



Université Mohamed Kheider de Biskra
Faculté des Sciences Exactes
Département des Sciences de la Matière

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine des Sciences de la Matière
Filière de Chimie
Spécialité Chimie des matériaux

Réf. : Entrez la référence du document

Présenté et soutenu par :
CHIKHAOUI SOUMIA

Le : 03-06-2025

Etude mécanique, thermique et absorption d'eau de composites PVC - fibre DPLF

Jury :

Dr. BOUSSEHEL Hamida	MCA	Université Med Kheider-Biskra	Présidente
Pr . MEGHEZZI Ahmed	Pr	Université Med Kheider-Biskra	Rapporteur
Dr. BERKOUK Abir	MCB	Université Med Kheider-Biskra	Examinatrice

Année universitaire : 2024-2025

Remerciements

Tout d'abord, nous tenons à remercier Dieu le tout puissant et miséricordieux, notre créateur, pour nous avoir accordé la volonté et le courage et la patience, et spécialement la santé pour réaliser ce modeste travail et le mener jusqu'au bout.

*Je tiens à remercier beaucoup mon encadreur, **Pr Ahmed MEGHEZZI** pour l'encadrement, les précieuses orientations méthodologiques et scientifiques et l'assistance qu'il a portées durant toutes les étapes de la réalisation de notre mémoire.*

*Je remercie également les membres de jury : **Dr Abir BERKOUK** et **Dr BOUSSEHEL Hamida** qui ont accepté d'évaluer ce travail de recherche.*

*Je voudrais remercier sincèrement le **Dr Abir BERKOUK** pour ses nombreux conseils, ainsi que le **Dr Mohammed SLIMANI** pour son aide et son soutien.*

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

Dédicace

J'en profite pour dédier ce travail :

À ma très chère mère, ta prière et ta bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener

*À mon père, mon pilier et ma fierté, je dédie ce diplôme en signe de gratitude infinie pour
ton soutien et ton amour.*

À Nour El Houda, tu as été mon premier soutien et la lumière dans chaque obscurité.

*À Hadjar ,Amina et Mohamed avec vous ,le chemin fut plus doux et plus léger.ce diplôme
est pour vous tous,car avec votre amour, la joie est complète.*

Et à tous mes amis qui m'ont soutenu et souhaités un succès.

Scumia

Sommaire

Remerciements	II
Dédicace	III
Liste des figures.....	VI
Liste des tableaux	VIII
Liste des abréviations	IX
Introduction générale.....	1

Chapitre I :Notions générales sur les polymères

Introduction	4
I.1.Définition du polymère	4
I.2. Définition de la polymérisation.....	4
I.3.Classification des polymères	5
3.1. Selon leur origine	5
3.1.1. Polymères naturels.....	5
3.1.2. Polymères artificiels	5
3.1.3. Polymères synthétiques	5
3. 2. Selon la Structure des polymères	5
3. 2.1.Les polymères linéaires (ou monodimensionnels)	5
3. 2. 2 Les polymères bidimensionnels	6
3. 2. 3 Les polymères tridimensionnels	6
3. 3.Classification selon la structure chimique	7
3.3.1. Les homopolymères.....	7
3.3. 2. Les copolymères	7
3.4. Selon leur morphologie	8
3. 4 .1.Polymère amorphe.....	8
3.4.2. Polymères cristallins.....	8
3.5.Selon le comportement thermique.....	8
3.5.1. Polymère thermoplastique	8
3.5.3. Les Elastomères.....	9
I.4. Les propriétés des polymères	9
4.1. Propriétés thermiques	9
4. 2. Propriétés mécaniques	10
I.5.Applications des polymères	10
Références Bibliographiques.....	11

Chapitre II LES MATERIAUX COMPOSITES

Introduction	14
II.1. Définitions des composites	14
II.2.Constitution des matériaux composites	15
2.1. Matrice (organique)	15
2.1. 1.Matrice thermodurcissable	15
2.1.2. Matrice thermoplastique	15

2.1.2.1. Le PVC poly (chlorure de vinyle)	15
2.2. Renfort	20
2.3. Additifs	25
2.4. Charges	25
Références Bibliographiques	26

Chapitre III Techniques expérimentales de synthèse et caractérisation

Introduction	29
III.1. Préparation des fibres	29
1.2.Préparation des mélanges	30
1.3. Préparation des plaques	31
1.3.1.Calandrage	31
1.3.2.Moulage des composites.....	31
III .2. Techniques de caractérisation.....	32
2.1. Test de traction	32
2.2.Test de la dureté Shore A	34
2.3. Stabilité thermique.....	35
2.4. Absorption d'eau	36
2.5.Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR)	37
Références Bibliographiques	40

Chapitre IV : Résultats et interprétation

IV .1. L'analyse spectroscopique infrarouge IR	42
1.1.L'analyse spectroscopique infrarouge pourle PVC	42
1.2. L'analyse spectroscopique infrarouge de la poudre DPLF	43
1.3.L'analyse spectroscopique infrarouge pour le compositerenfermant 15% de fibre	44
1.4.L'analyse spectroscopique infrarouge pour le composite15%DPLF/PVC,DPLF,PVC pur	45
IV.2. L'absorption de l'eau distillée	46
IV.3 Les résultats des études mécaniques	47
3.1.Résistance à la rupture	47
3.2.L'allongement à la rupture	48
3.3.Etude de la dureté Shore A	48
IV.4.Etude de la stabilité thermique	49
Conclusion générale	52

Liste des figures

Figure I.1: Réaction de polymérisation	5
Figure I.2: Polymère linéaire	6
Figure I. 3 : Polymère bidimensionnel	6
Figure I. 4 : Polymère tridimensionnel	7
Figure I.5 : homopolymère polyéthylène (PE)	7
Figure I.6 : Quelques applications des polymères	10
Figure .II.1: Représentation schématique d'un matériau composite	14
Figure II. 2 : Formule général du PVC	16
Figure II.3: Principaux domaines d'application du PVC [10]	19
Figure II.4: Structure de la cellulose	21
Figure II.5: Représentation des micro-fibrilles constituant les fibres de cellulose	21
Figure II.6: Structure de hémicellulose	22
Figure II.7: Représentation des trois unités composant de la lignine [15]	22
Figure II.8: Schéma de palmier dattier [18]	23
Figure II.9: Schéma d'une palme de palmier dattier [18]	24
Figure.III .1 : DPLF séchée dans l'étuve à 65°C pendant 3h	29
Figure.III .2: Les étapes de préparation de la poudre de fibre DPLF	30
Figure.III .3: Préparation des mélanges (PVC/DPLF)	30
Figure.III .4: Calandre SCHWABENTHAN de type «polymix 200P»	31
Figure.III .5: Une presse hydraulique Schwabenthan polystat 300 S	31
Figure.III .6: Machine de traction de type Zwick/Roell	33
Figure.III .7: Préparation des éprouvettes	33
Figure.III .8: Mesure des dimensions de l'éprouvette	34
Figure.III .9: Duromètre Shore A	34
Figure.III .10: Test de la dureté Shore	35
Figure.III .11: Préparation des tubes pour l'essai de stabilité thermique	36
Figure.III .12: Appareil thermostatique	36
Figure.III.13: Pesée des échantillons (m) après l'immersion	37
Figure.III .14: Spectrophotomètre à transformée de Fourier de type SHIMADZU FTIR-8400S (Université de BISKRA)	38
Figure.III .15: Préparation de la pastille	39
Figure.III .16: Préparation des échantillons	39
Figure V.1 : Spectre infrarouge du PVC pur	42
Figure V.2 : Spectre infrarouge de la fibre DPLF	43
Figure V.3: spectre infrarouge de la composition PVC / fibre 15%	44
Figure V.4: spectre infrarouge de la composition PVC / fibre 15%, DPLF, PVC pur	45
Figure V.5 : L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps 100% PVC, PVC / DPLF 5%, PVC / DPLF 10%, PVC / DPLF 15%, PVC / DPLF 20%	46
Figure V.6: Évolution de la résistance à la rupture des compositions PVC/DPLF	47
Figure V.7: Évolution de l'allongement à la rupture des compositions PVC/Fibre	48
Figure V.8: Évolution de la dureté Shore A des compositions PVC/Fibre	49

Liste des tableaux

<u>Tableau II .1 : Propriétés mécaniques du PVC rigide et du PVC souple[8]</u>	17
<u>Tableau III .1:Les différentes formulations choisies pour la préparation de nos échantillons</u>	30
<u>Tableau III.2:Fabrication des plaques</u>	32
<u>Tableau V.1 :Fréquences caractéristiquesd'absorptiondu PVC pur</u>	43
<u>Tableau V.2 :Fréquences caractéristiques d'absorption de la fibre DPLF</u>	43
<u>Tableau V.3:Fréquences caractéristiquesd'absorption de la composition PVC/Fibre15%</u> ..	44
<u>Tableau V.4:La résistance à la rupture des compositions PVC/Fibre DPLF</u>	47
<u>Tableau V.5:L'allongement à la rupture des compositions PVC/Fibre</u>	48

Liste des abréviations

- PVC :** Chlorure de polyvinyle
- DPLF :** Fibres des feuillesde palmiers dattiers
- FTIR :** Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier
- Tg :** Température de transition vitreuse
- E :** Module des pertes mécaniques
- KBr :** Bromure de potassium

Introduction générale

Introduction générale

Les polymères jouent un rôle essentiel dans l'industrie contemporaine en raison de leurs propriétés physiques et chimiques qui leur permettent de s'adapter à une large gamme d'applications. Parmi eux, le polychlorure de vinyle (PVC) s'est imposé comme un matériau incontournable, notamment grâce à son coût abordable et à sa capacité à être modifié pour répondre aux exigences spécifiques des différentes industries. Toutefois, l'amélioration de ses performances repose souvent sur l'ajout d'additifs ou l'intégration de matériaux composites, offrant ainsi des solutions plus efficaces et durables.

Dans cette optique, l'utilisation de fibres végétales, en particulier celles issues des palmiers dattiers, représente une approche prometteuse. En Algérie, ces arbres génèrent chaque année de grandes quantités de déchets organiques sous forme de feuilles et de noyaux de dattes, qui restent sous-exploités malgré leur potentiel. Ces fibres naturelles possèdent des propriétés intéressantes qui permettent de les intégrer dans des composites innovants, combinant résistance mécanique, recyclabilité et respect de l'environnement.

Ainsi, cette étude vise à analyser les caractéristiques des composites à base de PVC renforcés par des fibres végétales, en mettant en évidence les avantages de cette combinaison pour le développement de matériaux polymériques adaptés aux défis industriels et environnementaux actuels. Elle ouvre la voie à des solutions novatrices qui associent performance, durabilité et valorisation des ressources locales.

Le mémoire est composé d'une introduction générale, cinq chapitres, une conclusion générale et se termine par une liste de références bibliographiques.

Dans l'introduction générale, on met en avant l'importance et la pertinence du travail réalisé.

Le premier chapitre étudie les notions fondamentales sur les polymères (définition d'un polymère, classification des polymères, ... etc....).

Le deuxième chapitre présente une vue d'ensemble du polychlorure de vinyle, en abordant ses caractéristiques générales, sa structure chimique, ainsi que ses propriétés et ses principales applications.

Introduction générale

Le troisième chapitre offre une exploration approfondie des matériaux composites et des fibres de palmier dattier.

Le quatrième chapitre présente en détail la méthode de synthèse employée pour la fabrication des composites à base de PVC, en mettant en jeu les différentes étapes du procédé de préparation.

Le cinquième chapitre se concentre sur l'analyse approfondie des résultats obtenus, en mettant en évidence discussion, interprétation et portée scientifique. Il examine les tendances observées, les implications des données et leur corrélation avec les hypothèses formulées.

Le mémoire se termine par une conclusion générale et une liste de références bibliographiques.

Chapitre I :

Notions générales sur les polymères

Introduction

Depuis l'Antiquité, les gens ont utilisé des matières premières pour produire des choses et des matériaux qui ont grandement amélioré leur qualité de vie, Au cours du XIX^e siècle, il y a eu des événements importants qui ont été le point de départ d'une grande révolution, Cette révolution a transformé les consommateurs de matières premières naturelles en producteurs de nouvelles matières aux qualités remarquables, Ces substances sont appelées polymères.

I.1.Définition du polymère

Un polymère est une substance composée de longues chaînes moléculaires appelées Macromolécules. Une macromolécule résulte de l'enchaînement par liaison covalente, d'unités constitutives (ou groupes d'atomes) appelés «mères» (provenant du grec «meros» qui signifie «partie»). [1].

Les réactions chimiques permettant de transformer des monomères aux polymères sont appelées réactions de polymérisations.

I.2. Définition de la polymérisation

La polymérisation est la réaction qui, à partir des monomères, forme en les liant des composés de masse moléculaire plus élevée, les polymères ou macromolécules. Les noyaux des monomères sont le plus souvent constitués d'un atome de carbone (molécules organiques) ou d'un atome de silicium (polymères siliconés) [2].

La polymérisation, qui désigne la réaction chimique de fabrication des macromolécules Lorsque ce degré de polymérisation (DP) est inférieur à 30, on parle d'oligomère et lorsqu'il est supérieur à 30, c'est un polymère[3].

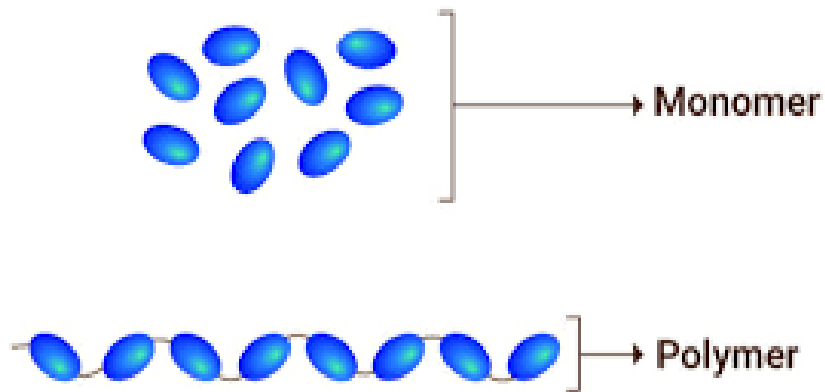


Figure I.1:Réaction de polymérisation

I.3.Classification des polymères

Les polymères peuvent être classés selon plusieurs critères :

3.1. Selon leur origine[4]

On peut classer les polymères en trois groupes

3.1.1. Polymères naturels

Sont proviennent des règnes végétal et animal. On peut cependant citer les polysaccharides (tels que la cellulose et l'amidon), les protéines (comme la laine et la soie) et le caoutchouc naturel sont des exemples de polymères d'origine biologique.

3.1.2. Polymères artificiels

Sont créés par une modification chimique de polymères naturels ,ce qui permet de changer certaines de leurs propriétés. Certains exemples de ces polymères incluent les esters, la cellulose modifiée et l'acétate de cellulose, qui ont toujours été économiquement importants.

3.1.3. Polymères synthétiques

Sont entièrement issus du génie de l'homme ,et obtenus à partir de molécules de monomères qui subissent à une réaction de polymérisation.

3. 2. Selon la Structure des polymères [5]

3. 2.1.Les polymères linéaires (ou monodimensionnels)

Enchaînement dans une seule direction de l'espace (**Figure I.2**).

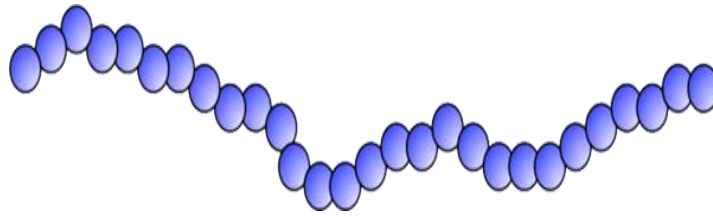


Figure I.2: Polymère linéaire

3. 2. 2 Les polymères bidimensionnels

Enchaînement s'étendant dans deux directions de l'espace **Ex.:** Le Graphite
(Figure I.3).

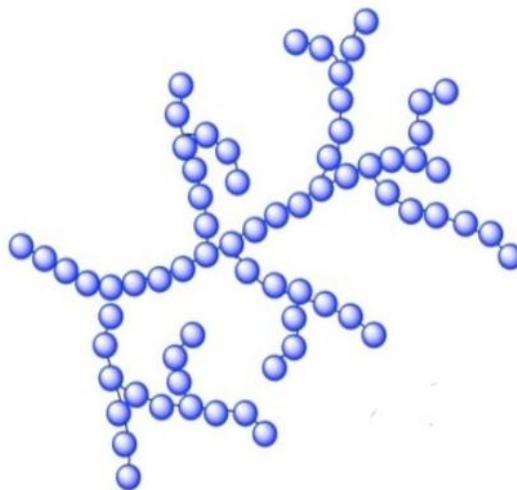


Figure I. 3 : Polymère bidimensionnel

3. 2. 3 Les polymères tridimensionnels

Il est possible de transformer des molécules linéaires en molécules 3D par pontage. Se sont des réseaux à trois dimensions, ils représentent environ 30% des polymères industriels, il est possible de transformer des molécules linéaires en molécules 3D par pontage. (**Figure I.4**).

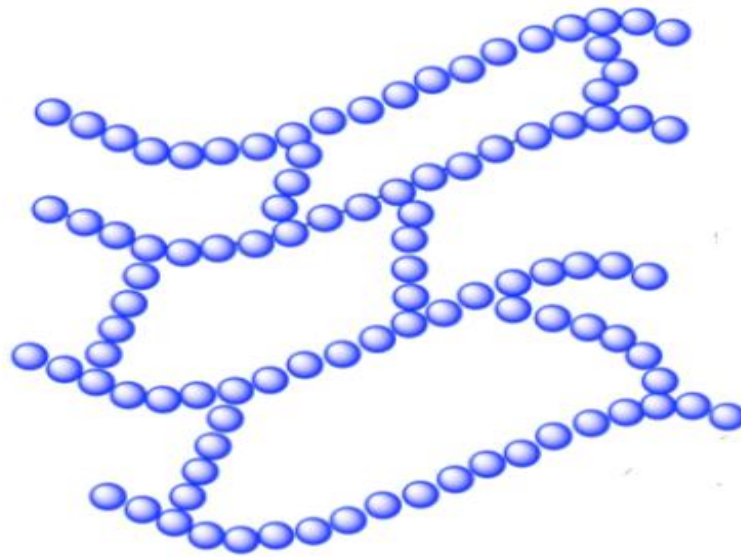


Figure I. 4 :Polymère tridimensionnel

3. 3.Classification selon la structure chimique

La structure chimique des motifs permet une classification des composés macromoléculaires en homopolymères et copolymères [6].

3.3.1. Les homopolymères

Sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité, ces homopolymères sont de longues chaînes formées par la répétition d'un monomère (Figure I.5).

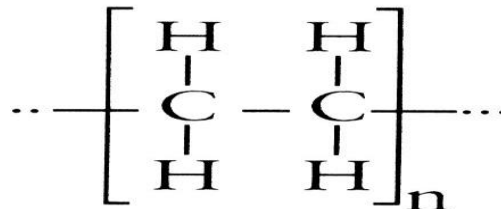


Figure I.5 :homopolymère polyéthylène (PE)

3.3. 2. Les copolymères

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

➤ Copolymère statistique

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



➤ **Copolymère alterné**

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



➤ **Copolymère séquencé**

On trouve des blocs de monomère A suivi des blocs de monomère B



3.4. Selon leur morphologie [7]

3.4.1. Polymère amorphe

Est une forme stable de la matière qui tend à se transformer en cristal si les conditions thermodynamiques et cinétiques le permettent (les chaînes sont comme une pelote de laine et l'état est mou).

3.4.2. Polymères cristallins

Ont la structure solide cristalline constituée par l'assemblage périodique de chaînes ayant une conformation régulière (les molécules disposées selon une forte structure ordonnée et régulière à répétition). Les chaînes étant liées entre elles par des liaisons de Van der Waals ou des ponts hydrogènes.

3.5. Selon le comportement thermique [8]

Les polymères sont classés d'après leurs propriétés thermodynamiques en trois types :

3.5.1. Polymère thermoplastique

Les polymères considérés dans cette étude sont constitués de macromolécules linéaires ou ramifiées, dont l'interaction est assurée par des liaisons secondaires, telles que les forces de Van der Waals ou les liaisons hydrogène. Ils présentent une sensibilité notable à la température mais cette rigidité diminue avec l'augmentation de la température. Lorsqu'ils sont chauffés au-delà de la température de transition vitreuse (T_g), associée à la phase amorphe, ils deviennent plus souples et acquièrent une plasticité importante.

Exemple : Polyéthylène, Polypropylène, Polychlorure de vinyle.

3.5.2. Polymère thermodurcissable

Les polymères thermodurcissables se ramollissent sous l'effet de la chaleur, puis subissent un durcissement irréversible par réticulation. Une fois durcis, ils ne peuvent plus être remodelés par la chaleur.

Exemple : résine phénol-formaldéhyde (Bakélite).

3.5.3. Les Elastomères

Les élastomères sont des matériaux amorphes présentant de faibles liaisons covalentes entre les chaînes macromoléculaires, généralement créées par vulcanisation à l'aide d'atomes tels que le soufre ou le carbone. Ces pontages confèrent au matériau une structure tridimensionnelle très souple, permettant de fortes déformations (pouvant dépasser 1000 %) au-dessus de la température de transition vitreuse (T_g), tout en retrouvant sa forme initiale. Cette grande élasticité est due à un faible taux de réticulation, qui assure la mémoire de forme sans rigidifier le matériau.

Exemple : caoutchouc naturel, polybutadiène et polyisoprène

I.4. Les 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.

4.1. Propriétés thermiques

La température de transition vitreuse (T_g) et la température de fusion (T_f) représentent deux paramètres fondamentaux dans l'étude des matériaux polymères. La température de transition vitreuse revêt une importance particulière pour les polymères amorphes, en particulier les thermoplastiques amorphes, qui ne présentent pas de forces de cohésion significatives en dehors de l'enchevêtrement des chaînes macromoléculaires [9].

Les zones cristallines, quant à elles, ne fondent qu'à des températures nettement supérieures à la T_g . Ainsi, les températures caractéristiques d'un même polymère peuvent être classées comme suit :

Température de transition vitreuse < Température de cristallisation < Température de fusion < Température de décomposition thermique[9].

4. 2. Propriétés mécaniques

Le succès des polymères provient en partie de la facilité avec laquelle on peut leur donner des formes voulues (d'autant plus à l'état fondu). Ils sont très malléables, très plastiques, d'où leur nom. En fait, cette plasticité varie dans une large gamme, des plus rigides, durs et cassants, aux plus mous (pâtes) ou élastiques (élastomères). Les propriétés mécaniques décrivent leur comportement vis à vis à des sollicitations mécaniques telles que pressions, étirements, torsions, frottements, chocs et sous l'effet de la pesanteur. Certains polymères seront appréciés pour leur bonne stabilité dimensionnelle (par exemple les polyesters aromatiques). D'autres, les élastomères, seront recherchés pour leur élasticité qui leur confère une excellente capacité d'absorption des chocs. On les emploie dans les pneus, les semelles de chaussures, les matelas, les fibres textiles, élasthanne (polyuréthane)...

Thermoplastiques et thermodurcissables sont soumis au phénomène de vitrification. Au-dessous de leur température de vitrification, ou transition vitreuse, ils deviennent durs et cassants comme du verre. Au-dessus, ils sont plus souples, plus plastiques. A l'extrême, ils deviennent élastiques [10].

I.5.Applications des polymères

Les polymères sont largement utilisés dans divers domaines (Figure I.6), notamment :

- l'emballage des denrées alimentaires et le conditionnement pour le transport,
 - le secteur du bâtiment et des travaux,
 - les industries automobile, aéronautique et navale,
 - les industries de l'électroménager, du textile, de l'électricité et de l'agriculture.
- [11].

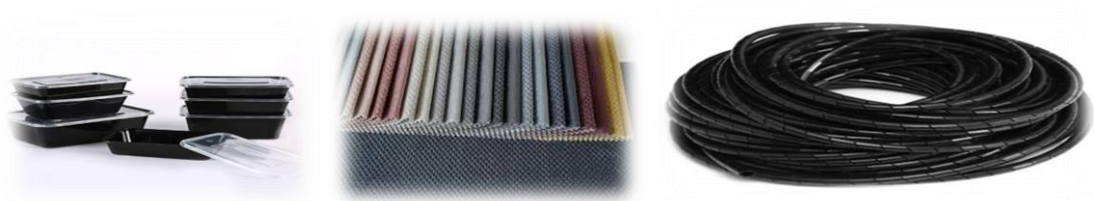


Figure I.6 : Quelques applications des polymères

Références Bibliographiques

- [1] Amor.M, Chamakhi.A,(2021), Etude mécanique des composites de polyester fibre naturelle, cas (Ecorce d'orange, feuilles et noix d'olive) , Mémoire de master. Université de Mohamed Khider – Biskra .
- [2] Ladaci.N,(2015) , Effet du Vieillissement et Analyse des Mécanismes du Comportement Mécanique et Tribologique d'un PEHD. Thèse de doctorat, Université de Guelma .
- [3] Kadri.N ,Chouabia.M,(2020),Elaboration et caractérisation d'une matrice de PEHD/SiO₂,Mémoire de master. Université de Guelma.
- [4] Boudjefna. H,(2023) , Synthèse et caractérisation d'un nanocomposite argile/polymère Mémoire de master. Université de Tissemsilt.
- [5] Soudani. S,(2018), Influence du taux de PVC sur les propriétés PE/PVC – fibre de palmier, Mémoire de master. Université Mohamed Khider – Biskra
- [6] Jouenne. S ; (2005). Option chimie et physicochimie des polymères. Thèse de doctorat. Université Pierre et Marie Curie.
- [7] Cherfeddine .S ;Bouchareb .Y ,(2020) , Étude et caractérisation des composites polyester-fibre naturelle, Cas DPLF, Mémoire de master. Université de Mohamed Khider – Biskra .
- [8] Guerira, B.(2016). Contribution dans l'exploration des phénomènes viscoélastiques non linéaires de composites thermoplastiques. Thèse de doctorat. Université Mohamed Khider – Biskra.
- [9] L.Djoudi.(2007),Etude de la stabilisation du polychlorure de vinyle (PVC) et les phenomenes de gradation, Mémoire de magister Université Mohamed Khider – Biskra.
- [10]Rezgui.R,Rezgui,D(2019)Influence des fibres naturelles sur les propriétés mécaniques et dynamiques des composites à base de PVC (cas DPLF- noix d'olives) , Mémoire de master. Université de biskra.

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

Chapitre II

LES MATERIAUX COMPOSITES

Introduction

Dans ce travail, nous étudions une gamme de matériaux composites classés selon la nature de la matrice et du renfort, en mettant l'accent sur le polychlorure de vinyle (PVC) pour sa résistance chimique, sa rigidité, sa stabilité dimensionnelle et sa facilité de transformation.

II.1. Définitions des composites

Un matériau composite résulte de la combinaison de deux ou plusieurs composants de nature différente, dans le but de former un matériau possédant des propriétés améliorées par rapport à celles de ses constituants d'origine. Représentant une avancée majeure dans le domaine des matériaux, les composites illustrent parfaitement l'innovation apportée par la science des matériaux modernes [1].

Le constituant principal d'un matériau composite est appelé la matrice. Le second élément, le renfort, doit être compatible avec celle-ci afin d'assurer une cohésion efficace de l'ensemble. Pour garantir cette adhérence, une interface ou agent de liaison est généralement nécessaire.

Par ailleurs, des charges et des additifs peuvent être incorporés dans le composite sous forme de fragments, de poudres ou de liquides, dans le but de modifier certaines propriétés spécifiques du matériau final, telles que la résistance aux chocs, la stabilité aux rayons UV ou encore la résistance au feu [2].

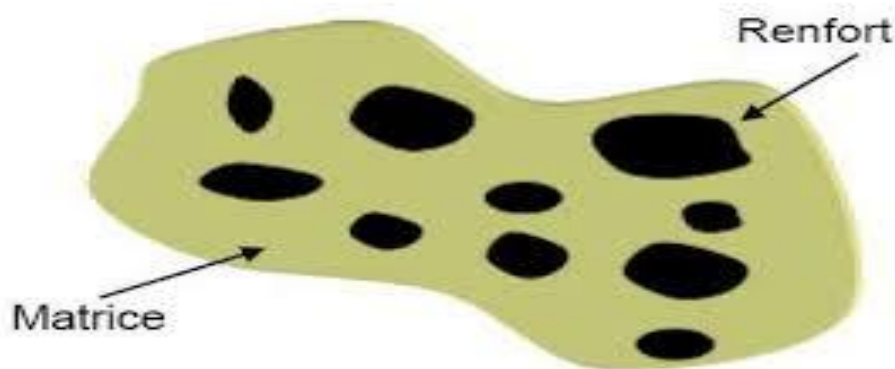


Figure .II.1: Représentation schématique d'un matériau composite

II.2.Constitution des matériaux composites

2.1. Matrice (organique)

La matrice représente un liant assurant le maintien en place de la distribution des fibres, leur protection à la fois physique et chimique, ainsi que la continuité mécanique entre les éléments de renforcement. Elle peut être de nature thermodurcissable ou thermoplastique [1].

2.1. 1.Matrice thermodurcissable

Les polymères thermodurcissables subissent une transformation irréversible liée à la formation d'un réseau tridimensionnel de chaînes réticulées. Ils se distinguent par leurs excellentes propriétés mécaniques. Parmi les exemples les plus courants, on trouve les résines époxy, les résines de polyester insaturé ainsi que les résines issues de réactions de condensation [3].

2.1.2. Matrice thermoplastique

Les thermoplastiques sont des polymères qui deviennent malléables lorsqu'ils dépassent leur température de transition vitreuse .Ils sont généralement fournis sous forme solide et leur mise en forme s'effectue par chauffage, suivie d'une solidification lors du refroidissement. Ils sont constitués de chaînes moléculaires linéaires ou ramifiées, reliées par des liaisons covalentes faibles [4].

2.1.2.1. Le PVC poly (chlorure de vinyle)

Le polychlorure de vinyle (PVC), dont le sigle international est dérivé de l'appellation anglaise « **Polyvinyl Chloride** » [5], est un polymère thermoplastique linéaire largement utilisé dans l'industrie. Il se classe au troisième rang mondial en termes de production, après le polyéthylène (PE) et le polypropylène (PP). Cette position est attribuée à ses propriétés mécaniques remarquables, notamment sa rigidité et sa dureté, résultant de la présence d'un atome de chlore dans sa structure moléculaire. Cet atome de chlore renforce les forces d'attraction intermoléculaires, conférant ainsi au matériau une meilleure résistance mécanique [6].

La structure du PVC est constituée de longues chaînes formées par la répétition d'unités monomériques de chlorure de vinyle, dont la formule chimique est C_2H_3Cl . Chaque monomère est composé d'un atome de carbone lié à un atome de chlore et à deux atomes d'hydrogène, ce qui permet la formation de chaînes polymériques linéaires lors de la polymérisation. Sur le plan chimique, le PVC est insoluble dans la majorité des solvants usuels, mais il présente une bonne solubilité dans des solvants spécifiques tels que le tétrahydrofurane (THF) et la cyclohexanone, qui sont considérés comme particulièrement efficaces[5,6].

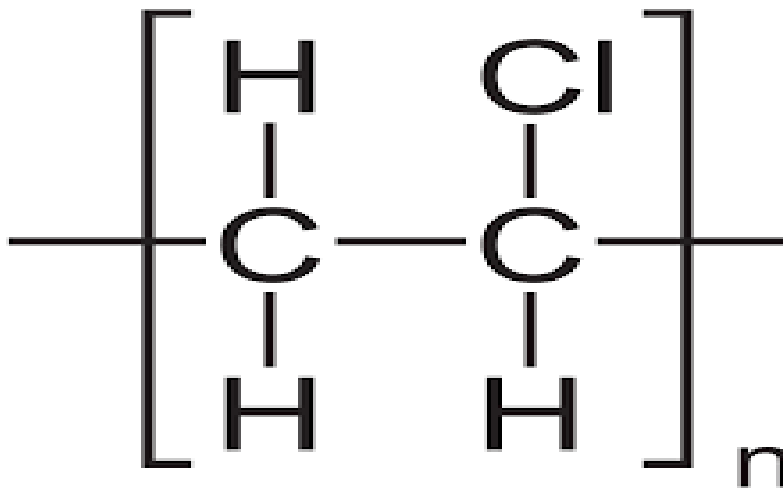


Figure II. 2 : Formule général du PVC

- **Propriétés physiques :** Le PVC est un polymère amorphe caractérisé par une cristallinité très faible, estimée à environ 7 %. Sa masse volumique varie selon la formulation : elle est d'environ $1,4 \text{ g/cm}^3$ pour les mélanges non plastifiés, et se situe entre $1,2$ et $1,3 \text{ g/cm}^3$ pour les mélanges plastifiés [7].

- **Propriétés mécaniques :** Le PVC se caractérise par une grande rigidité jusqu'à sa température de transition vitreuse (T_g) et présente une bonne résistance à l'abrasion, mais il devient relativement fragile aux basses températures (inférieures à -10°C) [8].

Tableau II .1 : Propriétés mécaniques du PVC rigide et du PVC souple[8].

Propriétés	PVC rigide	PVC souple
Masse volumique (g/cm ⁻³)	1.4	1.2 à 1.3
Cristallinité (%)	7 à 15	<7
Température de fusion (°C)	160 à 170	140 à 170
Température de transition vitreuse (°C)	75 à 105	-40
Contrainte à la rupture (MPa)	50	10 à 12
Allongement à la rupture (%)	10 à 50	200 à 500

- **Propriétés chimiques :** Le PVC non plastifié présente une haute résistance face à de nombreux produits chimiques, tandis que le PVC plastifié est vulnérable à certains solvants organiques tels que les composés aromatiques, cétoniques et chlorés [9].
- **Propriétés thermiques :** Le PVC (polychlorure de vinyle) se distingue par plusieurs propriétés thermiques notables qui contribuent à améliorer sa flexibilité. Grâce à sa faible conductivité thermique, estimée à environ $0,2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, il constitue un excellent isolant. Sa capacité thermique massique, évaluée à $1046 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, lui permet d'absorber et de stocker une quantité significative d'énergie thermique. la température de ramollissement varie entre 65 et 85 °C pour les PVC non plastifiés, tandis que les mélanges contenant du PVC chloré peuvent atteindre des températures supérieures à 100 °C, offrant ainsi une meilleure résistance à la chaleur.

En ce qui concerne la température de fléchissement sous charge, elle se situe entre 55 et 70 °C pour les formulations non plastifiées, et peut atteindre jusqu'à 90 °C dans celles contenant du PVC chloré, ce qui reflète leur capacité à conserver leurs propriétés mécaniques sous l'effet de la chaleur et de la pression. Enfin, le coefficient de dilatation linéique, d'environ $5 \times 10^{-5}\cdot\text{K}^{-1}$, témoigne d'une faible expansion thermique [5].

2.1.2.2. Application et utilisation de PVC

Plus d'un quart des polymères utilisés dans le domaine médical sont constitués de PVC, en raison de sa biocompatibilité, de sa stabilité chimique et de sa résistance aux procédés de stérilisation. Il est employé dans la fabrication des poches urinaires, des sacs de conservation du sang, des tubes souples, ainsi que des masques d'inhalation et à oxygène.

Le PVC est également largement utilisé dans divers secteurs tels que l'industrie automobile, l'emballage alimentaire, les industries pharmaceutique et cosmétique, le textile, la publicité, les équipements sportifs et d'autres domaines nécessitant des solutions efficaces et durables [10].

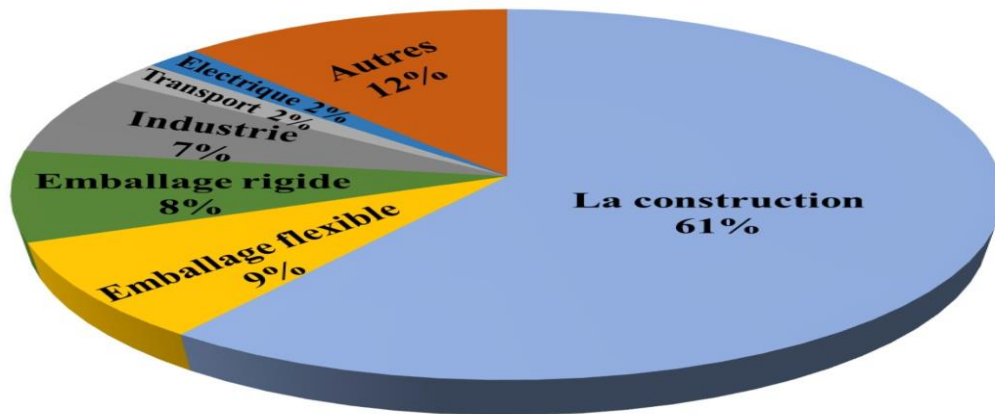


Figure II.3:Principaux domaines d'application du PVC[10]

2.1.2.3. Dégradation et Stabilisation du PVC

La dégradation du PVC reste un sujet de débat en raison de sa complexité, bien que la communauté scientifique semble s'accorder sur les étapes principales : les défauts structuraux apparaissant lors de la mise en forme du PVC constituent le facteur déclencheur de la dégradation, entraînant une réaction de déshydrochloruration, ainsi que son oxydation lorsqu'il est exposé à l'oxygène [11].

Comme mentionné précédemment, la mise en œuvre du PVC a fait l'objet de nombreuses études en raison de sa dégradation rapide à haute température, température pourtant indispensable à sa transformation. Ainsi, il est impossible d'utiliser le PVC sous sa forme pure, ce qui nécessite l'ajout de stabilisants thermiques pour éviter sa dégradation durant les étapes de fabrication. Compte tenu des différents mécanismes impliqués dans sa dégradation, un stabilisant thermique efficace doit remplir plusieurs fonctions essentielles, notamment [11]:

- Empêcher ou ralentir la dégradation en inhibant la formation du HCl libre,
- Limiter le développement des doubles liaisons.
- Piéger le HCl libre afin d'éviter qu'il ne catalyse davantage la dégradation,
- Neutraliser les radicaux libres qui participent à l'oxydation du matériau.

Étant donné qu'aucun stabilisant ne peut remplir à lui seul toutes ces fonctions, des combinaisons de stabilisants sont généralement utilisées pour tirer parti d'effets de synergie. Des co-stabilisants organiques ou inorganiques peuvent également être ajoutés au mélange afin d'améliorer l'efficacité de la stabilisation.

Les principales familles de stabilisants comprennent les stabilisants à base de plomb, d'étain, les savons métalliques et les stabilisants organiques. Leur mode d'action repose généralement sur la substitution d'un atome de chlore labile, menant à la formation d'un carboxylate stable et d'un sel de chlore [11].

2.2. Renfort

Le renfort constitue l'ossature supportant les charges mécaniques et joue un rôle essentiel dans l'amélioration de la rigidité et de la résistance mécanique des matériaux composites. Il se présente sous forme de fibres filamenteuses, qu'elles soient organiques ou inorganiques, telles que les fibres de verre, de carbone et d'aramide, ainsi que des fibres naturelles comme le lin, le sisal, la ramie, le jute, le chanvre, l'abaca et le grignon d'olive [12].

2.2.1. Fibres végétales

Les fibres naturelles ont récemment suscité un intérêt croissant de la part des chercheurs et des ingénieurs en raison des avantages qu'elles présentent par rapport aux fibres de renforcement traditionnelles telles que les fibres de verre. Ainsi, leur utilisation dans la fabrication des matériaux composites est devenue un sujet largement étudié au cours des deux dernières décennies. Ces fibres se distinguent par leur faible coût, leur légèreté, ainsi que par des propriétés particulières comme leur biodégradabilité et leur caractère non abrasif [13].

2.2.2. Structure de fibre végétale

Les fibres végétales (coton, lin, chanvre, sisal, kénaf, coco, abaca, bois,) sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine.

➤ La Cellulose

La cellulose est une macromolécule constituée de longues chaînes polymériques linéaires et non ramifiées, dont l'unité de base est le glucose ($C_6H_{12}O_6$) [14].

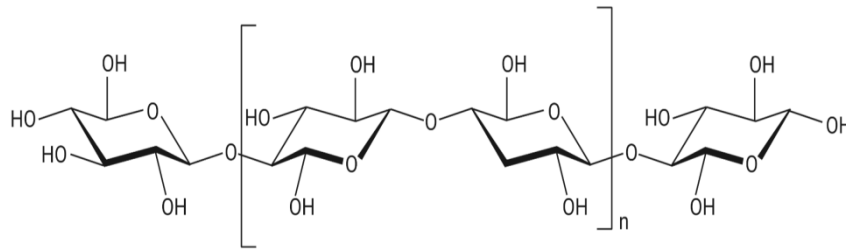


Figure II.4: Structure de la cellulose

Dans les zones cristallines, les chaînes de cellulose sont disposées parallèlement et liées entre elles par des liaisons hydrogène intra- et intermoléculaires. Les propriétés physiques de la cellulose sont largement attribuées à la forte densité de ces liaisons hydrogène, ce qui confère à la fibre sa solidité et sa rigidité [14].

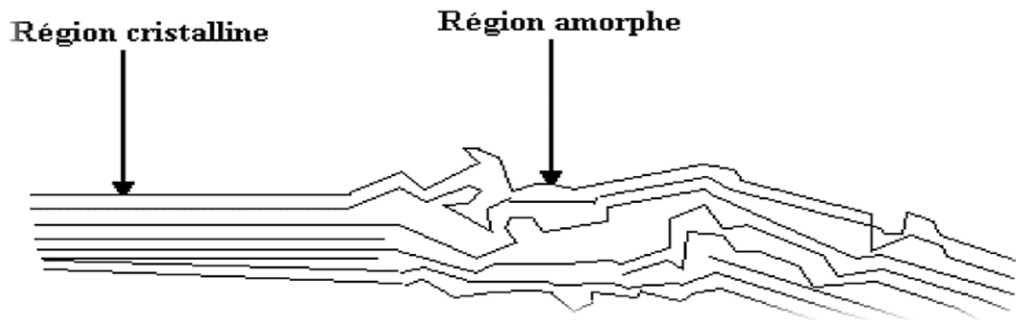


Figure II.5: Représentation des micro-fibrilles constituant les fibres de cellulose

➤ Hémicellulose

Les hémicelluloses sont définies comme des polysaccharides solubles dans l'eau, pouvant être extraits de la paroi des cellules végétales à l'aide de solutions alcalines. Ce sont des polysaccharides amorphes, ayant une masse moléculaire inférieure à celle de la cellulose. Elles sont constituées de sucres neutres tels que le xylose, l'arabinose, le galactose, le glucose, le mannose, ainsi que d'acides uroniques [15].

Leur structure comprend une chaîne principale formée d'unités de glucose liées par des liaisons $\beta(1-4)$, ainsi que de courtes chaînes latérales composées de xylose, galactose et fucose [15].

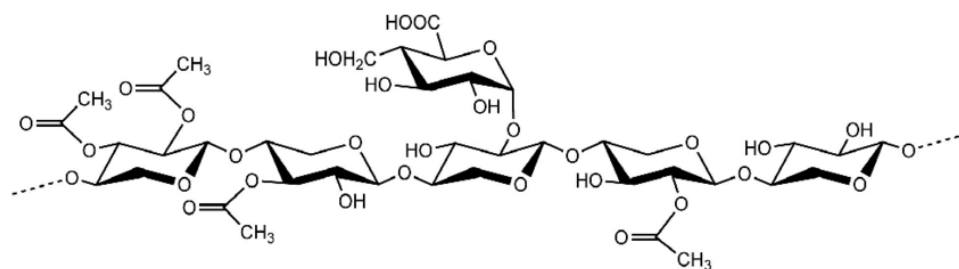


Figure II.6: Structure de hémicellulose

➤ La lignine

Les lignines sont des composés polyphénoliques amorphes à structure tridimensionnelle, constitués d'unités de phénylpropane. Elles sont principalement formées de trois monolignols : l'alcool coniférylique (G), l'alcool sinapylique (S) et l'alcool para-coumarylique (H). Ces groupes phénoliques possèdent une structure chimique similaire à celle des antioxydants primaires les plus utilisés dans la fabrication des polymères par l'industrie chimique [16].

Les lignines présentent une masse moléculaire élevée, ce qui leur permet de conférer de la rigidité à la plante, avec un module d'élasticité compris entre 2 et 4 GPa. De plus, elles sont hydrophobes et s'oxydent facilement sous l'effet des rayons UV [16].

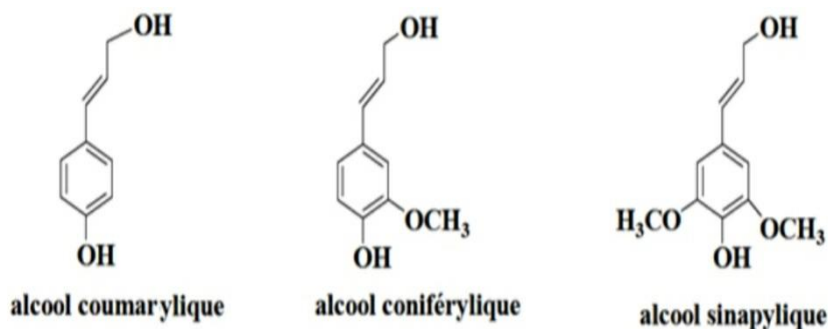


Figure II.7: Représentation des trois unités composant de la lignine [15]

2.2.3. Fibre de palmier dattier (DPLF)

2.2.3. 1. Les composants du palmier dattier

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est reconnu comme une source riche en fibres lignocellulosiques. Il est largement cultivé dans les régions à climat tropical et subtropical. Les pays arabes comptent parmi les principales zones de culture de cette

espèce, ce qui en fait l'un des fournisseurs majeurs de ces fibres. La croissance du palmier dattier dépend fortement des conditions environnementales ainsi que de la qualité du sol. Ce palmier se caractérise par un tronc élancé appelé « stipe », pouvant atteindre une hauteur de 30 mètres. Ce tronc est recouvert de restes de pétioles des feuilles tombées, ainsi que de tissus fibreux appelés « lif » qui entourent le tronc aux points d'insertion des feuilles. Les palmes se répartissent dans la partie supérieure de l'arbre, formant une couronne composée de 20 à 30 feuilles au maximum. Les grappes de dattes (régimes) se suspendent sous cette couronne de manière dispersée [17].

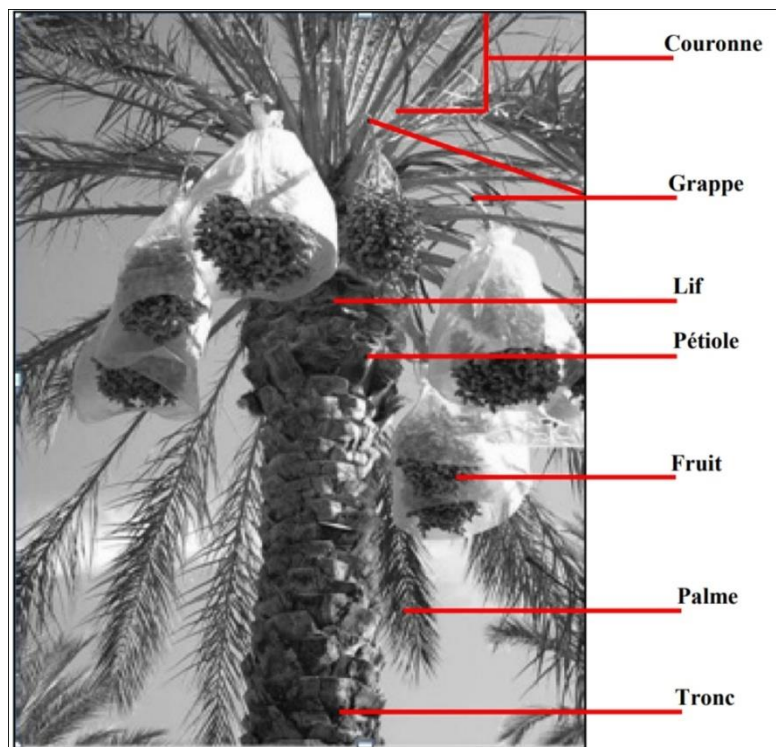


Figure II.8: Schéma de palmier dattier [18]

2.2.3. 2. Les palmes

Les palmes, appelées localement « Djérid », sont les feuilles du palmier. Elles sont formées d'un rachis le long duquel les folioles sont disposées régulièrement (voir Figure II.9). La longueur d'une palme varie entre 4 et 7 mètre. Chaque année, le palmier dattier produit de nouvelles palmes grâce à la croissance des bourgeons, tout en perdant un nombre équivalent de palmes en raison de leur dessèchement. L'ensemble des feuilles situées au sommet du stipe est appelé « couronne », et son envergure peut atteindre entre 6 et 10 mètres [18].

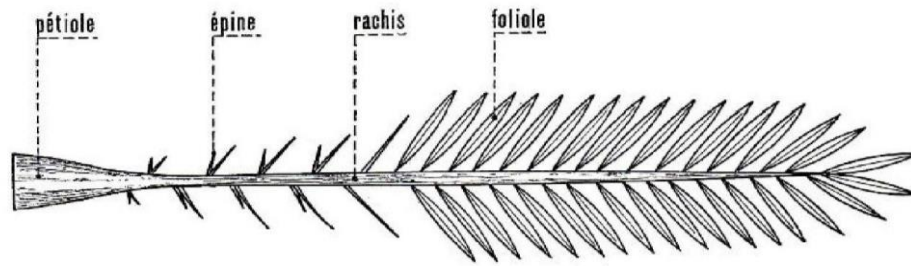


Figure II.9: Schéma d'une palme de palmier dattier [18]

- **Propriétés chimiques :** Le bois de palmier dattier, comme les autres fibres végétales, est principalement constitué de trois composants essentiels : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Le reste de sa composition comprend des substances extractibles, des composés hydrosolubles ainsi que des cendres (éléments minéraux). Les proportions de ces trois constituants varient selon la variété du palmier, l'organe étudié, l'âge de la plante et les conditions environnementales de croissance. Toutefois, les valeurs rapportées dans la majorité des études portant sur le même organe restent relativement similaires. Le bois de palmier se distingue par sa richesse en lignine, dont la teneur moyenne est estimée à environ 27 %, tandis que celle de la cellulose atteint environ 37 %, et celle de l'hémicellulose avoisine 28 % [19].
- **Propriétés mécaniques :** Le comportement mécanique du bois de palmier dattier, à l'instar de celui des fibres végétales en général, est influencé par plusieurs facteurs interdépendants. Parmi ceux-ci figurent la structure microstructurale du matériau, les conditions environnementales de croissance, l'âge de la plante, ainsi que les dimensions de l'échantillon (longueur et diamètre). À cela s'ajoutent les conditions de test telles que la température, l'humidité du milieu, la durée de l'essai et la vitesse d'application de la charge. La résistance à la traction typique des fibres de palmier dattier varie entre **170 et 275 MPa**, tandis que le module de Young se situe entre **5 et 12 GPa**. L'allongement à la rupture, quant à lui, est compris entre **5 % et 10%** [20].

- **Propriétés hydrophiles :** Les fibres naturelles présentent une forte capacité d'absorption de l'eau, ce qui est principalement dû à la présence en grande quantité de groupes fonctionnels OH dans la structure de la cellulose. Les molécules d'eau interagissent avec ces groupes pour former des liaisons hydrogène. De plus, la capacité d'absorption de l'eau dépend également de la taille des fibres et de leur teneur en cellulose [20].

2.3. Additifs

Les additifs sont utilisés pour améliorer ou modifier les propriétés rhéologiques du polymère lors de son traitement dans les équipements de fabrication, ou pour renforcer les caractéristiques physiques du produit final en utilisation.

Dans le domaine de la fabrication des matériaux composites, les additifs jouent un rôle important, servant notamment d'agents de démoulage ou de colorants. Ils sont généralement incorporés en faibles quantités, et se présentent sous forme de plastifiants, lubrifiants, stabilisants, pigments, colorants, etc [3].

2.4. Charges

Ce sont des matériaux inertes, généralement d'origine minérale, intégrés dans les formulations afin de modifier certaines propriétés telles que les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques, d'améliorer l'aspect extérieur du produit ou de réduire son coût de fabrication. Parmi les plus couramment utilisés, on peut citer :

- Les carbonates de calcium (naturels ou précipités)
- Les kaolins calcinés
- Le talc
- Les dolomites
- Le sulfate de baryum
- Les oxydes métalliques [1].

Références Bibliographiques

- [1] DJOUAMA ,S,I.(2023), Étude des propriétés mécaniques et mécanique dynamique d'un matériau composite à base de polymère thermodurcissable, Mémoire de master. Université Mohamed Khider – Biskra.
- [2] Boussehel,H.(2018), Etude Des Moyens De Stabilisation Des Composites A Base De Polystyrene. Thèse de doctorat. Université Mohamed Khider – Biskra.
- [3] Berkouk, A.(2022). Etude des propriétés thermiques, mécaniques et dynamiques mécaniques de composites à base de polymères thermodurcissables .Thèse de Doctorat Université Mohamed Khider – Biskra.
- [4] Touam ,L.(2022). Effet De La Fibre Bio Sur Le comportement Mecanique Des Materiaux composites. .Thèse de Doctorat Université Mohamed Khider – Biskra.
- [5] Flissi,N. Moulouel,A.(2024). Caractérisation du comportement du PVC extrudé vers la mise en place d'une démarche de qualité, Mémoire de master. Université Mouloud Mammeri -Tizi Ouzou.
- [6] Boughezal,A.(2024).Elaboration et caractérisation de matériaux composites à base de polymères thermoplastiques et d'une charge conductrice. Thèse de Doctorat. Université Mohamed Khider – Biskra.
- [7] Fakraoui ,O.(2024). Corrélation entre les propriétés diélectriques et mécaniques de nanocomposites à matrice polymère.Thèse de Doctorat Université de SFAX- Tunisie.
- [8] Adaika .A,(2022), Elaboration et caractérisation des nouvelles formulations à base de PVC et déterminer leurs compositions, mémoire de master , Université Mohamed Khider – Biskra.
- [9] Mahboub,S.(2023), Influence Du Taux Des Fibres Naturelles Sur Les Prorieties Dynamiques-Mecaniques Des Compsites A Base De Pvc , mémoire de master ,Université Mohamed Khider – Biskra.
- [10] Lamraoui, H .(2024), Etude des Propriétés Physico-Chimiques du Polychlorure de Vinyle Modifié par Greffage de Méthacrylate de Glycidyle.- Application à la Préparation de Supports Solides Réactifs- Thèse de Doctorat Université de BATNA 1.

- [11] Thorat ,C.(2023), Vieillissement Photochimique de Melanges Nbr/Pvc : Influence de Charges et Additifs Sur la Stabilité. Thèse de Doctorat. Université de Sigma-Clermont
- [12] Moussaoui ,A.(2020), Effet des traitements chimiques sur les propriétés mécaniques des composites polychlorures de vinyle/fibre de palmier, mémoire de master , Université Mohamed Khider – Biskra.
- [13] Bouyahiaoui,S.Samaili,K.(2019). Elaboration et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de PVC et farine de bois hêtre, Chêne zeen de roseau commun et de grignon d'olive. Mémoire de master. Université Mouloud Mammeri -Tizi Ouzou.
- [14] Amraoui,S.(2020) , Effet du traitement de surface sur les propriétés physico-chimique de composite PVC. mémoire de master , Université Mohamed Khider – Biskra.
- [15] Bouhank,S(2017) , Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne : Formulations et caractérisations. . mémoire de master, Université Ferhat ABBAS –Sétif 1.
- [16] ALAM,L.(2022) . Matériaux biosourcés multifonctionnels : durabilité des composites unidirectionnels à matrice recyclée renforcée par des fibres de lin. Thèse de Doctorat. L'université Gustave-France.
- [17] Rabehi,I,Serrar.K .(2022), Propriétés interfaciales physico-mécanique des composites à matrice polyéthylène renforcés par des fibres de palmier dattier. mémoire de master , Université Mohamed Khider – Biskra.
- [18] Djebloun,Y,(2018), Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales. Thèse de Doctorat. Université Mohamed Khider – Biskra.
- [19] Almi,K.(2018), Développement et caractérisation de matériaux à base du bois de palmier dattier adaptés aux applications de développement durable en Algérie. Thèse de Doctorat. Université Mohamed Khider – Biskra.
- [20] Debabeche,N.Loughlani,R,(2019),Etude de l'incorporation des fibres de palmier dans une matrice de polychlorure de vinyle. mémoire de master, Université Mohamed Khider – Biskra.

Chapitre III

***Techniques expérimentales de synthèse et
caractérisation***

Introduction

Ce chapitre est consacré à la description de la méthode de synthèse utilisée pour élaborer les composites à base de polychlorure de vinyle et les diverses techniques de caractérisation utilisées sont:

- ❖ Analyse spectrale par Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR).
- ❖ Propriétés mécaniques: test de traction, dureté Shore A, stabilité thermique.
- ❖ Propriétés physiques: test d'absorption d'eau.

III.1. Préparation des fibres

Les feuilles brutes de palmier dattier provenant de la région de Biskra, au sud de l'Algérie.

Pour préparer des feuilles de palmier dattier, on doit :

- Laver des feuilles de palmier avec l'eau de robinet et le savon liquide puis avec l'eau distillée pour s'assurer de l'élimination des impuretés.
- Sécher les feuilles de palmier à l'air libre pendant 24h (dans des conditions ambiantes selon le climat), puis sécher dans l'étuve à une température de 65°C pendant 3h.



Figure.III .1 :DPLF séchée dans l'étuve à 65°C pendant 3h

Préparation de la poudre des feuilles de palmier dattier, pour obtenir une poudre des feuilles de palmiers, on doit broyer de la fibre DPLF à l'aide d'un moulin à grains électrique et la tamiser afin d'obtenir une poudre très fine.



Figure.III .2: Les étapes de préparation de la poudre de fibre DPLF

1.2.Préparation des mélanges

On prépare le mélange de PVC est plastifié avec la fibre de feuilles du palmier dattier selon différents pourcentage illustrés dans le **Tableau1** suivant

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

Mélanges	PVC	DPLF
C ₀ (PVC/DPLF 0%)	200 g	0 g
C ₁ (PVC/DPLF 5%)	190 g	10 g
C ₂ (PVC/DPLF 10%)	180 g	20 g
C ₃ (PVC/DPLF 15%)	170 g	30 g
C ₄ (PVC/DPLF 20%)	160 g	40 g

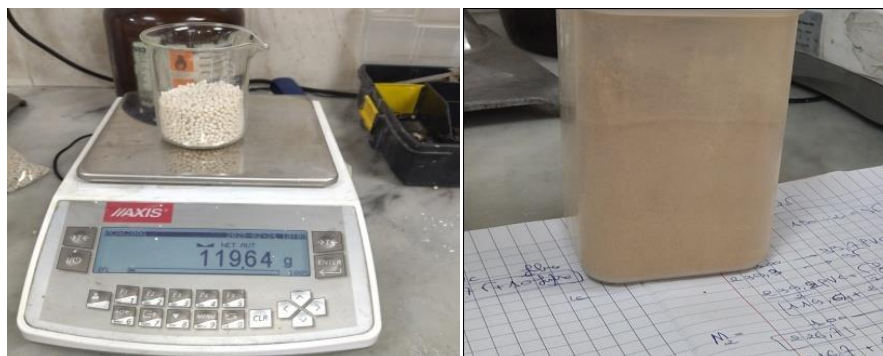


Figure.III .3: Préparation des mélanges (PVC/DPLF)

1.3. Préparation des plaques

1.3.1. Calandrage

La préparation des composites a été faite sur le mélangeur à deux cylindres (calandre) de marque :SCHWABENTHAN, de type «polymix 200P» avec la température de mise en œuvre la mieux adaptée au polychlorure de vinyle est de 160°C, et un temps de mélangeage de 10 min jusqu'à fusion du polymère puis incorporation de la fibre ,le film est obtenu puis refroidi à l'air libre .



Figure.III .4: Calandre SCHWABENTHAN de type «polymix 200P»

1.3.2.Moulage des composites

Pour mouler nos échantillons, nous utilisons une presse hydraulique de marque Schwaben han polystat 300S. Elle est asservie par un régulateur.



Figure.III .5:Une presse hydraulique Schwabenthanpolystat 300 S

les films obtenus par calandrage ont été coupés en petits morceaux et pesés 55 g. Ils sont introduits dans le moule entre deux feuilles d'aluminium et compressés à l'aide de

la presse. Un préchauffage est réalisé jusqu' à une fusion préliminaire du mélange, afin d'éviter la présence des bulles d'air, un dégazage est effectué avant l'application de la pression finale. des plaques d'épaisseur de 2 mm sont obtenues, elles sont par la suite découpées sous forme d'haltère et décarrées pour servir dans différents tests de caractérisation. **Tableau 2** suivant :

Tableau III.2: Fabrication des plaques

Préchauffage			Moulage			Observations
Température (°C)	Pression (MPa)	Temps (min)	Température (°C)	Pression (MPa)	Temps (min)	
165	0	10	165	100	2	conforme
			170	150	2	
			170	200	2	
			170	300	2	

III .2. Techniques de caractérisation

2.1. Test de traction

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

La mesure des propriétés mécaniques à la rupture des plaques est effectuée au niveau de l'entreprise ENICAB de Biskra à l'aide d'une machine de traction de type Zwick/Roell .

La machine est reliée à un micro-ordinateur qui effectue tous les calculs nécessaires et trace les courbes contrainte/déformation[1].

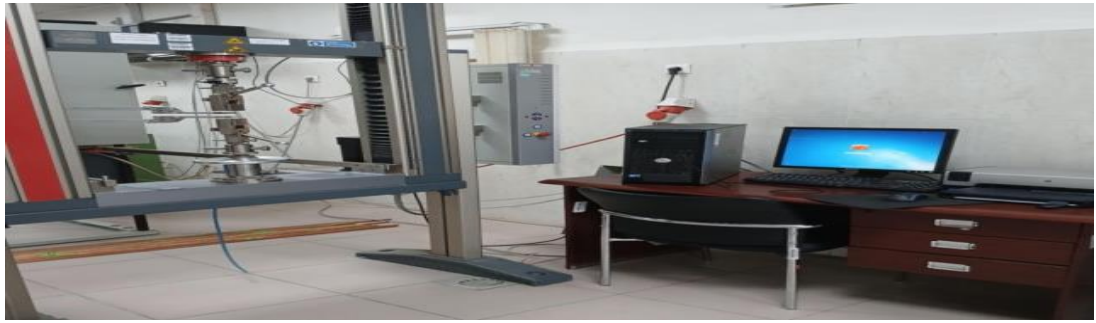


Figure.III .6: Machine de traction de type Zwick/Roell

Préparation des éprouvettes

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

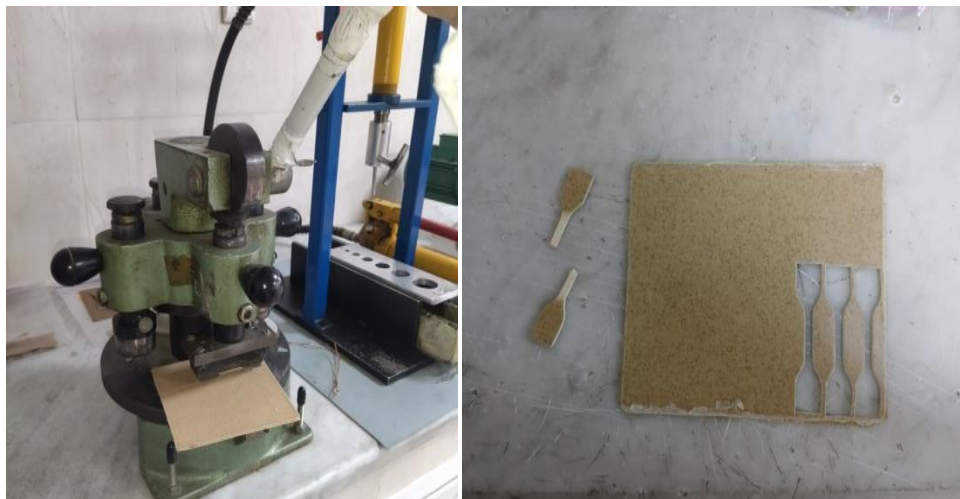


Figure.III .7: Préparation des éprouvettes

Étapes de l'essai

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

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



Figure.III .8: Mesure des dimensions de l'éprouvette

2.2.Test de la dureté Shore A

La mesure de la dureté Shore A a été réalisée au niveau du laboratoire de « ENICAB » à Biskra. L'essai consiste à appliquer un effort tendant à enfoncer l'aiguille d'un duromètre Shore A sur des plaques de $15 \times 15 \text{ cm}^2$. La lecture se fait directement sur le duromètre après la pénétration de 15 seconds.



Figure.III .9: Duromètre Shore A

Mode opératoire

- Assurer le maintien de l'appareil à l'aide de la main.
- Appliquer lentement et régulièrement la partie avec la pointe (pénétrateur) sur la plaque.
- Lire la valeur indiquée. Effectuer 5 mesures et calculer la moyenne pour obtenir la valeur de dureté la plus précise possible.

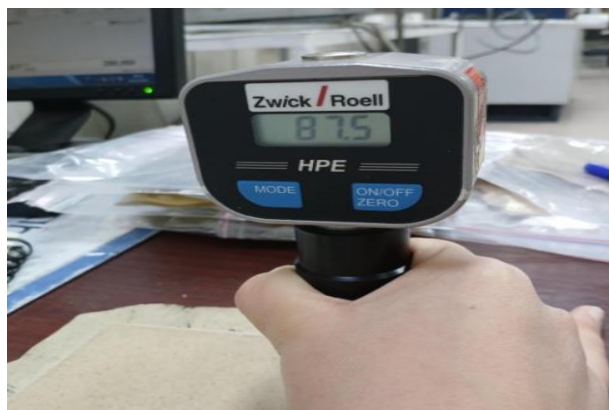


Figure.III .10: Test de la dureté Shore

2.3. Stabilité thermique

✚ Appareillage d'essai

- Tubes en verre fermés à une extrémité (par exemple par fusion) de 110 mm de long avec un diamètre extérieur d'environ 5 mm et un diamètre intérieur de $4,0 \pm 0,5$ mm.
- Un papier universel, indicateur de pH couvrant la gamme de pH de 1 à 10.
- Un appareil thermostatique pour maintenir la température à la valeur spécifiée dans la norme du type de câble considéré, ou, à défaut d'indication dans celle-ci, à $200 \pm 0,5$ °C.

Un bain d'huile doit être utilisé de préférence pour les essais de type ainsi qu'en cas de contestation.

- Un thermomètre gradué avec une précision de 0,1 °C
- Un chronomètre.

✚ Mode opératoire

Sur chaque mélange, on prélève deux échantillons, chaque échantillon doit être constitué de deux ou trois petites bandes, chacune d'une longueur comprise entre 20 mm et 30 mm.

On introduit une bande de papier indicateur sec d'environ dans la partie supérieure, ouverte, du tube en verre.

On place le tube de verre dans l'appareil thermostatique qui a déjà atteint la température spécifiée. Le tube plonge dans l'appareil sur une hauteur de 60 mm.

On mesure le temps mis par le papier universel indicateur. On considère que le changement de coloration est atteint quand le rouge du papier universel commence à devenir visible [2].



Figure.III .11: Préparation des tubes pour l'essai de stabilité thermique



Figure.III .12: Appareil thermostatique

2.4. Absorption d'eau

Le test d'absorption d'eau de nos échantillons est réalisé au niveau du Laboratoire de Chimie Appliquée (LCA) de l'Université de Biskra. Nous découpons des morceaux carrés de 15 mm de côté à partir de nos échantillons. Ensuite, nous les pesons (m_0) à l'aide d'une balance analytique de précision (0,0001 g).

Les éprouvettes sont ensuite immergées dans des béchers contenant de l'eau distillée à une température de 23 °C. Nous prélevons la masse toutes les 24 heures. Après chaque prélèvement, les échantillons sont séchés à l'aide de papier absorbant, puis pesés à nouveau (m). Le pourcentage d'absorption d'eau est déterminé à l'aide de l'équation 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.

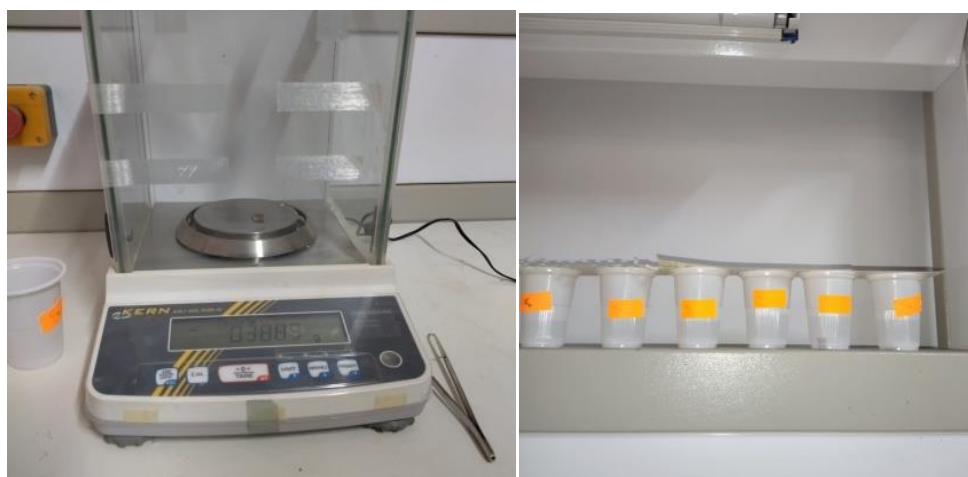


Figure.III.13: Pesée des échantillons (m) après l'immersion.

2.5.Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR)

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

La région infrarouge se divise en trois parties : le proche IR (15000- 4000 cm^{-1}), le moyen (4000- 400 cm^{-1}) et l'IR lointain (400- 40 cm^{-1}). Chacune de ses trois parties nécessite l'usage de sources, systèmes de détection et diviseurs de faisceaux

Les informations tirées des spectres sont de deux sortes :

- Informations qualitatives : les longueurs d'onde auxquelles l'échantillon absorbe, sont caractéristiques des groupes chimiques présents dans le matériau analysé. Des

tables de données permettent d'attribuer les absorptions aux différents groupes chimiques présents.

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

Les spectres d'absorption infrarouge (IR) ont été enregistrés à l'aide d'un spectrophotomètre à transformée de Fourier de type SHIMADZU FTIR-8400S qui est installé au laboratoire de chimie de l'université de Biskra[3].



Figure.III .14: Spectrophotomètre à transformée de Fourier de type SHIMADZU FTIR- 8400S(Université de BISKRA)

Préparation des échantillons

- Nous broyons et mélangeons une quantité de 0.001g d'échantillon solide et une quantité de 0.3 g de bromure de potassium KBr. Dans un mortier d'agate avec un pilon.
- Les échantillons à analyser sont préparés sous forme des pastilles, nous plaçons le mélange à l'intérieur de la presse à vide pour former la pastille (poudre DPLF).
- Les échantillons à analyser sont préparés sous forme de films (Polymère vierge PVC, PVC / fibre 15%).



Figure.III .15: Préparation de la pastille



Figure.III .16: Préparation des échantillons

Références Bibliographiques

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

[2]M. Samira, (2012). « Etude des propriétés thermique de mélanges à base de PVC et PCVPEHD et les phénomènes de dégradation », Mémoire de magister, Université KasdiMerbeh, Ouargla.

Chapitre IV :
Résultats et interprétation

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

IV .1. L'analyse spectroscopique infrarouge IR

L'étude spectroscopique infrarouge IR a été faite dans un but de confirmation de la présence de la fibre DPLF dans la structure du composite, selon le tableau des fréquences d'absorption caractéristiques des différents groupements fonctionnels :

1.1.L'analyse spectroscopique infrarouge pour le PVC

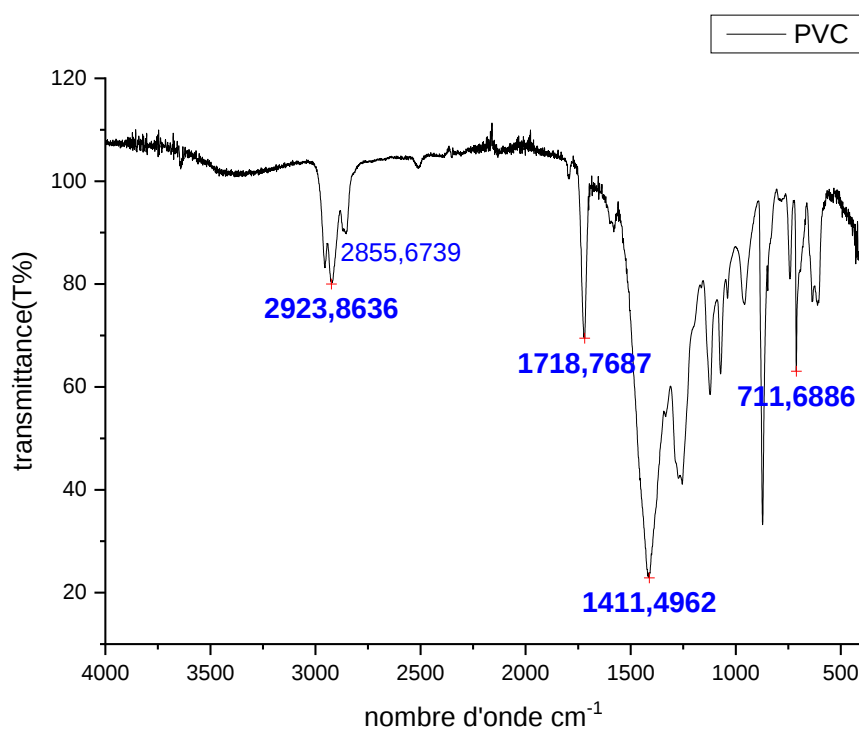


Figure IV.1 : Spectre infrarouge du PVC pur

Tableau IV.1 :Fréquences caractéristiques d'absorption du PVC pur

Liaison	C-H alcane	C=O	C-H déformation	C-Cl
Fréquence cm^{-1}	2923.86 2855.67	1718.76	1411.49	711.68

1.2. L'analyse spectroscopique infrarouge de la poudre DPLF

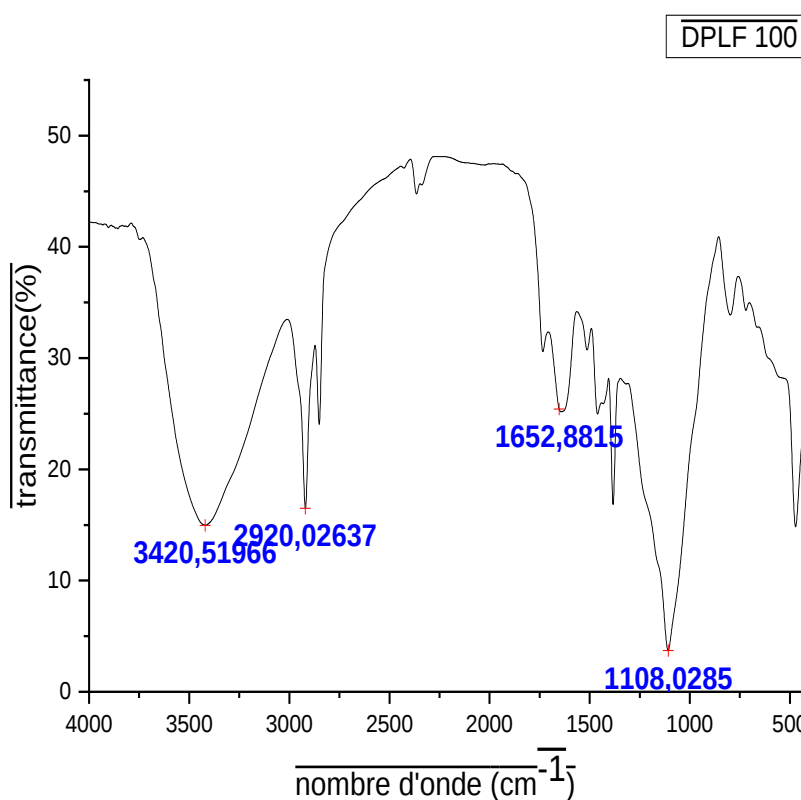


Figure IV.2 :Spectre infrarouge de la fibre DPLF

Tableau IV.2 :Fréquences caractéristiques d'absorption de la fibre DPLF

Liaison	O-H associée	C-H alcane	C-O	C-O-C
Fréquence cm^{-1}	3420.51	2920.02	1652.88	1108.02

1.3.L'analyse spectroscopique infrarouge pour le compositerenfermant 15% de fibre

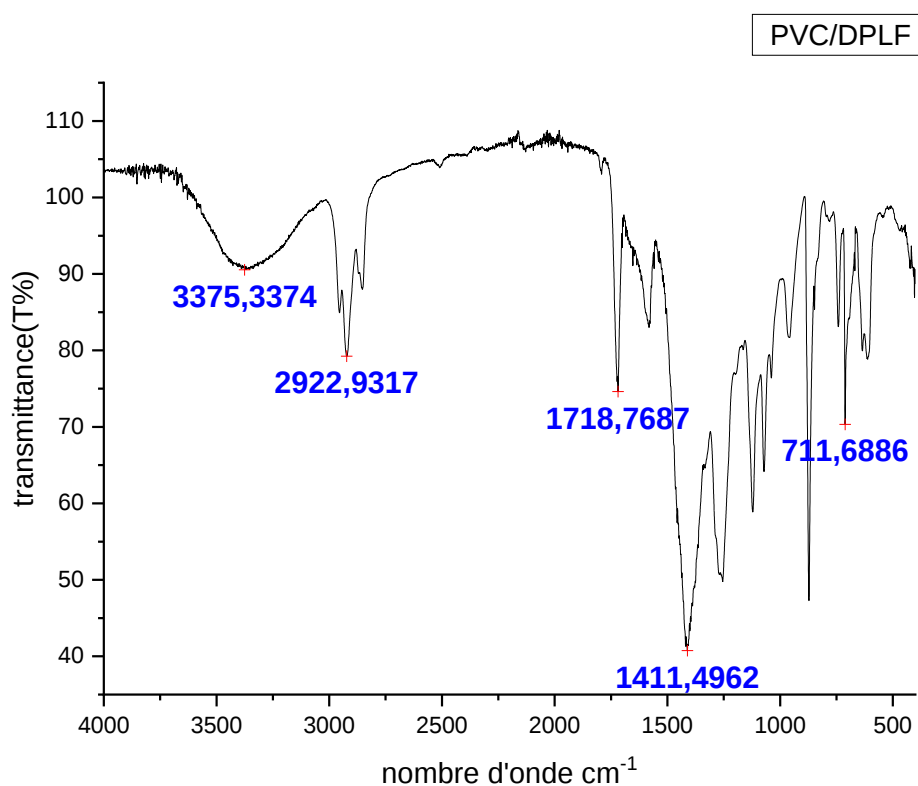


Figure IV.3: Spectre infrarouge de la composition PVC / fibre 15%

Tableau IV.3: Fréquences caractéristiques d'absorption de la composition PVC/Fibre 15%

Liaison	O-H associée	C-H alcane	C-O	C-O-C	C-Cl
Fréquence cm^{-1}	3375.33	2922.93	1718.76	1108.02	711.68

1.4.L'analyse spectroscopique infrarouge pour le composite 15%DPLF/PVC,DPLF,PVC pur

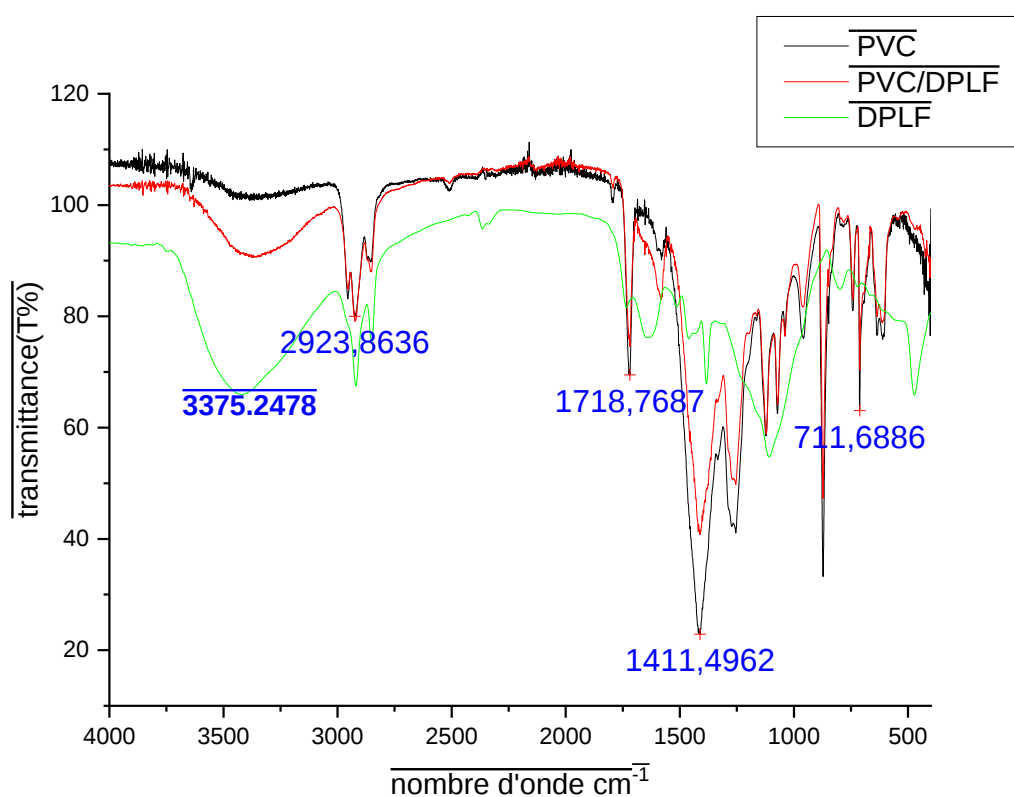


Figure IV.4: Spectre infrarouge de la composition PVC / fibre 15%,DPLF,PVC pur

On remarque,dans le spectre du composite la présence de fréquences d'absorption tellesque les liaisons **C-H alcane** : 2922.93 cm^{-1} ; **C-Cl** : 711.68 cm^{-1} ; **C-O-C** : 1108.02 cm^{-1}

De plus le spectre IR de la fibre DPLF nombre le présence des fréquences suivantes (voir tableau).

IV.2. L'absorption de l'eau distillée

Une étude de l'absorption d'eau distillée de nos échantillons (C0 à C4) a été faite.

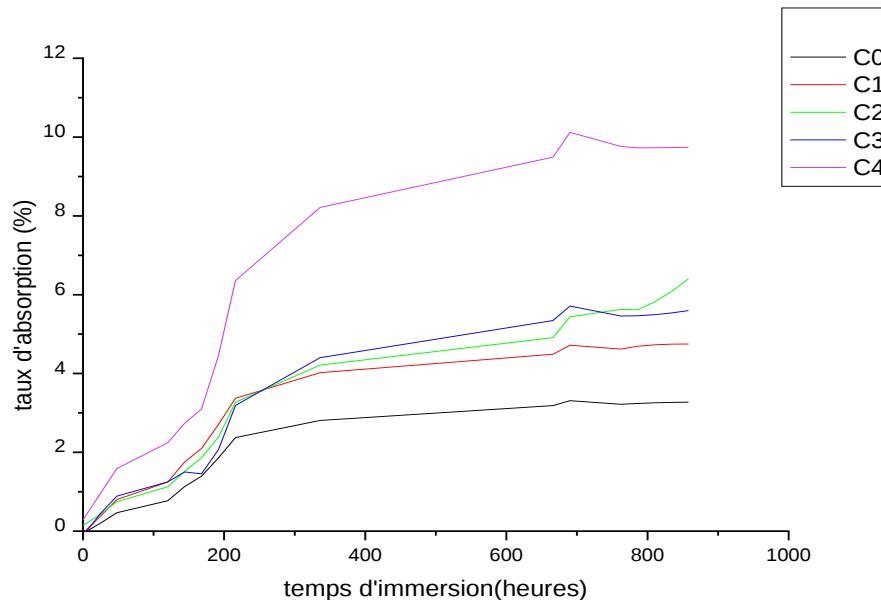


Figure IV.5 : L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps 100% PVC, PVC / DPLF 5%, PVC / DPLF 10%, PVC / DPLF 15%, PVC / DPLF 20%

D'après la courbe d'absorption, on remarque que nos échantillons absorbent de manière croissante jusqu'à 330 heures, à ce moment on remarque une saturation, le composite C1 absorbe peu d'eau, donc on peut dire que la fibre DPLF est associée à la matrice organique ce qui conduit à une faible absorption.

De plus lorsque le taux de fibre augmente dans la structure du composite, les propriétés se détériorent, la fibre absorbe plus et le composite perd ces performances.

IV.3 Les résultats des études mécaniques

3.1. Résistance à la rupture

Une étude des propriétés mécaniques de nos échantillons a été faite.

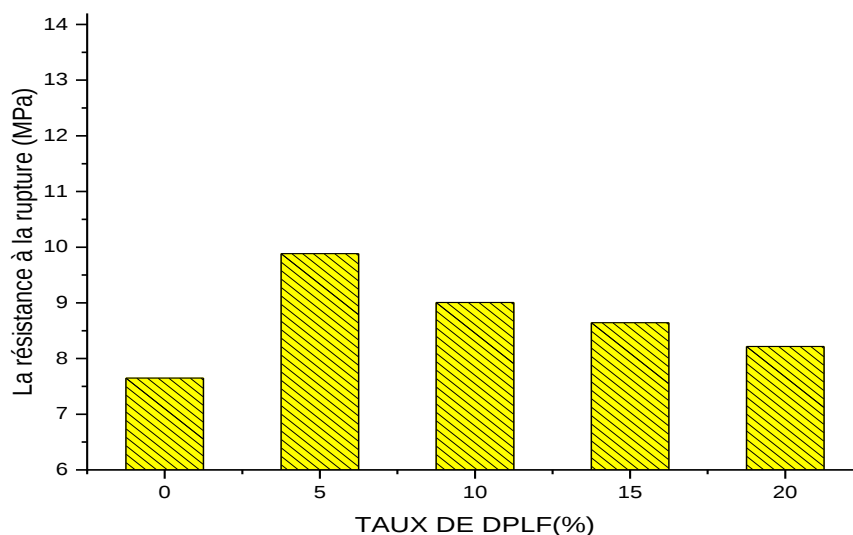


Figure IV.6: Évolution de la résistance à la rupture des compositions PVC/DPLF

Tableau IV.4: La résistance à la rupture des compositions PVC/Fibre DPLF

	C ₀	C ₁	C ₂	C ₃	C ₄
Résistance σ (MPa)	7.65	9.88	9.01	8.64	8.22

Les résultats montrent que la résistance à la rupture est maximale pour le composite C₁ de l'ordre de 9.88 MPa, mais la valeur diminue au fur et à mesure que le taux de fibre augmente donc ceci est relié sûrement à la faible cohésion de la fibre avec la matrice organique.

3.2.L'allongement à la rupture

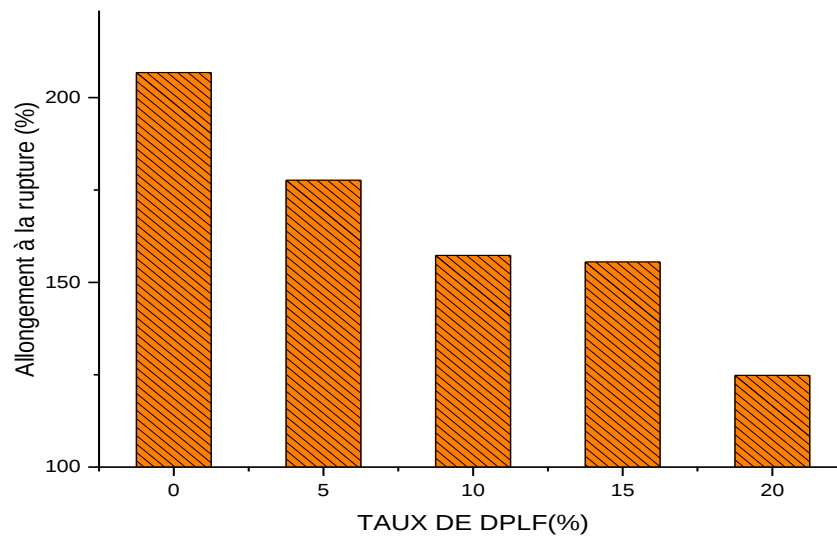


Figure IV.7:Évolution de l'allongement à la rupture des compositions PVC/Fibre

Tableau IV.5:L'allongement à la rupture des compositions PVC/Fibre

	C ₀	C ₁	C ₂	C ₃	C ₄
Allongement	206,8	177,65	157,3	155,53	124,83
ε (%)					

D'après la (figureV.7),on note une diminution des valeursdel'allongementau fur et à mesure que le taux de fibre incorporée augmente dans le composite, ce qui est relié sans doute au caractère thermoplastique du polymère avec l'augmentation de fibre la plasticité diminue au profitd'une rigidité de la composition.

3.3.Etude de la dureté Shore A

L'étude de la dureté shore de nos composites C₁àC₄a montré une augmentation progressive de sa valeur au fur et à mesure que le taux de la fibreDPLF augmente.

A titre d'exemple :

- La dureté du polymèreC₀ est de86.28 .
- La dureté du compositeC₄ est de 90.38.

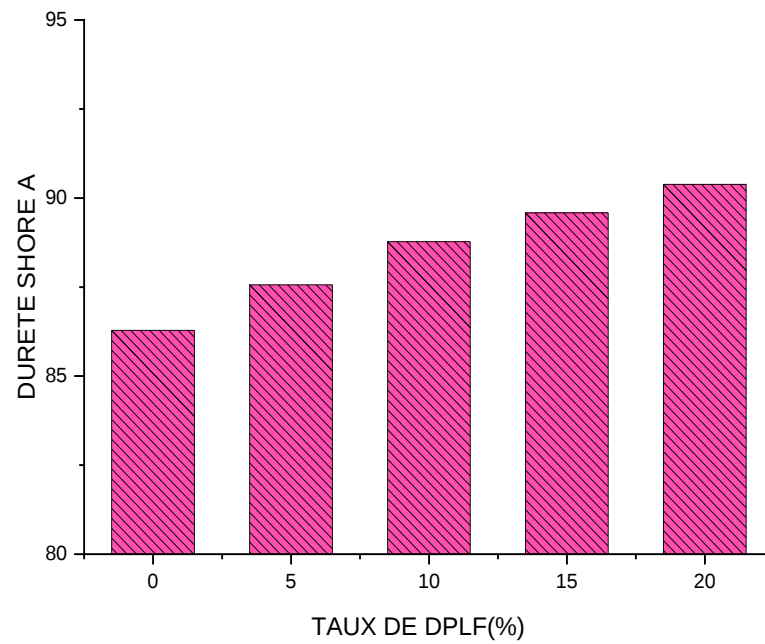


Figure IV.8:Évolution de la dureté Shore A des compositions PVC/Fibre

IV.4.Etude de la stabilité thermique

Une étude a été menée afin d'évaluer la stabilité de nos composites.

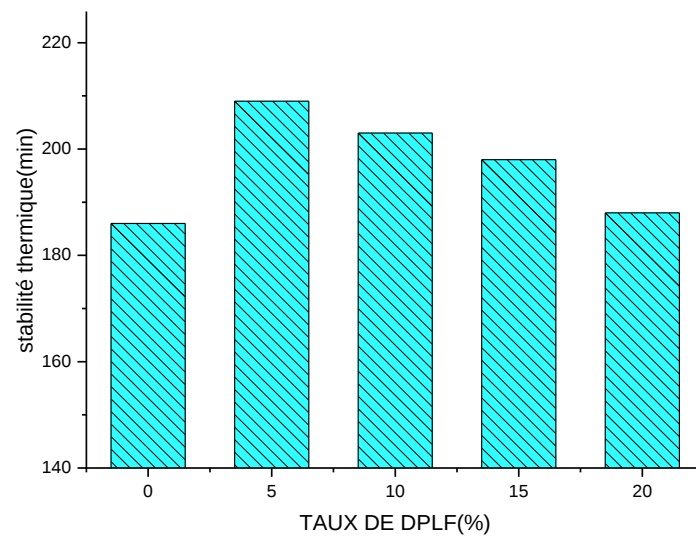


Figure IV.9 : Évolution de la stabilité thermique des compositions PVC/Fibre

D'après l'histogramme de la (Figure V.9) on note une nette élévation de la stabilité thermique comparativement au polymère pris séparément, ce qui confirme le rôle apporté par la fibre DPLF dans la structure du composite.

Un fait est apparent qui se rapporte à l'élévation du taux de fibre, cette augmentation fait diminuer la stabilité donc le taux de 5% de fibre DPLF confère une stabilité particulière

Conclusion générale

Conclusion générale

L'étude expérimentale réalisée, nous a permis d'énumérer les résultats suivants

L'étude infrarouge nous a montré que la fibre **DPLF** associée au polymère **PVC**, est présente dans le spectre du composite préparé **C₃**.

L'étude du phénomène d'absorption d'eau par nos composites **C₁**, **C₂**, **C₃** et **C₄** nous a permis d'affirmer qu'une faible absorption est pour celui **C₁(5%)** donc ce dernier possède les meilleures propriétés vis à vis de l'eau.

L'étude mécanique de nos échantillons a montré une amélioration des propriétés (résistance et allongement à la rupture) comparativement au polymère **PVC**. Le composite **C₁** admet les meilleures propriétés mécaniques.

Pour poursuivre l'analyse de nos composites, une étude de la dureté Shore A a été réalisée, où l'on constate que la dureté augmente avec l'augmentation du taux de fibre.

La dernière partie du mémoire s'occupe de la stabilité thermique de nos échantillons il a été trouvé que le composite **C₁** admet la forte stabilité thermique comparativement aux autres composites.



تصريح شرفي

خاص بالالتزام بقواعد النزاهة العلمية لإنجاز بحث

(ملحق القرار 1082 المؤرخ في 2021/12/27)

أنا الممضي أسفله،

السيدة(ة):
الصفة: طالب سنة ثانية ماستر كيمياء
تخصص: كيمياء.....

الحامل(ة) لبطاقة التعريف الوطنية رقم: 209.6.80845.5
المسجل بكلية:
بانجاز أعمال بحث : مذكرة ماستر في الكيمياء

عنوانها: Etude.....
.....

أصرح بشرفي أنني التزم بمراعات المعايير العلمية والمنهجية ومعايير الأخلاقيات المهنية والنزاهة الأكاديمية المطلوبة في إنجاز البحث المذكور أعلاه وفق ما ينص عليه القرار رقم 1082 المؤرخ في 2021/12/27 المحدد للقواعد المتعلقة بالوقاية من السرقة العلمية ومكافحتها.

التاريخ: 2023/05/25

إمضاء المعني بالمر

Résumé :

L'objectif principal de notre travail est une valorisation d'un déchet naturel pouvant contribuer à l'amélioration des propriétés d'un Polychlorure de Vinyle (PVC) par élaboration d'un composite. Des composites PVC/ DPLF (Fibres des feuilles de palmiers dattiers) à des taux de 5%, 10%, 15 et 20 % en masse ont été élaborés par la technique de moulage par compression. 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 et la stabilité thermique augmentent progressivement., ainsi la dureté Shore augmente avec la rigidité du matériau.

Mots Clés : PVC, Fibre naturelle, absorption, Stabilité, dureté.

الملخص:

لهدف الرئيسي من عملنا هو تجميع نفاية طبيعية يمكن أن تساهم في تحسين خصائص مادة البولي فينيل كلوريد (PVC) من خلال تطوير مركب. تم تحضير مركبات PVC/ ألياف أوراق نخيل التمر (DPLF) بنسب 5%، 10%، 15% و 20% وزنيًا باستخدام تقنية القوالب بالضغط. استخدم التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء (FTIR) لتوصيف بنية الألياف. أظهرت اختبارات امتصاص الماء الطابع المحب للماء للألياف، في المقابل أظهر المركب طابعًا كارهًا للماء. كما أن نسبة الألياف تؤثر على الامتصاص. أظهر السلوك الميكانيكي، المتمثل في مقاومة الكسر، انخفاضًا في القيم مع زيادة نسبة الألياف المختلفة، في حين أن الاستقرار الحراري يزداد تدريجيًا، كما أن صلابة. شور تزداد مع ازدياد صلابة المادة

، الألياف الطبيعية، الامتصاص، الاستقرار، الصلابة PVC : الكلمات المفتاحية.