



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

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences de la matière

Filière : Physique

Spécialité : Physique des Énergies et énergies renouvelables

Réf. :

Présenté et soutenu par :

Mahboub Samah

INFLUENCE DU TAUX DES FIBRES NATURELLES SUR LES PROPRIÉTÉS DYNAMIQUES-MÉCANIQUES DES COMPOSITES À BASE DE PVC

Jury :

Mme.	HAMZAOUI Madjda	MCA	Université de Biskra	Présidente
M.	SLIMANI Mohammed	MAA	Université de Biskra	Encadreur
M.	BOUDAIRA Boukhmis	MCA	Université de Biskra	Examineur

Année universitaire : 2022-2023

إهداء

بسم الله الرحمن الرحيم

إلى من أشرقت الأرض بنور وجهه وأرسله الله رحمة للعالمين

سيدنا محمد صلى الله عليه وسلم

أهدي ثمرة جهدي إلى من كانا نورا في ظلامي، وفرحا في أحزاني،

وقدوة في كياني، ومنبع العنان، أمي العزيزة وأبي الغالي، اللذان

مهما فعلت لن أستطيع رد جميلهم والداي الغاليين، فبفضل الله ثم

جهودهما وصلت إلى ما أنا فيه الآن، أسأل الله أن يمتعهما بالصحة

والعافية وان يطيل في أعمارهما في الخير إلى اخوتي الأعمام إلى

أصدقائي (سرين، سماح، نصيرة، وردة، عبير، سارة، نجود...)

وأقاربي إلى كل من كان عوناً لي من قريب أو من بعيد إلى كل من

علمني حرفاً

وفي الأخير أرجو من الله أن يجعل عملي هذا نفعاً يستفيد منه غيري

Remerciements

A l'issue de ce travail, je veux tout d'abord remercier Allah de m'avoir guidé et me donner la force, le courage et la patience pour achever ce modeste travail.

Je tiens à exprimer mes profondes gratitude et sincères remerciements à mon encadreur : ***Slimani Mohammed***, pour ses conseils, sa bonne orientation et surtout pour sa patience durant toute une année de travail.

Nous tenons à exprimer nos profondes gratitude à Monsieur Pr. Meghezzi Ahmed, directeur du laboratoire LCA pour l'encadrement, les précieuses orientations méthodologiques et scientifiques et l'assistance qu'il a portées durant toutes les étapes de la réalisation de mémoire

Je tiens à remercier Mme Hamzaoui Madjda d'avoir accepté de présider le jury de ce mémoire. Ainsi que Monsieur BOUDAIRA Boukhmis qui a bien accepté de juger ce travail et l'enrichir par ses remarques et ses critiques objectives.

Je tiens à remercier la responsable du laboratoire de l'ENICAB à Biskra, Mme Loucif Amina et les membres de son équipe pour leur soutien pendant notre stage au sein de l'entreprise.

Merci à tous les enseignants du Département des sciences des matériaux.

Merci pour votre soutien continu, votre participation active, votre amitié, votre soutien, vos conseils, votre famille, vos collègues et vos amis.

Table des matières

Remerciements	
Dédicace	I
Table des matières	II
Liste des figures	VI
Liste des Tableaux	X
Liste des abréviations	XII
Introduction générale	
Chapitre I : Généralités sur les polymères	
Introduction	1
I.1. Définition du polymère	2
I.2. Classification des polymères	2
I.2.1 Selon leur origine	2
I.2.1.1 Les Polymères naturel	3
I.2.1.2 Les polymères artificiels	3
I.2.1.3 Les polymères synthétiques	3
I.2.2 Selon leur nature chimique	3
I.2.2.1 Polymères minéraux	3
I.2.2.2 Polymères organiques	3
I.2.2.3 Polymères mixtes	3
I.2.3 Selon leur domaine d'application	4
I.2.3.1 Les polymères de grande diffusion	4
I.2.3.2 Les polymères techniques	4
I.2.3.3 Les polymères spéciaux	4
I.2.4. Selon leur structure (dimensionnalité)	4
I.2.4.1. Les polymères linéaires	4
I.2.4.2. Les polymères bidimensionnels	5
I.2.4.3. Les polymères tridimensionnels	5
I.2.5. Selon leur comportement thermique	5
I.3. Propriétés des polymères	7
I.3.1. Propriétés physiques des polymères	7
I.3.2. Propriétés mécaniques	7

I.3.2.1. La résistance et la contrainte	8
I.4. Utilités de polyméries	9
I.4.1. Intérêt des polymères dans notre vie	10
I.5. Domaine d'application des polymères	10
I.6. Le renforcement des polymères par la technique du mélange de polymère	11
I.6.1. Introduction au mélange de polymère	11
I.6.2. Quelques applications	11
Chapitre : II Les matériaux composites	
Introduction	13
II.1 Définitions des composites	13
II.2. Les compositions des matériaux composites	13
II.2.1. Matrice	13
II.2.1.1 Matrice continue	13
II.2.1.2 Les différents types des matrices	14
II.2.2. Renfort	15
II.2.3. Les charges	16
II.2.4. Les additifs	16
II.3. Définition de Polychlorure Vinyle (PVC)	17
II.3.1. Propriétés du de Polychlorure de vinyle (PVC)	17
II.3.2. Domaine d'utilisation de Polychlorure de vinyle (PVC)	18
II.4. Fibres naturelles	19
II.4.1 Types de fibres naturelles	19
II.4.2 Les fibres naturelles végétales	19
II.4.3 Structure physique des fibres végétales	22
II.4.4. Structure chimique des fibres végétales	22
II.5. DPLF (les Feuilles de palmier-dattier)	23
II.5.1 Les Fibres de palmier dattier	24
II.5.2 Composition chimiques des fibres de palmier dattier	24
II.6. Poudre de café	25
Chapitre : III Méthodologie Expérimentales	
Technique expérimentales	26
III.2. Préparation des fibres	26
III.2.1. Préparation de fibre de palmier dattier	26

III.3.Modification chimique des fibres de palmier dattier	27
III.3.1.Traitement par NaOH	27
III.3.2 Traitement par(3-triméthoxysilyl) silane, méthanol , Acid acétique	28
III.4. Elaboration des composites PVC / (DPLF, café)	29
III.4.1 Préparation des mélanges	29
III.4.2 Préparation des plaques	30
III.4.2.2.Étape Moulage	32
III.4.3. Préparation des plaques poudre café	32
III.5. Techniques utilisées	33
III.5.1.Tests mécaniques	33
III.5.1.1. Test de traction	33
III.5.1.2. Préparation des éprouvettes	34
III.5.1.3.Étapes de mesure	35
III.6.Test de la dureté shore A	36
III.7. Absorption d'eau	37
III.8. Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR)	38
III. 9. Analyse mécanique dynamique (DMA)	40
III.10. Microscopie électronique à balayage (MEB)	42

Chapitre VI : Résultats et Interprétations

IV.1 L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR	44
IV.1.1 L'analyse spectroscopique infrarouge Pour PVC	44
IV.1.2. L'analyse spectroscopique infrarouge de la poudre DPLF	45
IV.1.3. L'analyse spectroscopique infrarouge de la DPLF traitée avec NaOH	46
IV.1.4. L'analyse spectroscopique infrarouge du marc de Café	47
IV.1.5 L'analyse spectroscopique infrarouge pour le composite (5% DPLF 95% PVC)	48
IV.1.6 L'analyse spectroscopique infrarouge pour (DPLF non traitée 100% ,DPLF traitée avec NaOH 100% et café 100%)	49
IV.2 L'absorption de l'eau distillée	51

IV. 2.1 Influence du taux de fibre sur l'absorption	51
IV.2.2 Influence de traitement de la fibre	52
IV.2. 3 Influence de la nature de la fibre (DPLF/PVC, café/PVC)	54
IV.3 Les résultats de l'étude mécanique	55
IV.3.1 L'influence du taux d'additif sur les propriétés mécaniques	55
IV.3.1.1 L'influence du taux de la fibre DPLF	55
a. Etude la résistance à la rupture	56
b. Etude l'allongement à la rupture	56
c. Etude la dureté SHORE	57
IV.3.1.2 L'influence de taux de Café	57
IV.3.2 L'influence du traitement chimique sur les propriétés mécaniques	59
a. Etude de la résistance à la rupture	60
a.1 traitement avec NaOH	60
a.2 traitement avec Silane	61
b. Etude l'allongement à la rupture	61
b.1 traitement avec NaOH	61
b.2 traitement avec Silane	62
IV.4. Etude morphologique par MEB	62
IV.5. Etude dynamique (DMA)	64
Conclusion général	68
Annexes	69
Références bibliographiques	77
Résumé	82

Liste des figures

Figure	Titre	Page
Chapitre I : Généralité sur les polymères		
Figure 1	Polymères naturels	3
Figure 2	Polymères linéaires : a) Homopolymère ; b) Copolymère statistique ; c) Copolymère alterné ; d) Copolymère séquencé.	4
Figure 3	Polymères ramifiés : a) Homopolymère ramifié ; b) Copolymère ramifié)	5
Figure 4	polymère réticulé avec ponts disulfure reliant des chaînes	5
Figure 5	Quelques applications des polymères	10
Chapitre II : Les matériaux composites		
Figure 1	Matériau composite	13
Figure 2	Les différents types des matrices	14
Figure 3	Organigramme des différents composites renforcés	15
Figure 4	Formule général du PVC	16
Figure 5	Fibre végétale	19
Figure 6	Molécule de la cellulose	20
Figure 7	Structure d'un type de xyloglucane	21
Figure 8	Représentation schématique de la lignine	21
Figure 9	Schéma de la structure d'une fibre végétale	22
Figure 10	Schéma d'une palme de palmier dattier	23
Figure 11	Poudre de café « Coffea Arabica »	24
Chapitre III : Méthodologie expérimentales		
Figure 1	fibres non traitées	26
Figure 2	fibres traitées par NaOH	27
Figure 3	fibres traitées par silane	28
Figure 4	Machine de calandrage Schwabenthan polymix 200	30
Figure 5	préparation des films de composite	31
Figure 6	Machine de moulage hydraulique Schwabenthan polystat 300 S	31
Figure 7	préparation des plaques	32

Figure 8	Machine de traction de type Zwick/Roell	33
Figure 9	Découpage des éprouvettes	34
Figure 10	Mesure des dimensions de l'éprouvette	34
Figure 11	Éprouvette d'essai mise en place dans la machine de traction	35
Figure 12	Principe de d'uromètre Shore	36
Figure 13	Test de la dureté Shore	36
Figure 14	Pesée des échantillons (m) après l'immersion	37
Figure 15	Spectrophotomètre à transformée de Fourier	38
Figure 16	Machine DMA de marque DMA Q 80	39
Figure 17	Echantillons étudiés	39
Figure 18	Installation de l'échantillon dans la machine	40
Figure 19	Appareil de MEB	41
Chapitre VI : Résultats et Interprétations		
Figure 1	Spectre FTIR DU PVC 100%	43
Figure 2	Spectre FTIR de la DPLF	44
Figure 3	Spectre FTIR DE LA DPLF traitée avec NaOH	45
Figure 4	Spectre FTIR du marc de café	46
Figure 5	Spectre FTIR du composite PVC/DPLF 5%	47
Figure 6	Spectre FTIR du composite DPLF non traitée / DPLF traitée avec NaOH 100% / Café 100%	48
Figure 7	Spectre FTIR du PVC 100% /95% PVC avec 5% Café/ 95% PVC DPLF 5%Traitée avec Silane/95% PVC DPLF 5% Traitée NaOH	49
Figure 8	L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps 100% PVC / DPLF 2.5%, PVC / DPLF 2.5% PVC / DPLF 10%, PVC / DPLF 15%	49
Figure 9	L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps PVC 100%, PVC / café 2.5%, PVC / café 2.5%, PVC / café 10%, PVC / café 15%	51
Figure 10	L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps PVC DPLF non traitée /PVC traitée NaOH	52
Figure 11	L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps PVC DPLF non traitée /PVC	52

Figure 12	PVC avec DPLF/PVC avec café	53
Figure 13	Évolution de la résistance à la rupture des compositions PVC/DPLF	55
Figure 14	Évolution de l'allongement à la rupture des compositions PVC/DPLF.	55
Figure 15	Évolution de la dureté Shore des compositions PVC/DPLF	56
Figure 16	Évolution de la résistance à la rupture des compositions PVC/Café	57
Figure 17	Évolution de l'allongement à la rupture des compositions PVC/Café	57
Figure 18	Évolution de la dureté Shore des compositions PVC/Café	58
Figure 19	Histogramme de la résistance à la rupture des composites PVC/DPLF Traité avec NaOH	59
Figure 20	Histogramme de la résistance à la rupture des composites PVC/DPLF Traité avec Silane	60
Figure 21	Histogramme de l'allongement à la rupture des composites PVC/DPLF Traité avec NaOH.	60
Figure 22	Histogramme de l'allongement à la rupture des composites PVC/DPLF Traité avec Silane.	61
Figure 23	PVC /DPLF non Traitée 5%	61
Figure 24	PVC / DPLF Traitée NaOH 5%	62
Figure 25	PVC/ DPLF Traitée silane 5%	62
Figure 26	PVC /Café 5%	63
Figure 27	Variation du module de conservation (MPa) et du module de perte(MPa) en fonction de la température T (°C) PVC DPLF 100%	64
Figure 28	Variation du module de conservation (MPa) et du module de perte(MPa) en fonction de la température T (°C) PVC 100%	64
Figure 29	Variation du module de conservation (MPa) et du module de perte (MPa) en fonction de la température T(°C)	65
Figure 30	variation TAN DEL TA .en fonction de la température T (°C)	66

Figure 31	variation TAN DELTA en fonction de la température T (°C)	66
------------------	--	-----------

Liste des Tableaux

Tableau	Titre	Page
Chapitre I : Généralité sur les polymères		
Tableau 1	domaine d'application de polymère	10
Chapitre II : Les matériaux composites		
Tableau 1	Propriétés mécaniques du PVC	18
Tableau 2	Composition chimique de certaines fibres végétales	20
Tableau 3	Composition chimique des fibres de palme	24
Tableau 4	Composition élémentaire du marc de café	25
Chapitre III : Méthodologie expérimentales		
Tableau 1	Les différentes formulations choisies pour la préparation de nos échantillons	28
Tableau 2	des échantillons d'essai	40
Chapitre VI : Résultats et Interprétations		
Tableau 1	fréquences caractéristiques DU PVC %	43
Tableau 2	fréquences caractéristiques de la DPLF	44
Tableau 3	fréquences caractéristiques de la DPLF traitée avec NaOH	45
Tableau 4	fréquences caractéristiques du marc de café	46
Tableau 5	fréquences caractéristiques du composite PVC/DPLF5%	47
Tableau 6	Fréquences caractéristiques du composite DPLF NT 100% / DPLF traitée avec NaOH 100% / café 100%	48
Tableau 7	Fréquence caractéristique du composite Pvc 100%/ 95%Pvc 5%DPLF silane /95% Pvc 5%DPLF NaOH / 95%PVC 5% café	49
Tableau 8	Propriétés mécaniques des compositions de PVC/DPLF	54
Tableau 9	Propriétés mécaniques des compositions de PVC/Café	56
Tableau 10	Propriétés mécaniques des compositions du PVC/DPLF traitée avec NaOH et silane.	59
Tableau 11	Les valeurs du module de conservation et module de (E') et du module de perte(E'') des composite M à température T(C°) PVC DPLF NT	63
Tableau 12	Les valeurs du module de conservation et module de (E') et	65

	du module de perte(E'') des composite M à température T (°C) PVC DPLF NaOH	
Tableau 13	Les valeurs maximales de tan delta des composites	66

Liste des abréviations

DPLF : Fibres des feuilles de palmiers dattiers.

FTIR : Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier.

DMA : Analyse mécanique dynamique.

MEB : Microscopie électronique à balayage.

E` : module de conservation.

E`` : module de Perte.

Introduction générale

Introduction Générale

Les polymères ont été découverts depuis un siècle de temps. Ils sont devenus plus exploités que les alliages métalliques dans tous les domaines d'industrie, de construction,...etc. L'amélioration des propriétés physico-chimiques de ces matériaux reste un centre d'investigation des chercheurs de ce domaine. L'utilisation de matériaux composites, préférentiellement aux matériaux conventionnels (polymères, céramiques, métaux et alliages) se justifie par de meilleures caractéristiques spécifiques. [1]

Les additifs sont considérés parmi les moyens d'amélioration des caractéristiques physico-chimiques de ces matériaux. Cela s'avère intéressant compte tenu de leur coût, tel est le cas des matériaux utilisés dans notre présente recherche. Sachant que dans notre pays, l'Algérie, nous comptons des millions de palmiers dattiers dont les feuilles sont jetées chaque année comme déchets non exploités. Ces données nous ont incités à exploiter les fibres naturelles des feuilles de palmiers comme étant des additifs aux PVC.

Afin de bien mener notre travail de recherche, nous avons réparti le mémoire en quatre chapitres.

Dans le premier chapitre, nous présentons des généralités sur les polymères et leurs propriétés physico-chimiques.

Dans le deuxième chapitre nous insistons sur les propriétés des matériaux utilisés PVC/DPLF/Café.

Alors que dans le troisième chapitre nous décrivons les méthodes expérimentales utilisées, y compris les méthodes de caractérisation des matériaux étudiés.

Et enfin, dans le quatrième chapitre nous résumons les résultats obtenus avec leurs interprétations.

Chapitre : I
Généralités sur
les polymères

I. Introduction

Les polymères sont des matériaux formés de longues molécules ou macro- molécules à liaisons covalentes englobant les matières plastiques et les caoutchoucs. Au cours des dernières décennies, l'emploi des polymères a considérablement progressé, remplaçant souvent des matériaux traditionnels (métaux, bois) ou des textiles naturels (coton, laine, etc.) [2].

I.1. Définition du polymère

Le terme polymère (du grec polus qui signifie « nombreux, plusieurs» et meros qui signifie(« unité, partie») ; qui regroupe typiquement tous matériaux formés par la répétition d'un très grand nombre n de petites molécules de faible masse moléculaire appelées monomères qui sont liés entre eux par des liaisons primaires (liaisons covalentes) sachant que le monomère est une molécule de base. L'assemblage des monomères pour l'obtention de polymères (ou macromolécules) s'appelle la polymérisation. La réaction de polymérisation est également utilisée par les organismes vivants.



La lettre n est appelée « degré de polymérisation» ou « indice de polymérisation». Pour des valeurs élevées de n ($n > 100$), on parle de macromolécules. La plupart des macromolécules synthétiques se présentent de façon semblable, sous forme de fils longs et souples.

Un polymère peut être caractérisé par son degré de polymérisation ou sa masse moléculaire.

Le degré de polymérisation est le nombre total de monomères contenus dans une macromolécule . [3]

I.2. Classification des polymères

Les polymères peuvent être classés selon divers critères qui ne s'excluent pas les uns des autres.[4]

I.2.1. Selon leur origine

On peut classer les polymères en trois groupes



Figure I.1 : Polymères naturels

I.2.1.1. Les Polymères naturel

Les polymères naturels sont la base de certains des premiers matériaux utilisés par l'homme. Ils sont issus des règnes végétal, animal ou minéral (**Figure I.1**), dont les plus connus sont la cellulose, le chitosane, l'amidon, la laine, la soie et le caoutchouc nature.

I.2.1.2. Les polymères artificiels (dérivés des polymères naturels)

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 [5].

I.2.1.3. Les polymères synthétiques

Les molécules monomères qui permettent de les obtenir n'existent pas dans la nature. Cependant, on peut remarquer que les structures réalisées par synthèse sont souvent proches de celles des polymères naturels.

I.2.2. Selon leur nature chimique

I.2.2.1. Les Polymères minéraux

Ils sont constitués soit de chaînes renfermant un seul corps simple : diamant, graphite, phosphore, soufre, ... ou de chaînes renfermant plusieurs hétéroatomes : (silicates acides poly phosphoriques, chlorure de polyphosphonitrile) [6].

I.2.2.2. Les Polymères organiques

C'est la classe la plus riche comme : les poly diènes, les polyacryliques, les polyamides, les polyvinyles [6].

I.2.2.3. Les Polymères mixtes

Ils sont doués de propriétés intéressantes dont une bonne résistance thermique (~300°C – 350°C) comme les silicones [6] .

I.2.3. Selon leur domaine d'application :

Il est difficile de proposer une classification exhaustive tant la variété des propriétés a multiplié les applications des polymères, comme matériaux en particulier. Il est cependant possible de regrouper les polymères en trois grandes catégories

I.2.3.1. Les polymères de grande diffusion

dont la production annuelle s'évalue par millions de tonnes (polyéthylène, le polystyrène) [7].

I.2.3.2. Les polymères techniques

ont des caractéristiques mécaniques qui leur permettent de se substituer aux matériaux traditionnels ex : polyamides [7].

I.2.3.3. Les polymères spéciaux

Ces polymères de fonction Présentant généralement une propriété qui induit leur utilisation pour une application particulière. C'est dans cette catégorie que se trouvent les polymères conducteurs, photo actifs, thermostables, adhésifs, etc. [7].

I.2.4. Selon leur structure (dimensionnalité)

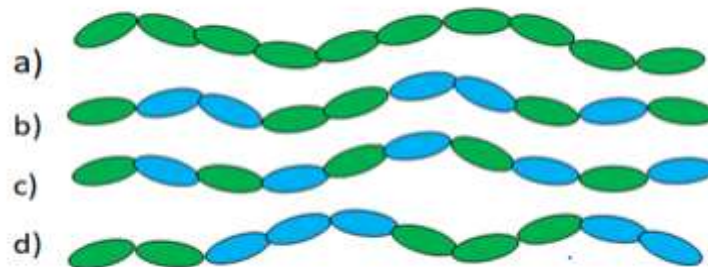


Figure I.2 : Polymères linéaires : a) Homopolymère ; b) Copolymère statistique ; c) Copolymère alterné ; d) Copolymère séquencé.

I.2.4.1. Les polymères linéaires (ou monodimensionnels)

Les polymères linéaires sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons secondaires qui assurent la stabilité du polymère. Ces dernières sont des liaisons ou ponts hydrogène ou des liaisons de Van der Waals. Lorsque ces liaisons existent, le matériau devient rigide et présente un comportement d'un solide. **La figure I.2** présente différents exemples de polymères linéaires [7].

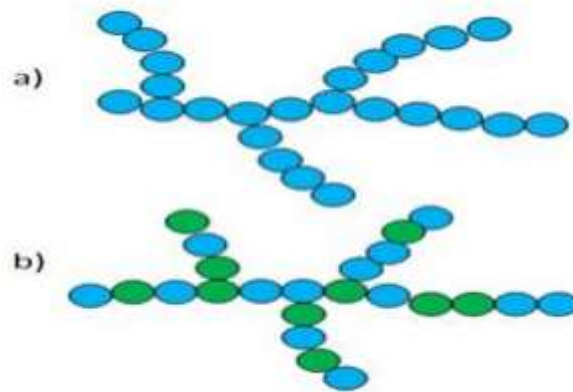


Figure I.3 : Polymères ramifiés : a) Homopolymère ramifié ; b) Copolymère ramifié)

I.2.4.2. Les polymères bidimensionnels (ramifiés)

Le squelette d'une molécule linéaire peut comporter des branches latérales **figure I.3**, c'est à-dire d'autres petites molécules identiques branchées latéralement sur le squelette de la Chaîne principale, ce sont les ramifications. Celles-ci sont caractérisées par leurs nombres et leurs tailles. Au-dessus de la température de transition vitreuse, ces matériaux présenteront un comportement visqueux plus marqué que les polymères linéaire. [7].

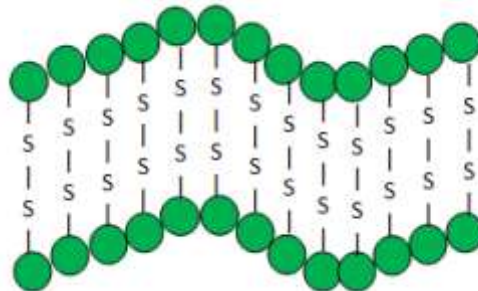


Figure I.4 : polymère réticulé avec ponts disulfure reliant des chaînes

I.2.4.3. Les polymères tridimensionnels

Qui résultent de la polymérisation de monomère dont la valence moyenne est supérieure à deux ou de la réticulation de chaînes de polymères. Leur dimension peut être considérée comme infinie. [8] Figure I.4.

I.2.5. Selon leur comportement thermique :

Les propriétés des polymères permettent des usages très variés. On peut ainsi les regrouper dans quatre familles :

- Les thermoplastiques.
- Les thermodurcissables.
- Les élastomères.

- Les élastomères thermoplastiques.

Tous ces polymères peuvent être des homopolymères ou des copolymères et peuvent être obtenus par polymérisation (polymérisation en chaîne ou polycondensation). Ils se différencient par l'architecture de leurs macromolécules (linéaire, ramifié ou réseau tridimensionnel), par leur mise en œuvre plus ou moins aisée et par leur propriété d'élasticité [9].

- **Les thermoplastiques :**

Un thermoplastique est un polymère linéaire ou ramifié pouvant être ramolli par chauffage et durci par refroidissement dans un intervalle de température spécifique. Ces polymères peuvent se cristalliser en thermoplastique amorphes ou thermoplastique semi- cristallins, ils sont mis en forme par diverses techniques comme l'injection, soufflage, l'extrusion ou le roto moulage. Dans la majorité des cas, le polymère ayant la forme désirée récupère son état partiellement cristallin ou amorphe après refroidissement [9].

- **Les thermodurcissables :**

Un thermodurcissable est un produit (poudre à mouler solide ou résine liquide) transformé irréversiblement par polymérisation en un réseau tridimensionnel infusible et insoluble que l'on qualifie de thermodurcissables [9].

- **les élastomères :**

Un élastomère est un polymère linéaire ou ramifiée transformé par vulcanisation en un réseau tridimensionnel faiblement réticulé infusible et insoluble. Les élastomères se différencient des thermodurcissables par leur propriété d'élasticité caoutchoutique, c'est-à-dire la capacité à subir de très grandes déformations réversibles sous l'action de contrainte mécaniques. Ils peuvent atteindre de très grandes allongements (jusqu'à 500%) tout en étant capables de retrouver leur géométrie initiale en restituant au milieu l'énergie qui leur a été fournie lors de la déformation [9].

- **les élastomères thermoplastiques :**

Un élastomère thermoplastique est un polymère linéaire ou ramifié présentant les propriétés d'élasticité caoutchoutique d'un élastomère et de facilité de mise en œuvre d'un thermoplastique [9].

I.3. Propriétés des polymères

Les propriétés des matériaux polymères sont beaucoup plus sensibles que celles des métaux aux influences extérieures, telles que la température, la dureté, l'intensité de la contrainte appliquée, les radiations UV et les agents chimiques. Les caractéristiques de

résistance peuvent différer seulement d'un ordre de grandeur, hormis les paramètres spécifiques ou matériaux (masse molaire, taux de ramification, mobilité des chaînes, taux de réticulation, ...) et les conditions extérieures (humidité, agents chimiques, température, vitesse de sollicitation, type et intensité des contraintes appliquées) [10].

I.3.1. Propriétés physiques des polymères

Avant tout, rappelons qu'il existe une grande variété de matières plastiques, tout comme il existe un grand nombre d'alliages métalliques. Une des caractéristiques physiques générales des polymères est :

- ✓ La masse volumique : La masse volumique des matières plastiques est peu élevée. La légèreté des polymères est sans aucun doute l'une des qualités qui a le plus largement contribué à leur diffusion.
- ✓ En ce qui concerne le rapport résistance à la traction / masse volumique, certains polymères sont en fait bien supérieurs à des matériaux métalliques
- ✓ La faible masse volumique des plastiques est due au faible poids atomique des principaux atomes de leurs chaînes (principalement l'hydrogène et le carbone) [10].

I.3.2. Propriétés mécaniques

Le module d'élasticité est en générale inférieur de deux ordres de grandeur environ à celui des métaux. Les caractéristiques de résistance peuvent différer d'un ordre de grandeur seulement [11].

Les trois composantes de déformations peuvent être définies pour décrire la réponse mécanique des matériaux polymères à l'action d'une sollicitation extérieure :

- ✓ Déformation élastique instantanée (réversibilité spontanée).
- ✓ Déformation viscoélastique dépendant du temps ou déformation de relaxation (Réversibilité en fonction du temps).
- ✓ Déformation visqueuse dépendant du temps (irréversibilité).

I.3.2.1. La résistance et la contrainte :

Les grandeurs caractéristiques permettant de comparer le comportement mécanique des différents matériaux sont définies ci-dessous et illustrées [12].

Contrainte au seuil d'écoulement

Définie comme la contrainte en traction pour laquelle la pente de la courbe (-) s'annule pour la première fois.

Résistance en traction

Elle caractérise, comme son nom l'indique la contrainte maximale supportée par

l'éprouvette pendant l'essai de traction [13].

Contrainte

d'allongement σ_x

Définie comme la contrainte en traction pour laquelle la courbe (σ - ϵ) est décalée, par rapport à la courbe initialement linéaire, d'une distance correspondante à un allongement de % . [14]

Contrainte à la rupture

Elle est déterminée à la rupture de l'éprouvette (quand il n'y a pas de seuil d'écoulement et donc de contrainte correspondante ou qu'il n'est pas possible de déterminer la contrainte à % d'allongement) . [14]

La résistance en flexion:

Elle est calculée selon des normes et pour les thermoplastiques ductiles [14]

La résistance en compression σ_{cm} :

Elle est mesurée sur des petites éprouvettes d'essai, pour limiter le risque de flambage, il est important de noter que la présence d'entailles et de petites fissures est moins.

La résistance en compression :

Elle est mesurée sur des petites éprouvettes d'essai, pour limiter le risque de flambage, il est important de noter que la présence d'entailles et de petites fissures est moins importante dans ce type d'essai que dans l'essai de traction, puisque ces défauts morphologiques peuvent se fermer sous l'effet de pression. Pour cette raison, la résistance en compression des matériaux polymères est généralement plus élevée que la résistance en traction.

La résistance en cisaillement :

Elle peut être déterminée à partir des éprouvettes cylindriques, soumis à une sollicitation de torsion. Les déformations non homogènes des éprouvettes sont à éviter pendant l'essai. La résistance en cisaillement "" est généralement mieux définie à partir de la résistance en traction, en utilisant le critère de déformation de " Haber Von Mises Henky.

On peut en général appliquer le classement suivant: Résistance en cisaillement <

Résistance en traction < Résistance en compression < Résistance flexion. [15]

La température

La température de transition vitreuse " T_g " et la température de fusion " T_f " sont les deux températures fondamentales nécessaires dans l'étude des matériaux polymères. La température de transition vitreuse est partiellement importante pour les polymères amorphes, notamment les thermoplastiques amorphes, pour lesquels, il n'existe aucune force de cohésion importante autre que l'enchevêtrement. [15]

I.4. Utilités de polyméries

I.4.1. Intérêt des polymères dans notre vie

Les polymères jouent un rôle très intéressant à cause de :

- ✓ Leurs propriétés, thermiques, optiques, électriques et chimiques.
- ✓ Propriétés mécaniques et élastiques intéressantes.
- ✓ Abondance et disponibilité à coût réduit.
- ✓ Possibilité d'avoir des matériaux de toutes les formes, de toutes les épaisseurs
- ✓ Taux de vieillissement faible en fonction du temps.
- ✓ Flexibilité et légèreté [16].

I.5. Domaine d'application des polymères

Les polymères ont envahi tous les domaines de notre vie quotidienne. Il est à la base de plusieurs matériaux tels que [17].

Tableau I.1 : domaine d'application de polymère.

Domaines	Exemples
Vêtement et textile	Fibres textiles, non tissés, skaï, simili cuir
Maroquinerie Chaussure	Skaï, simili cuir, mousses isolantes
Ameublement	Skaï, simili cuir, colles, vernis, mousses

Articles ménagers	Tupperware, poubelles, seaux, vaisselle
Sports-loisirs	Cannes à pêche, coques de bateaux, piscines, bandes magnétiques, DVD
Industrie chimique	Tuyauteries, cuves, revêtements
Emballage alimentaire	(bouteilles, pots de yaourt, briques de lait, boîtes à œufs) ou industriel (flacons de détergents, sacs et sachets, casiers, sacs poubelles)
Transports dans automobile	Boucliers, carrosserie, optiques, planches de bord, habillage intérieur, réservoirs d'essence
Industrie électrique et électronique	Boîtiers, gainage de câbles, façades de téléviseurs
Agriculture	Irrigation, arrosage, serres, bâches
Hygiène	Verres de lunettes, lentilles de contact, prothèses, matériel hospitalier, couches
Bâtiments travaux publics	Peintures, isolation, revêtement de sol, tuyauteries, géotextiles



Figure I.5 : Quelques applications des polymères

I.6. Le renforcement des polymères par la technique du mélange de polymère

I.6.1. Introduction au mélange de polymère

La recherche et le développement des polymères synthétiques au cours de la première moitié du XX^{ème} siècle ont amené à la création de matériaux aux propriétés exceptionnelles

comme le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), le polychlorure de vinyle (PVC), le polytéréphtalate d'éthylène (PET) ou le polystyrène (PS). Ces produits ont demandé un investissement financier gigantesque sur une longue durée. Durant la deuxième moitié du XXème siècle et notamment à partir des années 1980, une autre stratégie de développement de matériaux plastiques s'est mise en place. De moins en moins de travaux de recherche se sont intéressés à la synthèse de nouveaux monomères. De plus en plus d'études se sont consacrées à la modification et/ou à la combinaison de polymères déjà existants. Parmi ces nouvelles thématiques, le mélange de polymères a connu un essor commercial particulier, grâce – notamment – à des résultats intéressants. La rapidité de développement des matériaux issus de mélanges de polymères associée à l'absence de coût de synthèse de nouvelles macromolécules ne sont cependant pas les seuls attraits des mélanges. L'apport de nouvelles propriétés ou l'atténuation d'une faiblesse technique constituent les points forts des mélanges de polymères. De plus, les mélanges de polymères facilitent le travail des transformateurs grâce à une mise en œuvre aisée, une modification rapide des formulations et une diminution du nombre de références de grades à stocker [Utracki, 1999] [18].

I.6.2. Quelques applications

Les mélanges de polymères ont d'abord été développés pour Améliorer la résistance à l'impact de polymères fragiles : PVC, PS, PMMA, PC,... Les prémices.

Eurent lieu dès les années 1940 avec les premiers mélanges de thermoplastiques (PVC / caoutchouc synthétique puis PS / Polybutadiène).

Dans ces systèmes, une phase élastomère

que la taille et l'espacement des inclusions sphériques, leur rigidité, leur concentration volumique

L'application principale des mélanges de polymères, bien que de nombreuses nouvelles stratégies aient été mises au point depuis [18].

Exemple

Les boucliers « polypropylène (PP) » sont en fait des mélanges copolymère PP-PE + élastomère (EPDM) + talc.

le PP associé à de l'éthylène propylène diène monomère (EPDM) est utilisé dans les tableaux de bords.

les polycarbonates (PC) sont associés à des copolymères Acrylonitriles Butadiène Styrene (ABS) pour former des tableaux de bord.

Les mélanges polychlorure de vinyle (PVC)/ABS sont utilisés dans les peaux de planches de bord.

Le polystyrène (PS) est associé au polyphénylène éther (PPE ou PPO) et au polyamide (PA) pour former du noryl utilisé en carrosserie automobile [19].

Chapitre : II

Les matériaux composites

II. Introduction

Dans ce travail, nous nous intéressons à l'étude d'un grand nombre de matériaux composites utilisés dans différents domaines et peuvent être classés selon différents critères (nature matricielle et nature de renforcement) et pour les utilisations répandues du PVC.

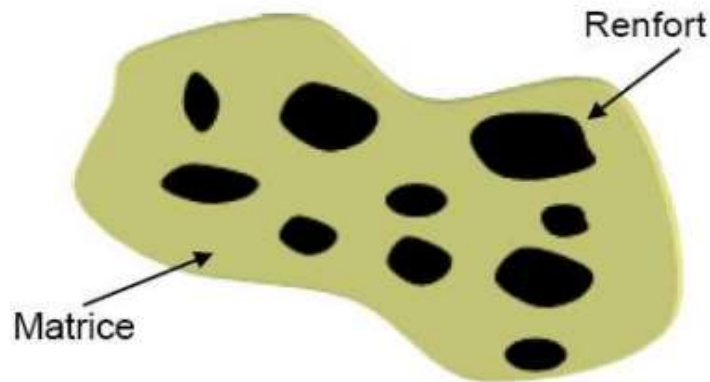


Figure II.1 : Matériau composite

II.1. Définitions des composites

Un matériau composite est constitué de différentes phases nommées renforts et matrice.

Lorsque le matériau composite est non endommagé, les renforts et la matrice sont parfaitement liés et il ne peut pas y avoir ni glissement ni séparation entre les différentes phases. Les renforts se présentent sous forme de fibres continues ou discontinues. Le rôle du renfort est d'assurer la fonction de résistance mécanique aux efforts. La matrice assure quant à elle la cohésion entre les renforts de manière à répartir les sollicitations mécaniques [20].

II.2. Les compositions des matériaux composites

Un matériau composite se compose comme suit : une matrice + un renfort.

II.2.1. Matrice

Composé d'une armature, généralement en matière plastique (résine thermoplastique ou thermodurcissable), assurant la cohésion structurelle [19].

II.2.1.1 Matrice continue

La matrice est la phase continue dont les fonctions sont [21] .

- De réaliser la liaison entre les renforts de manière à répartir les sollicitations et ainsi de prévenir les ruptures catastrophiques.

- D'assurer la protection de ces renforts vis-à-vis des agents agressifs.

De donner la forme à la pièce et garantir ses caractéristiques géométriques.

- Les matrices utilisées dans les matériaux composites se divisent en deux grandes familles
- Les matrices organiques et les matrices inorganiques (minérales). **La Figure.II.2**
- présente les Types des matrices.

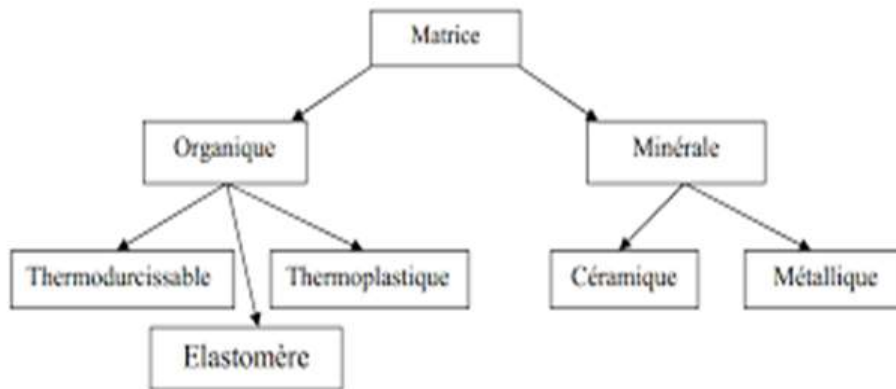


Figure II.2 : Les différents types des matrices [21].

II.2.1.2. Les différents types des matrices

Matrice organique

Nous trouvons deux types de matrices à savoir

Matrice Thermodurcissable

Matériau à matrice thermodurcissable constitué d'au moins deux composants aux propriétés complémentaires - dont la matrice est constituée d'un polymère thermodurcissable.

Ces matrices thermodurcissables sont capables de se transformer irréversiblement de liquide à l'état solide [22].

Parmi ces matrices, on distingue principalement :

- Les matrices polyesters (usage courant),
- Les matrices époxydes (tenue mécanique et chimique),
- Les matrices vinylesters (tenue chimique),
- Les matrices phénoliques (résistance au feu),
- Les matrices polyuréthanes (densité et dureté variables),
- Les matrices polyimides (tenue température > 260°C),
- Les matrices silicones

Sein Thermoplastique :

Les matrices ou les résines thermoplastiques présentent la propriété de passer de façon réversible de l'état solide à l'état pâteux [22].

Avantages

- Mise en œuvre rapide
- Possibilité de retransformations
- Meilleure ténacité

Inconvénients

- Une faible tenue en température
- Peu de résistance aux solvants

Les principales matrices utilisées pour la fabrication de pièces en composites Thermoplastiques. [23].

- Les polyamides (bonnes propriétés mécaniques en général),
- Les polyesters saturés (rigidité élevée, bonnes propriétés diélectriques, dureté élevée),
- Les polyoléfines (excellente tenue aux solvants, excellente résistance mécanique),
- Les polycarbonates (bonne transparence, bonne résistance aux chocs),
- Les polyacétals (bonne dureté, bonnes propriétés électriques),

II.2.2. Renfort

IL est le principal support de composant dans le composé (figure, taille). Il donne aux véhicules leurs propriétés mécaniques : dureté, résistance à la rupture, dureté. Ces renforts améliorent également certaines propriétés physiques : comportement thermique, résistance à la température, propriétés électriques, etc. [24].

Le renforcement est un squelette sous forme de ficelle (organique ou inorganique comme la fibre de verre, le carbone, l'aramide et la fibre naturelle [25].

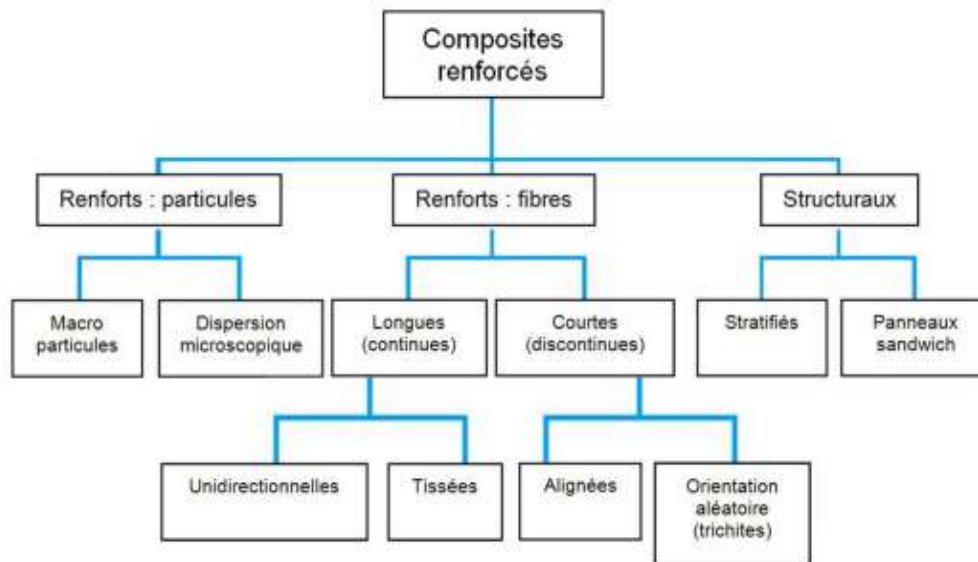


Figure II.3 : Organigramme des différents composites renforcés. [26].

II.2.3. Les charges

Les charges sont des particules solides non miscibles ajoutées au polymère de base, qui peut modifier considérablement les propriétés mécaniques, électrique ou thermique pour améliorer l'aspect de surface ou réduire le prix de revient matériel de conversion [27].

Charges renforçantes

L'objet de l'incorporation de charges renforçantes est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine [28].

Charges non renforçantes

Les charges non renforçantes ont pour rôle soit de diminuer le coût des résines en conservant les performances des résines, soit d'améliorer certaines propriétés des résines [28].

II.2.4 . Les additifs

Les additifs se trouvent en faible quantité (quelques % et moins). Elles améliorent l'apparence ou les propriétés du produit final. Les plus fréquemment utilisés sont les colorants, suivis des lubrifiants. Parmi les autres additifs, on retrouve agents anti-retrait, les agents de protection contre les rayons UV, les agents antimicrobiens et les agents ignifuges [29].

Les matériaux à matrice thermoplastique comprennent le chlorure de polyvinyle est couramment utilisé (pvc)

II.3.Définition de Polychlorure Vinyle (PVC).

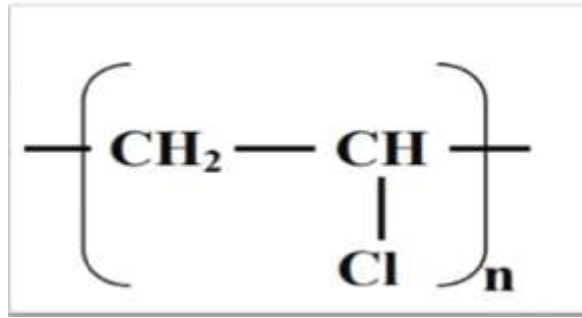


Figure II.4 : Formule général du PVC [30]

Le poly (chlorure de vinyle) ou polychlorure de vinyle est un polymère thermoplastique de grande consommation, amorphe ou faiblement cristallin, souvent appelé PVC (en anglais polyvinylchloride). Il est composé de deux ingrédients : 57 % de sel et 43 % de pétrole. Le PVC est la seule matière plastique couramment utilisée composée à plus de 50% de matières premières d'origine minérale abondantes dans la nature. Où la forme représente la formule générale du pvc [30]. **Figure II.4**

II.3.1.Propriétés du de Polychlorure de vinyle (PVC)

1. Physiques

Le PVC est un polymère atactique et donc essentiellement amorphe, mais il se trouve que sur des segments courts localisés, le PVC est syndiotactique et peut s'auto-organiser en phase cristalline, mais le taux de cristallisation n'est jamais supérieur à 10 à 15 % [31].

Dans les propriétés physiques, PVC transparent (cristal) de couleur naturelle, il est amorphe dans la plupart des cas, il a été noté que la présence de 15% en masse, lorsque la température ambiante est de 23-25°C, la phase amorphe est rigide, caoutchouteux au-dessus de 90°C (faible résistance, grande déformation) [32].

2. chimiques

Résistance aux agents chimiques

Le PVC non plastifié possède une résistance remarquable à bon nombre de produits chimiques.

Le PVC plastifié est sensible à certains solvants organiques (aromatiques, cétoniques et chlorés). [33]

3. mécaniques

Elles sont présentées dans le tableau suivant

Tableau II.1 : Propriétés mécaniques du PVC

Propriétés	PVC rigide	PVC souple	Unité
Masse volumique	1.38	1.3-1.7	g/cm^3
Contrainte à la rupture	50	10-20	MPa
Allongement à la rupture	10-50	200 à 500	%
Résistance à la flexion	70-80	–	MPa
Module de traction	2400	–	MPa
Module de flexion	2000	–	MPa
Résilience	50-200	–	J/m

II.3.2. Domaine d'utilisation de Polychlorure de vinyle (PVC)

Sa forme rigide est largement utilisée dans :

Fabrication de canalisations.

- ❖ Cette application est associée à son faible coût, son inertie chimique et sa très bonne tolérance à la température ambiante.
 - emballages alimentaires
 - architecture
 - Fibre de PVC
 - Les propriétés d'isolation électrique du PVC ont ouvert des marchés pour le petit matériel électrique.
 - Bouteilles, corps creux façonnés.
 - Plaques, feuilles, films, disques
 - objets moulés
 - Mousse et fibres diverses
- ❖ Forme plastique :
 - Feuilles, films
 - Tissus et papiers enduits, câbles
 - Chaussures, divers produits en plastique moulé [34].

II.4. Fibres naturelles

Les fibres naturelles sont des structures biologiques principalement composées de Cellulose, hémicellulose et lignine (Jodin, 1994).à plus grande échelle, Ils contiennent également des extractibles, des protéines et certains composés

Les fibres dures constituent un groupe à part, représentant 90% de la production mondiale. ce sont ces fibres rigides ou rigides qui sont utilisées pour fabriquer le WPC.

La proportion de cellulose entière (cellulose, hémicellulose) et de lignine varie fortement selon Fibres naturelles (jute, bois, sisal, kénaf, etc.). Forme de chaque fibre composite multicouche dans lesquels la lignine agit comme un revêtement matriciel

Un élément structurel très rigide, à savoir la cellulose [8].

II.4.1 Types de fibres naturelles

- Fibre de source animale : verre, carbone, etc. ;
- Fibres de source organiques : Kevlar, polyamides, etc. ;
- Fibres de source métalliques : bore, aluminium, etc. ;
- Fibre de source végétalienne : les Feuilles de palmier- dattier, Café, etc.

II.4.2 Les fibres naturelles végétales

La fibre végétale est un gonflement de cellules mortes composé principalement de cellulose, d'hémicellulose, de lignine et de pectine. Il est soit isolé, soit regroupé avec d'autres. Il est important de ne pas confondre une seule fibre (ou fibre de base) avec un faisceau de fibres. Les fibres unitaires correspondent à des cellules fibreuses élémentaires qui s'agrègent à d'autres cellules fibreuses pour former des faisceaux de fibres ;

Fibres simples principalement composées de lignine et d'hémicellulose .tout cela est habituellement, ces faisceaux de fibres communément appelés "fibres végétales"[35].

Les fibres végétales peuvent être extraites des fruits, des feuilles ou des tiges des plantes .eux principalement utilisés pour leurs principaux avantages : faible densité, pouvoir isolant propriétés thermiques, propriétés mécaniques et surtout biodégradabilité [36].



Figure II.5 : Fibre végétale [37]

Tableau II.2 : Composition chimique de certaines fibres végétales [39].

Type de fibre	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Cendres (%)
Bagasse	55	17	25	-
Bambou	26-43	30-21	31	-
Lin	71	18.6-20.6	2	1.5
Kénaf	72	20	9	-
Jute	61-71	14-20	12-13	0.5
Chanvre	68	15	10	0.8
Ramie	68.6-76.2	13-16	0.6-0.7	0.3
Abaca	56-63	20-25	42985	3
Sisal	65	12	10	2
Pin d'alèpe	81	-	13	-
Noix de coc	32-43	0.15-0.25	40-45	-

1. La cellulose

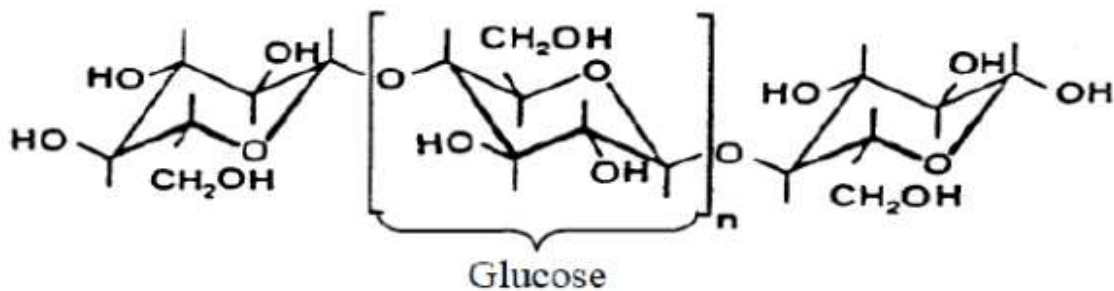


Figure II.6 : Molécule de la cellulose [40].

La cellulose est un polymère naturel dont les molécules, formées de longues chaînes, sont constituées de D-anhydroglucopyranoses liés par des liaisons β -(1,4) –glycosidiques en position C1 et C4 (Figure) . Le degré de polymérisation (DP) est d'environ 10 000, il varie selon l'espèce végétale [39].

2. L'hémicellulose

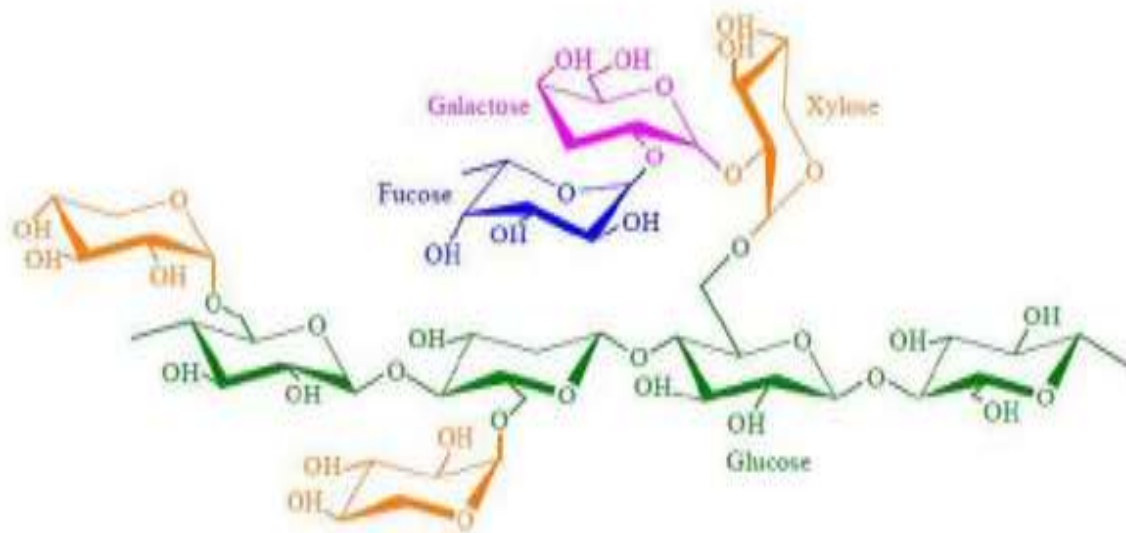


Figure II.7 : Structure d'un type de xyloglucane [40] .

L'hémicellulose n'est pas une forme de cellulose. Elle comprend un groupe de polysaccharides composés d'une combinaison de cycles à 5 et 6 carbones (un exemple est représenté dans la figure). L'hémicellulose forme la matrice de support de micro fibrilles de cellulose

L'hémicellulose diffère de la cellulose par trois aspects. Tout d'abord, elle est composée de Sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques alors que la cellulose ne contient que des unités 1,4- β D-glucopyranose. [41].

3. La lignine

La lignine est une macromolécule extrêmement hétérogène composée de polymères aromatiques. [42]

Elle représente, après les polysaccharides, le polymère naturel le plus abondant sur terre.

Elle participe à la rigidité structurale des parois cellulaires et protège les plantes contre l'attaque des organismes pathogènes. La lignine est une molécule à trois dimensions composées d'unités de phényle propane (**figure II.8**).

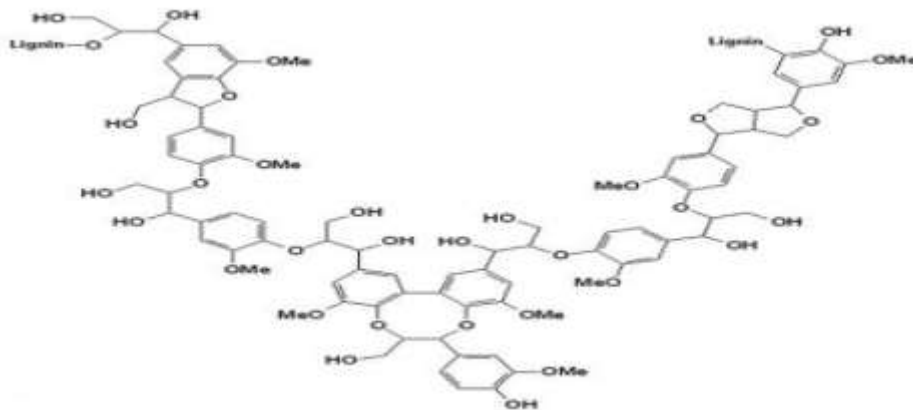


Figure II.8 : Représentation schématique de la lignine [40]

II.4.3. Structure physique des fibres végétales

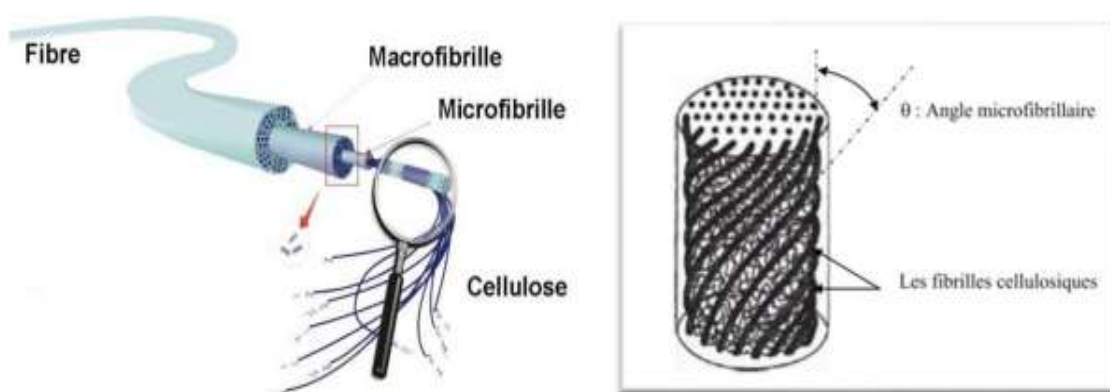


Figure II.9 : Schéma de la structure d'une fibre végétale.

Les fibres végétales sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Ils contiennent également des extractibles, des protéines et

certaines composés inorganiques dans des proportions beaucoup plus faibles. Contrairement aux autres composants fibreux à structure amorphe, La cellulose a principalement une structure cristalline .La cellulose cristalline est l'une des Le polymère avec le module d'élasticité le plus élevé est d'environ 136 GPa, contre 75 GPa pour les fibres de verre. [43].

La paroi cellulaire externe est généralement mince et très élastique, elle se laisse détendre et déformer. Elle peut ainsi suivre l'augmentation de taille de la cellule en croissance. Les micro fibrilles contiennent un pourcentage de cellulose de 8 à 14%, et forment un maillage lâche, un arrangement dit en structure dispersée [44]

II.4.4. Structure chimique des fibres végétales

Les cellules végétales sont principalement composées d'eau, de polymères à base de sucre combiné avec des quantités moindres de lignine et d'autres extraits

Les fibres végétales sont principalement composées de cellulose, d'hémicellulose, de lignine, Pectine et cire. Le rapport de ces composantes détermine un ensemble de propriétés des fibres [45] ,

De nombreuses études ont confirmé l'irrégularité de la composition chimique des fibres végétales variables d'une espèce à l'autre, pour un même type de fibre longue ou courte [46].

Les variétés de fibres végétales utilisées comprennent la fibre de palmier dattier et le café

II.5. DPLF (les Feuilles de palmier-dattier)

Le palmier ou « Djérid » est une feuille pennée dont les folioles sont régulièrement disposées obliquement selon un axe s'étendant jusqu'au pétiole.

Les segments inférieurs deviennent des épines, plus ou moins nombreuses et plus ou moins longues. Le pétiole (Kornafs) est rigide et relativement rigide.

Chaque année, le palmier dattier pousse un certain nombre de palmiers à partir de bourgeons et en perd un nombre similaire à cause de la sécheresse.

Il y a environ 100 millions de palmiers dattiers dans le monde. Les palmiers secs et frais sont abattus chaque année. La valeur annuelle estimée des palmiers abattus est de 1 130 000 tonnes.

En Algérie, le nombre de palmiers dattiers dépasse les 10 millions et il en existe plus de 800 variétés.

Le tonnage du tonnage de palmier sec est d'environ 135 103 tonnes de palmier sec/an, et le palmier dattier est d'environ 5 103 tonnes pédicelles/an, lie de jujubier 67 500 tonnes [47].

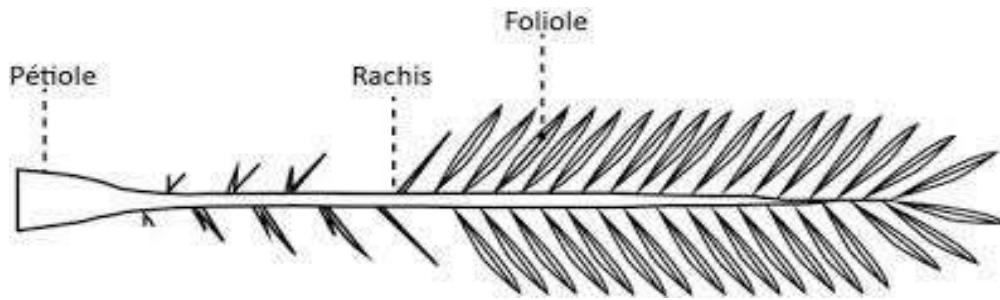


Figure II.10 : Schéma d'une palme de palmier dattier.

II.5.1. Les Fibres de palmier dattier

Le palmier dattier a une structure fibreuse, possédant quatre types de fibres

- ✓ fibres de bois de tronc.
- ✓ fibres de feuilles au niveau des pédoncules.
- ✓ fibres de tige au niveau des tiges des pédoncules et du support dattier (grappe).
- ✓ fibres de surface autour de son tronc ou de bases de palmes (pétiole)
- ✓ fibres de liffe (entre les Kornafs, le tronc est recouvert d'une bourre fibreuse que l'on appelle le liffe) [48].

II.5.2. Composition chimiques des fibres de palmier dattier

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

Tableau II.3 : Composition chimique des fibres de palme [49]

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

II.6. Poudre de café

Les grains de café proviennent du fruit du caféier que l'on appelle cerise. Chaque cerise qui passe de la couleur verte à la couleur rouge à maturité contient deux grains de café vert. Arbuste appartenant à la famille des rubiacées, le caféier se décline en deux variétés

principales : le « Coffea Arabica » qui donne le célèbre Arabica, connu pour sa saveur douce, fine et parfumée, et le « Coffea Canephora » qui donne le Robusta, plus corsé et amer. [50].



Figure II.11 : Poudre de café « Coffea Arabica »

Tableau II. 4 : Composition élémentaire du marc de café. [51]

Éléments	Composition(%)
Carbone (C)	49,7 %
Hydrogène (H)	s.d
Azote (N)	2,3 %
Oxygène (O)	s.d.
Ratio H/C	s.d
C/N	22 %

Chapitre : III
Méthodologie
Expérimentales

III.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la description de la méthode de montage, élaboration des matériaux composites à base de pvc et l'utilisation de diverses techniques de caractérisation.

III. Technique expérimentales

III.2.Préparation des fibres

III.2.1. Préparation de fibre de palmier dattier

Les feuilles de palmier dattier brutes ont été récupérées directement de la région de chetma d'un Biskra.

Ces feuilles ont subi plusieurs prés traitement

- ❖ Laver les feuilles de palmier avec de l'eau, puis avec de l'eau bien distillée et les verser pour éliminer les impuretés et les sédiments
- ❖ Séchage des feuilles de palmier à l'air libre pendant 24h puis séchées à l'étuve à une température de 80°C pendant 2h
- ❖ Broyage à l'aide d'un moulin électrique
- ❖ Tamisage de la fibre obtenue à travers plusieurs étapes.



Figure III.1 : fibres non traitées

- ❖ Couper la fibre de palme à la coupe spécifique
- ❖ Distribution de la fibre de palmier sur trois parts

Une quantité de la fibre DPLF non traitée

Une quantité de la fibre DPLF qui va être traitée par NaOH

Une quantité de la fibre DPLF qui va être traitée par le silane

- ❖ Broyage à l'aide d'un moulin électrique
- ❖ Tamisage de la fibre obtenue à travers plusieurs étapes

III.3.Modification chimique des fibres de palmier dattier

III.3.1.Traitement par NaOH

300 grammes de fibre de palme ont été coupés et trempés dans 2 litres de solution de NaOH à 6 % à 30 ° C tout en maintenant le rapport douche

Les fibres ont été maintenues immergées dans une solution alcaline pendant 24 heures, puis les fibres ont été fréquemment lavées avec de l'eau ordinaire et de l'eau distillée pour se débarrasser de toute adhésion à NaOH

La fibre est ensuite séchée à température ambiante pendant 48 heures, puis le four sèche à 80 °C pendant 5 heures.

Meulage avec moulin électrique

Fibres de tamisage obtenues par cette forme.



Figure III.2 : fibres traitées par NaOH

III .3.2 Traitement par (3-triméthoxysilyl) silane, méthanol ,Acid acétique

Un mélange de 656 ml de méthanol et 73 d'eau distillé et 7.3 de silane, et ajouter l'acide acétique ce qu'il devienne pH = 4. Sous agitation continue pendant 15 mn et à température ambiante.

Les fibres séchées auparavant sont immergées dans la solution préparé, sous une

agitation pendant 3 heures et à température de 40°C, puis filtrées et séchées à 80 °C pendant 24 heures. On obtient des fibres séchées et traitées.

Meulage avec moulin électrique, Fibres de tamisage obtenues par cette forme



Figure III.3 : fibres traitées par silane

III.4. Elaboration des composites PVC / (DPLF, café)

III.4.1 Préparation des mélanges

Au cours de notre étude, les matériaux composites ont été fabriqués à partir de polychlorure de vinyle renforcés par des fibres de palmier dattier traités et le poudre café qui est selon le tableau suivant.

Tableau III.1 : Les différentes formulations choisies pour la préparation de nos échantillons

Mélanges	Compositions massique PVC/FIBRE (%)	Les quantités des matériaux en (g)		
		PVC	DPLF	Café

			Non traité (%)	Traité Par NaOH (%)	Traité Par 3- (trimétho xysilyl) propyl méthacryl ate (%)	
1	Pvc / (DPLF) 0%	100	0	-	-	-
2	Pvc / (DPLF) 2.5%	97.5	2.5	-	-	-
3	Pvc / (DPLF) 5%	95	5	-	-	-
4	Pvc / (DPLF) 10%	90	10	-	-	-
5	Pvc / (DPLF) 15%	85	15		-	-
6	Pvc / (DPLF) 2.5%	97.5	-	2.5	-	-
7	Pvc / (DPLF) 5%	95	-	5	-	-
8	Pvc /(DPLF)10%	90	-	10	-	-
9	Pvc / (DPLF) 15%	85	-	15	-	-
10	Pvc / (DPLF) 2.5%	97.5	-	-	2.5	-

11	Pvc / (DPLF) 15%	95	-	-	5	-
12	Pvc / (DPLF) 10%	90	-	-	10	-
13	Pvc / (DPLF) 15%	85	-	-	15	-
14	Pvc / (Café) 2.5%	97.5	-	-	-	2.5
15	Pvc / (Café) 5%	95	-	-	-	5
16	Pvc / (Café) 10%	90	-	-	-	10
17	Pvc / (Café) 15%	85	-	-	-	15
18	Pvc / (Café) 25%	75	-	-	-	25

III.4.2 Préparation des plaques

Les mélanges précédents vont alimenter une calandre de type Schwabenthanpolymix 200p. Celle-ci comporte deux cylindres dont les températures sont asservies par un régulateur.



Figure III.4 : Machine de calandrage Schwabenthan poly mix 200

4.2.1.Étape Calandrage

Les mélanges sont insérés entre deux cylindres de lit compacts ensemble, qui

Ils sont régulièrement tournés à la température de production la plus appropriée pour le chlorure de polyvinyle à 160 °C, et un temps de mélange de 10 minutes à l'aide de gants résistants à la chaleur jusqu'à ce que le polymère se dissout et intègre la fibre, le film est obtenu et refroidi à l'extérieur.



Figure III.5 : préparation des films de composite



Figure III.6 : Machine de moulage hydraulique Schwabenthan polystat 300 S

4.2.2.Étape Moulage

Le mélange est coupé en petits morceaux et inséré dans le moule entre Feuilles d'aluminium et comprimé sous pression, à une température de 160 ° C, sous Pression de 300 bar et séjour de 15 minutes. Véritable préchauffage, même la fusion initiale du mélange, pour éviter la présence de bulles d'air, Le moule est refroidi pendant 30 minutes avant le retrait plaques.





Figure III.7 : préparation des plaques.

III .4.3. Préparation des plaques poudre café

pour préparer des échantillons de poudre de café, nous avons adopté les mêmes étapes pour préparer la fibre de palme.

Calandrage et Moulage.

III.5. Techniques utilisées

Différents tests pour l'étude de la plaque trouvée dans la fibre de feuille de palmier et de café sont :

- ✓ Teste mécanique : Teste de traction, Teste de la dureté Shore D.
- ✓ Propriétés physiques : Tests d'absorption d'eau.
- ✓ Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR).
- ✓ Analyse mécanique dynamique (DMA).
- ✓ Microscopie électronique à balayage (MEB).

III.5.1. Tests mécaniques

5.1.1. Test de traction

L'essai de traction est la méthode expérimentale couramment utilisée pour déterminer le comportement mécanique des matériaux. Ces comportements sont décrits à travers une gamme de relations entre les pressions et les distorsions et leur évolution dans le temps. [52]. La résistance à la traction est appliquée aux pièces obtenues selon la norme ISO 727 sur la Machine de traction de type Zwick/Roell de longueur spécifiée, où les résultats d'essai sont affectés par la précision de mesure des dimensions de l'échantillon, jusqu'à ce qu'il soit déchiré. En enregistrant la force F appliquée à l'échantillon par traction et allongement progressif.

La coupe d'essai a été testée à température ambiante à une vitesse de déplacement de 100 mm/min.

Le test nous a permis de mesurer le Module d'élasticité (E)

La contrainte la rupture (σ_r)

Allongement à la rupture [53].

La mesure des propriétés mécanique à la rupture des plaques est effectuée au niveau de l'entreprise ENICAB à Biskra à l'aide d'une machine de traction de type Zwick/Roell. La machine est reliée à un micro-ordinateur qui effectue tous les calculs nécessaires et trace les courbes contrainte/déformation **Figure III.8**



Figure III.8 : Machine de traction de type Zwick/Roell

5.1.2. Préparation des éprouvettes

Les plaques sont par la suite découpées sous forme d'haltère afin de poursuivre les différents tests de caractérisation.



Figure III.9 : Découpage des éprouvettes

5.1.3.Étapes de mesure

La mesure des essais de traction nécessite les étapes suivantes :

- ✓ Tout d'abord, il est nécessaire d'introduire les données pertinentes de l'échantillon testé, notamment : épaisseur h , largeur b_0 .
- ✓ Placer l'éprouvette dans la machine d'essai de traction.
- ✓ Démarrez la machine, et la courbe s'affichera progressivement à l'écran.



Figure III.10 : Mesure des dimensions de l'éprouvette



Figure III.11 : Éprouvette d'essai mise en place dans la machine de traction

Paramètres d'étude de traction

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

1. Module d'élasticité

C'est le rapport de la contrainte de traction à la déformation correspondante dans la limite de la contrainte maximale qu'une matière peut supporter. Il représente un critère de rigidité, il s'exprime comme suit :

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$

E : Module d'élasticité (N/m²) .

σ : Contrainte (N/m²).

ε : Déformation (%). [54]

2. Contrainte à la rupture

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

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

σ_r: Contrainte à la rupture (N/m²).

S : Section de l'éprouvette (m²).

F : La force d'étirement (N) [54].

3. Allongement à la rupture

L'allongement à la rupture correspondante est exprimée %, selon la formule suivante :

$$A\% = \frac{L-L_0}{L_0} * 100$$

A : Allongement à la rupture%.

L : Longueur finale de l'éprouvette(m).

L₀ : Longueur initiale de l'éprouvette(m). [54]

III.6. Test de la dureté shore A

La mesure de la dureté shore A à été réalisée au niveau du laboratoire de « UNICAB » à Biskra. L'essai consiste à appliquer un effort tendant à enfoncer l'aiguille d'un d'uromètre shore A suivant la norme NF ISO T 51-123, sur des plaques de 13×13 cm². La lecture se fait directement sur le d'uromètre après la pénétration de 15 seconds. La photo du d'uromètre utilisé est illustrée sur **la Figure III.13**



Figure III.12 : Principe de d'uromètre Shore

❖ **Mode opératoire :**

1. Tenir l'appareil dans votre main.
2. Appliquer lentement et uniformément la partie contenant la pointe (piercing) sur la plaque.
3. Lire la valeur indiquée. Prendre 3 mesures et on calcule la moyenne pour obtenir une valeur de dureté très précise.



Figure III.13 : Test de la dureté Shore.

III 7. Absorption d'eau

L'absorption d'eau est une caractéristique importante de nombreux matériaux, y compris les polymères, les composés, la céramique et même les matériaux naturels tels que le bois.

C'est pourquoi nous faisons un test d'absorption d'eau pour les échantillons de polymères.

L'absorption d'eau est testée comme suit



Figure III.14 : Pesée des échantillons (m) après l'immersion.

- ✓ Les échantillons (m_0) sont pesés à l'équilibre analytique avec une précision de 0,0001
- ✓ Les éprouvettes ont ensuite été placées dans un bécher contenant de l'eau distillée conservée à température ambiante.
- ✓ Après une certaine période d'immersion, les échantillons ont été retirés de l'eau et Nettoyer la surface submergée de l'eau
- ✓ Chaque échantillon a été pesé dès qu'il a été retiré de l'eau (masse en grammes) et pour déterminer la saturation de l'eau, les échantillons ont été submergés et pesés de nouveau après des périodes spécifiées. Ensuite, le pourcentage d'eau absorbée a été calculé.

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

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

m_0 : La masse de l'échantillon avant l'immersion en gramme. m : La masse de l'échantillon après l'immersion en gramme.

III 8. Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR)

Définition

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par l'échantillon à analyser. Cet échantillon peut être à l'état

gazeux, solide ou liquide. Elle permet via l'absorption des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, de déterminer la présence de certaines fonctions chimiques présentes dans la matière [55].

Principe

La spectroscopie IR est une technique d'analyse permettant de déterminer la nature des liaisons chimiques présentes dans un échantillon et d'en caractériser les groupements moléculaires afin d'obtenir de nombreuses informations sur la conformation et les éventuelles interactions. Dans le cas de molécules biologiques, elle permet de détecter des variations spectrales liées à différents constituants macromoléculaires comme les acides nucléiques, les lipides, les glucides ou encore les protéines présentes dans le spécimen étudié, de façon qualitative et quantitative. Notons que seule une molécule ayant une variation de son moment dipolaire, peut être active en IR.

La région infrarouge est localisée entre la région du spectre visible et des ondes hertziennes. Le domaine infrarouge s'étend de 0.8 μm à 1000 μm . Il comprend 3 zones : le proche infrarouge (0.8 à 2.5 μm soit 12500-4000 cm^{-1}), le moyen infrarouge (2.5 à 25 μm soit 4000-400 cm^{-1}) et le lointain infrarouge (25 à 1000 μm soit 400-10 cm^{-1}).

Le spectre infrarouge représente l'absorbance « A » en fonction de la longueur d'onde « λ » qui est traditionnellement exprimée sous la forme du nombre d'onde « ν ».

$\nu = 10^4/\lambda$ en cm^{-1} Avec λ en μm .

Les régions du proche IR et du lointain IR ont suscité un certain intérêt et ont été utilisées dans plusieurs études. Cependant, le moyen IR reste le plus adapté et le plus utilisé pour l'étude de la composition moléculaire d'un échantillon [55].

Méthode de travail :

Nous avons étudié des échantillons de fibres de palme et de café sous forme de poudre ainsi que sous forme solide. Spectroscopie Infra Rouge FT-IR in (CRAPC) Laboratoire



Figure III.15 : Spectrophotomètre à transformée de Fourier

III 9. Analyse mécanique dynamique (DMA)

La boucle DMA utilise un test mécanique dynamique pour les matériaux polymères solides.

Étudier les propriétés flexibles comme fonction et déterminer le coefficient de flexibilité et les valeurs d'amortissement en appliquant la force d'oscillation à l'échantillon [56].

Des essais mécaniques dynamiques ont été effectués sur le dispositif DMA, marque Q800 au Laboratoire de recherche en chimie appliquée (LCA) de l'Université Biskra.



Figure III.16 : Machine DMA de marque DMA Q 80

Méthode de travail

L'analyse mécanique dynamique (DMA) nécessite les étapes suivantes :

- ✓ Nous coupons l'échantillon sous la forme d'un rectangle selon la pièce en acier de l'appareil, comme indiqué sur la figure
- ✓ Saisir les données relatives à l'échantillon à tester, notamment : Épaisseur et largeur.

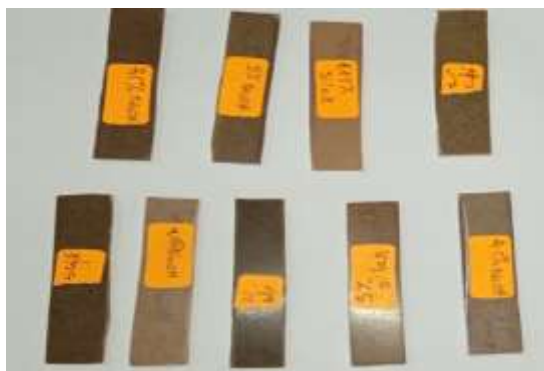


Figure III.17 : Echantillons étudiés.

Tableau III .2 : des échantillons d'essai

Composition		Composition	
M1	PVC	M10	PVC (DPLF) SILAN 2.5%
M2	PVC (DPLF) NT 2.5%	M11	PVC (DPLF) SILAN 5%
M3	PVC (DPLF) NT 5%	M12	PVC (DPLF) SILAN 10%
M4	PVC (DPLF) NT 10%	M13	PVC (DPLF) SILAN 15%
M5	PVC (DPLF) NT 15%	M14	PVC (café) 2.5%
M6	PVC (DPLF) NaOH 2.5%	M15	PVC (café) 5%
M7	PVC (DPLF) NaOH 5%	M16	PVC (café) 10%
M8	PVC (DPLF) NaOH 10%	M17	PVC (café) 15%
M9	PVC (DPLF) NaOH 15%	M18	PVC (café) 25%



Figure III.18 : Installation de l'échantillon dans la machine

- ✓ Démarrer l'appareil et attendre environ 20 minutes pour que la courbe s'affiche à l'écran

III 10. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Définition

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique d'imagerie utilisée pour visualiser des échantillons à une échelle microscopique. Elle repose sur l'utilisation d'un faisceau d'électrons qui balaye la surface de l'échantillon, puis détecte les électrons rétrodiffusés ou les électrons émis par l'échantillon pour créer une image.

III. Principe

Un faisceau d'électrons (produit par un canon à électrons) est projeté et se déplace sur l'échantillon à analyser. L'interaction entre la sonde et l'échantillon génère des électrons appelés « secondaires » (Ceux-ci sont dotés d'une énergie basse). Ces derniers sont alors accélérés vers un détecteur qui a pour rôle d'amplifier le signal électrique reçu (A chaque point, l'intensité est convertit en un signal électrique). Les différentes particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface.

La bobine peut être assimilée à une lentille optique au niveau du point focal. Son rôle est de dévier le faisceau d'électrons en délivrant un champ magnétique. En effet, lorsqu'on fait varier ce champ magnétique, le courant change lui aussi. Au milieu des bobines se situe la

pièce polaire qui est un guide magnétique. Ces bobines sont appelées « bobines de correction » [57].

III 10.1 Les Analyse Microscopie électronique à balayage (MEB)

Pour l'étude morphologique des échantillons nous avons utilisé un microscope électronique à balayage au niveau de laboratoire de PTAPC Biskra CRAPC, de type THERMO FISHER, équipé d'un système d'analyse EDX, dont l'interface est pilotée par un logiciel.

Une analyse EDX a été utilisée pour confirmer la composition des plaques. DPLF (NaOH 3-triméthoxysilyl).



Figure III.19 : Appareil de MEB.

Chapitre VI :

Résultats et Interprétations

IV.1 L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR

Le but : Le spectre des compositions des poudres infrarouge des différents additifs tel que la DPLF non traitée et traitée et le café consiste à identifier les différents groupements contenus dans leurs structures.

Pour confirmer la présence de l'absorption des groupements des différents additifs dans les structures

Les différentes compositions sont données dans les **tableaux IV.1 IV.2 IV.3 IV.4 IV.5 IV.6 IV.7** avec leurs fréquences caractéristiques.

IV.1.1 L'analyse spectroscopique infrarouge Pour PVC

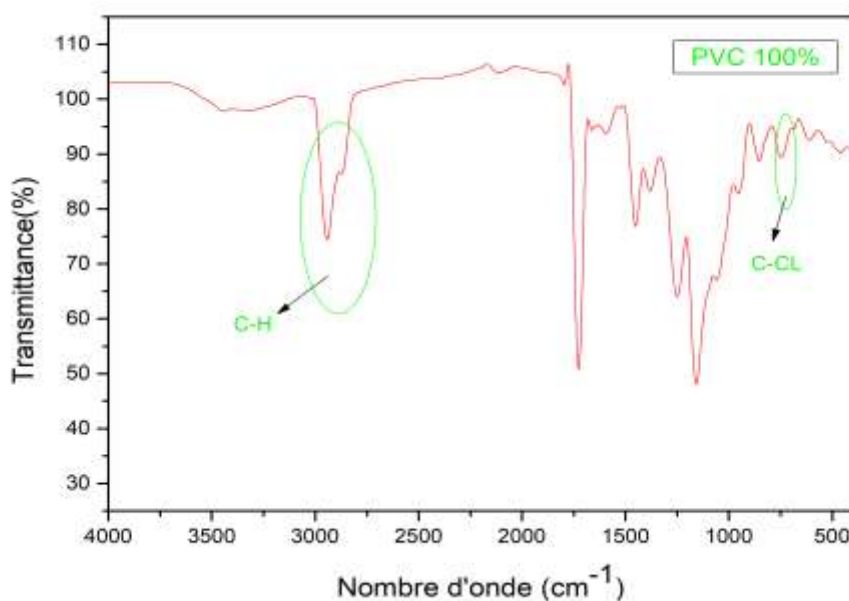


Figure IV.1 : Spectre FTIR DU PVC 100%.

Tableau IV.1 : fréquences caractéristiques DU PVC %

Attribution	C-H alcane	C- Cl
Nombre d'onde cm-1	2963 et 2845.6	714

IV.1.2. L'analyse spectroscopique infrarouge de la poudre DPLF

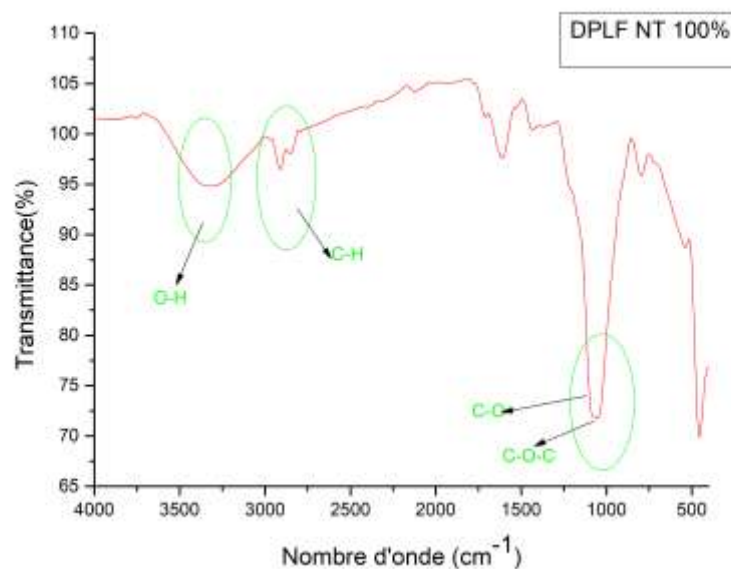


Figure IV.2 : Spectre FTIR de la DPLF

Tableau IV.2 : fréquences caractéristiques de la DPLF

Attribution	O-H associées	C-H alcane	C-O	C-O-C
Nombre d'onde cm-1	3334.14	2925.12 et 2835.35	1104.2	1047.25

IV.1.3. L'analyse spectroscopique infrarouge de la DPLF traitée avec NaOH

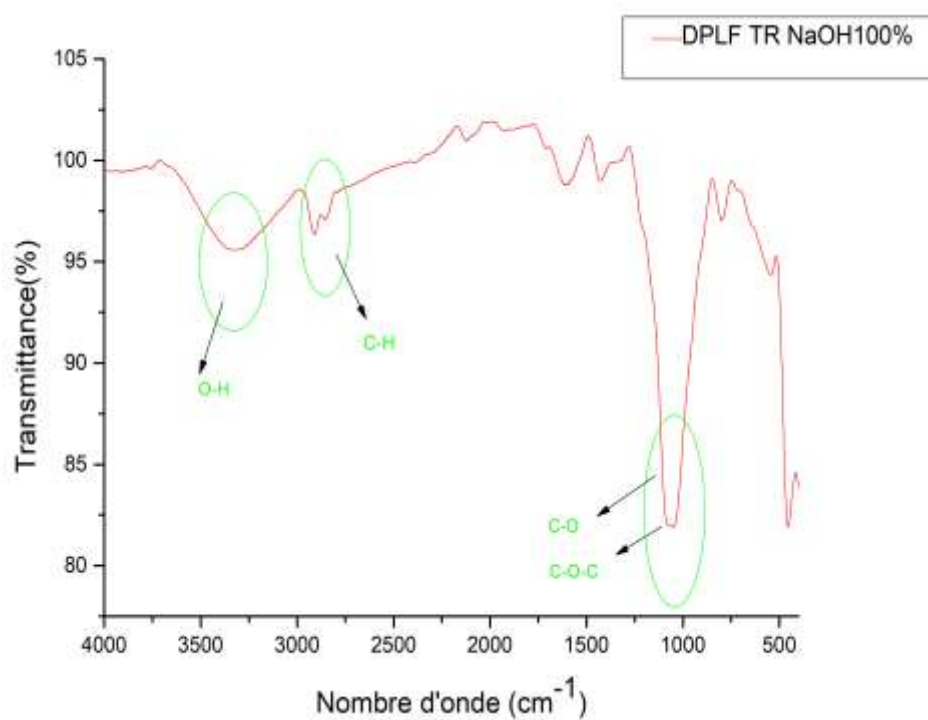


Figure IV.3 : Spectre FTIR DE LA DPLF traitée avec NaOH

Tableau IV.3 : fréquences caractéristiques de la DPLF traitée avec NaOH

Attribution	O –H associées	C-H alcane	C-O	C-O-C
Nombre d'onde cm-1	3334.14	2927.41 et 2830.26	1104.19	1047.29

IV.1.4. L'analyse spectroscopique infrarouge du marc de Café

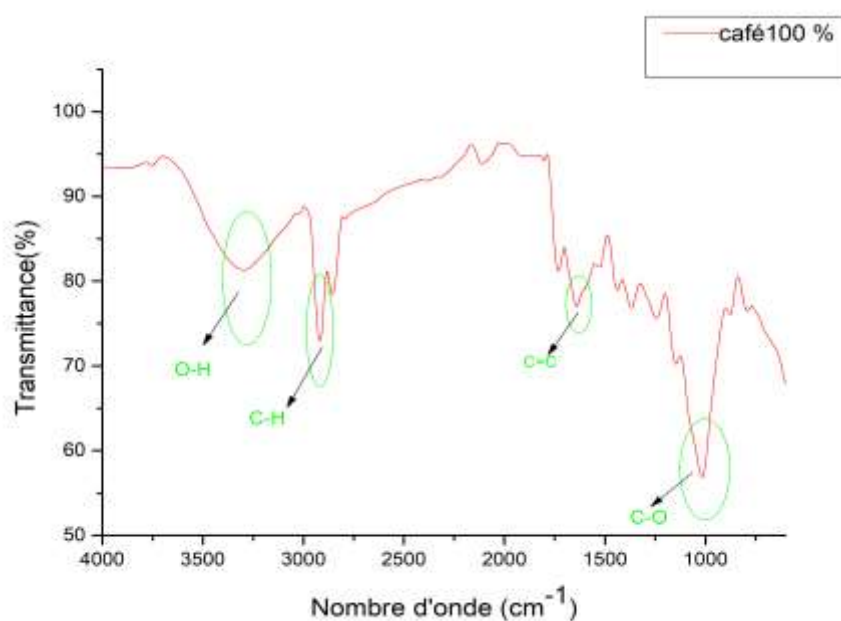


Figure IV.4 : Spectre FTIR du marc de café

Tableau IV.4 : fréquences caractéristiques du marc de café

Attribution	O-H associée	C-H alcane	C=C	C-O
Nombre d'onde cm-1	3416.36	2931.42et 2838.37	1628.02	1012.10

IV.1.5 L'analyse spectroscopique infrarouge pour le composite (5% DPLF 95% PVC)

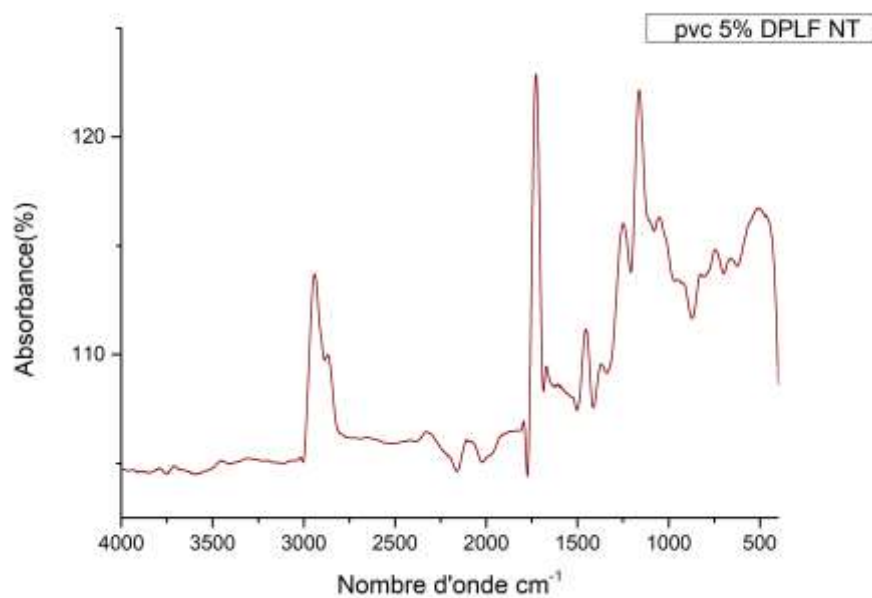


Figure IV.5 : Spectre FTIR du composite PVC/DPLF 5%

Tableau IV.5 : Fréquences caractéristiques du composite PVC/DPLF5%

Attribution	O –H associée	C-H alcane	C-O	C-O-C
Nombre d'onde cm-1	3334.14	2925.12 et 2835.35	1104.2	1047.25

IV.1.6 L'analyse spectroscopique infrarouge pour (DPLF non traitée 100%,DPLF traitée avec NaOH 100% et café 100%)

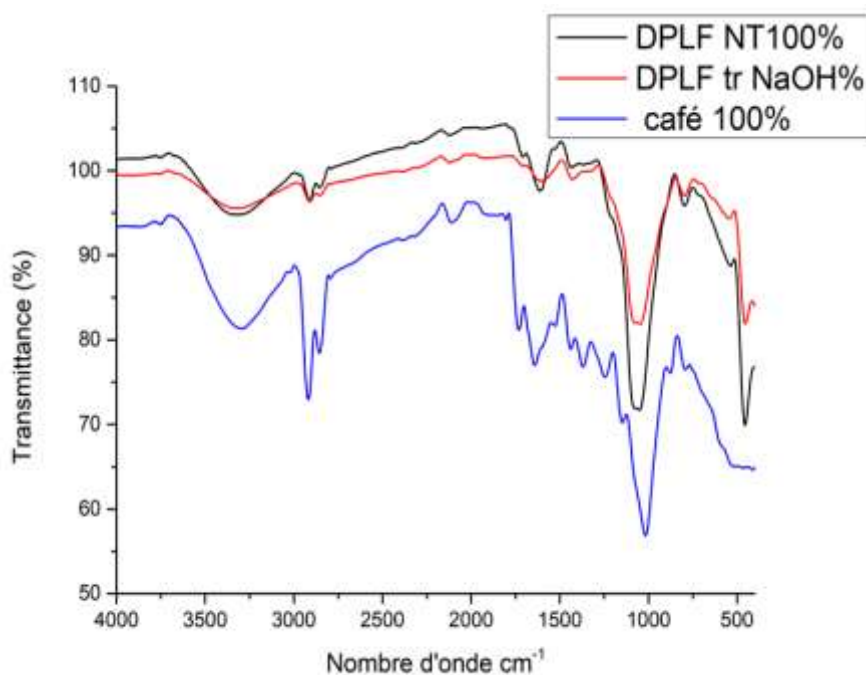


Figure IV.6 : Spectre FTIR du composite DPLF non traitée / DPLF traitée avec NaOH 100% / Café 100%

Tableau IV.6 : Fréquences caractéristiques du composite DPLF NT 100% / DPLF traitée avec NaOH 100% / café 100%

Attribution	Fréquence compotions				
	O-H associée	C-H alcane	C=C	C-O	C-O-C
DPLF NT 100%	3334.14	2925.12et 2835.35	-	1004.2	1047.25
DPLF traité NaOH 100%	3334.14	2927.41et 2830.26	-	1104.19	1047.29
café 100%	3416.36	2931.42 et 2838.37	1628.02	1012.10	-

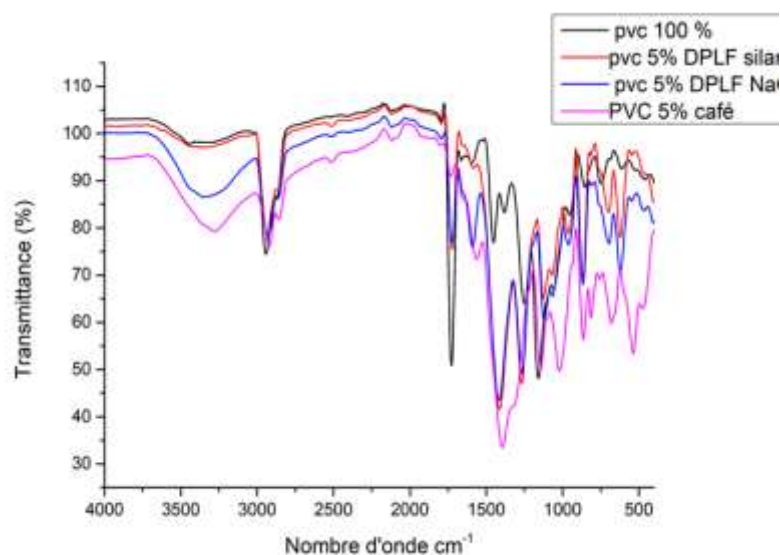


Figure IV.7 : Spectre FTIR du PVC 100% /95% PVC avec 5% Café/ 95% PVC DPLF 5% Traitée avec Silane/95% PVC DPLF 5% Traitée NaOH

Tableau IV.7 : Fréquence caractéristique du composite Pvc 100%/ 95%Pvc 5%DPLF silane /95% Pvc 5%DPLF NaOH / 95%PVC 5% café

compositions	Fréquence compositions						
	O-H associée	C-H alcane	Si-O	C=C	C-O	C-O-C	C-CL
Pvc 100%	-	2963 et 2845.6	-	-	-	-	714
Pvc 5%DPLF silane	3416.63	2906.08et 2867.80	1044.89	-	1276.33	10421.14	721.10
Pvc 5%DPLF NaOH	3371.81	2912.57 et 2855.01	-	-	1136.88	1072.92	708.31
PVC 5% café	3346.07	2939.71 et 2843.39	-	1554.3	1280.53	-	561.78

En résumé de ce qui précède, tous les tableaux précédents ont montré que toutes les fonctions apparaissant dans les spectres infrarouges FTIR appartiennent aux composants des matériaux utilisés dans notre étude.

IV.2 L'absorption de l'eau distillée

Dans un but d'évaluer le caractère absorbant de nos composites préparés, une étude de l'absorption a été menée

IV. 2.1 Influence du taux de fibre sur l'absorption

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

On remarque d'après la figure ,ou l'on utilise la fibre DPLF non traitée , que le caractère absorbant du composite croit avec le taux de fibre utilisé , ce qui nous conduit à conclure que la cohésion avec la matrice polymère est faible (chose que l'on rapporte au caractère amorphe du polychlorure de vinyle ainsi que son caractère thermoplastique), ce résultat trouve aussi son explication dans les courbes des propriétés mécaniques (courbe IV8), on l'on voit une chute des valeurs de la résistance à la rupture et par conséquent une élévation de l'allongement à la rupture.

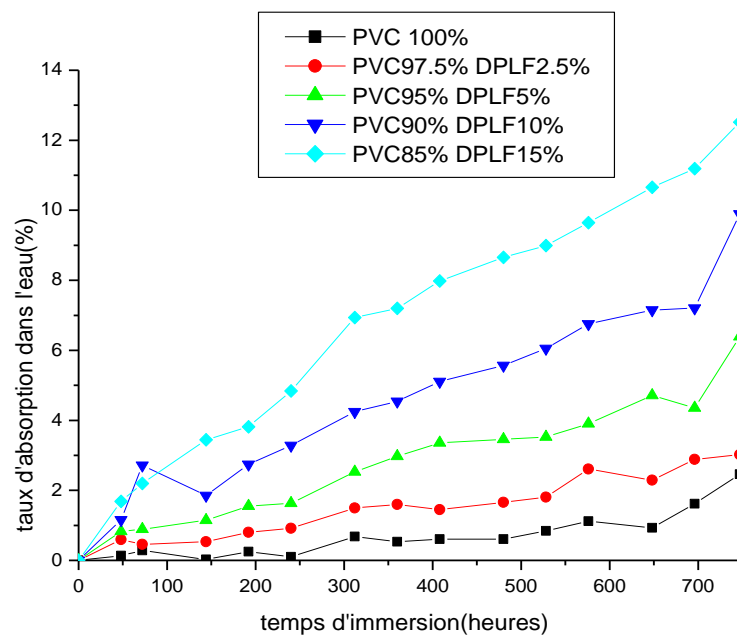


Figure IV. 8 : L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps 100% PVC / DPLF 2.5%, PVC / DPLF 2.5% PVC / DPLF 10%, PVC / DPLF 15%

IV. 2.1.2 Influence du taux du CAFE sur l'absorption

Pour ce qui est de 2ème additif à savoir le marc de café on note une absorption beaucoup plus prononcée étant donné sa nature (fort pourcentage de cellulose et de l'hémicellulose), l'adhésion avec la matrice est affaiblie ce résultat trouve son explication dans la variation des propriétés mécaniques

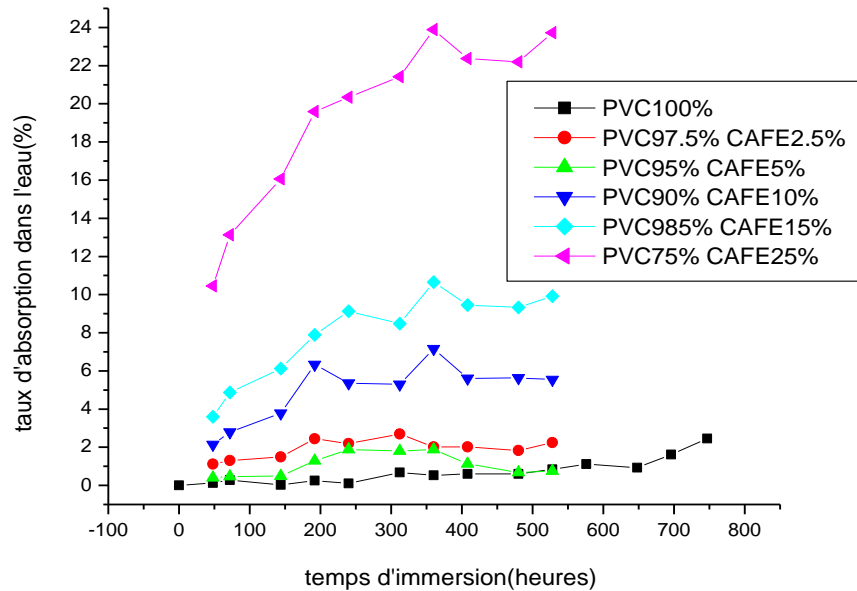


Figure IV. 9 : L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps PVC 100%, PVC / café 2.5%, PVC / café 2.5%, PVC / café 10%, PVC / café 15%

IV.2.2 Influence de traitement de la fibre

Concernant la fibre DPLF traitée par NaOH et le silane, son incorporation au sein de la matrice polymère du PVC n'a pas conduit à une amélioration des propriétés, ceci peut être attribué à la nature amorphe du PVC , la cohésion est faible, car la fibre en grande partie occupe les vides et les cavités creuses dans la structure amorphe du polymère

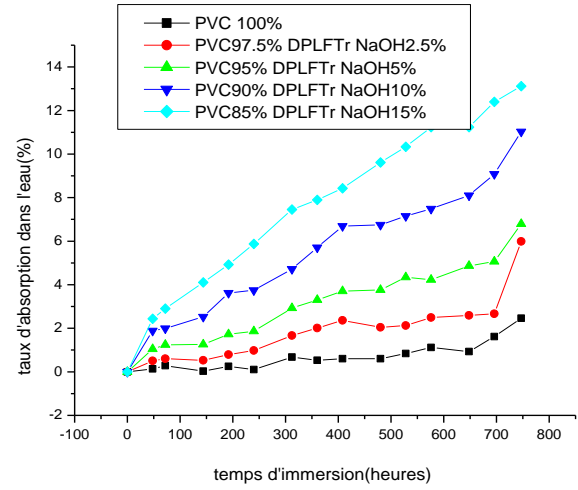
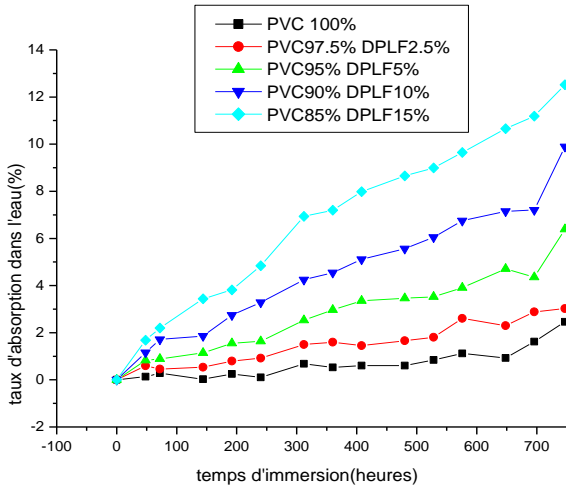


Figure IV. 10 : L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps PVC/DPLF non traitée et PVC/DPLF traitée avec NaOH.

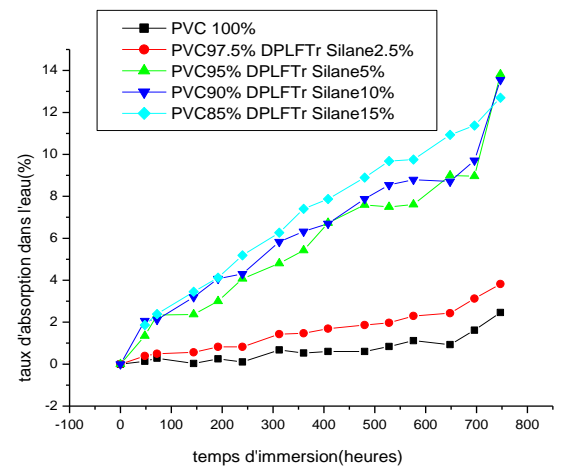
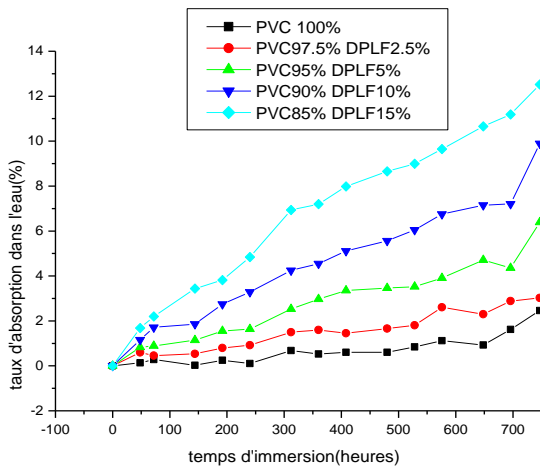


Figure IV. 11 : L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps PVC/ DPLF non traitée et PVC/DPLF traitée avec Silane

IV.2. 3 Influence de la nature de la fibre (DPLF/PVC, café/PVC)

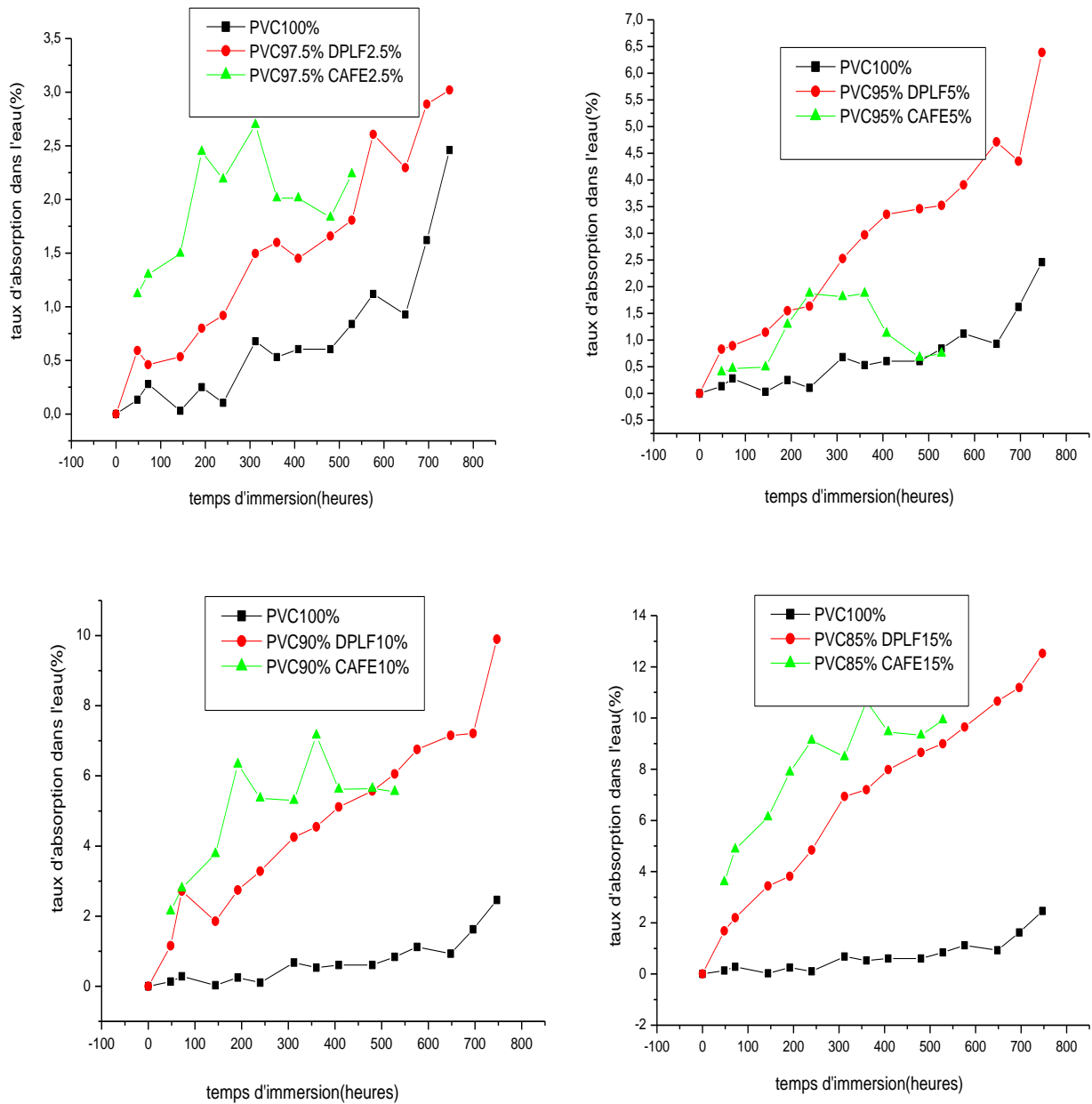


Figure IV. 12 : DPLF/PVC et café/PVC

IV.3 Les résultats de l'étude mécanique

L'étude du comportement mécanique des différents composites avec différents pourcentages de fibres a été étudiée.

IV.3.1 L'influence du taux d'additif sur les propriétés mécaniques

IV.3.1.1 L'influence du taux de la fibre DPLF

Pour les composites PVC/fibre, on a remarqué que

Pour la fibre DPLF non traitée, une forte résistance est décelée pour un pourcentage de DPLF de 2,5% chose que l'on attribue à l'incorporation de cette fibre dans les pores du polymère amorphe PVC, avec augmentation du taux, la résistance diminue en conséquence l'allongement augmente

Tableau IV.8 : Propriétés mécaniques des compositions de PVC/DPLF

	Résistance σ (MPa)	Allongement ϵ (%)	Dureté Shore
M1	7.65	187.80	87.26
M2	10.77	240.60	89.56
M3	8.55	182.33	89.50
M4	8.40	161.71	91.60
M5	6.40	219.77	92.83

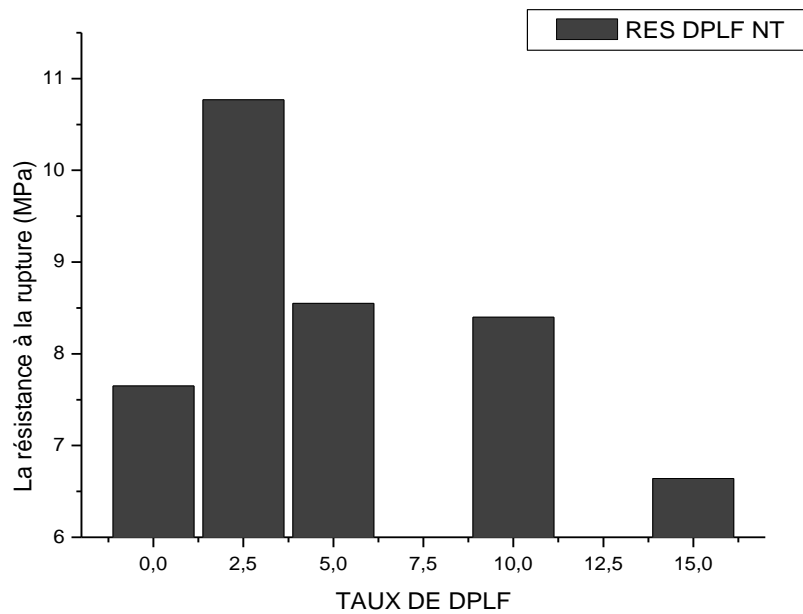
a. Etude la résistance à la rupture

Figure IV . 13 : Évolution de la résistance à la rupture des compositions PVC/DPLF

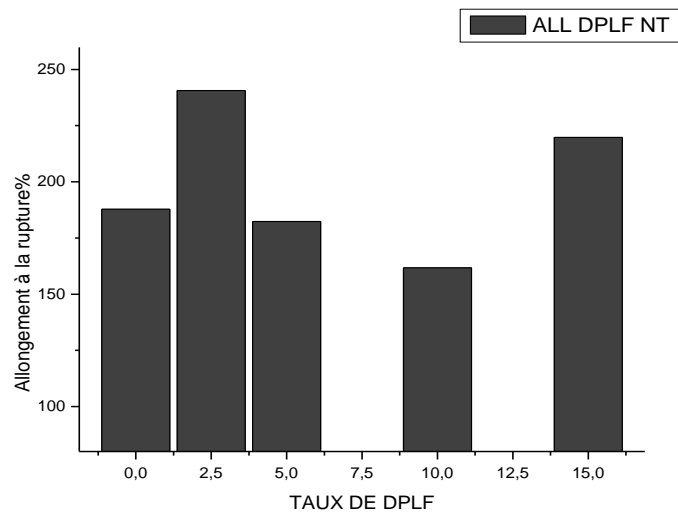
b. Etude l'allongement à la rupture

Figure IV. 14 : Évolution de l'allongement à la rupture des compositions PVC/DPLF.

c. Etude la durté SHORE

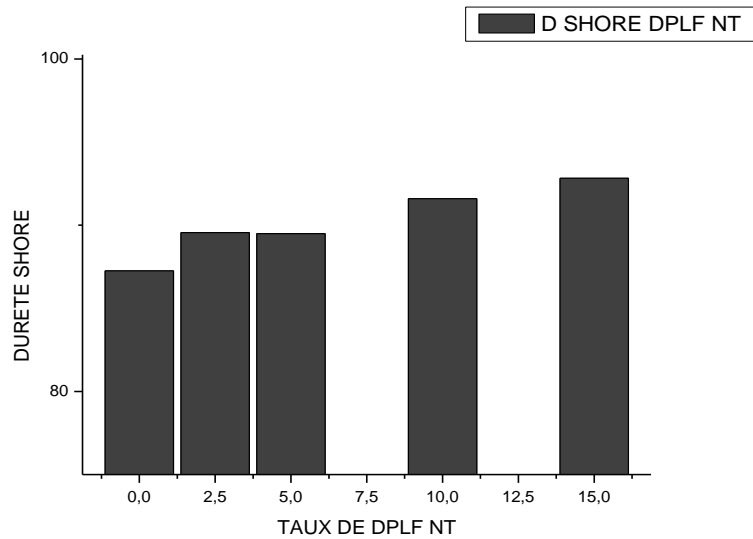


Figure IV. 15 : Évolution de la durté Shore des compositions PVC/DPLF

IV.3.1.2 L'influence de taux de Café

Pour les composites avec les marques de café, la résistance a à la rupture diminue avec l'augmentation du pourcentage, l'allongement à la rupture diminue considérablement.

Tableau IV.9 : Propriétés mécaniques des compositions de PVC/Café

	Résistance σ (MPa)	Allongement ϵ (%)	Durté Shore
M1	7.65	187.80	87.26
M14	9.11	186	82.1
M15	8.67	120.70	85.46
M16	7.35	94.90	87.86
M17	6.64	98.8	91.23

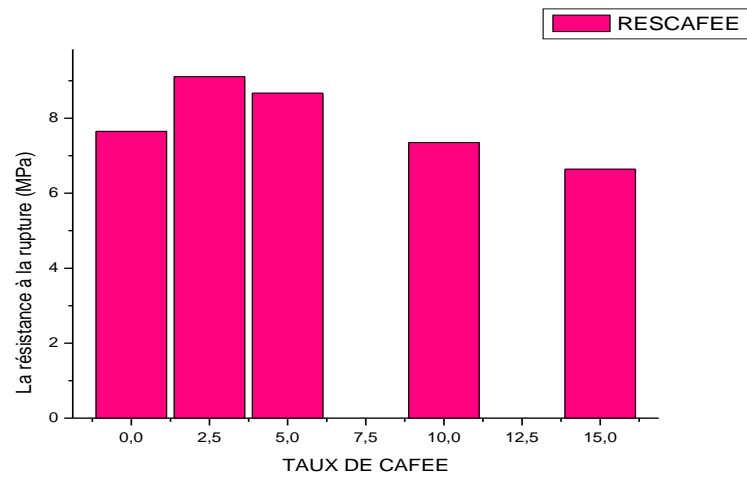
a. Etude la résistance à la rupture

Figure IV.16 : Évolution de la résistance à la rupture des compositions PVC/Café

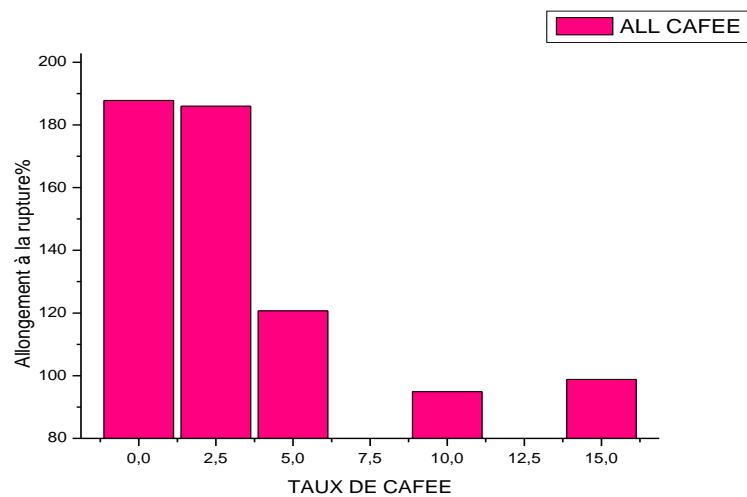
b. Etude l'allongement à la rupture

Figure IV. 17 : Évolution de l'allongement à la rupture des compositions PVC/Café

c. Etude la duret  SHORE

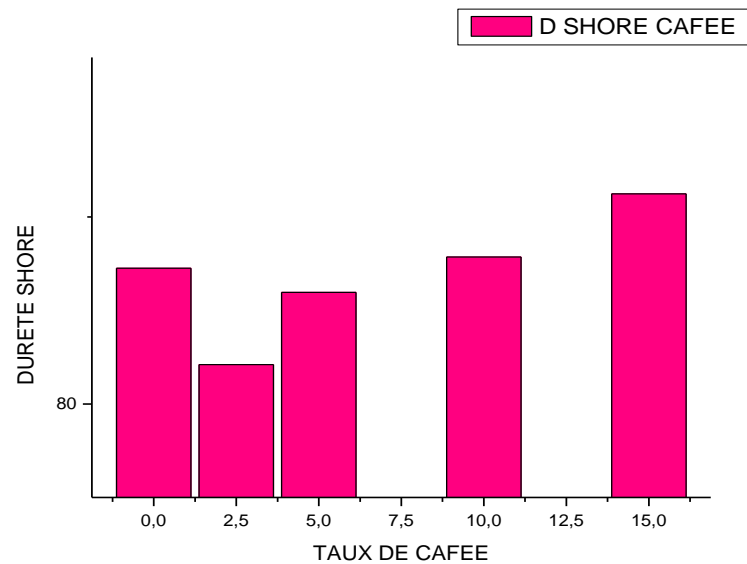


Figure IV. 18 :  volution de la duret  Shore des compositions PVC/Caf 

IV.3.2 L'influence du traitement chimique sur les propri t s m caniques

Pour les composites PVC /fibre DPLF trait e par NaOH, le m me cas de figure (IV.3 IV.4) la r sistance   la rupture augmente, entrainant une diminution de l'allongement, r sultats en accord avec ceux de l'absorption d'eau.

On remarque les m mes conclusions concernant les composites PVC /DPLF trait e au silane – toujours une augmentation de la r sistance a la rupture avec l'augmentation du taux de fibre trait e.

Il faut noter que le traitement chimique avec NaOH et celui du silane n'a pas apport  d'am lioration concernant la coh sion avec la matrice polym re – ceci reste a confirm s lors de l'analyse morphologique MEB.

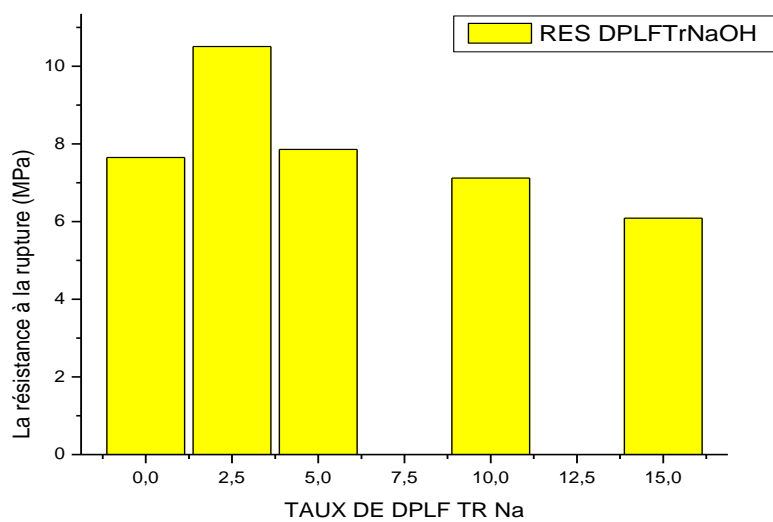
Les r sultats de la duret  Shore A, confirment ceux des propri t s m caniques on l'on voit un accroissement de cette derni re avec l'augmentation du taux de fibre incorpor e .

Tableau IV. 10 : Propriétés mécaniques des compositions du PVC/DPLF traitée avec NaOH et silane.

	Résistance σ (MPa)	Allongement (%)	Dureté Shore
M1	<i>7.65</i>	<i>187.80</i>	<i>87.26</i>
M6	<i>10.51</i>	<i>241.22</i>	<i>84.66</i>
M7	<i>7.86</i>	<i>139.39</i>	<i>83.13</i>
M8	<i>7.12</i>	<i>116.51</i>	<i>90.73</i>
M9	<i>6.09</i>	<i>115.08</i>	<i>86.36</i>
M10	<i>9.55</i>	<i>182.81</i>	<i>88.46</i>
M11	<i>7.69</i>	<i>126.20</i>	<i>88.53</i>
M12	<i>7.69</i>	<i>157.90</i>	<i>91.43</i>
M13	<i>6.60</i>	<i>114.35</i>	<i>94.53</i>

a. Etude de la résistance à la rupture

a.1 traitement avec NaOH

**Figure IV.19** : Histogramme de la résistance à la rupture des composites PVC/ DPLF Traité avec NaOH

a.2 traitement avec Silane

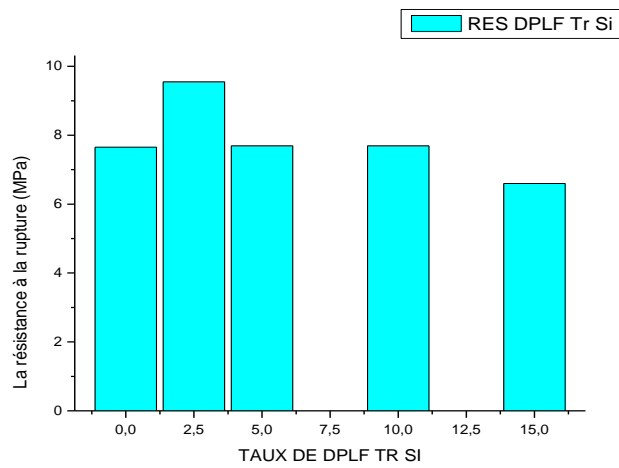


Figure IV. 20 : Histogramme de la résistance à la rupture des composites PVC/ DPLF Traité avec Silane

b. Etude l'allongement à la rupture

b.1 traitement avec NaOH

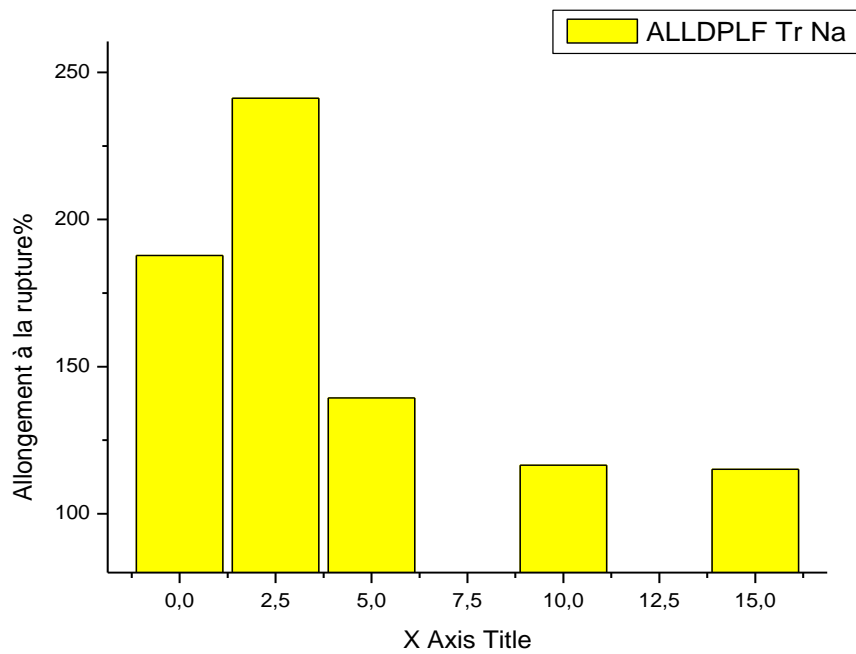


Figure IV. 21 : Histogramme de l'allongement à la rupture des composites PVC/ DPLF Traité avec NaOH.

b.2 traitement avec Silane

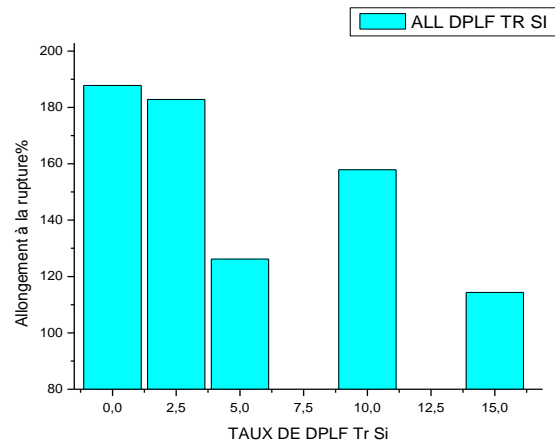


Figure IV. 22 : Histogramme de l'allongement à la rupture des composites PVC/ DPLF Traité avec Silane.

IV.4. Etude morphologique par MEB

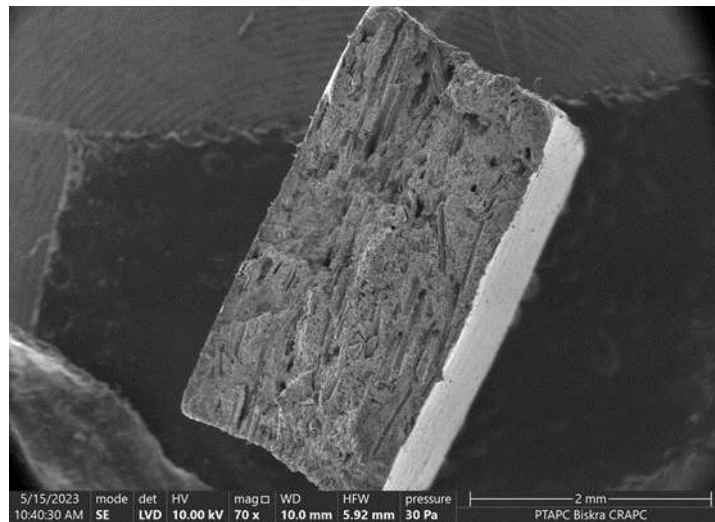


Figure IV. 23 : PVC /DPLF non Traitée 5%

Le micrographe suivant montre la répartition de la fibre sur la surface du polymère de manière non homogène , présence de beaucoup de vides moléculaires et de cavités creuses à la surface, chose presque confirmée par les études mécaniques et l'absorption d'eau.

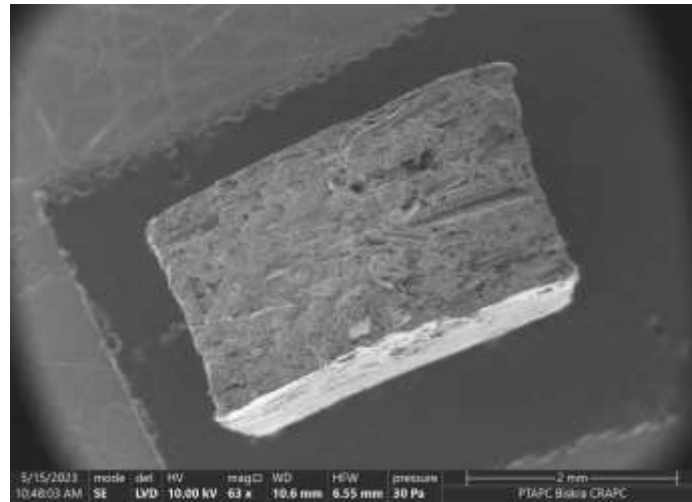


Figure IV.24 : PVC / DPLF Traitée avec NaOH 5%

Le micrographe du composite PVC/DPLF 5% traitée avec NaOH montre une cohésion à la surface du polymère, on note une présence faible de pores et de vide, la surface est homogène car la fibre présente dans sa structure des groupements alcoolates. Ces résultats confirment l'étude de l'absorption d'eau ainsi que ceux du comportement mécanique.

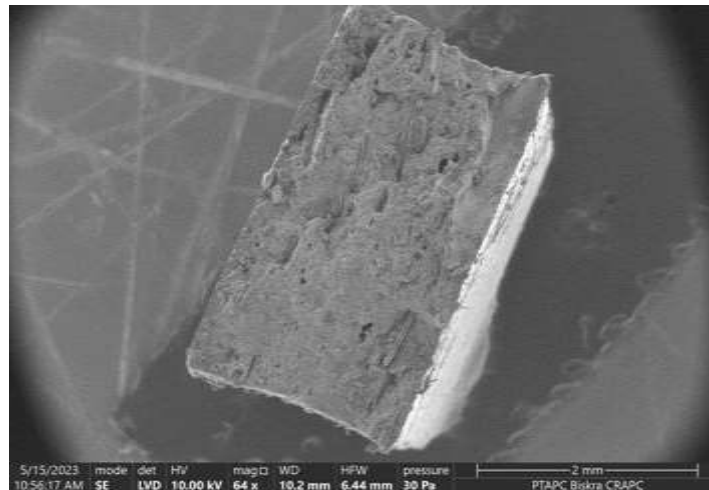


Figure IV. 25 : PVC/ DPLF Traitée silane 5%

Le micrographe montre une image similaire où l'on voit aussi une cohésion moléculaire entre la matrice et la fibre traitée au silane, faibles pores, alors ces résultats viennent confirmer les analyses mécaniques et ceux de l'absorption d'eau.

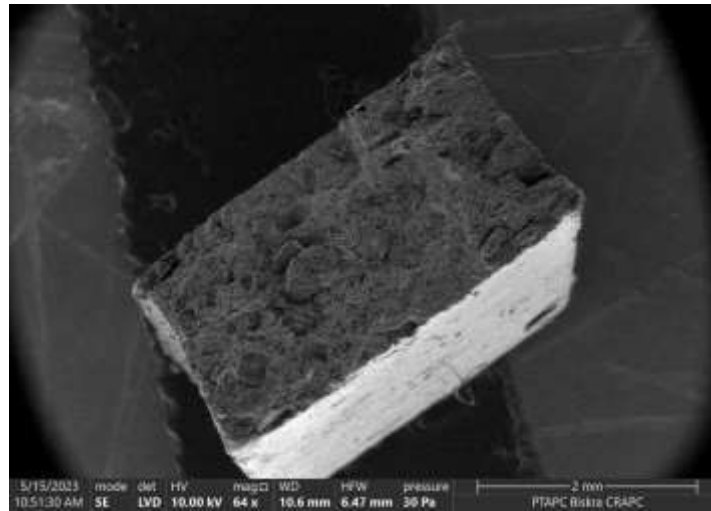


Figure IV.26 : PVC /Café 5%

Le micrographe suivant du composite PVC /Café 5% montre la présence de beaucoup de surfaces poreuses et de nœuds donc la cohésion entre la matrice et le café est faible ce qui influe sur les propriétés mécaniques.

IV.5. Etude 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 de PVC .

Tableau IV.11 : Les valeurs du module de conservation (E') et du module de perte(E'') des composite M à température T($^{\circ}$ C) PVC DPLF NT

T($^{\circ}$ C)	module de conservation				module des pertes			
	40 $^{\circ}$	50 $^{\circ}$	60 $^{\circ}$	70 $^{\circ}$	40 $^{\circ}$	50 $^{\circ}$	60 $^{\circ}$	70 $^{\circ}$
M1	145.44	96.31	62.90	40.24	46.18	25.36	12.87	6.23
M5	260.16	168.72	114.66	77.66	81.98	46.66	27.54	15.41

D'après les valeurs relatives du module de conservation et celui des pertes on remarque pour le composite M5 à la température de 40 $^{\circ}$ C avec un taux de fibre 15% que son module de conservation a augmenté ce qui nous amène à conclure que la plasticité du matériau augmente.

Au fur et à mesure que la température croit le module décroît car l'élasticité s'affaiblit.

Concernant le module des pertes pour ce composite, les valeurs diminuent lors de l'augmentation de la température donc le matériau perd en caractère visqueux.

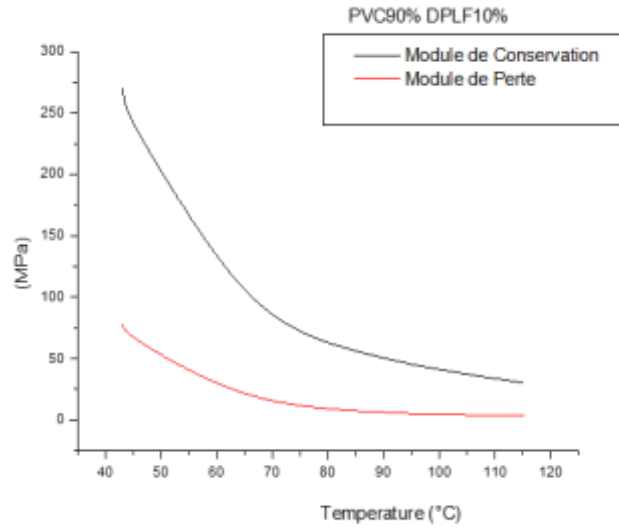


Figure IV. 27 : Variation du module de conservation (MPa) et du module de perte(MPa) en fonction de la température T (°C) PVC DPLF 100%

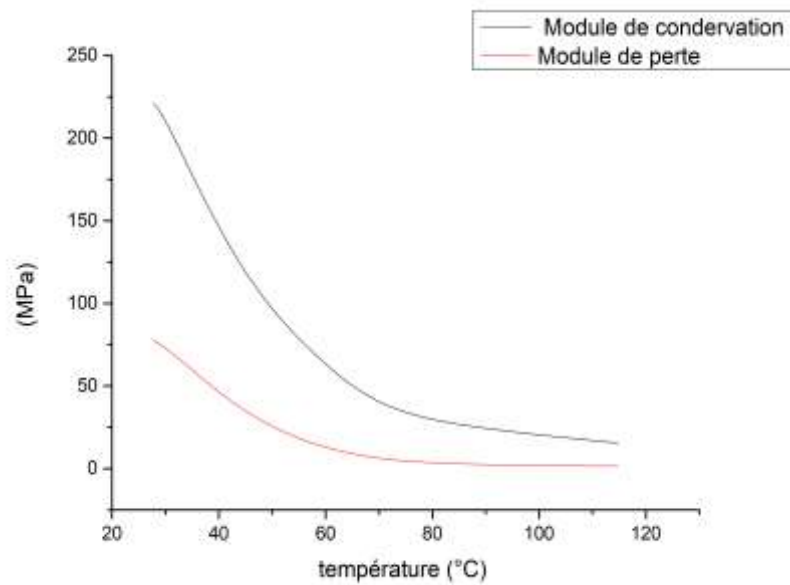


Figure IV. 28 : Variation du module de conservation (MPa) et du module de perte(MPa) en fonction de la température T (°C) PVC 100%

Tableau IV.12 : Les valeurs du module de conservation (E') et du module de perte (E'') des composite M à température T (°C) PVC DPLF NaOH.

T (°C)	module de conservation				module des pertes			
	40°	50°	60°	70°	40°	50°	60°	70°
M1	145.44	96.31	62.90	40.24	46.18	25.36	12.87	6.23
M6	119.12	81.24	53.52	34.93	40.17	23.15	12.00	5.89

L'étude mécanique dynamique pour le composite M6 montre que le module de conservation diminue comparativement à celui du PVC vierge du faite de la présence d'une quantité faible de fibre qui s'incorpore dans polymère, en augmentant la température, on décèle une diminution du module de conservation se traduisant par une baisse d'élasticité. A l'encontre le module des pertes suit la même variation conduisant ainsi à une baisse de la viscoélasticité.

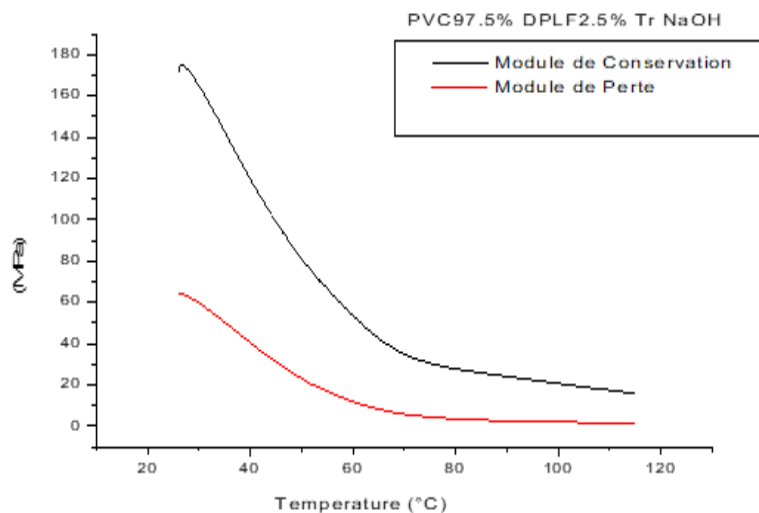


Figure IV.29 : Variation du module de conservation (MPa) et du module de perte (MPa) en fonction de la température T(°C)

Tableau IV.13 : Les valeurs maximales de tan delta des composites

	T (°C) maximales	Tg δ
M1	27.80	0.3505
M5	37.73	0.3103
M6	26.17	0.3721
M10	38.72	0.3426

L'étude de la variation de tangente delta pour les composites M5 M6 et M10 a montré que le faible taux additionné au polymère PVC 2.5 % n'influe pas sur le maximum de la tangente par contre le composite renfermant la fibre traitée au silane influe fortement sur le déplacement du maximum, chose que l'on attribue à la bonne adhésion avec la matrice du polymère, le déplacement du maximum est de 10-12°C .

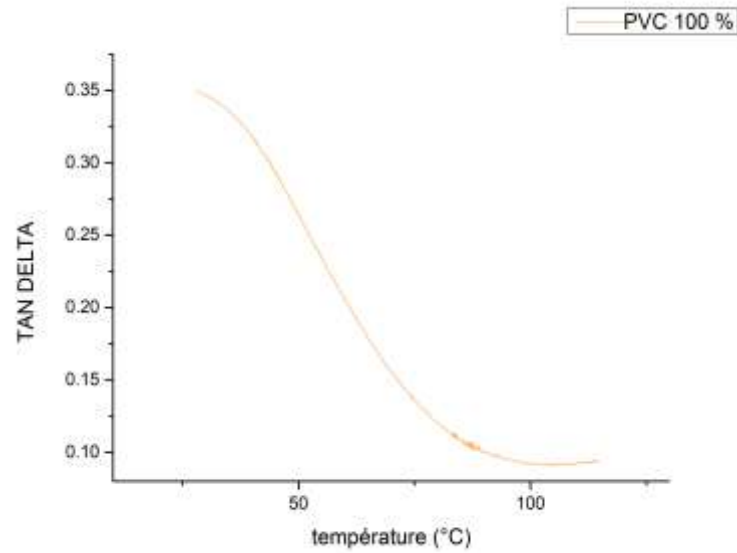


Figure IV. 30 : variation TAN DELTA en fonction de la température T (°C)

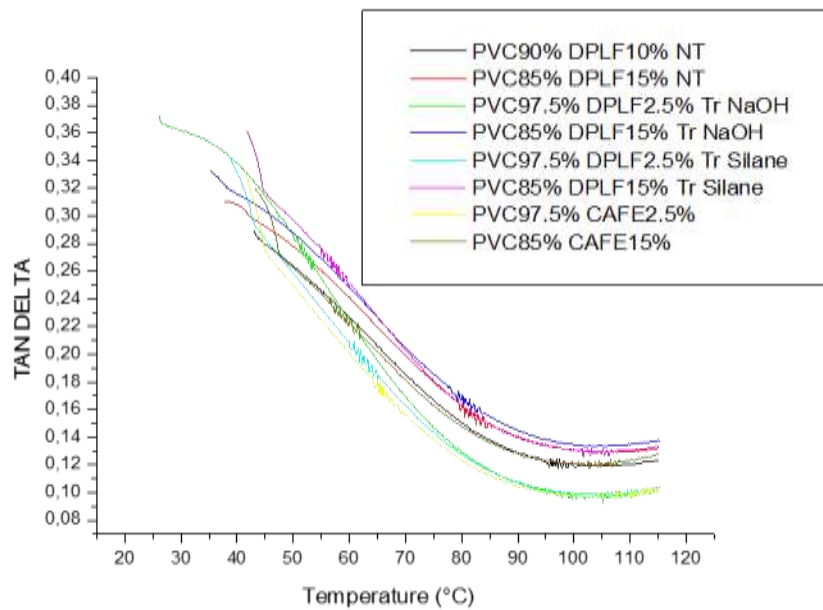


Figure IV.31 : variation TAN DELTA en fonction de la température T (°C) .

Conclusion générale

Conclusion Générale

L'objectif principal de ce travail s'articule autour d'une recherche des moyens d'amélioration des propriétés du PVC par élaboration de composites à base de fibres naturelles (valorisation d'un déchet naturel).

Le travail entrepris nous a permis de tirer les constatations suivantes

* Les spectres infrarouges des compositions des poudres des différents additifs et des composites ont été tirés dans le but d'identifier les différents groupements fonctionnels et leurs absorptions caractéristiques.

* Dans un but d'évaluer le caractère absorbant de nos composites préparés, une étude de l'absorption a été menée .

- le caractère absorbant du composite croît avec le taux de fibre utilisé.

- la fibre DPLF traitée par NaOH et le silane, son incorporation au sein de la matrice polymère du PVC n'a pas conduit à une amélioration des propriétés, ceci peut être attribué à la nature amorphe du PVC, la cohésion est faible.

* L'étude du comportement mécanique des différents composites avec différents pourcentages de fibres a été étudiée.

- Pour la fibre DPLF non traitée, une forte résistance est décelée pour un pourcentage de DPLF de 2,5%

- Avec augmentation du taux, la résistance diminue en conséquence l'allongement augmente.

- Il faut noter que le traitement chimique avec NaOH et celui du silane n'a pas apporté d'amélioration concernant la cohésion avec la matrice polymère.

- Les résultats de la dureté Shore A, confirment ceux des propriétés mécaniques on l'on voit un accroissement de cette dernière avec l'augmentation du taux de fibre incorporée.

- L'étude par micrographie MEB a montré que le composite PVC/DPLF 5% traitée avec NaOH une bonne cohésion de la fibre à la surface du polymère.

* L'étude dynamique mécanique DMA a montré pour le composite M6 que le module de conservation diminue comparativement à celui du PVC vierge du fait de la présence d'une quantité faible de fibre.

- L'étude de la variation de la tangente delta pour les composites M5 M6 et M10 a montré que le faible taux additionné au polymère PVC 2.5 % n'influe pas sur le maximum de la tangente en température.

Annexes

Tableau : Les valeurs du module de conservation (E') et du module de Perte (E'') des composite M à température T(C°) PVC DFLF silane

T (°C)	module de conservation				module des pertes			
	40°	50°	60°	70°	40°	50°	60°	70°
M1	154.44	96.31	62.90	40.24	46.18	25.36	12.87	6.23
M10	142.30	91.77	62.71	42.42	47.12	23.65	12.78	6.81
M13		108.05	79.39	59.09		31.99	19.90	11.95

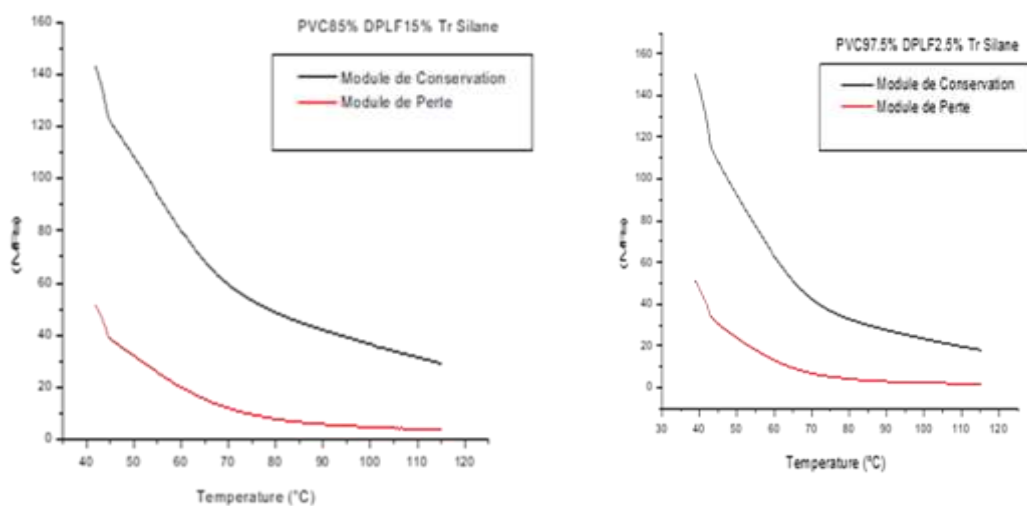


Figure : Variation du module de conservation (MPa) et du module de perte(MPa) en fonction de la température T (°C) PVC DFLF silane

Tableau : Les valeurs du module de conservation (E') et du module de perte (E'') des composite M à température T($^{\circ}$ C) PVC Café

T($^{\circ}$ C)	module de conservation				module des pertes			
	40 $^{\circ}$	50 $^{\circ}$	60 $^{\circ}$	70 $^{\circ}$	40 $^{\circ}$	50 $^{\circ}$	60 $^{\circ}$	70 $^{\circ}$
M1	145.44	96.31	62.90	40.24	46.18	25.36	12.87	6.23
M14		79.83	54.67	37.55		19.90	10.91	5.86
M17		100.51	70.76	50.32		26.31	15.93	9.13

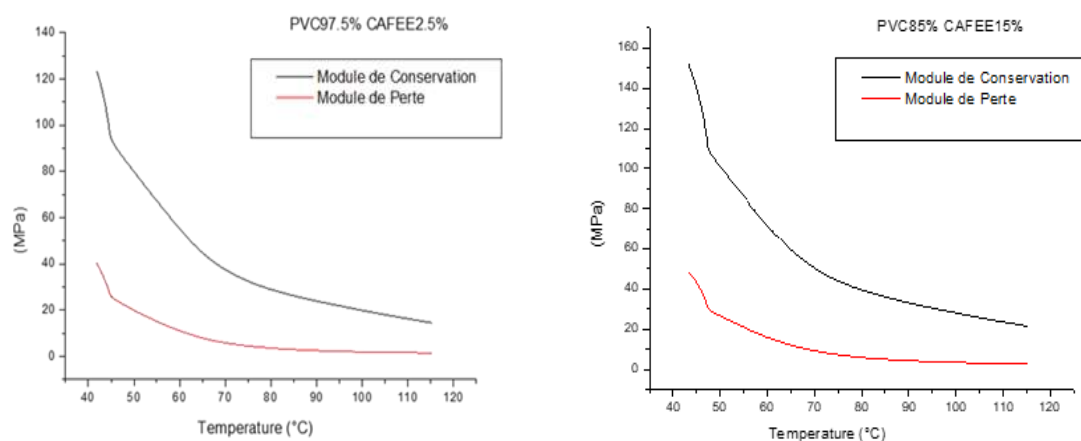


Figure: Variation du module de conservation (MPa) et du module de perte(MPa) en fonction de la température T ($^{\circ}$ C) PVC avec Café

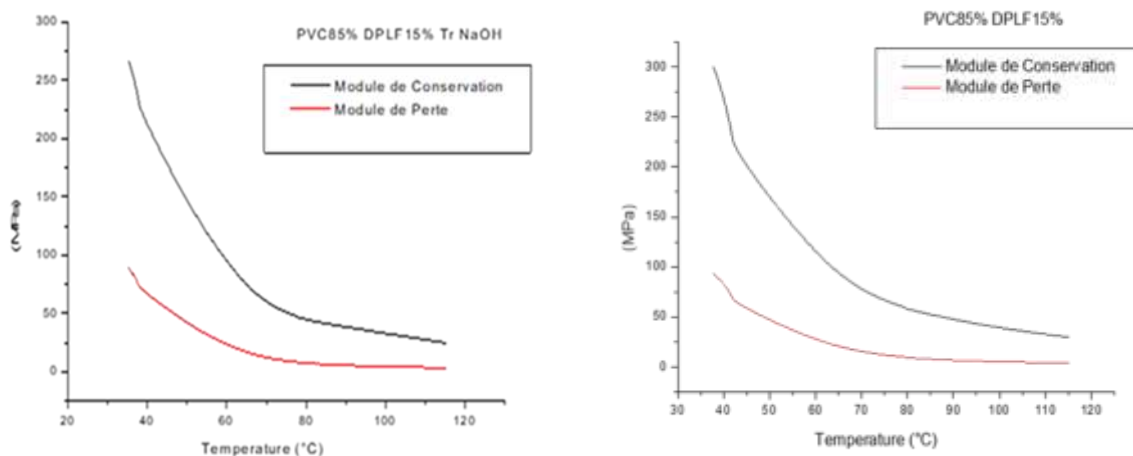


Figure : Variation du module de conservation (MPa) et du module de perte(MPa) en fonction de la température T (°C) PVC DPLF non traité /PVC DPLF traité NaOH

Figure : variation TAN DEL TA .en fonction de la température T (°C)

	T (°C) maximales	Tg δ
M1	27.80	0.3505
M5	37.73	0.3103
M6	26.17	0.3721
M9	35.24	0.3328
M10	38.72	0.3426
M13	41.83	0.3611
M14	41.83	0.3276
M17	43.31	0.3190

CLOSED
Version 2.0
Language English
Run 1
RunSerial 85
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
SampleM10
Geometry Rectangular (Length, Width, Thickness)
GeomFactor 21.6383 1/mm 0.0183 1/mm 0.3962 1/mm²
Size 35.0000 14.2000 2.16000 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
AutoAnalysis Off
MacroFile
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 2023-05-17
 Time 12:03:00
 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\Mahboub
 Samah\M10.001

StartOfData

0.02466667	43.31774	151.8058	48.43481	0.04254682	0.3190578
0.07466666	43.57789	150.0983	47.70589	0.04205549	0.317831
0.12466667	43.82101	148.4412	47.01083	0.04159291	0.3166966
0.17466667	44.04758	146.8892	46.31563	0.04115245	0.31531
0.22466667	44.2598	145.3909	45.69882	0.04072285	0.3143169
0.27466667	44.45702	143.9614	45.01696	0.04031612	0.3127014
0.32466667	44.63892	142.5783	44.44116	0.03993034	0.3116964
0.37466667	44.81028	141.2471	43.84444	0.03954614	0.3104094
0.42466667	44.97479	139.9614	43.24719	0.03918469	0.3089936
0.47466666	45.12227	138.7274	42.68286	0.03883341	0.3076742
0.52466668	45.263	137.5309	42.18002	0.03849608	0.3066949
0.57466668	45.39666	136.3958	41.65552	0.03817317	0.3054016
0.62466668	45.51962	135.3013	41.13912	0.03786812	0.3040556
0.67466668	45.63359	134.2279	40.6643	0.03755517	0.3029497
0.72466668	45.74307	133.1564	40.20309	0.03726494	0.3019237
0.77466668	45.84702	132.1794	39.72094	0.03697652	0.300508
0.82466668	45.945	131.2127	39.30702	0.03670647	0.2995672
0.87466668	46.035	130.2604	38.86853	0.0364365	0.298391
0.92466666	46.12143	129.3298	38.4298	0.03618069	0.2971457
0.97466668	46.19974	128.4424	38.0506	0.03592539	0.2962463
1.024667	46.27669	127.5918	37.66144	0.035682	0.2951712
1.074666	46.34972	126.7591	37.28234	0.03544849	0.2941198
1.124666	46.41675	125.9149	36.92825	0.03521051	0.2932794
1.174722	46.48059	125.1364	36.56527	0.034991	0.2922034
1.224834	46.5401	124.3677	36.23604	0.03477295	0.2913622
1.274833	46.60016	123.6231	35.9158	0.03456164	0.2905266
1.324834	46.65281	122.8952	35.5878	0.03436118	0.2895783
1.374834	46.70289	122.1839	35.27654	0.03415736	0.2887168

1.424834	46.74916	121.4947	34.99041	0.03395889	0.2879994
1.474834	46.79613	120.804	34.64631	0.03377445	0.2867978
1.524834	46.8409	120.1402	34.37824	0.0335824	0.2861511
1.574834	46.88508	119.496	34.10811	0.03340061	0.2854329
1.624834	46.9218	118.8682	33.8403	0.03322253	0.2846875
1.674834	46.95691	118.2833	33.56911	0.03305214	0.2838026
1.724834	46.99624	117.6788	33.34554	0.03288731	0.2833607
1.774834	47.02817	117.0517	33.08122	0.03271942	0.2826205
1.824834	47.05958	116.5331	32.81084	0.03255467	0.281558
1.874834	47.0935	115.944	32.5905	0.0324032	0.2810884
1.924834	47.1247	115.4137	32.37207	0.03224418	0.2804873
1.974834	47.15158	114.8907	32.14721	0.03210109	0.279807
2.024834	47.17872	114.3424	31.92037	0.031952	0.2791647
2.074834	47.20417	113.8351	31.71851	0.0318023	0.2786356
2.124834	47.23003	113.3535	31.48973	0.03166726	0.2778012
2.174834	47.25618	112.8475	31.3048	0.0315259	0.2774081
2.224834	47.28002	112.3748	31.0966	0.03139605	0.2767223
2.274834	47.30215	111.8792	30.90516	0.031256	0.276237
2.324834	47.32258	111.4446	30.7077	0.03112964	0.2755422
2.374834	47.3544	111.0013	30.52053	0.03100558	0.2749565
2.424834	47.40253	110.5287	30.33112	0.03087843	0.2744186
2.474834	47.46186	110.0823	30.14106	0.03074918	0.2738049
2.524834	47.53704	109.6318	29.93686	0.03062406	0.2730674
2.574834	47.6194	109.1674	29.75172	0.03050049	0.272533
2.624834	47.71726	108.6992	29.55099	0.03036659	0.2718601
2.674834	47.82156	108.2484	29.37035	0.03023771	0.2713237
2.724834	47.93489	107.772	29.18985	0.03011438	0.2708482
2.774834	48.05846	107.2966	28.99676	0.02997492	0.2702486
2.824834	48.18335	106.8109	28.78095	0.02984584	0.269457
2.874834	48.32639	106.3259	28.5926	0.0297065	0.2689148
2.924834	48.46165	105.836	28.39935	0.02957062	0.2683335
2.974834	48.6151	105.3281	28.19891	0.02942952	0.2677244
3.024834	48.76494	104.8236	28.02315	0.0292928	0.2673362
3.074834	48.92448	104.3025	27.80115	0.02914808	0.2665435
3.124834	49.0877	103.7976	27.5914	0.02900595	0.2658193
3.174834	49.25654	103.2602	27.37532	0.02886112	0.26511
3.224834	49.42397	102.7165	27.16086	0.02870797	0.2644255
3.274834	49.60219	102.1777	26.9698	0.02855652	0.26395
3.324834	49.7797	101.623	26.73986	0.02840508	0.263128
3.374834	49.96266	101.075	26.54404	0.0282518	0.2626173
3.425	50.14726	100.5166	26.31546	0.02809824	0.2618022
3.475	50.33346	99.94559	26.10834	0.02793784	0.2612255
3.525	50.52404	99.38719	25.87262	0.0277801	0.2603215
3.575	50.71696	98.80709	25.66947	0.02762021	0.2597938
3.625	50.9145	98.22616	25.43894	0.02746264	0.2589834
3.675	51.11098	97.64162	25.22486	0.02729609	0.2583413

3.725	51.30952	97.02756	24.98636	0.02713121	0.2575181
3.775	51.51196	96.43952	24.76801	0.02696318	0.2568242
3.825	51.71444	95.84962	24.56479	0.0268001	0.2562847
3.875	51.92061	95.24774	24.30425	0.02663304	0.2551689
3.925	52.1252	94.62391	24.0878	0.02646044	0.2545636
3.975	52.33594	94.01704	23.85336	0.02628992	0.2537132
4.025	52.54314	93.3964	23.64302	0.02612082	0.2531471
4.075	52.75622	92.77634	23.40622	0.0259433	0.2522865
4.125	52.96816	92.15275	23.14483	0.02577336	0.2511572
4.175	53.1777	91.54856	22.94124	0.02560047	0.250591
4.225	53.39624	90.91742	22.70956	0.02542958	0.2497823
4.275	53.60929	90.27035	22.46625	0.02524919	0.2488774
4.325	53.82799	89.65618	22.24348	0.02507656	0.2480976
4.375	54.04416	89.02016	22.0087	0.02489972	0.2472328
4.425	54.26296	88.37832	21.78853	0.02471984	0.246537
4.475	54.4823	87.73381	21.53377	0.02454546	0.2454444
4.525	54.70312	87.07672	21.31203	0.02436154	0.24475
4.575	54.9232	86.4438	21.0925	0.02417598	0.2440024
4.625	55.145	85.80142	20.8349	0.02400381	0.242827
4.675	55.36701	85.14931	20.61846	0.02382431	0.2421448
4.725	55.59266	84.49291	20.37558	0.02363943	0.2411514
4.775	55.81355	83.84855	20.14938	0.02345951	0.2403068
4.825	56.03936	83.20024	19.92121	0.02328038	0.239437
4.875	56.26373	81.55242	19.45346	0.02299263	0.2385394
4.927	56.49272	80.9934	19.16876	0.02259102	0.2366706
4.977	56.72338	80.1962	19.27179	0.02246203	0.240308
5.027	56.94898	79.85187	18.663	0.02234314	0.2337203
5.077	57.17652	79.23382	18.61323	0.02215524	0.2349152
5.127	57.40321	78.835	18.07	0.0220047	0.229213
5.177	57.63124	77.86098	18.23355	0.02183667	0.2341809
5.227	57.86008	77.37622	17.89143	0.02164162	0.2312265
5.277	58.08858	76.7711	17.52285	0.02147179	0.228248
5.327	58.3184	75.95218	17.6077	0.02128596	0.2318261
5.377	58.54805	75.52014	17.01022	0.02110752	0.2252408
5.427	58.77748	74.69238	17.1132	0.02092703	0.2291158
5.477	59.00812	74.12012	16.77199	0.02074454	0.2262812
5.527	59.2416	73.6021	16.37355	0.020567	0.2224604
5.577	59.46684	72.62158	16.59258	0.02038668	0.22848
5.627	59.70449	72.35369	15.90111	0.02020592	0.2197691
5.677	59.93293	71.608	15.8728	0.02003861	0.2216623
5.727	60.1651	70.76355	15.93233	0.01985799	0.2251488
5.779	60.402	70.39869	15.76004	0.01964025	0.2238683
5.829	60.6387	69.656	15.17632	0.01952954	0.2178753
5.879	60.87959	69.00216	14.82546	0.01935509	0.214855
5.931611	61.11998	68.82303	14.91632	0.01913855	0.2167344
5.984055	61.36384	67.3048	14.81598	0.0189286	0.2201326

6.035278	61.60879	66.93709	14.89931	0.01875058	0.2225867
6.0865	61.84108	66.66122	14.09607	0.01863204	0.2114583
6.1365	62.07939	66.4852	14.2526	0.01857072	0.2143725
6.1865	62.31188	65.97734	14.04932	0.01846011	0.2129416
6.2365	62.54702	65.41636	13.85456	0.01831005	0.2117905
6.2865	62.78278	64.83419	13.67084	0.01814842	0.2108584
6.3365	63.01775	64.2639	13.49004	0.01798975	0.2099163
6.3865	63.25482	63.6992	13.32218	0.01782887	0.2091421
6.4365	63.49134	63.11724	13.13613	0.01766958	0.2081226
6.4865	63.72742	62.55747	12.94966	0.01751129	0.2070043
6.5365	63.96652	61.99957	12.7662	0.0173558	0.2059079
6.5865	64.20382	61.45121	12.60766	0.01719973	0.2051653
6.6365	64.44209	60.90344	12.43192	0.01704974	0.2041251
6.6865	64.68168	60.37866	12.27822	0.01689945	0.2033536
6.7365	64.91943	59.82873	12.09426	0.01674907	0.2021481
6.7865	65.16003	59.32942	11.92926	0.01660539	0.2010681
6.8365	65.40005	58.7853	11.76507	0.0164575	0.2001362
6.8865	65.64191	58.30666	11.61681	0.0163144	0.1992365
6.9365	65.88228	57.79386	11.44439	0.01617506	0.1980208
6.9865	66.12318	57.28948	11.29903	0.01603705	0.197227
7.0365	66.36676	56.79462	11.13259	0.01589665	0.1960149
7.0865	66.60634	56.31724	10.96948	0.01576322	0.1947801
7.1365	66.85261	55.84282	10.84444	0.01562416	0.1941957
7.1865	67.09336	55.38479	10.69093	0.01549997	0.1930301
7.236556	67.33814	54.92482	10.54699	0.01536951	0.1920259
7.286668	67.58118	54.45576	10.41321	0.01524104	0.191223

Références bibliographiques

- [1] Seyni.A ;(2008). Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par co-broyage. Thèse de doctorat. Université de Toulouse.
- [2] P.Combette, L.ernoult, « Physique des polymères –II .Propriétés mécaniques » Archive Canada, (2005).
- [3] I. Teraoka, Polymer Solutions, An introduction to physical properties, Ed. Polytechnic University Brooklyn, New York, (2002).
- [4] P. Atkins et J. De Paula, Chimie physique (4e éd. française, de boeck 2013) p. 813-815
- [5] Fontanille.M. Gnanou.Y ;(2010). Chimie et physico-chimie des polymères. Paris. Éditeur de savoirs.
- [6] "Polymère" Microsoft ® Encarta ® 2007. [CD]. Microsoft Corporation.
- [7] J. J-Grodzinsk, « Biomedical application of polymers », e-polymers (2003).
- [8] -Patrick Combette ; Isabelle Ernoult ; Christian G'Sell, Physique des polymères, Tome 1, Structure, fabrication et emploi, Hermann, Paris, 2005.
- [9] Michel FONTANILLE, « Polymérisation » Techniques de l'ingénieur, traité Plastiques et Composites, Doc. A 3 040, Février 2003.
- [10] Van Der Walle HB et al ; Contact Dermatitis 9(1) : 10-20 (1983).
- [11] K. Kessaissia, Modélisation et simulation des interactions des composites nanotubes de carbone /polymères, Mémoire De Magister en Electronique, Université HassibaBenboualiChlef, Algérie, 2009.
- [12] SFIP-SIA, Les matériaux polymères en carrosserie automobile, Congre international SFIP-SIA, Octobre 2000.
- [13] Ulracki, Comercial Polymer Blends London : Chapman et Hall, p. 658, 1998.
- [14] G. Scott, Atmospheric Oxidation and Antioxidants, London New York Elsevier, 1965.
- [15] J. Mertin et al ; « Traité des matériaux » ; Torne 14, (2001).
- [16] Zoubir.I ;(2017).Elaboration et caractérisation d'un matériau composite polymère-ZnO. Mémoire de master. Université de Tlemcen.
- [17] G. Ehrenstein et F. Montage, J. M Haudin, « Matériaux polymères. Structure. Propriétés et application, utilisation, élaboration polymère », Hermès, Paris 2000.

- [18] François, B, (2013). Mélanges de polymères thermoplastiques à matrice biosourcée : amélioration de la résistance au choc d'un dérivé cellulosique Thèse de Doctorat. l'École nationale supérieure des mines de Paris Spécialité " Science et Génie des Matériaux ", paris.
- [19] P. J. Flory, Principle of polymer chemistry, Cornell university press : NY, 1953.
- [20] Gornet, L. (2008). Généralités sur les matériaux composites. Central nantes.
- [21] BOUZIT. F, «élaboration et caractérisation mécanique, en statique et en fatigue, des panneaux sandwichs à base de renforts naturels», thèse Magister, BOUMERDES 2015.
- [22] RIGAL, J., & Negrier, A. (2013). Présentation des matériaux composites. Éditions Techniques de l'Ingénieur, a7790, p8.
- [23] BARRAU. J.J, «Structures en matériaux composites», Éditions Techniques de l'Ingénieur, bm5080, 2004.
- [24] Aribi.C. Étude comparative du comportement des différents matériaux composites (différentes matrices). Mémoire de magister, Université de M'hamed Bouguera, Boumerdès. Algérie.
- A. Viksm, A.K Bledzki, M. Letman, L. Rence, A comparaison of compounding processes and wood type for wood fiber-PP composites. Composites : Part A, 36, 789- 797 (2005).
- [25] Aucher, J. (2009). Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable INSA Rouen - France .Thèse de Doctorat.
- [26] S. Charfeddine, Y.Boucharreb, Etude et caractérisation des composites polyester Fibre naturelle Cas DPLF, Mémoire de Master, Université Mohamed Khider de Biskra, 2020.
- [27] Rouam.K ;(2013). Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles. Mémoire de magister. Université de Boumerdès. Algérie.
- [28] B.Bakhouch, Caractérisation d'un matériau composite stratifié à fibre de verre/époxy en flexion 3 points statique », Mémoire de master, Université Baadji Mokhtar Annaba, 2018.
- [29] George Odian, «Principles of polymerization», Polytechnica, Paris, p 823, 1994.
- [30]

- [31] IARC Working Group on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans ;(2009). «Evaluations Globales de la Cancérogénicité pour l'Homme, Groupe 3 : Inclassables quant à leur cancérogénicité pour l'Homme» sur [http : //monographs.iarc. fr](http://monographs.iarc.fr), CIRC.
- [32] P.Quennehen, Etude de la dégradation de la fonction isolation de câbles HT isolés au PVC, Thèse de doctorat, université de Grenoble, France, 2006.
- [33] «Chlorure de polyvinyle» dans la base de données de produits chimiques Reptox de la CSST (Organisme québécois responsable de la sécurité et de la santé au travail).
- [34] Hmida.Z ;(2015). Modification de structure polymérique de polyvinyle de chlorure. Mémoire master. Université Kasdi Merbah.Ouargla.
- [35] Mohanty. A. K, Misra. M et Hinrichsen. G, « Biofibres, Biodégradable polymers and biocomposites : an overview», *Macromolecular Materials and Engineering*, 276/277, p 1- 24, 2000.
- [36] FRD, France, « La plateforme de développementdes valorisations applicatives des fibres végétales ».
- [37] <https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fyoumiwi.com%2Fblogs%2Fyoumiwi%2Fune-fibre-naturelle-c-est>.
- [38] J. Mounir, B. Wanassi, S. Msahli, et M. Hassen, « Characterization of mechanical extracted Alfa fibres », *Int J Fiber Text. Res*, vol. 4, p. 1-4, janv. 2014.
- [39] S. Ramarad, « Preparation And Properties Of Kenaf Bast Fiber Filled (Plasticized) Poly (Lactic Acid) Composites », 2008.
- [40] V. V. D. Thi, « Matériaux composites à fibres naturelles / polymère biodégradables ou non », phdthesis, Université de Grenoble, 2011.
- [41] C. Cuissinat, « Etude des mécanismes de gonflement et de dissolution des fibres de cellulose native », phdthesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006.
- [42] E. Alarcón-Gutiérrez, "Influence de facteurs abiotiques sur la régulation des paramètres microbiens impliqués dans la dégradation de la matière organique d'une litière forestière méditerranéenne." Aix-Marseille 3, 2007.

- [43] Zerigui Ahlem, «Effet de différents modes de vieillissements sur les propriétés des composites de polychlorure de vinyle PVC/ farine de palmier», Mémoire master, Université Mohamed Khider -Biskra, 2017.
- [44] A. B. Mabrouk, « Elaboration de nanocomposites à base de whiskers de cellulose et de polymère acrylique par polymérisation in situ », phdthesis, Université Grenoble Alpes, 2011.
- [45] M. Dallel, "Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil», Mulhouse, 2012.
- [46] J. Mounir, B. Wanassi, S. Msahli, et M. Hassen, « Characterization of mechanical extracted Alfa fibres », *Int J Fiber Text. Res*, vol. 4, p. 1-4, janv. 2014.
- [47] Kareche Abdelhak, «Etude des matériaux à base de bois de palmier dattier : durabilité, dégradation et propriétés structurales et de transfert », Mémoire de master, Université Hadj Lakhdar -Batna, 2014.
- [48] Kareche Abdelhak, «Etude des matériaux à base de bois de palmier dattier : durabilité, dégradation et propriétés structurales et de transfert », Mémoire de master, Université Hadj Lakhdar -Batna, 2014.
- [49] A.Bellel, (2004). « Traitement de surface de polymère par décharge couronne et plasma », Thèse de doctorat, Université Mentouri, Constantine.
- [50] Limousy. L. eguirim.M. Dutournié. P. Kraiem.N. M. Lajili, et R. Said, (2013).
- [51] Gaseous products and particulate matter emissions of biomass residential boiler fired with spent coffee grounds pellets. *Fuel*, vol. 107, p. 323-329.
- [52] Ladjabi .H;(2011). Etude Expérimentale du Comportement Mécanique des Polymères. Mémoire de magister. Université de Annaba. Algérie.
- [53] S.MAOU, (2012). Etude des propriétés thermiques de mélanges à base de PVC et PVC-PEHD et les phénomènes de dégradation, Mémoire de Magister, Université de Ouargla.
- [54] Magamou. G. Caractérisation par infrarouge à transformée de Fourier des réactions chimiques entre post-décharges et précurseurs organosiliciés : cas du 3-aminopropyltriéthoxysilane (APTES). Autre. Université de Lorraine, 2016. Français.
- [55] D. W.VanKrevelen, K. TeNijenhuis, Properties of polymers : their corrélation with

chemical structure ; their numerical estimation and prediction from additive group contributions, Fourth Edition, Elsevier, 2009.

- [56] Disponible sur : <https://analyzing-testing.netzsch.com/fr/produits-solutions/analyse-mecanique-dynamique-dma>. Consulté le 20-04-2022.
- [57] Mr. Viallet, « Microscopie Electronique à balayage du 9 Mai 2011 », Cours du TP, Université de Toulouse, (2011), Page 2/7-3/7.

Résumé

L'objectif principal de notre travail est une valorisation d'un déchet naturel pouvant contribuer à l'amélioration des propriétés d'un PVC (Polychlorure de Vinyle) par élaboration d'un composite. Des composites PVC/ DPLF et PVC/ Poudre de Café à des taux de 2.5, 5, 10 et 15 % en masse ont été élaborés par la technique de moulage de contact. La spectroscopie infrarouge FTIR a été utilisée pour caractériser les structures des fibres. Les tests d'absorption d'eau ont montré le caractère hydrophile de la fibre en contrepartie le caractère hydrophobe du composite, le taux de fibre influe sur l'absorption, le comportement mécanique se résumant à la résistance à la rupture a montré une diminution des valeurs avec le taux utilisé des différentes fibres, ainsi la dureté Shore augmente avec la rigidité du matériau.

L'étude par la technique DMA des compositions y compris le polymère PVC, a montré une diminution des modules de conservation et de la perte ainsi que la tangente delta avec l'augmentation de la température.

Mots Clés : PVC, Fibre naturelle, absorption, comportement mécanique, dureté, DMA.

المخلص:

الهدف الرئيسي لعملانا هو استعادة النفايات الطبيعية التي يمكن أن تساعد في تحسين خصائص متعدد كلوريد الفينيل (PVC) عن طريق صنع مركب. تم إنتاج مركبات PVC / اوراق النخيل (DPLF) و PVC / مسحوق القهوة بنسب كتلية 2.5 و 5 و 10 و 15٪ بواسطة تقنية التشكيل بالتماس. تم استخدام التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء FTIR لتوصيف هياكل الألياف. أظهرت اختبارات امتصاص الماء الطابع المحب (للإمتصاص) للماء للألياف مقابل الطابع الكاره (للامتصاص) للماء للمركب، ويؤثر معدل الألياف على الامتصاص، ويلخص السلوك الميكانيكي بالنسبة لمقاومة الكسر. أظهرت نقصان في القيم مع معدل استخدام الألياف المختلفة، وبالتالي تزداد صلابة Shore مع صلابة المادة.

بينت الدراسة الديناميكية انه بارتفاع درجة الحرارة يؤدي إلى نقصان في كل من معاملات الإنحفاظ والضياع وكذلك ظل دلتا

الكلمات متعدد كلوريد الفينيل (PVC): ، ألياف طبيعية، خصائص ميكانيكية، امتصاص، صلابة, DMA.