



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 :
DJOUAMA SIRINE IKRAM

Le : 06/2023

Étude des propriétés mécaniques et mécanique dynamique d'un matériau composite à base de polymère thermodurcissable

Jury :

Mme. KRIBAA OumKaltoum	MCA	Université de Biskra	Présidente
Mme. DJOUDI Lynda	MCB	Université de Biskra	Examinatrice
M. Ahmed MEGHEZZI	Pr	Université de Biskra	Rapporteur

Année universitaire : 2022-2023

Dédicace

"À mes chers parents, pour leur amour, leur soutien indéfectible et leurs sacrifices inlassables. Votre confiance en moi a été ma plus grande source de motivation. Je vous dédie ce mémoire avec gratitude et amour. A celui qui est resté éveillé et fatigué et a donné le précieux, à celui qui est la vie dans la vie. A celui qui nous a inculqué l'amour de la science. Merci maman....Que la paix soit sur toi, Mon père..., aussi longtemps que je souhaitais qu'il soit à mes côtés ce jour-là, que Dieu te bénisse de sa grande miséricorde. Dieu a fait de toi une raison de cultiver la chose la plus pure en moi, et tu m'as poli, alors tu as amélioré ma discipline et mes manières. A mes frères et leurs femmes, Kada et Aida, Halim et Dina, Mohamed, Walid et Sara, et Izak. A mes neveux Habib, Meriem, Ahmed, Rim, Rassim et Ranim. À mes amis et camarades de classe, Samah et Samah Phys, ibtissem, oumnia, Abir, Selma, Roumaissa, Nacira, Warda la sécuritaire du laboratoire LCA, Mohamed et Imad. À mes formidables professeurs, Ma prof du Quran Nacira, pour leur expertise, leurs encouragements et leur dévouement à m'inspirer et à me guider tout au long de ce parcours académique... Pour leurs encouragements, leurs discussions. Votre soutien inébranlable m'a permis de traverser les hauts et les bas de cette aventure. A toutes les personnes qui ont participé à cette recherche, en partageant leurs connaissances, leur temps et leur expertise. Vos contributions précieuses ont enrichi ce mémoire et ont contribué à son excellence. Enfin, à moi-même, pour ma persévérance, ma détermination et ma volonté de repousser mes limites. Ce mémoire est le fruit de mes efforts et représente un jalon important de ma vie académique. Que cette humble dédicace témoigne de ma gratitude éternelle envers chacun d'entre vous. Que ce mémoire contribue à l'avancement des connaissances et inspire les générations futures. Vous m'aimez tous. Souvenez-vous de moi dans vos prières

SIRINE

Remerciements

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

À Monsieur le Professeur Ahmed MEGHEZZI

Je tenais à prendre un moment pour vous exprimer ma plus profonde gratitude pour votre précieuse guidance et votre soutien tout au long de mon parcours. Votre rôle d'encadrant a été essentiel dans mon développement personnel et professionnel, et je souhaite vous remercier sincèrement pour votre investissement.

Votre expertise, votre patience et votre bienveillance m'ont permis de progresser de manière significative dans mon travail. Vos conseils éclairés, votre disponibilité pour répondre à mes questions et votre volonté de partager vos connaissances ont été d'une valeur inestimable. Grâce à vous, j'ai acquis de nouvelles compétences et j'ai pu approfondir ma compréhension des sujets qui m'intéressent. **Merci professeur.**

Mon vifs remerciement vont également aux membres du jury: Dr. Djoudi Lynda, Dr. kribaa Oum kaltoum, maitres de Conférences à l'université de Biskra pour l'intérêt qu'elles ont porté à notre travail en acceptant de l'examiner et de l'enrichir pour leur information.

Tous nos remerciements et appréciations à la Dr. DJOUAMA Hanan, ma cousine, qui m'a beaucoup aidée durant mon parcours universitaire par ses précieux conseils et ses encouragements continus.

Je n'oublie pas non plus mes honorables professeurs, Dr. DJAIL Kamal, Dr. LARAOUI Habiba et Dr. LEHRAKI Faiza, tous mes remerciements et toute mon appréciation.

Je tiens à souligner qu'une partie importante de ce travail de recherche n'aurait pu voir le jour, Sans la disponibilité des responsables de l'entreprise des industries du câble de Biskra (ENICAB), et précisément Mme Amina LOUCIF, Mr. Zine Elabidine Houili, Mlle. Nabila.

Un merci spécial à ma famille, en particulier ma chère **maman**. Pour être toujours à mes côtés.

Résumé

L'objectif de notre recherche se résume dans le procédé de valorisation des déchets naturels à savoir les feuilles de palmier dattier (DPLF) et celle du marc de café (MC) associées à des matrices polymères thermodurcissables d'une résine époxy et ceci dans le but d'en apporter une amélioration des propriétés des polymères. Pour cela, nous avons élaboré des plaques composites contenant le marc de café (MC) et des fibres DPLF à des taux de 2.5, 5, 10 et 15% en masse où les fibres DPLF ont été traitées avec une solution alcaline NaOH à 6% et avec un agent de couplage le composé silane 1%. Pour comprendre certaines propriétés de ces matériaux composites élaborés, nous avons mené plusieurs méthodes de caractérisation. On a réalisé d'une part, une étude spectroscopique FTIR où l'on s'est assuré de la structure chimique des additifs et des composites, une étude du phénomène d'absorption d'eau, d'autre part, une étude mécanique, les principaux résultats de ces études montrent que la fibre traitée s'additionne mieux à la matrice polymère et que le traitement chimique permet à la diminution du pouvoir absorbant. Ce qui se traduit par une élévation de la résistance mécanique. Ainsi qu'une étude morphologique par microscopie électronique à balayage (MEB) montre que le marc de café a une faible adhésion moléculaire avec la matrice polymère à cause de la présence de cavités et de vides interstitiels. Les résultats de l'analyse mécanique dynamique (DMA) ont indiqué que les composites qui renferment 2.5% en poids de fibres traitées au silane ont atteint une bonne conservation de l'énergie suite à la croissance de la rigidité du matériau.

Mots clés : Composite, époxy, feuilles de palmier dattier, marc de café, traitement chimique, analyse mécanique dynamique, absorption.

Abstract

The objective of our research is summarized in the process of valorization of natural waste namely the leaves of date palm (DPLF) and that of coffee grounds (MC) associated with thermosetting polymer matrices of an epoxy resin and this in the aim of providing an improvement in the properties of polymers. For this, we developed composite plates containing coffee grounds (MC) and DPLF fibers at rates of 2.5, 5, 10 and 15% by mass where the DPLF fibers were treated with a 6% NaOH alkaline solution. And with a coupling agent, the 1% Silane compound. To understand certain properties of these elaborate composite materials, we conducted several characterization methods. We carried out on the one hand, an FTIR spectroscopic study where we ensured the chemical structure of the additives and composites, a study of the phenomenon of water absorption, on the other hand, a mechanical study, the main results of these studies show that the treated fiber adds better to the polymer matrix and that the chemical treatment reduces the absorbency. This results in an increase in mechanical resistance. As well as a morphological study by scanning electron microscopy (SEM) shows that the coffee grounds have a weak molecular adhesion with the polymer matrix because of the presence of cavities and interstitial voids. Dynamic mechanical analysis (DMA) results indicated that composites containing 2.5 wt% silane-treated fibers achieved good energy conservation following growth in material stiffness.

Keywords: Composite, epoxy, date palm leaves, coffee grounds, chemical treatment, dynamic mechanical analysis, absorption.

ملخص

يتلخص الهدف من بحثنا في عملية تثمين النفايات الطبيعية ألا وهي أوراق النخيل (DPLF) وبن القهوة المستعملة (MC) المرتبطة بمصفوفات البوليمر المتصلدة بالحرارة لراتنج الإيبوكسي وذلك بهدف توفير تحسين في خصائص البوليمرات. لهذا ، قمنا بتطوير ألواح مركبة تحتوي على ألياف القهوة المطحونة (MC) وألياف DPLF بمعدلات 2.5 و 5 و 10 و 15% بالكتلة حيث تمت معالجة ألياف DPLF بمحلول قلوي NaOH بنسبة 6% ومع عامل اقتتران ، 1% مركب سيلاني لفهم خصائص معينة لهذه المواد المركبة المعقدة ، أجرينا العديد من طرق التوصيف. أجرينا من جهة دراسة طيفية FTIR حيث تأكدنا من التركيب الكيميائي للمواد المضافة والمركبات ، ودراسة ظاهرة امتصاص الماء ، ومن جهة أخرى دراسة ميكانيكية ، وأظهرت النتائج الرئيسية لهذه الدراسات أن تضيف الألياف المعالجة بشكل أفضل إلى مصفوفة البوليمر وأن المعالجة الكيميائية تقلل من الامتصاص. ينتج عن هذا زيادة في المقاومة الميكانيكية. بالإضافة إلى دراسة مورفولوجية عن طريق المسح المجهر الإلكتروني (MEB) تظهر أن القهوة لديها التصاق جزئي ضعيف مع مصفوفة البوليمر بسبب وجود التجاويف والفراغات الخلالية. أشارت نتائج التحليل الميكانيكي الديناميكي (DMA) إلى أن المواد المركبة التي تحتوي على 2.5% بالوزن من الألياف المعالجة بالسيلان حققت حفظاً جيداً للطاقة بعد النمو في صلابة المواد.

الكلمات المفتاحية: مركب ، إيبوكسي ، سعف النخيل ، قهوة مطحونة ، معالجة كيميائية ، تحليل ميكانيكي ديناميكي ، امتصاص.

Table des matières

Dédicace	
Remerciements	
Résumé	
Table des matières	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction générale	1
 CHAPITRE I : GÉNÉRALITÉS SUR LES POLYMÈRES	
1. Introduction	4
2. Polymères	4
3. Différentes classes des polymères	4
3.1 Selon leur origine	5
3.2. Selon leur chaîne macromoléculaire	5
3.2.1. Les Homopolymères	5
3.2.2. Les copolymères	5
4. La formation des polymères	5
4.1 La polymérisation en chaîne	6
4.1.1 Les différents types de polymérisation en chaîne	6
4.2 La polymérisation par étape	7
5. L'importance des polymères dans notre vie	7
6. Les types des polymères	8
6.1 les thermoplastiques	8
6.2 Les thermodurcissables	8
6.3 Les élastomères	9
6.4 Les Élastomères Thermoplastiques (TPE)	9
7. Propriétés des polymères	9
7.1 Propriétés optiques des polymères	9
7.2 Les propriétés mécaniques des polymères	10
7.2.1 Les modules mécaniques	10
7.3 Les propriétés physiques des polymères	11
7.3.1 Les polymères amorphes	11
 CHAPITRE II: LES MATERIAUX COMPOSITES	
1. Introduction	12
2. Matériaux composites	12
3. Composition des matériaux composites	12
3.1 Matrice	13
▪ Matrice thermodurcissable	13
▪ Matrice thermoplastique	15
3.2 Renfort	17
3.2.1Fibre synthétique	17
3.2.2 Fibre hybride	17
3.2.3 Fibre naturelle	17
❖ Classification des fibres naturelles	18
❖ Sources des fibres naturelles	19
❖ Fibres végétales	19
A. Fibre de palmier dattier (DPLF)	19
B. Fibre de café	20

❖ Compositions des fibres	21
➤ La Cellulose	22
➤ L'hémicellulose	22
➤ La lignine	22
3.3 Additifs	22
3.4 Charges	22
4. Classification des matériaux composites	23
4.1 Composites à fibres	23
4.2 Composites à particules	24
5. Traitement chimique de la fibre	24
5.1 Traitement alcalin	24
5.2 Traitement silane	25
6. Travaux antérieurs	26

CHAPITRE III : TECHNIQUES EXPERIMENTALES DE SYNTHÈSE ET DE CARACTÉRISATION

1. Introduction	29
2. Les matériaux utilisés	
2.1 Hydroxyde de sodium NaOH	
2.2 (3-mercaptopropyl) triméthoxysilane (silane)	29
2.3 Acide acétique glacial	30
2.4 Méthanol	31
2.5 La résine époxy	31
2.6 Feuilles de palmier dattier	32
2.7 Durcisseur	33
2.8 Marc de Café	33
3. Techniques expérimentales d'élaboration des composites	34
3.1 Préparation des fibres de palmier dattier	34
3.2. Modification chimique des fibres de palmier dattier	34
3.2.1 Modification chimique des feuilles de palmier dattier par l'hydroxyde de sodium NaOH	34
3.2.2 Modification chimique des feuilles de palmier dattier par l'agent de couplage le(3-mercaptopropyl) triméthoxysilane	35
3.3 Élaboration des composites résine époxy/ DPLF et résine époxy/ marc de Café	36
3.3.1 Les calculs théoriques	36
4. Techniques de caractérisation des composites	40
4.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	40
4.2. Test mécaniques	41
4.3. Microscopie électronique à balayage (MEB)	42
4.4. Test d'absorption d'eau	43
4.5. Analyse mécanique dynamique (DMA)	44

CHAPITRE IV : RESULTAT ET DISCUSSION

1. Introduction	48
2. L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR	48
3. L'absorption de L'eau distillée	53
3.1. Influence du taux de fibre sur l'absorption d'eau	53
• Influence du taux de DPLF sur l'absorption d'eau	53
• Influence du taux de marc de café sur l'absorption d'eau	54
• Influence de traitement de la fibre	54
4. Les résultats d'étude mécaniques	55
4.1. L'influence du taux d'additif sur les propriétés mécaniques	55
➤ L'influence du taux de DPLF	55
➤ L'influence du taux de Café	57
4.2. L'influence du traitement chimique sur les propriétés mécaniques	58
✚ Traitement avec NaOH	59
✚ Traitement avec Silane	60
❖ La dureté Shore	61
5. Étude morphologique des composites Époxy/ DPLF, Époxy/ café	61
• EDX de la fibre	63
6. L'analyse mécanique dynamique (DMA)	67
Conclusion général	69
Référence bibliographique	71
Annexes	

Liste des figures

Figure I.1	Homopolymère du polyéthylène [6].....	5
Figure I.2	Les deux types de la polymérisation par étape [10].....	7
Figure I.3	Une réaction de polycondensation entre le glycol et l'acide carboxylique [10].....	7
Figure I.4	Modules d'Young de différents matériaux en fonction de leurs densités [22].....	11
Figure II.1	Les différents constituants d'un composite [26].....	13
Figure II.2	Synthèse de résine DGEBA (diglycidyléther du bisphénol A) à base de bisphénol A [32].....	14
Figure II.3	Résines de bisphénol-formol (ou bisphénol F) [32].....	14
Figure II.4	Réaction chimique de la production d'un polyester insaturé [32].....	15
Figure II.5	Polymérisation du PVC [37].....	16
Figure II.6	La structure moléculaire du polycarbonate [38].....	16
Figure II.7	Classification des fibres naturelles.....	19
Figure II.8	Hierarchie structurelle des folioles et des parties du rachis du palmier dattier [57], [58], [59].....	21
Figure II.9	Organigramme des différents composites renforcés [64].....	23
Figure II.10	Réaction du naoh avec les groupes hydroxyle –OH de fibres naturelles [67].....	25
Figure II.11	Réaction du naoh avec les groupes –OH de la cellulose [67].....	25
Figure II.12	Traitement silane sur surface d'une fibre [71].....	25
Figure III.1	La formule chimique de (3-mercaptopropyl) triméthoxysilane (silane).....	29
Figure III.2	Le Silane	30
Figure III.3	L'acide acétique glacial CH_3COOH	30
Figure III.4	Le méthanol CH_4O	31
Figure III.5	La résine époxy.....	32
Figure III.6	Palmier dattier.....	32
Figure III.7	Durcisseur.....	33
Figure III.8	Marc de Café.....	33
Figure III.9	Préparation des fibres de palmier dattier.....	34
Figure III.10	Préparation des fibres de palmier dattier DPLF traitées avec une solution de naoh à 6%.....	35
Figure III.11	Préparation des fibres de palmier dattier DPLF traitées avec le silane 1%.....	35

Figure III.12	Le moule a utilisé.....	36
Figure III.13	Les différentes plaques préparées.....	38
Figure III.14	Spectromètre Agilent Cary 630 FTIR.....	41
Figure III.15	Les étapes de réalisation du test de traction.....	42
Figure III.16	Microscope électronique à balayage (MEB/EDX) de type Thermo Fisher Prisma E.....	43
Figure III.17	Test d'absorption d'eau.....	44
Figure III.18	Instrument du DMA (analyse mécanique dynamique) de type TA, Q800.....	47
Figure III.19	Mesures des dimensions.....	47
Figure III.20	Échantillon et support.....	47
Figure IV.1	Spectre FTIR de l'époxy 100%.....	48
Figure IV.2	Spectre FTIR de DPLF non traitée.....	49
Figure IV.3	Spectre FTIR de DPLF traitée avec NaOH.....	49
Figure IV.4	Spectre FTIR de DPLF traitée avec Silane.....	50
Figure IV.5	Spectre FTIR de café.....	50
Figure IV.6	Spectre FTIR des additifs.....	51
Figure IV.7	Spectre FTIR des époxy / DPLF avec différents pourcentages, époxy / Café.....	52
Figure IV.8	L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps époxy / DPLF avec différent pourcentage.....	53
Figure IV.9	L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps époxy / marc de café avec différent pourcentage.....	54
Figure IV.10	L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps époxy / DPLF traitée NaOH avec différent pourcentage.....	54
Figure IV.11	L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps époxy / DPLF traitée Silane avec différent pourcentage.....	55
Figure IV.12	Évolution de la résistance à la rupture des composites Époxy/DPLF NT.....	56
Figure IV.13	Évolution de l'allongement à la rupture des composites Époxy/DPLF NT.....	56
Figure IV.14	Évolution de la résistance à la rupture des composites Époxy/marc de Café.....	57
Figure IV.15	Évolution de l'allongement à la rupture des composites Époxy/marc de Café.....	58
Figure IV.16	Histogramme de la résistance à la rupture des composites Époxy/ DPLF traitée avec NaOH..	59
Figure IV.17	Histogramme de l'allongement à la rupture des composites Époxy/ DPLF traitée avec NaOH	59
Figure IV.18	Histogramme de la résistance à la rupture des composites Époxy/ DPLF traitée avec Silane...	60
Figure IV.19	Histogramme de l'allongement à la rupture des composites Époxy/DPLF traitée avec Silane	60

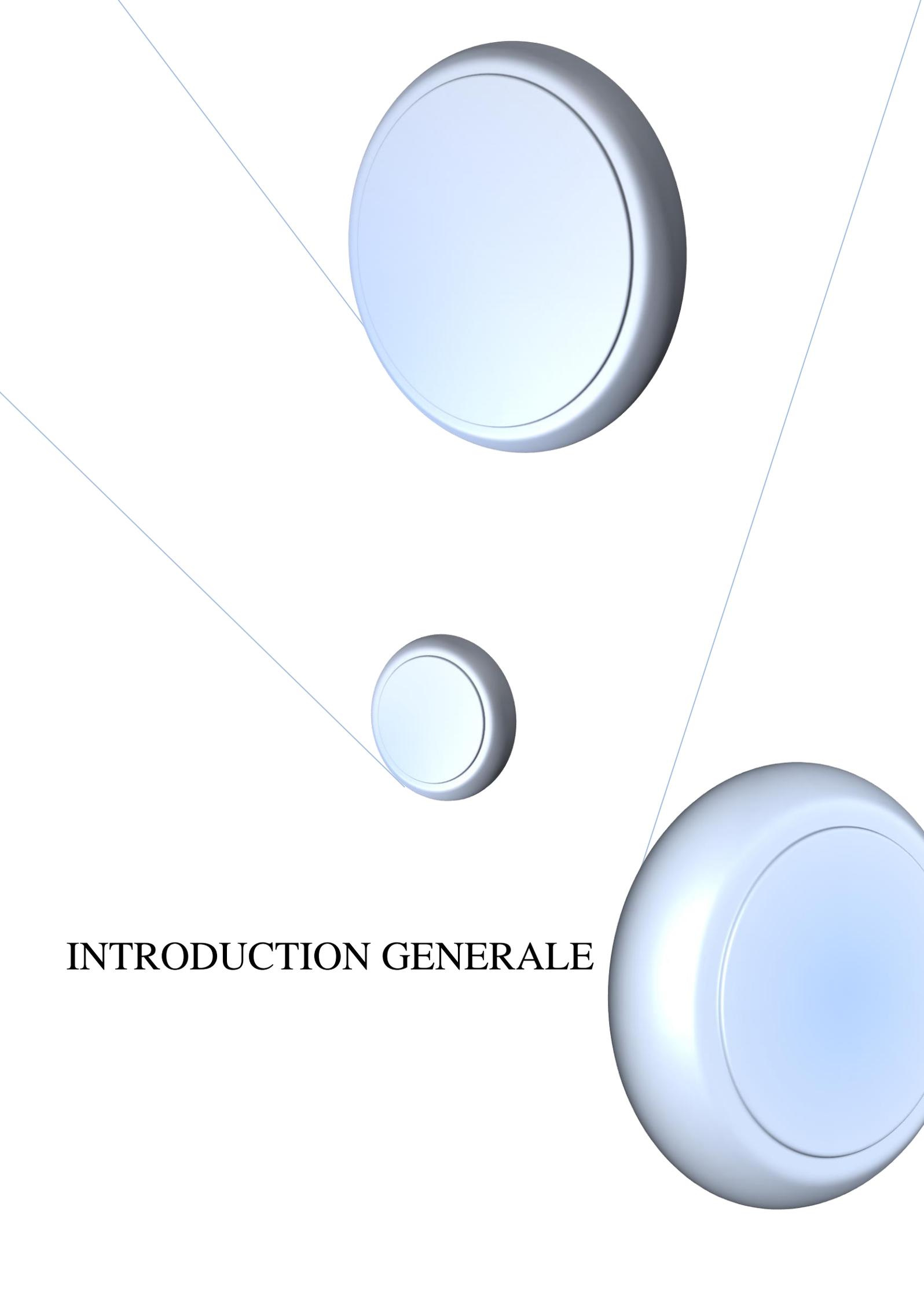
Figure IV. 20	Micrographie MEB de composite Époxy 90%/ DPLF 10% traitée NaOH	61
Figure IV. 21	Micrographie MEB de composite Époxy/ marc de marc de café 10%.....	62
Figure IV. 22	Micrographie MEB de composite Époxy / DPLF NT 10%.....	62
Figure IV. 23	Micrographie MEB de composite Époxy 95% / DPLF 10% traitée Silane	63
Figure IV. 24	EDX du DPLF traitée Silane.....	63
Figure IV. 25	EDX du DPLF traitée NaOH	64
Figure IV. 26	Module de conservation et celle de perte de la résine vierge.....	65
Figure IV. 27	Module de conservation et celle de perte du composite S10.....	65
Figure IV. 28	Module de conservation et celle de perte du composite S11.....	66
Figure IV. 29	Module de conservation et celle de perte du composite S18.....	67
Figure IV. 30	Évaluation de la TAN DELTA des différents composites en fonction de la température.....	67

Liste des tableaux

Tableau II.1	Principaux avantages et limites d'utilisation des résines de stratification [34].....	15
Tableau II.2	Différents constituants/propriétés de la fibre de palme dattier [52], [53], [54]	20
Tableau III.1	Les caractéristiques de l'hydroxyde de sodium NaOH.....	29
Tableau III.2	Les caractéristiques du (3-mercaptopropyl) triméthoxysilane (silane)	30
Tableau III.3	Les caractéristiques de l'acide acétique glacial (CH₃COOH).....	31
Tableau III.4	Caractéristiques du méthanol.....	31
Tableau III.5	Les caractéristiques de la résine époxy d'après la fiche technique.....	32
Tableau III.6	Différents rapports des différents composites.....	39
Tableau III.7	Les dimensions de nos échantillons.....	45
Tableau III.8	Les différentes compositions des composites.....	46
Tableau IV.1	Fréquences caractéristiques de l'époxy100%.....	48
Tableau IV.2	Fréquences caractéristiques des différents additifs.....	51
Tableau IV.3	Fréquences caractéristiques des différents composites.....	52
Tableau IV.4	Propriétés mécaniques des compositions de Époxy / DPLF NT.....	56
Tableau IV. 5	Propriétés mécaniques des composites de EPOXY /Café.....	57
Tableau IV. 6	Propriétés mécaniques des composites de Époxy/DPLF traitée.....	58
Tableau IV.7	Les valeurs du module de conservation (stockage) (E') et de perte (E'') des différent composite.....	64
Tableau IV.8	Les valeurs du TAN DELTA des différentes composites.....	68

Liste des abréviations

DPF	Fibre de palmier dattier
MC	Marc de café
NT	Non traitée
TPE	Élastomères thermoplastiques
Tg	Température de transition vitreuse
Tf	Température de fusion
Td	Température de décomposition thermique
FTIR	Spectroscopie infra rouge à Transformée de Fourier
EP	Époxy
MEB	Microscopie électronique à balayage
DMA	Analyse mécanique dynamique

The image features three blue, 3D-rendered spheres of different sizes. One large sphere is at the top center, a smaller one is in the middle, and another large one is at the bottom right. Two thin blue lines intersect to form a large triangle that encompasses the spheres. The text 'INTRODUCTION GENERALE' is positioned in the lower-left area of the page.

INTRODUCTION GENERALE



Alléluia, qui a créé les cieux et la terre et l'entre-deux. Alléluia, qui a honoré les fils d'Adam avec la science et a exploité les causes et les facteurs pour développer, et travailler dur jusqu'à ce que la science a atteint sa fin. Néanmoins, "Au nom d'Allah, le Tout Miséricordieux, le Très Miséricordieux... et vous n'avez été donné que peu de connaissance." Le plastique est un matériau polymère, pouvant comporter différents additifs afin d'améliorer ses propriétés. Le polymère est un assemblage de macromolécules (molécule de haut poids moléculaire) constituées d'unités répétitives appelées motifs [1].

Les plastiques peuvent être classés selon qu'ils sont fabriqués à partir de produits naturels transformés (cellulose régénérée) ou de produits entièrement synthétiques. Ils peuvent ensuite être classés selon leur méthode de fabrication en fonction de leurs réactions de polymérisation, soit des réactions de condensation ou d'addition. Ils sont ensuite divisés, selon leurs propriétés physiques, en thermoplastiques, élastomères et thermodurcissables [2].

Des volumes importants de déchets de plastique sont éliminés dans les sites d'enfouissement à l'échelle mondiale chaque année et cela peut prendre de nombreuses années à se décomposer en raison de sa faible dégradation. La mise au point de composites plastiques renforcés de fibres végétales permettrait de réduire ce problème de pollution de l'environnement [3].

La relation entre la structure et le rendement des matériaux composites à base de polymères a progressé rapidement dans un autre contexte, c'est grâce à la capacité accrue de travailler et de caractériser au niveau nanométrique. La performance future des matériaux est basée sur les connaissances relation de profondeur : composition-morphologique, composition-propriétés. [5].

Les composites à base de fibres végétales se trouvent de plus en plus dans des applications industrielles et leurs utilisations augmentent de jour en jour. Les principales raisons sont la disponibilité d'un grand éventail de fibres végétales, le respect de l'environnement et la recyclabilité quand ils sont combinés avec des polymères adéquats [4]. Les additifs sont des composés modifiant les propriétés physico-chimiques et mécaniques du matériau telle que sa résistance au rayonnement UV grâce aux antioxydants, l'amélioration des propriétés mécaniques par les plastifiants, la résistance au feu par l'utilisation d'ignifugeants, ou encore sa coloration par l'utilisation de pigments organiques ou inorganiques. Grâce à ces additifs, le plastique devient alors plus durable, souple et léger ce qui contribue à diversifier ses applications [1].



L'adhésion entre la surface hydrophile des fibres et le polymère hydrophobe utilisé comme matrice est faible et, donc, la capacité de renforcement réduite [5].

Le traitement des fibres naturelles et de certains additifs utilisés dans le composite assure la modification de la tension à l'interface et l'augmentation des propriétés mécaniques. Le problème lié montre comment le taux et le type de la fibre influent sur les propriétés physiques d'un matériau composite.

C'est pour cette raison que cette étude a été réalisée dans le but d'élaborer et de caractériser de nouveaux matériaux composites à base de résine époxy en tant que matrice polymérique renforcée par le marc de café et le palmier dattier afin d'améliorer les propriétés de ces polymères et ainsi la valorisation des déchets locaux une fois associés à ces polymères. la motivation principale pour notre choix de ce type de fibre est de prendre en compte l'aspect économique et l'abondance de ces fibres dans notre pays et en particulier notre région.

Afin d'atteindre les objectifs de cette recherche, ce mémoire est organisé en quatre chapitres :

Le premier chapitre est destiné à des généralités sur les polymères tels que leurs classifications, types, propriétés physicochimiques.

Le deuxième chapitre est centré sur les matériaux composites, leurs propriétés, leurs compositions, les types des fibres et leur modification chimique afin d'améliorer l'adhésion avec la matrice organique, et il se termine par des travaux antérieurs.

Le troisième chapitre est scindé en trois parties, la première partie est consacrée à la description des matériaux utilisés dans notre étude. La deuxième est destinée à la méthode d'élaboration des différents composites. Enfin, la troisième partie traite les différentes techniques de caractérisation.

Le quatrième et le dernier chapitre dans lequel nous avons présenté et interprété les différents résultats obtenus. des composites Époxy/ DPLF traitée et non traitée, Époxy/ marc de café.

Enfin, ce mémoire se termine par une conclusion générale dans laquelle nous résumons les principaux résultats obtenus dans le cadre de cette étude, en soulignant les perspectives de recherche.

Et les dimensions du sujet de recherche qui n'ont pas été étudiées feront l'objet de perspectives futures.



Référence bibliographique

[1] Deshoules, Q. (2020). Influence du vieillissement des polymères sur la formation et le comportement des microplastiques en milieu marin. Thèse de doctorat. Université de Bretagne occidentale-Brest.

[2] Brandsch, J. Piringer, O. (2000). Characteristics of plastic materials. Plastic packaging materials for food: Barrier function, mass transport, quality assurance, and legislation, 9-45.

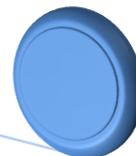
[3] Maou, S. Meghezzi, A. Grohens, Y. Meftah, Y. Kervoelen, A. Magueresse, A. (2021). Effect of various chemical modifications of date palm fibers (DPFs) on the thermo-physical properties of polyvinyl chloride (PVC)–high-density polyethylene (HDPE) composites. Industrial Crops and Products, n°171, 113974.

[4] Amroune, S. (2016). Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier. Thèse de doctorat. Université de GUELMA.

[5] FIBER, E. (2007). L'effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matières plastiques. Rev. Roum. Chim, n°52(4), 409-414.

The image features three blue, 3D-rendered spheres of varying sizes. One large sphere is at the top center, a smaller one is in the middle, and another large one is at the bottom right. Two thin blue lines intersect to form a triangle, with the spheres positioned near its vertices. The background is white.

CHAPITRE I: GÉNÉRALITÉS SUR LES POLYMRES



1. Introduction

Les polymères sont des matériaux avancés largement utilisés, qui se trouvent presque dans tous les matériaux utilisés dans notre quotidien de la vie. À ce jour, l'importance des polymères a été beaucoup plus mise en évidence en raison de leurs applications dans différents domaines des sciences, des technologies et de l'industrie [1].

Presque tout autour de nous est composé de polymères, comme : vêtements sont composés de synthétique les fibres, la fibre de verre, tous les sacs sont en plastique, peintures, dispositifs électroniques à base de polystyrène, valves cardiaques en silicone, médical à base de polypropylène seringues, cathéters, tubes, à base de polyuréthane coussins et mousses utilisés dans les hôpitaux et la liste est innombrable [2].

2. Polymères

Un polymère est une substance composée de longues chaînes moléculaires appelées macromolécules. Est constitué de longues chaînes ou les unités de répétition sont toutes les mêmes (homopolymère) ou de nature différente (copolymère).

Une macromolécule résulte de l'enchaînement par liaison covalente, d'unités constitutives (ou groupe d'atomes) appelées « mères » qui signifie « partie ».

Tandis que les liaisons inter chaînes sont plus faibles. La présence de liaisons faibles et fortes apporte aux matériaux polymères des propriétés physicochimiques particulières [3], [4].

3. Différentes classes des polymères

Les polymères peuvent être classés selon plusieurs critères :

3.1 Selon leur origine

On peut les classer en trois catégories :

- Les polymères naturels

Les polymères naturels sont issus des règnes végétal ou animal. On peut cependant mentionner, dans cette catégorie, la famille des polysaccharides (cellulose, amidon...), celle des protéines (laine, soie...), le caoutchouc naturel, etc.

- Les polymères artificiels

Les polymères artificiels sont obtenus par modification chimique de polymères naturels, de façon à transformer certaines de leurs propriétés, les esters cellulosiques (nitrocellulose, acétate de cellulose...) ont toujours connu une certaine importance économique.

- Les polymères synthétiques

Les polymères synthétiques totalement issus du génie de l'homme, sont obtenus par polymérisation de molécules monomères. Leur variété est extrême et ce sont eux qui seront le plus souvent considérés par la suite [5].



3.2. Selon leur chaîne macromoléculaire

La nature et l'enchaînement des motifs répétitifs dans la chaîne polymère permettent de classer les polymères en homopolymères et copolymères

3.2.1. Les Homopolymères

Une caractéristique des macromolécules polymères employées comme matériaux est que l'assemblage A_n (A c'est le groupe d'atomes que le polymère est constitué, n c'est le nombre entier de plusieurs centaines) est toujours un enchaînement -A-A-A-A- comme dans un collier, c'est-à-dire que la molécule ne comporte que des chainons -A- identiques

Exemple : le polyéthylène

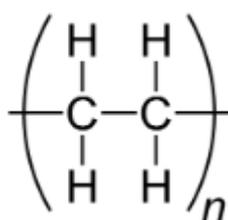


Figure 1.1 : homopolymère du polyéthylène [6]

3.2.2. Les copolymères

Il arrive que des chainons de natures différentes A, B soient présents comme :

A-A-B-A-B-B-B-A-B on parle de copolymère statistique

Ou A-A-A-A-B-B-B-B on parle de copolymère à blocs

Ou A-B-A-B-A-B-A-B on parle de copolymère alterné [7].

3.3. Selon leur structure chimique

- à chaîne carbonée non saturée (exemple : polyisoprène)
- à chaîne carbonée saturée (exemple : polyéthylène)
- à chaîne non carbonée (exemple : poly (diméthyle siloxane) ou silicone) [3].

4. La formation des polymères

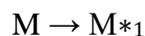
Les méthodes de préparation des macromolécules peuvent se classer en deux types de réaction de polymérisation, La polymérisation en chaîne et La polymérisation par étapes.



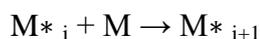
4.1 La polymérisation en chaîne

Il est d'usage, pour une polymérisation en chaîne, de distinguer les phases d'amorçage, de propagation et de terminaison.

La réaction d'amorçage consiste en l'activation du monomère M avec formation d'un centre actif primaire :

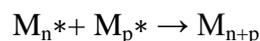


Dans la phase de propagation, la croissance de la macromolécule résulte de répéter un grand nombre d'additions successives de molécules monomères sur le centre actif formé :

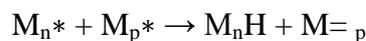


La phase de terminaison consiste en la désactivation de la chaîne en croissance avec perte simultanée d'un centre actif. Le mécanisme se fait de deux façons :

Soit par la combinaison selon la réaction suivante :



Soit par dismutation (transfert d'un atome H) :



En plus des trois étapes principales précédentes, certains systèmes donnent lieu au phénomène de *transfert*, lequel peut être schématisé par :



T: agent de transfert

Pour certaines méthodes de polymérisation conventionnelle, les trois étapes principales ainsi que le transfert sont simultanés, ce qui signifie que toute chaîne est amorcée, propagée et terminée ...et les centres actifs transférés.

4.1.1 Les différents types de polymérisation en chaîne

Le détail des réactions intervenant dans la polymérisation en chaîne, ainsi que leur probabilité de se produire, dépendent non seulement de la nature du monomère, mais aussi fortement de la nature du centre actif.

On distingue quatre types de polymérisation en chaîne :

- la polymérisation radicalaire, dans laquelle le centre actif est un radical M_i^*
- la polymérisation anionique, dans laquelle le centre actif est un carbanion M_i^-



- la polymérisation cationique, dans laquelle le centre actif est un carbocation M_1^+
- la polymérisation par complexe de coordination, dans laquelle la géométrie du centre actif est contrôlée. Pour que ce soit un complexe de coordination entre le monomère et un atome métal de transition [5], [8].

4.2 La polymérisation par étape

Une réaction chimique entre les molécules de base avec plusieurs groupes fonctionnels est connue sous le nom de polycondensation. Les polycondensats, une classe de macromolécules, sont créés à la suite de ce processus. Typiquement, les réactions de condensation comprennent Produits chimiques à usage unique. La structure moléculaire de la polycondensation est basée sur des monomères à fonctions doubles ou multiples. La construction de la chaîne implique des réactions de condensation entre les groupes fonctionnels portés par les molécules monomères et les molécules polymères nouvellement formées [9].

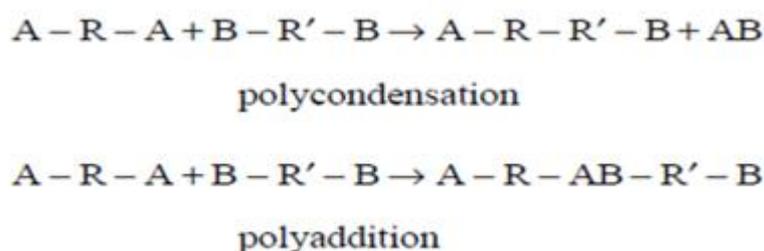


Figure 1.2 : les deux types de la polymérisation par étape [10]

Et la polyaddition, dans lequel, comme son nom l'indique, les monomères réagissent sans l'élimination d'une petite molécule.

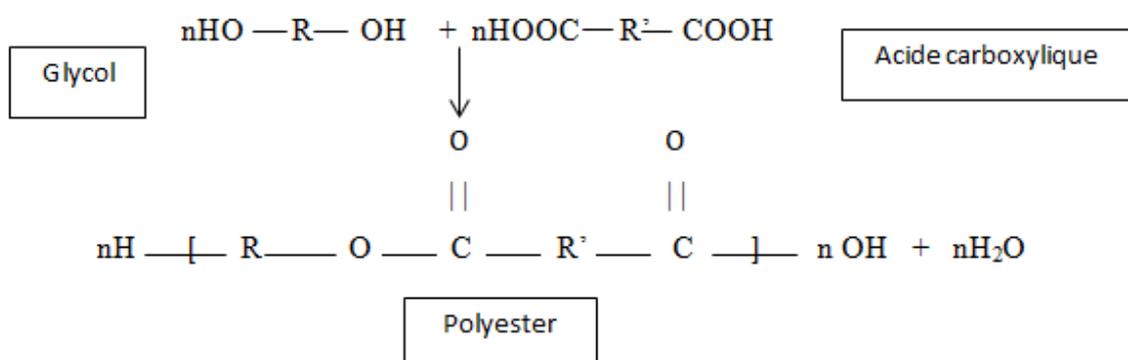
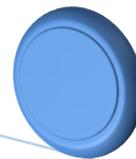


Figure 1.3 : une réaction de polycondensation entre le glycol et l'acide carboxylique [10]

5. L'importance des polymères dans notre vie

Les polymères ont de nombreux atouts vis-à-vis de notre environnement. Dans le secteur des matériaux, les polymères présentent de nombreux avantages vis-à-vis de l'environnement :

- consommation modérée des ressources de la planète (pétrole en particulier).



- leur recyclabilité.
- Leur production et leurs champs d'application sont en accroissement régulier, ce qui peut avoir pour conséquence de générer un flux croissant de déchets en fin de vie.
- faiblement consommateurs de ressources naturelles [11].
- leurs qualités pratiques exceptionnelles comme la facilité de mise en œuvre.
- leur faible masse volumique.
- leur coût moins onéreux dans le marché [9].

L'industrie plastique est parmi les plus importantes activités industrielles chimiques en termes de quantité et diversité des secteurs d'applications tels que : [12]

- les secteurs d'automobile, aéronautique où ils permettent des gains de consommation en carburant non négligeables [11].
- l'électronique.
- le textile.
- l'optique [9].
- l'emballage des produits alimentaires, emballage de transport.

6. les types des polymères

6.1. les thermoplastiques

Les thermoplastiques constituent une importante classe de matériaux synthétiques utilisés de plus en plus dans diverses applications. Par exemple, dans le bâtiment et la construction, les thermoplastiques remplissent diverses fonctions comme éléments légers structuraux et décoratifs ou comme parties auxiliaires d'autres matériaux et éléments [13].

Ils sont constitués de chaînes indépendantes : la cohésion entre macromolécules est assurée uniquement par les liaisons faibles, les thermoplastiques sont le plus souvent obtenus par polyaddition [14].

Ils sont mis en œuvre par élévation de température qui provoque la fusion ou le ramollissement, ils sont donc également déformables sous l'action de la chaleur [15].

Par exemple : le polychlorure de vinyle (PVC), le polystyrène (PS) ...

6.2. Les thermodurcissables

Leurs chaînes sont fortement réticulées par des liaisons covalentes dans les trois directions de l'espace d'autant plus rigides que le réseau tridimensionnel est plus dense. Leur «réticulation» obtenue le plus souvent sous l'effet de la chaleur est irréversible, ces produits résistent donc mieux l'effet de la chaleur ils sont obtenus en général par polycondensation de monomères à l'état liquide, dont la réaction de « prise » est accélérée par la température [14], [15].



Exemple : La résine polyester insaturée UP, la résine époxy ...

6.3. Les élastomères

Un élastomère ou du caoutchouc est un matériau qui subit de grandes (jusqu'à 400 % ou plus), déformations réversibles au faibles contraintes. Ces caractéristiques sont satisfaites par flexibilité, Gross-molécules de polymère liées [16].

Les ponts entre les macromolécules sont obtenus en cours de vulcanisation. Cette vulcanisation est indispensable pour rendre un article fini, en caoutchouc, utilisable en pratique [17].

Les élastomères ne présentent pas de point de fusion. Leur zone de transition vitreuse est située aux alentours de -70 °C. Au-dessus de cette température, ils sont dans un état dit caoutchoutique. Les caoutchoucs et élastomères sont les seuls matériaux industriels qui retournent pratiquement à leurs dimensions initiales après avoir subi des déformations importantes. Ceci les rend irremplaçables pour résoudre de façon simple et peu onéreuse les problèmes de liaisons élastiques ou souples, d'amortissement et d'étanchéité [18].

6.4. Les Élastomères Thermoplastiques (TPE)

Les élastomères thermoplastiques sont des produits intermédiaires entre les caoutchoucs et les matières thermoplastiques. Ils constituent une famille de matériaux (apparition du concept dans les années 1960) et, de par leur structure hétérogène constituée de domaines souples et rigides, ils se situent à mi-chemin entre les élastomères et les thermoplastiques. Ils possèdent des propriétés élastomères mais qui sont mis en œuvre comme les thermoplastiques c'est-à-dire sans opération de réticulation [19].

7. Propriétés des polymères

En général, l'utilisation des matériaux est limitée par leurs propriétés ultimes. Par conséquent, l'utilisation de matériaux polymères est particulièrement limitée par la dégradation thermique, l'exposition aux rayonnements, aux produits chimiques et aux champs électriques élevés.

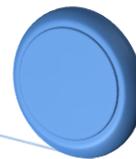
Nous traitons ici certaines propriétés, par exemple : [3]

7.1. Propriétés optiques des polymères

Les matériaux polymères, à quelques rares exceptions, sont des milieux transparents dans le domaine visible. Ceci s'explique par :

- ❖ Ces matériaux ne possèdent pas d'électrons libres (à l'exception des polymères conjugués et dopés).
- ❖ La contribution de la polarisation ionique est négligeable.
- ❖ La principale contribution provient de la polarisation électronique.

De plus ces matériaux sont isotropes à l'échelle de la longueur d'onde, si bien qu'ils se comportent comme des matériaux non biréfringents. Pour un matériau homogène et isotrope, (ex. un polymère



amorphe non orienté) l'origine de l'absorption de rayonnement dans le domaine visible provient d'une part d'un phénomène de diffusion élastique provoqué par les fluctuations spatiales de densité (donc d'indice de réfraction) existant dans les structures non cristallines et d'autre part des modes propres de vibrations moléculaires [9].

7.2. Les propriétés mécaniques des polymères

Les propriétés mécaniques des matériaux sont d'un grand intérêt, puisqu'elles conditionnent non seulement les problèmes de mise en forme des matériaux, mais également leur comportement en service dans des applications industrielles extrêmement diversifiées. Le choix du matériau d'une pièce industrielle dépendra des propriétés mécaniques comme la résistance, la dureté et la ductilité, il est donc nécessaire de mesurer ces grandeurs physiques, par des essais mécaniques. L'essai de traction est le procédé expérimental le plus largement utilisé dans l'étude du comportement mécanique des matériaux, il permet de déterminer qualitativement si un matériau est fragile ou ductile rigide ou souple. Il aide aussi à quantifier certaines propriétés mécaniques, telles que le module d'élasticité, la résistance maximale ou la contrainte et l'allongement à la rupture en traction, suivant la nature du matériau [20].

Les polymères sont légers et généralement ductiles ; ils résistent mal aux hautes températures contrairement aux céramiques. Leurs propriétés mécaniques dépendent de l'architecture des chaînes atomiques. On distingue les polymères thermoplastiques dont la plasticité croît avec la température, les polymères thermodurcissables, rigides, utilisés notamment dans les matériaux composites, et enfin les élastomères ayant des propriétés hyper élastiques remarquables.

7.2.1 Les modules mécaniques

Le comportement d'un solide sous l'effet d'une contrainte se définit généralement par des coefficients de proportionnalité appelés modules :

a) Module d'Young E

Le Module de Young d'un matériau est considéré comme la rigidité d'un matériau, c'est une propriété fondamentale de tous les matériaux. Jusqu'à récemment sa détermination était exclusivement avec des essais destructifs à l'aide d'éprouvettes. L'essai le plus connu et le plus utilisé est sans doute l'essai standard de traction [21].

b) Le module de cisaillement (G ou μ)

Il décrit l'élasticité d'un matériau déformé à volume constant et soumis à des efforts de cisaillement, c'est-à-dire de manière tangentielle à la surface d'un matériau.

c) Le module d'élasticité isostatique (K)

Il décrit l'élasticité volumique d'un matériau uniformément comprimé dans toutes les directions.

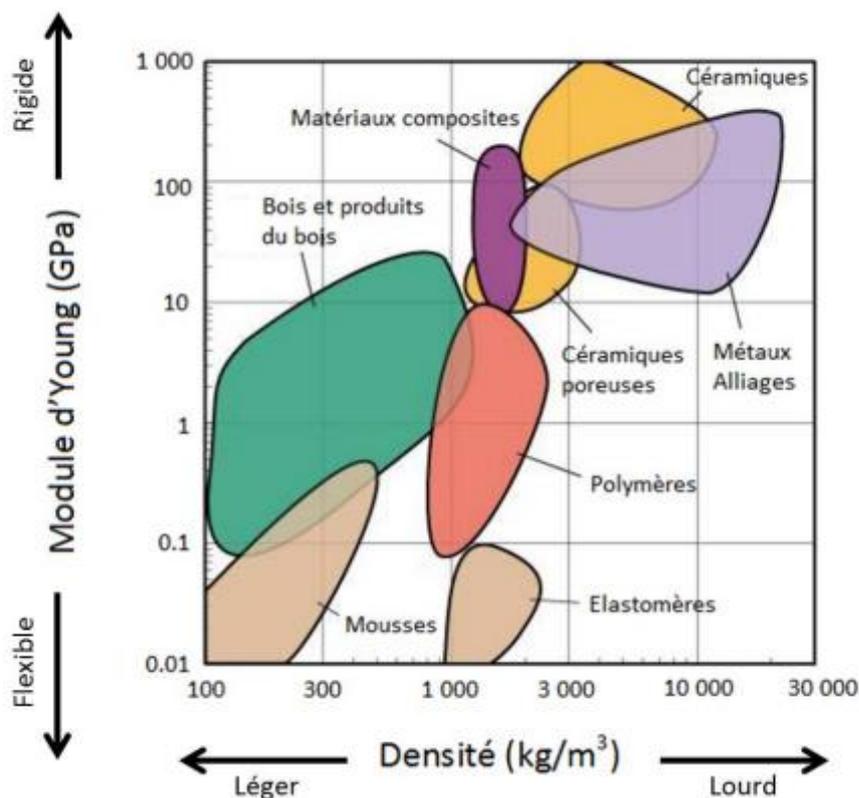


Figure 1.4 : modules d'Young de différents matériaux en fonction de leurs densités [22]

7.3. Les propriétés physiques des polymères

Les polymères peuvent être classés en deux grandes catégories en fonction de leur état structural : amorphes ou cristallins.

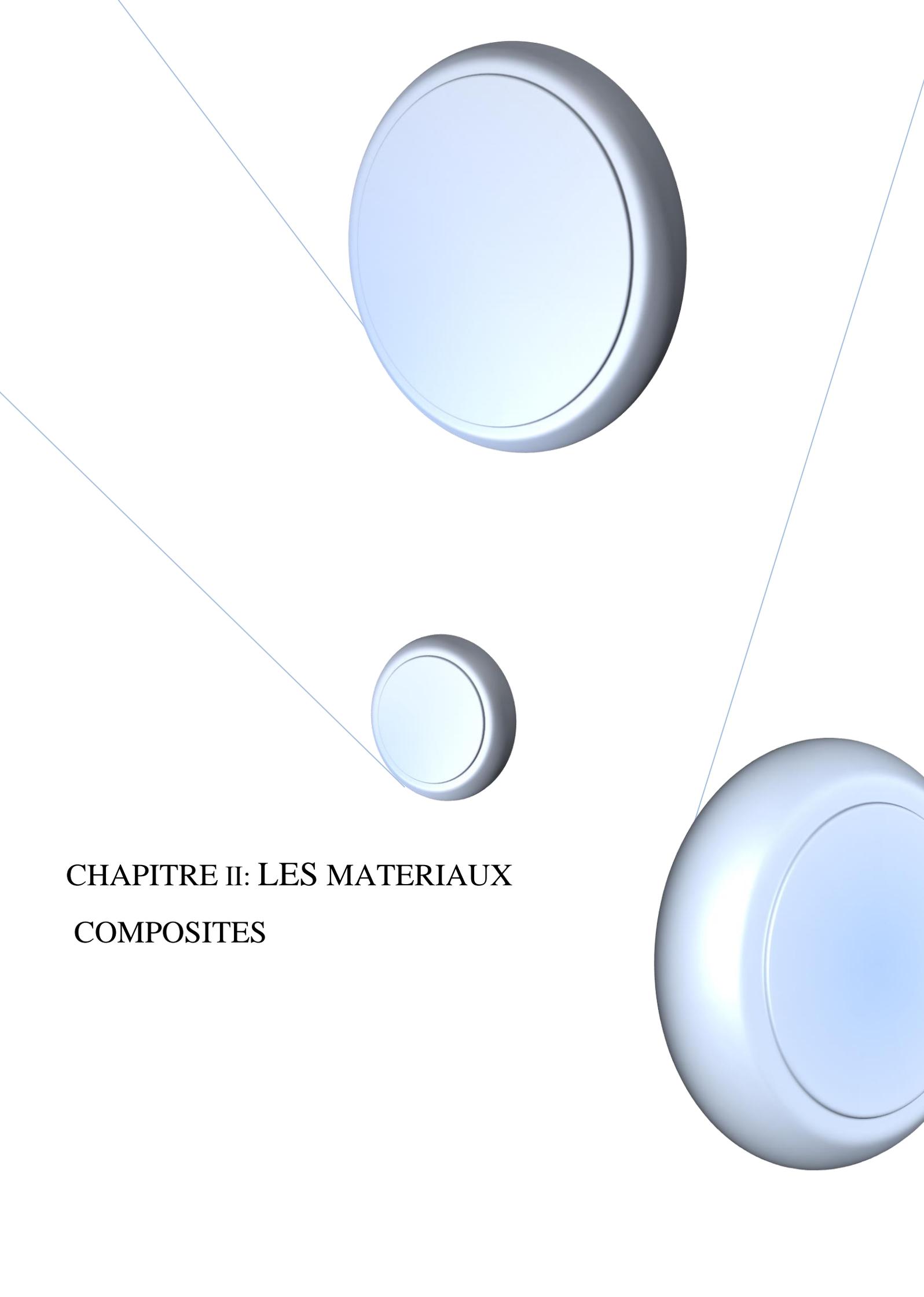
7.3.1. Les polymères amorphes

La phase amorphe qui est existé pratiquement dans tous les polymères, il démarre généralement aux environs de la température de transition vitreuse T_g et illimité supérieurement par la température de fusion T_f des zones cristallines si elles existent, ou par la température de décomposition thermique T_d .

L'activation thermique conduit à des changements de la phase amorphe telle que le déplacement des molécules, rupture d'une partie des liaisons faibles (Van der Waals) entre les molécules, et l'augmentation du volume du polymère. Donc il en résulte une grande facilité de mouvement des molécules.

7.3.2. Les polymères cristallins

Dans une phase cristalline, les molécules sont rangées et alignées. Les molécules dans une phase vitreuse n'ont aucun ordre : elles forment des *pelotes enchevêtrées*. La mobilité des molécules de la phase vitreuse est d'autant plus faible que la température est basse. Ce qui confère à tous les polymères, une bonne rigidité avec résistance mécanique correcte donc une faible capacité de déformation [4].



**CHAPITRE II: LES MATERIAUX
COMPOSITES**



1. Introduction

De nombreuses innovations modernes font appel à des matériaux composites dotés de propriétés que ne peuvent pas offrir les matériaux traditionnels (métaux, céramiques et polymères). Ces innovations trouvent une application dans des domaines tels que l'industrie aérospatiale, la développement car, la manufacture d'appareils de plongée ou d'objets sportifs, ou des matériaux de développement légers, robustes, rigides et capables de résister aux chocs, à l'abrasion et à la consommation [23].

2. Matériaux composites

Un matériau composite est créé en mélangeant deux ou plusieurs éléments différents pour produire un nouveau matériau avec des qualités supérieures à ses ingrédients d'origine. Les matériaux composites sont une merveille de la science moderne [24].

On ajoute des additifs ou des charges pour apporter ou modifier certaine propriété du matériau composite comme la coloration, isolation, propriétés mécaniques [25].

Typiquement, l'un des constituants est appelé une matrice tandis que les autres constituent les inclusions. Une résistance et une rigidité plus fortes que les matrices de base et des valeurs de densité relativement faibles sont des caractéristiques partagées par pratiquement tous les matériaux composites. De plus, en choisissant les constituants, il est possible de concevoir les propriétés à obtenir puis de concevoir les matériaux en fonction des spécifications fonctionnelles et structurelles à créer [26].

3. Composition des matériaux composites

Les composites sont constitués de renforts (le plus souvent de fibres) qui lui apportent la tenue mécanique et d'une matrice. En outre, il existe plusieurs matrices, qui peuvent être classées en trois familles primaires : les matrices organiques, les matrices céramiques et les matrices métalliques. Le plus souvent de nature polymère, qui redistribue et transfère les contraintes mécaniques d'une fibre à l'autre. Et aussi d'un additif ou bien charge telle que le durcisseur. Comme le montre la figure II.1 [27], [28].

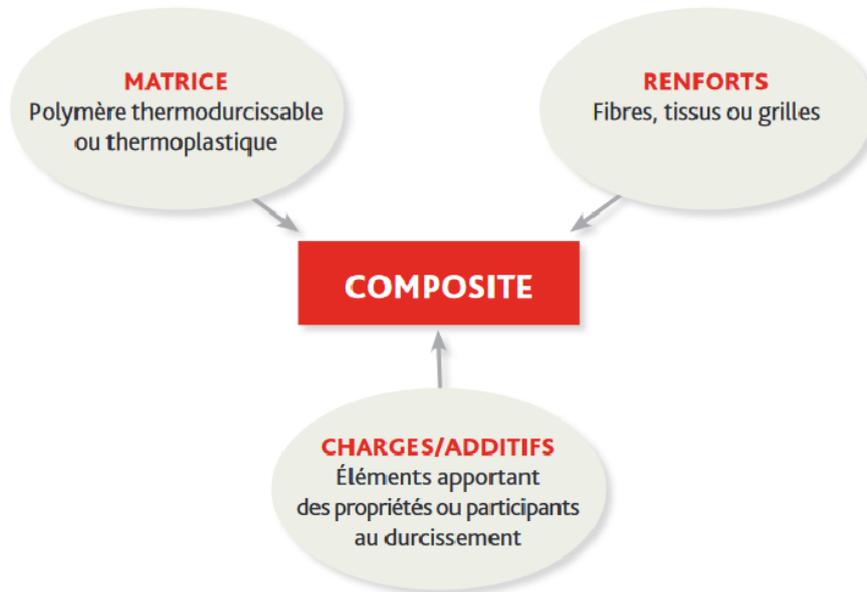


Figure II.1 : les différents constituants d'un composite [26]

3.1. Matrice

La matrice est un liant qui maintient en place la dispersion des fibres, les protège physiquement et chimiquement et assure, en plus, la liaison mécanique entre les éléments de renfort [29]. La matrice peut être de deux types, thermodurcissable ou thermoplastique.

- **Matrice thermodurcissable**

Les résines thermodurcissables présentent de longues macromolécules possédant des liaisons disponibles pour créer un réseau chimique tridimensionnel. Ces matrices se présentent sous forme d'une résine initialement à l'état de liquide visqueux, composée de molécules longues et indépendantes. Ces molécules établissent alors des liaisons, et ces réactions sont déclenchées le plus souvent grâce à l'action conjointe d'un durcisseur et de la température. Il se forme ainsi une structure solide tridimensionnelle. Cette réaction est irréversible [35]. Les résines thermodurcissables comprennent des matériaux tels que la résine époxy, la résine phénolique et la résine polyester.

- **La résine époxy**

Les résines époxy (RE) sont l'une des classes les plus importantes de polymères thermodurcissables qui sont largement utilisés comme matrices pour les matériaux composites renforcés de fibres et comme adhésifs structuraux. Ce sont des polymères amorphes, fortement réticulés, et cette structure en résulte les matériaux possédant diverses propriétés souhaitables comme une résistance élevée à la traction [30].

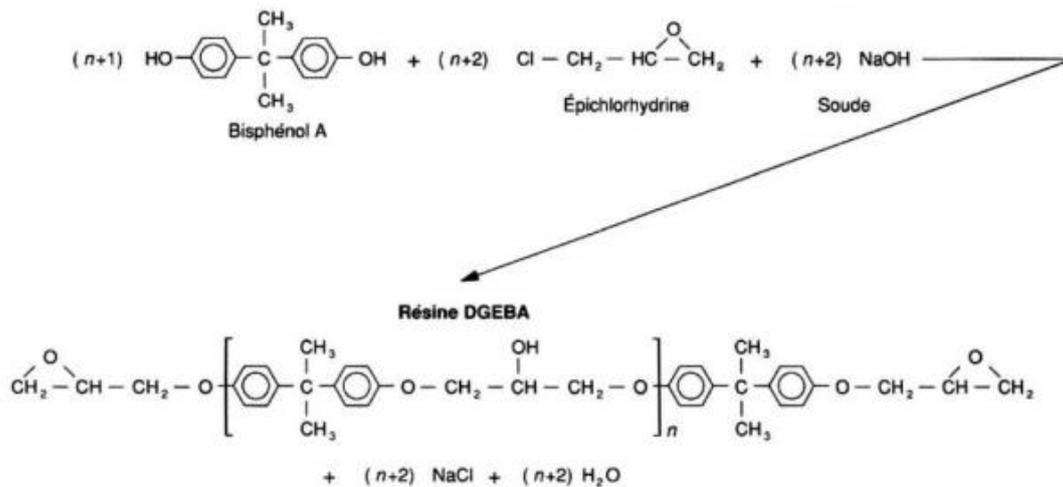


Figure II.2 : Synthèse de résine DGEBA (diglycidyléther du bisphénol A) à base de bisphénol A [32]

La propriété unique des résines époxy réticulées aux durcisseurs à l'amine est leur capacité à présenter une température de transition vitreuse élevée de l'ordre de 250 °C en agissant sur la structure chimique des deux composants. Leur stabilité thermique et leur résistance aux produits chimiques sont très bonnes. La variation de la viscosité au cours de leur réticulation est étroitement liée aux mécanismes réactionnels entre les fonctions époxy et les groupes amines primaires et secondaires. Il est possible de rencontrer plusieurs types de durcisseurs susceptibles de réagir avec les fonctions époxydes tels que les anhydrides d'acides ou les isocyanates ou les amines. Ces amines utilisées peuvent être de natures aliphatiques, cycloaliphatiques ou aromatiques [31].

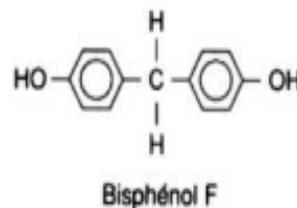


Figure II.3: Résines de bisphénol-formol (ou bisphénol F) [32]

— **Résine polyester insaturé**

La résine polyester insaturé est une résine linéaire de polyester basée sur les acides dibasiques et les alcools di-hydriques ayant la capacité de se réticuler avec des monomères de vinyle dans le but de produire des copolymères thermodurcissables [33].

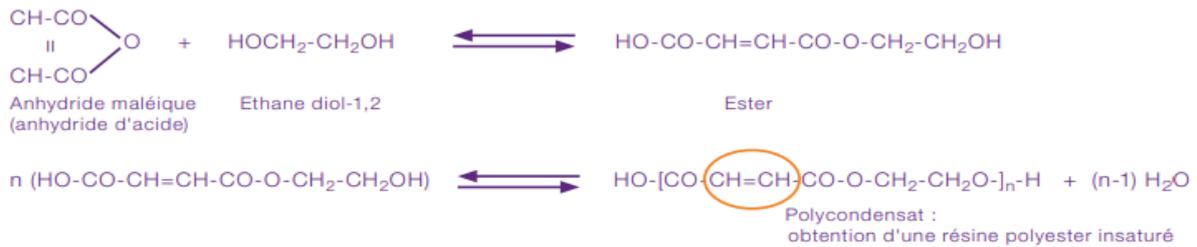


Figure II.4: réaction chimique de la production d'un polyester insaturé [32]

— **Comparaison entre les deux résines**

Nous pouvons résumer la comparaison entre les résines époxydes et la résine de polyester et vinyl ester dans le tableau ci-dessous qui représente les principaux avantages et limites d'utilisation des résines de stratification :

Tableau II.1 : principaux avantages et limites d'utilisation des résines de stratification

[34]

Type de résine	avantages	limites d'utilisation
Polyester et vinylester	<ul style="list-style-type: none"> ✓ possibilité de translucidité ✓ Facilité de mis en œuvre ✓ Assez bonne tenue chimique ✓ Prix réduit (surtout pour les polyesters) 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Inflammabilité ○ tenue réduite à la chaleur humide (hydrolyse surtout pour les polyesters) ○ durée de conservation limitée (maximum 6 mois) ○ retrait important lors de la polymérisation (5 à 10 %)
Epoxydes	<ul style="list-style-type: none"> ✓ bonne propriétés thermique et mécanique ✓ bonne tenue chimique ✓ excellent adhérence sur fibres et métaux ✓ faible retrait de polymérisation (1 à 2%) 	<ul style="list-style-type: none"> ○ temps de polymérisation plus long que les polyesters ○ nécessite un degré de réticulation optimum (post-cuisson) ○ coûteux

▪ **Matrice thermoplastique**

Les matrices thermoplastiques sont constituées de macromolécules linéaires pouvant cristalliser mais ne présentant pas de liaisons disponibles pour établir des ponts avec d'autres molécules, En effet, ils offrent de nombreux avantages par rapport à leurs homologues thermodurcissables notamment une meilleure tenue au choc, ainsi qu'une bonne résistance à l'endommagement. Les thermoplastiques peuvent être refondus et ainsi être réellement recyclés et non simplement valorisées thermiquement [35].



Parmi les nombreux polymères utilisés comme matrices pour la préparation de composites, le PVC est certainement l'un des plus populaires avec de nombreuses applications techniques et une grande importance économique.

— **Le PVC poly (chlorure de vinyle) :**

Le polychlorure de vinyle (PVC) est l'un des plastiques les plus utilisés dans notre société. Ses principales applications comprennent les tuyaux, les fils, les profilés de fenêtre, les revêtements de murs extérieurs, le PVC renforcé de fibres de bois pour ses propriétés mécaniques acceptables, sa résistance à l'humidité et aux champignons, sa longue durée de vie, son rendement de surface semblable au bois, sa recyclabilité et sa résistance aux chocs et la stabilité thermique [36]. Le chlorure de vinyle monomère (CVM) est obtenu par la réaction entre le chlore et l'éthylène et le PVC est obtenu par polymérisation. La polymérisation est une réaction chimique dans laquelle les molécules s'additionnent pour former de longues chaînes. Le schéma de principe est le suivant:

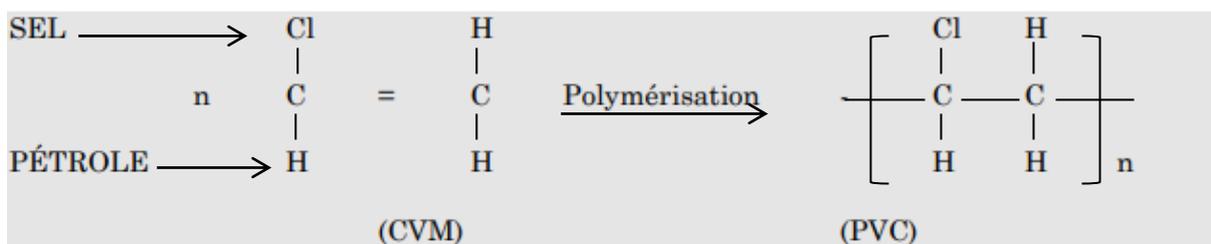


Figure II.5: Polymérisation du PVC [37]

— **Le PC polycarbonate**

Le polycarbonate est un matériau solide, durable et transparent. Il est largement utilisé dans les applications électroniques, lentilles de lunettes en raison de ses caractéristiques, telles que bonne résistance à la chaleur, résistance chimique, excellentes propriétés physiques, respect de l'environnement et les prix moyens élevés. Et pour les composants automobiles extérieurs, l'industrie de la construction et la fabrication de conteneurs. Le nom commercial populaire est Lexan. La structure moléculaire du polycarbonate est représentée dans la Figure ci-dessous :

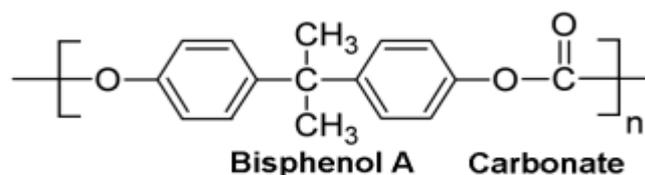


Figure II.6 : La structure moléculaire du polycarbonate [38]



3.2. Renfort

Un matériau composite peut utiliser n'importe quelle structure de fibre comme renforcement [40]. Ils sont utilisés pour améliorer certaines propriétés mécaniques ou traverses, telles que module, résistance à la traction ou à la déchirure, résistance à l'abrasion et fatigue [39].

Les structures fibreuses peuvent être divisées en deux familles en fonction de leur géométrie : préformes créées à l'aide soit à partir de fibres continues ou de fibres discontinues.

Les fibres discontinues, de quelques centimètres de long au maximum. Souvent, leur ajout a pour objectif d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la matrice.

Les fibres continues ou filaments, leur diamètre est très petit, de l'ordre de quelques micromètres, leur longueur est de quelques mètres à quelques kilomètres [40].

Les fibres peuvent être classées principalement en trois types, soit les fibres synthétiques et les fibres naturelles ou bien les fibres hybrides.

3.2.1. Fibre synthétique

Les fibres synthétiques sont des fibres à base non chimique comme le carbone, le verre, le basalte et les fibres aramides. Ces fibres ont conduit à la création de plusieurs matériaux en polymère renforcé de fibres synthétiques (PRFS) tels que le carbone FRP (PRFC), le verre FRP (PRFG), l'aramide FRP (PRFA) et le basalte FRP (PRFB) grâce à une technique de pultrusion [41].

Ces composites renforcés ont de bonnes propriétés physico-chimiques et mécaniques. Cependant, ces fibres ont un impact négatif sur l'environnement et posent de graves problèmes dans la gestion de leur durée de vie [42].

3.2.2. Fibre hybride

Les composites hybrides peuvent être fabriqués à partir de fibres naturelles uniquement, telles que (lin/chanvre), de fibres synthétiques (carbone/Kevlar), ou même d'une combinaison de fibres naturelles et synthétiques (lin/carbone). Pour améliorer les propriétés des fibres naturelles, l'hybridation avec des fibres synthétiques pourrait être intéressante [43].

En effet, l'hybridation améliore les propriétés mécaniques des composés à fibre unique [44].

3.2.3. Fibre naturelle

La nature continue d'offrir généreusement à l'humanité toutes sortes de ressources riches en profusions abondantes, comme les fibres naturelles d'un grand nombre de plantes [45].



L'utilisation des fibres naturelles avec un autre produit pour former des matériaux composites n'est pas un développement récent et a été utilisé pendant des décennies, comme l'argile remplie de paille pour des applications dans l'Egypte ancienne autour de 4000 av [46].

En outre, les effets de l'utilisation des matériaux composites renforcés par des fibres naturelles ont un impact positif parce qu'il est peu coûteux, réutilisable, biodégradable, écologique et durable. Récemment, l'utilisation de fibres naturelles a suscité l'intérêt d'une variété d'industries, comme l'automobile, le textile et le meuble, à cause de ces bonnes propriétés mécaniques et thermiques, l'extraction et le traitement des fibres, faible coût, nature respectueuse de l'environnement [47]. Et ont une faible densité ainsi que de bonnes propriétés isolantes thermiques et acoustiques [48]. Et la capacité d'être utilisé comme un produit dans l'industrie et surtout, ils ont une résistance élevée et sont écologiques [47].

Et elles possèdent des propriétés spécifiques, par exemple elles sont biodégradables et non abrasives.

Les fibres naturelles sont hydrophiles car elles sont constituées de lignocellulose qui contient des groupes hydroxyles. Par conséquent, ces fibres ne sont pas compatibles avec les thermoplastiques hydrophobes tels que les polyoléfines et ont une faible résistance à l'humidité. Ces deux propriétés sont des faiblesses de l'utilisation de fibres végétales comme renforts polymères. Il est alors nécessaire de l'améliorer pour ne pas compromettre les propriétés mécaniques.

❖ **Classification des fibres naturelles**

Les fibres naturelles peuvent être classées en trois catégories comme le montre la figure suivante :

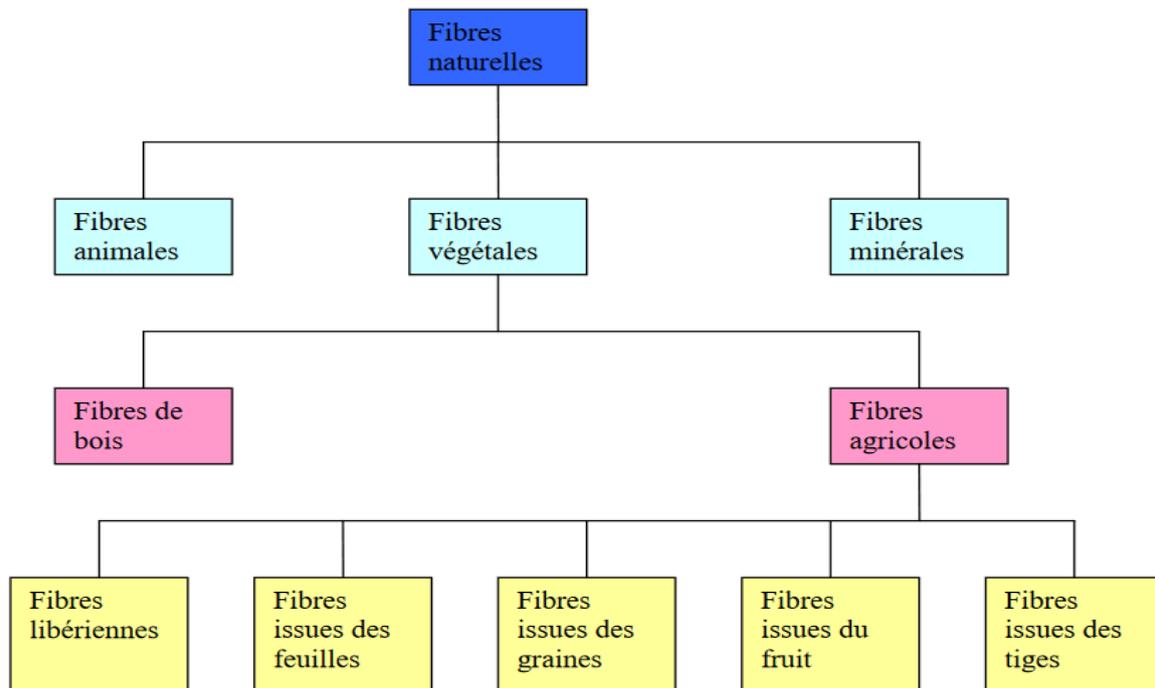


Figure II.7 : Classification des fibres naturelles

❖ Sources des fibres naturelles

Les principales catégories de fibres agricoles sont :

- Fibre libérienne : extraite de la partie externe de la tige (lin, chanvre, jute, kénaf, ramie, etc.)
- Fibres extraites des feuilles : sisal, banane, fibre de palmier...
- Fibres extraites des poils fins des graines : fibres de coton, kapok...
- Fibre extraite de la cosse : fibre de coco...
- Fibre extraite de tiges ou de troncs : paille de blé, de riz, d'orge ou d'autres cultures comme le bambou [49].

❖ Fibres végétales

Les fibres végétales sont des matériaux de remplacement utilisés comme charges dans la matrice de polymère et sont facilement disponibles, tels que le bambou, paille de riz, fibre de palmier dattier, kénaf, roselle, ananas, et café naturelle [47].

A. Fibre de palmier dattier (DPLF)

Le palmier dattier, membre de la famille des palmiers (*Phoenix dactylifera* est un terme générique, utilisé par les grecs pour dénommer les plantes de ce genre) [50].

Généralement distribué au Moyen-Orient, en Afrique du Nord, Îles Canaries, Pakistan, Inde et États-Unis (Californie). La tige du palmier est recouverte d'une toile fibreuse. Souvent, ces fibres forment un tapis tissé naturellement de fibres de diamètres variables. La possibilité de trouver des utilisations aux fibres composites de fibres de palmier dattier (DPF) ouvrirait un



nouveau marché pour des produits normalement considérés comme des déchets ou utilisés dans des produits de faible valeur [51].

De plus, pour comprendre comment les DPF peuvent être utilisés pour différentes applications, en particulier dans la création de matériaux composites faits de fibre de palmier dattier, il faut comprendre leur structure chimique. Les composants les plus cruciaux dans la construction des fibres avec de fortes qualités mécaniques et de stabilité sont reconnus comme des fibrilles de micro cellulose, qui se trouvent dans les DPF car ils sont intégrés dans les chaînes moléculaires de lignine. Les comportements physiques de la fibre de palmier dattier sont contrôlés par l'apparence et la nature de la cellulose cristalline, qui a été créée par l'hydrogène [46]. Les différents constituants/propriétés de DPF sont présentés dans le tableau

Tableau II.2 : Différents constituants/propriétés de la fibre de palme dattier [52], [53], [54]

Différents constituants/propriétés de la fibre de palme dattier	
Cellulose	40.21%
Hémicelluloses	12.8%
Lignine	32.2%
Cendres	10.54%
Extractives	4.25%
La densité	0.917 ± 0.127 g/cm³
La Résistance à la traction	170-275 MPa
Le module d'élasticité	5-12 GPa
Allongement à la rupture	5-10 %
Diamètre	100-1000 μm

B. Fibre de café

Le café est un fruit du caféier, un arbuste tropical, attaché botaniquement à la famille des Rubiacées. Parmi les espèces recensées de café, seules Coffea Arabica et Coffea canephora (robusta) occupent une place importante dans la production et l'exportation. Ces deux espèces diffèrent par leur apparence et leur origine et enfin mais surtout par leur qualité et leur saveur. Le café est le deuxième produit le plus échangé après le pétrole. Sa production, sa transformation et sa consommation génèrent d'énormes quantités de résidus. Le café se



compose d'une installation très hétérogène qui est considéré comme des déchets lignocellulosiques riches en cellulose, hémicellulose, de nombreux glucides, fermentescibles organiques, la teneur en substances, caféine, tannins, polyphénols, glucides solubles, sucres faibles en sucre, protéines volatiles, polymères, cependant, peu de travaux sur la récupération des déchets de café moulu ont été rapportés dans la littérature et c'est donc une occasion en raison de la grande quantité de déchets et leur composition à utiliser comme facteur de renforcement dans les matériaux composites.

Le marc de café usé (MC) est un déchet résultant de la production de café instantané et de l'infusion de café. Ce sont des déchets disponibles en quantité énorme (6 millions de tonnes par an) et à bas prix [55], [56].

❖ **Compositions des fibres**

La plupart de ces fibres ont une composition chimique composée de lignine, de cellulose et d'hémicellulose, de cire, ainsi que de composés inorganiques et hydrosolubles.

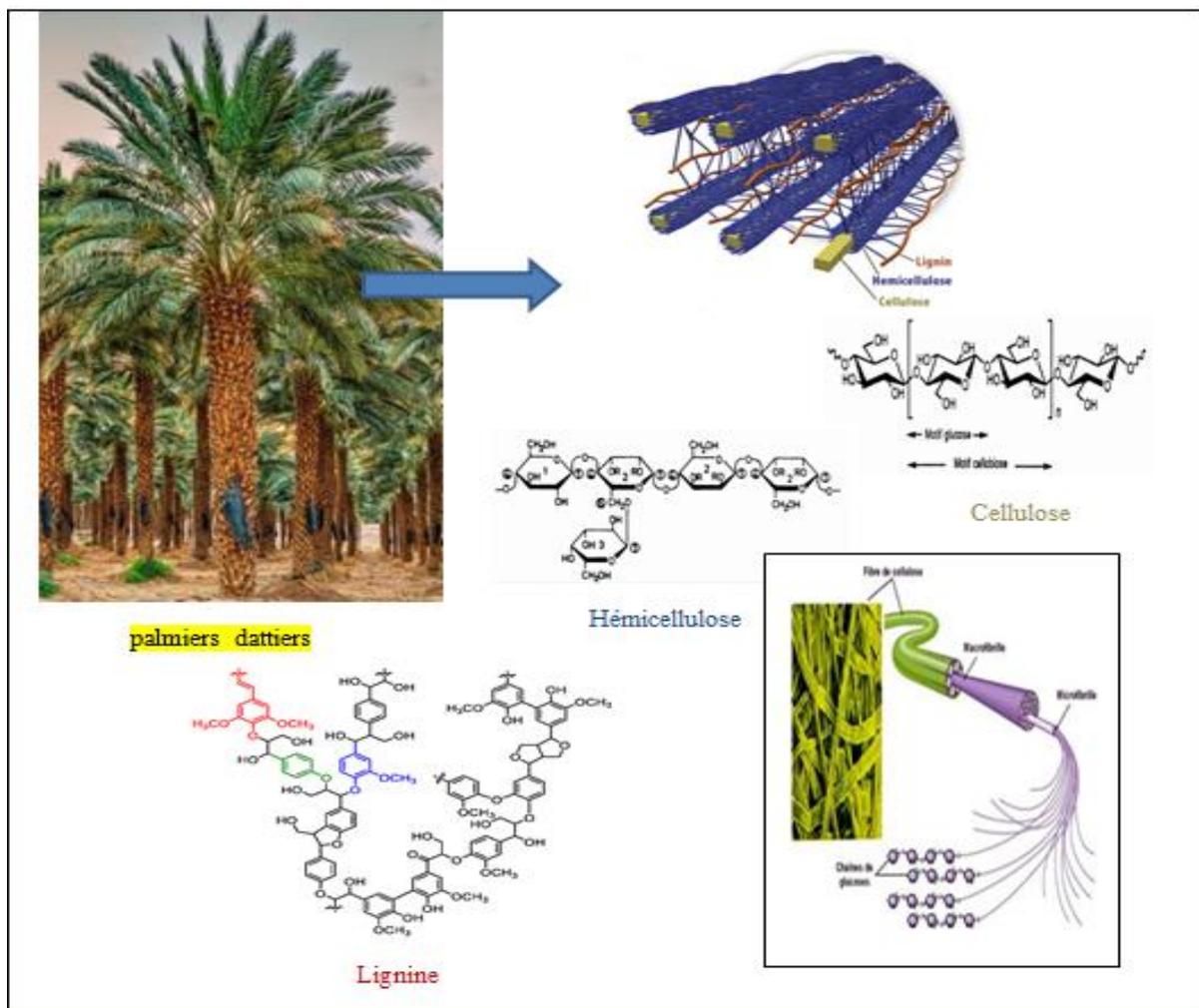


Figure II.8: Hiérarchie structurelle des folioles et des parties du rachis du palmier dattier [57], [58], [59].



➤ **La Cellulose**

La cellulose est un polymère homogène semi-cristallin dont les chaînes sont formées d'unités chimiques identiques. Il a de nombreux groupes hydroxyle dans sa chaîne. Ce sont ces groupes qui forment la cohésion avec d'autres chaînes cellulosiques par des liaisons appelées ponts hydrogène. Ces groupes constituent des régions cristallines appelées cristallites. Cette structure particulière confère à la cellulose une rigidité notable. En fait, le module d'élasticité de la cellulose est d'environ 136 GPa, ce qui est très grand par rapport à celui de la fibre de verre environ 75 GPa.

➤ **L'hémicellulose**

L'hémicellulose est un polymère hétérogène ramifié composé de plusieurs chaînes de sucre. Les molécules d'hémicellulose sont très hydrophiles et adhésives, et ce sont elles qui composent les microfibrilles.

➤ **La lignine**

La lignine est un polymère rigide tridimensionnel à chaînes très courtes. En tant que liant entre les fibres, il a une hydrophilie extrêmement faible, mais est facilement oxydé par le rayonnement lumineux. L'humidité et la chaleur accélèrent son vieillissement [60].

3.3. Additifs

Pour réduire le coût des matrices de résine, nous utilisons généralement des charges non renforçantes. Des additifs, de type agent de démoulage ou colorant sont largement utilisés lors de la conception des structures constituées de matériaux composites [61].

Aussi pour des raisons suivantes :

- Réduire le rétrécissement des moules
- Contrôle de la viscosité
- Produire une surface plus lisse

La résistance aux chocs et aux fissures des polymères thermodurcissables fragiles est améliorée en les mélangeant avec de petites quantités d'un durcisseur élastomérique liquide, comme le polybutadiène acrylonitrile à terminaison carboxylique. En plus des charges et des durcisseurs, des colorants, des ignifugeants et des stabilisants UV (pour protéger le matériau composite contre la dégradation due à l'exposition aux rayons UV). Ils peuvent également être ajoutés à la résine matricielle [62].

3.4. Charges

Ce sont des substances inertes, minérales en général qui sont incorporées dans les mélanges pour modifier certaines propriétés (mécaniques, électriques, thermiques), améliorer l'aspect de surface ou réduire le prix de revient des produits finis. Les plus utilisées sont :



- Les carbonates de calcium (naturels ou précipités)
- Les kaolins calcinés
- Le talc
- Les dolomites
- Le sulfate de baryum
- Les oxydes métalliques [63]

4. Classification des matériaux composites

Les composites sont souvent désignés selon le type de renfort. Ainsi, il existe des composites à particules, des composites sandwichs, des composites à phases dispersées ou encore des composites fibreux. Comme le montre l'organigramme suivant :

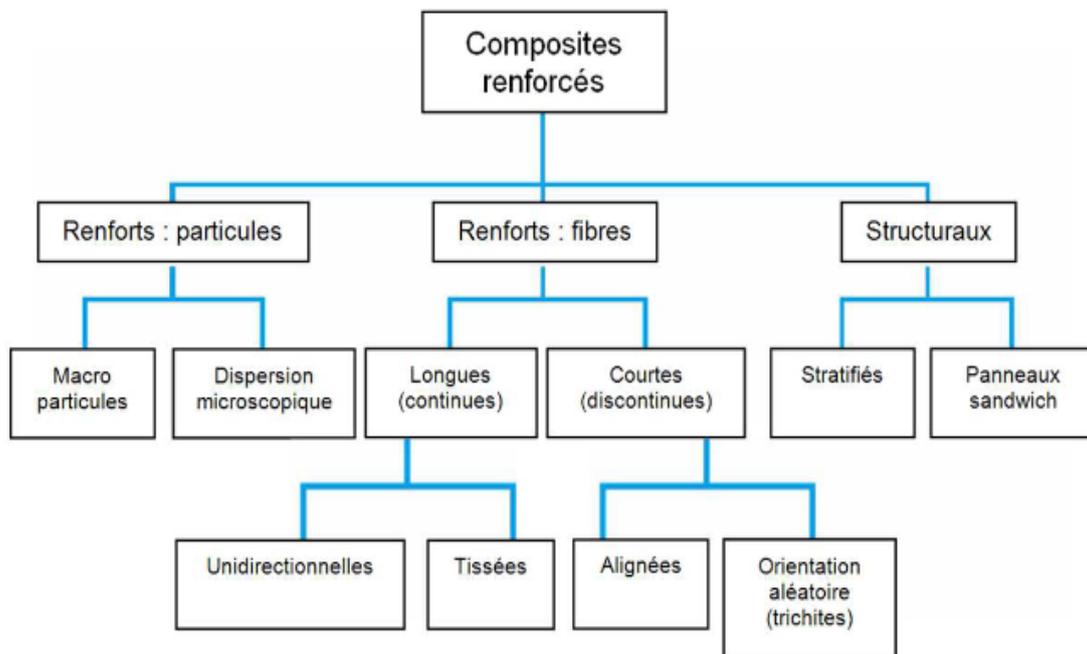


Figure II.9: Organigramme des différents composites renforcés [64]

4.1. Composites à fibres

Si le renfort se trouve sous forme de fibres, on dit que le matériau composite est un composite à fibres. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes.

L'importance des matériaux composites à fibres justifie une étude exhaustive de leurs comportements mécanique, alors que l'arrangement des fibres, leur orientation permettent de moduler à la carte les propriétés mécaniques des matériaux composites, pour obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan.



Le concepteur possède donc là un type de matériau dont il peut modifier et moduler à volonté les comportements mécanique et physique en jouant sur :

- a) la nature des constituants
- b) la proportion des constituants
- c) l'orientation des fibres

Suivant le cahier des charges imposées.

4.2. Composites à particules

Un matériau composite est un composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Par opposition aux fibres, la particule ne possède pas de dimension privilégiée. Pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc. on utilise généralement les particules. Aussi, sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques. Le choix de l'association matrice-particules dépend des propriétés souhaitées.

Par exemple, pour augmenter la facilité d'usinage des alliages de cuivre, on inclut le plomb

Les composites à particules recouvrent un domaine étendu dont le développement s'accroît sans cesse [65].

5. Traitement chimique de la fibre

La modification de la surface des fibres par des traitements chimiques est l'un des plus grand domaines de recherche actuels, avec plusieurs chercheurs étudiant comment améliorer la compatibilité et le lien interfacial résistance. Il existe plusieurs traitements chimiques de surface méthodes par exemple alcali, acétylation, blanchiment et les agents de couplage tels que les silanes.

5.1. Traitement alcalin

L'importance des méthodes de traitement alcalin peut être attribuée à la modification de surface efficace des fibres naturelles à faible coût. Le traitement alcalin est connu pour extraire la lignine résiduelle, l'hémicellulose et d'autres impuretés et favoriser la fibrillation des fibres. Ce traitement est également connu pour augmenter la réactivité de la cellulose à divers produits chimiques en limitant le gonflement des régions cristallines et en réarrangeant éventuellement la structure de la cellulose [52].

Les fibres sont traitées avec une solution de soude concentrée. Ces traitements chimiques sont réalisés dans le but d'améliorer l'interaction fibres – matrice dans le composite [66]. Le traitement par le NaOH permet d'améliorer les propriétés mécaniques des fibres [50].

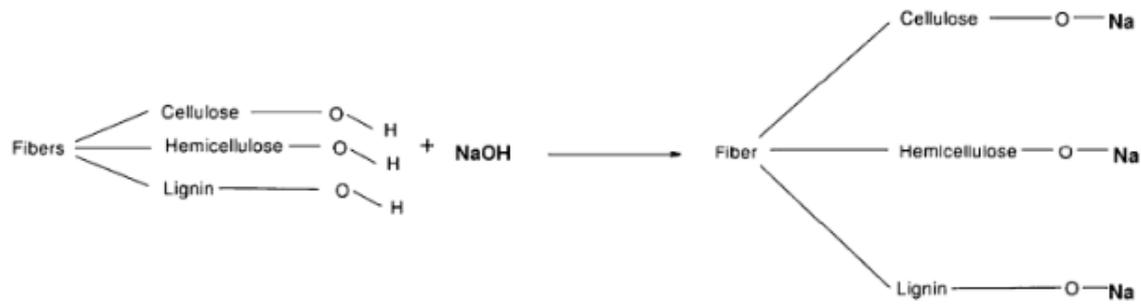


Figure II.10 : Réaction du NaOH avec les groupes hydroxyle -OH de fibres naturelles [67]

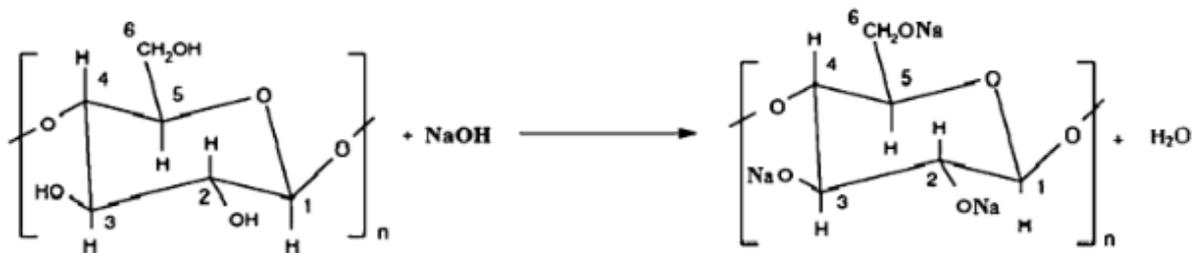


Figure II.11: Réaction du NaOH avec les groupes -OH de la cellulose [67]

5.2. Traitement silane

Le traitement au silane a été utilisé en raison de sa propriété hydrofuge et d'adhérence connue [68]. L'Agent de couplage au silane, couramment utilisé comme produits chimiques modificateurs, ont des structures bi fonctionnelles et peuvent créer des ponts chimiques entre la fibre et la matrice. Les structures bi fonctionnelles des silanes ont également été utilisées dans les composites renforcés de fibres naturelles [69].

Les produits chimiques de couplage au silane portent les groupes alkoxy silane, qui après hydrolyse sont capables de réagir avec des surfaces riches en OH [70].

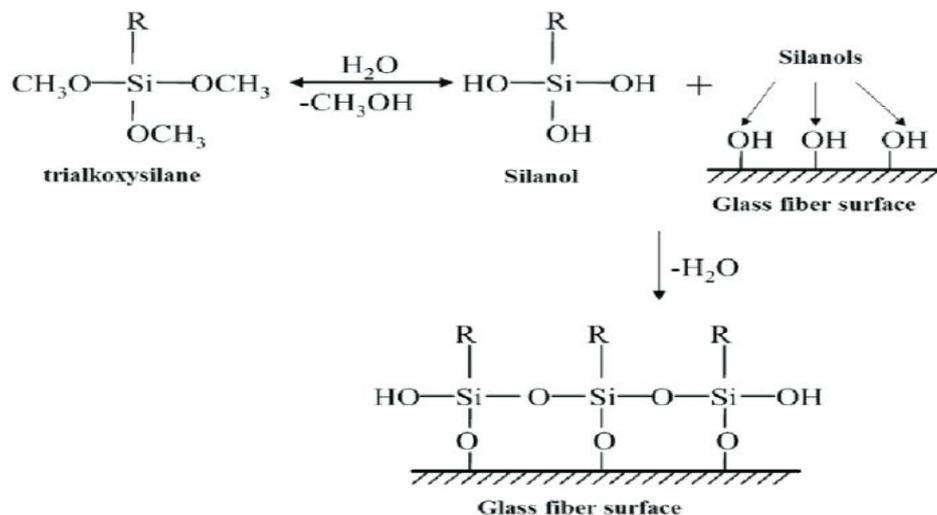


Figure II.12: Traitement silane sur surface d'une fibre [71]



6. Travaux antérieurs

Selon la littérature, les deux résines les plus utilisées sont les thermodurcissables et les thermoplastiques. Les résines thermoplastiques ont la propriété de pouvoir être moulées plusieurs fois par chauffage et refroidissement continu. Par conséquent, les résines thermodurcissables présentent des propriétés mécaniques élevées, ainsi que les propriétés thermomécaniques, notamment celles de la famille des résines époxy qui dominent les matériaux thermodurcissables.

Les renforts confèrent des propriétés mécaniques aux composites : rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc. Ces renforts peuvent également améliorer certaines propriétés physiques, performances thermiques et résistance à la température [72].

Do Thi, V. V. D. T. (2011). [49] ont étudiés les propriétés mécaniques des matériaux composites renforcés par des fibres de bambou. Ils ont entamé une étude sur deux types de matrices. Le polypropylène qui est utilisé pour les applications nécessitant un matériau avec une longue durée de vie, le mélange amidon/PVA qui est utilisé pour les produits correspondants à des applications temporaires et ayant besoin de se dégrader rapidement. Ils ont également fait une étude sur l'étendue de l'influence de différents paramètres comme le traitement des fibres, leur taux et leur taille sur la cristallinité du polypropylène ainsi que sur les propriétés mécaniques et thermiques de ces composites. Selon les résultats de leur étude, Le traitement de la surface des fibres ou l'ajout de compatibilisant a montré une augmentation de l'adhésion entre la matrice et les fibres. Quand les fibres de bambou sont traitées avec une solution de soude de concentration inférieure à 5%, la densité de la fibre de bambou augmente parce que la plupart de l'hémicellulose et la lignine sont éliminées. L'amélioration de l'interface a permis aussi une augmentation des propriétés mécaniques (le module en traction et en DMA, la contrainte à la rupture). Les propriétés mécaniques des fibres végétales sont en grande partie liées aussi à la quantité de la cellulose, qui est étroitement liée à l'indice de cristallinité de la fibre. En effet, le module des composites (en traction et en DMA) a augmenté avec le taux de fibres car celles-ci ont un module plus élevé que le polypropylène. Les composites contenant des fibres de bambou ont absorbé beaucoup plus d'eau que ceux sans fibres à cause de la présence de cellulose est dû au traitement à la soude. Par contre, la présence de montmorillonite dans les composites fibreux a permis de diminuer l'absorption d'eau de celui-ci, grâce à l'effet barrière à l'humidité de ces renforts.



Koohestani, B et al (2018). [73] ont étudié l'effet d'un traitement qui peut améliorer les propriétés de surface des fibres naturelles avant d'être utilisé dans les composites. Ces traitements sont physiques (corona, plasma, etc.), chimiques (alcaline, silane, acétylation, etc.) Les résultats de leurs études indiquent que le traitement maléaté, acétylation, alcalins et silane ont montré une amélioration de 32–58, 27–56, 4–54,5 et 20-45 % de la résistance à la traction des composites à base de polymères contenant des fibres naturelles traitées.

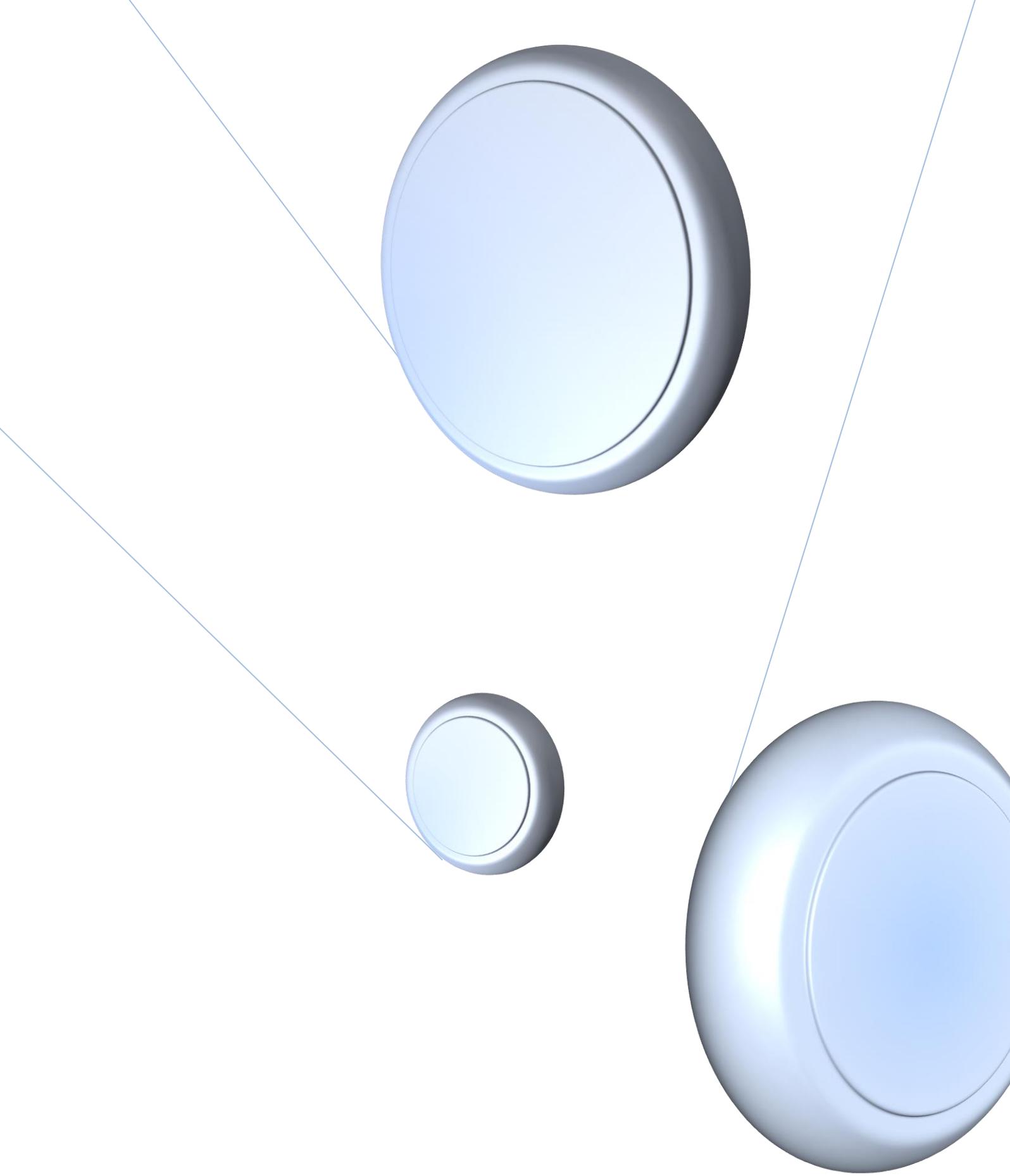
Mahdi, E. et al (2021). [74] ont étudié l'influence de la fibre de palmier de Khalasa (KDPLF) comme un renforcement sur les matériaux composites polymères. Comme pour d'autres fibres naturelles. Les résultats de leurs études indiquent que les fibres Khalasa ont montré une grande variation des propriétés mécaniques et de la morphologie. De plus, l'effet de l'absorption d'eau s'est avéré avoir des effets importants sur les propriétés mécaniques du composite époxy renforcé par des fibres de palmier à dattes. En conséquence, à mesure que la teneur en humidité augmente, le module de Young et les résistances à la traction des composites KDPLF/époxy diminuent. D'autre part, à mesure que la teneur en humidité augmente, la ténacité des composites Khalasa/époxy augmente.

Benyahia, A et al (2014). [75] ont étudié l'influence du traitement alcalin sur la morphologie des fibres. Les fibres Alfa, telle que ces fibres ont déjà été traitées avec diverses concentrations de NaOH (1, 3, 5, 7%) pendant 24 h. pour voir les résultats des essais statiques sur les composites à base de résine de polyester non saturée. Les résultats ont montré une amélioration de la résistance à la traction et à la flexion des composites renforcés avec les fibres traitées, en particulier le composite avec des fibres traitées à 7 % de NaOH. Ces améliorations ont été d'environ 30% et 50%, respectivement, par rapport au composite renforcé de fibres non traitées. Ce qui était dû à une forte amélioration de l'adhérence interfaciale de la fibre avec la résine polyester, Les analyses MEB ont révélé que le traitement NaOH a modifié la morphologie de la fibre.

Maou, S et al (2021). [76] ont utilisé comme agent de remplissage efficace pour renforcer les composites composés de chlorure de polyvinyle et de polyéthylène haute densité (PVC-PEHD) (20:80), Afin d'augmenter la charge de cellulose dans les DPF et améliorer la compatibilité entre les fibres et la matrice, divers des modifications ont été apportées aux DPF telle que la surface des DPF a été modifiée à l'aide de divers traitements, y compris NaOH, 3-aminopropyltriéthoxysilane, alcali-silane combiné, blanchissant avec NaClO₂ et



$H_2O_2+HNO_3$, Ils ont effectué un prétraitement en faisant tremper le DPF dans un verre de 2 litres rempli de NaOH (5 % du poids) pendant 24 heures à température ambiante. Enfin, l'échantillon a été complètement lavé avec de l'eau et neutralisé en l'immergeant dans une solution d'acide acétique glacial à 2 %. Les fibres modifiées ont ensuite été recueillies par filtration et séchées à 65 °C pendant 48 h. Le traitement au silane des DPF a été effectué pour améliorer l'interaction entre les fibres et la matrice. En résumé, une solution d'éthanol 90:10 (v/v) et d'eau a été préparée et agitée pendant 30 min. Le silane (3,5% en poids selon la teneur en DPF) a été introduit progressivement pour assurer une bonne distribution, avec le pH de la solution réglé à l'aide d'acide acétique glacial pendant que la solution aqueuse est agitée. L'hydrolyse a ensuite été effectuée à température ambiante pendant 3 h. Pendant ce temps, les DPF ont été introduits dans la solution et laissés à température ambiante pendant 3 h. Après le traitement de silanisation, les fibres ont été lavé plusieurs fois avec de l'éthanol 90:10 (v/v) et de l'eau pour éliminer l'excès de molécules de silane non réagi. Enfin, les fibres modifiées ont été filtrées et séchées dans un four à 65 °C pendant 48 h. Les résultats ont révélé une amélioration des performances morphologiques, thermiques, mécaniques, dynamiques-mécaniques, rhéologiques et d'absorption d'eau des composites avec l'ajout des DPF modifiés.



CHAPITRE III : TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES DE SYNTHÈSE ET DE CARACTÉRISATION



1. Introduction

Ce chapitre est scindé en trois parties, la première partie est consacrée à la description des matériaux utilisés dans notre étude notamment la résine époxy, les feuilles de palmier dattier, et MC. La deuxième est destinée à la méthode d'élaboration des différents composites. Enfin, la troisième partie traite les différentes techniques de caractérisation.

2. Les matériaux utilisés

Dans notre travail, nous avons utilisé un seul type de polymère comme matrice dans le composite : la résine époxy, et comme renforts : des feuilles de palmier dattier et le marc de café (MC).

2.1. Hydroxyde de sodium NaOH

L'hydroxyde de sodium utilisé a été obtenu du laboratoire pédagogique de chimie-physique selon sa fiche technique, ses caractéristiques sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau III.1 : les caractéristiques de l'hydroxyde de sodium NaOH

La forme	Pastilles
La masse molaire	40 g/mol
La pureté	Chimiquement pur
La formule chimique	NaOH

2.2. (3-mercaptopropyl) triméthoxysilane (silane)

Le (3-mercaptopropyl) triméthoxysilane est un composé également utilisé comme agent de couplage, connu sous le nom de silane. Le (3-mercaptopropyl) triméthoxysilane utilisé dans notre travail a été fourni par la société "SIGMA ALDRICH", sa formule chimique est représentée dans la figure III.1, et ses caractéristiques sont résumées dans le tableau III.2.

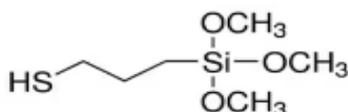


Figure III.1 : La formule chimique de (3-mercaptopropyl) triméthoxysilane (silane)



Figure III.2 : le Silane

Tableau III.2 : les caractéristiques du (3-mercaptopropyl) trimethoxysilane (silane)

La formule chimique	$C_6 H_{16} O_3 S Si$
La couleur	Incolore
La forme	Liquide
La masse moléculaire	196.34 g/mol
La pureté	95 %
La densité	1.057 g/ml à 25 °C
La température d'ébullition	213-215 °C
La température de fusion	96 °C - récipient fermé
Stockage	2 - 8 °C

2.3. Acide acétique glacial

L'acide acétique glacial CH_3COOH est une forme hautement concentrée et pure sous forme liquide incolore. L'acide acétique utilisé a été obtenu par la société de "BIOCHEM CHEMOPHARMA" ses caractéristiques sont indiquées dans le tableau ci-dessous.

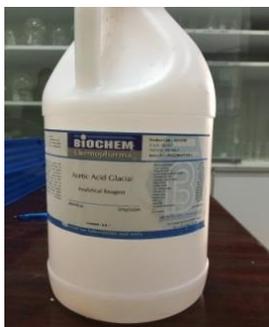


Figure III.3 : L'acide acétique glacial CH_3COOH



Tableau III.3 : les caractéristiques de l'acide acétique glacial (CH₃COOH)

La formule chimique	CH ₃ COOH
La pureté	99.7 %
La masse moléculaire	60.052 g/mol
Forme	Liquide incolore

2.4. Méthanol

Le méthanol utilisé dans notre travail a été obtenu par la société de "BIOCHEM CHEMOPHARMA", ses caractéristiques sont résumées dans le tableau :

Tableau III.4 : Caractéristiques du méthanol

La formule chimique	CH ₄ O
La masse moléculaire	32.04 g/mol
Forme	Liquide incolore
La pureté	99%



Figure III.4 : le méthanol CH₄O

2.5. La résine époxy

Le polymère utilisé dans notre étude, c'est la résine époxy sous forme liquide visqueux, avec la couleur transparente. On l'utilise avec un durcisseur spécifique. Produits délivrés par la société « LORN », une société algérienne de produits chimiques. La fiche technique de ses caractéristiques est donnée dans le tableau III.5.

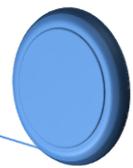


Figure III.5 : la résine époxy

Tableau III.5 : les caractéristiques de la résine époxy d’après la fiche technique

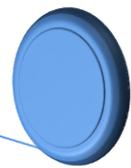
Forme	Liquide visqueux
Couleur	Transparent
Densité	1.11 g/cm³
Température de fusion	120 °C
Temps de durcissement	24 heures
Méthode d’application	Application manuelle/ Moulage au contact
Adhérence	Très haute adhérence
Résistance mécanique et chimique	Bonnes résistances

2.6. Feuilles de palmier dattier

Dans notre étude, les feuilles de palmiers considérées comme des déchets naturels ont été collectées à partir de ressources agricoles dans la région de Biskra (Chetma) en Algérie.



Figure III.6 : Palmier dattier



2.7. Durcisseur

Pour convertir les résines époxy en réseaux thermodurcissables durs et infusibles, il est nécessaire d'utiliser des agents de réticulation. Les propriétés du polymère durci dépendent de l'agent de réticulation utilisé (également appelé durcisseur ou encore catalyseur). Les résines époxy polymérisées à température ambiante sont généralement employées avec des agents durcisseurs de type polyamines ou polyamides [77].

Dans notre étude, nous avons utilisé le durcisseur à base de composé amine Produits délivrés par la société « LORN », une société algérienne de produits chimiques.



Figure III.7 : durcisseur

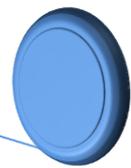
2.8. Marc de Café

Le marc du café a été utilisé avec succès comme charge pour la production de composites utilisant différents polymères comme matrice [78].

Dans notre travail, nous avons adopté le café Robusta (café naturel vert) comme renfort de la résine époxy. Comme le montre la figure III.8.



Figure III.8 : marc de Café



3. Techniques expérimentales d'élaboration des composites

Dans notre étude, la préparation du composite résine/DPLF, résine/ MC nécessite la préparation de la fibre de palmier dattier d'abord, puis nous y apportons des modifications chimiques.

3.1. Préparation des fibres de palmier dattier

Les feuilles de palmier dattier ont été lavées avec du savon liquide et de l'eau du robinet, puis elles ont été lavées avec de l'eau distillée et séchées à l'air libre pendant 24 heures et pendant 3 heures dans l'étuve à 80 °C. (Figure III.9). Après séchage, elles ont été broyées à l'aide d'un broyeur de Marck "BOMANN" et tamisées pour obtenir une poudre fine de fibre de palmier dattier DPLF.



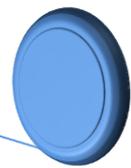
Figure III.9 : Préparation des fibres de palmier dattier

3.2. Modification chimique des fibres de palmier dattier

La modification chimique pour la fibre de palmier dattier est effectuée avec deux produits Hydroxyde de sodium (traitement alcalin) et (3-mercaptopropyl) triméthoxysilane (traitement silane).

3.2.1. Modification chimique des feuilles de palmier dattier par l'hydroxyde de sodium NaOH

Dans une solution d'hydroxyde de sodium NaOH à 6%, la fibre de palmier dattier est immergée à 30°C pendant 24 heures. Ensuite, elles ont été lavées plusieurs fois avec de l'eau du robinet, et ensuite avec l'eau distillée. Ces feuilles ont ensuite été neutralisées avec de



l'acide acétique glacial dilué et lavées à l'eau distillée jusqu'à ce que le pH soit de 7 . Puis, les feuilles de palmier dattier ont été séchées à l'air libre pendant 24 heures et placées dans une étuve pendant 5 heures à 80 °C. Enfin, les feuilles de palmier dattier traitées ont été broyées et tamisées pour obtenir une poudre fine. Comme le montre la figure suivante.



Figure III.10 : Préparation des fibres de palmier dattier DPLF traitées avec une solution de NaOH à 6%

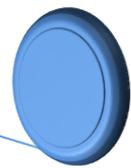
3.2.2. Modification chimique des feuilles de palmier dattier par l'agent de couplage le (3-mercaptopropyl) triméthoxysilane

Il y a des étapes à suivre pour réaliser la modification chimique du palmier dattier par le silane de concentration 1% de sorte que :

On dissout dans un cristalliseur, 7.3 ml de (3-mercaptopropyl) triméthoxysilane dans un mélange de 656 ml de méthanol et 73 ml d'eau distillée. Ensuite, de l'acide acétique concentré est ajouté jusqu'à ce que le pH soit de 4 sous agitation pendant 15 minutes et à une température de 30°C. Les feuilles de palmier dattier ont été immergées dans cette solution pendant 3 heures à une température de 40°C. Ensuite, elles ont été filtrées et lavées plusieurs fois avec de l'eau du robinet, et ensuite avec l'eau distillée et séchées à l'air libre pendant 24 heures et placées dans une étuve pendant 24 heures à une température de 80°C. Enfin, les feuilles de palmier dattier traitées au silane ont été broyées et tamisées pour obtenir une poudre fine (FigureIII.11).



Figure III.11: Préparation des fibres de palmier dattier DPLF traitées avec le silane 1%



3.3. Élaboration des composites résine époxy/ DPLF et résine époxy/ marc de Café

3.3.1 Les calculs théoriques

La fabrication des composites consiste en la technique de stratification manuelle dans un moule en acier inoxydable aux dimensions :

- Épaisseur 0.2 cm.
- Largeur 16 cm.
- Longueur 16 cm.

Volume du moule :

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

V : Le volume du moule (cm³).

E : L'épaisseur du moule (cm).

l : La largeur du moule (cm).

L : La longueur du moule (cm).

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

On a le volume = 51.2 cm³

$$\rho = \frac{m}{v} \longrightarrow m = \rho \cdot v = 1.11 \cdot 51.2 = 56.83 \text{ g} \longrightarrow m (\text{résine époxy}) = 56.83 \text{ g}$$

Pour le durcisseur :

$$\begin{array}{l} \text{On a : } 100 \text{ g résine} \longrightarrow 41 \text{ g durcisseur} \\ \quad \quad 56.83 \text{ g} \quad \longrightarrow m (\text{durc}) \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} \text{On a : } 100 \text{ g résine} \\ \quad \quad 56.83 \text{ g} \end{array}} \right\} \longrightarrow m (\text{durc}) = 23.30 \text{ g}$$

Dans notre travail on a divisé le volume sur quatre sections afin que nous puissions changer les ratios de Fibre / résine époxy à chaque fois comme le montre la figure III.12.

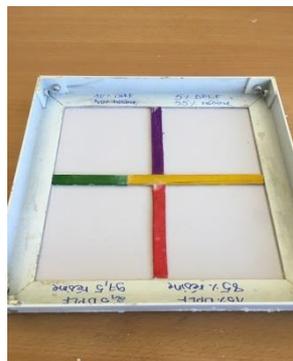
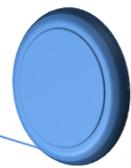


Figure III.12 : le moule a utilisé



On a choisi quatre ratios pour chaque type de fibre

Résine époxy (97.5%) / DPLF (2.5%)	Résine époxy (97.5%) / MC (2.5%)
Résine époxy (95%) / DPLF (5%)	Résine époxy (95%) / MC (5%)
Résine époxy (90%) / DPLF (10%)	Résine époxy (90%) / MC (10%)
Résine époxy (85%) / DPLF (15%)	Résine époxy (85%) / MC (15%)

✚ Pour un mélange de résine époxy (97.5%) / DPLF (2.5%) :

On a : 100% époxy → 56.83 g
 97.5% époxy → m (époxy) } → m (époxy) = 55.40 g

Pour le DPLF :

97.5% époxy → 55.40 g
 5% DPLF → m (DPLF) } → m (DPLF) = 1.42 g

Pour le durcisseur

100 g résine → 41 g durcisseur
 55.40 g époxy → m (durc) } → m (durc) = 22.71 g

Après avoir divisé par quatre pour toutes les masses mesurées :

m (époxy) = 13.85 g

m (DPLF) = 5.67 g

m (durc) = 0.35 g

Pour l'élaboration de composites, la quantité requise de la résine époxy est versée dans un tube à essai, puis les quantités requises de DPLF ou de marc de café sont ajoutées tout en maintenant les ratios mentionnés ci-dessus, le mélange bien agité pendant 30 minutes. Ensuite, pour 100g de résine époxy, 41g de durcisseur est utilisé, la quantité de durcisseur ajoutée au mélange est bien agitée pendant 5 minutes avant de le verser dans le moule.

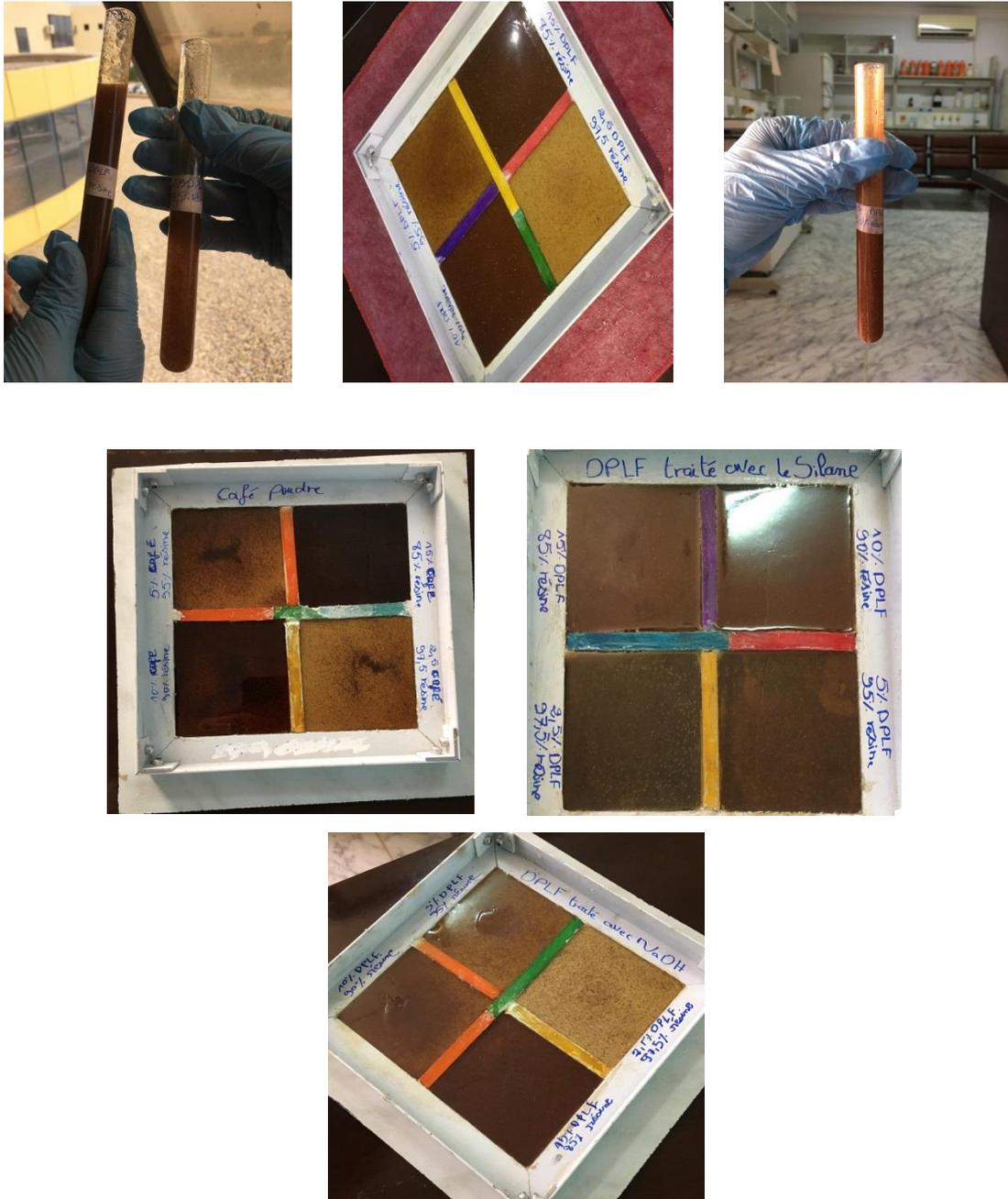
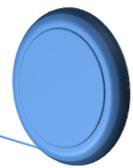


Figure III.13 : les différentes plaques préparées

Nous avons préparé des mélanges de résine époxy avec la fibre de feuilles du palmier dattier et le marc de café selon différents pourcentages calculés et illustrés dans le tableau III.6.

NB : Toutes les masses mesurées seront divisés par quatre.



Tableau III.6 : Différents rapports des différents composites

Composites	Constituants des composites résine époxy / fibres					
	résine époxy	DPLF non Traitée	DPLF traitée NaOH	DPLF traitée Silane	Marc de Café	Durcisseur (g)
S1	100% (16.66g)	-	-	-	-	6.83
S2	100% (16.66g)	-	-	-	-	En excès
S3	97.5% (55.40g)	2.5% (1.42g)	-	-	-	22.71
S4	95% (53.98g)	5% (2.84g)	-	-	-	22.13
S5	90% (51.14g)	10% (5.68g)	-	-	-	20.96
S6	85% (48.30g)	15% (8.52g)	-	-	-	19.80
S7	97.5% (55.40g)	-	2.5% (1.42g)	-	-	22.71
S8	95% (53.98g)	-	5% (2.84g)	-	-	22.13
S9	90% (51.14g)	-	10% (5.68g)	-	-	20.96
S10	85% (48.30g)	-	15% (8.52g)	-	-	19.80
S11	97.5% (55.40g)	-	-	2.5% (1.42g)	-	22.71
S12	95% (53.98g)	-	-	5% (2.84g)	-	22.13



S13	90% (51.14g)	-	-	10% (5.68g)	-	20.96
S14	85% (48.30g)	-	-	15% (8.52g)	-	19.80
S15	97.5% (55.40g)	-	-	-	2.5% (1.42g)	22.71
S16	95% (53.98g)	-	-	-	5% (2.84g)	22.13
S17	90% (51.14g)	-	-	-	10% (5.68g)	20.96
S18	85% (48.30g)	-	-	-	15% (8.52g)	19.80

4. Techniques de caractérisation des composites

Afin de mettre en évidence les caractéristiques des matériaux composites développés, Nous avons effectué plusieurs tests pour les décrire, notamment :

Analyse spectroscopique infrarouge (FTIR)

Propriétés mécaniques : teste de traction

Propriétés morphologiques : Microscopie électronique à balayage (MEB)

Propriétés physiques : Essai d'absorption d'eau

Propriétés dynamiques : Analyse mécanique dynamique (DMA)

4.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie infrarouge sert à mesurer l'absorption du rayonnement IR pour chaque liaison dans la molécule. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est une technique largement utilisée pour, identifier les groupements fonctionnels dans les matériaux (gaz, liquide et solide) en utilisant le un faisceau de rayonnement infrarouge [79].

Les analyses spectroscopiques infrarouges de notre échantillon ont été effectuées à l'aide d'un spectromètre Agilent Cary 630 FTIR (Figure III.14), situé au niveau du laboratoire des plateformes technologiques d'analyses physico-chimiques CRAPC Biskra.

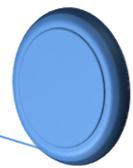


Figure III.14 : Spectromètre Agilent Cary 630 FTIR

4.2. Test mécanique

- ✓ Test de traction

Pour déterminer le comportement mécanique des matériaux. Nous utilisons le test le plus commun qui est le test de traction. Nous avons effectué des essais de traction des composites. Ont été réalisés ; résistance à la rupture et allongement à la rupture. Ces essais de traction ont été obtenus selon la norme ASTM D 638 en utilisant une machine de traction de type Zwick/Roell Z050 qui se trouve au niveau du laboratoire de " l'ENICAB" à Biskra.

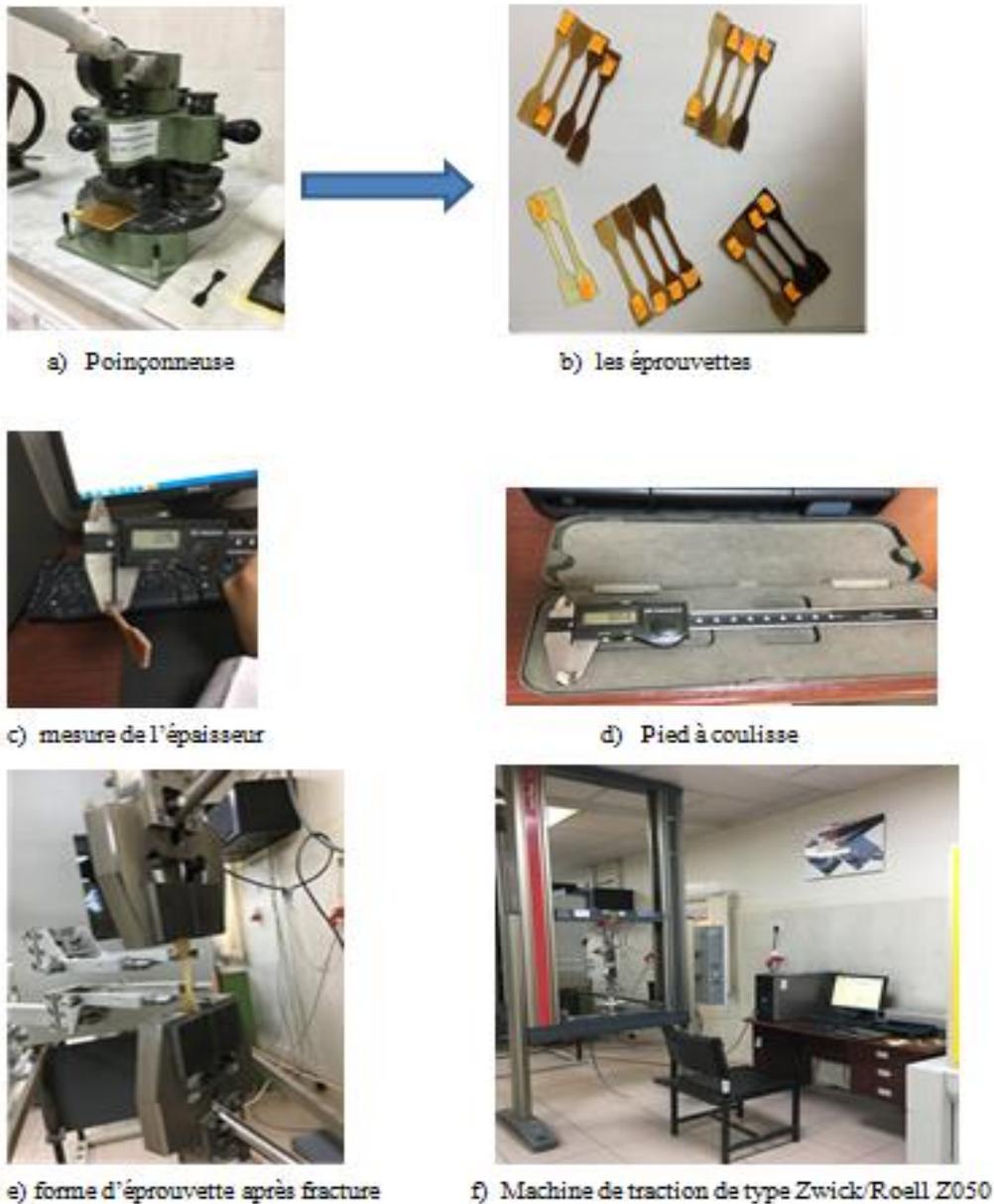
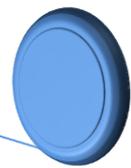
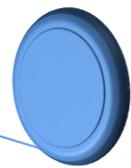


Figure III.15 : les étapes de réalisation du test de traction

4.3. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage (MEB) est l'une des méthodes courantes d'imagerie de la microstructure et de la morphologie des matériaux. Dans le MEB, un faisceau d'électrons à faible énergie est rayonné sur le matériau et balaye la surface de l'échantillon. Plusieurs différentes interactions se produisent lorsque le faisceau est atteint et pénètre dans la matière, ce qui entraîne l'émission de photons et d'électrons à partir ou près de la surface de l'échantillon. Afin de former une image, les signaux de réception produits par les interactions électron-échantillon sont détectés avec différents types de détecteurs en fonction du mode du MEB utilisé [80].



Les micrographies de nos échantillons ont été prises par le microscope électronique à balayage (MEB/EDX) au niveau du laboratoire des plateformes d'analyse physique et chimique CRAPC, de l'Université de Biskra.



Figure III.16 : Microscope électronique à balayage (MEB/EDX) de type Thermo Fisher Prisma E

✓ **EDX de la fibre DPLF**

L'EDX (spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie), est une technique utilisée pour analyser la composition élémentaire des substances chimiques et des matériaux en cours de confirmation de présence ou d'absence d'éléments chimiques.

4.4. Test d'absorption d'eau

Le test d'absorption d'eau de nos échantillons est réalisé au niveau du laboratoire de chimie appliquée (LCA) Université de Biskra. Nous découpons des morceaux carrés de nos échantillons de 1cm et nous les mettons dans l'étuve pendant 2 heures à 50 °C. Ensuite nous les pesons (m_0) avec une balance analytique de précision. Ensuite, nous les immergeons dans des béchers contenant de l'eau distillée, nous prélevons la masse toute les 48 heures, nous les séchons avec du papier absorbant et nous les pesons à nouveau (m_t), (Figure III.17). Le pourcentage d'absorption d'eau a été déterminé par l'équation suivante :

$$\text{Gain de poids \%} = \frac{\text{Poids humide } (m_t) - \text{Poids sec initial } (m_0)}{\text{Poids sec initial } (m_0)} \times 100$$

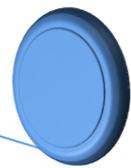


Figure III.17 : Test d'absorption d'eau

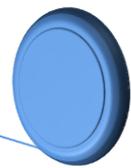
4.5. Analyse mécanique dynamique (DMA)

L'analyse mécanique dynamique est une technique d'analyse expérimentale couramment utilisée, elle permet l'extraction des propriétés thermiques et mécaniques des matériaux viscoélastiques dans l'étude des polymères [81].

La vitesse du test ou l'échelle du temps utilisée pour déformer mécaniquement le polymère permet d'étudier les effets du temps(ou de la fréquence) sur la résistance à la déformation permanente. Parmi les domaines d'étude clés de la DMA qui répondent au besoin d'une caractérisation rapide et efficace des propriétés mécaniques des polymères, on peut citer:

Caractérisation du comportement «amortisseur»: dissipation d'énergie mécanique par un mouvement interne (module de perte, tan delta).

La relation contrainte-déformation dépend de l'angle de phase, fonction du décalage de la réponse du polymère par rapport à l'entrée de la déformation. Cette relation est utilisée pour dériver des équations trigonométriques qui produisent trois propriétés quantifiables décrivant la réponse de l'échantillon dans les conditions de test appliquées. Ce sont :



- $E' =$ module de stockage
- $E'' =$ module de perte
- $E''/E' = \tan \delta$ [82]

Nos composés ont été coupés et nous avons mesuré la longueur, la largeur et l'épaisseur des échantillons à étudier à l'aide du pied à coulisse pour l'analyse mécanique dynamique par la technologie DMA en utilisant DMA type TA, DMA Q800 au laboratoire de chimie appliquée LCA à l'Université Biskra.

Les conditions de cette expérience sont les suivantes :

- De la température ambiante à 120 °C.
- Vitesse de chauffage 5°C/min.
- La fréquence mécanique 1 Hz.

Tableau III.7 : les dimensions de nos échantillons

Composite	Longueur (mm)	Largeur (mm)	L'épaisseur (mm)
S2	59.78	12.90	2.31
S3	60.11	12.73	2.05
S6	59.26	12.89	2.19
S8	59.52	12.71	2.19
S10	60.31	12.95	2.57
S11	60.04	12.57	2.18
S14	58.99	13.24	2.34
S15	59.70	12.50	2.09
S18	60.21	12.59	2.13



Tableau III.8 : les différents compositions des composites

Composite	Composition
S2	Epoxy 100%
S3	Epoxy 97.5% / DPLF NT 2.5%
S4	Epoxy 95% / DPLF NT 5%
S5	Epoxy 90% / DPLF NT 10%
S6	Epoxy 85% / DPLF NT 15%
S7	Epoxy 97.5% / DPLF tr NaOH 2.5%
S8	Epoxy 95% / DPLF tr NaOH 5%
S9	Epoxy 90% / DPLF tr NaOH 10%
S10	Epoxy 85% / DPLF tr NaOH 15%
S11	Epoxy 97.5% / DPLF Silane 2.5%
S12	Epoxy 95% / DPLF tr Silane 5%
S13	Epoxy 90% / DPLF tr Silane 10%
S14	Epoxy 85% / DPLF tr Silane 15%
S15	Epoxy 97.5% / marc de Café 2.5%
S16	Epoxy 95% / marc de Café 5%
S17	Epoxy 90% / marc de Café 10%
S18	Epoxy 85% / marc de Café 15%



Figure III.18 : Instrument du DMA (analyse mécanique dynamique) de type TA, Q800

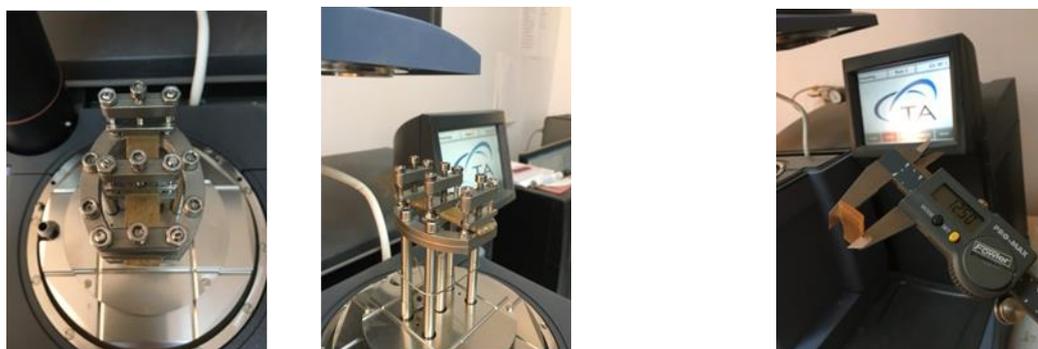


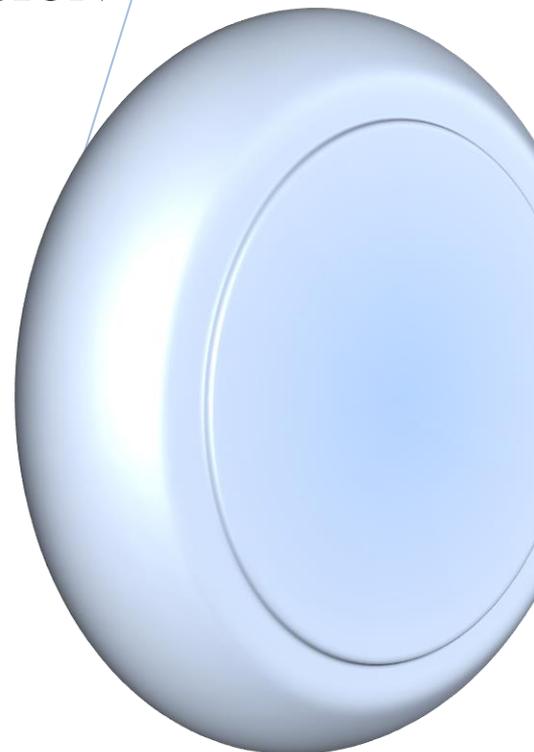
Figure III.19 : mesures des dimensions



Figure III.20 : Échantillon et support



CHAPITRE IV : RESULTAT ET DISCUSSION





1. Introduction

Dans ce chapitre nous nous intéressons à l'exposition et la discussion des résultats de notre recherche en suivant une logique de structuration basée sur les différents composites étudiés à savoir : la résine époxy / DPLF, la résine époxy / marc de café.

2. L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR

On a effectué l'étude spectroscopique infra rouge à Transformée de Fourier pour confirmer la présence des absorptions des différents groupements des additifs dans les structures des différents composites.

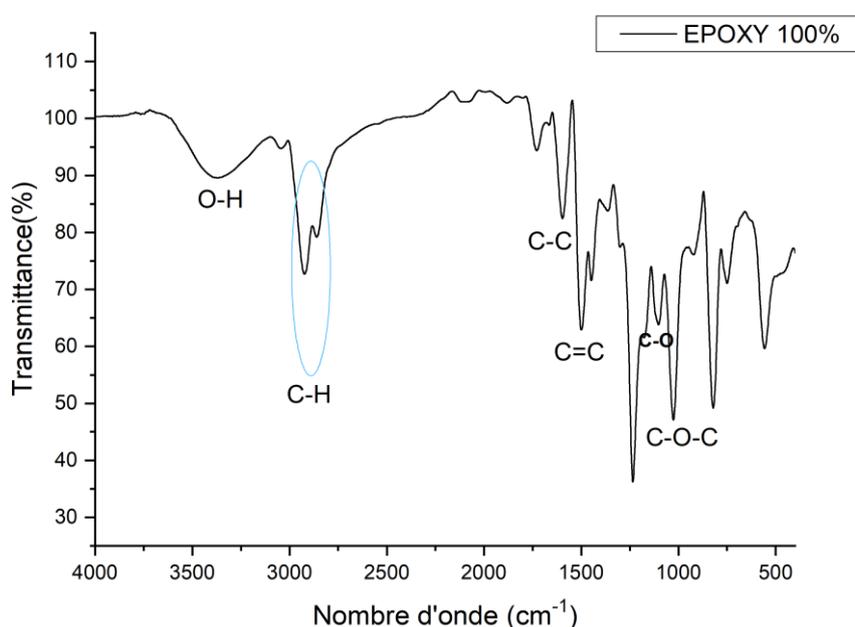


Figure IV.1 : Spectre FTIR de l'époxy 100%

Tableau IV.1 : fréquences caractéristiques de l'époxy100%

Attribution	O-H	C-H	C-C	C=C	C-O	C-O-C
Nombre d'onde cm^{-1}	3390.7	2925.02 et 2854.6	1613	1507.4	1105.8	1028.04

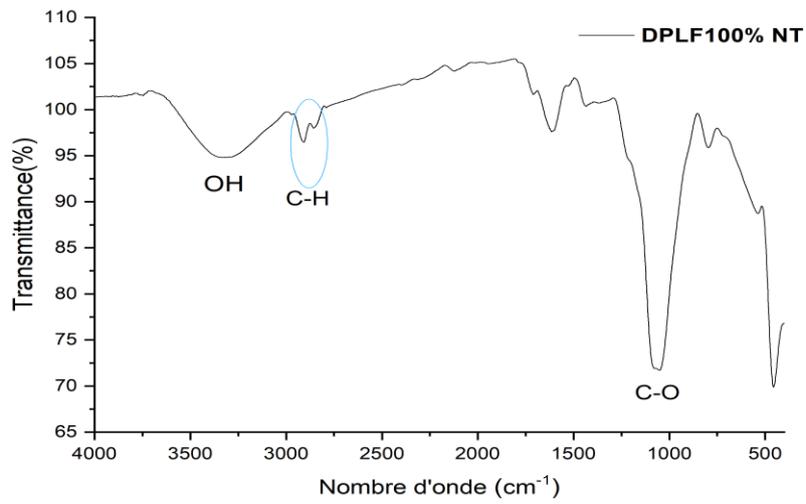
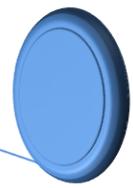


Figure IV.2 : spectre FTIR de DPLF non traitée

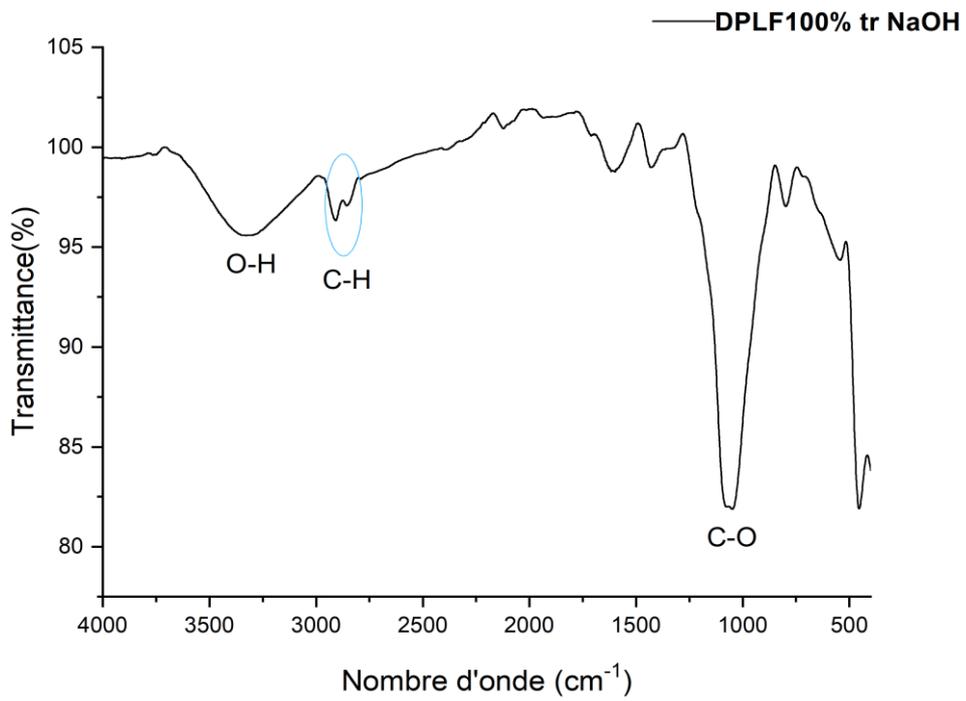


Figure IV.3 : spectre FTIR de DPLF traitée avec NaOH

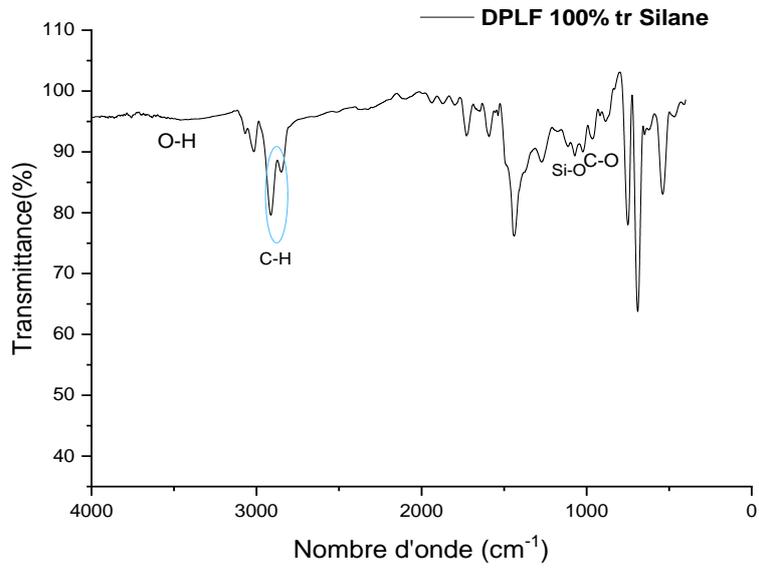
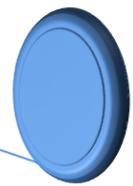


Figure IV.4 : spectre FTIR de DPLF traitée avec Silane

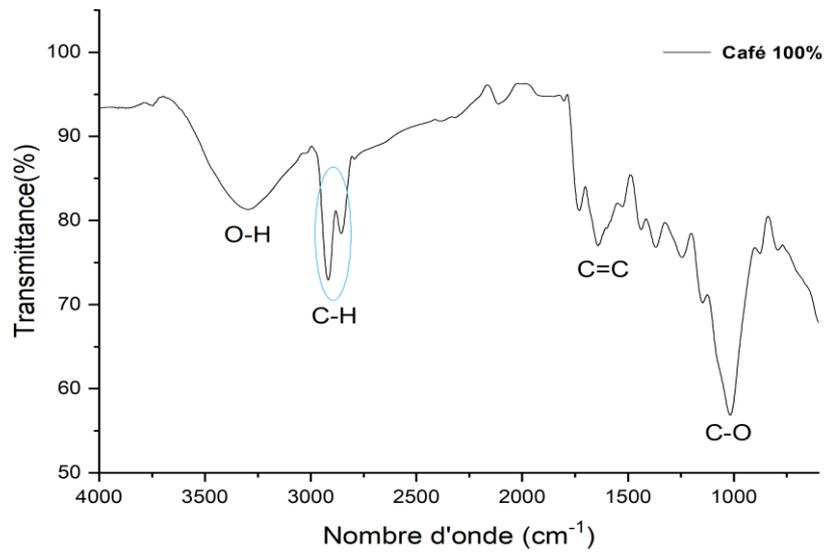


Figure IV.5 : spectre FTIR de café



Les différentes valeurs des fréquences caractéristiques des différents additifs sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau IV.2 : fréquences caractéristiques des différents additifs

additif	Fréquences caractéristiques cm^{-1}					
	O-H	C-H alcane	C = C	C-O	C-O-C	Si-O
DPLF NT	3331.7	2915.7 et 2848.8	-	1058	1160	-
DPLF traitée NaOH	3323.8	2911.5 et 2856.7	-	1055.3	1055	-
DPLF traitée Silane	3459.90	2918.9 et 2859.5	-	1016.6	-	1067.8
Café	3296.83	2923.3 et 2851.6	1643	1013.6	-	-

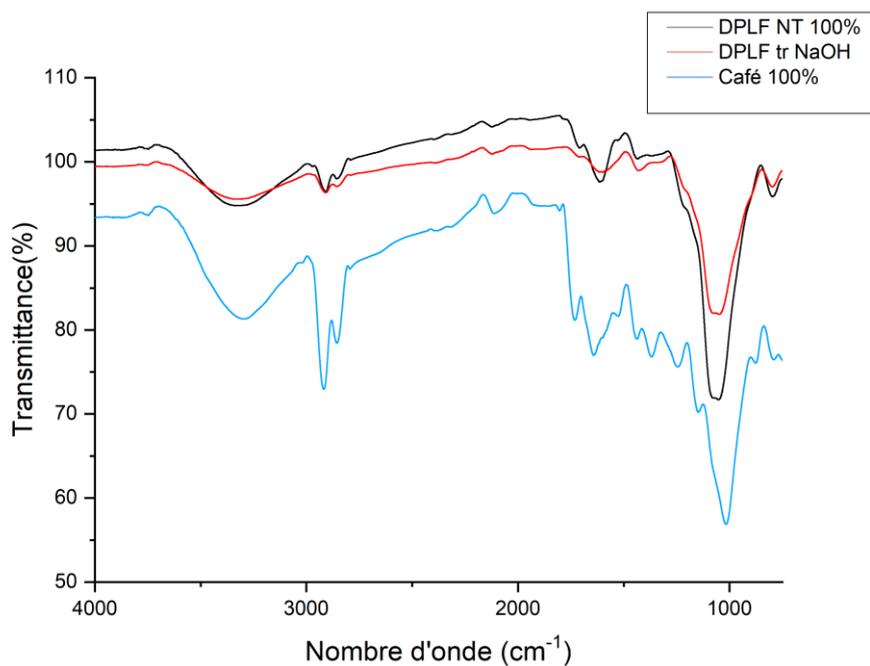


Figure IV.6 : spectre FTIR des additifs

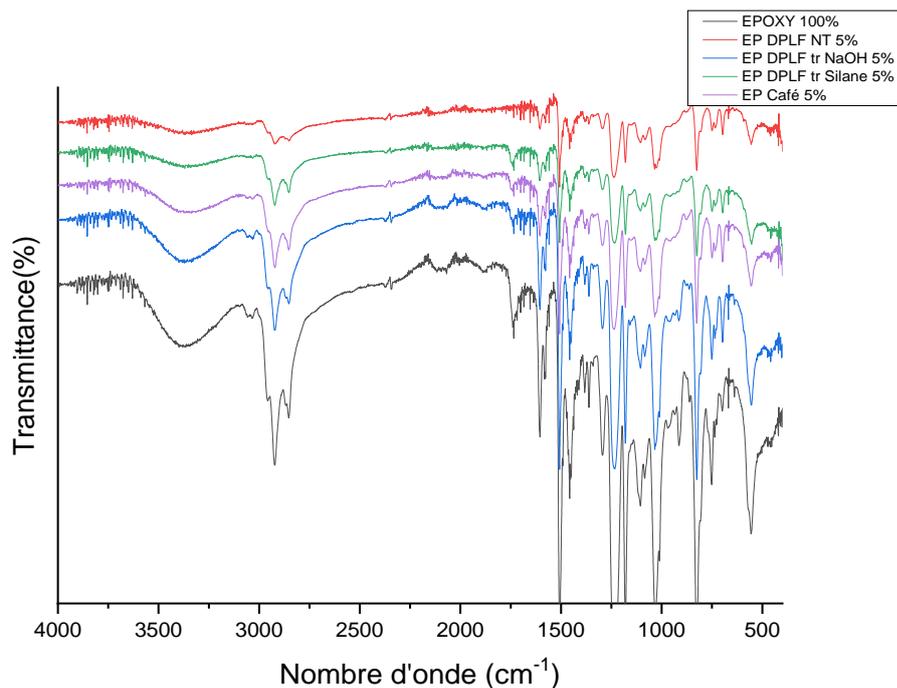
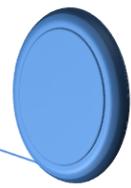


Figure IV.7 : spectre FTIR des époxy / DPLF avec différents pourcentages, époxy / Café

Tableau IV.3 : fréquences caractéristiques des différents composites

Composite	Fréquences caractéristiques (cm ⁻¹)					
	O-H	C-H alcane	C = C	C-O	C-O-C	Si-O
Époxy 95% / DPLF NT5%	3353.4	2911.9 et 2860.4	1500.4	1029.2	1190.35	-
Époxy 95% / DPLF traitée NaOH5%	3372.3	2917.1 et 2856.7	1500.7	1236.07	1027.8	-
Époxy 95% / DPLF traitée Silane 5%	3362.05	2918.03 et 2853.2	1501.6	1236.5	1103.7	1021.05
Époxy 95% / Café 5%	3356.9	2924.7 et 2368.2	1503.5	1233.7	1026.8	-



3. L'absorption de L'eau distillée

Dans le but d'évaluer la capacité à pouvoir absorber l'eau par nos composites, une étude a été entreprise pour dix composites à différentes compositions (le taux et la nature de l'additif).

3.1. Influence du taux de fibre sur l'absorption d'eau

L'étude a été réalisée pour une durée plus de 744 heures, le prélèvement est fait chaque 48 heures.

- **Influence du taux de DPLF sur l'absorption d'eau**

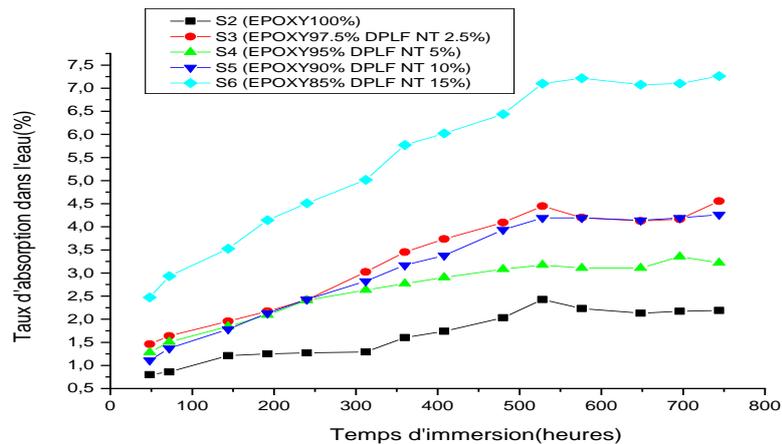
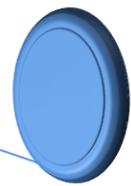


Figure IV.8 : L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps époxy / DPLF avec différent pourcentage

On remarque d'après la figure que le taux de fibre incorporé dans la matrice polymère fait accroître le pouvoir absorbant. et cela est confirmé par les travaux de Mahdi, E. et al (2021). [74], l'anomalie réside dans le composite renfermant 5% de fibre DPLF non traitée on l'on voit une bonne cohésion de cette dernière avec la matrice, ce qui est confirmé par l'étude des propriétés mécaniques (bonne résistance à la rupture).



- **Influence du taux de marc de café sur l'absorption d'eau**

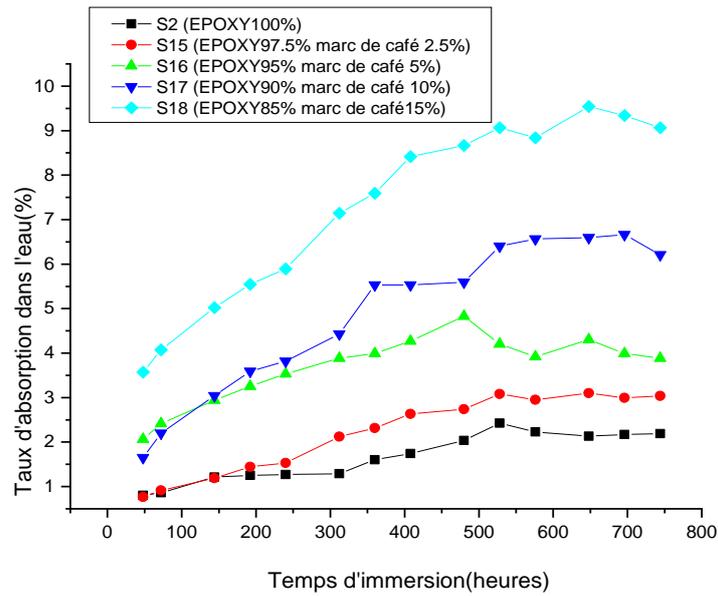


Figure IV.9 : L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps époxy / marc de café avec différent pourcentage

Pour ce qui du deuxième additif le marc de café absorbe de manière croissante avec l'élévation du taux dans le composite (figure IV.9), chose attendue lorsqu'on sait que la composition chimique du marc de café renferme une quantité appréciable de cellulose et hémicellulose et de plus son caractère poreux, ceci est confirmé par les courbes mécaniques.

- **Influence de traitement de la fibre**

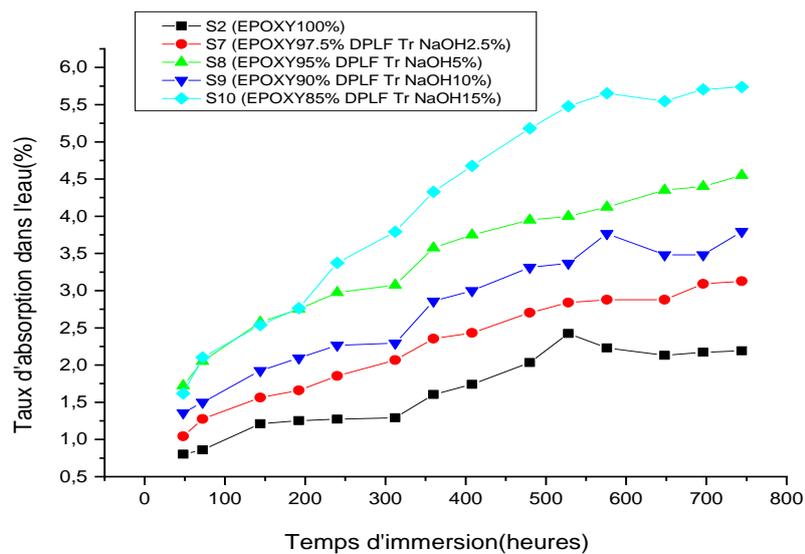


Figure IV.10 : L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps époxy / DPLF traitée NaOH avec différent pourcentage

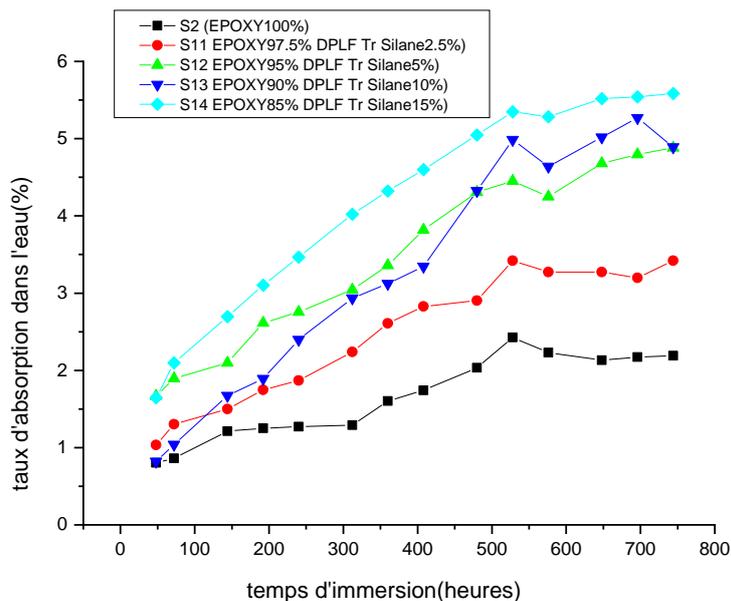


Figure IV.11 : L’absorption de l’eau distillée en fonction du temps époxy / DPLF traitée Silane avec différent pourcentage

Pour les fibres traitées par NaOH et le Silane, l’effet de la diminution de pouvoir absorbant est remarqué pour le composite (Époxy-DPLF10%), ce qui nous amène à conclure que la fibre traitée s’additionne mieux à la matrice polymère, ce qui est confirmé par les résultats des essais mécaniques.

Pour le traitement silane la cohésion avec la matrice de la fibre est plus ou moins bonne car on remarque une élévation de résistance à la rupture pour Époxy / DPLF 10% traitée avec le Silane de 19.70 à 25 Mpa.

4. Les résultats d’étude mécaniques

Une étude mécanique des différents composites Époxy/DPLF, Époxy/marc de café a été réalisée ou l’on remarque sur les figures ci-dessous, de la résistance à la rupture et celle de l’allongement à la rupture respectivement, les résultats suivants :

4.1. L’influence du taux d’additif sur les propriétés mécaniques

- L’influence du taux de DPLF

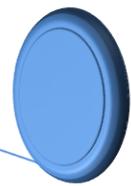


Tableau IV.4 : Propriétés mécaniques des compositions de Époxy / DPLF NT

composites	Résistance σ (MPa)	Allongement ε (%)
S2	22.30	29.10
S3	18.80	17.90
S4	14.90	14.00
S5	19.70	15.10
S6	7.42	21.30

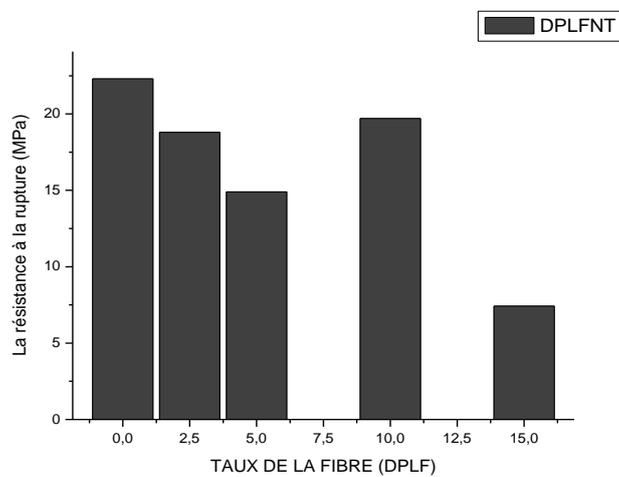


Figure IV.12 : Évolution de la résistance à la rupture des composites Époxy/DPLF NT

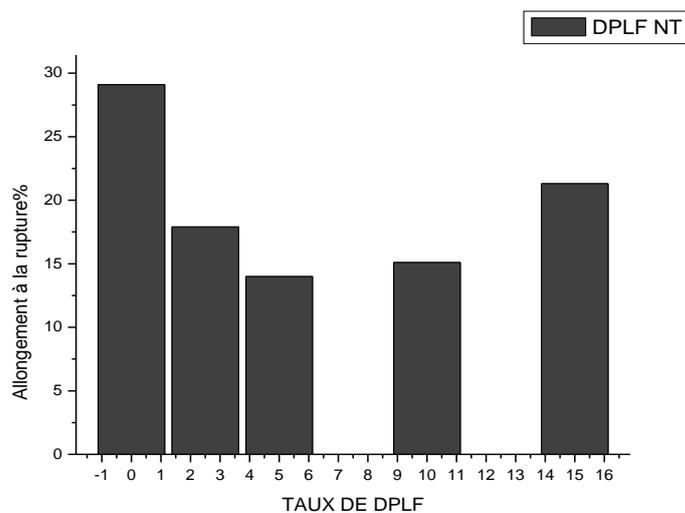
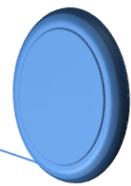


Figure IV. 13 : Évolution de l'allongement à la rupture des composites Époxy/DPLF NT



L'étude des propriétés mécaniques des composites avec la fibre DPLF non traitée a montré que le taux de fibre à 10% fait accroître la résistance à la rupture et par conséquent l'allongement diminue.

- L'influence du taux de Café

Tableau IV. 5 : Propriétés mécaniques des composites de EPOXY /Café

Composites	Résistance σ (MPa)	Allongement ε (%)
S15	19.50	25.00
S16	13.40	16.9
S17	12.50	12.10
S18	6.46	59.50

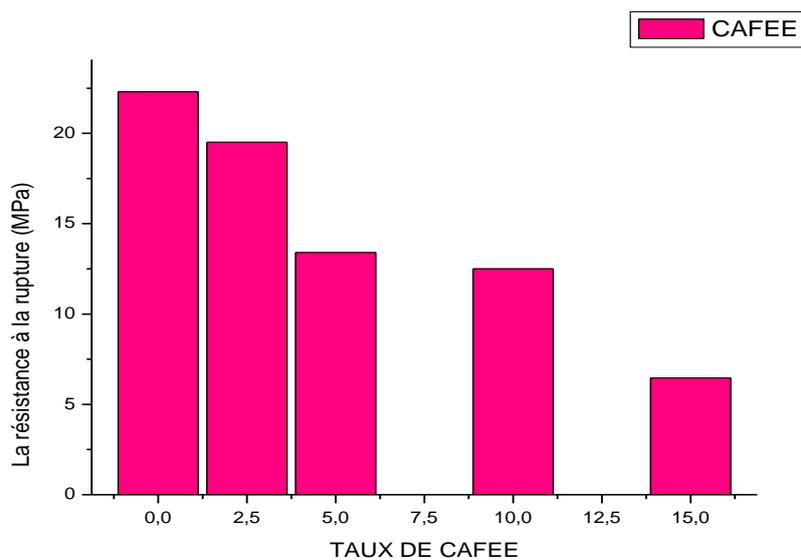


Figure IV. 14 : Évolution de la résistance à la rupture des composites Époxy/marc de Café

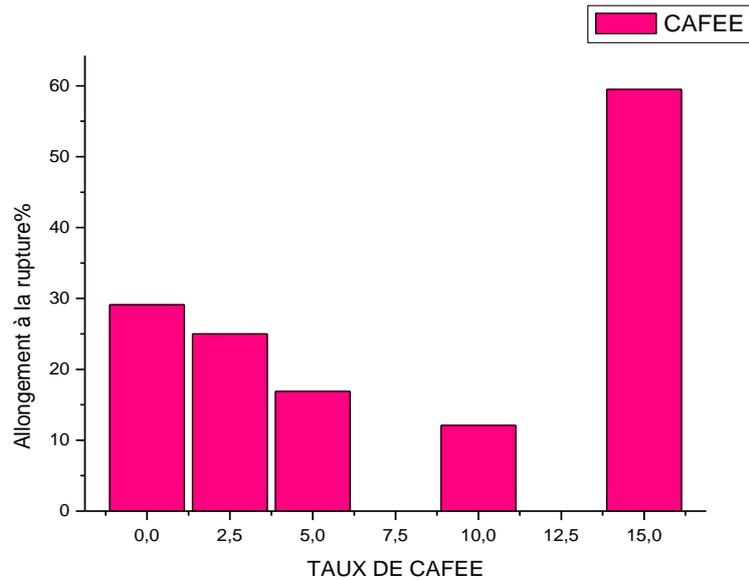
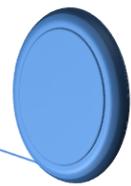


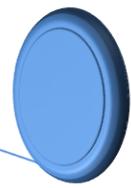
Figure IV. 15 : Évolution de l'allongement à la rupture des composites Époxy/marc de Café

Pour les composites renfermant le marc de café, la résistance à la rupture diminue en allant de 2.5 à 15%, ce qui se traduit par une élévation de l'allongement, constatation confirmée par l'analyse de l'absorption d'eau.

4.2.L'influence du traitement chimique sur les propriétés mécaniques

Tableau IV. 6 : Propriétés mécaniques des composites de Époxy/DPLF traitée

Composites	Résistance σ (MPa)	Allongement ε (%)
S7	13.10	22.60
S8	13.80	29.40
S9	12.80	27.70
S10	8.09	23.00
S11	17.70	18.50
S12	15.60	12.30
S13	25.00	12.10
S14	14.70	9.60



Traitement avec NaOH

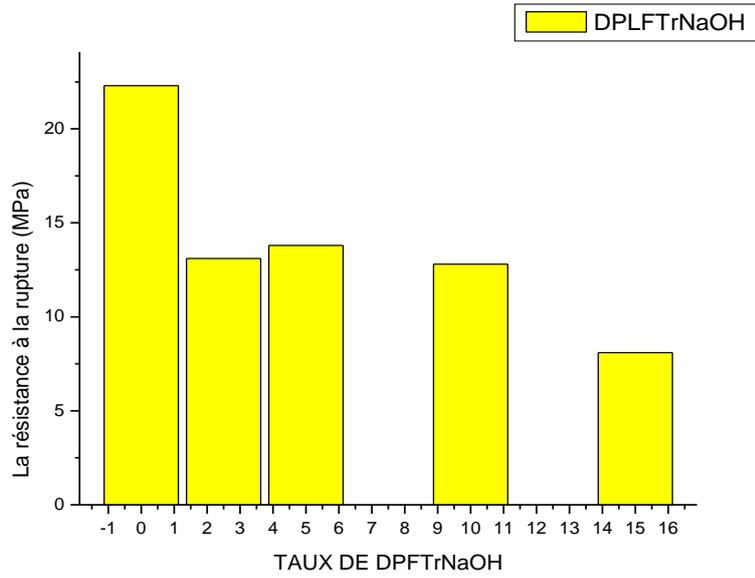


Figure IV. 16 : Histogramme de la résistance à la rupture des composites Époxy/ DPLF traitée avec NaOH

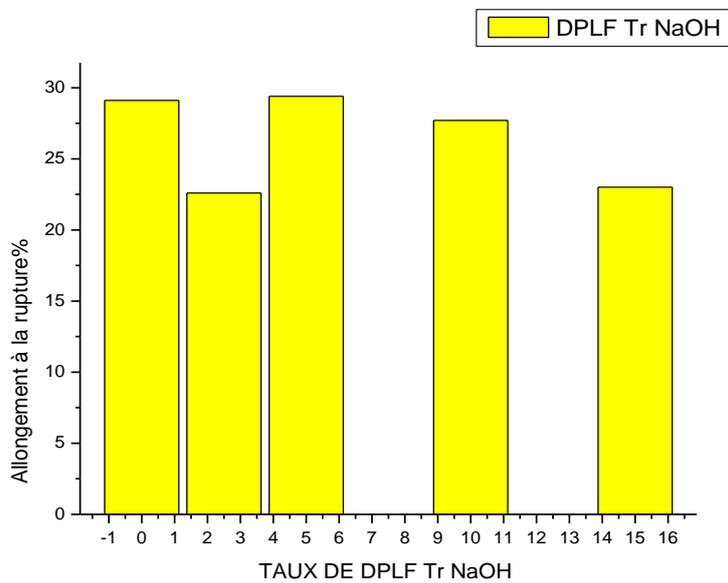
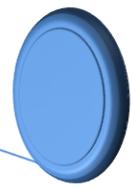


Figure IV. 17 : Histogramme de l'allongement à la rupture des composites Époxy/ DPLF traitée avec NaOH



Traitement avec Silane

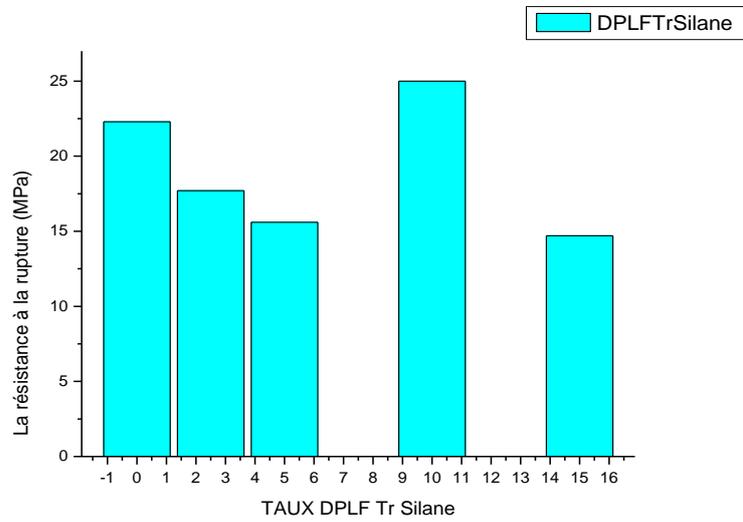


Figure IV. 18 : Histogramme de la résistance à la rupture des composites Époxy/ DPLF traitée avec Silane

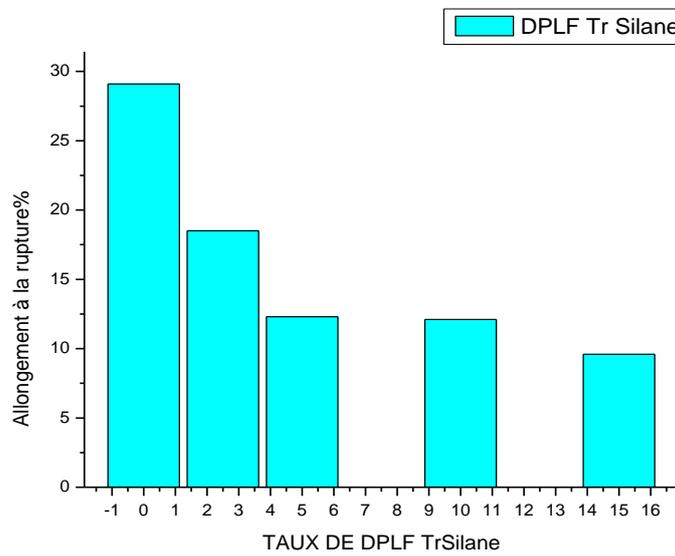
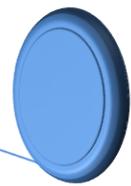


Figure IV. 19 : Histogramme de l'allongement à la rupture des composites Époxy/DPLF traitée avec Silane



Pour les composites renfermant la fibre DPLF traitée par NaOH la résistance diminue comme dans le cas de la fibre DPLF non traitée.

Pour le cas des composites avec la fibre traitée au Silane on remarque une bonne adhésion avec la matrice organique, et la résistance croit alors que l'allongement diminue, résultat confirmé avec l'analyse de l'absorption d'eau. résultats conformes aux résultats de Koohestani, B et al (2018). [73].

❖ La dureté Shore

Dans l'étude des propriétés mécaniques, la dureté Shore A n'est pas adéquate pour ce type de polymère à savoir la résine époxy polymère thermodurcissable réticulé.

5. Étude morphologique des composites Époxy/ DPLF, Époxy/ café

Les micrographies MEB des différents composites ont été réalisées afin de positionner la répartition de la fibre DPLF dans la matrice du polymère.

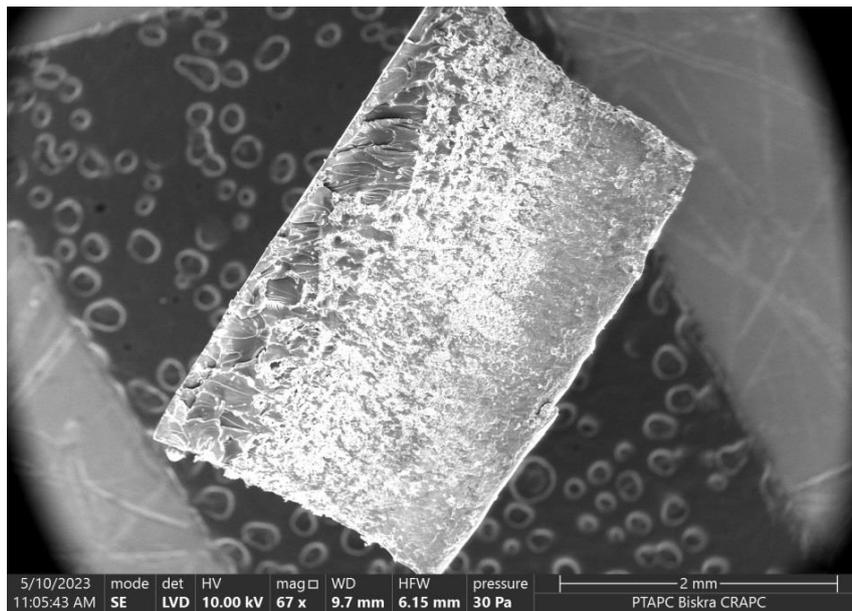


Figure IV. 20 : Micrographie MEB de composite Époxy 90%/ DPLF 10% traitée NaOH

Le micrographe de la figure IV. 20, montre la répartition de la fibre sur la matrice non homogène ce qui se traduit par la faible cohésion.

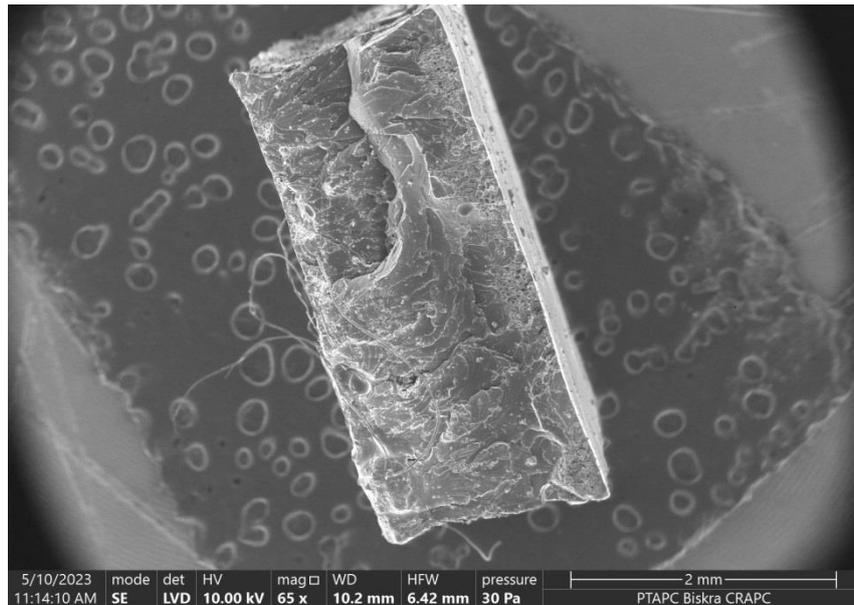
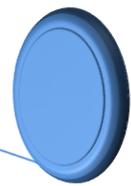


Figure IV. 21 : Micrographie MEB de composite Époxy/ marc de marc de café 10%

L'image suivante de la figure pour le composite Époxy marc de café 10% montre toujours une faible adhésion moléculaire avec la matrice polymère et la présence de cavités et de vides interstitiels. Ce résultat est confirmé par les données de l'absorption d'eau ainsi que celles des propriétés mécaniques.

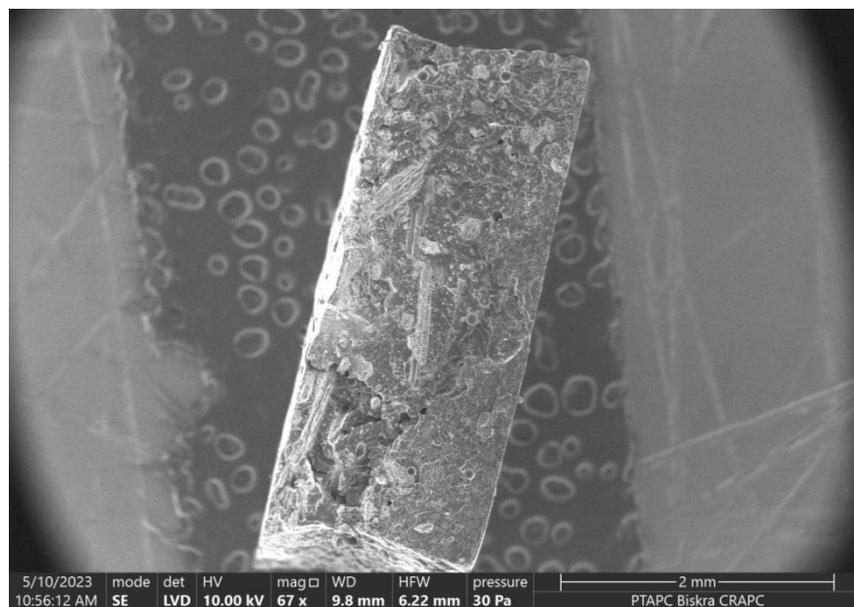


Figure IV. 22 : Micrographie MEB de composite Époxy / DPLF NT 10%

Pour ce composite on note presque le même cas de figure une adhésion faible de la fibre à la surface ce qui se traduit par l'existence de pores et d'agglomérats à la surface néanmoins une certaine homogénéité de la surface apparaît sur le micrographe avec faible rugosité.

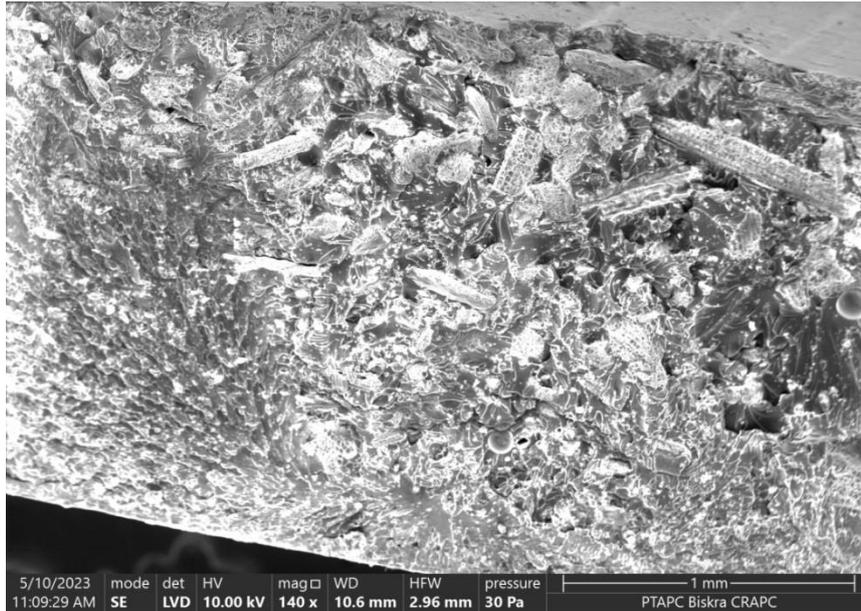
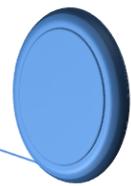


Figure IV. 23 : Micrographie MEB de composite Époxy 95% / DPLF 10% traitée Silane

Le micrographe suivant du composite avec la fibre traitée au silane montre par contre une surface poreuse et une certaine rugosité ce qui laisse la fibre traitée au silane incorporée de manière homogène à la matrice organique. Ceci est en accord avec les résultats de Maou, S et al (2021). [76].

- **EDX de la fibre**

D'après les résultats EDX de la fibre, on constate une présence des éléments de sodium et de silicium et bien sûr le carbone, qui proviennent du traitement chimique de la fibre DPLF incorporée dans la matrice époxy.

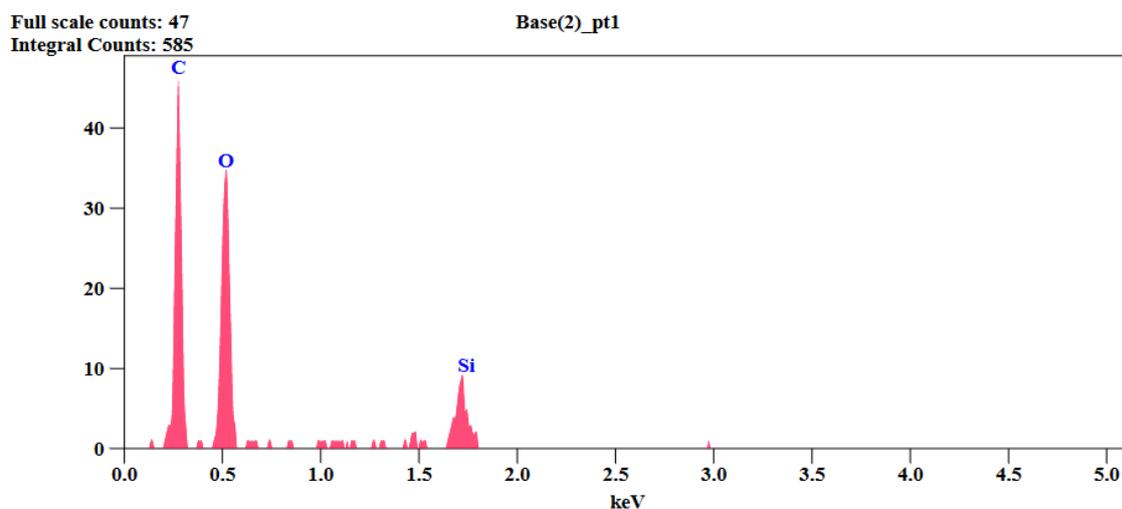


Figure IV. 24 : EDX du DPLF traitée Silane

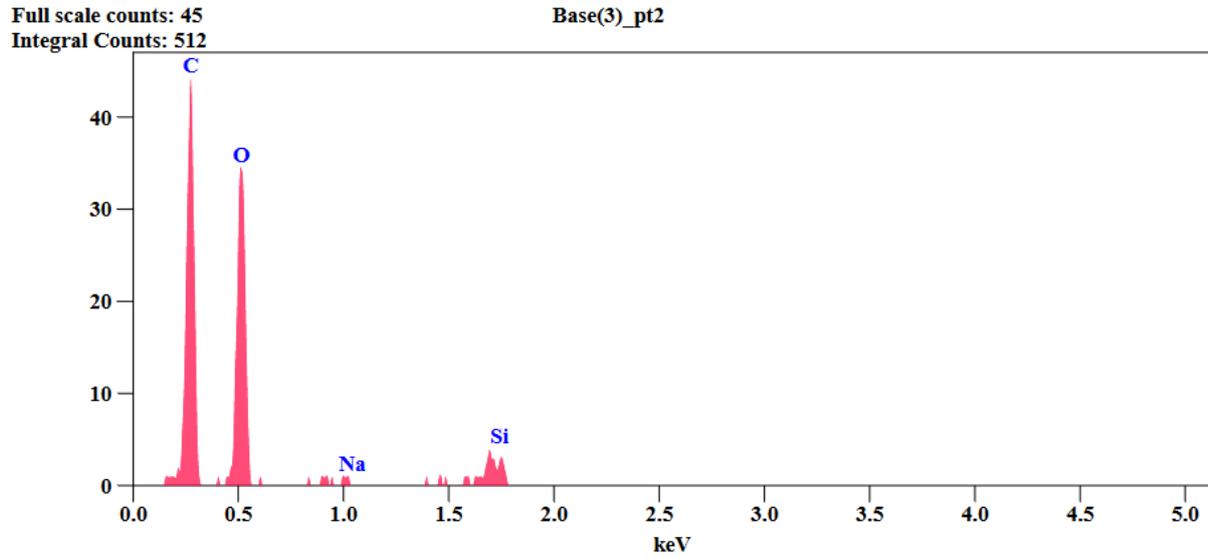
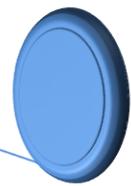


Figure IV. 25 : EDX du DPLF traitée NaOH

6. L’analyse mécanique dynamique (DMA)

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 relatifs au module de conservation, module de perte, et tangente delta. A été faite une série des composites à base d’époxy.

Tableau IV.7 : Les valeurs du module de conservation (stockage) (E’) et de perte (E’’) des différente composite

composite	Module de stockage				Module de perte				
	T °C	40	50	60	70	40	50	60	70
S2		1179.4	414.8	55.4	17.8	299.4	239.7	54.1	10.84
S10		1021.1	276.05	62.72	21.51	315.24	176.12	42.88	9.87
S11		1345.42	290.45	65.77	21.38	302.60	183.09	46.61	11.03
S18		439.4	125.3	57.5	41.02	235.3	80.06	27.5	8.78

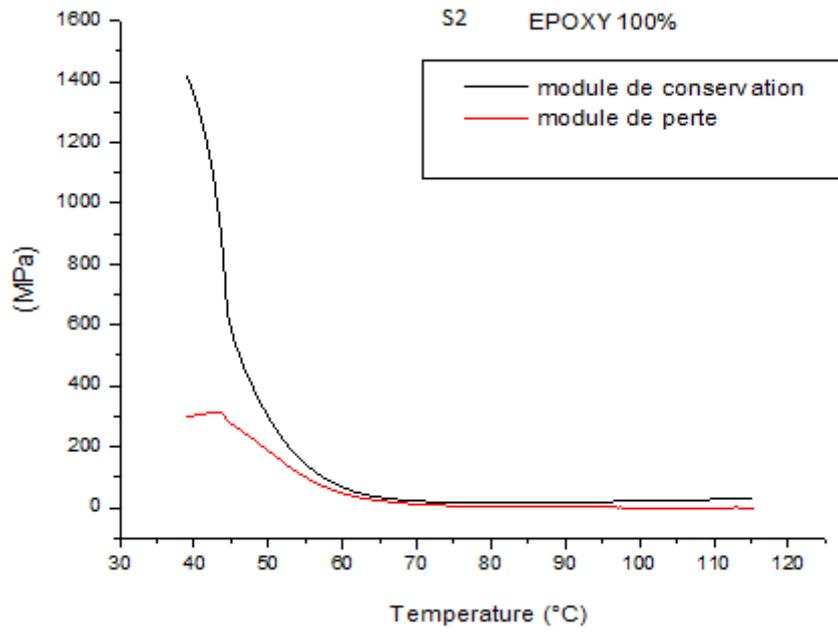
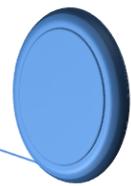


Figure IV. 26 : module de conservation et celle de perte de la résine vierge

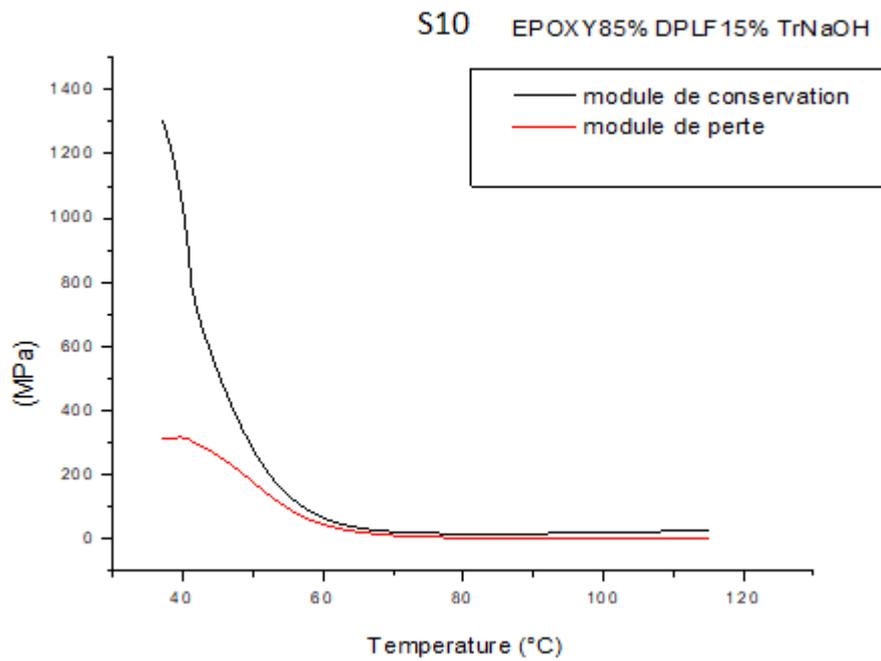
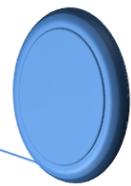


Figure IV. 27 : module de conservation et celle de perte du composite S10



L'étude DMA du composite S10 a montré une certaine concordance avec les résultats des propriétés mécaniques ou l'on voit que le module de conservation E' chuté ce qui se traduit par un accroissement de l'élasticité entraînant une diminution de la rigidité du matériau. Pour ce qui est du module des pertes, ce dernier diminue avec l'augmentation de la température en allant de 40 à 70°C.

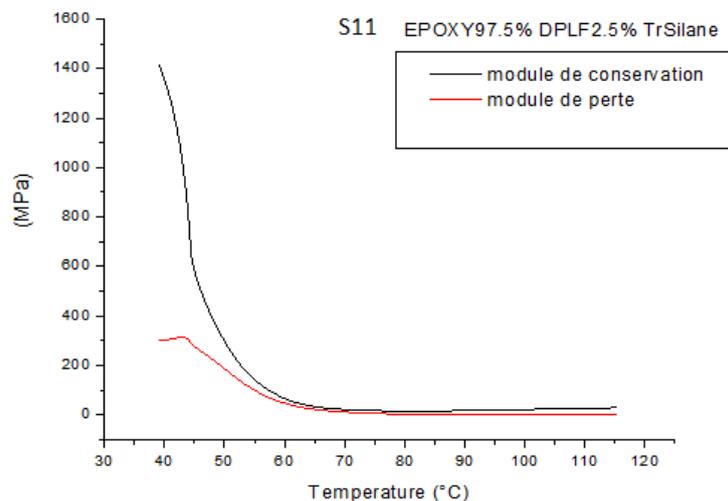


Figure IV. 28 : module de conservation et celle de perte du composite S11

On remarque un déplacement de la courbe du module de conservation vers les valeurs supérieures de température, on note la même constatation en ce qui concerne le module des pertes E'' . En comparaison avec S2 composite vierge le module de conservation augmente pour S11 suite à la croissance de la rigidité du matériau. Ceci est en accord avec les résultats de Do Thi, V. V. D. T. (2011). [49].

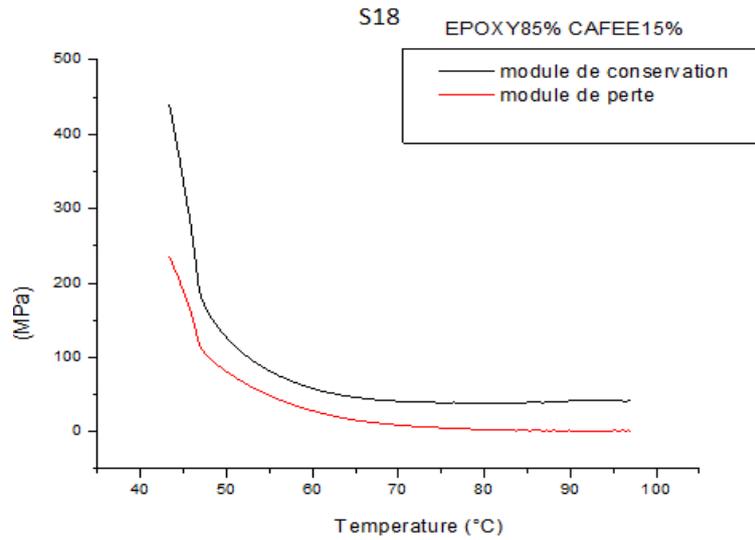
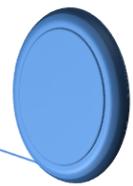


Figure IV. 29 : module de conservation et celle de perte du composite S18

Le composite S18 avec le marc de café 15% possède les faibles valeurs du module de conservation et celui des pertes, constatation confirmée par l'étude mécanique et celle morphologique.

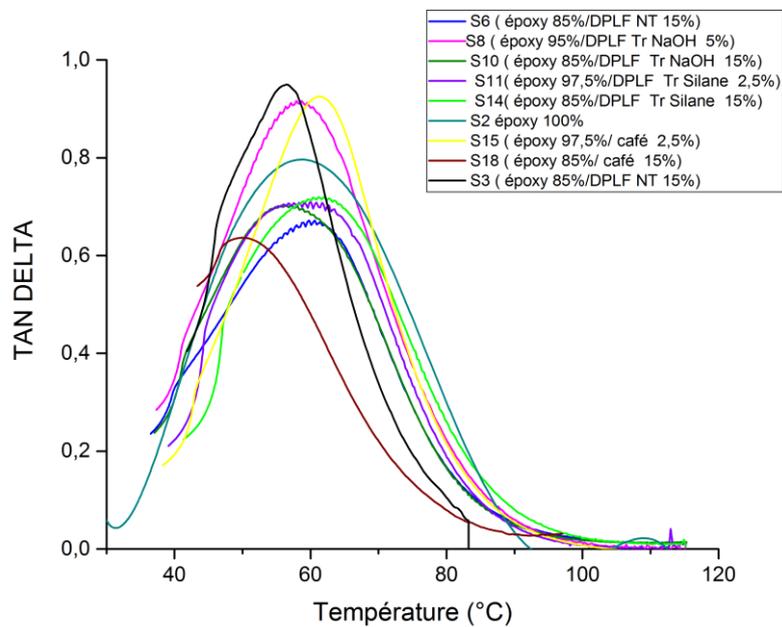


Figure IV. 30 : évaluation de la TAN DELTA des différents composites en fonction de la température

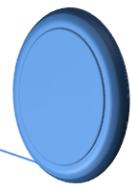
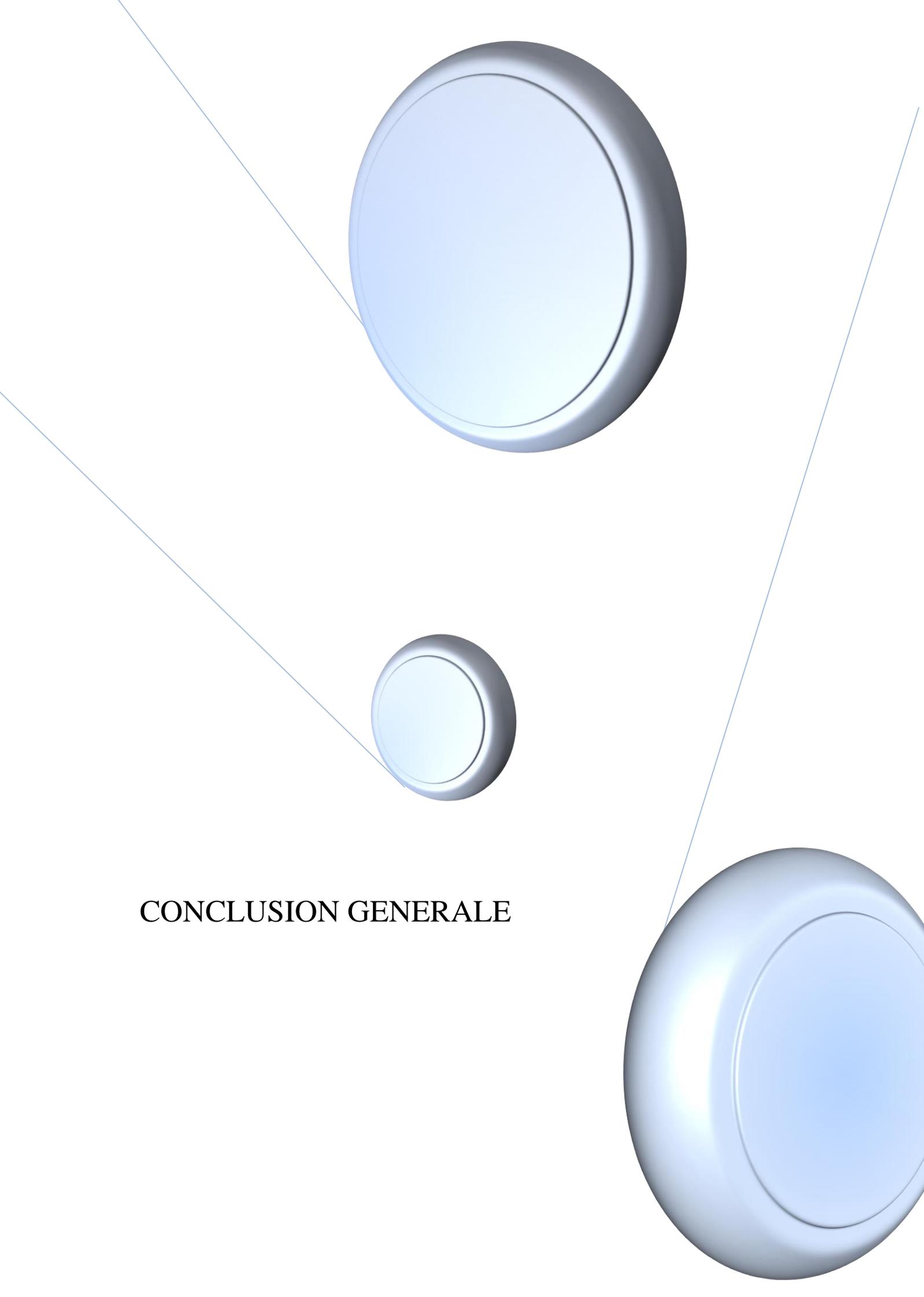


Tableau IV.8 : Les valeurs du TAN DELTA des différentes composites et leurs T max

composite	T max °C	Tang Delta
S2	58.51	0.9951100
S3	56.45	0.9883602
S6	60.63	0.6719981
S8	58.29	0.9165024
S10	58.80	0.7021729
S11	60.08	0.7087554
S14	62.27	0.7197110
S15	61.48	0.9505204
S18	49.91	0.6387578

Les courbes de la tangente delta ont des maximums de température très proches les unes des autres, le maximum à la valeur de 49.91 °C est noté pour le composite S18 composé de marc de café à 15% ceci trouve son explication dans le fait que la composition admet une faible cohésion par contre par diminution du taux à 2.5%, le composite S15, le déplacement est de 10 degrés de plus , les composites S10, S11 et S14 suivent le même constat ou l'on voit un déplacement de presque de 10 à 11°C , que l'on peut attribué à la bonne liaison interfaciale entre le polymère et l'additif choisi.

The image features three blue, 3D-rendered oval shapes. One is at the top center, one is at the bottom right, and one is in the middle left. They are connected by thin blue lines that form a triangular shape. The text 'CONCLUSION GENERALE' is positioned in the lower-left area of the image.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

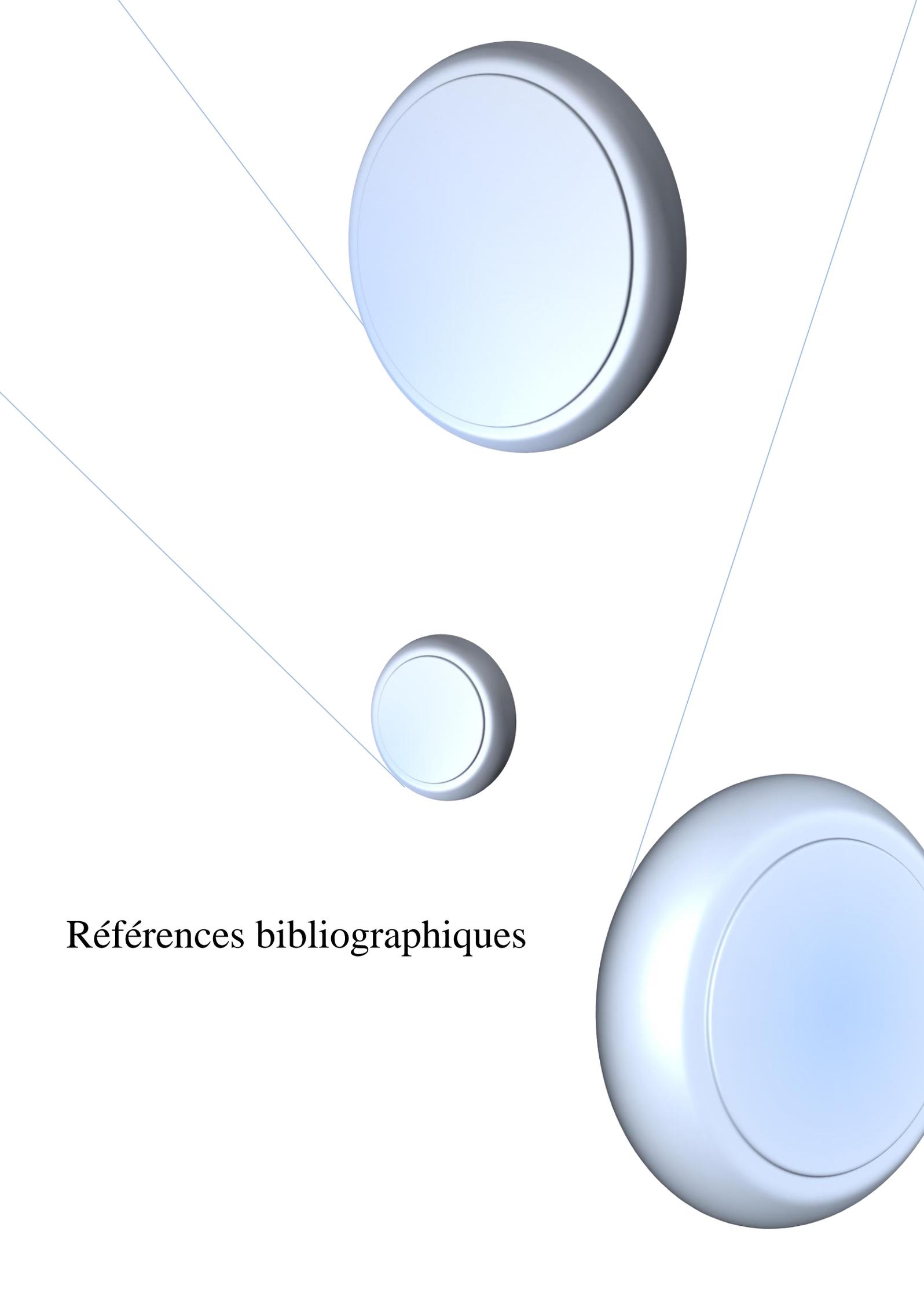
En conclusion, ce projet de fin d'étude met en lumière l'importance croissante des matériaux composites à base de résine époxy (comme matrice) renforcé par le marc de café et celle par les fibres de palmier dattier traitée par solution alcalin de NaOH et avec un agent de couplage le (3-mercaptopropyl) triméthoxysilane (silane) (comme des renforts). La poursuite des recherches et des développements dans ce domaine permettra d'explorer de nouvelles opportunités pour l'innovation et l'amélioration continue des performances des composites. En plus, l'utilisation de plusieurs techniques pour caractériser différents composites est nécessaire pour confirmer, conclure et connaître d'autres dimensions de différents résultats. Nous avons obtenu plusieurs résultats pour divers échantillons, notamment :

- On a confirmé la structure des additifs dans les structures des différents composites et celle de renfort unique. par l'analyse spectroscopique infra rouge à Transformée de Fourier FTIR.
- L'étude de l'absorption d'eau par les différents composites Époxy/DPLF nous amène à conclure que la fibre traitée s'additionne mieux à la matrice polymère et montré que le traitement chimique permet a la diminution de pouvoir absorbant.
- D'après les résultats de la résistance à la rupture des composites Époxy/DPLF, Époxy/marc de café on peut constater que le taux adéquat est de 10% de fibre DPLF. et 2.5% de marc de café.
- L'étude morphologique MEB a montré que le traitement chimique par le silane confère au DPLF une meilleure cohésion avec la matrice époxy.
- D'après les résultats EDX de la fibre, on constate une présence des éléments de sodium et de silicium, donc on a confirmé les deux types de traitement.
- L'analyse mécanique dynamique a montré que le module de conservation augmente pour le composite Époxy / DPLF 2.5% traitée avec silane suite à la croissance de la rigidité du matériau, en comparaison avec composite vierge.
- L'analyse mécanique dynamique de composite (marc de café 15%) possède les faibles valeurs du module de conservation et celui des pertes, constatation confirmée par l'étude mécanique et celle morphologique.
- L'incorporation de marc de café à 15% diminue la température de maximum de tan Delta, donc l'amélioration des propriétés viscoélastiques.

Enfin, nous espérons que ce modeste travail sera une référence pour d'autres projets de fin d'étude et aussi un point de départ pour entamer d'autres études dans la Vie professionnel.

À travers cette étude nous vous proposons des Perspectives pour poursuivre ce travail dans le futur :

- Effectué des traitements chimiques sur le marc de café.
- Effectuer une analyse thermogravimétrique (ATG) et celle de calorimétrie différentielle à balayage (DSC).
- Étudier d'autres types de renforcement notamment : les fibres hybrides céramique-carbone, carbone-verre.
- Faire des études sur l'utilisation de ces matériaux composites dans la fabrication des Prothèse, Bras bionique, Jambe artificielle.

The image features three blue, 3D-rendered spheres of different sizes. One large sphere is at the top center, a smaller one is in the middle, and another large one is at the bottom right. Two thin blue lines intersect to form a triangular shape, with one vertex pointing towards the top left and the other towards the top right. The text 'Références bibliographiques' is positioned in the lower-left area of the page.

Références bibliographiques

Références

- [1] Namazi, H. (2017). Polymers in our daily life. *BioImpacts*, n°7(2), 73-74.
- [2] Hassan, T. Zhou, C. Saeed, S. (2021). Polymers, An Infrangible Part of Our Life. *J Islamabad Med Dental Coll*, n°10(3), 131-132.
- [3] Etienne, S. David, L (2012). Introduction à la Physique des Polymères. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. DUNOD.
- [4] Combette, P. Ernoult, I (2000). Physique des Polymères tome I : structure, fabrication, emploi. Hermann éditeurs.
- [5] Fontanille, M. Gnanou, Y (2005). Chimie et physico-chimie des polymères. Paris. DUNOD.
- [6] <https://www.techno-science.net/glossaire-definition/Polyethylene.html>.
- [7] Carrega, M. Vernney, V. et Coll (2012). MATERES PLASTIQUE propriétés, mise en forme et applications industrielles des matériaux polymères. Paris. DUNOD.
- [8] Halary, J L. Lauprêtre, F (2006). De la macromolécule au matériau polymère Synthèse et propriétés des chaînes. Paris. Belin.
- [9] Bensaid, M.O (2015). Étude Des Polymères Par Dynamiques Moléculaire. Thèse de doctorat. Université Mohamed Boudiaf, Oran.
- [10] https://www.researchgate.net/publication/336829978_Polymerization.
- [11] Verney, V. Massardier, N. (2006). Polymères et développement durable Intégration des questions environnementales dans la recherche et l'enseignement Valérie. *L'actualité chimique*, n° 300, 47-53.
- [12] Rabetafika, H.M. Paquot, M. Dubois, P. (2006). Les polymères issus du végétal : matériaux à propriétés spécifiques pour des applications ciblées en industrie plastique. *BASE*, n°10, 185-196.
- [13] Blaga, A. (1975). Les thermoplastiques. *Digeste de la construction au Canada*, n° CBD-158F.
- [14] Dupeux, M (2004). Aide-mémoire science des matériaux. Paris. DUNOD.
- [15] Mairesse, M. Petit, J.M. Chéron, J. Falcy, M. (1979). Produits de dégradation thermique des matières plastiques. *Cahiers de notes documentaires - Hygiène et sécurité du travail*, n° 174, 1er trimestre 1999 48-57.
- [16] George, O. (1982). Basic Concepts in Elastomer Synthesis. ACS Symposium Series; American Chemical Society: Washington, DC, n°27 #1-4, 1-31.
- [17] Bouguedad, D (2009-2010). Influence du vieillissement thermique sur les propriétés de l'éthylène propylène diène monomère (EPDM). Thèse de doctorat. Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou.
- [18] Koscher, M (2003). Etude de l'extrusion monovis de mélanges D'élastomères Approche expérimentale et simulation Numérique. Thèse de doctorat. L'école nationale supérieure des mines, paris.
- [19] Guillemot, M. Patrascu, C (2019). Classification des matières plastiques- Version 2. Base de données Plastique, risque et analyse thermique.
- [20] Ladjabi, H (2011). Etude Expérimentale du Comportement Mécanique des Polymères.

Mémoire de Magister. Université Badji Mokhtar, Annaba.

- [21] Hammou, A.D. Zaza, G. Benchatti, A. Allaoui, O. (2017). Extraction Dynamique du Module d'Elasticité Longitudinale et des Fréquences Naturelles d'une Poutre en Porte-à-Faux. Reserchget.
- [22] Baptiste, S (2015). Propriétés mécaniques de bicouches et de capsules polymères résolues à l'échelle nanométrique. Etude par microscopie à force atomique. Thèse de doctorat. Université Pierre et Marie Curie, Paris.
- [23] Lahouel, A (2018). Elaboration et Caractérisation d'un Alliage Ferro-TiC. Thèse de doctorat. Université BADJI MOKHTAR, Annaba.
- [24] Hoque, M.B. M.Z.I Mollah, M.Z.I. Faruque, M.R.I. Abdul Hannan, Md. Khan, R.A. (2021). Review on the Mechanical Properties of Pineapple Leaf Fiber (PALF) Reinforced Epoxy Resin Based Composites. Engineering and Technology Journal, n°06, 855-860.
- [25] Touam, L (2022). Effet de la fibre bio sur le comportement mécanique des matériaux composites. Thèse de doctorat. Université Mohamed Khider, Biskra.
- [26] Missoum, A.A (2022). Etude de l'effet de différentes techniques de préparation sur les propriétés des matériaux composites biosourcés. Mémoire de projet de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie de l'Environnement. Ecole Nationale Polytechnique, Alger.
- [27] Frédéric, B (2018). Conception et synthèse d'une matrice polymère thermoplastique pour l'obtention de matériaux composites recyclables, résistants au feu et utilisables dans l'industrie. Thèse de doctorat. Laboratoire de Chimie-Physique Macromoléculaire, France.
- [28] Amaury, L (2017). Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène. Thèse de doctorat. Université du Québec à Trois-Rivières, Canada.
- [29] Laarej, M (2010). Etude par spectroscopie Raman et modélisation D'une résine composite RTM. Thèse de doctorat. Université Abou Bakr Belkaid, Tlemcen.
- [30] Kumar, P (2012). Mechanical Behavior of Orange Peel Reinforced Epoxy Composite. A thesis submitted in partial fulfilment of the requirement for the degree of bachelor. National Institute of Technology, Rourkela (Deemed University).
- [31] Sellak, R (2013). Elaboration et caractérisation d'une résine thermodurcissable conductrice. Thèse de doctorat. L'Université Nantes Angers Le Mans, France.
- [32] Bardonnat, P. (1992). Résines époxydes (EP) : Composants et propriétés. Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites, n°A 3 467, 1-18.
- [33] Ladghem Chikouche, M.D (2016). Renforcement d'un polymère (polyester insaturé) par des fibres végétales (Arundo donax). Thèse de doctorat. Université Ferhat Abbas, Setif 1.
- [34] Perrot, Y (2006). Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites verre/polyester utilisés en construction navale de plaisance - Cas des résines polyester limitant les émissions de styrène. Thèse de doctorat. L'Université de Bretagne Sud, France.
- [35] Thomas, C (2011). Etude des mécanismes d'endommagement des composites fibres de carbone / matrice polyamide : application à la réalisation de réservoirs de stockage de gaz sous haute pression de type IV. Thèse de doctorat. L'École nationale supérieure des mines, Paris.
- [36] Abdul Khalil, HPS. Tehrani, MA. Davoudpour, Y. Bhat, AH. Jawaid, M. Hassan, A. (2012). Natural fiber reinforced poly (vinyl chloride) composites: A review. Journal of Reinforced

Plastics and Composites 2013, n° 32(5), 330-356.

- [37] Daniel Guillot, M et al (1998). Le PVC en « Questions ». Groupe de Travail PVC. Document de recherche. Paris.
- [38] Farooq, W.A. Tawfik, W. Alahmed, Z. A. Ahmad, K. Singh, J. P. (2014). Role of purging gases in the analysis of polycarbonate with laser-induced breakdown spectroscopy. *Journal of Russian Laser Research*, n°35, 205-215.
- [39] Fried, J.R (2014). *Polymer science and technology*. États-Unis. PRENTICE HALL.
- [40] Vilfayeau, J (2014). *Modélisation numérique du procédé de tissage des renforts fibreux pour matériaux composites*. Thèse de doctorat. INSA, Lyon.
- [41] Navaratnam, S. Selvaranjan, K. Jayasooriya, D. Rajeev, P. Sanjayan, J. (2023). Applications of natural and synthetic fiber reinforced polymer in infrastructure: A suitability assessment. *Journal of Building Engineering*, n°66, 1-28.
- [42] Hajj, R (2018). *Procédés de modification des fibres naturelles*. Thèse de doctorat. Université Libanaise, Liban.
- [43] Tossou, E (2019). *Développement de nouveaux composites hybrides renforcés par des fibres de carbone et de lin : Mise en oeuvre et Caractérisation mécanique*. Thèse de doctorat. Université de Caen Normandie, Caen.
- [44] Gupta, M.K. Srivastava, R.K. (2016). Mechanical Properties of Hybrid Fibers-Reinforced Polymer Composite: A Review. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, n°55, 626-642.
- [45] Ranjan Sethy, S (2011). *A study on mechanical behavior of surface Modified natural fiber based polymer Composites*. A thesis submitted in partial fulfillment of the requirement for the degree of bachelor. National Institute of Technology, Rourkela (Deemed University).
- [46] Maou, S (2021). *Élaboration et caractérisation de Polychlorure de vinyle / polyéthylène PVC/PE composites pour des applications Structurelle*. Thèse de doctorat. Université Mohamed Khider, Biskra.
- [47] Radzi, A.M. Sheikh, A.Z. Hassan, M.Z. Ilyas, R.A. Khairur Rijal, J. Md Daud, M.Y. Sa'ardin, A.A. (2022). Bamboo-Fiber-Reinforced Thermoset and Thermoplastic Polymer Composites: A Review of Properties, Fabrication, and Potential Applications. *Polymers*, n°14, 2-21.
- [48] Benyahia, A. Merrouche, A. (2014). Effect of Chemical Surface Modifications on the Properties of Alfa Fiber-Polyester Composites. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, n°53, 403-410.
- [49] Do Thi, V. V. D. T. (2011). *Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non*. Thèse de doctorat. Université de Grenoble; Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh Ville.
- [50] Bezazi, A. Amroune, S. Scarpa, F. (2015). Analyse statistique et effet des traitements chimique sur le comportement physico-mécanique des fibres des bras de grappe des palmiers dattier. *Synthèse: Revue des Sciences et de la Technologie*, n°31, 108-120.
- [51] Alsaeed, T. Yousif, B. F. & Ku, H. (2013). The potential of using date palm fibers as reinforcement for polymeric composites. *Materials & Design*, n°43, 177-184.
- [52] Al-Khanbashi, A. Al-Kaabi, K. Hammami, A. (2005). Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: Fiber characterization. *Polymer Composites*, n°26(4), 486-497.
- [53] Mirmehdi, S. M. Zeinaly, F. Dabbagh, F. (2014). Date palm wood flour as filler of linear low-density polyethylene. *Composites Part B: Engineering*, n°56, 137-141.

- [54] Alawar, A. Hamed, A. M. Al-Kaabi, K. (2009). Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement. *Composites Part B: Engineering*, n°40(7), 601-606.
- [55] Gazonato, E. C. Maia, A. A. D. Moris, V. A. da S. aiva, J. M. F. de. (2019). Thermomechanical Properties of Corn Starch Based Film Reinforced with Coffee Ground Waste as Renewable Resource. *Materials Research*, n°22(2).
- [56] Kessoum, A. Lougliti, R. A (2021). Valorisation des déchets de café dans différents domaines. Mémoire de master. Université Ziane Achour, Djelfa.
- [57] Brandt, A. Gräsvik, J. Hallett, J. P. Welton, T. (2013). Deconstruction of lignocellulosic biomass with ionic liquids. *Green Chemistry*, n°15(3), 550.
- [58] Rousset, P. (1997). Modification des constituants du bois sous l'effet de la chaleur et conséquences sur les propriétés.
- [59] Karunarathna, M. S. Smith, R. C. (2020). Valorization of lignin as a sustainable component of structural materials and composites: advances from 2011 to 2019. *Sustainability*, n°12(2), 734.
- [60] Karray, M. (2012). Caractérisation des propriétés mécaniques et électriques des matériaux composites par méthode holographique numérique 3D et analyse diélectrique. Thèse de doctorat. Université du Maine – UMR 6613.
- [61] Gornet, L (2008). Généralités sur les matériaux composites. Thèse de doctorat. Ecole d'ingénieur.
- [62] Mallick, P.K (2007). Fiber reinforced composites materials, manufacturing, and design. New York. Taylor & Francis Group, LLC.
- [63] Ausseur, D. (1999). Polychlorure de vinyle. *Technique de l'ingénieur*, n° AM 3325, 1-11.
- [64] Aucher, J (2009). Etude comparative du comportement composite à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Thèse de doctorat. Institut National des Sciences Appliquées, Rouen.
- [65] Berthelot, J.M (2010). Mécanique des Matériaux et Structures Composites. France. TEC & DOC.
- [66] Privas, E. (2013). Matériaux ligno-cellulosiques: "Élaboration et caractérisation". Thèse de doctorat. Ecole Nationale Supérieure des Mine, Paris.
- [67] Akram Khan, M. Guru, S. Padmakaran, P. Mishra, D. Mudgal, M. Dhakad, S. (2011). Characterization studies and impact of chemical treatment on mechanical properties of sisal fiber. *Composite Interfaces*, n°18(6), 527-541.
- [68] Bisanda, E. T. N. Ansell, M. P. (1991). The effect of silane treatment on the mechanical and physical properties of sisal-epoxy composites. *Composites Science and Technology*, n°41(2), 165-178.
- [69] Zhou, F. Cheng, G. Jiang, B. (2014). Effect of silane treatment on microstructure of sisal fibers. *Applied Surface Science*, n°292, 806-812.
- [70] Gironès, J. Méndez, J. A. Boufi, S. Vilaseca, F. Mutjé, P. (2006). Effect of silane coupling agents on the properties of pine fibers/polypropylene composites. *Journal of Applied Polymer Science*, n°103(6), 3706-3717.
- [71] Muhammad, Y. H. Ahmad, S. Abu Bakar, M. A. Mamun, A. A. Heim, H. P. (2015). Mechanical properties of hybrid glass/kenaf fibre-reinforced epoxy composite with matrix modification using liquid epoxidised natural rubber. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, n°34(11), 896-906.
- [72] Mme Assaf, I (2022). Etude du phénomène de décohésion aux interfaces Des matériaux

composites. Thèse de doctorat. Université des Sciences et de la Technologie d'Oran MB.

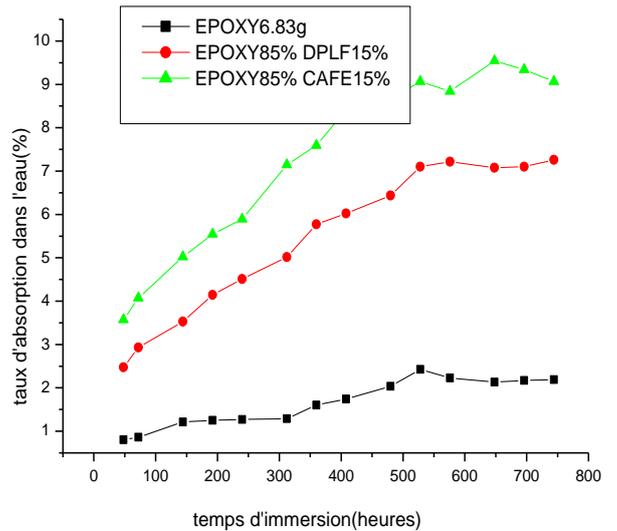
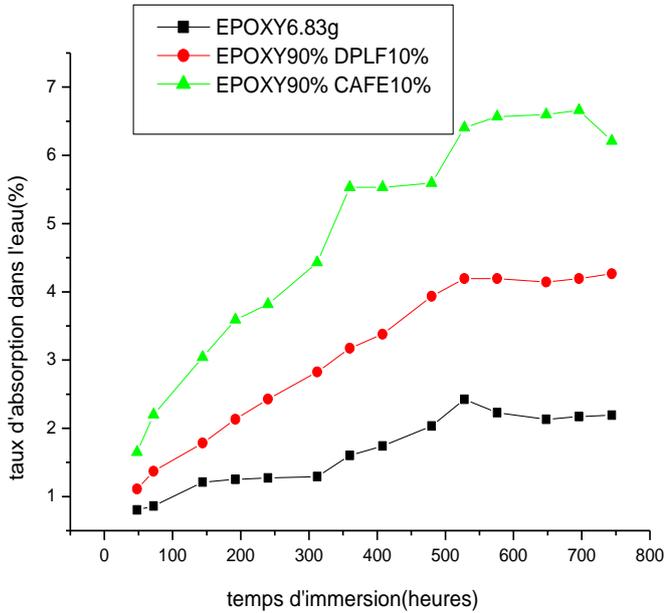
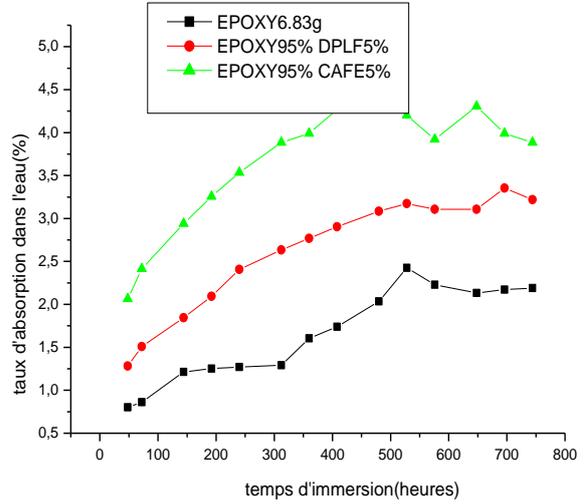
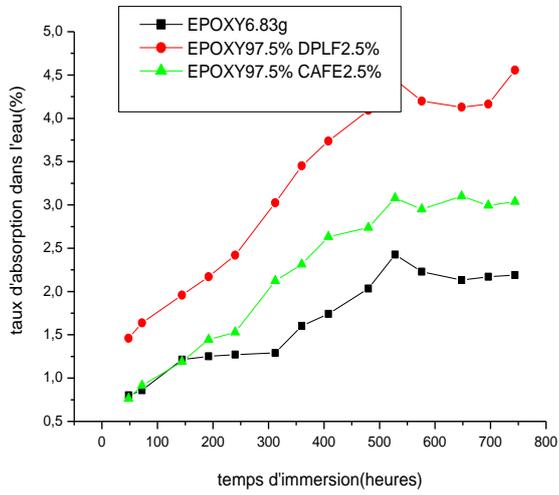
- [73] Koohestani, B. Darban, A. K. Mokhtari, P. Yilmaz, E. Darezereshki, E. (2018). Comparison of different natural fiber treatments: a literature review. *International Journal of Environmental Science and Technology*.
- [74] Mahdi, E. Ochoa, D. R. H. Vaziri, A. Dean, A. Kucukvar, M. (2021). Khalasa date palm leaf fiber as a potential reinforcement for polymeric composite materials. *Composite Structures*, 265, 113501.
- [75] Benyahia, A. Merrouche, A. Rahmouni, Z. E. A., Rokbi, M. Serge, W. Kouadri, Z. (2014). Study of the alkali treatment effect on the mechanical behavior of the composite unsaturated polyester-Alfa fibers. *Mechanics & Industry*, n°15(1), 69-73.
- [76] Maou, S. Meghezzi, A. Grohens, Y. Meftah, Y. Kervoelen, A. Magueresse, A. (2021). Effect of various chemical modifications of date palm fibers (DPFs) on the thermo-physical properties of polyvinyl chloride (PVC)–high-density polyethylene (HDPE) composites. *Industrial Crops and Products*, n°171, 113974.
- [77] Desnoes, E. (2021). Élaboration de résines et de matériaux composites thermodurcissables renouvelables. Thèse de doctorat. Université du Québec à Trois-Rivières.
- [78] Bomfim, A. S. C. D. Oliveira, D. M. D. Voorwald, H. J. C. Benini, K. C. C. D. C. Dumont, M. J. Rodrigue, D. (2022). Valorization of spent coffee grounds as precursors for biopolymers and composite production. *Polymers*, n°14(3), 437.
- [79] Khan, S. A.Khan, S. B.Khan, L. U.Farooq, A.Akhtar, K.Asiri, A. M. (2018). Fourier Transform Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Application in Functional Groups and Nanomaterial's Characterization. *Handbook of Materials Characterization*, 317–344.
- [80] Omid, M. Fatehinya, A. Farahani, M. Akbari, Z. Shahmoradi, S. Yazdian, F. Vashae, D. (2017). Characterization of biomaterials. In *Biomaterials for oral and dental tissue engineering*, 97-115. Wood Head Publishing.
- [81] Dupuy, J. S. Ienny, P. Corn, S. Daridon, L. (2007). Comparaison de méthodes dynamiques d'analyse du comportement mécanique de matériaux. In *18ème Congrès Français de Mécanique*.
- [82] Dunson, D. Ph.D. Caractérisation des polymères à l'aide de l'analyse mécanique dynamique (DMA). Rapport de recherche. EAG Laboratoires.



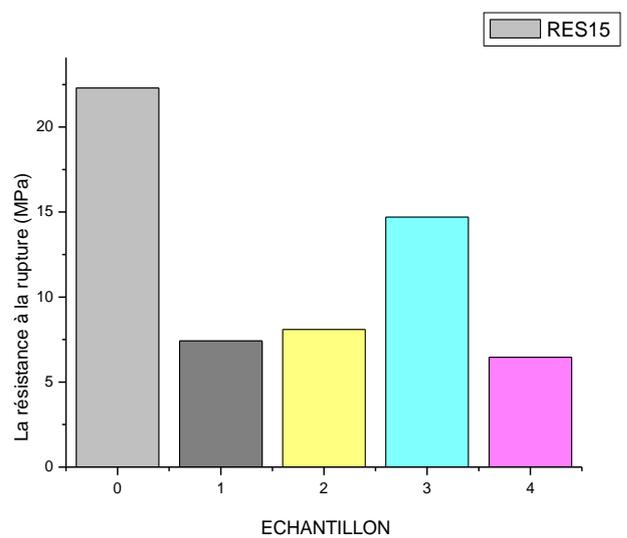
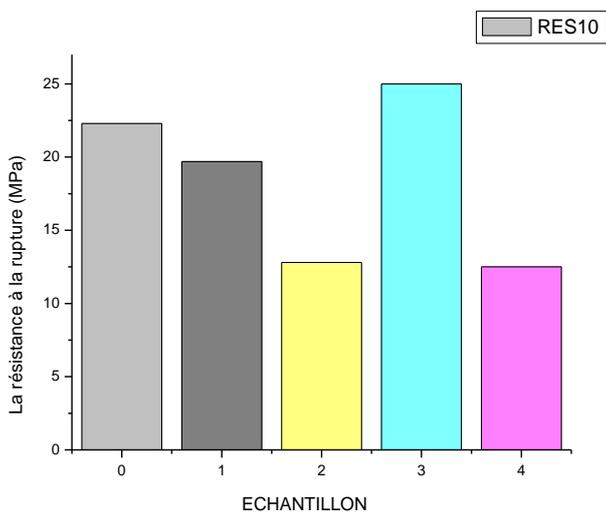
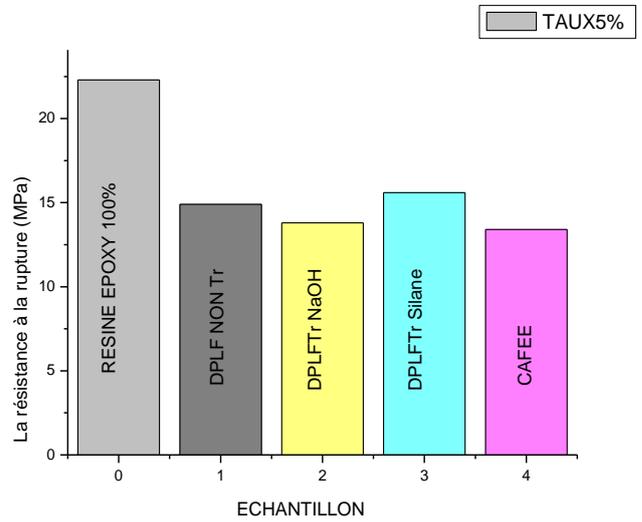
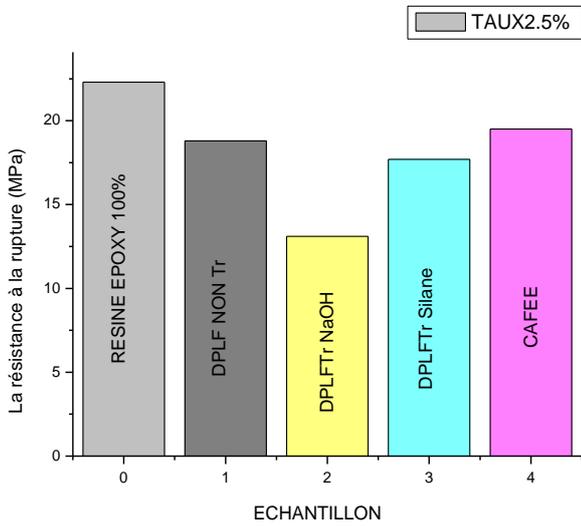
ANNEXES

Annexes

Figures: Influence de la nature de la fibre des tableaux



Figures: L'influence type de fibre sur les propriétés mécaniques



Figures: Étude l'allongement à la rupture

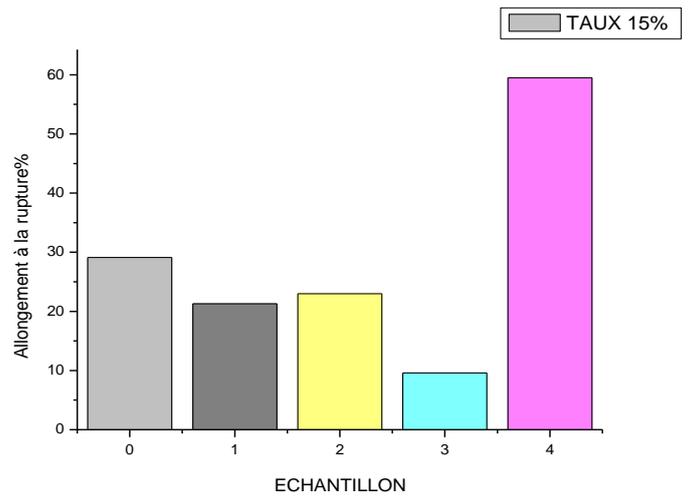
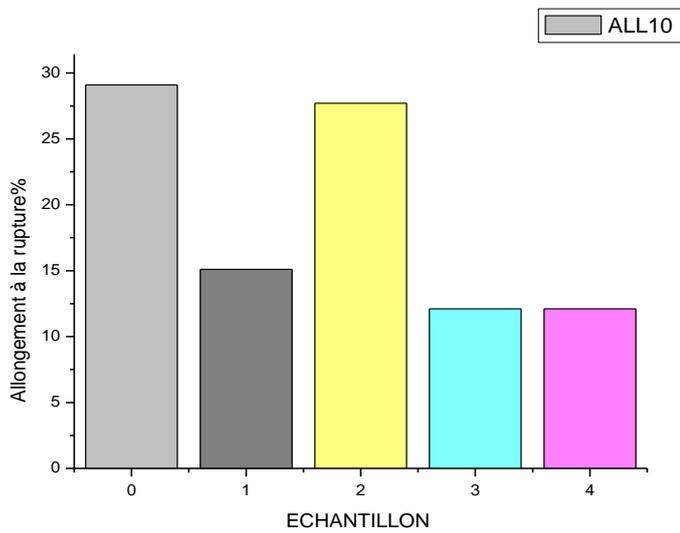
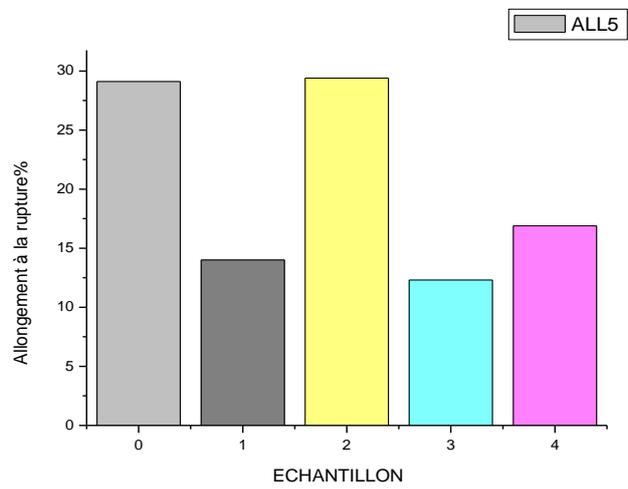
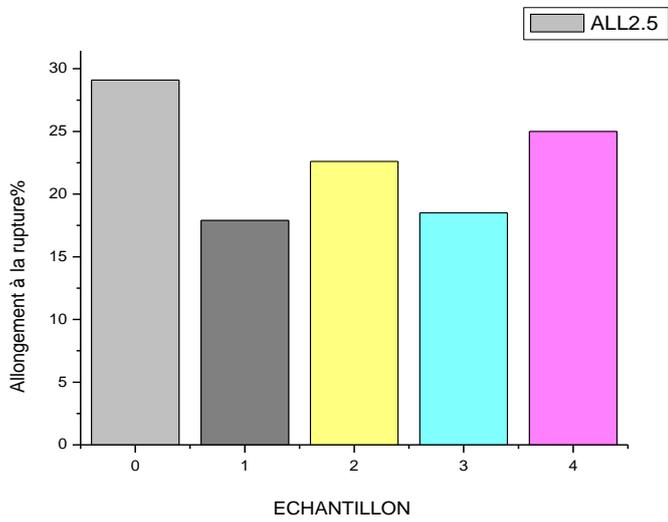
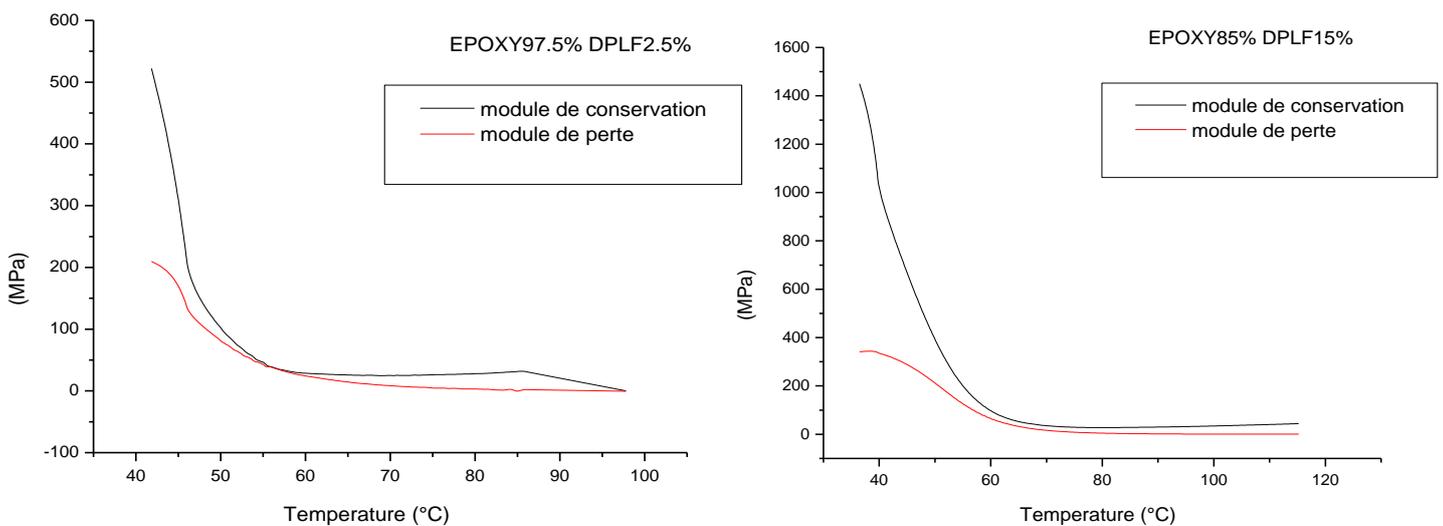
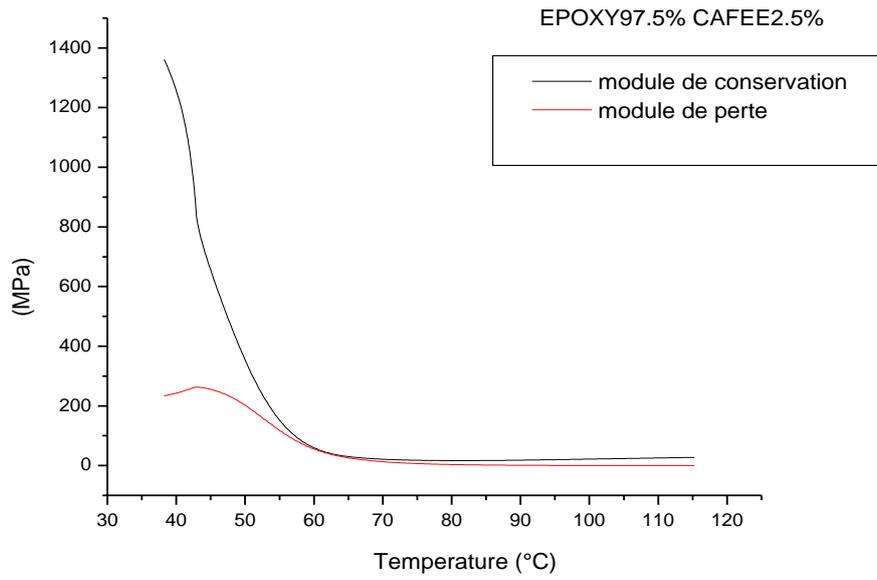
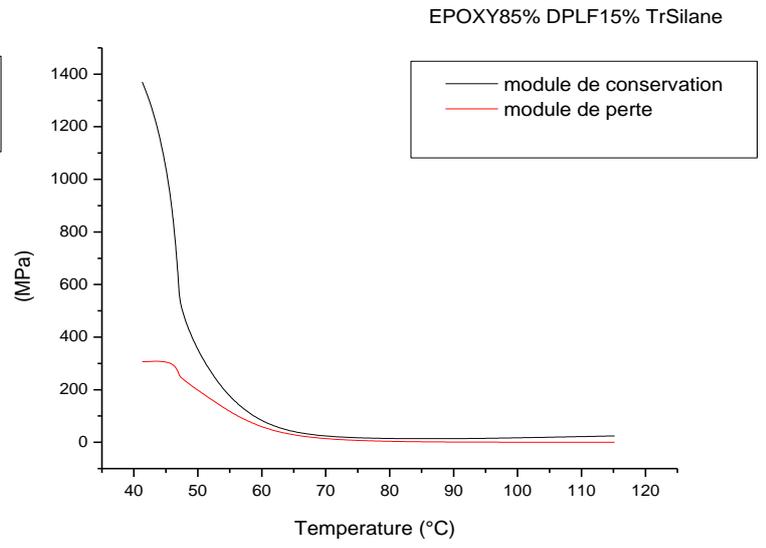
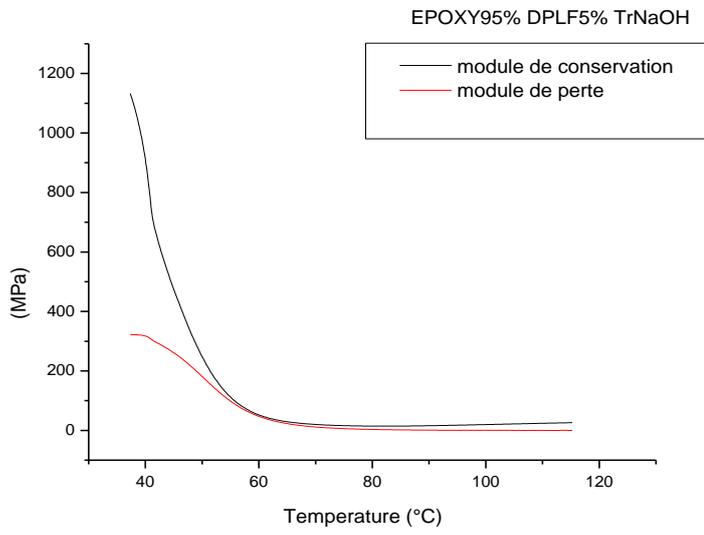


Tableau: Les valeurs du module de conservation (E') et de perte (E'') des différent composite

composite	Module de stockage				Module de perte				
	T C°	40	50	60	70	40	50	60	70
S2		1179.4	414.8	55.4	17.8	299.4	239.7	54.1	10.84
S3		71.4	27.55	24.7	27.67	51.9	20.88	8.04	3.06
S6		1001	383.3	92.23	35.34	335.00	208.55	61.59	16.25
S8		888.38	241.43	51.77	19.80	316,7	178,2	46.6	11.1
S10		1021.1	276.05	62.72	21.51	315.24	176.12	42.88	9.87
S11		1345.42	290.45	65.77	21.38	302.60	183.09	46.61	11.03
S14		1370.54	346.01	82.22	23.82	306.42	195.70	58.60	13.77
S15		1249.87	352.8	57.8	21.03	243.3	201.9	54.5	12.4
S18		439.4	125.3	57.5	41.02	235.3	80.06	27.5	8.78

Figures: Variation du module de conservation (E') du module de perte (E'') en fonction de la température





Exemple d'un fichier DATA de DMA (composite S2)

CLOSED

Version 2.0

Language English

Run 1

Run Serial 75

Instrument DMA Q800 V20.26 Build 45

Module DMA Multi-Frequency - Strain

Operator LCA

File [\\Data](#)

ProcName Temperature Ramp

InstSerial 0800-1680

Clamp Dual Cantilever

Sample S2

Geometry Rectangular (Length, Width, Thickness)

GeomFactor 19.7158 1/mm 0.0193 1/mm 0.3813 1/mm²

Size 35.0000 12.9000 2.31000 mm

SampParams 0.4400

Method Temperature Ramp

Comment

Xcomment Air Bearing Gas: Air

Text

FreqTab 1.00,

Multiplex None

InstCalDate Electronics: 2022-01-13 10:55:44 0.0000

InstCalDate Force: 2022-01-13 11:12:20 0.0030 Enabled

InstCalDate Dynamic: 2022-01-13 12:28:56 0.0681 Enabled

InstCalDate Clamp Date: 2022-01-13 11:30:57

InstCalDate Clamp Mass: -0.0 gm

InstCalDate Clamp Offset: 0.00 mm

InstCalDate Clamp Compliance: 0.116 um/N

TempCal 1 pts 160.00 158.00

Settings OscAmp 15.0 MinOscF 0.0000 StabCyc 4 AvgCyc 3 StoreStable AutoZero LengthFixed

Controls Gas 1 Event off Sampling 1.0

Auto Analysis Off

Macro File

Nsig 17

Sig1 Time (min)

Sig2 Temperature (°C)

Sig3 Storage Modulus (MPa)

Sig4 Loss Modulus (MPa)

Sig5 Stress (MPa)

Sig6 Tan Delta

Sig7 Frequency (Hz)

Sig8 Drive Force (N)

Sig9 Amplitude (µm)

Sig10 Strain (%)

Sig11 Displacement (µm)

Sig12 Static Force (N)

Sig13 Position (mm)

Sig14 Length (mm)

Sig15 Force (N)

Sig16 Stiffness (N/m)

Sig17 GCA Pressure (kPa gauge)

Date 2023-05-10

Time 09:08:21

OrgMethod 1: Data storage On

OrgMethod 2: Ramp 5.00 °C/min to 120.00 °C

OrgFile C:\Documents and Settings\LCA\Bureau\Master Meghezzi 2023\S2.001

StartOfData

0.02466667	27.79086	1691.040	268.8346	0.4904490	0.1589759	1.000000	1.289501	14.99476	0.0
0.07466666	27.79674	1692.256	268.7112	0.4908375	0.1587888	1.000000	1.290478	14.99586	0.0
0.12466667	27.80393	1693.362	268.5827	0.4911664	0.1586092	1.000000	1.291297	14.99610	0.0
0.17466667	27.81217	1694.334	268.4509	0.4914703	0.1584403	1.000000	1.292054	14.99677	0.0
0.22466667	27.82174	1695.134	268.3210	0.4917125	0.1582889	1.000000	1.292653	14.99708	0.0
0.27466667	27.83814	1695.717	268.2441	0.4919144	0.1581892	1.000000	1.293158	14.99808	0.0
0.32466667	27.87339	1696.060	268.1536	0.4920547	0.1581039	1.000000	1.293506	14.99933	0.0