

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

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences de la matière Filière : Physique Spécialité : Physique de la matière condensée

D / C																	
Ret	•																
Réf.			•	•	•	٠	•	•	•	•	•	•	•	•	٠	•	•

Présenté et soutenu par : **TOBBECHE Nouzha**

INFLUENCE DE L'ADDITION DES FIBRES NATURELLES EN FAIBLE TAUX SUR LES PROPRIETES DYNAMIQUES-MECANIQUES DE P.V.C

Jury:

M.	HEDDAK Mebarek	MCA	Université de Biskra	Presidente
M.	SLIMANI Mohammed	MAA	Université de Biskra	Encadreur
M.	BOUDAIRA Boukhemis	MCA	Université de Biskra	Examinateur

Année universitaire: 2024-2025

إهــداء

إلى عائلتي الصغيرة، زوجي وأبنائي محمد صلاح الدين ووليد، مصدر دعمي وقوتي في دربي، وإلى والديّ العزيزين، فلها الفضل بعد الله فيا وصلت إليه من نجاحات، وتحقيق أحلامي إن تأخر بعضها، دممًا لي سندا وذخرا. وإلى إخوتي وأخواتي حفظكم الله وزادكم حبا ووئام.

كما لا أنسى أن أتوجه بالشكر والمحبة إلى صديقاتي في العمل والدراسة، لكنّ مني كل الامتنان والتقدير.

Remerciements

Louange à Dieu qui m'a permis d'accomplir ce travail et d'atteindre la fin de mon parcours universitaire, grâce à Sa volonté d'abord, puis grâce au soutien et à l'enseignement de ceux qui m'ont accompagné.

Je tiens à remercier beaucoup mon encadreur, Mr SLIMANI Mohammed pour l'encadrement, les précieuses orientations métrologiques et scientifiques et l'assistance qu'il a portée durant les étapes de la réalisation de notre mémoire.

J'exprime ma profonde gratitude au jury honorable Dr HEDDAR Mebarek et Dr BOUDAIRA Boukhemis pour avoir accepté d'évaluer ce travail scientifique, ainsi que pour leurs remarques et orientations précieuses.

Je tiens à adresser mes remerciements particuliers Pr Ahmed MEGHEZZI directeur du laboratoire LCA de chimie appliquée, pour son soutien et ses conseils, ainsi qu'à toute l'équipe du laboratoire pour les facilités offertes tout au long de la réalisation de ce mémoire.

Je ne saurais oublier d'exprimer ma sincère reconnaissance à Monsieur OUBID Elias, chef du laboratoire ENICAB, et à l'ingénieur HOUILI Zine El Abidine pour l'aide et le soutien technique et scientifique qu'ils m'ont apportés lors de la réalisation des expériences.

Toute ma gratitude va à ma chère famille, qui a été mon plus grand soutien à chaque étape, ainsi qu'à toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Que Dieu vous bénisse tous et vous récompense pleinement.

TABLE DES MATIÈRES

TABLE DES MATIÈRES

List des figures	
Introduction générale	1
CHAPITRE 1 : LES POLYMERES, LEURS PROPRIETES ET LEURS APPLICATION	NS 1
I.1. Définit d'un polymère	4
I.2. Classification des polymères	4
I.2.1. Selon leur nature chimique	4
I.2.1.1. Polymères minéraux :	4
I.2.1.2. Polymères organiques :	4
I.2.1.3. Polymères mixtes :	5
I.2.2. Selon leur structure	5
I.2.2.1. Polymères linéaires	5
I.2.2.2. Polymères ramifiés	6
I.2.2.3. Polymères réticulés	6
I.2.2.4. Polymères amorphes et polymères cristallisés	7
I.2.3. Selon leur origine	8
Les polymères naturels :	8
Les polymères artificiels :	8
Les polymères synthétiques :	8
I.2.4. Selon leur domaine d'application	8
I.3. Propriétés des polymères	9
I.3.1 Propriétés physiques des polymères	10
I.3.2. Propriétés électriques	11
I.3.3 Propriétés thermiques des polymères	11
I.3.4 Propriétés mécaniques des polymères	13
I.3.5 Propriétés optiques des polymères	15
I.3.6 Propriétés chimiques des polymères	15
I.4. Utilités de polyméries dans notre vie	15
I.4.1 Applications des polymères dans le domaine médical	15
I.4.2 Applications des polymères conducteurs en électronique et en électrochimie	16
I.4.3 Applications des polymères dans l'emballage, le bâtiment et l'industrie	17
I.5 Les matériaux composites	17
I.5.1 Définition	17

I.5.2 Composition des matériaux composites	18
I.5.3 Classification des matériaux composites	19
I.5.3.1 Classification selon la forme du constituants	19
I.5.3.2 Classification selon la nature des constituants	20
Chapitre II : Élaboration et Méthodes de Caractérisation des Matériaux Étudiés	21
II.1 Élaboration des échantillons composites	22
II.1.1 Généralité sur Les matériaux utilisés	22
II.1.1.1 Les feuilles de palmier dattier	22
II.1.1.2 Le polychlorure de vinyle (PVC)	23
II.1.2 Préparation de la poudre des feuilles de palmier dattier	23
II.1.3 Préparation des mélanges composites	24
II.1.4 Préparation des plaques	25
II.2 Méthodes de caractérisation des matériaux	26
II.2.1 Test Spectroscopie infrarouge FTIR	27
II.2.2 Tests mécaniques	27
II.2.2.1 Test de traction Objectif [32]	27
II.2.2.2 Test de dureté Shore	29
II.2.3 Test d'absorption d'eau	30
II.2.4 Test de stabilité thermique	31
CAPITRE III : LES RÉSULTATS ET INTERPRÉTATION	22
III. 1. L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR	34
III. 1.1. L'analyse spectroscopique infrarouge Pour PVC	34
III. 1.2. L'analyse spectroscopique infrarouge Pour DPLF	36
IV. 1.3. L'analyse spectroscopique infrarouge Pour PVC /DPLF	37
IV. 1.4. Analyse comparative des spectres FTIR : PVC – DPLF – PVC/DPLF	39
IV. 2. Influence du taux de fibre (DPLF) sur l'absorption de L'eau distillée	40
IV. 3. Les résultats d'étude mécaniques	41
IV. 3.1- l'influence du taux d'additif (DPLF) sur les propriétés mécanique	41
IV. 3.1-a-Eude la résistance à la rupture	41
IV. 3.1-b- Etude l'allongement à la rupture	43
IV. 3.1- c- Etude la dureté SHORE	44
IV. 4. L'influence du taux d'additif (DPLF) sur la stabilité thermique des composites	47
CONCLUSION GÉNÉRALE	49
Références	49
الملخص:	53

List des figures

Figure I.1 : la for Figure I.1 : la formule générale de Structure d'un polymère [3]	4
Figure I.2 : Classification des Polymères : minéraux, organiques, et mixtes	5
Figure I.3 : Architecture linéaire des polymères. [5]	6
Figure I.4 : Architecture ramifiées des polymères. [5]	6
Figure I.5 : Architecture réticulées des polymères. [5]	7
Figure I.6 : Architecture de Polymères amorphes et polymères cristallisés. [5]	7
Figure I.7 : Dépendance des propriétés de polymère de la température [13]	13
Figure I.8 : Courbes de tractions des matériaux [15]	14
Figure I.9 : Eventail des applications des polymères (Plastics Europe 2013)	17
Figure II.1: Vue de feuilles du palmier dattier	22
Figure II.2:Feuilles de palmier coupées.	23
Figure II.3:Four thermique.	23
Figure II.4: Les feuilles de palmier broyés par un moulin	24
Figure II.5:Poudre de feuilles de palmier.	24
Figure II.6: Calandrage du mélange PVC/poudre de feuilles de palmier	25
Figure II.7: Les feuilles	26
Figure II.8: Moulage	26
Figure II.9: plaques composites.	26
Figure II.10 : Appareil de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	27
Figure II.11: Machine d'essai de traction universelle	28
Figure II.12 : Géométries d'éprouvettes de traction	29
Figure II.13: Appareil de mesure de la dureté Shore D.	29
Figure II.14 : Balance électronique de précision.	30

Figure II.15 : Bain d'huile pour échantillons
Figure III.1 : Spectre FTIR DU PVC
Figure III.2: : Spectre FTIR DU DPLF
Figure III.3: Spectre FTIR DU 95%PVC/5%DPLF
Figure III.4: Spectre FTIR DU PVC,DPLF , PVC/DPLF
Figure III.5 : L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps 100% PVC, 99%PVC/1%DPLF 98.5%PVC/1.5% DPLF , 98%PVC/2% DPLF, , 97% PVC/3%DPLF, 95% PVC/5%DPLF 40
Figure III.6: Évolution de la résistance à la rupture des compositions PVC/DPL41
Figure III.7 : Évolution de l'allongement à la rupture des compositions PVC/DPL43
Figure III.8 : Évolution de la dureté Shore des compositions PVC/DPLF
Figure III.9 : Évolution de la stabilité thermique des compositions PVC/DPLF46

Liste des tableaux

Tableau III.1 : fréquences caractéristiques du PVC:	.34
Tableau III.2 : fréquences caractéristiques du DPLF	.35
Tableau III.3: Fréquences caractéristiques de la composition PVC/DPLF	.37
Tableau III.4: Fréquences caractéristiques de la PVC, DPLF et PVC/DPLF	.39
Tableau III.5: Évolution de la résistance à la rupture des compositions PVC/DPLF	.41
Tableau III. 6 Évolution de l'allongement à la rupture des compositions PVC/DPLF	.43
Tableau III. 7 : Évolution de la dureté Shore des compositions PVC/DPLF	.45
Tableau III. 8: Évolution de la stabilité thermique des compositions PVC/DPLF	.46

Introduction générale

Dans un contexte mondial marqué par la transition vers une économie plus durable et circulaire, l'intégration de ressources renouvelables dans les matériaux polymères suscite un intérêt croissant. Le polychlorure de vinyle (PVC), polymère thermoplastique largement utilisé pour sa résistance, sa durabilité et son faible coût, souffre néanmoins d'une image environnementale controversée en raison de son origine pétrochimique et de sa difficulté de dégradation naturelle.

Parallèlement, les fibres végétales, issues de déchets agricoles tels que les feuilles de palmier, représentent une solution prometteuse pour le développement de bio composites écoresponsables. Riches en cellulose, hémicellulose et lignine, ces fibres sont biodégradables, disponibles localement, et capables d'apporter à la matrice polymère des propriétés mécaniques, thermiques et environnementales intéressantes.

L'objectif de cette étude est d'évaluer l'effet de l'incorporation de poudre de feuilles de palmier (DPLF) dans une matrice de PVC, à travers une analyse complète englobant :

La caractérisation chimique par spectroscopie infrarouge (FTIR), l'absorption d'eau, les propriétés mécaniques (résistance à la rupture, allongement), la dureté Shore, et la stabilité thermique.

Cette recherche vise ainsi à explorer le potentiel de valorisation d'un déchet végétal abondant, tout en contribuant à la conception de matériaux innovants, alliant performance technique et responsabilité environnementale.

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

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

Dans le deuxième chapitre nous insistons sur les propriétés des matériaux utilisés PVC/DPLF/, les méthodes expérimentales utilisées, y compris les méthodes de caractérisation des matériaux étudiés.

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

CHAPITRE I : LES POLYMERES, LEURS PROPRIETES ET LEURS APPLICATIONS

Les polymères sont des matériaux omniprésents dont les propriétés variées leur permettent d'être utilisés dans de nombreux domaines. Ce chapitre présente leur définition, leur classification selon leur nature chimique, leur origine et leurs applications.

Nous aborderons ensuite leurs principales propriétés physiques, thermiques, mécaniques, optiques, électriques et chimiques, essentielles pour comprendre leur comportement. Enfin, nous explorerons leurs applications dans des secteurs clés tels que la médecine, l'électronique, l'emballage, le bâtiment et l'industrie.

I.1. Définit d'un polymère

Le mot "polymère" trouve son origine dans le grec, où "poly" signifie "plusieurs" et "mer" signifie "partie" [1]. Un polymère est défini comme une grande molécule constituée d'unités de base appelées monomères, reliées par des liaisons covalentes. Le monomère a une masse moléculaire relativement faible et peut interagir avec d'autres monomères pour former un polymère à travers des réactions appelées polymérisation[2].

Figure I.1 : la formule générale de Structure d'un polymère [3].

I.2. Classification des polymères

Il existe plusieurs modes de classification des polymères que peuvent être classés selon divers critères :

I.2.1. Selon leur nature chimique

On identifie [4]:

I.2.1.1. Polymères minéraux :

Ils sont composés soit de chaînes contenant un seul élément simple : diamant, graphite, phosphore, soufre... Ou de chaînes contenant plusieurs hétéroatomes : (silicates acides polyphosphoriques, chlorure du polyphosphonitrile).

I.2.1.2. Polymères organiques :

Il s'agit de la catégorie la plus abondante, comprenant notamment : les polydiéne, les polyacryliques, les polyamides et les polyvinyles.

I.2.1.3. Polymères mixtes:

Les polymères mixtes possèdent des caractéristiques notables telles qu'une excellente résistance à la chaleur ($\sim 300^{\circ}\text{C} - 350^{\circ}\text{C}$), comparable à celle des silicones.

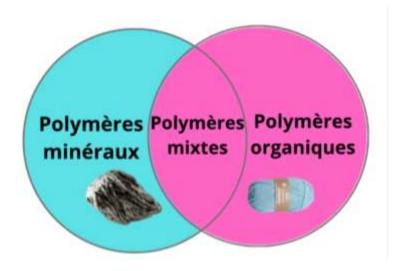


Figure I.2 : Classification des Polymères : minéraux, organiques, et mixtes.

I.2.2. Selon leur structure

Les polymères se forment selon trois structures différentes : linéaires, ramifiés et réticulés.

I.2.2.1. Polymères linéaires

Les polymères linéaires sont constitués de longues chaînes de monomères reliées par des liaisons covalentes, Comme illustré sur la (figure **I.3**). Ces macromolécules sont maintenues ensemble par des liaisons secondaires, telles que les liaisons hydrogènent ou les forces de Van der Waals, qui renforcent la stabilité du polymère. Lorsque ces liaisons secondaires sont présentes, le polymère devient plus rigide et acquiert les propriétés des matériaux solides. Avec l'élévation de la température, l'agitation moléculaire augmente, entraînant progressivement la rupture de ces liaisons secondaires. À ce stade, le polymère commence à s'écouler sous son propre poids, adoptant un comportement similaire à celui d'un liquide visqueux. La température à laquelle cette transition se produit est appelée température de transition vitreuse [5].

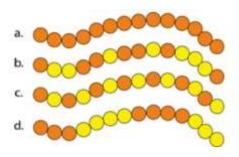


Figure I.3: Architecture linéaire des polymères [5].

I.2.2.2. Polymères ramifiés

Au cours de la polymérisation, des chaînes polymériques secondaires, qu'elles soient homopolymères ou copolymères, peuvent se greffer sur les chaînes principales. Au-delà de la température de transition vitreuse, ces polymères présentent une viscosité plus élevée que les polymères linéaires, ce qui influence leurs propriétés mécaniques et leur comportement physique.

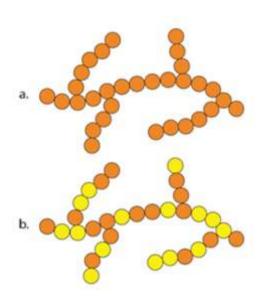


Figure I.4: Architecture ramifiées des polymères [5].

I.2.2.3. Polymères réticulés

La réticulation correspond à la formation de liaisons chimiques dans toutes les directions de l'espace lors des processus de polymérisation, de polycondensation ou de polyaddition, conduisant ainsi à la création d'un réseau polymérique tridimensionnel. Cette structure confère au matériau des propriétés physiques particulières, telles qu'une grande rigidité et une stabilité thermique accrue, le rendant idéal pour diverses applications, notamment

dans les revêtements,La figure **I.5** montre comment les liaisons chimiques se forment dans toutes les directions pour créer une structure réticulée.

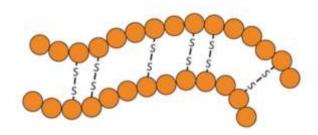


Figure I.5 : Architecture réticulées des polymères [5].

I.2.2.4. Polymères amorphes et polymères cristallisés

Les chaînes macromoléculaires peuvent être organisées de façon d'aléatoire dans l'espace et constituer ainsi une phase amorphe. La phase amorphe est, en théorie équivalente à un liquide « figé », sans ordre moléculaire à grande distance. Il existe néanmoins des orientations macromoléculaires préférentielles.

Elles peuvent être rangées régulièrement avec la constitution d'un ordre responsable d'une propriété caractéristique de l'état cristallin : l'aptitude du matériau à diffracter les rayons X selon des angles définis. Ces structures peuvent aussi être objectivables en lumière polarisée.

Dans un polymère, les deux états ordonnés et désordonnés peuvent exister dans un même matériau qui est alors de nature semi-cristalline [6].

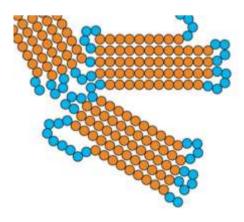


Figure I.6 : Architecture de Polymères amorphes et polymères cristallisés [5].

I.2.3. Selon leur origine

Les polymères peuvent être classés en trois catégories principales [7] :

Les polymères naturels :

Ils sont d'origine végétale ou animale et revêtent une grande importance. Cette catégorie comprend les polysaccharides tels que la cellulose et l'amidon, les protéines comme la laine et la soie, ainsi que le caoutchouc naturel, entre autres.

Les polymères artificiels :

Ils sont obtenus par modification chimique de polymères naturels afin d'améliorer ou d'altérer certaines de leurs propriétés. Parmi eux, on trouve les esters cellulosiques, tels que la nitrocellulose et l'acétate de cellulose, qui ont toujours eu une valeur économique significative.

Les polymères synthétiques :

Issus entièrement des avancées scientifiques et technologiques, ils sont fabriqués par

Polymérisation de monomères. Leur diversité est immense, ce qui leur permet d'être utilisés dans une large gamme d'applications industrielles et technologiques.

I.2.4. Selon leur domaine d'application

Ces dernières années, la diversité des polymères et l'extension de leurs propriétés ont rendu leur classification plus complexe. C'est pourquoi une catégorisation générale a été adoptée, basée sur leur production et leur utilisation, comme suit [8]:

Les polymères de grande diffusion (également appelés polymères de commodité) : sont produits en quantités massives, atteignant des millions de tonnes par an, et font partie intégrante de notre quotidien. Parmi eux, on retrouve le polyéthylène, le polystyrène et le polychlorure de vinyle, qui jouent un rôle économique majeur.

Les polymères techniques : se distinguent par des caractéristiques spécifiques leur permettant de remplacer progressivement les matériaux traditionnels comme les métaux et les céramiques dans de nombreuses applications. Les polyamides et les polyacétals font partie de cette catégorie.

8

Les polymères spéciaux (ou polymères fonctionnels): possèdent des propriétés uniques qui les rendent adaptés à des applications spécifiques. Ces propriétés découlent des forces de cohésion entre leurs chaînes polymériques, qui peuvent adopter différentes structures en fonction de leur composition et de leur mode de synthèse.

Les thermoplastiques : deviennent flexibles et malléables sous l'effet de la chaleur, puis conservent leur forme permanente après refroidissement, tout en préservant leurs propriétés et en facilitant leur recyclage. Leurs polymères de base sont constitués de macromolécules linéaires aux liaisons faibles, ce qui leur permet d'être déformés ou remodelés.

Ces matériaux sont les plus utilisés au monde et comprennent les principaux polymères thermoplastiques tels que le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), le polystyrène (PS), le polychlorure de vinyle (PVC) et les polyamides (PA).

Les thermodurcissables: Les matières thermodurcissables désignent des produits, qu'il s'agisse de pLes matières thermodurcissables sont les produits (poudre à mouler solide ou résine liquide) qui sont transformées par une réaction chimique en composés macromoléculaires tridimensionnels, appelés thermodurcies ou thermorigides. Les chains de départ sont plus courte et réactives, et sont often utilisés dans l'industrie pour désigner le système reactif initial, soluble et fusible.oudre à mouler solide ou de résine liquide, qui subissent une transformation par réaction chimique en composés macromoléculaires tridimensionnels, connus sous le nom de thermodurcies ou thermorigides. Les chains de départ sont plus courte et réactives, et sont often utilisés dans l'industrie pour désigner le système reactif initial, soluble et fusible.

Les élastomères: ces polymères possèdent les mêmes propriétés élastiques que le caoutchouc, un élastomère en repos est formé de longues chaînes moléculaires repliées sur elles-mêmes. Sous l'effet d'une contrainte, ces molécules peuvent glisser les unes contre les autres et se déformer. On mentionne parmi les élastomères: Styrène-butadiene-styrène (SBS) Styrène-éthylène-butylène-styrène (SEBS) Polymère d'éthylène et de propylène d'oxyde, également connu sous le nom de caoutchouc EPDM.

I.3. Propriétés des polymères

Les propriétés des matériaux polymères sont plus sensibles aux facteurs externes que celles des métaux, tels que la température, la dureté, le niveau de contrainte appliqué, les rayons UV et les substances chimiques.

CHAPITRE I: LES POLYMERES, LEURS PROPRIETES ET LEURS APPLICATIONS

En général, les polymères possèdent un module d'élasticité inférieur à celui des métaux, et leurs caractéristiques de résistance peuvent varier dans une plage limitée.

En plus des propriétés intrinsèques des polymères, telles que la masse molaire, le degré de ramification, la mobilité des chaînes et le niveau de réticulation, leur comportement dépend également des conditions environnementales, y compris l'humidité, les agents chimiques, la température, la vitesse d'application du stress et la nature ainsi que l'intensité des contraintes appliquées [9].

I.3.1 Propriétés physiques des polymères

En fonction de la structure physique des polymères, on peut les classer en quatre types principaux d'états [10] :

a. L'état amorphe (Amorphe)

Dans cet état, les molécules ne présentent aucune organisation régulière ni structure définie. Les chaînes macromoléculaires sont entremêlées de manière aléatoire, ce qui entraîne l'absence d'un point de fusion défini. Cependant, cet état se caractérise par une température de transition vitreuse, marquant le passage entre deux phases :

- L'état vitreux : où le polymère est dur et cassant, se comportant comme du verre.
- L'état caoutchoutique : où les chaînes macromoléculaires deviennent plus flexibles et peuvent glisser plus facilement.

Les polymères amorphes sont généralement transparents, comme c'est le cas du polystyrène "cristal" et du polychlorure de vinyle "cristal", qui sont tous deux des polymères amorphes.

b. L'état amorphe orienté (Amorphe orienté)

Dans cet état, bien que le polymère conserve sa structure amorphe, ses chaînes macromoléculaires sont orientées dans la même direction, ce qui améliore ses propriétés mécaniques, notamment une résistance accrue et une rigidité supérieure dans une direction spécifique.

c. L'état cristallin (Cristallin)

Cet état se caractérise par une organisation moléculaire ordonnée et compacte, où les chaînes macromoléculaires s'alignent selon un motif périodique régulier, ce qui confère au matériau des propriétés distinctes des polymères amorphes. Parmi les principales caractéristiques des polymères cristallins, on retrouve :

- Une densité plus élevée que celle des polymères amorphes.
- Un point de fusion défini, où la matière passe de l'état solide à l'état liquide à une température précise.
- L'absence de transition vitreuse.
- Une rigidité et une dureté supérieures par rapport aux polymères amorphes, offrant une meilleure résistance aux contraintes mécaniques.

d. L'état semi-cristallin (Semi-cristallin)

Cet état combine des zones cristallines organisées et des régions amorphes, ce qui confère au matériau des propriétés intermédiaires entre les deux états précédents. La plupart des polymères industriels sont semi-cristallins, car ils présentent un certain degré de cristallinité, leur permettant d'associer flexibilité et résistance mécanique.

I.3.2. Propriétés électriques

Les propriétés électriques du polymère sont fortement influencées par l'absorption de l'humidité, ce qui peut altérer ses performances électriques. Il se distingue par une excellente résistance aux courants de claquage, mais il peut être sujet à l'accumulation de charges électrostatiques, entraînant l'attraction de la poussière et affectant son apparence. Cet inconvénient peut être atténué par l'utilisation de produits antistatiques (Antistatiques) afin d'améliorer ses performances dans différents environnements [11].

I.3.3 Propriétés thermiques des polymères

Les polymères présentent une température de transition vitreuse (Tg) marquant le passage entre deux états : l'état vitreux (solide et rigide) et l'état caoutchoutique (souple et élastique). Cette transition est plus nette pour les polymères amorphes, alors que dans les polymères semi-cristallins, seule la partie amorphe est concernée [12].

4 État vitreux

À basse température, les mouvements moléculaires sont limités, conférant au polymère une rigidité élevée et une faible déformation. Malgré cela, des fluctuations de conformation subsistent. Sous forte contrainte, une transition ductile-fragile peut survenir à une température inférieure à Tg.

Zone de transition vitreuse

Dans cette zone, les mouvements coopératifs des chaînes macromoléculaires deviennent possibles, ce qui entraîne une forte diminution du module de Young et une évolution significative du comportement mécanique.

4 Zone caoutchoutique

À des températures supérieures à Tg, les chaînes moléculaires adoptent rapidement différentes conformations sans toutefois se désenchevêtrer complètement. Le matériau devient hyper-élastique et présente un comportement visco-hyper-élastique s'il n'est pas réticulé. Les polymères semi-cristallins, comme le PE et le PP, peuvent être utilisés sous leur Tg, contrairement aux polymères amorphes, tels que le PS, qui nécessitent une réticulation pour être exploités au-delà de cette température.

♣ Zone fluide

Lorsque la température est suffisamment élevée, les chaînes macromoléculaires se désenchevêtrent et deviennent statistiquement indépendantes. Le comportement du polymère devient alors principalement visqueux mais conserve une composante viscoplastique.

Relaxation et mouvements moléculaires

Lorsqu'un polymère fondu est déformé, ses chaînes s'orientent dans le sens de la contrainte. Dans un premier temps, il réagit comme un solide élastique, stockant de l'énergie. Progressivement, les molécules se réorganisent et relâchent les contraintes, retrouvant leur état stable sous forme de pelote, caractéristique des liquides newtoniens, ce qui empêche tout retour à la forme initiale. Ce phénomène est appelé relaxation polymère.

Ce résumé condense les principales étapes du comportement des polymères en fonction de la température. Ce phénomène est illustré dans le schéma suivant (**Figure I.7**), qui montre les différentes étapes de la réponse du polymère.

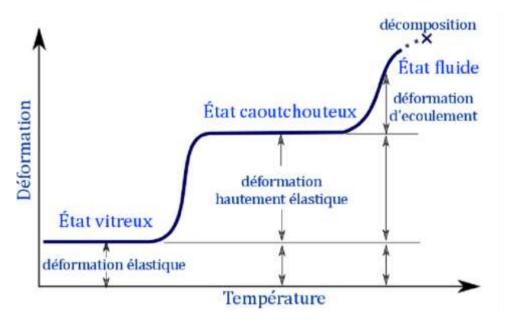


Figure I.7 : Dépendance des propriétés de polymère de la température [13].

Enfin, les polymères sont classés en élastomères si Tg est inférieure à la température ambiante, et en plastomères dans le cas contraire. Leurs caractéristiques dépendent de leur nature, masse moléculaire, degré de polymérisation et structure, qui influencent les domaines de transition et leur seuil d'apparition en fonction de la température et du temps [14].

I.3.4 Propriétés mécaniques des polymères

Les propriétés mécaniques des polymères décrivent leur réaction aux sollicitations mécaniques telles que pression, étirement, torsion, frottement, chocs et effet de pesanteur. Elles sont analysées à travers plusieurs paramètres clés [9] :

- 1. Contrainte au seuil d'écoulement σ_y : Correspond à la contrainte en traction pour la quelle la pente de la courbe contrainte-déformation s'annule pour la première fois.
- 2. **Résistance en traction** σ_M : Désigne la contrainte maximale qu'un polymère peut supporter avant rupture lors d'un essai de traction.
- 3. Contrainte à x % d'allongement σ_x : Il s'agit de la contrainte en traction mesurée lorsque la courbe contrainte-déformation s'écarte de sa linéarité initiale d'un allongement spécifique x %.
- 4. Contrainte à la rupture σ_B : Définie comme la contrainte enregistrée au moment où l'éprouvette se rompt, en l'absence d'un seuil d'écoulement clair ou lorsqu'il est impossible de déterminer la contrainte à x % d'allongement.

- 5. **Résistance en flexion :** Calculée selon des normes spécifiques, elle est particulièrement étudiée pour les thermoplastiques ductiles.
- 6. **Résistance en compression** σ_{cm} : Mesurée sur de petites éprouvettes pour éviter le flambage. Contrairement à l'essai de traction, les défauts morphologiques comme les fissures et entailles ont un impact moindre, car la pression peut les refermer. Ainsi, la résistance en compression des polymères est généralement plus élevée que leur résistance en traction.
- 7. **Résistance en cisaillement** τ_m : Déterminée à l'aide d'éprouvettes cylindriques soumises à une torsion. Pour une meilleure précision, elle est souvent estimée à partir de la résistance en traction via le critère de déformation de Haber Von Mises Hencky, avec une relation approximative :

Résistance en cisaillement $\approx 0.58 \times$ Résistance en traction $\tau_m \approx 0.58 \times \sigma_M$

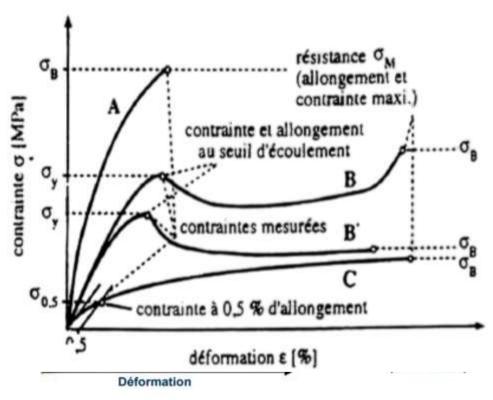


Figure I.8 : Grandeurs caractéristiques déterminées à partir des courbes Contrainte- déformation (essai de traction) pour différents types de matériaux.

A: fragiles, B,B*: ductiles avec seuil d'écoulement, C: ductile sans seuil d'écoulement [15].

I.3.5 Propriétés optiques des polymères

La transparence est la principale propriété optique d'intérêt pour la lumière visible. Elle correspond à l'absence de diffusion et d'absorption dans le spectre visible. Seuls les polymères amorphes sans additifs élastomères ni charges minérales peuvent être entièrement transparents. Cependant, certaines exceptions existent, notamment lorsque l'indice de réfraction du renforçateur de choc est identique à celui du polymère principal.

Un exemple notable est celui des copolymères MBS (poly[méthacrylate-Co-butadiène-co-styrène]) dont la composition est ajustée pour correspondre à l'indice de réfraction du PVC, permettant ainsi de préserver la transparence des bouteilles renforcées [16].

I.3.6 Propriétés chimiques des polymères

Comportement chimique des polymères [17].

Le comportement chimique d'un polymère dépend principalement de la nature chimique de sa structure moléculaire, ainsi que de son accessibilité aux agents extérieurs. Certains produits chimiques, notamment les solvants, peuvent provoquer une dégradation des liaisons chimiques, en particulier sous l'effet des acides et des températures élevées.

De plus, le comportement au feu des polymères est une forme d'attaque chimique à haute température en présence d'oxygène, ce qui peut altérer leur stabilité et accélérer leur dégradation.

I.4. Utilités de polyméries dans notre vie

Les matériaux polymères ont été largement utilisés pour les pièces de construction dans les domaines biomédicaux, de la microélectronique, du transport et du Département de Génie Chimique [18].

I.4.1 Applications des polymères dans le domaine médical

Les polymères occupent une place essentielle dans le domaine médical, Ils sont largement utilisés pour la fabrication d'implants et de dispositifs médicaux, contribuant à la réparation tissulaire et au remplacement des parties endommagées. Grâce à leur diversité de composition et leur malléabilité, ils peuvent être transformés en fibres, films et structures complexes. Toutefois, certains polymères présentent des limites, comme une flexibilité excessive ou une absorption élevée des liquides, pouvant affecter leurs performances [19].

CHAPITRE I: LES POLYMERES, LEURS PROPRIETES ET LEURS APPLICATIONS

En particulier dans les applications cardiovasculaires, où ils doivent interagir de manière spécifique avec le sang et les parois vasculaires.

Pour améliorer leurs propriétés, ils sont souvent renforcés par des fibres et des matériaux de soutien, leur conférant une rigidité et une biocompatibilité adaptées aux tissus durs (os, dents) ou aux tissus mous (vaisseaux sanguins, cartilages). De plus, les polymères composites surpassent les métaux et les céramiques grâce à leur compatibilité avec l'imagerie médicale, leur résistance à la corrosion et leur faible libération d'ions métalliques [19,20].

Face à ces atouts, la recherche continue d'optimiser les polymères biomédicaux pour améliorer leur efficacité et élargir leurs applications dans le secteur médical.

I.4.2 Applications des polymères conducteurs en électronique et en électrochimie

Les polymères conducteurs sont utilisés dans de nombreuses applications avancées, telles que les éléments électrochromes intégrés aux écrans d'affichage et aux fenêtres intelligentes, le stockage d'énergie dans les batteries et les supercondensateurs, ainsi que dans les semi-conducteurs organiques utilisés pour les circuits électroniques flexibles.

Ces polymères jouent un rôle essentiel dans la protection des semi-conducteurs contre la photocorrosion et sont également employés dans les processus de catalyse et les réactions électrochimiques.

De plus, ils sont utilisés pour modifier les électrodes en formant plusieurs couches de matériaux actifs à leur surface, ce qui permet de contrôler les propriétés de l'interface électrode/électrolyte. Cela améliore la sélectivité des réactions chimiques et accroît l'efficacité des processus électrochimiques.

Grâce à leurs nombreuses propriétés, les polymères conducteurs contribuent à l'amélioration des performances des dispositifs électrochimiques et offrent un fort potentiel d'innovation dans le développement de capteurs, de capteurs biologiques et dans l'optimisation des technologies d'énergie propre. Cela en fait un élément clé du progrès scientifique et technologique actuel [21].

I.4.3 Applications des polymères dans l'emballage, le bâtiment et l'industrie

Ils sont ainsi fortement utilisés dans l'industrie de l'emballage, que ce soit l'emballage des produits alimentaires ou à usage ménager ou l'emballage de transport. Ils sont également employés dans les secteurs du bâtiment, de l'automobile, de l'électroménager, du textile, de l'électricité, du loisir et de l'agriculture [22].

Nombreux L'emballage consomme environ 40% des matières plastiques, sous forme de PE et PS essentiellement, que ce soit pour l'emballage des produits alimentaires ou à usage ménager, ou l'emballage de transport. Viennent ensuite le bâtiment (20% dont beaucoup de PVC), l'automobile (PP en majorité), l'électroménager (PP essentiellement), le marché des textiles et l'électricité. D'autres usages plus margi- naux en volume touchent des domaines aussi divers que le loisir (jouets, etc.) ou l'agriculture (filets, films de protection)[23].

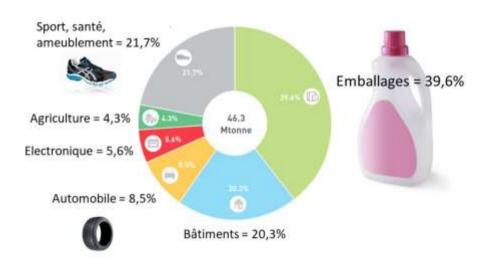


Figure I.4: Eventail des applications des polymères (Plastics Europe 2013).

I.5 Les matériaux composites

I.5.1 Définition

Un matériau composite est défini comme un système constitué de l'association de deux éléments ou plus, non miscibles, mais présentant une grande capacité de compatibilité. Ces composants sont soigneusement sélectionnés de manière à ce que leurs propriétés respectives se complètent, conduisant à la formation d'un matériau aux caractéristiques améliorées sur le plan mécanique, thermique, électrique ou physico-chimique.

Le développement des matériaux composites vise généralement à répondre à des exigences fonctionnelles spécifiques liées à des applications particulières [24].

I.5.2 Composition des matériaux composites

Les principaux composants des matériaux composites sont les renforts, la matrice, et les additifs ou les charges et d'autres éléments

Renfort

Le renfort désigne la phase dispersée au sein du matériau composite, qu'il soit sous forme de particules ou de fibres. Le terme renfort est généralement employé pour désigner les composites à vocation structurelle. Toutefois, dans notre interprétation, il inclut également les charges, un terme utilisé pour désigner les composites destinés à des applications non structurelles [25].

La matrice

La matrice constitue la phase continue du matériau composite. Elle lie les fibres de renfort, répartit les contraintes mécaniques (compression, flexion), et assure une protection chimique. Généralement, elle est constituée d'un polymère ou d'une résine organique Types principaux [26]:

• Matrice thermodurcissable (TD)

Polymère réticulé de manière irréversible par un traitement thermique ou chimique. Infusible et insoluble, il ne peut être mis en forme qu'une seule fois. Ces matrices contiennent souvent des charges (jusqu'à 60 % en masse) sous forme de poudres ou liquides, afin d'ajuster les propriétés mécaniques, électriques, ou thermiques, ou de réduire le coût.

• Matrice thermoplastique (TP)

Polymère malléable par chauffage et durcissable par refroidissement. Réutilisable par fusion, il permet un façonnage répété et un potentiel de recyclage. La connaissance de sa température de fusion est essentielle pour son traitement

4 Additifs

Des produits peuvent être incorporés à la résine afin d'en modifier ou améliorer certaines propriétés. Parmi eux, on trouve des charges renforçâtes (ex : charges sphériques creuses de 5 à 150 µm) destinées à accroître les performances mécaniques du matériau, ainsi que des additifs fonctionnels tels que les colorants ou les agents de démoulage, couramment utilisés lors de la fabrication des structures composites. D'autres charges, dites non renforçâtes, sont ajoutées principalement pour réduire le coût des matrices en résine.

4 Interface

Zone de raccordement entre la matrice et le renfort. Elle joue un rôle essentiel dans le transfert de contraintes et l'efficacité du composite.

♣ Préforme

Préparation du renfort sous forme d'un corps aggloméré à porosité contrôlée, facilitant l'imprégnation par la résine et permettant une meilleure maîtrise des propriétés finales du matériau [27].

4 Charges

On distingue deux types principaux :

- Charges non renforçantes : utilisées pour diminuer le coût de la matrice sans apporter de gain significatif en termes de performance mécanique.
- Charges renforçantes : employées pour améliorer les propriétés mécaniques des polymères, sous réserve de répondre à certaines exigences telles que la compatibilité avec la matrice, une bonne mouillabilité, et une dispersion homogène.

I.5.3 Classification des matériaux composites

Les matériaux composites peuvent être classés en fonction de la nature de leurs constituants, notamment le type de matrice et la forme du renfort. Deux axes principaux sont généralement utilisés :

I.5.3.1 Classification selon la forme du constituants

> Composites renforcés par des fibres

Ces matériaux sont constitués d'une matrice polymère dans laquelle sont intégrées des fibres pour améliorer les propriétés mécaniques telles que la résistance et la rigidité [28]. On distingue plusieurs types de fibres :

- ✓ Fibres synthétiques (comme le carbone ou le verre).
- ✓ Fibres naturelles (lin, sisal, etc.),
- ✓ Fibres hybrides (combinaison de plusieurs types)

Ces composites sont prisés pour leur légèreté, haute résistance mécanique, et stabilité physico-chimique.

Composites renforcés par des particules

Ici, le renfort prend la forme de particules solides dispersées dans la matrice.

Elles servent à :

Améliorer certaines propriétés comme la stabilité thermique ou la rigidité,

Ou à réduire les coûts de production en agissant comme charges fonctionnelles, sans altérer significativement les performances du matériau.

I.5.3.2 Classification selon la nature des constituants

Les composites peuvent également être classés selon la nature chimique de leur matrice [29] :

➤ Composites à matrice organique (CMO)

Ce sont les plus répandus à l'échelle industrielle, utilisant des polymères thermodurcissables ou thermoplastiques.

Domaines d'application : transport, aéronautique, sport, bâtiment.

> Composites à matrice céramique (CMC)

Conçus pour les conditions extrêmes (hautes températures), ils sont utilisés dans les domaines spatial, nucléaire, militaire et les systèmes de freinage.

Composites à matrice métallique (CMM)

Ils offrent un bon compromis entre propriétés mécaniques et conductivité (thermique/électrique). Utilisez dans l'automobile, l'électronique, et les équipements de loisir.

Chapitre II : Élaboration et Méthodes de Caractérisation des Matériaux Étudiés.

Ce chapitre présente les étapes de préparation des matériaux composites à base de polychlorure de vinyle (PVC) et de poudre de feuilles de palmier dattier, ainsi que les techniques utilisées pour caractériser leurs propriétés. Il comprend une description des matières premières, du procédé d'élaboration, suivie des tests de caractérisation tels que les essais de traction, de dureté, d'absorption d'eau, de stabilité thermique et l'analyse spectroscopique infrarouge (FTIR).

II.1 Élaboration des échantillons composites

II.1.1 Généralité sur Les matériaux utilisés

II.1.1.1 Les feuilles de palmier dattier

Les feuilles du palmier dattier (Phoenix dactylifera), issues d'une plante monocotylédone à stipe non ramifié, sont caractérisées par une structure fibreuse, souple et résistante. Alimentées par des faisceaux libéroligneux, elles émergent d'un bourgeon terminal unique, essentiel à la croissance de l'arbre. Leur abondance et leurs propriétés mécaniques en font un renfort naturel de choix, particulièrement adapté aux usages dans les régions arides [30].

.



Figure II.1 : Vue de feuilles du palmier dattier.

II.1.1.2 Le polychlorure de vinyle (PVC)

Le polychlorure de vinyle est un polymère linéaire synthétisé par polymérisation radicalaire du chlorure de vinyle. Il est largement utilisé comme matrice dans les matériaux composites. On distingue deux types principaux [31]: le PVC non plastifié (rigide) et le PVC plastifié (souple), qui présentent des propriétés physiques et mécaniques distinctes.

II.1.2 Préparation de la poudre des feuilles de palmier dattier

La préparation de la poudre a été réalisée selon les étapes suivantes :

- ❖ Les feuilles de palmier sont collectées dans les oasis et les parties indésirables sont enlevées.
- ❖ Ensuite, elles sont lavées à l'eau et au savon pour éliminer la poussière et les impuretés, puis rincées à l'eau distillée pour retirer tout résidu.
- → Elles sont laissées à l'air libre pendant 24 heures. Une fois sèches, elles sont découpées en morceaux de taille uniforme (figure II.2).
- → Elles sont ensuite placées dans un four à 80 °C pendant deux heures (figure II.3), puis broyées en une poudre fine à l'aide d'un moulin (figure II.4).
- ❖ Enfin, la poudre est tamisée selon la taille des particules définie afin de garantir sa pureté (figure II.5).



Figure II.2: Feuilles de palmier coupées.



Figure II.3: Four thermique.





Figure II.4:Les feuilles de palmier broyés par un moulin.

Figure II.5:Poudre de feuilles de palmier.

II.1.3 Préparation des mélanges composites

Le chlorure de polyvinyle (PVC) a été utilisé comme matrice polymère, incorporant des charges naturelles sous forme de poudre de feuilles de palmier dattier à des teneurs de $0\,\%$, $1\,\%$, $1.5\,\%$, $2\,\%$, $3\,\%$ et $5\,\%$ en poids .

- La procédure de préparation comprend les étapes suivantes :
- Pesée précise des composants selon les proportions définies.
- Mélange mécanique du PVC et de la poudre végétale à température modérée, jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène, apte au moulage ou à l'extrusion.

II.1.4 Préparation des plaques

Calandrage

Le mélange PVC/poudre de feuilles de palmier dattier est passé entre deux rouleaux chauffants tournant en sens opposé (calandre), afin de former des feuilles minces et homogènes Comme présenté dans la figure II.6. Cette étape permet une dispersion optimale des fibres dans la matrice polymère, tout en améliorant la qualité du composite.



Figure II.6 : Calandrage du mélange de PVC et de poudre de feuilles de palmier.

4 Moulage

Les feuilles obtenues (de couleur blanche, visibles sur la figure n°II.9) sont découpées en morceaux de tailles réduites pour assurer l'uniformité du matériau. Ces fragments sont ensuite placés dans un moule d'une presse hydraulique et soumis aux conditions suivantes:

> Température : 160–180 °C

> Pression : 5–10 MPa

> Temps de maintien : 10 à 15 minutes

> Refroidissement : sous pression afin d'éviter le retrait du matériau

La figure II.9, illustre le résultat de ce procédé qui permet d'obtenir des plaques composites prêtes pour les essais mécaniques et les analyses structurelles.



Figure II.7 : Les feuilles.



Figure II.8 : Moulage.



Figure II.9: Les plaques composites.

II.2 Méthodes de caractérisation des matériaux

Différents essais ont été menés pour analyser les propriétés des échantillons préparés.

II.2.1 Test Spectroscopie infrarouge FTIR

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est une technique d'analyse puissante utilisée pour déterminer les liaisons chimiques et les groupes fonctionnels présents dans un échantillon. Cette technique repose sur l'absorption du rayonnement électromagnétique dont les longueurs d'onde varient de 2,5 micromètres à 25 micromètres, correspondant aux fréquences spécifiques des vibrations et des rotations des molécules. Elle permet ainsi de caractériser les liaisons et d'analyser leur environnement, fournissant des informations sur la structure et les interactions des groupes fonctionnels [32].



Figure II.10 : Appareil de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).

II.2.2 Tests mécaniques

II.2.2.1 Test de traction Objectif [33]

Mesurer la résistance mécanique, le module d'élasticité et l'allongement à la rupture. Par la machine de traction universelle.

1) Dispositif expérimental de l'essai de traction

L'essai de traction est effectué à l'aide d'une machine de traction universelle, constituée d'une base plane et d'un piston hydraulique se déplaçant verticalement. L'éprouvette est fixée entre deux mâchoires alignées avec l'axe du piston. Lors de l'essai, le piston applique une force axiale croissante, tandis que des jauges de déformation mesurent les allongements.



Figure II.11: Machine d'essai de traction universelle.

Les principales grandeurs mesurées sont :

- La contrainte axiale (σ): rapport entre la force appliquée et la section initiale de l'éprouvette.
- Le module d'élasticité (E) : rapport entre la contrainte et la déformation dans la zone linéaire.
- La contrainte à la rupture : contrainte maximale enregistrée.

La géométrie de l'éprouvette suit généralement des normes pour garantir la fiabilité des résultats, notamment en limitant les effets parasites tels que ceux de Saint-Venant.

2) L'éprouvette de traction

Les études et les normes recommandent généralement l'utilisation d'une éprouvette plate dont la longueur de la section utile est environ dix fois supérieure à la largeur. Cela permet de dissiper les effets de Saint-Venant (champ de contraintes complexe près de la zone d'application de la charge). Cependant, différentes normes et études proposent diverses géométries pour l'éprouvette (voir image ci-dessous).



Figure II.12 : Géométries d'éprouvettes de traction.

II.2.2.2 Test de dureté Shore

Le test de dureté Shore A a pour objectif d'évaluer la dureté superficielle des échantillons en mesurant leur résistance à la pénétration, conformément aux normes ASTM A 785-51 et ASTM A-2240. Ce test consiste à appliquer une bille en acier ou un cône en diamant sous une charge standard et à mesurer l'entaille provoquée. Des dispositifs de pénétration de tailles variées sont utilisés en fonction de la gamme de dureté de l'échantillon [34].



Figure II.13: Appareil de mesure de la dureté Shore A.

II.2.3 Test d'absorption d'eau

Le test d'absorption d'eau consiste à immerger les échantillons dans de l'eau distillée pendant différentes durées (24 h, 48 h, 72 h).

Les mesures dynamiques de sorption d'eau ont été réalisées à l'aide d'un appareil DVS-1000 (Dynamic Vapour Sorption). Pour mesurer la sorption en fonction de la température, des morceaux de films polymères (~9 cm²) ont été plongés dans de l'eau à température contrôlée (24, 50, 80 et 100° C) pendant plus de quatre heures jusqu'à saturation en eau. Après extraction et séchage sous vide à 120° C, la masse sèche des échantillons (msec) a été déterminée, permettant de calculer la teneur en eau à saturation ($w\infty$) à partir de la différence entre la masse à saturation (msat) et la masse sèche. L'erreur de mesure est déterminée par la différence entre les masses à sec et à saturation, ce qui influence la précision du test [35].

La figure II.14
électronique de
mesurer la masse des
permettant de calculer
saturation après
séchage sous vide des



illustre la balance précision utilisée pour échantillons, la teneur en eau à l'absorption et le échantillons.

Figure II.14 : Balance électronique de précision.

II.2.4 Test de stabilité thermique

Cette étude évalue la stabilité thermique statique des formulations à l'aide d'un appareil permettant de mesurer le temps nécessaire à la libération du gaz HCl, indiqué par le changement de couleur du papier pH (test de Beilstein). Les échantillons sont placés dans des tubes en verre fermés à une extrémité, puis immergés dans un bain thermostaté à 200 °C. Le thermostat est rempli d'huile (IRM 902 - ASTM 2) et équipé d'un thermomètre. L'objectif est d'observer la dégradation des formulations, signalée par une coloration rouge due à la libération du chlore [36].

Appareils: DSC.



Figure II.15 : Bain d'huile pour échantillons.

Ce chapitre présente l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus à travers différentes analyses menées sur les échantillons étudiés. Il comprend notamment l'analyse spectroscopique infrarouge (FTIR) pour identifier les groupements fonctionnels, l'étude de l'absorption d'eau distillée, ainsi que l'évaluation des propriétés mécaniques et thermiques des composites PVC/DPLF. Chaque résultat est interprété afin de mieux comprendre l'impact de l'incorporation de fibres naturelles (DPLF) sur le comportement global du matériau.

III. 1. L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR

Cette analyse a été faite dans un but de confirmation de la présence des groupes caractéristiques des matériaux utilisés (PVC ET la fibre DPLF) dans la structure du composite

III. 1.1 L'analyse spectroscopique infrarouge Pour PVC

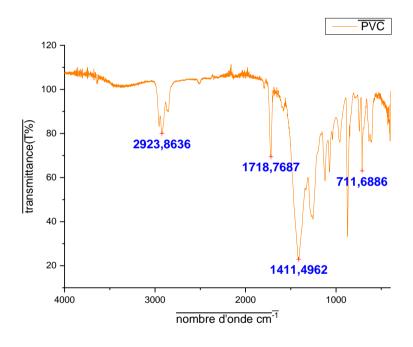


Figure III.1: Spectre FTIR DU PVC

Le tableau III.1 présente les principales bandes observées dans le spectre infrarouge, avec leur attribution aux différentes liaisons chimiques associées au polymère (PVC) et aux additifs éventuels.

Tableau III.1: fréquences caractéristiques du PVC:

Attribution	C-H alcane	C=O	С-Н	C-CL
Nombre d'onde cm ⁻¹	2923.8636	1718.7687	1411.4962	711.6886

-Les pics à 2923, 1411 et 711 cm⁻¹ sont typiques du PVC, ils confirment bien la présence de polychlorure de vinyle.

-Le pic à 1718 cm⁻¹ correspond à une liaison carbonyle (C=O), qui n'existe pas dans le PVC pur. Cela indique la présence d'un plastifiant ajouté (comme le DOP), utilisé pour rendre le matériau plus flexible.

-Le spectre infrarouge analysé montre que l'échantillon est du PVC plastifié, utilisé dans des applications où la flexibilité est nécessaire (câbles, revêtements, films souples...).

III. 1.2 L'analyse spectroscopique infrarouge Pour DPLF

Cette analyse a été faite dans un but de confirmation de la présence de la fibre DPLF dans la structure du composite

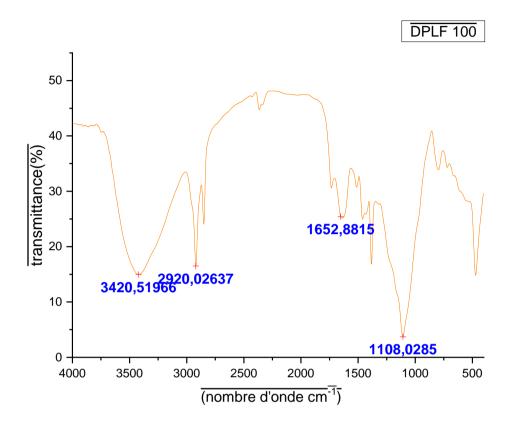


Figure III.2: Spectre FTIR DU DPLF

Le tableau suivant résume les principales bandes d'absorption observées dans le spectre infrarouge de la poudre de feuilles de palmier (DPLF), avec leur attribution aux différentes liaisons fonctionnelles caractéristiques des composants lignocellulosiques.

Tableau III.2 : fréquences caractéristiques du DPLF:

A 44 . 97 . 49	О-Н	С-Н	C=O	C-O
Attribution	associée	alcane		
Nombre d'onde cm ⁻¹	3420.5196	2920.0263	1652.8815	1108.0285

Le pic large à 3420 cm⁻¹ est typique des groupes hydroxyle (O–H) liés par des liaisons hydrogène, confirmant la forte teneur en cellulose et en hémicellulose, ainsi que la présence possible d'humidité.

- Le pic à 2920 cm⁻¹ reflète les vibrations des liaisons C–H dans les chaînes aliphatiques
 structures hydrocarbonées des composants végétaux.
- Le pic à 1652 cm⁻¹ pourrait provenir soit des liaisons C=C aromatiques de la lignine, soit des groupes carbonyles (C=O) conjugués.
- Le pic à 1108 cm⁻¹ est caractéristique des liaisons C–O dans les glucides (cellulose, hémicellulose), ce qui confirme encore une fois la nature lignocellulosique du matériau.

Le spectre montre que la poudre de feuilles de palmier est un matériau naturel riche en fibres végétales, constitué principalement de :

- Cellulose (groupes O–H et C–O),
- Lignine (groupes aromatiques ou conjugués),
- Hémicellulose,
- Et potentiellement une faible teneur en humidité.

III. 1.3 L'analyse spectroscopique infrarouge Pour PVC /DPLF

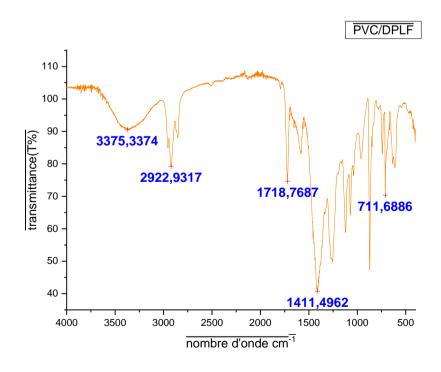


Figure III.3: Spectre FTIR DU 95%PVC/5%DPLF

Tableau III.3: Fréquences caractéristiques de la composition PVC/DPLF

Groupement	О-Н	С-Н	C=O	C-O	C-Cl
fonctionnel					
Nombre	3375.3374	2922.9317	1718.7687	1411.4962	711.6886
d'onde					
cm ⁻¹					

- Présence de la bande O-H à 3375 cm⁻¹ :, Cette bande n'existe pas dans le PVC pur, donc sa présence dans le mélange indique clairement l'incorporation de la matière végétale (DPLF), riche en groupes hydroxyles.
- Le pic à 2922 cm⁻¹: Observé à la fois dans le PVC et le DPLF, il indique la présence de liaisons C–H aliphatiques communes aux deux composants.
- La bande carbonyle à 1718 cm⁻¹: Présente déjà dans le spectre du PVC seul, elle peut provenir des plastifiants ajoutés dans le PVC, ou de composants carbonylés de la biomasse (hémicellulose oxydée).
- Le pic à 1411 cm⁻¹ : Caractéristique du PVC, conservé dans le mélange, il montre que la structure du PVC est toujours dominante.
- Le pic à 711 cm⁻¹ (C–Cl) : Signature forte et nette du PVC, montrant que la liaison chlorée est conservée dans la matrice polymère.

Le spectre FTIR du mélange PVC/DPLF montre clairement une synergie des deux matériaux

- Les groupes hydroxyles (O–H) et C=O confirment la présence de (poudre de feuilles de palmier).
- Les signatures caractéristiques du PVC sont maintenues, notamment la liaison C–Cl (711 cm⁻¹).
- Cela prouve que le DPLF a bien été incorporé dans la matrice polymère, sans dégradation chimique majeure du PVC.

III. 1.4 Analyse comparative des spectres FTIR : PVC – DPLF – PVC/DPLF

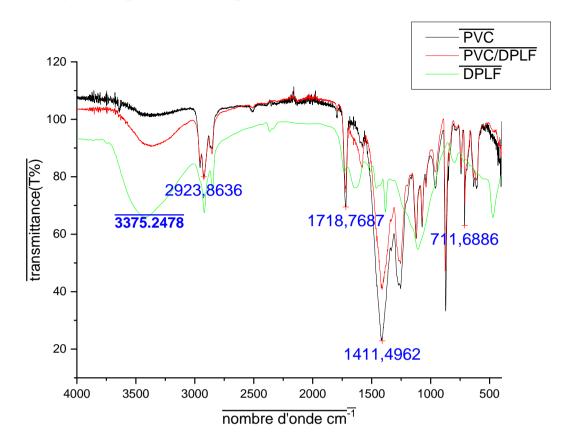


Figure III.4: Spectre FTIR DU PVC, DPLF, PVC/DPLF

Afin de mieux comprendre les interactions entre la matrice polymère (PVC) et la charge végétale (DPLF), une analyse comparative des spectres FTIR a été réalisée. Cette comparaison permet d'identifier les bandes caractéristiques communes ou spécifiques à chaque composant, ainsi que les éventuelles modifications spectrales survenues après l'incorporation de la fibre dans la matrice polymère. La figure ci-dessous illustre les spectres FTIR des échantillons purs et du composite, tandis que le tableau résume les bandes d'absorption les plus significatives observées.

Tableau III.4: Fréquences caractéristiques de la PVC, DPLF et PVC/DPLF

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	PVC	DPLF	Mélange PVC/DPLF
3375 – 3420	absent	Présent	présent
2920 – 2923	présent	Présent	présent
1718 – 1720	plastifiant	C=O de hémicellulose/lignine	présent
1650 – 1652	absent	Présent	faible ou masqué
1411	présent	faible/absent	présent
1108	absent	Présent	masqué ou peu visible
711	caractéristique PVC	Absent	présent)

III. 2 Influence du taux de fibre (DPLF) sur l'absorption de L'eau distillée

Une étude de l'absorption d'eau de nos échantillons (T0 et T1) a été faite. D'après la courbe d'absorption, on remarque que nos échantillons absorbent de manière intéressante surtout durant les 200 à 300 premières heures. À ce moment, on remarque une saturation, **Figure III. 5**.

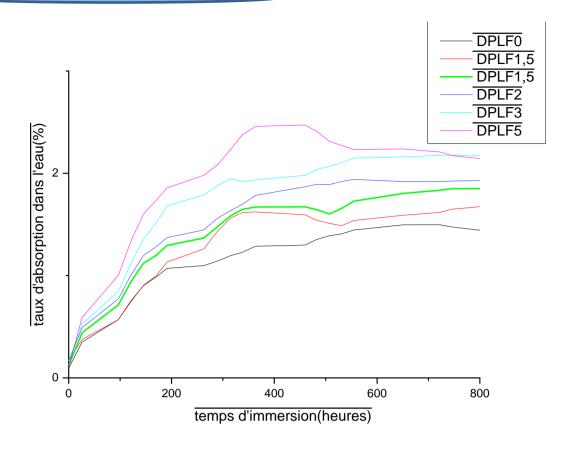


Figure III. 5: L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps 100% PVC, 99%PVC/1%DPLF, 98.5%PVC/1.5% DPLF, 98%PVC/2% DPLF, , 97% PVC/3%DPLF, 95% PVC/5%DPLF

Le composite T5 absorbe plus d'eau, donc on peut dire que la fibre DPLF est bien associée à la matrice organique, ce qui conduit à une forte absorption.

Nous expliquons ce qui précède par le fait que les fibres de DPLF sont riches en cellulose, un composant hydrophile, ce qui favorise l'absorption d'eau

De plus, notant le fait de fibre augmentée dans la structure du composite, les propriétés se détériorent, la fibre absorbe plus et le composite perd ses performances.

III. 3 Les résultats d'étude mécaniques

III. 3.1 l'influence du taux d'additif (DPLF) sur les propriétés mécanique

III. 3.1.a Eude la résistance à la rupture

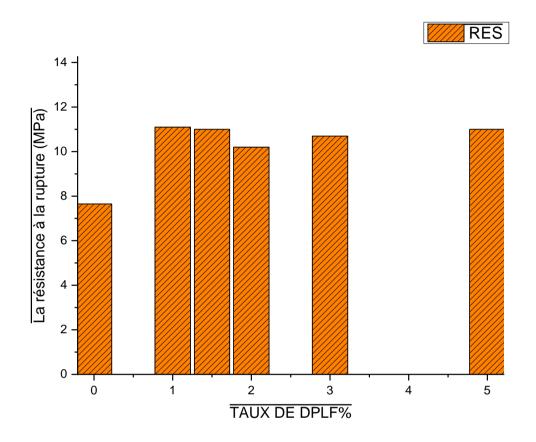


Figure III . 6 : Évolution de la résistance à la rupture des compositions PVC/DPLF

Le tableau suivant présente l'évolution de la résistance à la rupture des composites PVC/DPLF en fonction du taux de fibres ajouté.

Tableau III.5: Évolution de la résistance à la rupture des compositionsPVC/DPLF

Taux de DPLF (%)	Résistance à la rupture (MPa)
0	~7,8
1	~11,3

Taux de DPLF (%)	Résistance à la rupture (MPa)
1.5	~11.2
2	~10,2
3	~10,8
5	~11,0

- ❖ Le comportement reste relativement stable entre 2 et 5 %, ce qui montre une bonne dispersion et compatibilité des fibres dans la matrice polymère.
- → Le fait que la résistance augmente comparé au PVC pur montre que la matrice plastique bénéficie mécaniquement de la présence des fibres, contrairement à de nombreux cas où l'ajout de fibres peut la fragiliser.
- ♦ Le composite PVC/DPLF gagne en résistance à la rupture avec l'incorporation de fibres végétales,
- ♦ Le meilleur rendement est atteint dès 1 %, avec une stabilisation jusqu'à 5 %,
- ❖ Cela confirme l'efficacité du DPLF comme agent de renforcement naturel, à condition d'être bien incorporé.

III. 3.1.b Etude l'allongement à la rupture

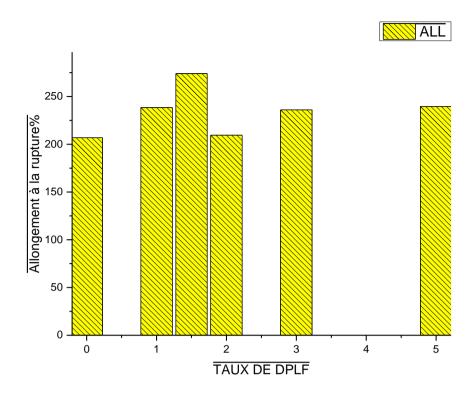


Figure III. 7 : Évolution de l'allongement à la rupture des compositions PVC/DPLF.

Tableau III.6: Évolution de l'allongement à la rupture des compositions PVC/DPLF.

Taux de DPLF (%)	Allongement à la rupture (%)
0	~205 %
1	~235 %
1,5	~270 %
2	~210 %
3	~230 %
5	~230 %

- ♦ Le PVC est naturellement ductile avec un allongement élevé (~205 %).
- ♦ À 2 %, on observe une baisse nette : cela pourrait être dû à des agglomérats de fibres.
- → À 3 % et 5 %, le comportement se stabilise autour de 230 %, ce qui montre une bonne adaptabilité mécanique du composite à des taux plus élevés.
- ♦ Le meilleur résultat est observé à 1,5 %, indiquant un taux optimal pour la ductilité.

III. 3.1.c Etude la dureté SHORE

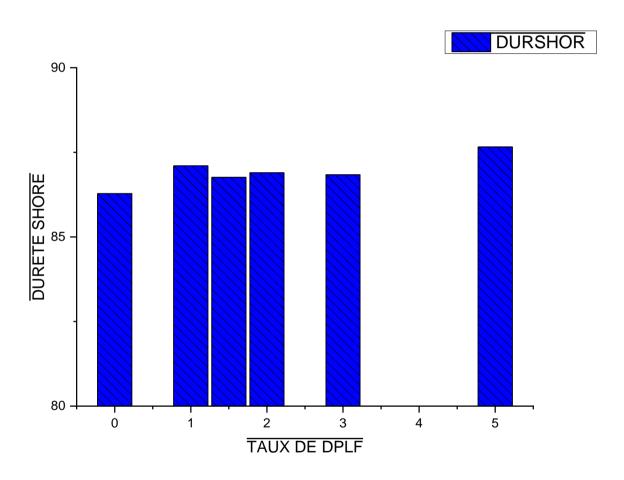


Figure III. 8 : Évolution de la dureté Shore des compositions PVC/DPLF

Tableau III. 7 : Évolution de la dureté Shore des compositions PVC/DPLF:

Taux de DPLF (%)	dureté Shore
0	~86,5
1	~87,5
1.5	~87,1
2	~87,2
3	~87,2
5	~88

La dureté Shore augmente

• légèrement avec l'ajout de fibres DPLF.

Cette évolution suggère que :

- ❖ Le gain reste modéré mais régulier, ce qui est un bon indicateur de compatibilité mécanique entre les fibres naturelles et la matrice PVC.
- ❖ Le composite PVC/DPLF gagne légèrement en dureté avec l'ajout de fibres de feuilles de palmier.
- → À 5 % de DPLF, le matériau atteint la dureté maximale (~88 Shore), sans dégradation de l'uniformité.
- → Cela montre que l'incorporation de fibres naturelles peut améliorer certaines propriétés de surface tout en maintenant une bonne cohésion.

III. 4. L'influence du taux d'additif (DPLF) sur la stabilité thermique des composites.

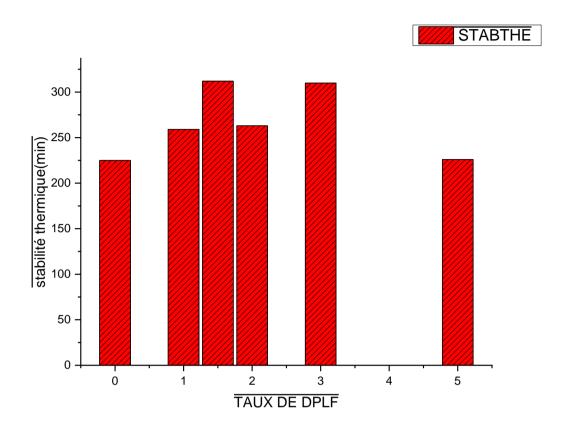


Figure III. 9 : Évolution de la stabilité thermique des compositions PVC/DPLF

Le tableau suivant présente l'évolution de la stabilité thermique des composites PVC/DPLF en fonction du taux de fibres incorporé.

Tableau III.8: Évolution de la stabilité thermique des compositions PVC/DPLF

Taux de DPLF (%)	Stabilité thermique (min)
0	~225
1	~260
1.5	305
2	~310
3	~305
5	~225

- → À 5 %, la stabilité thermique diminue fortement, probablement à cause :

D'un excès de fibres favorisant la carbonisation ou la décomposition précoce.

→ L'ajout modéré de DPLF (2 à 3 %) dans le PVC améliore la stabilité thermique du composite,

CONCLUSION GÉNÉRALE

L'ensemble des analyses menées sur les composites à base de PVC renforcé par des fibres de feuilles de palmier (DPLF) met en évidence l'effet significatif du taux de fibres végétales sur les propriétés physico-chimiques, mécaniques et thermiques du matériau final.

L'analyse FTIR a confirmé la présence des groupes caractéristiques du PVC (notamment C–Cl à ~711 cm⁻¹) et l'incorporation effective des fibres de DPLF, identifiables par les bandes O–H (~3375–3420 cm⁻¹) et C=O (~1718 cm⁻¹), démontrant une compatibilité chimique entre la matrice polymère et la charge végétale.

Concernant le comportement à l'eau, les résultats montrent que l'absorption augmente avec le taux de DPLF, en raison de la nature hydrophile des fibres lignocellulosiques. Ce phénomène nécessite une attention particulière dans des applications soumises à l'humidité.

Sur le plan mécanique, l'introduction de DPLF a permis :

- D'améliorer la résistance à la rupture dès 1 % de fibres, avec une stabilisation jusqu'à 5 %, révélant un effet de renforcement notable,
- D'optimiser l'allongement à la rupture à 1,5 %, traduisant une meilleure élasticité et flexibilité à faible taux de fibre,
- D'augmenter légèrement la dureté Shore, montrant un renforcement en surface sans perte de souplesse significative.

Enfin, l'étude de la stabilité thermique a révélé une amélioration remarquable aux alentours de 2–3 % de DPLF, suggérant un effet retardateur de dégradation thermique par les fibres. Toutefois, une teneur trop élevée (5 %) entraîne une baisse de performance thermique.

L'ajout contrôlé de fibres naturelles de feuilles de palmier dans le PVC permet d'obtenir un matériau composite équilibré, à la fois renforcé mécaniquement, thermiquement plus stable, et plus durable. Un taux optimal entre 1,5 % et 3 % semble offrir le meilleur compromis entre performance technique et valorisation de la biomasse. Ces résultats ouvrent la voie à des applications dans le domaine des biocomposites écoresponsables, notamment pour les pièces semi-structurelles, revêtements ou éléments de construction.

Références

- [1] Biaz, M., & Chaalal, A. (2023). valorisation des polymères naturels dans la modification du bitume routier. (master dissertation, universite mohamed khider biskra).
- [2] Laiadhi ,N & Metloug, F. (2023). influence du taux de fibre naturelle sur lesproprietes du composite a base de resine epoxy. (master dissertation, universite mohamed khider biskra).
- [3] Lakehal ,M. (2023). valorisation des déchets de bouteilles en plastiques et gobelets en papier dans la fabrication des matières plastiques à usage quotidien. (master dissertation, universite mohamed khider biskra).
- [4] Mansouri, N.Chapitre 01 structure des polymères et leur classification 1-8.
- [5] Turkia, S. (2024). préparation, caractérisation et application des membranes polymériques (doctoral dissertation, université ibn khaldoun-tiaret).
- [6] Weiss, P. (2010). la chimie des polymères. université médicale virtuelle francophone.
- [7] Fontanille, M., gnanou, y., & six, m. j. l. (2021). chimie et physico-chimie des polymères-4e éd. dunod.
- [8] Hachemi, C., & lazizi, l. (2017). influence des liquides ioniques sur la polymérisation de l'aniline (doctoral dissertation, université ibn khaldoun-tiaret).
- [9] Hachani, S. E. (2017). synthèse et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de polystyrène (doctoral dissertation, universite mohamed khider biskra).
- [10] 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)).
- [11] Legmairi, A. A., & Boukhaloua, M. S. la robustesse du processus de la neutralisation des charges electriques (doctoral dissertation, u niversite kasdi merbah ouargla).
- [12] Ferhoum, R. (2012). etude expérimentale et modélisation numérique du comportement du pehd à l'état vierge et après vieillissement thermique (doctoral dissertation, université mouloud mammeri).

- [13] Krasnobrizha, A., Rozycki, P., Cosson, P., & Gornet, L. (2016). modélisation des mécanismes d'hystérésis des composites tissés ā l'aide d'un modèle collaboratif élastoplastique endommageable ā dérivées fractionnaires. matériaux & techniques, 104(4), 407.
- [14] Kal, N. (2014). etude expérimentale de comportement mécanique de pmma à l'état vierge et après vieillissement par uv (doctoral dissertation, université mouloud mammeri tizi-ouzou).
- [15] GriDaine, D. (2009/2010). Cours de Matériaux Plastiques : Caractérisation des Polymères chapitres 1 à 3. SlidePlayer.
- [16] Reddah, W., & Babaamer Tiazit, I. (2024). Simulation de la Distribution des Contraintes autour d'un Défaut dans un Polymère (Doctoral dissertation, université Ghardaia).
- [17] Aouidad, A., & Fouchal, M. (2017). Etude de l'effet de la triaxialité de contrainte sur le comportement du PEHD en sollicitation combinée (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou).
- [18] Liu, Y. L., & Chuo, T. W. (2013). Self-healing polymers based on thermally reversible Diels–Alder chemistry. Polymer Chemistry, 4(7), 2194-2205.
- [19] Ramakrishna, S., Mayer, J., Wintermantel, E., & Leong, K. W. (2001). Biomedical applications of polymer-composite materials: a review. Composites science and technology, 61(9), 1189-1224.
- [20] Jozefonvicz, J., & Jozefowicz, M. (1990). Polymères et milieu vivant. L'actualité chimique, 157.
- [21] Coulibaly, M., & El Rhazi, M. (2008). Les polymères conducteurs. Les technologies de laboratoire, 3(12).
- [22] 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.
- [23] Kausch, H. H., Heymans, N., Plummer, C. J., & Decroly, P. (2001). Matériaux polymères : propriétés mécaniques et physiques (Vol. 14). EPFL Press.

- [24] Amor,M & Chamakhi,A (2021).Etude mécanique des composites de polyester-fibre naturelle, cas (Ecorce d'orange, feuilles et noix d'olive) (Master dissertation, université Mohamed Khider de Biskra).
- [25] Ledru, Y. (2009). Étude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques [Doctoral dissertation, Université de Toulouse]. Institut National Polytechnique de Toulouse.
- [26] Bensaid, S. (2006). Contribution à la caractérisation et à la modélisation électromagnétique et thermique des matériaux composites anisotropes [Doctoral dissertation, Université de Nantes].
- [27] Dermarkar, S. (1990). Matériaux composites à matrice métallique.
- [28] Berkouk, A. (2022). Étude des propriétés thermiques, mécaniques et dynamiques mécaniques de composites à base de polymères thermodurcissables (Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider de Biskra).
- [29] Hachani, S. E. (2017). Synthèse et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de polystyrène (Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider de Biskra, Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie).

Réfrénés

- [30] TourerN, G. (1967). Le palmier dattier culture et production. Al awamia.
- [31] Mkacher, I. (2012). Vieillissement thermique des gaines PE et PVC de câbles électriques (Doctoral dissertation, Arts et Métiers ParisTech).
- [32] LE, E., PA, A., RAB, C., D U, P. O., LE, O., & FIB, O. Caractérisation des nanofibres de carbone fonctionnalisés (NFC) 2.1. 1 Caractérisation par spectroscopie infrarouge IR. Sorbonne.(Doctoral dissertation, Université Université Hassan II de Casablanca, 94).
- [33] Lévesque, M. (2000). L'essai de traction de matériaux composites unidirectionnels à fibres continues. École Polytechnique de Montréal.
- [34] KADRI Nabila, C. M. (2020). Elaboration et caractérisation d'une matrice de PEHD/SiO2.(master dissertation, université de Guelma).

- [35] Marque, G. (2009). Absorption de l'eau par les polymères.(Thèse de doctorat, Université de Savoie).
- [36] Maâche, N., & Mouaki Bachiri, A. (2013). L'influence des anti-UV sur les mélanges à base de PVC. (Master dissertation, université Mohamed Khider de Biskra).

الملخص:

سمح هذا العمل بدراسة تأثير إضافة الألياف الطبيعية المأخوذة من أوراق النخيل (DPLF) إلى مصفوفة من بولي كلوريد الفينيل .(PVC) وقد أكد تحليل FTIRو جود كل من المكونات الثلاثة PVC:، وDPLF والمزيج المركب بينهما. تشير دراسة امتصاص الماء إلى أنه كلما زادت نسبة DPLF ، زادت قدرة المادة على امتصاص الماء، بسبب احتواء الألياف على السليلوز المحب للماء. من الناحية الميكانيكية، لوحظ تحسن في مقاومة الكسر. كما ارتفعت صلادة "شور" بشكل طفيف مع إضافة الألياف. حرارياً، تم تحسين الاستقرار عند نسب تتراوح بين 2 و 3%. في الختام، فإن الإضافة المدروسة لـ 1.5-8% من DPLF تمكّن من الحصول على مركب متوازن، معزز، متين، ومتوافق مع التطبيقات البيئية في مجال المواد الحيوية المركبة.

الكلمات المفتاحية FTIR ،DPLF ،: PVC، الامتصاص، الخصائص الميكانيكية، الاستقر ار الحراري.

Abstract:

This study aimed to analyze the effects of adding natural palm leaf fibers (DPLF) to a polyvinyl chloride (PVC) matrix. FTIR analysis confirmed the presence of all components: PVC, DPLF, and the PVC/DPLF composite. Water absorption tests showed that the higher the DPLF content, the more water the material absorbed, due to the hydrophilic nature of cellulose. Mechanically, an improvement in tensile strength was observed. Shore hardness slightly increased with fiber addition. Thermally, stability was optimized at 2–3% DPLF. In conclusion, a controlled addition of 1.5–3% DPLF allows for a balanced, reinforced, and durable composite, suitable for eco-friendly applications in the field of biocomposites.

Keywords: PVC, DPLF, FTIR, absorption, mechanical properties, thermal stability.

Résumé:

Ce travail a permis d'analyser les effets de l'ajout de fibres naturelles de feuilles de palmier (DPLF) dans une matrice en polychlorure de vinyle (PVC). L'analyse FTIR a validé la présence de chacun des composants : le PVC, la DPLF et le mélange PVC/DPLF. L'étude de l'absorption d'eau indique que plus la teneur en DPLF est élevée, plus le matériau absorbe l'eau, en raison de la cellulose hydrophile. Mécaniquement, une amélioration de la résistance à la rupture est observée,. La dureté Shore augmente légèrement avec l'ajout de fibres. Sur le plan thermique, la stabilité est optimisée à 2–3 %,. En conclusion, l'ajout contrôlé de 1,5–3 % de DPLF permet d'obtenir un composite équilibré, durable, renforcé, et compatible avec des applications écologiques dans le domaine des biocomposites.

Les mots clé : PVC, DPLF ; FTIR ; absorption ; propriétés mécanique ; stabilité thermique