



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 : Chimie

Spécialité : chimie des matériaux

Réf. :

Présenté et soutenu par :
TOUNSI Djoumana et ZERGANE Khaoula
Le : septembre 2020

Effet des agents oxydants sur les propriétés mécaniques et thermiques des composites de polypropylène renforcés par des fibres de palmier

Jury :

KRIBAA Oum Kalthoum	MCA	Université Mohamed Khider- Biskra	Présidente
BOUSSEHEL Hamida	MCB	Université Mohamed Khider- Biskra	Rapportrice
DJAIL Kamel	MAA	Université Mohamed Khider- Biskra	Examineur

Année universitaire : 2019 - 2020

REMERCIEMENTS

Nous remercions avant tout le Bon Dieu de nous avoir donné le savoir et la faculté de pouvoir pour suivre nos études.

Nous souhaitons adresser nos remerciements les plus sincères à notre promotrice Dr BOUSSEHEL Hamida qui nous a permis de bénéficier de la qualité de son encadrement, les conseils qu'elle nous a prodigués, la patience et la confiance qu'elle nous a témoignée.

Nos vifs remerciements vont au Dr KRIBAA Oum Kalthoum d'avoir accepté la présidence du jury, nous tenons compte à exprimer toute nos reconnaissances à Mr DJAIL Kamel qui nous a fait l'honneur d'examiner notre travail, leur regards critiques ne sauront que rehausser le niveau de notre savoir faire.

Nous exprimons nos sincères gratitudes et remerciements au Dr GUERIRA Belhi, chef de département de génie mécanique à la faculté des sciences et de la technologie de l'université de Biskra, pour sa disponibilité et ces précieuses aides pour l'élaboration et la caractérisation de nos composites élaborées.

Nous exprimons bien entendu nos remerciements les plus sincères pour tout l'ensemble du personnel de l'Enterprise Nationale des Industries des Câbles Biskra (ENICAB) pour son accueil et son aide, notamment que l'élaboration d'une partie de notre étude expérimentale et certaines caractérisations des composites ont été réalisées au niveau de l'entreprise, ENICAB.

Nous tenons à remercier aussi tous les membres du laboratoire de chimie de l'université de Biskra pour leur disponibilité et leur précieuse aide, ainsi que l'ensemble du personnel du département des Sciences de la Matière de l'Université Mohamed Khider Biskra pour la formation fournie durant les 5 années passées.

Dédicaces

Ce modeste travail est dédié à :

A mes très chers parents qui m'ont guidé durant les moments les plus pénibles de ce long chemin, mes chers parents qui ont sacrifié toute leur vie afin de me voir devenir ce que je suis aujourd'hui.

A mon frère Faycel, mes sœurs ; Faten, Nour et Mouna, mes grands parents et Ceux qui m'ont partagé tous les moments d'émotion lors de la réalisation de ce travail. Ils m'ont chaleureusement supporté et encouragé tout au long de mon parcours.

A ma famille, mes proches et à ceux qui me donnent de l'amour et de la vivacité.

A tous mes amis ; Djoumana, Rayane, Khaoula et Arafat qui m'ont toujours encouragé, et à qui je les souhaite plus de succès.

A tous ceux que j'aime....

ZERGANE Khaoula



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail ...

À tous ceux qui ont été à mes cotes tout au long du chemin que j'ai parcouru jusqu'ici

Avec tous mes sincères sentiments et respectueux compliments

À mes respectueux parents :

Ma chère Maman

Safia

Mon cher père

Abdelkader

Qui m'ont aidé et donné le courage pour arriver à ce stade son oublie ;

Ma belle sœur

Bouthaina

Mes chers frères

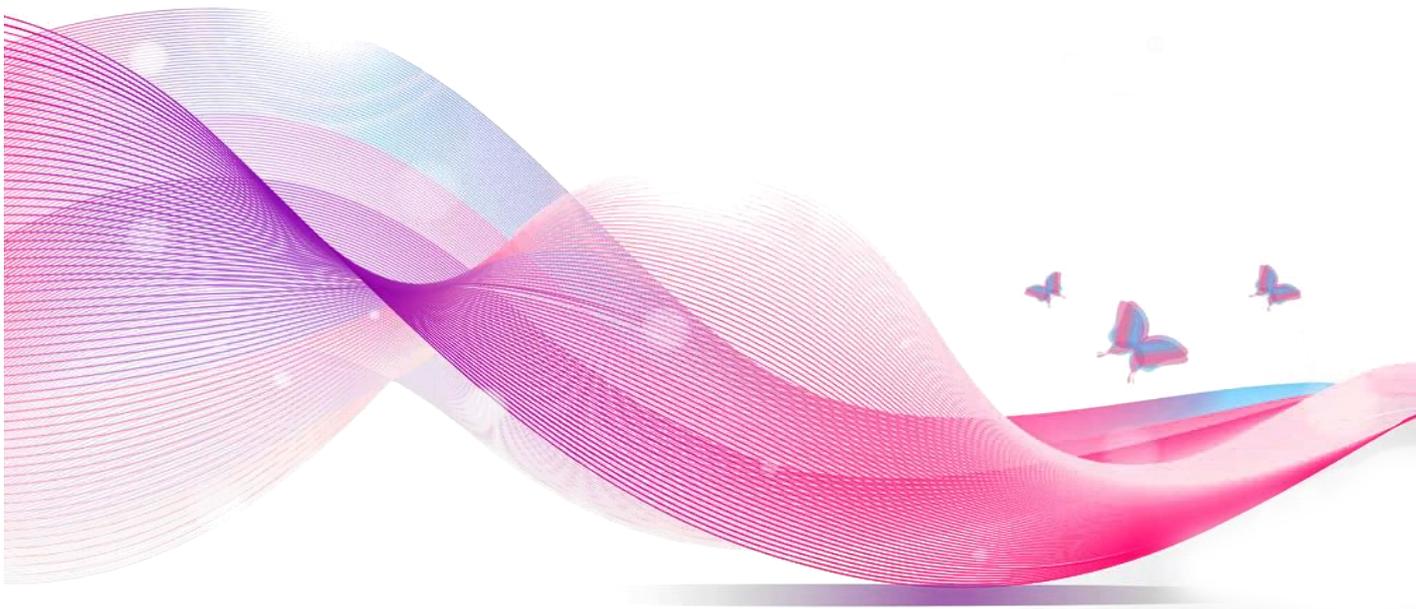
Ali, Ahmed, Louai

À tous les membres de ma famille mes tantes et mes oncles .Mes cousins et mes cousines.

Egalement à tous mes belles amies : Khaoula, Manal, Arafat, Khaoula

Je vous souhaite bonne chance dans la vie.

TOUNSI DJOUMANA



Sommaire

Liste des figures	I
Liste des schémas	III
Liste des tableaux	IV
Liste des abréviations	V

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale	1
Référence	3

CHAPITRE I : GENERALITES ET SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES.....	5
I.1.1. Définition.....	5
I.1.2. Le renfort.....	5
I.1.3. La matrice	6
I.1.3.a. les thermodurcissables (TD)	6
I.1.3.b. les thermoplastiques (TP)	6
I.1.4. Classification des matériaux composites.....	7
I.1.5. Avantages et inconvénients des composites.....	8
I.2. POLYPROPYLENE SYNTHESE PROPRIETES ET APPLICATIONS.....	8
I.2.1. Le polypropylène.....	8
I.2.2. Propriétés et application du PP.....	9
I.2.2.a. Propriétés mécaniques	9
I.2.2.b. Propriétés thermiques	9
I.2.2.c. Application du PP	9
I.2.3. Les avantages de polypropylène.....	10
I.3. LES FIBRES NATURELLES.....	10
I.3.1. La composition chimique des fibres végétales.....	11

I.3.1.a. Cellulose	11
I.3.1.b. Les lignines.....	11
I.3.1.c. Les hémicelluloses.....	12
I.3.2. Structure de la fibre végétale.....	13
I.3.3. les avantages et les inconvénients des fibres végétales.....	15
I.3.4. Les propriétés des fibres naturelles	15
I.3.5. Fibre de palmier dattier	15
I.3.5.a. La palme	15
I.3.5.b. Pétioles (<i>kornafs</i>)	16
I.3.5.c. La couronne.....	17
I.3.5.d. Le grappe.....	17
I.4. INTERFACE D'UN MATERIAU COMPOSITE : NOTION D'ADHESION.....	18
I.4.1. Interface fibre/matrice.....	18
I.4.2. Modification de l'interface fibres végétales /thermoplastiques.....	18
I.4.2.1. Les méthodes chimiques de modification de la surface.....	18
I.4.2.1.a. Le traitement alcalin.....	18
I.4.2.1.b. Imprégnation des fibres.....	19
I.4.2.1.c. Couplages chimiques.....	19
I.4.2.2. Les méthodes physiques de modification de la surface	20
Références	21

CHAPITRE II : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET CARACTERISATION

II.1. MATERIAUX.....	26
II.1.1. Le polypropylène	26
II.1.2. L'hydroxyde de sodium.....	27
II.1.3. L'acide chlorhydrique.....	27
II.1.4. Acide sulfurique.....	27
II.1.5. Acide oxalique.....	28
II.1.6. Bichromate de potassium.....	28
II.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....	28

II.2.1. Préparation de fibre de palmier.....	28
II.2.2. Traitement chimiques des fibres de palmier dattier par mercerisation (la soude caustique)	29
II.2.3. Modification chimique des fibres de palmier par le dichromate de potassium $K_2Cr_2O_7$	29
II.3. ELABORATION DES COMPOSITES PP/ FIBRES DE PALMIER.....	30
II.3.1.Préparation des mélanges.....	30
II.3.2. Extrusion monovis.....	31
II.3.3. Moulage des composites.....	32
II.3. TECHNIQUES DE CARACTERISATION.....	32
II.3.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR.....	32
II.3.2. Essai de traction.....	33
II.3.3. Analyse thermogravimétrique ATG/DTG.....	34

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1. III.1. CARACTERISATION DES FIBRES DE PALMIER DATTIER.....	36
III.1.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR.....	36
III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITES ELABORES.....	37
III.2.1. Essai de traction.....	37
III.2.1.1. Contrainte à la rupture.....	37
III.2.1.2. Allongement à la rupture.....	38
III.2.1.3. Module d'Young.....	39
III.2.3. Analyse thermogravimétrique ATG/DTG.....	40
Références	43

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale	46
---------------------------	----

Liste des Figures

- Figure I.1** Molécule de la cellulose
- Figure I.2** Structure chimique de la lignine
- Figure I.3** Structure d'un type de xyloglucane
- Figure I.4** Structure du bois (observations multi échelles)
- Figure I.5** Modèle de description de la structure d'une fibre végétale
- Figure I.6** Les quatre parties de la palme mûre
- Figure I.7** Pétiole
- Figure I.8** Schéma de palmier dattier
- Figure I.9** Schéma de la modification chimique des fibres cellulosiques par le permanganate de potassium
- Figure II.1** la poudre de polypropylène
- Figure II.2** (A) Fibre de palmier avant découpage, (B) fibres découpées, (C) fibre après broyage
- Figure II.4** Traitement des fibres par le dichromate de potassium
- Figure II.5** Fibres de palmier après le traitement de dichromate de potassium
- Figure II.6** Extrudeuse de type PolyLab OC
- Figure II.7** granulés des composites de PP et les fibres de palmier après l'extrusion
- Figure II.8** La presse utilisée (SCHWABENTHAN POLYSTAT 300S)
- Figure II.9** spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S
- Figure II.10** La machine de traction utilisée
- Figure II.11** Analyseur thermique différentielle (DSC, ATD & ATG) de type Netzsch
- Figure III.1** Spectres IRTF des fibres de palmier dattier traitées et non traitées
- Figure III.2** Evolution de la contrainte à la rupture de PP vierge et ces composites en fonction du taux des fibres traitées et non traitées
- Figure III.3** Evolution de l'allongement à la rupture de PP vierge et ces composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitée

- Figure III.4** Evolution de module d'Young de PP vierge et ces composites en fonction du taux des fibres traitées et non traitées
- Figure III.5** Thermogrammes ATG du PP et des composites PP/FNT et PP/FTOx à 20% des fibres de palmier
- Figure III.6** Courbes $\Delta m / \Delta T = f(T)$ du PP et des composites PP/FNT et PP/FTOx à 20% des fibres de palmier

Liste des Schémas

Schéma III.1 Mécanisme réactionnel entre les fibres de palmier et l'agent oxydant $K_2Cr_2O_7$.

Liste des Tableaux

- Tableau I.1** principales différences entre les TD et les TP.
- Tableau I.2** Principaux avantages et inconvénients des renforts d'origine végétale.
- Tableau II.1** Caractéristique de Polypropylène.
- Tableau II.2** Caractéristiques de l'hydroxyde de sodium.
- Tableau II.3** Les caractéristiques de l'HCl
- Tableau II.4** Caractéristiques d'acide sulfurique
- Tableau II.5** Caractéristiques d'acide oxalique
- Tableau II.6** Caractéristiques de dichromate de potassium
- Tableau II.7** Composition des différentes formulations
- Tableau III.1** Comparaison des principaux paramètres thermiques des différents composites

Liste des abréviations

PP	Polypropylène
PE	Polyéthylène
PS	Polystyrène
PVC	Poly (chlorure de vinyle)
CMO	Composites à matrices organiques
CMC	Composites à matrices céramiques
CMM	Composites à matrices métalliques
TD	Polymères thermodurcissables
TP	Polymères thermoplastiques
WPC	Composite polymère/ fibres de bois
PP/FNT	Composite de polypropylène renforcé par les fibres non traitées
PP/FTOx	Composite de polypropylène renforcé par les fibres traitées par un agent oxydant bichromate de potassium
IRTF	Spectrophotomètre infrarouge à transforme de fourrier
ATG	Analyses thermogravimétriques
DTG	Analyse thermogravimétrique différentielle

***INTRODUCTION
GENERALE***

INTRODUCTION GENERALE

Aujourd'hui, l'utilisation des matériaux composites se développe rapidement dans le monde et ils sont devenus largement employés dans divers secteurs d'activité industrielle, grâce à leurs performances et intéressantes propriétés mécaniques. Le développement des matériaux composites dans les industries de pointe au cours de ces dernières décennies touche désormais des domaines de plus en plus nombreux tels que l'aéronautique, spatial, automobile, ferroviaire, construction civile, électronique, sport et loisirs, médical, etc [1].

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. Ces avantages présentent un intérêt général pour des applications, qui exigent des matériaux légers à haute performance, des possibilités de recyclage, le minimum d'impact sur l'environnement, et une réduction du coût de la matière [2]. Parmi ces fibres, on trouve des déchets de fibres de palmier qui sont représentés dans une biomasse organique. Cependant, l'exploitation de ce potentiel agricoles en vue d'une valorisation pour des raisons économiques et écologique n'a pas bénéficié d'un grand intérêt à part dans quelques fabrications artisanales très rares des objets modestes non développés. Aujourd'hui, en chaque palmeraie, se trouve des regroupements des résidus des palmiers dattiers qui sont soit brûlés soit laissés s'accumuler en plein air, ce qui cause des sérieux problèmes environnementaux. Le développement des matériaux composites renforcés par ce déchet agricole peut non seulement résorber son effet polluant pour la protection de l'environnement mais surtout avoir des intérêts économiques qui pourraient contribuer au développement durable du pays. [3].

Néanmoins, malgré tous ces avantages les fibres naturelles soulèvent un désagrément majeur lorsqu'on les associe avec les matières plastiques en particulier les polyoléfinés (telle que : polypropylène, polyéthylène, polystyrène...). En effet, la matière ligneuse possède une forte affinité avec l'eau (caractère hydrophile fort) ce qui crée une incompatibilité d'interface entre les matériaux lignocellulosiques et les

thermoplastiques à caractère fortement hydrophobe. Cette incompatibilité interfaciale affecte la synergie entre les différents constituants du composite tout en sachant que l'interface est le lieu privilégié du transfert des contraintes entre le renfort et la matrice. A la base de cet inconvénient que beaucoup de travaux de recherche ont été menés pour tenter d'abaisser la tension superficielle entre les fibres végétales et les thermoplastiques [4, 5].

Pour une étude détaillée et approfondie de cette problématique, ce manuscrit est subdivisé en trois chapitres :

Le premier chapitre sera consacré à une synthèse bibliographique sur les matériaux composites à base d'une matrice polymérique renforcée par les fibres végétales. Nous intéressons plus particulièrement à l'amélioration des techniques de compatibilité entre la fibre et la matrice.

Dans le deuxième chapitre nous présenterons les matériaux utilisés, les protocoles expérimentaux et les procédés de mise en œuvre pour l'élaboration des composites PP/fibres de palmier. Ainsi que la présentation des différentes techniques d'analyse.

Le dernier chapitre sera consacré à la discussion des résultats obtenus à partir des différents tests effectués sur l'élaboration et la caractérisation des composites PP/fibres de palmier traitées et non traitée.

Enfin, une conclusion générale permet de résumer les résultats des travaux présentés.

Références

- [1] P. LINGLING, Modélisation numérique d'assemblages collés : Application à la réparation de structures en composites. Thèse de doctorats, Université de Bourgogne France, 2013.
- [2] V. D. THI. Matériaux composites à fibres naturelles / polymère biodégradables ou non. Alimentation et Nutrition. Thèse de doctorat. Université de Grenoble, 2011.
- [3] K. ALMI, Développement et caractérisation de matériaux à base du bois de palmier dattier adaptés aux applications de développement durable en Algérie, Thèse de doctorat, Université de Biskra, 2018.
- [4] F. MICHAUD, rhéologie de panneaux composites Bois/thermoplastiques Sous chargement thermomécanique : Aptitude au postformage, Thèse de doctorat, université laval Québec, Canada et université Bordeaux, France, 2003.
- [5] D. METIN, F. TIHMINLIOG, D. BALKOSE, S. U LKU, The effect of interfacial interactions on the mechanical properties of polypropylene/natural zeolite composites, Composites: Part A, 35, 23–32, 2004.

CHPITRE I

***GENERALITES ET
SYNTHESE
BIBLIGRAPHIQUE***

CHAPITRE I

GENERALITES ET SYNTHESE

BIBLIOGRAPHIQUE

Un matériau composite est constitué de différentes phases nommées renforts et matrice. Lorsque le matériau composite est non endommagé, les renforts et la matrice sont parfaitement liés et il ne peut pas y avoir ni glissement ni séparation entre les différentes phases. Les renforts se présentent sous forme de fibres continues ou discontinues. Le rôle du renfort est d'assurer la fonction de résistance mécanique aux efforts. La matrice assure quant à elle la cohésion entre les renforts de manière à répartir les sollicitations mécaniques. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de renforcer les propriétés mécaniques de la structure. Nous étudions plus particulièrement les matériaux composites à renfort fibre longue continue utilisés dans l'industrie nautique, automobile, aéronautique et spatiale [1].

I.1. GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES

I.1.1. Définition

Un matériau composite est un constitué de l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes. Leurs association est complémentaire est permet d'aboutir à un matériau dont les performances recherchées seront supérieures à celles des composants pris séparément. Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. [2]

I.1.2. Le renfort

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 (lin, sisal, ramie, jute, chanvre, abaca et grignon d'olive) [3].

I.1.3.La matrice

Dans un matériau composite, le terme matrice désigne la matière solide qui entoure les renforts pour former une masse compacte. Le premier rôle de la matrice est de maintenir les renforts dans une forme compacte et de donner la forme voulue au produit final. Elle sert également à protéger les fibres contre l'abrasion et un environnement agressif, contrôler le fini de surface et assurer le transfert de charges entre les fibres. Le solide formant la matrice peut être d'origine métallique, céramique ou polymère. A partir de la nature de la matrice les matériaux composites sont classés en trois catégories :

- Les composites à matrice polymère ou organique (CMO)
- Les composites à matrice métallique
- Les composites à matrice céramique

Pour les composites que nous allons étudier (CMO) les propriétés mécaniques de la matrice sont généralement très faibles devant celles des renforts (cas plus rare), et la performance générale du composite (matrice/renfort) est très dépendante du choix de la matrice [4].

I.1.3.a. les thermodurcissables (TD) :

Les thermodurcissables sont des polymères à structure amorphe qui se présentent généralement sous forme liquide plus ou moins visqueuse et que l'on met en forme en déclenchant une réaction chimique de polymérisation par chauffage ou par ajout d'un durcisseur, ce qui entraîne une solidification [5].

I.1.3.b. les thermoplastiques (TP) :

Les thermoplastiques ce sont des polymères qui se présentent sous forme solide (granulés, plaques...) et que l'on met en forme en les ramollissant par chauffage, puis en les solidifiant par refroidissement [6].

Tableau I.1 : principales différences entre les TD et les TP.

Matrice	TD	TP
Etat de base	Liquide visqueux à polymériser	Solide
Stockage	Réduit	Illimité
Mouillabilité des renforts	Aisée	Difficile
Moulage	Chauffage continu /durcisseur	Chauffage + refroidissement
Cycle	Long (polymérisation)	Court
Tenue au choc	Limitée	Assez bonne
Tenue thermique	Bonne	Réduit (sauf nouveau TP)
Chutes et déchets	Perdus ou utilisés en charges	Recyclables
Condition de travail	Emanation de solvants	Propreté

I.1.4. Classification des matériaux composites

La classification des matériaux composites se fait selon la forme et la nature des constituants de ces matériaux. Suivant la forme des constituants, les composites sont classés en deux classes :

Composites à fibres : Un matériau composite à fibre est un matériau renforcé de fibres (longues, courtes ou coupées) ; l'orientation et l'arrangement de ces fibres permettent de modéliser les propriétés mécaniques de ce composite, ces dernières sont modifiables et modulables selon la variation de la nature des constituants, la proposition des constituants et l'orientation des fibres.

Composites à particules : Un matériau composite à renfort de particules est un composite chargé de particules ne possédant ni dimensions ni formes bien précises. L'utilisation de ce type de matériau est limitée, les particules sont utilisées pour réduire le coût du matériau, tout en conservant leurs propriétés mécaniques [7].

Selon la nature des constituants Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés et divers renforts sont associés à ces matrices. Seules certaines associations entre

matrices et fibres sont possibles et ont actuellement un usage industriel, d'autres faisant l'objet d'un développement dans les laboratoires de recherche.

- Les composites à matrices organiques (CMO) : constituent de loin, les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle.
- Les composites à matrices céramiques (CMC) ; Réservés aux applications de très haute technicité et travaillant à haute température comme dans les domaines spatial, nucléaire et militaire [8].
- Les composites à matrices métalliques (CMM)

I.1.5. Avantages et inconvénients des composites

Les composites sont préférés à d'autres matériaux parce qu'ils offrent des atouts liés à :

- Leur légèreté.
- Leur résistance la corrosion et aussi à la fatigue.
- Leur insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants.
- Leur possibilité de prendre plusieurs formes, d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit.

Cependant certains inconvénients freinent leur diffusion :

- Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication.
- La gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte [9].

I.2. POLYPROPYLENE SYNTHÈSE PROPRIÉTÉS ET APPLICATIONS

I.2.1. Le polypropylène

Le polypropylène (PP) de formule chimique $(-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-)_n$ est un polymère vinylique $(\text{CH}_2-\text{CH}(\text{R}))_n$ ($\text{R}=\text{CH}_3$), polyvalent ayant des propriétés physico-chimiques et mécaniques intéressantes avec un prix relativement bas. La polymérisation Ziegler-Natta ou la catalyse métallocène des monomères de propylène sont les méthodes d'obtention du PP. Il possède différents arrangements préférentiels en fonction de la position du groupe méthyle (CH_3) [10].

I.2.2. Propriétés et application du PP**I.2.2.a. Propriétés mécaniques :**

- Caractéristique en traction : La cristallinité élevée du PP lui confère de bonnes propriétés lorsqu'il est soumis à des efforts de tractions, le comportement du PP à la traction est fortement influencé par la vitesse d'étirage.
- La rigidité : La rigidité élevée du PP permet son emploi pour des pièces destinées à supporter des hautes températures.
- Résistance au choc : Les résistances au choc du PP augmente avec sa masse moléculaire et varie dans le même sens que la température [11, 12,13].

I.2.2.b. Propriétés thermiques :

- Température de fusion : la température de fusion théorique d'un polymère 100% isotactique est de 176°C. La présence pratiquement inévitable de fraction atactique et syndiotactique ramène la température de fusion du PP entre (165°C et 170°C).
- Température de ramollissement : Le point de ramollissement est fonction de la cristallinité du polymère considéré, elle est entre (145°C et 155°C) [14].

I.2.2.c. Application du PP :

Le polypropylène fait partie des polymères de grande consommation les plus répandus avec le PVC, le polyéthylène, le PET, le polystyrène, . . . Ses applications sont très nombreuses, d'autant plus que le polypropylène se comporte très bien vis à vis des charges et des renforts. De plus, il peut être mis en œuvre par de nombreux procédés : injection, extrusion, thermoformage, extrusion soufflage.

Ainsi, le polypropylène et ses copolymères sont utilisés dans des domaines très divers :

- Industrie automobile : planches de bord, pare-chocs, garnitures intérieures, . . .
- Les emballages : corps creux, sacs, Tupperware, ficelles, films.
- L'électroménager.
- L'électricité et l'électronique : gainage, Idots.
- Les jouets [15].

I.2.3. Les avantages de polypropylène

Le polypropylène est l'un des plus importants des polymères commerciaux en raison de ses propriétés supérieures telle que la bonne résistance à la fissuration due aux contraintes mécaniques, et plus particulièrement aux contraintes de flexion, la faible densité, de bonnes propriétés mécaniques, y compris une excellente résistance aux chocs, tout en étant dur et ayant des surfaces très résistantes aux rayures. En outre, le polypropylène a de bonnes caractéristiques diélectriques [16].

Le polypropylène est chimiquement inerte et insoluble à la température ambiante. D'autres propriétés remarquables sont également offertes par le PP, la résistance à la putréfaction et à la moisissure, ainsi qu'une bonne résistance à la chaleur jusqu'à 116 °C [17].

I.3. LES FIBRES NATURELLES

Les fibres naturelles sont classifiées en trois grands groupes selon leur origine :

- Les fibres végétales : qui comprennent les fibres provenant des poils séminaux de graines (coton), les fibres extraites des tiges de plantes (lin, chanvre, jute), les fibres extraites des feuilles (sisal), les fibres extraites de troncs (palmier), ou d'enveloppes de fruits (noix de coco) [18,19]
- Les fibres animales : qui proviennent soit des poils des animaux, soit des sécrétions tel que la soie [18].
- Les fibres minérales : telles que le basalte [20].

L'utilisation des fibres naturelles et en particulier de fibres végétales comme renfort de matériaux composites, présente deux principaux avantages. Tout d'abord, ces fibres sont largement disponibles à faible coût et leur utilisation en construction constitue de nouveaux débouchés pour les matières agricoles. D'autre part, la valorisation des fibres végétales permet la réduction des impacts environnementaux par rapport aux composites conventionnels puisque ce sont des matières premières renouvelables, biodégradables, neutres vis-à-vis des émissions de dioxyde de carbone (CO₂) et demandant peu d'énergie pour être produites. Dans les pays peu industrialisés, les fibres végétales constituent donc une alternative à faible coût économique et surtout écologique aux fibres synthétiques conventionnelles (fibres métalliques, minérales ou polymériques) [21].

I.3.1. La composition chimique des fibres végétales

I.3.1.a. Cellulose

L'existence de la cellulose comme matériau commun dans les parois cellulaires végétales était d'abord découverte par Anselm Payen en 1838 [22]. La cellulose représente la molécule biologique la plus abondante sur terre. D'un point de vue chimique, la cellulose est une macromolécule constituée par une très longue chaîne stéréo-régulière composée de maillons de glucose $C_6H_{12}O_6$ (Figure I.1). La cellulose possède une structure fibrillaire et partiellement cristalline. Les microfibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes totalement désordonnées

Dans la zone cristalline, les chaînes cellulosiques sont disposées parallèlement les unes aux autres, liées par des liaisons hydrogènes intra et intermoléculaires. Toutes les propriétés de la cellulose sont étroitement corrélées à la forte densité des liaisons hydrogène qui se développent entre les chaînes. Les interactions moléculaires sont fortes et assurent l'essentiel de la cohésion tout en empêchant la pénétration des réactifs. Grâce à sa grande cohésion, la cellulose est insoluble dans la plupart des solvants. La cellulose est de nature très hydrophile [23].

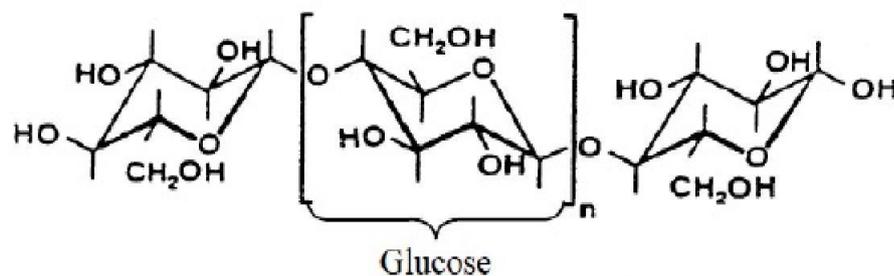


Figure I.1: Molécule de la cellulose [24]

I.3.1.b. Les lignines

La lignine participe à la rigidité structurale des parois cellulaires et protège les plantes contre l'attaque des organismes pathogènes. Ces propriétés mécaniques sont plus faibles que celles de la cellulose. Elle est totalement amorphe et de nature hydrophobe. C'est le composé qui donne de la rigidité à la plante. De même la lignine est considérée comme un polymère thermoplastique, présentant une température de transition vitreuse d'environ 90°C et une température de fusion de l'ordre de 170°C [25].

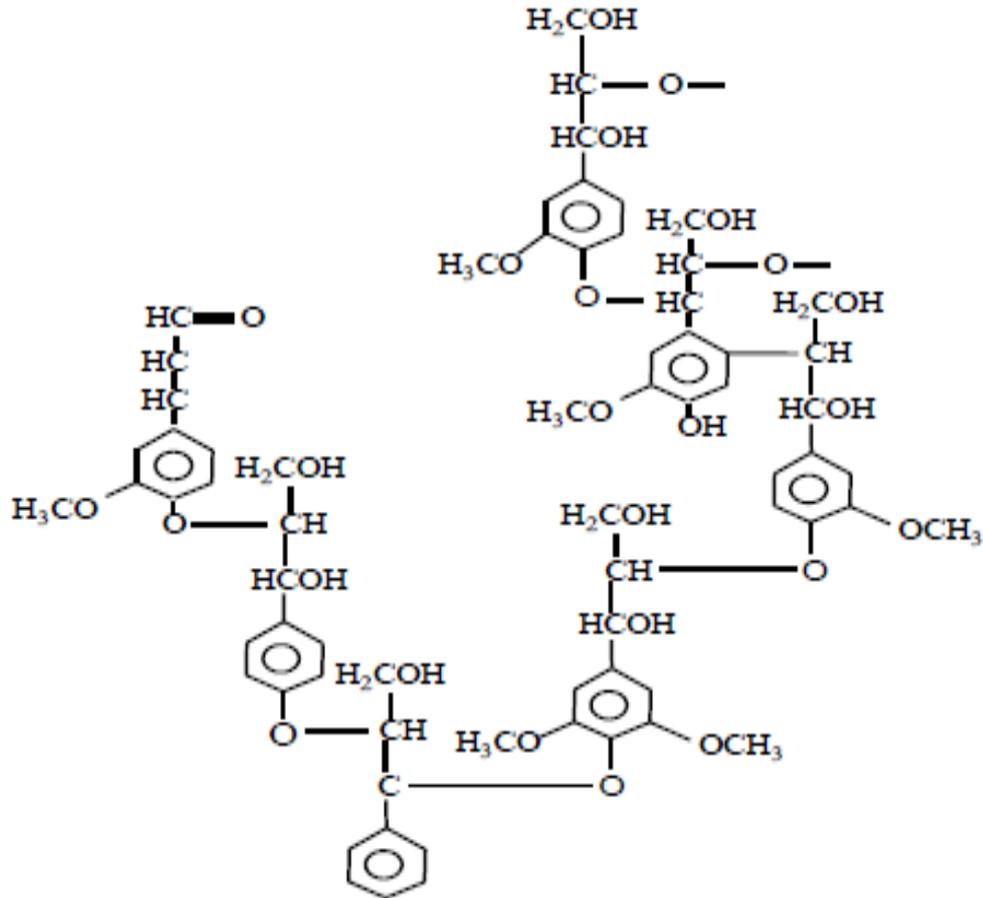


Figure I.2: Structure chimique de la lignine [26]

I.3.1.c. Les hémicelluloses

Dans la plupart des fibres naturelles, la cellulose est mélangée à des hémicelluloses qui sont également des polysaccharides composés d'une combinaison de cycles à 5 et 6 carbonés (Figure I.3). Les hémicelluloses sont des polysaccharides pariétaux non cellulotiques extraits des végétaux. Elles constituent le principal liant dans la structure pariétale des végétaux en s'associant par liaisons hydrogènes aux microfibrilles de cellulose et à la cellulose de la paroi cellulaire. La variabilité des motifs monomères constitutifs de la chaîne principale (xylose, arabinose, glucose, mannose, galactose, etc.) permet de distinguer différents types d'hémicellulose. Les hémicelluloses sont des polymères à chaînes courtes, amorphes, et fortement hydrophiles souvent utilisées comme agent épaississant, stabilisant ou émulsifiant [27].

L'hémicellulose est très hydrophile, soluble en milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides [23,24].

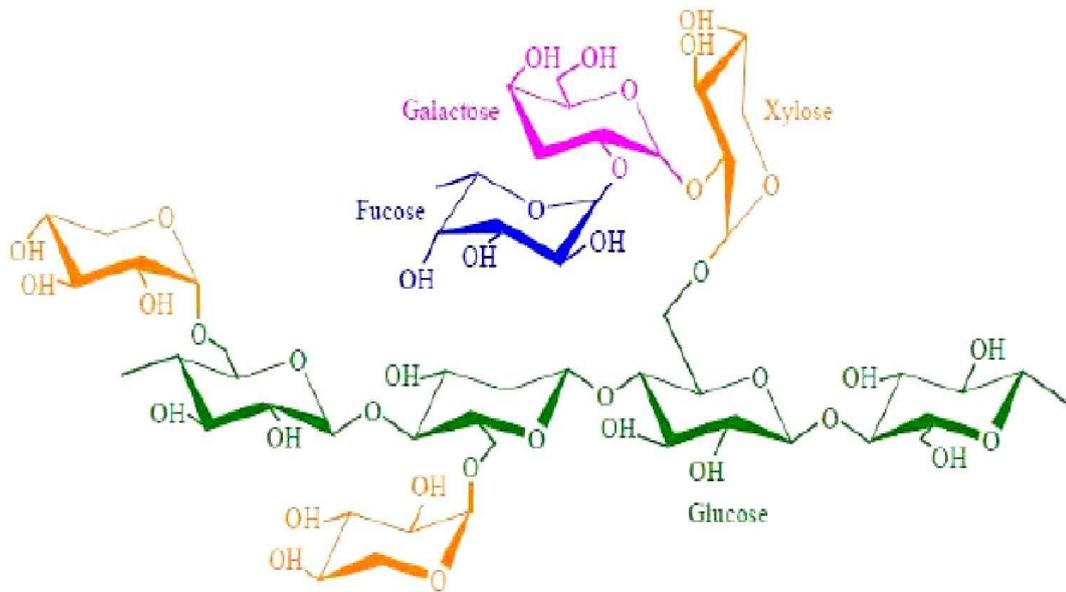


Figure I.3 : Structure d'un type de xyloglucane [28]

I.3.2. Structure de la fibre végétale

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de micro fibrille cellulosiques en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine [29].

La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de micro fibrilles (S1, S2, S3) (Figure I.4)

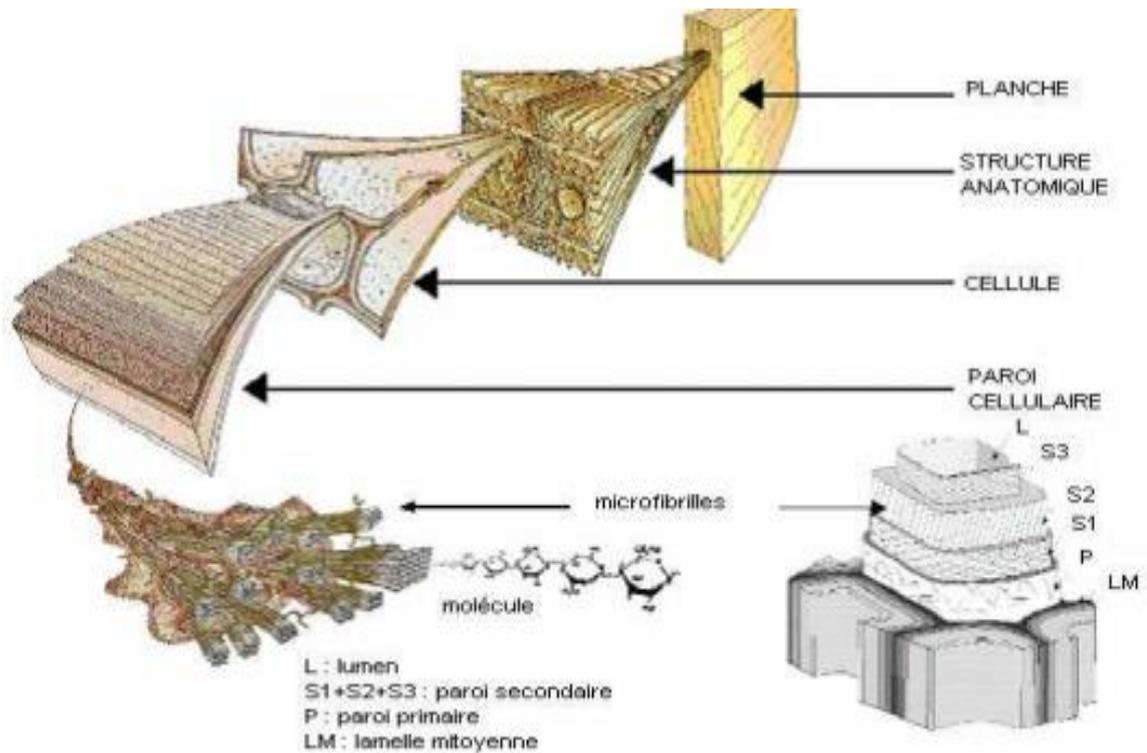


Figure I.4 : Structure du bois (observations multi échelles) [5]

Les micros-fibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle micro fibrillaire dont la valeur varie d'une espèce à l'autre. L'orientation du micro fibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres, plus que l'angle des micros fibrilles augmente, le module de Young (une mesure de la rigidité) décroît, tandis que l'extensibilité des parois augment [30].

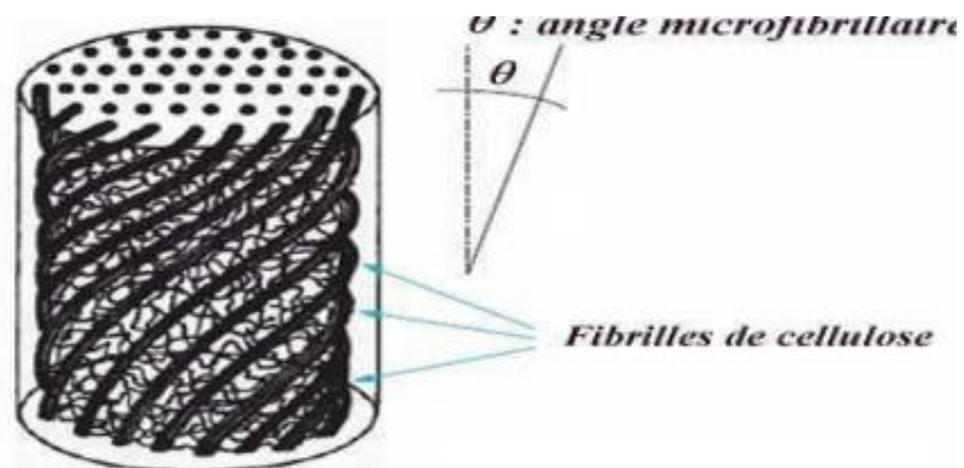


Figure I.5 : Modèle de description de la structure d'une fibre végétale [29]

I.3.3. les avantages et les inconvénients des fibres végétales

Tableau I.2: Principaux avantages et inconvénients des renforts d’origine végétale [31].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> • -Faible coût • - Propriétés mécaniques spécifiques Importantes (résistance et rigidité) • -Biodégradabilité • -Non abrasif pour les outillages • -Neutre pour l’émission de CO₂ • -Demande peu d’énergie pour être produite • -Pas de résidu après incinération • -Pas d’irritation cutanée lors de la manipulation des fibres • -Bonne isolation thermique et acoustique • -Ressource renouvelable 	<ul style="list-style-type: none"> • -Absorption d’eau • -Faible stabilité dimensionnelle • -Biodégradabilité • -Faible tenue thermique (200 à 230°C maximum) • -Fibres anisotropes • -Variation de la qualité en fonction de lieu de croissance, de la météo... • -Pour des applications industrielles, demande la gestion d’un stock • -Renfort discontinu

I.3.4. Les propriétés des fibres naturelles :

Les fibres naturelles sont convenables à renforcer des matrices thermodurcissables et thermoplastiques, grâce à leur résistance et leur rigidité relativement hautes et leur basse densité. Les propriétés mécaniques des fibres végétales en traction présentent de nombreux atouts pour renforcer les matériaux composites si on s’intéresse aux impacts environnements. Cependant, il y a relativement peu de données fiables disponibles dans la littérature pour leur sélection, dues aux limitations dans la méthodologie d’essai [32].

I.3.5. Fibre de palmier dattier :

I.3.5.a. La palme :

La palme est une feuille pennée dont les folioles sont régulièrement disposées en position oblique le long du rachis (Gand) qui s’étend jusqu’au pétiole (Kornaf). Les segments inférieurs sont transformés en épines, plus ou moins nombreuses, et plus ou moins longues. La base pétiolaire des palmes (dit localement Kornaf) est dure et relativement rigide [33]. La longueur d’une palme peut varier de quelques dizaines de centimètre à plusieurs mètres. Suivant

cette longueur, la palme peut être divisée en quatre parties : partie pétiolaire, partie épineuse, partie intermédiaire et partie foliotée. (La Figure I.6) présente les différentes parties d'une palme mûre [34].

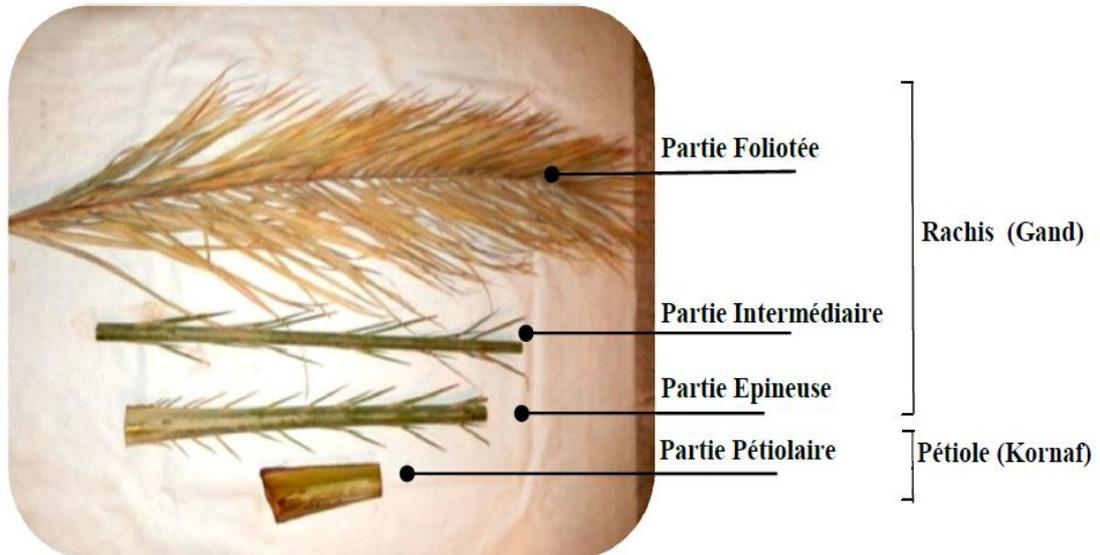


Figure I.6: Les quatre parties de la palme mûre [34]

I.3.5.b .Pétioles (*kornafs*) :

Sont les bases pétiolaires du palmier qui restent collées au stipe après la mort de la palme. Ils se dessèchent à leur extrémité et assurent une protection du tronc. Leur présence permet de grimper sur le palmier.

Entre les KORNAFS, le tronc est recouvert d'un FIBRILLUM, qui est une bourre fibreuse c'est une de tissage végétal que l'on appelle le life [35].



Figure I.7: Pétiole.

I.3.5.c. La couronne

Toutes les palmes vertes sont appelées couronne. Chez un palmier dattier mature, on peut trouver 50 à 200 palmes. Ces dernières sont reproduites par le bourgeon terminal ou phyllophore [36].

I.3.5.d. Le grappe

La grappe, appelée régime de dattes, est la partie qui supporte les fruits du palmier. On parle aussi de régime pour les bananes. Il est accroché au palmier par la hampe, qui est d'ailleurs tellement résistante qu'elle doit être sciée pour être décrochée. Il peut contenir plus de 1000 fruits [36].

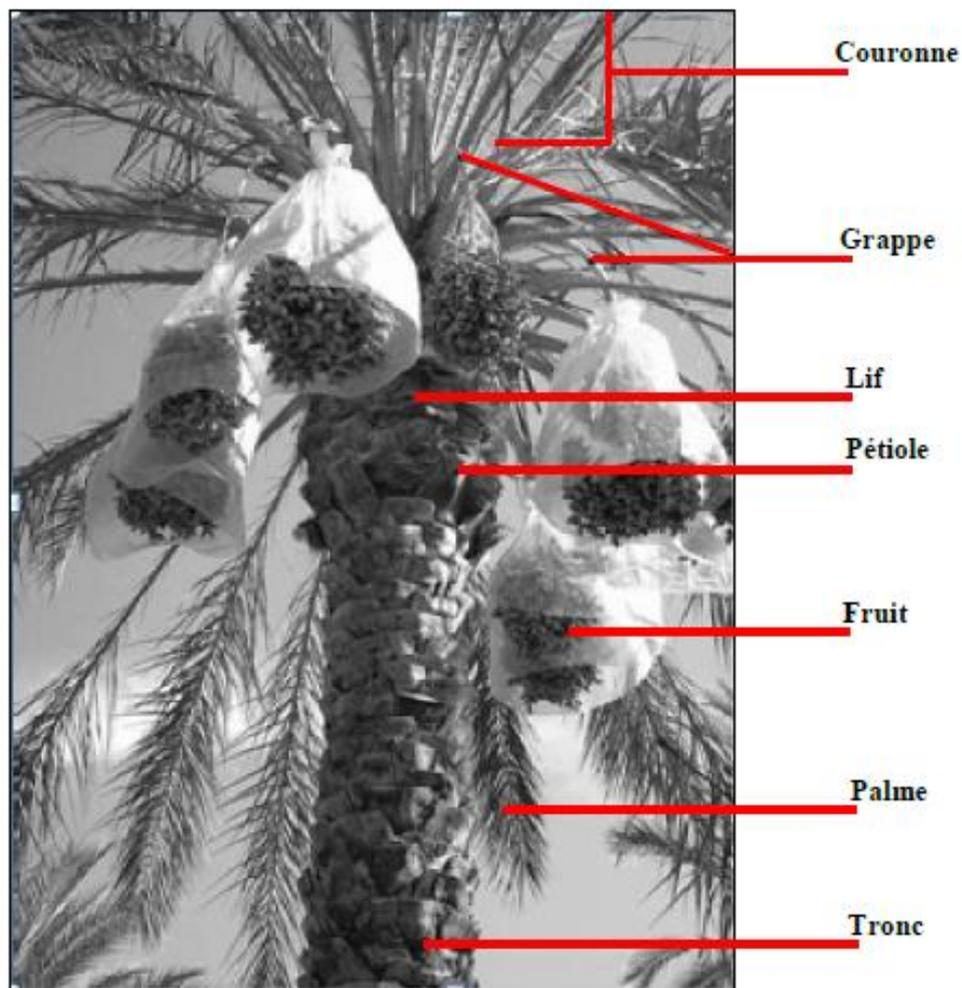


Figure I.8: Schéma de palmier dattier

I.4. INTERFACE D'UN MATERIAU COMPOSITE : NOTION D'ADHESION

La nature de l'adhésion fibre/matrice inclut le verrouillage mécanique, l'attraction électrostatique, l'enchevêtrement moléculaire, et la réaction chimique. L'interphase est constituée de la surface de contact (interface) fibre/matrice ainsi que de la région d'un volume fini prolongée dans la matrice. Elle peut être considérée comme un constituant du composite car elle possède des propriétés chimiques, physiques, et mécaniques différentes de celles de la fibre et de la matrice. L'interphase assure la liaison fibre/matrice et permet le transfert des contraintes de l'une à l'autre sans déplacement relatif. Cependant, l'hypothèse que l'interphase n'a pas d'épaisseur est souvent faite pour faciliter l'analyse micromécanique des composites [37].

I.4.1. Interface fibre/matrice

La liaison entre fibre et matrice dépend généralement de l'arrangement atomique et moléculaire ainsi que des compositions chimiques de la fibre et de la matrice. Cependant, les propriétés morphologiques et la capacité de diffusion de chaque matériau sont aussi à prendre en compte dans la compréhension des phénomènes interfaciaux. Plusieurs facteurs peuvent donc influencer l'interface et le transfert de charge entre fibre et matrice. Généralement, il s'agit de la contribution de plusieurs facteurs.

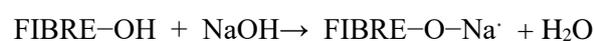
Afin d'améliorer l'adhésion fibre/matrice, la fibre est traitée chimiquement ou physiquement. Dans le cas des fibres de verre ou de carbone, la fibre est revêtue d'une substance chimique dite ensimage qui dépend du type de la fibre et de la matrice. Cependant, ces ensimages sont optimisés pour les thermodurcissables et peu pour les thermoplastiques [10].

I.4.2. Modification de l'interface fibres végétales /thermoplastiques

I.4.2.1. Les méthodes chimiques de modification de la surface

I.4.2.1.a. Le traitement alcalin

Le traitement alcalin des fibres naturelles, appelé aussi mercerisage, est une méthode couramment utilisée. Le schéma de la réaction est:



Le traitement alcalin conduit à une défibrillation de la fibre ce qui augmente ainsi sa surface spécifique, réduit le diamètre de la fibre et augmente le rapport d'aspect conduisant à

l'élaboration d'une topographie de surface rugueuse, qui se traduit par une meilleure adhérence à l'interface fibre/matrice et une augmentation des propriétés mécaniques [38].

Aussi, le traitement alcalin augmente le nombre de sites réactifs possibles, permet un meilleur mouillage des fibres et réagit sur la composition chimique des fibres, sur le grade de polymérisation et sur l'orientation moléculaire de la cellulose cristalline. Et ce, en raison de l'absence des substances de cimentation (la lignine et l'hémicellulose) qui ont été supprimées lors de ce traitement alcalin.

Par conséquent, ce traitement a eu un effet considérable sur les propriétés mécaniques des fibres naturelles et principalement sur la résistance à la traction et la rigidité du composite. Sauf que si le traitement est fait à haute concentration de la soude NaOH, il pourrait y avoir une extraction excessive de la lignine et d'hémicellulose, ce qui peut se traduire par l'endommagement des parois des cellules ultimes. Des réductions des propriétés mécaniques ont été rapportées dans la littérature après traitement alcalin excessif [39]. Ce traitement est reconnu pour le fait qu'il hydrolyse les parties amorphes de la cellulose présente dans les fibres de sorte qu'après traitement, le matériau (contenant de la cellulose) présente une forte cristallinité [40]. En outre, il supprime les cires et les huiles en provenance des surfaces [41].

I.4.2.1.b. Imprégnation des fibres

L'imprégnation offre une meilleure combinaison de la fibre et du polymère. Les fibres sont imprégnées dans des solutions polymères ou par dispersion d'un polymère de faible viscosité qui sont, bien entendu, compatibles avec le polymère du composite WPC. La difficulté provient pour bon nombre de polymères du manque de solvants disponibles. Cependant l'imprégnation s'est avérée une solution intéressante dans le cas de composites WPC à matrice PS ou PVC [42].

I.4.2.1.c. Couplages chimiques

C'est l'une des méthodes de modification chimique des fibres la plus importante. Son principe repose sur l'utilisation d'agents de couplage qui permettent de former un pont chimique entre la fibre et la matrice. Ceux-ci sont couramment utilisés dans les composites fibres [43].

- **Les agents de couplage organiques**

Sont les plus utilisés pour les produits à base de bois. Ils disposent dans leurs structures moléculaires des groupes bis- ou multifonctionnels. Ces groupes fonctionnels tels que les

isocyanate (-N=C=O), l'anhydride maléique (-CO)₂O-, interagissent avec les groupes polaires (-OH) de la cellulose et de la lignine pour former des liaisons covalentes ou hydrogènes [44].

• Traitement avec le permanganate de potassium

Il est effectuée en utilisant différentes concentrations de solution de permanganate de potassium (KMnO₄) dans de l'acétone avec une durée de 1 à 3 min après un prétraitement alcalin. Comme un résultat du traitement de permanganate, la tendance hydrophile des fibres est réduite, et ainsi, l'absorption de l'eau des fibres composite diminue avec l'augmentation de la concentration de KMnO₄. La méthode au permanganate est indiquée comme l'une des meilleures méthodes pour améliorer la liaison à l'interface fibre-polymère [45].

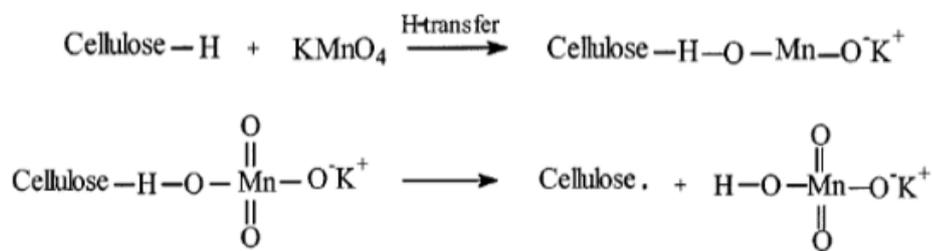


Figure I.9 : Schéma de la modification chimique des fibres cellulosiques par le permanganate de potassium [45].

• Les agents de couplage inorganiques

Sont nettement moins importants dans les composites WPC. Les silicates permettent par exemple de créer une certaine compatibilité entre la fibre de bois et le polymère. Il faut noter que ce type d'agent agit plutôt comme un agent dispersif qui contrebalancerait la polarité de la surface des fibres de bois [46].

I.4.2.2. Les méthodes physiques de modification de la surface :

Les modifications physiques apportées aux fibres ont pour objectifs de modifier l'énergie de surface augmentant la mouillabilité fibres/matrice et/ou de favoriser l'imbrication mécanique entre les fibres et la matrice. Plusieurs techniques peuvent être employées, par exemple, un battage mécanique permet une fibrillation externe qui entraîne une augmentation de la surface de contact. Ce battage peut être couplé ou remplacé par un traitement par décharge électrique de Plasma ou de Corona, augmentant la mouillabilité [47].

Références

- [1] L. GORNET, Généralités sur les matériaux composites, Document pédagogique, École centrale d'ingénieur Nantes FRANCE, 2008.
- [2] A.KACED, Caractérisation mécanique et tolérance à l'endommagement des matériaux composites à renfort verre et matrice organique, Mémoire De Magister, Université de TIZI-OUZOU, 2016.
- [3] S.NEDJIMA, Effet de la modification chimique des déchets lignocellulosiques sur les propriétés physico-chimiques des composites PVC/Papier journal, thèse de doctorat de l'université de BEDJAIA, 2014.
- [4] J. AUCHER, Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable, Thèse, Ecole Doctorale SPMII, 2009.
- [5] L.GENDRE, "Les Grandes Familles de Matériaux Composites," Paris, 2011.
- [6] K. BENZARTI, Durabilité des matériaux composites dans un environnement Génie Civil : Expérimentation multi-échelle et analyse statistique, thèse de doctorat de l'université de Lyon, 2019.
- [7] M.KHAROUBI, Etude du comportement mécanique de matériaux composites sous chargement cyclique et dynamique, Thèse de doctorat, Université 08 MAI 45 GUELMA, 2009.
- [8] H. L. BOUDJEMA, Elaboration de matériaux composites biodégradable issus de ressources renouvelables, Université D'ORAN 2, 2015-2016.
- [9] EL HADJI BABACAR LY, Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose, Thèse de doctorat, 2008.
- [10] S. BOUZOUITA, « Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel », Autre. Ecole Centrale de Lyon; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir, Français. P27, 2011.
- [11] A. J. PEACOCK, « Handbook Of Polyethylene: Structures, Properties And Applications », Marcel. Dekker, NEW YORK, 2001.
- [12] J.REAULT, « Les Polymères Solides », Cépadués, PARIS, 2002.
- [13] L. DAVID, S. ETIENNE, « Introduction à la physique des polymères », Dunod, PARIS, 2002.
- [14] D.R.NORTON, A.KELLER, « The Spherulitic And Lamellar Morphology Of MeltCrystallized Isotactic Polypropylene », Polymer, Vol.26, p 704-716, 1985.
- [15] M.COULIBALY, Modélisation micromécanique et caractérisation expérimentale du comportement des matériaux hétérogènes élastoviscoplastiques, Application à la valorisation des polymères recyclés, Thèse de doctorat, Université de LORRAINE, 2008.

- [16] D. METIN, F. TIHMINLIOG, D. BALKOSE, S. ULKU, The effect of interfacial interactions on the mechanical properties of polypropylene/natural zeolite composites, *Composites: Part A* 35, 23–32, 2004.
- [17] H-H. KAUSCH, N. HEYMANS, C.J. PLUMMER, P. DECROLY, *Matériaux polymères : Propriétés mécaniques et physiques, Traité des Matériaux*, Presses Polytechniques et Université ROMANDES, 2001.
- [18] C. BALEY, "Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites," *Techniques de l'ingénieur*, no. am5130, pp. 1–17, 2013.
- [19] M. JOHN and S. THOMAS, "Biofibres and biocomposites," *Carbohydrate Polymers*, vol. 71, no. 3, pp. 343–364, Feb. 2008.
- [20] J. BAYER, L. A. GRANDA, J. A. MENDEZ, M. A. PELACH, F. VILASECA, and P. MUTJE, "Cellulose polymer composites (WPC)," *Advanced High Strength Natural Fibre Composites in Construction*, pp. 115–139, 2016.
- [21] C. MAGNIONT, *Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources*, Thèse de doctorat, Université de TOULOUSE, FRANCE, 343p, 2010.
- [22] J. BIAGIOTTI, D. PUGLIA, and J. M. KENNY, "A review on natural fibre-based composites-part I: structure, processing and properties of vegetable fibres," *Journal of Natural Fibers*, vol. 1, pp. 37-68, 2004.
- [23] M. RAGOUBI, "Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne," Thèse de doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, FRANCE, 2010.
- [24] H. VILLE, "Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non," thèse de doctorat, Ecole des Mines d'Alès, FRANCE, 2011.
- [25] Y. BOUHADJILA.Z. E. RAHEM, *Traitement des fibres de palmier dattier : influence sur les propriétés des composites fibrés*, Mémoire, Université BADJI MOKHTAR-ANNABA, 2019.
- [26] D. HAMMICHE, «Synthèse d'un Nouvel Agent de Couplage PVC-g-MA et son Utilisation dans les Composites PVC/Alfa», mémoire de magister, université de BEJAIA, 2010.
- [27] A. NENONENE, "Élaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage," Thèse de doctorat, Université de Toulouse, FRANCE, 2009.
- [28] D. SEDAN, "Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment: influence sur les propriétés mécaniques du composite," thèse de doctorat, Université de Limoges, FRANCE, 2007.
- [29]

- [30] L.YAHIAOUI, « caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales DISS», option mécanique applique, université de SETIF, 2011.
- [31] F.LAURANS, A.DEJARDIN, J.PILATE, ''Physiologie de la formation des parois de fibres de bois'', composites et matériaux avancés, Vol.16, pp.27-39,2006.
- [32] C.BALEY, Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, Techniques de l'ingénieur, réf : N2220 V1, 10 avril 2005.
- [33] S. ROY and L. B. LUTFAR, Bast fibres: jute. Dhaka, Bangladesh: International Jute Study Group (IJSG), 2012.
- [34] P. MUNIER, "Le palmier-dattier," Techniques agricoles et productions tropicales, vol. 24, pp. 221, 1973.
- [35] T. DJOUDI, M. HECINI, D. SCIDA, Y. DJEBLOUN, and B. GUERIRA, "Caractérisation physique et mécanique du bois et des fibres issus d'une palme mûre de palmier dattier," Matériaux & Techniques, vol. 106, pp. 403. 2018.
- [36] SBIAI, "Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier: effet de l'oxydation au tempo sur les fibres," Thèse de doctorat, INSA-LYON, 2011.
- [37] T. GUETTAF TAMEM, "Modélisation du comportement mécanique des constituants du palmier dattier," Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider de BISKRA, 2017.
- [38] P. PROMBUT, Caractérisation de la propagation de délaminage des stratifiés composites multidirectionnels. Thèse de Doctorat, Université Toulouse III Paul Sabatier FRANCE, 2007.
- [39] S.KALIA, B.S.KAITH, I.KAURA, Pretreatments of Natural Fibers and their Application as Reinforcing Material in Polymer Composites – A Review. Polymer Engineering and Science, 49, 1253-1272.2009.
- [40] E.S.RODRIGUEZ, P.M.STEFANI, A. VAZQUEZ, Effects of Fibers 'Alkali Treatment on the Resin Transfer Moulding Processing and Mechanical Properties of Jute-Vinylester Composites, Journal of Composite Materials, Vol. 41, No. 14.2007.
- [41] M. LE TRODEC, D.SEDAN, C.PEYRATOUT, J.P. BONNET, A. SMITH, R.GUINEBRETIERE, V.GLOAGUEN, P.KRAUSZ. Influence of various chemical treatments on the composition and structure of hemp fibers, Composites- Part A: applied science and manufacturing, 39, 514-522.2008.
- [42] N.SGRICCIA, M.C. HAWLEY, M. MISRA .Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites, Composites- Part A: applied science and manufacturing, 39, 1632-1637.2008.
- [43] L. E.-H. BABACAR, "Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose," Ph.D. dissertation, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2008.

- [44] A.K.BLEDZKI, S. REIHMANNE, J. GASSAN. Properties and modifications methods for vetables fiber for natural fibre composites, J. Appl. Polym. Sci. 59, P.1329-1336.1996.
- [45] F. MICHAUD, « Rhéologie de panneaux composites bois / thermoplastiques sous chargement thermomécanique, Aptitude au postformage », Thèse de Doctorat, Université LAVAL, CANADA 2003.
- [46] M. S. SREEKALA, M. G. KUMARAN, S. JOSEPH and M. JACOB, « Oil palm fiber reinforced phenol formaldehyde composites: influence of fibre surface modifications on the mechanical performance», applied composite materials7: 295–329, 2000.
- [47] F, GEHRING. Etude du comportement mécanique et de l'endommagement de composites thermoplastiques renforcés de fibres courtes de chanvre : Approche expérimentale et modélisation. Thèse de doctorat. Université de Lorraine. 2013.

CHPITRE II

***MATERIAUX ET
TECHNIQUES
EXPERIMENTALES ET
CHARACTERISATIONS***

CHAPITRE II

MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET CARACTERISATIONS

II.1. MATERIAUX

II.1.1. Le polypropylène

Le polymère utilisé est le polypropylène (ISPLEN, PP080G2M), sous forme de granulés de couleur blanche, Le Polypropylène est fourni de l'entreprise énergétique mondiale REPSOL. C'est un homopolymère à haute fluidité destiné au moulage par injection. Il est largement utilisé pour la production de biens de consommation tels que les nôtres :

- Les récipients alimentaires et les emballages rigides.
- Flacons à vide et flacons cosmétiques.
- Meubles de jardin et de maison
- Produit de base pour les composés

Ses caractéristiques sont résumées dans le tableau II.1

Tableau II.1 : Caractéristique de Polypropylène.

Propriétés	Valeurs	Unité
Indice de fluidité (230 °C; 2.16 kg)	20	g/10 min
Température de fusion	190 - 250	°C
Densité	905	kg/m ³
Module de flexion	1600	MPa
Résistance à l'impact Charpy à 23°C	3	kJ/m ²
Température de déflexion à 0.45MPa	85	°C
Dureté Shore	70	D Scale



Figure II.1 : la poudre de polypropylène

II.1.2. L'hydroxyde de sodium

La soude caustique est un produit fourni par la société **BIOCHEM Chermopharma**, ses caractéristiques sont représentées dans le tableau II.2.

Tableau II.2 : Caractéristiques de l'hydroxyde de sodium.

Formule chimique	Masse moléculaire	Pureté
NaOH	40 g/mol	99%

II.1.3. L'acide chlorhydrique

L'acide chlorhydrique utilisé est produit par la société **BIOCHEM Chermopharma**, ses caractéristiques sont données dans le tableau II.3 :

Tableau II.3 : Les caractéristiques de l'HCl.

Formule chimique	Masse moléculaire	Densité	Pureté
HCl	36.46g/mol	1.18	35-38%

II.1.4. Acide sulfurique

L'acide sulfurique utilisé a été produite par la société **SIGMA-ALDRICH**, ses caractéristiques sont représentées dans le tableau II.4.

Tableau II.4: Caractéristiques d'acide sulfurique

Formule chimique	Masse molaire	Pureté
H ₂ SO ₄	98.08 g/mol	95-97%

II.1.5. Acide oxalique

L'acide oxalique utilisé a été produit par la société SIGMA-ALDRICH, ses caractéristiques sont représentées dans le tableau II.5.

Tableau II.5: Caractéristiques d'acide oxalique

Formule chimique	Masse molaire	Pureté
$(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	126.07 g/mol	99%

II.1.6. Bichromate de potassium

Le bichromate de potassium utilisé a été produit par la société SIGMA-ALDRICH, ses caractéristiques sont représentées dans le tableau II.6.

Tableau II.6: Caractéristiques de dichromate de potassium

Formule chimique	Masse molaire	Pureté
$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	294.19g/mol	99%

II.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.2.1. Préparation de fibre de palmier

La foliole de palmier dattier utilisées dans notre étude proviennent de la région de DJEMORAH-BISKRA située au sud-est de l'Algérie, afin de préparer les feuilles, nous passons par les étapes représentées par :

- Les feuilles de palmier sont lavées avec de l'eau froide afin d'éliminer les impuretés puis sont mises sur un support propre, pour sécher à l'air libre pendant quatre jours.
- Les fibres de palmier sont découpées à une longueur de 1 à 2 cm, ensuite ils sont broyés par un broyeur à poivre puis à l'aide d'un moulin électrique.
- Le tamisage des fibres obtenues à travers plusieurs tamis de différents diamètres.
- Les fibres obtenus ont une taille entre 50 à 100 μm .

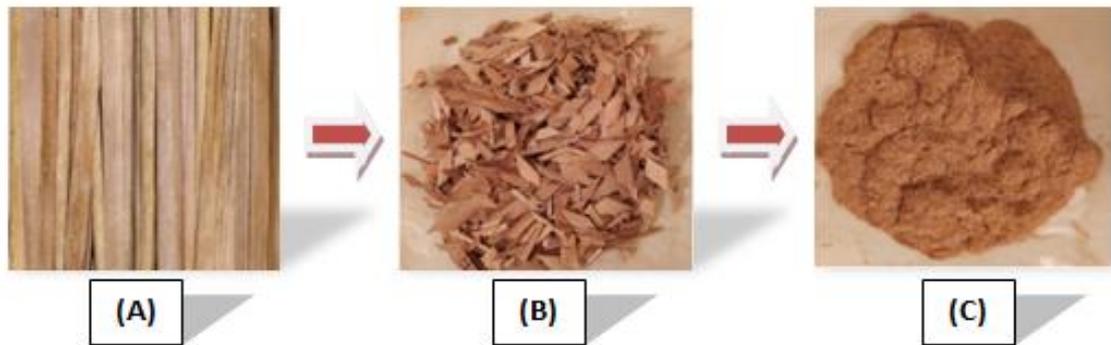


Figure II.2 : (A) Fibre de palmier avant découpage, (B) fibres découpées, (C) fibre après broyage

II.2.2. Traitement chimiques des fibres de palmier dattier par mercerisation (la soude caustique)

Dans un bécher, on introduit 180 g de la farine de palmier et 25g de NaOH à 5wt%/v, le mélange est soumis à un chauffage à 70°C pendant 30min. Les fibres sont ensuite rincées plusieurs fois avec de l'eau distillée contenant quelques gouttes d'acide chlorhydrique afin de neutraliser l'excès de la soude, suivit par un lavage avec l'eau distillée.

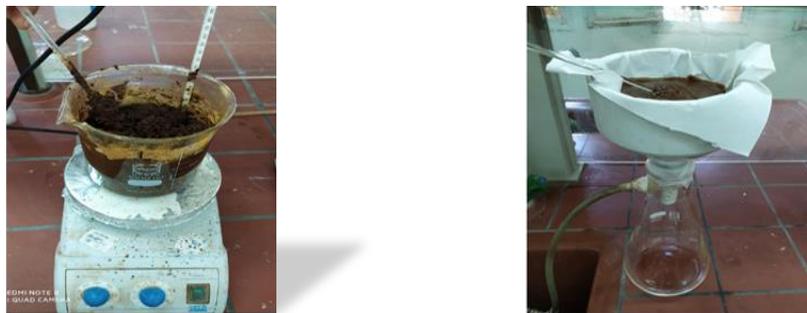


Figure II.3: Traitement des fibres de palmier par mercerisation

II.2.3. Modification chimique des fibres de palmier par le dichromate de potassium $K_2Cr_2O_7$

On introduit 180g des fibres de palmier traitées par la soude dans un bécher contenant la solution d'acide oxalique à 5% wt/v et d'acide sulfurique (0.5% v/v) ont été préparées dans l'eau distillée. Dans cette solution, la concentration de $K_2Cr_2O_7$ a été maintenue à 0.02% wt/v. Après 5 minutes de réaction, on effectue un lavage avec l'eau distillée pour éliminer l'excès d'agent oxydant puis le séchage dans une étuve à 80°C pendant 24h, puis conservés dans un dessiccateur.

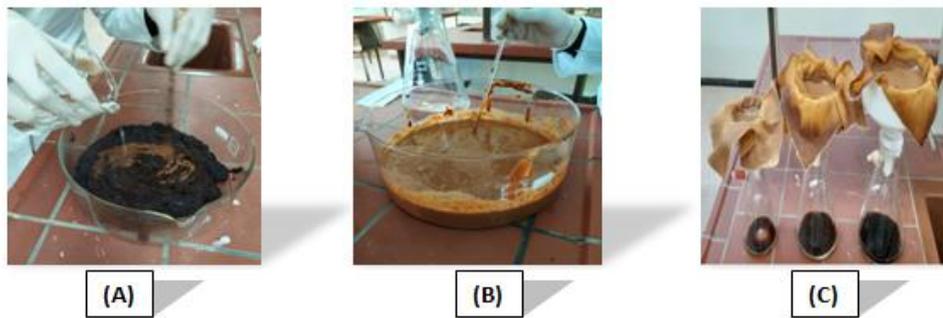


Figure II.4 (A), (B) et (C) : Traitement des fibres par le dichromate de potassium



Figure II.5 : Fibres de palmier après le traitement de dichromate de potassium

II.3. ELABORATION DES COMPOSITES PP/ FIBRES DE PALMIER

II.3.1.Préparation des mélanges

Les composites PP/fibre de palmier dattier ont été préparés avec des fibres non traitées et traitées à des taux de fibres de 10,20 et 30wt%.

Tableau II.7 : Composition des différentes formulations

Formulations	Composition%		
	PP	FNT	FTO _x
PP	100%	-	-
PP/FNT ₁₀	90%	10	-
PP/FNT ₂₀	80%	20	-
PP/FNT ₃₀	70%	30	-
PP/FTO _{x10}	90%	-	10
PP/FTO _{x20}	80%	-	20
PP/FTO _{x30}	70%	-	30

F_0 = PP vierge; PP/FNT_{10} = Formulation à 10% des fibres non traitées; PP/FTO_{x10} = Formulation à 10% des fibres traitées par un agent oxydant bichromate de potassium.

II.3.2. Extrusion monovis

Les mélanges précédents vont alimenter une extrudeuse de type PolyLab OC au niveau du laboratoire de génie mécanique LGM de l'université de Biskra. Les températures maximales ont été maintenues entre 190 et 230°C et la vitesse de rotation de la vis est fixée à 45tours/minute.



Figure II.6 : Extrudeuse de type PolyLab OC

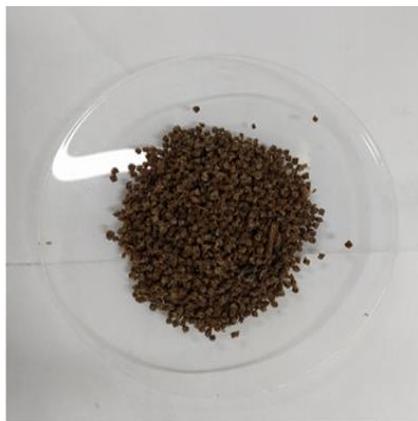


Figure II.7 : granulés des composites de PP et les fibres de palmier après l'extrusion

II.3.3. Moulage des composites

Pour mouler nos échantillons, nous utilisons une presse hydraulique de marque Schwabenthan polystat 300S. Elle est constituée de deux plaques dont les températures sont asservies par un régulateur. Le moulage des composites s'effectue alors de la façon suivante : les bandes obtenues par extrusion sont introduits dans le moule entre deux feuilles d'aluminium et compressées à l'aide de la presse, à une température de 230°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, elles sont par la suite découpées sous forme d'haltère et carrés pour servir dans les différents tests de caractérisation.



Figure II.8 : La presse utilisée (SCHWABENTHAN POLYSTAT 300S)

II.3. TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS

II.3.1. Analyse spectrale par IRTF

Les mesures de spectroscopie infrarouge des différents échantillons, ont été enregistré à l'aide d'un spectrophotomètre infrarouge à transformée de fourier (IRTF) de modèle SHIMADZU FTIR-8400S qui est installé au laboratoire de chimie de l'université de Biskra (Figure II.2). Les échantillons à analyser sont préparés sous forme des pastilles. Il s'agit d'un mélange d'une petite quantité (~5% en masse) de fibres préalablement broyée (traité, ou non

traité) à 95% en masse de bromure de potassium (KBr). La plage de balayage est comprise entre 400 et 4000 cm^{-1} avec une résolution de 2cm^{-1} .



Figure II.9 : spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S

II.3.2. Tests mécaniques 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 (Figure II.10), selon la norme ISO 527. La vitesse de déformation est maintenue constante à 250 mm/min.



Figure II.10 : La machine de traction utilisée.

II.3.3. Analyse thermogravimétrique ATG/DTG

Les analyses thermogravimétriques (TGA) ont été réalisées en utilisant l'équipement NETZSCH STA 449 F3 Jupiter au niveau du laboratoire des Silicates, Polymères et des Nanocomposites (LSPN) de l'université de Guelma. Tous les tests sont effectués sur des échantillons ayant une masse moyenne de 20 mg, et une vitesse de chauffage de 10°C/min jusqu'à 700°C et sous un flux d'azote.



Figure II.11 : Analyseur thermique différentielle (DSC, ATD & ATG) de type Netzsch...

CHPITRE III

***RESULTATSET
DISCUSSIONS***

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1. III.1. CARACTERISATION DES FIBRES DE PALMIER DATTIER

III.1.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR

Les spectres infrarouge des fibres de palmier non traités (FNT) et modifiées avec de l'agent d'oxydation $K_2Cr_2O_7$ (FTOx) sont donnés dans la figure III.1. Le pic vers 3411 cm^{-1} qui correspond à la vibration de valence des liaisons O-H correspond à l'ensemble des hydroxyles, primaires et secondaires subit après la modification une légère diminution d'intensité. Cela est expliqué par la conversion d'une partie des alcools primaires en acide carboxylique [1]. Le pic vers 720 cm^{-1} qui traduit la déformation du groupement (-OH) disparaît aussi. Les bandes d'intensité moyenne centrées vers 2920 et 2854 cm^{-1} traduit les vibrations d'élongation symétrique et asymétrique des liaisons C-H du groupe $-CH_2$ des segments de la cellulose et de la lignine [2].

Les pics correspondant aux groupements carbonyles C=O de la lignine ($1737, 1234\text{ cm}^{-1}$) n'est plus observé après le traitement (FTOx). Cela s'explique par l'hydrolyse partielle des hémicelluloses, caractérisée par la rupture des liaisons C-O-C entre deux monomères [3, 4]. L'intensité du pic à 1509 cm^{-1} caractéristique du groupe C=C diminue aussi [5]. La présence des pics de lignine dans le spectre de la fibre traitée démontre que les fibres contiennent encore de la lignine. La mercerisation élimine le tissu épidermique cireux, les pectines adhésives et les hémicelluloses qui lient les faisceaux de fibres les uns aux autres et aux gaines riches en pectine et en hémicellulose du noyau [6].

Cependant, nous pouvons constater sur le spectre l'apparition de la bande d'absorption caractéristique de la vibration d'élongation de C=O (groupement carboxylate) à 1328 cm^{-1} . Cette bande est caractéristique des groupements carboxylates. L'oxydation avec l'agent d'oxydation $K_2Cr_2O_7$ permet de convertir les alcools primaires de la cellulose en groupements aldéhydes et de fabriquer par la suite des nanofibres de cellulose lorsque l'oxydation mène à la formation de carboxylates [7]. Par ailleurs on peut proposer le mécanisme réactionnel suivant :



Schéma III.1 : Mécanisme réactionnel entre les fibres de palmier et l'agent oxydant $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

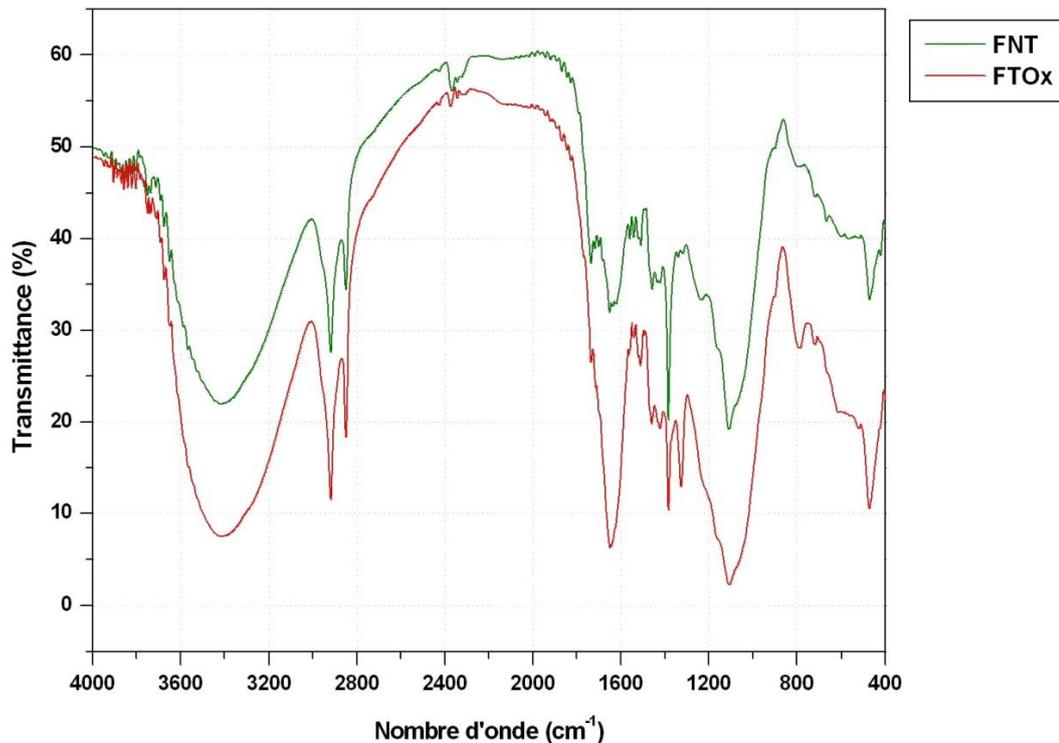


Figure III.1 : Spectres IRTF des fibres de palmier dattier traitées et non traitées

III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITES ELABORES

III.2.1. Essai de traction

III.2.1.1. Contrainte à la rupture

La figure III.2 illustre l'évolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du taux de charge. L'augmentation du taux de charge dans la matrice PP conduit à une diminution de la contrainte à la rupture pour les composites à fibre non traitée comparés à la matrice du PP vierge. L'augmentation de taux de charge augmente l'air interfacial et affaiblit les interactions entre la charge et la matrice qui empêche la propagation d'effort [8, 9].

Nous observons une légère amélioration des contraintes à la rupture pour les composites traités PP/FTOx avec l'agent oxydant $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ par rapport aux composites non traités. Cette augmentation est probablement due à la meilleure dispersion de la charge et particulièrement au renforcement des liaisons interfaciales entre le PP et les fibres de palmier traitées. Les fibres de palmier oxydées par le dichromate de potassium $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ subissent une rugosité de la surface et

une réduction de la compacité des faisceaux de fibres, ce qui améliore la surface disponible pour favoriser plus d'interpénétration entre les fibres et la matrice PP. Cela entraîne une amélioration des propriétés mécaniques des composites traités [10].

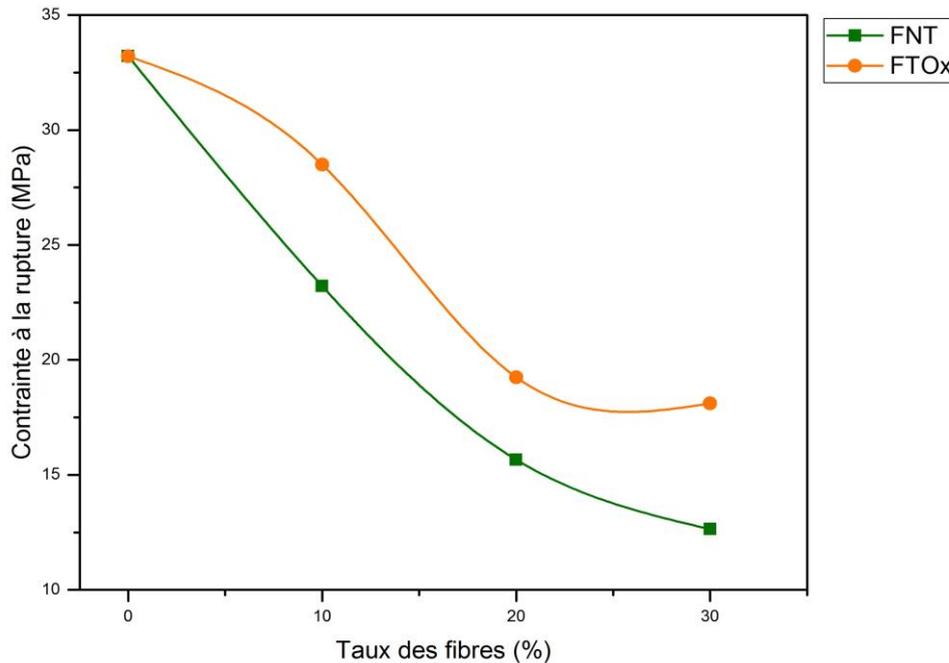


Figure III.2 : Evolution de la contrainte à la rupture de PP vierge et ses composites en fonction du taux des fibres traitées et non traitées

III.2.1.2. Allongement à la rupture

L'évolution de l'allongement à la rupture des composites traités et non traités en fonction du taux des fibres de palmier dattier est illustrée sur la figure III.3. On remarque que la tendance de l'ensemble des formulations en fonction du taux des fibres non traitées et traitées, est caractérisée par une baisse significative de l'allongement à la rupture. Pour les composites élaborés avec la fibre non traitée, cette diminution pourrait s'expliquer d'une part, par la nature hydrophile des fibres non traitées qui absorbent plus d'humidité et provoquent un gonflement dans la matrice PP ce qui provoque la fragilisation du matériau. Et d'autre part en raison du volume de plus en plus important qu'occupent les particules de la fibre, créant des défauts dans le système et réduisant les interactions interchaines, associée à une variation ductile fragile de comportement du matériau [11]. Par ailleurs on remarque que l'ajout de la fibre traitée avec l'agent oxydant n'apporte guère d'amélioration dans la déformation, un tel résultat est confirmé par Nachtigall et al [12].

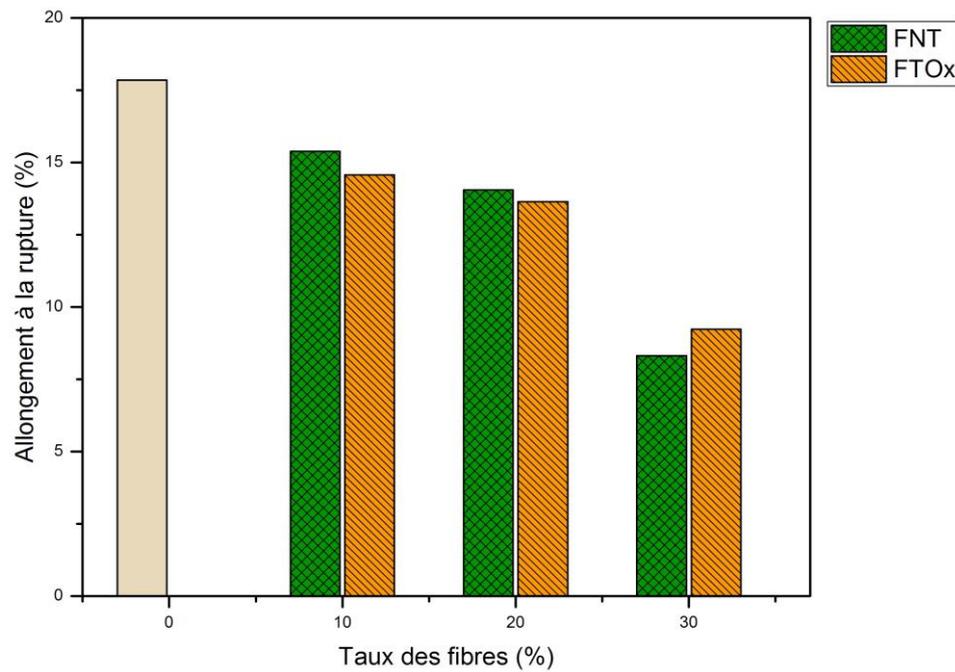


Figure III.3: Evolution de l'allongement à la rupture de PP vierge et ces composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitée

III.2.1.3. Module d'Young

La figure III.4, représente l'évolution du module d'Young en fonction du taux des fibres de palmier traitées et non traitées. Nous remarquons que le module d'Young accroît avec l'augmentation des fibres non traitées. Cette augmentation indique que la rigidité des composites est augmentée, ce comportement est attribué à la phase rigide des fibres dispersée qui confère une grande rigidité à la matrice polymère [13, 14]. Le traitement chimique des fibres conduit à la diminution du module d'Young ce qui probablement due à une meilleure adhésion interfaciale PP/FTOx comparée aux composites non traités PP/FNT, ce qui rapporte plus de restriction à la capacité de déformation de la matrice dans la zone élastique [15]. Ceci a en conséquence, amélioré les propriétés mécaniques.

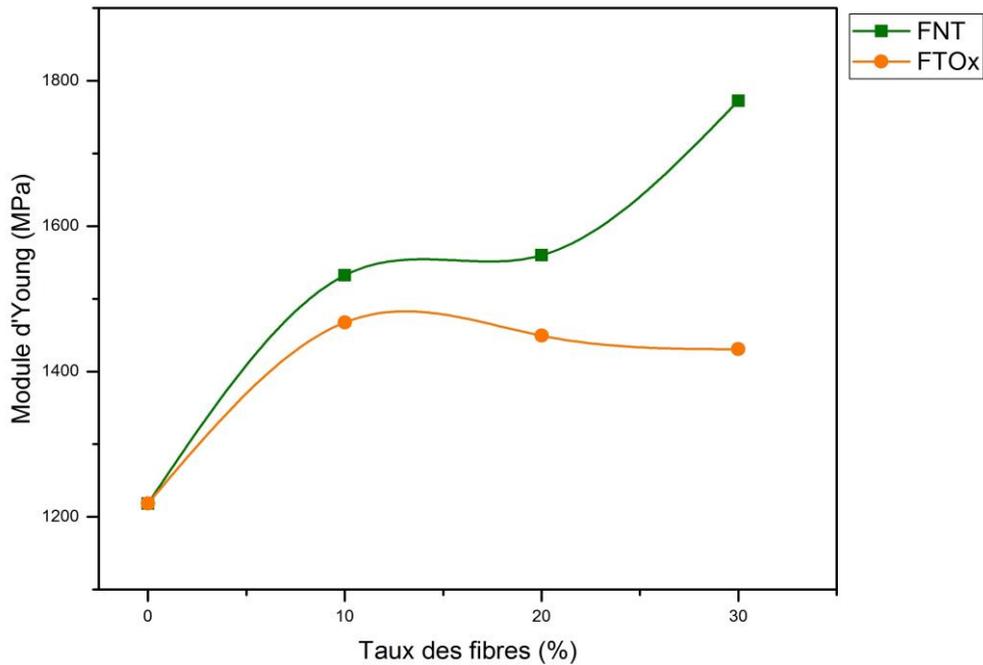


Figure III.4 : Evolution de module d'Young de PP vierge et ces composites en fonction du taux des fibres traitées et non traitées.

III.2.3. Analyse thermogravimétrique ATG/DTG

La figure III.5, représente les thermogrammes ATG, de polypropylène et ces différents composites non traités et traités avec le dichromate de potassium $K_2Cr_2O_7$ à 20wt%. Nous enregistrons un seul stade dégradation pour le polypropylène PP, contrairement aux composites (PP/FNT₂₀, PP/FTOx₂₀) dont la dégradation se fait en trois étapes [12, 16].

En effet, l'allure générale de dégradation thermique des composites est similaire pour tous les échantillons caractérisés par perte de masse très importante dans la gamme de température 400-450°C qui correspond à la décomposition de la matrice PP donne principalement du propylène trimère [17], suivis d'un palier de stabilité au-delà de 500°C qui caractérise le résidu de carbonisation retrouvés en fin de sa décomposition. Les fibres de palmier dattier présentes trois phases de décomposition. La première à 100°C est attribuée à l'évaporation graduelle de l'eau absorbée [18]. Entre 200° et 300°C la dégradation de l'hémicellulose et de la cellulose se produit. Au-delà de 350°C elle est associée à la décomposition et la condensation des cycles aromatiques du troisième constituant de la fibre qui est la lignine [19].

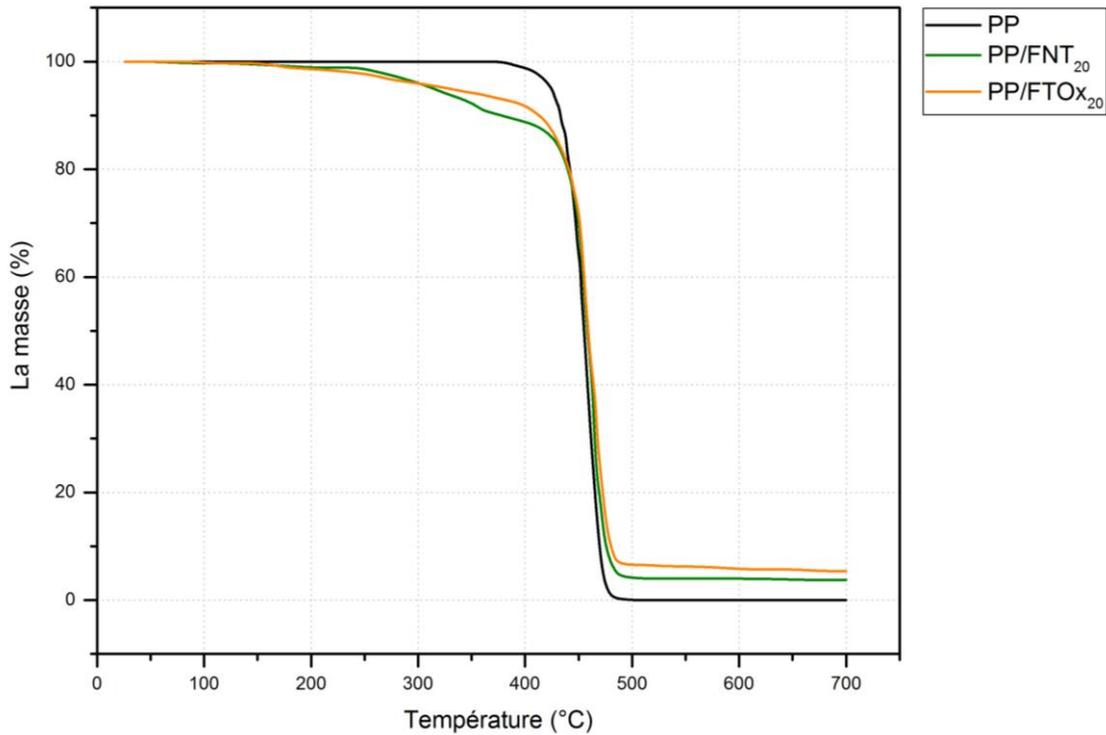


Figure III.5 : Thermogrammes ATG du PP et des composites PP/FNT et PP/FTOX à 20% des fibres de palmier

En présence des fibres de palmier non traitées, la température initiale de décomposition de composite PP/FNT₂₀ diminue. Cette diminution est probablement causée par la décomposition des constituants des fibres de palmier. En revanche pour les composites traités enregistrent un gain dans la température de début de décomposition comparés aux composites non traités. Elle est de 420 °C pour le PP, de 295 °C et 300 °C pour les formulations PP/FNT₂₀, PP/FTOX₂₀ respectivement. Donc on conclue que les composites préparés avec l'agent oxydant K₂Cr₂O₇ sont plus stables que les composites non traités.

La figure III.6, représente les thermogrammes DTG, des différents composites non traités et traités avec le dichromate de potassium K₂Cr₂O₇ à 20wt%. En analysant les pics représentés, On constate, que les vitesses de dégradation maximales enregistrées sont : 34.63, 32.02 et 22.58 %/min pour les formulations PP vierge, PP/FNT₂₀ et PP/FTOX₂₀ respectivement, correspondant à des température de dégradation maximales de 466.2°, 455.7° et 461.8°C, on peut voir clairement que la charge lignocellulosique retarde d'une manière significative la dégradation du polypropylène. Autrement dit, elle joue le rôle d'inhibiteur de la dégradation thermique [20].

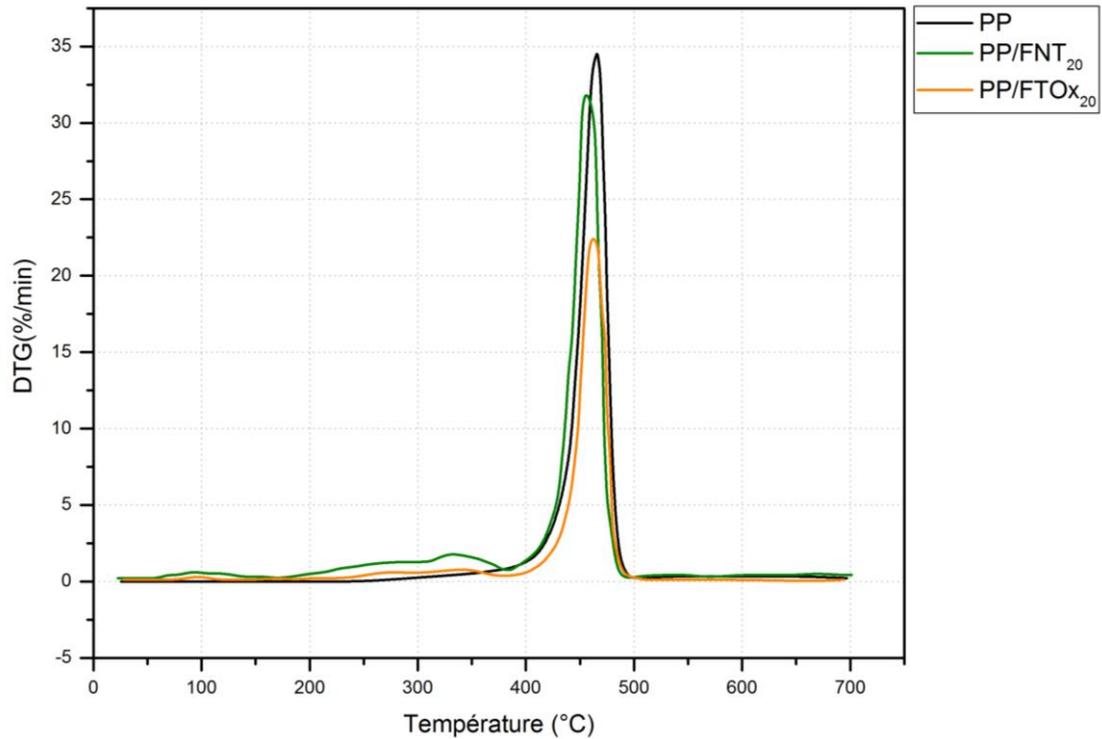


Figure III.6 : Courbes $\Delta m / \Delta T = f(T)$ du PP et des composites PP/FNT et PP/FTOx à 20% des fibres de palmier

L'exploitation des thermogrammes TG-DTG des différents composites non traités et traités nous permet de déterminer les températures de début de compositions, les différents paliers de dégradation et la teneur en résidu. Le détail de ces résultats est rapporté sur le tableau III.1.

Tableau III.1 : Comparaison des principaux paramètres thermiques des différents composites.

Composites	Température de début de décomposition (°C)	Température maximale de décomposition (°C)	Vitesse maximale de décomposition (%/min)	Taux de résidu (%)
PP	420	466.2	34.63	0.27
PP/FNT	295	455.7	32.02	3.70
PP/FTOx	300	461.8	22.58	5.39

Références

- [1] S. AMROUNE, A. BEAZI, A. BELAADI, C. ZHU, F. SCARPA, S. RAHATEKAR, A. IMAD, *Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (Phoenix dactylifera L.)*, Composites: Part A 71; 95–106, 2015.
- [2] S.L. FÁVARO, T.A. GANZERLI, A.G.V DE CARVALHO NETO, O.R.R.F DA SILVA, E. RADOVANOVIC, *Chemical, morphological and mechanical analysis of sisal fiberreinforced recycled high-density polyethylene composites*, Express Polymer Letters,4; 465– 473, 2010
- [3] P. UPADHYAYA, M. GARG, V. KUMAR, A. K. NEMA, *The Effect of Water Absorption on Mechanical Properties of Wood Flour/Wheat Husk Polypropylene Hybrid Composites*, Materials Sciences and Applications, 3; 317-325, 2012.
- [4] A. EL OUDIANI, S. MSAHLI, F. SAKLI, *In-depth study of agave fiber structure using Fourier transforminfrared spectroscopy*, Carbohydrate Polymers, 164; 242–248, 2017.
- [5] B. XIAO, X.F. SUN, R.C. SUN. *Chemical, structural, and thermal characterization of alkali-soluble lignins and hemicelluloses and cellulose from maize stem*, Polym Degrad Stab, 74; 307–19, 2001.
- [6] P.J. HERRERA-FRANCO, A. VALADEZ-GONZALEZ, *A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites*, Composites: Part B, 36; 597–608, 2005.
- [7] U. ŠEBENIK, R. LAPASIN, M. KRAJNC, *Rheology of aqueous dispersions of Laponite and TEMPO-oxidized nanofibrillated cellulose*, Carbohydrate Polymers 240, 116330, 2020.
- [8] H. DJIDJELLI, A. BOUKERROU, R. FOUNAS, A. RABOUHI, M. KACI, J. FARENC, J.J. MARTINEZ-VEGA, D. BENACHOUR, *Preparation and characterization of poly(vinyl chloride)/virgin and treated sisal fiber composites*, Journal of applied Polymer science, 103, 3630-3636, 2007.
- [9] N. ISLAM, R. RAHMAN, M. HAQUE, M. HUQUE, *Physico-mechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites*, Composites Part A, 41, 192-198 2010.
- [10] A .K. JAHANGIR, A. K. MUBARAK, I. RABIUL, A. GAFUR, *Mechanical, Thermal and Interfacial Properties of Jute Fabric-Reinforced Polypropylene Composites: Effect of Potassium Dichromate*, Materials Sciences and Applications, 1, 350-357, 2010.
- [11] R. Punyamurthy, D. Sampathkumar, R. Patel G. Ranganagowda, B. Bennehalli, C.V. Srinivasa, *Mechanical properties of abaca fiber reinforced polypropylene composites: Effect of chemical treatment by benzenediazonium chloride*, Journal of King Saud University - Engineering Sciences, 29 ; 289-294, 2017.
- [12] S. M.B. NACHTIGALL, G. S.CERVEIRA, S. M.L.ROSA, *New polymeric-coupling agent for polypropylene/wood-flour composites*, Polymer Testing, 26, 619–628, 2007.

- [13] F.P. La Mantia, M. Morreale, *Accelerated weathering of polypropylene/wood flour composites*, *Polymer Degradation and Stability*, 93; 1252–1258, 2008.
- [14] S. Sultana Mir, H. Mahbub, N. Hasan, J. Hossain, N. Nafsin, *Effect of Chemical Treatment on the Properties of Coir Fiber Reinforced Polypropylene and Polyethylene Composites*, *Polymer Composites*, 38; 1259-1265, 2017.
- [15] A. K. JAHANGIR, A. K. MUBARAK, I. RABIUL, *Mechanical, Thermal and Degradation Characteristics of Jute Fabric-reinforced Polypropylene Composites: Effect of Potassium dichromate as Oxidizing Agent*, *Fibers and Polymers*, 15; 2386-2394, 2014.
- [16] N. OLIVARES, P. TIEMBLO, J. M. GOMEZ-ELVIRA, *Physicochemical processes along the early stages of the thermal degradation of isotactic polypropylene I. Evolution of the γ relaxation under oxidative conditions*, *Polymer Degradation and Stability*, 65, 297-302, 1999.
- [17] E. JAKAB, G. VARHEGYI, O. FAIX, *Thermal decomposition of polypropylene in the presence of wood-derived materials*, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 56, 273–285, 2000.
- [18] S. S. Z HINDI, *Suitability of date palm leaflets for sulphated cellulose nanocrystals synthesis*, *Nanoscience and Nanotechnology Research*, 4(1): 7-16, 2017.
- [19] A. J. NUNEZ, J. M. KENNY, M. M. REBOREDO, M. I. ARANGUREN, N. E. MARCOVICH, *Thermal and dynamic mechanical characterization of polypropylene-woodflour composites*, *Polymer Engineering and Science*, 42, 733-741, 2002.
- [20] S. S. Z. HINDI, M. O. ALBUREIKAN, A. A. AL-GHAMDI, H. ALHUMMIANY, S. M. AL-SHARABI, *Effect of Potassium Dichromate on Properties and Biodegradation of Gum Arabic Based Bioplastic Membranes*, *Nanoscience and Nanotechnology Research*, 4: 49-58, 2017.

***CONCLUSION
GENERALE***

CONCLUSION GENERALE

L'étude réalisée dans ce travail avait pour objectif d'élaborer des composites à base de polypropylène renforcé par la fibre de palmier dattier. Nous nous sommes intéressés particulièrement au problème d'adhésion à l'interface fibre /matrice. Par ailleurs, l'une des modes de traitement a été choisie : le traitement avec un agent oxydant par une solution de dichromate de potassium $K_2Cr_2O_7$ à 0,02 % wt/v en milieu acide oxalique et acide sulfurique. La mise en évidence de la modification a été examinée par l'analyse IRTF, et l'impact des traitements sur les propriétés mécaniques, et thermique des composites ont été de même étudiés. Compte tenu des résultats obtenus, on peut conclure que :

- Les résultats en infrarouge ont montré que la structure de la fibre de palmier dattier a changé après le processus de traitement. Cette modification a été montrée par la disparition de pic à 1737 cm^{-1} après le traitement.
- L'étude des propriétés mécaniques (traction) a montré que la contrainte et l'allongement à la rupture des composites diminuent avec l'augmentation du taux de la fibre. Mais il y a une certaine amélioration de la contrainte à la rupture par le traitement. Le module d'élasticité croît progressivement.
- L'incorporation des fibres de palmier traitées contribue à l'amélioration de la stabilité thermique des composites traités comparés aux composites non traités.

Résumé

Ce manuscrit comporte une étude de l'effet d'un agent oxydant sur les propriétés des composites en polypropylène (PP) renforcé par des fibres de palmier dattier avec des taux de charge variant de 10 à 30%. Les fibres ont été traitées avec le dichromate de potassium en milieu acide oxalique et acide sulfurique, où le pourcentage de l'agent oxydant $K_2Cr_2O_7$ a été maintenu à 0,02 % wt/v. La mise en évidence de la modification a été examinée par l'analyse IRTF, l'impact de traitement chimique sur les propriétés physico-mécaniques et thermique des composites a été étudié.

Mots clé : matériaux composites, polypropylène, fibres de palmier dattier, propriétés mécanique, propriétés thermique, Agent oxydant.

Abstract

This manuscript investigates the effect of the oxidizing agent on the properties of polypropylene (PP) composites reinforced with date palm fibers with filler loading from 10 to 30%. The fibers were treated with potassium dichromate in oxalic acid and sulfuric acid medium, where the percentage of the oxidizing agent $K_2Cr_2O_7$ was maintained at 0.02% wt/v. The effect of the treatment was examined by the FTIR analysis; the impact of the treatments on the mechanical and thermal properties of the composites was also studied.

Key words: composite materials, polypropylene, palm fibers, mechanical properties, thermal properties, Oxidizing agent.

المخلص

تهدف هذه الدراسة إلى تسليط الضوء على تأثير العامل المؤكسد على خواص مركبات البولي بروبيلين (PP) المقواة بألياف نخيل التمر بمعدل تحميل من 10 إلى 30%. تمت معالجة الألياف بثنائي كرومات البوتاسيوم في وسط حمض الأوكساليك وحمض الكبريت، حيث تم الحفاظ على النسبة المئوية لعامل الأكسدة $K_2Cr_2O_7$ عند 0.02%، التغييرات التي حدثت بعد المعالجة تم تحليلها بواسطة تقنيات مختلفة مثل: الأشعة تحت حمراء FTIR، وتأثير المعالجة على الخصائص الميكانيكية، و الحرارية للمركبات تمت دراستها أيضا.

الكلمات الدالة: المواد المركبة، البولي بروبيلين، ألياف النخيل، الخصائص الميكانيكية، الخصائص الحرارية، عامل مؤكسد.