sur le caractère absorbant (voir figure), la courbe en vert montre clairement le taux élevé de l'absorption. Ce phénomène trouve son explication dans le fait que la résine polyester possède une structure tridimensionnelle (Cas de réticulation moléculaire), donc taux d'absorption d'eau élevé avec l'accroissement du pourcentage de fibre.

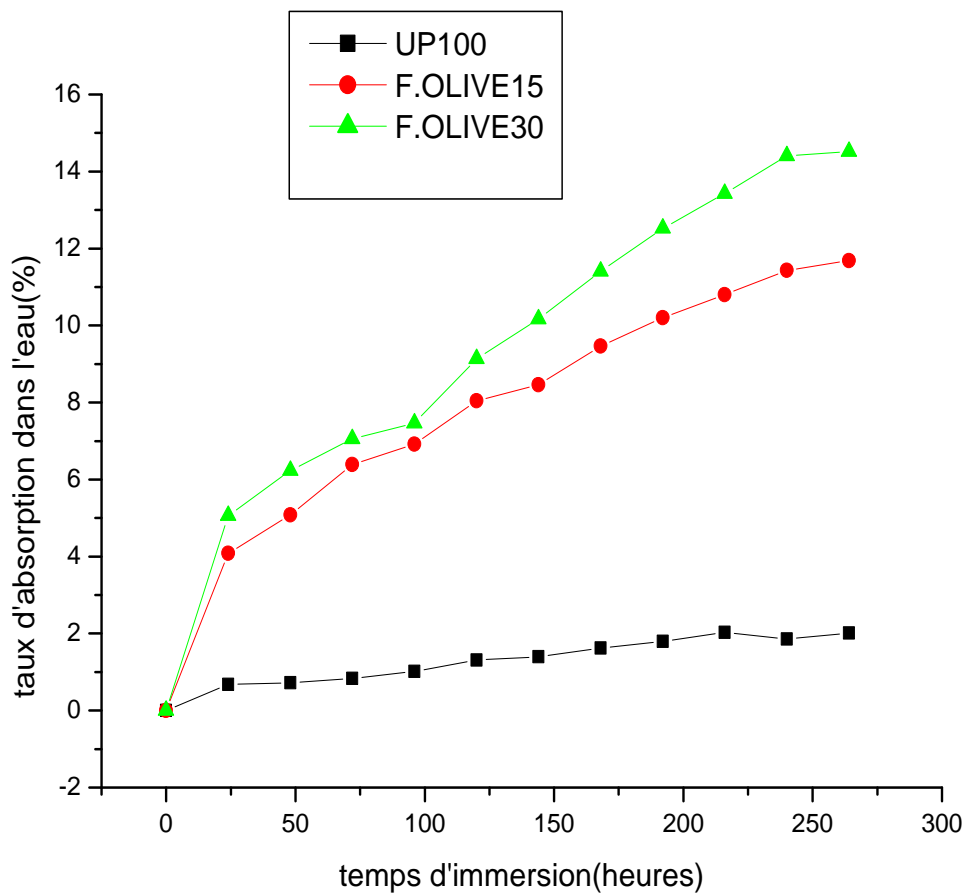


**Figure 40** : L'absorption de l'eau distillée en fonction de temps

UP100%, DPLF15%-UP85%, DPLF30%-UP70%

### 2.1.3 .feuilles d'olive

D'après les courbes de la figure, les composites renfermant le taux maximal de poudre de feuilles d'olive absorbent mieux du fait que en premier la structure tridimensionnelle empêche la pénétration d'eau et en second la poudre d'après les données spectroscopiques infrarouges renferme dans sa composition chimique des groupements hydroxyles permettant ainsi la création de liaisons intermoléculaires (liaisons hydrogènes).

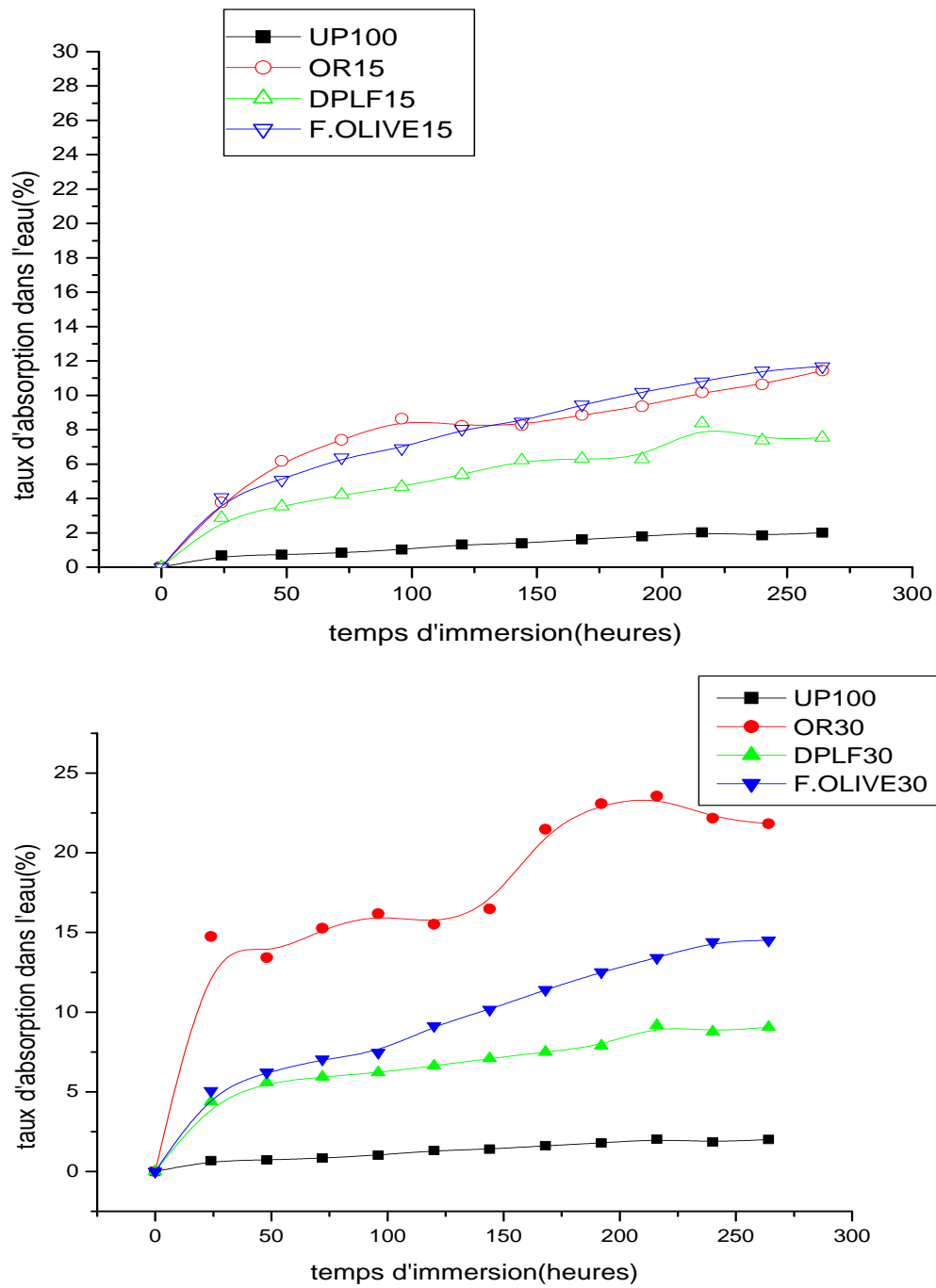


**Figure 41** : L'absorption de l'eau distillée en fonction de temps

UP100%, feuilles d'olives 15%-UP85%, feuilles d'olives 30%-UP70%

## 2.2. Influence de la nature de la fibre

On constate qu'à taux élevé et même à taux faible d'adjonction des poudres, la poudre de l'écorce d'orange absorbe le mieux chose étroitement liée à la composition chimique de cette dernière, une forte composition amorphe de substances qu'elle renferme laisse l'absorption d'eau aisée



**Figure 42 :** L'absorption de l'eau distillée en fonction de temps

UP, écorce d'orange, DPLF, feuilles d'olives et noix d'olive



## **Conclusion générale**

## CONCLUSION GÉNÉRALE

L'étude spectrale infrarouge a été menée dans le contexte d'une caractérisation structurale des différents additifs au polyester pour la préparation de composites. Il a été remarqué que la fibre DPLF présente un spectre qui diffère de ceux des feuilles d'olive et des noix d'olive. Alors que celui de l'écorce d'orange diffère énormément (une composition chimique très différente).

L'étude du phénomène d'absorption d'eau par les différents composites polyester-fibre a montré que :

1. La nature chimique de l'additif influe beaucoup sur le caractère absorbant du composite.
2. L'écorce d'orange en poudre absorbe mieux à un taux de 30 moles% dans le composite.
3. Même constatation relevée pour la fibre DPLF qui englobe dans sa structure une bonne partie amorphe et la présence de groupements hydroxyles O-H.
4. La poudre de feuilles d'olive incorporée à un taux de 30 moles %, donne au composite une bonne absorption d'eau, présence de groupements permettant la création d'associations intermoléculaires.
5. Enfin la nature de l'additif de par sa composition chimique influe sur le caractère d'absorption d'eau, en effet , la poudre de l'écorce d'orange aux pourcentages faibles et forts absorbe le mieux et le composite acquiert la propriété hydrophobe.

Cette étude reste à compléter par la réalisation des essais mécaniques, DRX, et dynamique, comme perspectives de ce travail.

## Bibliographie

- [1] MAOU. S ;(2012) ; Etude des propriétés thermiques de mélanges à base de PVC et PVC-PEHD et les phénomènes de dégradation ; Mémoire de magister ; Université de ougla. Algérie.
- [2] MOULAY. F. Z ;(2018) ; Etude par algorithme génétique de l'effet d'humidité sur l'endommagement de l'interface d'un bio-composite bio-polypropylène ; Mémoire de master ; Université de saida. Algérie.
- [3] BERKOUK.A ;(2019) ; Étude mécanique et dynamique de compositions polymériques à base de PVC ; Mémoire de master ; Université de biskra.Algérie.
- [4] Fontanille.M, Gnanou.Y ; (2002) ; Chimie et physico-chimie des polymères ; Dunod ; Paris.
- [5] Chimie des polymères sur : <https://www.slideshare.net/RafaelNadal4/chimie-de-polymre>.
- [6] Atmani.A ;(2016). Comportement mécanique en traction monotone d'un polymère associé au carbonate de calcium. Mémoire master. Université d'Annaba. Algérie.
- [7] Bessi.A ;(2004) ; Etude des propriétés thermiques et caractérisation des mélanges à base de polystyrène –polyéthylène ; Mémoire de magister ; Université de biskra.Algérie.
- [8] Zaroug.R, Chaouch.H ;(2019) ; Etude mécanique, morphologique et dynamique mécanique des Composites à base de PVC (cas DPLF-noix de dattes) ; Mémoire de master ; Université de biskra.Algérie.
- [9] Guemaz. N ;(2012) ; Préparation et étude de la stabilité thermique des polyuréthanes ; Mémoire de magister ; Université de setif.Algérie.
- [10] Hachani.S.D ;(2017) ; Synthèse et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de polystyrène ; Thèse de doctorat ; Université de biskra.Algérie.
- [11] Seyni.A ;(2008). Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par co-broyage ; Thèse de doctorat ; Université de Toulouse.
- [12] Rezgui.R, Rezgui.D ;(2019) ; Influence des fibres naturelles sur les propriétés mécaniques et dynamiques des composites à base de PVC (cas DPLF-noix de d'olives) ; Mémoire de master ; Université de biskra.Algérie.
- [13] Seghir.I ;(2016) ; Caractérisation du matériau polystyrène/talc et polystyrène/alun ; Mémoire de master ; Université de biskra.Algérie.
- [14] Rokbi. M ;( 2001).Comportement à la rupture et caractérisation mécanique de composites polyester-fibres de verre ; Mémoire de magister ; Université de Msila. Algérie.
- [15] Boussehel.H ;(2018) ; Etude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène ; Mémoire de doctorat ; Université de biskra.Algérie.



- [16] Ladghem Chikouche.M .D ;(2016) ; Renforcement d'un polymère (polyester insaturé) par des fibres végétales (Arundo donax) ; Thèse de doctorat ; Université de Sétif(Algérie).
- [17] Bakhouche.B ;(2018) ; Caractérisation d'un matériau composite stratifié à fibre de verre/époxy en flexion 3 points statique ; Thèse de doctorat. Université d'Annaba. Algérie.
- [18] Rouam.K ;(2013). Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles. Mémoire de magister. Université de Boumerdès. Algérie.
- [19] Ledru. Y ;(2009) ; Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques ; Thèse de doctorat ; Université de Toulouse.
- [20] Kherbouche .L ;(2010) ; Introduction aux modélisations et aux méthodes de calcul des matériaux composites ; Mémoire de magister. Université de Tizi-Ouzou. Algérie.
- [21] Carrega.M, Verney.V ;(2012) ; Matières plastiques (propriétés, mise en forme et applications industrielles des matériaux polymères) ; Dunod ; Paris.
- [22] Rokbi. M ;(2001) ; Comportement à la rupture et caractérisation mécanique de composites polyester-fibres de verre ; Mémoire de magister ; Université de M'sila. Algérie.
- [23] Khalfaoui.A ;(2012) ; Etude expérimental de l'élimination de polluants organiques et inorganiques par adsorption sur des matériaux naturels : application aux peaux d'orange et de banane ; Thèse de doctorat ; Université de Constantine. Algérie.
- [24] Belmehdi.T ;(2018) ; Optimisation des conditions d'extraction des antioxydants à partir du sous-produit industriel de fabrication des jus d'orange ; Mémoire de magister ; Université de Béjaia. Algérie.
- [25] Bouhali.H ;(2015) ; Caractérisation des huiles essentielles de Citrus sinensis et étude de leur activité antioxydante : étude comparative entre l'huile essentielle des écorces sèches et fraîches ; Mémoire de magister ; Université de Béjaia. Algérie.
- [26] Habchi.R, Alachaher.N ;(2017) ; Dosage des citroflavonoïdes dans le jus et la peau d'orange (Clémentine) ; Mémoire de master ; Université de Tlemcen. Algérie.
- [27] Limam.F ;(2018) ; Etude phytochimique et pouvoir antioxydant de l'écorce d'orange et citron ; Mémoire de master ; Université de Mostaganem .Algérie.
- [28] Hama.F, Asloune.H ;(2017) ; Effet d'association d'extrait de pulpe d'orange et citron sur l'activité Antioxydante ; Mémoire de master ; Université de Béjaia. Algérie.
- [29] Boussadia.D, Djenoune.S ;(2017) ; Evaluation de l'activité antibactérienne des extraits bruts des feuilles de l'olivier de Laperrine (Olea europaea laperrinei) et de l'oléastre (Olea europaea sylvestris) sur cinq souches bactérienne et l'étude de l'association extrait brut-antibiotique ; Mémoire de master. Université de tizi-ouzou. Algérie.

[30] Magamou.G ;(2016) ; Caractérisation par infrarouge à transformée de Fourier des réactions chimiques entre post-décharges et précurseurs organosiliciés: cas du 3-aminopropyltriéthoxysilane (APTES) ; Université de Lorraine. Français.

[31] Chettouh. Z ;(2018) ; Etude Physico-Chimique du composite PVC/PE - Fibre de palmier dattier ; Mémoire de master ; Université de biskra.Algérie.

**Tableaux de L'ABSORPTION DE L'EAU DISTILLÉE**

Temp(h)	up100%			OR15%			OR30%			DPLF.non.t 15%		
	m0	m	( $\Delta m/m0$ )*100	m0	m	( $\Delta m/m0$ )*100	m0	m	( $\Delta m/m0$ )*100			m0
0	0,3404	0,3404	0,0000	0,2361	0,2361	0,0000	0,2869	0,2869	0,0000	0,3103	0,3103	0,0000
24	0,6960	0,7007	0,6753	0,2361	0,2450	3,7695	0,2869	0,3292	14,7438	0,3103	0,3192	2,8682
48	0,6960	0,7010	0,7184	0,2361	0,2507	6,1838	0,2869	0,3254	13,4193	0,3103	0,3213	3,5450
72	0,6960	0,7018	0,8333	0,2361	0,2536	7,4121	0,2869	0,3307	15,2666	0,3103	0,3234	4,2217
96	0,6960	0,7031	1,0201	0,2361	0,2565	8,6404	0,2869	0,3333	16,1728	0,3103	0,3248	4,6729
120	0,6960	0,7051	1,3075	0,2361	0,2555	8,2168	0,2869	0,3314	15,5106	0,3103	0,3270	5,3819
144	0,6960	0,7057	1,3937	0,2361	0,2556	8,2592	0,2869	0,3342	16,4865	0,3103	0,3296	6,2198
168	0,6960	0,7073	1,6236	0,2361	0,2570	8,8521	0,2869	0,3485	21,4708	0,3103	0,3299	6,3165
192	0,6960	0,7085	1,7960	0,2361	0,2582	9,3604	0,2869	0,3531	23,0742	0,3103	0,3298	6,2842
216	0,6960	0,7101	2,0259	0,2361	0,2601	10,1651	0,2869	0,3545	23,5622	0,3103	0,3363	8,3790
240	0,6960	0,7089	1,8534	0,2361	0,2612	10,6310	0,2869	0,3505	22,1680	0,3103	0,3332	7,3800
264	0,6960	0,7100	2,0115	0,2361	0,2631	11,4350	0,2869	0,3495	21,8190	0,3103	0,3337	7,5411

Temp(h)	DPLF.non.t 30%			Feuille d'olive 15%			Feuille d'olive 30%		
	m0	m	( $\Delta m/m0$ )*100	m0	m	( $\Delta m/m0$ )*100	m0	m	( $\Delta m/m0$ )*100
0	0,3653	0,3653	0,0000	0,4366	0,4366	0,0000	0,5981	0,5981	0,0000
24	0,3653	0,3813	4,3800	0,4366	0,4587	4,0796	0,5981	0,6225	5,0618
48	0,3653	0,3857	5,5845	0,4366	0,4638	5,0828	0,5981	0,6285	6,2300
72	0,3653	0,3870	5,9403	0,4366	0,4674	6,3869	0,5981	0,6363	7,0545
96	0,3653	0,3880	6,2141	0,4366	0,4692	6,9219	0,5981	0,6395	7,4668
120	0,3653	0,3895	6,6247	0,4366	0,4765	8,0421	0,5981	0,6462	9,1388
144	0,3653	0,3912	7,0901	0,4366	0,4810	8,4601	0,5981	0,6487	10,1695
168	0,3653	0,3927	7,5007	0,4366	0,4864	9,4633	0,5981	0,6547	11,4063
192	0,3653	0,3941	7,8839	0,4366	0,4913	10,1990	0,5981	0,6591	12,5286
216	0,3653	0,3988	9,1705	0,4366	0,4952	10,8009	0,5981	0,6627	13,4219
240	0,3653	0,3973	8,7599	0,4366	0,4995	11,4362	0,5981	0,6665	14,4068
264	0,3653	0,3984	9,0610	0,4366	0,5000	11,6870	0,5981	0,6680	14,5213

## RESUME:

L'objectif principal de notre travail de recherche est l'étude des propriétés de composites à base de Polyester renforcé par la fibre naturelle cas (DPLF, feuilles d'olive et écorce d'orange) à diverses proportions pouvant conduire à l'amélioration du polymère. Elles sont disponibles en abondance en Algérie. La plupart du temps, elles sont jetées non utilisées.

Nous avons préparé des composites à des taux de 15 et 30 % en masse. Ces composites ont été préparés par voie liquide en utilisant le moulage par contact.

Après avoir préparé les plaques, une étude spectroscopique FTIR a été réalisée, pour vérifier les compositions des matériaux, puis étudier l'absorption d'eau.

Nous avons obtenu des résultats significatifs d'être une référence à d'ultérieures recherches.

**MOTS CLES: UP-DPLF- feuilles d'olives - écorce d'orange –FTIR-absorption**

## الملخص :

الهدف الرئيسي من عملنا البحثي هو دراسة خصائص المركبات القائمة على البوليستر المقوى بالألياف الطبيعية (الياف النخل المثمر وأوراق الزيتون وقشر البرتقال) بنسب مختلفة يمكن أن يؤدي إلى تحسين البوليمر. وهي مواد متوفرة بكثرة في الجزائر. في معظم الأحيان يتم التخلص منها دون استخدام. لقد قمنا بإعداد مركبات ذات نسب كتلية 15% و 30%. تم تحضير المركبات بواسطة سائل باستخدام قولبة التلامس.

للتحقق من تراكيب المواد بعد تحضير الصفائح، تم إجراء دراسة أشعة تحت الحمراء FTIR، ثم دراسة امتصاص الماء.

تحصلنا على نتائج مهمة لتكون مرجعا لمزيد من البحث.

الكلمات الدالة: بوليستر غير مشبع- الياف النخل المثمر -أوراق الزيتون - قشر البرتقال - FTIR - امتصاص