



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 Chimie
Spécialité Chimie des matériaux
Réf. :

Présenté et soutenu par :
TERKI CHAIMA et BEN HACENE WIAM

Le : Samedi 26 juin 2021

ETUDE MECANIQUE ET THERMIQUE DE COMPOSITES POLYESTER INSATURE-FIBRE DU PALMIER DATTIER DPLF

Jury :

Dr. Habiba LARAOU	MCB	Université Med Khider- Biskra	Président
Pr. Ahmed MEGHEZZI	Pr	Université Med Khider- Biskra	Rapporteur
Dr. Lynda DJOUDI	MCB	Université Med Khider- Biskra	Examineur

Année universitaire : 2020/2021



Dédicace

*Au nom de DIEU le Clément et le Miséricordieux Louange à
ALLAH le Tout-puissant*

*En tout premier lieu, je remercie le bon DIEU, tout puissant, de m'avoir
donner la force , ainsi que le courage pour
dépasser toutes les difficultés.*

*Je dédie ce modeste travail : Aux êtres les plus chers
que j'ai au monde ; Mes chers **parents** pour tous leurs sacrifices, leur amour,
leur tendresse, leur soutien et leurs
prières tout au long de mes études,*

*A mes frères, **Raouf** et **Abdarrahman**, pour leur
appui et leur encouragement,*

*A tous les membres de ma famille **Ben hacene**.*

A tous mes professeurs qui m'ont transmis le meilleur de leur savoir.

*A mes amies et surtout ma chère binôme **Terki Chaima**.*

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

Ben Hacene Wiam





Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

*A Celle qui m'a donné la vie et l'envie
de vivre, à celle qui m'a entouré de sa tendresse, à celle
qui a attendu avec patience les fruits de sa bonne éducation,
à ma très chère Mère.*

*A celui qui a été toujours là pour moi, à celui qui
m'indique la bonne voie en me rappelant que la volonté
fait toujours les grandes personnes, à mon adorable Papa.*

*Mes très chers frères **Mohamed** et **Mossaab**.*

*A ma sœur **Khanssa** et aussi mes autres petites sœurs.*

*Je dédie mon travail à Mes connaissances et à mes très chères amies, mes
collègues de chimie des matériaux de l'Université Mohamed Khider, Biskra
et sur tout ma chère binôme **Ben Hacene Wiam**
Merci beaucoup.*

Chaima Terki





Remerciements

*Nous remercions, en premier lieu, **Allah** le tout Puissant pour la volonté, la santé et la patience qu'Il nous a données pour terminer ce mémoire.*

Nous voulons remercier est bien évidemment notre encadreur du mémoire qui nous a soutenu merveilleusement encadré.

*Merci Dr. **Meghezzi Ahmed** professeur à l'Université de Biskra, pour ses conseils qui nous ont permis de persévérer dans notre travail et surtout merci pour votre confiance et votre franchise.*

Nous remercions également les membres du jury pour l'intérêt qu'ils portent à ce modeste travail en acceptant son examination . Nous remercions tous les enseignants qui ont contribué à notre formation.

Sommaire

Dédicace	
Remerciement	
Sommaire	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction générale	01
Référence	03

Chapitre I : Notions générales sur les polymères

Introduction	04
1. Définitions	04
a) Polymère	04
b) Monomère	04
c) Macromolécule.....	04
d) Polymérisation.....	04
e) Degré de polymérisation (DPn)	04
2. Différentes classes de polymères	05
2.1. Selon leur origine	05
• Les polymères naturels.....	05
• Les polymères artificiels.....	05
• Les polymères synthétiques	05
2.2. Selon leur nature chimique	05
• Les polymères minéraux	05
• Les polymères organiques.....	05
• Les polymères mixtes.....	06
2.3. Classification selon l'architecture	06
• Les polymères d'architecture linéaire.....	06

• Les polymères ramifiés	06
• Les polymères réticulés.....	07
• Les architectures dendritères.....	07
2.4. Classification selon la structure chimique	07
2.4.1. Les homopolymères	07
• Homopolymères linéaires	07
• Homopolymères branchées	07
• Homopolymères étoilés.....	07
2.4.2 .Les copolymères.....	07
• Copolymère statistique.....	07
• Copolymère alterné	08
• Copolymère séquencé (à blocs)	08
2.5. Classification Selon leur structure (dimensionnalité).....	08
2.5.1. Polymères linéaires (ou monodimensionnels).....	08
2.5.2 .Polymères bidimensionnels	08
2.5.3. Polymères tridimensionnels	09
2.6. Selon leur comportement thermique et mécanique	09
• Polymère thermoplastique.....	09
• Polymère thermodurcissable.....	09
• Les élastomères	09
3. Utilité des polymères	10
3.1. Intérêt des polymères dans notre vie	10
3.2 .Applications des polymères.....	10
4. Les avantages et les inconvénients des polymères	11
Référence	12

Chapitre II : Notions sur les polymères thermodurcissables - Les composites polyesters insaturés UP - fibre naturelles

Introduction	14
I. Notions sur les polymères thermodurcissables.....	14
1. Les polyesters insaturés.....	15

1.1 Définition.....	15
1.2 Formule du polyester insaturé(UP)	15
1.3 Propriétés des polyesters insaturés	16
a. Propriétés physiques	16
b. Propriétés mécaniques	16
c. Propriétés chimiques	16
d. Propriétés thermiques	16
e. Propriétés électriques	16
f. Stabilité dimensionnelle.....	17
1.4 Synthèse de polyester insaturé	17
1.5 Le mécanisme du polyester UP	18
1.6 Applications d'UP	19
• Polyesters non renforcés	19
• Polyesters renforcés par des fibres de verre.....	19
1.7 Les avantages et les inconvénients de la résine Polyesters insaturés	20
II - Les matériaux composites et les fibres de palmier dattier	20
1. Les différents types de fibres.....	20
1.1. Les fibres naturelles.....	20
•Fibres minérales	20
• Les fibres animales.....	21
• Les fibres végétales	21
1.2 Les fibres chimiques.....	22
• Les fibres chimiques artificielles	22
• Les fibres chimiques synthétiques	22
2. Composition chimique des fibres végétales	22
2.1 La cellulose.....	23
2.2 L'hémicellulose.....	24
2.3 Lignine	25
3. Les avantages et inconvénients des fibres végétales	25
4. Classification des fibres végétales.....	26
5. Présentation et La Morphologie des fibres de palmier dattier.....	26
• Les dattes.....	27
• Le palme.....	28

• Le tronc	28
• Pétioles (kornafs)	29
6. Répartition géographique du palmier dattier	30
7. Composition chimiques des fibres de palmier dattier	30
III - Matériaux composites	31
a. Définition	31
b. Les composites fibreux	31
c. Composant	31
• La matrice	31
• Renforts	32
d. Charge	32
• Charges renforçantes	32
• Charges non renforçantes	32
e. Additifs	32
Référence	33

Chapitre III : Elaboration de composites « UP » - fibre DPLF et caractérisation

Introduction	38
1- Elaboration des feuilles de palmier dattier	38
1.1 Préparation de la poudre des feuilles de palmier dattier	39
1.2 Préparation de la solution de NaOH à 6%	39
1.2.1 Préparation des solutions	39
• Solution de NaOH 6%	39
• Acide acétique diluée	40
1.2.2 Traitement de la fibre DPLF par NaOH	41
1.2.3 Traitement par le 3- γ -méthacrylpropyl triéthoxysilane (MPS)	42
2- Préparation des plaques	43
2.1. Matériaux utilisés	43
a. Le polyester	43
b. Le durcisseur (catalyseur)	43
2.2 Moulage	44

2.3 Composite POLYESTER-DPLF	46
2.4. Les calculs théoriques du tableau	47
• La masse du moule	47
• Pour un mélange de (85UP/15DPLF)	47
3- Techniques de caractérisations	48
3.1 Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (IRTF OU FTIR)	49
• Définition	49
• Principe	49
• Préparation des échantillons	50
3.2. Absorption d'eau	51
5.3. Tests mécaniques	54
a. Test de traction	54
• Préparation des éprouvettes	55
• Étapes de l'essai	56
• Paramètres d'études de traction	57
b. Test de la dureté Shore D	58
• Mode opératoire	59
Référence	60

Chapitre IV : Résultats et interprétations

1. L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR	61
1.1 L'analyse spectroscopique infrarouge pour UP	61
1.2 L'analyse spectroscopique infrarouge pour DPLF non traitée	62
1.3 L'analyse spectroscopique infrarouge pour DPLF traitée par NaOH 6%	63
1.4 L'analyse spectroscopique infrarouge pour DPLF traitée par silane	64
2. L'absorption de l'eau distillée	64
2.1 Influence du taux de fibre (DPLF) sur l'absorption	65
2.2 Influence du traitement chimique sur l'absorption	65
2.2.1 Traitement chimique par NaOH	65
2.2.2 Traitement chimique par silane	66
2.3. Influence de la nature du traitement chimique	67

3. Les résultats de l'étude mécanique	69
3.1 L'influence du taux d'additif (DPLF) sur les propriétés mécaniques	69
a- Étude de la résistance à la rupture	69
b- Étude de l'allongement à la rupture	70
c- Étude de la dureté SHORE	71
3.2 L'influence du traitement chimique	71
3.2.1 L'influence du traitement chimique par NaOH	71
a – Étude de la résistance à la rupture	72
b – Étude de l'allongement à la rupture	72
c- Étude de la dureté SHORE	73
3.2.2 L'influence du traitement chimique par silane	73
a –Étude de la résistance à la rupture	74
b -Étude de l'allongement à la rupture	74
c –Étude de la dureté SHORE	75
3.2-3 l'influence du type de traitement chimique sur les propriétés mécaniques ..	76
a -Étude de la résistance à la rupture	76
b - Étude de l'allongement à la rupture	77
c- Étude de la dureté SHORE	78
Conclusion générale	79
Annexes.....	80
Résumé	

Liste des figures

Figure I.1 : Modèle schématique de la synthèse d'un polymère	05
Figure I.2 : Classification des architectures macromoléculaires selon Tamolia	06
Figure I.3 : Représentation de la chaîne d'un polymère linéaire.....	08
Figure I.4 : Représentation schématique d'un polymère bidimensionnel, ici le carbone graphite	09
Figure I.5 : Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel	09
Figure II.1 : Formule chimique du polyester insaturé	15
Figure II.2 : Montage de polycondensation pour la synthèse de polyester Insaturés	17
Figure II.3 : Réaction de polycondensation de la résine UP	18
Figure II.4 : Réaction de copolymérisation de la résine UP	18
Figure II.5 : Exemples d'applications des polyesters UP	19
Figure II.6 : Structure d'une fibre végétale	23
Figure II.7 : Structure chimique de la cellulose.....	23
Figure II.8 : Organisation de la cellulose	24
Figure II.9 : Représentation des micro-fibrilles constituant les fibres de cellulose.....	24
Figure II.10 : Différents composants du palmier dattier	27
Figure II.11 : Dattes	28
Figure II.12 : Djérid	28

Figure II .13 : Tronc	29
Figure II.14 : Pétiole	29
Figure II.15 : Répartition des palmiers dattiers de l'Algérie par wilaya en 2014 ...	30
Figure III.1 : Feuilles des Palmes	38
Figure III.2 : Broyage et tamisage de la fibre DPLF	39
Figure III.3 : Préparation d'une solution de NaOH	40
Figure III.4 : La solution de NaOH à 6%.....	40
Figure III.5 : DPLF immergée dans la solution de NaOH à 6%	41
Figure III.6 : DPLF immergée dans la solution de NaOH à 6% après 24 heures	41
Figure III.7 : le pH basique de DPLF traitée par NaOH.....	42
Figure III.8 : le pH acide après neutralisation par l'acide acétique	42
Figure III.9 : Poudre DPLF traitée par NaOH	42
Figure III.10 : Solution préparée du silane	43
Figure III.11 : Traitement de la fibre DPLF par le silane.....	43
Figure III.12 : Poudre DPLF traitée par le silane.....	43
Figure III.13 : Polyester insaturé.....	44
Figure III.14 : Catalyseur	44
Figure III.15 : Dépôt de silicone sur le moule.....	44
Figure III.16 : Pesée du Polyester insaturé.....	45
Figure III.17 : Pesée de la fibre DPLF	45
Figure III.18 : Versement du mélange dans le moule	45
Figure III.19 : Plaques de composites Polyester-DPLF	46
Figure III.20 : Présentation du moule des composites	46

Figure III.21 : Spectrophotomètre à transformée de Fourier de type SHIMADZU FTIR-8400S.....	50
Figure III.22 : La pesée d'une quantité de fibre et de KBr.....	50
Figure III.23 : Mélange de KBr et de la fibre.....	51
Figure III.24 : Une pastille préparée.....	51
Figure III.25 : Presse à vide.....	51
Figure III.26 : les échantillons après le séchage.....	52
Figure III.27 : Pesée des échantillons (m_0) avec la balance analytique utilisée.....	52
Figure III.28 : Immersion des plaques.....	53
Figure III.29 : Pesée des échantillons (m) après l'immersion.....	53
Figure III.30 : Machine de traction de type Zwick/Roell.....	55
Figure III.31 : Préparation des éprouvettes.....	56
Figure III.32 : Emporte-pièce.....	56
Figure III.33 : Mesure des dimensions de l'éprouvette.....	56
Figure III.34 : Éprouvette d'essai mise en place dans la machine de traction.....	57
Figure III.35 : Le duromètre utilisé.....	58
Figure III.36 : Test de la dureté Shore.....	59
Figure IV.1 : Spectre infrarouge du polyester UP (100%).....	61
Figure IV.2 : Spectre Infrarouge du composite UP/DPLF NT 15 %.....	62
Figure IV.3 : Spectre FTIR du composite UP/DPLF 15% traitée NaOH.....	63
Figure IV.4 : Spectre FTIR du composite DPLF 15% T silane.....	64
Figure IV.5 : Influence du taux de fibre DPLF sur l'absorption du composite.....	65
Figure IV.6 : Influence du traitement chimique par NaOH sur l'absorption.....	66

Figure IV.7 : Influence du traitement chimique par le silane sur l'absorption	67
Figure IV.8: Influence du traitement chimique de la fibre DPLF à 15% sur le phénomène d'absorption d'eau.....	68
Figure IV.9 : Influence du traitement chimique de la fibre DPLF à 30% et 20 % sur le phénomène d'absorption d'eau	68
Figure IV.10 : Courbe histogramme de la résistance à la rupture de DPLF non traitée	69
Figure IV.11 : Courbe histogramme de l'allongement à la rupture de DPLF non traitée	70
Figure IV.12 : Courbe histogramme de la dureté SHORE de DPLF non traité	71
Figure IV.13 : Courbe histogramme de la résistance à la rupture de la fibre DPLF traitée par NaOH.....	72
Figure IV.14 : Courbe histogramme de l'allongement à la rupture de la fibre DPLF traitée par NaOH	72
Figure IV.15 : Courbe histogramme de la dureté SHORE de la fibre DPLF traitée par NaOH.....	73
Figure IV.16 : Courbe histogramme de la résistance à la rupture de la fibre DPLF traitée par le silane.....	74
Figure IV.17 : Courbe histogramme de l'allongement à la rupture de la fibre DPLF traitée par le silane.....	74
Figure IV.18 : Courbe histogramme de la dureté SHORE de la fibre DPLF traitée par le silane.....	75
Figure IV.19 : Variation de la résistance à la rupture des composites (UP/DPLF 15 % NT, UP/DPLF 15 % traitée NaOH , UP/DPLF 15 % traitée Silane).....	76

Figure IV.20 : Variation de l’allongement à la rupture des composites(UP/DPLF 15 % NT , UP/DPLF 15 % traitée NaOH , UP/DPLF 15 % traitée Silane).....	77
Figure IV.21 : Variation de la dureté Shore des composites (UP/DPLF 15 % NT , UP/DPLF 15 % traitée NaOH , UP/DPLF 15 % traitée Silane).....	78

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Application des polymères	10
Tableau I.2 : Les avantages et les inconvénients des polymères	11
Tableau II.1 : Différents exemples type de thermodurcissables.....	15
Tableau II.2 : Les propriétés mécaniques des polyesters insaturés (UP)	16
Tableau II.3 : Propriétés électriques des polyesters.....	17
Tableau II.4 : Avantages et inconvénients des résines polyesters	20
Tableau II.5 : Les avantages et inconvénients des fibres végétales.....	25
Tableau II.6 : Composition chimique des fibres de palmier.....	30
Tableau III.1 : Les différentes formulations de nos échantillons	48
Tableau IV.1 : Fréquences caractéristiques du polyester UP (100%).....	61
Tableau IV.2 : Fréquences caractéristiques du composite UP/DPLF 15 % N.T.....	62
Tableau IV.3 : Fréquences caractéristiques du composite UP/DPLF 15% traitée NaOH	63
Tableau IV.4 : Fréquences caractéristiques de la fibre DPLF 15% traitée silane	64
Tableau IV.5 : Les résultats de l'analyse de la résistance à la rupture de DPLF non traité	70
Tableau IV.6 : Les résultats de l'analyse de l'allongement à la rupture de DPLF non traité	70
Tableau IV.7 : Les résultats de l'analyse de la dureté SHORE de DPLF non traité	71

Tableau IV.8 : Les résultats de l’analyse de la résistance à la rupture de la fibre DPLF traitée par NaOH.	72
Tableau IV.9 : Les résultats de l’analyse de l’allongement à la rupture de la fibre DPLF traitée par NaOH.	73
Tableau IV.10 : Les résultats de l’analyse de la dureté SHORE de la fibre DPLF traitée par NaOH.....	73
Tableau IV.11 : Les résultats de l’analyse de la résistance à la rupture de la fibre DPLF traitée par le silane.....	74
Tableau IV.12 : Les résultats de l’analyse de l’allongement à la rupture de la fibre DPLF traitée par le silane.....	75
Tableau IV.13: Les résultats de l’analyse de la dureté SHORE de la fibreDPLF traitée par le silane.....	75
Tableau IV. 14 : Les résultats de l’analyse de la résistance à la rupture des composites (UP/DPLF 15 % NT , UP/DPLF 15 % traitée NaOH , UP/DPLF 15 % traitée Silane)	77
Tableau IV.15 : Les résultats de l’analyse de la résistance à la rupture des composites (UP/DPLF 15 % NT , UP/DPLF 15 % traitée NaOH , UP/DPLF 15 % traitée Silane)	77
Tableau IV.16 : Les résultats de l’analyse de la résistance à la rupture des composites (UP/DPLF 15 % NT , UP/DPLF 15 % traitée NaOH , UP/DPLF 15 % traitée Silane)	78

Liste des abréviations

DPLF : Fibres des feuilles de palmier dattier.

MPS : 3- γ -méthacrylpropyl triéthoxysilane.

FTIR : Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier.

E : Module des pertes mécaniques

Tg : Température de transition vitreuse

UP : Polyester insaturé.

M(UP) : Masse du polyester insaturé.

M(Cat) : Masse du catalyseur.

KBr : Bromure de potassium.

Δm (%) : Pourcentage d'eau absorbée par les échantillons.

A decorative vertical bar on the left side of the page, consisting of two overlapping rectangular bars. The front bar is a dark red color, and the back bar is a lighter, semi-transparent red color.

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Introduction générale

Les matériaux polymères sont employés dans diverses applications où la longévité est exigée. Cependant, l'inconvénient majeur de ces matériaux reste leur forte sensibilité au vieillissement naturel lors de leur utilisation dans les conditions atmosphériques. Cela est dû à la dégradation des chaînes macromoléculaires sous l'action du soleil, de la chaleur, de l'humidité et de l'oxygène. Quel que soit le type de réaction, elle conduit à des changements indésirables dans les propriétés telles que : la coloration, la déformation et la fissuration de la surface, le changement dans la résistance à la rupture et à l'allongement, etc. Ceci conduit ultimement à la détérioration des propriétés physiques, mécaniques et esthétiques des matériaux polymères qui réduit fortement la durée de vie de ces matériaux. [1]

L'utilisation industrielle des divers types de fibres naturelles en tant que renfort dans les matériaux composites nécessite une connaissance précise de leurs propriétés physico-mécaniques. Si ce travail de caractérisation a été suffisamment investis pour certaines fibres telles que le chanvre, le jute et le lin, les études de caractérisation des fibres de palmier dattier ont présenté un retard considérable, ce qui a empêché leur exploitation dans divers domaines industriels. Dans ce contexte, les études présentent les critères de classification des matériaux composites à base de fibres naturelles pour plusieurs applications industrielles. Actuellement les fibres de palmier dattier ont commencé à susciter l'intérêt de plusieurs chercheurs en raison de leur disponibilité abondante à de faible coût économique. Divers travaux confirment les bonnes propriétés mécaniques, physiques et thermiques du bois et des fibres extraites de différents types de palmier dattier [2, 3]. Ces propriétés rapportées à la faible masse volumique de ces fibres ont encouragé plusieurs chercheurs à utiliser ces fibres dans l'élaboration des matériaux composites bio-sources[4-5]. La bonne adhérence inter-faciale entre les fibres du palmier et la résine a été bien montrée avec les résines polyester [6] et celles époxyde [7].

En Algérie, on dénombre environ 18.2 millions de palmier dattier dont 4.2 millions dans la région de Biskra connue par sa variété de palmiers dattiers. La disponibilité en quantité importante des sous-produits renouvelable (la palme) des palmiers dattiers laisse envisager leur utilisation comme renfort dans les matériaux composites.

Dans ce contexte, nous avons étudié les composites à base de polyester insaturé « UP » et des fibres DPLF, notre étude s'articule autour de l'élaboration des plaques de composites, la caractérisation structurale par FTIR, l'étude du pouvoir absorbant d'eau par les composites, étude des propriétés thermiques.

Le mémoire est composé d'une introduction générale, de quatre chapitres, une conclusion générale et une liste de références bibliographiques.

- En introduction générale, on expose l'utilité et l'intérêt de travail entrepris.
- Le premier chapitre aborde les notions générales sur les polymères (définition, structure...).
- Le deuxième chapitre couvre des généralités sur les polymères thermodurcissables : Les composites polyesters insaturés UP (la partie de cette étude) et une recherche bibliographique sur les composites à base de fibres naturelles et leurs caractérisations.
- Le troisième chapitre est consacré à la description de la méthode de synthèse ou mise en forme utilisée pour l'élaboration des composites à base de polyester insaturé UP et ainsi les diverses techniques utilisées.
- Le quatrième chapitre est une discussion et interprétation des résultats obtenus.
- La conclusion générale termine le mémoire et couvre les résultats importants obtenus lors de ce travail.

Références

- [1]** KAL.N,(2014), Etude expérimentale de comportement mécanique de PMMA à l'état vierge et après vieillissement par UV , Mémoire de master, Université Mouloud Mammeri - TIZI OUZOU.
- [2]** T. G. TEMAM, S. DERFOUF, B. GUERIRA, and M. HADID, (2017), "Caractérisation structurale et mécanique du bois de la grappe du palmier dattier," Courrier du Savoir, Université de Biskra, vol. 24, pp. 115-120.
- [3]** Y. Djebloun, M. Hecini, T. Djoudi, and B. Guerira, (2018), "Experimental determination of elastic modulus of elasticity and Poisson's coefficient of date palm tree fiber," Journal of Natural Fibers, pp. 1-11.
- [4]** E. A. Elbadry, (2014) , Agro-Residues: Surface Treatment and Characterization of Date Palm Tree Fiber as Composite Reinforcement, Hindawi Publishing Corporation, Journal of Composites, vol. Article ID 189128.
- [5]** N. Saadaoui, A. Rouilly, K. Fares, and L. Rigal,(2013), "Characterization of date palm lignocellulosic by-products and self-bonded composite materials obtained there of," Materials & Design, vol. 50, pp. 302-308.
- [6]** A. S. Hammood, (December 2015), "Effect of Erosion on Water Absorption and Morphology for Treated Date Palm Fiber-Reinforced Polyester Composites," International Journal of Mechanical & Mechatronics Engineering IJMME-IJENS,vol.15.
- [7]** A. Sbiai, (2011), Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier.

A decorative vertical bar on the left side of the page, consisting of two overlapping rectangular bars. The front bar is a dark red color, and the back bar is a lighter, semi-transparent red color.

CHAPITRE I

Notions générales sur les polymères

Introduction

Ce n'est que dans les années 1920 que la notion de macromolécule a commencé à être largement acceptée par la communauté scientifique. Herman Staudinger, professeur de chimie à l'Ecole polytechnique fédérale de Zurich entre 1912 et 1926, ensuite professeur à Fribourg-en-Brisgau et notamment Prix Nobel de chimie en 1953, en a été l'un des principaux artisans.

Il a démontré que les matières polymères comme la cellulose, la soie et le caoutchouc étaient formés de longues chaînes moléculaires, qualifiées de macromolécules. Cette idée a ouvert la voie à une recherche plus systématique, tant chimique que physique, sur la synthèse, la structure et le comportement des polymères solides. [1]

1. Définitions :

- a. Polymère :** La définition la plus généralement acceptée est celle d'un système formé par un ensemble de macromolécules, c'est-à-dire d'entités moléculaires de grande taille, issues de l'assemblage covalent d'un grand nombre d'unités répétitives plus communément appelées unités (ou motifs) monomères.
- b. Monomère :** Le monomère du grec monos: un seul ou une seule, et meros : partie, relié les uns aux autres par des liaisons covalentes. [2]
- c. Macromolécule :** Grande molécule constituée d'unités qui se répètent et qui dérivent de monomères. [3]
- d. Polymérisation :** Réaction qui assemble les monomères en macromolécules. [4]
- e. Degré de polymérisation (DP_n) :** C'est le nombre total de monomères contenus dans une macromolécule. [3]

$$DP_n = \frac{M}{M_0}$$

M₀ : La masse molaire du monomère.

M : La masse molaire du polymère.

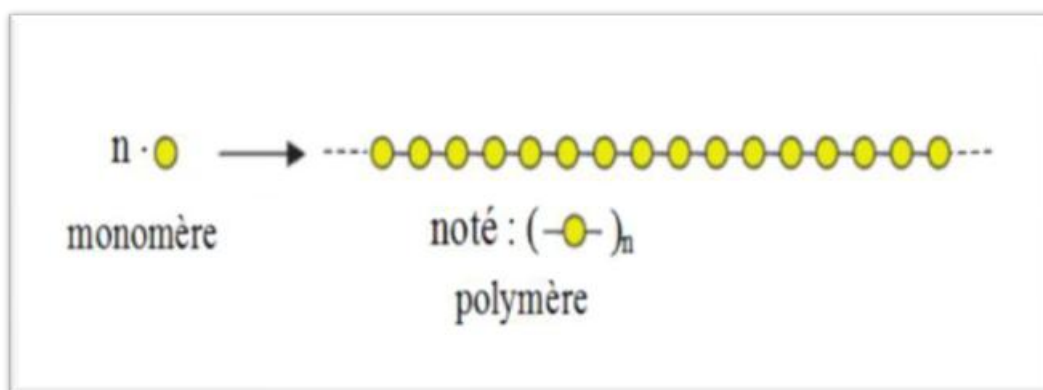


Figure I.1 : Modèle schématique de la synthèse d'un polymère.

2. Différentes classes de polymères : Les polymères peuvent être classés selon plusieurs critères :

2.1 Selon leur origine :

- **Les polymères naturels** : Les polymères naturels sont issus du règne végétal ou celui 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. [2]
- **Les polymères artificiels** : Sont obtenues 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). [5]
- **Les polymères synthétiques** : Totalemment issus du génie de l'Homme, sont obtenus par polymérisation de molécules monomères. [2]

2.2 Selon leur nature chimique :

- **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 polyphosphoriques et les chlorures polyphosphoriques. [6]
- **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 le Si (silicones). [7]

- **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. [6]

2.3. Classification selon l'architecture [8] :

Les architectures macromoléculaires peuvent être divisées en quatre grandes familles : les polymères linéaires, ramifiés, réticulés et plus récemment, les polymères dendritiques. [9]

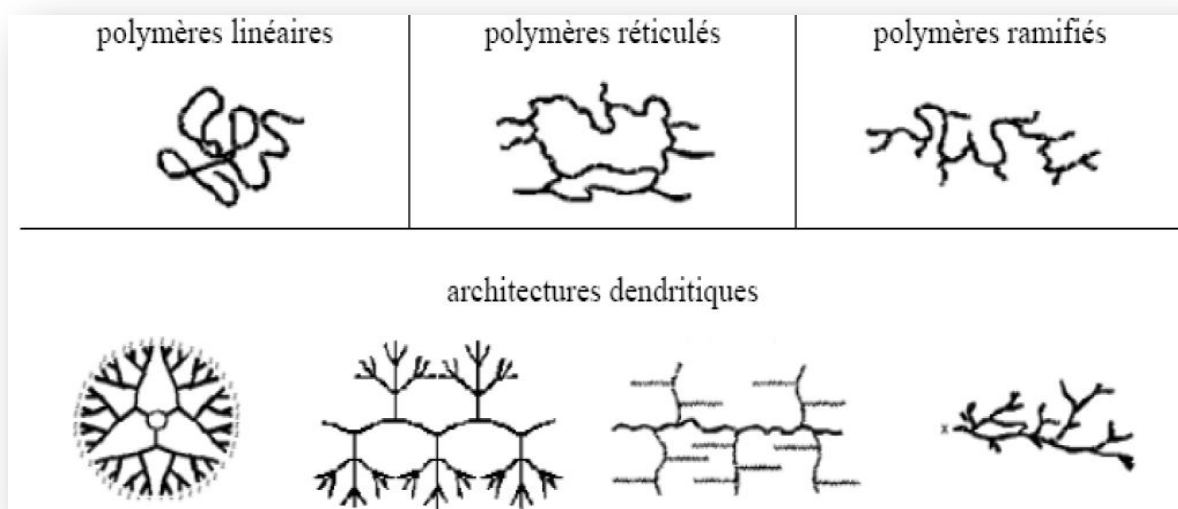


Figure 1.2 : Classification des architectures macromoléculaires selon Tamolia.

- **Les polymères d'architecture linéaire** : Sont essentiellement obtenus par des techniques de polymérisation en chaîne ou des réactions de polymérisation par étapes ou polycondensation.
- **Les polymères ramifiés** : Découlent de réactions de transfert de chaîne, ou bien sont générés par des réactions de greffage. Dans tous les cas, ces architectures linéaires ou ramifiées définissent le domaine des thermoplastiques.
 - L'introduction de liaisons covalentes entre chaînes de polymères linéaires ou ramifiés aboutit à la troisième famille ;

- **Les polymères réticulés :** Ou « crosslinked polymers ». Les résines époxy et les caoutchoucs sont des exemples de systèmes polymères réticulés. Les systèmes dendritiques constituent la quatrième famille d'architecture macromoléculaire.
- **Les architectures dendritères :** C'est Paul Flory en 1953 qui a le premier évoqué la possibilité de synthétiser des dendrimères à partir de monomères multifonctionnels.

2.4. Classification selon la structure chimique :

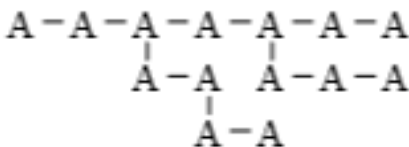
2.4-1 Les homopolymères :

Sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité, ces homopolymères sont de longues chaînes formées par la répétition d'un monomère. [10]

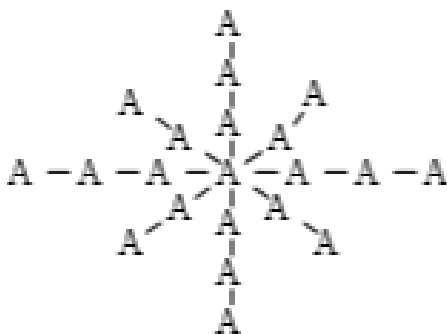
➤ Homopolymères linéaires :



➤ Homopolymères branchées :

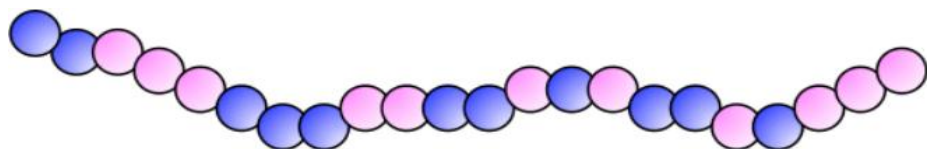


➤ Homopolymères étoilés :

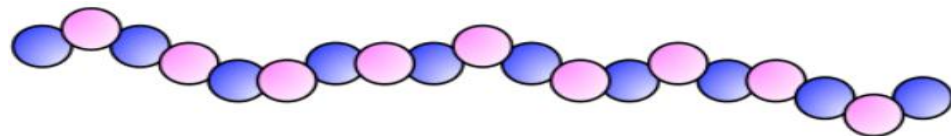


2.4-2 Les copolymères : Sont des polymères qui possèdent plusieurs unités, les copolymères peuvent se classer dans différentes familles : le mode statistique, alterné, séquencé.

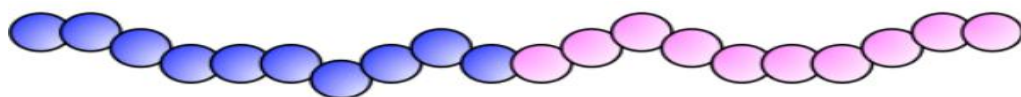
➤ **Copolymère statistique :** Les monomères A et B sont distribués de façon aléatoire dans les chaînes macromoléculaires : A-A-B-A-B-B-B-A



➤ **Copolymère alterné** : Les monomères A et B sont distribués d’une manière alternée dans les chaînes macromoléculaires : A-B-A-B-A-B-A-B. [11]



➤ **Copolymère séquencé(à blocs)** : On trouve des blocs de monomère A suivi des blocs de monomère B : A-A-A-A-A-A-B-B-B-B-B-B-A-A-A-A-B-B-B-B



2.5 Classification selon leur structure (dimensionnalité) :

2.5-1 Polymères linéaires (ou monodimensionnels) : L’enchaînement des monomères s’effectue dans une seule direction de l’espace. [12]



Figure I.3 : Représentation de la chaîne d’un polymère linéaire.

2.5-2 Polymères bidimensionnels :

L’enchaînement des monomères s’effectue dans deux directions de l’espace, Ils se présentent sous la forme de feuillets bidimensionnels, d’épaisseur comparable à celle des molécules simples (figure I.4) . [2]

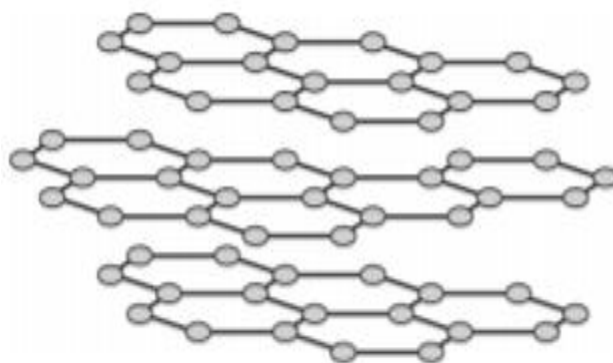


Figure I. 4 : Représentation schématique d'un polymère bidimensionnel, ici le carbone graphite.

2.5-3 Polymères tridimensionnels :

L'enchaînement des monomères s'effectue dans trois directions de l'espace : [12]

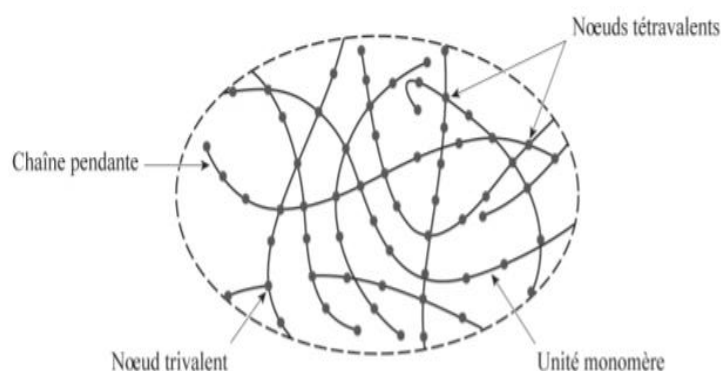


Figure I.5 : Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel.

2.6 Selon leur comportement thermique et mécanique :

Les différences de propriétés résultent de la différence de structure des polymères et des interactions ou véritables liaisons entre les chaînes. [4]

- **Polymère thermoplastique :** Sous l'effet de la chaleur, il se ramollit et devient malléable, en se refroidissant, il se durcit en conservant la forme donnée à chaud. Ex : PE, PS, Polyamide.
- **Polymère thermodurcissable :** Sous l'effet de la chaleur, il devient dur et ne peut plus fondre. Une nouvelle hausse de température mènerait à une destruction du polymère.
- **Les élastomères :** Ils s'étirent sous l'effet d'une action mécanique et reviennent à leur forme initiale lorsque l'action mécanique cesse. Ex : caoutchouc, polyester.

3. Utilité des polymères :

3.1 Intérêt des polymères dans notre vie : Les polymères jouent un rôle très intéressant à cause de :

- Leurs propriétés, thermiques, optiques, électriques et chimiques.
- Leurs propriétés mécaniques et élastiques intéressantes.
- L'abondance et disponibilité à coût réduit.
- De la possibilité d'avoir des matériaux de toutes les formes, de toutes les épaisseurs.
- Du taux de vieillissement faible en fonction du temps.
- De la flexibilité et la légèreté. [13]

3.2 Applications des polymères :

Les polymères constituent une des principales révolutions techniques. Ceux-ci sont utilisés pour un nombre extraordinaire d'applications à tous les échelons de la vie. Le tableau suivant présente certaines applications des polymères. [14]

Domaines	Exemples
Le secteur de la construction	Les portes, peinture des murs des planchers et des plafonds, revêtement du sol.
Médecine et santé	Poches de sang, gants, lentilles, verres de lunettes, les organes artificiels, seringues, industrie dentaire, prothèses, outils de chirurgie.
Articles ménagers	Poubelles, seaux, vaisselles.
Matériel électrique et électronique	Ordinateurs et les caméras, radio et télévision, téléphone.
Industrie automobile	Tapis, habillage intérieur, façades de téléviseurs, gainage de câbles.
Industrie textile	Vêtement, fibres textiles naturelles et synthétiques, sacs, ski, similicuir, non tissés.
Industrie chimique	cuves, revêtements.

Tableau I.1 : Application des polymères.

4. Les avantages et les inconvénients des polymères : [15]

Avantages	inconvénients
Basse densité	Les portes, peinture des murs des planchers et des plafonds, revêtement du sol.
En faisant varier les liaisons des atomes de carbone, on peut avoir une variété infinie de matières plastiques	Poches de sang, gants, lentilles, verres de lunettes, les organes artificiels, seringues, industrie dentaire, prothèses, outils de chirurgie.
Généralement inertes	Poubelles, seaux, vaisselles.
Facilité de mise en forme et de moulage.	Ordinateurs et les caméras, radio et télévision, téléphone.
Bon isolant thermique.	Tapis, habillage intérieur, façades de téléviseurs, gainage de câbles.
Industrie textile	Vêtement, fibres textiles naturelles et synthétiques, sacs, skaï, similicuir, non tissés.
Industrie chimique	cuves, revêtements.

Tableau I.2 : Les avantages et les inconvénients des polymères.

Références

- [1] Chimie des polymères sur : <https://docplayer.fr/37376753-Introduction-i-1-notions-sur-les-polymeres-i-2-definition.html>
- [2] F. Michel, Y. Gnanou, (2013), Chimie et physico-chimie des polymères, ISBN 978-2-10-058915-9 © Dunod - Paris.
- [3] A. Atmani, (2016), Comportement mécanique en traction monotone d'un polymère associé au carbonate de calcium, Mémoire de master, Université d'Annaba - Algérie.
- [4] 1ère STIDD-STL. Physique-chimie STIDD-STL, Vêtement et revêtement, Matériaux polymères.
- [5] A. Bessi, (2004) ,Etude des propriétés thermiques et caractérisation des mélanges à base de polystyrène –polyéthylène, Mémoire de magister, Université de Biskra - Algérie.
- [6] R. Zaroug, 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.
- [7] Chimie des polymères sur : <https://www.slideshare.net/RafaelNadal4/chimie-de-polymre>.
- [8] F. Moingeon, Thèse de Doctorat, option chimie, Université Louis Pasteur Strasbourg I, (2006).
- [9] D.A. Tomalia, J. M .J. Fréchet, (2001), Dendrimers and other Dendritic Polymers, Wiley- New York.

[10] F. Z. MOULAY, (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.

[11] J. M. Dorlot, J. P. Bilon, (2000), Des matériaux, troisième édition, Presses internationales polytechniques .

[12] A. BERKOUK, (2019), Étude mécanique et dynamique de compositions polymériques à base de PVC, Mémoire de master, Université de Biskra - Algérie.

[13] I. Zoubir, (2017), Elaboration et caractérisation d'un matériau composite polymère ZnO, Mémoire de master, Université de Tlemcen

[14] I. Seghir, (2016), Caractérisation du matériau polystyrène/talc et polystyrène/alun, Mémoire de master, Université de Biskra - Algérie.

[15] D. Feldman, (1989), Polymères building materials, Elsevier.



CHAPITRE II

**Notions sur les polymères thermodurcissables -
Les composites polyesters insaturés UP - fibre
naturelles**

Introduction

On peut décomposer les polymères en deux grandes classes : Les thermoplastiques et les thermodurcissables. Nous nous intéressons aux polymères thermodurcissables, on retrouve dans cette famille les polyesters insaturés (UP) qui sont les plus utilisées en raison de leur facilité de mise en œuvre, de leur faible coût de production et de leur bonne performance mécanique. Les propriétés d'un polymère seul sont insuffisantes pour conférer à l'objet que l'on veut fabriquer, toutes les propriétés souhaitées en termes 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.

Dans ce chapitre, on présente une description des matériaux composites à renforts fibreux végétaux, et on situe le contexte de développement et d'utilisation de ces produits. La connaissance de la structure et la composition chimique de chacun des constituants sont nécessaires pour appréhender l'étude des interactions entre les fibres de renforts et les matrices. Après on a consacré une étude bibliographique sur les déchets de palmiers dattier et leur utilisation comme renfort dans l'élaboration des matériaux composites. En premier lieu, une description générale des palmiers dattiers est donnée notamment pour le cas de l'Algérie. La synthèse bibliographique, conduite dans le présent chapitre, met l'accent sur l'importance des propriétés morphologiques, physiques, mécaniques des renforts à base de palmiers dattier utilisés pour l'obtention des composites.

I. Notions sur les polymères thermodurcissables :

Ce sont des produits (poudre à mouler solide ou résine liquide) transformés irréversiblement par polymérisation en un réseau tridimensionnel infusible et insoluble que l'on qualifie de thermodurci. Il est souvent d'usage, dans l'industrie, d'employer abusivement le terme thermodurcissable pour désigner à la fois le système réactif initial, soluble et fusible et le produit final. Les polymères thermodurcissables sont les matrices les plus utilisées dans la production de matériaux composites. Nous mentionnons les plus utilisés par l'ordre décroissant en tonnage :

- Les résines polyesters insaturés. (Polyesters condensés, vinyle esters, dérivés allyliques etc.).
- Les résines de condensations : (Phénoliques, aminoplastes, etc.).
- Les résines époxydes. [1]

Type de thermodurcissable	Propriétés mécaniques	Exemples d'utilisation
Formaldéhyde de mélamine (FM) (Formica)	Résilience, résistance à la chaleur et à la corrosion	Vaisselle en plastique, revêtement de plancher, panneau décoratif
Phénoplaste (PF)	Dureté, isolant thermique et électrique	Boîtier d'objets divers, poignée de casserole, isolant en électricité et en aéronautique

Tableau II.1 : Différents exemples type de thermodurcissables.

1. Les polyesters insaturés :

1.1 Définition :

Les polyesters insaturés appartiennent à la catégorie des thermodurcissables, ils sont obtenus par réaction d'un diacide insaturé sur un dialcool (typiquement anhydride maléique sur un propylène glycol). Les chaînes polyester ainsi obtenues peuvent alors former, sous certaines conditions (dont nous parlerons par la suite), un réseau tridimensionnel par l'intermédiaire des doubles liaisons réactives présentes dans le squelette carboné de la chaîne polyester [2, 3,4].

1.2 Formule du polyester insaturé(UP) :

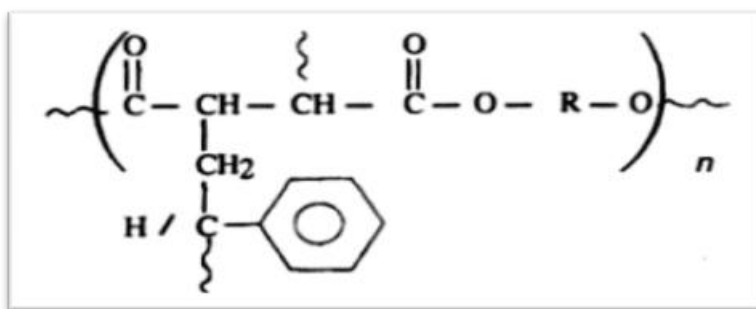


Figure II.1 : Formule chimique du polyester insaturé.

1.3 Propriétés des polyesters insaturés :

a. Propriétés physiques : Les polyesters insaturés non chargés sont transparents. Leur masse volumique est comprise entre 1.1 et 1.4 g/cm³. [5]

b. 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 II.2) présente les propriétés mécaniques des différentes qualités de polyesters.

Propriétés	Unités	UP rigide	UP souple
Contrainte à la rupture	%	50 à 62	5 à 18
Allongement à la rupture	MPa	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	-

Tableau II.2 : Les propriétés mécaniques des polyesters insaturés (UP)

c. Propriétés chimiques : les polyesters résistent bien aux acides non oxydants, aux solutions salines à température ambiante), aux solvants tels que : alcools, hydrocarbures aliphatiques, mais ils sont attaqués par les solvants chlorés, cétones, esters, acides oxydants, bases... à long terme, on peut observer un endommagement (fissures, cloques) des polyesters dans un milieu humide. La stabilité dépend fortement de la structure du polyester. Certaines résines sont homologuées pour un contact avec des aliments [6].

d. Propriétés thermiques : Les polyesters insaturés sont inflammables mais peuvent être rendus auto extinguisibles par addition de charge. Ils présentent une bonne tenue à la température jusqu'à 130 °C. [7]

e. Propriétés électriques : Les polyesters insaturés présentent d'excellentes propriétés d'isolants électriques (Tableau II.3).

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

Tableau II.3 : Propriétés électriques des polyesters.

f. Stabilité dimensionnelle : Les polyesters insaturés présentent un retrait au moulage très important. L'adjonction de thermoplastiques diminue cet inconvénient [8].

1.4 Synthèse du polyester insaturé :

Les prépolymères polyesters insaturés sont obtenus par polycondensation d'un ou plusieurs glycols sur un ou plusieurs acides (et/ou anhydrides de diacide), dont l'un au moins contient une double liaison éthylénique. Le prépolymère polycondensat, aussi appelé « résine masse » est alors mis en solution dans un monomère insaturé, qui sert dans un premier temps de solvant et dont les insaturations éthyléniques sont susceptibles de réagir ultérieurement par copolymérisation radicalaire avec les doubles liaisons des prépolymères polyesters. Cette solution polymère, désignée sous le nom de « résine » polyester insaturé (résine UP), est stabilisée par des inhibiteurs ; ceux-ci évitent tout avancement d'une éventuelle réaction, sous l'action de la température ou de radiations lumineuses (plus particulièrement les radiations U.V.) en consommant les radicaux et assurent ainsi sa conservation au stockage. En pratique la résine polyester standard est constituée de prépolymères, qui sont obtenus par polycondensation d'anhydride phtalique, d'anhydride maléique, et de propylène glycol, et qui sont dissous dans le styrène stabilisé par de l'hydroquinone. [9]



Figure II.2 : Montage de polycondensation pour la synthèse de polyester insaturé

1.5 Le mécanisme du polyester UP :

La résine UP, objet de notre étude, est le résultat d'une polycondensation entre un polyacide (anhydride maléique) et un polyalcool (propylène glycol) (**Figure II.3**). Cette polycondensation est suivie par une polymérisation du type radicalaire. Il s'agit d'une copolymérisation du monomère du solvant qui est généralement le styrène avec les doubles liaisons de prépolymère (**Figure II.4**). Cette réaction est déclenchée par un système catalytique. Le système catalyseur-accélérateur le plus utilisé est respectivement le peroxyde de méthyl-éthyl cétone et l'octoate de cobalt.

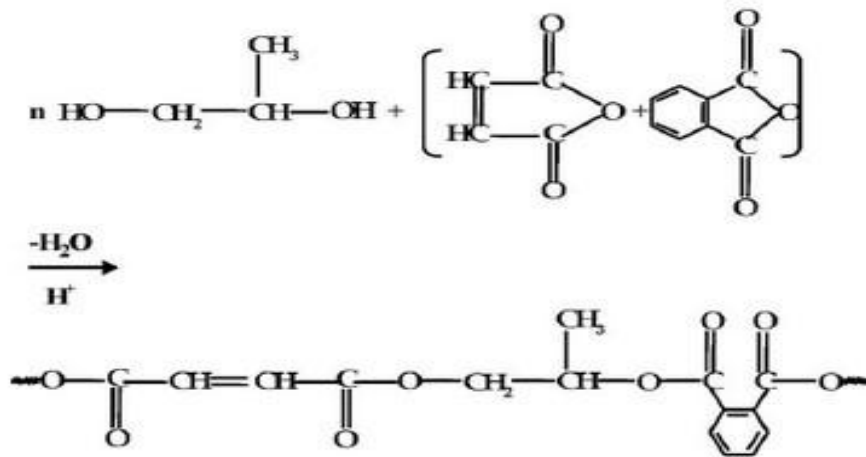


Figure II.3 : Réaction de polycondensation de la résine UP

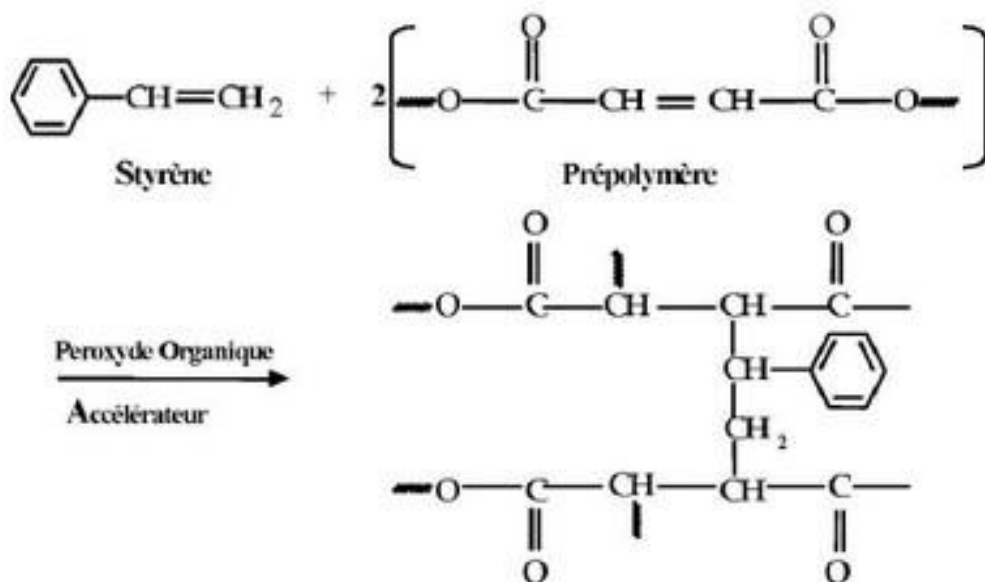


Figure II.4 : Réaction de copolymérisation de la résine UP

1.6 Applications du polyester insaturé UP :

⇒ Polyesters non renforcés :

- vernis pour meubles, gel-coats, mastics
- Mastics, mortiers et bétons, marbre reconstitué, faux bois.

⇒ Polyesters renforcés par des fibres de verre :

- dômes ou coupes, bornes d'incendie, coffrages, bungalows, baraques de chantier, panneaux de signalisation, piscines, baignoires, éviers, modules intégrés.
- cuves : vin, eau, fioul.
- citernes : engrais liquides, silos.
- fosses septiques et conduites de produits chimiques.
- armoires, boîtiers, isolants, chemins de câbles, coffrets, clapets.
- supports de circuits imprimés.
- Pièces de carrosserie automobile.
- Bateaux, bouées, cannes à pêche, télécabines.



Figure II.5 : Exemples d'applications des polyesters UP.

1.7 Les avantages et les inconvénients de la résine Polyester insaturé:

Sont représentés dans le (Tableau II.4): [10]

Les avantages	les inconvénients
Bonne adhérence sur les fibres de verres	Mauvaise tenue au feu et dégagement de fumée important
Transparent	Retrait au moulage important (6-15%)
Durcissement rapide, bonne résistance chimique.	Faible résistance à la fatigue
Bonne tenue en température, bas prix	Conservation limitée due à l'évaporation de styrène
Facile à mettre en œuvre, bonne résistance à la traction.	Mauvaise performance en température

Tableau II.4 : Avantages et inconvénients des résines polyesters

II - Les matériaux composites et les fibres de palmier dattier :

1. Les différents types de fibres :

1.1 Les fibres naturelles :

Les fibres naturelles présentent de nombreuses propriétés intéressantes comme renfort pour les composites. Ils ont la particularité d'être un matériau à faible densité, ce qui donne des composites relativement légers à hautes caractéristiques spécifiques. Les fibres naturelles offrent également des avantages de coûts et des avantages importants associés au traitement, par rapport aux fibres synthétiques. Enfin, ils sont une ressource hautement renouvelable, ce qui réduit la dépendance sur l'huile de pétrole national et étranger. Les fibres sont classées selon leur origine (naturelles, synthétiques ou artificielles), leur forme (droite, ondulées, aiguille, ...etc.), leur dimension (macro ou microfibre) et aussi par leur propriétés mécaniques. Les principales fibres utilisées sont [11] :

- **Fibres minérales :**

Les fibres minérales sont des fibres naturelles ou des fibres légèrement modifiées obtenues à partir de minéraux. [12]

Elles englobent plusieurs sortes de fibres (amiante, alumine, ..etc.), et sont utilisées en grande quantité dans plusieurs applications traditionnelles. Les fibres d'amiante autrefois utilisées pour l'isolation et l'ignifugea, se sont révélées aujourd'hui cancérogènes [11].

- **Les fibres animales :**

Les fibres animales sont des fibres naturelles constituées en grande partie de certaines protéines. Les exemples incluent la soie, les cheveux / fourrure (y compris la laine) et les plumes. Les fibres animales les plus couramment utilisées à la fois dans le monde de la fabrication et par les filateurs manuels sont la laine de mouton domestique et la soie. Elles sont la deuxième source la plus importante de fibres naturelles après les fibres végétales pour le renforcement des composites.

- **Les fibres végétales :**

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. En proportion relativement faible d'extractibles non azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales. Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante. [13, 14]

Les fibres végétales proviennent de différentes sources ; elles sont issues de déchets de bois, de déchets de palmiers, de résidus agricoles et de différentes parties des plantes à fibre : de tiges (kénaf, jute, lin, ramie, etc.), de feuilles (sisal, abaca, paille de graminées, etc.), de fruits (noix de coco) et de graines (coton, kapok, etc.) [15].

L'utilisation des fibres végétales comme renfort remonte à la période des briques renforcées par les pailles, Actuellement les fibres végétales sont en train de pénétrer le secteur industriel pour fabriquer des composites plus performants et moins coûteux grâce aux avantages présentés par ces fibres naturelles par rapport aux fibres traditionnellement utilisées dans les composites, parmi ces avantages on trouve la faible densité, le faible coût, la capacité acoustique, la faible conductivité thermique, les bonnes propriétés mécaniques spécifiques et surtout la disponibilité et le renouvellement. Il existe toutefois quelques inconvénients de renforcer avec les fibres naturelles [16]; en plus de leur capacité d'absorption d'eau et leur faible résistance au feu (200-230°C). L'inconvénient majeur des fibres végétales est leur faible stabilité dimensionnelle due principalement à leur caractère hydrophile. La biodégradabilité des fibres est un avantage mais également un inconvénient. C'est un avantage du point de vue de la recyclabilité, mais lorsque ces fibres sont introduites dans des matrices, elles peuvent être dégradées à long terme par les micro-organismes présents dans le milieu ou par la basicité de ce dernier [17].

1.2 Les fibres chimiques :

Les fibres chimiques se classent en deux catégories selon leurs origines : artificielles et synthétiques. Les fibres chimiques sont produites au laboratoire dans des conditions soigneusement contrôlées pour répondre à des besoins bien particuliers. C'est ainsi que nous jouissons de tissus de qualité supérieure, fabriqués en grande quantité et à des prix très variés. L'idée de produire des fibres chimiques semblables à celles créées par la nature hantait les chimistes depuis de nombreuses années. C'est vers la fin du 19^e siècle que la première fibre chimique fut mise au point. Cette découverte marquait le début d'une ère nouvelle dans le domaine de l'industrie textile. À la fin du 19^e siècle, l'industrie s'est mise à produire des fibres chimiques parce que la production des fibres naturelles ne suffisait plus aux besoins.

• Les fibres chimiques artificielles :

Ce sont des fibres obtenues chimiquement à partir de différentes matières naturelles [18] :

- La cellulose : molécule végétale récupérée dans les déchets des industries de la laine et du coton.
- Les protéines : servent comme matière première pour la fabrication des fibres telles que les fibres de lait (caséine) [19].
- Le Latex : produit par certaines plantes (telles que l'Hévéa) et sert à la fabrication des fibres de Latex ou de caoutchouc [20].

• Les fibres chimiques synthétiques :

Les fibres synthétiques sont fabriquées avec des polymères de synthèse obtenus à partir de substances ou de composés fournis par l'industrie pétrochimique [21]. Les fibres les plus connues les Acryliques, les Elastofibres, les Polyamides (tels que le Nylon), les Polyesters et le Polypropylène.

1. Composition chimique des fibres végétales :

Les fibres végétales sont constituées en majeure partie de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Elles contiennent aussi en faibles quantités des protéines extractibles et des composés inorganiques. Chaque fibre est présentée sous forme de composite multicouche où la lignine et l'hémicellulose jouent le rôle de matrice enrobant la cellulose qui est une structure rigide [22].

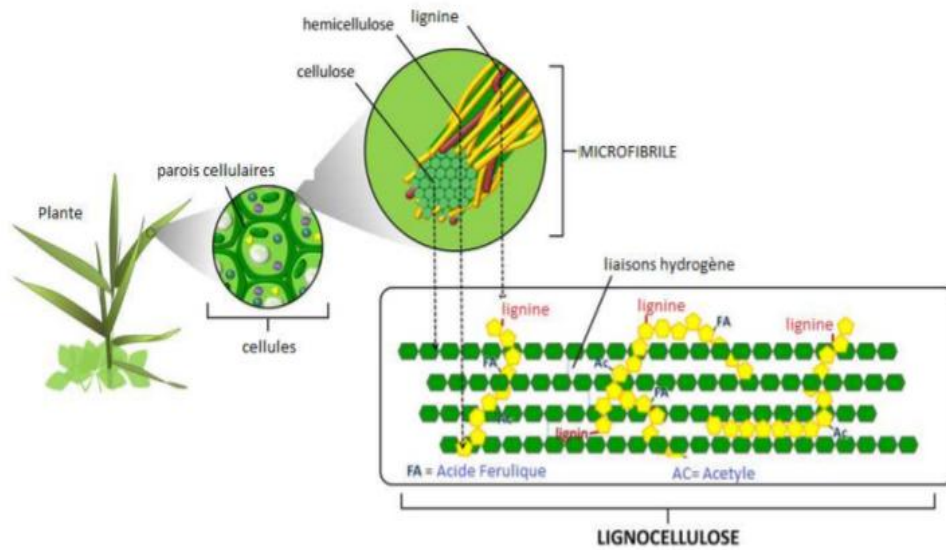


Figure II.6 : Structure d'une fibre végétale.

La teneur en cellulose, hemicellulose et lignine dépend de la nature de la fibre . Dans notre cas , nous travaillons avec la fibre de palmier dattier DPLF.

1.1 La cellulose :

La cellulose est un polymère existant à l'état naturel qui est le constituant principal des fibres végétales. La cellulose est une molécule formée de longues chaînes dont le motif de base est le glucose $C_6H_{12}O_6$ **Figure II.7**. Le degré de polymérisation (DP) est d'environ 10 000, il varie selon l'espèce végétale. Ces polymères sont liés entre eux par des liaisons intermoléculaires de type hydrogène, servant ainsi de base à la formation des microfibrilles. Toutes les propriétés de la cellulose sont étroitement liées à la forte densité des liaisons hydrogènes qui se développent entre les chaînes.

La cellulose n'est pas hydrosoluble mais est fortement hydrophile, dans les conditions normales d'utilisation, elle peut contenir jusqu'à 70% d'eau plus ou moins liée [23].

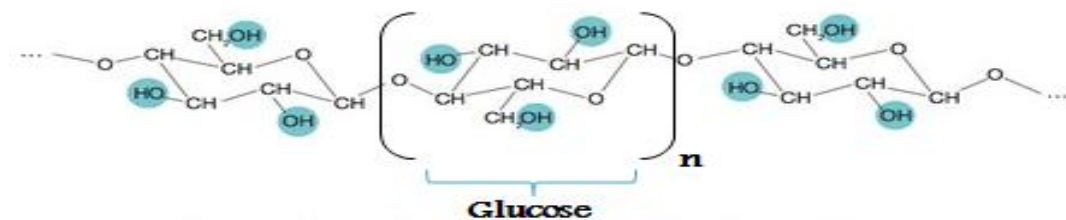


Figure II.7 : Structure chimique de la cellulose

De par sa structure, la cellulose s'agence naturellement en un réseau fibrillaire. Tout d'abord l'association de 6 chaînes de cellulose forme une micro-fibrille (environ 1500 molécules), 6 micro-fibrilles forment une macro-fibrille, et plusieurs macro-fibrilles forment une fibre de cellulose. Cette forme de fibres n'est possible que par l'agencement horizontal des molécules de glucose, cette organisation est observable lorsque l'on déchire une feuille de papier.

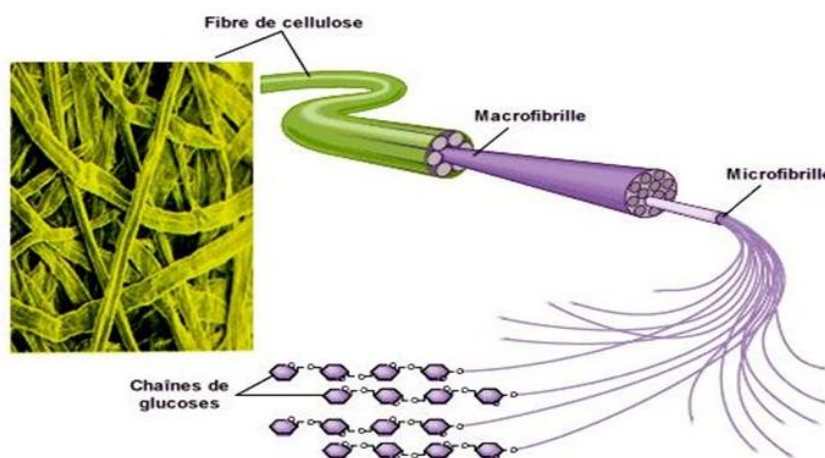


Figure II.8 : Organisation de la cellulose

La cellulose est un polymère qui possède une structure fibrillaire partiellement cristalline **Figure II.9**, les micro-fibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes totalement désordonnées [24, 25]

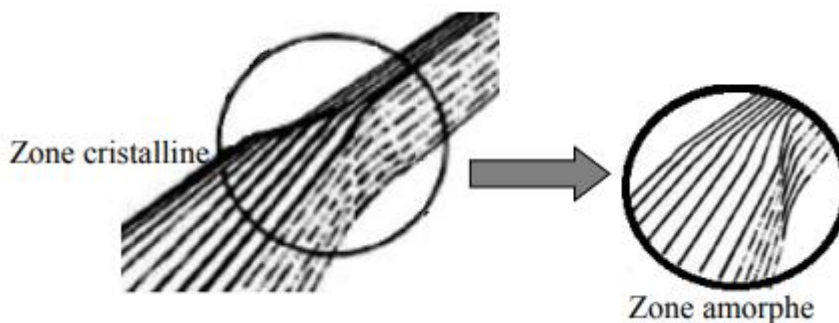


Figure II.9 : Représentation des micro-fibrilles constituant les fibres de cellulose.

1.2 L'hémicellulose :

Après la cellulose, l'hémicellulose est le deuxième carbohydate le plus abondant des parois cellulaires végétales [12].

Les hémicelluloses sont des polysaccharides à chaînes principales courtes et ramifiées. Les monomères constitutants sont le glucose mais également le xylose, le mannose, le galactose, le rhamnose et l'arabinose [26]. Les hémicelluloses sont amorphes et possèdent un degré de polymérisation bien inférieur à la cellulose : entre 50 et 800 [27,28]. Ce faible poids moléculaire explique leur faible résistance aux attaques chimiques. En effet, ces polysaccharides sont solubles dans l'eau et peuvent être extraits des cellules végétales par des solutions alcalines. De plus, les hémicelluloses sont fortement hydrophiles (qui absorbent de l'eau) du fait de leurs nombreuses ramifications [29].

1.3 Lignine :

La lignine est un polymère qui se situe entre les microfibrilles de cellulose et d'hémicellulose jouant le rôle d'un liant qui permet de les fixer les uns aux autres afin de former la paroi cellulaire. C'est l'élément qui donne la rigidité aux plantes [30]. Elle est totalement amorphe, hydrophobe (insoluble dans l'eau ou n'a pas la capacité de créer des liaisons hydrogènes avec les molécules d'eau).

2. Les avantages et inconvénients des fibres végétales :

Le **tableau II.5** présente les avantages et les inconvénients des fibres végétales comme renfort dans les composites : [31]

Avantage	Inconvénients
Faible coût	Absorption d'eau
Biodégradabilité	Faible stabilité dimensionnelle
Neutre pour l'émission de CO ₂	Mauvaise tenue en vieillissement
Pas d'irritation cutanée lors de sa manipulation.	Faible tenue thermique (200 à 230 °C max)
Pas de résidus après incinération	Fibres anisotropes
Ressource renouvelable	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance de la météo...
Demande peu d'énergie pour être produite	Pour des applications industrielles, demande de la gestion d'un stock
Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité)	Renfort discontinu

Tableau II.5 : Les avantages et inconvénients des fibres végétales.

3. Classification des fibres végétales :

Il existe plusieurs critères de différenciation des fibres:

- ✚ Suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (Kénaf, jute, lin, ramie), et de feuilles (Sisal, abace, paille de graminée) [32].
- ✚ Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigides provenant de matériels ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois et les fibres non ligneuses (douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine telle que le kénaf, le chanvre, le sisal, le jute et le lin) [33].
- ✚ Suivant leur longueur, les fibres végétales peuvent être groupées en deux catégories: fibres longues, dites libériennes, provenant des tiges et d'écorce de tiges de plantes annuelles. Elles sont douces, tandis que les fibres longues issues de feuilles ou de troncs d'arbre sont plus dures et plus rigides à cause de leur richesse en lignine et fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues [32].

4. Présentation et La morphologie des fibres de palmier

dattier :

Le palmier dattier est typiquement cultivé dans les oasis sahariennes. Celui originaire d'Afrique du Nord, est amplement cultivé dans la région de l'Arabie jusqu'au Golfe Persique, où il forme la végétation caractéristique des oasis. Il est cultivé en outre aux Canaries, dans la Méditerranée septentrionale et dans la partie méridionale des Etats-Unis. C'est une plante sensible au froid, qui pousse sur des terrains de n'importe quelle nature, pourvu qu'ils soient fertiles et bien drainés. Dans les régions à climat doux, il est cultivé en plein air, en position ensoleillée, utilisé surtout comme plante ornementale pour son allure élancée et son feuillage.

Il existe plus de 2600 espèces de palmiers. On pourrait croire que c'est un arbre qui possède un tronc alors que c'est un monocotylédone qui ne contient pas de bois ni de tronc mais possède un stipe. De plus, c'est une plante dioïque contenant donc des palmiers mâles et des palmiers femelles. Le palmier a un tronc très élancé, haut jusqu'à 30 m, couvert de manière visible par les gaines des feuilles tombées. Les feuilles, réunies en un nombre de 20 à 30 maximums, forment une couronne apicale clairsemée. Elles sont pennées, longues jusqu'à 6m; les feuilles supérieures sont ascendantes, les basales recourbées vers le bas, avec des segments coriaces, linéaires, rigides et piquants, de couleur verte [34].

La figure présente les différents composants du palmier dattier:

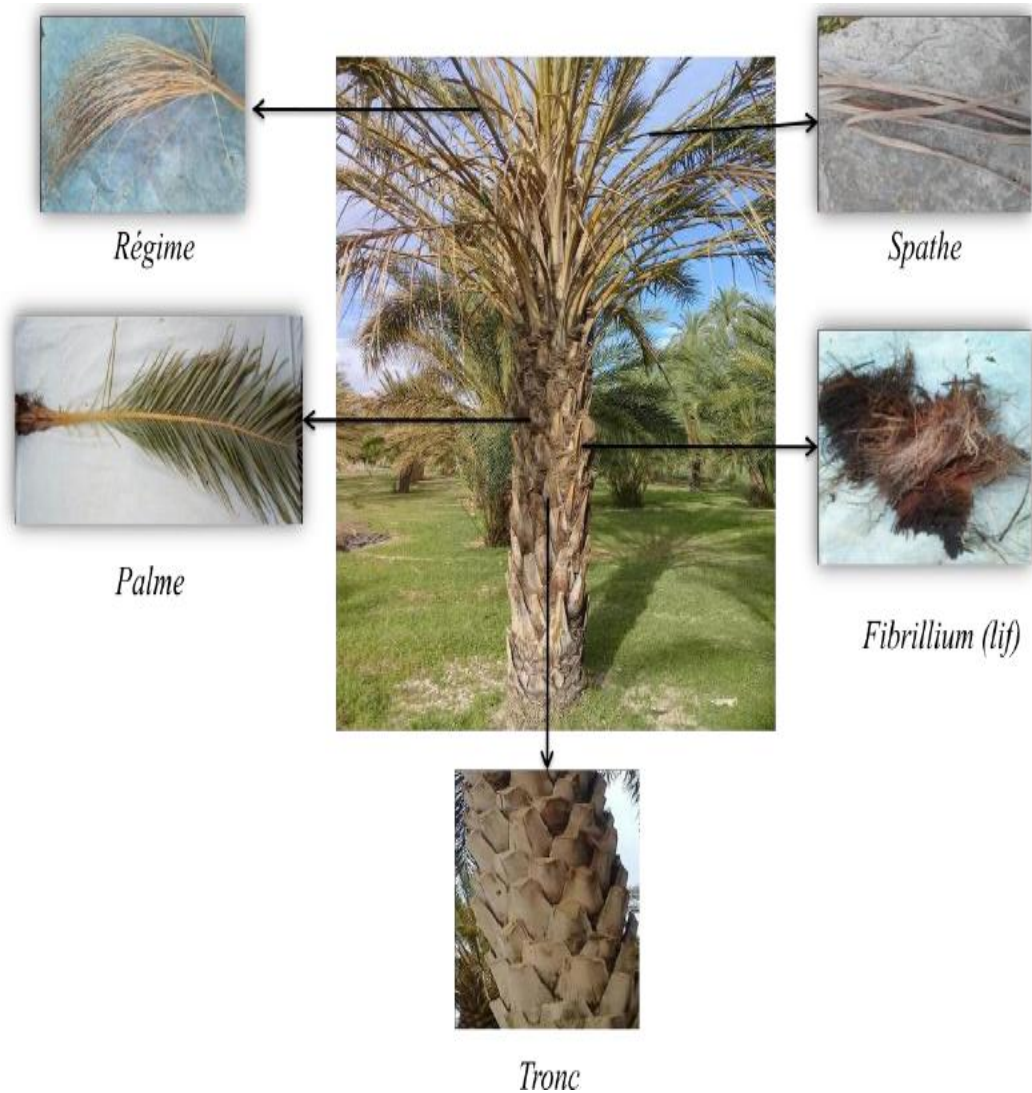


Figure II.10 : Différents composants du palmier dattier.

- **Les dattes :**

Ces fruits sont des baies de forme ovale de 3 cm de long. La chaire très sucrée entoure la graine. Récoltée en automne, leur couleur varie du rouge lumineux au jaune lumineux selon les variétés, elles seront ensuite séchées au soleil. Un palmier dattier peut produire de 10 jusqu'à 100 kg par an.



Figure II.11 : Dattes.

- **Le palme :**

Une palme, ou en arabe DJERID, qui est une feuille composée, en forme de peigne **Figure II .12**. Elles sont longues de 4 à 7 mètres. L'ensemble des feuilles au sommet du stipe est appelé couronne.

Chaque année, le palmier dattier produit un certain nombre de palmes à partir du bourgeon et perd un nombre similaire de palmes par dessèchement [34].



Figure II .12 : Djerid.

- **Le tronc :**

Qu'on appelle aussi « Stipe », qui est de forme cylindrique, c'est-à-dire ayant approximativement un même diamètre de bas en haut, sauf qu'à la base, on retrouve les racines respiratoires. Mais le stipe n'est de diamètre constant que si la croissance de l'arbre a été régulière dès son jeune âge.



Figure II .13 : Tronc.

- **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 du tissage végétal que l'on appelle le life [34].



Figure II .14 : Pétiole.

5. Répartition géographique du palmier dattier :

Selon les données du ministère de l'agriculture et du développement rural, les palmiers dattiers en Algérie s'étalent sur une superficie de plus de 160 mille hectares. Bien que ce patrimoine soit réparti sur 17 wilayas du pays, néanmoins, il est concentré principalement dans les wilayas Sud- Est et Sud-Centre du pays [35]. La première place est occupée par Biskra avec plus de 23 % du patrimoine national, suivie par la wilaya d'Adrar de près de 21% et la wilaya d'El Oued avec plus de 20 % (Figure II.15).

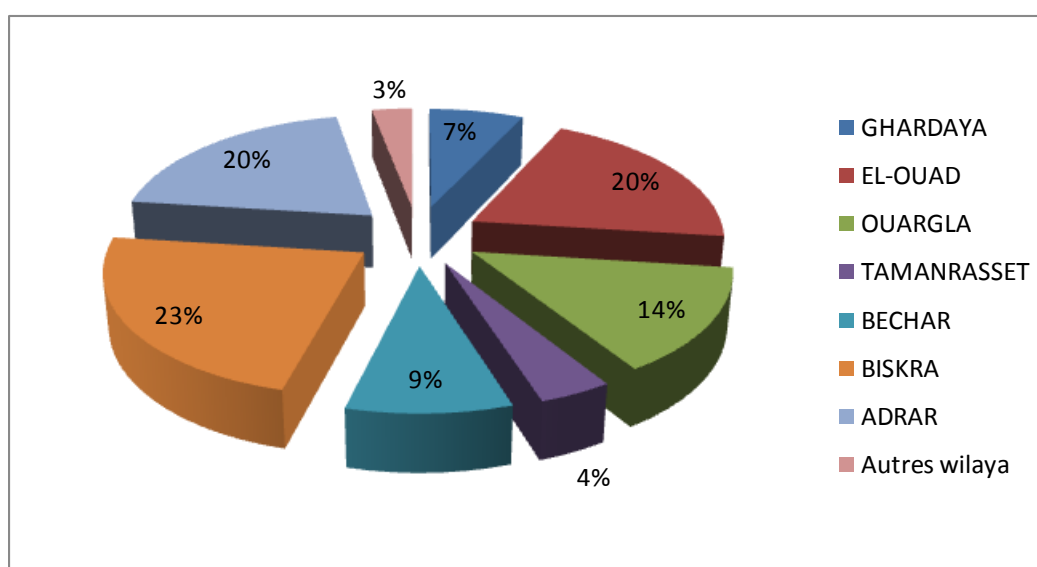


Figure II.15 : Répartition des palmiers dattiers de l'Algérie par wilaya en 2014. [36]

La wilaya de Biskra est la première région en Algérie en termes de nombre de palmiers dattier avec 4,36 millions de palmiers dattiers, représentant 23,19% des palmiers nationaux. Les palmeraies de la wilaya sont particulièrement concentrées dans les Ziban (Biskra) [37].

6. Composition chimiques des fibres de palmier dattier [38] :

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

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

Tableau II.6 : Composition chimique des fibres de palmier.

III - Matériaux composites :

a- Définition :

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de plusieurs matériaux non miscibles de natures différentes, et dont les qualités complémentaires permettent des performances supérieures à celles de chacun de ses composants. Un matériau composite est alors un matériau généralement formé de deux composés principaux :

- La matrice, qui assure la liaison de l'ensemble, répartit les efforts.
- Le renfort, qui constitue l'ossature de la pièce, et supporte l'essentiel des contraintes

b- Les composites fibreux :

Les renforts constitués de fibres servent au transfert des charges mécaniques, les fibres sont essentiellement courtes (discontinues) ou longues (continues). Elles peuvent se présenter sous forme linéique, surfacique, et multidirectionnelle [39]. Il existe deux catégories de fibres qui peuvent être utilisées comme outil de renforcement [40] :

- La catégorie des fibres inorganiques : les fibres les plus courantes de cette catégorie sont les fibres d'aramides (kevlar) et les fibres de polyester.
- La catégorie des fibres organiques : cette catégorie englobe les fibres minérales (comme les fibres de verres, de carbones, de bores, et de céramiques); les fibres métalliques (comme les fibres d'acier et de fonte); les fibres naturelles qui se divisent en fibres animales (comme les fibres de poil, de laine et de soie, etc.) et en fibres végétales (comme les fibres de Jute, de sisal, de coir, de bois, de bambou et de palmier)

c- Composant :

• La matrice :

La matrice est un liant qui maintient en place la dispersion des éléments de renfort, les protège physiquement et chimiquement et assure la liaison mécanique entre eux et, en plus, elle conditionne le choix du procédé de mise en forme. En outre, elles doivent avoir une masse volumique faible de manière à conserver aux matériaux composites des caractéristiques mécaniques spécifiques élevées. Les résines les plus utilisées dans les matériaux composites sont :

- les résines thermodurcissables.
- les résines thermoplastiques.

Ces deux types de polymères diffèrent en leurs structures moléculaires aussi bien que leurs comportements. [41]

- **Renforts :**

Le renfort est un matériau permettant d'améliorer les propriétés de la matrice dans le but d'assurer de meilleures propriétés du matériau composite à élaborer. Les composites sont souvent désignés selon la géométrie du renfort. Ainsi, il existe des composites à particules, des composites sandwichs, et des composites fibreux.

- d- Charge :**

Les charges sont des particules solides non miscibles ajoutées en quelques dizaines de pourcents à un polymère de base, elles permettent de modifier de manière sensible les caractéristiques mécaniques, électriques ou thermiques, et d'améliorer l'aspect de surface ou bien de réduire le prix de revient du matériau ainsi transformé.

- **Charges renforçantes** : l'objet de l'incorporation de charges renforçantes est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine.
 - **Charges non renforçantes** : diminuer le coût des résines en conservant leurs performances, ou améliorer certaines de leurs propriétés. [42]

- e- Additifs :**

Les additifs se trouvent en faibles quantités (quelques pourcents et moins) et interviennent comme :

- Lubrifiants et agents de démoulage.
 - Pigments et colorants [42].

Référence

- [1]** A. Zaidi, (2014), Etude du comportement de matériaux composites à matrice polymère en fatigue (effet du vieillissement), Mémoire de magister, Université Mouloud Mammeri - Tizi Ouzou.
- [2]** Initiation à la physico-chimie macromoléculaire, (1982), Vol. 4, Ed. GFP, pp. 259.
- [3]** Les polyesters insaturés, (1988), Norsolor, Ed, Techno-Nathan,
- [4]** H. V. Boenig, (1964), Unsaturated Polyesters, Elsevier.
- [5]** M. Carrega, V. Verney, (2012), Matières plastiques (propriétés, mise en forme et applications industrielles des matériaux polymères), Dunod - Paris.
- [6]** Trotignon. J. P, Verdu, J, Dobraczynski. A, Piperaud. M, (2006), Matière plastiques Structure-propriétés, Mise en œuvre, Normalisation, Nathan, Paris.
- [7]** M. Carrega, V. Verney, et coll, (2012), Matières plastiques Propriétés, Mise en forme et applications industrielles des matériaux polymères, Dunod - Paris.
- [8]** INSA de Lyon,(2004), l'entretoisement des pont mixtes multipoutres ferroviaire yannick SEIFFERT, Lyon.
- [9]** CCFEI, 2010, Polyester Price Index, Available: <http://www.ccfai.net/Polyester.aspx>.
- [10]** Ann. Chim.Sci. Mat, (2008), Réticulation et comportement mécanique d'une résine polyester insaturée pour différents taux de catalyseur 33 (4), pp. 293-302, Paris .

[11] M. Makhlouf, (2010), Caractérisation en statique du comportement en traction directe du béton armé de fibres en copeaux, Mémoire de magister, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

[12] T. Masri, (2018), Contribution au développement des matériaux de construction à base des sous-produits du palmier dattier, Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider - Biskra.

[13] A.Y. Nenonene, (2009), Elaboration 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, Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agro ressources, thèse de doctorat de l'université de Toulouse.

[14] F. Michaud, (2003), Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique, Aptitude post formage, thèse Phd, univ Laval.

[15] A.Y. Nenonene, (2009), Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs a base de colle d'os, de tannin ou de mucilage, Thèse doctorat, Université de Toulouse.

[16] A. Alawar, A. M. Hamed, K. Al-Kaabi, (2009), Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement, Compos Part B, vol. 40, pp. 601–606.

[17] H. Thi, T. Nga, (2008), Etude de L'influence de La Température et de L'humidité sur les Propriétés Mécaniques en Traction des Fibres de Chanvre et de Coco, PhD Thesis, Ecole De Technologie Supérieure, Université Du Québec.

[18] Collectif, (1990) ,Autour du Fil, l'encyclopédie des arts textiles, vol. 10, Ed. Fogtdal, Paris.

[19] J.M. Michel, (Avril 2012), Contribution à l'histoire industrielle des polymères en France, Société Chimique de France.

[20] W.Killmann, L.T. Hong, (2000), Le bois d'hévéa - succès d'un sous-produit agricole, Archives de documents de la FAO, vol. 51.

[21] J.Clavel, (1956), Les principales fibres chimiques, généralités, constitution chimique, classification, propriétés techniques essentielles, méthode rapide de différenciation, exemples appliqués à la pratique courante, Ed. Société Chimique Elbeuvienne, "SYNTORGA".

[22] D. Sedan, (2007), Etude des Interactions Physico-Chimiques aux Interfaces Fibres de Chanvre/Ciment. Influence sur les Propriétés Mécaniques du Composite, Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges - France, pp. 129.

[23] J.J. MAYA, T. SAB, (2010), Rubber Nanocomposites, Preparation, Properties and Applications, Chapitre 8, Sabu Thomas and Ranimol Stephen (Ed), John Wiley & Sons Pte Ltd.

[24] M. Ragoubi, (2010), Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne, Thèse de PhD, Université de Henri Poincaré Nancy.

[25] G. B. Mitra, P. S. Mukherjee, (1980), X-Ray diffraction study of fibrous polymers /Degree of paracrystallinity a new parameter for characterizing fibrous polymers, Polymer, vol.21, pp. 1403-1409.

[26] K.CHARLET, (2008), Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin, relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques, Thèse de doctorat, Université de Caen - France.

[27] S. ALIX, (2009), Effets de traitements enzymatiques et chimiques sur les propriétés des fibres de lin, Application à l'élaboration de matériaux composites, Thèse doctorat, Université de Rouen, Rouen - France.

[28] A. Bledzki, (1999), Composites reinforced with cellulose based fibres, Progress in Polymer Science, vol. 24, pp. 221-274.

[29] C. BALEY, (2003), Contribution à l'étude de matériaux composites à matrice organique renforcés par des fibres de lin, Thèse d'HDR, Université de Bretagne Sud, Lorient - France.

[30] A. K. MOHANTY, M. MISRA, L. T. DRZAL, (2005), Eds, Natural fibers, biopolymers, and biocomposites, CRC Press.

[31] Saida Medjahed, agence nationale pour la conservation de la nature p.p. 115, el annasser Alger - Algérie.

[32] A. Y. Nenonene, (2009), Elaboration 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, Sciences des Agro ressources, Université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse.

[33] F. Michaud, (2003), Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargementthermomécanique, Aptitude post formage, thèse Phd, Université Laval.

[34] A. Sbiai, (2011), 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.

[35] S. E. Benziouche, (2012), Analyse de la filière dattes en Algérie, constats et perspectives de développement, Etude de cas da la daïra de Tolga, Thèse de doctorat, ENSA, El Harrach - Alger.

[36] FADLAOUI, Soumaia, (2017), Application de la technique de modélisation de l'architecture du palmier dattier, Phoenix dactylifera L, pour la caractérisation des cultivars, Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider - Biskra.

[37] direction régional agriculture, (2016/2017), Biskra, bilan de campagne dattiere.

[38] A. Berkouk , (2019), Étude mécanique et dynamique de compositions polymériques à base de PVC, Mémoire de master, Université Mohamed Khider - Biskra.

[39] S. Steven, V. A Guy, V. M. Bruno, (2004), Reaction Kinetics Modeling and Thermal Properties of Epoxy-Amines as Measured by Modulated-Temperature DSC. I. Linear Step-Growth Polymerization of DGEBA + Aniline, Journal of Applied Polymer Science, vol. 91, pp. 2798-2813.

[40] L. Gornet, (2011), Généralité sur les matériaux composites, ECN, Centre Nantes.

[41] K. Rouam, (2013), Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles, Mémoire de magister, Université de Boumerdès - Algérie

[42] K. Rouam, (2013), Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles, Mémoire de magister, Université de Boumerdès - Algérie.



CHAPITRE III

Élaboration de composites « UP »- fibre DPLF et caractérisation

Introduction

Ce chapitre est consacré à la description de la méthode de synthèse utilisée pour élaborer les composites à base de polyester 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, les tests mécaniques pour extraire les propriétés mécaniques d'un matériau.

1. Elaboration des feuilles de palmier dattier :

Pour préparer des feuilles de palmier dattier, on doit :

- Laver des feuilles de palmier avec l'eau de robinet et le savon liquide puis avec l'eau distillée pour assurer l'élimination des impuretés.
- Sécher les feuilles de palmier à l'air libre pendant 24h (dans des conditions ambiantes selon le climat), puis séchées dans l'étuve à une température de 80°C pendant 2h.
- Les feuilles séchées sont lavées avec l'eau distillée pour éliminer les traces de sels minéraux, et puis séchées encore pendant 48 heures.



Figure III.1 : Feuilles des Palmes

1.1 Préparation de la poudre des feuilles de palmier dattier:

Pour obtenir une poudre des feuilles de palmiers, on doit broyer la partie non traitée de la fibre DPLF à l'aide d'un moulin à grains électrique et la tamiser afin d'obtenir une poudre très fine.



Figure III.2 : Broyage et tamisage de DPLF

1.2 Préparation de la solution de NaOH à 6% :

1.2-1 Préparation des solutions :

- **Solution de NaOH 6%** : Pourcentage en poids P/P %

$$\text{P/P \%} = \frac{\text{masse soluté}}{\text{masse solution}} \times 100$$

D'abord, on pèse une quantité de 60 g de NaOH en pastilles à l'aide d'une balance électrique et on verse dans une fiole de 1 litre et, on verse une quantité d'eau distillée jusqu'à dissoudre la soude NaOH puis on complète avec l'eau distillée progressivement avec agitation jusqu'au trait de la fiole jaugée. Et enfin on prend soin de l'obtention d'une solution homogène (dissolution de NaOH).

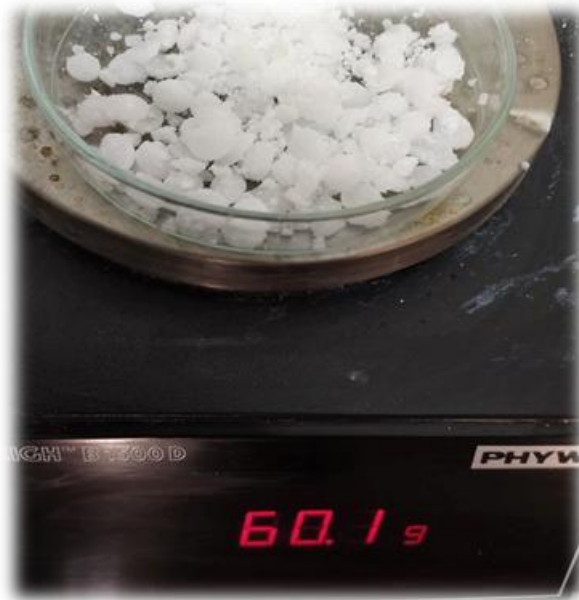


Figure III.3 : Préparation d'une solution de NaOH



Figure III.4 : La solution de NaOH à 6%

- **Acide acétique dilué :**

Dans une fiole de 1 litre on verse 100ml d'acide acétique et on complète avec l'eau distillée jusqu'à atteindre 1 litre.

1.2-2 Traitement de la fibre DPLF par NaOH :

- Les feuilles de fibre du palmier dattier ont été coupées à des dimensions de 5 à 6 cm de longueur et trempées dans une solution de NaOH à 6%.
- On chauffe le mélange jusqu'à 30 °C.
- Les fibres DPLF ont été immergées dans la solution de NaOH pendant 24 h.
- On lave les fibres de DPLF traitée avec l'eau de robinet plusieurs fois pour éliminer les restes de NaOH à la surface des fibres.
- Dans un cristalliseur ; on immerge la fibre DPLF dans de l'eau distillée puis on ajoute quelques gouttes d'acide acétique pour la neutraliser et enfin on lave de nouveau avec de l'eau distillée. Le pH final étant neutre maintenu à 7.
- Les fibres sont séchées à la température ambiante pendant 48h, puis séchées dans l'étuve à 80 °C pendant 48h.
- Finalement, on fait broyer la fibre de DPLF obtenue à l'aide d'un moulin à grains et on le tamise afin d'obtenir une poudre très fine.



Figure III.5 : DPLF immergée dans la solution de NaOH à 6%



Figure III.6 : DPLF immergée dans la solution de NaOH à 6% après 24 heures



Figure III.7 : le pH basique de DPLF traitée par NaOH



Figure III.8 : Le pH acide après neutralisation par l'acide acétique .

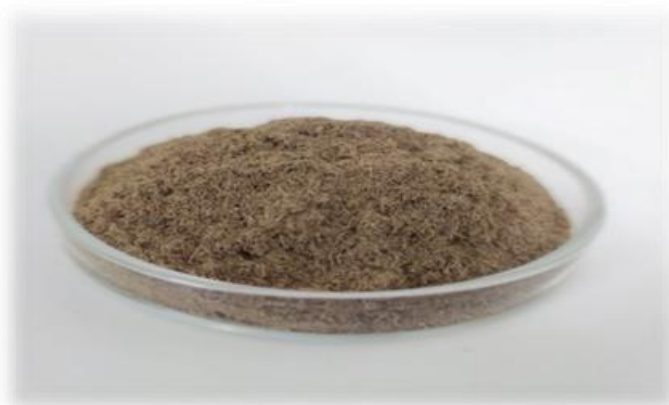


Figure III.9: Poudre DPLF traitée par NaOH

1.2-3 Traitement par le 3- γ -méthacrylpropyl triéthoxysilane (MPS) :

On dissout le MPS à 1% dans un mélange de (méthanol/ eau) (90/10) (P/P), on ajoute l'acide acétique pour ajuster le pH à 4, sous agitation continuée pendant 10 mn et à température 30 °C.

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



Figure III.10 : Solution préparée du silane.



Figure III.11 : Traitement de la fibre DPLF
Par le silane.



Figure III.12 : Poudre DPLF traitée par le silane

2. Préparation des plaques :

2.1 Matériau utilisés :

- a- Le **polyester** est une résine thermodurcissable destinée à la réparation des fissures dans les bateaux de pêche par moulage au contact (**Figure III.13**).
- b- Le **durcisseur (catalyseur)** : est ajouté en raison de 1 à 3% et permet ainsi de réduire le temps de travail. Au-delà d'un dosage de 4%, il risque de perturber les réactions de polymérisation. L'ajout du durcisseur se fait au moment de l'application. C'est l'agent qui provoque la réaction de polymérisation et le durcissement de la résine sous l'effet

de l'échauffement. Les durcisseurs sont principalement des peroxydes organiques : peroxydes de benzoyle, peroxydes de méthyléthylcétone ou des peroxydes de cyclohexanone (**Figure III.14**).



Figure III.13 : Polyester insaturé.



Figure III.14 : Catalyseur.

2.2 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:

A / 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 on le pose sur un sol plat (**Figure III.15**).



Figure III.15 : Dépôt de silicone sur le moule.

B / Dans un récipient en plastique, on pèse le polyester insaturé et la poudre DPLF , on ajoute progressivement la poudre DPLF 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 III.16 : Pesée du Polyester insaturé.



Figure III.17 : Pesée de la fibre DPLF.

C / On verse le mélange directement dans le moule, puis on le répartit uniformément dans le moule et on laisse sécher à l'air pendant 24 heures. (**Figure III.18**)



Figure III.18: Versement du mélange dans le moule.

2.3 Composite POLYESTER-DPLF :

Enfin Les échantillons sont prêts à être démoulé sous forme de carrés, Les plaques obtenues sont des composites à base de polyester et de fibre de palmier dattier élaboré au sein du laboratoire de recherche de chimie appliquée à l'Université de Biskra, par le procédé de moulage manuel (**Figure III.19**).

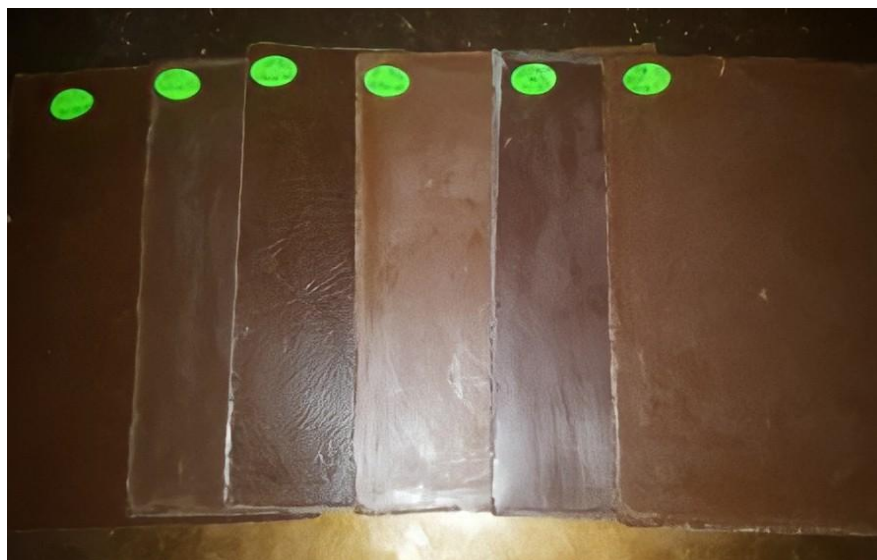


Figure III.19 : Plaques de composites Polyester-DPLF.

La mise en œuvre des plaques débute par la préparation du moule de dimension $(20.2 \times 20.2 \times 0.2) \text{ cm}^3$ (**Figure III.20**).



Figure III.20 : Présentation du moule des composites.

2.4 Les calculs théoriques du tableau :

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

Épaisseur 0.2 cm.

Largeur 20.2 cm.

Longueur 20.2 cm.

➤ La masse du moule :

$$V = E \times L \times l = 0.2 \times 20.2 \times 20.2 = 81.608 \text{ cm}^3$$

V : Le volume du moule (cm³).

E : L'épaisseur du moule (cm).

l : La largeur du moule (cm).

L : La longueur du moule (cm).

$$\rho = \frac{m}{v} \quad \Rightarrow \quad m = \rho \cdot v = 1.11 \times 81.608 = 90.58 \text{ g}$$

➤ Pour un mélange de (85UP/15DPLF) :

- Pour le polyester insaturé (UP) :

On a : 100% → 90.58 g

85% → M(UP) g

$$M(\text{UP}) = 76.99 \text{ g}$$

- Pour la poudre DPLF :

85% → M(UP) g

15% → M(DPLF) g

$$M(\text{DPLF}) = 13.58 \text{ g}$$

- Pour le catalyseur :

85% → M(UP) g

1% → M(Cat) g

M(Cat) = 0.90 g

On prépare le mélange de résine polyester insaturé avec la fibre de feuilles du palmier dattier selon différents pourcentages calculés et illustrés dans le (Tableau IV.1).

Mélanges	polyester	DPLF	DPLF traitée Par NaOH	DPLF traitée Par MPS	Catalyseur (1%)
(UP/DPLF 0%)	92,65 g	/	/	/	0,905 g
(UP/DPLF15%)	76,99 g	13,58 g	/	/	0,905 g
(UP/DPLF 30%)	63,40 g	27,17 g	/	/	0,905 g
(UP/DPLF traitée par NaOH 15%)	76,99 g	/	13,58 g	/	0,905 g
(UP/DPLF traitée par NaOH 20%)	72,46 g	/	18,11 g	/	0,905 g
(UP/DPLF traitée par MPS 15%)	76,99 g	/	/	13,58 g	0,905 g
(UP/DPLF traitée par MPS 30%)	63,40 g	/	/	27,17 g	0,905 g

Tableau IV.1 : Les différentes formulations de nos échantillons.

3. 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 spectroscopique par Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF).
- Propriétés physiques : test d'absorption d'eau
- Tests mécaniques : Test de traction, Test de la dureté Shore D.
- La microscopie optique et électronique.

3.1 Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (IRTF OU FTIR):

➤ Définition :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) (ou FTIR : Fourier Transformed Infra Red spectroscopy) est une technique d'analyse rapide permettant d'identifier rapidement les fonctions chimiques des molécules présentes dans les matériaux analysés (solides, liquides ou plus rarement gazeux) par la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques. Cette technique repose sur l'absorption par l'échantillon de radiations lumineuses infrarouges. [1]

➤ Principe :

Le principe de la technique 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 cm^{-1} et 400 cm^{-1} ($2,5 - 25\text{ }\mu\text{m}$) correspond au domaine d'énergie de vibration de la plupart des molécules (infrarouge moyen).

Par conséquent un matériau de composition chimique et de structure donnée, va correspondre à un ensemble de bandes d'absorption caractéristique permettant d'identifier le matériau : spectre de vibration infra rouge.

L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier qui envoie sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'onde (que le matériau absorbe) et les intensités de l'absorption. Les informations tirées des spectres sont de deux sortes [2]

- **Informations qualitatives** : Les longueurs d'onde auxquelles l'échantillon absorbe, sont caractéristiques des groupes chimiques présents dans le matériau analysé. Des tables de données permettent d'attribuer les absorptions aux différents groupes chimiques présents.
- **Informations quantitatives** : L'intensité de l'absorption à la longueur d'onde caractéristique est reliée à la concentration du groupe chimique responsable de l'absorption.

➤ **Préparation des échantillons :**

Les mesures de spectroscopie infrarouge des différents échantillons, ont été enregistrées 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 III.21**).



Figure III.21 : Spectrophotomètre à transformée de Fourier de type SHIMADZU FTIR-8400S

Les échantillons à analyser sont préparés sous forme de pastille. Il s'agit de mélanger une quantité de 0.001g de farine de fibre traitée et non traitée et une quantité de 0.2g de bromure de potassium KBr.



Figure III.22 : La pesée d'une quantité de fibre et de KBr

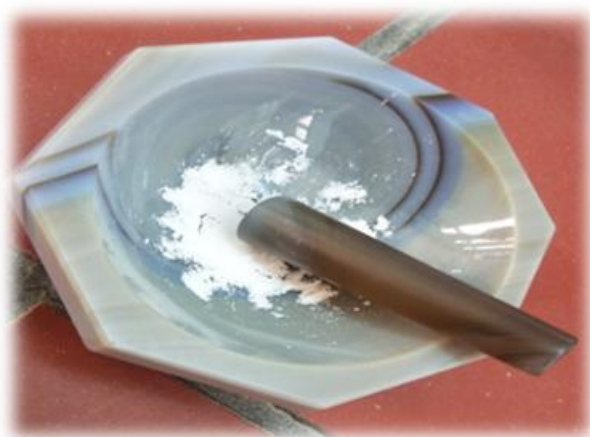


Figure III.23 : Mélange de KBr et de la fibre

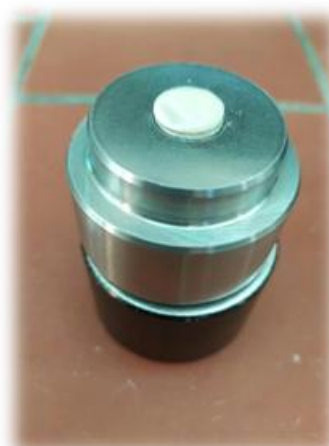


Figure III.24 : Une pastille préparée.



Figure III.25 : Presse à vide.

3.2 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 [3].

Dans le test d'absorption d'eau, on a séché des échantillons sous forme de carré dans une étuve à 80 °C pendant 2h pour se débarrasser de l'humidité. Après, on pèse les échantillons (m_0) dans une balance analytique de précision 0.0001g. Ensuite, on a placé les éprouvettes dans un bécher contenant de l'eau distillée maintenue à température ambiante.

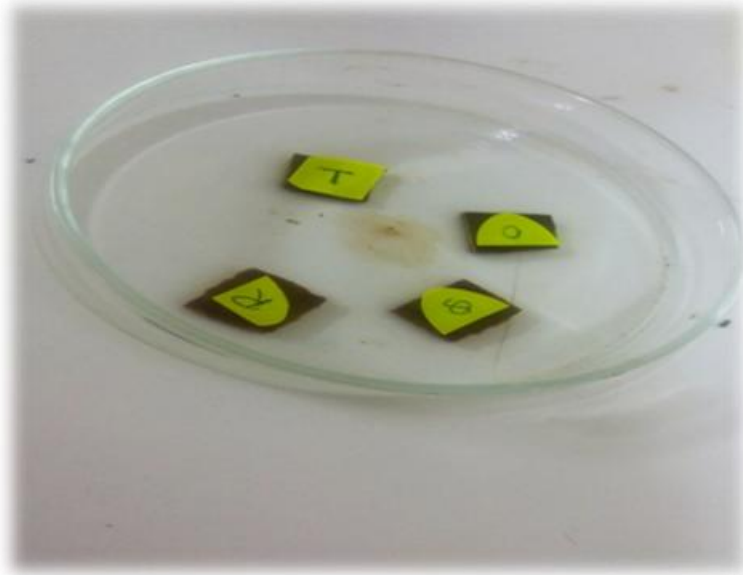


Figure III.26 : Les échantillons après le séchage

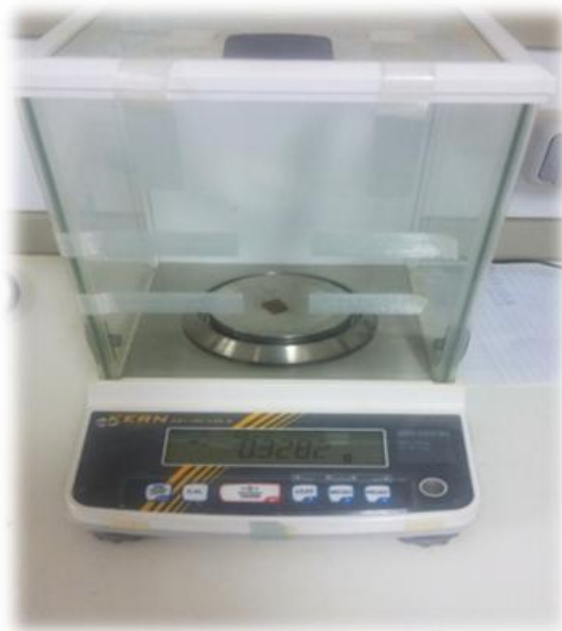


Figure III.27 : Pesée des échantillons (m_0) avec la balance analytique utilisée.



Figure III.28 : Immersion des plaques

Après une immersion pendant un temps bien déterminé, on a retiré les éprouvettes de l'eau et on a essuyé de toute eau superficielle qui les recouvre, à l'aide d'un linge propre et sec.

On a pesé chaque échantillon lorsqu'il est retiré de l'eau directement (masse m). Pour déterminer la saturation en eau, les éprouvettes ont été immergées et pesées de nouveau au bout de durées bien définies. Puis on a calculé le pourcentage en masse d'eau absorbée.



Figure III.29 : Pesée des échantillons (m) après l'immersion.

Pour chaque éprouvette, on a calculé la variation relative de masse m_t (%) en pourcentage en masse, par rapport à la masse initiale, à l'aide de la formule appropriée suivante :

$$\Delta m (\%) = [(M-M_0)/M_0].100$$

M_0 : La masse de l'échantillon avant l'immersion en gramme.

M : La masse de l'échantillon après l'immersion en gramme.

3.3 Tests mécaniques :

a. Test de traction :

L'essai de traction est la méthode expérimentale qui est utilisée couramment pour la détermination des comportements mécaniques des matériaux. Ces comportements sont décrits par un ensemble de relations entre les contraintes, les déformations et leur évolution au cours du temps. On exerce une force de traction sur un cylindre de longueur qu'on a déterminé, car les résultats d'essai sont influencés par la précision de mesure des dimensions de l'éprouvette, jusqu'à sa rupture. En enregistrant la force F appliquée à l'éprouvette par la machine de traction et son allongement progressif, on remarque que l'effort fourni augmente avec l'allongement puis atteint un maximum et commence à décroître. [4]



Figure III.30 : Machine de traction de type Zwick/Roell.

La mesure des propriétés de l'allongement à la rupture des plaques est effectuée au niveau de l'entreprise ENICAB de Biskra à l'aide d'une machine de traction de type Zwick/Roell . La machine est reliée à un micro-ordinateur qui effectue tous les calculs nécessaires et trace les courbes contraintes/déformation (**Figure 30**).

➤ **Préparation des éprouvettes :**

Les essais de traction sont réalisés sur des éprouvettes découpées à l'aide d'un emporte -pièce de dimensions normalisées. (**Figures 31,32**)



Figure III.31 : Préparation des éprouvettes.



Figure III.32 : Emporte-pièce.

Pour chaque échantillon « formulation », trois éprouvettes ont subi l'essai de traction sur une machine de traction de type Zuick/Roell.

➤ **Étapes de l'essai :**

L'essai de traction nécessite la réalisation des étapes suivantes:

- Il faut d'abord introduire les données relatives de l'éprouvette à tester dont : son épaisseur h , sa largeur b_0 .
- Placer l'éprouvette dans la machine d'essai de traction.
- Démarrer la machine et la courbe s'affiche progressivement sur l'écran.



Figure III.33 : Mesure des dimension de l'éprouvette

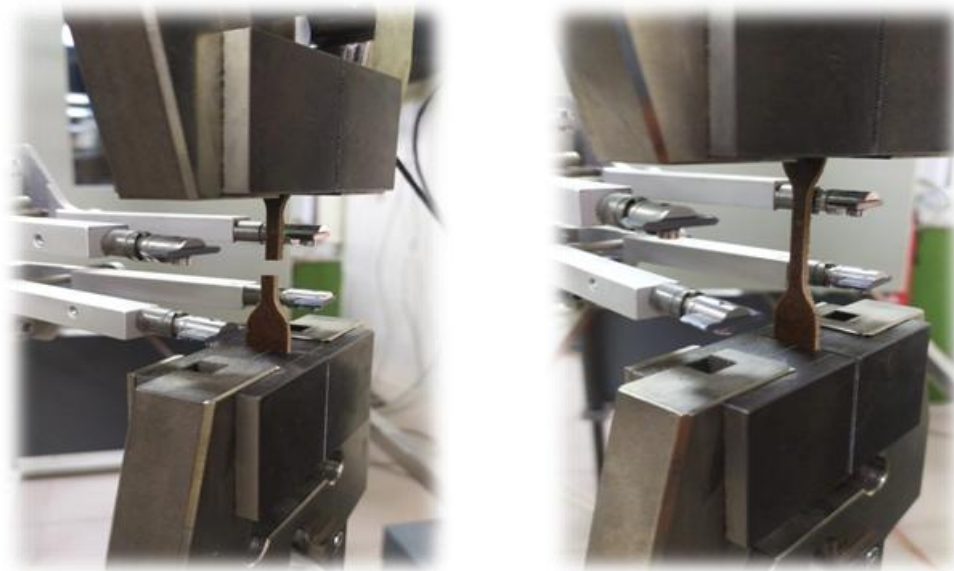


Figure III.34 : Éprouvette d'essai mise en place dans la machine de traction.

➤ Paramètres d'études de traction [5]

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/m²) .

σ : Contrainte (N/m²).

ε : Déformation (%).

- Contrainte à la rupture

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

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

σ_r : Contrainte à la rupture (N/m²).

S : Section de l'éprouvette (m²).

F : La force d'étirement (N).

- Allongement à la rupture

L'allongement à la rupture correspondante 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).

L₀ : Longueur initiale de l'éprouvette(m).

b. Test de la dureté Shore D

La mesure de la dureté Shore D a été réalisée au niveau du laboratoire de « ENICAB » à Biskra. L'essai consiste à appliquer un effort tendant à enfonce l'aiguille d'un duromètre Shore D suivant la norme NF ISO T 51-123, sur des plaques de 16×16 cm². La lecture se fait directement sur le duromètre après la pénétration de 15 secondes.



Figure III.35 : Le duromètre utilisé.

➤ **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 3 mesures et calculer la moyenne pour obtenir la valeur de dureté la plus précise possible.



Figure III.36 : Test de dureté Shore.

Référence

- [1]** LABORATOIRE PLURIDISCIPLINAIRE DE CRIMINALISTIQUE Numero SIRET, 807 734 595 00026 Bioparc Genopole, Campus 1 - Batiment 8 - 5, rue Desbruères, 91 030 Evry Cedex.
- [2]** M.J. Hollas, (2003), Spectroscopie, Dunod, Paris.
- [3]** Z. Chettouh ,(2018), Etude Physico-Chimique du composite PVC/PE - Fibre de palmier dattier, Mémoire de master, Université de Biskra - Algérie.
- [4]** H. Ladjabi, (2011) , Etude Expérimentale du Comportement Mécanique des Polymères, Mémoire de magister, Université de Annaba- Algérie.
- [5]** S .MAOU, (2012) , Etude des propriétés thermiques de mélanges à base de PVC et PVC- PEHD et les phénomènes de dégradation , Mémoire de magister ,Université de Ouargla- Algérie.



CHAPITRE IV

Résultats et interprétations

1. L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR :

1.1 L'analyse spectroscopique infrarouge pour UP :

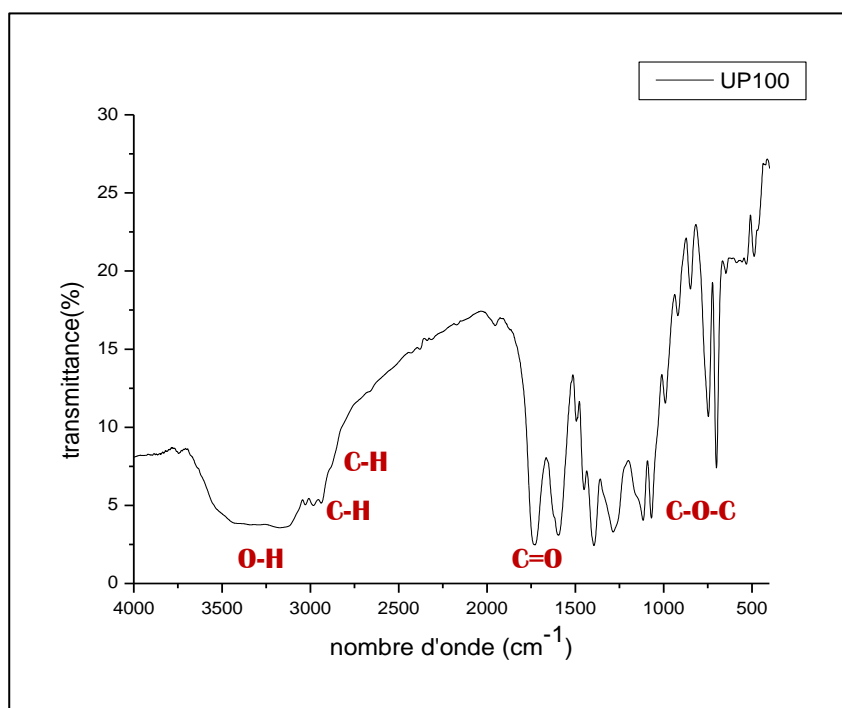


Figure IV.1 : Spectre infrarouge du polyester UP (100%).

Liaison	O-H associée	C-H	alcane	C-O	C-O-C
Fréquence (cm-1)	3250	2921	2843	1720	1025

Tableau IV.1 : Fréquences caractéristiques du polyester UP (100%).

L'analyse du spectre infrarouge (**Figure IV.1**) a montré l'existence de bandes caractéristiques des groupements hydroxyles (-OH), groupements C-O, groupements C-O-C et ceux C-H (alcane).

1.2 L'analyse spectroscopique infrarouge pour DPLF non traitée :

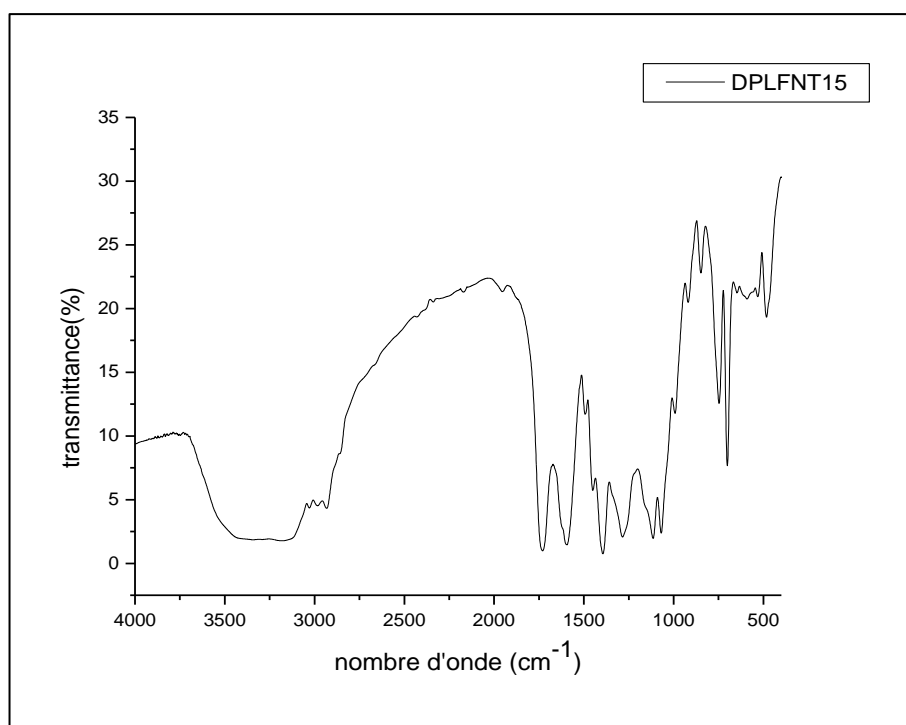


Figure IV.2 : Spectre Infrarouge du composite UP/DPLF N15 % .

Liaison	O-H associée	C-H	alcane	C-O	C-O-C
Fréquence (cm-1)	3250	2921	2843	1720	1025

Tableau IV.2 : Fréquences caractéristiques du composite UP/DPLF 15 % N.T.

On remarque une similitude de l'allure des pics d'absorptions (les mêmes fréquences sont observées) (**Figure IV.1** et **Figure IV.2**).

1.3 L'analyse spectroscopique infrarouge pour DPLF traitée par NaOH 6%:

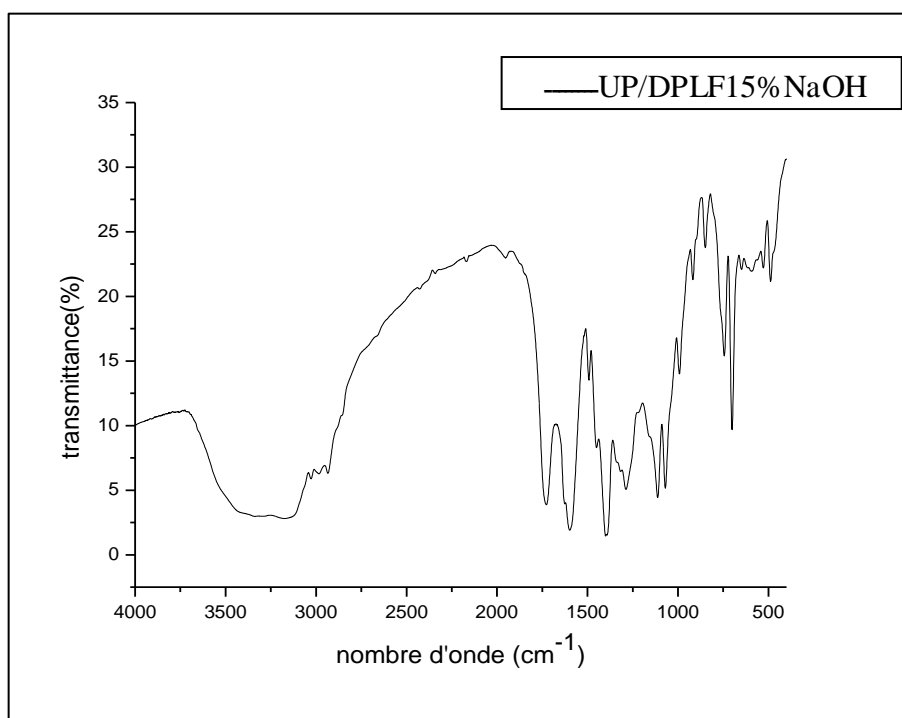


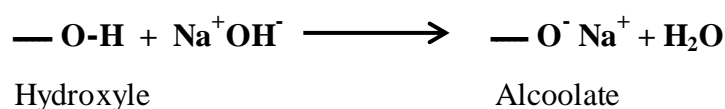
Figure IV.3 : Spectre FTIR du composite UP/DPLF 15% traitée NaOH.

Liaison	O-H associée	C-H	alcane	C-O	C-O-C
Fréquence (cm-1)	3250	2921	2843	1720	1025

Tableau IV.3 : Fréquences caractéristiques du composite UP/DPLF 15% traitée NaOH.

Le spectre montre une grande similitude, mais il faut noter une diminution de l'intensité de la bande d'absorption du groupement hydroxyle OH dû au traitement alcalin par NaOH.

La diminution de l'intensité est due nécessairement à la réaction entre les groupements de la fibre avec la base, selon le schéma :



1.4 L'analyse spectroscopique infrarouge pour DPLF traitée par silane :

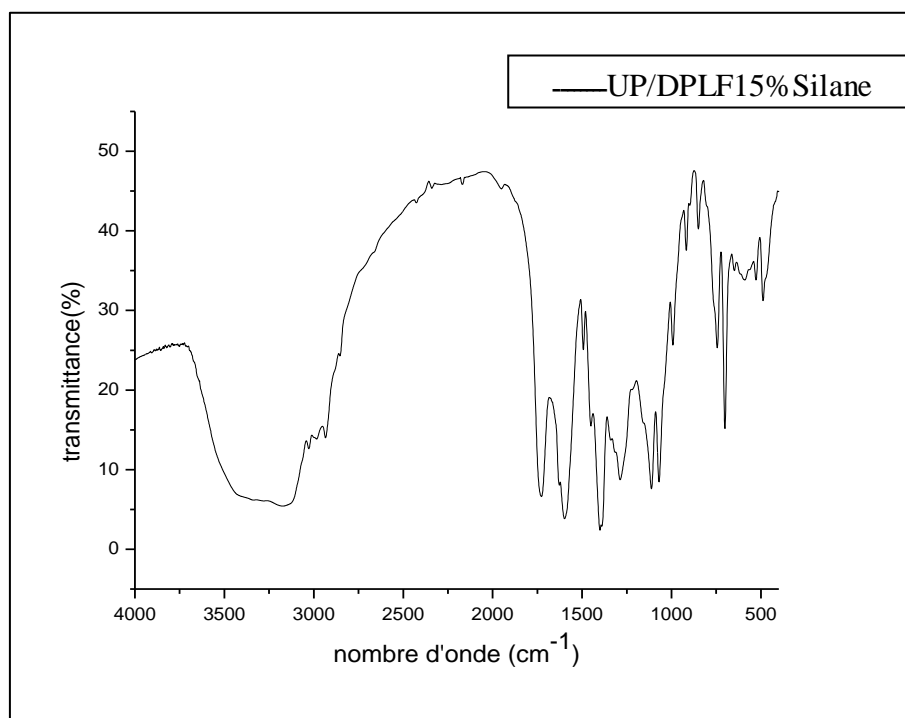


Figure IV.4 : Spectre FTIR du composite DPLF 15% traitée par le silane.

Liaison	O-H associée	C-H	alcanes	C=O	C-O-C
Fréquence (cm-1)	3250	2921	2843	1720	1025

Tableau IV.4: Fréquences caractéristiques de la fibre DPLF 15% traitée silane.

Le spectre montre les mêmes bandes d'absorption caractéristiques dont les valeurs sont données au (Tableau IV.4).

2. L'absorption de l'eau distillée :

Le but de l'analyse de l'absorption par les composites avec différents taux de fibre , consiste à rechercher la bonne capacité à pouvoir absorber l'eau.

De ce fait l'analyse est dressée pour la fibre DPLF associée au polyester sans traitement et avec traitement chimique en milieu alcalin et en milieu silane.

2.1 Influence du taux de fibre (DPLF) sur l'absorption :

D'après (Figure IV.5) on constate que l'absorption d'eau par comparaison à celle pour le polyester augmente, et que le taux de la fibre DPLF influe énormément sur l'absorption à titre d'exemple le composite UP/DPLF NT 30% absorbe plus, ceci est étroitement lié à la nature hydrophile de la fibre.

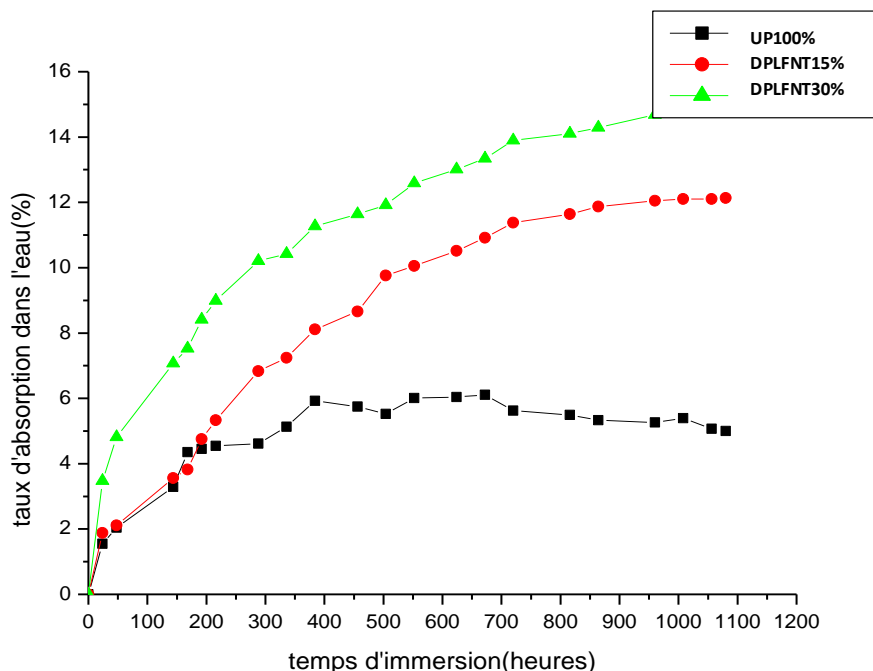


Figure IV.5 : Influence du taux de fibre DPLF sur l'absorption du composite.

2.2 Influence du traitement chimique sur l'absorption :

2.2.1 Traitement chimique par NaOH :

Le traitement chimique de la fibre DPLF par NaOH apporte au composite certains avantages relatifs à la cohésion macromoléculaire entre la matrice et la fibre ainsi et d'après la (Figure IV.6), la fibre DPLF à un taux de 15% et traitée par NaOH, confère au composite la propriété hydrophobe (fibre) suite à la diminution des groupements hydroxyles et leur transformation en groupements alcoolates.

Néanmoins, lorsque le taux de fibre augmente dans le composite et atteint les 20% , même avec traitement chimique , le caractère hydrophile augmente , ce qui conduit à une mauvaise adhésion entre la matrice organique et la fibre DPLF .

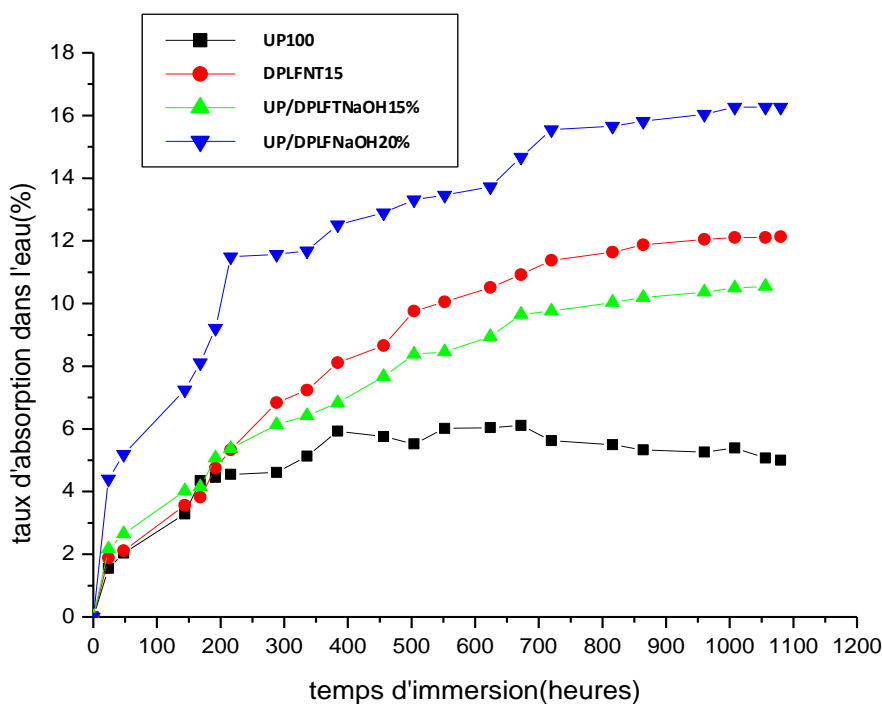


Figure IV.6 : Influence du traitement chimique par NaOH sur l'absorption.

2.2.2 Traitement chimique par silane :

D'après la (Figure 7) le traitement chimique de la fibre avec le silane 15% montre une diminution de la capacité d'absorption d'eau par le composite suite aux fragments O—Si qui remplacent O—H et par conséquent confèrent au composite ainsi qu'à la fibre un caractère hydrophobe.

Néanmoins, lorsque le taux de la fibre augmente (DPLF 30%), le caractère hydrophobe diminue et il y aura une élévation de l'absorption d'eau par la fibre, donc les propriétés d'adhésion de la fibre au polymère s'affaiblissent.

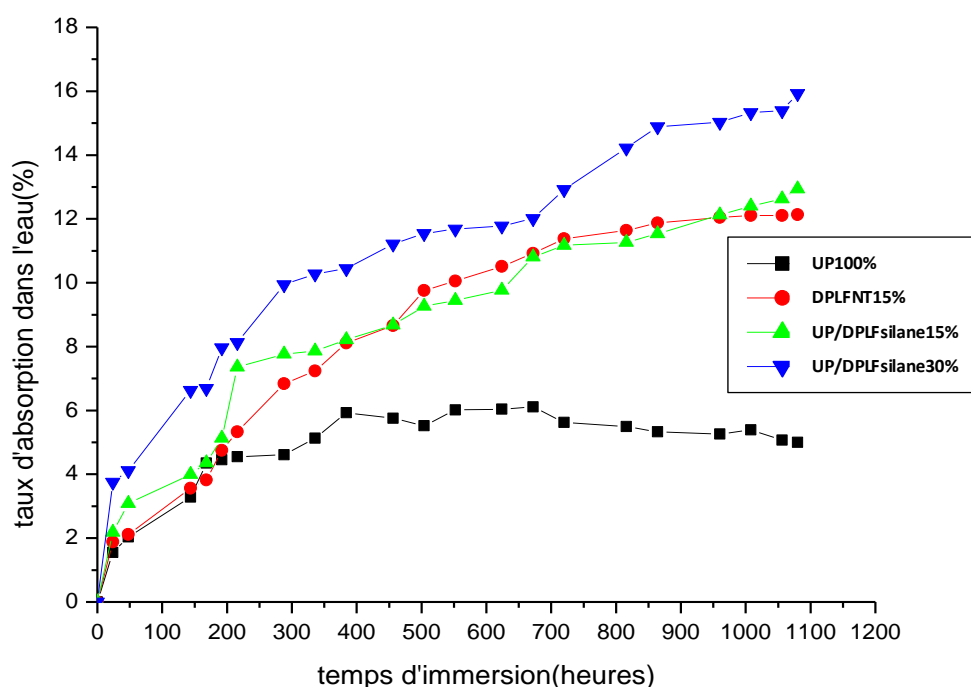


Figure IV.7 : Influence du traitement chimique par le silane sur l'absorption.

2.3. Influence de la nature du traitement chimique :

L'étude du phénomène d'absorption d'eau pour les composites UP/DPLF non traitée, traitée par NaOH et traitée par le silane à des taux de 15 % et 30 % a montré que le traitement de la fibre par NaOH et le silane fait changer le caractère hydrophile de la fibre – l'effet s'accroît avec l'élévation du taux (traitement silane), la bonne cohésion avec la matrice polymère rend le composite hydrophile à l'eau, même constatation lors du traitement avec NaOH, la fibre non traitée absorbe plus étant donné son caractère amorphe prononcé. (Figure IV.8 et IV.9)

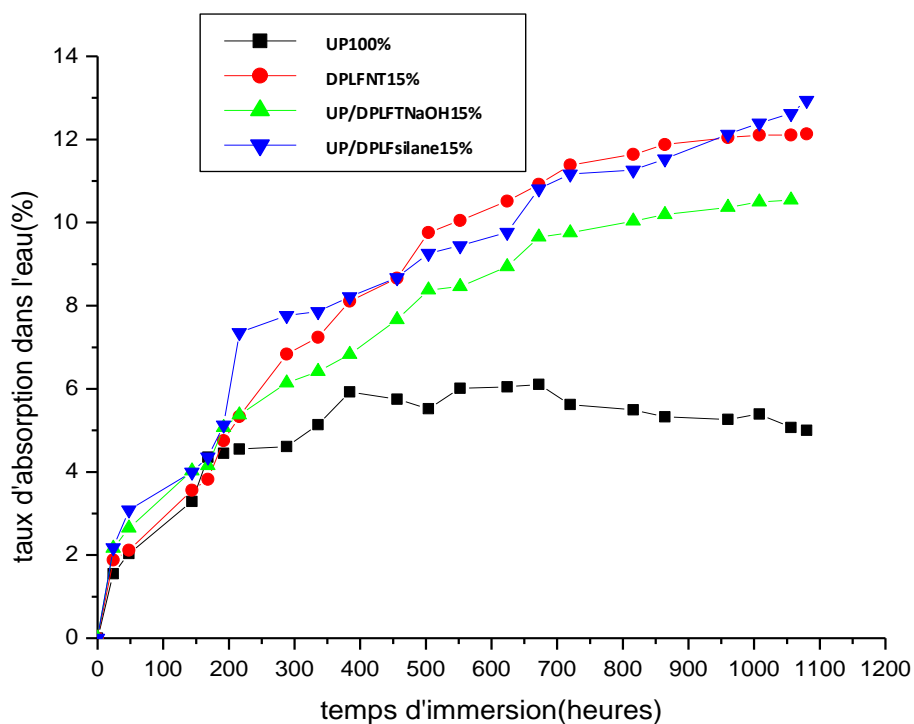


Figure IV.8: Influence du traitement chimique de la fibre DPLF à 15% sur le phénomène d'absorption d'eau.

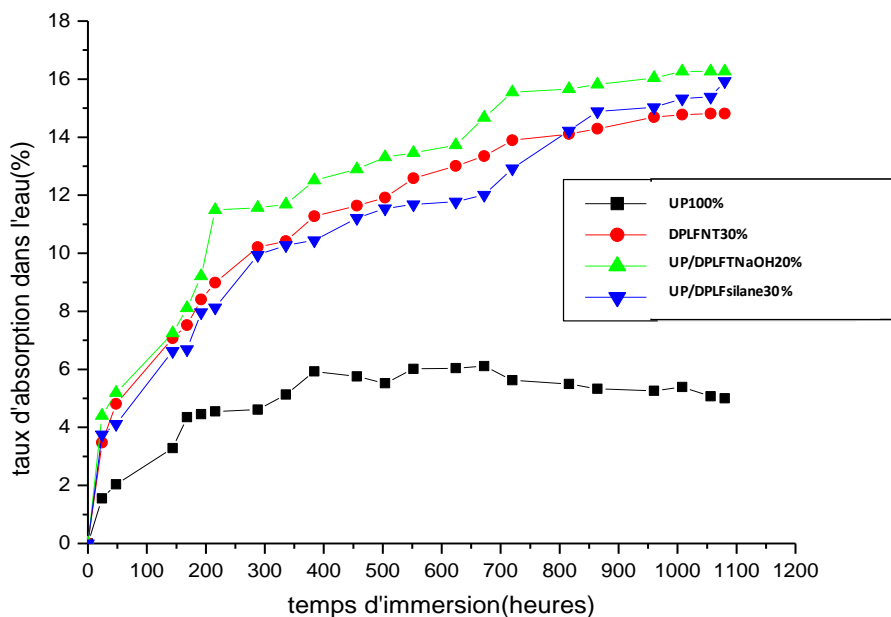


Figure IV.9: Influence du traitement chimique de la fibre DPLF à 30% et 20 % sur le phénomène d'absorption d'eau.

3. Les résultats de l'étude mécanique :

3.1 L'influence du taux d'additif (DPLF) sur les propriétés mécaniques :

L'étude mécanique (résistance à la rupture et allongement à la rupture) a été faite dans le but de voir l'influence de l'additif DPLF, de la nature DPLF traitée par NaOH et le silane sur les propriétés du composite UP/DPLF avec différentes proportions.

Les composites UP/DPLF non traitée à des taux de 15 et 30 % ont montré une bonne résistance à la rupture (augmentation avec l'élévation du pourcentage de fibre), il en est de même pour l'allongement à la rupture (**Figure IV.11**), ceci s'explique par l'accroissement du caractère cristallin de la fibre dans la composition du composite qui confère au dernier une bonne résistance. Les résultats de l'analyse de la dureté Shore confirment nos hypothèses. (**Figure IV.12**).

a- Etude de la résistance à la rupture :

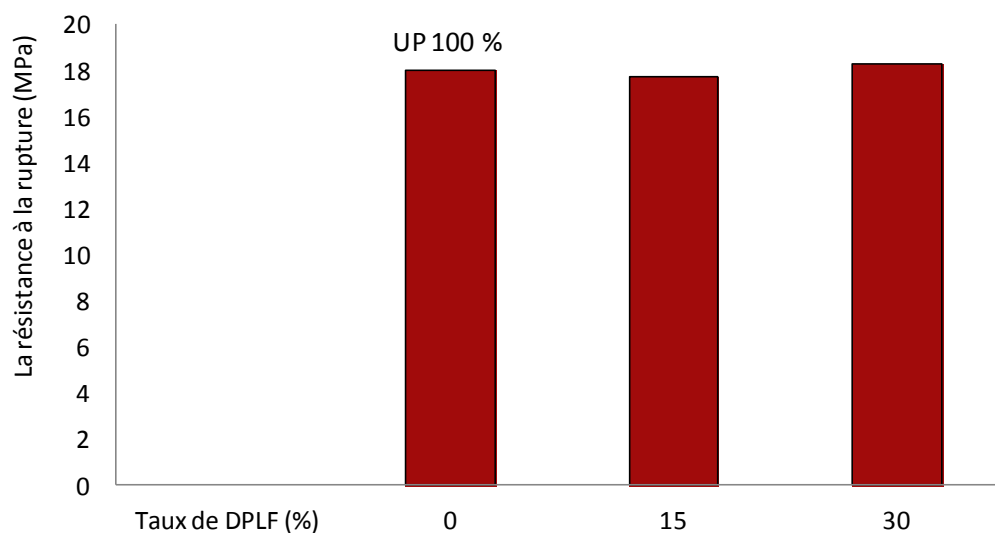


Figure IV.10 : Courbe histogramme de la résistance à la rupture de DPLF non traitée.

Taux de DPLF (%)	0	15	30
La résistance à la rupture (MPa)	18	17.7	18.3

Tableau IV.5 : Les résultats de l'analyse de la résistance à la rupture de DPLF non traitée.

b- Étude de l'allongement à la rupture :

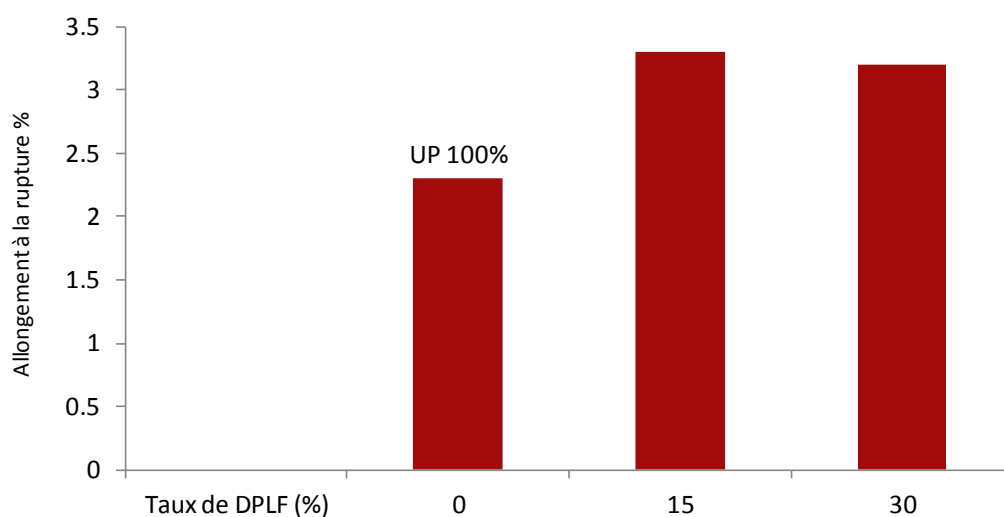


Figure IV.11 : Courbe histogramme de l'allongement à la rupture de DPLF non traitée.

Taux de DPLF (%)	0	15	30
Allongement à la rupture %	2.3	3.3	3.2

Tableau IV.6 : Les résultats de l'analyse de l'allongement à la rupture de DPLF non traitée.

c- Étude de la dureté SHORE :

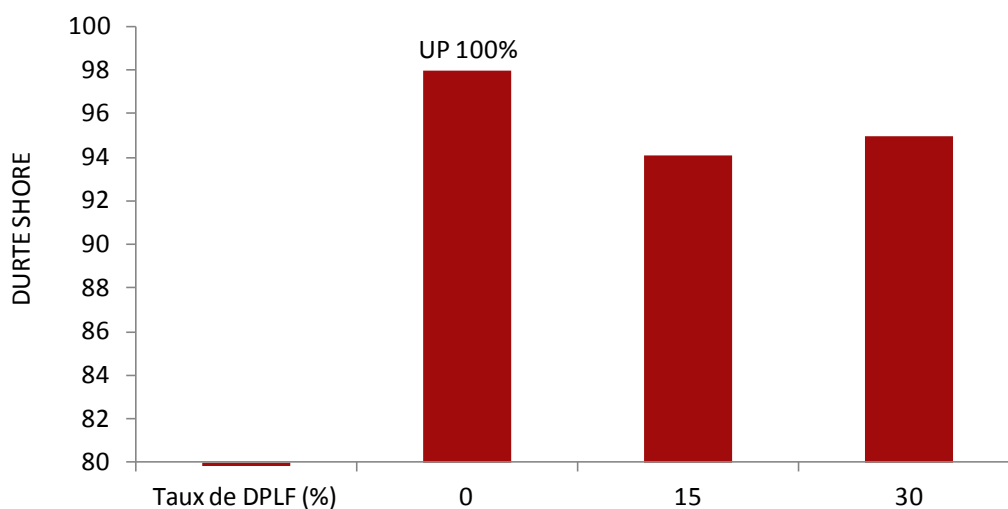


Figure IV.12 : Courbe histogramme de la dureté SHORE de DPLF non traitée .

Taux de DPLF (%)	0	15	30
Dureté SHORE	98	94.1	95

Tableau IV.7 : Les résultats de l’analyse de la dureté SHORE de DPLF non traitée.

3.2 L’influence du traitement chimique :

3.2.1 L’influence du traitement chimique par NaOH :

L’étude des composites UP/DPLF traitée par NaOH a montré une similitude dans le comportement mécanique (résistance et allongement à la rupture), le taux d’addition de la fibre influe énormément sur le comportement mécanique, le traitement alcalin entraîne l’élimination de la partie amorphe de la fibre, la lignine et l’hémicellulose, reste la partie cristalline, cette dernière confère au composite une bonne résistance mécanique. (**Figure IV.13 et IV.14**).

Pour ce qui est de la dureté Shore, les résultats obtenus (**Figure IV.15**), confirment ceux obtenus précédemment.

a - Étude de la résistance à la rupture :

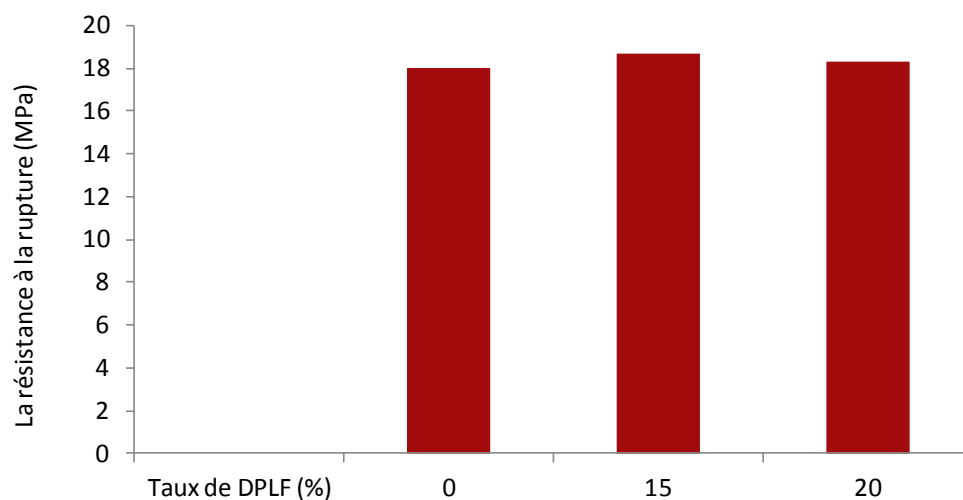


Figure IV.13 : Courbe histogramme de la résistance à la rupture de la fibre DPLF traitée par NaOH.

Taux de DPLF (%)	0	15	20
La résistance à la rupture (MPa)	18	18.7	18.3

Tableau IV.8 : Les résultats de l'analyse de la résistance à la rupture de la fibre DPLF traitée par NaOH.

b - Étude de l'allongement à la rupture :

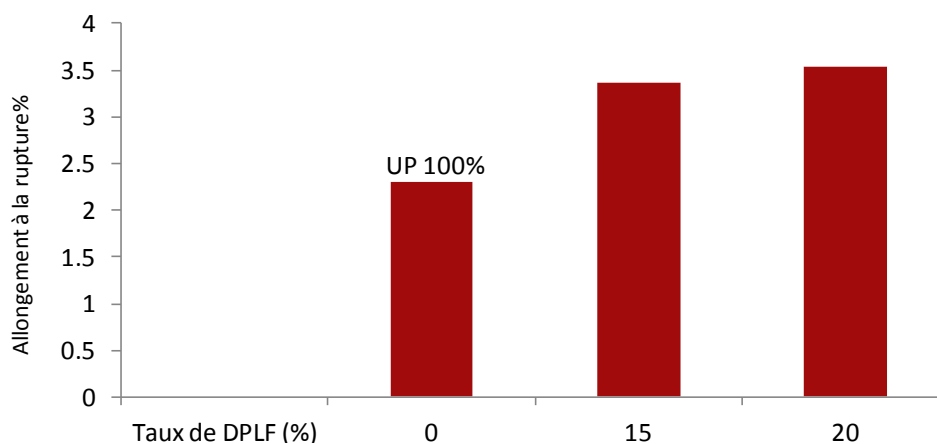


Figure IV.14 : Courbe histogramme de l'allongement à la rupture de la fibre DPLF traitée par NaOH.

Taux de DPLF (%)	0	15	20
Allongement à la rupture %	2.3	3.36	3.53

Tableau IV.9 : Les résultats de l'analyse de l'allongement à la rupture de la fibre DPLF traitée par NaOH.

c- Étude de la dureté SHORE :

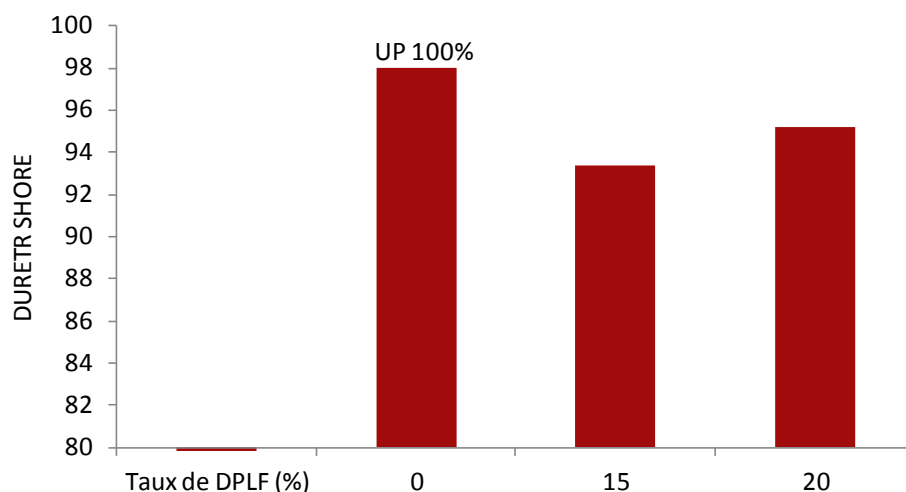


Figure IV.15 : Courbe histogramme de la dureté SHORE de la fibre DPLF traitée par NaOH.

Taux de DPLF (%)	0	15	20
Dureté SHORE	98	93.4	95.2

Tableau IV.10 : Les résultats de l'analyse de la dureté SHORE de la fibre DPLF traitée par NaOH.

3.2.2 L'influence du traitement chimique par silane:

Une autre étude mécanique pour terminer le comportement mécanique de nos composites, concerne la fibre traitée par le composé silane (**3- γ -méthacryloxypropyl triéthoxysilane**), lorsqu'on sait d'après les travaux antérieurs, que le traitement par silane, permet une bonne adhésion de la fibre avec la matrice polymère du polyester (UP) (analyse par microscope électronique à balayage MEB).

D’après la (Figure IV.16), la résistance croît au fur et à mesure que le taux de fibre croît, le traitement permet une bonne cohésion de la fibre avec le polymère et de ce fait la rigidité du composite augmente. Il en est de même pour l’allongement à la rupture qui suit la même variation. (Figure IV.17).

Les résultats obtenus sont en parfait accord avec la variation de la dureté Shore. (Figure IV.18) .

a-Étude de la résistance à la rupture :

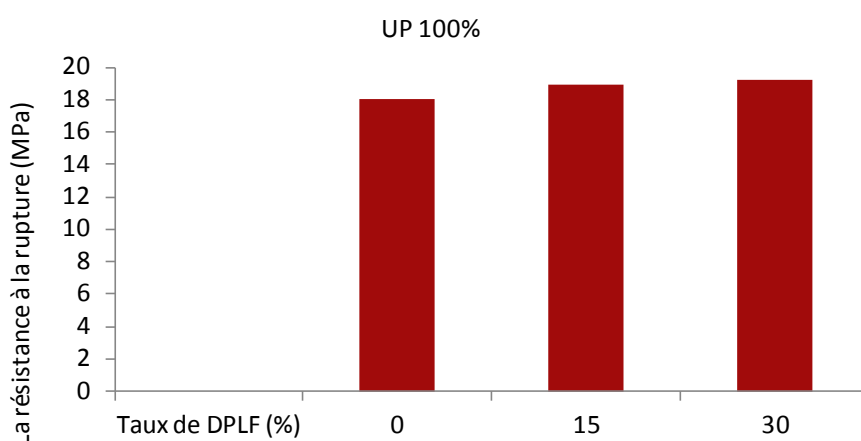


Figure IV.16 : Courbe histogramme de la résistance à la rupture de la fibre DPLF traitée par le silane.

Taux de DPLF (%)	0	15	30
La résistance à la rupture (MPa)	18	18.9	19.2

Tableau IV.11 : Les résultats de l’analyse de la résistance à la rupture de la fibre DPLF traitée par le silane.

b –Étude de l’allongement à la rupture :

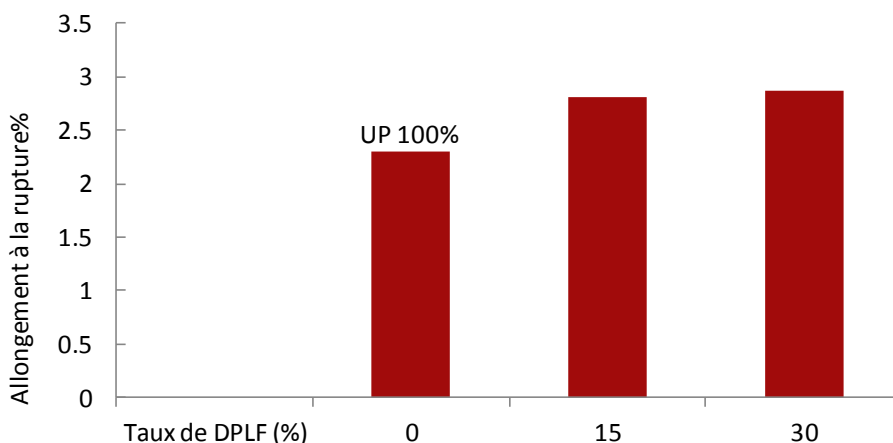


Figure IV.17 : Courbe histogramme de l’allongement à la rupture de la fibre DPLF traitée par le silane.

Taux de DPLF (%)	0	15	30
Allongement à la rupture %	2.3	2.8	2.86

Tableau IV.12 : Les résultats de l'analyse de l'allongement à la rupture de la fibre DPLF traitée par le silane.

c -Étude de la dureté SHORE :

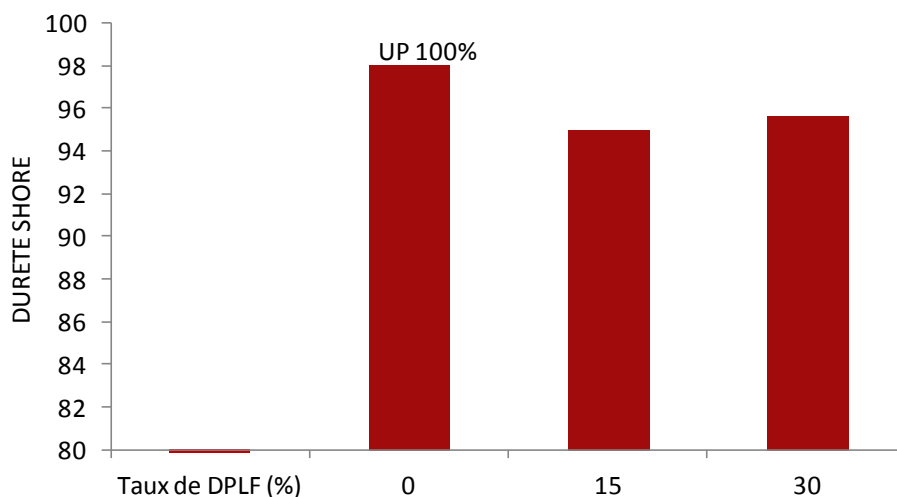


Figure IV.18 : Courbe histogramme de la dureté SHORE de la fibre DPLF traitée par le silane.

Taux de DPLF (%)	0	15	30
Dureté SHORE	98	94.9	95.63

Tableau IV.13 : Les résultats de l'analyse de la dureté SHORE de la fibre DPLF traitée par le silane.

3.2.3 l'influence du type de traitement chimique sur les propriétés mécaniques :

a- Étude de la résistance à la rupture :

L'étude mécanique des composites UP/DPLF a montré que la fibre DPLF associée au polymère accroît la résistance à la rupture (caractère rigide de celle-ci), son traitement par NaOH augmente la résistance, la partie amorphe de la fibre est éliminée, reste la fraction cristalline qui confère plus de résistance, le traitement au silane ramollit la composition et donc la résistance augmente, (Figure IV.19). On constate la même variation pour ce qui est de l'allongement à la rupture qui augmente avec la rigidité de la composition (UP/DPLF non traitée et traitée par NaOH), le traitement au silane fait ramollir la composition, (Figure IV.20).

On remarque d'après l'histogramme que les composites UP /DPLF ont une dureté inférieure à celle du polyester.

Le composite UP/DPLF NT a une dureté inférieure à celle du polyester UP, la fibre fait ramollir la composition, le composite UP/DPLF traitée NaOH, sa dureté diminue de plus suite aux associations intermoléculaires avec la matrice polymère suite au traitement NaOH, le composite UP/DPLF traitée silane montre une certaine élévation de sa dureté suite à la bonne cohésion moléculaire du fragment silane O – Si avec la matrice du polyester.

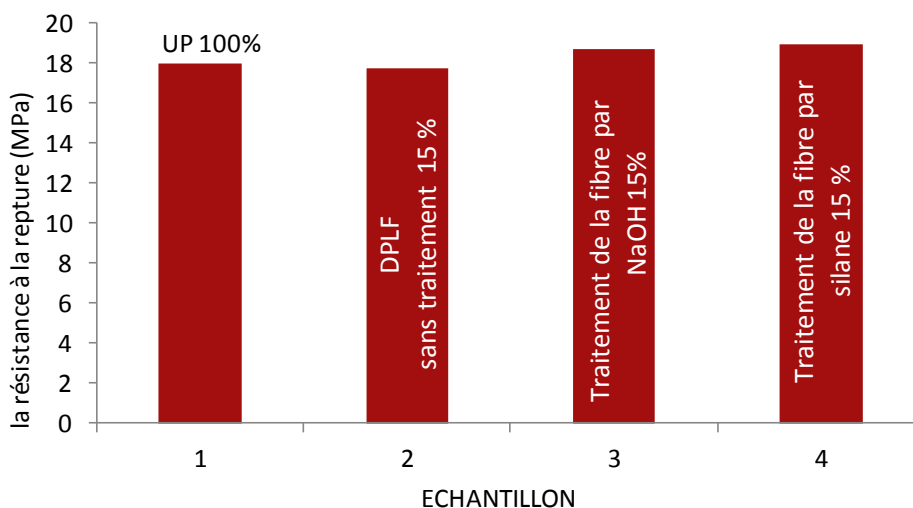


Figure IV.19 : Variation de la résistance à la rupture des composites(UP/DPLF 15 % NT , UP/DPLF 15 % traitée NaOH , UP/DPLF 15 % traitée Silane) .

UP %	DPLF sans traitement 15 %	Traitement de la fibre par NaOH 15 %	Traitement de la fibre par silane 15 %
18	17.7	18.7	18.9

Tableau IV. 14 : Les résultats de l'analyse de la résistance à la rupture des composites (UP/DPLF 15 % NT , UP/DPLF 15 % traitée NaOH , UP/DPLF 15 % traitée Silane).

b -Étude de l'allongement à la rupture :

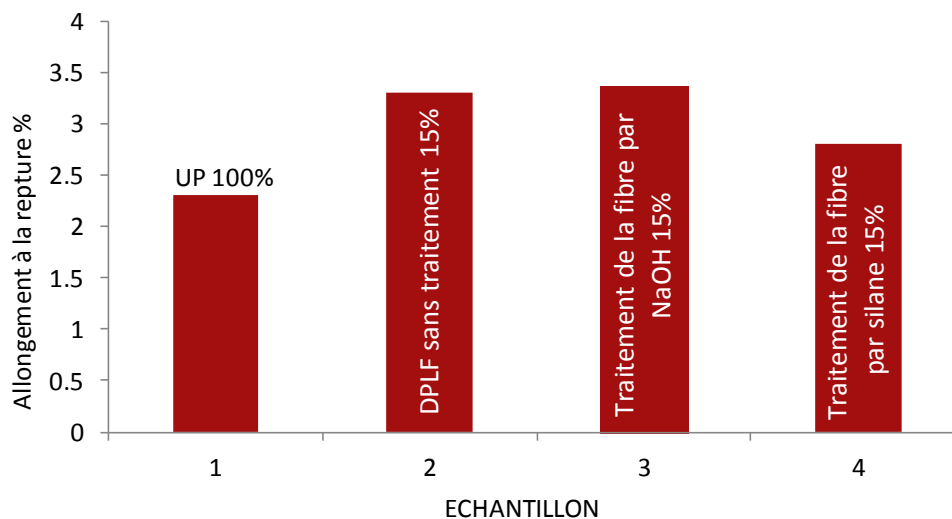


Figure IV.20 : Variation de l'allongement à la rupture des composites(UP/DPLF 15 % NT , UP/DPLF 15 % traitée NaOH , UP/DPLF 15 % traitée Silane) .

UP %	DPLF sans traitement 15 %	Traitement de la fibre par NaOH 15 %	Traitement de la fibre par silane 15 %
23.3	3.3	3.36	2.8

Tableau IV.15 : Les résultats de l'analyse de la résistance à la rupture des composites (UP/DPLF 15 % NT , UP/DPLF 15 % traitée NaOH , UP/DPLF 15 % traitée Silane).

c- Etude de la dureté SHORE :

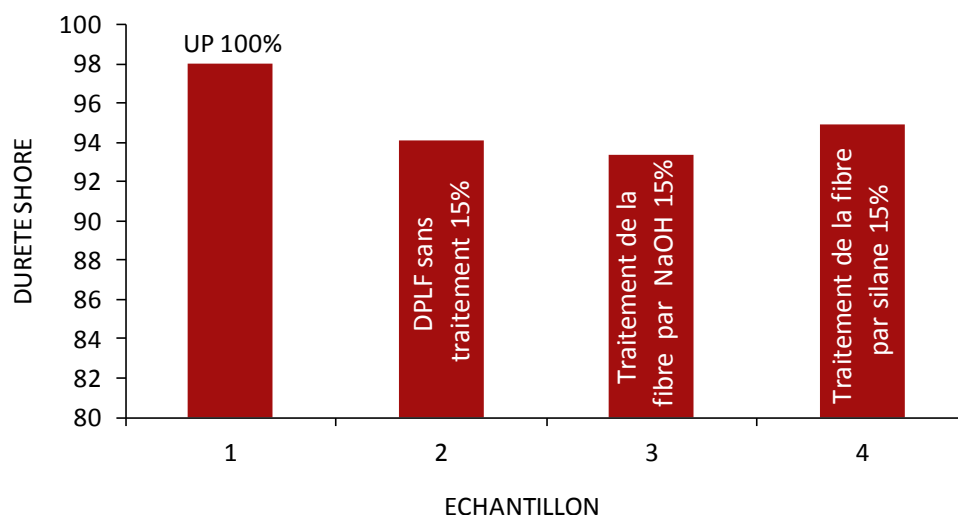


Figure IV.21 : Variation de la dureté Shore des composites (UP/DPLF 15 % NT , UP/DPLF 15 % traitée NaOH , UP/DPLF 15 % traitée Silane) .

UP %	DPLF sans traitement 15 %	Traitement de la fibre par NaOH 15 %	Traitement de la fibre par silane 15 %
98	94.1	93.4	94.9

Tableau IV.16 : Les résultats de l'analyse de la résistance à la rupture des composites (UP/DPLF 15 % NT , UP/DPLF 15 % traitée NaOH , UP/DPLF 15 % traitée Silane) .

Tableaux de L'ABSORPTION DE L'EAU DISTILLÉE

Temps (h)	DPLF.non.t 15% R			DPLF.non.t 30% O			DPLF.NaOH 15% Q			DPLF.silane 15% T		
	m0	m	($\Delta m/m0$)*100	m0	m	($\Delta m/m0$)*100	m0	m	($\Delta m/m0$)*100	m0	m	($\Delta m/m0$)*100
0	0.3453	0.3453	0.0000	0.3282	0.3282	0.0000	0.3926	0.3926	0.0000	0.2202	0.2202	0.0000
24	0.3453	0.3518	1.8824	0.3282	0.3396	3.4735	0.3926	0.4011	2.1651	0.2202	0.2250	2.1798
48	0.3453	0.3526	2.1141	0.3282	0.3440	4.8141	0.3926	0.4030	2.6490	0.2202	0.2270	3.0881
144	0.3453	0.3576	3.5621	0.3282	0.3514	7.0689	0.3926	0.4084	4.0245	0.2202	0.2290	3.9964
168	0.3453	0.3585	3.8228	0.3282	0.3529	7.5259	0.3926	0.4089	4.1518	0.2202	0.2298	4.3597
192	0.3453	0.3617	4.7495	0.3282	0.3558	8.4095	0.3926	0.4125	5.0688	0.2202	0.2315	5.1317
216	0.3453	0.3637	5.3287	0.3282	0.3577	8.9884	0.3926	0.4137	5.3744	0.2202	0.2364	7.3569
288	0.3453	0.3689	6.8346	0.3282	0.3617	10.2072	0.3926	0.4167	6.1386	0.2202	0.2373	7.7657
336	0.3453	0.3703	7.2401	0.3282	0.3624	10.4205	0.3926	0.4178	6.4187	0.2202	0.2375	7.8565
384	0.3453	0.3733	8.1089	0.3282	0.3652	11.2736	0.3926	0.4194	6.8263	0.2202	0.2383	8.2198
456	0.3453	0.3752	8.6591	0.3282	0.3664	11.6392	0.3926	0.4227	7.6668	0.2202	0.2393	8.6739
504	0.3453	0.3790	9.7596	0.3282	0.3673	11.9135	0.3926	0.4255	8.3800	0.2202	0.2406	9.2643
552	0.3453	0.3800	10.0492	0.3282	0.3695	12.5838	0.3926	0.4258	8.4564	0.2202	0.2410	9.4460
624	0.3453	0.3816	10.5126	0.3282	0.3709	13.0104	0.3926	0.4277	8.9404	0.2202	0.2417	9.7639
672	0.3453	0.3830	10.9180	0.3282	0.3720	13.3455	0.3926	0.4305	9.6536	0.2202	0.2440	10.8084
720	0.3453	0.3846	11.3814	0.3282	0.3738	13.8940	0.3926	0.4309	9.7555	0.2202	0.2448	11.1717
816	0.3453	0.3855	11.6421	0.3282	0.3745	14.1073	0.3926	0.4320	10.0357	0.2202	0.2450	11.2625
864	0.3453	0.3863	11.8737	0.3282	0.3751	14.2901	0.3926	0.4326	10.1885	0.2202	0.2456	11.5350
960	0.3453	0.3869	12.0475	0.3282	0.3764	14.6862	0.3926	0.4333	10.3668	0.2202	0.2469	12.1253
1008	0.3453	0.3871	12.1054	0.3282	0.3767	14.7776	0.3926	0.4338	10.4941	0.2202	0.2475	12.3978
1056	0.3453	0.3871	12.1054	0.3282	0.3768	14.8080	0.3926	0.4340	10.5451	0.2202	0.2480	12.6249
1080	0.3453	0.3872	12.1344	0.3282	0.3768	14.8080	0.3926	0.4248	8.2017	0.2202	0.2487	12.9428

DPLF.NaOH 20% S			DPLF.silane 30% P			UP 100%		
m0	m	(Δm/m0)*100	m0	m	(Δm/m0)*100	m0	m	(Δm/m0)*100
0.2637	0.2637	0.0000	0.2988	0.2988	0.0000	0.3078	0.3078	0
0.2637	0.2753	4.3989	0.2988	0.3100	3.7483	0.3078	0.3218	4.54840806
0.2637	0.2774	5.1953	0.2988	0.3111	4.1165	0.3078	0.323	4.9382716
0.2637	0.2828	7.2431	0.2988	0.3186	6.6265	0.3078	0.321	4.28849903
0.2637	0.2851	8.1153	0.2988	0.3188	6.6934	0.3078	0.3212	4.35347628
0.2637	0.2880	9.2150	0.2988	0.3226	7.9652	0.3078	0.3215	4.45094217
0.2637	0.2940	11.4903	0.2988	0.3231	8.1325	0.3078	0.3218	4.54840806
0.2637	0.2942	11.5662	0.2988	0.3285	9.9398	0.3078	0.322	4.61338532
0.2637	0.2945	11.6799	0.2988	0.3295	10.2744	0.3078	0.3236	5.13320338
0.2637	0.2967	12.5142	0.2988	0.3300	10.4418	0.3078	0.3322	7.92722547
0.2637	0.2977	12.8934	0.2988	0.3323	11.2115	0.3078	0.3255	5.75048733
0.2637	0.2988	13.3106	0.2988	0.3333	11.5462	0.3078	0.3248	5.52306693
0.2637	0.2992	13.4623	0.2988	0.3337	11.6801	0.3078	0.3263	6.01039636
0.2637	0.2999	13.7277	0.2988	0.334	11.7805	0.3078	0.3264	6.04288499
0.2637	0.3024	14.6758	0.2988	0.3347	12.0147	0.3078	0.3266	6.10786225
0.2637	0.3047	15.5480	0.2988	0.3374	12.9183	0.3078	0.3251	5.62053281
0.2637	0.3050	15.6617	0.2988	0.3413	14.2236	0.3078	0.3247	5.4905783
0.2637	0.3054	15.8134	0.2988	0.3433	14.8929	0.3078	0.3242	5.32813515
0.2637	0.3060	16.0410	0.2988	0.3437	15.0268	0.3078	0.324	5.26315789
0.2637	0.3066	16.2685	0.2988	0.3446	15.3280	0.3078	0.3244	5.39311241
0.2637	0.3066	16.2685	0.2988	0.3448	15.3949	0.3078	0.3234	5.06822612
0.2637	0.3066	16.2685	0.2988	0.3464	15.9304	0.3078	0.3232	5.00324886

Résumé

Dans le but d'une valorisation d'un déchet naturel de la région de Biskra à savoir la fibre de palmier dattier DPLF, une étude des composites polyester/fibre DPLF a été faite. Une série de composites a été élaborée PU/ DPLF non traitée, PU/DPLF traitée par NaOH, PU/DPLF traitée au silane avec des taux variés de 10 à 40% en masse. Les composites ont été élaborés par voie solide en utilisant les techniques de moulage par contact. . L'étude spectroscopique FTIR est faite pour la caractérisation structurale, l'absorption d'eau pour déterminer les caractères hydrophile de la fibre et hydrophobe du composite. Une étude du comportement mécanique résistance et allongement à la rupture a montré l'influence du traitement de la fibre dans le composite et son incidence sur les paramètres mécaniques, le phénomène de dureté Shore D a été évalué aussi.

Mots clés : Polyester, DPLF, composites, absorption, caractérisation, Fibre

المخلص

بهدف استعادة المخلفات الطبيعية لمنطقة بسكرة، والتي تتمثل في ألياف نخيل التمر DPLF، أجريت دراسة لمركبات البوليستر/ألياف DPLF. حيث تم فيها إنتاج سلسلة من المواد المركبة PU/DPLF غير المعالجة، PU/DPLF المعالجة بواسطة هيدروكسيد الصوديوم NaOH، PU/DPLF معالجة بواسطة السيلان silane بنسب متفاوتة من 10% إلى 40% من الكتلة. كما تم إنتاج المواد المركبة بالطريقة الصلبة باستخدام تقنيات القولية بالتلامس. أجريت فيها الدراسة الطيفية FTIR بهدف المعرفة البنيوية، ودراسة امتصاص الماء لتحديد السلوك المحب للماء لهذه الألياف و الطابع الكاره للماء للمواد للمركبة. أظهرت دراسة السلوك الميكانيكي للمقاومة والاستطالة عند الكسر تأثير معالجة الألياف في المواد المركبة وتأثيراتها على العوامل الميكانيكية، كما تم تقييم مظهر صلابة Shore D.

الكلمات المفتاحية: البوليستر ، DPLF ، المركبات ، الامتصاص ، دراسة البنية ، الألياف