



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

# MÉMOIRE DE MASTER

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

---

Présenté et soutenu par :  
**BENTRAH CHEIMA et HASSANINE ABLA**

Le : Mardi 28 juin 2022

## Etude des propriétés mécaniques et dynamique de composite époxy\_fibre

---

### Jury :

Dr. NECIRA Zelikha	MCB	Université Med khider- biskra	Présidente
Dr. DJOUDI Lynda	MCB	Université Med khider-biskra	Examinatrice
Pr. MEGHEZZI Ahmed	ROFESSEUR	Université Med khider-biskra	Rapporteur

Année universitaire : 2021-2022

## *Remerciements*

On remercie en premier lieu **ALLAH** tout puissant de nous avoir accordé la puissance et la volonté pour  
achever ce travail

Tout d'abord, ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu avoir le jour sans l'aide et l'encadrement de  
Mr Ahmed MEGHAZZI, on le remercie pour la qualité de son encadrement exceptionnel, pour sa patience, sa  
rigueur et sa disponibilité durant notre préparation de ce mémoire.

On adresse nos sincères remerciements à Monsieur le Professeur **Ahmed MEGHAZZI** Directeur du mémoire  
pour son suivi, ses conseils judicieux et ses discussions qui Nous ont beaucoup aidé au cours de nos recherches

Ce travail a été effectué à laboratoire « **chimie appliquée** » est au laboratoire de recherche scientifique

« **Bhilali Saiid** » d'université **Mohamed Khider –biskra**.

Nos vifs remerciement vont également au membres du jury: Dr. Necira Zelikha et Dr. Djoudi Lynda, maitres de  
conférences à l'université de biskra pour l'intérêt qu'elle ont porte à notre travail en acceptant de l'examiner et  
de l'enrichir pour leur information.

On teints à remercier avec plus grande gratitude société nationale de l'industrie du câble (**ENICAB**) pour leurs  
efforts considérables et leur aimable traitement avec nous, en particilier à Mr. Zine Elabidine Houili, pour qui  
remerciements et gratitude

Une remerciement spécial à notre famille, je vous l'adresse pour toujours etre à nos cotés. nous nous souvenons  
des jours d'adversité ou vous ne nous avez pas quittés un seul instant. Mais vous étiez le meilleur aide. Soutien  
et conseiller.

Nous n'oublions pas plus nos amis et collègues. Merci pour les jours qui se sont écoulés et pour tous les  
moments que nous avons passées avec nous. Nous nous souhaitons le meilleur

## ***DÉDICACE***

Je dédie ce travail :

A mes très chers parents, les plus chers que mes yeux

A mon cher père et ma chère mère merci pour votre amour et votre support dans chaque moment de ma vie, je leurs remercie pour leurs sacrifices, leurs patiences, leurs soutien, l'aide et les encouragements qui m'ont apporté durant toutes ces années d'étude sans eux je ne serais pas ce que je suis aujourd'hui.

À ma chère grand-mère, merci pour ton soutien, je suis ici grâce à vos prières et vos vœux de succès.

A mes chers frères et mes chères sœurs.

A toute ma famille : « **BENTRAH** », et « **FATTOUCHE** ».

A tous mes amis et mes collègues.

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

***Cheima BenTrah***

## ***DÉDICACE***

*Mon parcours universitaire s'est terminé après toute la persévérance et les difficultés. **Alhamdulillah** assez et prières soient sur Habib Al-Mustafa. **Alhamdulillah** soit loué, qui m'a guidé tout au long de mon parcours universitaire, malgré les difficultés et la fatigue, mais j'ai*

*réussi*

*Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie ce modeste travail à ceux qui, quels que soient les termes embrassé, je n'arriverais jamais à leur exprimer mon amour.*

*A l'homme, mon précieux offre du **Allah**, à qui je doit, ma réussite et tout mon respect, mon chère papa **SALAH***

*A la femme qui a souffert sans me laisser souffrir, qui n'a jamais dit non à mes exigences et qui n'a épargné aucun effort pour me rendre heureuse: mon adorable mère **FOUZIA***

*À mes chers frères (**Mahdi, Hani, Nizar**) et ma chère sœur **Sabrina**, vous avez été un soutien dans la façon de mener à bien mes recherches, et je ne dois pas oublier mes chers professeurs qui ont eu un grand rôle en me soutenant et en me fournissant toutes les précieuses informations*

*À tous ceux qui ont eu un impact sur ma vie et à tous ceux que j'aimais mon cœur et j'ai oublié mon stylo*

***HASSANINE ABLA***

# Sommaire

Remerciement	
Dédicace	
Sommaire	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction générale.....	01
<b>CHAPITRE I : GÉNÉRALITÉS SUR LE POLYMÈRES.</b>	
I.1. Introduction .....	04
I.2. Historique.....	04
I.3. Le développement historique des polymères.....	04
I.4. Définition.....	04
Polymère .....	04
Monomère .....	05
Macromolécule .....	05
Polymérisation .....	05
Degré de polymérisation (DP <sub>n</sub> ) .....	05
I.5. Structure des polymères .....	05
I.5.1. Polymères linéaires .....	05
I.5.2. Polymères ramifiés .....	05
I.5.3. Polymères réticulés .....	06
I.5.4. Polymères amorphes et polymères cristallins.....	06
I.6. Classification des polymères .....	06
I.6.1. Selon leur origine .....	06
I.6.1.2. Les polymères artificiels .....	06
I.6.1.3. Les polymères synthétiques .....	06
I.6.2. Selon leur nature chimique .....	06
I.6.2.1. Les polymères minéraux .....	06
I.6.2.2. Les polymères organiques .....	07
I.6.2.3. Les polymères mixtes .....	07
I.6.3. Selon leur comportement thermique et mécanique .....	07
I.6.3.1. Polymère thermoplastique .....	07
I.6.3.2. Polymère thermodurcissable .....	07
I.6.3.3. Les élastomères .....	07
I.6.4. Selon leur structure (dimensionnalité) .....	07
I.6.4.1. Les polymères linéaires (ou monodimensionnels) .....	07
I.6.4.2. Les polymères bidimensionnels .....	07
I.6.4.3. Les polymères tridimensionnels .....	07

I.6.5. Classification selon la structure chimique .....	07
Les homopolymères .....	08
Les copolymères .....	08
Copolymère statistique .....	08
Copolymère alterné .....	08
Copolymère séquencé .....	08
I.6.6. Selon leur domaine d'application .....	08
I.6.6.1. Les polymères de grande diffusion (ou polymères de commodité).....	08
I.6.6.2. Les polymères techniques .....	09
I.6.6.3. Les polymères spéciaux (ou polymères de fonction).....	09
I.7. Propriétés des polymères .....	09
I.7.1. Propriétés chimiques .....	09
I.7.2. Propriétés physiques.....	09
I.7.3. Propriétés thermiques .....	09
La température .....	09
I.7.4. Propriétés mécaniques .....	10
I.8. Utilité des polymères .....	10
Intérêt des polymères dans notre vie.....	10
Applications des polymères .....	10
I.8. Les avantages des polymères .....	11
Référence.....	12

## **CHAPITRE II: LES MATÉRIAUX COMPOSITES**

II. Introduction .....	15
II.1. Les matériaux composites.....	15
Définition .....	15
II.2. Constituants des matériaux composites .....	15
II.2.1 -Matrice.....	15
✓ Matrices thermodurcissables .....	16
✓ Matrices thermoplastiques .....	16
II.2.2 Les renforts.....	17
II. 3-Les charges et les additifs.....	18
II.3-1 .Les charges : .....	18
➤ Charges renforçantes.....	18
➤ Charges non renforçantes.....	19
II.3.1.1.Nature, taille et propriétés des charges.....	19
A. Nature .....	19
• Les charges minérales.....	19
• Les charges organiques .....	20
• Les charges organo-minérales.....	20
B. Taille des charges.....	20
C. Propriétés des charges.....	20
II. 3.2. Les additifs : .....	20

II.4.Les avantages de matériaux composites .....	21
II.5.Les composites a base de résine époxy.....	21
II.5.1.Les époxydes : généralités.....	21
II. 5.2. Définition de la résine epoxy.....	21
II. 5.2.1. Classification des résines composites	22
✚ En fonction de la viscosité, du mode de polymérisation, des indications cliniques.....	22
✚ En fonction de la taille des charges.....	22
II.5.3. Principaux types de résines époxydes.....	23
II.5.3.1. Résines époxydes novolaques.....	23
II.5.3.2. Résines époxydes à base d'amines aromatiques.....	23
II.6. Poly époxyde.....	24
II.6.1.Propriétés de résine époxy .....	24
II.6.1.1.Propriétés chimiques.....	25
II.6.1.2.Propriétés mécaniques .....	25
II.7.Les caractéristiques des résines époxydiques.....	25
II.8.Solubilité des résines époxydiques.....	26
II.9.Compatibilité des résines époxydiques.....	26
II.10.Les principales applications des systèmes epoxy.....	27
II.11. Le durcisseur.....	28
II.11.1.Choix du durcisseur : .....	29
a) <u>Les amines</u> .....	29
b) <u>Les polyamides</u> .....	29
II.12. Réticulation avec un durcisseur .....	29
II.13. Les fibres naturelles et synthétiques.....	30
II.13.1.Les fibres naturelles .....	30
II.13.1.1.Classification des fibres naturelles.....	30
• Les fibres végétales .....	30
• Les fibres animales .....	30
• Les fibres minérales.....	30
II.13. 2. Composition chimique des fibres végétales.....	31
II.13. 2.1. La cellulose .....	31
II.13. 2. 2 .L'hémicellulose .....	31
II.13.2 .3. Lignine.....	32
II.13.2.1Caractéristiques mécaniques des fibres.....	32
✚ <i>Exemples</i> .....	32
II.14.Avantages et inconvénients de fibres.....	33
II.15 .Propriété des fibres naturelles .....	33
II.15.1. Propriétés des écorces d'oranges :.....	33
II.15.1.1.Structure morphologique de l'orange .....	33
II.15.1.2.Composition chimique globale des fibres des écorces d'orange.....	34
II.16.Présentation et La morphologie des fibres de palmier dattier.....	35
a) Le palme :.....	35

II.16.1. Composition chimique des fibres de palmier dattier :	35
Reference.....	36
<b>CHAPITRE III : TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES DE SYNTHÈSE ET DE CARACTÉRISATION</b>	
Introduction.....	40
III.1. Préparation des fibres .....	40
III.1.1. Préparation des fibres de palmier dattier .....	40
III.1.2. Préparation de la poudre d'écorces d'orange .....	40
III.2. Préparation des mélanges .....	41
III.2.1. Les calculs théoriques .....	41
La masse du moule .....	41
III.3. Préparation des plaques .....	43
III.4. Techniques de caractérisation .....	45
III.4.1. Test d'absorption d'eau .....	45
III.4.2. Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR) .....	47
Informations qualitatives .....	47
Informations quantitatives .....	48
III.4.3. Analyse mécanique dynamique (DMA) .....	48
III.4.4. Test mécanique : .....	49
A. Test de traction .....	49
A.1. Paramètres d'études de traction .....	50
A.1.1. La contrainte de rupture .....	50
A.1.2. Le module d'Young .....	50
Préparation des éprouvettes .....	50
Etapes de l'essai .....	51
B. Test de la dureté shore A .....	52
Mode opératoire .....	52
référence.....	53

### **CHAPITRE IV : INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS**

IV.1. L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR.....	55
IV.1.1 L'analyse spectroscopique infrarouge pour résine époxy .....	55
IV. 1.2 .L'analyse spectroscopique infrarouge pour DPLF .....	56
IV. 1.3 L'analyse spectroscopique infrarouge pour le composite (15% DPLF- 85% époxy) .....	56
IV. 2. L'absorption de l'eau distillée .....	58
IV. 2.1. Influence du taux de fibre (DPLF) sur l'absorption :.....	58
IV .2.2. Influence de la nature de la fibre sur l'absorption .....	59
IV. 3. Les résultats de l'étude mécanique .....	59
IV. 3.1- l'influence du taux d'additif (DPLF) sur les propriétés mécaniques.....	60
IV. 3.1.1. Etude de la résistance à la rupture .....	60
IV. 3.1.2. Etude de l'allongement à la rupture .....	60
IV. 3.1.3. Etude de la dureté SHORE .....	61
IV. 3.2. l'influence du type d'additif sur les propriétés mécaniques .....	62



IV. 3.2.1. Etude de la résistance à la rupture .....	62
IV. 3.2.2. Etude de l'allongement à la rupture .....	63
IV.4. Analyse mécanique dynamique DMA des compositions à base de résine époxy ...	63
Conclusion générale	68

## Liste Des Figures

<b>Figure I.1</b> : Quelques applications des polymères.....	11
<b>Figure II.1</b> : Types de renfort.....	18
<b>Figure II.2</b> : production des résines et composites	22
<b>Figure II.3</b> : Classification des résines composites en fonction de la taille des particules de charges.....	23
<b>Figure II.4</b> : durcisseur époxy.....	28
<b>Figure II.5</b> : Représentation de la chaîne de cellulose.....	31
<b>Figure II.6</b> : la structure chimique de l'hémicellulose.....	31
<b>Figure II.7</b> : la structure chimique de la lignine.....	32
<b>Figure II.8</b> : Les principaux constituants d'orange.....	34
<b>Figure II.9</b> : Différents parties de la palme.....	35
<b>Figure III.1</b> : Feuilles des Palmes .....	40
<b>Figure III.2</b> : Poudre de DPLF	40
<b>Figure III.3</b> : Ecorces d'orange dans l'étude à 80° pendant 24h.....	41
<b>Figure III.4</b> : Ecorces d'orange .....	43
<b>Figure III.5</b> : Poudre d'écorces d'orange.....	43
<b>Figure III.6</b> : Résine époxy .....	43
<b>Figure III.7</b> : durcisseur.....	43
<b>Figure III.8</b> : Ecores d'orange .....	43
<b>Figure III.9</b> : DPLF.....	43
<b>Figure III.10</b> : Résine époxy avec DPLF .....	44
<b>Figure III.11</b> : Résine époxy avec ER.....	44
<b>Figure III.12</b> : Versement du mélange dans le moule. ....	46
<b>Figure III.13</b> : Plaques de composites résine époxy-DPLF et écorces d'orange.....	46
<b>Figure III.14</b> : Les échantillons après le séchage.....	46
<b>Figure III.15</b> : Pesée des échantillons (m <sub>0</sub> ) avec la balance analytique utilisée.	46
<b>Figure III.16</b> : Immersion des plaques.....	47
<b>Figure III.17</b> : Pesée des échantillons (m) après l'immersion.....	48
<b>Figure III.18</b> : Spectrophotomètre à transformée de Fourier de type Perkin Elmer FT-IR spectrometer.....	49
<b>Figure III.19</b> : Machine DMA de marque DMA Q 800.....	50
<b>Figure III.20</b> : Machine de traction de type Zwick/Roell.....	51
<b>Figure III.21</b> : Découpage des éprouvettes.....	51
<b>Figure III.22</b> : Mesure des dimensions de l'éprouvette.....	52
<b>Figure III.23</b> : Éprouvette d'essai mise en place dans la machine de traction.....	52

<b>Figure III.24:</b> Duromètre Shore A.....	53
<b>Figure III.25:</b> Test de la dureté Shore.....	55
<b>Figure IV.1 :</b> Spectre infrarouge de la résine époxy vierge.....	56
<b>Figure IV.2 :</b> Spectre infrarouge de la fibre DPLF.....	56
<b>Figure IV.3 :</b> Spectre infrarouge de la composition résine époxy / fibre DPLF15%.	57
<b>Figure IV.4:</b> Spectre infrarouge de la composition résine époxy / fibre DPLF (15%) et époxy (100%).....	58
<b>Figure IV.5:</b> Influence du taux de fibre DPLF sur l'absorption du composite.	59
<b>Figure IV.6:</b> Influence du taux de la fibre DPLF à 15% et écorces d'orange 15% sur le phénomène d'absorption d'eau.....	60
<b>Figure IV.7 :</b> Évolution de la résistance à la rupture de composition résine époxy/DPLF (5%, 10%, 15%).....	60
<b>Figure IV.8 :</b> Évolution d'allongement à la rupture de composition résine époxy/DPLF (5%, 10%, 15%).....	61
<b>Figure IV.9 :</b> Évolution de dureté shore des compositions résine époxy/DPLF (5%, 10%, 15%).....	62
<b>Figure IV.10 :</b> Évolution de la résistance à la rupture des compositions résine époxy/DPLF (10%).- écorce d'orange (10%).	63
<b>Figure IV.11 :</b> Évolution d'allongement à la rupture des compositions résine époxy/DPLF (10%)- écorce d'orange (10%).....	64
<b>Figure IV.12 :</b> variation du module de conservation $E'$ des composites (R0, D1, D3) en fonction de température. ....	65
<b>Figure IV.13 :</b> variation du module de perte $E''$ des composites (R0, D1, D3) en fonction de température. ....	66
<b>Figure IV.14 :</b> évaluation du maximum de tan Delta $tg\delta_{max}$ des composites (R0, D1, D3) en fonction de température. ....	66

## Liste Des Tableaux

<b>Tableau II.1</b> : Caractéristiques des résines thermodurcissables.....	16
<b>Tableau II.2</b> : Caractéristiques de quelques thermoplastiques.....	17
<b>Tableau II.3</b> : Propriétés mécaniques de l'époxyde.....	22
<b>Tableau II.4</b> : Propriétés mécaniques des résines époxydes.....	25
<b>Tableau II.5</b> : Les Avantages et inconvénients de fibres	33
<b>Tableau II.6</b> : Composition chimique globale des écorces d'orange (g/100g MS)	34
<b>Tableau II.7</b> : Composition chimique des fibres de palme.....	35
<b>Tableau III.1</b> : Les différentes formulations de nos échantillons.....	42
<b>Tableau IV.1</b> : Attribution des bandes infrarouge de la résine époxy vierge.....	55
<b>Tableau IV.2</b> : Attribution des bandes infrarouge de la fibre DPLF.....	56
<b>Tableau IV.3</b> : Attribution des bandes infrarouge de la composition résine époxy / fibre DPLF15%.....	57
<b>Tableau IV.4</b> : Propriété mécaniques des composites (résine époxy (100%), D1 (5%), D3 (15%)).....	63
<b>Tableau IV.5</b> : Les valeurs de module de conservation des composites (R0, D1, D3)	64
<b>Tableau IV.6</b> : Les valeurs de module de perte des composites (R0, D1, D3).....	65
<b>Tableau IV.7</b> : Les valeurs maximal de $tg\delta_{max}$ des composites (R0, D1, D3).....	66

## Liste des Abréviations:

**R0** : Résine époxy vierge

**ER** : Ecorce d'orange

**E1** : Fibre de l'écorce d'orange à 5% en masse

**E2** : Fibre de l'écorce d'orange à 10% en masse

**E3**: Fibre de l'écorce d'orange à 15% en masse

**DPLF**: Fibre des feuilles de palmier dattier

**D1** : Fibre des feuilles de palmier dattier à 5% en masse

**D2** : Fibre des feuilles de palmier dattier à 10% en masse

**D3** : Fibre des feuilles de palmier dattier à 15% en masse

**DMA** : Analyse dynamique mécanique

**FTIR** : Spectroscopie Infra Rouge à transformée de fourier

**E'** : Modules de conservation élongation

**E''** : Module de perte

**Tan  $\delta$**  : Angles de pertes

**F** : Force de traction (N)

**S** : Section rupture (mm<sup>2</sup>)

**E** : Module d'Yong (MPa)

**L<sub>0</sub>** : Distance entre le mors (mm)

**S** : Surface ou section (mm<sup>2</sup>)

**$\Delta L$**  : L'allongement des éprouvettes (mm)

**$\epsilon$**  : La déformation de la longueur des éprouvettes

**%** : pourcentage

# *Introduction générale*

## *Introduction générale*

---

Le but de cette étude s'articule autour des propriétés mécaniques et dynamiques de composites résines époxy/fibre (les fibres de palmier dattier, les écorces d'orange). Cette étude porte sur l'amélioration et l'optimisation des propriétés des composites avec différents pourcentages de la résine, On tente de rechercher une production d'un composite dont les propriétés sont meilleures que la résine prise séparément.

Les matériaux plastiques thermodurcissables sont très utilisés à cause de leurs exceptionnelles qualités mécaniques et chimiques : Leur solidité, élasticité, résistance aux produits chimiques, adhésivité, qualité d'isolants électriques. C'est un produit très apprécié avec de multiples possibilités d'utilisation.

Les matériaux composites à base de fibres se sont surtout développés pendant le vingtième siècle, grâce à la création des résines et des fibres synthétiques. En plus des composites naturels comme le bois, les hommes ont depuis l'Antiquité élaboré un grand nombre de matériaux ou de structures composites. Les origines des composites avancés datent toutefois des années 1930. Les premières résines et fibres synthétiques ayant été développées au cours de cette décennie.

De plus, les résines résistent mieux à la plupart des milieux corrosifs. Le faible module mécanique des polymères facilite le transfert de charge aux fibres et permet ainsi l'exploitation des propriétés mécaniques de ces dernières. Parmi les inconvénients, notons que les polymères ne possèdent pas de propriétés à haute performance, rendant ainsi les composites unidirectionnels très anisotropes. Ainsi, l'absorption d'eau par les fibres peut nuire aux performances des composites. L'hydrolyse de la résine peut aussi entraîner la destruction des interfaces fibre-matrice. Les polymères époxyde peuvent être utilisés sous forme de vernis, mais aussi de peintures, en ajoutant des colorants ou des pigments. De plus, leurs propriétés physiques, mécaniques ou chimiques bien définies peuvent être obtenues par l'adjonction de charges, notamment de silice, de quartz, de graphite, de fibres naturelles ou de poudre métallique. Enfin, les durcisseurs servant à la polymérisation des prépolymères époxydes sont d'une grande importance. Ce sont eux qui déterminent comment et dans quelle application le produit fini sera le mieux utilisé.

Le premier chapitre qui montre les généralités sur les polymères, les historiques et leurs développements ainsi le classement selon l'origine,

Le deuxième chapitre étudie les matériaux composites. Leurs propriétés et leurs avantages.

Le troisième chapitre est consacré aux études approfondies des propriétés de la matrice époxy-amine seule et du composite par préparation des plaques de composites résine

## ***Introduction générale***

---

epoxy/fibres (DPLF, Ecorces d'oranges ) et toutes les techniques d'analyses ( IF , absorption d'eau , tests mécaniques et analyse mécanique dynamique) chaque technique donne des informations sur le comportement des composites, pour la spectroscopie IF, il est possible de connaître les groupements fonctionnels présents dans la composition, Le phénomène d'absorption d'eau est un inconvénient majeur des matériaux composites à matrice polymérique puisqu'il conduit à l'endommagement et la mise hors service de ce type de matériau. Ce phénomène dépend de plusieurs facteurs tels que la nature des matériaux composites utilisés, la température et la durée d'exposition etc. L'analyse mécanique dynamique (DMA) est une technique qui impose une déformation sinusoïdale à un échantillon. Il est possible d'ajuster la fréquence ainsi que la température. Cette technique permet d'obtenir non seulement le module de Young de l'échantillon. Pour l'analyse mécanique , des résultats positifs ont été obtenus pour leur comportement.

Le quatrième chapitre représente les résultats et leurs discussions.

Les résines époxy sont importantes et recherchées en raison de leurs caractéristiques uniques par rapport aux autres polymères, qui sont : L'excellente adhésion et rapide, la faible contraction, la force physique et la résistance, les bonnes propriétés électriques, l'excellente résistance chimique, et enfin l'absence de résidus volatils pendant l'application.

Ce mémoire terminer par conclusion général.



***CHAPITRE I:  
GÉNÉRALITÉS SUR LES  
POLYMÈRES.***

**I.1. Introduction:**

Les polymères sont des substances importantes dans la vie des hommes modernes car ils interfèrent avec les composants de la nourriture, du logement et du vêtement. Ils tirent partie des glucides, des sucres et des protéines contenus dans les aliments. Ils utilisent du coton, de la laine, de la soie et du hamburger, ainsi que du bois pour le logement et les meubles. Innombrables à des fins diverses. Grace à leurs propriétés mécaniques et leur aptitude à être facilement mis en forme, ces qualités sont liées à la structure qui se décline à différents niveaux [1].

Dans le premier chapitre, nous traiterons les notions générales sur les polymères (définition, structure, classification...).

**I.2. Historique:**

Depuis longtemps, là où l'homme utilise les métaux, la nature emploie les polymères. Presque tous les systèmes biologiques sont constitués de polymères qui assurent :

- Des fonctions mécaniques, comme le bois, le cuir, les os, le cartilage...
- La régulation de la fonction chimique, dans les feuilles, les veines, l'ADN, les cellules vivantes... Le développement industriel des polymères appelés couramment matières plastiques, s'appuyera à l'heure actuelle sur des bases de physique et de chimie formant la «science des polymères» [2].

**I.3. Le développement historique des polymères :**

Tenter de retracer un rapide historique de la chimie macromoléculaire revient à considérer trois dates essentielles :

- ✓ 1866 M. Berthelot découvre que «le styrolène, chauffe à 200°C pendant quelques heures, se transforme en un polymère résineux»
- ✓ 1910 : L. Baekeland met au point le premier procédé industriel de production d'un polymère synthétique ; les polymères forma-phénoliques. sont produits sous le nom de «bakélite»
- ✓ 1919 : H. Staudinger (Prix Nobel 1953) introduit la notion de macromolécule puis réalise la polymérisation de nombreux monomères éthyléniques. Il peut être considéré comme le père de la science macromoléculaire [3].

**I.4. Définition :****Polymère :**

Le mot polymère vient du grec « polus » plusieurs, et « meros » partie. Un polymère est une macromolécule, organique ou inorganique. Il est grande molécule

constituée d'unités fondamentales appelées monomères (ou motifs monomères) reliées par des liaisons covalentes. [4]

**Monomère :**

Un monomère est un composé constitué de molécules simples pouvant réagir avec d'autres monomères pour donner un polymère. Contrairement au polymère, un monomère a une faible masse moléculaire. [5]

**Macromolécule :**

Grande molécule constituée d'unités qui se répètent et qui dérivent de monomères. [6]

**Polymérisation :**

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

**Degré de polymérisation (DP<sub>n</sub>) :**

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

**I.5. Structure des polymères : [7]**

Les polymères peuvent présenter des architectures extrêmement variables. Ils peuvent être linéaires, ramifiés ou réticulés. Le plus souvent, ils sont amorphes, parfois ils peuvent être, au moins partiellement, cristallins.

**I.5.1. Polymères linéaires :**

Les polymères linéaires sont constitués des grandes chaînes des monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons secondaires qui assurent la stabilité du polymère. Ces liaisons secondaires sont des liaisons ou ponts hydrogène ou des liaisons de Vander Waals. Lorsque ces liaisons existent, le matériau devient rigide et présente un comportement de solide.

**I.5.2. Polymères ramifiés :**

Des chaînes homopolymériques ou copolymériques peuvent se greffer sur d'autres chaînes au cours de la polymérisation. Au dessus de la température de transition vitreuse, ces matériaux présenteront un comportement visqueux plus marqué que les polymères linéaires.

**I.5.3. Polymères réticulés :**

La réticulation correspond à la formation de liaisons chimiques suivant les différentes directions de l'espace au cours d'une polymérisation, d'une polycondensation ou d'une polyaddition, et qui conduit à la formation d'un réseau.

**I.5.4. Polymères amorphes et polymères cristallins :**

Les chaînes macromoléculaires peuvent être organisées de façon aléatoire dans l'espace et constituer ainsi une phase amorphe. La phase amorphe est, en théorie équivalente à un liquide, sans ordre moléculaire à grande distance. Elles peuvent être rangées régulièrement avec la constitution d'un ordre responsable d'une caractéristique de l'état cristallin : l'aptitude du matériau à diffracter les rayons X selon des angles définis. Dans un polymère, les deux états ordonnés et désordonnés peuvent exister dans un même matériau qui est alors de nature semi-cristalline.

**I.6. Classification des polymères :**

Les polymères peuvent être classés selon plusieurs critères :

**I.6.1. Selon leur origine :****I.6.1.1. Les polymères naturels :**

Les polymères naturels sont issus du règne végétal ou celui animal. Leur importance est considérable, on peut cependant mentionner, dans cette catégorie, la famille des polysaccharides (cellulose, amidon...), celle des protéines (laine, soie...), le caoutchouc naturel, etc. [8]

**I.6.1.2. Les polymères artificiels:**

Sont obtenues par modification chimique de polymères naturels de façon à transformer certaines de leurs propriétés. Exemples: les esters cellulosiques (nitrocellulose, acétate de cellulose...etc.), ébonite (caoutchouc fortement réticulé par le soufre). [9]

**I.6.1.3. Les polymères synthétiques:**

Totalement issus du génie de l'Homme, sont obtenus par polymérisation de molécules monomères. [8]

**I.6.2. Selon leur nature chimique:****I.6.2.1. Les polymères minéraux:**

Sont constitués par des chaînes renfermant un seul corps simple comme le diamant, le graphite, le phosphore et le soufre ou par des chaînes renfermant plusieurs hétéroatomes comme les silicates, les acides poly phosphoriques et les chlorures poly phosphoriques. [10]

**I.6.2.2. Les polymères organiques :**

C'est la classe la plus riche réalisés à partir de monomères composés d'atomes utilisés en chimie organique : C, H, O, et N principalement ainsi que d'autres éléments comme les halogènes (F, Cl, Br, I) ou le soufre, le phosphore...Il existe d'autres polymères ou l'atome de carbone est remplacé par le Si (silicones). [4]

**I.6.2.3. Les polymères mixtes :**

Doués de propriétés intéressantes dont une bonne résistance thermique (300-350 °C). L'hétéroatome peut être soit dans la chaîne principale soit dans les motifs latéraux. Les grands représentants de cette classe sont surtout les silicones(ou poly silicones). [11]

**I.6.3. Selon leur comportement thermique et mécanique :****I.6.3.1. Polymère thermoplastique :**

Sous l'effet de la chaleur, ils deviennent souples, malléables et durcissent à nouveau quand on les refroidit, ces matériaux conservent leurs propriétés et ils sont facilement recyclables. [12]

**I.6.3.2. Polymère thermodurcissable :**

Les polymères thermodurcissables sont amorphes et sont formés par un réseau tridimensionnel de macromolécules. Ils sont réticulés, le taux de réticulation étant de 10 à 100 fois plus élevé que dans les élastomères. Ils commencent par se ramollir sous l'action de la chaleur puis se durcissent progressivement pour atteindre un état solide de façon irréversible. Exemple : résines phénol/formol ; bakélite, galalithe, ... [13]

**I.6.3.3. Les élastomères :**

Ces polymères présentent les mêmes qualités élastiques que le caoutchouc, un élastomère au repos est constitué de longues chaînes moléculaires repliées sur elles même, sous l'action d'une contrainte, les molécules peuvent glisser les unes par rapport aux autres et se déformer. [14]

**I.6.4. Selon leur structure (dimensionnalité) :**

Les polymères peuvent encore être classés en trois catégories :

**I.6.4.1. Les polymères linéaires (ou monodimensionnels) :**

L'enchaînement des monomères s'effectue dans une seule direction de l'espace. Pour lesquels chaque chaîne macromoléculaire est constituée d'un nombre (éventuellement) élevé mais fini d'unités monomères, de tels systèmes correspondent à la polymérisation de monomères bivalents et une macromolécule linéaire peut être très schématiquement représentée par un trait continu divisé en intervalles figurant chacun une unité monomère. [15]

**I.6.4.2. Les polymères bidimensionnels :**

L'enchaînement des monomères s'effectue dans deux directions de l'espace. Dont certains peuvent être produits par la nature (carbone graphite, kératine...), dans le domaine des polymères synthétiques ce sont encore des curiosités de laboratoire. Ils se présentent sous la forme de feuillets bidimensionnels, d'épaisseur comparable à celle des molécules simples. [15]

**I.6.4.3. Les polymères tridimensionnels :**

L'enchaînement des monomères s'effectue dans trois directions de l'espace. Résultant de la polymérisation de monomères dont la valence moyenne est supérieure à deux, ils peuvent aussi être obtenus par la réticulation (formation d'un réseau tridimensionnel), par voie physique ou chimique, de polymères linéaires, leur dimension moléculaire peut être considérée comme infinie puisque toutes les unités monomères constitutives d'un objet sont liées de façon covalente pour former une seule macromolécule. [15]

**I.6.5. Classification selon la structure chimique :**

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

**Les homopolymères :**

Sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité, ces homopolymères sont de longues chaînes formées par la répétition d'un monomère. [16]

**Les copolymères :**

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

**Copolymère statistique :**

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

**Copolymère alterné :**

Les monomères A et B sont distribués d'une manière alternée dans les chaînes macromoléculaires : A-B-A-B-A-B-A-B

**Copolymère séquencé :**

On trouve des blocs de monomère A suivi des blocs de monomère B  
A-A-A-A-A-A-B-B-B-B-B-B-A-A-A-A-B-B-B-B [12]

**I.6.6. Selon leur domaine d'application :****I.6.6.1. Les polymères de grande diffusion (ou polymères de commodité):**

Dont la production annuelle s'évalue en millions de tonnes, ils sont devenus d'un emploi quotidien. Le polyéthylène, le poly (chlorure de vinyle), le polystyrène et quelques autres sont à classer dans cette catégorie, ils présentent une importance économique considérable. [17]

**I.6.6.2. Les polymères techniques :**

Ont des caractéristiques mécaniques qui leur permettent de se substituer, de plus en plus, aux matériaux traditionnels (métaux, céramiques...) dans de nombreuses applications, les polyamides, les poly acétals... font partie de cette famille. [17]

**I.6.6.3. Les polymères spéciaux (ou polymères de fonction):**

Présentent généralement une propriété spécifique qui induit leur utilisation pour une application particulière. C'est dans cette catégorie que se trouvent les polymères conducteurs, photo actifs, thermostables, adhésifs, etc. [17]

**I.7. Propriétés des polymères :****I.7.1. Propriétés chimiques :**

Le comportement chimique du matériau dépend en grande partie de la nature chimique de la partie polymère mais aussi de son accessibilité aux agents extérieurs. La distinction entre mise en solution et attaque chimique est théoriquement claire une solution devrait laisser intacte la structure chimique du produit. [18]

**I.7.2. Propriétés physiques :**

Les propriétés physiques des matériaux polymères sont la moyenne de celles des composants quand il s'agit de la masse volumique ou de la reprise d'humidité pour le reste, ces matériaux sont souvent inhomogènes et il n'y a pas de règle d'addition pour les propriétés à partir de celles des composants. [18]

**I.7.3. Propriétés thermiques :****La température :**

La température de transition vitreuse "Tg" et la température de fusion "Tf" sont les deux températures fondamentales nécessaires dans l'étude des matériaux polymères. La température de transition vitreuse est partiellement importante pour les polymères amorphes, notamment les thermoplastiques amorphes, pour lesquels, il n'existe aucune force de cohésion importante autre que l'enchevêtrement Les températures caractéristiques d'un seul et même matériau peuvent alors être classées de la façon suivante : Température de transition vitreuse < Température de cristallisation < Température de fusion < Température de

décomposition thermique. Selon la température à laquelle il est soumis, un matériau polymère peut présenter des comportements mécaniques différents. Ceci peut se produire pour les thermoplastiques semi cristallins dans un domaine même étroit de la température. [19]

**I.7.4. Propriétés mécaniques :**

Les propriétés mécaniques des matériaux polymères dépendent de la position de la température expérimentale par rapport aux températures caractéristiques qui sont les températures de fusion, de transition vitreuse et de transition secondaire. [18].

Sous l'action d'une contrainte trois déformations peuvent être définies pour décrire la réponse mécanique des matériaux polymères :

- Déformation élastique instantanée (réversibilité spontanée)
- Déformation viscoélastique dépendant du temps ou déformation de relaxation (réversibilité en fonction du temps)
- Déformation visqueuse dépendant du temps (irréversibilité) [20]

La rigidité des polymères est plus faible que celle des métaux et des céramiques, le module d'Young des matériaux thermoplastiques est d'environ 1 à 4 GPa à la température ambiante. [21]

**I.8. Utilité des polymères :****Intérêt des polymères dans notre vie :**

Les polymères jouent un rôle très important à cause de :

- ✓ Leurs propriétés, thermiques, optiques, électriques et chimiques.
- ✓ Propriétés mécaniques et élastiques intéressantes.
- ✓ Abondance et disponibilité à coût réduit.
- ✓ Possibilité d'avoir des matériaux de toutes les formes, de toutes les épaisseurs.
- ✓ Taux de vieillissement faible en fonction du temps.
- ✓ Flexibilité et légèreté. [22]

**Applications des polymères :**

Les polymères sont fortement utilisés dans : (Figure 1)

- ✓ L'emballage des produits alimentaires, emballage de transport.
- ✓ Les secteurs du bâtiment.
- ✓ Les secteurs de l'automobile, l'aéronautique et les bateaux.
- ✓ L'industrie de l'électroménager, du textile, de l'électricité et de l'agriculture. [22]





**Figure 1** : Quelques applications des polymères.

### **I.8. Les avantages des polymères: [23]**

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

**Référence chapitre 1:**

- [1] Dossier Enseignant, «VOYAGE EN INDUSTRIE» Cap Sciences, 2006.
- [2]. P. Combette, I. Ernoult, « Physique des polymères », 2000, p : 1.
- [3].M. Fontanille, Y. Gnanou, « Chimie et Physico-chimie des polymères », 2002, p : 2-3.
- [4]Chimie des polymères sur : <https://www.slideshare.net/RafaelNadal4/chimie-de-polymre>
- [5]. G .Saoudi ; F.Z.Mehenni dirigé par Mme S.Almi ; <L'étude des polymères> ; mini projet de fin d'étude licence en génie des procédés ; Université Mohamed kheider ; Biskra; (2012).
- [6] A. Atmani, Comportement mécanique en traction monotone d'un polymère associé au carbonate de calcium, Mémoire de master, Université d'Annaba - Algérie ,2016 .
- [7] ATROUS R & NACER R; Développement d'un mélange à base de résine PVC de propriétés mécaniques, thermiques et économiques capable de remplacer le mélange standard utilisé pour le gainage au niveau de l'ENICAB de Biskra ; Mémoire de master ; Université de biskra.Algérie,2013.
- [8] F. Michel, Y. GnanouChimie et physico-chimie des polymères, ISBN 978-2-10-058915-9 © Dunod - Paris, 2013.
- [9] A. Bessi, Etude des propriétés thermiques et caractérisation des mélanges à base de polystyrène –polyéthylène, Mémoire de magister, Université de Biskra - Algérie,2004.
- [10] Zaroug.R, Chaouch; Etude mécanique, morphologique et dynamique mécanique des Composites à base de PVC (cas DPLF-noix de dattes) ;Mémoire de master ; Université de biskra.Algérie, 2019.
- [11]Makdour.M ; (polymère ; Synthèse Macromolécules) ;Tome 1 ;Office des publications universitaires O.P.U.Alger,1982.
- [12] BERKOUK.A; Étude mécanique et dynamique de compositions polymériques à base de PVC ; Mémoire de master ; Université de biskra.Algérie, 2019.
- [13] Siddiqui. M. N, Studies of Different Properties of Polystyrene-Asphaltene Composites, Macromolecular Symposia, 354(1), 184-190, 2015.
- [14] Tollar. M., Štol.M. Kliment. K;. Surgical suture materials coated with a layer of hydrophilic Hydron gel. Journal of biomedical materials research, 3(2), 305-313, 1969.
- [15] Fontanille. M, Gnanou. Y, Chimie et physico-chimie des polymères, Dunod, Paris,2010.
- [16] Jouenne. S Option chimie et physicochimie des polymères. Thèse de doctorat. Université Pierre et Marie Curie, 2005.
- [17] Rakem. D, Elaboration et caractérisation de mélanges de polymères (PEMD-déchets Automobile), Mémoire de master, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, 2013.

- [18] M.Carrega et coll. ; <Matériaux industriels, Matériaux polymères> ; Edition DUNOD ; France, Octobre 2003.
- [19] G.W.Ehrenstein, F.Montage, « Matériaux polymères, structures, propriétés et applications », Hermès .Paris 2000
- [20] EHRENSTEIN Gottfried, MONTAGNE Fabienne, Matériaux polymères : structure, propriétés et applications, Edition HERMES, P.64.
- [21]Jean-Paul Bailon, Jean Marie Dorlot, Des matériaux, 552, 554, 583,585.
- [22] Zoubir. I, Elaboration et caractérisation d'un matériau composite polymère-ZnO. Mémoire de master. Université de Tlemcen, Tlemcen, 2017.
- [23] D. Feldman, Polymères building materials, Elsevier, 1989.

***CHAPITRE II:***  
***LES MATÉRIAUX COMPOSITES***

## **II. Introduction:**

Les matériaux composites sont composée d'une matrice (organique-polymère) thermodurcissable ou thermoplastique et d'une structure de renfort pouvant se présenter sous forme de particules, de mats, de fibre courtes, longues ou continus, les renforts les plus couramment utilisées sont les fibres, généralement de verre, de carbone ou d'aramide, suivant les caractéristiques de la matrice et renfort, on distingue généralement deux grandes familles :les composites de grande diffusion, peu onéreux, qui occupent une large part du marché et les composites a hautes performances, ces derniers généralement renforcés de fibres continues de carbone ou d'aramide, sont réservées à des secteurs de forte valeur ajoutée : aéronautique, médical, sports et loisirs [1]

### **II.1. Les matériaux composites :**

#### **Définition :**

La terme « matériau composite » désigne un matériau solide et hétérogène, formé de plusieurs distincts, dont l'association confère à l'ensemble des propriétés qu'aucun des composants considéré ne possède séparément [2]. La réalisation d'un matériau composite nécessite donc l'association d'au moins de deux composants : le composé principal est appelé matrice. Le second, étant le renfort, qui doivent être compatibles entre eux et se solidarises. Pour cela, un agent de liaison, appelé interface, est nécessaire [3].

D'une manière générale comme l'assemblage de deux plusieurs matériaux, l'assemblage final ayant des propriétés de chacun des matériaux constitutifs. On appelle maintenant de façon courante " matériaux composites " des arrangements de fibres, les renforts qui sont noyés dans une matrice dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible. La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres, elle permet également de transmettre les sollicitations auxquelles sont soumises les pièces. Les matériaux ainsi obtenus sont très hétérogènes et anisotropes [4].

### **II.2. Constituants des matériaux composites :**

#### **II.2.1 -Matrice**

La matrice permet de lier les fibres du renfort entre elles, ainsi que de répartir les efforts ( résistance à la compression ou à la flexion ). Elle est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres. Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère [5].

On peut décomposer les matières plastiques en deux grandes classes ; les thermoplastiques et les thermodurcissables. Cette distinction se base sur leurs structures moléculaires et leur comportement sous l'effet d'une forte température [6].

✓ **Matrices thermodurcissables :**

Les thermodurcissables durcissent de façon définitive lors de leur synthèse. La transformation est donc irréversible. Ce sont les matrices les plus utilisées dans la production de matériaux composites, on trouve les résines polyesters qui, associées à des fibres de verres ont une bonne tenue à la température et aux agents chimiques, les résines époxy qui possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques et chimiques, et les résines phénoliques qui résiste bien au feu [7]. Le tableau I.1 montre les principales caractéristiques des résines thermodurcissables

**Tableau II.1 :** Caractéristiques des résines thermodurcissables [7].

Résine	$\rho$	$\sigma_{\text{traction}}$ (GPa)	MOE (GPa)	$T_c$ (°C)
Polyester	1,2	50-65	3	120
Phénol-formaldéhyde	1,2	40-50	3	120-150
Epoxy	1,1-1,4	50-90	3	120-200
Polyuréthane	1,1-1,5	20-90	1	100-120
Vinyl-ester	1,15	70-80	3,5	14

✓ **Matrices thermoplastiques :**

Les thermoplastiques se présentent sous forme de chaînes linéaires ou branchées qui ne sont liées entre elles que par des liaisons faibles (Vander Waals ou hydrogène). Il faut les chauffer pour les mettre en forme et les refroidir pour les fixer. Cette opération est réversible, Elles ont de faibles propriétés mécaniques : un renforcement par l'incorporation de charge leur confère une tenue thermique et mécanique améliorée et une bonne stabilité dimensionnelle [8]. Le tableau I.2 montre quelques caractéristiques des polymères thermoplastiques les plus utilisés.

Tableau II. .2 : Caractéristiques de quelques thermoplastiques [9,10]

Polymère	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\sigma$ (N/mm <sup>2</sup> )	MOE (N/mm <sup>2</sup> )	A (%)	R <sub>(IZOD)</sub> (Kj/m <sup>2</sup> )	T <sub>flc</sub> (°C)
PVC	1	50	2400	10-50	-	60
PS	1,05	40	2800-3500	4	-	90
HDPE	0,95	30-35	1000	700-1000	5	77
PE	1,39	2,5	3400	90	3	80
PMMA	1,19	65	3300	4	15	95
PP	0,91	20-40	1100-1600	200-1000	-	100

### II.2.2 Les renforts :

Les renforts constitués de fibres se présentent sous les formes suivantes : linéique (fils, mèches), tissus surfacique (tissus, mats), multidirectionnelle (tresse, tissus complexe, tissagetri directionnel ou plus) [11].

Les renforts peuvent être catégorisés selon leurs géométries (fibres longues, fibres courtes, particules ou charges renforçantes) selon leurs textures et architectures (unidirectionnels, toile ou taffetas... etc.) ou encore selon les matériaux utilisés pour fabriquer les fibres ou on peut distinguer cinq grandes classes de fibres les plus commercialisés dans le marché ; les fibres végétales [12].

On dit qu'une fibre est longue lorsque sa longueur est identique à celle de la pièce, on parle alors de fibre continue. Les fibres sont coupées au moment de la fabrication du matériau composite, elles sont alors non travaillées (sous forme de mats) ou travaillées (tissées, tressées) pour obtenir des structures complexes telles que les toiles ou les taffetas.

Les fibres courtes ou discontinues ne mesurent que quelque centimètre, parfois des fractions de millimètres. Leur configuration peut être soit séparée. Soit agglomérées sous forme de mats [13, 14].

Les renforts contribuent à améliorer la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites et se présentent sous forme filamentaire, allant de la particule de forme allongée à la fibre continue qui donne au matériau un effet directif, ils sont caractérisés par:

- La nature de la fibre, minérale ou organique.
- L'architecture du renfort.

La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la figure 1

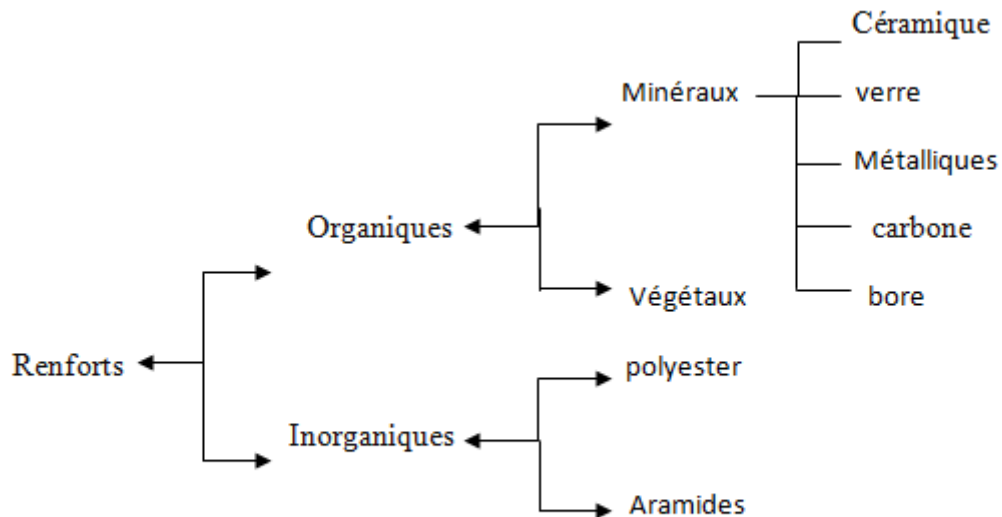


Figure II.1: Types de renfort

## II. 3-Les charges et les additifs

### II.3-1 .Les charges :

Minérales (verre, carbone, talc etc.), métalliques (aluminium etc.) ou organiques (farine de bois), les charges améliorent la rigidité et l'adhésivité des matières plastiques mais agissent également sur leur résistance chimique, leur isolation électrique et thermique. Leur proportion par rapport à la résine peut aller de 1 % à 300 % selon l'effet voulu. Un avantage important d'un grand nombre de charges, surtout minérales, est d'ordre économique : elles sont moins chères que les polymères.

#### ➤ Charges renforçantes

L'objet de l'incorporation de charges renforçantes est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine.

#### ➤ Charges non renforçantes

Les charges non renforçantes ont pour rôle soit de diminuer le coût des résines en conservant les performances des résines, soit d'améliorer certaines propriétés des résines [15]. La phase inorganique est constituée par les charges qui renforcent le matériau. Ces charges sont liées à la matrice par l'intermédiaire d'un silane et permettent notamment d'augmenter les propriétés mécaniques (résistance à la traction, flexion, compression) des composites. Elles diminuent également les contraintes dues au retrait de polymérisation, compensent le coefficient de dilatation thermique trop élevé de la phase matricielle et donnent au matériau sa radio-opacité (visualisation radiographique). [16]



### **II.3.1.1- Nature, taille et propriétés des charges**

Les composites actuels contiennent une grande diversité de particules de charge variant par

**la taille, la composition et le pourcentage** de celles-ci.

Les charges, la plupart du temps minérales, varient d'un composite à l'autre mais ils sont composées de SILICE ( $\text{SiO}_2$ ) sous différentes formes et d'autres types de particules.

#### **A. Nature**

##### **● Les charges minérales**

Les charges minérales sont formées de :

- SILICE ( $\text{SiO}_2$ ) sous différentes formes :

✓ sous formes cristallines (cristobalite, tridymite, quartz) : ces formes sont dures et résistantes.

✓ sous forme non cristalline (le verre : verre boro-silicaté) : qualités mécaniques et esthétiques intéressantes.

- VERRES DE METAUX LOURDS qui confèrent au matériau sa radio opacité :

✓ silicate de verre de baryum ou de strontium,

✓ verre de dioxyde de zirconium,

✓ yttrium ou ytterbium trifluorés ( $\text{YbF}_3$ ).

Depuis les années 70, le quartz a été la charge la plus fréquemment utilisée car il est très stable chimiquement et a un indice de réfraction élevé. Cependant, il n'est pas radio opaque, il possède un coefficient d'expansion thermique élevé, sa structure cristalline implique une géométrie des particules avec des arêtes agressives qui confèrent au matériau composite un pouvoir abrasif, le rendant difficile à polir. Par contre, le silane se lie plus facilement au quartz qu'au verre, ce qui permet une meilleure stabilité de teinte et le quartz est moins sensible à l'érosion.

##### **● Les charges organiques :**

Des charges constituées de résine matricielle polymérisée sont ajoutées au composite pour diminuer la rétraction de polymérisation de la résine et le coefficient d'expansion thermique, améliorer les propriétés optiques et augmenter la dureté du matériau.

Actuellement, on trouve des charges « organiques » : certains fabricants utilisent des charges à base de céramique organiquement modifiée, ce sont les OrMoCers. Il s'agit de

macro-monomères composés d'un noyau en silice inorganique greffé de groupements multifonctionnels de méthacrylate. On trouve également des charges organo organiques : (+/- 20 µm de Tri MéthylolPropane Tri méthacrylate).

- **Les charges organo-minérales**

Les charges organo-minérales possèdent un noyau minéral (silice vitreuse ou aérosil) et une matrice résineuse polymérisée qui enrobe le noyau.

Les micro-charges sont utilisées exclusivement sous cette forme.

**B. Taille des charges**

La taille des particules de charge varie de 0,04 µm à 100 µm. On distingue :

- des macro-charges : grosses particules de verre ou de quartz.
- des micro-charges  $\approx 0,04 \mu\text{m}$  (silice,  $\text{SiO}_2$ )
- particules de tailles intermédiaires obtenues par fragmentation des macro-charges.

**C. Propriétés des charges**

- dureté élevée,
- inertie chimique,
- indice de réfraction proche de celui des matrices résineuses,
- opacité contrôlée par addition de pigments de dioxyde de titane ( $\text{TiO}_2$ ).

L'augmentation du pourcentage des charges à pour effets d'améliorer les propriétés mécaniques (surtout si le taux de charges est  $> 60\%$  en volume), de réduire la rétraction de polymérisation, le coefficient d'expansion thermique, le coefficient d'absorption et la solubilité hydrique. L'augmentation du pourcentage des charges et la diminution de la taille de celles-ci ont pour effets d'améliorer l'état de surface - ce qui améliore l'esthétique et diminue l'agressivité du matériau vis-à-vis du parodonte – et d'augmenter la résistance à l'usure du matériau. [16]

**II.3.2. Les additifs :**

Des produits peuvent être incorporés à la résine pour renforcer les propriétés mécaniques (charges renforçantes, ex : charges sphériques creuses 5 à 150 µm). Des charges non renforçantes peuvent être également utilisées pour diminuer le coût des matrices en résine. Des additifs, de type colorant ou agent de démoulage sont largement utilisés lors de la conception des structures constituées de matériaux composites [17]

**II.4. Les avantages de matériaux composites :**

- Gain de masse
- Grande résistance à la fatigue

- Liberté de forme
- Maintenance réduite
- Faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion (sauf le carbon)
- Insensibles aux produits chimiques sauf les décapants de peinture qui attaquent les résines
- Une bonne isolation électrique [18]

## **II.5. Les composites à base de résine époxy**

### **II.5.1. Les époxydes : généralités**

Les poly-époxydes sont des résines hautes performances qui présentent un bon compromis pour des températures d'utilisation élevées (150 °C). Ces résines peuvent comporter un ou plusieurs groupements époxy, et réticulent généralement avec un durcisseur. Parfois, il est possible de rajouter un accélérateur dans le système réactionnel pour démarrer la réaction de polymérisation plus facilement. Il existe plusieurs types de durcisseurs, dont les plus courants sont le di-éthylène tri-amine (DTA), les polyamines aliphatiques, l'iso-phorone diamine (IPD), la 4,4'-di-amino-di-phényl-sulfone (DDS), les diamines primaires rigides aromatiques ou encore l'hexaméthylène diamine (HMDA)... La diversité des durcisseurs montre bien que les résines époxy se différencient par leur fonctionnalité et par la nature des liens chimiques entre fonctions époxy au cours de la réticulation. Suivant la nature du durcisseur, la réaction de réticulation peut se faire suivant des mécanismes différents :

- Par homo-polymérisation avec l'action d'amorceurs acides ou basiques
- Par copolymérisation avec des durcisseurs capables de s'additionner avec les fonctions époxydes
- Par polyaddition s'il n'y a pas de départ d'un tiers produit tel que l'eau. [19]

### **II. 5.2. Définition de la résine époxy**

C'est la plus utilisée dans l'aéronautique ; elle présente un bon accrochage sur les fibres et de bonnes propriétés mécaniques. Elle possède de bonnes propriétés jusqu'à une température de 170°C mais elle est plus coûteuse que la résine polyesters. Ce tableau qui indique propriétés mécaniques d'époxyde [20]

**Tableau II.3:** Propriétés mécaniques de l'époxyde

	Masse spécifique (kg/m <sup>3</sup> )	Module Elasticité (Gpa)	Résistance Traction (Mpa)	Module d'allongement Rupture (%)	Tenue à la Température en Continu (°C)
EPOXYDE	1,1-1,4	3	50-120	3-8	150-200

**Figure II.2 :** production des résines et composites

### II. 5.2.1. Classification des résines composites :

Depuis les années 80, plusieurs classifications ont été proposées : en fonction de la viscosité, du mode de polymérisation, de l'indication clinique ou de la taille des charges, qui est actuellement le critère de classification le plus utilisé.

#### ✚ En fonction de la viscosité, du mode de polymérisation, des indications cliniques

VISCOSITE : Fluides < Moyenne < Compactables.

MODE DE POLYMERISATION : Chémopolymérisable, Photopolymérisable, Dual (chémo et photopolymérisable).

INDICATIONS CLINIQUES REQUISES : Antérieurs, Postérieurs, 'Universels'.

#### ✚ En fonction de la taille des charges

Plusieurs classifications ont été proposées et actuellement, il n'y a pas de classification universellement adoptée.

Les classifications suivantes sont présentées dans un ordre chronologique d'apparition dans la littérature :

A / 3 familles de composites selon la taille moyenne des particules de charges de la phase organique (Figure 3) :

- MACROCHARGES ou traditionnels,
- MICROCHARGES :
  - homogènes (microcharges isolées),
  - hétérogènes (charges associées en complexes),
- HYBRIDES.

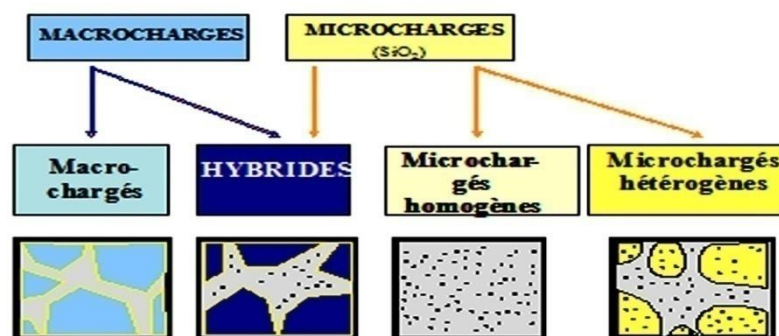


Figure II.3 : Classification des résines composites en fonction de la taille des particules de charges

### II.5.3. Principaux types de résines époxydes

Il existe plusieurs types de résines époxydes :

#### II.5.3.1. Résines époxydes novolaques

Elles sont obtenues par action du formaldéhyde sur le phénol en solution acide pour obtenir les époxydes formol phénol novolaques ou (époxydes formol crésol novolaques). Ces résines ont une bonne stabilité à haute température, mais elles sont fragiles (cassable) [21].

#### II.5.3.2. Résines époxydes à base d'amines aromatiques

Il s'agit principalement du TGMDA (TetraGlycidylMethylDiAniline). Ces résines ont d'excellentes propriétés thermiques.

##### ➤ Résines époxydes à base de para-aminophénol

C'est une résine trifonctionnelle appelée le TriGlycidyléther du Para-AminoPhénol (TGPAP), très utilisée pour la fabrication des pré-imprégnés et les adhésifs.

##### ➤ Résines époxydes souples

Les résines époxydes souples sont caractérisées par un squelette ne comportant pas de noyau aromatique (ou un seul). Elles peuvent se mélanger avec d'autres résines époxy pour améliorer leur résistance au choc. Par ajout de Brome ces résines ont un meilleur comportement à la chaleur. [22]

## **II.6. Poly époxyde**

La cuisson des polyépoxydes passe par deux étapes importantes :

- La gélification correspondant à la formation d'un réseau tridimensionnel infini et par passage de l'état liquide à l'état caoutchoutique, et apparition d'une première molécule tridimensionnelle occupant tout le volume réactionnel (percolation).
- La vitrification qui se produit lorsque la température de transition vitreuse du système devient égale à la température de cuisson. Le système passe de l'état liquide ou caoutchoutique à l'état vitreux, ce qui s'accompagne d'une importante chute de la mobilité moléculaire et, par conséquent, d'un arrêt des réactions chimiques. De plus, on constate que pour les températures de réticulation élevées, il y a compétition entre la polymérisation et la dégradation thermique. Les mécanismes réactionnels gouvernant le processus de réticulation sont complexes et dépendent des conditions de température, des proportions des différents intervenants chimiques et de la présence ou non d'un catalyseur.
  - Les différentes réactions chimiques envisageables sont :

- Attaque nucléophile de l'amine primaire (R-NH<sub>2</sub>) sur le cycle époxyde.
- Attaque nucléophile par l'oxygène du groupement hydroxyle (-OH) sur le cycle époxyde.
- Attaque nucléophile de l'amine secondaire (RR'-NH) sur le cycle époxyde.
- Attaque nucléophile de l'oxygène d'un cycle époxyde sur un autre cycle époxyde.

Différentes études résumées par Wright concluent que la réaction principale est l'attaque nucléophile d'un groupement amine primaire sur le cycle oxirane (époxyde) tant que la température de transition vitreuse du réseau formé reste inférieure à celle de la vitrification [23].

### **II.6.1. Propriétés de résine époxy :**

La phase ultime qui permet d'obtenir la réticulation de la résine avec un durcisseur est, comme nous l'avons dit, une réaction de polyaddition : d'où un retrait minime avec la possibilité d'obtenir par coulée des masses très importantes ;

- la faible absorption d'eau et l'absence de post-retrait assurent à ces produits une exceptionnelle stabilité dimensionnelle, d'où leur emploi dans le domaine des outillages, notamment : modèles à reproduire, gabarits de perçage, maîtres modèles... ;
- le maintien des performances électriques initiales, même après exposition à l'humidité, explique en partie leur emploi dans les applications électroniques et électriques (à moyenne et haute tension)

- les performances mécaniques qui restent très bonnes jusqu'à 100 °C ou davantage expliquent aussi leur emploi dans beaucoup d'appareillages électriques ;
- le pouvoir adhésif sur l'ensemble des matériaux minéraux, et sur certaines matières plastiques (grâce à un traitement de surface approprié), rend compte de leur utilisation dans les stratifiés électriques ou mécaniques, dans les composites et dans de nombreux assemblages obtenus par collage ;
- enfin, la résistance exceptionnelle aux divers agents chimiques, alliée à l'adhérence sur de nombreux supports, explique pourquoi la protection anticorrosion est de loin le plus grand débouché des résines époxydes [24].

**II.6.1.1. Propriétés chimiques**

Les résines époxydes ont une excellente résistance chimique vis-à-vis de nombreux produits chimiques (se reporter aux notices des producteurs). La tenue aux bases, aux solvants et à la plupart des acides, à l'exception de certains acides forts, permet d'envisager de nombreuses applications [24].

**II.6.1.2. Propriétés mécaniques : [24]**

**Tableau II.4 :** Propriétés mécaniques des résines époxydes

<b>Propriétés mécaniques des résines époxydes</b>	
<b>Caractéristique</b>	<b>Valeur moyenne pour la formule de référence</b>
Contrainte à la rupture en traction	70 à 80 N/mm <sup>2</sup> ou MPa
Allongement à la rupture en traction	1 à 1,5 %
Contrainte à la rupture en compression	140 à 150 N/mm <sup>2</sup> ou MPa
Contrainte à la rupture en flexion	110 à 130 N/mm <sup>2</sup> ou MPa
Allongement maximal à la rupture en flexion	1,2 à 1,7 %
Module d'Young en traction	10 200 N/mm <sup>2</sup> ou MPa
Coefficient de Poisson	≈ 0,35
Résistance au choc Charpy	7 à 10 kJ/m <sup>2</sup>

**II.7. Les caractéristiques des résines époxydiques**

La structure physico-chimique très particulière des résines époxydes et leurs aptitudes réactionnelles variées leur permettent de se combiner à un grand nombre de composés chimiques notamment les durcisseurs, en donnant naissance à une gamme de produits trouvant un champ d'application important dans divers domaines, notamment dans l'industrie des peintures [25].

Les principales propriétés qui les font apprécier sont :

- Forte adhérence sur tous matériaux usuels
- Grande souplesse (emboutissage)
- Bonne résistance chimique (surtout alcalis)
- Bonne résistance aux chocs et abrasion
- Séchage air-four
- Moins résistante aux rayons ultra-violet (UV)
- Une inaltérabilité en présence d'hydrocarbures et de divers solvants
- Bonne propriétés diélectriques
- Excellente tenue aux cycles thermiques
- Haute stabilité dimensionnelle et faible retrait au durcissement

### **II.8.Solubilité des résines époxydiques**

Les résines d'époxyde ne sont, en général solubles que dans les solvants organiques fortement polaires, tels que les cétones, esters, éthers de glycol, dans certains phénols et dans divers mélanges des solvants précédents avec les alcools ou des hydrocarbures aromatiques [25]. Comme c'est le cas pour la plupart des autres polymères, la solubilité des résines d'époxyde est influencée par le poids moléculaire moyen et varie par conséquent avec le type de résine considérée. Les solvants «vrais » des résines d'époxyde les plus utilisés sont : le méthyle -ethylcétone, le dicétone alcool, l'éthyle glycol et l'acétate d'éthyle glycol. Parmi les solvants latents et diluants employés en mélange avec les solvants vrais, figurent l'acétone, les alcools isopropyliques et butyliques normal ou secondaires, le toluène et le xylène [25].

### **II.9.Compatibilité des résines époxydiques**

Les formules à base de résines d'époxyde comportent généralement une phase organique le liant, et une phase minérale discontinue constituée par des pigments, charges minérales, diverses, etc. Pour obtenir des produits finis à performances satisfaisantes, il est nécessaire d'employer des liants parfaitement homogènes, dont tous les constituants sont compatibles, c'est-à-dire complètement miscibles avant et après durcissement complet du mélange. Cependant, certains ingrédients possédant des groupements chimiques réactifs tels que durcisseurs, résines ou agents modificateurs, peuvent ne pas être compatibles initialement avec les résines d'époxyde, mais le deviennent une fois qu'ils sont combinés chimiquement avec ces résines [25].



**II.10. Les principales applications des systèmes époxy [26]**

- La résolution de problèmes concrets
- Dans le domaine de la peinture industrielle et protectrice (adhésion sur métal, résistance à la corrosion, séchage en milieu hostile, etc....)
- Dans le domaine de la peinture pour sols (comparaison des principaux durcisseurs, solutions à la contrainte de séchage en milieu hostile, l'importance du primaire - Adhésion sur ciment frais, surface abimée)
- Dans le domaine de la peinture pour chambres froides : solutions aux contraintes de température.
- Dans les peintures écologiques (base aqueuse) : des systèmes perméables à l'eau
- Dans le domaine de l'injection

Il s'agit de produits performants qui rentrent dans un très grand nombre d'applications, dont certaines sont d'un niveau technique incontestablement élevé [24] :

- industrie aéronautique et automobile (collages de structures et de panneaux) ;
- industrie électrique moyenne et haute tension (surtout appareillage électrique) ;
- électronique (enrobages de condensateurs, confection de circuits imprimés, etc.) ;
- sport (skis, raquettes, arcs et flèches de compétition, cadres de vélos en carbone, roues lenticulaires...) ;
- outillages (modèles à reproduire, maîtres modèles, boîtes à noyaux, etc.) ; —stratifiés et composites (nids d'abeilles, structures triangulaires, arbres de transmission, carrosseries de voitures de sport...) ;
- revêtements résistant aux agents chimiques, réparation de fissures de barrages, etc.

## II.11. Le durcisseur :



Figure II.4 : durcisseur époxy

Le durcisseur est un agent de réticulation qui, par réaction chimique avec les groupements époxydes, permet l'ouverture du cycle époxyde et réagit avec le pré polymère afin de relier les chaînes en un réseau tridimensionnel réticulé. Il peut être de nature chimique très variable (amine, anhydride...). Le choix d'un durcisseur est un compromis entre plusieurs caractéristiques :

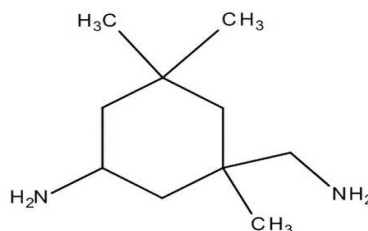
- Viscosité du mélange réactif;
- Durée de vie en pot du mélange;
- Réactivité du système lors de la mise en œuvre;
- Propriétés finales : Tg, module, reprise d'eau, etc.

Les durcisseurs amines sont les plus couramment utilisés, ces amines sont présentes dans des polyamines de plusieurs familles : aliphatiques, cyclo-aliphatiques ou aromatiques. Les durcisseurs se distinguent par leurs fonctionnalités (nombre de groupements amines) et par la nature chimique des liens entre fonctions amines réactives [27]. Les principaux durcisseurs employés sont :

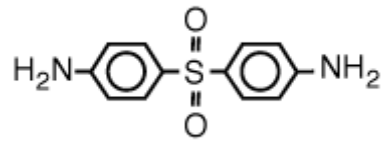
- Le di éthylène thiamine (DTA), une polyamine aliphatique de formule chimique :



- L'isophorone diamine (IPD), une diamine cycloaliphatique primaire de formule chimique :



- La 4,4' Diamino-Diphényl Sulfone, (DDS), une diamine aromatique primaire rigide de formule chimique :  $\text{NH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_6\text{-NH}_2$ . [28]



L'hexaméthylène diamine (HMDA), une diamine aliphatique primaire flexible de formule chimique :



### II.11.1.Choix du durcisseur :

Parmi les produits susceptibles de réagir dès la température ambiante sur les résines d'époxyde, ceux qui contiennent des hydrogènes aminés occupent une place forte importante. Toutefois, si ce choix est souvent déterminé par des questions économiques (prix, disponibilités) ou techniques (installations de fabrication, main-d'œuvre qualifiée pour la mise en œuvre), il n'en reste pas moins que seule l'application finale envisagée, donc les performances chimiques requises, devra guider l'utilisateur dans son choix [25].

Deux catégories de durcisseurs sont cependant plus spécialement utilisées :

#### a) Les amines :

Ethylène diamine (EDA), diéthylène triamine (DETA) ou triéthylène tétramine (TETA) ; ces durcisseurs sont les plus anciens utilisés pour le durcissement des résines d'époxyde, cependant ils présentent des inconvénients de mise en œuvre tels que forte réactivité, disproportion des emballages, odeur, durée de vie en pot courte, qui leur font préférer les polyamides [25].

#### b) Les polyamides :

Ces produits sont obtenus par action d'un acide gras sur une amine. Ce type de durcisseur donne aux revêtements des propriétés de souplesse et résistance à l'eau [25].

## II.12. Réticulation avec un durcisseur

Dans la plupart des cas, on fait réagir un durcisseur sur la résine pour former un réseau tridimensionnel et cette opération s'effectue chez le transformateur, qu'il soit fabricant

d'appareillage électrique, constructeur d'automobiles, fabricant de skis, ou même simple particulier (réparation d'une céramique). Comme les groupes époxydiques sont très réactifs, ces produits peuvent réagir avec un grand nombre de substances. Le mécanisme simplifié et schématique dans les deux cas les plus fréquents, celui des amines et celui des anhydrides d'acides, est décrit ci-après [24].

## **II.13. Les fibres naturelles et synthétiques**

### **II.13.1. Les fibres naturelles :**

Les fibres naturelles comme éléments de renfort dans les matériaux composites ont fait l'objet de nombreuses études durant les dernières décennies. L'automobile est un exemple de secteur qui utilise des fibres cellulosiques notamment dans les panneaux de porte, les dossiers de sièges, les tableaux de bord et les pièces intérieures, ces renforts constituent une alternative aux fibres synthétiques. Ces dernières dures et rigides, en particulier les fibres de verre sont abrasives et présentent des dangers potentiels pour la santé notamment par les particules qu'elles génèrent pendant l'usinage [29]. En contre partie, les fibres de cellulose sont des renforts qui permettent :

- D'abaisser le cout du composite.
- D'obtenir des matériaux avec de bonnes propriétés mécaniques
- D'éviter les problèmes potentiellement causés par les fibres [30].

#### **II.13.1.1. Classification des fibres naturelles**

On peut subdiviser les fibres naturelles en trois grands groupes selon leur origine:

- **Les fibres végétales :**

Qui comprennent les fibres provenant des poils séminaux de graines (coton, kapok) ; les fibres libériennes extraites de tiges de plantes (lin, chanvre, jute, ramie) ; les fibres dures extraites de feuilles (sisal), de troncs (chanvre de manille), d'enveloppes de fruits (noix de coco).

- **Les fibres animales :**

Qui proviennent des poils, telle que la toison animale, et des sécrétions telle que la soie.

- **Les fibres minérales :**

La fusion puis le fibrage de divers minéraux permet de produire des fibres ou des laines minérales plus ou moins denses et stables. Il existe deux types de fibres minérales : celles qui sont directement issues de roches (exemples : amiante, wollastonite, sépiolite) et celles qui

sont artificiellement produites à partir de minéraux (exemples : fibre de verre ou laine de verre produites à partir de la silice, laine de roche, fibre céramique réfractaire, fibre d'alumine). Les minéraux recherchés pour produire des fibres le sont pour leurs qualités d'inertie chimique et/ou thermique, parfois pour leurs propriétés optiques ou piézoélectriques mais d'abord pour leurs propriétés nitrifiantes. [31]

## II.13. 2. Composition chimique des fibres végétales

### II.13. 2.1. La cellulose:

La cellulose est le constituant principal de la masse végétale. Ce polymère linéaire de glucose présente est à l'état presque pur (>90%) dans la fibre de coton, il est aussi, avec de la lignine, l'un des constituant essentielle du bois (50%)[32]. Selon Willtatter et Zechmeister (1913) la formule brute exacte de cette macromoléculaire est  $(C_6 H_{10} O_5)_n$ . Elle est composée des unités de D-anhydrocopyranos reliées entre elle par des liaisons  $\beta$  1-4. L'unité répétitive est le cellobiose (deux glucoses réunis). Ces unités élémentaires s'associent par paquet pour former les micro fibrilles [33].

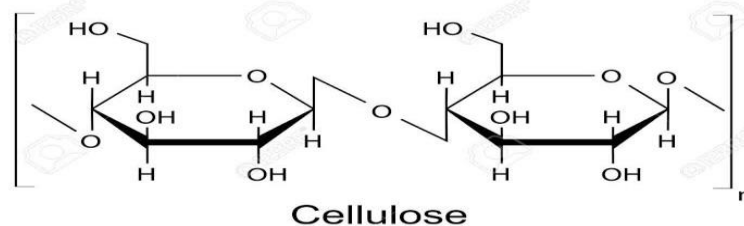


Figure II.5 :Représentation de la chaine de cellulose

### II.13. 2. 2 .L'hémicellulose :

Les hémicelluloses sont des polysaccharides non cellulosiques. Les chaines présentent un degré de polymérisation moyen de 200, elles sont plus courtes que celles de la cellulose et sont souvent ramifiées (amorphe), par conséquent facile à fonctionnaliser, elles sont présentes dans les parois primaire et secondaires des cellules, intimement associées à la cellulose par des liaisons hydrogène, alors qu'elles peuvent l'être à la lignine par des liaisons covalentes, Elles correspondent à un polymère dont l'unité est un sucre et leur température de décomposition est située entre 270-330°C [34].

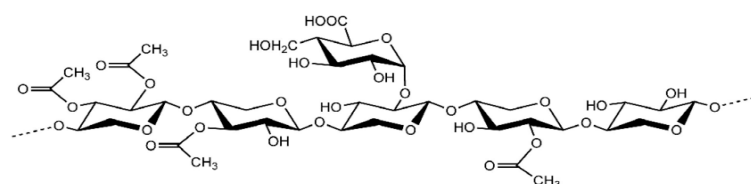


Figure II.6: La structure chimique de l'hémicellulose

### II.13.2 .3. Lignine :

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable la plus abondante. Elle est constituée de polymère phénoliques tridimensionnels et ne possède pas de motifs répétitifs. La structure complexe de la lignine comprenant de nombreuses fonctions phénoliques, hydroxyles et éthers explique sa grande réactivité. Cependant leur accessibilité est limitée par la conformation tridimensionnelle de réseau moléculaire [34, 35].

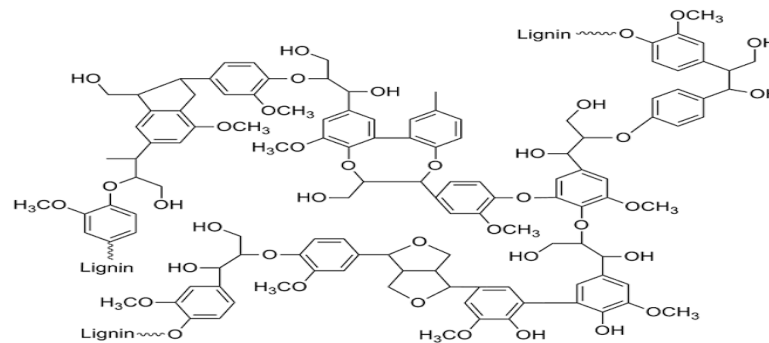


Figure II.7 : la structure chimique de la lignine

#### II.13.2.1 Caractéristiques mécaniques des fibres

Il existe différents types de fibres. Elles peuvent être scindées en deux groupes, les fibres à haut module et les fibres à haute résistance. Les fibres à haut module ont une résistance faible et celles à forte résistance ont un module faible

#### + Exemples :

Le choix d'une association entre un renfort et une matrice est très délicat et ce travail reste du ressort des chimistes. En effet, l'interface résultant de l'association intime de deux constituants différents doit avoir de bonnes performances mécaniques. La codification est la suivante : renfort/matrice. Les modèles de comportement élastiques des matériaux composites seront abordés dans Les exemples d'association entre renfort et résine couramment rencontrés dans l'industrie aéronautique et spatiale sont les suivants :

- composites à fibre de carbone et matrice époxy thermodurcissable : carbone/époxy : T300/5208, T300/914, IM6/914, GY/70 M55J/M18, AS4/ 3504-6
- composites à fibre de carbone et matrice époxy thermoplastique : carbone/polyamide IM7/K3B, cellion C6000/PMR-15, AS4/PEEK (APC-2)
- composite à fibre et matrice carbone : 3D C/C, 3D EVO, 4D C/C
- composite à fibre et matrice céramique : SiC/SiC, Sic/Mas-L
- composites à matrice métallique : SCS-6/Ti-15-3[18].

**II.14. Avantages et inconvénients de fibres [36] :**

**Tableau II.5:** Les Avantages et inconvénients de fibres

<b>Avantage</b>	<b>Inconvénients</b>
Faible cout.	Absorption d'eau.
Propriétés mécaniques spécifiques	Faible stabilité dimensionnelle.
Importantes (résistance et rigidité).	Biodégradabilité.
Biodégradabilité.	Faible tenue thermique (20 à 30°C max).
Non abrasif pour les outillages.	Fibres anisotropes.
Neutre pas l'émission de CO <sub>2</sub> .	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo
Pas de résidus après incinération.	
Demande peu d'énergie pour être produite.	
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres	
Bonne isolation thermique et acoustique.	
Ressource renouvelable.	

**II.15 .Propriété des fibres naturelles**

**II.15.1. Propriétés des écorces d'oranges :**

**II.15.1.1. Structure morphologique de l'orange :**

La structure morphologique de l'orange est constituée de l'extérieur vers l'intérieur de L'écorce: constituée de deux parties:

- L'épicarpe: c'est la partie colorée appelée 'flavedo' elle représente 8 à 10 % du fruit, contient des glandes à huiles essentielles, des pigments caroténoïdes, des vitamines etc.
- Le mésocarpe: le mésocarpe interne est appelé ' albédo'. il représente 12 à 30 % du fruit, de couleur blanchâtre, il contient de la cellulose, des sucres solubles, des acides aminés, des vitamines et de la pectine.
- La pulpe: c'est la partie comestible représentant 50 à 80% du fruit [37].

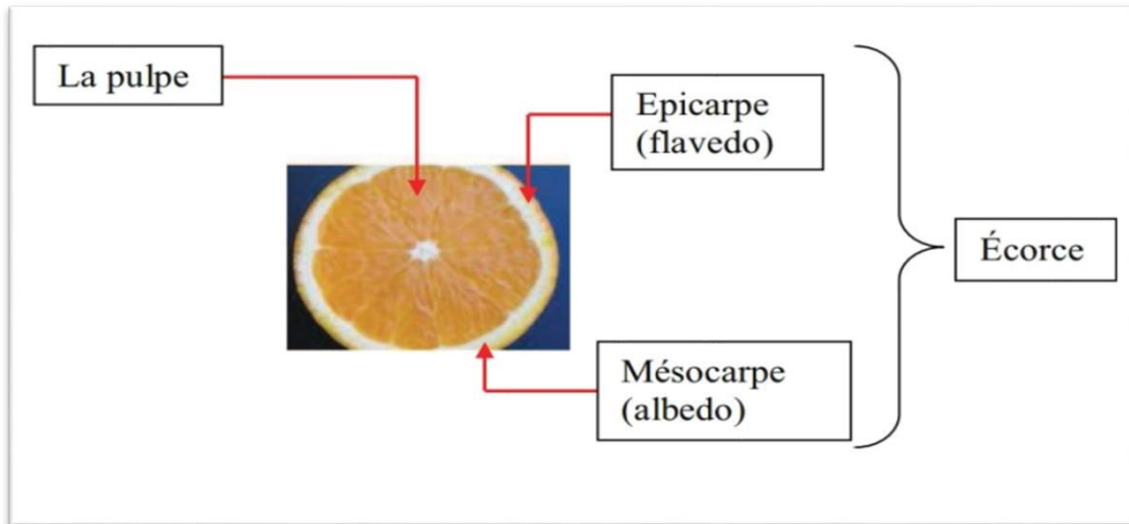


Figure II.8: Les principaux constituants d'orange [37].

### II.15.1.2. Composition chimique globale des fibres des écorces d'orange :

Les chercheurs ont constaté que la peau (Zeste) contient une variable quantité d'huile essentielle, de flavonoïdes et d'acide ascorbique. Le taux de présence de ces composants, varie selon:

- ✓ La période de cueillette de fruit.
- ✓ Du type de fruit (amer ou doux).
- ✓ Du taux d'ensoleillement [38].

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

Tableau II.6: Composition chimique globale des écorces d'orange (g/100g MS)[39].

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



## II.16. Présentation et morphologie des fibres de palmier dattier : [40]

Le palmier dattier est typiquement cultivé dans les oasis sahariennes. Celui originaire d'Afrique du Nord, est amplement cultivé de l'Arabie jusqu'au Golfe Persique, où il forme la végétation caractéristique des oasis. C'est une plante sensible au froid, qui pousse sur des terrains de n'importe quelle nature, pourvu qu'ils soient fertiles et bien drainés. Dans les régions à climat doux, il est cultivé en plein air, en position ensoleillée, utilisé surtout comme plante ornementale pour son allure élancée et son feuillage [40].

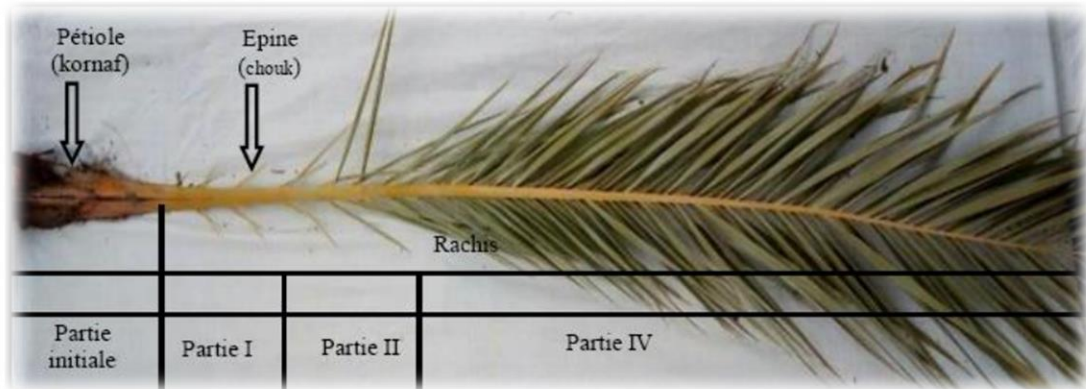


Figure II.9: Différents parties de la palme.

### b) Le palme :

Une palme, ou en arabe DJERID, qui est une feuille composée, en forme de peigne. Elles sont longues de 4 à 7 mètres. L'ensemble des feuilles au sommet du stipe est appelé couronne. Chaque année, le palmier dattier produit un certain nombre de palmes à partir du bourgeon et perd un nombre similaire de palmes par dessèchement [40].

### II.16.1. Composition chimique des fibres de palmier dattier : [41]

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

Tableau II.7: composition chimique des fibres de palme

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

**Reference Chapitre 2:**

- [1] J. pierre mémoire, ernest maréchal" traité des materiaux. Chimie des polymères-synthèse réactions dégradations". Presses polytechnique romandes. Lausanne, 1996
- [2] B. Neher, M.R.Bhuiyan, H. Kabir, R. Qadir, Material Sciences and applications,2014 ;5 : 39-45
- [3] A. BOUDENNE, Thèse de doctorat, Université PARIS XII, 2003.
- [4] ISET du Kef-dgm caractérisation des matériaux composites
- [5] Chen-Feng kuan and Hsu-Chaing Kuan, Chen-Chi M. Ma and Chien-Ming Huang. Composites Part A ; Applied Science and Manufacturing. 2006 ; 37(10) : 1696-1707.
- [6] H Djidjelli and D benachour, A boukerrou and O zerfouni, J Martinez-véga and J farenc and M kaci. Exp Poly lett 2007 ; 1 (12) : 846-852.
- [7] L. Berreur, rapport, Ministère de l'économie des finances et de l'industrie, France. 2002
- [8] H. H. Kausch, N. Heymans, C. J. Plummer, P. Decroly, presses polytechniques et universitaires romandes, Lusanne, 2001
- [9] J.C.Morin, Syndicat national des profilés pastiques, Paris, France, 2000
- [10]J. P. Bailon, J.M. Dorlot, Presses internationales Polytechniques, école Polytechnique de Montréal, 2005
- [11]. F.Dalmaso et J. Mézières, Calcul des propriétés élastiques des tissus utilisés dans les matériaux composites, Institut Français du Pét,role. 1998. 153 p .
- [12].C.BATHIAS, Matériaux composites, 2ème ed. Paris: L'Usine nouvelle: Dunod, 2009.98p
- [13]. BOUROUIS, Fairouz. Etude du comportement mécanique de structures sandwiches à différents matériaux de revêtements. Diplôme de magister en génie mécanique. Constantine, université Mentouri, 114 p.
- [14]. LAURIN Frédéric. Introduction générale sur les matériaux composites. Retour sur innovation, Edition Onera, 2011, 82p.
- [15] Nurdina, A. K., Mariatti, M., & Samayamutthirian, P. (2009). Effect of single- mineral filler and hybrid- mineral filler additives on the properties of polypropylene composites. Journal of Vinyl and Additive Technology, 15(1), 20-28
- [16] A. RASKIN. Les résines composites, Société Francophone de Biomatériaux Dentaires, 2009-2010, pp 16-22
- [17] Gornet.L. Généralités sur les matériaux composites. Engineering school. France. 2008.
- [18] S. kermich,Thèse de magistère « Modification de la composition du polyéthylène basse densité pour promouvoir l'interaction charge\matrice, Etude spectroscopique, rhéologique, mecanique et thermique » ;U.F.A Sétif(2004)

- [19] C.Paris, Thèse de doctorat, Université PARIS, 2001, 21-22p
- [20] Karkanis P.I., Partridge I.K., Attwood D., « Modeling the Cure of a Commercial Epoxy Resin for Applications in Resin Transfer Moulding », *Polymer International*, vol. 41, (1996), pp. 183-191.
- [21] Zinck P., Salmon L., Gérard J.F., « Durabilité d'Interfaces Polyépoxyde / Fibre de Verre E au Sein de Microcomposites et de Matériaux Composites Unidirectionnels en Milieu humide », *Micromechanical Modeling Polymer*, vol 42, (2001), pp. 5401-5413.
- [22] Denq B.L., Hu Y.S., Chen L.W., Chiu W.Y., Wu T.R., « The Curing Reaction and Physical Properties of DGEBA/DETA Epoxy Resin Blended with Propyl Ester Phosphazene », *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 74, (1999), pp. 229–237.
- [23] Wright W.W., « TGDDM Based Epoxy Resin Systems for Aerospace Applications ». A review part I, *Comp. Polym*, (1989), Vol. 2, pp.275-324.
- [24] Bardonnet.P, Résines epoxydes (EP) composant et propriétés, techniques de l'ingénieur,(1992),pp1-18
- [25] Marcus, P., corrosion mechanisms in theory and practice second edition, revised and expanded., New-York: Marcel Dackler, Corrosion thechnology. vol.17.2002.
- [26] DR AKE. Cours de stockage distribution et transport des hydrocarbures (STDH). Cote d'ivoire. p 15 16.
- [27] Trotignon J.-P, Verdu J, Dobracginsky A., Piperaud M. "Précis de Matières plastiques : Structures-propriétés, mise en oeuvre, normalisation". Edition NATHAN, AFNOR. 1996. 177 P.
- [28] Progelhof R. C, Throne J. L., "Polymer Engineering Principles". Edition Hanser. 1993. 198 P.
- [29] M. Ragoubi, Thèse de doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, 2021
- [30] H. Boussehel, thèse de doctorat, Université Mohamed Khider biskra « Etude des moyens de stabilisation du polystyrène fonctionnalisation et additivité des compounds organiques »
- [31] CARMA, "Glossaire des matériaux composites renforcés des fibres d'origine renouvelable", centre d'animation régional en matériaux avancés, Décembre 2006
- [32] S, Berlioze, 'Etude de l'estérifications de la cellulose par une synthèse sans solvant. Application aux matériaux nano composites', thèse doctorat de l'université J. fourier, sciences des polymères, 2008

- [33] N. Joly, 'synthèse et caractérisation de nouveaux films plastiques obtenues par acylation et réticulation de la cellulose', thèse doctorat de l'université de limoges, chimie des substances naturelles, 2003
- [34] krassig. H, Schurz. J, Steadman. R.G,Schliefer. K, Albretch. W, Mohring m. et Schlosser. H : Cellulose, Ullmann's Encyclopedia of Industrial chemistry, wiley-VCH Verlag GmbH and Co, KGAA, 2004
- [35] Sophie Thiebaud, Thèse doctorat : « valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux ». Toulouse, 1995.
- [36] Kh. Semati, mémoire de master « élaboration et caractérisation d'un composite unidirectionnel fibres naturelles-epoxy ». 2021 p36
- [37] A. Khalfaoui, Etude expérimental de l'élimination de polluants organiques et inorganiques par adsorption sur des matériaux naturels : application aux peaux d'orange et de banane ; Thèse de doctorat ; Université de Constantine. Algérie (2012).
- [38] R. Habchi, N. Alachaher, Dosage des citroflavonoides dans le jus et la peau d'orange (Clémentine) ; Mémoire de master ; Université de Tlemcen. Algérie (2017).
- [39] T. Belmehdi, Optimisation des conditions d'extraction des antioxydants à partir du sousproduit industriel de fabrication des jus d'orange ; Mémoire de magister Université de Bejaïa. Algérie (2018).
- [40] A. Sbiai, (2011), Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier, effet de l'oxydation au tempo sur les fibres, Thèse de doctorat, INSA - Lyon.
- [41] Mirhedi.S.M., Zeinly.F., Debbagh.F;(2014). Composites Part B: Engineering.56.137

***CHAPITRE III:***  
***TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES DE***  
***SYNTHÈSE ET DE CARACTÉRISATION***

### **Introduction:**

Ce chapitre est consacré à la description de la méthode de synthèse utilisée pour élaborer les composites à base de résine époxy avec certains additifs (fibre de palmier dattier et écorces d'orange). Nous présenterons ensuite les différentes techniques d'analyses utilisées pour caractériser les composites étudiés (la Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier pour l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau (FTIR), l'absorption d'eau, les tests mécaniques pour extraire les propriétés mécaniques d'un matériau, et la DMA .

### **III.1. Préparation des fibres :**

#### **III.1.1. Préparation des fibres de palmier dattier :**

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

- ✓ Laver des feuilles de palmier avec l'eau froide puis laver à l'eau et au savon puis avec l'eau distillée pour assurer l'élimination des impuretés.
- ✓ Séchage des feuilles de palmier à l'air libre pendant 48h (dans des conditions ambiantes selon le climat) puis séchées à l'étuve à une température de 80°C pendant 24h
- ✓ Les feuilles séchées sont lavées avec l'eau distillée pour éliminer les traces de sels minéraux, et puis séchées encore pendant 48 heures.
- ✓ Broyage des feuilles à l'aide d'un moulin électrique
- ✓ Tamisage de la fibre obtenue à travers plusieurs tamis de différents diamètres.



**Figure III.1:** Feuilles des Palmes



**Figure III.2 :** Poudre de DPLF

#### **III.1.2. Préparation de la poudre d'écorces d'orange :**

Pour préparer la poudre d'écorce d'orange, on suit les étapes :

- Pelez l'orange et mettre les pelures de côté
- Râpez bien les écorces d'orange pour séparer la partie blanche de l'orange puis séchez-les bien à l'air pendant 24h. nous appelons la partie requise « *flavedo* »
- Dans l'étuve à 80°C pendant 24h. on place les écorces pour éliminer l'humidité bien séchez



**Figure III.3:** Ecorces d'orange dans l'étuve à 80° pendant 24h

-Après le séchage, broyez bien pour réduire la taille des particules des grains qui sera très fine



**Figure III.4:** Ecorces d'orange

**Figure III.5:** Poudre d'écorces d'orange

## **III.2. Préparation des mélanges :**

### **III.2.1. Les calculs théoriques :**

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

- Épaisseur 0.2 cm.
- Largeur 9.5 cm.
- Longueur 13.7cm.

#### **Volume du moule :**

$$V = E \times L \times l = 0.2 \times 9.5 \times 13.7 = 26.03 \text{ cm}^3$$

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

E : L'épaisseur du moule (cm).

l : La largeur du moule (cm).

L : La longueur du moule (cm).

#### **✚ Pour un mélange de résine époxy vierge (100% EPOXY) :**

On a :  $v = 26.03 \text{ cm}^3$

$$\rho = \frac{m}{v} \rightarrow m = \rho \cdot v = 1.11 \times 26.03 = 28.89g \Rightarrow \boxed{M(\text{époxy}) = 28.89g}$$

Pour le durcisseur:

$$\left. \begin{array}{l} \text{On a : } 100g \rightarrow 41g \text{ durcisseur} \\ 28.89g \rightarrow M(\text{durc}) \end{array} \right\} \Rightarrow \boxed{M(\text{durc}) = 11.84g}$$

✚ Pour un mélange de (RESINE95% / ER 5%) :

Pour la résine époxy :

$$\left. \begin{array}{l} \text{On a : } 100\% \rightarrow 28.89g \\ 95\% \rightarrow M(\text{époxy}) \end{array} \right\} \Rightarrow \boxed{M(\text{époxy}) = 27.44g}$$

Pour la poudre d'écorce d'orange :

$$\left. \begin{array}{l} \text{On a : } 95\% \rightarrow 27.44g \\ 5\% \rightarrow M(\text{ER}) \end{array} \right\} \Rightarrow \boxed{M(\text{ER}) = 1.37g}$$

Pour le durcisseur :

$$\left. \begin{array}{l} \text{On a : } 100g(\text{époxy}) \rightarrow 41g \text{ durc} \\ 27.44g \rightarrow M(\text{durc}) \end{array} \right\} \Rightarrow \boxed{M(\text{durc}) = 11.25g}$$

✚ Pour un mélange de (RESINE 95% / DPLF 5%) :

On a la même mesure du pourcentage de la fibre de l'écorce d'orange.

On prépare les mélanges de résine époxy avec la fibre de feuilles du palmier dattier et la poudre d'écorces d'orange selon différents pourcentages calculés et illustrés dans le (Tableau1).

**Tableau III.1 : Les différentes formulations de nos échantillons.**

Les mélanges	Résine époxy	ER	DPLF	durcisseur
Résine époxy (100%)	28.89g	/	/	11.84g
Résine (95%) /DPLF (5%)	27.44g	/	1.37g	11.25g
Résine (90%) /DPLF (10%)	26.001g	/	2.889g	10.66g
Résine (85%) /DPLF (15%)	24.5565g	/	4.3335g	10.068g
Résine (95%) /ER (5%)	27.44g	1.37g	/	11.25g
Résine (90%) /ER (10%)	26.001g	2.889g	/	10.66g
Résine (85%) /ER (15%)	24.5565g	4.3335g	/	10.068g



### III.3. Préparation des plaques :

- Pesez la masse calculée de la fibre (écorce d'orange) et les deux réactifs sous forme liquide (résine et durcisseur) à l'aide d'une balance analytique



**Figure III.6:** Résine époxy



**Figure III.7:** durcisseur



**Figure III.8 :** Ecorces d'orange



**Figure III.9:** DPLF

- Mélange de la fibre selon le pourcentage avec la résine et on agite bien pendant 20 à 30 min jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène dans la bouteille.



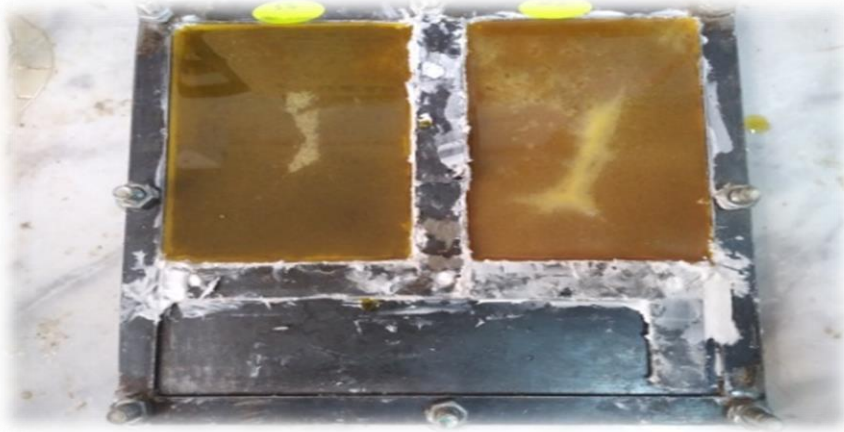
**Figure III.10 :** Résine époxy avec fibre DPLF **figure III.11:** Résine époxy avec écorce ER

- Verser la masse mesurée de durcisseur sur le mélange.

### ***Chapitre III : Techniques expérimentales de synthèse et de caractérisation***

---

- On met le moule préparé dans un niveau horizontal qui est confirmé à l'aide d'un niveau à bulle trapézoïdal avec aimant.
- Agiter bien après l'agitation on verse directement la solution dans le moule, on laisse sécher pendant 24h.



**Figure III.12:** Versement du mélange dans le moule.

- Le lendemain on démoule les plaques
- Même chose pour la fibre DPLF



**Figure III.13 :** Plaques de composites résine époxy-DPLF et écorces d'orange

- Finalement on fait les analyses

### **III.4. Techniques de caractérisation :**

#### **III.4.1. Test d'absorption d'eau :**

Le problème d'affinité des fibres naturelles avec l'eau intervient négativement sur les propriétés des composites polymères/ fibres naturelles.

- ✚ Pour éliminer la quantité d'eau retenue, il y a lieu de sécher des éprouvettes carrées, dans une étuve pendant 2 h à 80 °C, pour se débarrasser de l'humidité. on les laisse refroidir jusqu'à la température ambiante et on les pèse ( $m_0$ ) avec une balance analytique de précision 0,0001 g.

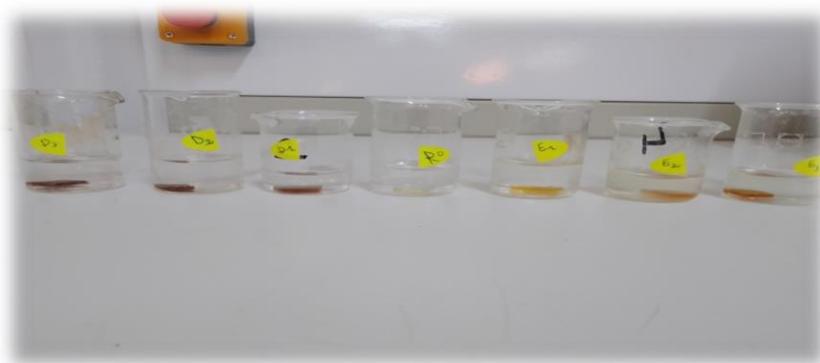


**Figure III.14:** Les échantillons après le séchage



**Figure III.15:** Pesée des échantillons ( $m_0$ ) avec la balance analytique utilisée.

- ✚ Ensuite on immerge les éprouvettes dans un récipient d'eau distillée à une température ambiante. Chaque 24 h, on fait un prélèvement, on enlève toute l'eau superficielle avec du papier absorbant.



**Figure III.16:** Immersion des plaques

- ✚ On pèse de nouveau les éprouvettes ( $m$ ).



**Figure III.17:** Pesée des échantillons (m) après l'immersion.

Pour chaque éprouvette, on a calculé le Taux d'absorption d'eau en pourcentage à l'aide de la formule appropriée suivante :

**Taux d'absorption d'eau (%) :**

$$\Delta m (\%) = [(m - m_0) / m_0] \cdot 100$$

#### **III.4.2. Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR) :**

La spectroscopie IRTF est une des méthodes les plus efficaces pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. En effet, le rayonnement infrarouge excite des modes de vibration (déformation, élongation) spécifiques et caractéristiques des liaisons chimiques, la comparaison entre le rayonnement incident et celui transmis par l'échantillon permet de déterminer les espèces chimiques qu'il contient. [1]

La région infrarouge se divise en trois parties : le proche IR (15600- 4000  $\text{cm}^{-1}$ ), le moyen (4000- 400  $\text{cm}^{-1}$ ) et l'IR lointain (400- 40  $\text{cm}^{-1}$ ). Chacune de ses trois parties nécessite l'usage de sources, systèmes de détection et diviseurs de faisceaux spécifiques. Le domaine infrarouge entre 4000 et 400  $\text{cm}^{-1}$  correspond au domaine de vibration des molécules.

Les informations tirées des spectres sont de deux sortes :

- ❖ **Informations qualitatives :** les longueurs d'onde auxquelles l'échantillon absorbe, sont caractéristiques des groupes chimiques présents dans le matériau analysé. Des tables de données permettent d'attribuer les absorptions aux différents groupes chimiques présents.

- ❖ **Informations quantitatives** : l'intensité de l'absorption à la longueur d'onde caractéristique est reliée à la concentration du groupe chimique responsable de l'absorption. [2]



**Figure III.18:** Spectrophotomètre à transformée de Fourier de type Perkin Elmer FT-IR spectromètre

### **III.4.3. Analyse mécanique dynamique (DMA) :**

C'est une technique d'analyse basée sur la réponse du matériau à une sollicitation mécanique sinusoïdale en fonction du temps et de la température, ce qui permet de mesurer les phénomènes de relaxation du polymère. Les variations du module d'Young complexe (composantes de conservation et de perte) et du facteur d'amortissement permettent de déterminer les différentes transitions que subit un polymère en fonction de la température comme par exemple la transition vitreuse. ces mesures donnent accès aux modules de conservation en cisaillement ( $G'$ ) et en élancement ( $E'$ ), ainsi qu'aux modules de pertes ( $G''$  et  $E''$ ) et aux angles de pertes correspondants ( $\tan \delta = \frac{G''}{G'}$  ou  $\frac{E''}{E'}$ ).

Différents modes de sollicitations comme la flexion trois points, la traction, la torsion, ou le cisaillement entre plateaux parallèles peuvent être appliqués en fonction des transitions recherchées et la gamme de température considérée. Dans tous les cas, les facteurs suivants sont à prendre compte :

- le contrôle thermique
- la gamme de fréquence
- les dimensions de l'échantillon

- les charges minimales et maximales applicables
- la gamme de modules mesurables [3]

Les tests dynamiques mécaniques ont été effectués sur une machine DMA, de marque Q800 au niveau de laboratoire de recherche de chimie appliquée (LCA).



**Figure III.19 :** Machine DMA de marque DMA Q 800

#### **III.4.4. Test mécanique :**

##### **B. Test de traction**

Des essais de traction sont effectués sur les différentes éprouvettes afin de caractériser les matériaux étudiés.

Les essais mécaniques menés sur les éprouvettes, sont réalisés à température ambiante sur une machine de traction\ compression. Sept échantillons ont été testés pour chaque type de composite.

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



**Figure III.20:** Machine de traction de type Zwick/Roell

**A.1. Paramètres d'études de traction :**

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

**A.1.1. La contrainte de rupture :** elle est donnée par la relation suivante :

$$\sigma = F/S$$

Avec :

**F :** force de traction (N)

**S :** section rupture (mm<sup>2</sup>)

**A.1.2. Le module d'Yong :** c'est le facteur de proportionnalité entre la contrainte  $\sigma$  et la déformation  $\epsilon$

$$E = \sigma / \epsilon = (F \times L_0) / (S \times \Delta L)$$

Avec :

**E :** module d'Yong (MPa)

**L<sub>0</sub> :** distance entre le mors (mm)

**S :** surface ou section (mm<sup>2</sup>)

**$\Delta L$  :** L'allongement des éprouvettes (mm)

**$\epsilon$  :** La déformation de la longueur des éprouvettes  $\epsilon = \Delta L / L_0$  [4]

**❖ Préparation des éprouvettes :**

Les essais de traction sont réalisés sur des éprouvettes découpées à l'aide d'un emporte-pièce de dimensions normalisées.

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





**Figure III.21 : Découpage des éprouvettes**

❖ **Etapes de l'essai :**

Préparation des éprouvettes découpées à l'aide de l'emporte-pièce de dimensions normalisées chaque échantillon à subi trois éprouvettes de traction sur une machine de traction de type Zwick/Roell.

- D'abord on introduit les données relatives de l'éprouvette à tester dont : son épaisseur  $h$ , sa largeur  $b_0$
- On place l'éprouvette dans la machine d'essai de traction.
- On démarre la machine et la courbe s'affiche progressivement sur l'écran [5]



**Figure III.22: Mesure des dimensions de l'éprouvette**



**Figure III.23:** Éprouvette d'essai de mise en place dans la machine de traction

### **B. Test de la dureté shore A :**

La mesure de la dureté shore A a été réalisée au niveau du laboratoire de physique à l'entreprise nationale de l'industrie des câbles « ENICAB » à Biskra. La dureté Shore mesure la résistance qu'oppose une surface de l'échantillon (matières plastiques et élastomères) à la pénétration de la bille ou la pointe d'un duromètre Shore [6].



**Figure III.24:** Duromètre Shore A

#### **Mode opératoire**

- Tenir l'appareil à la main
- Appliquer lentement et régulièrement la partie avec la pointe (pénétrateur) sur la plaque
- Lire la valeur indiquée, effectuer 3 mesures et calculer la moyenne pour obtenir la valeur de dureté la plus précise possible. [5]



**Figure III.25:** Test de la dureté Shore

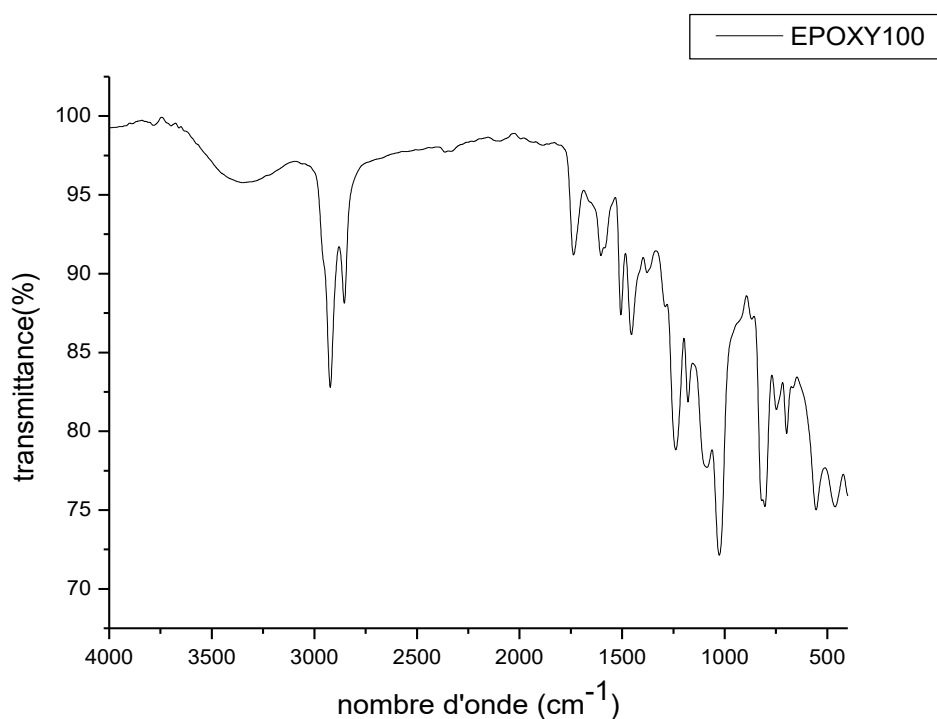
***CHAPITRE IV:  
INTERPRÉTATION DES  
RÉSULTATS***

Dans ce chapitre on présente les résultats de l'étude expérimentale pour les différentes compositions préparées pour cette étude.

**IV.1. L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR :**

Etude spectroscopique infrarouge des composites époxy / DPLF :

**IV.1.1 L'analyse spectroscopique infrarouge pour résine époxy :**



**Figure IV.1 :** Spectre infrarouge de la résine époxy vierge.

**Tableau IV.1:** Attribution des bandes infrarouge de la résine époxy vierge.

<b>liaison</b>	<b>O-H associée</b>	<b>C-H alcane</b>	<b>C=O</b>	<b>C-O</b>
<b>Fréquence cm<sup>-1</sup></b>	<b>3342</b>	<b>2921 et 2851</b>	<b>1734</b>	<b>1025</b>

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

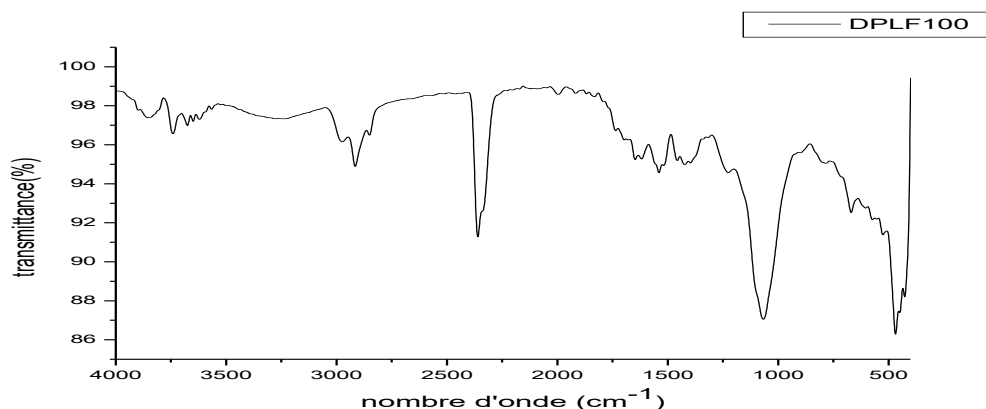


Figure IV.2 : Spectre infrarouge de la fibre DPLF.

Tableau IV.2: Attribution des bandes infrarouges de la fibre DPLF.

liaison	O-H associée	C-H alcane	C-O	C-O-C
Fréquence cm <sup>-1</sup>	3424	2913 et 2852	1107	1055

## IV. 1.3L'analyse spectroscopique infrarouge pour le composite (15% DPLF- 85% époxy) :

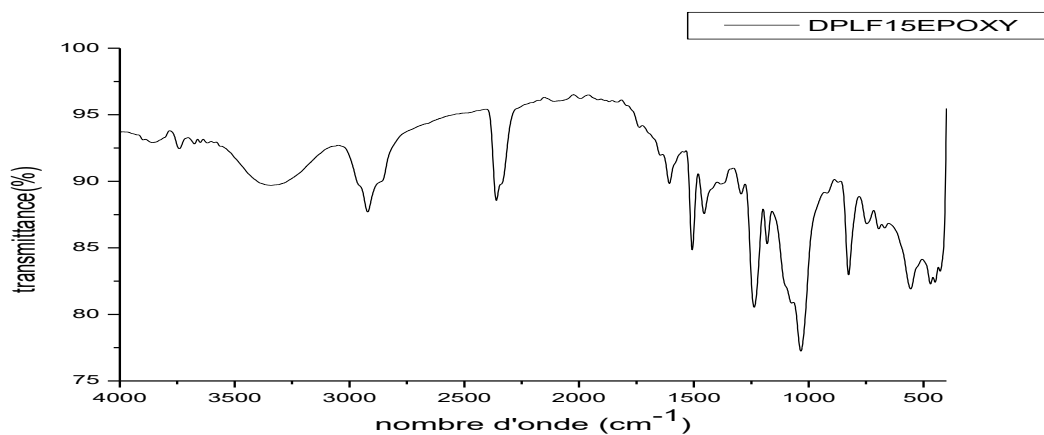


Figure IV.3 : Spectre infrarouge de la composition résine époxy / fibre DPLF15%.

Tableau IV.3: Attribution des bandes infrarouges de la composition résine époxy / fibre DPLF15%.

liaison	O-H associée	C-H alcane	C=C	C-O alcool	C=O groupement carbonyle
Fréquence cm <sup>-1</sup>	3329	2921 et 2851	1606	1031	1734

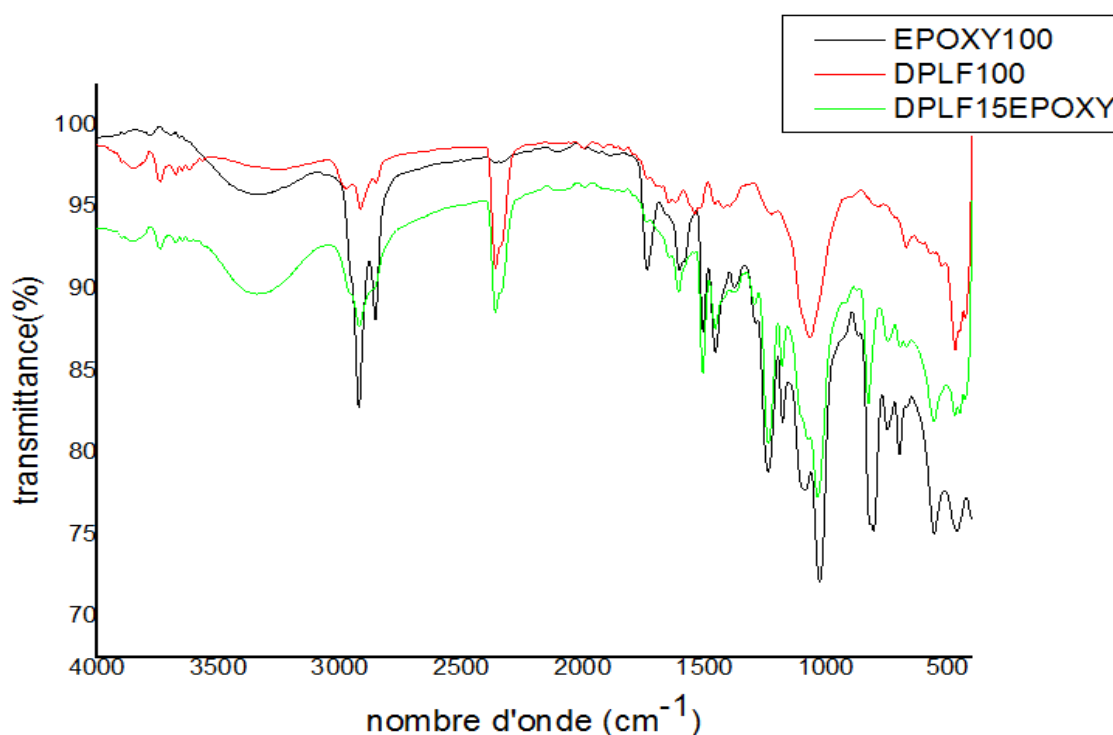


Figure IV.4: Spectre infrarouge de la composition résine époxy / fibre DPLF (15%) et époxy (100%)

Dans un but d'une caractérisation de nos composites (caractérisation structurale).

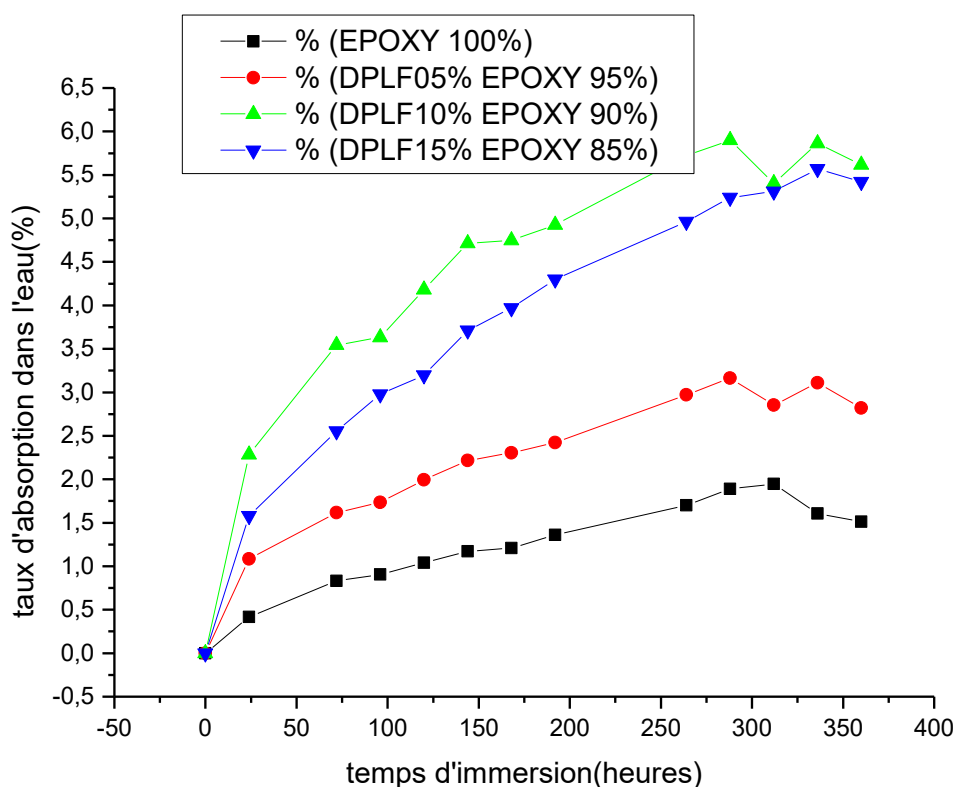
Une étude spectroscopique infrarouge a été réalisée, dans ce qui suit on présente les spectres de la résine époxy (Figure IV.1), de la fibre de palmier dattier DPLF (Figure IV.2), et celui du composite époxy / fibre DPLF (Figure IV.3). Les valeurs des pics d'absorption caractéristiques sont sur les spectres, il est clair qu'une similitude des pics apparaît sur les spectres (Figure IV.4). Les valeurs des fréquences d'absorption et leurs attributions sont exposées dans les tableaux.

## IV. 2. L'absorption de l'eau distillée :

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

Une étude de l'absorption d'eau par nos composites D1 (5%), D2 (10%), D3 (15%), en comparaison avec la résine époxy vierge (100%) à été réalisée.

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

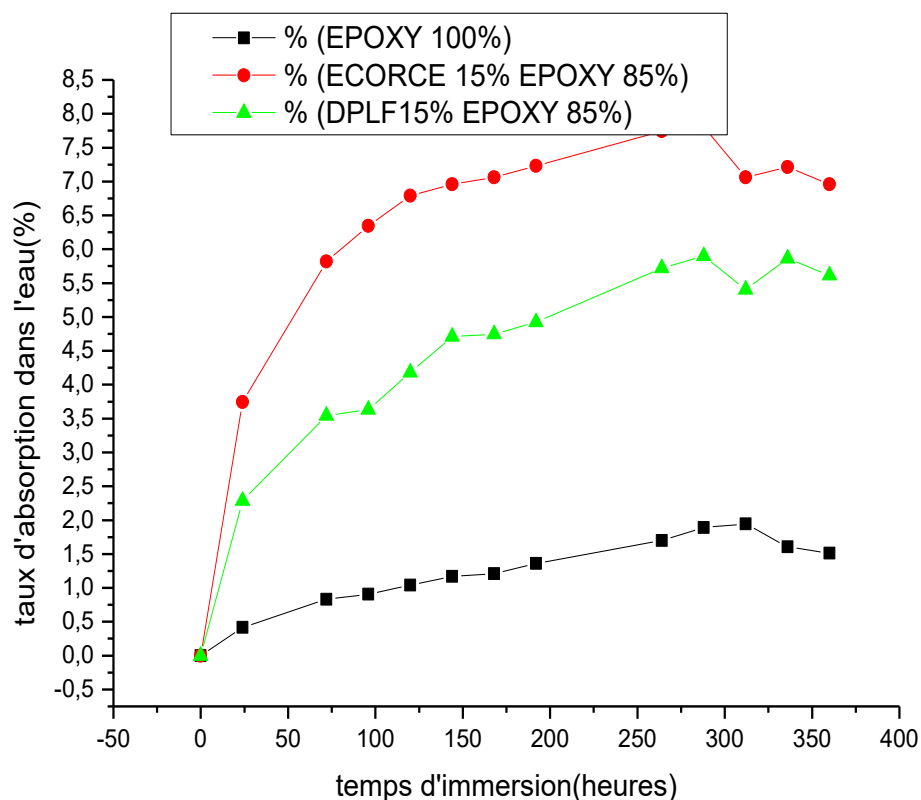


**Figure IV.5:** Influence du taux de fibre DPLF sur l'absorption du composite.

Des morceaux de composites ont été immergés dans les béciers contenant l'eau distillée et suivis par des prélèvements à des intervalles de 24 heures, les résultats obtenus sont illustrés dans la **figure IV.5**. Il apparaît clairement que le taux de la fibre DPLF influe sur le caractère absorbant du composite avec élévation du taux de la fibre incorporée dans la résine, l'absorption d'eau croît, chose claire lorsqu'on sait le caractère de la fibre qui renferme un taux de cellulose de 40%, hémicellulose 12.8% et la lignine 32.2%. L'absorption d'eau croît avec le taux de fibre DPLF incorporée.



## IV .2.2. Influence de la nature de la fibre sur l'absorption :

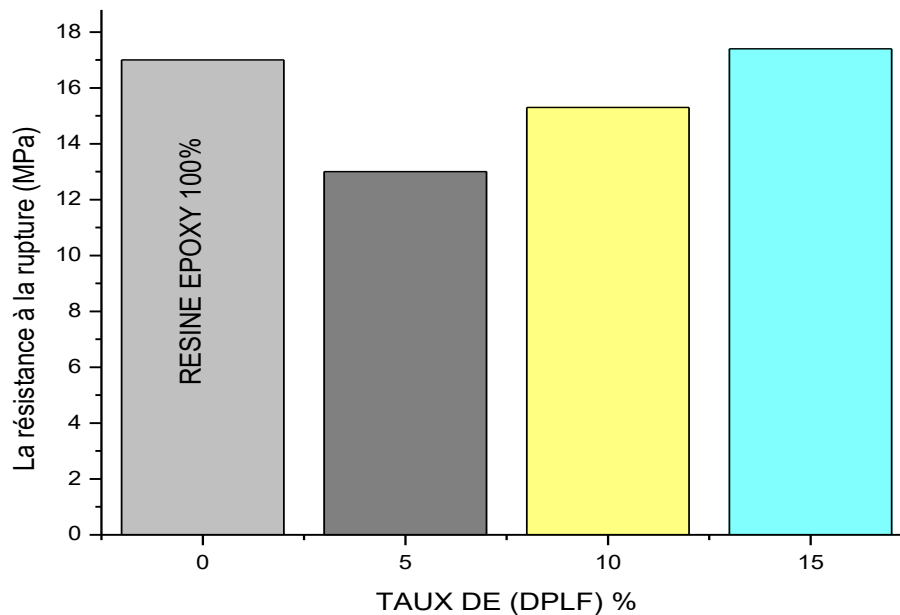


**Figure IV.6:** Influence du taux de la fibre DPLF à 15% et d'écorces d'orange à 15% sur le phénomène d'absorption d'eau.

D'après la (Figure IV.6), il faut noter une certaine anomalie, l'absorption d'eau pour les composites D3 (15%), E3 (15%) a montré qu'elle est maximale pour l'écorce d'orange à E3 (15%), ceci trouve son explication dans le fait que l'écorce d'orange est constituée essentiellement de composés organiques pouvant s'associer à l'eau, par contre la fibre DPLF présentant un taux de cristallinité de 40% relatif à la présence de cellulose, absorbe moins l'eau.

### IV. 3. Les résultats de l'étude mécanique :

Etude des propriétés mécaniques des composites époxy/DPLF.

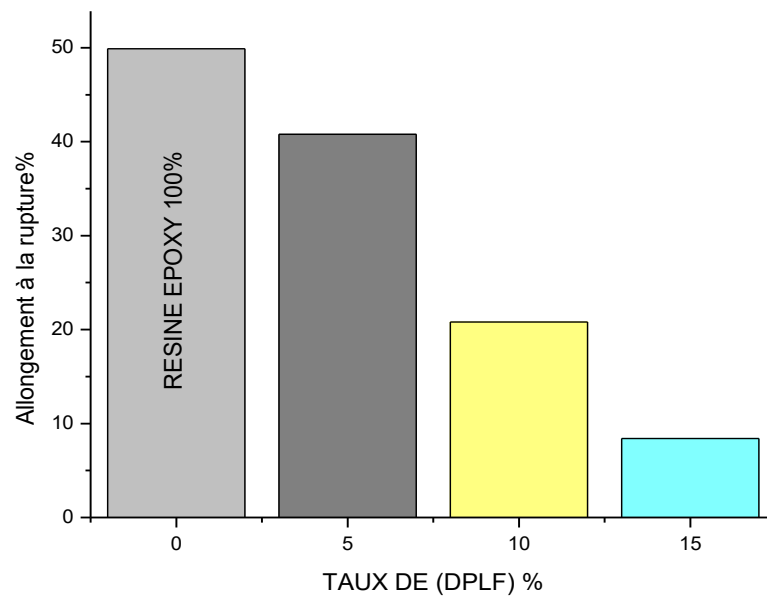
**IV. 3.1- l'influence du taux d'additif (DPLF) sur les propriétés mécaniques:****IV. 3.1.1. Etude de la résistance à la rupture:**

**Figure IV.7 :** Évolution de la résistance à la rupture des compositions résine époxy/DPLF (5%, 10%, 15%).

Les composites D1, D2 et D3 par comparaison à la résine époxy ont une résistance à la rupture supérieure à celle de la résine vierge, cette croissance de la résistance à la rupture est liée à l'augmentation du taux de fibre dans le composite ; la résistance croît avec le taux de fibre car le taux de cristallinité augmente dans la composition ce qui confère une bonne résistance **Figure IV.7.**

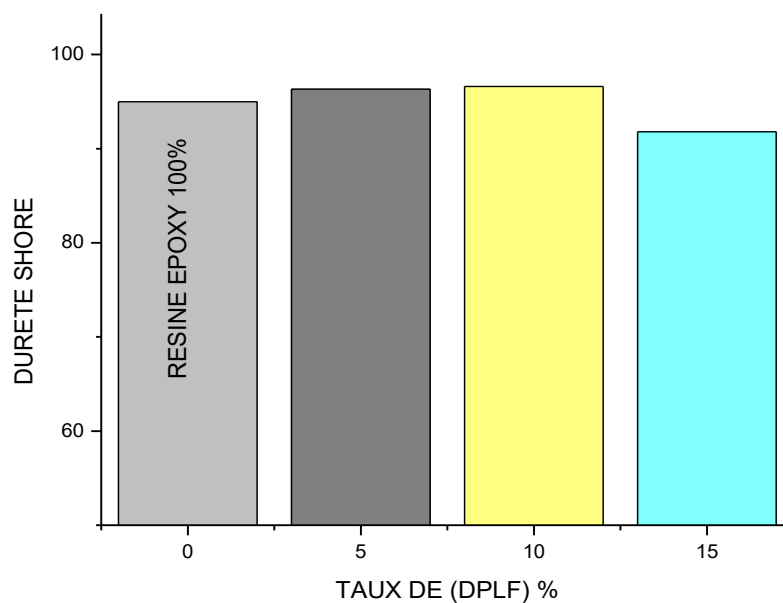
**IV. 3.1.2. Etude de l'allongement à la rupture :**

Pour ce qui est de l'allongement à la rupture **Figure IV.8**, on note une diminution de cette variable avec l'augmentation du taux de fibre DPLF, puisque la rigidité croît pour le composite.



**Figure IV.8 :** Évolution de l'allongement à la rupture de la composition résine époxy/DPLF (5%, 10%, 15%).

#### IV. 3.1.3. Etude de la dureté SHORE :

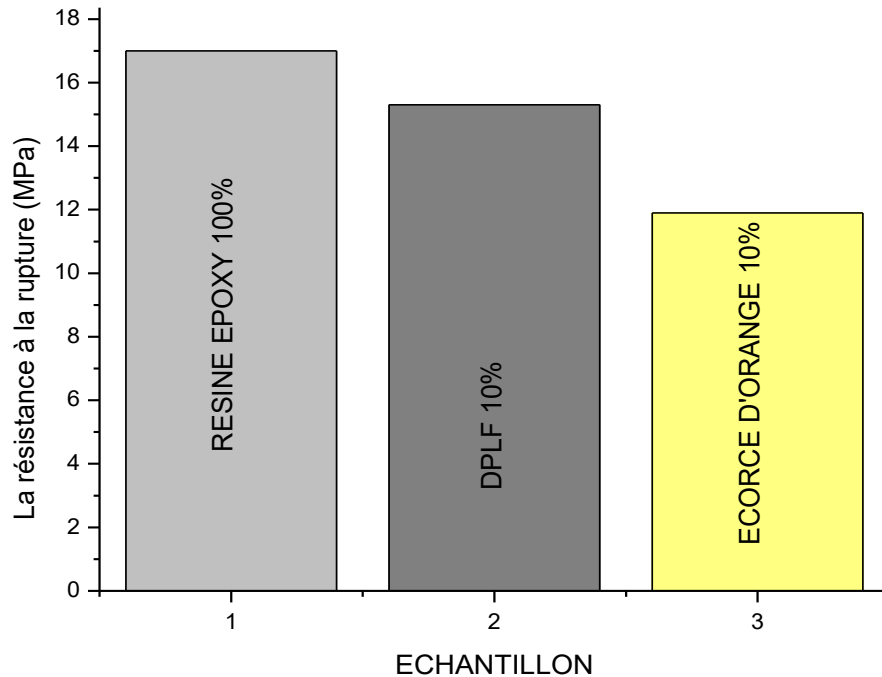


**Figure IV.9 :** Évolution de la dureté Shore des compositions résine époxy/DPLF (5%, 10%, 15%).

Les résultats de la dureté n'ont pas montré une variation appréciable des valeurs (**Figure IV.9**), car la résine époxy est considéré comme polymère thermodurcissable, la dureté shore D s'applique aux polymères thermoplastiques tels que le PVC, le polystyrène PS.

**IV. 3.2.l'influence du type d'additif sur les propriétés mécaniques :**

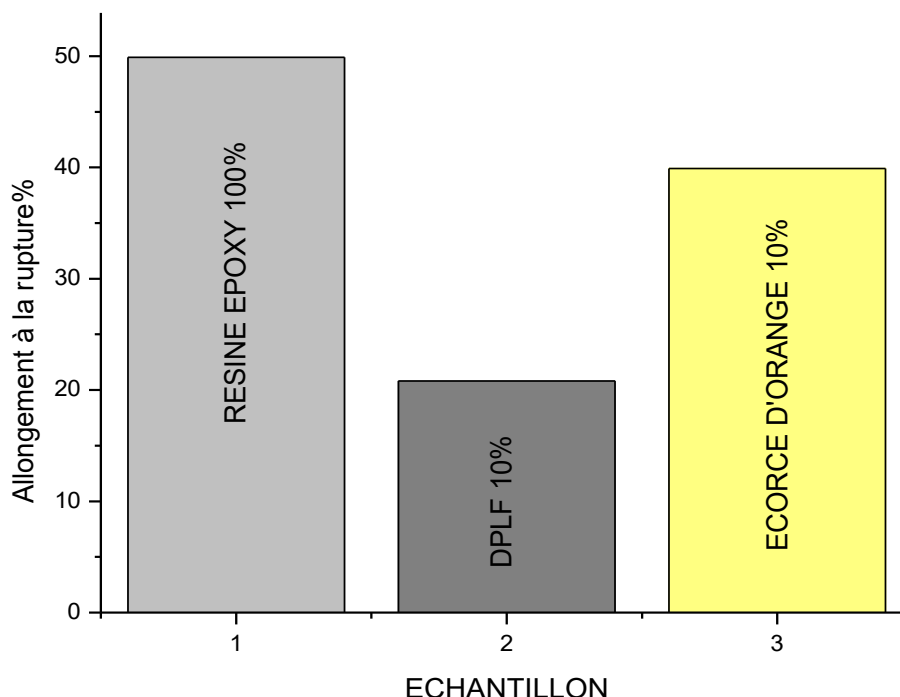
Etude comparative des propriétés mécaniques pour les deux types de fibres.

**IV. 3.2.1.Etude de la résistance à la rupture :**

**Figure IV.10 :** Évolution de la résistance à la rupture des compositions résine époxy/DPLF (10%).- écorce d'orange (10%).

L'étude de la résistance à la rupture des composites D2 et E2 a montré une bonne résistance de D2 comparativement à celle E2, car la fibre DPLF renferme dans sa structure un taux de cristallinité de 40%, constitué de fragments cellulosiques ce qui lui confère une bonne rigidité. Alors que le composite E2, sa résistance diminue, chose que l'on attribue au caractère chimique et à la composition chimique de l'écorce, **Figure IV.10.**

IV. 3.2.2. Etude de l'allongement à la rupture :



**Figure IV.11 :** Évolution de l'allongement à la rupture des compositions résine époxy/DPLF (10%).- écorce d'orange (10%).

Pour ce qui est de l'allongement à la rupture **Figure IV.11**, il diminue lorsque la résistance croît les résultats sont en bon accord avec ceux de la résistance à la rupture.

**Tableau IV.4 :** propriété mécaniques des composites (résine époxy (100%), D1 (5%), D3 (15%))

Echantillon	Taux(en %)	$\sigma$ (MP)	$\epsilon$ (%)	dureté Shore
R0	100	17	49.9	95
D1	5	13	40.8	96.33
D3	15	17.4	8.4	91.8

IV.4. Analyse mécanique dynamique DMA des compositions à base de résine époxy :

L'analyse est basée sur la réponse du matériau à une sollicitation mécanique sinusoïdale en fonction du temps et de la température.

Une étude mécanique dynamique DMA de nos composites relatives au module de conservation, module des pertes, et tangente delta. a été faite sur une série de 03 composites R0 (époxy vierge), D1 et D3.

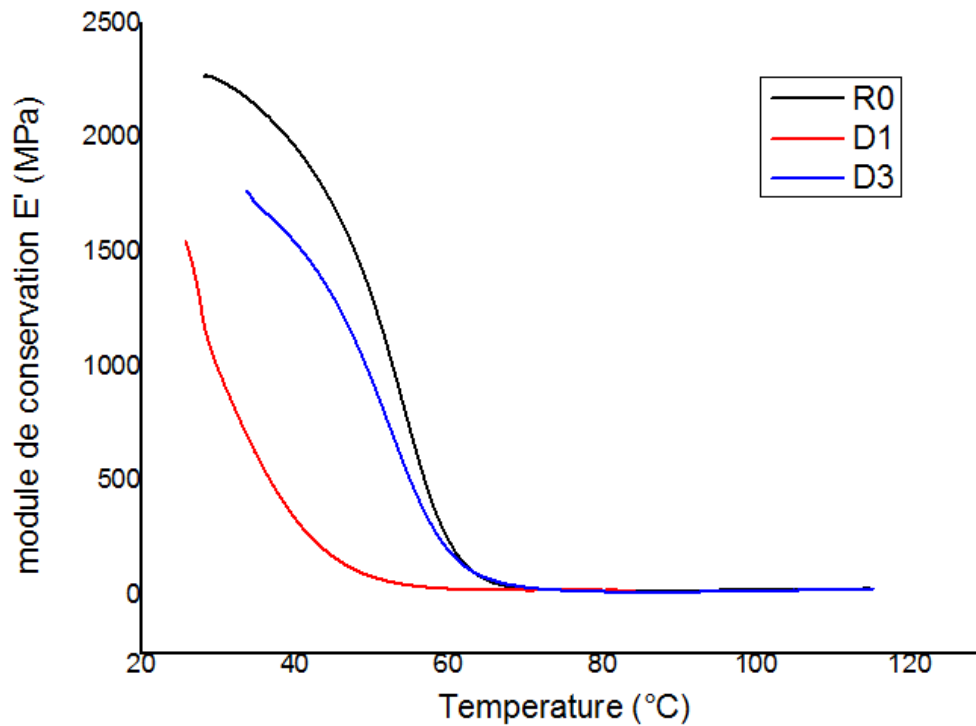
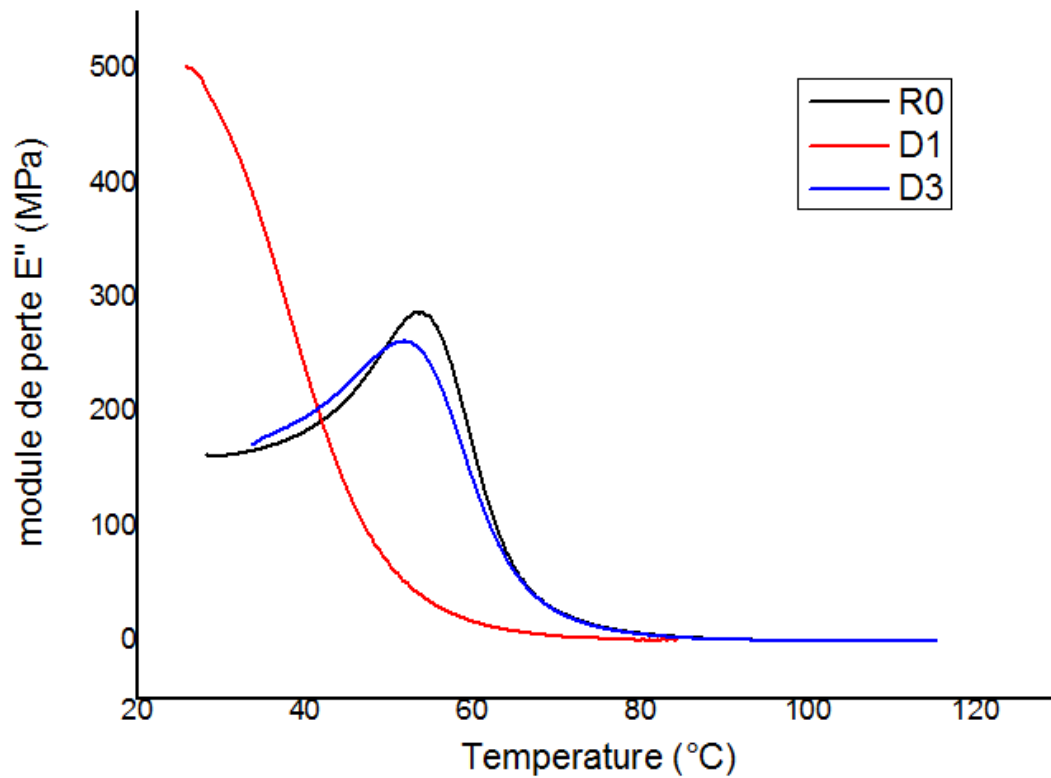


Figure IV.12 : variation du module de conservation  $E'$  des composites (R0, D1, D3) en fonction de la température.

Tableau IV.5 : les valeurs du module de conservation  $E'$  des composites (R0, D1, D3).

Composite	R0	D1	D3
$E'$ à 50 °C	1298.79	82.64	932.31
$E'$ à 60 °C	222.60	30.23	193.55

Les résultats pour le module de conservation  $E'$  sont donnés dans le **Tableau IV.5** et la **Figure IV.12**, on constate que la chute du module de conservation est remarqué pour la résine époxy (chute 1298.79  $\longrightarrow$  222.60 MPa) lorsque la température passe de  $T= 50^{\circ}\text{C}$  à  $T= 60^{\circ}\text{C}$  (**Tableau IV.5**). Les composites D1 et D3, la chute est moins prononcée (voir tableau), ceci à cause de la présence de la fibre, une certaine cohésion entre la matrice organique et la fibre s'installe.

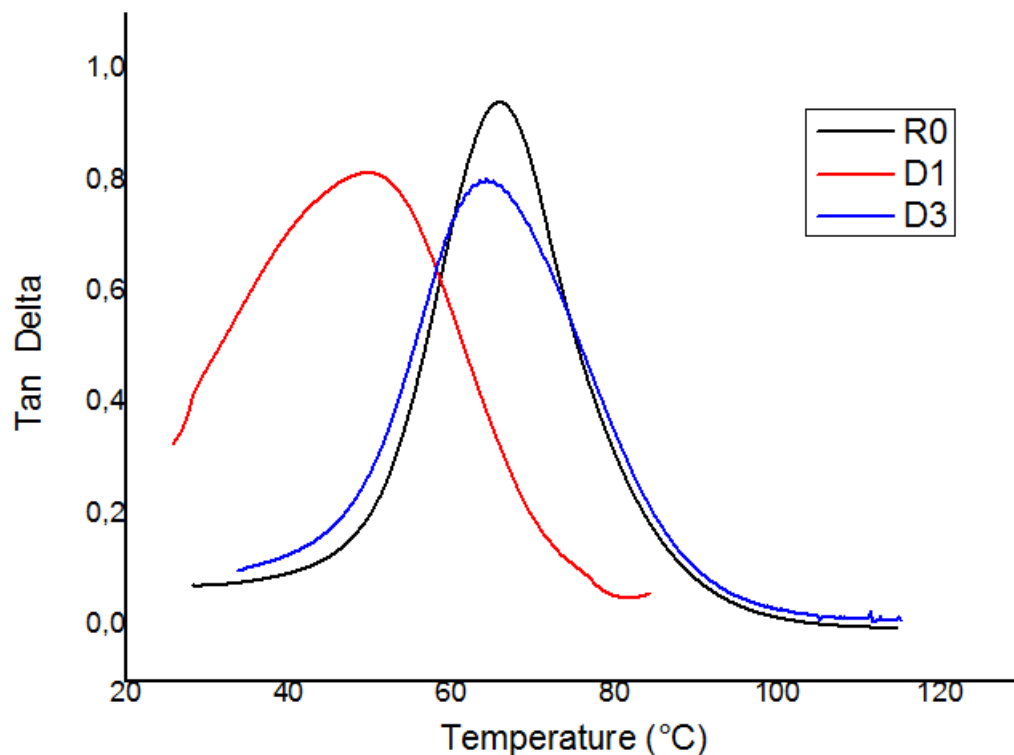


**Figure IV.13** : variation du module des pertes  $E''$  des composites (R0, D1, D3) en fonction de température.

**Tableau IV.6** : les valeurs de module des pertes  $E''$  des composites (R0, D1, D3).

Composite	R0	D1	D3
$E''$ à 50 °C	1298.79	67.59	258.28
$E''$ à 60 °C	162.50	16.87	140.43

Pour ce qui est du module des pertes  $E''$ , la même constatation, les pertes mécaniques chutent brusquement pour la résine vierge, par contre pour les composites D1 et D3, on remarque une diminution moins prononcée (**Tableau IV.6**).



**Figure IV.14** : évaluation du maximum de  $\text{tg}\delta_{\text{max}}$  des composites (R0, D1, D3) en fonction de la température.

**Tableau IV.7** : les valeurs maximales de  $\text{tg}\delta_{\text{max}}$  des composites (R0, D1, D3).

Composite	R0	D1	D3
$T_{\text{max}}$ (°C)	65.86	50.03	64.499
$\text{tg}\delta_{\text{max}}$	0.9628	0.8179	0.7987

L'étude relative à la variable  $\tan \Delta = E''/E'$ , a montré le déplacement du maximum vers les valeurs supérieures de la température pour le composite D3 (les valeurs numériques sont regroupées dans le tableau (**Tableau IV.7**)). on peut supposer que ce déplacement du maximum est lié au taux de la fibre incorporée qui passe de 5% à 15% cette augmentation du taux confère au composite une certaine homogénéité structurale (voir **Tableau IV.7**).



# *Conclusion générale*

## *Conclusion générale*

---

Le travail a pour but l'amélioration de certaines propriétés de la résine époxy additionnée de fibre naturelle (DPLF / écorce d'orange).

Les résultats obtenus pour cette étude à travers les diverses techniques utilisées sont énumérés pour ces composites Résine époxy/DPLF et composite Résine époxy /écorce d'orange comme suit :

L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR a montré qu'une similitude des pics apparaît sur les spectres époxy/DPLF (15%), presque les mêmes bandes d'absorption caractéristiques.

L'étude de l'absorption d'eau par les composites résine époxy /DPLF à différents taux montre que : si le taux de la fibre DPLF augmente, l'absorption par le composite augmente. L'absorption est maximale pour l'écorce d'orange à E3 (15%).

L'étude mécanique complète des composites préparés a montré qu'avec l'augmentation du taux de la fibre DPLF, la résistance à la rupture du composite augmente, et le facteur allongement diminue.

Les résultats de la dureté Shore n'ont pas montré une variation appréciable des valeurs, car la résine époxy est considéré comme polymère thermodurcissable. L'étude de la résistance à la rupture des composite D2 et E2 a une bonne valeur comparativement à celle pour E2, pour l'allongement à la rupture, elle diminue.

L'analyse mécanique dynamique DMA des composites à base de résine époxy a conduit aux résultats suivants :

Pour le module de conservation  $E'$ , on constate une chute brusque de la valeur pour la résine époxy, Par contre les composites D1 et D3, la chute est moins prononcée, à cause de la présence de la fibre.

La même constatation pour le module des pertes  $E''$ .

Pour la variable  $\tan \Delta$ , on a montré que le déplacement des maximums vers les valeurs supérieures de la température est remarqué pour le composite D3, car l'augmentation du taux de la fibre contribue à l'augmentation de la stabilité de la composition.

## Résumé :

L'objectif principal de notre travail de recherche est l'étude des propriétés des composites résine époxy / fibres naturelles cas (DPLF, et écorce d'orange) à diverses proportions pouvant conduire à l'amélioration de la résine . Des composites résine époxy/ DPLF, résine époxy/ écorce d'orange, à des taux de 5, 10, et 15 % en masse ont été élaborés par la technique de moulage de contact. La spectroscopie infrarouge FTIR a été utilisée pour caractériser les structures des composites. L'analyse relative à l'absorption d'eau a montré que le taux d'absorption d'eau augmente avec l'augmentation du pourcentage de la fibre incorporée dans le polymère. Une étude supplémentaire du comportement mécanique résistance et allongement à la rupture a montré qu'avec l'augmentation du taux de la fibre , la résistance à la rupture augmente et l'allongement à la rupture diminue. L'influence de la fibre dans le composite et son incidence sur les paramètres mécaniques a été recherchée. L'analyse par la DMA a montré une chute du module de conservation ainsi que le module des pertes pour la résine époxy, Par contre les composites résine époxy/ DPLF, cette chute est moins prononcée, à cause de la présence de la fibre.

**Mots clés :** résine époxy; composites ; fibre ; DPLF; écorce d'orange.

## المخلص :

الهدف الرئيسي من عملنا البحثي هو دراسة خصائص المركبات القائمة على راتنجات الايبوكسي بواسطة غلاف الألياف الطبيعية (DPLF ، وقشر البرتقال) بنسب مختلفة يمكن أن تؤدي إلى تحسين راتنجات الايبوكسي. تم تطوير مركبات راتنجات الايبوكسي / DPLF ، راتنجات الايبوكسي / قشر البرتقال ، بمعدلات 5 ، 10 ، و 15٪ بالكتلة بواسطة تقنية التشكيل بالتماس. تم استخدام التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء FTIR لتوصيف هياكل راتنجات الايبوكسي. أظهر تحليل امتصاص الماء أن معدل امتصاص الماء يزداد بزيادة نسبة الألياف المدمجة في البوليمر. أظهرت دراسة مقاومة السلوك الميكانيكي والاستطالة عند الكسر أنه مع زيادة معدل الألياف، تزداد المقاومة عند الكسر ويقل الاستطالة. تأثير الألياف في المركب وتأثيرها على المتغيرات الميكانيكية تم البحث فيها. أظهرت دراسة التحليل الميكانيكي الديناميكي (DMA) أن انخفاض في قيم مقياس الحفاظ و مقياس الصياع ل راتنجات الايبوكسي ، من ناحية أخرى ، راتنجات الايبوكسي / مركبات DPLF ، الانخفاض أقل وضوحًا ، بسبب وجود الألياف

**الكلمات المفتاحية :** راتنجات الايبوكسي؛ المركبات الأساسية؛ DPLF. قشر البرتقال.