



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

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences de la Matière
Filière : Chimie
Spécialité : chimie des matériaux
Réf. : ...

Présenté et soutenu par :
RABEHI INES et SERRAR KAOUTHAR
Le : 22/06/2022

Propriétés interfaciales physico- mécanique des composites à matrice polyéthylène renforcés par des fibres de palmier dattier

Jury :

Mme	Djouama Hanane	MCB	Université de Biskra	Présidente
Melle	Boussehel Hamida	MCA	Université de Biskra	Reportrice
Mme	Fettah Asma	MCB	Université de Biskra	Examinatrice

Année universitaire : 2021-2022

REMERCIEMENTS

Avant toute chose, nous tenons à remercier « Allah » gloire à Dieu qui nous a donné la force et la volonté pour terminer ce modeste travail.

Tout d'abord, je voudrais exprimer mes sincères reconnaissances et mes profonds remerciements à ma directrice de mémoire Mademoiselle « H.BOUSSEHEL », pour son soutien sa disponibilité, ses encouragements et ses judicieux conseils tout au long de mon cheminement m'ont été très utiles.

Nos vifs remerciements vont au Dr « Djouama Hanane » d'avoir accepté la présidence du jury, nous tenons compte à exprimer toute nos reconnaissances au Dr « Fettah Asma » qui nous ont fait l'honneur d'examiner notre travail, leurs regards critiques ne sauront que rehausser le niveau de notre savoir faire.

L'élaboration et certaines caractérisations des composites ont été réalisées au niveau de l'Enterprise Nationale des Industries des Câbles Biskra. J'exprime mes sincères gratitude et remerciements pour tout l'ensemble du personnel de L'ENICAB pour son accueil et son aide.

Je tiens aussi à remercier tous les membres et techniciens du laboratoire Chimie desurtout chef de laboratoire de chimie « BenmachicheHayet » et aussimonsieur. « Dkhili Mourad », et Ingénieur de laboratoiremonsieur « Baia Abdelkader » l'université de Biskra pour leur disponibilité et leur aide précieuse. Et tout l'ensemble du personnel du département des sciences de la matière de l'Université Med Khidher Biskra pour la formation fourni durant les 5 ans passées.

Nous exprimons bien entendu nos remerciements les plus sincères au Dr « GUERIRA Belhi », chef de département de génie mécanique à lafaculté des sciences etde la technologie de l'université de Biskra, pour sa disponibilité et ces précieuses aidespour la caractérisation de nos composites élaborées.

Dédicace

Je dédie ce mémoire à.....

A mes très chers parents,

Il n'y a pas de mots pour exprimer l'étendue de votre soutien et de vos encouragements tout au long de mon parcours dans l'étude, Votre prière ont toujours été la source de mon succès et de ma réussite... Puisse Dieu, le Tout Puissant, vous préserver et vous accorde santé et bonheur tout au long de votre longue vie, Incha-Allah.

A mon très cher, frère Ali et à mes chers sœurs Khadija et Hanine, Que Dieu vous assiste et vous accorde un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité.

A tous les membres de ma famille :

Tantes, oncles, cousins et cousines, Maissem, Anfel, Manel, Mouna, Ilhem, Amina A vous tous, veuillez trouver dans ce modeste travail l'expression de mon affection.

A mes très chers amis, Kaouthar, Amira, Zieneb, Pour qui je souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité.

Dédicace

Je dédie ce mémoire à.....

A mes très chers parents

Affables, honorables, aimables la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi ; Votre prière et votre bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études. Je vous dédie ce travail en témoignage de votre profond amour.

Votre prière et votre bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études Vous avez tout fait pour que vos enfants suivent le bon chemin dans leur vie et leurs études .

Je vous dédie ce travail en témoignage de votre profond amour ; Ce travail est le fruit de vos sacrifices ; Puisse Dieu, le tout puissant, vous préserver et vous accorder santé, longue vie et bonheur.

A tous les membres de ma famille :

mes frères : Aya , Ayoub ,Amjad, et mes deux grands-mères et mes oncles Salim et Djamel, en particulier ma tante Fouzia , Hamida et la femme de mon oncle Fatima et leurs filles, en particulier Asma ,Selsabil ,et Wesal, Malak , Aicha, Jana, Rime Mes cousins Ali, Anes et Mouatassim ,Amine ,Amire .

Mon bon professeur d'école primaire, " Lakhal Mohammed" Je suis maintenant fier que vous m'ayez appris une fois que, peu importe les jours et les distances, mon amour et mon appréciation pour vous resteront dans mon cœur, accrochés à mes sentiments.

A mes chers amis : Mon amie d'enfance Nasira ,Et mon cher ami Nour Al-Houda, Hadjira, Ines,oumnia, Aicha ,Amira, Zineb, chahrazad, safa , mon camarade de classe Ammare .

SOMMAIRE

SOMMAIRE

Liste des figures	
Liste des schémas	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale	1
Référence.....	3

CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1.Définition les matériaux composites	6
I.2.Composants d'un matériau composite.....	7
I.2.1.La matrice	6
I.2.1.a. La matrice minérale.....	6
➤ La matrice céramique	7
➤ La matrice métallique	7
I.2.1.b. Les matrices organiques	7
➤ Les thermoplastiques.....	8
➤ Les thermodurcissables	8
➤ Les élastomères.....	9
I.2.1.c. Notions sur le polyéthylène PE.....	10
• Définition.....	10
• La Structure du polyéthylène.....	11
• Les Différents types du polyéthylène.....	12
• Caractéristiques des polyéthylènes linéaire basse densité	13
• Domaines d'utilisation du Polyéthylène (PE).....	14
I.2.2. Les renforts.....	14

SOMMAIRE

I.2.2.1.GENERALITE SUR LES FIBRES VEGETALES	15
I.2.2.1.1 .Définition des fibres végétale.....	15
I.2.2.1.2. Compositions Chimiques de fibre végétale.....	16
I.2.2.1.3. Classification des fibres végétales.....	18
I.2.2.1.4. Avantages et inconvénients.....	19
I.2.2.1.5. Les Caractéristiques des fibres végétales.....	20
✓ Caractéristique physiques et mécaniques des fibres végétales.....	20
✓ Caractéristique thermiques et acoustiques des fibres végétales.....	21
I.2.2.2.FIBRES PALMIER DATTIER.....	21
I.2.2.2.1. Les composants du palmier dattier.....	21
I.2.2.2.2. Propriétés de bois de palmier dattier.....	22
✓ Structure et Morphologie de fibre de palmier dattier.....	22
✓ Propriétés mécaniques.....	22
✓ Propriétés chimiques.....	22
✓ Propriétés hydrophobiques.....	23
I.2.3. L'interphase.....	24
I.2.4. Les charges et les additifs.....	24
1. Les charges.....	24
2. Les additifs.....	25
I.3.Avantages et inconvénients des matériaux composites à fibres végétales.....	25
I.4.Facteurs influençant les composites à renfort naturel.....	26
I.5.Notion d'adhésion interfaciale	27

SOMMAIRE

I.5. 1. Interface fibre/matrice.....	27
I.5.2.Méthodes d'optimisation de l'interface fibres/matrice.....	27
I.5. 2.a. Les méthodes physiques de modification de la surface.....	28
➤ La décharge électrique.....	28
➤ Le traitement thermique de séchage	28
➤ Le traitement sous rayonnement Ultraviolet.....	28
➤ Le traitement laser.....	28
➤ Traitement autoclave.....	28
➤ Le traitement par irradiation γ	28
I.5. 2.b. Méthodes de modification par voie chimique	28
➤ Le traitement alcalin.....	28
➤ Couplage chimique.....	29
➤ Traitement par les silanes	30
➤ Acétylation.....	31
➤ Estérification.....	32
Référence.....	33

CHAPITRE II : MATERIAUX UTILISES ET TECHNIQUE

EXPERIMENTALES

II.1. MATERIAUX UTILISE.....	38
II.1.1. Polyéthylène	38
II.1.2. L'hydroxyde de sodium	39
II.1.3. L'acide chlorhydrique	39
II.1.4.Acide citrique monohydrate	39
II.1.5. Méthanol.....	40
II.1.6. Fibre de palmier dattier.....	40
II.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....	40

SOMMAIRE

II.2.1. Préparation de fibre de palmier dattier	40
II.2.2. Traitement chimiques des fibres de palmier dattier.....	41
➤ par mercerisation (la soude caustique FTA)	41
➤ par estérification (acide citrique FTE)	42
II.2.3. Broyage et Tamisage.....	42
II.3. ELABORATION DES COMPOSITES PE/ FIBRES DE palmier dattier.....	43
II.3. 1. Préparation des composites.....	43
II.3. 2. Extrusion.....	44
II.3.2. Moulage des composites	44
II.3.3. Préparation des éprouvettes de type H.....	45
II.4 .TECHNIQUES DE CARACTERISATION.....	45
II.4.1.Analyse par spectroscopie infra rouge à transformée de Fourier.....	45
II.4.2. Caractérisation mécaniques	46
II.4.2 .a. Essai de traction.....	46
II.4.2 .b. Test de la dureté shore D	47
II.4.3.Caractérisation physique.....	48
CHAPITRE III: RESULTATS ET DISCUSSION.....	49
III.1. CARACTERISATION DE LA FIBRE DE PALMIER DATTIER	49
III.1.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR.....	49
III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITE ELABORES.....	52
III.2.1. Caractérisation mécanique	52
III.2.1.a. Evolution de la contrainte à la traction.....	52.
III.2.1.b. Evolution de la déformation à la rupture	53
III.2.1.c. Evolution de module d'Young	54

SOMMAIRE

III.2.2. Test de la dureté Shore D	55
Référence	56
Conclusion Générale	59

LISTE DES FIGURES

Figure I.1 : Matériaux composite

Figure. I.2 : Différentes familles de matrices

Figure. I.3 : Polymérisation du polyéthylène

Figure. I.4 : Présentation d'un sphérolite de polyéthylène

Figure I.5 : Echelle de variation de la cristallinité et de la densité du PE

Figure I.6 : Structure des différents polyéthylènes

Figure .I.7 : Types de renforts

Figure I.8 : Classification la fibre végétale

Figure I.9: Structure des chaînes polymères de cellulose

Figure I.10 : Formule chimique des alcools précurseurs des lignines

Figure. I.11 : Structure d'un type de xyloglucane

Figure I.12 : Différentes parties d'un palmier dattier et l'évolution naturelle d'une palme

Figure I.13: Images MEB d'une fibre de bois de palmier dattier : vue longitudinale (A), vue transversale (B), zoom de la vue transversale (C)

Figure. I. 14 : Composition chimique des fibres de palmier (% en poids)

Figure. I. 15 : Traitement des fibres par une solution de soude

Figure. I. 16 : Réactions chimiques du traitement par un alcoxyde de silicium fonctionnalisé

Figure II .1 : les feuilles des palmier dattier

Figure II .2 : fibres des palmier dattier découpée

Figure .II. 3 : Les étapes de préparation des fibres non traitées

Figure .II. 4.Les étapes de préparation des fibres traitées avec NaOH

Figure .II. 5 :Les étapes de préparation des fibres traitées par estérification

Figure II.6: (A) Fibre de palmier non traités, (B) fibre traités avec le soude (C) fibre traités par estérification

Figure .II. 7 : Extrudeuse de type PolyLab OC

Figure. II.8. Images des plaques avant et après passage à presse

Figure .II. 9 : Le découpage des plaques sous forme d'haltères par la découpeuse.

Figure II.10: Spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S

FigureII.11 : La machine de traction utilisée

Figure.II.12 : Le duromètre utilisé.

Figure .III. 1. Spectres IRTF de la fibre de palmier dattier traitées et non traitées.

Figure III.2 : mécanisme de la réaction d'estérification de la fibre de palmier par l'acide citrique

Figure III.3 : Evolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du taux de la charge traitée et non traitée.

Figure III.4 : Evolution de la déformation à la rupture des composites en fonction du taux de la charge traitée et non traitée.

Figure III.5 : Evolution de module d'Young des composites en fonction du taux de la charge traitée et non traitée.

Figure III.5 : Evolution de la dureté Shore des composites en fonction du taux de la charge traitée et non traitée.

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1 : Caractéristiques des résines thermoplastiques

Tableau I.2 : Caractéristiques des résines thermodurcissables

Tableau. I.3 : Principales différences entre les thermodurcissables et le thermoplastique

Tableau I.4 : Les principales caractéristiques du LLDPE

Tableau I.5 : Composition chimique de quelques fibres végétales

Tableau I.6 : Avantages et inconvénients des fibres végétales

Tableau I.8 : Absorption d'eau de certaines fibres naturelles usuelles

Tableau .II. 1 : Caractéristiques de polyéthylène PE-LBD

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

Tableau .II. 3 : Les caractéristiques de L'acide chlorhydrique

Tableau II.4 : Caractéristiques d'acide citrique monohydrate

Tableau .II. 6 : Composition des différentes formulations

Liste des abréviations

PE	Polyéthylène
PE-BD	Polyéthylène base densité
PE-LBD	Polyéthylène base densité linéaire
LLDPE	Linear low-density polyethylene
PE-HD	polyéthylène haute densité
HDPE	High-density polyethylene
PE-UHPM	polyéthylène à masse molaire très élevée
UHMWPE	ultrahigh molecular weight polyethylene
PE-R	polyéthylène réticulé
PEX	cross-linked polyethylene
PE-RHD	polyéthylène réticulé à haute densité
HDXLPE	high density cross linked polyethylene
PE-MD	polyéthylène à moyenne densité
MDPE	medium-density polyethylene
PE-TBD	polyethylene à très basse densité
VLDPE	very low density polyethylene
EECE	Egyptian European Company
FNT	Les fibres de palmier dattier non traitées
FTA	Les fibres de palmier dattier traitées par la soude
FTE	Les fibres de palmier dattier traitées d'acide cétrique
IRTF	Analyse spectrale par Infrarouge à Transformée de Fourier

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Le monde a connu une véritable révolution dans la production des matériaux polymères et leur utilisation intensive dans tous les secteurs de la vie. L'accumulation de millions de tonnes de déchets est l'un des résultats négatifs de cette révolution mondiale dans l'industrie plastique. En 2015, le monde a témoigné par la fabrication de plus de 8300 millions de tonnes de résines et de fibres. Cela a entraîné environ 6300 Mt de déchets, ces déchets industriels commencent à menacer la santé humaine et tous les éléments de l'environnement [1]. Par conséquent, les chercheurs ont dû accorder une grande attention aux matériaux renouvelables et respectueux de l'environnement tels que les composites polymères lignocellulosiques pour remplacer les composés synthétiques [2].

Il est bien connu que les propriétés des composites sont contrôlées par l'interface entre les fibres renforcées et la matrice [3]. L'interface fibre-matrice est considérée comme critique pour assurer de bonnes propriétés mécaniques des composites [4, 5]. La présence de groupes hydroxyle dans les fibres naturelles les rend hydrophiles. Cela conduit à l'incompatibilité interfaciale des fibres avec la matrice polymère à caractère hydrophobe en raison de l'absorption d'une forte humidité dans les fibres [6]. La plupart des recherches disponibles sur les polymères renforcés de fibres naturelles se concentrent sur l'amélioration de l'adhésion entre les surfaces par le traitement de la surface des fibres ou l'ajout d'agents de couplage comme les traitements au silane, le traitement de mercerisation, la copolymérisation greffée, le traitement au peroxyde et la benzylation pour réduire ou éliminer ce défaut [7, 8].

Le secteur agricole produit de grandes quantités de résidus de culture après le processus de récolte. Actuellement, il existe différents résidus riches en cellulose produits par le secteur agricole [9]. Le palmier dattier appartient à la famille des Arecaceae. C'est l'une des cultures agricoles les plus importantes dans les environnements désertiques difficiles. On le trouve dans les régions arides et semi-arides du monde, comme en Algérie [10]. Un effort important a été fait pour étudier l'utilisation des fibres de palmier dattier comme renfort dans les composés thermoplastiques tels que le polyéthylène (PE) [11], le polypropylène (PP) [12] et le poly(chlorure de vinyle) (PVC) [13].

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

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

Le deuxième chapitre comporte la description des matériaux utilisés lors de notre étude et les techniques expérimentaux impliquées :

- ✓ préparation des fibres palmier dattier (lavage, découpage, tamisage)
- ✓ Modification chimique des fibres de palmier par la soude NaOH et acide citrique.
- ✓ L'élaboration des composites PE/ fibres de palmier.

Latroisième chapitre est consacré aux la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués de caractérisation.

Et enfin une conclusion générale permet de résumer les résultats des travaux présentés

Références

- [1] M. Asim, M. Jawaid, K. Anish, MA.Asiri, AM. Maqsood , *Effects of Date Palm fibres loading on mechanical, and thermal properties of Date Palm reinforced phenolic composites*, JMater Res Technol **2020**.
- [2] G. Ekundayo, S. Adejuyigbe, *Reviewing the Development of Natural Fiber Polymer Composite: A Case Study of Sisal and Jute*, American Journal of Mechanical and Materials Engineering **2019**; 3(1): 1-10.
- [3] MS. Huda , LT. Drzal , AK. Mohanty , M . Misra . *The effect of silane treated- and untreated-talc on the mechanical and physico-mechanical properties of poly(lactic acid)/newspaper fibers/talc hybrid composites* , Compos Part B: Eng **2007**;38:367–79.
- [4] G. Jochen , KB. Andrzej , *Alkali treatment of jute fibers: relationship between structure and mechanical properties*, J ApplPolymSci **1999**;71:623–9.
- [6] AA. Betiana ,MR. Maria , EM. Norma . *Effect of coupling agents on the thermal and mechanical properties of polypropylene–jute fabric composites*. Polym Int **2006**;55:1104–13.
- [7] MM. Kabir, H. Wang ,KT. Lau , F. Cardona , *Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview*. Composites: Part B **2012**; 43(7): 2883-2892.
- [8] AK. Balan,SM.Parambil, S.Vakyath, JT.Velayudhan, S. Naduparambath,P.Etathil , *Coconut shell powder reinforced thermoplastic polyurethane/natural rubber blend-composites: effect of silane coupling agents on the mechanical and thermal properties of the composites*. Journal of Materials Science **2017**; 52(11): 6712-6725.
- [9] MJ. Miah,F.Ahmed,A.Hossain, AH.Khan. *Study on Mechanical and Dielectric Properties of Jute Fiber Reinforced Low-Density Polyethylene (LDPE) Composites*. Polymer-Plastics Technology and Engineering **2005**; 44(8-9): 1443-1456.
- [10] H.Dhakal , A. Bourmaud , F.Berzin ,F.Almansour ,Z. Zhang , DU. Shah,J.Beaugrand. *Mechanical properties of leaf sheath date palm fibre waste biomass reinforced polycaprolactone (PCL) biocomposites*.Industrial Crops and Products **2018**; 126(15): 394-402.
- [11] W.Ghori,N.Saba, M.Jawaid, M.Asim , *A review on date palm (phoenix dactylifera) fibers and its polymer composites*. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, IOP Publishing **2018**; 368: 012009.
-

- [12] FD. Alsewailem, YA. Binkhder , Effect of Coupling Agent on the Properties of Polymer/Date Pits Composites. *Journal of Composites* 2014; 7.
- [13] PN. Khanam, MA. AlMaadeed. Improvement of ternary recycled polymer blend reinforced with date palm fibre. *Materials and Design* 2014; 60, 532-539.
- [14] MA .Binhussain, El-Tonsy MM. Palm leave and plastic waste wood composite for outdoor structures. *Construction and Building Materials* 2013; 47, 1431-1435.

Chapitre I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1.Définition les matériaux composites

Les composites sont constitués d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une seule phase continue. Ainsi, ils ont au moins deux matériaux séparés complètement non miscibles combinés ensemble pour former un composite. La phase continue s'appelle la matrice, et la phase discontinue s'appelle le renfort [1]. Ils doivent être compatibles et unifiés, et pour cela nécessite un agent de contact appelé interface. Des charges et des additifs peuvent être ajoutés aux matériaux composites sous forme d'éléments fragmentés, de poudres ou de liquides pour modifier les propriétés du matériau que nous ajoutons [2].

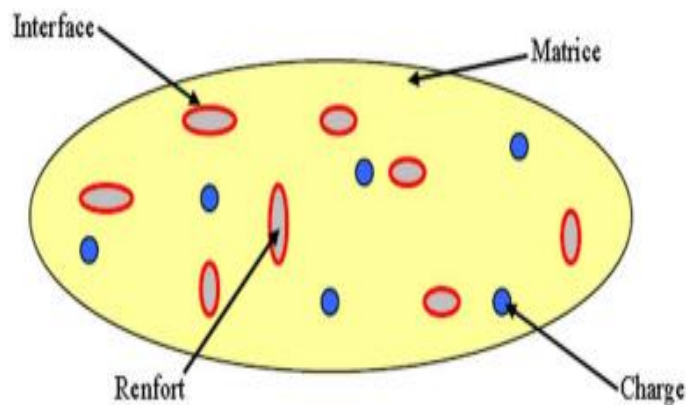


Figure I.1. Matériaux composite [3].

I.2. Composants d'un matériau composite

I.2.1. La matrice

Le terme "matrice", dans les matériaux composites fait référence à un matériau solide entourant. Le solide formant la matrice peut être d'origine métallique, céramique ou

organique [3]. Le rôle de la matrice est de coller les renforts sous une forme compacte et de donner la forme finale à la pièce. De plus, elle permet de transférer des charges entre les fibres et les protéger contre l'environnement. Les propriétés générales des matériaux composites sont étroitement liées à leurs propriétés matrice, particulièrement adaptée à la tenue à long terme [4].

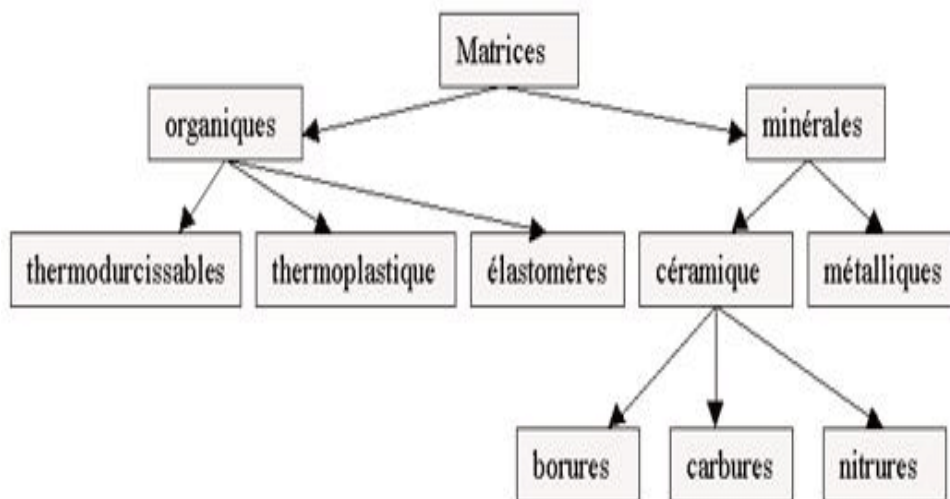


Figure. I.2. Différentes familles de matrices[5].

I.2.1.a. La matrice minérale :

- **La matrice céramique** : Les matériaux utilisés sont les carbures de silicium et de carbone. Ils sont utilisés pour la fabrication des pièces qui subissent des contraintes d'origine thermique et leur coût est très élevé [6].
- **La matrice métallique** : alliages d'aluminium, titane et magnésium. Elles offrent une résistance mécanique élevée et possèdent pour certains un bon comportement à hautes températures. C'est pour cela qu'elles sont utilisées dans l'aéronautique pour la réalisation des pièces des réacteurs [7].

I.2.1.b. Les matrices organiques

Les matrices organiques sont les matrices les plus utilisées pour fabriquer des composites, grâce à leurs propriétés (résistance à la corrosion et aux produits chimiques, faible coût et facilité de mise en œuvre...). De plus, les matières organiques sont appelées polymères et peuvent être définies comme des chaînes de monomères (les monomères sont

des molécules constituées principalement de carbone et d'hydrogène). Généralement, les polymères peuvent présenter des architectures extrêmement variables, ils peuvent être linéaires, ramifiés ou réticulés, le plus souvent, ils sont amorphes et parfois cristallisés[8]. Les matrices organiques pouvant être divisées en plusieurs catégories : thermoplastiques et thermodurcissables et élastomères :

- **Les thermoplastiques :** Ce sont des matériaux synthétiques constitués de polymères linéaires ou ramifiés. Les matériaux thermoplastiques sont fusibles sous l'action de la chaleur et se solidifient en les refroidissant plusieurs fois. Pour le matériau obtenu après mise en œuvre, les liaisons entre macromolécules sont des liaisons physiques faibles de type van der Waals. Cette transformation est réversible et ils peuvent être recyclés après usage. Les thermoplastiques sont généralement des matériaux ductiles [3,9]. Les principales familles de thermoplastiques, sont les polyoléfines (les polyéthylènes, les polypropylènes), les plastiques à base de polychlorure de vinyle, les polystyrènes, et les polyamides[10].

Tableau I.1 : Caractéristiques des résines thermoplastiques [10].

Résines	Masse volumique (g/cm ³)	Résistance (MPa)	Module d'Young (GPa)	Allongement (%)
Polypropylène	0.9	30	1.2	20 – 400
Polyamide	1.1	70	2	200

- **Les thermodurcissables :** présentent une structure tridimensionnelle. La polymérisation induit un pontage des macromolécules et cette structure se solidifie de façon définitive lors du chauffage selon la forme souhaitée. Pour le matériau obtenu après mise en œuvre, les liaisons entre macromolécules sont des liaisons chimiques fortes : cette transformation est irréversible [3]. Les résines polyesters insaturées, les résine de condensation (phénoliques, amioplastes, furaniques) et les résines époxy sont des résines thermodurcissables. Les deux principales résines utilisées sont les polyesters (environ 70%) et les époxy (25%)[10].

Tableau I.2 : Caractéristiques des résines thermodurcissables[10].

Résines	Masse volumique (g/cm ³)	Résistance (MPa)	Module d'Young (GPa)	Allongement (%)
Polyesters	1.2	80	4	2.5
Epoxy	1.1-1.5	130	4.5	2

Tableau. I.3 : Principales différences entre les thermodurcissables et le thermoplastique [3].

Matrices	TP	TD
Etat de base	Solide prêt à l'emploi	Liquide visqueux apolymériser
résistance au choc	Assez bonne	Limitée
Moulage	Chauffage + refroidissement	Chauffage continu
Stockage	Illimité	Réduit
Résistance thermique	Réduite (sauf nouveau TP)	Bonne
Cycle	Court	Long (polymérisation)
Conditions de travail	Propreté	Emanations de solvants
Mouillabilité des renforts	Recyclables	Perdus ou utilisés en charges
Ferraille et déchets	Difficile	Aisée

- **Les élastomères** : Constitués de longues chaînes qui se replient sur elles-mêmes au repos, qui couissent les unes par rapport aux autres sous contraintes. Typiquement, ces chaînes sont vulcanisées, la silicone, le caoutchouc et même ; EPDM (éthylènepropylène-diène monomère) étant les élastomères les plus connus [4].

I.2.1.c. Le polyéthylène PE

- **Définition**

Le polyéthylène est polymère thermoplastique semi cristallins à caractère hydrophobe de la famille de polyoléfines. En 2008, le polyéthylène représente un quart de la production mondiale des matériaux plastiques synthétiques en raison de son faible coût de fabrication et de ses bonnes propriétés physiques et mécaniques. Il possède également d'excellentes propriétés d'isolation électrique et de résistance aux chocs et présente une grande inertie chimique et biologique [11-13].

- **La Structure du polyéthylène**

Le polymère du polyéthylène obtenu par polymérisation de l'éthylène (C_2H_4) (figure. I.3), contenant uniquement des carbones hybridés de types sp^3 . Sa molécule se présente sous forme de chaînes contenant 1000 à 2000 monomères formant à des macromolécules composées par la répétition du motif $-(CH_2)-$ et il à la structure la plus simple de tous les polymères [13-14].

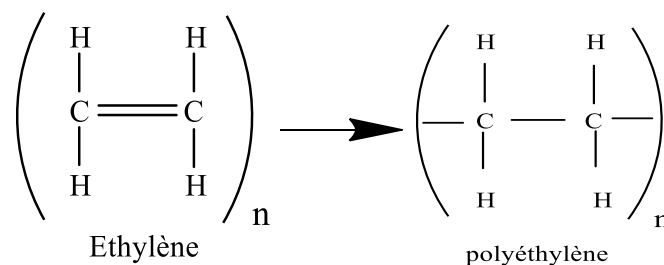


Figure I.3 : Polymérisation du polyéthylène.

Le polyéthylène partiellement cristallin, est contient deux phases:

- ✓ Une zone amorphe dans laquelle les chaînes sont disposées de manière désordonnée.
- ✓ Une zone cristalline dans laquelle les chaînes sont disposées de manière ordonnée formant ainsi des cristallites. Les chaînes dans les zones cristallines se regroupent sous forme de lamelles (fibrilles lamellaires) de quelques centaines d'Angströms. Ces lamelles sont typiquement arrangées comme des sphérolites[12].

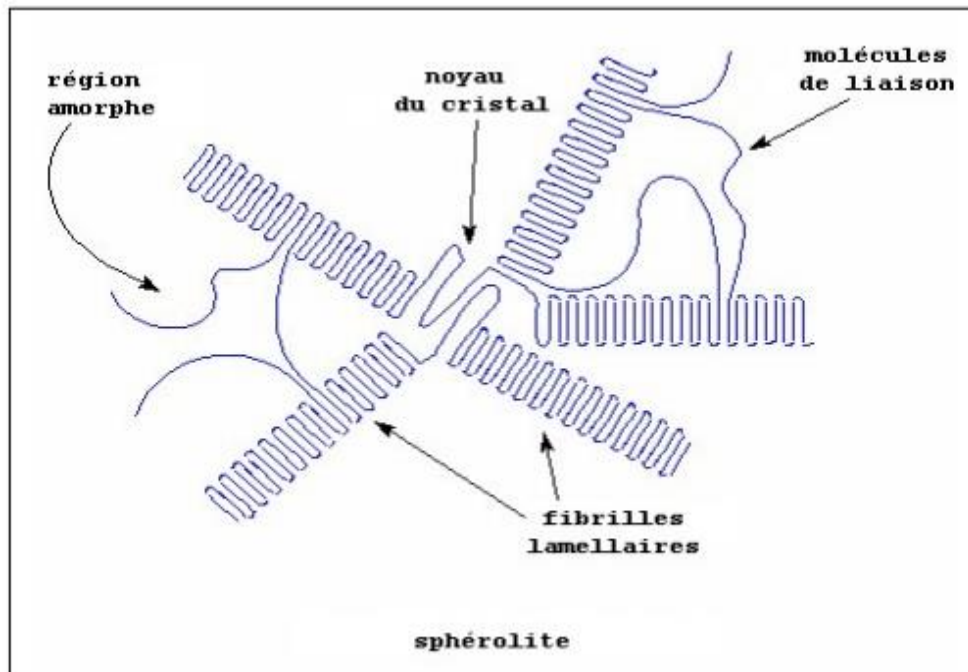


Figure. I.4.Présentation d'un sphérolite de polyéthylène[12].

L'état cristallin est caractérisé par l'arrangement régulier et compact des chaînes au sein d'un cristal. Les interactions de Van der Waals inter-chaînes favorisent l'organisation parallèle des chaînes entre elles, selon une conformation trans-trans. Les propriétés du PE varient en fonction de la structure de la chaîne moléculaire de sa densité ainsi que de son taux de cristallinité comme le montre (lafigure. I.5)[11,15].

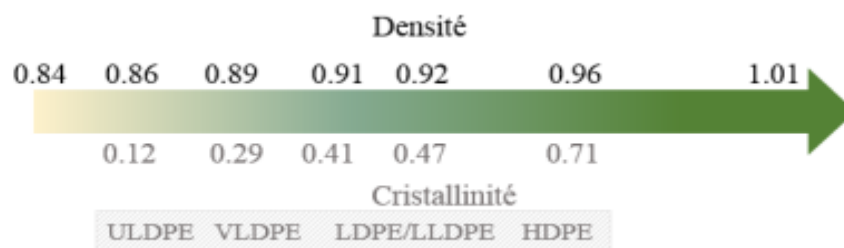


Figure I.5 : Echelle de variation de la cristallinité et de la densité du PE [15].

➤ Les différents types du polyéthylène

Il existe différents types de polyéthylènes classés en fonction de leur densité dépendant du nombre et de la longueur des ramifications présentes sur les chaînes moléculaires. Parmi lesquels on peut citer:

- **Polyéthylène à base densité (PE-BD)** : Il est obtenu par polymérisation radicalaire sous haute température et pression. Il possède une structure ramifiée qui dépend des conditions de polymérisation dans le réacteur. Ces ramifications donnent une certaine flexibilité au PEBD du fait d'une cristallinité plus faible que pour le PEHD. Par conséquent, sa rigidité est plus faible[15].
- **Polyéthylène linéaire à base densité (PE-LBD)** : Il est issu de la copolymérisation de l'éthylène avec un alcène (1-butène, 1-hexène, 1-octène...). Il est obtenu par polymérisation à l'aide de catalyseurs de type Ziegler ou Phillips... Le PEBDL possède des ramifications plus courtes que le PEBD (en C₂, C₄ ou C₆ selon le comonomère). Sa densité et son taux de cristallinité varient en fonction de la distribution et de la teneur en comonomère.
- **Polyéthylène à haute densité (PE-HD)** : polyéthylène haute densité (HDPE, high-density polyethylene) il possède peu de ramifications, ce qui le rend plus rigide et moins perméable que le PEBD [14].
- **Polyéthylène à masse molaire très élevée (PE-UHPM)** : polyéthylène à masse (UHMWPE, ultrahighmolecular weight polyethylene).
- **Polyéthylène réticulé (PE-R)** : (PEX, cross-linked polyethylene) c'est une forme de polyéthylène basse densité dans lequel les chaînes moléculaires individuelles sont liées les unes aux autres pour former un polymère en réseau tridimensionnel.
- **PE-RHD** : Polyéthylène réticulé à haute densité (HDXLPE, high density cross linked polyethylene).
- **PE-MD** : polyéthylène à moyenne densité (MDPE, medium-density polyethylene) .
- **PE-TBD**: polyéthylène à très basse densité (VLDPE, very low density polyethylene).

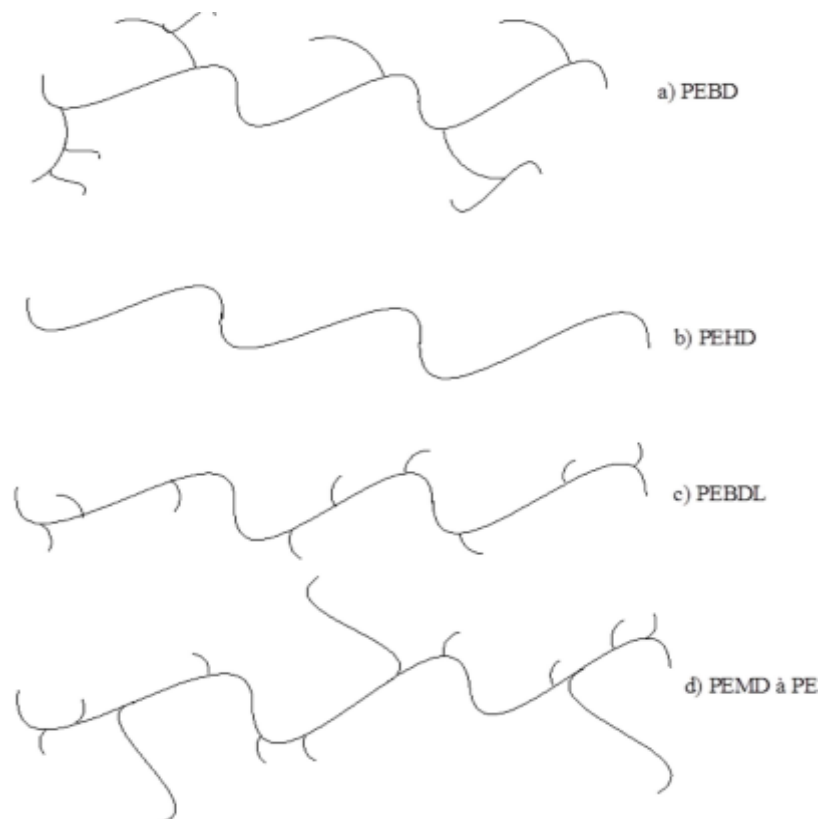


Figure I.6 : Structure des différents polyéthylènes[14].

➤ **Caractéristiques des polyéthylènes à basse densité linéaire (PE-LBD)**

Le polyéthylène basse densité linéaire (LLDPE pour Linearlow-densitypolyethylene) est essentiellement linéaire avec un nombre significatif de branches courtes. Le LLDPE est structurellement différent du LDPE en raison de l'absence de longues branches. De plus, sa distribution de masse moléculaire est étroite, ce qui lui confère de bonnes propriétés mécaniques. Contrairement au LDPE, il est synthétisé à l'aide de catalyseurs de type Ziegler ou Philips. Comparé au LDPE, le LLDPE a une plus grande résistance à l'allongement et aux chocs. Il est également très flexible et possède une grande malléabilité. Il a une bonne résistance aux déchirures et aux produits chimiques et aux UV, ainsi que de bonnes propriétés électriques. C'est le type de polyéthylène le plus utilisé dans la vie quotidienne, presque deux fois plus que le LDPE. Dans la vie de tous les jours, il est très utilisé pour fabriquer des sacs plastiques ou des films étirables de très faibles épaisseurs ($\leq 25 \mu\text{m}$). Il sert également à faire des jouets, des couvercles, des tubes, des seaux, des contenants, des emballages souples et des enrobages de câbles. Le Tableau 2.4 suivant résume les principales caractéristiques du LLDPE[16].

Tableau I.4. Les principales caractéristiques du PE-LBD [16].

	masse volumique (kg/m ³)	Module d'Young (MPa)	Point de fusion (°C)	Température de transition vitreuse (°C)	Taux de cristallinité (%)
LLDPE	918 – 940	262 – 517	122 – 124	(-125) – (-90)	≈ 60%

➤ Domaines d'utilisation du Polyéthylène (PE)

Les propriétés d'isolant électrique du polyéthylène en ont fait un matériau de choix dans la fabrication de câbles pour la communication sous-marine. Ses propriétés ont permis d'élargir ses applications d'abord sous forme de films dans l'emballage, puis dans les bouteilles et tuyauteries pour transporter l'eau. Cependant, le champ d'application du PE a été limité par sa résistance mécanique et thermique faible, ainsi que par sa faible rigidité. Le développement de copolymères à base de PE et de PE de différents grades permettent d'élargir ce champ d'applications vers des utilisations plus techniques [11].

I.2.2. Les renforts

Dans une structure composite, la contrainte mécanique est essentiellement supportée par le renfort qui constitue le squelette de la structure [8]. Le rôle des renforts dans les composites est principalement d'augmenter leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.) et d'améliorer les propriétés physiques telles que la résistance au feu et à l'abrasion, la résistance à la température (maintien des propriétés mécaniques à des températures élevées) et/ou la caractéristique électrique. En plus des propriétés mécaniques élevées qu'ils offrent, leurs propriétés incluent une faible densité dans le renfort, la matrice et la facilité de mise en œuvre [17].

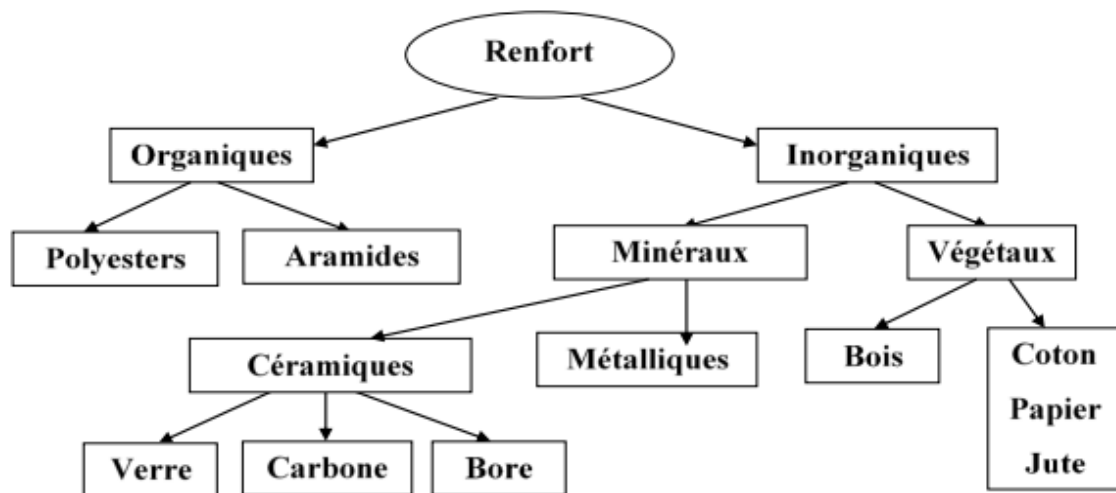


Figure I.7. Types de renforts [18].

I.2.2.1.GENERALITE SUR LES FIBRES VEGETALES

I.2.2.1.1 .Définition des fibres végétale

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibreuses composées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Ils peuvent être extraits des fruits, des tiges ou des feuilles de plantes cultivées, d'arbustes et d'herbes. Les proportions d'extraits déazotés, de matières premières protéiques brutes, de lipides et de matières premières minérales sont faibles, et la proportion de ces composants dépend largement de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante. Les fibres végétales sont caractérisées par leur origine et la diversité de l'épaisseur de la paroi cellulaire causée par la porosité des fibres, et la forme morphologique des fibres végétales est également un facteur important dans la compréhension du transfert de stress à l'interface fibre-matrice[10,19].

Les fibres végétales peuvent être subdivisées en 5 groupes selon leur origine (Figure I.8). Fibres de graines à poils fins (coton, kapok), les fibres libériennes extraites de liber de plantes (lin, chanvre, jute, ramie), les fibres extraites de feuilles (sisal, abaca), d'enveloppes de fruits (noix de coco) ou les fibres dures extraites des tiges de plantes (bambou, alfa)[20].

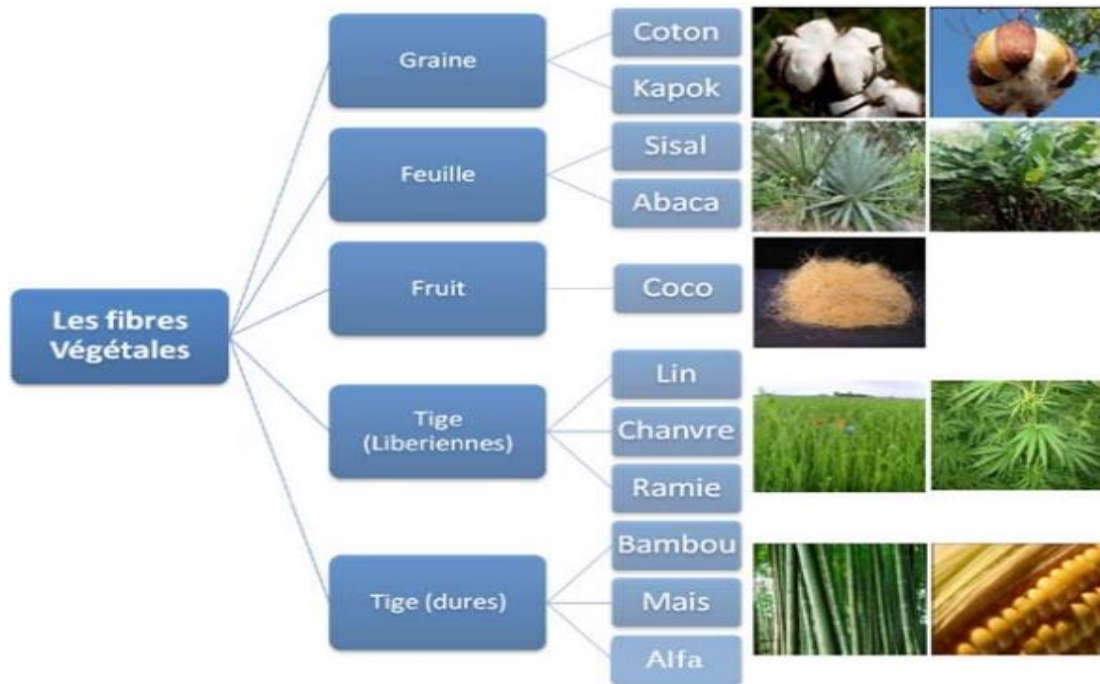


Figure I.8. Classification la fibre végétale [20].

I.2.2.1.2. Compositions Chimiques de fibre végétale

La composition chimique des fibres végétales varie selon la nature des Les propriétés de chaque constituant contribuent à la propriété globale de la fibre. L'hémicellulose est responsable de la biodégradation, l'absorption d'humidité, et la dégradation thermique de la fibre. La lignine, thermiquement plus stable, est le responsable de la dégradation par les ultraviolets (UV) [20].

Tableau I.5. Composition chimique de quelques fibres végétales [20].

Fibres	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Pectine (%)	Lignine (%)
Genêt d'Espagne	44,5	16,3	13,3	18,5
Jute	70	14	2	18
Cotton	93	3	2	1
Lin	71	19	3	2
Ramie	75	15	1	1
Sisal	73	13	2	7
Alfa	45	24	-	24

✓ **La Cellulose**

La cellulose est le composant principal de toutes les fibres végétales. La cellulose est un glucide de formule $(C_6H_{10}O_5)_n$, où n est le degré de polymérisation qui varie largement de 20 000 à 100 000 selon la source (aliment, végétal, bois, etc.). La cellulose est un polymère linéaire composé de molécules de D-glucose glucidiques à chaîne droite liées entre elles par des liaisons intermoléculaires ou intramoléculaires de type hydrogène. Selon sa source, la cellulose peut être jusqu'à 80 % cristalline. Les groupements hydroxyles (OH) peuvent intervenir dans la formation des liaisons intra chaînes et inter chaînes de la cellulose et lui conférer des propriétés mécaniques, à savoir la rigidité et la résistance électrique. La région cristalline est caractérisée par une densité élevée en liaison hydrogène contrairement aux zones amorphes ce qui rend ces dernières fragiles et facilement accessibles [21].

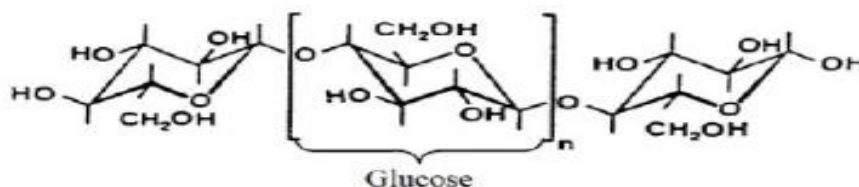


Figure I.9: Structure des chaînes polymères de cellulose [10].

✓ **Les lignines :**

La lignine ou les lignines, est un polymère tridimensionnel produit par la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropénoïques (l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique) et sa structure dépend également de l'espèce végétale. Par conséquent, on ne peut pas leur attribuer une structure moléculaire définie. Ils sont constitués de composants aliphatiques et aromatiques [22].



Figure. I.10 : Formule chimique des alcools précurseurs des lignines [10].

Les lignines constituent la structure macromoléculaire amorphe. Le processus de lignification participe à la rigidité structurale des parois cellulaires et protège les végétaux contre l'attaque des organismes pathogènes et microbiens, leur conférant ainsi une résistance à la pourriture. De nature hydrophobe, les lignines imperméabilisent les plantes aidant ainsi à la conservation de l'humidité chez ces dernières en limitant la transpiration de la plante [23].

✓ **Les hémicelluloses** hémicelluloses constituent une classe de polymères très variés solubles dans l'eau pouvant être extraits de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines. En plus du glucose, les monomères des hémicelluloses peuvent être de la xylose, du mannose, du galactose, du rhamnus, ou de l'arabinose. Les hémicelluloses sont composées majoritairement de D-pentoses, parfois de petites quantités d'oses de configuration. La xylose est toujours l'ose le plus représenté (figure I.11) mais les acides mannuronique et galacturonique sont aussi souvent présents. Les hémicelluloses ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300 et leur structure dépend de l'espèce végétale (type cellulaire, localisation dans la paroi ou bien encore âge des tissus [22]).

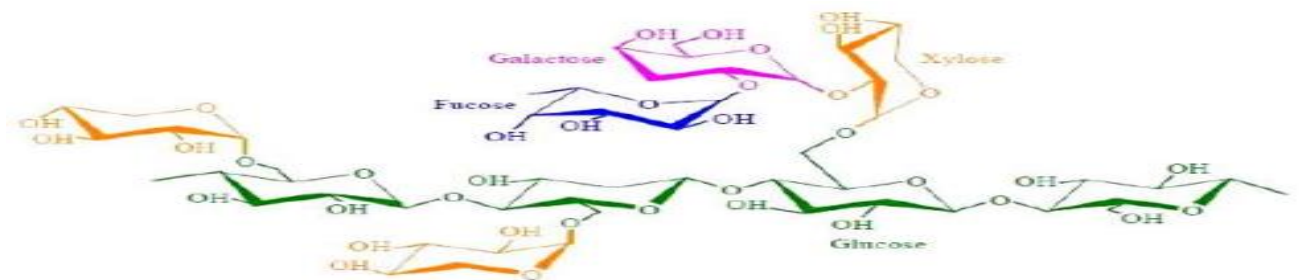


Figure. I.11 : Structure d'un type de xyloglucane [10].

- ✓ **Pectine :** La pectine, substance dérivée de glucides complexes, analogue à l'amidon, produite par de nombreux végétaux. Les pectines sont des substances amorphes blanches qui forment dans l'eau une solution visqueuse [24].

I.2.2.1.3. Classification des fibres végétales

Les fibres végétales sont classées en quatre groupes suivant leur provenance. A s'avoir: les fibres de feuille, de tiges, de bois et de surface [25] :

- **Les fibres de feuilles :** Les Fibres de Feuilles Ces fibres sont obtenues grâce au rejet des plantes monocotylédones. Les fibres sont fabriquées par chevauchement de paquet qui

entoure le long des feuilles pour les renforcer ces fibres sont dures et rigides. Les types de fibres de feuilles les plus cultivées sont la fibre de sisal, de Henequen et d'abaca.

- **Les fibres de tiges :** Les fibres de tige sont obtenues dans les tiges des plantes dicotylédones. Elles ont pour rôle de donner une bonne rigidité aux tiges de plantes. Les fibres de tige sont commercialisées sous forme de paquet de cor et en toute longueur. Les fibres de tige les plus utilisées sont les fibres de jute, de lin, de ramie de de kenaf, et de chanvre.
- **Les fibres de bois :** Les fibres de bois proviennent du broyage des arbres tels que les bambous ou les roseaux. Elles sont généralement courtes.
- **Les fibres de surface :** Les fibres de surface entourent en général la surface de la tige, de fruits ou de grains. Les fibres de surface des grains constituent le groupe le plus important dans cette famille de fibres. Nous citons entre autre le Cotton et la noix de coco (coco)

I.2.2.1.4. Avantages et inconvénients :

Tableau I.6 : Avantages et inconvénients des fibres végétales[26].

Avantages	Inconvénients
Faible coût	Absorption d'eau.
Leurs propriétés mécaniques sont spécifiques importants (résistance et rigidité).	Faible stabilité dimensionnelle.
Non abrasif pour les outillages.	Biodégradabilité
Neutre pour l'émission de CO ₂ .	Faible tenu thermique (200 à 300°C max).
Demande peu d'énergie pour être produite.	Fibres anisotropes
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres, leur biodégradabilité.	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo.
Pas de résidus après incinération	Pour des applications industrielles demande la gestion d'un stock
Bonne isolation thermique et acoustique	Renfort discontinu
Ressource renouvelable	

I.2.2.1.5. Les Caractéristiques des fibres végétales

✓ Caractéristique physiques et mécaniques des fibres végétales

Les fibres végétales ont des propriétés mécaniques variées, à l'intérieur même d'une espèce donnée. Cette variation de propriétés représente un des inconvénients des fibres végétales en comparaison aux fibres synthétiques. Les propriétés mécaniques et la structure des fibres végétales sont influencées par quelques conditions de croissance et varient selon l'habitat, le climat et l'âge de la plante[27]. Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre, son porosité, sa densité, sa teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau. Elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, à la rupture et par le module d'élasticité. (Le tableau. I.7), montre la variation des propriétés physico- mécaniques de différentes espèces de la fibre végétale [28].

Tableau I.7 : Les caractéristiques physiques et mécaniques de quelques fibres végétales [29,30].

Fibre	Densité (g/cm³)	Module de Young (GPa)	Résistance en traction (MPa)	Allongement (%)
Lin	1.4	60-80	88-1500	1.2-1.6
Jute	1.46	10-30	400-800	1.8
Chanvre	1.48	70	550-900	1,6
Ramie	1.5	44	500	2
Kéna (bast)	1.2	-	1580	2,7-6,9
Abaca	1.5	-	980	3,5
Sisal	1.33	38	600-700	2-3
Coco	1.2	4-6	175	30
Coton	1.51	12	400	3-10

✓ Caractéristique thermiques et acoustiques des fibres végétales

Les caractéristiques thermiques des fibres végétales, sont très importantes. En effet, la dégradation thermique est un facteur limitant des procédés de fabrication à chaud des

composites. La plupart des fibres végétales perdent de leur rigidité dès 160°C et on voit la lignine se dégrader aux alentours de 200°C. La densité et la porosité sont les facteurs influençant de façon prédominante les transferts de chaleur, ceux-ci sont aussi influencés par la conduction via la paroi cellulaire et par la teneur en humidité de la fibre végétale. Les capacités acoustiques font aussi partie des avantages de l'utilisation de fibres végétales comme renfort, elles leur donnent une bonne qualité pour le renforcement des composites à des applications qui nécessitent l'isolation phonique[28].

I.2.2.2.FIBRES PALMIER DATTIER

I.2.2.2.1. Les composants du palmier dattier

Les palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.), sont riches en fibres lignocellulosiques. Les palmiers dattiers sont normalement cultivés dans régions tropicales et subtropicales. Les pays arabes sont riches en palmiers dattiers et sont les plus grandes sources de fibres. Leur croissance dépend des conditions environnementales ainsi que de la qualité du sol Le palmier dattier a un tronc très élancé (Stipe), haut jusqu'à 30 m, clairement recouvert par les gaines (Pétiole) des feuilles (Palme) tombées et de tissu (Lif) entourant le tronc à l'encastrement des pétioles. Les palmes sont réunies en forme d'une couronne en un nombre de 20 à 30 au maximum. Un ensemble de régimes (Grappe) aux fruits sont suspendus sous la couronne de palmes dispersée [31,32].

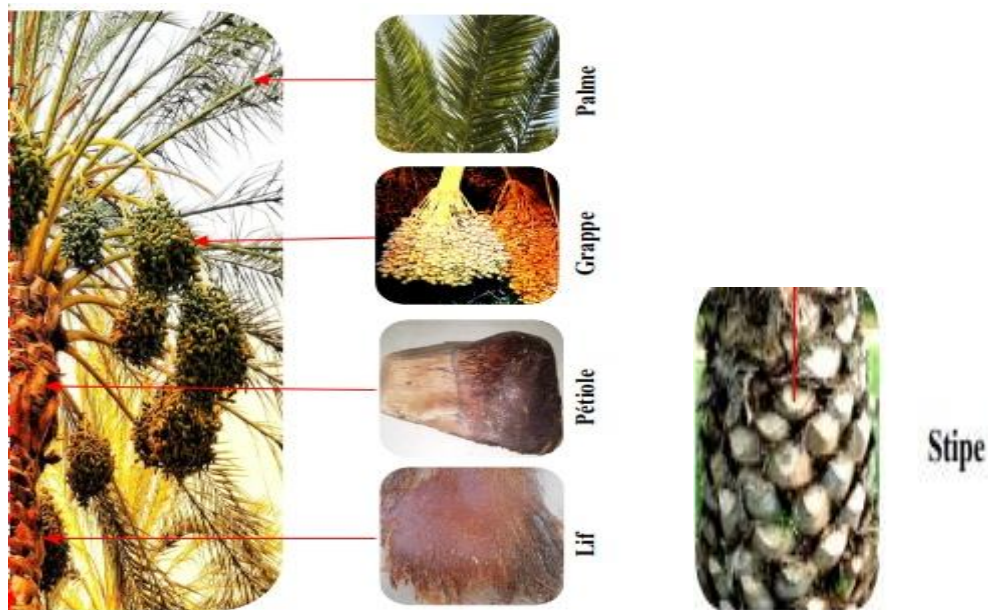


Figure I.12. Différentes parties d'un palmier dattier [32].

I.2.2.2.2. Propriétés de bois de palmier dattier

- **Structure et Morphologie de fibre de palmier dattier :** Le bois de palmier dattier a une structure fibreuse. Les images MEB de la fibre de pétiole présente une surface cylindrique et irrégulière avec de nombreuses impuretés, cellules et pores (Figure I.13). La fibre de palmier dattier est de forme cylindrique. L'image MEB montre que la surface extérieure n'est pas lisse et recouverte d'impuretés artificielles (sable et poussière) et de la lignine résiduelle. En outre, la vue transversale révèle que la fibre de palmier dattier est une collection de fibres multicellulaires chacune contenant un vide central (lumen), ces fibres ont un diamètre d'environ 2 – 5 μm [33].

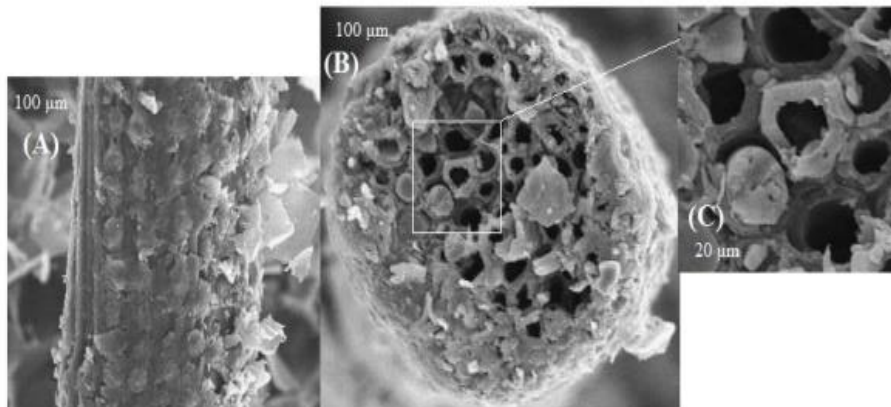


Figure I.13: Images MEB d'une fibre de bois de palmier dattier : vue longitudinale (A), vue transversale (B), zoom de la vue transversale (C) [33].

- **Propriétés mécaniques :** Le comportement mécaniques du bois de palmiers dattiers et généralement celui des fibres végétales est fortement dépendant de plusieurs paramètres à savoir les constituants microstructuraux, les conditions de croissance, l'âge de la plante, la longueur et le diamètre de l'échantillon, les conditions de test comme la température, l'humidité de milieu, le temps de l'expérience, et la vitesse de test. Les valeurs typiques de la résistance à la traction des fibres de palmier dattier se situaient entre 170 et 275 MPa, tandis que les valeurs pour le module de Young se situaient entre 5 et 12 GPa. En outre, l'allongement à la rupture se situait entre 5 et 10% [34].
- **Propriétés chimiques :** A sec, tous les murs de cellules végétales sont principalement constitués de polymères à base de sucre (cellulose, hémicelluloses) qui sont combinés

avec de la lignine [33]. La composition chimique des fibres lignocellulosiques issues du palmier dattier d'après l'étude d'après *Sbiai et Al* confirment que les folioles du palmier dattier sont constituées de trois composants majoritaires : la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. Le reste de la composition comprend les extractibles, les hydrosolubles et les cendres (matière minérale). La teneur en lignine des fibres peut influencer leur structure, leurs propriétés et leur morphologie [35].

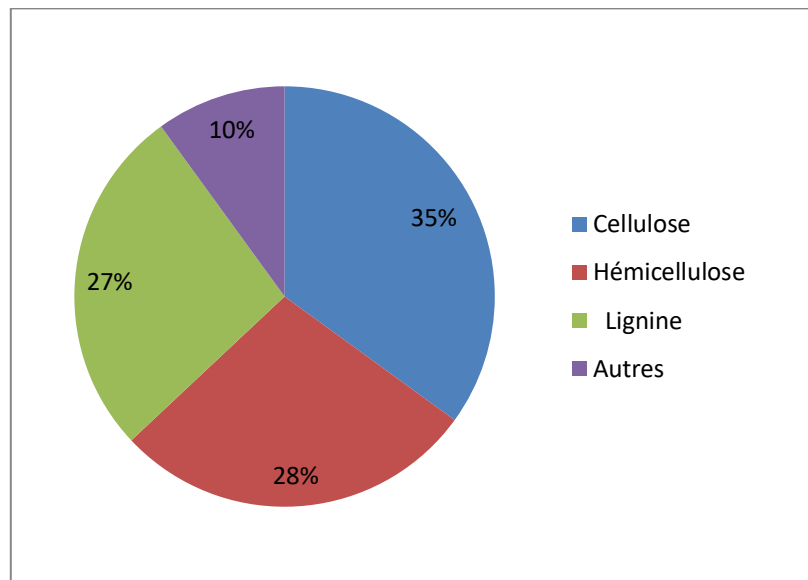


Figure. I. 14.Composition chimique des fibres de palmier (% en poids) [35].

- **Propriétés hydrophobiques :** Le caractère hydrophile de fibres de palmier dattier a été comparé à d'autres fibres naturelles usuelles et les résultats sont présentés dans le Tableau I.8. La fibre naturelle a une teneur élevée en hydroxyle de la cellulose qui la rend susceptible d'absorber de l'eau : les molécules réagissent avec le groupe hydroxyle (-OH) des molécules de cellulose pour former des liaisons hydrogènes. Nous remarquons que l'absorption d'eau par les fibres de palmier dattier est relativement similaire à celle du sisal, plus élevée que celle de fibres de chanvre. Cette variation de la capacité d'absorption d'eau des fibres naturelles peut être attribuée à la taille de fibre et à la teneur en cellulose [33].

Tableau I.8 : Absorption d'eau de certaines fibres naturelles usuelles[33].

Fibre	Absorption à la saturation (%)
Palmier dattier	241
Chanvre	158
Sisal	190 – 250

I.2.3. L'interphase

Les propriétés de l'adhérence fibre/matrice comprennent l'enchevêtrement mécanique, l'attraction électrostatique, l'enchevêtrement moléculaire et les réactions chimiques. L'interface se compose de la surface de contact fibre/matrice (interface) et d'une région de volume fini s'étendant dans la matrice. Il peut être considéré comme un composant d'un matériau composite car il possède des propriétés chimiques, physiques et mécaniques différentes des fibres et de la matrice. L'interface assure la liaison fibre/matrice et permet le transfert de contraintes entre elles sans déplacement relatif. Cependant, afin de faciliter l'analyse micromécanique des composites, on fait généralement l'hypothèse que l'interface n'a pas d'épaisseur [36].

I.2.4. Les charges et les additifs :

1. Les charges

a) Charges augmentant la résistance mécanique

L'objectif de l'incorporation des charges augmentant la résistance mécanique est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine. Ces charges peuvent être classées suivant leur forme géométrique en :

- ✓ Charges sphériques
- ✓ Charges non sphériques

b) Charges ayant un rôle secondaire

Les charges ayant un rôle secondaire ont pour rôle soit de diminuer le coût des résines, soit d'améliorer certaines propriétés secondaires des résines telle que la viscosité [37].

2. Les additifs :

Les additifs sont ajoutés en faible quantité et interviennent comme :

- Lubrifiants et agents de démoulage,
- Pigments et colorants,
- Agents anti-retrait,
- Agents anti-ultraviolets [37].

I.3. Avantages et inconvénients des matériaux composites à fibres végétales**I.3.1. Les avantages**

- Faible coût et propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité)
- Biodégradabilité
- Gain de masse
- Neutre pour l'émission de CO₂ et grand résistance à la fatigue
- Demande peu d'énergie pour être produite
- Pas de résidus après incinération
- Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres
- Bonne isolation thermique et acoustique et
- ressource renouvelable
- Faible vieillissement sous l'action de la chaleur, de la corrosion (sauf en cas de contact l'aluminium des fibres de carbone)
- Insensibilité au produit chimique mécanique comme les graisses, huiles, liquides hydrauliques, peintures, solvants[38,39].

I.3.2. Les inconvénients

- Absorption d'eau
- Faible tenue thermique
- Biodégradabilité
- Faible stabilité dimensionnelle
- Fibres anisotropes
- Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo.

Pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock[38,39].

I.4.Facteurs influençant les composites à renfort naturel

Pour tout matériau composite renforcé par des fibres végétales, trois paramètres concernant le renfort lignocellulosiques peuvent être changés et influencent les propriétés mécaniques :

- le facteur de forme (rapport longueur/diamètre) des fibres.
- le taux et la dispersion du renfort.
- Orientation des fibres.

➤ **Facteur de forme de la fibre :**

Le facteur de forme (longueur/diamètre) est un paramètre important dans un matériau composite à fibres discontinues. On définit le facteur de forme critique comme étant le facteur de forme minimal qui permet d'atteindre la contrainte limite de la fibre .Si dans un système composite, le facteur de forme est inférieur à la valeur critique, le transfert de charge entre fibre et matrice sera insuffisant et les fibres ne sont pas sollicitées jusqu'à leur contrainte limite [20].

➤ **Taux de renfort:**

Comme il a déjà été mentionné, l'ajout de fibres végétales au sein d'une matrice présente plusieurs intérêts :

- Economique : les fibres sont généralement peu chères par rapport à d'autres renforts ou charges.
- Mécanique : dans un système optimal, les fibres augmentent la rigidité et la contrainte maximale du matériau[20].

➤ **dispersion des fibres :**

La dispersion des fibres dans un matériau composite est un facteur important pour garantir de bonnes propriétés mécaniques .Une bonne dispersion des fibres entraîne une augmentation de la résistance à l'impact. [20,21].

➤ Orientation des fibres

L'orientation des fibres dans un composite joue un rôle important dans les propriétés mécaniques. En effet, une orientation privilégiée a tendance à fragiliser le composite dans le sens transverse de cette orientation. Plusieurs paramètres peuvent influencer l'orientation des fibres lors de la mise en œuvre des composites, il s'agit de :

- les dimensions des fibres
- les propriétés viscoélastiques de la matrice polymère à l'état fondu
- la forme de l'empreinte du moule
- les traitements des fibres[22].

I.5. Notion d'adhésion interfaciale

I.5.1. Interface fibre/matrice

L'adhérence est ensemble des phénomènes physico-chimiques qui se produit lorsque l'on met en contact intime deux matériaux. Les différentes théories de l'adhésion prévoient l'établissement de liaisons ou d'interactions spécifique [40].

La liaison entre la fibre et la matrice dépend généralement de l'arrangement des atomes et des molécules et de la composition chimique de la fibre et de la matrice. Cependant, les propriétés morphologiques et la diffusivité de chaque matériau doivent également être prises en compte lors de la compréhension des phénomènes interraciaux. Par conséquent, plusieurs facteurs affectent l'interface et le transfert de charge entre les fibres et la matrice. Généralement, c'est la contribution de plusieurs facteurs [41].

I.5.2. Méthodes d'optimisation de l'interface fibres/matrice

Méthodes d'optimisation de l'interface fibres/matrice joue un rôle déterminant sur les propriétés finales des matériaux composites. Des méthodes physiques et chimiques, dont l'objectif est de rendre compatibles les fibres et les matrices, peuvent être utilisées pour optimiser cette interface. Ces méthodes reposent sur la modification de surface des fibres et/ou de la matrice et la mise en place de nouvelles propriétés interraciales. Diverses méthodes physiques et chimiques peuvent être employées pour optimiser l'adhérence fibre matrice. Ces méthodes sont diversement efficaces [22,30].

Le but de ces modifications est l'amélioration de l'adhésion par la création de liaisons. La surface est donc élément important de l'adhésion et subit les modifications. Ces modifications ont pour objectif de: [24]

- Créer des liaisons fortes entre la fibre et la matrice.
- Réduire le caractère hydrophile des fibres végétales.

I.5. 2.a. Les méthodes physiques de modification de la surface

Les méthodes physiques induisent un changement des propriétés structurales et surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice thermoplastique. On peut citer :

- La décharge électrique [42].
- Le traitement thermique de séchage
- Le traitement sous rayonnement Ultraviolet.
- Le traitement laser.
- Traitement autoclave .
- Le traitement par irradiation γ [30].

I.5. 2.b. Méthodes de modification par voie chimique

La modification de la surface par des méthodes chimiques a pour objectif de rendre compatibles deux matériaux. Et aussi permettent d'augmenter l'affinité chimique entre les fibres et la matrice. A part les agents de liaison [43]. L'utilisation de produits chimiques pour traiter les fibres naturelles et/ou la matrice permettent d'améliorer les propriétés d'interface fibre/matrice. Deux voies peuvent être envisagées lors des traitements : traitement des fibres, ou application d'un agent de couplage (les réactions de couplage chimique (réactions de copolymérisation et/ou greffage de chaînes de polymères linéaires ou de molécules organiques simples) et les réactions d'oxydation [22, 44].

- **Le traitement alcalin**

Le traitement des fibres le plus couramment utilisé est la mercerisation. Il s'agit d'une méthode ancienne largement adoptée dans le domaine du textile. Le traitement à la soude ou mercerisage est l'un des traitements chimiques les plus utilisés avec les fibres naturelles lorsqu'elles sont utilisées pour renforcer les thermoplastiques et

thermodurcissables. Ce traitement consiste à immerger la fibre dans une solution alcaline telle qu'une solution d'hydroxyde de potassium (KOH), d'hydroxyde de lithium (LiOH) ou encore de soude (NaOH). La modification importante apportée par un traitement alcalin est la diminution des liaisons hydrogène entre la cellulose et les deux autres principaux constituants : hémicellulose et lignine [44,45]. Le traitement à l'hydroxyde de sodium (NaOH) entraîne une diminution de l'angle d'hélice et une plus grande orientation moléculaire. Ce traitement améliore les caractéristiques adhésives de la surface des fibres en éliminant les impuretés naturelles et artificielles [35].

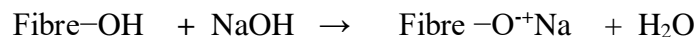


Figure. I. 15 : Traitement des fibres par une solution de soude

- **Couplage chimique**

Son principe repose sur l'utilisation d'agents de couplage qui permettent de former un pont chimique entre la fibre et la matrice. Ceux-ci sont couramment utilisés dans les composites fibres naturelles/polymère synthétique [22]. Les agents de couplage se classent en trois grandes catégories : les organiques, les inorganiques et les organiques-inorganiques.

- ✓ **Les agents de couplage organiques :**

Sont les plus utilisés pour la modification de surface de fibres. Ils disposent dans leurs structures moléculaires de groupes bis- ou multifonctionnels qui interagissent d'une part avec la cellulose et la lignine et d'autre part avec la matrice pour former des liaisons covalentes ou hydrogènes [22].

- ✓ **Les agents de couplage inorganiques :**

Sont nettement moins utilisés dans les composites. Les silicates permettent par exemple de créer une certaine compatibilité entre la fibre et le polymère. Il faut noter que ce type d'agent agit plutôt comme un surfactant qui contre balance la polarité de la surface des fibres issues de la biomasse [22].

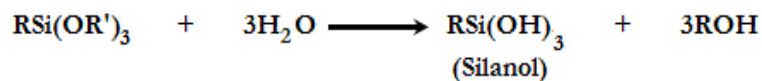
✓ **Les agents de couplage organiques-inorganiques :**

Les silanes et les titanates, dont la fonctionnalité organique contrôle l'efficacité du couplage. Les silanes, qui sont généralement dévolus aux composites renforcés avec des fibres de verre, permettent d'améliorer la stabilité thermique ou dimensionnelle de certains composites. Ils sont aussi appliqués pour le greffage sur le bois [22].

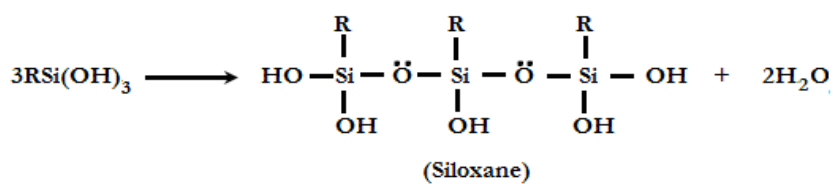
• **Traitement par les silanes**

Un alcoxyde de silicium fonctionnalisé appelé à défaut silane, représenté par R'-Si(OR)₃, est l'un des meilleurs agents de couplage, utilisés dans les composites polymère-fibres de bois. Ce sont des composés hydrophiles avec différents groupements associés au silicium tels qu'une extrémité va interagir avec la matrice et l'autre avec la fibre hydrophile, agissant comme un pont entre eux. L'absorption de silane est très dépendante d'un certain nombre de facteurs, comme le temps d'hydrolyse, la fonctionnalité, la température et le pH. Les alcoxydes de silicium sont capables de former des liaisons avec les groupes hydroxyles. Les silanols peuvent former des polysiloxanes par réaction avec les groupes hydroxyles de la fibre[44].

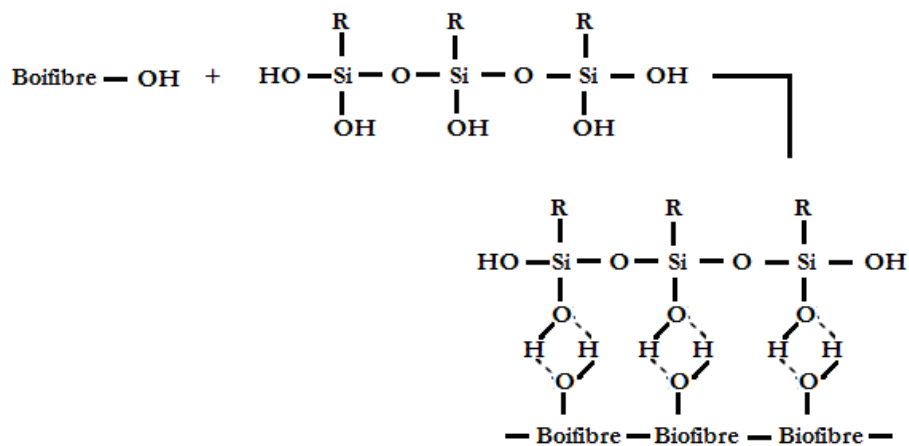
• Hydrolyse



• Condensation



- Liaison d'hydrogène



- Greffage de la surface

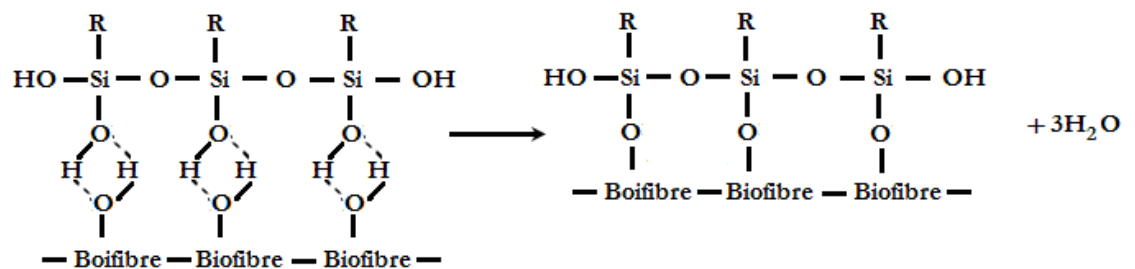


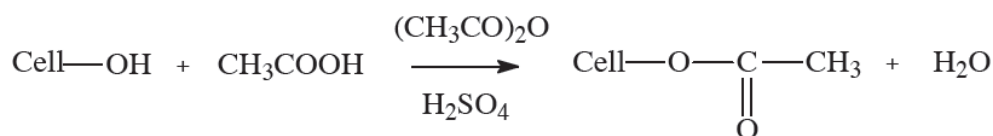
Figure. I. 16 : Réactions chimiques du traitement par un alcoxyde de silicium fonctionnalisé [2].

- **Acétylation**

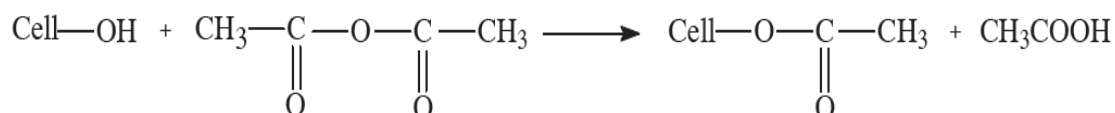
L'acétylation est une méthode plutôt intéressante pour modifier la surface des fibres naturelles et les rendre plus hydrophobes. Il a été utilisé pour réduire le gonflement du bois dans l'eau et ses réactions chimiques ont été étudiées plus que tout autre matériau lignocellulosiques.

Le principe de cette méthode est de rendre la surface de la fibre plus hydrophobe en faisant réagir le groupe hydroxyle (-OH) de la fibre avec le groupe acétyle (CH₃CO-). Les groupements hydroxyle qui réagissent sont des constituants mineurs des fibres, à savoir la lignine et l'hémicellulose, et les groupements hydroxyle de la cellulose amorphe [44]. L'acétylation du groupe -OH est représentée ci-dessous :

- Acétylation avec un catalyseur acide [2]



- Acétylation sans catalyseur acide [2]:



Comme l'acide acétique ne réagit pas suffisamment avec la cellulose, on utilise de préférence l'anhydride acétique. Cependant, l'anhydride acétique n'est pas un bon agent gonflant pour la cellulose, donc pour accélérer la réaction, la cellulose est d'abord trempée dans de l'acide acétique puis traitée avec de l'anhydride acétique pendant 1 à 3 heures[44].

- **Estérification**

Dans la plupart des cas, l'estérification de la cellulose est le plus souvent réalisée en milieu acide à l'aide d'un anhydride correspondant à l'acide. Il permet d'obtenir des sulfates, des phosphates, des carbamates et des acétates de cellulose et d'autres types d'esters de cellulose. Une modification chimique en profondeur rend la cellulose thermoplastique. Cependant, le traitement de surface de la cellulose nécessite une étape d'activation par une réaction d'estérification suivie d'un traitement de surface, ou estérification. En choisissant des conditions de greffage adaptées (solvant non gonflant, température et pression modérées, faible force ionique...) [24].

Référence

- [1] D. S. ROSA, D. M. LENZ, *Biocomposites Engineering and Technology: Influence of Matrix Nature and Additives on the Properties and Biodegradation Behaviour*, Edition INTECH, 2013.
- [2] H. BOUSSEHEL, *Etude Des Moyens De Stabilisation Des Composites A Base De Polystyrène*, Thèse de doctorat, Université de Biskra, 2018.
- [3] J. Aucher, *Etude comparative du comportement composite à matrice thermoplastique ou thermodurcissable*, Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale SPMII, INSA de Rouen, 2009.
- [4] C. PARIS, *Etude et modélisation de la polymérisation dynamique de composites à matrice thermodurcissable*, Thèse de Doctorat, Université de Toulouse, France, 2011.
- [5] M. Debbache, *De la conception à la réalisation de pale éolienne en matériaux composites*, Mémoire de Magister, Université de Biskra, 2012.
- [6] M. LAAREJ, *Etude par spectroscopie Raman et modélisation d'une résine composite STM*, Thèse de Doctorat, Université de Tlemcen, 2010.
- [7] M. MALHA, *Caractérisation Et Modélisation De Matériaux Composites: Polymère Thermoplastique Renforce Par Des Fibres De Doum*, Thèse de Doctorat, Université de Rabat, 2013.
- [8] A. Lakhdari, *Modélisation en Volumes Finis de CND des Matériaux Faiblement Conducteurs par Courants de Foucault et de Déplacement*, Thèse de Doctorat, Université de Biskra, 2019.
- [9] I. SLAMA, *Caractéristiques physico-mécaniques des composites boisplastiques provenant de la valorisation des résidus des panneaux mdf- étude des possibilités de recyclage*, mémoire de Magister, Université du Québec, 2008 .
- [10] Y. DJEBLOUN, *Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres*, Thèse de Doctorat, Université de Biskra 2018.
- [11] D. FISCH, *Organisation de copolymères à blocs amphiphiles Polyéthylène-b-Polyéthylène glycol aux interfaces solides et liquides*, Thèse de Doctorat, Université de Haut Alsace, France, 2015.
- [12] L. BOUKEZZI, *Influence du vieillissement thermique sur les propriétés du Polyéthylène Réticulé Chimiquement utilisé dans l'isolation des câbles de haute tension*, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, 2007.

- [13] L. DOUMINGE, *Etude du comportement du polyéthylène haute densité sous irradiation ultraviolette ou sollicitation mécanique par spectroscopie de fluorescence*, Thèse de Doctorat, Université de La Rochelle, 2010.
- [14] H. SACI, *Préparation et caractérisation thermique du Polyéthylène basse densité modifié par réticulation*, Thèse de Doctorat, Université de Sétif, 2017.
- [15] I.Boujelbene Charfeddine, *Prévision de la morphologie de mélanges de polyoléfines par un modèle micro-rhéologique – Application à des propriétés d’usage HESE*, Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale, Université de Lyon, 2019
- [16] J.Philippe, *Regnard développement d’un concept d’isolant éco-acoustique*, Mémoire de Magister, Université du Sherbrooke, Québec, 2011.
- [17] L.Y. El Hadji Babacar, *Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose*, Thèse de Doctorat, l’INP, Grenoble, 2008.
- [18] A.BENAHMED ,*Contribution à l’étude du comportement mécanique des plaques composites en utilisant des théories d’ordre élevé avec un nombre réduit de variable* , Thèse de doctorat, Université Sidi Bel Abbes, 2018.
- [19] L.Yahiaoui, *Caractérisation d’un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss)*, Mémoire de Magister, Université de Sétif ,2011.
- [20] S.BOUHANK, *Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d’Espagne : Formulations et caractérisations*, Thèse de Doctorat, Université de Sétif 1, 2017.
- [21] Y.BEN MLIK, *Valorisation des fibres de kénaf dans des applications textiles et paratextiles*, Thèse de doctorat, L’école Nationale D’ingénieurs de Monastir, Tunisie, 2018.
- [22] M.RAGOUBI, *Contribution à l’amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne*, Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, France, 2010.
- [23] L. VIDIL, *Etude de matériaux naturels 2D – Potentialités d’utilisation comme renfort de matériaux composites*, Thèse de Doctorat, Université de Antilles, 2019.
- [24] A.FADEL, *Influence des diverses modifications du Genêt d’Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique*, Mémoire de Magister, Université de Sétif-1, 2014.
- [25] A .MOKHTARI, *Influence des ajouts de fins minérales sur les performances mécaniques des bétons renforcés de fibre végétales de palmier dattier*, Mémoire de Magister, Université de Ouargla 2006.
- [26] A. Mokhtari, *Modélisation du comportement et de la rupture des composites a matrices thermoplastiques*, Thèse de Doctorat, Université de Tiz iOuzou, 2016.

- [27] H. Thi, T. Nga, *Etude de L'influence de La Température et de L'humidité sur les Propriétés Mécaniques en Traction des Fibres de Chanvre et de Coco*, Thèse de Doctorat, université du Québec, 2008.
- [28] K .ALMI, *Développement et caractérisation de matériaux à base du bois de palmier dattier adaptés aux applications de développement durable en Algérie*, Thèse de Doctorat, Université de Biskra 2018.
- [29] L. Mohammed, M. N. Ansari, G. Pua, M. Jawaid, and M. S. Islam, *A review on natural fiber reinforced polymer composite and its applications*, Polymer Science, 4, 1-15. 2015.
- [30] R. Ntenga, *Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites*, Thèse de Doctorat, Université Blaise Pascal(UBP) - Clermont II, et Université de Yaoundé I, France 2007.
- [31] O. Y. Alothman et Al, *Structural, Morphological and Thermal Properties of Nano Filler Produced from Date Palm-Based Micro Fibers (Phoenix dactylifera L J)*, Polymers and the Environment, 2, 622–630, 2021.
- [32] T .DJOUDI, *Elaboration et caractérisation de composites bio-sourcés à base de fibres de palmier dattier*, Thèse de Doctorat, Université de Biskra 2019.
- [33] B.HABA, *Etude in-situ des performances énergétiques et mécaniques des matériaux biosourcés et locaux*, Thèse de Doctorat, Université de Batana 1, 2017.
- [34] N. DEBABECHE et I.R. LOUGHLANI, *Etude de l'incorporation des fibres de palmier dans une matrice de polychlorure de vinyle*, Mémoire de Master, Université de Biskra, 2019.
- [35] A. Sbiai, *Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier: effet de l'oxydation au tempo sur les fibres*, Thèse de Doctorat, INSA-Lyon, 2011.
- [36] M. ZIANE Khaled, *Analyse, Évaluation et Réduction des Risques d'un Parc Éolien*, Thèse de Doctorat, Université d'Oran 2, 2017.
- [37] B.HAMI, *Elaboration et caractérisation physico-mécanique d'une structure sandwich multicouches*, Thèse de Doctorat, Université de Boumerdes, 2018.
- [38] N. Mahmoudi, *Etude et modalisation du comportement mécanique des matériaux composites*, Thèse de doctorat, Université de Mostaganem, 2010.
- [39] F. Touloum , A. Benchabane , A. Kaci, *Nouveau bio-composite local à base de fibres cellulosiques Application à l'isolation thermique en bâtiment*, Premier Séminaire National de Génie Mécanique (SNGM01), 2,151-156,2011.
- [40] M. AUFRAY, *Adhésion et Adhérence des Matériaux*, 2009.

- [41] H.BOULAHIA, Etude du comportement physico-mécanique de nouveaux bio composites poudre de liège – PVC, Thèse de Doctorat. , Thèse de doctorat, Université de M'hamedBougara –Boumerdes, 2016
- [42] M. A.Lahmar, *Caractérisation d'un composite boispolymère pour utilisation en plaques de bardage par l'extérieur*,Thèse de doctorat, Université de Claude Bernard Lyon 1 .2016.
- [43] M. L. AUGIER, *Etude de l'élaboration de matériaux composites PVC/bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité*, Thèse de Doctorat, L'Institut National Polytechnique De Toulouse,2007.
- [44] DO THI Vi Vi , *Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non, thèse de doctorat*, Université De Grenoble Et Université des Sciences de Hochiminh Ville, 2011.
- [45] T.CHAARAOUI, O.difli , *L'étude de l'influence des traitements chimique sur l'interface des composites fibre matrice* ,Mémoire de Master, Université de M'silla ,2021.

Chapitre II

*MATERIAUX ET TECHNIQUE
EXPERIMENTALES ET
CHARACTERISATIONS*

Chapitre II

MATERIAUX ET TECHNIQUE EXPERIMENTALES ET CARACTERISATIONS

II.1. MATERIAUX UTILISE

II.1.1. Polyéthylène

Le polymère utilisé est le polyéthylène Linéaire à basse densité (PE-LBD), sous forme de poudre blanche. Il est fabriqué par la société « EEC: EgyptianEuropeanCompany », Alexandria - Egypt. Ses caractéristiques sont résumées dans le tableau II.1.

Tableau .II. 1. Caractéristiques de polyéthylène PE-LBD

Propriétés	Valeur	Unité
Densité	0.935	g/m ³
Déformation de traction à la rupture	18	MPa
Module de flexion	700	MPa
Indice de fluidité à chaud	5	g/10min
Résistance à l'impact Charpy	30	KJ/M ²
Densité apparente	0.37	g/cm ³
Allongement à la rupture	700	%
Fluidité	26	Secondes



Figure II.1: de poudre polyéthylène Linéaire basse densité (PE-LBD)

II.1.2. L'hydroxyde de sodium

L'hydroxyde de sodium utilisée a été produite par la société «BIOCHEM Chermopharma», ses caractéristiques sont représentées dans le tableau II.2.

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

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

II.1.3. L'acide chlorhydrique

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

Tableau .II. 3. Les caractéristiques de L'acide chlorhydrique.

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

II.1.4.Acide citrique monohydrate

L'acide citrique utilisé par les sociétés «VWR PROLABO CHEMICALS», ses caractéristiques sont représentées dans le tableau II.4.

Tableau II.4 : Caractéristiques d'acide citrique monohydrate

Formule chimique	Masse moléculaire	Densité
C ₆ H ₈ O ₇ .H ₂ O	210,14	1.552

II.1.5. Méthanol

Le méthanol utilisé par les sociétés «BIOCHEM Chermopharma», ses caractéristiques sont représentées dans le tableau II.5 :

Tableau II.5 : Caractéristiques du méthanol

Formule chimique	Masse moléculaire	Densité
CH ₃ OH	32.04g/mol	0.8

II.1.6. Fibre de palmier dattier

Dans notre étude Les fibres brutes ont été obtenues à partir les feuilles des déchets des palmes du palmier dattier ont été récupérées directement dans la région deHadjeb-Biskra située au sud de l'Algérie.

II.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.2.1. Préparation de fibre de palmier dattier :

- Les feuilles de palmier sont lavées avec de l'eau froide afin d'éliminer les impuretés puis sont mises sur un support propre, pour sécher à l'air libre pendant 1 jours.

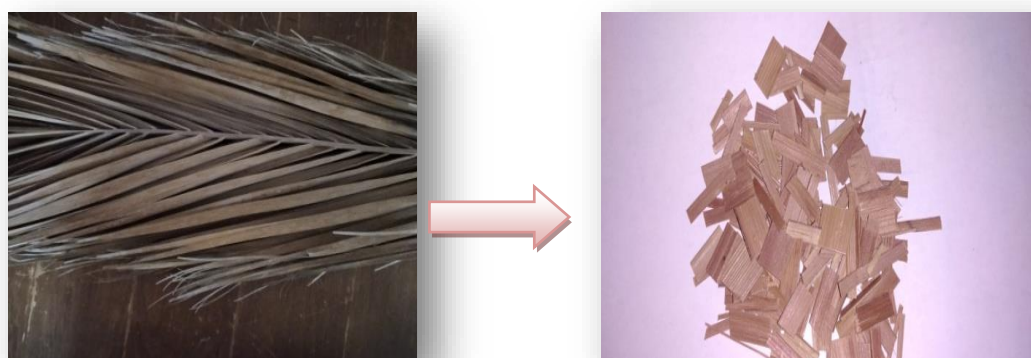


Figure II .2 :les feuilles des palmier dattier

- On lavées 150g les fibres des palmier dattier découpée avec l'eau distillé et ensuite on placés dans une étuve à 80°C pendant 24h.

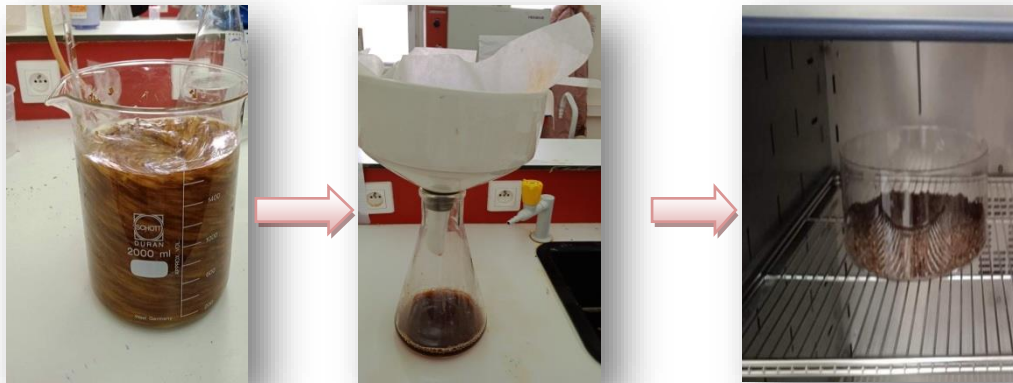


Figure .II. 3.Les étapes de préparation des fibres non traitées

II.2.2. Traitement chimiques des fibres de palmier dattier

✓ **Traitement chimiques des fibres de palmier dattier par mercerisation (la soude caustique FTA):**

- Dans un bécher, on introduit 500 g des fibres de palmier on les immerge dans une solution de soude (NaOH à 5%). à température ambiante pendant 72 h.
- Les fibres sont ensuite rincées plusieurs fois avec de l'eau distillée contenant 50 ml d'acide chlorhydrique à (HCl à 2.5%) afin de neutraliser l'excès de la soude
- Les fibres sont enfin lavées avec de l'eau distillée jusqu'à pH neutre.
- Les fibres sont ensuite placées dans une étuve à 80°C pendant 24h.



Figure .II. 4. Les étapes de préparation des fibres traitées avec NaOH

✓ **Traitement chimiques des fibres de palmier dattier par estérification (acide citrique FTE):**

On introduit 60g des fibres de palmier traitées par la soude dans un bécher contenant la solution d'acide citrique à 1% on été préparée dans le méthanol, avec agitation pendant 30 min, et ensuite on effectue une filtration des fibres. Après le séchage dans l'étuve pendant 24h a 80°C.

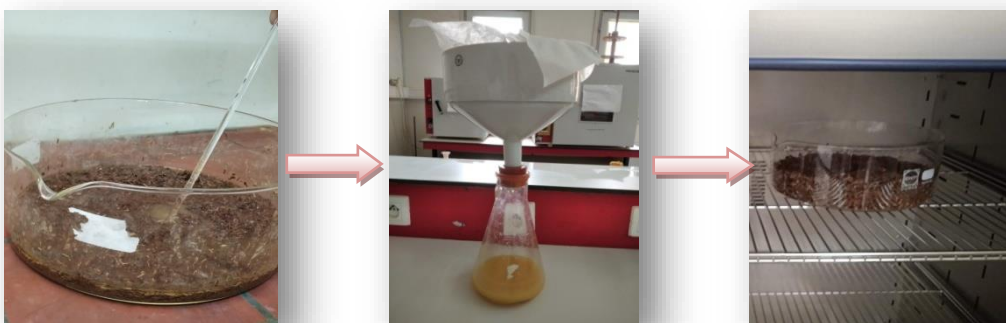


Figure .II. 5. Les étapes de préparation des fibres traitées par estérification.

II.2.3. Broyage et Tamisage

- Broyage des fibres du palmier dattier en une poudre fine suivit par le tamisage à travers tamis de diamètres (125 μ m).

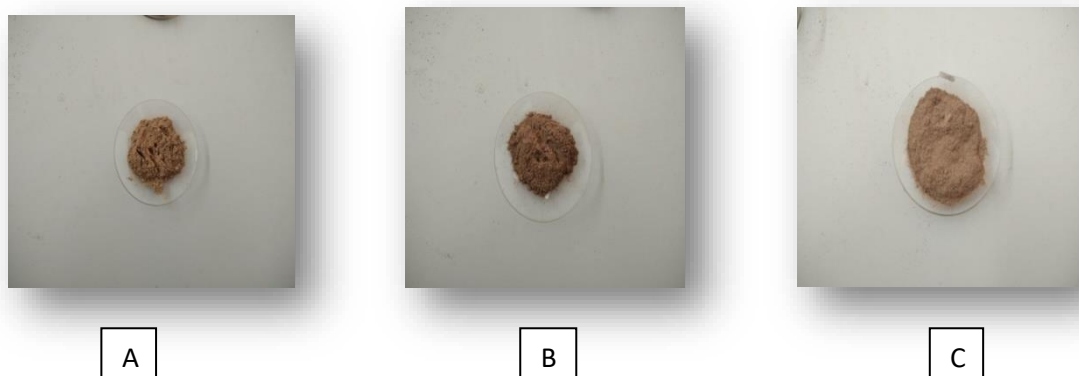


Figure II.6 : (A) Fibre de palmier non traités, (B) fibre traités avec le soude (C) fibre traités par estérification.

II.3. ELABORATION DES COMPOSITES PE/ FIBRES DE palmier dattier

II.3. 1. Préparation des composites

Le tableau ci-dessous présente les différentes formulations retenues pour la préparation de nos échantillons

Tableau .II. 6. Composition des différentes formulations

Formulation	PE	Fibre
PE	100%	0%
PE/FNT ₂₀	180%	20%
PE/FNT ₁₀	190%	10%
PE/FTA ₂₀	180%	20%
PE/FTA ₁₀	190%	10%
PE/FTE ₂₀	180%	20%
PE/FTE ₁₀	190%	10%

- PE : La formulation du PE non chargée.
- PE/FNT₁₀ et PE/FNT₂₀: Les formulations du PE chargées avec les fibres de palmier dattier non traitées à 10 et 20% massique respectivement.

- PE/FTA₁₀ et PE/FTA₂₀: Les formulations du PE chargées avec les fibres de palmier dattier traitées par la soude NaOH pendant 72 heures à 10 et 20% massique respectivement.
- PE/FTE₁₀ et PE/FTE₂₀: Les formulations du PE chargées avec les fibres de palmier dattier traitées par la solution d'acide cètrique à 5% wt /v et méthanol à 15 et 25% massique respectivement.

II.3. 2. Extrusion

Les mélanges précédents vont alimenter une extrudeuse de type PolyLab au niveau du laboratoire de génie mécanique LGM de l'université de Biskra. Les températures maximales sont été maintenues entre 160 et 180°C.

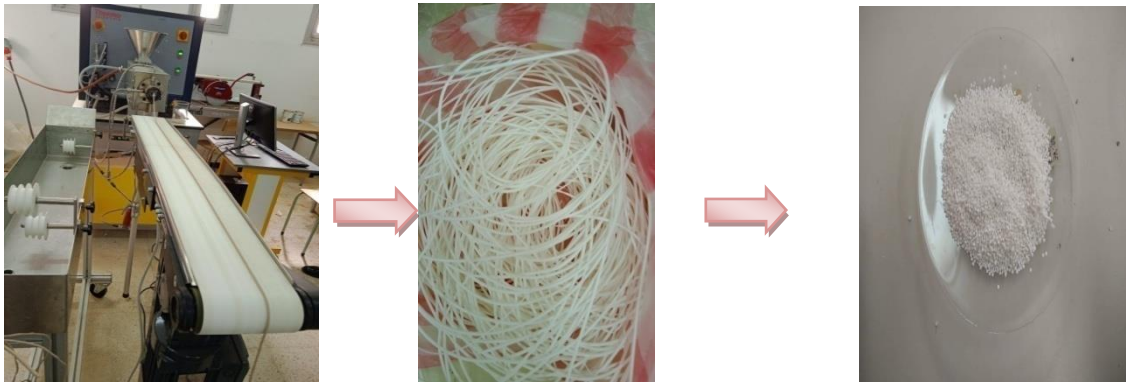


Figure .II. 7. Extrudeuse de type PolyLab OC.

II.3. 3. Moulage des composites

La presse que nous avons utilisée est une presse hydraulique à chauffage électrique de type : SCHWABENTHAN POLYSTAT 300S.

Le moulage des composites s'effectue alors de la façon suivante : les granules obtenues par extrusion sont introduits dans le moule entre deux feuilles d'aluminium et compressées à l'aide de la presse, à une température de 150°C, sous une pression de 300 bar et pendant un temps de séjour de 3 min. Un préchauffage est réalisé jusqu'à une fusion préliminaire du mélange, afin d'éviter la présence des bulles d'air, un dégazage est effectué avant l'application de la pression finale. Puis nous ouvrons le robinet pour que le passage de l'eau refroidisse. Après la température est maintenue plaques épaisses de calibre 2mm.



Figure. II.8. Images des plaques avant et après passage à presse.

II.3.4. Préparation des éprouvettes de type H

Nous avons découpé les plaques préparées en éprouvettes de type H à l'aide d'un appareil mécanique qui est représenté dans la figure II.9 , pour chaque échantillon trois éprouvettes ont été découpées pour servir dans les différents tests de caractérisation .



Figure .II. 9. Le découpage des plaques sous forme d'haltères par la découpeuse.

II.4 .TECHNIQUES DE CARACTERISATION

II.4.1.Analyse par spectroscopie infra rouge à transformée de Fourier

Les spectres infrarouges ont été réalisés avec un appareil SHIMADZU FTIR-8400S qui est installé au laboratoire de chimie de l'université de Biskra.

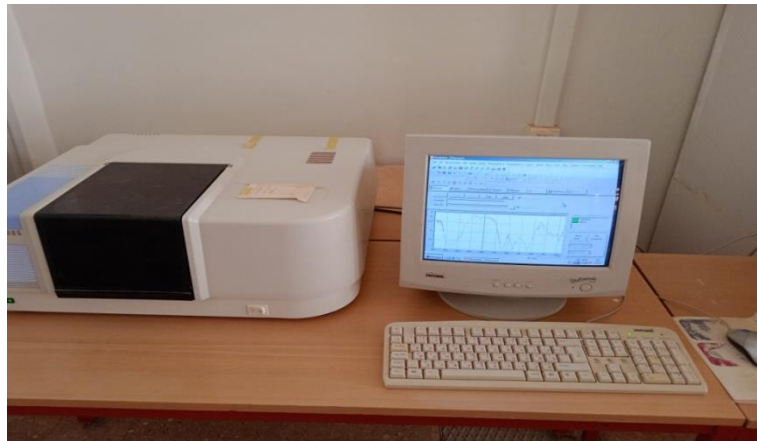


Figure II.10: Spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S

➤ **Préparation de l'échantillon**

- Préparer un mélange de 0.0001g de fibre palmier dattier avec 0.02g de sel KBr
- Ensuite comprimé le mélange dans une presse afin de fournir une pastille.
- Mettre l'échantillon (fibre +KBr) dans l'appareille
- Faire la mesure de l'échantillon

II.4.2. Caractérisation mécaniques :

II.4.2 .a. Essai de traction

C'est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé, consiste à soumettre une éprouvette en forme d'altère de type « H2 », dans les mâchoires d'un dynamomètre. Les essais de traction sont effectués à l'aide d'une machine de traction universelle INSTRON 5969.

- La vitesse de déformation est maintenue constante à 250 mm/min
- La vitesse de traction utilisée est égale à 5 mm/min.
- L'essai se fait à la température ambiante (laboratoire).

Pour chaque mélange on utilise trois éprouvettes et on prend les valeurs moyennes de l'allongement à la rupture et de la résistance à la traction.

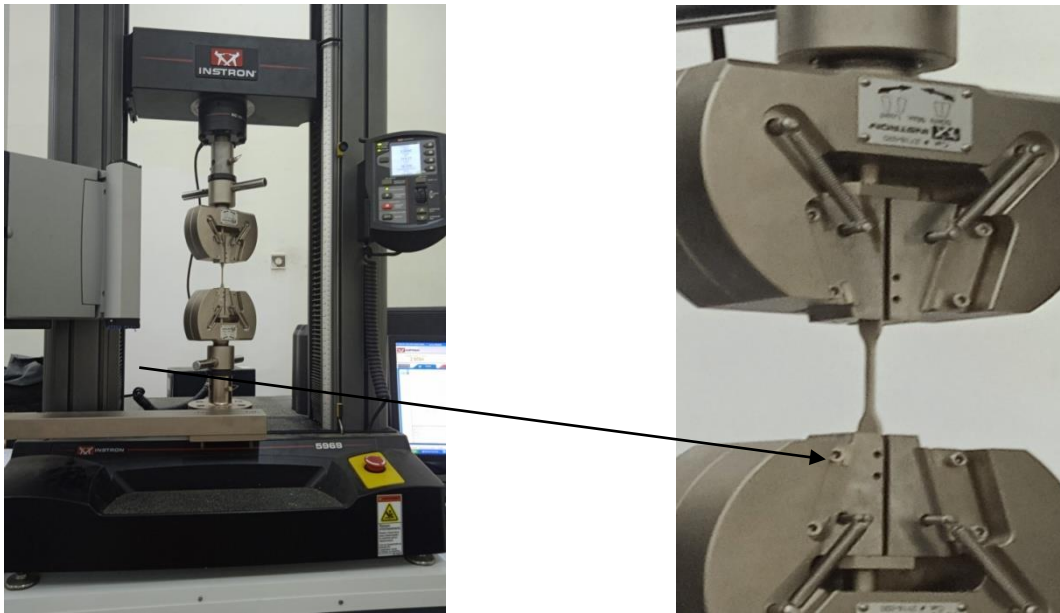


Figure. II.11 : La machine de traction utilisée.

II.4.2 .b. Test de la dureté shore D

La mesure de la dureté shore D a été réalisée au niveau du laboratoire de « UNICAB » à Biskra. L'essai consiste à appliquer un effort tendant à enfoncer l'aiguille d'un duromètre shore D suivant la norme NF ISO T 51-123, sur des plaques de 5×5 cm². La lecture se fait directement sur le duromètre après la pénétration de 15 seconds. La photo du duromètre utilisé est illustrée sur la figure II.12 :



Figure.II.12 : Le duromètre utilisé.

Chapitre III

RESULTATS ET DISCUSSION

Chapitre III

RESULTATS ET DISCUSION

III.1. CARACTERISATION DE LA FIBRE DE PALMIER DATTIER

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

Les spectres infrarouge de la fibre de palmier dattier non traités (FNT) et modifiées par mercerisation (FTA) et estérification par l'acide citrique (FTE) sont donnés dans la figure III.1. Les caractéristiques de ces charges sont dues à leurs contenus en lignine, cellulose et les hémicelluloses.

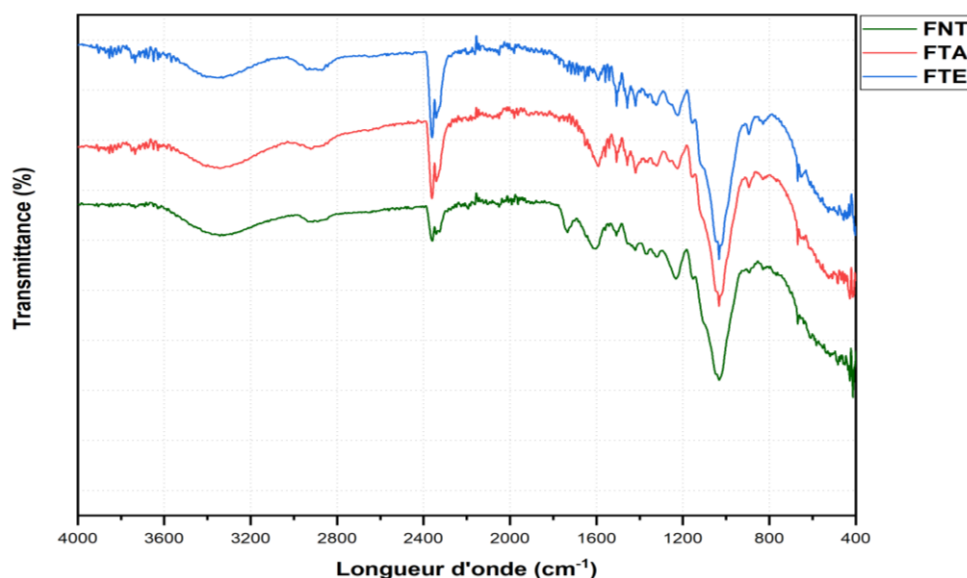


Figure .III. 2. Spectres IRTF de la fibre de palmier dattier traitées et non traitées.

- A 3338 cm^{-1} une large bande correspond à la vibration d'élongation de la liaison O-H intramoléculaire [1].
- Les pics à 2922 cm^{-1} et 2877 cm^{-1} représentent les vibrations d'élongation symétrique et asymétrique des liaisons C-H des groupes alkyle dans les liaisons aliphatiques de la cellulose et de l'hémicellulose [2].

- A 1734 cm^{-1} et 1231 cm^{-1} correspondent à la vibration d'élongation de la liaison C=O des groupements acétyle et aux esters ironiques de l'hémicellulose et aux liaisons ester des groupes carboxyliques de l'acide férulique et paracoumarique dans la lignine et dans l'hémicellulose [3].
- A 1684 cm^{-1} était lié aux vibrations d'élongation C=O dans les cétones non conjuguées [4].
- Les pics à 1646 cm^{-1} , 1642 cm^{-1} sont affectés à l'eau absorbées par la fibre de palmier non traitée par suite à son caractère hydrophile très prononcé.
- A 1604 cm^{-1} et 1542 cm^{-1} pics correspond à l'élongation C=C de la liaison et confirme la présence de lignine et de son groupe aromatique dans la charge naturelle [1, 5]
- Le faible pic situé à 1507 cm^{-1} correspond à la vibration de déformation de C=C du cycle benzénique de la lignine [6]
- Les pics à 1421 cm^{-1} , 1369 cm^{-1} et 1321 cm^{-1} qui sont essentiellement dues aux vibrations de déformation des groupements $-\text{CH}_2$ et $-\text{CH}_3$, contenus dans les structures de la lignine et l'hémicellulose [5]
- A 1154 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation des liaisons C-O-C dans les liaisons 1,4-glycosidiques des unités de d-glucose dans la cellulose, qui ont été interprétées comme typiques d'une structure de cellulose [7].
- Le pic à 1033 cm^{-1} attribué aux vibrations d'étirement des groupes hydroxyles O-H de la cellulose et de l'hémicellulose [8]
- 668 une bande fine de très faible intensité correspond à la vibration en mode flexion en dehors du plan de la liaison C-OH [9].

Après la modification chimique alcaline FTA, on observe la diminution des pics qui correspondent aux groupements hydroxyles -OH. Cette diminution est attribuée à la solubilisation de lignine. Les pics dans la région $1730 - 1710\text{ cm}^{-1}$ disparaissent ou deviennent plus petites après un traitement alcalin, car le traitement alcalin détruit les groupes carboxyle, et solubilité des macromolécules contenant ces groupes fonctionnels des fibres dans les solutions alcalines [10]. Le spectre FTA montre aussi un abaissement de pics à 1421 cm^{-1} de la liaison C-H asymétrique des groupements OCH_3 , CH_2 de la lignine et l'hémicellulose. La diminution de l'intensité du pic à 1101 cm^{-1} assigné à l'élongation des groupements éthers C-O-C de la lignine, cette diminution essentiellement dues à la solubilisation de la lignine, des cires et des pectines dans l'hydroxyde de sodium [11,12].

Par rapport au spectre caractéristique de la fibre brute, l'estérification par l'acide citrique a été confirmée par l'apparition de nouveaux pics d'acide carboxylique et d'ester carbonyle à environ 1730 cm^{-1} et une augmentation de l'étirement C-H ($2800\text{-}2950\text{ cm}^{-1}$) attribué aux chaînes d'acide citrique. Après traitement, la bande ester-carbonyle superposée formée dans le processus d'estérification a été exposée. Une nouvelle adsorption s'est également avérée se produire à 1591 cm^{-1} provenant du carboxylate de sodium conduisant à une augmentation des intensités des signaux de bande carboxylate et C-H qui ont été attribués à la chaîne d'acide aliphatique[13].Le mécanisme de modification de la cellulose par estérification est confirmé par l'analyse IRTF, cette réaction est réalisée comme suit:

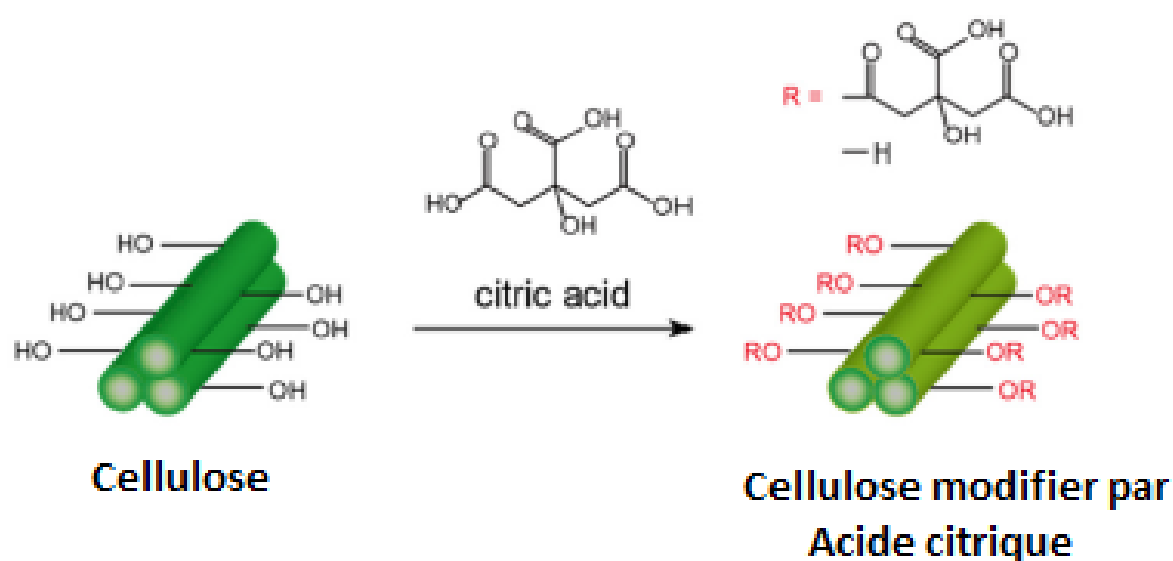


Figure III.2 : mécanisme de la réaction d'estérification de la fibre de palmier par l'acide citrique [14].

III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITE ELABORES

III.2.1. Caractérisation mécanique

III.2.1.a. Evolution de la contrainte à la traction

L'évolution de la résistance à la rupture des composites non traités et traités en fonction du taux de la fibre de palmier dattier est illustrée sur la figure III.3. On remarque que l'incorporation de la charge lignocellulosiques de palmier dattier provoque un abaissement de la contrainte à la rupture du polymère PE. Il est également indiqué dans la littérature que l'incorporation de fibres de palmier non traité dans la matrice de polyéthylène diminuait la résistance à la traction [15].

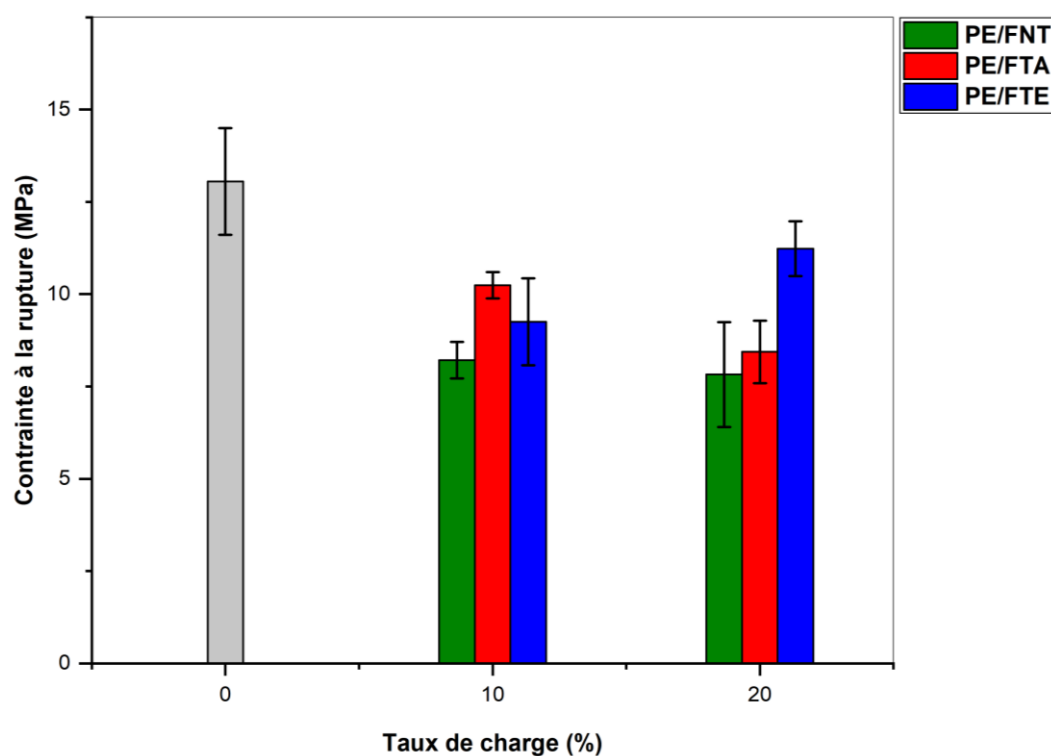


Figure III.3 : Evolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du taux de la charge traitée et non traitée.

Après modification des fibres palmier, nous observons une amélioration des contraintes à la rupture pour les composites PE/FTA et PE/FTE par rapport aux composites non traités. Cette augmentation est due à la meilleure dispersion de la charge et particulièrement au renforcement des liaisons interfaciales entre le polyéthylène PE et la fibre de palmier

III.2.1.b. Evolution de la déformation à la rupture

La déformation à la rupture des composites renforcés par les fibres de palmier dattier réduit avec l'augmentation du pourcentage de la charge (Figure III.4). Il passe de 22.87% pour la matrice PE vierge à 11.16% et 4.27 % pour les composites à PE/FNT₁₀ et PE/FNT₂₀ respectivement. On explique cette diminution par la fragilité du matériau du fait de la nature hydrophile de la fibre non traitée qui absorbe plus d'humidité et provoque un gonflement dans la matrice du PE. Aussi le taux de la charge crée des défauts dans le système et réduit les interactions inter-chaines, associées à une variation ductile-fragile du comportement du matériau[16].

Les traitements chimiques de la charge des fibres de palmier apportent une amélioration, estimée à 8.14% et 6.50% que pour les formulations PE/FTA₂₀ et PE/FTE₂₀ respectivement mais pas en termes de déformation globale par rapport au PE vierge. Cette augmentation est principalement attribuée à une meilleure dispersion de la fibre traitée qui confère une certaine flexibilité au matériau [17].

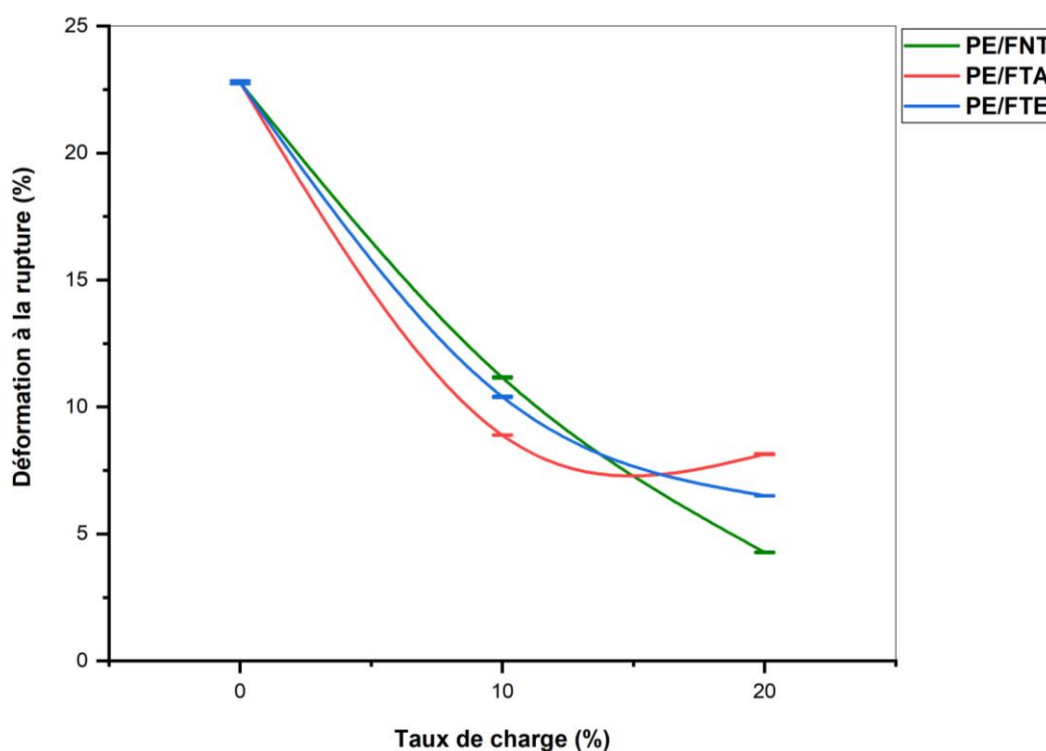


Figure III.4 : Evolution de la déformation à la rupture des composites en fonction du taux de la charge traitée et non traitée.

III.2.1.c. Evolution de module d'Young

La figure III.5 met en évidence l'évolution du module d'Young des composites PE/fibre de palmier dattier en fonction du taux de charge à 10% et 20% traitées et non traitées. D'après ces courbes on peut voir clairement que le modules d'Young des composites élaborés augment au fur et à mesure avec l'augmentation du taux de la charge. Incorporation de la charge dans la matrice PE augmente la rigidité des composites.

Le traitement par estérification augmente considérablement le module de Young, comparé aux composites non traités. Cela peut être expliqué par la bonne orientation des particules de la charge traitée [18].

En outre Les composites PE/FTA marquent une diminution du module d'Young, Ces résultats pourraient être liés à la forme et les dimensions des fibres obtenues après modification chimique de la fibre. La diminution de la rigidité peut être expliquée seulement par le changement du mécanisme de déformation car le changement d'interaction ne justifie pas la diminution du module.

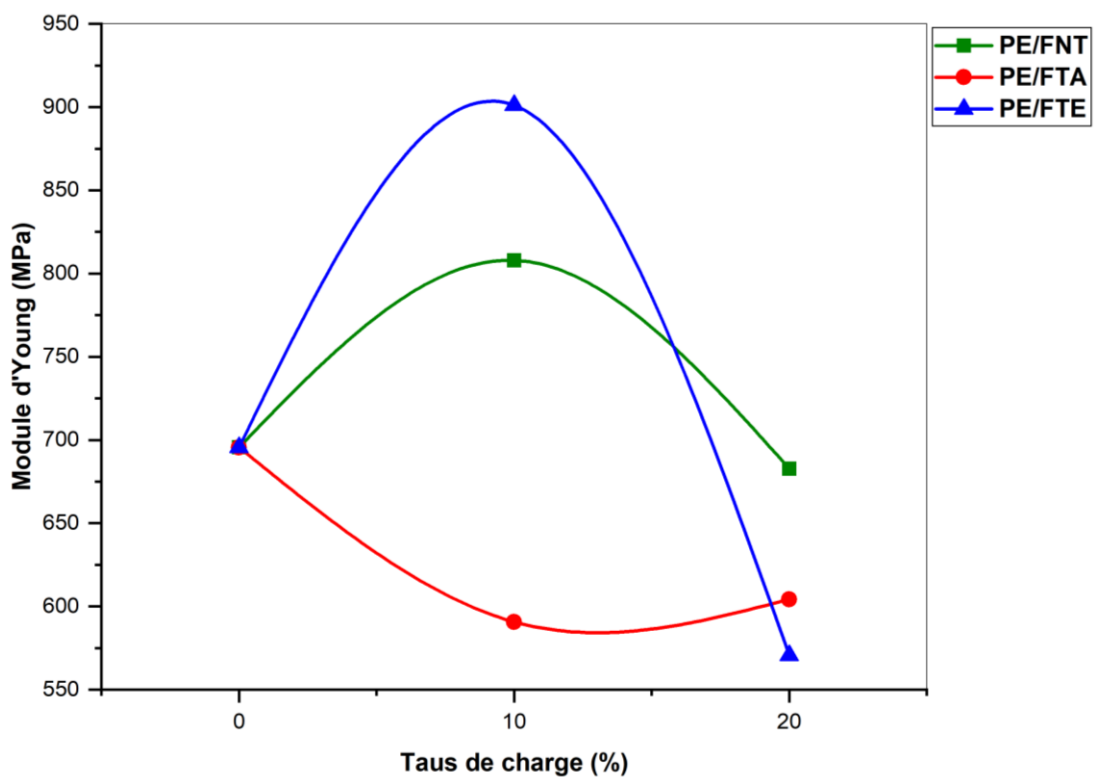


Figure III.5 : Evolution de module d'Young des composites en fonction du taux de la charge traitée et non traitée.

III.2.2. Test de la dureté Shore D

La dureté d'un échantillon particulier se rapporte à sa résistance à la pénétrabilité quand une charge est appliquée. La figure III.5 montre l'effet du taux de charge et des traitements chimiques sur la dureté des composites.

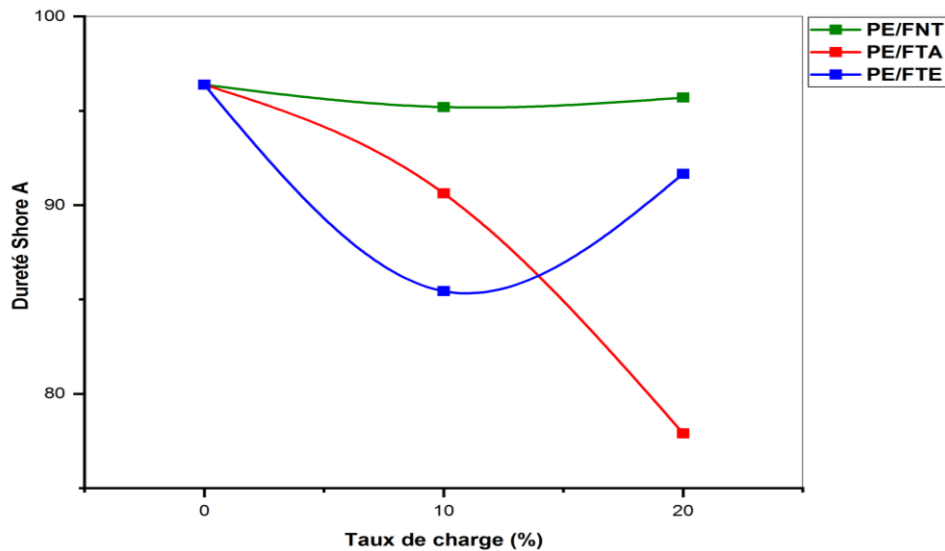


Figure III.5 : Evolution de la dureté Shore des composites en fonction du taux de la charge traitée et non traitée.

Les courbes montrent diminution de la dureté avec l'incorporation des fibres de palmier non traité à 10% et 20%. Ces résultats peuvent être expliqués que l'incorporation de la fibre de palmier non traité donne des composites avec une faible adhésion interfaciale qui abaisse la dureté des composites PE/FNT. La dureté est une mesure de la résistance à l'usure et à l'abrasion, puisque les matériaux durs résistent mieux aux frottements [16]. L'incorporation de la fibre traitée par la soude (FTA) dans le polyéthylène est accompagnée d'une diminution de la dureté des composites PE/FTA comparé au composites PE/FTE. Cela attribue à la plastification de la fibre après le traitement, ce qui rend le composite moins dur, en lui conférant des propriétés de souplesse et le caractère non cassant. [11]. Pour les composites PE/FTE₂₀ marque une augmentation de la dureté. On peut expliquer cette augmentation par la bonne dispersion de la fibre dans la matrice avec la diminution des vides et une plus forte adhésion interfaciale fibre-matrice.

Référence :

- [1] S. BOUHANK, *Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne Formulations et caractérisation*, Thèse de Doctorat, Université de Sétif 1, **2017**.
- [2] K.ALMI, A.BENCHABANE, S.LAKEL AND A.KRIKER, *Potential utilization of date palm wood as composite reinforcement*. Journal of Reinforced Plastics and Composites, 34(15), 1231 -1240, **2015**.
- [3] F, M.AL-OQLA, and S.SAPUAN, *Natural fiber reinforced polymer composites in industrial applications: feasibility of date palm fibers for sustainable automotive industry*. Journal of Cleaner Production, 66, 347-354, **2014**.
- [4] T.MASRI, H.OUNIS, L.SEDIRA, A.KACI, A.BENCHABANE, *Characterization of new composite material based on date palm leaflets and expanded polystyrene wastes*, Construction and Building Materials, 410–418, **2018**.
- [5] K. J. Nagarajan, A. N. Balaji, *Extraction and characterization of alkali-treated red coconut empty fruit bunch fiber*, International Journal of Polymer Analysis and Characterization, 21:5, 387-395, **2016**.
- [6] S. NEDJMA, H. DJIDJELLI, A. BOUKERROU, D. BENACHOUR, N. CHIBANI, *deinked and acetylated fiber of newspapers*, journal of applied polymer science, 123: 1-7, **2012**.
- [7] Luzi, F.; Puglia, D.; Sarasini, F.; Tirillo, J.; Maffei, G.; Zuorro, A.; Lavecchia, R.; Kenny, J.M.; Torre, L. *Valorization and extraction of cellulose nanocrystals from North African grass: Ampelodesmos mauritanicus (Diss)*. Carbohydr. Polym, 209, 328–337, **2019**.
- [8] K. Bledzki Gassan, *Composites reinforced with cellulose based fibres*, Review, J Progress in Polymer Science, 24: 221-274, **1999**
- [9] D.DASONG, F.MIZI, *Investigation of the dislocation of natural fibres by Fourier transform infrared spectroscopy*, Vibrational Spectroscopy, 55, 300–306, 2011.
- [10] F. ZHOU, G. CHENG, B. JIANG, *Effect of silane treatment on microstructure of sisal fibers*, Applied Surface Science, 292, 806- 812, **2014**
- [11] E, F. MARQUÈS, J, A. MÉNDEZ, M, A. PÈLACH, F. VILASECA, J. BAYER ET P, Mutjé, *Influence of coupling agents in the preparation of polypropylene composites reinforced with recycled fibers*, Chemical Engineering Journal, 166, 1170–1178, **2011**.
- [12] Xinnan Cui, Toshiki Honda, Taka-Aki Asoh, Hiroshi Uyama, *Cellulose Modified by Citric Acid Reinforced Polypropylene Resin as Fillers*, Carbohydrate Polymers, 230;

- 115662, **2020**.
- [13] XinnanCui ,AiriOzaki, Taka-AkiAsoh, Hiroshi Uyama, Cellulose modified by citric acid reinforced Poly(lacticacid) resin as fillers, *Polymer Degradation and Stability* 175; 109118, **2020**.
- [14] J. SAHARI, S, M. SAPUAN, E, S. ZAINUDIN, M, A. MALEQUE, *Mechanical and thermal properties of environmentally friendly composites derived from sugar palm tree*, *Materials and Design*, 49, 285–289, **2013**.
- [15] R. BODÎRLĂU, I. SPIRIDONET C, A. TEACĂ, *Influence of components ratio upon mechanical properties of wood/thermoplastic polymer composites*, *Cellulose Chemistry and Technology*, 43, 205-209, **2009**.
- [16] J.O Agunsoye, S.A. Bello, S.O. Azeez, A.A. Yekinni, R.G. Adeyemo, *Recycled Polypropylene Reinforced Coconut Shell Composite: Surface Treatment Morphological, Mechanical and Thermal Studies*, *International Journal of Composite Materials*, 4: 168-178, **2014**.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Cette étude regroupe un certain nombre d'aspects sur la préparation des matériaux consacrée à la valorisation des déchets de fibres de palmier dattier comme renfort dans la fabrication des matériaux composites à matrice polyéthylène.

Par ailleurs, deux modes de traitement ont été choisis. Le premier traitement consiste à la modification de la fibre par mercerisation (NaOH), la deuxième modification est l'estérification par l'acide citrique. La mise en évidence de la modification a été examinée par l'analyse IRTF, et l'impact des traitements sur les propriétés physico-mécaniques des composite sont été de même étudiés.

Compte tenu des résultats obtenus, on peut conclure que :

- Les résultats de la spectroscopie IRTF de la fibre de palmier dattier traitée et non traitée, révèlent que la réaction de mercerisation a été confirmée par la diminution de la bande d'absorption des groupements –OH située à 3430 cm^{-1} , $1462\text{-}1424\text{ cm}^{-1}$ et à 1101 cm^{-1} . La disparition des bandes d'absorption à 1730 cm^{-1} correspondantes à la liaison C=O et C-O du groupement acétyle des hémicelluloses et à la liaison C-O-C de la lignine respectivement. Pour fibre traitée par estérification, les résultats de l'analyse IRTF ont permis de confirmer la réaction par l'apparition des pics à 1730 cm^{-1} attribuée à des nouveaux groupements d'acide citrique ajoutés à la cellulose
- Le comportement mécanique des composites PE/FNT montre qu'avec l'augmentation du taux de la charge non traitée, la contrainte et l'allongement à la rupture diminuent, alors que le module d'élasticité et la dureté Shore croient progressivement. Après modification chimique, les propriétés de mécanique enregistrent des améliorations.

Résumé

Le palmier dattier est une fibre végétale très disponible dans Biskra donc cette étude est concernée à valorisation ce déchet agricole par élaboration des matériaux composites à matrice PE-LBD renforcé par la fibre palmier dattier, mais cette élaboration nécessite d'abord à la modification des fibres de palmier dattier nous sommes intéressés par deux sortes de traitements (mercerisation, Estérification) pour améliorer l'adhésion l'interfaciale fibre-matrice.

Pour analyser et identifier des composites élaborés nous avons effectué des tests de caractérisations différents : IRTF, Essai de traction, Teste de dureté shore D.

Mots clés: Matériaux composites, Polyéthylène à base densité, polyéthylène linéaire à base densité, Palmier dattier, mercerisation, Estérification.

Abstract

The date palm is a plant fiber very available in Biskra so this study is concerned with the recovery of this agricultural waste by developing composite materials with a PE-LBD matrix reinforced by the date palm fiber, but this development first requires the modification of the fibers of date palm we were interested in two kinds of treatments (mercerization, esterification) to improve the adhesion of the fiber-matrix interfacial.

To analyze and identify elaborate composites, we carried out different characterization tests: IRTF, Tensile test, Shore D hardness test.

Keywords: Composite materials, low density polyethylene, linear low density polyethylene, date palm, mercerization, esterification.

المخلص

نخيل التمر هو ألياف نباتية متوفرة جداً في بسكرة ، لذا فإن هذه الدراسة تهتم باسترجاع هذه النفايات الزراعية عن طريق تطوير مواد مركبة مع مصفوفة المدعمة بواسطة ألياف النخيل ، لكن هذا التفصيل يتطلب أولاً تعديل ألياف النخيل كنه مهمين بنوعين من المعالجات (المعالجة القلوية ، الأسترة) تحسين الالتصاق بالواجهة البينية لمصفوفة الألياف ولتحديد بعض هذه الخصائص قمنا بإجراء اختبارات مختلفة: طيف الأشعة الحمراء FTIR ، اختبار الشد ، اختبار صلابة

الكلمات المفتاحية: مواد مركبة، بولي إيثيلين منخفض الكثافة، بولي إيثيلين خطي منخفض الكثافة،

نخيل التمر ، المعالجة القلوية ، الأسترة