



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

MÉMOIRE DE MASTER

Sciences de la matière
Filière : Chimie
Spécialité : Chimie des matériaux
Réf. :

Présenté et soutenu par :
MERABTI Khouloud

Le mardi 03 juin 2025

Etude et caractérisation des composites à base de polymère thermoplastique et de fibres naturelles

Jury :

M.	MEGHEZZI Ahmed	Pr.	Université de Biskra	Président
Mlle.	BERKOUK Abir	MCB.	Université de Biskra	Rapporteur
Mm.	KRIBAA Oum Kelthoum	Pr.	Université de Biskra	Examinatrice

Année universitaire : 2024/2025



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

MÉMOIRE DE MASTER

Sciences de la matière
Filière : Chimie
Spécialité : Chimie des matériaux
Réf. :

Présenté et soutenu par :
MERABTI Khouloud

Le mardi 03 juin 2025

Etude et caractérisation des composites à base de polymère thermoplastique et de fibres naturelles

Jury :

M.	MEGHEZZI Ahmed	Pr.	Université de Biskra	Président
Mlle.	BERKOUK Abir	MCB.	Université de Biskra	Rapporteur
Mm.	KRIBAA Oum Kelthoum	Pr.	Université de Biskra	Examinatrice

Année universitaire : 2024/2025

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciement

Tout d'abord, je tiens à remercier Dieu, le Tout-Puissant, qui m'a accordé la réussite et la clairovoyance à chaque étape, et m'a inspiré la patience et la force pour accomplir cet accomplissement.

Toute ma gratitude à ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail en particulier :

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à ma directrice de mémoire, Dr. BERKOUK Abir, pour m'avoir guidée tout au long de ce travail. Grâce à son expertise, ses conseils précieux, sa patience, sa confiance et son calme constant, j'ai pu avancer sereinement et enrichir mes connaissances. Je lui suis profondément reconnaissante.

Je remercie également les membres de jury : Pr. MEGHEZZI Ahmed et Pr. KRIBAA Oum Kelthoum qui ont accepté d'évaluer ce travail de recherche.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Monsieur MEGHEZZI Ahmed, professeur à l'Université Mohamed Kheider de Biskra, sa disponibilité, ses conseils judicieux, ainsi que ses orientations pertinentes ont grandement contribué à l'aboutissement de ce mémoire. Qu'il trouve ici l'expression de ma reconnaissance la plus sincère nous tenons à adresser nos sincères remerciements à l'ensemble du personnel de l'Entreprise Nationale des Industries des Câbles de Biskra (ENICAB) pour l'accueil chaleureux qui nous a été réservé ainsi que pour l'aide précieuse apportée. Une partie importante de notre étude expérimentale, ainsi que certaines caractérisations des composites, ont pu être réalisées grâce aux moyens mis à notre disposition au sein de l'entreprise.

Je souhaite exprimer mes sincères remerciements à Madame TOURTA Nassira pour son soutien et son aide précieuse lors des analyses spectroscopiques infrarouges (IR), qui ont grandement contribué à la qualité de ce travail.

Dédicace

Je dédie ce travail

À ma chère mère, dont les prières ont toujours été un soutien inestimable dans la poursuite de mes études. Sans elle, je n'aurais jamais pu atteindre ce stade.

À mon cher père, Youcef, pour son encouragement constant, tant sur le plan moral que scientifique, tout au long de mon parcours universitaire.

mon unique frère, Khaled, ainsi que ma sœur Asma et son époux Hamdi, ma petite sœur Israa, ainsi qu'à mes chères amies DKHEILI Aya et Doaa, pour leur amour, Leur affection et leur précieux soutien.

Résumé

Dans ce travail, nous avons étudié l'amélioration des propriétés du polychlorure de vinyle pvc à travers l'élaboration de composites renforcés par des fibres naturelle provenant de feuilles de mandarine. Plusieurs formulation ont été préparées en variant le taux de fibres introduit dans la matrice polymère. On a analysé les matériaux composites obtenus l'aide de diverses techniques des caractérisations notamment la spectroscopie infrarouge FTIR, le test d'absorption d'eau, les essais de traction mécanique, la dureté shore A et la stabilité thermique. Les résultats de l'analyse par spectroscopie infrarouge FTIR ont révélé les caractéristiques structurales du PVC, du FM ainsi que du composite PVC/FM. Les résultats du test d'absorption d'eau ont montré que l'absorption augmente proportionnellement avec l'augmentation du taux de fibres incorporées dans les composites PVC/FM. Cette absorption atteint un maximum à une teneur en fibres de 20 % , qui constitue la limite supérieure parmi les pourcentages ajoutés au polymère. D'autre part, les propriétés mécanique telles que la résistance à la rupture et l'allongement diminuent avec l'augmentation du taux de fibres. Les résultats obtenus ont montré que l'ajout de fibres naturelles améliorait la stabilité thermique des composites, en particulier pour le composite contenant 20 % de fibre, qui a présentait le temps de stabilité le plus élevé.

Mots clés : Composite, polychlorure de vinyle, feuilles de mandarine, analyse mécanique, Stabilité.

Absract

In this work, we studied the improvement of the properties of polyvinyl chloride PVC through the elaboration of composites reinforced by natural fibers from mandarin leaves. Various formulations were prepared by varying the level of fibers introduced into the polymer matrix. The composites obtained were analyzed by various characterization techniques, including FTIR infrared spectroscopy, water absorption test, mechanical tensile tests, shore A hardness and thermal stability. The results of the FTIR infrared spectroscopy analysis provided information on the structural characteristics of PVC, FM and the PVC/FM composite. The results of the water absorption test showed that absorption increases proportionally with the increase in the percentage of fiber incorporated into the PVC/FM composites. Absorption peaks at a fiber content of 20 % , which is the highest percentage added to the polymer. On the other hand, mechanical properties such as tensile strength and elongation decreased with increasing fiber content. The results obtained showed that the addition of natural fibers improved the thermal stability of the composites, particularly for the composite containing 20 % fiber, which presented the highest stability time.

Key words : Composite, polyvinyl chloride, mandarin leaves, mechanical analysis, Stability.

Table des matières

Remerciement	I
Dédicace	II
Résumé	III
Absract	IV
Table des Matières	V
Listes des Figures	VI
Liste des Tableaux	VII
Liste des abréviation	VIII
Introduction Générale	1
Chapitre 1 Généralités sur les polymères	4
1 Introduction	4
2 Définition des polymères	4
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 leur structure	5
3.2.1 Polymères linéaires (monodimensionnels)	5
3.2.2 Polymère ramifié (bidimensionnelle)	6
3.2.3 Polymères réticulés (tridimensionnels)	6
3.3 Selon la composition de la chaîne polymère	7
3.3.1 Homopolymères	7
3.3.2 Copolymères	7
3.4 Selon le comportement thermique	8
4 Propriétés des polymères	8
4.1 Propriétés mécaniques	8

4.2	La transition vitreuse (Tg) et la fusion	8
4.3	Autres Propriétés	8
5	Application des polymères	9
Chapitre 2	Matériaux composites	11
1	Introduction	11
2	Définition de matériau composite	11
2.1	Matrice	12
2.1.1	Thermoplastique	12
2.1.2	Thermodurcissables	12
2.2	Renfort	13
2.3	Additif	13
2.4	Charge	13
3	Composites renforcés par des fibres	13
3.1	Les fibres naturelles	13
3.1.1	Constituants des fibres naturelles	14
3.2	Fibres minérales	15
3.3	Fibres synthétiques	15
3.4	Fibre hybride	15
4	Travaux antérieurs (état de l'art)	16
Chapitre 3	Techniques expérimentales d'élaboration et de caractérisation	18
1	Introduction	18
2	Matériaux utilisés	18
2.1	Polychlorure de vinyle	18
2.2	Feuilles de mandarin	19
3	Techniques expérimentales d'élaboration des composites	20
3.1	Préparation des fibres de feuilles de mandarine	20
3.2	Élaboration des composites PVC / feuilles de mandarine	21
3.2.1	Calandrage	21
3.2.2	Moulage	22
4	Techniques de caractérisation des composites	22
4.1	Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR)	22
4.2	Test d'absorption d'eau	23
4.3	Tests mécaniques	24
4.3.1	Test de traction	24
4.3.2	Dureté Shore A	25
4.3.3	Stabilité thermique	26
Chapitre 4	Résultats et discussions	29
1	Introduction	29
2	Spectroscopie infrarouge FTIR des composites PVC/ feuilles de mandarine	29

2.1	Spectroscopie infrarouge FTIR du PVC	29
2.2	Spectroscopie infrarouge FTIR des feuilles de mandarine.....	23
3	Spectroscopie infrarouge FTIR du composite PVC/ feuilles de mandarine	24
4	Test d'absorption d'eau des composites PVC/ feuilles de mandarine.....	33
5	Tests mécaniques des composites PVC/ feuilles de mandarine	33
5.1	Résistance à la rupture des composites PVC/ feuilles de mandarine	34
5.2	Allongement à la rupture des composites PVC/ feuilles de mandarine.....	35
5.3	Dureté Shore des composites PVC/ feuilles de mandarine.....	36
4.4	Stabilité thermique des composites PVC/ feuilles de mandarine	37
Conclusion Générale... ..		39
Références Bibliographiques		41
Les Annexes		46

Listes des figures

1.1	Formation de polymère.	4
1.2	Représentation de la chaîne d'un polymère linéaires.	5
1.3	Représentation de la chaîne d'un polymère ramifié (bidimensionnelle).	6
1.4	Représentation de la chaîne d'un polymère réticulé (tridimensionnels).	6
1.5	la structure de polystyrène.	7
2.1	Matériau composite.....	12
2.2	La structure de la cellulose	14
2.3	La structure chimique de L'hémicellulose (xyloglucanes)	14
2.4	la structure chimique de lignine.	15
3.1	Matériau composite.	19
3.2	Séchage du FM dans l'étuve à 80 °C (Source : Auteur)	20
3.3	Feuille de mandarine broyées par un moulin à café domestique (Source : Auteur). . . .	20
3.4	Machine de calandrage Schwabenthan polymix 200 (Source : Auteur)	21
3.5	Une bande de PVC vierge obtenue par calandrage (Source : Auteur).	21
3.6	Une presse hydraulique Schwabenthan polystat 300 S (Source : Auteur).	22
3.7	Spectromètre Agilent Cary 630 FTIR (Source : Auteur).	23
3.8	Test d'absorption d'eau (Source : Auteur).	24
3.9	Machine de traction de type Zwick/Roell (Source : Auteur).	24
3.10	Préparation des éprouvettes (Source : Auteur)	25
3.11	Duromètre Shore A (Source : Auteur).	25
3.12	Test de la dureté Shore (Source : Auteur).....	26
3.13	Des tubes pour l'essai de stabilité thermique (Source : Auteur).	27
3.14	Appareil thermostatique (Source : Auteur)	27
4.1	Spectre FTIR du PVC.....	30
4.2	Spectre FTIR de feuilles de mandarine.	31
4.3	Spectre FTIR du composite PVC/ feuilles de mandarine.....	32
4.4	Spectres FTIR du PVC, feuilles de mandarine et le composite PVC / feuilles de mandarine 15 %.....	32
4.5	Absorption d'eau du PVC et des différents composites PVC/ feuilles de mandarine.....	33
4.6	Evolution de la résistance à la rupture du PVC et des différents composites PVC/ feuilles de mandarine	34

4.7 Evolution de l'allongement à la rupture du PVC et des différents composites PVC/ feuilles de mandarine.....	35
4.8 Evolution de la dureté Shore du PVC et des différents composites PVC/ feuilles de mandarine	36
4.9 Evolution de la Stabilité thermique du PVC et des différents composites PVC/ feuilles de mandarine.....	37

Liste des tableaux

3.1	Caractéristiques du polychlorure de vinyle (PVC).	19
3.2	Constituants chimiques des fibres des feuilles de mandarine	19
3.3	Formulations et proportions des différents composites.	21
4.1	Fréquences d'absorption caractéristiques des différents groupements fonctionnels du PVC.	30
4.2	Fréquences d'absorption caractéristiques des différents groupements fonctionnels de feuilles de mandarine	31
4.3	Résultats de la résistance à la rupture du PVC et des différents composites PVC/feuilles de mandarine	35
4.4	Résultats de test de la dureté Shore A de PVC et des différents composites PVC/feuilles de mandarine	36

Liste des abréviations

PVC :	Polychlorure de Vinyle.
FTIR :	Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier.
IR :	Infrarouge.
Tg :	La transition vitreuse.
Tf :	La température de fusion.
PS :	Polystyrène PS.
DPLF :	Feuille de palmier dattier.
FM :	Feuilles de mandarine.
M0 :	Mélange initiale.

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Introduction Générale

Les polymères jouent un rôle de plus en plus important dans notre vie quotidienne. L'homme a toujours cherché à les utiliser pour répondre à ses besoins en alimentaires et énergétiques, pour améliorer son habitat, pour se protéger et pour la mobilité et le transport. Cependant, ils sont rarement utilisés seuls : ils sont souvent associés à d'autres matériaux pour combiner leurs propriétés. Pour cette raison, les matériaux composites sont favorisés par rapport aux matériaux traditionnels (polymères, céramiques, métaux et alliages métalliques), car ils offrent de meilleures performances en termes de qualité [1].

Le terme PVC désigne tout matériau ou produit fabriqué à partir d'une composition de PVC, c'est-à-dire un mélange homogène de polymère ou de copolymère de polychlorure de vinyle avec divers additifs. Certains de ces additifs, tels que les plastifiants présents dans les composites de PVC flexible, peuvent être incorporés en proportions très importantes, voire prédominantes. Il est courant de désigner le composant polymère de ces compositions sous le nom de résine PVC ou polymère PVC [2].

Un matériau composite est défini comme une combinaison de deux matériaux ou plus, dont la combinaison finale présente des propriétés supérieures à celles des composants individuels. Actuellement, le terme "matériaux composites" désigne généralement des structures constituées de renforts (également appelés charges) incorporés dans une matrice [1].

En effet, l'association des feuilles de mandarine en tant que fibre naturelle à la structure chimique du polychlorure de vinyle contribue d'une part à l'amélioration des propriétés mécaniques des composites, et d'autre part à l'amélioration de la stabilité thermique du polymère. Par conséquent, cette étude a été menée dans le but d'élaborer et de caractériser de nouveaux matériaux composites basés de PVC en tant que matrice polymérique renforcée par des feuilles de mandarine afin d'améliorer les propriétés de ce polymère et de valoriser les déchets locaux lorsqu'ils sont associés à ce polymère.

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

- Le premier chapitre traite des principes de base des polymères.
- Le deuxième chapitre examine les matériaux composites, tel que la composition et la classification des matériaux composites.
- Le chapitre trois est une partie pratique décrivant la synthèse de composites à base de PVC et les techniques de caractérisation associées.

- Le dernier chapitre est une interprétation des résultats obtenus.

Ce travail se termine par une conclusion générale qui résume les résultats obtenus, accompagnée d'une liste de références bibliographiques et d'une annexe.

CHAPITRE 1:

GÉNÉRALITÉS SUR LES POLYMÈRES

Chapitre 1

Généralités sur les polymères

1 Introduction

Les matériaux polymères sont principalement utilisés en raison de leurs propriétés mécaniques spécifiques et de leur facilité d'utilisation dans divers processus de fabrication. Ce chapitre a pour objectif de présenter les principes généraux et les concepts de base des polymères, ainsi que leur définition, classification, application et propriétés.

2 Définition des polymères

Un polymère, ou macromolécule, est un composé organique constitué d'une chaîne carbonée formée par la répétition d'unités fondamentales appelées monomères, reliées entre elles par des liaisons covalentes [3].

Un monomère est une molécule simple capable de se lier à d'autres monomères pour former un polymère. Il est principalement composé de carbone et d'hydrogène [4].

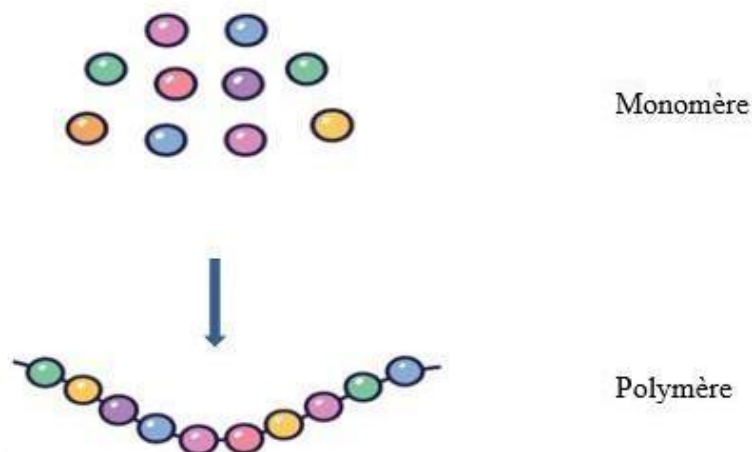


Figure 1.1 - Formation de polymère.

3 Classification des polymères

Les polymères peuvent être classés selon plusieurs critères :

3.1 Selon leur origine

3.1.1 Polymères naturels

Les polymères naturels proviennent des végétaux et des animaux. Ils jouent un rôle important, Parmi eux, on trouve la cellulose et l'amidon (polysaccharides), la laine et la soie (protéines), ainsi que le caoutchouc naturel [5].

3.1.2 Polymères artificiels

Les polymères artificiels sont obtenus par transformation chimique des polymères naturels afin de modifier certaines de leurs propriétés. Parmi eux, les esters cellulosiques, comme la nitrocellulose et l'acétate de cellulose, jouent un rôle économique significatif depuis longtemps [5].

3.1.3 Polymères synthétiques

Les polymères synthétiques, entièrement créés par l'homme, sont fabriqués par polymérisation de monomères [5].

3.2 Selon leur structure

3.2.1 Polymères linéaires (monodimensionnels)

Les polymères les plus basiques sont constitués d'une chaîne de monomères reliés entre eux dans une seule direction. Ces liaisons unidirectionnelles forment des macromolécules en forme de fil, que l'on appelle polymères linéaires (monodimensionnels) [4]. Exemple : le Téflon.



Figure 1.2 - Représentation de la chaîne d'un polymère linéaires.

3.2.2 Polymère ramifié (bidimensionnelle)

Lorsqu'un polymère linéaire subit des anomalies de polymérisation dans certaines situations, il devient un polymère ramifié [4].

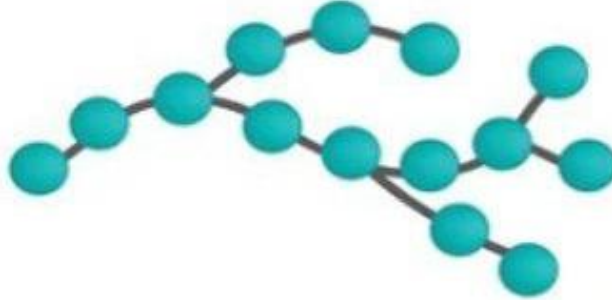


Figure 1.3 - Représentation de la chaîne d'un polymère ramifié (bidimensionnelle).

3.2.3 Polymères réticulés (tridimensionnels)

Certaines molécules peuvent se connecter entre elles, formant des structures réticulées. Cela crée des ponts entre les chaînes. Ces liaisons sont généralement tridimensionnelles, se développant dans les trois directions de l'espace et formant une structure en volume. Parfois, elles sont bidimensionnelles et se limitent à un plan [4].

Exemple : Caoutchouc.

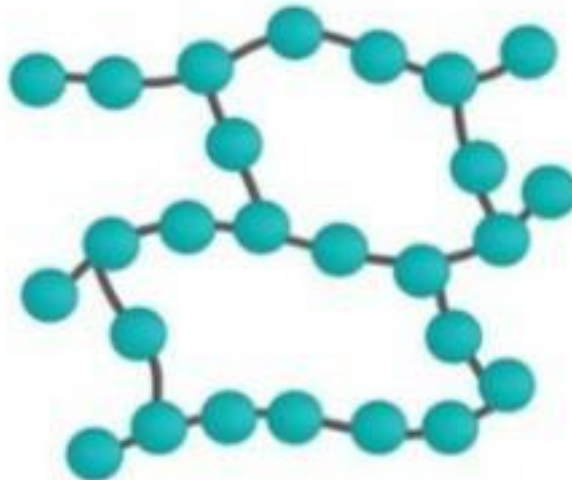


Figure 1.4 - Représentation de la chaîne d'un polymère réticulé (tridimensionnels).

3.3 Selon la composition de la chaîne polymère

3.3.1 Homopolymères

Les homopolymères sont des polymères constitués d'une seule et même unité répétée tout au long de la chaîne. Ils se forment par la répétition successive d'un même type de monomère, ce qui donne naissance à une structure linéaire du type A-A-A-A [6].

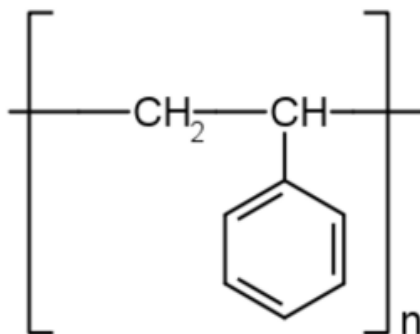


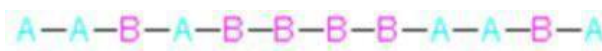
Figure 1.5 - la structure de polystyrène.

3.3.2 Copolymères

Les copolymères sont des polymères constitués de plusieurs types de monomères qui se répètent le long de la chaîne. En fonction de leur arrangement, ils peuvent être classés en différentes catégories, telles que les copolymères alternés, séquencés et statistiques [6].

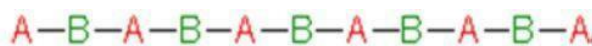
— Copolymère statistique :

Les monomères A et B sont répartis de manière aléatoire au sein des chaînes macromoléculaires, entraînant une distribution irrégulière des motifs A et B tout au long de la structure polymérique.



— Copolymère alterné :

Dans un copolymère alterné, les monomères A et B sont disposés de manière alternée le long des chaînes macromoléculaires, chaque monomère d'un type étant lié à un monomère de l'autre type. Un exemple de ce type de copolymère.



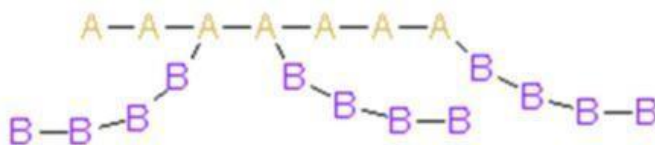
— Copolymères à bloc ou séquencés :

Ce type de copolymère se caractérise par l'alternance de blocs polymériques ou de séquences contenant le motif A et le motif B.



— Copolymère greffé :

Cela désigne l'attachement de chaînes de polymère à motif B sur une chaîne principale de polymère à motif A.



3.4 Selon le comportement thermique

Les polymères se classifient en trois catégories (Nous examinerons les détails dans le chapitre 2) :

- Thermoplastique.
- Thermodurcissable.
- Élastomère.

4 Propriétés des polymères

Les matériaux organiques, constitués uniquement de liaisons covalentes et de liaisons faibles entre atomes non métalliques, ne présentent pas d'électrons libres dans la bande de conduction. De ce fait, ils possèdent naturellement des propriétés isolantes, tant électriques que thermiques.

4.1 Propriétés mécaniques

Pour comprendre le comportement mécanique des polymères, il est essentiel de prendre en compte leur nature viscoélastique. Un polymère est souvent composé d'éléments à la fois visqueux et élastiques. Lorsqu'une contrainte est appliquée, sa réaction dépend de l'équilibre entre ces deux composants [8].

4.2 La transition vitreuse (T_g) et la fusion (T_f)

La transition vitreuse est le passage d'un polymère amorphe (ou de sa partie amorphe) d'un état solide et rigide à un état plus souple et caoutchouteux lorsqu'il est chauffé. Cette transition, notée T_g ou T_f , dépend de la capacité des chaînes polymériques à se déplacer. Plus ces chaînes sont mobiles, plus la transition se produit à une température basse [8].

4.3 Autres Propriétés

- Les propriétés optiques des matériaux incluent la transparence (comme celle des étuis de CD ou les bouteilles d'eau), la translucidité, l'opacité et la couleur.

- Pour les propriétés électriques et électro-optiques, les polymères sont souvent utilisés comme isolants électriques dans les circuits et les câbles. Certains polymères peuvent également conduire l'électricité, soit naturellement, soit en ajoutant des particules de carbone conductrices.

5 Application des polymères

Les polymères occupent un rôle crucial dans de nombreux domaines, grâce à leur grande diversité et à leurs propriétés variées, qu'elles soient mécaniques, thermiques, électriques ou chimiques. Leur utilisation s'étend à tous les aspects de la vie quotidienne, les rendant incontournables. Autrefois critiqués, ils ont su redorer leur image grâce aux avancées constantes de leurs caractéristiques.

- Les polymères sont largement utilisés dans l'emballage, que ce soit pour les aliments, les produits ménagers ou le transport.
- Ils sont également utilisés dans de nombreux secteurs, tels que la construction, l'automobile, l'électroménager, le textile, l'électricité, les loisirs et l'agriculture.
- Pour des applications industrielles, certains polymères sont modifiés, par exemple en ajoutant ou en fixant des réactifs. Les plastiques légers et les mousses, qui sont des mélanges de polymère et d'air, permettent également de créer de nouveaux matériaux [7].

CHAPITRE 2:

MATÉRIAUX COMPOSITES

Chapitre 2

Matériaux composites

1 Introduction

Ce chapitre est divisé en deux parties. La première partie décrit les matériaux composites ; les matériaux composites combinent les propriétés de deux ou plusieurs matériaux qu'une matrice ou une fibre ne peuvent atteindre lorsqu'elles sont utilisées séparément. Cette partie est suivie d'une classification de ces matériaux est présentée. Enfin, ce chapitre présente l'état de l'art sur les matériaux composites.

2 Définition de matériau composite

Tout au long de l'histoire, les matériaux composites ont joué un rôle essentiel dans le domaine de la construction [9]. Un matériau composite est un matériau solide et varié, composé de plusieurs éléments distincts, dont la combinaison confère à l'ensemble des caractéristiques que les composants pris individuellement ne possède [10]. Un matériau composite est constitué de deux éléments principaux : une matrice et un système de renfort.

- Matrice : Le polymère, qui constitue généralement la matrice, agit comme un support et facilite le transfert des forces aux propriétés
- Système de renfort : optimise les propriétés mécaniques du matériau.

Ainsi, les caractéristiques des composants sont combinées pour produire un matériau aux méca-niques, thermiques, physiques et chimiques avancées [11].

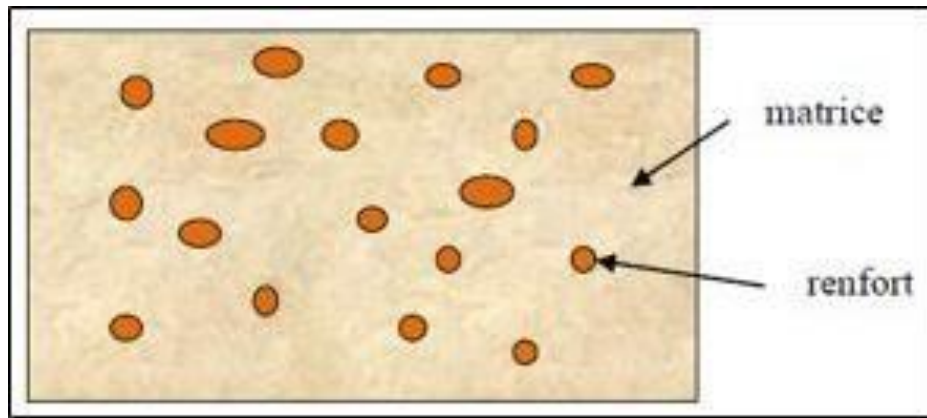


Figure 2.1 - Matériau composite.

2.1 Matrice

Le rôle de la matrice est d'accueillir les renforts. Elle permet de maintenir la disposition et l'orientation des fibres [12], de répartir les contraintes, de stabiliser la structure et de donner au composite la forme souhaitée. Il est possible d'utiliser des polymères thermoplastiques ou des polymères thermodurcissables [13].

2.1.1 Thermoplastique

Les polymères thermoplastiques sont constitués de monomères linéaires ou légèrement ramifiés, qui se répètent pour former une chaîne polymérique. Sous l'influence de la chaleur, ces matériaux se ramollissent en raison de l'augmentation des mouvements au sein des chaînes moléculaires. Lorsqu'ils refroidissent, ils durcissent et prennent la forme souhaitée. Ce cycle de ramollissement par chauffage et de solidification par le refroidissement peut être répété de manière infinie. Contrairement aux résines thermodurcissables, il n'y a pas de réaction chimique permanente qui modifie la structure de ces matériaux. Il s'agit uniquement d'un réarrangement des liaisons intermoléculaires, notamment du volume libre. Cette propriété confère aux thermoplastiques une excellente capacité de recyclage [14].

Les polymères thermoplastiques constituent une large famille de matériaux plastiques, notamment le polychlorure de vinyle (PVC) et le polystyrène (PS) [3].

2.1.2 Thermodurcissables

Les polymères thermodurcissables durcissent de manière permanente au cours de leur synthèse, ce qui rend leur transformation irréversible. Ce sont les matrices les plus couramment utilisées dans la fabrication des matériaux composites [13]. Une fois refroidis après le moulage, ces plastiques prennent une forme définitive et ne peuvent plus être ramollis par la suite. Bien que leur mise en œuvre soit plus complexe, ils permettent d'obtenir des matériaux d'une grande solidité et d'une excellente résistance aux contraintes chimiques et thermiques [15].

2.2 Renfort

Toutes les structures fibreuses peuvent être utilisées comme renfort dans les matériaux composites, contribuant ainsi à leur résistance et à leur rigidité. Selon leur géométrie, ces structures sont divisées en deux catégories : les matériaux composites en fibres discontinues et les matériaux composites en fibres continues [16].

2.3 Additif

Pour améliorer les propriétés mécaniques du polymère, plusieurs produits peuvent être incorporés, notamment des charges renforçantes telles que des charges sphériques creuses dont la taille varie de 5 à 150 μm . En outre, des charges non renforçantes sont parfois ajoutées pour réduire le coût des matrices polymères. De plus, des additifs tels que des colorants ou des agents de démoulage sont fréquemment utilisés dans la conception des structures de matériaux composites [17].

2.4 Charge

Une charge désigne élément de renforcement rigide ajouté à une matrice polymère afin d'améliorer ses propriétés mécaniques. Plusieurs facteurs déterminent ces charges, notamment leur structure (taille, forme, facteur d'aspect), leur surface spécifique et leur interaction avec le polymère. Ces facteurs déterminent la qualité de la dispersion des charges dans la matrice polymère.

En pratique, différents types de charges sont utilisés, tels que le noir de carbone, la silice, l'argile, les whiskers et les nanotubes de carbone [18].

3 Composites renforcés par des fibres

Les composites renforcés par des fibres sont constitués de fibres comme renfort et d'un polymère comme matrice [19]. Les polymères renforcés par des fibres sont reconnus pour leur excellent rapport résistance/poids, ce qui les rend idéaux pour les industries aérospatiale et automobile. Leur performance élevées et leur légèreté en font des matériaux de choix dans ces domaines [20]. Il y a des fibres naturelles, des fibres minérales, des fibres synthétiques et des fibres hybrides.

3.1 Les fibres naturelles

Les fibres naturelles sont largement utilisées dans l'industrie textile, notamment dans l'habillement et l'ameublement. Grâce à leurs propriétés mécaniques particulières et à leur caractère renouvelable, elles sont également utilisées dans divers secteurs industriels tels que l'emballage et l'automobile. Plusieurs types de fibres végétales sont utilisés dans les composites, parmi lesquels le chanvre, le lin, le jute, le kenaf, le sisal, la ramie et le palmier [19].

Les fibres végétales sont divisées en trois catégories principales [19] :

- Fibres issues des graines ou des fruits, comme les fibres de coton et la fibre de coco.
- Fibres provenant des feuilles, telles que le sisal, l'abaca et l'alfa.
- Fibres libériennes ou fibres de tige, comprenant le lin, le jute, le chanvre et la ramie.

3.1.1 Constituants des fibres naturelles

Les fibres naturelles, qu'elles soient extraites des tissus libériens, de graines ou de bois, sont principalement constituées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine, dont les proportions varient selon le type de fibre. Elles contiennent également divers autres composés, tels que des protéines, des pectines et des cires, qui influencent leurs propriétés. Les trois principaux constituants des fibres naturelles : La cellulose, l'hémicellulose et la lignine [21].

— Cellulose :

La cellulose est le polymère organique le plus répandu sur Terre. Il s'agit d'un polysaccharide linéaire homopolymère de formule $(C_6H_{10}O_5)_n$, constitué de répétitions d'unités de D- anhydro-glucose reliées par des liaisons β -(1,4) glucosidique. Son unité structurale de base est appelée cellobiose [22].

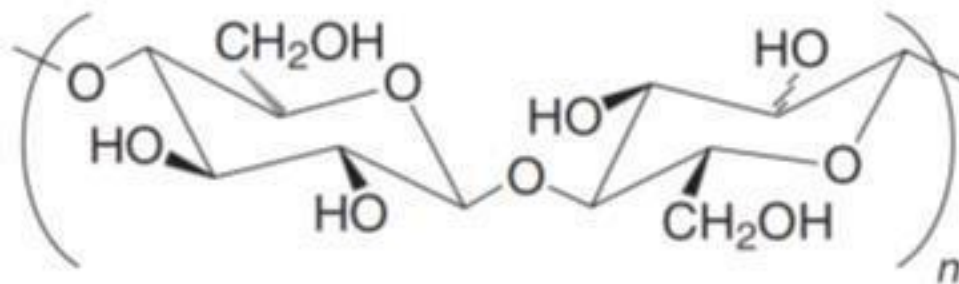


Figure 2.2 - La structure de la cellulose.

— Hémicellulose :

L'hémicellulose est un ensemble de polysaccharides composés de différents monomères tels que le D-xylopyranose, le D-glucopyranose et le D- galactopyranose et d'autres. Contrairement à la cellulose, qui est un polymère linéaire, l'hémicellulose se caractérise par sa structure ramifiée et la variété des sucres qui la composent. De plus, leur composition varie d'une espèce végétale à l'autre, ce qui leur confère des propriétés spécifiques [22].

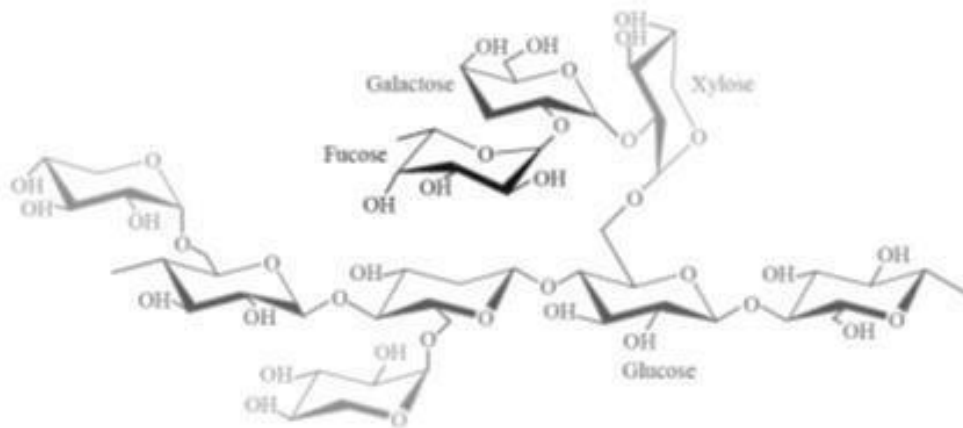


Figure 2.3 - La structure chimique de L'hémicellulose (xyloglucanes).

— Lignine :

La lignine est un polymère organique à structure tridimensionnelle complexe, composé d'unités aliphatiques et aromatiques. Elle joue un rôle essentiel dans le renforcement des parois cellulaires des plantes, contribuant ainsi à leur rigidité et à leur résistance [22].

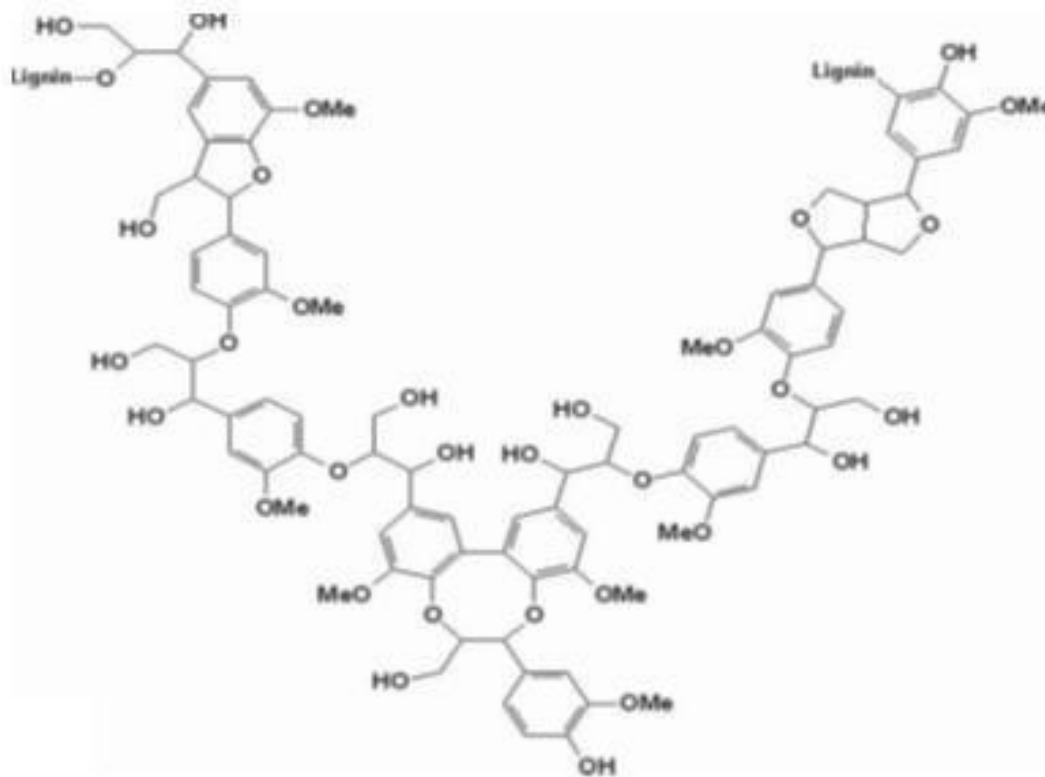


Figure 2.4 - la structure chimique de lignine.

3.2 Fibres minérales

Les fibres minérales sont largement utilisées dans la synthèse des matériaux de friction. Elles offrent une excellente résistance mécanique et une faible conductivité thermique, ce qui en fait de très bons isolants thermiques [23].

3.3 Fibres synthétiques

Les fibres synthétiques sont obtenues par des procédés chimiques et sont entièrement fabriquées par l'homme. Les plus courantes sont les fibres d'aramide, de carbone ou de verre [3]. En général, ces fibres ont d'excellentes propriétés mécaniques, notamment une grande résistance, un module élevé et une faible densité [24].

3.4 Fibre hybride

Le terme « composite hybride » est généralement utilisé pour désigner une matrice contenant au moins deux types de renforts (naturels, synthétiques ou un mélange des deux) [25]. Les fibres hybrides

améliorent les propriétés thermiques, mécaniques et d'amortissement par rapport aux composites renforcés par une seule fibre [3].

4 Travaux antérieurs (état de l'art)

Les matrices thermoplastiques se caractérisent par des propriétés mécaniques insuffisantes ; ces propriétés sont améliorées par l'incorporation de charges présentant une meilleure résistance thermique et mécanique ainsi qu'une bonne stabilité dimensionnelle. La matrice la plus courante est le polychlorure de vinyle (PVC) utilisé dans la fabrication des tuyaux. Ces dernières années, un nombre considérable de recherches ont été menées dans le domaine des composites basés sur des polymères thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles.

- Adediran et al. (2021) [26] ont étudié le renforcement d'une matrice en PVC avec des fibres de bambou traitées (5 % à 30 % en poids) et des grains de noix de coco (2, 4, 6 et 8 % en poids). Ils ont constaté que la résistance à la traction, le module d'élasticité et le module de rupture augmentent en fonction du taux de fibres de bambou dans la matrice.
- Zheng et al. (2007) [26] ont montré que l'ajout de fibres de bagasse traitées améliorait les propriétés mécaniques du composites en termes de résistance à la traction et aux chocs.
- M. A. Binhussain et al. (2021) [26] ont combiné des déchets des feuille de palmier dattier (DPLF) avec des matrices plastiques (PVC, PS et PC). Cette étude visait à recycler les déchets plastiques en synthétisant des composites destinés à être utilisés dans des applications extérieures telles que l'isolation thermique. Selon les résultats de l'étude, un taux de charge de 10 à 20 % en DPLF et une taille de fibre inférieure à 125 μm confèrent au composite la meilleure résistance à la traction, tandis qu'à des taux de charge plus élevés (30 - 40 %), des fibres de 250 - 500 μm confèrent au composites une résistance à la rupture optimale. Ces auteurs ont clairement démontré l'efficacité de l'utilisation des fibres naturelles comme renforts dans les résines thermoplastiques en étudiant l'effet de prétraitement des fibres du palmier dattier sur les propriétés thermophysiques des blends PVC/PEHD.

CHAPITRE 3:
TECHNIQUES EXPERIMENTALES
D'ÉLABORATION ET DE CARACTERISATION

Chapitre 3

Techniques expérimentales d'élaboration et de caractérisation

1 Introduction

Ce chapitre présente une description des matériaux utilisés dans notre étude, notamment le polychlorure de vinyle (PVC) et les feuilles de mandarines. ensuite, il expose la méthode d'élaboration des composites à base de PVC. Il présente aussi les différentes techniques utilisées pour leurs caractérisation : la spectroscopie infrarouge à transformée de fourier (FTIR) pour l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau, le test d'absorption d'eau, ainsi que l'analyse mécanique visant à évaluer les propriétés mécaniques des composites.

2 Matériaux utilisés

Dans notre étude, nous avons utilisé le polychlorure de vinyle (PVC) comme matrice composite et des feuilles de mandarine comme renfort.

2.1 Polychlorure de vinyle

Dans notre étude, on utilise comme polymère le polychlorure de vinyle (PVC), qui est un matériau thermoplastique largement utilisé dans plusieurs domaines industriels. Les propriétés du PVC sont présentées dans le tableau [3.1](#).

Tableau 3.1 - Caractéristiques du polychlorure de vinyle (PVC). [27]

Forme	Granules
Couleur	Blanc
Type	Polymère thermoplastique
Densité (g/cm ³)	0.43 - 0.50
Teneur en eau (%)	≤ 0.3
Résistance mécanique et chimique	Bonnes résistances

2.2 Feuilles de mandarin

Pour cette étude, les feuilles de mandarine (figure 3.1) ont été collectées à partir de ressources agricoles dans la région de Skikda en Algérie. Les feuilles de mandarine sont des déchets naturels. Les constituants chimiques des fibres de feuilles de mandarinier sont listés dans le tableau 3.2.



Figure 3.1 - Matériau composite.

Tableau 3.2 - Constituants chimiques des fibres des feuilles de mandarine. [28]

Constituants	Valeur
Cellulose	30%-60%
Hemicellulose	20%-40%
Lignine	10%-25%
Extractives	-

3 Techniques expérimentales d'élaboration des composites

Notre étude porte sur le développement de composites PVC/feuilles de mandariniers.

3.1 Préparation des fibres de feuilles de mandarine

La Première étape consiste à lavée soigneusement les feuilles de mandarine avec de de l'eau et du savon liquide, puis à les laisser sécher pendant 24 heures dans les conditions ambiantes selon le climat et pendant 2 heures dans l'étuve à 80 °C (figure 3.2).



Figure 3.2 - Séchage du FM dans l'étuve à 80 °C (Source : Auteur).

- La deuxième étape consiste à broyer finement les feuilles de mandarine à l'aide d'un moulin, puis à les broyer finement à l'aide d'un moulin à café domestique (figure 3.3).
- La troisième étape consiste à les tamiser pour obtenir une poudre fine.



Figure 3.3 - Feuille de mandarine broyées par un moulin à café domestique (Source : Auteur).

3.2 Élaboration des composites PVC / feuilles de mandarine

Le polychlorure de vinyle (PVC) a été renforcé par des fibres naturelles (feuilles de mandarine). Les composites ont été élaborés à l'entreprise ENICAB de Biskra. Le tableau 3.3 montre les différentes formulations et proportions du PVC et de fibres FM.

Tableau 3.3 - Formulations et proportions des différents composites.

Mélanges	PVC	Feuilles de mandarine (FM)
M0 (PVC/FM 0 %)	100 % (100 g)	0 % (0 g)
M1 (PVC/FM 5 %)	95 % (190 g)	5 % (10 g)
M2 (PVC/FM 10 %)	90 % (180 g)	10 % (20 g)
M3 (PVC/FM 15 %)	85 % (170 g)	15 % (30 g)
M4 (PVC/FM 20 %)	80 % (160 g)	20 % (40 g)

3.2.1 Calandrage

Pour obtenir le matériau, on a utilisé un malaxeur de type Schwabenthan polymix 200p (figure 3.4). Après la préparation des mélanges selon le tableau 3.3, chaque mélange est introduit dans la machine de calandrage afin d'obtenir des bandes (figure 3.5).



Figure 3.4 - Machine de calandrage Schwabenthan polymix 200 (Source : Auteur).



Figure 3.5 - Une bande de PVC vierge obtenue par calandrage (Source : Auteur).

3.2.2 Moulage

Les bandes obtenues lors du processus de calandrage sont découpées et les peser à 160 g. Ces échantillons sont placés dans un moule entre deux plaques d'aluminium, puis pressés à une température de 170 °C sous une pression de 300 bar. Ce procédé permet d'obtenir des plaques d'une épaisseur de 2 mm. (figure 3.6).



Figure 3.6 - Une presse hydraulique Schwabenthan polystat 300 S (Source : Auteur).

4 Techniques de caractérisation des composites

Un certain nombre de tests ont été effectués pour caractériser les propriétés et les performances des matériaux composites élaborés.

4.1 Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie est une technique qui étudie de manière quantitative les interactions entre la lumière et la matière. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) permet d'identifier la nature d'un matériau ainsi que la présence de certaines liaisons chimiques. Elle offre ainsi la possibilité de déterminer les groupes fonctionnels caractéristiques présents dans une molécule [29].

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est une méthode analytique qui repose sur l'absorption du rayonnement infrarouge par une substance. Cette technique permet d'identifier les groupes fonctionnels présents dans un matériau en détectant les vibrations moléculaires caractéristiques. Lorsque l'énergie du rayonnement infrarouge correspond à celle d'une vibration moléculaire, la molécule absorbe cette énergie, ce qui provoque une diminution de l'intensité du rayonnement transmis ou réfléchi. Le domaine spectral entre 4000 et 400 cm^{-1} correspond aux énergies des vibrations des liaisons chimiques dans les molécules [30].

Le domaine infrarouge (IR) du spectre électromagnétique se divise généralement en trois régions en fonction des longueurs d'onde [31] :

- L'infrarouge lointain, situé entre 25 et 1000 μm (soit 10 à 400 cm^{-1}) ;
- L'infrarouge moyen, qui s'étend de 2,5 à 25 μm (soit 400 à 4000 cm^{-1}) ;
- L'infrarouge proche, couvrant la plage de 0,75 à 2,5 μm (soit 4000 à 13 000 cm^{-1}).

Les analyses spectroscopiques infrarouges des différents échantillons ont été réalisées à l'aide d'un spectromètre Agilent Cary 630 FTIR (Figure 3.7) installé dans le laboratoire des plateformes techno-logiques d'analyses physico-chimiques CRAPC Biskra.



Figure 3.7 - Spectromètre Agilent Cary 630 FTIR (Source : Auteur).

4.2 Test d'absorption d'eau

Pour nos échantillons, le test d'absorption d'eau a été réalisé au laboratoire de chimie appliquée (LCA) de l'université de Biskra.

Nous avons coupé des morceaux carrés de nos échantillons et on les nous les mettons dans l'étuve pendant 2 heures à 50 °C. On a ensuite pesé (m_0) à l'aide d'une balance analytique de précision. Par la suite, ils ont été immergés dans des béchers contenant de l'eau distillée, leur masse a été relevée toutes les 24 heures (figure 3.8). Le pourcentage d'absorption d'eau a été calculé à l'aide de l'équation suivante :

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

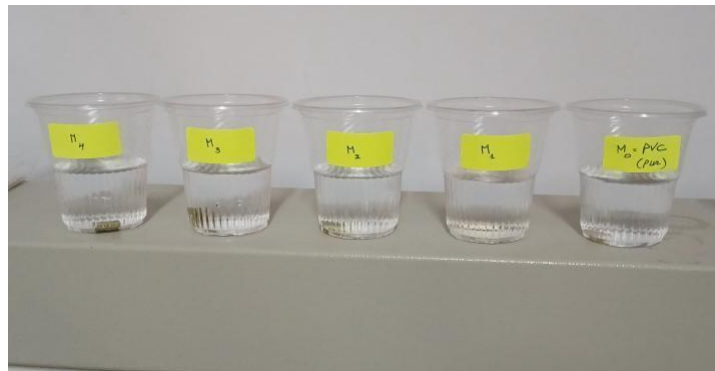


Figure 3.8 - Test d'absorption d'eau (Source : Auteur).

4.3 Tests mécaniques

4.3.1 Test de traction

L'essai de traction est une méthode expérimentale largement utilisée pour caractériser le comportement mécanique des matériaux. Il permet d'établir des relations entre les contraintes appliquées, les déformations induites et leur évolution dans le temps.

Dans ce test, une force de traction est exercée sur une éprouvette cylindrique d'une longueur initiale $L_0 = 64$ mm. Cette dimension a été soigneusement choisie, car la précision dans la mesure des dimensions de l'éprouvette influence directement la fiabilité des résultats obtenus.

Au cours de l'essai, la force (F) appliquée par la machine ainsi que l'allongement progressif de l'éprouvette sont enregistrés. On observe généralement que l'effort augmente avec l'allongement, atteint un maximum, puis diminue jusqu'à la rupture de l'éprouvette.

Dans notre étude, des essais de traction ont été réalisés sur les composites : Résistance à la traction et allongement à la rupture. Ces essais ont été effectués à partir d'une machine d'essai de traction Zwick/Roell Z050 au laboratoire de "l'ENICAB" à Biskra, (figure 3.9).



Figure 3.9 - Machine de traction de type Zwick/Roell (Source : Auteur).

— Préparation de l'éprouvette :

Les essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes découpées à la dimension standard (selon la norme ASTM D 638) à l'aide d'un emporte-pièce (figure 3.10). Pour chaque échantillon, trois éprouvettes ont été testées sur une machine d'essai de traction Zuick/Roell.



Figure 3.10 - Préparation des éprouvettes (Source : Auteur).

— Etapes de l'essai :

- La première étape consiste à mesurer la longueur et la largeur de l'éprouvette à l'aide d'un pied à coulisse, puis à entrer ces données dans l'ordinateur.
- L'éprouvette doit être placée correctement dans la machine d'essai de traction. Elle doit être centrée entre les mors supérieurs et inférieurs de la machine.
- Une fois la machine démarrée, elle commence automatiquement à tracer la courbe de traction.

4.3.2 Dureté Shore A

La dureté Shore se réfère au degré auquel la surface d'un matériau plastique ou élastomère résiste à la pénétration de la bille ou la pointe, et se mesure à l'aide d'un duromètre Shore (figure 3.11).



Figure 3.11 - Durometre Shore A (Source : Auteur).

Mode operateur :

- Tout d'abord, l'appareil est pris en main pour être testé.
- Placer la partie avec le point perpendiculairement et régulièrement sur la surface de l'échantillon (figure 3.12).
- Cinq mesures sont prises et la moyenne est calculée pour déterminer la dureté avec plus de précision.



Figure 3.12 - Test de la dureté Shore (Source : Auteur).

4.3.3 Stabilité thermique

— Appareillage d'essai :

- Tubes en verre.
- Papier indicateur de pH.
- Thermostat pour maintenir une température constante de 200°C.
- Pour réaliser le test, utiliser un bain d'huile.
- Thermomètre gradué.
- Chronomètre.

— Mode opératoire :

- Deux échantillons de chaque mélange sont prélevés sous forme de bandes et coupés en petits morceaux avant d'être placés dans des tubes à essai.
- Placer le papier indicateur de pH dans le tube à essai (figure 3.13).
- Mesurer le temps nécessaire pour que l'indicateur de pH passe au rouge, puis retirer les tubes.
- Tubes contenant les échantillons sont immergés dans le bain thermique jusqu'à un niveau de 50 ml et soumis à une température contrôlée (figure 3.14).



Figure 3.13 - Des tubes pour l'essai de stabilité thermique (Source : Auteur).



Figure 3.14 - Appareil thermostatique (Source : Auteur).

CHAPITRE 4:

RESULTATS ET DISCUSSIONS

Chapitre 4

Résultats et discussions

1 Introduction

Ce chapitre présente et discute les résultats de notre recherche. Les feuilles de mandarine, classées parmi les fibres naturelles, sont utilisées sous forme de poudre fine après séchage et broyage, en tant qu'additif au PVC. Une série d'analyses a été réalisée, incluant des analyses spectroscopiques, des tests d'absorption d'eau ainsi que des tests mécaniques sur les composites PVC/ feuilles de mandarine.

2 Spectroscopie infrarouge FTIR des composites PVC/ feuilles de mandarine

Afin de confirmer la structure des constituants du composite (PVC / feuilles de mandarine), une étude structurale par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier FTIR a été réalisée sur le PVC vierge, les feuilles de mandarine ainsi que sur un composite les contenant.

2.1 Spectroscopie infrarouge FTIR du PVC

L'étude de spectroscopie infrarouge FTIR du PVC (figure 4.1, Tableau 4.1) a montré que les fréquences caractéristiques des différents groupements fonctionnels sont les suivantes :

Deux pics à 2921.21 cm^{-1} et 2856.06 cm^{-1} sont attribués respectivement aux vibrations d'élongation symétriques et asymétriques des liaisons C-H du groupe -CH₂ [32]. En outre, le pic à 1718.93 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation C=O carbonyle, et un pic à 1415.15 cm^{-1} est attribué au vibration de déformation de la liaison C-H [33].

De plus, une pic à 710.60 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation de la liaison C-Cl [34].

Tableau 4.1 - Fréquences d'absorption caractéristiques des différents groupements fonctionnels du PVC.

Groupement fonctionnel	C-H alcane élongation	C=O carbonyle	C-H déformation	C-CL
Longueur d'onde (Cm ⁻¹)	2921.21 2856.06	1718.93	1415.15	710.60

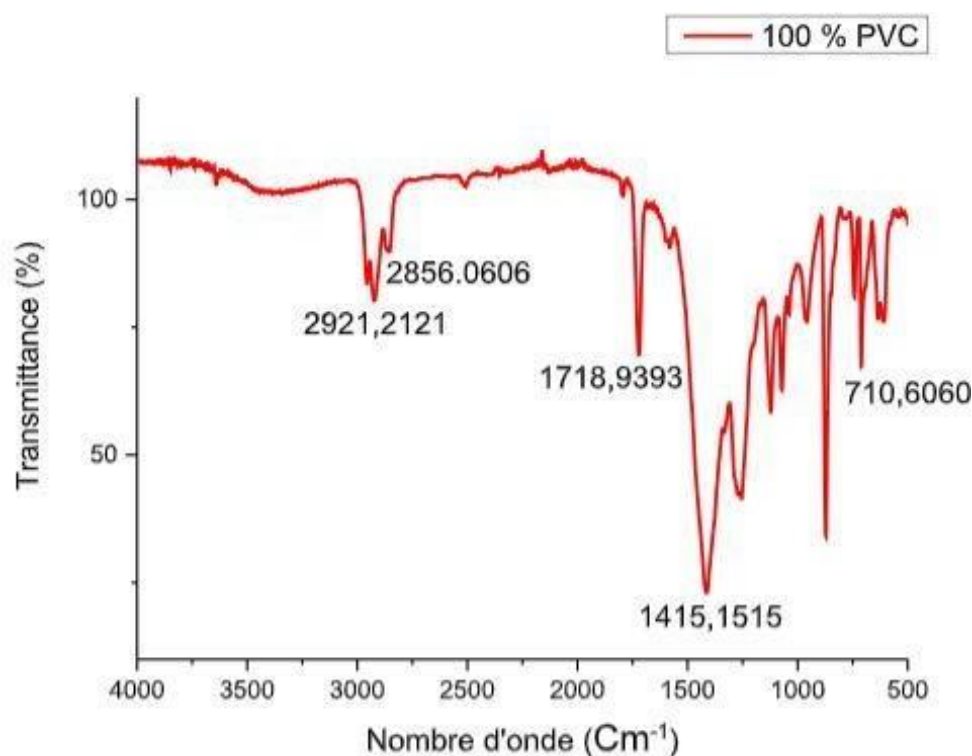


Figure 4.1 - Spectre FTIR du PVC.

2.2 Spectroscopie infrarouge FTIR des feuilles de mandarine

L'étude de spectroscopie infrarouge FTIR de feuilles de mandarine (figure 4.2, Tableau 4.2) a montré que les fréquences caractéristiques des différents groupements fonctionnels sont les suivantes : Un large pic observé à 3373.48 cm⁻¹ correspond à la vibration d'élongation des groupes OH dans les celluloses et les lignines. Les pics à 2927.27 cm⁻¹ et 2843.18 cm⁻¹ sont attribués respectivement aux vibrations d'élongation symétriques et asymétriques des liaisons C-H du groupe -CH₂ des fragments de lignine et de cellulose [35].

En outre, le pic à 1725,15 cm⁻¹ correspond à la vibration d'élongation C=O de l'hémicellulose [36]. De plus, le pic à 1169,69 cm⁻¹ correspond à la vibration C-O-C des liaisons β-glucosidiques de la cellulose et de l'hémicellulose, tandis que le pic à 1021.21 cm⁻¹ est attribué à la vibration d'élongation de la liaison C-O de la cellulose [37].

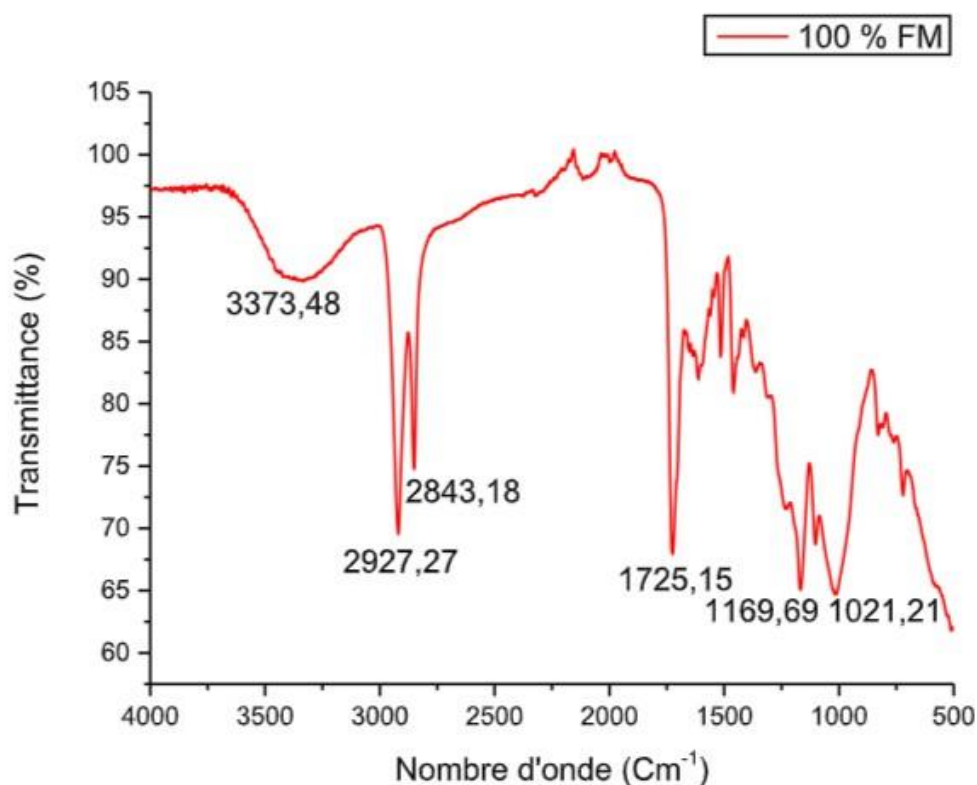


Figure 4.2 - Spectre FTIR de feuilles de mandarine.

Tableau 4.2 - Fréquences d'absorption caractéristiques des différents groupements fonctionnels de feuilles de mandarine.

Groupe- ment fonctionnel	O-H élongation	C-H alcane élongation	C=O élongation	C-O-C vibration	C-O élongation
Longueur d'onde (Cm ⁻¹)	3373.48	2927.27 2843.18	1725,15	1169,69	1021,21

2.3 Spectroscopie infrarouge FTIR du composite PVC/ feuilles de mandarine

Cette étude a montré que les bandes d'absorption des feuilles de mandarine sont incluses dans le spectre du composite PVC/feuilles de mandarine 15 % (Figure 4.3), (voir 2.1 Spectroscopie infrarouge FTIR du PVC et 2.2 Spectroscopie infrarouge FTIR des feuilles de mandarine). Une similitude d'allure est observée, confirmant l'incorporation de la poudre des feuilles de mandarine dans la matrice polymère (PVC) (figure 4.4).

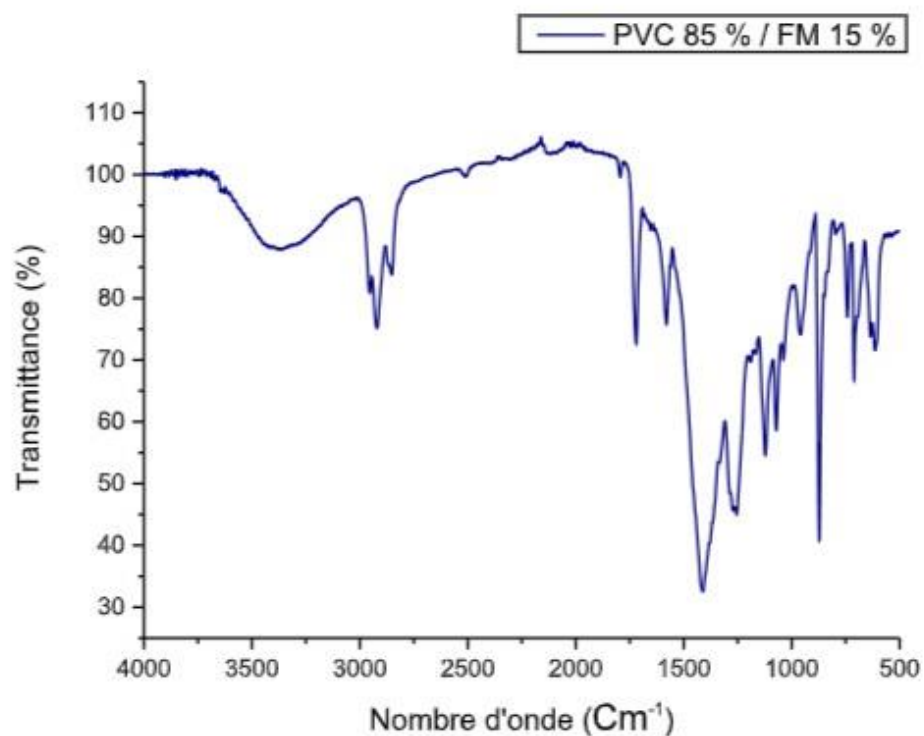


Figure 4.3 - Spectre FTIR du composite PVC/ feuilles de mandarine.

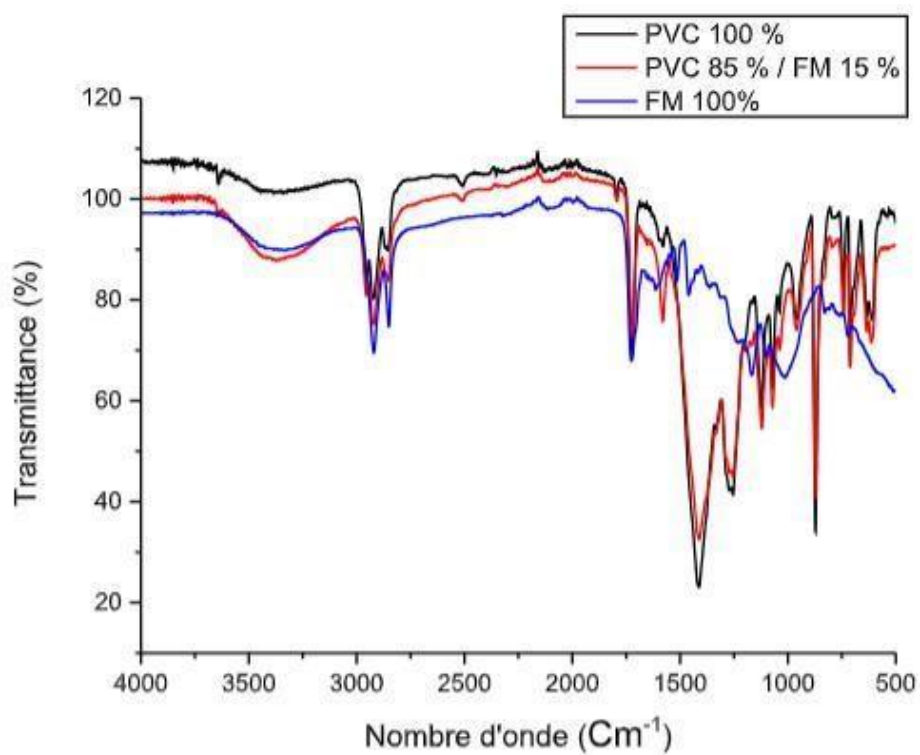


Figure 4.4 - Spectres FTIR du PVC, feuilles de mandarine et le composite PVC / feuilles de mandarine 15 %.

3 Test d'absorption d'eau des composites PVC/ feuilles de mandarine

Le caractère absorbant des fibres de feuilles de mandarine a été évalué par une étude d'absorption de l'eau distillée en fonction du temps, dont les résultats sont présentés dans la figure 4.5.

D'après ces courbes, l'absorption d'eau progresse avec l'augmentation du taux de fibres dans le composite. On observe que le composite contenant le taux de fibres de 20 % (M4) présente l'absorption maximal parmi tout les composites. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus dans les travaux de CHELALI. H. [8].

Le composé M1 absorbe moins d'eau, ce qui permet de dire que les fibres de feuilles de mandarine se mélangent bien à la matrice organique, ce qui se traduit par une moindre absorption d'eau. En outre, plus la teneur en fibres augmente, plus les propriétés se détériorent (les fibres absorbent plus).

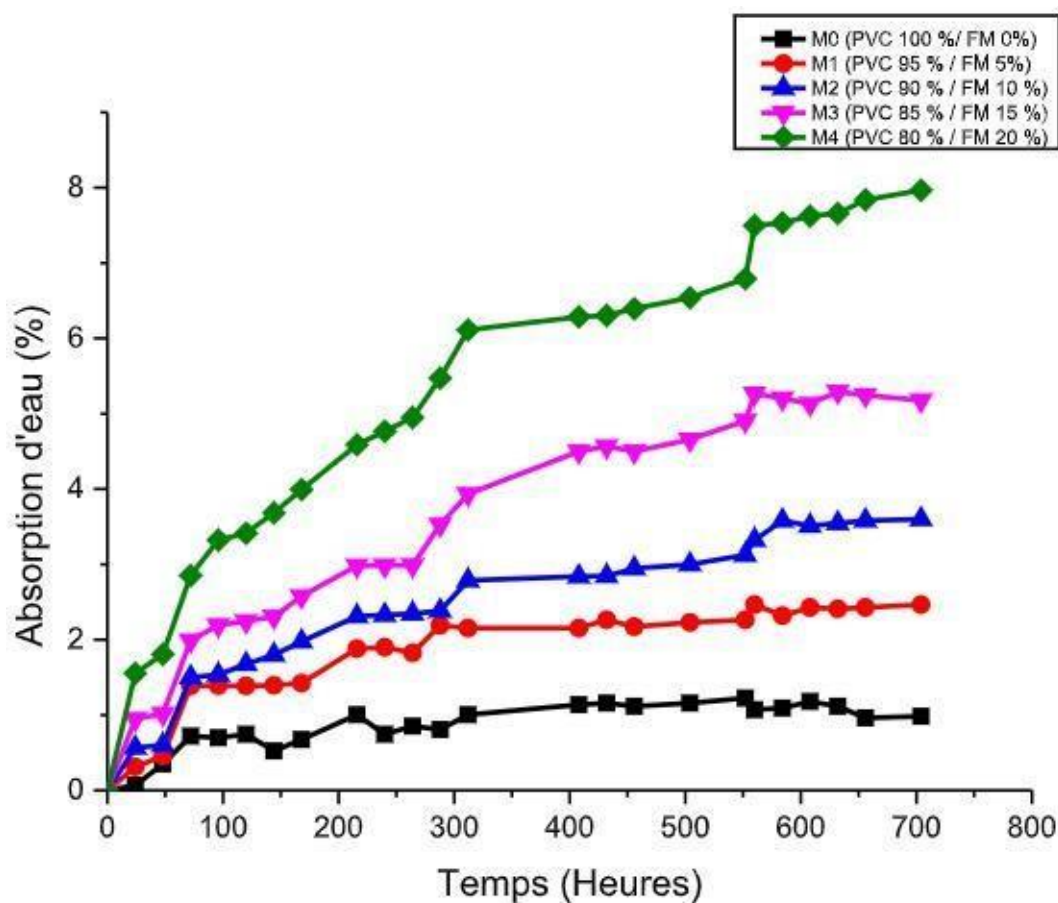


Figure 4.5 - Absorption d'eau du PVC et des différents composites PVC/ feuilles de mandarine.

4 Tests mécaniques des composites PVC/ feuilles de mandarine

Des analyses mécaniques, concernant la résistance à la rupture, l'allongement à la rupture, la dureté Shore et la stabilité thermique, ont été réalisées sur des composites contenant 5 %, 10 %, 15 % et 20

% de fibres de feuilles de mandarine.

4.1 Résistance à la rupture des composites PVC/ feuilles de mandarine

L'étude de la résistance à la rupture des composites (Figure 4.6 , Tableau 4.3) a montré que cette propriété diminue avec l'augmentation du taux de fibres dans la structure. On constate que le composite contenant de 5 % de fibres (M1) présente la résistance à la rupture la plus élevée parmi tous les composites avec une valeur de 11,8 MPa, ce qui explique que l'homogénéité de la structure se manifeste à partir d'un taux de fibres de 5 %. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus dans les travaux de Boussehel.H. et al. [38]. Ce qui confirme les résultats de les résultats d'absorption d'eau (voir 3. Test d'absorption d'eau des composites PVC/ feuilles de mandarine).

L'augmentation du taux d'ajout de fibres au polymère PVC ne fait que diminuer les propriétés mécaniques des composites (résistance à la rupture) [39]. A cet effet, on note que les valeurs de résistance à la rupture des composites M2 (9,57 MPa), M3 (9,85 MPa) et M4 (9,67 MPa) sont très proches, ce qui peut être associé à la nature de la matrice thermoplastique, qui limite les propriétés mécaniques pour un taux de fibres spécifique.

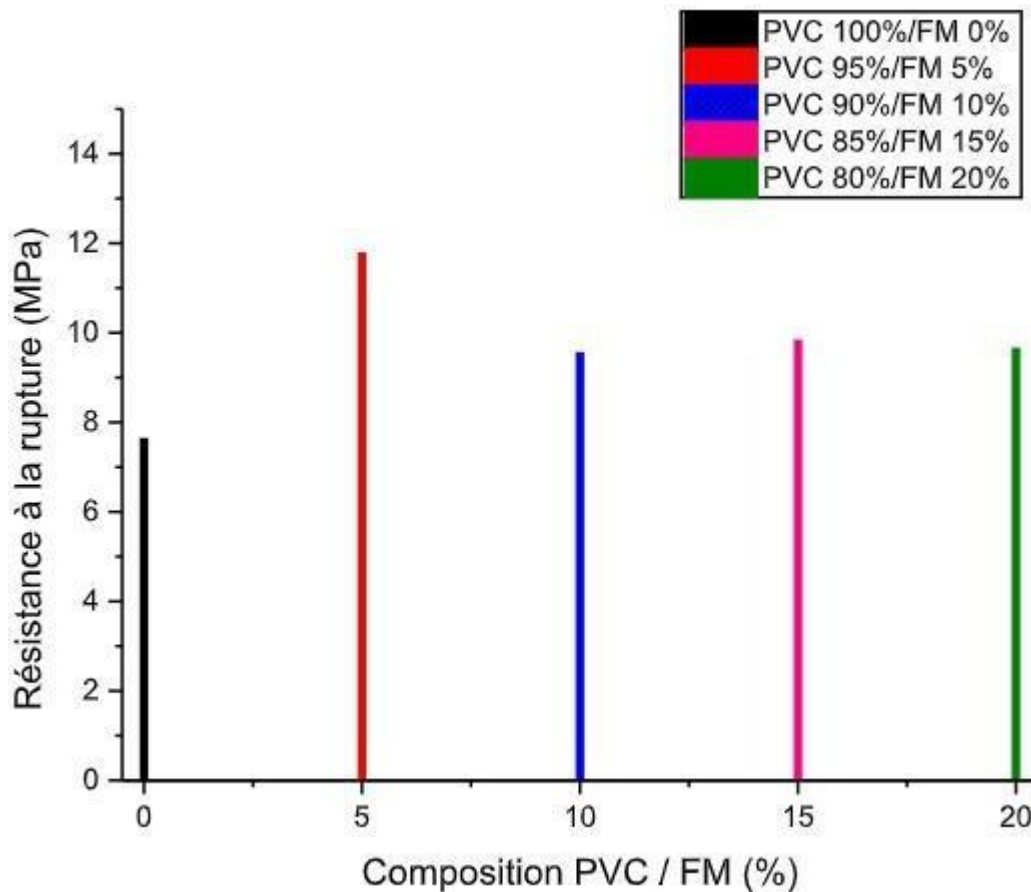


Figure 4.6 – Evolution de la résistance à la rupture du PVC et des différents composites PVC/ feuilles de mandarine.

Tableau 4.3 - Résultats de la résistance à la rupture du PVC et des différents composites PVC/feuilles de mandarine.

Composite	M0	M1	M2	M3	M4
Résistance à la rupture (MPa)	7.65	11.8	9.57	9.85	9.67

4.2 Allongement à la rupture des composites PVC/ feuilles de mandarine

L'étude de l'allongement à la rupture des composites (figure 4.7) a montré que l'allongement à la rupture diminue avec l'augmentation du taux de fibres, par rapport au PVC vierge. Le PVC vierge présente la valeur maximal M0 (256.6 %) d'allongement à la rupture, ce qui s'explique par le caractère thermoplastique du polymère PVC, cela permet une grande capacité à se déformer avant la rupture. Autrement dit, le caractère thermoplastique est réduit et la rigidité est augmentée dans les autres composites.

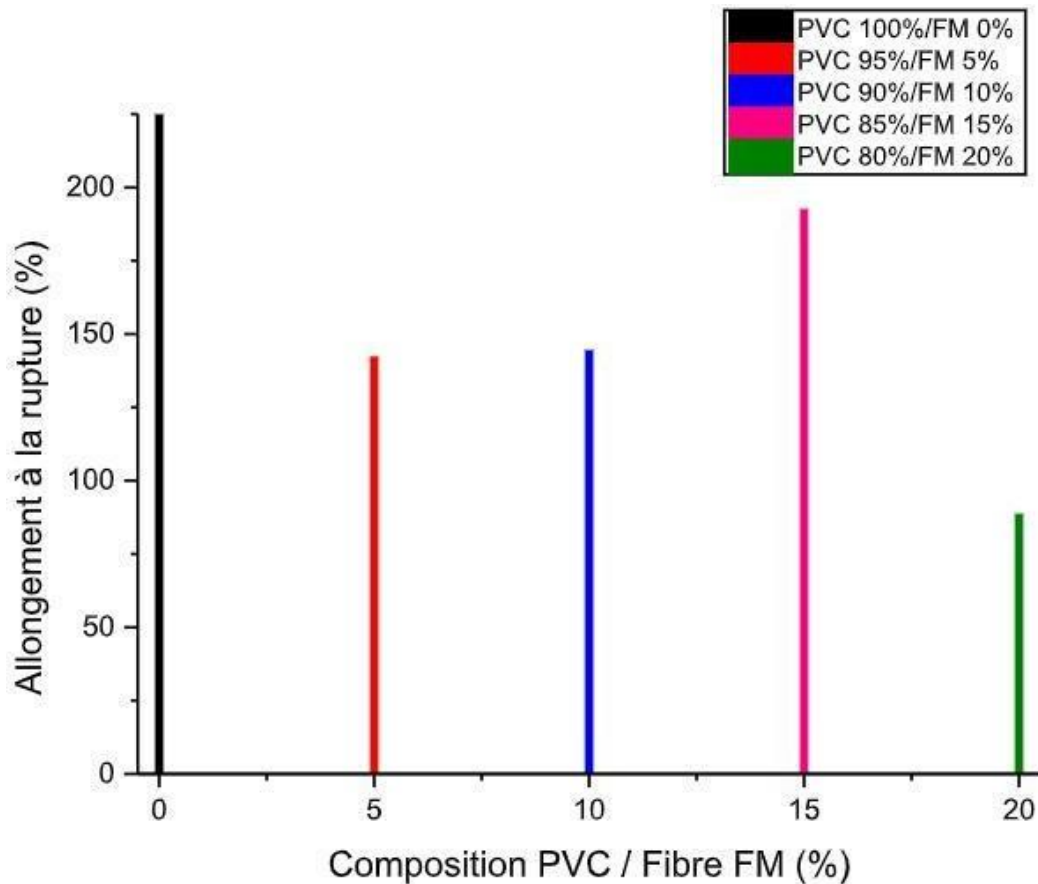


Figure 4.7 – Evolution de l'allongement à la rupture du PVC et des différents composites PVC/feuilles de mandarine.

4.3 Dureté Shore des composites PVC/ feuilles de mandarine

L'étude de la dureté Shore A des composites (figure 4.8) a montré une augmentation des valeurs (sont très proches) de la dureté Shore avec l'augmentation du taux de fibres dans les composites M1(87.58), M2 (88.26), M3 (88.7) et M4 (90.48) comparativement a celle de PVC vierge M0 (82.88). Ces résultats sont présentées dans le tableau 4.4.

Tableau 4.4 - Résultats de test de la dureté Shore A de PVC et des différents composites PVC/feuilles de mandarine.

Composite	Dureté Shore
M0	82.88
M1	87.58
M2	88.26
M3	88.70
M4	90.48

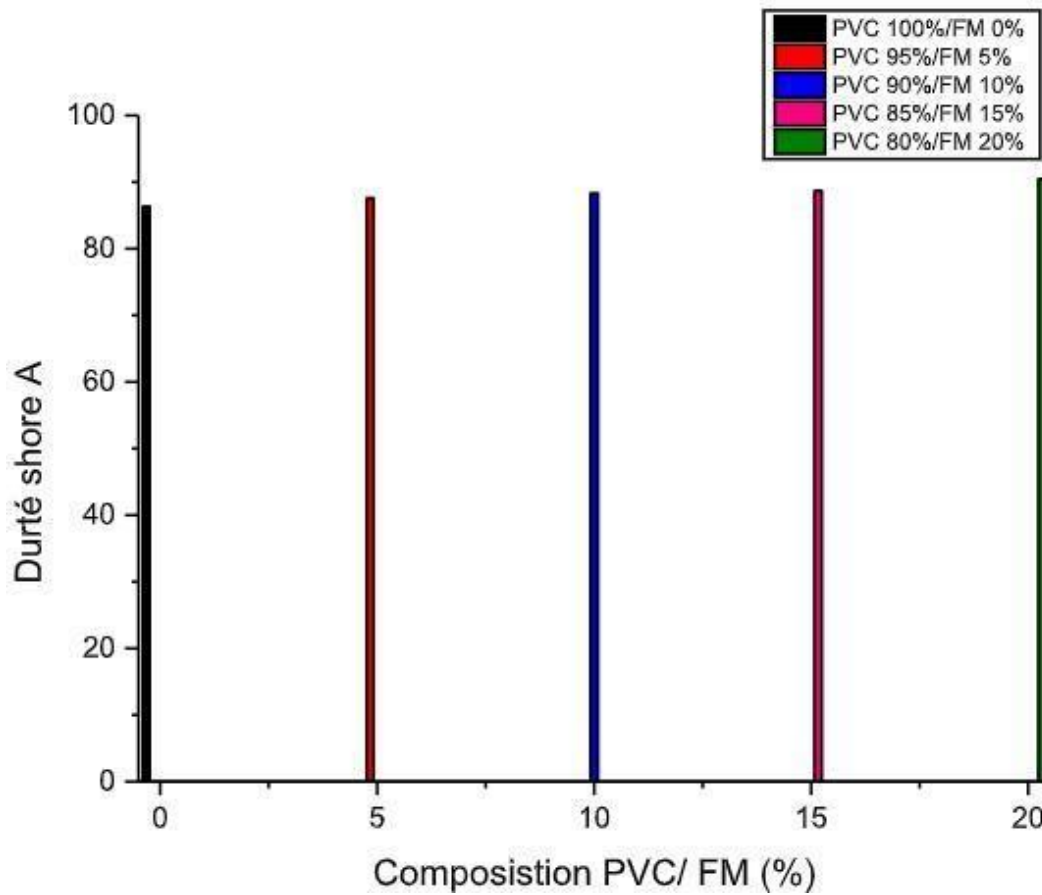


Figure 4.8 - Evolution de la dureté Shore du PVC et des différents composites PVC/ feuilles de mandarine.

4.4 Stabilité thermique des composites PVC/ feuilles de mandarine

Le test de stabilité thermique (figure 4.9) a montré une claire (nette) augmentation du temps de stabilité pour les composites M1 (231 min) et M3 (221 min) par rapport au PVC vierge M0 (186,5 min), ce qui confirme les résultats de l'analyse mécanique (voir 4.1 Résistance à la rupture des composites PVC/feuille de mandarine).

Ce résultat peut s'expliquer par la présence des fibres naturelles (feuilles de mandarine) avec une proportion qui retardent et piègent la libération de chlorure d'hydrogène (HCl) lors de la dégradation de ce polymère (PVC).

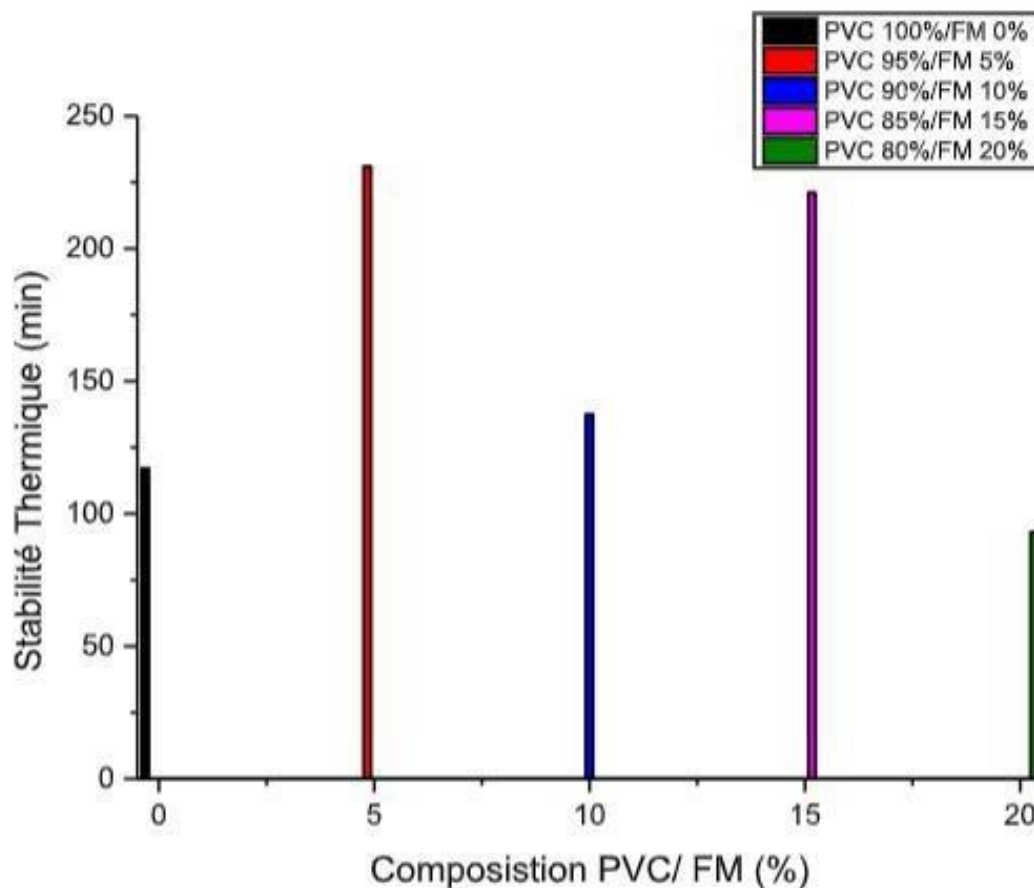


Figure 4.9 – Evolution de la Stabilité thermique du PVC et des différents composites PVC/ feuilles de mandarine.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion Générale

L'objectif principal de ce travail est d'améliorer les propriétés du polychlorure de vinyle (PVC) en élaborant des composites à base de fibres naturelles.

L'analyse spectroscopique a révélé que les bandes d'absorption caractéristiques des feuilles de mandarine sont nettement présentes dans le spectre du composite PVC renforcé avec 15 % de poudre de feuilles de mandarine. Cette superposition spectrale et cette similitude de profil entre les feuilles de mandarine et le composite confirment l'incorporation effective et homogène de la charge végétale dans la matrice polymère, sans modification significative des groupements fonctionnels caractéristiques.

Le test d'absorption d'eau a montré que plus le taux de fibre est élevée, plus l'absorption d'eau est importante. Le composite M4 (20 % de fibres) présente l'absorption d'eau la plus élevée.

Les résultats obtenus par les tests mécaniques indiquent que la résistance à la rupture des composites diminue avec l'augmentation du taux de fibres. Le composite M1, avec un taux de 5 % de fibres, a présenté la résistance la plus élevée. Les résultats ont montré que l'allongement à la rupture des composites diminue progressivement avec l'augmentation du taux de fibres, par rapport au PVC vierge, et que la dureté shore A augmente avec l'augmentation du taux de fibres le taux de fibres, mais que les valeurs restaient très similaires entre les composites. Les résultats du test de stabilité thermique a montré une amélioration significative du temps de la stabilité des composites ; la présence des fibres naturelles issues des feuilles de mandarine permet de retarder la libération du chlorure d'hydrogène (HCl) lors de la dégradation thermique du PVC.

Enfin, il existe d'autres dimensions de notre thème qui n'ont pas été étudiés dans notre recherche et qui pourraient être réalisés par l'auteur ou d'autres chercheurs postérieurement, tel que l'étude morphologique et l'analyse mécanique dynamique des composites.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Références Bibliographiques

- [1] Seyni, A. (2008). Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par co-broyage (Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique (Toulouse)).
- [2] Titow, M. V. (2012). PVC technology. Springer Science & Business Media.
- [3] Berkouk, A. (2022). Etude des propriétés thermiques, mécaniques et dynamiques mécaniques de composites à base de polymères thermodurcissables (Doctoral dissertation, Université de mohamed kheider biskra).
- [4] LADACI, N. (2015). Effet du Vieillissement et Analyse des Mécanismes du Comportement Méca-nique et Tribologique d'un PEHD (Doctoral dissertation).
- [5] Fontanille, M., & Gnanou, Y. (2005). Chimie et Physico-chimie Des Polymères (cours), 2e et 3e cycles. Dunod, Paris, 4-8.
- [6] Latifa, B. (2012). Modélisation moléculaire des copolymères PMMA-PS (Doctoral dissertation, USTO MB).
- [7] Dubois, F. (2004, April). Elaboration et caractérisations électro-optique et diélectrique de composites à cristaux liquides ferroélectriques dispersés dans une matrice polymère. Université du Littoral Côte d'Opale.
- [8] Chelali, H. (2024). Élaboration et étude physique, mécanique, et dynamique mécanique de composites polymériques à base de fibres naturelles (Doctoral dissertation, Université Mohamed Khider (Biskra-Algérie)).
- [9] Aucher, J. (2009). Etude comparative du comportement composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable (Doctoral dissertation, INSA de Rouen).
- [10] Herba, Y. (2022). Étude de caractérisation métrologique de l'usure des engrenages des composites et nanocomposites de fibres naturelles- thermoplastique/bouleau (Doctoral dissertation, Université du Québec à Trois-Rivières).
- [11] Khouaja, A. (2024). Développement de matériaux diélectriques à base de cellulose et de polymères thermoplastiques et/ou biosourcés (Doctoral dissertation, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue).

- [12] Cherafa, H. (2024). Étude expérimentale et modélisation des paramètres de coupe lors de l'usinage d'un matériau polymère composite renforcé de fibres de verre (GFRP) (Doctoral dissertation).
- [13] Seyni, A. (2008). Propriétés physico- chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par co-broyage (Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique (Toulouse)).
- [14] Vila, D. (2005). La modélisation mathématique des réseaux logistiques : procédés divergents et po-sitionnement par anticipation. Application à l'industrie du bois d'œuvre (Doctoral dissertation, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne ; Université Laval).
- [15] Ennahal, I. (2019). Valorisation des sédiments de dragage dans des matrices polymères (Doctoral dissertation, Ecole nationale supérieure Mines-Télécom Lille Douai).
- [16] Vilfayeau, J. (2014). Modélisation numérique du procédé de tissage des renforts fibreux pour ma-tériaux composites (Doctoral dissertation, INSA de Lyon).
- [17] Gornet, L. (2008). Généralités sur les matériaux composites.
- [18] Jouault, N. (2009). Nanocomposites Silice/polymère : structure des charges, renforcement méca-nique, conformation des chaînes et évolution sous déformation (Doctoral dissertation, Université de Bretagne Sud).
- [19] Haggui, M. (2019). Analyse multi- échelles du comportement mécanique d'un éco- composite, constitué d'une matrice à base de résine thermoplastique renforcée de fibres de lin (Doctoral disserta-tion, Le Mans Université ; École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie)).
- [20] Alipoori, S. (2024). Advanced Polymer Composite Materials : Fabrication Techniques, Mechanics and Diverse Applications. Metallurgical and Materials Data, 2 (3), 65-80.
- [21] Ovlaque, P. (2019). Valorisation de la fibre d'asclépiade pour le renforcement de matrices orga-niques (Doctoral dissertation, Université de Sherbrooke).
- [22] Bouzouita, S. (2011). Optimisation des interfaces fibre- matrice de composites à renfort naturel (Doctoral dissertation, Ecole Centrale de Lyon ; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir).
- [23] Hentati, N. (2014). Matériaux composites à matrice organique pour garnitures de frein : analyse des liens entre le procédé d'élaboration, la microstructure, les propriétés et le comportement tribologique : analyse des liens entre le procédé d'élaboration, la microstructure, les propriétés et le comportement tribologique (Doctoral dissertation, Ecole Centrale de Lille ; École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tu-nisie)).
- [24] Nguyen, A. V. (2015). Matériaux composites à renfort végétal pour l'amélioration des perfor-mances de systèmes robotiques (Doctoral dissertation, Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II).
- [25] Sathishkumar, T. P., Naveen, J. A., & Satheeshkumar, S. (2014). Hybrid fiber reinforced polymer composites- a review. Journal of Reinforced Plastics and Composites, 33 (5), 454-471.

- [26] Boughezal, A. (2024). Elaboration et caractérisation de matériaux composites à base de polymères thermoplastiques et d'une charge conductrice (Doctoral dissertation, Faculté des sciences et technologie).
- [27] Khelifa, A., & Bassaid, A. Synthèse, caractérisation et application des matrices polymériques poly chlorure de vinyle analytique (PVC analytique) modifiées par des amines primaires aromatiques (Doc-toral dissertation, Université Kasdi Merbah Ouargla).
- [28] Kumar, A., Gautam, A., & Dutt, D. (2016). Biotechnological transformation of lignocellulosic biomass in to industrial products : an overview. *Advances in Bioscience and Biotechnology*, 7 (3), 149-168.
- [29] Collet, T. (2016). La spectroscopie infrarouge. *Photoniques*, (82), 39-42.
- [30] Akouche, M. (2016). Synthèse prébiotique de Ribonucléotides sur des surfaces minérales (Doctoral dissertation, Université Pierre et Marie Curie- Paris VI).
- [31] Saoud, T., & Boudjada, F. Calcul computationnel des modes vibrationnels d'un dérivé de l'adénine.
- [32] Rajendran, S., & Uma, T. (2000). Effect of ZrO₂ on conductivity of PVC-LiBF₄-DBP polymer electrolytes. *Materials Letters*, 44 (3- 4), 208- 214.
- [33] UI-Hamid, A., Soufi, K. Y., Al-Hadhrami, L. M., & Shemsi, A. M. (2015). Failure investigation of an underground low voltage XLPE insulated cable. *Anti- Corrosion Methods and Materials*, 62 (5), 281-287.
- [34] Soman, V. V., & Kelkar, D. S. (2009, February). FTIR studies of doped PMMA- PVC blend system. In *Macromolecular symposia* (Vol. 277, No. 1, pp. 152-161). Weinheim : WILEY-VCH Verlag.
- [35] Rahmoune MA, Benhamou A, Fernane F, Toufaily J. (2015). Effect of treatment with soda and dimethoxydimethylsilane on water absorption and thermal stability of olive pomace flour and date stone. *Journal of Materials and Environmental Science* 6, 2655-2664.
- [36] Bessadok A, Marais S, Roudesli S, Lixon C, Métayer M. (2008). Influence of chemical modifications on water-sorption and mechanical properties of Agave fibres. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 39, 29- 45.
- [37] Garside, P., & Wyeth, P. (2003). Identification of cellulosic fibres by FTIR spectroscopy- thread and single fibre analysis by attenuated total reflectance. *Studies in conservation*, 48 (4), 269- 275.
- [38] Boussehel, H., Mazouzi, D., Belghar, N., Guerira, B., & Lachi, M. (2019). Effect of Chemicals Treatments on the Morphological, Mechanical, Thermal and Water Uptake Properties of Polyvinyl Chloride/Palm Fibers Composites. *Journal of Composite & Advanced Materials/Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, 29 (1).

- [39] Yao, F., Wu, Q., Lei, Y., & Xu, Y. (2008). Rice straw fiber- reinforced high- density polyethylene composite : Effect of fiber type and loading. *Industrial crops and products*, 28 (1), 63-72.

LES ANNEXES

Les Annexes

Fabrication des plaques :

Préchauffage			Moulage			Observations
Température (°C)	Pression (MPa)	Temps (min)	Température (°C)	Pression (MPa)	Temps (min)	
165	0	5	165	100	2	conforme
			170	150	2	
			170	200	2	
			170	300	2	



تصريح شرفی

خاص بالالتزام بقواعد النزاهة العلمية لإنجاز بحث

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

انا الممضى اسفله،

السيدة (ة): خلود مرابطي

الصفه: طالب سنة ثانية ماستر كيمياء

الحامل (ة) لبطاقة التعريف الوطنية رقم: 11001023.009.603. الصادرة بتاريخ: 2024/09/26

المسجل بكلية: ١٠٠ العلوم ١٠٠ الحقيقة قسم: علوم المادة والمكاف

بإنجاز أعمال بحث : مذكرة ماستر في الكيمياء

Etude et caractérisation des composites à base : عنوانها
de polymère thermoplastique et de fibre naturelle

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: 2025 / 06 / 03

إمضاء المعنى بالمر

[Signature]

