



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 : Chimie

Spécialité : chimie des matériaux

Réf : .....

---

Présenté et soutenu par :  
DEBABECHE Nedjla et LOUGHLANI Rayane Ichrak  
Le : mercredi 26 juin 2019

# Etude de l'incorporation des fibres de palmier dans une matrice de polychlorure de vinyle

---

### Jury :

<b>M<sup>me</sup>. DJOUDI Lynda</b>	MCB	<i>Présidente</i>
<b>M<sup>lle</sup>. BOUSSEHEL Hamida</b>	MCB	<i>Rapportrice</i>
<b>M<sup>lle</sup>. BOUCETTA Farida</b>	MAA	<i>Examinatrice</i>

Année universitaire : 2018-2019

# REMERCIEMENTS

*On remercie avant tout le Bon Dieu de nous avoir donné le savoir et la faculté de pouvoir pour suivre nos études.*

*Nous souhaitons adresser nos remerciements les plus sincères à notre promotrice Dr BOUSSEHEL Hamida qui nous a permis de bénéficier de la qualité de son encadrement, les conseils qu'elle nous a prodiguée, la patience et la confiance qu'elle nous a témoignée.*

*Nos vifs remerciements vont au Dr DJOUDI Lynda d'avoir accepté la présidence du jury, nous tenons compte à exprimer toute nos reconnaissances au M<sup>elle</sup> BOUCETTA Farida qui nous ont fait l'honneur d'examiner notre travail, leurs regards critiques ne sauront que rehausser le niveau de notre savoir faire.*

*Nous exprimons nos sincères gratitude et remerciements pour tout l'ensemble du personnel de l'Enterprise Nationale des Industries des Câbles Biskra (ENICAB) pour son accueil et son aide, notamment que l'élaboration d'une partie de notre étude expérimentale et certaines caractérisations des composites ont été réalisées au niveau de ladite entreprise, ENICAB.*

*Nous exprimons bien entendu nos remerciements les plus sincères au Dr GUERIRA Belhi, chef de département de génie mécanique à la faculté des sciences et de la technologie de l'université de Biskra, pour sa disponibilité et ces précieuses aides pour la caractérisation de nos composites élaborées.*

*Nous tenons à remercier aussi tous les membres du laboratoire de chimie de l'université de Biskra pour leur disponibilité et leur précieuse aide, ainsi que l'ensemble du personnel du département des Sciences de la Matière de l'Université Mohamed Khider Biskra pour la formation fournie durant les 5 années passées.*

## *Dédicace*

*Je dédie ce mémoire à.....*

*A mes très chers parents,*

*Affables, honorables, aimables la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi ; Votre prière et votre bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études. Je vous dédie ce travail en témoignage de votre profond amour;*

*A mes très chers frères et à ma cher sœur Imane,*

*Que Dieu vous assiste et vous accorde un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité ;*

*A tous les membres de ma famille :*

*Tantes, oncles, cousins et cousines petits et grands et principalement Dr. OUAMANE Nadjette. A vous tous, veuillez trouver dans ce modeste travail l'expression de mon affection ;*

*A mes très chers amis et à toute la promotion chimie des matériaux  
2018-2019*

*A tous ceux qui m'ont soutenu et à toutes les personnes pour lesquelles j'ai  
une place dans leurs cœurs.*

*DEBABECHE Nedjla*

## *Dédicace*

*Je dédie ce mémoire à ...*

*A mes très chers parents,*

*Tous les mots du monde ne sauraient exprimer l'immense amour que je vous porte : vous présentez pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de la tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi. Vos prières et votre bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études, Je vous dédie ce travail en témoignage de votre profond amour car, ce travail n'est que le fruit de vos sacrifices... Puisse Dieu, le Tout Puissant, vous préserver et vous accorder santé et bonheur tout au long de votre longue vie, Incha-Allah.*

*A mes très chères sœurs,*

*Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et la fierté que j'ai toujours eue pour vous. Que dieu vous assiste ...*

*A mes très chers amis,*

*Pour qui je souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité.*

*A tous les membres de ma famille, petits et grands,*

*Veillez trouver dans ce modeste travail l'expression de mon affection.*

*LOUGHLANI Rayane Ichrak*

# SOMMAIRE

Liste des figures

Liste des schémas

Liste des tableaux

Liste des abréviations

## INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale .....1

Référence.....4

## CHAPITRE I : GENERALITES ET SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Généralités sur les matériaux composites.....7

I.1.1. Définition .....7

I.1.2. Le renfort.....8

I.1.3. La matrice .....8

I.1.3.1. Les thermoplastiques.....9

I.1.3.2. Les thermodurcissables.....9

I.1.3.3. Les élastomères.....10

I.1.4. Classification des matériaux composites.....10

I.2. POLYCHLORURE DE VINYLE SYNTHESE PROPRIETES ET APPLICATION.....12

I.2.1. Le polychlorure de vinyle.....12

I.2.2. Synthèse du polychlorure de vinyle.....12

I.2.3. Mode de synthèse du polychlorure de vinyle.....13

<b>I.2.4.</b> Les additifs.....	<b>15</b>
<b>I.2.5.</b> Propriétés et application du PVC.....	<b>16</b>
<b>I.2.5.a.</b> Propriétés du PVC.....	<b>16</b>
<b>I.2.5.b.</b> Application du PVC.....	<b>16</b>
<b>I.3. LES FIBRES NATURELLES.....</b>	<b>17</b>
<b>I.3.1.</b> La composition chimique des fibres végétales.....	<b>18</b>
<b>I.3.1.a.</b> Cellulose.....	<b>18</b>
<b>I.3.1.b.</b> Les lignines.....	<b>19</b>
<b>I.3.1.c.</b> Les hémicelluloses.....	<b>20</b>
<b>I.3.2.</b> Les propriétés des fibres naturelles.....	<b>21</b>
<b>I.3.2.a.</b> Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales.....	<b>21</b>
<b>I.3.2.b.</b> Caractéristiques thermiques et acoustiques des fibres végétales.....	<b>21</b>
<b>I.3.3.</b> Fibre de palmier dattier.....	<b>22</b>
<b>I.3.4.a.</b> La Palme.....	<b>23</b>
<b>I.3.4.b.</b> Les Folioles.....	<b>23</b>
<b>I.3.4.c.</b> Propriétés des fibres palmier dattier.....	<b>24</b>
<b>I.3.4.</b> L'incorporation du bois de palmier dattier dans une matrice polymère.....	<b>25</b>
<b>I.4. INTERFACE D'UN MATERIAU COMPOSITE : NOTION D'ADHESION.....</b>	<b>25</b>
<b>I.4.1.</b> Interface fibres végétales / polymères thermoplastiques.....	<b>26</b>
<b>I.4.2.</b> Modification de l'interface fibres végétales /thermoplastiques.....	<b>26</b>
<b>I.4.2.1.</b> Les méthodes chimiques de modification de la surface.....	<b>27</b>
<b>I.4.2.1.a.</b> Le traitement alcalin.....	<b>27</b>

<b>I.4.2.1.b.</b> Couplage chimique.....	<b>28</b>
<b>I.4.2.1.c.</b> Imprégnation des fibres.....	<b>28</b>
<b>I.4.2.2.</b> Les méthodes physiques de modification de la surface.....	<b>28</b>
<b>Références.....</b>	<b>29</b>

## **CHAPITRE II : MATERIAUX UTILISES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

<b>II.1. MATERIAUX UTILISE.....</b>	<b>34</b>
<b>II.1.1.</b> Le polychlorure de vinyle.....	<b>34</b>
<b>II.1.2.</b> L'hydroxyde de sodium.....	<b>35</b>
<b>II.1.3.</b> L'acide chlorhydrique.....	<b>35</b>
<b>II.1.4.</b> Ethanol.....	<b>36</b>
<b>II.1.5.</b> Acide sulfurique.....	<b>36</b>
<b>II.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....</b>	<b>36</b>
<b>II.2.1.</b> Préparation de fibre de palmier.....	<b>36</b>
<b>II.2.2.</b> Traitement chimiques des fibres de palmier dattier par mercerisation (la soude caustique) .....	<b>38</b>
<b>II.3. ELABORATION DES COMPOSITES PVC/ FIBRES DE PALMIER.....</b>	<b>38</b>
<b>II.3.1.</b> Préparation des composites.....	<b>39</b>
<b>II.3.1.a.</b> Calandrage.....	<b>39</b>
<b>II.3.1.b.</b> Procédure d'essai.....	<b>40</b>
<b>II.3.2.</b> Moulage par compression.....	<b>40</b>
<b>II.3.2.a.</b> Procédure d'essai.....	<b>41</b>

---

<b>CHAPITRE III : TECHNIQUES DE CARACTERISATION</b>	
<b>III.1. CARACTERISATION DES FIBRES DE PALMIER DATTIER.....</b>	<b>43</b>
<b>III.1.1. Analyse physico-chimique des fibres de palmier dattier.....</b>	<b>43</b>
<b>III.1.1.a. Taux d'humidité (Th).....</b>	<b>43</b>
<b>III.1.1.b. Taux de matière minérale (TMM).....</b>	<b>43</b>
<b>III.1.1.c. Taux de matière cellulosique (TMC).....</b>	<b>44</b>
<b>III.1.1.d. Densité.....</b>	<b>45</b>
<b>III.1.2. Analyse spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....</b>	<b>46</b>
<b>III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITES ELABOREES.....</b>	<b>47</b>
<b>III.2.1. Analyses morphologiques par MEB.....</b>	<b>47</b>
<b>III.2.2. Essai de traction.....</b>	<b>47</b>
<b>III.2.2.a. Procédure d'essai de traction.....</b>	<b>47</b>
<b>III.2.2 .b. Allongement à la rupture.....</b>	<b>48</b>
<b>III.2.3. Essai de Flexion en trois points.....</b>	<b>49</b>
<b>III.2.4. Essai de la dureté Shore A.....</b>	<b>50</b>
<b>III.2.5. Test d'absorption d'eau.....</b>	<b>51</b>
<b>III.2.5.a. Taux d'absorption d'eau.....</b>	<b>51</b>
<b>III.2.5.b. Épaisseur de gonflement <math>E_p</math>.....</b>	<b>51</b>
<b>III.2.5.c. Coefficient de diffusion d'eau <math>D</math>.....</b>	<b>52</b>
<b>III.2.6. Essai de stabilité thermique.....</b>	<b>52</b>
<b>Références.....</b>	<b>53</b>

**CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSION**

<b>IV.1. CARACTERISATION DE FIBRES DE PALMIER DATTIER.....</b>	<b>55</b>
<b>IV.1.1. Caractérisation physico-chimique de la fibre de palmier.....</b>	<b>55</b>
<b>IV.1.2. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR.....</b>	<b>56</b>
<b>IV.2. CARACTERISATION DES COMPOSITE ELABORES.....</b>	<b>59</b>
<b>IV.2.1. Caractérisation Morphologique (MEB).....</b>	<b>59</b>
<b>IV.2.2. Caractérisation mécanique.....</b>	<b>60</b>
<b>IV.2.2.1. Essai de traction.....</b>	<b>60</b>
<b>IV.2.2.1.a. Contrainte à la rupture.....</b>	<b>60</b>
<b>IV.2.2.1.b. Allongement à la rupture.....</b>	<b>62</b>
<b>IV.2.2.1.c. Module d'Young.....</b>	<b>63</b>
<b>IV.2.2.2. Essai de flexion.....</b>	<b>64</b>
<b>IV.2.2.2.a. Contrainte à la flexion.....</b>	<b>64</b>
<b>IV.2.2.2.b. Module de flexion.....</b>	<b>65</b>
<b>IV.2.3. Caractérisation physique.....</b>	<b>66</b>
<b>IV.2.3.1. Dureté Shore A.....</b>	<b>66</b>
<b>IV.2.3.2. Absorption d'eau.....</b>	<b>67</b>
<b>IV.2.3.2.a. Taux d'absorption d'eau.....</b>	<b>67</b>
<b>IV.2.3.2.b. Coefficients de diffusion et l'épaisseur de gonflement.....</b>	<b>70</b>
<b>IV.2.4. Caractérisation thermique.....</b>	<b>72</b>
<b>IV.2.4.1. Stabilité thermique.....</b>	<b>72</b>

**Références..... 74**

**CONCLUSION GENERALE**

**Conclusion générale..... 82**

# LISTE DES FIGURES

**Figure I.1 :** Structure chimique de la cellulose.

**Figure I.2 :** Molécule de cellulose (n répétitions du motif cellobiose).

**Figure I.3 :** Représentation des micro-fibrilles constituant les fibres de cellulose.

**Figure I.4 :** Exemple de structure supposée des lignines.

**Figure I.5 :** Principaux constituants des hémicelluloses.

**Figure I.6 :** La palme.

**Figure I.7 :** les folioles.

**Figure I.8 :** Images MEB d'une fibre de bois de palmier dattier : vue longitudinale (A), vue transversale (B), zoom de la vue transversale (C).

**Figure I.9 :** Réaction d'éthérification envisagée lors du traitement alcalin simultané des fibres et du PVC .

**Figure II.1 :** la poudre de polychlorure de vinyle.

**Figure II.2 :** (A) Fibre de palmier avant découpage, (B) fibre découpée (C) fibre broyage.

**Figure II.3:** Tamiseuse de type AutomaticSieve Shaker D407.

**Figure II.4 :** Les fibres obtenues après le tamisage.

**Figure II.5 :** Montage de mercérisation.

**Figure II.6 :** Echantillon des fibres subit le traitement alcalin.

**Figure II.7:** la calandreuse utilisée « SCHWABENTHAN polymix polymix 200 p ».

**Figure II.8 :** le film du composite obtenu par la calandre.

**Figure II.9 :** la presse utilisée (SCHWABENTHAN POLYSTAT 300S).

**Figure II.10 :** le moulage et l'obtention des plaques.

**Figure II.11 :** Le découpage des plaques sous forme d'haltères par la découpeuse.

**Figure III.1 :** Etuvage d'une prise d'essai.

**Figure III.2 :** incinération d'une prise d'essai.

**Figure III.3 :** Processus d'obtention de matière cellulosique.

**Figure III.4 :** La densité des fibres de palmier.

**Figure III.5 :** Spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S.

**Figure III.6 :** Microscope électronique à balayage type TESCAN VEGA3.

**Figure III.7 :** Photographie de la machine de traction utilisée.

**Figure III.8 :** Essai de la traction du PVC et ces composites.

**Figure III.9 :** Machine d'essais mécanique de flexion trois points.

**Figure III.10 :** Duromètre HPE Zwick-Roell.

**Figure III.11 :** Test d'absorption d'eau.

**Figure III.12 :** Test de stabilité thermique.

**Figure IV.1 :** Composition chimique des fibres de palmier.

**Figure IV.2 :** Spectres IRTF des fibres de palmier dattier traitée et non traitée.

**Figure IV.3 :** Micrographes MEB du polychlorure de vinyle et ces composites non traités ; (a) PVC vierge, (b) PVC/FNT<sub>1</sub>, (c) PVC/FNT<sub>3</sub>, (d) PVC/FNT<sub>8</sub>.

**Figure IV.4 :** Micrographes MEB des composites de polychlorure traités par la soude ; (a) PVC/FT<sub>1</sub>, (b) PVC/FT<sub>3</sub>, (c) PVC/FT<sub>8</sub>.

**Figure IV.5 :** Evolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.

**Figure IV.6 :** Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.

**Figure IV.7 :** Evolution du module d'Young des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.

**Figure IV.8 :** Evolution de la contrainte à la flexion des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.

**Figure IV.9 :** Evolution de Module de flexion des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.

**Figure IV.10 :** Evolution la dureté shore A des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.

**Figure IV.11 :** Evolution de taux d'absorption d'eau de PVC et ces composites non traités à différentes taille en fonction du temps d'immersion.

**Figure IV.12 :** Evolution de taux d'absorption d'eau de PVC et ces composites traités et non traités de taille  $T_1$  (100-300  $\mu\text{m}$ ) en fonction du temps d'immersion.

**Figure IV.13 :** Evolution de taux d'absorption d'eau de PVC et ces composites traités et non traités de taille  $T_2$  (300-500  $\mu\text{m}$ ) en fonction du temps d'immersion.

**Figure IV.14 :** Evolution de taux d'absorption d'eau de PVC et ces composites traités et non traités de taille  $T_3$  (800  $\mu\text{m}$ ) en fonction du temps d'immersion.

**Figure IV.15 :** La structure de cellulose I et cellulose II.

**Figure IV.16 :** Evolution de l'épaisseur de gonflement des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.

## LISTE DE SCHEMA

**Schéma I.1 :** Réaction entre la cellulose et la soude (NaOH).

# **LISTE DES TABLEAUX**

**Tableau I.1** : les principales caractéristiques des matrices polymères thermodurcissable et thermoplastiques.

**Tableau I.2** : Exemples de matériaux composites.

**Tableau I.3** : Propriétés du polychlorure de vinyle.

**Tableau I.4** : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales.

**Tableau II.1** : Caractéristiques de polychlorure de vinyle.

**Tableau II.2** : Caractéristiques de l'hydroxyde de sodium.

**Tableau II.3** : Les caractéristiques de l'HCl.

**Tableau II.4** : Les caractéristiques de l'éthanol.

**Tableau II.5** : Les caractéristiques de l'acide sulfurique.

**Tableau II.6** : Taille des fibres.

**Tableau II.7** : Composition des différentes formulations.

**Tableau IV.1:** Attribution des bandes caractéristiques des fibres lignocellulosiques.

**Tableau IV.2** : Valeurs des coefficients de diffusion et l'épaisseur de gonflement des composites élaborés.

**Tableau IV.3** : Temps de début de dégradation des différents composites (min).

## LISTE DES ABREVIATIONS

<b>ASTM</b>	American society for testing materials
<b>BF</b>	Fibre de banane
<b>CV</b>	Chlorure de vinyle
<b>CVM</b>	monochloroéthylène
<b>D</b>	Coefficient de diffusion d'eau
<b>DSASI</b>	Statistiques agricoles et des systèmes d'information
<b>DCE</b>	Dichloréthane
<b>DIDP</b>	Di-Iso-Décyl-Phtalate
<b>ENIP</b>	Entreprise Nationale de Pétrochimie
<b>E<sub>p</sub></b>	Épaisseur de gonflement
<b>E</b>	Module de Young
<b>FTIR</b>	Analyse spectrale par Infrarouge à Transformée de Fourier.
<b>FNT<sub>1</sub></b>	Fibre de palmier dattier non traitée taille 100-300µm
<b>FNT<sub>3</sub></b>	Fibre de palmier dattier non traitée taille 300-500µm
<b>FNT<sub>8</sub></b>	Fibre de palmier dattier non traitée taille 800µm
<b>FT<sub>1</sub></b>	Fibre de palmier dattier traitée taille 100-300µm
<b>FT<sub>3</sub></b>	Fibre de palmier dattier traitée taille 300-500µm

<b>FT<sub>8</sub></b>	Fibre de palmier dattier traitée taille 800µm
<b>GD</b>	Composites de grande diffusion
<b>GPa</b>	Gigapascal
<b>HP</b>	Composites à hautes performances
<b>MEB</b>	Microscopie électronique à balayage
<b>MPa</b>	Mégapascal
<b>PNDA</b>	Programme national de développement Agricole
<b>PE</b>	Polyéthylène
<b>PP</b>	Polypropylène
<b>PS</b>	Polystyrène
<b>PVC</b>	Polychlorure de vinyle
<b>PET</b>	Poly (téréphtalate d'éthylène)
<b>PF</b>	Phénoplastes
<b>PUR</b>	Polyuréthannes
<b>PVC/FP</b>	Formulation du composite à matrice de PVC et fibres de palmier dattier
<b>PP-g-AM</b>	Polypropylène greffé par l'anhydride maléique
<b>PLA</b>	Acide polylactique
<b>PVC/FNT</b>	Formulation du composite à matrice de PVC et fibres non traitées
<b>PVC/FT</b>	Formulation du composite à matrice de PVC et fibres traitées
<b>PVC/FNT<sub>1</sub></b>	Formulation du composite à matrice de PVC et fibres non traitées de taille 100-300µm

<b>PVC/FNT<sub>3</sub></b>	Formulation du composite à matrice de PVC et fibres non traitées de taille 300-500 $\mu$ m
<b>PVC/FNT<sub>8</sub></b>	Formulation du composite à matrice de PVC et fibres non traitées de taille 800 $\mu$ m
<b>PVC/FT<sub>1</sub></b>	Formulation du composite à matrice de PVC et fibres traitées de taille 100-300 $\mu$ m
<b>PVC/FT<sub>3</sub></b>	Formulation du composite à matrice de PVC et fibres traitées de taille 300-500 $\mu$ m
<b>PVC/FT<sub>8</sub></b>	Formulation du composite à matrice de PVC et fibres traitées de taille 800 $\mu$ m
<b>T<sub>1</sub></b>	Fibre de taille 100-300 $\mu$ m
<b>T<sub>3</sub></b>	Fibre de taille 300-500 $\mu$ m
<b>T<sub>8</sub></b>	Fibre de taille 800 $\mu$ m
<b>T<sub>g</sub></b>	Température de transition vitreuse
<b>Th</b>	Taux d'humidité
<b>TMM</b>	Taux de matière minérale
<b>TMC</b>	Taux de matière cellulosique
<b>UNICAB</b>	Entreprise nationale des industries des câbles Biskra
<b>UV</b>	rayonnement ultraviolet
<b>WPCs</b>	Wood Polymer Composite
<b>E</b>	Allongement à la rupture
<b><math>\sigma</math></b>	Contrainte à la rupture

# INTRODUCTION GENERALE

# INTRODUCTION GENERALE

Les polymères sont de plus en plus présents dans la vie quotidienne. De tout temps l'homme a cherché à les exploiter dans sa vie quotidienne. Cependant, on les utilise rarement seuls, mais combinés à d'autres matériaux, permettant ainsi d'associer les propriétés de chacun. L'utilisation de matériaux composites, préférentiellement aux matériaux traditionnels (polymères, céramiques, métaux, et alliages métalliques) se justifie par de meilleures propriétés spécifiques [1].

Depuis plusieurs décennies, l'utilisation des matériaux composites dans diverses applications a connu un progrès considérable à cause des excellentes propriétés mécaniques de ce type de matériau par rapport au poids. Cette utilisation est plus croissante dans le domaine du transport et l'aéronautique où la légèreté est très demandée. De nos jours les polymères renforcés par des fibres synthétiques sont présents dans la vie de chaque individu, ils sont utilisés dans plusieurs applications qu'il serait très difficile de s'en passer. Mais au-delà de leurs nombreux atouts, ils génèrent des déchets volumineux qui posent d'énormes problématiques liées à leur traitement en fin de vie.

Plusieurs investigations ont été menées pour renforcer différents types de polymères tels que les thermodurcissables et les thermoplastiques. L'idée principale derrière l'utilisation des fibres naturelles dans les plastiques était de réduire le coût des matières premières et les problèmes environnementaux, tout en produisant des matériaux avec des propriétés acceptables [2].

L'utilisation croissante de fibres végétales comme renforts dans les composites à matrices thermodurcissables ou thermoplastiques fournit des avantages environnementaux très intéressants. Les caractéristiques marquantes de ces fibres sont leur faible coût, faible masse, haut module spécifique. Le défi majeur dans l'utilisation de ces fibres comme éléments de renforcement dans les matériaux composites est de réaliser une bonne liaison entre les fibres et la matrice polymère. Les fibres naturelles sont de nature hydrophile, car elles sont dérivées de la cellulose, qui contient des groupes hydroxyles fortement polarisés. La mauvaise adhérence interfaciale fibre/matrice et les difficultés dans le mélange en raison de mauvais mouillage de la fibre avec la matrice limitent l'utilisation de ces fibres comme matière de renforcement dans les matériaux bio-composites [3].

De façon plus générale, l'interface fibre/polymère est le point stratégique des activités de recherche menées sur les composites à base de fibres naturelles. L'autre difficulté majeure provient de la très grande diversité et surtout variabilité de ces fibres naturelles qui en font une matière première aux caractéristiques difficiles à maîtriser. Afin de réduire ces problèmes liés à la nature propre de la fibre, différents traitements ont été proposés et peuvent améliorer l'adhésion, la dispersion des fibres et la stabilité thermique [4]. Il a été démontré qu'un traitement approprié appliqué sur les fibres peut entraîner une compatibilité avec la matrice polymère, qui améliore la qualité des composites. Des méthodes variées comme les traitements plasma [5], alcalin [6], greffage par copolymérisation [7], le traitement avec des silanes [8] ou encore avec d'autres produits chimiques [9-12] ont permis d'améliorer la compatibilité des fibres avec la matrice. L'ensemble de ces études montre que l'adhésion entre les fibres et la matrice joue un rôle primordial sur les propriétés mécaniques du composite. Il est donc indispensable de connaître les interactions chimiques de surface entre les différents constituants des composites avant de pouvoir réaliser une caractérisation mécanique de l'ensemble [13].

Le déchet des palmiers dattiers est une biomasse inépuisable disponible en Algérie et partout dans le monde où le palmier peut être cultivé. C'est une source organique naturelle qui peut être valorisée, d'autant plus que les autres ressources renouvelables ne sont exploitées qu'en partie dans le pays. Depuis Ces dix dernières années et même bien avant, le secteur des palmiers dattiers a connu une progression significative grâce à l'application du programme national de développement Agricole PNDA. Actuellement l'Algérie dispose d'un potentiel énorme de palmiers dattiers, on compte plus de 18 millions de palmiers dattiers soit plus de 18% du patrimoine phoénicicol mondiale selon les dernières statistiques de Ministère de l'Agriculture. Ce potentiel peut générer une quantité énorme et croissante de déchet lors de la récolte des dattes et de l'entretien annuelle des palmiers [14].

C'est pour cette raison que cette étude a été entreprise dans l'objectif de l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de polychlorure de vinyle comme matrice polymérique renforcé par la farine de fibre des palmiers dattier. Les fibres de palmier ont été subdivisées en trois tailles différentes puis traitée en utilisant un traitement alcalin par une solution d'hydroxyde de sodium NaOH.

Pour une étude détaillée et approfondie de cette problématique, ce manuscrit est subdivisé en quatre chapitres :

Le premier chapitre sera consacré aux généralités sur les matériaux composites, dans laquelle nous poserons les bases de ce travail en réalisant un état de l'art des connaissances sur

les matériaux composites à base d'une matrice organique. Elle met en avant l'importance de l'interface fibre-matrice polymères renforcés par des fibres végétales, nous intéressons plus particulièrement à l'amélioration de la compatibilité entre la fibre et la matrice.

Le deuxième chapitre constitue la partie expérimentale qui présente les matériaux utilisés, la préparation des formulations PVC/FP.

Le troisième chapitre résume les différentes techniques utilisées pour caractériser les composites élaborés.

Le dernier chapitre traitera l'ensemble des résultats obtenus et les discussions. Enfin, une conclusion générale permet de résumer les résultats des travaux présentés.

## Références

- [1] I.SLAMA, *Caractéristiques physico-mécaniques des composites bois-plastiques provenant de la valorisation des résidus des panneaux MDF- étude des possibilités de recyclage*, Thèse de doctorat, Université Québec, **2009**.
- [2] Y.DJEBLOUN, *Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales*, Thèse de doctorat, Université de Biskra, **2017**.
- [3] S.AMROUNE, *Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier*, Thèse de doctorat, Université de Guelma, **2016**.
- [4] M.RAGOUBI, *Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne*, thèse doctorat, Université de Nancy en France, **2010**.
- [5] Z. N. AZWA, B. F. YOUSIF, A. C. MANALO, W. KARUNASENA, *A review on the degradability of polymeric composites base on natural fibres*, Materials and Design, 47,424-442, **2013**.
- [6] J.BLEDZKI, *Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxy composites by alkali treatment of fibre*, Composites Science and Technology,59, 1303-1309, **1999**.
- [7] A.ZIZUMBO, A.LICEA-CLAVERÍE, E.LUGO-MEDINA, E.GARCÍA-HERNÁNDEZ, D.MADRIGAL, R.ZITZUMBO, *Polystyrene Composites Prepared with Polystyrene Grafted-fibers of Sugarcane Bagasse as Reinforcing Material*, J. Mex. Chem. Soc, 55, 33-41, **2011**.
- [8] Y.XIE, C.A.S.HILL, Z.XIAO, H.MILITZ, C.MAI, *Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review*, Composites, 41, 806-819, **2010**.
- [9] F.G.TORRES, M.L.CUBILLAS, *Study of the interfacial properties of natural fibre reinforced polyethylene*, Polymer Testing, 24, 694–698, **2005**.
- [10] O.NABINEJAD, D.SUJAN, M.E.RAHMAN, I.J.DAVIES, *Effect of oil palm shell powder on the mechanical performance and thermal stability of polyester composites*, Materials and Design, 65, 823–830, **2015**.
- [11] A.BESSADOK, S.MARAIS, S.ROUDESLI, C.LIXON, M.METAYER, *Influence of chemical modifications on water-sorption and mechanical properties of Agave fibres*, Composites; 39, 29–45, **2008**.
- [12] M.J.MIAH, F.AHMED, A.HOSSAIN, A.H.KHAN, *Study on Mechanical and Dielectric Properties of Jute Fiber Reinforced Low-Density Polyethylene (LDPE) Composites*, Polymer-Plastics Technology and Engineering, 44, 1443–1456, **2005**.

- [13] D.THI VI VI, *Matériaux Composites A Fibres Naturelles / Polymère Biodégradables Ou Non*, Thèse de doctorat, Université de Hô-Chi-Minh en Vietnamien, **2011**.
- [14] K.ALMI, *Développement et caractérisation de matériaux à base du bois de palmier dattier adaptés aux applications de développement durable en Algérie*, Thèse de doctorat, Université de Biskra, **2018**.

# CHAPITRE I

## GENERALITES ET SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

# CHAPITRE I

## GENERALITES ET SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans l'industrie. Aujourd'hui, ils occupent une place majeure parmi les matériaux car ils disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, maintenance réduite, liberté de formes. Ils permettent d'augmenter la durée de vie de certains équipements grâce à leurs propriétés mécaniques et chimiques. Ils contribuent au renforcement de la sécurité grâce à une meilleure tenue aux chocs et au feu. Ils offrent une meilleure isolation thermique ou phonique et pour certains d'entre eux, une bonne isolation électrique. Ils enrichissent aussi les possibilités de conception en permettant d'alléger des structures et de réaliser des formes complexes, aptes à remplir plusieurs fonctions. Les matériaux composites sont utilisés dans de nombreux domaines tels que le domaine de transport, de sports et de loisirs, de bâtiment, ou encore de médecine. En chaque domaine d'application, les performances remarquables des matériaux composites sont à l'origine de solutions technologiques innovantes [1, 2].

### I.1. Généralités sur les matériaux composites

#### I.1.1. Définition

Un matériau composite est un assemblage d'au moins deux constituants de nature différente, non miscibles entre eux et les principaux constituants sont la matrice et le renfort mais ayant chacun une forte capacité d'adaptation. L'objectif est de regrouper judicieusement ces deux composants afin d'obtenir un matériau présentant un bon ratio entre comportement mécanique et masse volumique. A noter que la liaison entre les fibres et la matrice représente un élément fondamental pour la réalisation de l'effet composite [3].

Les qualités respectives des constituants se complètent pour former un matériau aux performances mécaniques, thermiques et/ou physico-chimiques améliorées. Il est possible de

moduler les propriétés d'un composite en fonction du besoin spécifié. L'adaptabilité de ces matériaux en fait un atout majeur et les place en position concurrentielle par rapport aux matériaux traditionnels (métaux, alliages, ...) [4].

La formulation des composites peut contenir d'autres constituants tels que les agents de couplage, les revêtements et les charges. Les agents de couplage et les revêtements sont utilisés pour améliorer le mouillage du renfort par la matrice et favoriser ainsi la liaison renfort-matrice. Les charges sont utilisées avec certaines matrices principalement pour réduire le coût et améliorer leur stabilité dimensionnelle. Cependant on se limite dans ce qui suit à présenter les matrices polymériques renforcées par les fibres végétales [5].

### **I.1.2. Le renfort**

Le renfort est un matériau permettant d'améliorer les propriétés de la matrice dans le but d'assurer des meilleures propriétés du matériau composite à élaborer. Les composites sont souvent désignés selon la géométrie de renfort [1].

Il se présente généralement sous la forme de fibres, dont la conception de l'orientation au sein du composite dépend principalement de la direction du chargement mécanique à supporter. Les caractéristiques recherchées pour les fibres sont : la rigidité et la résistance mécanique élevée [6].

### **I.1.3. La matrice**

Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymérique. Le rôle de la matrice est de transmettre les efforts mécaniques aux fibres et d'assurer leurs protections chimiques et de donner la forme au produit final. La matrice détermine en général la limite de l'environnement de service du matériau et la température d'utilisation de ce matériau. On énumère un grand type de polymère pour servir de matrice aux matériaux composites [7, 8]. Ainsi, pour pouvoir apporter aux matériaux composites des propriétés mécaniques élevées, les résines doivent posséder des masses volumiques faibles [9]. Les composites peuvent être classés suivant la nature de leurs matrices en trois groupes:

- Les composites à matrice métallique.
- Les composites à matrice céramique.
- Les composites à matrice organique.

Chacun de ces groupes emploie différents types de renforts et possède des propriétés différentes [1].

**I.1.3.1. Les thermoplastiques**

Les matrices thermoplastiques (macromolécules linéaires ou légèrement ramifiées) sont les plus utilisées compte tenu de leur facilité de mise en œuvre et de leur faible coût. Elles se présentent sous forme semi cristallines et ont des propriétés mécaniques faibles.

Ils acquièrent par chauffage une fluidité suffisante pour être transformés sans modification de leur structure chimique, et donc a priori de façon réversible. Parmi les principaux thermoplastiques, on peut citer le PE, le PP, le PS, le PVC, les polyamides, le PET [10, 11].

**I.1.3.2. Les thermodurcissables**

Les matrices thermodurcissables sont des polymères (macromolécules tridimensionnelles) qui ne peuvent être mis en forme qu'une seule fois mais qui possèdent des propriétés mécaniques et thermomécaniques élevées par rapport aux thermoplastiques. Une élévation de température provoque le durcissement du matériau, en lui conférant sa structure définitive, de façon irréversible. Par extension, on inclut dans cette famille tout polymère qui subit une transformation irréversible, même si la chaleur n'est pas indispensable, on peut citer comme exemple les phénoplastes (PF) connue sous le nom Bakélite, les polyuréthanes (PUR) [11]. La différence essentielle entre ces deux types de polymères est résumées dans le tableau I.1 suivant :

**Tableau I.1** : les principales caractéristiques des matrices polymères thermodurcissables et thermoplastiques [12].

Matrice thermodurcissable	Matrice thermoplastique
Amorphe	Amorphe ou semi cristalline
Résistance aux températures élevées	Résistance à l'impact
Viscosité basse pendant la mise en forme	Fabrication difficile en raison de la viscosité très élevée du polymère fondu
Fragiles	Thermostable
Cycle de fabrication long	Possibilités de réparation
Recyclage des déchets impossibles	Recyclage très aisé

**I.1.3.3. Les élastomères**

Sont par définition des polymères ayant des propriétés élastiques réversibles (allongement réversible important). Exemples : caoutchouc naturel, polybutadiène [13].

**I.1.4. Classification des matériaux composites**

Ainsi, pour accéder à la description d'un matériau composite, il sera nécessaire de spécifier :

- La nature des constituants et leurs propriétés.
- La géométrie du renfort, sa distribution.
- La nature de l'interface matrice-renfort.

La géométrie du renfort sera caractérisée par : sa forme, sa taille, la concentration du renfort, sa disposition (son orientation), etc. Si l'ensemble de ces paramètres concourt à déterminer les propriétés du composite, les modélisations descriptives ne tiendront compte que de certains paramètres, du fait de la complexité des phénomènes mis en jeu. Par exemple, la forme du renfort sera schématiquement approchée soit par des sphères, soit par des cylindres.

La concentration du renfort est habituellement mesurée par la fraction volumique (fraction en volume) ou par la fraction massique (fraction en masse). La concentration du renfort est un paramètre déterminant des propriétés du matériau composite.

Pour une concentration donnée, la distribution du renfort dans le volume du composite est également un paramètre important. Une distribution uniforme assurera une 'homogénéité' du matériau, les propriétés du composite seront indépendantes du point de mesure. Dans le cas d'une distribution non uniforme du renfort, la rupture du matériau sera initiée dans les zones pauvres en renfort, diminuant ainsi la résistance du composite [14].

Suivant les caractéristiques de la matrice et des renforts, on distingue généralement deux grandes familles : les composites de grande diffusion (GD), peu onéreux, qui occupent une large part du marché et les composites à hautes performances (HP). Ces derniers, généralement renforcés de fibres continues de carbone ou d'aramide, sont réservés à des secteurs de forte valeur ajoutée : aéronautique, médical, sports et loisirs.

Des exemples de matériaux composites pris au sens large sont donnés au tableau I.2.

Tableau I.2 : Exemples de matériaux composites [14].

Type de composite	Constituants	Domaines d'application
<b>Composites à matrice organique</b>	Résine/charges/fibres cellulosiques	Imprimerie, emballage,
Papier, carton		Menuiserie
Panneaux de particules	Résine/copeaux de bois	Bâtiment
Panneaux de fibres	Résine/fibres de bois	Sports,
Toiles enduites	Résines souples/tissus	Toiture, terrasse,
Matériaux d'étanchéité	Elastomères/bitume/textiles	Automobile
Pneumatiques	Caoutchouc/toile/acier	Domaines multiples
Stratifiés	Résine/charges/fibres de verre,	
Plastiques renforcés	de carbone, etc.	
	Résines/microsphères	
<b>Composites à matrice minérale</b>	Ciment/sable/granulats	Aviation, espace, sports,
Béton	Carbone/fibres de carbone	biomédecine, etc.
Composite carbone-carbone	Céramique/fibres céramiques	Pièces thermomécaniques
Composite céramique	Génie civil	
<b>Composites à matrice métallique</b>	Aluminium/fibres de bore	Espace
	Aluminium/fibres de carbone.	
<b>Sandwiches</b>	Métaux, stratifiés, etc.	Domaines multiples
Peaux	plastiques renforcés.	

## I.2. POLYCHLORURE DE VINYLE SYNTHESE PROPRIETES ET APPLICATIONS

### I.2.1. Le polychlorure de vinyle

Le Polychlorure de vinyle ou chlorure de polyvinyle est un polymère thermoplastique de grande consommation, amorphe ou faiblement cristallin. Connu généralement sous le sigle PVC, il est obtenu par polymérisation des monomères de chlorure de vinyle  $\text{CH}_2=\text{CHCl}$  [15].

La consommation s'explique par le fait que la souplesse du PVC peut être adaptée à volonté par ajout de plastifiants. Deux familles peuvent ainsi être distinguées : les PVC non plastifiés dits rigides et les PVC plastifiés ou souples. De façon générale, le PVC est résistant aux chocs, à l'abrasion et à la corrosion et possède des propriétés d'isolant électrique [16].

Historiquement, le monomère de chlorure de vinyle est produit par réaction entre l'éthylène et du chlore gazeux mais, de nos jours, on peut faire réagir de l'acétylène avec de l'acide chlorhydrique en présence d'oxygène. Le produit intermédiaire de cette réaction, qui est le dichlorométhane, se transforme en chlorure de vinyle sous l'effet de la chaleur [17].

### I.2.2. Synthèse du polychlorure de vinyle

La réaction de polymérisation du monomère chlorure de vinyle par voie radicalaire donne naissance à des macromolécules linéaires de masses moléculaires moyennes. C'est une réaction fortement exothermique. Il existe plusieurs procédés industriels de polymérisation du monomère chlorure de vinyle [15] : Polymérisation en masse ; polymérisation en suspension ; polymérisation en émulsion et polymérisation en solution.

Le monomère employé lors de la réaction de polymérisation est le chlorure de vinyle, gaz incolore, liquide à  $-14^\circ\text{C}$  sous 4 bar. Le chlorure de sodium, de source marine ou minérale, est utilisé comme matière première principale dans la fabrication de ce monomère. Le chlore réagit avec de l'éthylène pour produire du dichloréthane (DCE), un gaz liquéfié. Le monomère est ensuite polymérisé pour obtenir le chlorure de polyvinyle ou le PVC. À ce stade le PVC est une résine, il est sous forme de poudre blanche et inerte. Le PVC est obtenu par la synthèse polymérisation du chlorure de vinyle (CVM) ou monochloréthylène [18].

La polymérisation la plus utilisée aujourd'hui est la polymérisation en suspension (80%). Le monomère de chlorure de vinyle est dispersé en fines gouttelettes dans l'eau puis la réaction est activée par des amorceurs solubles dans le monomère (peroxydes de diacétyle,

peroxydicarbonates, peroxyesters d'alkyle). Le PVC est séparé du milieu par centrifugation et décantation puis séché. La morphologie des particules finales peut être contrôlée (porosité, densité et taille (100-180  $\mu\text{m}$ ) [19].

### I.2.3. Mode de synthèse du polychlorure de vinyle

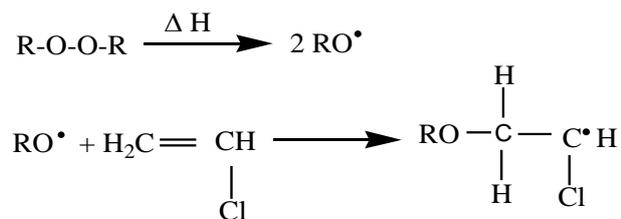
La polymérisation radicalaire des monomères vinyliques se déroule suivant une réaction en chaîne en 3 étapes : amorçage, propagation et terminaison [2]. Le chlorure de vinyle (CV) est à la base du polychlorure de vinyle (PVC). Sa production se déroule en deux étapes :

- L'éthylène et le chlore sont liés sous forme de dichloroéthane.
- Le dichloroéthane est ensuite décomposé par craquage en chlorure de vinyle et en acide chlorhydrique. Le chlorure de vinyle (CV) est mis en suspension en milieu aqueux, dans un réacteur chimique, et est polymérisé ensuite en PVC sous des pressions et de la chaleur, la synthèse est réalisée par voie radicalaire qui se déroule en trois étapes :

#### ➤ Initiation

Lorsqu'il est induit par la chaleur, l'amorçage a lieu en deux étapes. Dans la première étape, deux radicaux sont produits par la décomposition homolytique du pré-amorceur sous l'effet de la chaleur.

La seconde étape du mécanisme consiste en l'addition du radical (R) sur une première molécule de monomère (M) pour produire l'espèce active qui propagera la réaction.

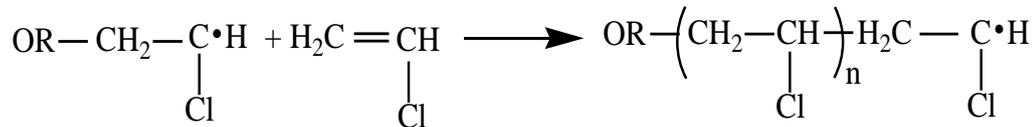


Cet amorçage est suivi par la phase de propagation. Au cours de la propagation, la chaîne de polymère croît par insertions successives de molécules de monomère (M).

#### ➤ Propagation

La propagation correspond à une réaction biomoléculaire qui consiste en addition du radical libre  $\text{RM}^\bullet$  formé lors de l'amorçage avec une autre molécule de monomère, et la

répétition de cette étape conduite à la formation d'un macroradical de longue de chaîne tel que représente l'équation ci-dessous :

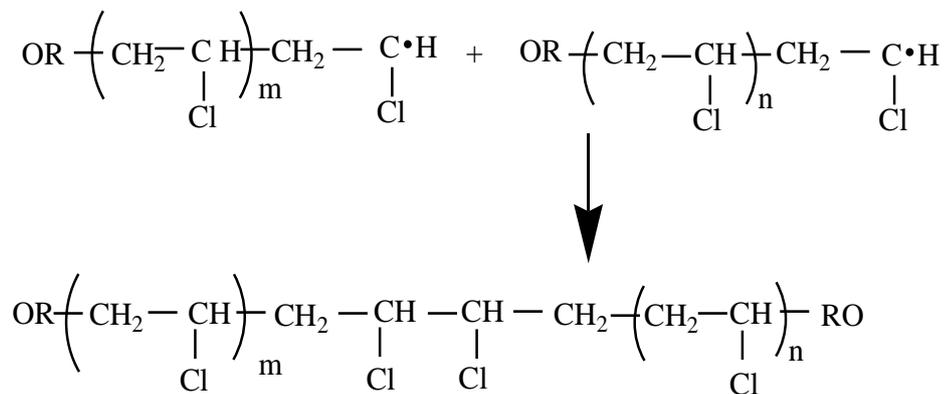


Interviennent ensuite les réactions biomoléculaires de terminaison.

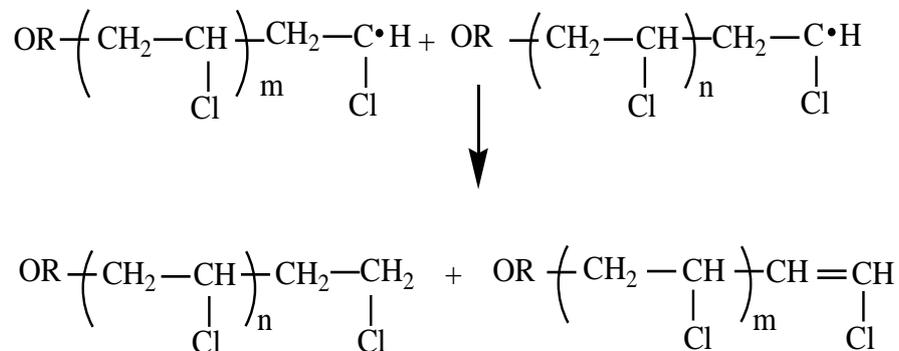
➤ **Terminaison**

En fin de réaction, lorsque la quasi-totalité du CV est consommé, on assiste soit :

- Réactions de terminaison par couplage : C'est la rencontre de radicaux selon la réaction suivant :



- Réactions de dismutation : Un atome d'hydrogène migre d'un macroradical pour stabiliser un autre avec formation d'une double liaison sur le site de départ selon la réaction suivant [20, 21] :



**I.2.4. Les additifs**

Afin d'obtenir différents articles en PVC, on peut incorporer des additifs :

**➤ Les stabilisants**

Le rôle des stabilisants est de fixer les chlorures d'hydrogène libérés lors de la déshydrochloruration, réaction auto-catalytique due à la chaleur, à la lumière ou à l'oxygène. Ainsi, les stabilisants permettent d'éviter les réactions secondaires lors la mise en œuvre du PVC, mais aussi d'augmenter sa stabilité thermique [22].

Les stabilisants thermiques permettent de protéger le PVC vis-à-vis des effets de la dégradation chimique due à la chaleur. Il en existe plusieurs types : des organo-étains, des métaux mixtes, des stabilisants organiques, à base de plomb (de moins en moins utilisés) ou d'antimoine. La protection aux UV est assurée par l'emploi de pigments (rôle de l'écran), d'antioxydants et/ou de stabilisants (inhibition de la réaction de dégradation) [18, 24].

**➤ Les plastifiants**

Le rôle des plastifiants est principalement d'améliorer la souplesse et la résistance au choc et au froid du PVC en diminuant les interactions entre les chaînes de polymère et en abaissant la température de transition vitreuse (Phtalates comme exemple) [23].

**➤ Les colorants**

Les pigments et autres colorants jouent également un rôle esthétique. Par exemple, le dioxyde de titane, sous sa forme cristalline rutil, donne une couleur blanche au matériau et représente également un écran efficace aux rayonnements ultraviolets (Pigments minéraux, Pigments organiques, Noir de carbone, Organo-métallique).

**➤ Les charges**

Pour lui conférer les spécificités mécaniques souhaitées (Carbonate de calcium, Talc, Silice, Kaolin calciné, Dolomies, Oxydes métalliques). Des charges sont ajoutées au PVC et dans le cas du PVC rigide, il s'agit très majoritairement du carbonate de calcium. Cela permet de diminuer le coût du matériau, d'augmenter les propriétés à l'impact, la rigidité et d'améliorer l'état de surface.

**➤ Les lubrifiants**

En ce qui concerne les lubrifiants, on distingue :

- Les lubrifiants internes qui ont pour rôle de diminuer le frottement interne de la masse plastifiée en abaissant la viscosité à l'état fondu. Il s'agit principalement d'esters d'acide gras, de stéarate de calcium ou d'alcools gras,

- Les lubrifiants externes qui évitent au PVC de coller aux parois métalliques chaudes des machines de mise en forme. Les cires de lignite, les cires amide, les paraffines, les cires de polyéthylène oxydé ou encore les acides gras en sont quelques exemples [18, 24].

### I.2.5. Propriétés et application du PVC

#### I.2.5.a. Propriétés du PVC

Parmi les propriétés physiques, le PVC de couleur naturelle transparente (cristal), il est amorphe dans la majorité des cas, on note la présence de la phase cristalline qui varie de 5 à 15 % en masse, à température ambiante 23 à 25 °C, la phase amorphe est rigide, avec la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) qui se situe vers les 75 °C et 80 °C, c'est-à-dire qu'il est rigide à température ambiante, et qu'au dessus de 90°C, il est caoutchouteux (faible résistance, grande déformation. Pour les propriétés mécaniques le PVC résiste à l'abrasion et aux chocs encore plus à basse température < à 10 °C, et de bonne résistance à la rigidité jusqu'au voisinage de sa température de transition vitreuse, l'addition des plastifiants permet de diminuer la  $T_g$ . Et selon la proportion de plastifiant, on distingue le PVC souple et le PVC rigide [17]. Ces deux matériaux présentent des propriétés physiques et mécaniques différentes donnés au tableau I.3:

**Tableau I.3 :** Propriétés du polychlorure de vinyle [25].

Propriétés	PVC rigide	PVC souple
Masse volumique g.cm <sup>-3</sup>	1,4	1,2 à 1,3
Cristallinité%	7 à 15	< 7
Température de fusion °C	160 à 170	140 à 170
Température de transition vitreuse °C	75 à 105	-40
Contrainte à la rupture MPa	50	10 à 20
Allongement à la rupture%	10 à 50	200 à 500

#### I.2.5.b. Application du PVC

- **Construction:** tuyaux, profilés (portes et fenêtres), câbles, revêtements de sol, enduits de toiture, canalisations.
- **Emballage:** produits alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques.
- **Bien de consommation courante :** chaussures, cartes de crédits, vêtements, jouets.

- **Secteur automobile:** chaque voiture contient environ 10 à 16kg de PVC (revêtement des pièces, des tableaux de bord, les panneaux des portes).
- **Secteur médical:** poches de sang, cathéters, petits tubes et tuyaux, gants chirurgicaux, masques d'inhalations, emballages stériles [18].

### **I.3. LES FIBRES NATURELLES**

Les fibres peuvent être regroupées selon leur origine :

- Les fibres minérales : issues de roches présentent d'excellentes propriétés thermiques et électriques. Cependant, elles sont susceptibles d'avoir un effet néfaste sur la santé en cas d'inhalation (fibre de verre ou fibre de carbone)
- Les fibres animales : elles peuvent être récoltées à partir de poils d'animaux ou bien être le produit de sécrétion de certains invertébrés (ver à soie, araignées). Les fibres de soie présentent des propriétés mécaniques remarquables mais une production à l'échelle industrielle de ce type de fibres demeure inconcevable
- Les fibres végétales : issues de plantes annuelles (ayant un cycle de vie inférieur à un an) et pluriannuelles, ou d'arbres, ces fibres sont à ce jour les fibres naturelles les plus utilisées dans l'industrie [26].

L'utilisation de fibres végétales présente deux principaux avantages en tant que renfort dans les matériaux composites tels que la bauge. Tout d'abord, les fibres sont largement disponibles à faible coût. D'autre part, la valorisation des fibres végétales permet la réduction des impacts environnementaux par rapport à l'utilisation de fibres polymères étant donné leur caractère renouvelable [27]. Les fibres végétales ont de certains avantages sur les charges classiques comme la densité et les excellentes propriétés mécaniques et thermiques. Elles sont renouvelables et recyclables [28].

La fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de leur origine. En effet, les dimensions des filaments végétales dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale.

Les fibres végétales sont également caractérisées par la diversité de l'épaisseur de leur paroi cellulaire résultant de la porosité fibreuse.

La forme morphologique de la fibre végétale peut également être un facteur important dans la compréhension du transfert de contrainte aux interfaces fibre-matrice. [29].

### I.3.1. La composition chimique des fibres végétales

Les fibres végétales sont des fibres lignocellulosiques composées de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine, et en proportions relativement faibles d'extractibles non azotés, de matière protéique brute, de lipide et de matière minérale. Les proportions de ces différents constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [1].

#### I.3.1.a. Cellulose

La cellulose est une macromolécule formée de longues chaînes de polymères linéaires non ramifiées dont le motif de base est le glucose  $C_6H_{12}O_6$  figure I.1. Le motif de répétition est le dimère cellobiose figure I.2. Le nombre de motifs de répétition ou le degré de polymérisation varie suivant l'origine de la cellulose.

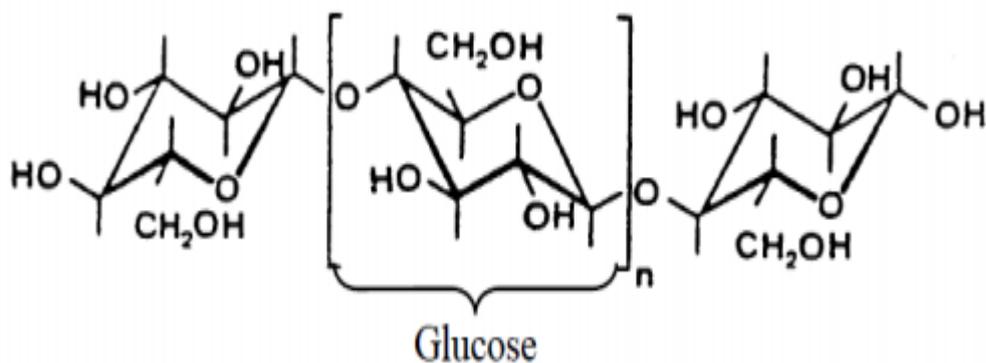


Figure I.1 : Structure chimique de la cellulose.

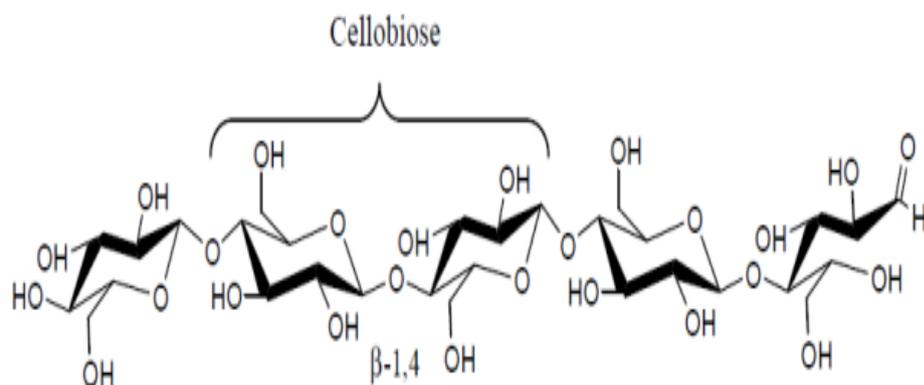
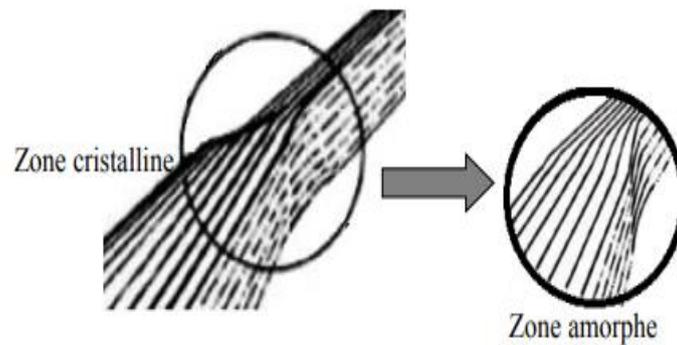


Figure I.2 : Molécule de cellulose (n répétitions du motif cellobiose).

La cellulose est un polymère qui possède une structure fibrillaire partiellement cristalline figure I.3, les microfibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes totalement désordonnées



**Figure I.3 :** Représentation des micro-fibrilles constituant les fibres de cellulose.

Dans la zone cristalline, les chaînes cellulosiques sont disposées parallèlement les unes aux autres, liées par des liaisons hydrogènes intra et intermoléculaires. Toutes les propriétés de la cellulose sont étroitement corrélées à la forte densité des liaisons hydrogène qui se développent entre les chaînes, elle contribue à la force et à la rigidité de la fibre. Les interactions moléculaires sont fortes et assurent l'essentiel de la cohésion tout en empêchant la pénétration des réactifs. Grâce à sa grande cohésion, la cellulose est insoluble dans la plupart des solvants. La cellulose est de nature très hydrophile. Le remplacement d'une partie des interactions inter-chaînes par des liaisons hydrogènes entre la cellulose et l'eau provoque une plastification du matériau et donc une diminution de ses caractéristiques mécaniques. La cellulose contribue à la force et à la rigidité de la fibre grâce à ses chaînes fortement orientées [1].

### I.3.1.b. Les lignines

La lignine est la seconde substance organique renouvelable la plus présente sur la terre après la cellulose sa proportion varie entre 15 et 30%. La lignine est responsable de la rigidité et de la dureté des bois et des plantes et est peu sensible à la dégradation biologique. Elle crée une barrière morphologique à la pénétration et à la progression des agents pathogènes et contribue à la protection naturelle des végétaux contre certaines attaques parasitaires.

La lignine ou les lignines sont des polymères tridimensionnels provenant de la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropénoïques : l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique dont la structure, dépendant de l'espèce végétal ; est indiquée sur la figure I.4 [31].

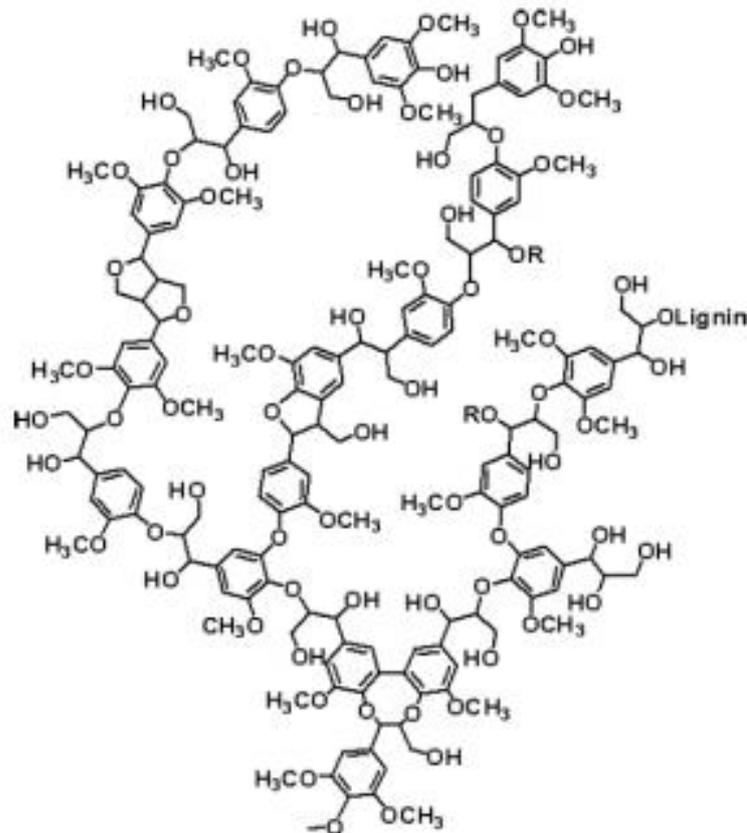


Figure I.4 : Exemple de structure supposée des lignines [30].

### I.3.1.c. Les hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des hétéro-polysaccharides ramifiés, constitués d'enchainements d'hexoses, de pentoses et d'acides uroniques figure I.5, dont le degré de polymérisation est compris entre 50 et 250 unités dans le bois. Les cinq sucres consécutifs des hémicelluloses du bois sont le glucose, le mannose, la xylose, le galactose et l'arabinose. La composition chimique des hémicelluloses varie des racines aux branches mais également d'un arbre à un autre. Elles possèdent une structure tridimensionnelle, amorphe et n'ont qu'une faible résistance mécanique. Les hémicelluloses peuvent être extraites de la paroi cellulaire par des solutions alcalines [30]. L'hémicellulose est hydrophilique et est attachée à la surface de cellulose via des liaisons hydrogènes. Elle a aussi des liaisons fortes avec la lignine. L'hémicellulose est responsable de la biodégradation, de l'absorption d'humidité, et de la dégradation thermique de la fibre [1].

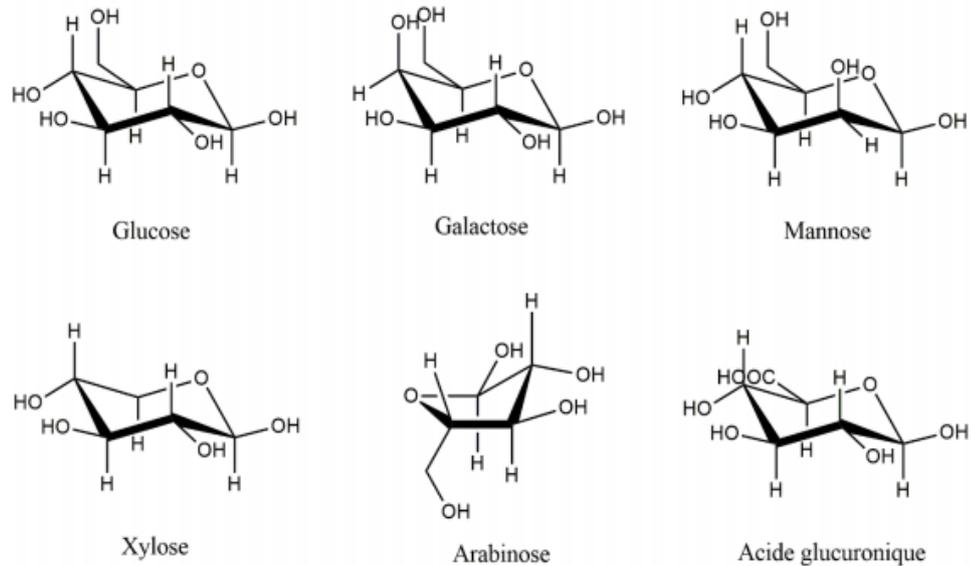


Figure I.5 : Principaux constituants des hémicelluloses [30].

### I.3.2. Les propriétés des fibres naturelles

#### I.3.2.a. Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales

La variabilité dans les proportions des constituants chimiques des fibres végétales implique une variabilité des propriétés physico-mécaniques des fibres végétales. Plusieurs travaux ont montré que les fibres végétales ont des propriétés mécaniques variées, à l'intérieur même d'une espèce donnée. Cette variation de propriétés représente un des inconvénients des fibres végétales en comparaison aux fibres synthétiques. Les propriétés mécaniques et la structure des fibres végétales sont influencées par quelques conditions de croissance et varient selon l'habitat, le climat et l'âge de la plante. Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre, son porosité, sa densité, sa teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau. Elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, à la rupture et par le module d'élasticité [1].

#### I.3.2.b. Caractéristiques thermiques et acoustiques des fibres végétales

Les propriétés thermiques des fibres végétales, sont très importantes. Par ailleurs, la dégradation thermique est un facteur limitant des procédés de fabrication à chaud des composites. La plupart des fibres végétales perdent de leur rigidité dès 160°C et on voit la lignine se dégrader aux alentours de 200°C. Néanmoins, la destruction de l'ordre cristallin n'apparaît qu'au-dessus de 320°C par agitation thermique des molécules.

La conductivité thermique des fibres végétales est faible, celles-ci possèdent les caractéristiques d'un bon isolant. La densité et la porosité sont les facteurs influençant de façon prédominante les transferts de chaleur, ceux-ci sont aussi influencés par la conduction via la paroi cellulaire et par la teneur en humidité de la fibre végétale.

Les capacités acoustiques font aussi partie des avantages de l'utilisation de fibres végétales comme renfort, elles leur donnent une bonne qualité pour le renforcement des composites à des applications qui nécessitent l'isolation phonique [1].

**Tableau I.4 :** Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales [32].

AVANTAGES	INCONVENIENTS
Faible cout	Renfort discontinu
Biodégradabilité	Absorption d'eau
Neutre pour l'émission de CO <sub>2</sub>	Faible stabilité dimensionnelle
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres	Mauvaise tenue en vieillissement
Pas de résidus après incinération	Faible tenue thermique (200 à 230 °C max)
Ressource renouvelable	Fibres anisotropes
Demande peu d'énergie pour être produite	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo...
Propriétés mécanique spécifique importantes (résistance et rigidité)	Pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock
Bonne isolation thermique et acoustique	
Non abrasif pour les outillages	

**I.3.3. Fibre de palmier dattier**

Le palmier dattier est typiquement cultivé dans les oasis sahariennes. Celui originaire d'Afrique du Nord, est amplement cultivé de l'Arabie jusqu'au Golf Persique, où il forme la végétation caractéristique des oasis.

C'est une plante sensible au froid, qui pousse sur des terrains de n'importe quelle nature, pourvu qu'ils soient fertiles et bien drainés. Dans les régions à climat doux, il est cultivé en plein air, en position ensoleillée, utilisé surtout comme plante ornementale pour son allure élancée et son feuillage [33].

#### I.3.4.a. La Palme

La palme ou "Palm " en Anglais, 'Djérida' en Arabe est une feuille pennée garnies des folioles régulièrement disposées en position oblique le long de la partie supérieure du rachis. Les segments inférieurs sont transformés en épines, plus ou moins nombreuses, et plus ou moins longues. Le nombre des palmes varie entre 30 et 150 palmes, disposées en spirale d'une longueur qui atteint 350 à 450 mm. Le palmier produit de 10 à 20 palmes par an selon les variétés et le mode de culture. Ces dernières vivent et demeurent vertes de 3 à 7 ans avant qu'elles deviennent sèches et inclinées puis elles seraient ôtées par taillage.

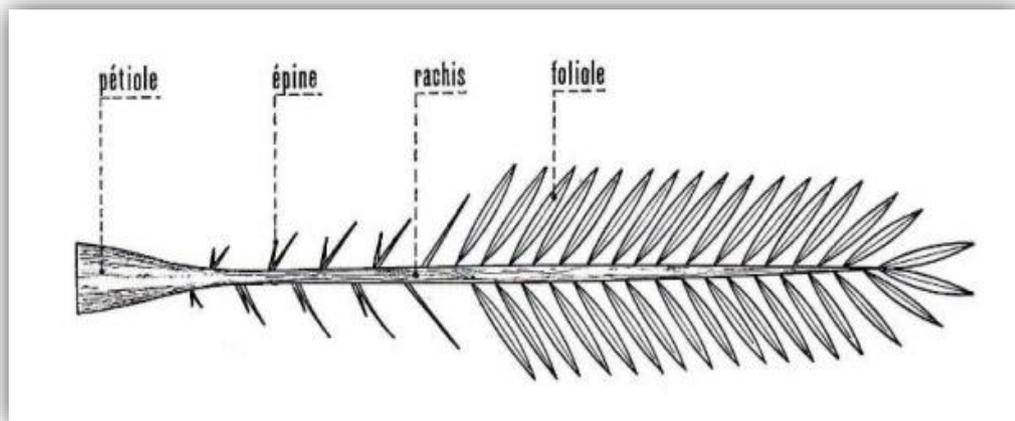


Figure I.6 : La palme.

#### I.3.4.b. Les Folioles

Les Folioles ou 'Leaflets' en Anglais et 'Saâf' en Arabe. Les folioles sont les petites feuilles dispersées sur les deux côtés de palme. Elles ont un épiderme recouvert d'un enduit cireux et une forme pointue aux extrémités. L'adhérence avec la palme se fait sous différentes angles selon la variété du palmier. La partie occupée par les folioles représente 65% de longueur totale de la palme, elle contient des folioles individuelles et des folioles regroupés en deux, trois, quatre ou en cinq. La longueur des folioles et leur largeur dépendent de la variété du palmier et de l'entretien qu'il a subi et des conditions environnementale. Les folioles peuvent avoir une longueur qui variée entre 15 et 85 cm et sa largeur entre 1 et 6 cm. Par contre le

nombre de folioles dans une palme varie entre 120 et 240 selon la taille et la maturité de la palme [1].

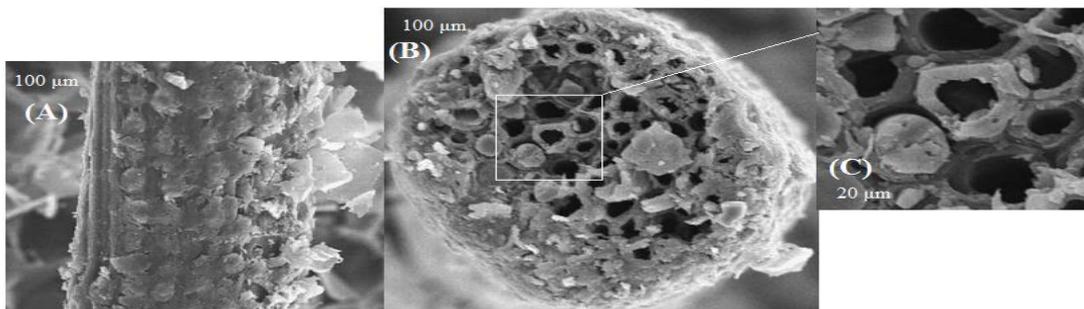


**Figure I.7 :** les folioles.

### I.3.4.c. Propriétés des fibres palmier dattier

- **Structure et morphologie**

Le bois de palmier dattier a une structure fibreuse. Les images MEB de la fibre de pétiole présente une surface cylindrique et irrégulière avec de nombreuses impuretés, cellules et pores [34].



**Figure I.8 :** Images MEB d'une fibre de bois de palmier dattier : vue longitudinale (A), vue transversale (B), zoom de la vue transversale (C) [34].

- **Propriétés mécaniques**

Le comportement mécaniques du bois de palmiers dattiers et généralement celui des fibres végétales est fortement dépendant de plusieurs paramètres à savoir les constituants microstructuraux, les conditions de croissance, l'âge de la plante, la longueur et le diamètre de l'échantillon, les conditions de test comme la température, l'humidité de milieu, le temps de l'expérience, et la vitesse de test [1]. Les valeurs typiques de la résistance à la traction des fibres de palmier dattier se situaient entre 170 et 275 MPa, tandis que les valeurs pour le module de Young se situaient entre 5 et 12 GPa. En outre, l'allongement à la rupture se situait entre 5 et 10% [35].

- **Propriétés chimiques**

A sec, tous les murs de cellules végétales sont principalement constitués de polymères à base de sucre (cellulose, hémicelluloses) qui sont combinés avec de la lignine [36]. Toutefois, les proportions de chaque constituant rapportées dans la plus part des études concernant le même organe ne sont pas trop différentes. Le bois de palmier est très riche en lignine. Le taux moyen est de l'ordre de 27%, celui de cellulose est de l'ordre de 37% et celui de l'hémicellulose est de l'ordre de 28%. La teneur en lignine des fibres peut influencer leur structure, leurs propriétés et leur morphologie [35].

- **Propriétés hydrophilique**

On peut constater que l'absorption d'eau des fibres naturelles est très élevée. La fibre naturelle a une teneur élevée en hydroxyle de la cellulose qui la rend susceptible d'absorber de l'eau : les molécules réagissent avec le groupe hydroxyle (-OH) des molécules de cellulose pour former des liaisons hydrogènes [37]. Capacité d'absorption d'eau des fibres naturelles peut être attribuée à la taille de fibre et à la teneur en cellulose.

### **I.3.4. L'incorporation du bois de palmier dattier dans une matrice polymère**

Le bois de palmier dattier a fait l'objet de nombreuses études relatives à la faisabilité de l'utiliser avec une matrice polymère pour élaborer des nouveaux matériaux composites avec des applications utiles ou alternatifs aux matériaux conventionnels. Le bois de palmier dattier a été incorporé aussi bien dans des matrices thermodurcissables que thermoplastiques mais rarement dans des matrices synthétiques (des matrices dont la composition est la synthèse de quelque type de plante) ou naturelle [29].

## **I.4. INTERFACE D'UN MATERIAU COMPOSITE : NOTION D'ADHESION**

L'adhésion est un phénomène complexe qui consiste en la formation d'un contact interfaciale au niveau moléculaire entre les différents composés. Les molécules se déplacent ensuite pour atteindre l'équilibre d'adsorption en formant des liaisons physiques, plus ou moins fortes selon leur nature et/ou réagissent chimiquement pour former des liaisons covalentes. L'adhésion est donc affectée par des phénomènes de mouillabilité, de diffusion, d'adsorption, de réactivité chimique et elle peut aussi être d'origine mécanique cette interface prend différentes formes et conduit au concept d'interphase [11].

L'interphase est une zone entre les deux adhérents, dans laquelle il existe un gradient de concentration des deux composants. Cette zone est plus ou moins large et plus ou moins performante. L'interphase se crée par inter-diffusion entre deux plastiques, par diffusion d'un

adhésif dans la fibre végétale ou dans un matériau poreux. C'est donc à l'interface ou dans l'interphase qu'agissent les forces qui sont à l'origine de l'adhésion [31].

Ce phénomène est lié au fait que les fibres végétales sont hydrophiles et polaires car elles sont composées de lignocellulosique, qui contient des groupes hydroxyles. Ces fibres sont donc incompatibles avec les polymères thermoplastiques couramment utilisés pour ces composites qui sont hydrophobes et apolaires. Pour minimiser ces problèmes, beaucoup de travaux de recherches récentes ont porté sur l'amélioration d'adhésion fibre/matrice [31].

#### **I.4.1. Interface fibres végétales / polymères thermoplastiques**

L'interface fibres/matrice joue un rôle déterminant sur les propriétés finales des matériaux composites. Des méthodes physiques et chimiques, dont l'objectif est de rendre compatibles les fibres et les matrices, peuvent être utilisées pour optimiser cette interface. Ces méthodes reposent sur la modification de surface des fibres et/ou de la matrice et la mise en place de nouvelles propriétés interfaciales [38].

#### **I.4.2. Modification de l'interface fibres végétales /thermoplastiques**

Lorsque deux matériaux sont incompatibles, il est également possible d'introduire un troisième matériau ayant des propriétés intermédiaires entre celles des deux autres afin d'améliorer cette compatibilité [38].

Pour obtenir des matériaux composites performants, des traitements complémentaires sont nécessaires pour séparer les fibres, nettoyer leurs surfaces, obtenir une liaison fibre/matrice de qualité et, dans certains cas, diminuer le caractère hydrophile (présence de groupements hydroxydes). Dans un matériau composite, l'adhérence fibre/matrice joue un rôle très important sur la transmission des contraintes entre les fibres et la tenue au vieillissement [39]. Ces méthodes des modifications ont pour objectif de :

- Créer des liaisons fortes entre la fibre et la matrice.
- Abaisser le caractère hydrophile des fibres végétales.

Les méthodes de modifications (traitements) sont différemment efficaces en ce qui concerne l'adhésion entre la matrice et les fibres [40]. Il existe de nombreuses techniques afin de rendre compatible la fibre cellulosique et la matrice polymérique. Ces diverses techniques peuvent être divisées en deux catégories : les méthodes de modification physiques et les méthodes chimiques [41].

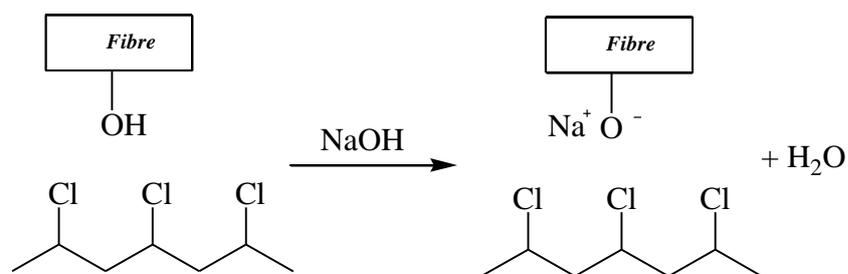
### I.4.2.1. Les méthodes chimiques de modification de la surface

#### I.4.2.1.a. Le traitement alcalin

Le traitement à la soude ou mercerisage est l'un des traitements chimiques les plus utilisés avec les fibres naturelles lorsqu'elles sont utilisées pour renforcer les thermoplastiques et thermodurcissables. La modification importante apportée par un traitement alcalin est la diminution des liaisons hydrogène entre la cellulose et les deux autres principaux constituants hémicellulose et lignine.

La définition standard du mercerisage (proposée par la norme ASTM D 1965) est la suivante : procédé qui consiste à soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse concentrée d'une base forte, dans le but de provoquer un gonflement important résultant en des changements dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés mécaniques.

Le traitement par la soude change la topographie de la surface des fibres, supprime la cire, la pectine, une partie de la lignine, et l'hémicellulose ce qui est favorable à l'utilisation ultérieure des fibres comme renfort de matériaux polymères. En effet, l'élimination de ces composants est nécessaire car du fait de leur structure amorphe, ils conduisent à une résistance en traction plus faible. En plus, après le traitement à la soude, beaucoup de groupes ( $^-OH$ ) sont présents sur la surface des fibres et on peut donc traiter les fibres facilement avec d'autres constituants chimiques comme les silanes, l'acide acétique... La figure I.9 suivante montre ce procédé :



**Figure I.9 :** Réaction d'éthérisation envisagée lors du traitement alcalin simultané des fibres et du PVC [40].

L'effet de la soude sur la fibre de cellulose est une réaction de gonflement, au cours de laquelle la structure cristalline naturelle de la cellulose relaxe. La cellulose native (telle qu'elle existe dans la nature) possède un réseau cristallin monoclinique de cellulose-I, qui peut être transformé en différentes formes polymorphes par des traitements chimiques ou thermiques. Le type d'alcalin ( $KOH$ ,  $LiOH$ ,  $NaOH$ ) et sa concentration influent sur le degré de gonflement, et donc le degré de transformation en cellulose-II [38].

**I.4.2.1.b. Couplage chimique**

Les agents de couplage dans les composites à renfort naturel jouent un rôle très important dans l'amélioration de la compatibilité et l'adhésion entre les fibres naturelles polaires et des matrices polymères non-polaires. La surface de la fibre est traitée avec un composé, qui forme un pont de liaisons chimiques entre les fibres et la matrice.

En général, les agents de couplage sont des molécules possédant deux fonctions, la première fonction réagit avec les groupes -OH de la cellulose et la seconde avec les groupes fonctionnels de la matrice. Les agents de couplage les plus populaires sont les isocyanates, les silanes, et les copolymères-anhydrides modifiés, tels que le polypropylène greffé par l'anhydride maléique (PP-g-AM) et l'anhydride acétique [31].

**I.4.2.1.c. Imprégnation des fibres**

L'imprégnation offre une meilleure combinaison de la fibre et du polymère. Les fibres sont imprégnées dans des solutions polymères ou par dispersion d'un polymère de faible viscosité qui sont, bien entendu, compatibles avec le polymère du composite. La difficulté provient pour bon nombre de polymères du manque de solvants disponibles. Cependant l'imprégnation s'est avéré une solution intéressante dans le cas des composites WPCs à matrice PS ou PVC [42].

**I.4.2.2. Les méthodes physiques de modification de la surface**

Les méthodes physiques induisent un changement des propriétés structurales et surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice thermoplastique. On peut citer :

- L'irradiation par Ultra-violet
- Les traitements par décharges électriques (corona, plasma froid)
- Le traitement par irradiation  $\gamma$  [42].

## Références

- [1] K.ALMI, *Développement et caractérisation de matériaux à base du bois de palmier dattier adaptés aux applications de développement durable en Algérie*, Thèse de Doctorat, Université de Biskra, **2018**.
- [2] M. LAAREJ, *Etude Par Spectroscopie Raman Et Modélisation D'une Résine Composite RTM*, Thèse De doctorat, l'université de Tlemcen, **2010**.
- [3] M.CROZATIER, *Etude De La Durabilité D'un Matériau Composite Bobiné Sous Chargements Sévères*, thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM de France **2017**.
- [4] A.LEPETIT, *Elaboration De Matériaux Composites A Base De Filaments De Cellulose Et De Polyéthylène*, thèse de doctorat, Université de Limoges, France, **2017**.
- [5] M.EL BOUSTANI, *Modification Des Fibres Végétales Par Un Procédé Ecologique: Effets Sur La Microstructure Et La Compatibilité Avec Les Matrices Polymériques*, Thèse de Doctorat, Université du Québec Canada, **2016**.
- [6] M. MALHA, *Mise En Œuvre, Caractérisation Et Modélisation De Matériaux Composites : Polymère Thermoplastique Renforce Par Des Fibres De Doum*, Thèse de Doctorat, Université de Rabat Maroc, **2013**.
- [7] F, M, L.REKBI, *Contribution A L'analyse De L'endommagement Des Matériaux composites*, Thèse de doctorat, Université de Biskra, **2016**.
- [8] R. BOUBEKER, *Etude Expérimentale Et Numérique Du Comportement Des Plaques Trouées en Matériaux Composites*, Thèse de doctorat, Université de Biskra, **2016**.
- [9] H, H. KAUSCH, N.HEYMANS, C, J.PLUMMER, P.DECROLY, *Matériaux Polymères, Propriétés Mécaniques Et Physiques*, thèse de doctorat, Université de Romandes Suisse, **2001**.
- [10] L.GORNET, *Généralités Sur Les Matériaux Composites*, thèse de doctorat, École d'ingénieur de Nantes France, **2011**.
- [11] M.RAGOUBI, *Contribution A L'amélioration De La Compatibilité Interfaciale Fibres Naturelles/Matrice Thermoplastique Via Un Traitement Sous Décharge Couronne*, thèse doctorat, l'Université de Nancy France, **2010**.
- [12] F.MICHAUD, *Rhéologie De Panneaux Composites Bois/Thermoplastiques Sous Chargement Thermomécanique, Aptitude Au Postformage*, thèse de doctorat, université de Québec Canada, **2003**.
- [13] A.FAVRE, *Caractérisation De L'effet Du Vieillissement En Milieu Aqueux Sur Les Propriétés Mécaniques De Composites A Matrice Elastomère*, thèse de doctorat, Université de Montréal Canada, **2013**.

- [14] J, M. BERTHELOT, *Mécanique Des Matériaux Et Structures Composites*, l'Institut Supérieur des Matériaux et Mécaniques Avancés (ISMANS) de le Mans, France, **2010**.
- [15] H.BOULAHIA, *Etude Du Comportement Physico-Mécanique De Nouveaux Bio Composites Poudre De Liège-PVC*, thèse de doctorat, Université de Boumerdes, **2016**.
- [16] A.ROYAUX, *Compréhension Des Mécanismes De Perte De Plastifiant Et D'exsudation Des Pvc Plastifiés*, thèse de doctorat, Université de Paris, **2017**.
- [17] G, S.BARUN, R.ISABELA, P, L, G.MARIE, *Surface Properties And Adhesion Of Wood Fiber Reinforced Thermoplastic Composites*, Colloids and Surfaces A, Physicochem Eng Aspects, 302, 388–395, **2007**.
- [18] M, L.AUGIER, *Etude De L'élaboration De Matériaux Composites Pvc/Bois A Partir De Déchets De Menuiserie : Formulation, Caractérisation, Durabilité Et Recyclabilité*, Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse France, **2007**.
- [19] M, W.ALLSOPP, G.VIANELLO, *Vinyl Chloride Polymers*. In Encyclopedia of Polymer Science And technology, 8, 437-476, **2002**.
- [20] J, M, M.BERTHE, *Eco-Pvc : Catalyse D'amorçage De Polymérisation Une Voie Nouvelle Eco-Compatible Pour Le Système Auto-Energétique Du Polychlorure De Vinyle*, thèse de doctorat, Université de Lille France, **2013**.
- [21] H.DJIDJELI, D.BENACHOUR, A.BOUKERROU, O.ZEFOUNI, J.MARTINEZ-VEGA, J.FARENC, M.KACI, *Thermal, Dielectric And Mechanical Study Of Poly(Vinyl Chloride)/Olive Pomace Composite*, Express polymer letters, 846-852, **2007**.
- [22] G.WYPYCH, *Pvc Degradation And Stabilization 3rd Edition*, Stabilizer Groups, Chemtec Publishing Ed, Toronto, **2015**.
- [23] O.DENIZART, V.VERNEY, M.Carrega, V.Verney, *Polychlorure De Vinyle*, Matières plastiques-3<sup>ème</sup> Édition, Paris, **2012**.
- [24] D.LAFOND, R.GARNIER, *Toxicité Des Produits De Dégradation Thermique Des Matières Plastiques. Encyclopédie Médico-Chirurgicale, Toxicologie, pathologie professionnelle*, 16-541-C-10, **2008**.
- [25] I.MKACHER, *Vieillessement Thermique Des Gains PE Et PVC De Câbles Electriques*, thèse de doctorat, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Paris France, **2012**.
- [26] A, D.MASTO, *Transition D'échelle Entre Fibre Végétale Et Compositeur : Propagation De La Variabilité Et Des Non-Linéarités*, thèse de doctorat, Université de Dijon France, **2018**.
- [27] T, A.PHUNG, *Formulation Et Caractérisation D'un Composite Terre-Fibres Végétales : La Bauge*, thèse de doctorat, Université de Normandie France, **2018**.

- [28] F.TOULOUM, A.BENCHABANE, A.KACI, *Valorisation Des Fibres Naturelles De Renfort Pour Matériaux Composites*, JM'EMP08, Ecole militaire polytechnique Bordj El Bahri, 10-11 Avril, **2012**.
- [29] Y.DJEBLOUN, *Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales*, thèse de doctorat, Université de Biskra, **2017**.
- [30] L.AMAURY, *Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène*, thèse de doctorat, Université de Limoges France, **2017**.
- [31] S.BOUHANK, *Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne : Formulations et caractérisation*, Thèse de Doctorat, Université de Sétif 1, **2017**.
- [32] P, E.BOURBAN, L.CARLSSON, J, A.MANSON, J, P.MERCIER, *Matériaux Composites A Matrice Organique : Constituants, Procédés, Propriétés*, Traité des Matériaux, 15, **2004**.
- [33] A.SBIAI, *Matériaux Composites A Matrice Epoxyde Chargée Par Des Fibres De Palmier Dattier : Effet De L'oxydation Au Tempo Sur Les Fibres*, Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale Matériaux de Lyon France, **2011**.
- [34] B.HABA, *Etude In-Situ Des Performances Energétiques Et Mécaniques Des Matériaux Biosourcés Et Locaux*, thèse doctorat, Université de Batna, **2017**.
- [35] N.BENMANSOUR, B.AGOUDJIL, A.GHERABLI, and A. KARECHE, *Thermal and Mechanical Performance of Natural Mortar Reinforced with Date Palm Fibers for Use as Insulating Materials in Building*, Energy And Buildings, 81, 98-104, **2014**.
- [36] N.BENMANSOUR, *Développement Et Caractérisation De Composites Naturels Locaux adaptés A L'isolation Thermique Dans L'habitat*, Thèse de doctorat, Université de Batna, **2015**.
- [37] J.CHAMOIN, *Optimisation Des Propriétés (Physiques, Hydriques Et Mécaniques) De Bétons De Chanvre Par La Maîtrise De La Formulation*, Thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Rennes France, **2013**.
- [38] D.THI VI VI, *Matériaux Composites A Fibres Naturelles / Polymère Biodégradables Ou Non*, Thèse de doctorat, Université de Hô-Chi-Minh en Vietnamien, **2011**.
- [39] B, Y.TEMESGE, K.PRADEEP Et S.INDERDEEP, *Sliding Wear Properties Of Jute Fabric Reinforced Polypropylene Composites*, Procedia Engineering, 97, 402 – 411, **2014**.
- [40] H, N.DHAKAL, V.ARUMUGAM, A.ASWINRAJ, C.SANTULLI, Z.Y.ZHANG Et A, L.ARRAIZA, *Influence Of Temperature And Impact Velocity On The Impact Response Of Jute/Up Composites*, Polymer Testing, 35, 10–19, **2014**.

- [41] Y.ARAO, T.FUJIURA, S.ITANIET, T.TANAKA, *Strength Improvement in Injection-Molded Jute-Fiber-Reinforced Polylactide Green-Composites*, *Composites Part B: Engineering*, 68, 200–206, **2015**.
- [42] D.HAMMICHE, *Effet D'un Nouvel Agent Compatibilisant Pvc-G-Ma Sur Les Performances Des Composites Polychlorure De Vinyle/Alfa*, Thèse de Doctorat, Université de Bejaia , **2013**.

## CHAPITRE II

# MATERIAUX UTILISES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

# **CHAPITRE II**

## **MATERIAUX UTILISES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

### **II.1. MATERIAUX UTILISES**

#### **II.1.1. Le polychlorure de vinyle**

Toutes les formulations PVC/fibre de palmier utilisées dans ce travail sont à base de PVC fourni par la société UNICAB de la zone industrielle BISKRA (Algérie). Le PVC (polychlorure de vinyle) est un matériau particulièrement polyvalent, très présent dans la plupart des secteurs industriels. C'est la troisième matière plastique la plus utilisée dans le monde s'est adaptée au fil des années, des réglementations et des besoins des industriels. Les propriétés sont résumées dans le tableau II.1.



**Figure II.1** : la poudre de polychlorure de vinyle.

Les additifs utilisés dans la préparation des différentes formulations sont : le Di-Iso-Décyl-Phtalate (DIDP) comme plastifiant produit par ENIP SKIKDA, Algérie, avec une viscosité allant de 120 à 130 mPa.S et une densité de 0.965 - 0.975 g/cm<sup>3</sup> et la carbonate de calcium (craie micro carbure traité) comme charge.

**Tableau II.1 :** Caractéristiques de polychlorure de vinyle.

Propriétés	Valeur
Aspect	Poudre blanche
Valeur K	67 – 72
Degré de polymérisation	1250 – 1450
Densité apparente sans tassage	0.43 – 0.50
Densité apparente après tassage	0.53 – 0.63
Ecoulement libre	≥ 10g/s
Teneur en humidité	≤ 0.3%
Cendre sulfaté	≤ 0.1%
Yeux de poissons (nombre)	≤ 20
<b>Refus au criblage par méthode humide</b>	
Tamis 315 microns	≤ 0.01%
Tamis 250 microns	≤ 0.1%
Tamis 63 microns	≥ 90%
Absorption de plastifiant 5-25 min	Pas de taches

**II.1.2. L’hydroxyde de sodium**

La soude caustique est un produit fourni par la société **BIOCHEM Chermopharma**, ses caractéristiques sont représentées dans le tableau II.2.

**Tableau II.2 :** Caractéristiques de l’hydroxyde de sodium.

Formulation chimique	Masse moléculaire	Pureté
NaOH	40 g/mol	99%

**II.1.3. L’acide chlorhydrique**

L’acide chlorhydrique utilisé est produit par la société **BIOCHEM Chermopharma**, ses caractéristiques sont données dans le tableau II.3 :

**Tableau II.3 :** Les caractéristiques de l'HCl.

Formule chimique	Masse molaire	Densité	Pureté
HCl	36.46 g/mol	1.18	35-38%

#### II.1.4. Ethanol

L'éthanol est utilisé est produit par la société "AnalaR NORMAPUR", ses caractéristiques sont données dans le tableau II.4 :

**Tableau II.4 :** Les caractéristiques de l'éthanol.

Formule chimique	Masse molaire	Densité	Pureté
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O	46.07 g/mol	0.79	99.98%

#### II.1.5. Acide sulfurique

L'acide sulfurique utilisé est produit par la société "SIGMA-ALDRICH", ses caractéristiques sont données dans le tableau II.5 :

**Tableau II.5 :** Les caractéristiques de l'acide sulfurique.

Formule chimique	Masse molaire	Pureté
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	98.08 g/mol	95-97%

## II.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

### II.2.1. Préparation de fibre de palmier

Dans notre étude, la charge utilisée est la foliole de palmier dattier sèche. Récupérer directement dans la région de Hadjeb-Biskra située au sud de l'Algérie, ces feuilles ont subi plusieurs prés traitements.

- Lavage avec de l'eau froide afin d'éliminer les impuretés solubles dans l'eau froide.
- Lavage avec de l'eau chaude pour éliminer les impuretés solubles dans l'eau chaude.
- Séchage à l'air libre pendant 4 jours.
- Découpage des fibres de palmier à une longueur de 1 à 2 cm, ensuite le broyage à l'aide d'un moulin électrique.
- Tamisage de la fibre obtenue à travers plusieurs tamis de différents diamètres.



Figure II.2 : (A) Fibre de palmier avant découpage, (B) fibre découpée (C) fibre broyage



Figure II.3: Tamiseuse de type AutomaticSieve Shaker D407

Tableau II.6 : Taille des fibres

	$T_1$	$T_3$	$T_8$
<i>Taille</i>	100-300 $\mu$ m	300-500 $\mu$ m	800 $\mu$ m

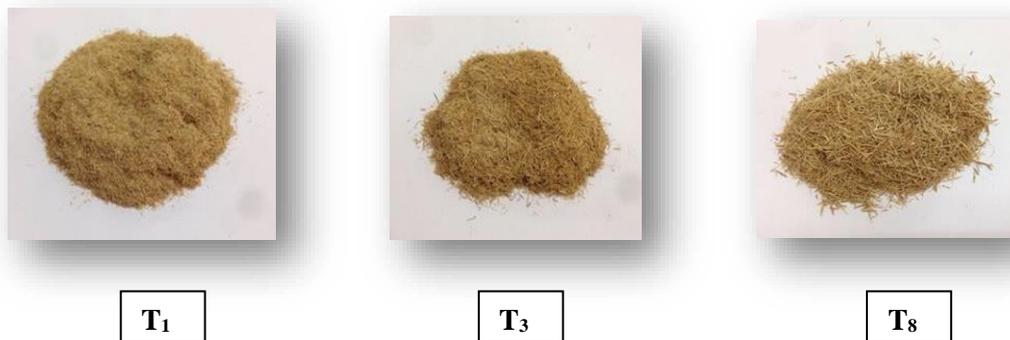
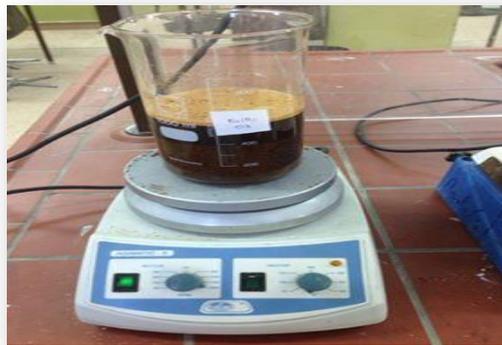


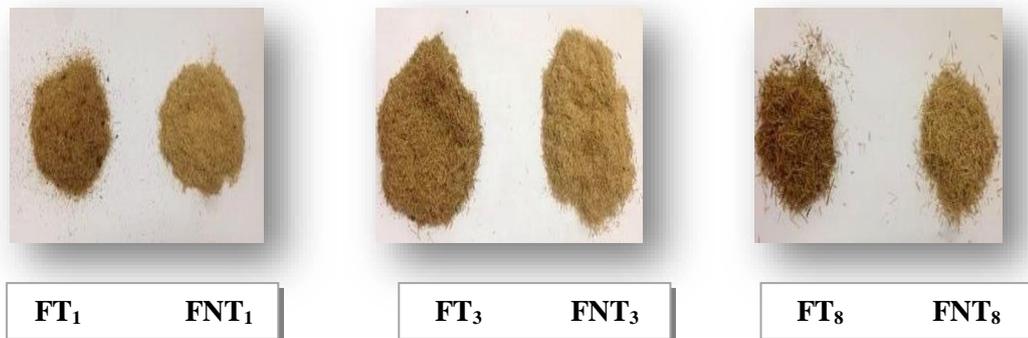
Figure II.4 : Les fibres obtenues après le tamisage

**II.2.2. Traitement chimiques des fibres de palmier dattier par mercerisation (la soude caustique)**

Dans un bécher, on introduit 100 g des fibres de palmier dattier et 250 ml de NaOH à 2%, pendant 1h. Les fibres sont ensuite rincées plusieurs fois avec de l'eau distillée contenant  $10^{-2}$  mol/l d'acide chlorhydrique HCl afin de neutraliser l'excès de soude. Elles sont enfin lavées avec de l'eau distillée jusqu'à pH neutre. Les fibres sont ensuite placées dans une étuve à 80°C pendant 24h.



**Figure II.5 :** Montage de mercerisation.



**Figure II.6 :** Echantillon des fibres subit le traitement alcalin.

**II.3. ELABORATION DES COMPOSITES PVC/ FIBRES DE PALMIER**

L'élaboration de Nos composites a été effectuée au niveau du laboratoire physique de l'entreprise nationale des industries des câbles BISKRA (ENICAB). En utilisant le polychlorure de vinyle non stabilisée renforcés par des fibres de palmier dattier.

**II.3.1. Préparation des composites**

Les composites PVC/fibre de palmier dattier ont été préparés avec des fibres non traitées et traitées par NaOH à un taux des fibres de 25%.

**Tableau II.7 :** Composition des différentes formulations

Formulations	Composition %	
	PVC	Fibre
<b>PVC</b>	100%	0%
<b>FNT<sub>1</sub></b>	75%	25%
<b>FNT<sub>3</sub></b>	75%	25%
<b>FNT<sub>8</sub></b>	75%	25%
<b>FT<sub>1</sub></b>	75%	25%
<b>FT<sub>3</sub></b>	75%	25%
<b>FT<sub>8</sub></b>	75%	25%

**II.3.1.a. Calandrage**

Le calandrage est une technique de fabrication de feuilles, de plaques ou de films par laminage d'une matière thermoplastique entre plusieurs cylindres parallèles constituant la machine appelée : calandreuse .

- La machine que nous avons utilisée est de type : SCHWABENTHAN polymix 200 p



**Figure II.7:** la calandreuse utilisée « SCHWABENTHAN polymix polymix 200 p »

**II.3.1.b. Procédure d'essai**

Initialement, il faut nettoyer les deux cylindres de la calandreuse par du polychlorure de vinyle (PVC) et on règle la distance entre les deux cylindres à 1 mm et les températures des deux cylindres à 125°C. Puis, on met le PVC entre les cylindres et on attend jusqu'à ce qu'il ramollisse (5 minutes) il devient comme une plaque de pâte et adhère au cylindre. Ensuite on disperse les fibres de palmier peu à peu sur la pâte du PVC. Après, on arrête la rotation des deux cylindres et on décolle manuellement la pâte.



**Figure II.8** : le film du composite obtenu par la calandre.

**II.3.2. Moulage par compression**

➤ La presse que nous avons utilisée est une presse hydraulique à chauffage électrique de type : SCHWABENTHAN POLYSTAT 300S



**Figure II.9** : la presse utilisée (SCHWABENTHAN POLYSTAT 300S)

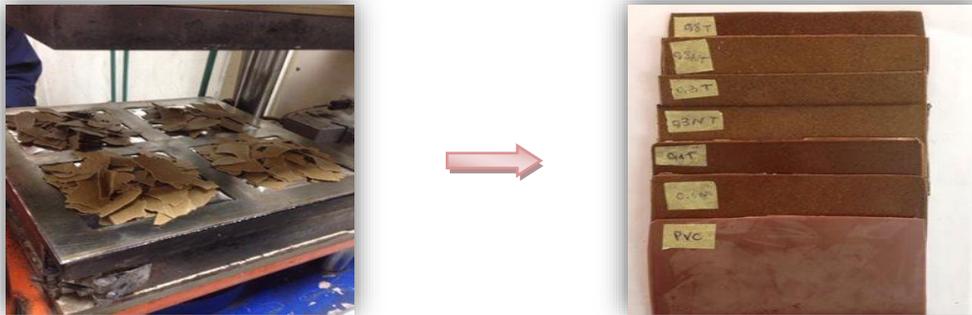
**II.3.2.a. Procédure d'essai**

Pour obtenir les plaques compressées, il faut couper les bandes obtenu sous formes de petits morceaux puis on les place dans un moule entre deux feuilles d'aluminium.

On allumer la presse et on la laisse en état de préchauffage jusqu'à ce que sa température atteigne 160 °C. Puis, on met le moule dans la presse sous les conditions suivantes :

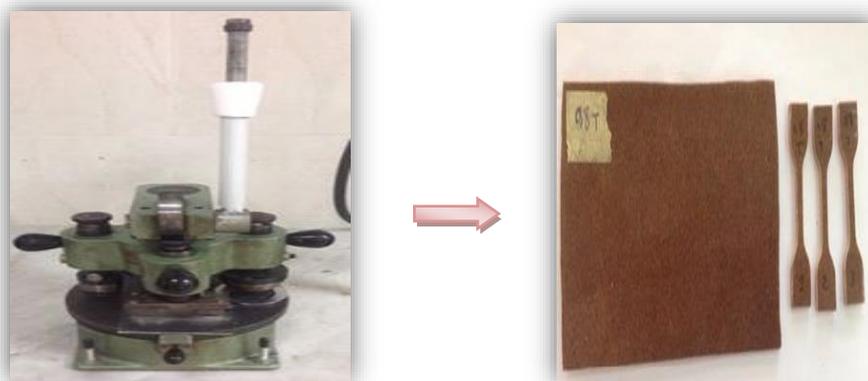
La température est de 160°C, sous une pression de 300 bars et pendant un temps de séjour de 3 min. Les plaques de 2 mm nécessitent un poids de 50 g pour chaque mélange.

Un préchauffage est réalisé jusqu'à une fusion préliminaire du mélange, afin d'éviter la présence des bulles d'air, un dégazage est effectué avant l'application de la pression finale.



**Figure II.10** : le moulage et l'obtention des plaques.

➤ Des plaques d'épaisseur de 2 mm sont obtenues, elles sont par la suite découpées sous forme d'haltère pour servir dans les différents tests de caractérisation.



**Figure II.11** : Le découpage des plaques sous forme d'haltères par la découpeuse.

# CHAPITRE III

## TECHNIQUES DE CARACTERISATION

# CHAPITRE III

## TECHNIQUES DE CARACTERISATION

### III.1. CARACTERISATION DES FIBRES DE PALMIER DATTIER

#### III.1.1. Analyse physico-chimique des fibres de palmier dattier

##### III.1.1.a. Taux d'humidité (Th)

Taux d'humidité (Th) c'est un résultat de extraction d'eau dans les fibres végétale qui donnée la matière sèche. Elle est déterminée par séchage à l'étuve ventilée de l'échantillon.

Dans un creuset en verre préalablement sèche et tare, peser une masse ( $m_0$ ) d'échantillon. Mettre dans l'étuve a 80°C pendant 24 heures puis pesé ( $m_f$ ). Différence de masse rapportée à la masse initiale représente le taux d'humidité (Th).

$$TH (\%) = \frac{(m_0 - m_f)}{m_0} \times 100$$



**Figure III.1 :** Etuvage d'une prise d'essai.

##### III.1.1.b. Taux de matière minérale (TMM)

La matière minérale (MM) représenté la partie d'un produit végétal qui reste une fois que la matière organique en a été totalement extraite. Elle est déterminée par calcination de l'échantillon.

Placer l'échantillon sec préalablement obtenu dans un four à moufle porte a 600°C pendant 6 heures. Après la pesée des cendres, ce taux se calcule suivant l'équation :

$$TMM (\%) = \frac{P_2 - P_1}{PE} \times 100$$

**P<sub>1</sub>** et **P<sub>2</sub>** : Les masses, respectivement, du creuset vide et du creuset contenant les cendres.

**PE** : La masse de la prise d'essai.



**Figure III.2** : incinération d'une prise d'essai.

### III.1.1.c. Taux de matière cellulosique (TMC)

Le taux de matière cellulosique est obtenu par deux types d'hydrolyses successives. La primaire est consiste en la dissolution par de l'acide sulfurique concentré, introduire dans un ballon contient 10 g de la fibre de palmier séchée préalablement (PE) puis ajouter 100 ml d'acide sulfurique à 75% laisser le mélange jusqu'à ébullition pendant 30 min.

La seconde étape consiste à récupérer le filtrat et le traiter en milieu alcalin avec une solution de 100 ml de soude 2M, le mélange est porté à ébullition et chauffé à reflux pendant 30 min, suivi d'un lavage avec l'eau distillée et une filtration sous vide troisièmement séchée dans l'étuve à 105 °C pendant 24 h. On pèse le filtrat à un milligramme près (soit P1). Par la suite on passe à la quatrièmement étape l'échantillon est incinéré dans le four à moufle à 600°C pendant 4 h, puis refroidi dans un dessiccateur (soit P2). Le taux de matière cellulosique se calcul selon l'équation :

$$TMC (\%) = \frac{P_1 - P_2}{PE} \times 100$$

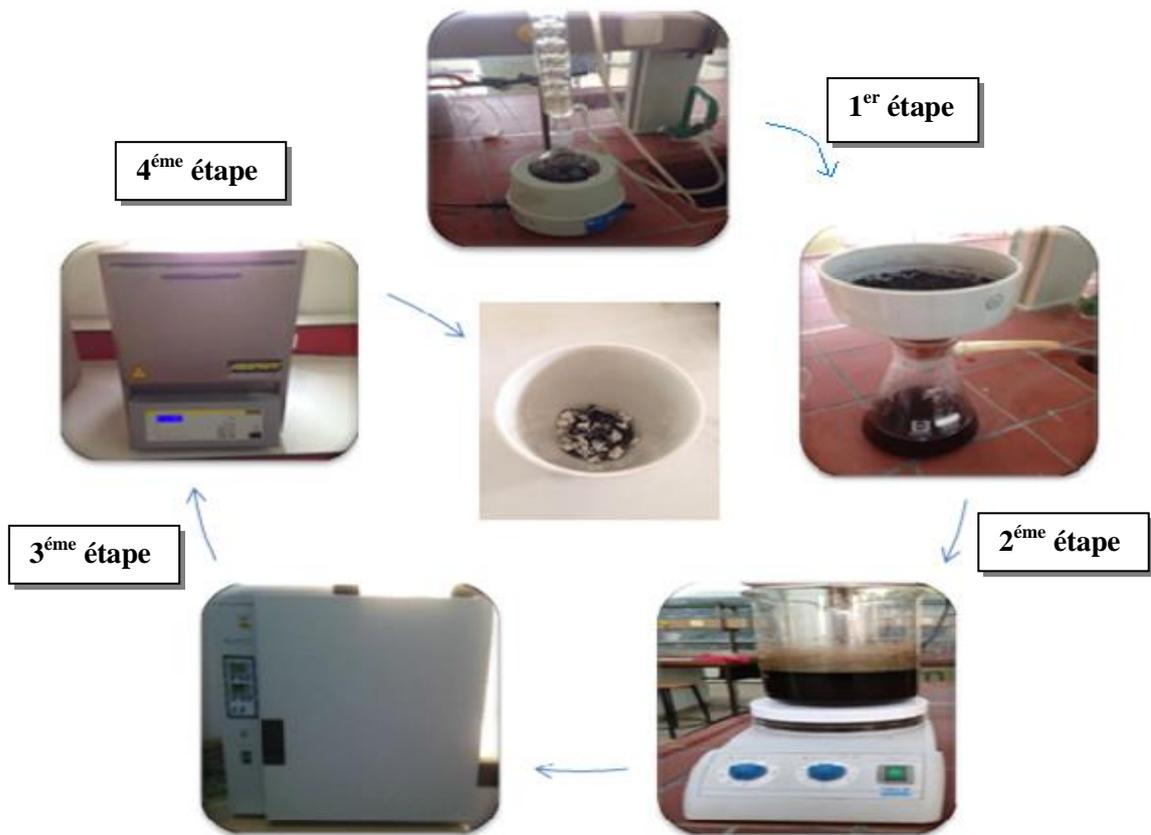


Figure III.3 : Processus d'obtention de matière cellulosique.

#### III.1.1.d. Densité

La densité apparente est mesurée par la méthode pycnométrique, selon la norme NFT51-063. L'éthanol est le solvant de déplacement utilisé pour assurer une bonne mouillabilité de l'échantillon.

$$d = \frac{\rho (M_2 - M_1)}{(M_4 - M_1) - (M_3 - M_2)}$$

$\rho$  : Densité du liquide de déplacement.

$M_1$  : Poids du pycnomètre vide.

$M_2$  : Poids du pycnomètre contenant la prise d'essai.

$M_3$  : Poids du pycnomètre contenant la prise d'essai et le liquide.

$M_4$  : Poids du pycnomètre contenant le liquide de déplacement.



**Figure III.4 :** La densité des fibres de palmier.

### III.1.2. Analyse spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est une technique permettant de déterminer les groupements fonctionnels présents dans une molécule. Cette méthode mesure la diminution de l'intensité du rayonnement qui traverse l'échantillon en fonction de la longueur d'onde. Le rayonnement infrarouge apporte suffisamment d'énergie pour stimuler les vibrations moléculaires à des niveaux d'énergie supérieurs [1]. Il est possible de réaliser des analyses sur des produits solides, liquides ou gazeux. Les spectres infrarouges ont été réalisés avec un appareil SHIMADZU FTIR-8400S qui est installé au laboratoire de chimie de l'université de Biskra

Les échantillons à analyser sont préparés sous forme des pastilles. Il s'agit d'un mélange de 0,001g de fibres préalablement broyée (traité, ou non traité) et 0,2g de bromure de potassium (KBr) dans la plage de balayage comprise entre 400 et 4000  $\text{cm}^{-1}$ .



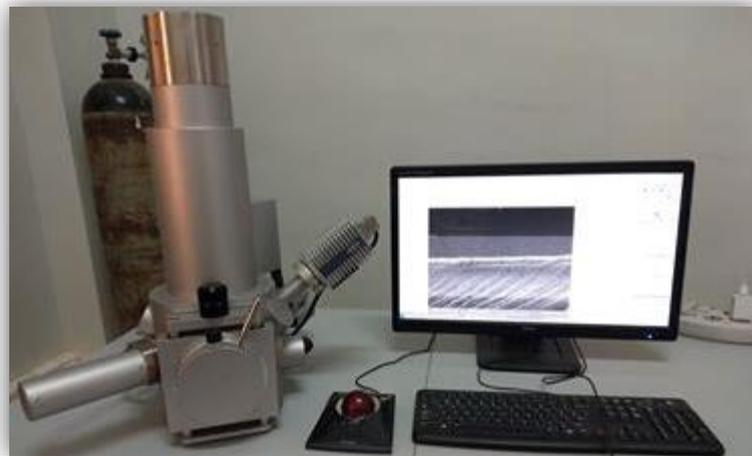
**Figure III.5 :** Spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S.

## III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITES ELABOREES

### III.2.1. Analyses morphologiques par MEB

La microscopie électronique à balayage MEB est une technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions électrons-matière, capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon [2].

Des observations avec la microscopie électronique à balayage (MEB) de type TESCAN VEGA3 ont été réalisées sur nos composites. L'objectif principal des observations par MEB est de caractériser l'état d'adhésion entre la fibre et la matrice du matériau PVC/FNT et PVC/FT obtenus ainsi pour visualiser la distribution de la matrice et l'homogénéité du matériau [3].



**Figure III.6 :** Microscope électronique à balayage type TESCAN VEGA3.

### III.2.2. Essai de traction

L'essai consiste à déterminer comment varie la contrainte en fonction de l'allongement pour une éprouvette normalisée.

#### III.2.2.a. Procédure d'essai de traction

On place l'éprouvette entre les deux mâchoires de la machine de traction. Ensuite, on fait entrer la valeur de l'épaisseur de l'éprouvette dans le logiciel qui gère la machine de traction. On observe que la longueur de l'éprouvette augmente et après un certain temps l'éprouvette est rompue. Au même temps la machine indique l'allongement à la rupture (%) et la résistance maximale supportable par l'éprouvette (résistance à la traction).

- La vitesse de traction utilisée est égale à 100 mm/min.
- La vitesse du module de traction est égale à : 1 mm/min.
- L'essai se fait à la température ambiante (laboratoire).

Pour chaque mélange on utilise cinq éprouvettes et on prend les valeurs moyennes de l'allongement à la rupture et de la résistance à la traction.



**Figure III.7 :** Photographie de la machine de traction utilisée (Zwick Roell Z 100).

### III.2.2.b. Allongement à la rupture

C'est l'augmentation de la distance entre les repères sur la partie calibrée de l'éprouvette produite par une charge de traction au moment de la rupture de l'éprouvette. Il est indiqué en pourcentage sous la forme suivante :

$$\varepsilon_r = \Delta l / l_0 (\%)$$

$\Delta l = l - l_0$  : Allongement à la rupture.

$l_0$  : Longueur initiale de l'éprouvette.

$l$  : Longueur finale de l'éprouvette.

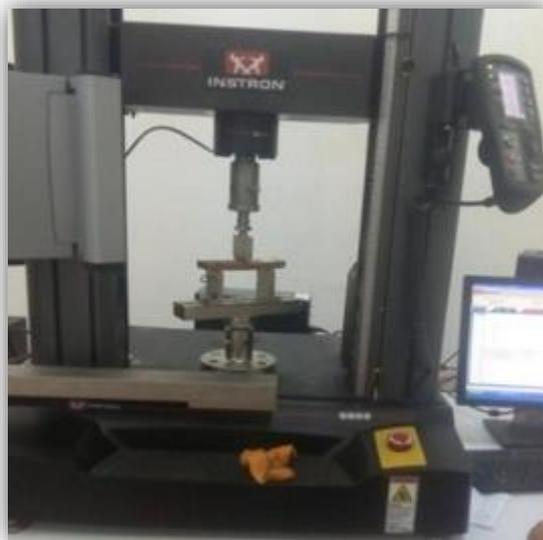


**Figure III.8 :** Essai de la traction du PVC et ces composites.

### III.2.3. Essai de flexion en trois points

Le principe de la flexion 3 points consiste à poser l'éprouvette sur deux appuis et lui appliquer une force à vitesse constante perpendiculairement à sa surface [4, 5].

Les tests de flexion en trois points de chaque matériau composite sont réalisés selon la norme ASTM D79. En utilisant une machine électromécanique universelle d'essai qui permet l'obtention de toutes les propriétés mécaniques concernant le test effectué par cette machine.



**Figure III.9 :** Machine d'essais mécanique de flexion trois points.

Les propriétés mécaniques (la contrainte à la rupture et le module de Young en flexion) sont déterminées par les formules suivantes :

$$\sigma_f = \frac{3 F L}{2 b h^2}$$

$$E_f = \frac{L^3 F}{4 W b h^3}$$

$$\varepsilon_f = \frac{6 W F}{h^2}$$

**F:** La force (N).

**L:** La longueur entre appuis (mm).

**b** et **h** sont respectivement la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette (mm).

**$\sigma_f$ :** La contrainte à la rupture (MPa).

**$E_f$ :** Le module de Young (GPa).

**$\varepsilon_f$ :** La déformation (%).

#### III.2.4. Essai de la dureté Shore A

La dureté est une grandeur qui permet d'apprécier la déformabilité de la surface lorsqu'elle est sollicitée normalement par un poinçon (ou pénétrateur) de géométrie définie. La dureté shore est un essai empirique essentiellement conçu dans le but de contrôle. L'essai consiste à appliquer, par l'intermédiaire d'un ressort étalonné, un effort tendant à enfoncer un pénétrateur de forme défini (forme conique) dans le matériau à tester.



**Figure III.10 :** Duromètre HPE Zwick-Roell.

- En utilisant le duromètre on a mesuré la dureté de chaque plaque obtenue.
- La lecture se fait directement sur l'appareil après la pénétration de 15 secondes.
- Pour chaque spécimen On fait six mesures de la dureté sur six différents côtés de la plaque et les mesures sont ensuite moyennées pour accroître la précision.

### III.2.5. Test d'absorption d'eau

#### III.2.5.a. Taux d'absorption d'eau

L'essai d'absorption d'eau a été effectué conformément à la procédure décrite dans la norme ASTM D570. Les échantillons requis pour les essais sont découpés de chaque mélange puis émerger dans l'eau distillée à la température ambiante, Chaque 24h, on fait un prélèvement, on enlève toute l'eau superficielle avec du papier absorbant. On pèse de nouveau la masse des échantillons ( $m_t$ ), l'opération continue jusqu'à le poids des échantillons se stabilise. Le taux d'absorption d'eau a été calculé suivant la formule :

$$\Delta m(\%) = \frac{m_t - m_0}{m_0} \cdot 100$$

$m_0$ : La masse de l'échantillon avant l'immersion.

$m_t$  La masse de l'échantillon après l'immersion à l'instant (t).

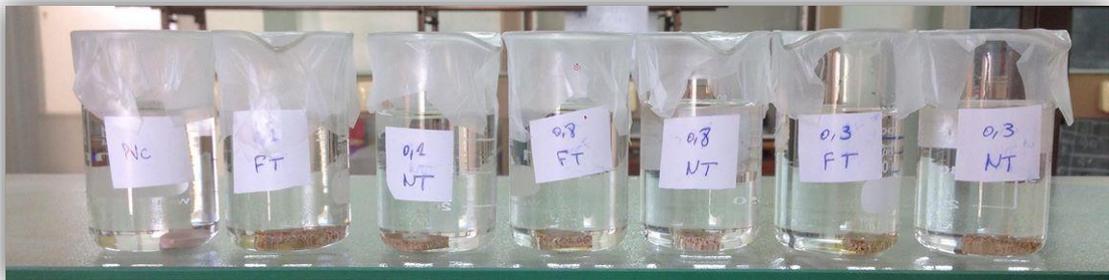


Figure III.11 : Test d'absorption d'eau.

#### III.2.5.b. Épaisseur de gonflement $E_p$

Chaque 24h, on fait une mesure d'épaisseurs de chaque échantillon à l'aide de pied à coulisse. La mesure est effectuée en trois points entre les repères de mesure. L'épaisseur de gonflement est alors calculée en utilisant l'équation suivante.

$$E_p = \frac{E_{p_t} - E_{p_0}}{E_{p_0}} \cdot 100$$

$E_{p_t}$ : L'épaisseur de l'échantillon avant l'immersion.

$E_{p_0}$ : L'épaisseur de l'échantillon après l'immersion à l'instant (t).

### III.2.5.c. Coefficient de diffusion d'eau D

Le coefficient de diffusion moyen (D) a été calculé en utilisant l'équation pour mesurer le coefficient de diffusion d'eau à travers toutes les faces des composites de PVC /fibres de palmier dattier.

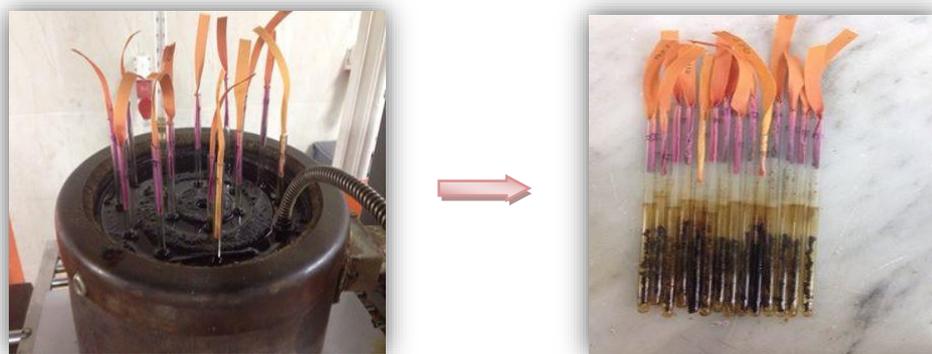
$$D = \pi \left( \frac{h}{4M_m} \right)^2 \left( \frac{M_2 - M_1}{\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}} \right)^2$$

Où  $M_m$  est le taux maximum d'absorption d'eau,  $h$  est l'épaisseur de l'échantillon,  $\sqrt{t}$  est la racine carrée du temps et  $M_1$  et  $M_2$  sont les pentes initiales de la ligne de taux d'absorption d'eau.

### III.2.6. Essai de stabilité thermique

Le but de ce test est de connaître le temps de dégradation de chaque échantillon. On a posé les tubes en verre fermés à une extrémité dans un thermostat chargé par un thermomètre. La température sera toujours fixée à 200 °C, ce thermostat contient des orifices qui sont remplis avec l'huile (IRM 902-ASTM2) où les tubes sont émergés. On a utilisé le papier pH qui indiquer la dégradation du mélange.

On mesure le temps pris pour l'apparition de la couleur rouge sur le papier pH. La couleur rouge est une indication du dégagement de l'acide chlorhydrique et représente le début de la dégradation thermique du PVC et au même moment on peut observer un changement de couleur de l'échantillon.



**Figure III.12 :** Test de stabilité thermique.

**Référence**

- [1] A.LEPETIT, *Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène*, Thèse de doctorat, Université de Limoges France, **2017**.
- [2] A.SBIAI, *Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier: effet de l'oxydation au tempo sur les fibres*, Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon France, **2011**.
- [3] T.MASRI, H.OUNIS, L.SEDIRA, A.KACI, A.BENCHABANE, *Characterization of new composite material based on date palm leaflets and expanded polystyrene wastes*, *Construction and Building Materials*, 410–418, **2018**.
- [4] K.ALMI, *Développement et caractérisation de matériaux à base du bois de palmier dattier adaptés aux applications de développement durable en Algérie*, Thèse de Doctorat, Université de Biskra, **2018**.
- [5] S. AMROUNE, *Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier*, Thèse de Doctorat, Université de Guelma, **2016**.

# CHAPITRE IV

## RESULTATS ET DISCUSSION

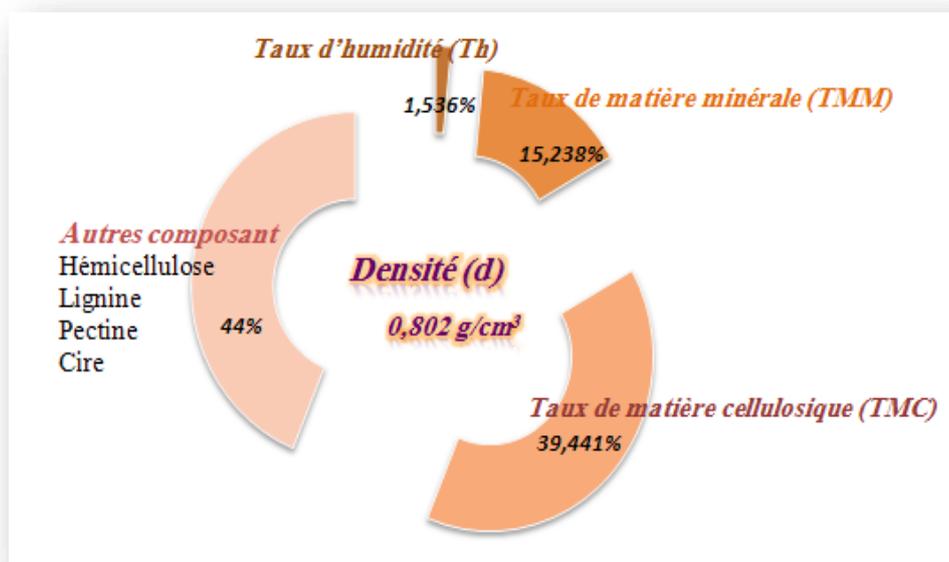
# CHAPITRE IV

## RESULTATS ET DISCUSSION

### IV.1. CARACTERISATION DE FIBRES DE PALMIER DATTIER

#### IV.1.1. Caractérisation physico-chimique de la fibre de palmier

La figure IV.1 représente les résultats de la caractérisation physico-chimique des fibres de palmier.



**Figure IV.1 :** Composition chimique des fibres de palmier.

On note que les folioles du palmier dattier sont très riches en cellulose, il est le constituant majoritaire de la fibre avec un taux de l'ordre de 39.44 %. Ces résultats peuvent rendre les fibres de palmier comme renfort idéal pour la valorisation à moindre coût des composites. Ces résultats sont liés à son origine géographique, à sa date de récolte [1].

La densité des fibres est de l'ordre de 0,8 g/cm<sup>3</sup>. La légèreté des fibres de palmier est remarquable par rapport aux autres fibres naturelles [2], c'est une propriété très intéressante

pour l'élaboration des composites car elle permet non seulement de réduire le poids, mais aussi de rendre également les fibres compétitives par rapport aux fibres synthétiques [3, 4].

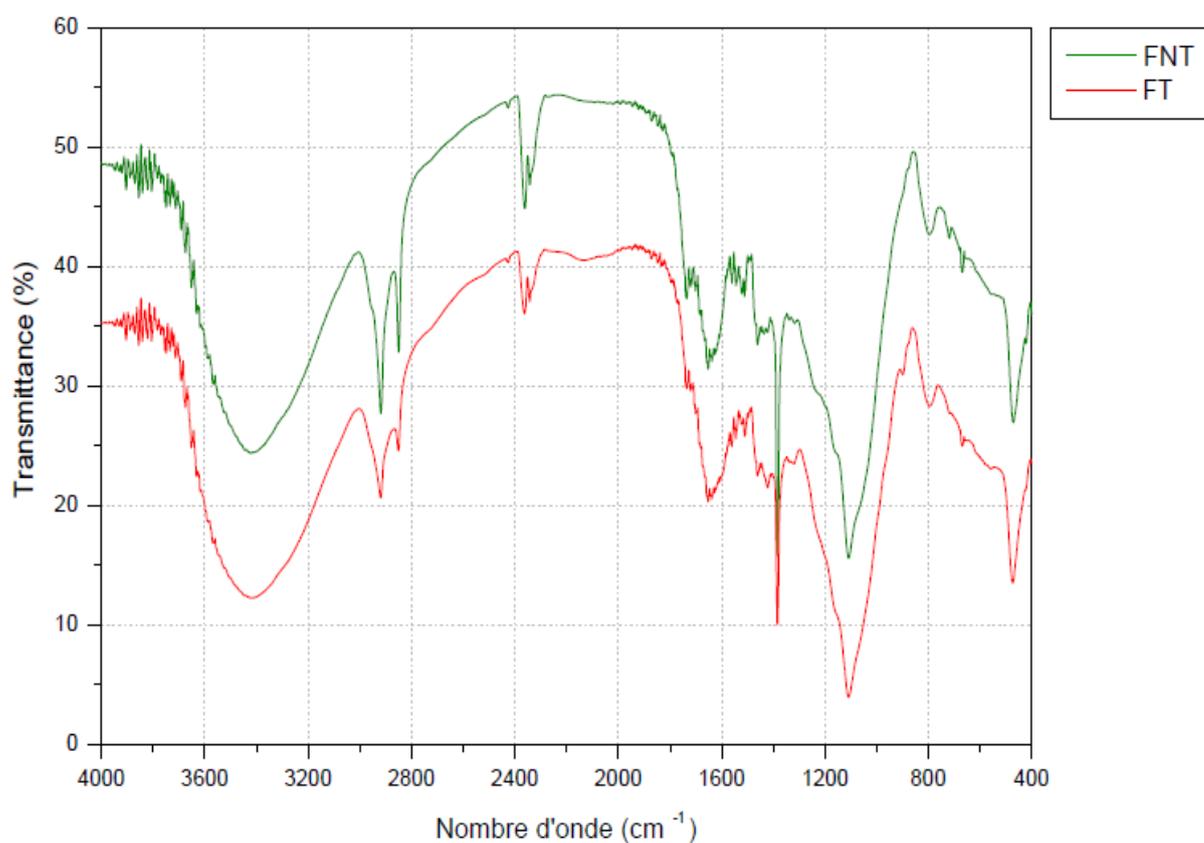
#### IV.1.2. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR

Les spectres Infrarouges à Transformée de Fourier (FTIR) des fibres non traitées et traitées par le NaOH à (2%) sont montrés dans la figure IV.2. L'attribution des fonctions chimiques pour chaque bande d'absorption montrée dans le tableau IV.1 a été réalisée à partir des travaux d'A. El Oudiani. Al [5].

**Tableau IV.1:** Attribution des bandes caractéristiques des fibres lignocellulosiques.

Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Bandes
3375–3340	Vibration d'élongation de la liaison OH intramoléculaire
3310–3230	Vibration d'élongation de la liaison OH intermoléculaire
2938–2920	Vibration d'élongation symétrique de la liaison C-H
2840–2835	Vibration d'élongation asymétrique de la liaison C-H
1770–1760	Vibration d'élongation de la liaison C=O conjuguée de cétone
1740–1720	Vibration d'élongation de la liaison C=O non conjugué de cétone.
1650–1640	O-H flexion de l'eau absorbée.
1610–1590	Vibration d'élongation de la liaison C=C aromatique
1515–1505	
1470–1455	Vibration déformation de la liaison C-H asymétrique de groupements OCH <sub>3</sub> , CH <sub>2</sub> .
1430–1422	
1375–1365	Vibration en mode de flexion de la liaison C-H dans le plan
1330–1350	Vibration en mode de flexion de la liaison O-H dans le plan
1315	Vibration de rotation de CH <sub>2</sub> dans le C <sub>6</sub>
1282–1277	Vibration déformation de la liaison C-H

1268	Vibration d'élongation du cycle de Guaiacyle
1235–1230	Vibration d'élongation C-C plus C-O plus C=O
1162–1125	Vibration d'élongation de la liaison C-O-C asymétrique
1140	Vibration déformation de la liaison C-H Aromatique dans le plan
1128–1110	
1086–1075	Vibration déformation de la liaison C-H d'alcool secondaire et éther aliphatique
1047–1004	Vibration d'élongation de la liaison C-O
996–985	Vibration d'élongation de la liaison C-O
895 894	Vibration d'élongation et déformation des liaisons C-O-C, C-C-O et C-C-H
662 663	Vibration en mode flexion en dehors du plan de la liaison C-OH



**Figure IV.2** : Spectres IRTF des fibres de palmier dattier traitée et non traitée.

L'analyse par spectroscopie infrarouge (IR) des fibres non traitées (FNT) on observe qu'il y a des pics caractéristiques bien définis comme suite :

- A  $3419\text{ cm}^{-1}$  une large bande correspond à la vibration d'élongation de la liaison O-H intramoléculaire de la cellulose et hémicellulose [6].
- A  $2920 - 2845\text{ cm}^{-1}$  deux bandes fine respectivement correspond à la vibration d'élongation symétrique et asymétrique de la liaison C-H de groupement méthyle et méthylène de chaînes latérales de la cellulose et hémicellulose [5, 6].
- On observe à  $1734 - 1720\text{ cm}^{-1}$  des bandes fines de faible intensité correspondent à la vibration d'élongation des groupements carbonyles C=O présentent dans les hémicelluloses et lignine extractives [5].
- On observe à  $1653\text{ cm}^{-1}$  une bande fine de moyenne intensité correspond à la vibration en mode de flexion de la liaison O-H de l'eau absorbée par la fibre de palmier [4,6].
- A  $1509\text{ cm}^{-1}$  une bonde fine correspond à la vibration élongation de la liaison C=C de groupement aromatique de lignine [5, 6].
- On observe à  $1462 - 1420\text{ cm}^{-1}$  deux bondes fines correspond à la vibration de déformation de la liaison C-H asymétrique des groupements  $\text{OCH}_3$ ,  $\text{CH}_2$  de la lignine et l'hémicellulose [5,8].
- On observe à  $1384\text{ cm}^{-1}$  une bonde fine correspond à la vibration de flexion de la liaison C-H dans le plan de la cellulose et hémicellulose [6].
- On observe à  $1109\text{ cm}^{-1}$  une bande large de forte intensité correspond à la vibration de déformation des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose [7].
- On observe à  $720\text{ cm}^{-1}$  une bande fine de très faible intensité correspond à la vibration de déformation des hydroxyles O-H [5].
- A  $675\text{ cm}^{-1}$  une bande fine de très faible intensité correspond à la vibration en mode flexion en dehors du plan de la liaison C-OH [6].

Après la modification chimique, on observe la diminution du pic située vers  $3419\text{ cm}^{-1}$  qui correspond aux groupements hydroxyles -OH. Cette diminution de l'intensité a été attribuée à la diminution des groupements hydroxyles -OH et la solubilisation de lignine. Ainsi la disparition de la bande à  $1734\text{ cm}^{-1}$  associée à la vibration d'élongation des groupements carbonyles C=O des esters ou des groupes acétyles des hémicelluloses, des pectines et des cires du fibre de palmier [9,10].

Le spectre obtenu montre aussi un abaissement des pics à  $1462-1420\text{ cm}^{-1}$  de la liaison C-H asymétrique des groupements  $\text{OCH}_3$ ,  $\text{CH}_2$  de la lignine et l'hémicellulose. On note également la diminution de l'intensité du pic à  $1109\text{ cm}^{-1}$  assigné à l'élongation des

groupements éthers C-O-C de la lignine, cette diminution essentiellement dues à la solubilisation de la lignine, des cires et des pectines dans l'hydroxyde de sodium [11,12].

D'après Mwaikambo et al [13], la réaction entre la cellulose et la soude est décrite

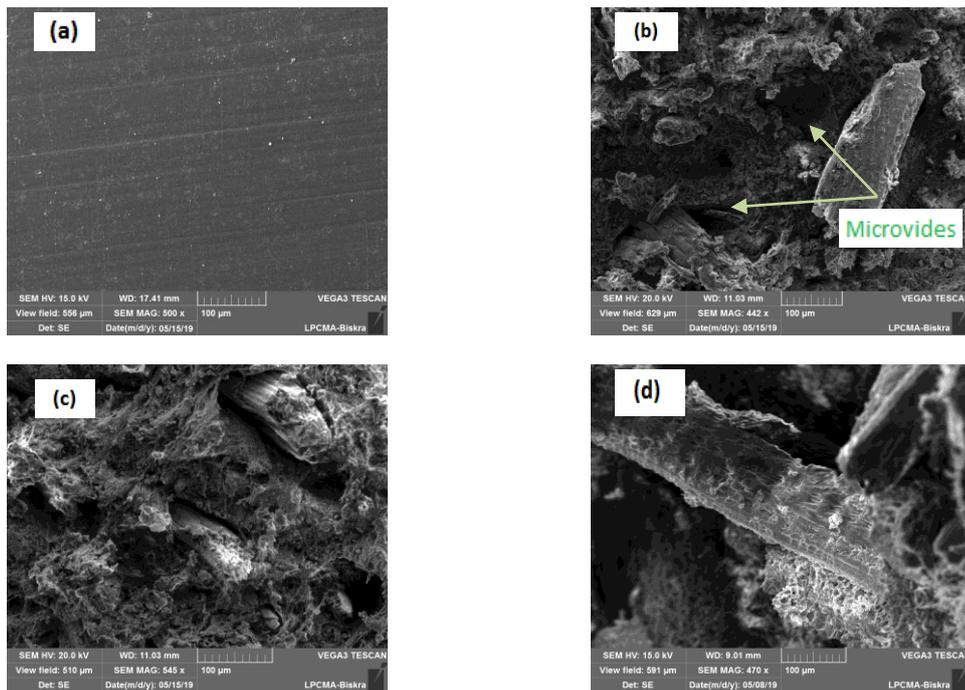
Par :  $\text{Cellulose-OH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{Cellulose-O}^-\text{Na}^+ + \text{H}_2\text{O} + \text{impuretés}$

**Schéma IV.1** : Réaction entre la cellulose et la soude (NaOH).

## IV.2. CARACTERISATION DES COMPOSITE ELABORES

### IV.2.1. Caractérisation Morphologique (MEB)

L'effet de la charge non traitée sur l'interface des composites PVC/FNT a été étudié en examinant les surfaces fracturées des formulations PVC, PVC/FNT<sub>1</sub>, PVC/FNT<sub>3</sub> et PVC/FNT<sub>8</sub> avec le microscope électronique à balayage (MEB) et les images observées sont illustrées sur la figure IV.3.

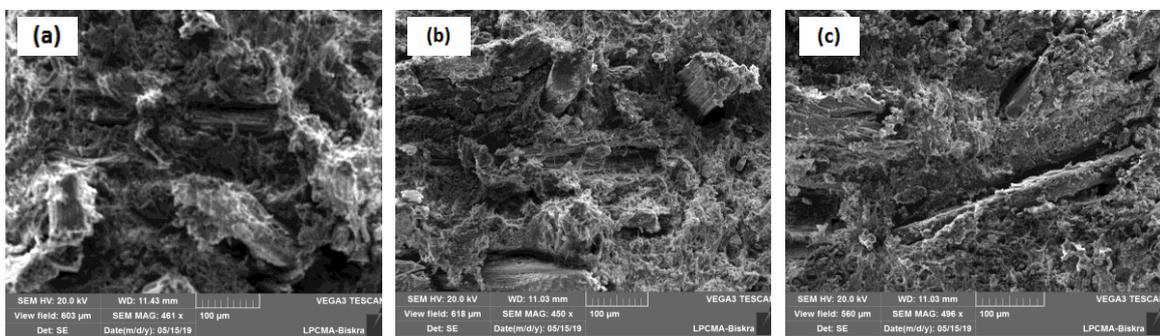


**Figure IV.3** : Micrographes MEB du polychlorure de vinyle et ces composites non traités ; (a) PVC vierge, (b) PVC/FNT<sub>1</sub>, (c) PVC/FNT<sub>3</sub>, (d) PVC/FNT<sub>8</sub>.

La matrice du polychlorure de vinyle vierge (Figure IV.3.a) montre une surface très lisse et très homogène, par contre pour les composites non traités (Figures IV.3.b , c et d), on observe une surface rugueuse, irrégulière et hétérogène ainsi que la présence des microvides et

de cavités sur la surface due au déchaussement de la charge de la matrice PVC lors de la fracture, dus au déchaussement des fibres de la matrice, mettant en évidence l'incompatibilité des deux phases en raison de la mauvaise adhésion interfaciale et de la différence dans les énergies (ou polarités) de la surface libre de la charge à caractère hydrophile et du polymère à caractère hydrophobe [14-16].

Les figures IV.4, a, b, et c, représentent les images MEB des composites avec les fibres de palmier dattier traités par la soude (PVC/FT), montrent une surface plus homogène par rapport aux composites PVC/FNT avec moins de vides et de cavités et que les particules des fibres du palmier adhèrent bien avec la matrice de PVC. Cette adhésion est due au bon mouillage entre les particules de la fibre à la matrice PVC [17, 18].



**Figure IV.4 :** Micrographes MEB des composites de polychlorure traités par la soude ; (a) PVC/FT<sub>1</sub>, (b) PVC/FT<sub>3</sub>, (c) PVC/FT<sub>8</sub>.

## IV.2.2. Caractérisation mécanique

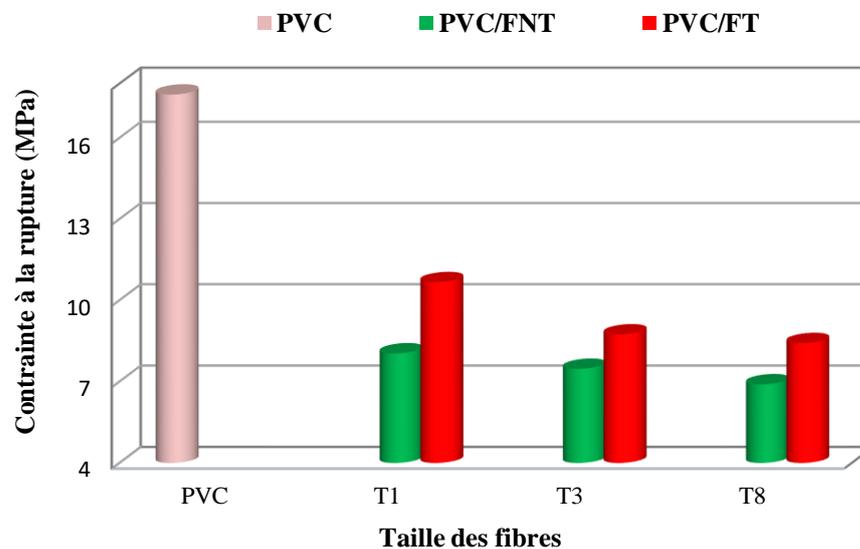
Les propriétés mécaniques des matériaux composites PVC-fibres de palmier traitées et non traitées sont déterminées en fonction de la taille des fibres.

### IV.2.2.1. Essai de traction

#### IV.2.2.1.a. Contrainte à la rupture

L'évolution de la contrainte à la rupture des composites élaborés en fonction de la taille des fibres est illustrée sur la figure IV.5. On constate une diminution de la contrainte à la rupture pour les composites avec l'augmentation de la taille des fibres non traitée comparé au PVC non chargé. Cette abaissement est attribué à la diminution de la force de liaison entre les fibres et la matrice qui obstrue la propagation d'effort [19, 20], et que la taille des fibres est un paramètre prépondérant influence sur les propriétés mécaniques d'après **Shaler et al** [21], qui distinguent que les petites particules sont bien dispersées dans la matrice comparant aux long fibres. Cela

peut être expliqué par la tendance des particules des fibres à se regrouper en formant des agglomérats qui induisent des hétérogénéités et un transfert de contrainte non uniforme au sein de la matrice, par conséquent il se produit une fragilisation au matériau composite. Il s'ajoute à cela une faible adhésion interfaciale des composites (PVC/FNT) à cause du caractère hydrophobe de la matrice de PVC et le caractère hydrophile de la charge [22]. Un tel phénomène est bien observé dans le cas des composites renforcés par des fibres naturelles à base de cellulose, riche en groupement hydroxyle (OH) qui absorbent l'humidité et induire un gonflement dans la matrice polymère, en créant une pression importante au sein de la matrice polymère. Ce qui induit à la dégradation de la contrainte à la rupture [23].

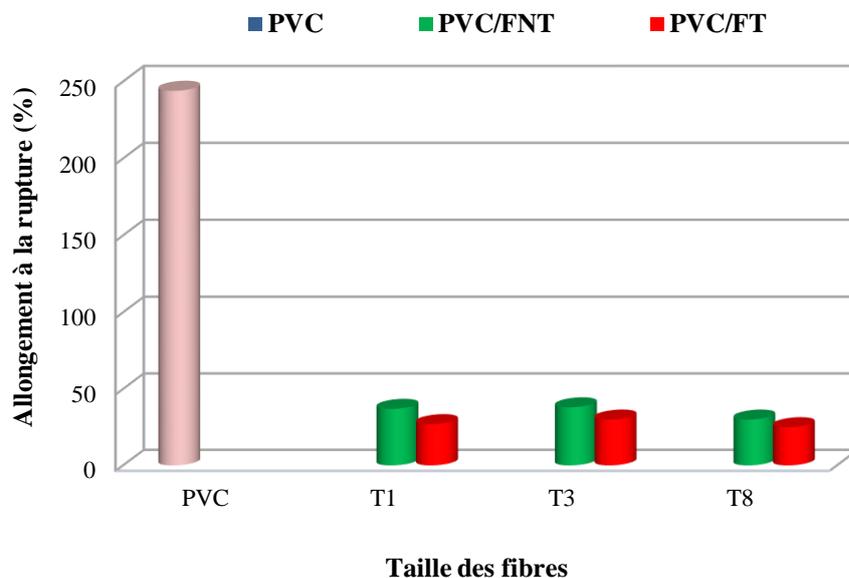


**Figure IV.5 :** Evolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.

Le traitement alcalin des fibres de palmier conduit à l'amélioration de la contrainte à la rupture des composites (PVC/FT) par rapport aux composites renforcés par des fibres non traitées (PVC/FNT) de 32, 17 et 22% pour la taille T<sub>1</sub>, T<sub>3</sub> et T<sub>8</sub> respectivement. Ceci est attribué à la bonne adhésion entre les fibres traitées et la matrice polymérique. Il est important de noter que le traitement alcalin permet la diminution de la taille des fibres, ce phénomène a été observé dans d'autres fibres naturelles telles que la fibre de chanvre [24], le lin [25], coir [26], ce qui améliore plus la dispersion des fibres dans la matrice. Le traitement alcalin permet d'extraire les impuretés et d'éliminer des constituants pariétaux tels que les lignines, les pectines et les substances cireuses qui recouvrent la surface externe des parois cellulaires de la fibre. Ce qui favorise la formation de fibrilles et donne une surface rugueuse à la fibre pour faciliter les interactions physico-chimiques à l'interface charge-polymère [27].

#### IV.2.2.1.b. Allongement à la rupture

Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction de la taille des fibres est présenté sur la figure IV.6. On constate que la tendance de l'ensemble des composites élaborés en fonction de la taille des fibres, est caractérisée par une baisse importante de l'allongement à la rupture en la comparant à l'allongement du PVC. En effet, l'allongement passe de 244% pour le PVC à 37, 38 et 30 % pour les composites non traités PVC/FNT<sub>1</sub>, PVC/FNT<sub>3</sub> et PVC/FNT<sub>8</sub> respectivement. Cette diminution est principalement due à l'incorporation de la fibre de palmier de caractère rigide dans la matrice PVC, qui réduit la mobilité des chaînes polymériques, et accélère la rupture des éprouvettes des composites renforcées [28-30]. On peut observer que l'allongement à la rupture augmente lorsque la taille de la fibre augmente de 100 à 500  $\mu\text{m}$ , mais diminue lorsqu'elle est augmentée à 800  $\mu\text{m}$ . Ceci est attribué au fait qu'avec l'augmentation supplémentaire de la taille des fibres, les composites ont un enchevêtrement faible, ce qui entraîne un faible degré d'adhérence entre les fibres de palmier et la matrice de PVC [31].



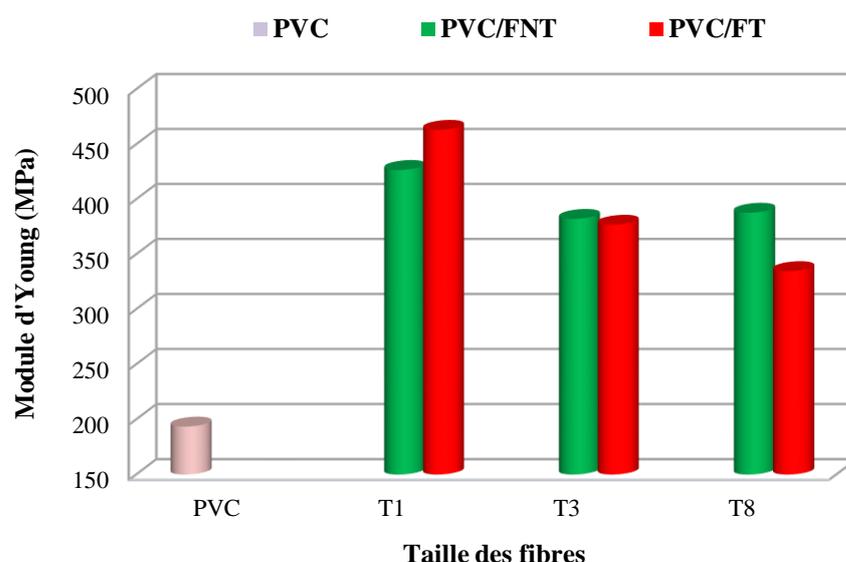
**Figure IV.6 :** Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.

L'ajout des fibres de palmier traitées par le NaOH dans la matrice PVC a diminué l'allongement à la rupture de manière significatif avec l'augmentation de la taille des fibres. Le PVC/FT<sub>1</sub> présente une diminution de 27% de l'allongement par rapport au composite PVC/FNT<sub>1</sub>. Une diminution similaire a été observée pour les biocomposites PVC/FT<sub>3</sub> et PVC/FT<sub>8</sub> de 21 et 16% respectivement. Cela peut être attribué à la présence d'un certain nombre

d'extrémités de fibres dans les composites qui ont provoqué l'initiation de fissures et une défaillance potentielle du composite. De plus, l'agglomération de fibres pourrait avoir contribué à créer des zones de concentration de contraintes nécessitant moins d'énergie pour la propagation des fissures. En outre, il peut être le temps et la concentration de la soude utilisés dans le traitement des fibres de palmier n'ont pas un grand effet sur l'allongement à la rupture des composites. Des résultats similaires ont été observés par **Majhi et al [32]** pour les composites d'acide polylactique (PLA) / fibre de banane (BF) traitée par la soude NaOH.

#### IV.2.2.1.c. Module d'Young

La figure IV.7 met en évidence l'évolution du module d'Young des composites PVC/fibre de palmier en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées. D'une manière générale, on peut voir clairement que les composites renforcés par les fibres de palmier traitées et non traitées enregistrent des modules d'Young plus importants que celui du PVC. En effet, l'incorporation de la charge dans la matrice PVC augmente la rigidité des composites. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par **Rocha et al [33]**, **Arrakhiz et al [34]**, et aussi par **Bodîrlău et al [35]**. D'autre part, on observe qu'il y a une diminution du module d'élasticité avec l'accroissement de la taille des fibres à partir de 300 et 800  $\mu\text{m}$ . La raison probable que les longues fibres à partir de 300  $\mu\text{m}$  risquent de ne pas devenir compatibles avec la matrice correctement. Ainsi, une liaison inadéquate se produit entre les fibres et la matrice [36]. Selon des recherches précédentes [37], ils ont constaté que le facteur de la taille des particules des fibres, a une grande influence sur la rigidité des composites.



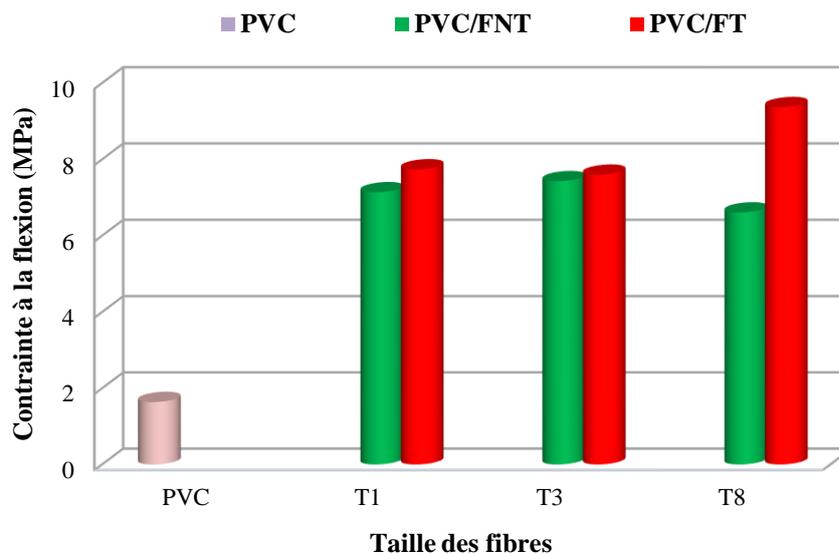
**Figure IV.7 :** Evolution du module d'Young des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.

Les composites PVC/ FT<sub>1</sub> marque une augmentation du module d'Young, cela peut être expliqué par la bonne orientation des fibres de palmier traités à du taille de 100 à 300 µm dans la matrice de PVC [38]. En comparant des composites pour des tailles supérieur à 300 µm, les modules d'Young diminuent, ces résultats pourraient être liés à la forme et les dimensions des fibres obtenues après modification chimique de la fibre. La diminution de la rigidité peut être expliquée par le changement du mécanisme de déformation car le changement d'interaction ne justifie pas la diminution du module [39].

#### IV.2.2.2. Essai de flexion

##### IV.2.2.2.a. Contrainte à la flexion

La figure IV.8 présente l'évolution de la contrainte à la flexion des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.



**Figure IV.8 :** Evolution de la contrainte à la flexion des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.

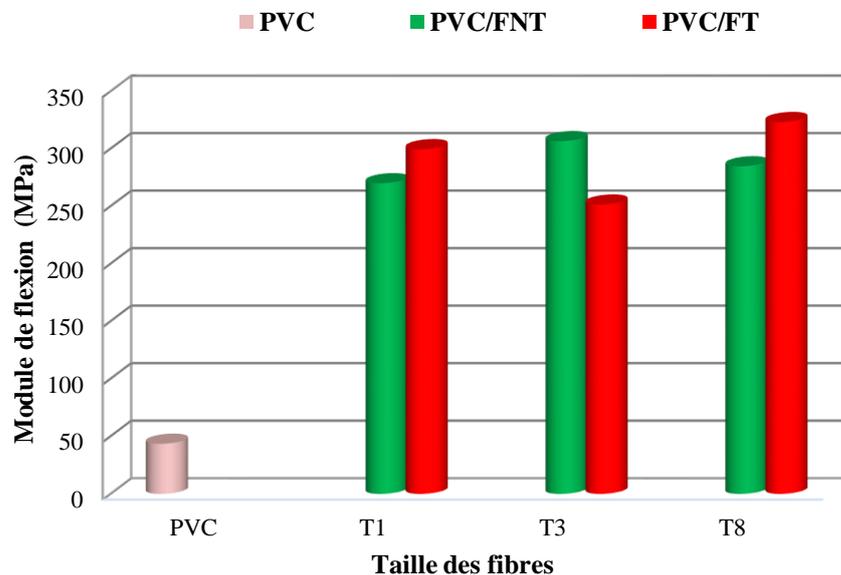
Les résultats révèlent que l'apport des fibres de palmier dans la matrice de PVC améliore la résistance à la flexion de composite renforcés par rapport à PVC vierge. Cette amélioration croit jusqu'à des fibres de taille 300-500µm puis décroît par la suite à des fibres de taille 800µm. Cette contradiction semble être due à une liaison insuffisante entre la fibre et la phase de la matrice [40]. Plusieurs références ont également signalé que les agglomérations de fibres dans la matrice, l'absorption d'humidité par les fibres et les défauts interfaciaux pourraient être les principales causes de la réduction de la résistance à la flexion pour les composites

PVC/FNT<sub>8</sub>. Tous ces facteurs auraient limité le transfert de contrainte du PVC aux fibres de palmier lors des essais de flexion [41- 43].

Les composites PVC/FT marquent une amélioration de la résistance à la flexion par rapport aux composites PVC/FNT. On peut dire qu'il existe une capacité de transfert de force plus élevée à l'interface fibre-matrice dans les composites avec des fibres traitées. Il convient également de signaler que l'adhésion entre la fibre et la matrice est améliorée lorsque la surface de la fibre a été traitée par le traitement alcalin [44, 45].

#### IV.2.2.2.b. Module de flexion

La figure IV.9 montre l'effet de la taille des fibres sur le module de flexion des biocomposites PVC/ fibres de palmier dattier traitées et non traitées. Le module de flexion a montré une tendance à la hausse avec l'augmentation de la taille des fibres. Il est normal que le module de flexion augmente lors de l'introduction de fibres dans la matrice PVC. Tendance similaire également trouvée par **Sahari et al [46]**, **Ghazanfari et al [47]**, **Bisht et al [48]**, ont expliqué ce comportement par la grande rigidité des fibres de palmier dattier par rapport la matrice de PVC.



**Figure IV.9 :** Evolution de Module de flexion des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.

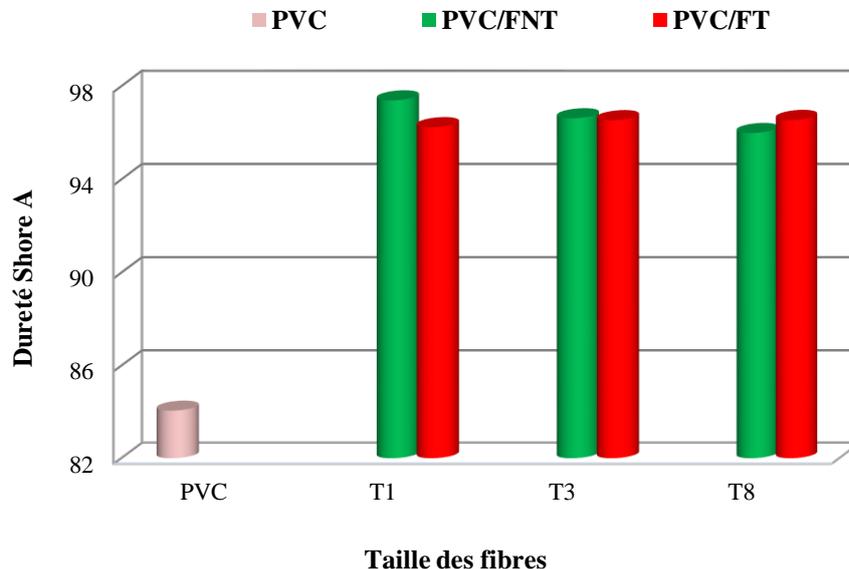
Les résultats des essais de flexion montrent que le traitement alcalin des fibres du palmier a également un effet significatif sur le module de flexion. On voit clairement que les composites PVC/FT<sub>8</sub> présentent la plus importante amélioration en module de flexion. Ce

dernier présente une augmentation de l'ordre de 13.51 % par rapport à celui du composites non traités PVC/FNT<sub>8</sub>. Alors le module de flexion de composite à faible taille de renfort PVC/FT<sub>1</sub> est augmenté d'environ 10.95 % comparés au PVC/FNT<sub>1</sub>. Ces résultat pourrait être expliqué par l'élimination partielle ou totale des composants de la fibre amorphe (lignine et hémicelluloses) et à la modification de la surface des fibres [49]. Donc le traitement alcalin des fibres de palmier améliore la qualité de l'interface fibre-matrice [50].

### IV.2.3. Caractérisation physique

#### IV.2.3.1. Dureté Shore A

La dureté d'un matériau se rapporte à sa rigidité ou sa résistance à la rupture pour changer sa forme de manière permanente quand la charge est appliquée. C'est une indication de la résistance du matériau à la propagation des fissures une fois soumis à un impact. Pour les matériaux composites, la dureté dépend de la distribution du renfort dans la matrice [51]. L'évolution de la dureté shore A des composites en fonction de la taille des fibres de palmier traitée et non traitée est illustrée sur la figure IV.10.



**Figure IV.10 :** Evolution la dureté shore A des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.

On observe que l'incorporation des fibres de palmier dans le polychlorure de vinyle est accompagnée d'une augmentation significative de la dureté des composites traitées et non traitées PVC/FT et PVC/FNT comparé au PVC vierge. Ces résultats sont prévisibles dans la mesure car notre fibre est constituée de 39.441%de cellulose qui est classée parmi les fibres

dures ce qui se traduit par une plus grande résistance à la pénétration de l'aiguille du duromètre dans le matériau composite [52].

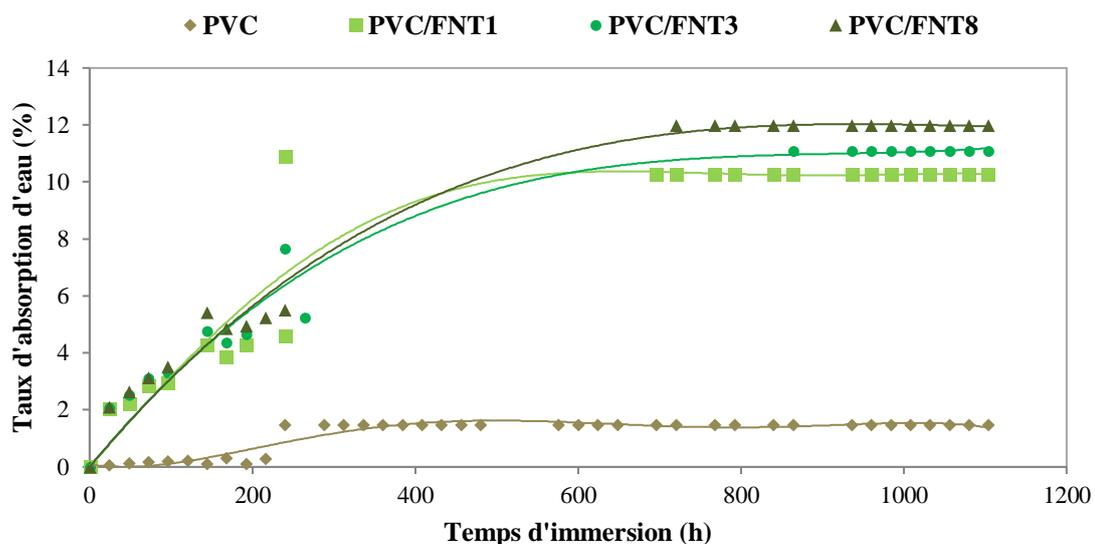
Les composites PVC/FNT constatent une légère diminution de la dureté avec l'augmentation de la taille des fibres. Cette diminution est peut être due à la formation des agglomérats qui induisent une mauvaise adhésion interfaciale. Pour les composites PVC/FT on remarque bien l'augmentation de la dureté avec l'augmentation de la taille des fibres cela s'expliquer par la bonne dispersion de la fibre dans la matrice avec la diminution des vides et une plus forte adhésion interfaciale fibre-matrice.

Pour une même taille l'augmentation ou la diminution de la dureté des fibres traitées par rapport aux fibres non traité est interprété par la présence ou l'élimination des constituants ayant un caractère dur [53].

#### IV.2.3.2. Absorption d'eau

##### IV.2.3.2.a. Taux d'absorption d'eau

Le test d'absorption d'eau a été étudié pendant 45 jours et l'évolution correspondante à différent tailles des fibres non traitées en fonction de temps est représentée dans la figure IV.11. L'absorption dépend principalement de la porosité ouverte du matériau biocomposites ; ces pores sont générés en grands nombres lors de l'introduction des fibres végétales dans des matériaux composites [54].

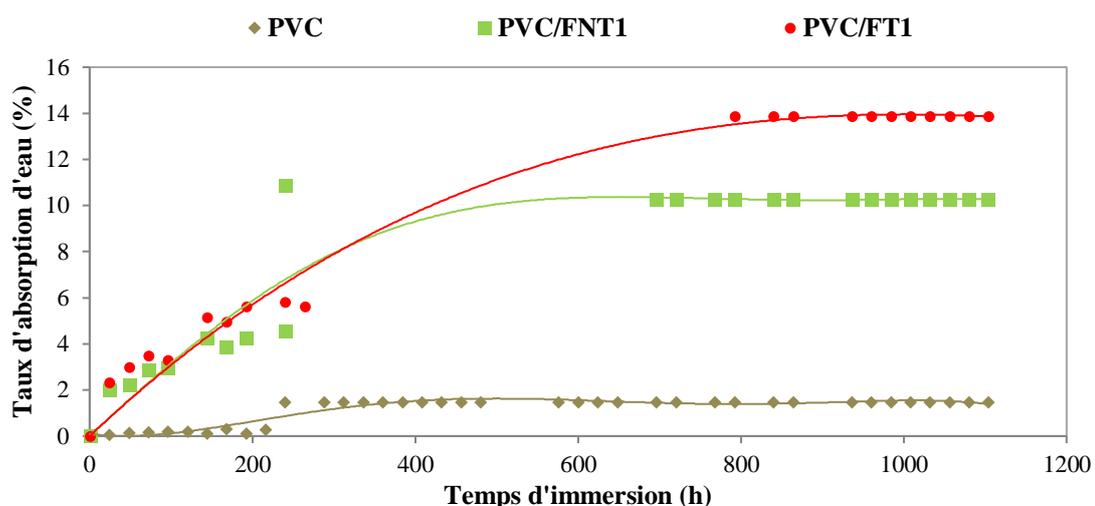


**Figure IV.11** : Evolution de taux d'absorption d'eau de PVC et ces composites non traités à différentes taille en fonction du temps d'immersion.

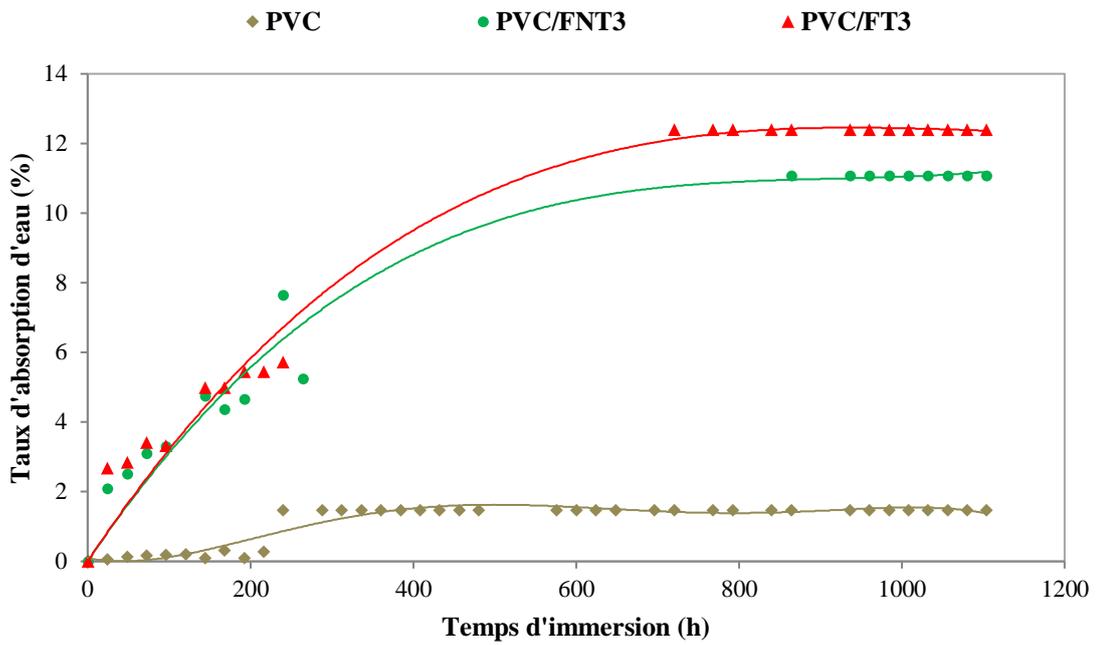
Pour le PVC vierge, on enregistre une très faible absorption d'eau due à la nature apolaire de ce polymère qui lui confère le caractère hydrophobe. Elle est d'environ 0,05% en premier jour, et ne dépasse pas 1.47% en 45 jours. Ces résultats sont confirmés par les travaux d'**Ashori et al [55]**. L'ajout des fibres de palmier augmente le taux d'absorption d'eau et le matériau gonfle significativement parce que les fibres palmier sont des fibres lignocellulosiques, qui contiennent des groupes hydroxyles présentent une structure adéquate pour interagir avec les molécules d'eau par la formation de liaisons hydrogènes. Dont leurs présences à la surface des fibres les rendent très hydrophiles. Ces résultats s'accordent avec ceux présentés par **Alamri et al [56]**, **Kakroodi et al [57]**, **Nekkaa et al [58]** et **Haque et al [59]**.

On remarque clairement que la taille des fibres influe sur le taux d'absorption des composites (PVC/FNT). L'absorption des composite augmentent proportionnellement en fonction de la taille des fibres, cette augmentation est expliqué par le fait que les fibre de palmier très hydrophile grâce aux groupements hydroxyles, donc plus la taille de la fibre est élevée, plus la concentration en OH s'accroît et par conséquent le taux d'absorption devient plus important **[60]** **S.Boufi et al [61]** et **Alain Dufresne et al [62]**.

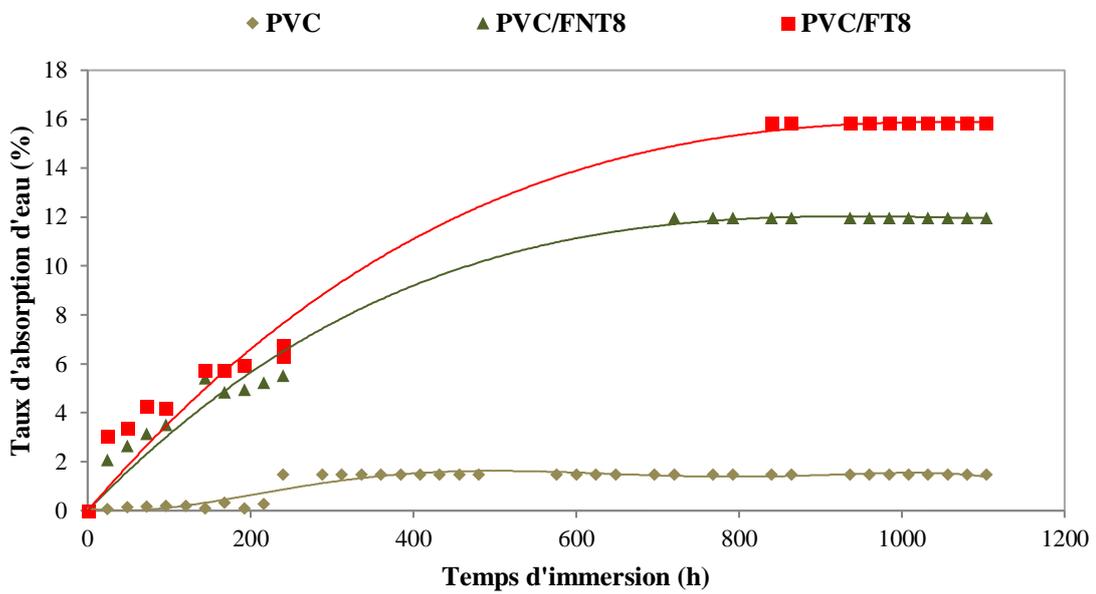
Les figures IV.12, IV.13 et IV.14 illustrent l'évolution du taux d'absorption d'eau de PVC et de ces composites PVC/FNT et PVC/FT à différentes taille. Nous constatons que les composites contenant des fibres traités par la soude absorbent plus que les composites non traités. Il semblerait donc que dans le cas de nos composites, le traitement à la soude augmente la sensibilité à l'eau.



**Figure IV.12** : Evolution de taux d'absorption d'eau de PVC et ces composites traités et non traités de taille T<sub>1</sub> (100-300 μm) en fonction du temps d'immersion.

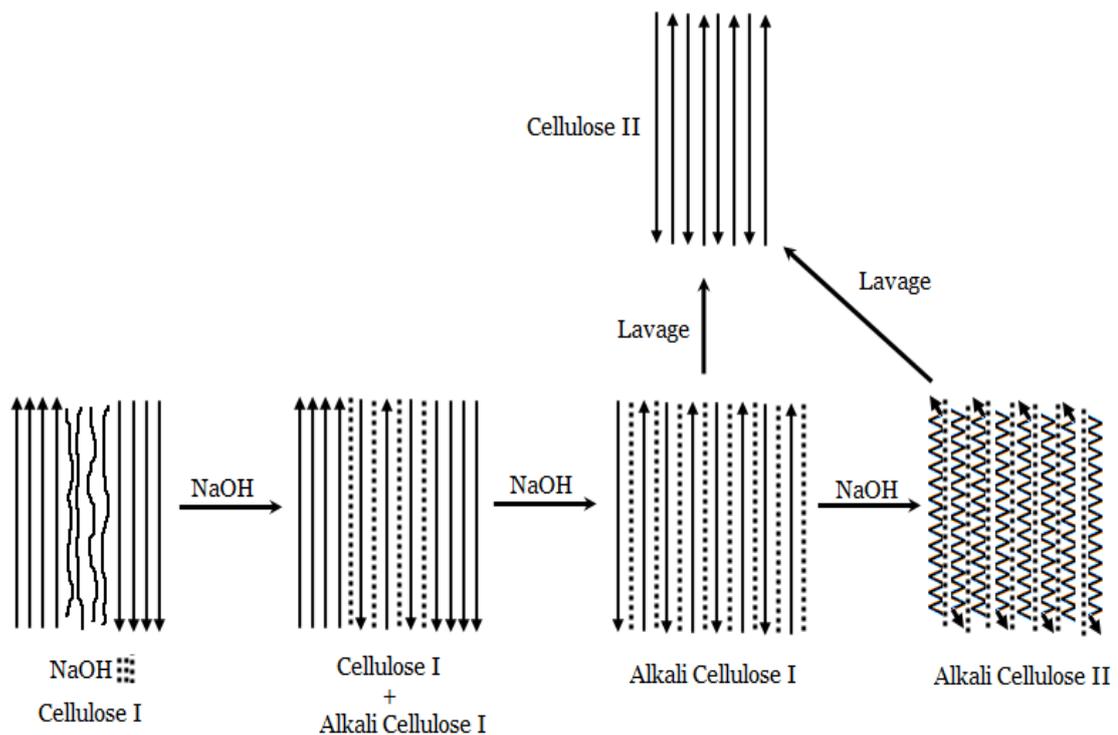


**Figure IV.13** : Evolution de taux d'absorption d'eau de PVC et ces composites traités et non traités de taille T<sub>2</sub> (300-500 μm) en fonction du temps d'immersion.



**Figure IV.14** : Evolution de taux d'absorption d'eau de PVC et ces composites traités et non traités de taille T<sub>3</sub> (800 μm) en fonction du temps d'immersion

Dans le traitement alcalin, certains constituants solubles tel que les hémicelluloses, la lignine et des substances cireuses [63]. La diminution le taux des hémicelluloses influe sur les propriétés d'absorption notamment celle de l'humidité. En effet, la réduction des hémicelluloses dans ces fibres réduit la capacité d'absorption d'eau dans la fibre [64]. Pott et al [65] ont montrés que la cellulose II a une capacité d'absorption d'eau plus élevée que la cellulose I. Sous l'effet de l'humidité, une dimension du réseau de la cellulose II augmente du fait de l'entrée de l'eau dans le réseau cristallin. Ceci ne peut pas se produire dans la cellulose I à cause d'un arrangement différent des molécules de cellulose (Figure VI.15) La reprise d'eau de la cellulose I se produit uniquement à la surface de la cellulose cristalline et de ce fait est relativement limitée. Même si la cellulose amorphe absorbe plus d'eau que la forme cristalline, la présence de la cellulose cristalline II à la place de la cellulose I se traduit donc par une reprise d'eau bien plus élevée.

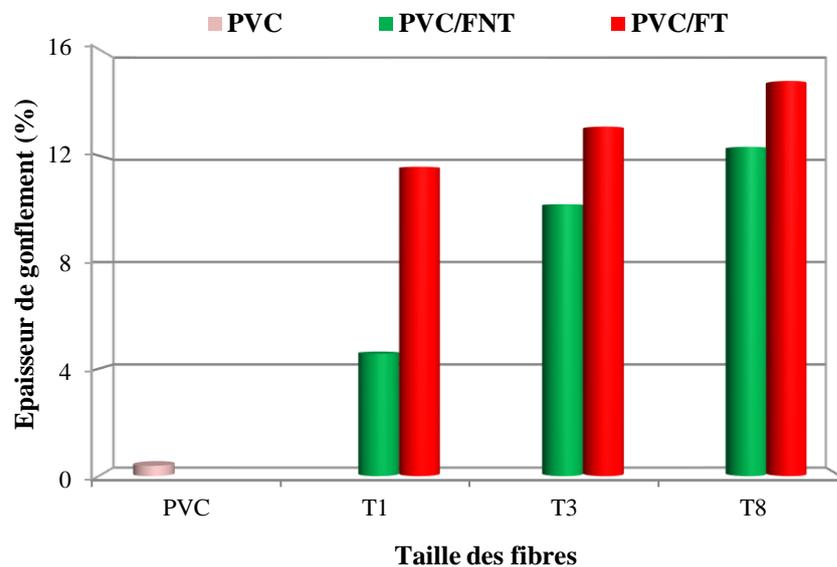


**Figure IV.15** : La structure de cellulose I et cellulose II.

#### IV.2.3.2.b. Coefficients de diffusion et l'épaisseur de gonflement

La figure IV.16 montre le gonflement en épaisseur des composites après 45 jours immergées dans l'eau. L'analyse a démontré que les deux facteurs variables de cette étude affectaient de manière significative le gonflement en épaisseur. L'importance des facteurs est la suivante : taille des fibres, traitement alcalin des fibres. L'ajout de fibres de palmier aux composites a entraîné une augmentation du gonflement en épaisseur. Les composites renforcés

par des fibres non traitées de 100 à 300  $\mu\text{m}$  présentent un gonflement plus faible de l'ordre de 4%. Par contre, les matériaux composites contenant des fibres de taille 800  $\mu\text{m}$  présentaient un gonflement considérable, atteignant entre 11 et 14% pour les formulations PVC/FNT<sub>8</sub> et PVC/FT<sub>8</sub> respectivement. Des études ont montré que  $\text{Na}^+$  a un diamètre favorable et capable d'élargir l'espace entre les plans réticulaires et d'y pénétrer. Cela conduit à la formation d'un réseau ( $\text{Na-cellulose}-\text{I}$ ), réseau comportant des distances relativement grandes entre les molécules de cellulose. Les espaces créés sont remplis de molécules d'eau. Dans cette structure, les groupes ( $-\text{OH}$ ) de la cellulose sont convertis en groupes ( $-\text{ONa}$ ), élargissant les dimensions des molécules [66].



**Figure IV.16 :** Evolution de l'épaisseur de gonflement des composites en fonction de la taille des fibres traitées et non traitées.

Il est bien établi qu'il existe un accord équitable entre l'absorption d'eau et celle calculée par la loi de Fick. Les analyses préformées des coefficients de diffusion  $D$  pour les formulations (Tableau IV.2) illustrent un effet significatif de la taille et le traitement alcalin des fibres sur les coefficients de diffusion des composites.

Dans toutes les formulations, toute augmentation de la taille des fibres augmente les coefficients de diffusion. La formulation avait un coefficient de diffusion élevé reflétant des comportements hydrophile des fibres vis-à-vis des molécules d'eau. Les composites avaient des fibres de plus longue taille donnent aux molécules d'eau une plus grande accessibilité au profondeur des composites. Des chercheurs ont signalé que les coefficients de diffusion des

composites polymère/fibres naturelle étaient influencés par la taille des fibres [67], toute augmentation de la taille des fibres augmente coefficients de diffusion d'eau.

Le traitement alcalin est avéré le facteur le plus influent dans les coefficients de diffusion. L'effet de traitement dans la croissance des coefficients de diffusion était plus évident dans les composites contenant des fibres de 800  $\mu\text{m}$  de taille. **Ngaowthong et al [68]** ont constaté le même comportement pour des composites de polypropylène renforcés par des fibres de chanvre traitées par la soude.

**Tableau IV.2 :** Valeurs des coefficients de diffusion et l'épaisseur de gonflement des composites élaborés.

	$E_g$ (%)	$D_a$ ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )	$R^2$
PVC	0,384	0.000	N/A
FNT <sub>1</sub>	4,561	$1,902 \times 10^{-7}$	0.977
FT <sub>1</sub>	11,578	$2,978 \times 10^{-7}$	0.973
FNT <sub>3</sub>	10,169	$3,480 \times 10^{-7}$	0.985
FT <sub>3</sub>	13,085	$4,406 \times 10^{-7}$	0.960
FNT <sub>8</sub>	12,328	$4,200 \times 10^{-7}$	0.991
FT <sub>8</sub>	14,802	$3,546 \times 10^{-7}$	0.962

#### IV.2.4. Caractérisation thermique

##### IV.2.4.1. Stabilité thermique

Ce test étudié le comportement thermique du PVC vierge et des composites PVC/Fibre de palmier traités et non traités. Les résultats de la stabilité thermique de la matrice PVC et ces différents composites PVC/FNT, PVC/FT sont présentés dans le tableau IV.3.

La décomposition de polychlorure de vinyle commence à environ 38.03 min. Cette dégradation est attribuée au phénomène de déshydrochloruration (dégagement de HCl) et la perte du plastifiant, donne lieu à la formation de polyènes, sous l'effet de la température, les radicaux de chlore résultant de la scission des liaisons labiles C-Cl enlèvent un radical d'hydrogène des groupes C-H adjacents pour former une liaison covalente H-Cl. Ce mécanisme chimique induit des liaisons doubles le long de la chaîne polymère et provoque la formation des liaisons conjuguées [69].

**Tableau IV.3 :** Temps de début de dégradation des différents composites (min).

	PVC	T <sub>1</sub>	T <sub>3</sub>	T <sub>8</sub>
PVC	38.03			
PVC/FNT	/	39.97	45.45	48.69
PVC/FT	/	65.96	144.05	74.23

L'incorporation de la fibre des palmiers dans la matrice PVC conduit à une légère augmentation de la température de début de décomposition avec l'augmentation de la taille de fibres, elle est estimée à 39.97, 45.45 et 48.69 min pour les formulations PVC/FNT<sub>1</sub>, PVC/FNT<sub>3</sub> et PVC/FNT<sub>8</sub> respectivement. Cette augmentation peut être attribuée à la présence des trois constituants principaux (cellulose, hémicellulose et lignines) de la fibre, qui sont plus stable thermiquement que polychlorure de vinyle, et se dégradent généralement à des températures plus de 200°C [70, 71].

Pour les composites PVC /fibres traités, on remarque une augmentation significatif du temps de début de dégradation, elle est estimée de 65.96, 144.05 et 74.23 min pour les formulations PVC/FT<sub>1</sub>, PVC/FT<sub>3</sub> et PVC/FT<sub>8</sub> respectivement. Cela est expliqué par l'adhérence interfaciale et les liaisons intermoléculaires entre ces fibres et la matrice sont améliorées par le traitement chimique [72]. Les fibres traitées par la soude caustique retardent la libération des atomes du chlore en piégeant ces derniers par les atomes du sodium et par conséquent le retardement de la dégradation des composites. La taille des fibres influe sur le temps de dégradation parce qu'un taille supérieur va couvrir une grande surface de PVC en retardant la dégradation par une occupation supérieur des atomes de chlore que celle du taille inférieur.

## Références

- [1] S. BOUHANK, *Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne Formulations et caractérisation*, Thèse de Doctorat, Université de Sétif 1, **2017**.
- [2] K.ALMI, A.BENCHABANE, S.LAKEL AND A.KRIKER, *Potential utilization of date palm wood as composite reinforcement*. Journal of Reinforced Plastics and Composites, 34(15), 1231-1240, **2015**.
- [3] F, M.AL-OQLA, and S.SAPUAN, *Natural fiber reinforced polymer composites in industrial applications: feasibility of date palm fibers for sustainable automotive industry*. Journal of Cleaner Production, 66, 347-354, **2014**.
- [4] T.MASRI, H.OUNIS, L.SEDIRA, A.KACI, A.BENCHABANE, *Characterization of new composite material based on date palm leaflets and expanded polystyrene wastes*, Construction and Building Materials, 410–418, **2018**.
- [5] A.EL OUDIANI, S.MSAHLI, F.SAKLI, *In-depth study of agave fiber structure using Fourier transform infrared spectroscopy*, Carbohydrate Polymers 164, 242–248, **2017**.
- [6] D.DASONG, F.MIZI, *Investigation of the dislocation of natural fibres by Fourier-transform infrared spectroscopy*, Vibrational Spectroscopy, 55, 300–306, **2011**.
- [7] F.CARRILLO, A,X.COLOM, J,J.SUNOL J.SAURINA, *Structural FTIR analysis and thermal characterisation of lyocell and viscose-type fibres*, European Polymer Journal, 40, 2229–2234, **2004**.
- [8] R.BODÎRLĂU, C, A.TEACĂ, *Fourier transform infrared spectroscopy and thermal analysis of lignocellulose fillers treated with organic anhydrides*, Journ. Phys, 54, 93-104, **2009**.
- [9] P, A.SREEKUMAR, P, T.ELVIN, S.JEANM, J.KURUVILLA, G.UNNIKRISHNAN, and T.SABU, *Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding*, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 40, 1777, **2009**.
- [10] A.ESPERT, F.VILAPLANA. and S.SKARLSSON, *Comparison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties*, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 35, 1267–1276, **2004**.
- [11] F. ZHOU, G. CHENG, B. JIANG, *Effect of silane treatment on microstructure of sisal fibers*, Applied Surface Science, 292, 806- 812, **2014**.
- [12] E, F. MARQUÈS, J, A. MÉNDEZ, M, A. PÈLACH, F. VILASECA, J. BAYER ET P, Mutjé, *Influence of coupling agents in the preparation of polypropylene composites reinforced with recycled fibers*, Chemical Engineering Journal, 166, 1170–1178, **2011**.

- [13] L, Y. MWAIKAMBO, M, P. ANSELL, *The Effect of Chemical Treatment on the Properties of Hemp, Sisal, Jute and Kapok Fibres for Composite Reinforcement*, Journal of Die Angewandte Makromolekulare Chemie, 272, 108-116, **1999**.
- [14] A. BOUKERROU, N. HAMOUR, H. DJIDJELLI, D. HAMMICHE, *Effect of the Different Sizes of the Alfa on the Physical, Morphological and Mechanical Properties of PVC/Alfa Composites*, Macromol. Symp, 321-322, 191-196, **2012**.
- [15] R, A.KHAN, N.SHARMIN, M, A. KHAN, A, K. DAS, K.DEY, S.SAHA, I.TOWHIDUL , I.RAFIQUL, F.NIGAR, B.SARKER, K, K.DEBNATH, M.SAHA, *Comparative Studies of Mechanical and Interfacial Properties Between Jute Fiber/PVC and E-Glass Fiber/PVC Composites*, Polymer-Plastics Technology and Engineering, 50, 153-159, **2011**.
- [16] H, S.YANG, H, J.KIM, J.SON, H, J.PARK, B, J.LEE, T, S.HWANG, *Rice-husk flour filled polypropylene composites mechanical and morphological study*, Composite Structures, 63, 305–312, **2004**.
- [17] N. VENKATESHWARAN, A. ELAYA PERUMAL, D. ARUNSUNDARANAYAGAM, *Fiber surface treatment and its effect on mechanical and visco-elastic behaviour of banana/epoxy composite*, Materials and Design, 47, 151-159, **2013**.
- [18] A.MAY-PAT, A.VALADEZ-GONZÁLEZ, P, J. HERRERA-FRANCO, *Effect of fiber surface treatments on the essential work of fracture of HDPE-continuous henequen fiber-reinforced composites*, Polymer Testing, 32, 1114-1122, **2013**.
- [19] N, M. STARK, R, E. ROWLANDS, *Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites*, Wood and fiber science, 35, 167- 174, **2003**.
- [20] S. MIGNEAULT, A. KOUBAA, F. ERCHIQUI, A. CHAALA, K. ENGLUND and M. WOLCOTT, *Effect of Processing method and fiber size on the structure and properties of wood-plastic composites*, compos, Part A, 40, 80-85, **2008**.
- [21] S.M.SHALER, *Mechanics of the interface in discontinuous wood fiber composites, WoodFiber/Polymer Composites, Fundamental concepts, processes and material options*, Ed. By M.P.Wolcott, Forest Product Society, composites, Wisconsin, U.S.A, **1999**.
- [22] E, G. MYERS, P, C. KOLOSICK, I, S. CHAHYADI, C, A. COBERLY, J,A. KOUTSKY, D, S. ERMER, *Extruded Wood - Flour Polypropylene Composites: Effect of a Maleated Polypropylene Coupling Agent on Filler – Matrix Bonding and Properties*, Mat. Res. Soc. Symp. Proc, 97, 67-77, **1990**.
- [23] H.DJIDJELLI, J, J.MARTINEZ, V.JEANFARENC, D.BENACHOUR *Effect of Wood Flour Content on the Thermal, Mechanical and Dielectric Properties of Poly (vinyl chloride)*, Macromol. Mater, 287, 611-618, **2002**.

- [24] V.PLACET, F.TRIVAUDEY, O.CISSE, V.GUCHERET-RETEL and M, L. BOUBAKAR, *Diameter dependence of the apparent tensile modulus of hemp fibres: A morphological, structural or ultrastructural effect*, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 43(2), 275-287, **2012**.
- [25] J.ANDERSONS, E.SPARNINS, E. JOFFE, L, R. WALLSTROM, *Strength distribution of elementary flax fibres*, Composites science and technology, 65(3), 693-702, **2005**.
- [26] R.CHOLLAKUP, W.SMITHIPONG, W.KONGTUD, and R.TANTATHERDTAM, *Polyethylene green composites reinforced with cellulose fibers (coir and palm fibers): effect of fiber surface treatment and fiber content*, Journal of Adhesion Science and Technology, 27(12), 1290-1300, **2013**.
- [27] C. ALBANO, M. ICHAZO, J. GONZALEZ, M. DELGADO and R. POLEO, *Effects of filler treatments on the mechanical and morphological behavior of PP+wood flour and PP+sisal fiber*, Materials Research Innovations, 4, 284-293, **2001**.
- [28] B, A. ACHA, M, M. REBOREDO, N, E. MARCOVICH, *Effect of coupling agents on the thermal and mechanical properties of polypropylene–jute fabric composites*, Polym Inter, 55, 1104–1113, **2006**.
- [29] T. T. L. DOAN, S. L. GAO, E. MÄDER, *Jute /PP composites, Effect of matrix modification*, Compos Sci Tech, 66, 952-963 **2006**.
- [30] S, J .Kim, J, B. Moon, G, H. Kim, C, S. Ha, *Mechanical properties of polypropylene/natural fiber composites, comparison of wood fiber and cotton fiber*, Polym. Testing, 27, 801-806 **2008**.
- [31] K. ANBUKARASI, S. KALAISELVAM, *Study of effect of fibre volume and dimension on mechanical, thermal, and water absorption behaviour of luffa reinforced epoxy composites*, Materials and Design, 66 321–330, **2015**.
- [32] S, K. MAJHI, S, K. NAYAK, S. MOHANTY, L.UNNIKRISHNAN, *Mechanical and fracture behavior of banana fiber reinforced Polylactic acid biocomposites*, Int J Plast Technol 14, S57–S75, **2010**.
- [33] MD, N. ISLAM, MD, R. RAHMAN, MD, M. HAQUE, MD, M. HUQUE *Physico-mechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites*, Composites: Part A 41, 192-198, **2010**.
- [34] F, Z. ARRAKHIZ, M. EL ACHABY, A, C. KAKOU, S. VAUDREUIL, K. BENMOUSSA, R. BOUHFID, O. FASSI-FEHRI et A. QAISS, *Mechanical properties of high density polyethylene reinforced with chemically modified coir fibers: Impact of chemical treatments*, Materials and Design, 37, 379–383, **2012**.

- [35] R. BODÎRLĂU, I. SPIRIDONET C, A. TEACĂ, *Influence of components ratio upon mechanical properties of wood/thermoplastic polymer composites*, Cellulose Chemistry and Technology, 43, 205-209, **2009**.
- [36] H, M, M, A. RASHED, M, A. ISLAM, F. B. RIZVI, *Effects of process parameters on tensile strength, of jute fiber reinforced thermoplastic composites*, Journal of Naval Architecture and Marine Engineering, 3: 1-6, **2006**.
- [37] NM. STARK, R. E. ROWLANDS, *Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites*, Wood and fiber science, 35, 167-174, **2003**.
- [38] J, E.CRESPO, R.BALART, L.SANCHEZ, J.LOPEZ, *Mechanical behaviour of vinyl plastisols with cellulosique fillers, Analysis of the interface between particules and matrices*, Int J Adhesion & Adhesives, 27,422-428, **2007**.
- [39] MINGZHU PAN, S. Y. ZHANG, and DINGGUO ZHOU, *Preparation and Properties of Wheat Straw Fiber-polypropylene Composites*, journal of composites marerial, 44, 1065, **2010**.
- [40] M, E. BOURAHLI, *Caractérisation d'un composite verre / époxy*, Thèse de Doctorat, Présentée à l'Institut d'optique et Mécanique de Précision, **2014**.
- [41] L, F.SILVIA, S, L.MILENA, G, V, C. ALBERTO, R, S.RICARDO, R.EDUARDO, *morphological, and mechanical analysis of rice husk/post-consumer polyethylene composites*, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 41, 154–160, **2010**.
- [42] H, D.ROZMAN, Y, S.YEO, G,S.TAY, A.ABUBAKAR, *The mechanical and physical properties of polyurethane composites based on rice husk and polyethylene glycol*, Polymer Testing, 22, 617–23, **2003**.
- [43] N.PETCHWATTANA, S.COVAVISARUCH, *Effects of Rice Hull Particle Size and Content on the Mechanical Properties and Visual Appearance of Wood Plastic Composites Prepared from Poly(vinyl chloride)*, Journal of Bionic Engineering 10,110–117, **2013**.
- [44] P, J.HERRERA FRANCO, A.VALADEZ GONZALEZ, *Mechanical properties of continuous natural fibre-reinforced polymer composites*, Composites Part A 35 339–345, **2004**.
- [45] D.SEDAN, *Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composites*, Thèse doctorat de l'université de limoges, France, **2007**.
- [46] J. SAHARI, S, M. SAPUAN, E, S. ZAINUDIN, M, A. MALEQUE, *Mechanical and thermal properties of environmentally friendly composites derived from sugar palm tree*, Materials and Design, 49, 285–289, **2013**.

- [47] A.GHAZANFARI, S.EMAMI, S.PANIGRAHI and L.TABIL, *Thermal and mechanical properties of blends and composites from HDPE and date pits particles*, Journal of composite materials, 42(1), 77-89, **2008**.
- [48] N.BISHT, P, C.GOPE, *Mechanical properties of rice husk flour reinforced epoxy bio-composite*, Int Journal of Engineering Research and Applications, 5, 123-128, **2015**
- [49] M.SADDEM, *étude des effets de la variabilité de la fibre et de la matrice sur les propriétés des composites bois polymère*, thèse de doctorat, Université du Québec Canada, **2017**
- [50] M. ROKBI, H. OSMANI, *L'effet des traitements de surface des fibres sur les propriétés mécaniques de composites Polyester-fibres Alfa*, thèse de doctorat, Université de Besançon France **2011**.
- [51] S, M.JAMIL, I.AHMAD, I.ABDULLAH, *Effect of rice husk filler on the mechanical and thermal properties of natural rubber compatibilized high density polyethylene/natural rubber blends*, J. Polym, 13, 315-321, **2006**.
- [52] B. DAIRI, H. DJIDJELLI, A. BOUKERROU, *Study and Characterization of Composites Materials Based on Poly(Vinyl Chloride) Loaded with Wood Flour*, Journal of Materials Science and Engineering A, 3, 110-116, **2013**.
- [53] K.G. SATYANARAYANA, G.C. ARIZAGA, F. WYPYCH, *Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—An overview*, Journal of Progress in Polymer Science, 34, 982–1021, **2009**.
- [54] M. CHIK HI, B. AGOUDJIL, A. BOUDENNE, and A. GHERABLI, *Experimental investigation of new biocomposite with low cost for thermal insulation*, Journal of Energy and Buildings, 66, 267-273, **2013**.
- [55] A. ASHORI, S. SHESHMANI, *Hybrid composites made from recycled materials: Moisture absorption and thickness swelling behavior*, Journal of Bioresource Technology, 101, 4717-4720, **2010**.
- [56] H. ALAMRIET I. M. LOW, *Mechanical properties and water absorption behaviour of recycled cellulose fibre reinforced epoxy composites*, Journal of Polymer Testing, 31, 620–628, **2012**.
- [57] A. R. KAKROODI, Y. KAZEMIET D. RODRIGUE, *Mechanical, rheological, morphological and water absorption properties of maleated polyethylene/hemp composites: Effect of ground tire rubber addition*, Composites Part B: Engineering, 51, 337–344, **2013**.
- [58] S. NEKKA, M. GUESSOUMET, N. HADDAOUI, *Water absorption behavior and impact properties of spartiumjunceum fiber composites*, International Journal of Polymeric Materials, 58, 468–481, **2009**.

- [59] MD. M. HAQUE, MD. N. ISLAM, MD. M. HUQUE, M. HASANET MD. S. ISLAM, *Coir fiber reinforced polypropylene composites: physical and mechanical properties*, *Advanced Composite Materials*, 19, 91–106, **2010**.
- [60] N.HAMOUR, *Etude de l'introduction des fibres d'alfa de tailles differentes dans une matrice polychlorure de vinyle en vue d'ameliorer ses proprietes physico- mecanique*, Mémoire de magister, Université de Béjaia, **2010**.
- [61] S. BOUFI, M.ABDELMOULEH, M.N.BELGACEM, A.DUFRESNE, *Journal of Composite Science and Technology*, 67, 1627-1639, **2007**.
- [62] A.DUFERSNE, D.PASQUINI, E, D, M.TEIXEIRA, A, A, D, S.CURVELO, M.NACEUR, *Journal of Composite Science and Technology*, 68, 193-201, **2008**.
- [63] A.RAHMOUNE, *Effect of treatment with soda and dimethoxydimethylsilane on water absorption and thermal stability of olive pomace flour and date stone*, 6 (9), 2655-2664, **2015**
- [64] I.TAHA, L.STEUERNAGEL, G.ZIEGMANN, *Optimization of the alkali treatment process of date palm fibres for polymeric composites*, *Journal of Composite Interfaces*, 14, 669-684, **2007**.
- [65] T, G.POTT, T.FREDERICK, WALLEBERGER and E, NORMAN, WESTON, *Natural fibers, plastics and composites*, Chapitre 8, Kluwer Academic Publishers, **2004**.
- [66] K. CHARLET, C. MORVAN, J. BREARD, J.P. JERNOT, M. GOMINA, *Etude morphologique d'un composite naturel, la fibre de lin*, *Revue des Composites et Matériaux Avancés*, 3, 309-344, **2006**.
- [67] A. KABOORANI, *Characterizing water sorption and diffusion properties of wood/plastic composites as a function of formulation design*, *Construction and Building Materials*, 136, 164–172, **2017**.
- [68] C. NGAOWTHONG, V. RUNGSARDTHONG, S. SIENGCHIN, *Polypropylene/hemp woody core fiber composites: Morphology, mechanical, thermal properties, and water absorption behaviors*, *Advances in Mechanical Engineering*, 8, 1–10, **2016**.
- [69] H.DJIDJELI, D.BENACHOUR, A. BOUKERROU, O.ZEFOUNI, J.MARTINEZ-VEGA, J. FARENC, M.KACI, *Thermal, dielectric and mechanical study of poly(vinyl chloride)/olive pomace composite*, *Express polymer letters*, 846-852, **2007**.
- [70] D.HAMMICHE, A.BOUKERROU, H.DJIDJELI, Y, M.CORRE, Y.GROHENS, I.PILLIN, *Hydrothermal ageing of alfa fiber reinforced polyvinylchloride Composites*, *Construction and Building Materials*, 47, 293–300, **2013**.
- [71] N, T.HUU, S.OGIHARA, S.KOBAYASHI, *Mechanical and Thermal Properties of Coir Fiber-Reinforced Poly (Lactic Acid) Biodegradable Composites*, *Advanced Composite Materials*, 21, 103–122, **2012**.

- [72] C.ALBANO, J.GONZALEZ, M.ICHAZO, D.KAISER, *Thermal stability of blends of polyolefins and sisal fiber* *Polymer Degradation and Stability*, 66, 179-190, 1999.

# CONCLUSION GENERALE

## CONCLUSION GENERALE

Ce travail constitue une contribution à la recherche des solutions pour remédier au manque de compatibilité entre les renforts naturels et les matrices polymères. Cette étude regroupe un certain nombre d'aspects sur la préparation des matériaux consacrée à la valorisation des déchets de fibres de palmier dattier comme renfort dans la fabrication des matériaux composites à matrice polychlorure de vinyle.

Les résultats de caractérisation des fibres de palmier obtenus indiquent des propriétés qui caractérisent les fibres de palmier dattier peut avoir des intérêts économiques et scientifiques. La composition chimique a montré que les fibres de palmier sont très riches en cellulose à la moyenne de 39%, avec une faible densité de l'ordre de  $0,8 \text{ g/cm}^3$ .

Les résultats donnés par l'analyse IRTF montre le changement structural des fibres après le traitement alcalin présenté par la réduction de l'intensité de la bande qui se situe vers  $3419 \text{ cm}^{-1}$  correspondant aux groupements hydroxyles  $-\text{OH}$ . Ainsi la disparition de la bande à  $1734 \text{ cm}^{-1}$  est associée à la vibration d'élongation des groupements carbonyles  $\text{C}=\text{O}$  à cause de la solubilisation de lignine et de l'hémicellulose.

Les résultats du MEB des différents échantillons analysés indiquent clairement que les composites PVC/FT présentent une meilleure adhésion interfaciale par rapport aux composites PVC/FNT.

L'étude des propriétés mécaniques de la traction de nos composites a montré que la contrainte à la rupture, l'allongement et le module d'Young diminuent avec l'augmentation de la taille des fibres. Par ailleurs, une certaine amélioration des propriétés mécaniques des composites après la modification chimique des fibres a été observée, ceci confirme une amélioration de l'adhésion entre la matrice polymérique et les fibres FP.

Les résultats des essais de flexion montrent une amélioration de la contrainte à la flexion des composites PVC/FT par rapport aux composites PVC/FNT, cela due par la capacité de transfert de force plus élevée à l'interface des composites. L'augmentation du module de flexion est parallèlement avec l'accroissement de la taille et le traitement des fibres.

## CONCLUSION GENERALE

Le comportement physique des composites montre que l'incorporation des fibres de palmier dans la matrice PVC est accompagnée d'une augmentation significative de la dureté shore A des composites comparé au PVC vierge.

Les résultats obtenus du taux d'absorption d'eau, le coefficient de diffusion et l'épaisseur de gonflement dépend du temps, la taille et le traitement des fibres dans le matériau composite. Plus la taille des fibres traitées et non traitées est élevée, plus le taux d'absorption devient plus important.

L'analyse de la stabilité thermique des composites montre que l'incorporation de la fibre de palmier non traitée dans la matrice PVC augmente la température de début de décomposition en fonction de la taille. En revanche, on enregistre une augmentation dans la température de début de décomposition pour les composites traitées par le soude comparé aux composites non traitées.

## Résumé

Les composites à base de fibres végétales se trouvent de plus en plus dans des applications industrielles et leurs utilisations augmentent de jour en jour. Les principales raisons sont la disponibilité d'un grand éventail de fibres végétales, le respect de l'environnement et la recyclabilité quand ils sont combinés avec des polymères adéquats.

Dans ce contexte, ce travail s'intéresse dans un premier temps à la valorisation des déchets lignocellulosiques, un intérêt particulier a été porté au fibre de palmier dattier, comme charge dans la fabrication des matériaux composites à matrice poly (chlorure de vinyle) avec un taux de charge de 25 % et avec différentes tailles. Nous nous sommes intéressés particulièrement de résoudre le problème de l'incompatibilité de l'interface fibre /matrice en effectuant un traitement par mercerisation (NaOH).

La mise en évidence de la modification a été examinée par l'analyse IRTF, MEB, De même, à l'impact de traitement chimique et la taille de la charge incorporée sur les propriétés physico-chimiques, mécaniques, morphologique et thermique des composites ont été aussi de même étudiés.

**Mots Clés :** Fibres de Palmier Dattier, polychlorure de vinyle, mercerisation, matériaux composites.

---

---

## Abstract

Composites based plant fibers be find more and more in industrial applications and their uses are increasing day by day. The main reasons are the wide range availability of plant fibers, echo-friendly and recyclability when they are combined with suitable polymers.

In this context, this study is initially interested on the valorization of lignocellulosic wastes; particular attention was paid to Date Palm, as filler in the manufacture of composite materials with poly (vinyl chloride) matrix with a loading rate of 25% and different sizes. We focused particularly on resolving the problem of interfacial adhesion of fiber / matrix, with mercerization treatment (NaOH).

The effect of the modification was examined by the FTIR, SEM analysis, the impact of the treatment and the size of the filler on the physicochemical, mechanical, morphological and thermal properties of the composites was also studied.

**Key words:** plant fibers, Date Palm, poly vinyl of chloride, mercerization, composite materials.

---

---

## المخلص

تمثل دراسة المواد المركبة المعززة بألياف نباتية أهمية كبيرة لدى الباحثين والصناعيين واستعمالاتها تتزايد من يوم لأخر في جميع المجالات وذلك لأسباب بيئية واقتصادية ولكثرة تواجدها وتجدها كل سنة مع قابلية تحللها.

وفي هذا السياق تهدف هذه الدراسة إلى تسليط الضوء على استغلال النفايات السلولوزية، اهتمام خاص لألياف النخيل كمادة داعمة في صناعة المواد المركبة ذات مصفوفة البولي كلوريد فينيل بمعدل تحميل 25٪ وبأحجام مختلفة للألياف وقد ركزنا بشكل خاص على حل مشكلة عدم التوافق السطحي بين ألياف / مصفوفة باستعمال نوع من المعالجة الكيميائية هي المعالجة القلوية (NaOH) للألياف.

التغييرات التي حدثت بعد المعالجة تم تحليلها بواسطة تقنيات مختلفة مثل : الأشعة تحت حمراء FTIR، المجهر الإلكتروني الماسح MEB كما تأثير المعالجة الكيميائية و حجم الألياف المضافة على الخصائص الفيزيوكيميائية، الميكانيكية، المورفولوجية، و الحرارية للمركبات تمت دراستها أيضا.

**الكلمات الأساسية :** ألياف نباتية، ألياف النخيل، البولي كلوريد فينيل، المعالجة القلوية، المواد المركبة.