



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 :
GHADBANE Karima et SAREG Arafat
Le : septembre 2020

Effet des traitements de surface des fibres de palmier sur les propriétés des biocomposites à base de polypropylène

Jury :

DJOUDI Lynda	MCB	Université Mohamed Khider- Biskra	Présidente
BOUSSEHEL Hamida	MCB	Université Mohamed Khider- Biskra	Rapportrice
BOUKRAA Aissam	MCB	Université Mohamed Khider- Biskra	Examineur

Année universitaire : 2019 - 2020

REMERCIEMENTS

Nous remercions 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 prodigués, 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 à Dr BOUKRAA Aissam qui nous a fait l'honneur d'examiner notre travail, leur regards critiques ne sauront que rehausser le niveau de notre savoir faire.

Nous exprimons nos sincères gratitudes et remerciements 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 l'élaboration et la caractérisation de nos composites élaborées.

Nous exprimons bien entendu nos remerciements les plus sincères 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 l'entreprise, ENICAB.

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.



Dédicaces

Ce modeste travail est dédié à :
A ceux qui ont beaucoup sacrifié de leur temps pour mon bonheur et ma réussite Aux êtres les plus chers et les plus proches au monde et qui symbolisent le courage et la tendresse, mes très chers parents, qui m'ont toujours aidée et encouragée.

A Ma grand-mère de m'avoir fourni les feuilles
A mes chers frères Oussama et Diya que Dieu les gardes.
A ma chère princesse Aya.

A toute ma famille : Fatima, Radja .Marwa. Safa .Mozdalifa et Ritaj

A Aux maris et aux enfants de mes sœurs

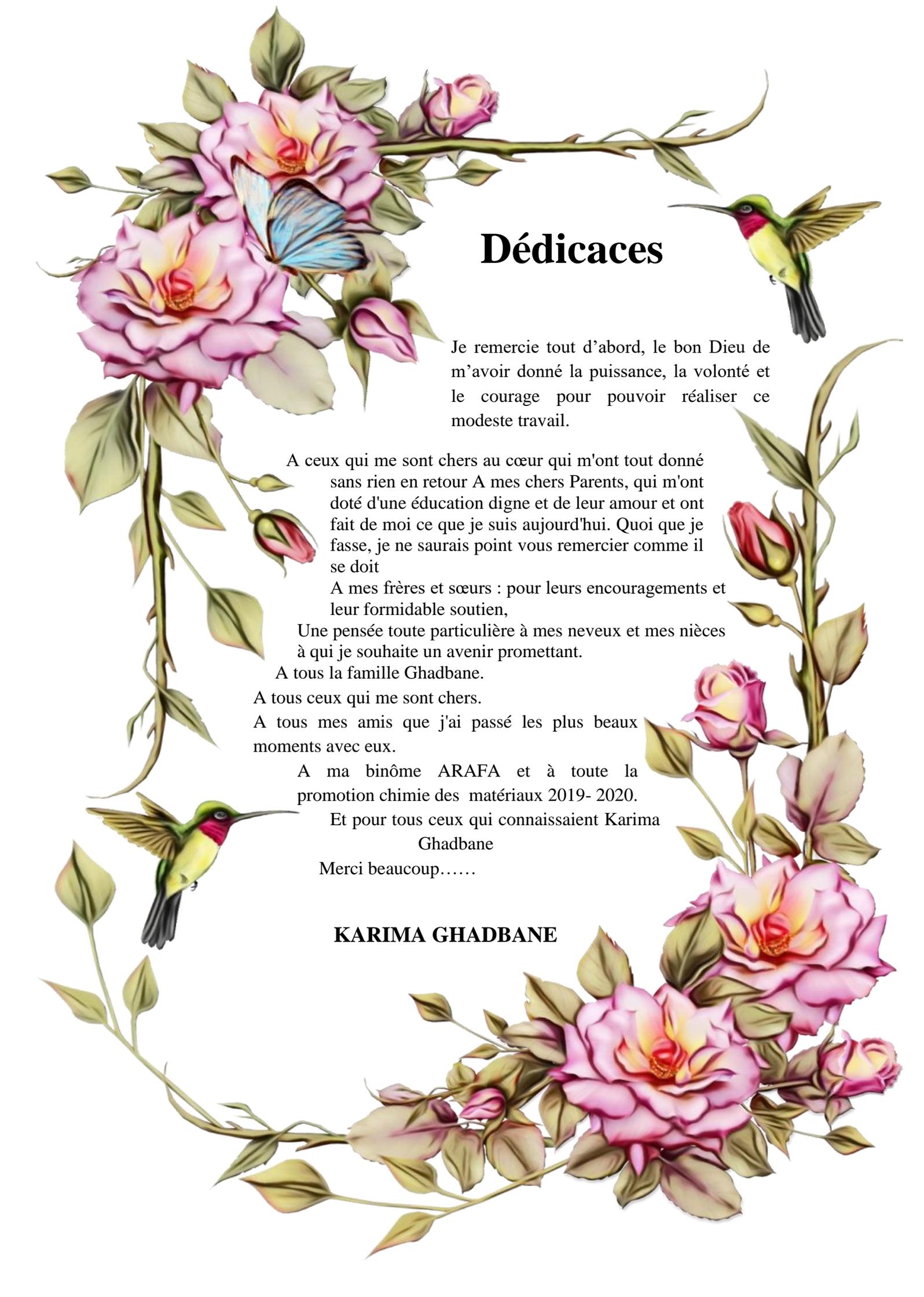
Ma grande reconnaissance s'adresse naturellement aussi à mon futur mari hicham, pour ses encouragements et son soutien.

A toute mes copines : Iman, Khaoula, Djoumana , Roumisa, Khadija , Soundes . Rania . Issra .

A ma binôme Karima et a toute la promotion chimie des matériaux 2019- 2020.

A toutes les personnes pour lesquelles j'ai une place dans leur cœur.

ARAFAT SAREG



Dédicaces

Je remercie tout d'abord, le bon Dieu de m'avoir donné la puissance, la volonté et le courage pour pouvoir réaliser ce modeste travail.

A ceux qui me sont chers au cœur qui m'ont tout donné sans rien en retour A mes chers Parents, qui m'ont doté d'une éducation digne et de leur amour et ont fait de moi ce que je suis aujourd'hui. Quoique je fasse, je ne saurais point vous remercier comme il se doit

A mes frères et sœurs : pour leurs encouragements et leur formidable soutien,

Une pensée toute particulière à mes neveux et mes nièces à qui je souhaite un avenir promettant.

A tous la famille Ghadbane.

A tous ceux qui me sont chers.

A tous mes amis que j'ai passé les plus beaux moments avec eux.

A ma binôme ARAFA et à toute la promotion chimie des matériaux 2019- 2020.

Et pour tous ceux qui connaissent Karima Ghadbane

Merci beaucoup.....

KARIMA GHADBANE

Sommaire

Liste des figures.....	
Liste des schémas.....	
Liste des tableaux.....	
Liste des abréviations.....	
INTRODUCTION GENERALE	
Introduction générale	1
Référence	3
CHAPITRE I : GENERALITES ET SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	
I.1. GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES.....	5
I.1.1 Définition.....	5
I.1.2 Matrice	6
I.1.2.1.Les thermoplastiques	7
I.1.2.2 Les thermodurcissables	7
I.1.3 Les charges /Renforts.....	7
I.1.4. Additifs	8
I.1.5 Classification des matériaux bio-composites.....	8
I.1.6 Avantages et inconvénients des matériaux composites.....	9
I.2. POLYPROPYLENE SYNTHESE PROPRIETES ET APPLICATIONS.....	9
I.2.1.Définition.....	9
I.2.2.Synthèse du polypropylène.....	10
I.2.2.1. Polypropylène isotactique.....	11
I.2.2.2. Polypropylène syndiotactique (sPP)	11
I.2.2.3. Polypropylène atactique.....	11
I.2.3. Propriétés du polypropylène.....	12
I.2.3.1. Propriétés thermiques.....	12

I.2.3.2. Propriétés mécaniques	12
I.2.4. Additifs / Les charges et Les renforts.....	12
I.2.5. Les avantages de polypropylène.....	13
I.2.6 Domaines d'application du Polypropylène	13
I.3. GENERALITE SUR LES FIBRES VEGETALES	14
.....	
I.3.1 Définition de la fibre végétale.....	14
I.3.2. Classification des fibres végétales.....	14
I.3.3 Morphologie de la fibre végétale	15
I.3.4. Structure et composition chimique des charges végétales	15
I.3.4.1. Cellulose	15
I.3.4.2. Les hémicelluloses	16
I.3.4.c. Les lignines.....	17
I.3.5. Propriétés physico-mécanique des fibres végétales	18
I.3.6. Principaux avantages et inconvénients des matériaux composites à charges végétales	18
I.3.7 Fibre de palmier dattier	19
I.3.7.a Palme	19
I.3.7.b. Les Folioles où feuillet.....	20
I.3.7.c. Propriétés des fibres palmier dattier.....	21
I.4. INTERFACE D'UN MATERIAUX COMPOSITE : NOTION D'ADHESION	23
I.4.1. Interface fibres végétales / polymères thermoplastiques	23
I.4.2. Modification des fibres végétales.....	23
I.4.2.1. Les méthodes physiques de modification de la surface.....	24
I.4.2.2. Les méthodes chimiques de modification de la surface.....	24
I.4.2.2.a. Traitement à l'hydroxyde de sodium	24
I.4.2.2.b. Imprégnation des fibres.....	25
I.4.2.2.c. couplage chimique	25
I.4.2.2.d. Traitement avec les acides acryliques et méthacrylates	26
Références	27

CHAPITRE II : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET CARACTERISATION

II.1. MATERIAUX	32
II.1.1. Le polypropylène	32
II.1.2. L'hydroxyde de sodium.....	33
II.1.3. L'acide chlorhydrique.....	33
II.1.4. Acide méthacrylique	33
II.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES	34
II.2.1. Préparation de fibre de palmier.....	34
II.2.2. Traitement chimiques des fibres de palmier dattier par mercerisation (la soude caustique)	35
II.2.3. Modification chimique des fibres de palmier par l'acide méthacrylique	35
II.3. ELABORATION DES COMPOSITES PP/ FIBRES DE PALMIER	36
II.3.1. Préparation des mélanges.....	36
II.3.2. Extrusion monovis.....	36
II.3.3. Moulage des composites.....	37
II.3. TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS	38
II.3.1. Analyse spectrale par IRTF.....	38
II.3.2. Tests mécaniques de traction.....	39
 CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS	
III.1. CARACTERISATION DES FIBRES DE PALMIER DATTIER	41
III.1.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR.....	41
III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITES ELABORES	43
III.2.1. Essai de traction.....	43
Références	45
 CONCLUSION GENERALE	
Conclusion générale	47

Liste des Figures

- Figure I.1** Structure d'un matériau composite [2]
- Figure I.2** Principe d'un matériau composite [3].
- Figure I.3** Types de renforts.
- Figure I.4** La formule chimique de polypropylène
- Figure I.5** principe de la polymérisation Ziegler Natta [15].
- Figure I.6** schéma de la configuration isotactique du PP [17]
- Figure I.7** schéma de la configuration syndiotactique du PP [17].
- Figure I.8** schéma de la configuration atactique du PP [17]
- Figure I.9** Structure schématique d'une fibre végétale [25].
- Figure I.10** Représentation de l'unité monomère de la cellulose répétée n fois [26].
- Figure I.11** Principaux constituants des hémicelluloses [28].
- Figure I-12** Exemple générique de la molécule de la lignine [29].
- Figure I-13** Les trois alcools constitutifs des lignines : (1) l'alcool coumarylique ; (2) l'alcool coniférylique ; (3) l'alcool sinapylique [23].
- Figure.I.14** Composition d'une palme [36]
- Figure I.15** les folioles.
- Figure I.16** Micrographie d'une fibre de palmier dattier ; Coupe transversal et vue tangentielle d'une fibre de palmier dattier au MEB [39].
- Figure I.17** Traitement des fibres par une solution de soude [49].
- Figure I.18** montre la modification chimique des fibres cellulosiques par l'acide acrylique [53].
- Figure II.1** la poudre de polypropylène
- Figure II.2** (A) Fibre de palmier avant découpage, (B) fibres découpées, (C) fibre après broyage
- Figure II.3** Traitement des fibres de palmier par mercerisation
- Figure II.4** Fibres de palmier après le traitement de dichromate de potassium
- Figure II.5** Extrudeuse de type PolyLab OC

Liste des Schémas

Schéma III.1 Mécanisme réactionnel entre les fibres de palmier et l'acide méthacrylique

Liste des Tableaux

- Tableau I.1** Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts dans les matrices polymères [31].
- Tableau II.1** Caractéristique de Polypropylène.
- Tableau II.2** Caractéristiques de l'hydroxyde de sodium.
- Tableau II.3** Les caractéristiques de l'HCl.
- Tableau II.4** Caractéristiques d'acide méthacrylique
- Tableau II.5** Composition des différentes formulations

Liste des abréviations

PP	Polypropylène
PE	Polyéthylène
PS	Polystyrène
PVC	Poly (chlorure de vinyle)
CMO	Composites à matrices organiques
CMC	Composites à matrices céramiques
CMM	Composites à matrices métalliques
TD	Polymères thermodurcissables
TP	Polymères thermoplastiques
WPC	Composite polymère/ fibres de bois
PP/FNT	Composite de polypropylène renforcé par les fibres non traitées
PP/FTAc	Composite de polypropylène renforcé par les fibres traitées par l'acide méthacrylique
IRTF	Spectrophotomètre infrarouge à transformée de fourrier

***INTRODUCTION
GENERALE***

INTRODUCTION GENERALE

Le monde a connu une véritable révolution dans la fabrication des matériaux polymères et leur utilisation à grande échelle dans tous les aspects de la vie. L'un des résultats négatifs de cette révolution mondiale dans l'industrie du plastique a été l'accumulation de millions de tonnes de déchets. En l'an 2015, le monde a assisté à la production de plus de 8300 Mt de résines et de fibres. Il en est résulté environ 6300 Mt de déchets, de sorte que ces déchets industriels se sont accumulés et ont commencé à menacer la santé humaine et tous les éléments de l'environnement [1]. En conséquence, nous avons dû accorder une grande attention aux matériaux renouvelables et respectueux de l'environnement tels que les composés polymères lignocellulociques pour remplacer les composés synthétiques [2].

La performance des composites renforcés de fibres naturelles est déterminée par les propriétés de la matrice et du facteur de renforcement, ainsi que par la qualité de l'adhésion. La présence de groupes hydroxyles dans les fibres naturelles les rend hydrophiles. Cela conduit à l'incompatibilité interfaciale des fibres avec la matrice polymère hydrophobe en raison de l'absorption d'une forte humidité dans les fibres [3]. La plupart des recherches disponibles sur les polymères renforcés de fibres naturelles se concentrent sur l'amélioration de l'adhésion entre les surfaces par le traitement de la surface des fibres ou l'ajout d'agents de couplage comme les traitements au silane, le traitement de mercerisation, la copolymérisation par greffage, le traitement au peroxyde et la benzoilation pour réduire ou éliminer ce défaut [4, 5].

Le palmier dattier appartient à la famille des Arecaceae. C'est l'une des plus importantes cultures agricoles cultivées dans des environnements désertiques difficiles [6]. Il est disponible dans les régions arides et semi-arides du monde, comme en Algérie [7]. Un effort important a été fait pour étudier l'utilisation des fibres de palmier-dattier comme renfort dans des composés thermoplastiques tels que le polyéthylène (PE) [8], le polypropylène (PP) [9] et le poly (chlorure de vinyle) (PVC) [10]. Les basses températures de traitement (130 - 220°C) qui empêchent la dégradation de la cellulose contribuent au choix de ces plastiques [11].

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

Le premier chapitre sera consacré à une synthèse bibliographique sur les matériaux composites à base d'une matrice polymérique renforcée par les fibres végétales. Nous intéressons plus particulièrement à l'amélioration des techniques de compatibilité entre la fibre et la matrice.

Dans le deuxième chapitre nous présenterons les matériaux utilisés, les protocoles expérimentaux et les procédés de mise en œuvre pour l'élaboration des composites PP/fibres de palmier. Ainsi que la présentation des différentes techniques d'analyse.

Le dernier chapitre sera consacré à la discussion des résultats obtenus à partir des différents tests effectués sur l'élaboration et la caractérisation des composites PP/ fibres de palmier traitées et non traitée.

Enfin, une conclusion générale permet de résumer les résultats des travaux présentés.

Références

- [1] Asim M, Jawaid M, Anish K, Asiri MA, Maqsood AM. Effects of Date Palm fibres loading on mechanical, and thermal properties of Date Palm reinforced phenolic composites. *JMaterResTechnol* 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.01.099>
- [2] Ekundayo G, Adejuyigbe S. Reviewing the Development of Natural Fiber Polymer Composite: A Case Study of Sisal and Jute. *American Journal of Mechanical and Materials Engineering* 2019; 3(1): 1-10.
- [3] Kabir MM, Wang H, Lau KT, Cardona F. Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview. *Composites: Part B* 2012; 43(7): 2883-2892.
- [4] Balan AK, Parambil SM, Vakyath S, Velayudhan JT, Naduparambath S, Etathil P. Coconut shell powder reinforced thermoplastic polyurethane/natural rubber blend-composites: effect of silane coupling agents on the mechanical and thermal properties of the composites. *Journal of Materials Science* 2017; 52(11): 6712-6725.
- [5] Miah MJ, Ahmed F, Hossain A, Khan AH. Study on Mechanical and Dielectric Properties of Jute Fiber Reinforced Low-Density Polyethylene (LDPE) Composites. *Polymer-Plastics Technology and Engineering* 2005; 44(8-9): 1443-1456.
- [6] Dhakal H, Bourmaud A, Berzin F, Almansour F, Zhang Z, Shah DU, Beaugrand J. Mechanical properties of leaf sheath date palm fibre waste biomass reinforced polycaprolactone (PCL) biocomposites. *Industrial Crops and Products* 2018; 126(15): 394-402.
- [7] Ghori W, Saba N, Jawaid M, Asim M. A review on date palm (*Phoenix dactylifera*) fibers and its polymer composites. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, IOP Publishing 2018; 368: 012009.
- [8] Alsewailem FD, Binkhder YA. Effect of Coupling Agent on the Properties of Polymer/Date Pits Composites. *Journal of Composites* 2014; 7.
- [9] Khanam PN, AlMaadeed MA. Improvement of ternary recycled polymer blend reinforced with date palm fibre. *Materials and Design* 2014; 60, 532-539.
- [10] Binhussain MA, El-Tonsy MM. Palm leave and plastic waste wood composite for outdoor structures. *Construction and Building Materials* 2013; 47, 1431-1435.
- [11] Afrifah KA, Hickok RA, Matuana LM. Polybutene as a matrix for wood plastic composites. *Composites Science and Technology* 2010; 70(1): 167-172.

CHPITRE I

***GENERALITES ET
SYNTHESE
BIBLIGRAPHIQUE***

CHAPITRE I

GENERALITES ET SYNTHESE

BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Généralités sur les matériaux composites

I.1.1 Définition

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux nommés renfort et matrice, où l'assemblage final ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres, elle permet également de transmettre les sollicitations auxquelles sont soumises les pièces. Les matériaux ainsi obtenus sont très hétérogènes et anisotropes [1]. Les propriétés des matériaux composites dépendent.

- Des propriétés des matériaux constitutifs.
- De distribution géométrique des fibres.
- De l'interaction fibre-matrice.

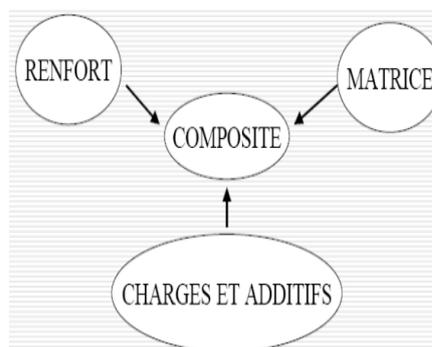


Figure I.1 : Structure d'un matériau composite [2]

Enfin, depuis peu, on trouve une nouvelle classe de matériaux que l'on nomme "biocomposites". Il existe d'autres appellations proches comme "éco-composites" et "agrocomposites" qui s'inscrivent également pleinement dans les concepts émergents de chimie verte et de chimie durable.

Les bio-composites (composites biodégradables) sont une catégorie particulière de matériaux composites. Ils comprenant une ou plusieurs phases d'origine biologique. En termes de renforcement, cela inclut des fibres végétales telles que le coton, le lin, alfa, sisal, cellulose et autres, puisqu'elles sont produites à partir d'une ressource renouvelables. Les matrices utilisées pourraient être des polymères issus de ressources renouvelables comme l'amidon [3].

Fluctuations du prix du baril de pétrole le remplacement de composites fabriqués à partir de matières premières pétrochimiques par des bio-composites devrait donc être favorisé [4]. D'une manière générale, les propriétés d'un polymère seul sont insuffisantes pour conférer à l'objet que l'on veut fabriquer toutes les propriétés souhaitées en terme de rigidité, résistance mécanique, légèreté ou autre propriété physico-chimique, électrique, optique... C'est pourquoi on s'oriente de plus en plus vers les matériaux composites.

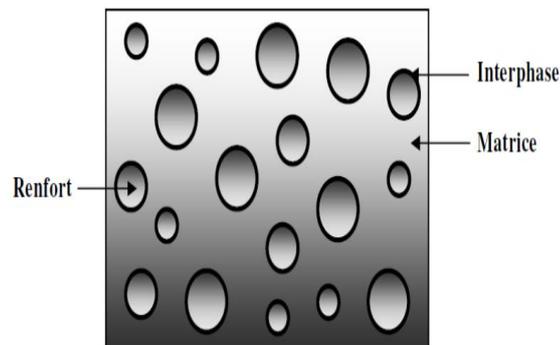


Figure I.2 : Principe d'un matériau composite [3].

I.1.2 Matrice

Dans un matériau composite, le terme matrice désigne la matière solide qui entoure les renforts pour former une masse compacte. Le premier rôle de la matrice est de maintenir les renforts dans une forme compacte et de donner la forme voulue au produit final. Elle sert également à protéger les fibres contre l'abrasion et un environnement agressif, contrôler le fini de surface et assurer le transfert de charges entre les fibres. Le solide formant la matrice peut être d'origine métallique, céramique ou polymère [5]. La matrice a pour rôle de :

- Lier les fibres de renforts.
- Répartir les contraintes.
- Apporter la tenue chimique de la structure.
- Donner la forme désirée au produit final.

IL existe plusieurs types de résines classées en deux grandes familles les thermoplastiques et thermodurcissables avec des caractéristiques déférentes :

I.1.2.1. 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. Ces macromolécules sont formées à partir de monomères de fonctionnalité moyenne voisine de 2. Leur recyclabilité et leur thermo réversibilité constituent des avantages très importants. Il existe aussi des thermoplastiques à usage spécifique qui peuvent résister à des températures de l'ordre de 200°C voire plus [6]. Les matrices les plus courantes sont : le poly (chlorure de vinyle) PVC, le polyéthylène PE, le polypropylène PP, le polystyrène PS.

I.1.2.1 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. On distingue principalement les polyesters insaturés, les résines époxydes, et d'autres résines telles les phénoliques, les aminoplastes, les furaniques, etc. Ces polymères se présentent toujours sous forme amorphe [6].

I.1.3 Les charges /Renforts

On désigne sous le nom général de charge toute substance inerte, minérale ou organique qui, ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques, d'améliorer l'aspect de surface ou bien, simplement, de réduire le prix de revient du matériau transformé [7].

Le renfort est le squelette supportant les efforts mécaniques, il contribue à améliorer la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites. Il se présente sous forme filamentaire (organique ou inorganique comme les fibres de verre, carbone, aramide et les fibres naturelles (lin, sisal, ramie, jute, chanvre, abaca et grignon d'olive) [8].

La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la Figure I.3.

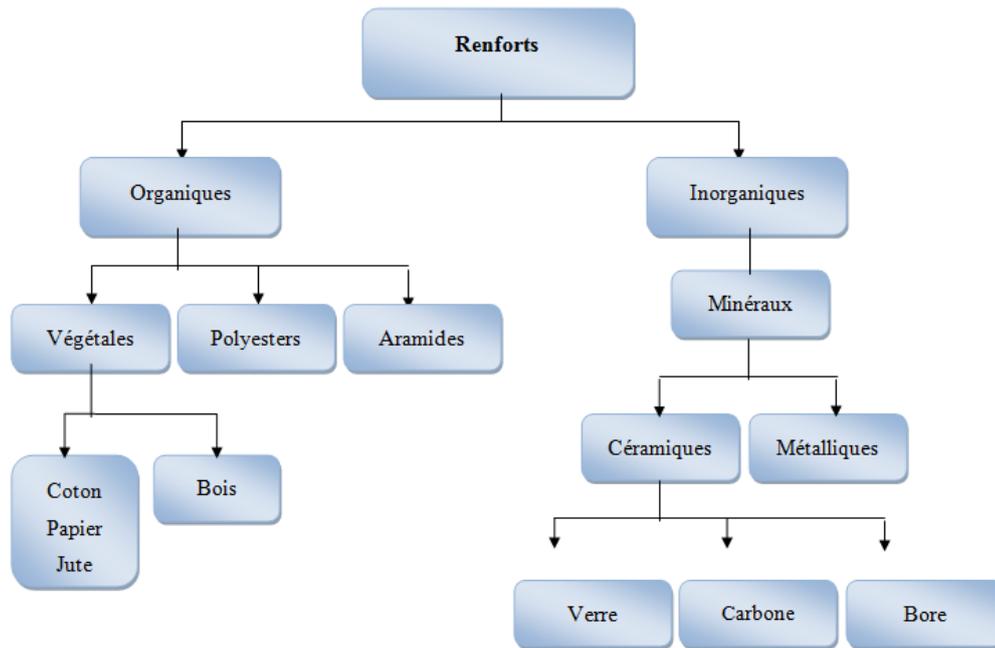


Figure I.3: Types de renforts.

I.1.4. Additifs

Les additifs sont des matières qui, ajoutées à un polymère, modifient ses propriétés ou ses caractéristiques [5]. Il existe une grande variété d'additifs pour une multitude de fonctions : développer ou étendre les propriétés des thermoplastiques, améliorer leur transformation, modifier leur aspect ou augmenter leur résistance à l'environnement extérieur. Cette action sur les caractéristiques et les propriétés des emballages thermoplastiques s'opère de plusieurs manières : ils peuvent apporter une protection contre les rayons ultraviolets et l'oxygène pour étendre la durée de vie du produit ; ils peuvent aussi faciliter le processus de fabrication du polymère et améliorer l'apparence de l'emballage et par extension l'attractivité du produit. Deux principales classes d'additifs sont à prendre en compte : les stabilisants et les adjuvants technologiques [9].

I.1.5 Classification des matériaux bio-composites

La classification des matériaux composites se fait selon la forme et la nature des constituants de ces matériaux [10].

Suivant la forme des constituants, les composites sont classés en deux classes :

- **Composites à fibres** : Un matériau composite à fibre est un matériau renforcé de fibres (longues, courtes ou coupées) ; l'orientation et l'arrangement de ces fibres permettent de

modéliser les propriétés mécaniques de ce composite, ces dernières sont modifiables et modulables selon la variation de la nature des constituants, la proposition des constituants et l'orientation des fibres.

➤ **Composites à particules** : Un matériau composite à renfort de particules est un composite chargé de particules ne possédant ni dimensions ni formes bien précises. L'utilisation de ce type de matériau est limitée, les particules sont utilisées pour réduire le coût du matériau, tout en conservant leurs propriétés mécaniques.

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés :

- Composites à matrice organique.
- Composites à matrice métallique.
- Composites à matrice minérale.

I.1.6 Avantages et inconvénients des matériaux composites

Les composites sont préférés à d'autres matériaux parce qu'ils offrent des atouts liés à [11] :

- ✓ leur légèreté ;
- ✓ Grande résistance à la fatigue ;
- ✓ Faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion
- ✓ Insensibilité aux produits chimiques ;
- ✓ Possibilité de prendre plusieurs formes (pièces complexes) ;
- ✓ Bonne tenue au feu (attention aux dégagements toxiques) ;

Cependant certains inconvénients freinent leur diffusion [11]:

- ✓ les coûts des matières premières et des procédés de fabrication ;
- ✓ La sensibilité à la chaleur ;
- ✓ la gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte.

I.2. POLYPROPYLENE SYNTHÈSE PROPRIÉTÉS ET APPLICATIONS

I.2.1. Définition

Le terme de polypropylène (PP) renvoie à un polymère vinyle thermoplastique semi-cristallin avec un taux de cristallinité d'environ 68% de grande diffusion. Synthétisé pour la première fois au milieu des années 1950, en Italie, Allemagne et États-Unis.

Depuis sa commercialisation au milieu du vingtième siècle, une grande variété d'homopolymères, de copolymères et de mélanges à base de polypropylène a été produite pour correspondre à différentes applications. A l'instar de tout polymère, les propriétés d'emploi d'un polypropylène dépendent fortement de la nature chimique de sa formulation et des conditions de sa mise en forme [12].

Le polypropylène (PP) est une polyoléfine linéaire issu de la polymérisation Ziegler-Natta de monomères propylène par catalyse par un métallo-cène (Les polyoléfines sont des monomères hydrocarbonés insaturés) de formule chimique donnée $(C_3H_6)_n$. un hydrocarbure simple de la classe des alcènes ($CH_2=CH-CH_3$) et la seconde molécule de la pétrochimie [12]. Il existe une grande variété de propriétés et de comportement du PP dépendant de sa nature chimique, de sa formulation et des conditions de mise en forme [13].

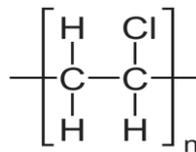


Figure I.4: La formule chimique de polypropylène.

I.2.2.Synthèse du polypropylène

La synthèse du polypropylène se fait par catalyse e type Ziegler-Natta. superactifs à haute stéréo sélectivité. Ce type de catalyse autorise la synthèse de polypropylène iso-tactique (plus récemment syndio-tactique) qui, seul, présente les propriétés requises à un usage structural, a travers de réaction par addition [12]. Qui consiste en la polymérisation radicalaire du monomère polypropylène de métallocène (catalyseur) à haute stéréo sélectivité, la structure du catalyseur détermine la tacticité du polypropylène obtenu [14]. Plusieurs molécules monomères propylènes s'additionnent à travers une réaction entre groupe à fonction métallique et la liaison insaturée du monomère propylène.

Le monomère de polypropylène vient se fixer sur le catalyseur en s'orientant selon le champ électrique qu'il induit. Un autre monomère peut alors venir se placer entre le catalyseur et le premier monomère et faire croître la chaîne. Par ce procédé, les monomères se placent majoritairement de la même façon, ce qui provoque la formation de polypropylène isotactique semi-cristallin [7]. il consiste a ouvrir la double liaison des carbones pour provoquer un enchainement des maillons en catalyseur [15].

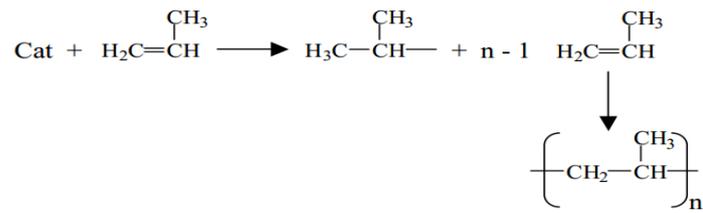


Figure I.5: principe de la polymérisation Ziegler Na tta [15].

Ils existent sous les trois formes suivantes qui dépendent de la position des groupes méthyle par rapport au plan contenant la chaîne carboné principale:

I.2.2.1. Polypropylène isotactique

Le plus répandu est le PP isotactique (iPP) où le groupe méthyle est positionné spatialement du même côté de l'axe de la chaîne[16], Figure I.6 :

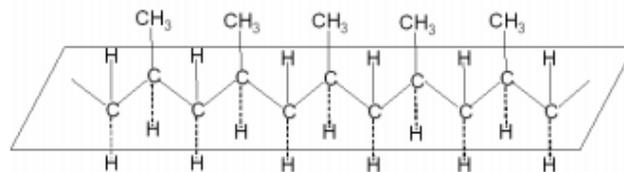


Figure I.6: schéma de la configuration isotactique du PP [17]

I.2.2.2. Polypropylène syndiotactique (sPP)

Le PP syndiotactique (sPP), le groupe méthyle est alternativement arrangé dans deux côtés de l'axe de la chaîne [16] Figure I.7:

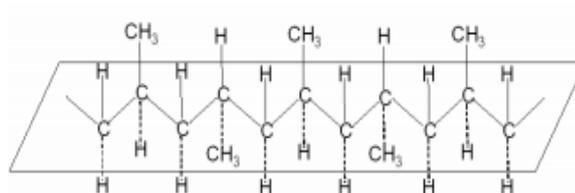


Figure I.7: schéma de la configuration syndiotactique du PP [17].

I.2.2.3. Polypropylène atactique:PP atactique a une répartition aléatoire des groupes méthyles le long de la chaîne [16]. Figure I.8.

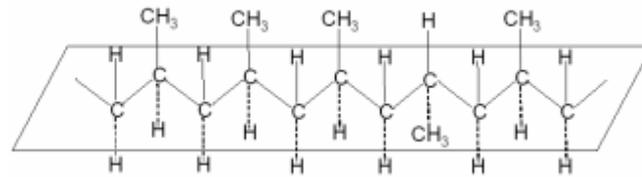


Figure I.8: schéma de la configuration atactique du PP [17]

I.2.3. Propriétés du polypropylène

I.2.3.1. Propriétés thermiques

Le polypropylène ayant une température de transition vitreuse (T_g) d'environ -10°C et de fusion (T_f) entre (165°C et 170°C) [18].

I.2.3.2. Propriétés mécaniques

Les résines polypropylène présentent de bonnes propriétés mécaniques notamment en termes de rigidité (module d'Young) et de ductilité. En revanche, leur contrainte à la rupture reste inférieure aux autres résines. Au niveau macroscopique, leur comportement est considéré isotrope et dépend de la température. Il passe de l'état vitreux à l'état caoutchoutique avec une augmentation de température, ce passage s'effectue lorsque la température atteint la température de transition vitreuse T_g . Les propriétés mécaniques évoluent en fonction de la vitesse de sollicitation (comportement visqueux). Cependant, à température ambiante, le comportement mécanique des résines est modélisable par une loi élasto-plastique [18].

I.2.4. Additifs / Les charges et Les renforts:

Les additifs du polypropylène, les produits à très faibles masses moléculaires sont le plus souvent utilisés, tels que les anti-UV, les plastifiants, les antioxydants, les stabilisants. Les charges que l'on retrouve le plus souvent dans le polypropylène sont des produits minéraux tels que le talc et le mica, dont la fonction est, d'une part, de modifier les propriétés mécaniques, thermiques ou électriques, et d'autre part, de réduire le coût de revient de la matière première. En général, pour le polypropylène, on emploie les charges pour augmenter la rigidité et diminuer le retrait [18].

Les renforts que l'on rencontre le plus souvent dans le cas du polypropylène sont les fibres de verre, longues ou courtes, ou des billes de verre. Leur fonction se situe essentiellement au niveau des caractéristiques mécaniques. En effet, la présence de renforts en

fibres de verre entraîne une nette augmentation des modules et des résistances au détriment, cependant, de la ductilité du matériau qui a tendance à fragiliser [18].

I.2.5. Les avantages de polypropylène

Avec tous les avantages décrits ci-dessus, le polypropylène est un bon candidat comme matrice pour les composites renforcés de fibres naturelles. Toutefois, le principal inconvénient de l'utilisation de la matrice PP avec les fibres naturelles est leur faible adhérence à l'interface. Cette incompatibilité entre la matrice et les fibres naturelles peut être améliorée par des modifications chimiques des fibres ou l'ajout de compatibilisant [19,20].

Il présente également d'autres avantages tel qu'il est bon marché, inodore, non toxique et en raison de son aspect brillant et de sa résistance (flacons, films, pots), très résistant à la fatigue et à la flexion (fabrication de charnières), très peu dense, chimiquement inerte, stérilisable et recyclable. C'est en plus un excellent isolant électrique, sa résistance à l'abrasion et à la chaleur est remarquable. Le PP est par contre fragile (cassant) à basse température (car sa Tg est proche de la température ambiante), sensible aux UV, moins résistant à l'oxydation [21].

I.2.6 Domaines d'application du Polypropylène :

Le polypropylène d'intérêt industriel est essentiellement isotactique. Il peut être moulé ou extrudé pour fabriquer des objets. En plus d'être bon marché, alimentaire, indéchirable, chimiquement inerte, stérilisable et recyclable, ce sont alors ses qualités de dureté, de flexibilité, de poids et de tenue thermique qui sont les plus recherchées. Le polypropylène peut aussi être filé pour servir à fabriquer des textiles, essentiellement industriels ou de ménage (combinaisons de peinture, masques chirurgicaux, etc.).

Le polypropylène fait partie des polymères de grande consommation les plus répandus avec le PVC, le polyéthylène, le PET, le polystyrène, . . . Ses applications sont très nombreuses, d'autant plus que le polypropylène se comporte très bien vis à vis des charges et des renforts. De plus, il peut être mis en œuvre par de nombreux procédés : injection, extrusion, thermoformage, extrusion soufflage [7]. Ainsi, le polypropylène et ses copolymères sont utilisés dans des domaines très divers : industrie automobile (planches de bord, pare-chocs, garnitures intérieures...), les emballages (corps creux, sacs, Tupperware, ficelles, films), l'électroménager, l'électricité et l'électronique (gainage, Idots) les jouets.

I.3. GENERALITE SUR LES FIBRES VEGETALES

I.3.1 Définition de la fibre végétale

Les fibres végétales dites encore fibres lignocellulosiques, sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. En proportion relativement faible d'extractibles non azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales. Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante.

Les fibres végétales sont considérées comme élément de différenciation, elles peuvent limiter les répercussions environnementales liées à la fabrication et à l'utilisation des plastiques et répondre à l'épuisement des ressources fossiles. Ainsi les composites renforcés par les fibres végétales peuvent présenter des aspects [22] (Environnementaux, Economiques, Technologiques).

I.3.2. Classification des fibres végétales

Les fibres végétales sont classées en trois groupes suivant [23].

- Les fibres végétales peuvent être classées selon l'organe dont elles sont issues, dans ce cas elles comprennent : fibres de tiges (Kénaif, jute, lin, ramie) ; et de feuilles (Sisal, abace, paille de graminée) ; les fibres provenant des poils séminaux de graines (coton, kapok) ; d'enveloppes de fruits (noix de coco).
- Les fibres peuvent être classées suivant leur teneur en cellulose, en hémicellulose et en lignine. On distingue alors les fibres ligneuses (dures et rigides telles que celles provenant du Développement de bio-composites à base de fibres végétales et de colles écologiques bois et les fibres non ligneuses (douces et souples dérivées de végétaux non ligneux souvent annuels tels que le jute et le sisal).
- Une troisième classification peut se faire suivant la longueur:
 - ✓ Les fibres longues et douces (fibres libériennes)
 - ✓ Les fibres longues, dures et rigides (provenant des feuilles et des troncs d'arbres)
 - ✓ Les fibres courtes, dites encore étoupes, elles sont associées aux fibres longues.

I.3.3 Morphologie de la fibre végétale :

Morphologiquement, la fibre végétale varie énormément en fonction de leur origine. En effet. Les dimensions des fibres végétales dépendent de degré de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. Le diamètre présente une variabilité très importante même au niveau de la même fibre végétale [24]. La fibre végétale varie aussi selon le caractère de l'épaisseur de sa paroi cellulaire qui lui même dépend de celle de la porosité des fibrilles. La morphologie des fibres végétales peut constituer une donnée importante pour bien comprendre les transferts d'une contrainte aux interfaces fibre-matrice.

I.3.4. Structure et composition chimique des charges végétales :

La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale.

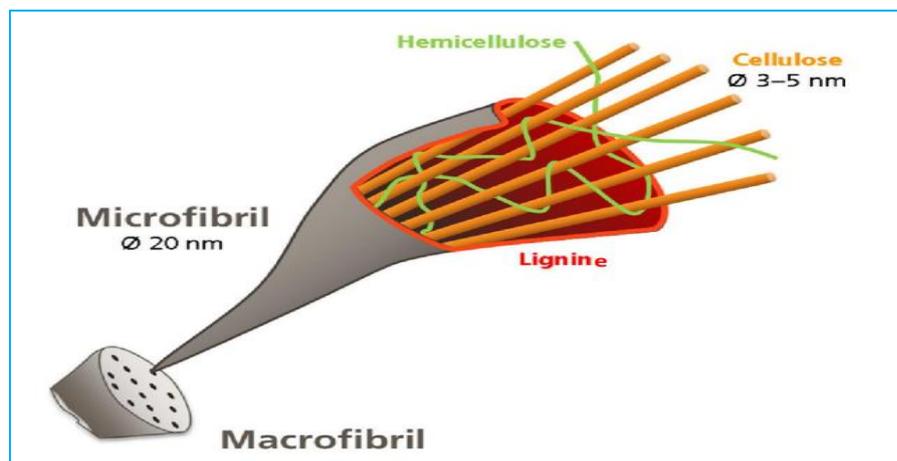


Figure I.9: Structure schématique d'une fibre végétale [25].

Généralement ; Les fibres naturelles se composent principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Elles contiennent aussi des quantités faibles en protéines, extractibles et quelques composés inorganiques.

I.3.4.1. Cellulose

La cellulose est le composant essentiel de toutes les plantes des fibres. En 1838, Anselme Payen a suggéré que les parois cellulaires d'un grand nombre de plantes sont constituées de la même matière, à laquelle il donna le nom de cellulose. D'un point de vue chimique, La cellulose est un polymère naturel linéaire constitué par unités répétitives de glucoses ($C_6H_{10}O_5$) reliées entre elles par une liaison glycosidique du type β 1-4. Les nombreux

groupements hydroxyles (OH) sont responsables du comportement physico-chimique de la cellulose. Les microfibrilles de cellulose sont donc constituées de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes désordonnées. La cellulose résiste aux fortes solutions alcalines (jusqu'à 17,5% en poids) ; mais elle est facilement hydrolysée par l'acide en sucres hydrosolubles. La cellulose est relativement résistante aux agents oxydants. La cellulose est responsable de la résistance mécanique de la plante [26].

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. 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 [27].

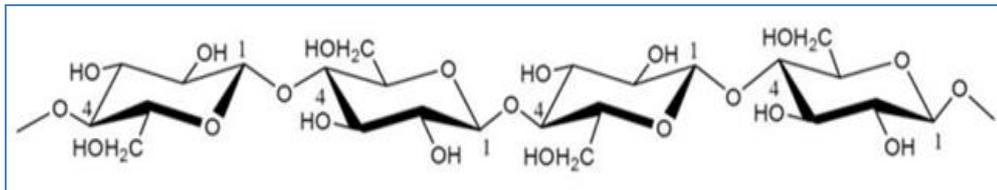


Figure I.10 : Représentation de l'unité monomère de la cellulose répétée n fois [26].

I.3.4.2. Les hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des hétéro-polysaccharides ramifiés, constitués d'enchainements d'hexoses, de pentoses et d'acides uroniques (Figure I.11), dont le degré de polymérisation est compris entre 50 et 250 unités dans le bois [6]. 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 sont solubles dans l'eau et peuvent être extraites de la paroi cellulaire par des solutions alcalines [28].

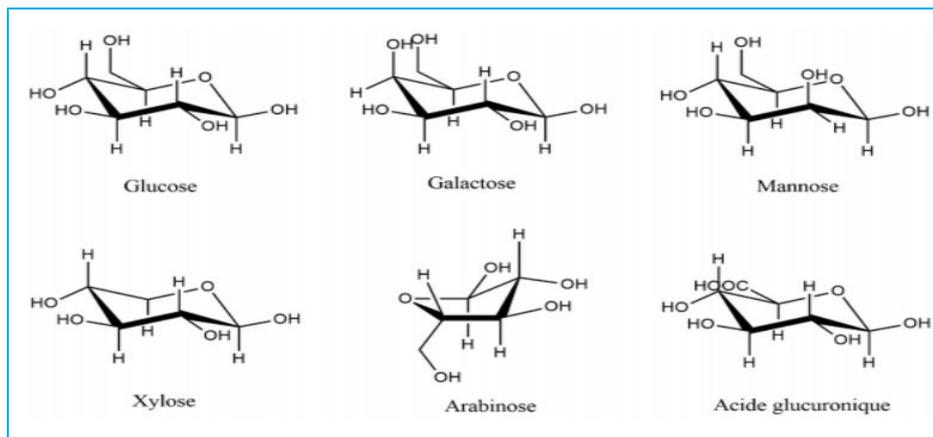


Figure I.11 : Principaux constituants des hémicelluloses [28].

I.3.4.c. Les lignines

La lignine est un polymère qui se situe entre les micro-fibrilles de cellulose et d'hémicellulose jouant le rôle d'un liant qui permet de les fixer les uns aux autres afin de former la paroi cellulaire Figure I.12. C'est l'élément qui donne la rigidité aux plantes. La lignine est totalement amorphe et hydrophobe. Elle n'est pas hydrolysée par les acides, mais soluble à chaud dans la soude, facilement oxydée et facilement condensable avec du phénol [29].

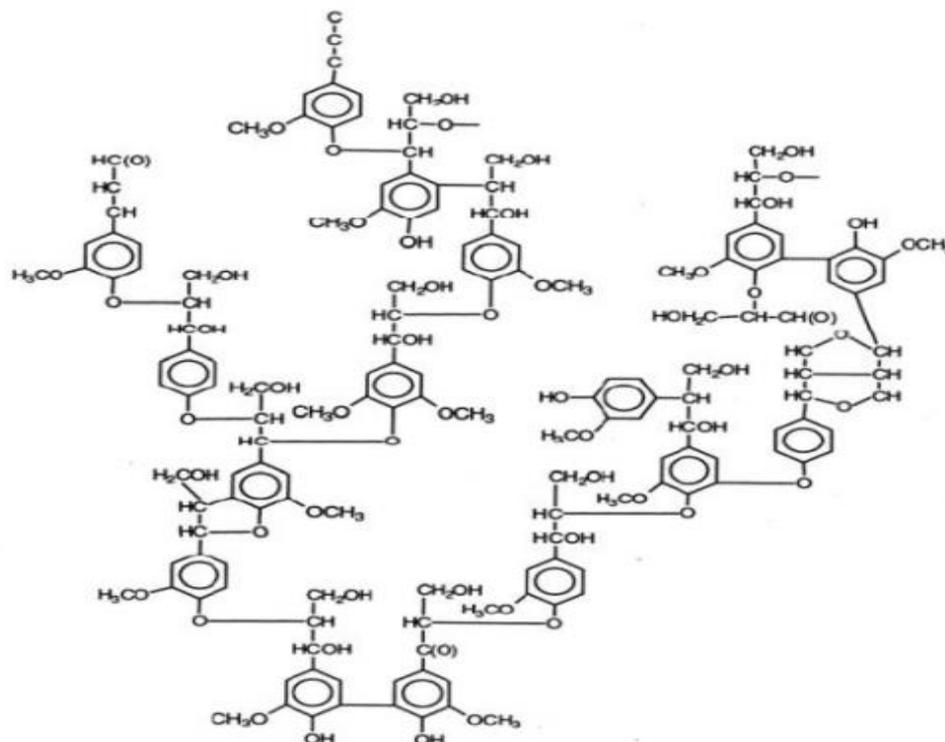


Figure I-12 : Exemple générique de la molécule de la lignine [29].

Les lignines sont des polymères bio-synthétisés à squelette aromatique qui résulte de la polymérisation de trois monomères de départ : l'alcool p-coumarique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique (figure 12). L'assemblage de ces trois monolignols par différents types de liaisons chimiques conduit à un composé amorphe et hydrophobe. La composition chimique des lignines varie également en fonction de l'espèce végétale choisie [28].

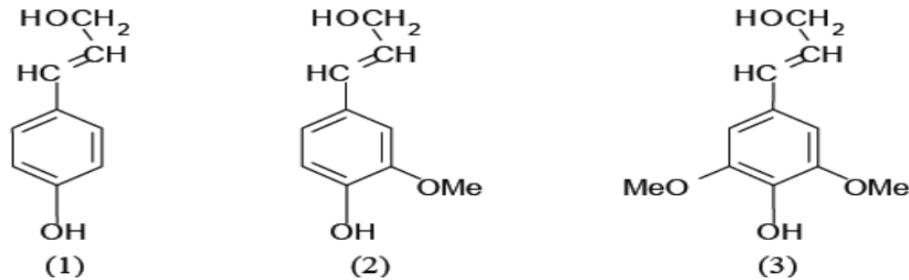


Figure I-13 : Les trois alcools constitutifs des lignines : (1) l'alcool coumarylique ; (2) l'alcool coniférylique ; (3) l'alcool sinapylique [23].

I.3.5. Propriétés physico-mécanique des fibres végétales :

La structure, les dimensions des cellules, les défauts, et la composition chimique des fibres sont les principales variables qui conditionnent l'ensemble des propriétés des fibres. En règle générale, la résistance à la traction et le module d'Young des fibres croît avec l'augmentation de la teneur en cellulose. Les fibres végétales sont d'une manière générale de bons renforts pour les matrices thermoplastiques ou thermodurcissables à cause de leur résistance relativement grande et leur faible densité [30].

I.3.6. Principaux avantages et inconvénients des matériaux composites à charges végétales

L'utilisation des matériaux composites à fibres végétales sous différentes conditions environnementales est devenue populaire ces dernières années. Beaucoup de fibres végétales ont été employées en tant que renfort efficace dans des matrices polymériques [18].

Tableau I.1: Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts dans les matrices polymères [31].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> • Faible coût • Biodégradable • Neutre pour l'émission de CO₂ • Pas de résidus après incinération • Ressource renouvelable • Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité) • Non abrasif pour les outillages • Demande peu d'énergie pour la production • Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres • Bonne isolant thermique et acoustique 	<ul style="list-style-type: none"> • Absorption d'eau (Fort comportement hydrophile) • Biodégradabilité • Fibres anisotropes • Pour des applications industrielles, nécessite de gestion d'un stock • Faible stabilité dimensionnelle. • Faible tenue thermique (200 à 300°C max). • Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, des conditions météorologiques • Renfort discontinu.

I.3.7 Fibre de palmier dattier :

Palmier dattier est l'une des plantes les plus cultivées dans le monde. On la trouve couramment dans les climats secs afro-asiatiques qui s'étendent de l'Afrique du nord au Moyen-Orient. Elle s'acclimite aux milieux froids, secs et chauds. Chaque année, d'énormes quantités de déchets de fibres de palmier sont jetées après les opérations d'élagage [32].

Selon les statistiques récentes (2015) du ministère de l'agriculture et du développement rural, le palmier dattier occupe en Algérie une superficie évaluée à 167.000 hectares pour un nombre de palmier estimé à plus de 18.6 millions d'unités [33].

Les régions phoenicoles se situent généralement au sud de l'atlas saharien et couvrent 16 wilayas. Les wilayas de biskra et d'el oued sont les premières régions phoenicoles avec respectivement 27.4% et 22% de la superficie totale, et respectivement 23.1% et 22.4% du nombre total de palmiers dattiers [33].

I.3.7.a Palme

Les palmes appelée localement *Djérid* sont les feuilles du palmier constitués de rachis le long duquel sont déposés des folioles. Elles sont longues de 4 à 7 mètres [34] .

Chaque année, le palmier dattier produit un ensemble de palmes par le mouvement de bourgeon et débarrasse un nombre similaire de palmes par dessèchement [35]. L'ensemble des feuilles au sommet du stipe est appelé couronne ; elle peut faire de 6 à 10 mètres d'envergure [34].

On remarque que le palmier est utilisé dans de nombreux domaines, dont le plus important est l'industrie (cire de palmier, fibres textiles (raphia, rônier, crin végétal), rotin. pour vannerie, ivoire végétal...). Il faut savoir que dans de nombreux pays (Polynésie, Panama, Thaïlande, Philippines, Nouvelle-Guinée, Indonésie, Amazonie), les palmiers servent de matériaux de construction..



Figure.I.14: Composition d'une palme [36].

I.3.7.b. Les Folioles ou feuillets

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 différents 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 environnementales. Les folioles peuvent avoir une longueur qui varie 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 [37]. La finesse, la rigidité et la couleur des folioles diffèrent selon le cultivar. L'épiderme des folioles est recouvert d'une couche mince cireuse. Cependant, la couleur peut varier avec les conditions de culture. Les feuillets sont principalement utilisés dans les tresses qui sont cousues

ensemble dans un large éventail de paniers et sacs, mais aussi des tapis et des articles plus petits comme les fans et les chapeaux[36].



Figure I.15 : les folioles.

I.3.7.c. Propriétés des fibres palmier dattier

✓ **Structure et morphologie**

L'analyse de la structure et de la morphologie de fibre de palmier dattier (fibres entourant la tige de palmier dattier) a révélé des résultats similaires. La fibre de palmier dattier est de forme cylindrique. L'image MEB montre que la surface extérieure n'est pas lisse et recouverte d'impuretés artificielles (sable et poussière) et de la lignine résiduelle. En outre, la vue transversale révèle que la fibre de palmier dattier est une collection de fibres multicellulaires chacune contenant un vide central (lumen), ces fibres ont un diamètre d'environ 2 – 5 μm [32].

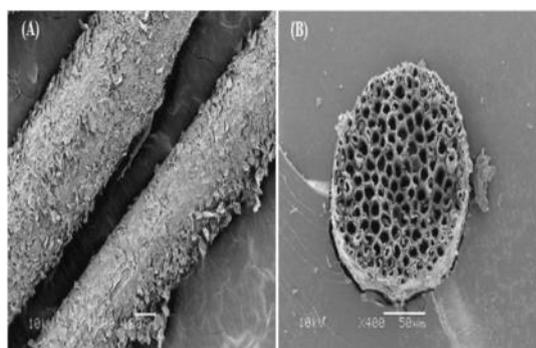


Figure I.16 : Micrographie d'une fibre de palmier dattier ; Coupe transversal et vue tangentielle d'une fibre de palmier dattier au MEB [39].

A l'échelle microscopique, la fibre de palmier dattier se compose d'une couche externe appelée mur primaire, ce mur encercle une autre couche, qui est le mur secondaire. Le mur secondaire est constitué de trois couches, ces dernières relient le mur secondaire au lumen.

Chaque mur se compose de micros fibrilles cristallines à base de cellulose réunies entre elles par la lignine et l'hémicellulose qui sont amorphes [38].

✓ **Propriétés mécaniques**

Il y a une forte variabilité de propriétés de fibre de palmiers dattiers et généralement celui des fibres végétales pour une même espèce, en fonction de plusieurs facteurs : Climat, Âge de la plante, Taille, Position de prélèvement, Composition, Date de prélèvement. Les constituants microstructuraux, les conditions de croissance, 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 [37].

Les propriétés mécaniques des fibres de palmier dattier ont été déterminées et comparées à d'autres fibres naturelles. 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% [40].

Les fibres de palmier dattier ont une résistance moyenne à la traction. De plus, ces fibres se situent parmi les fibres qui ont un module faible d'élasticité. Cependant, il convient de mentionner que la résistance à la traction dépend de la longueur de l'échantillon, ce qui est de première importance concernant le renforcement de l'efficacité. La résistance à la traction augmente avec la diminution de la longueur de l'échantillon [41].

✓ **Propriétés chimiques**

La fibre de palmier dattier comme les autres fibres végétales est constituée de trois composants majoritaires : la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. Les teneurs en cellulose, hémicellulose et en lignine du bois de palmier dattier varient d'une variété à l'autre et dans la même variété elles dépendent de l'organe, de l'âge et de l'environnement de croissance du palmier dattier. 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 précédent, qu'il y a une légère augmentation de l'absorption de l'eau avec l'augmentation de la teneur en fibres de palmier [37].

Il faut savoir que dans de nombreux pays (Polynésie, Panama, Thaïlande, Philippines, Nouvelle-Guinée, Indonésie, Amazonie), les palmiers servent de matériaux de construction. Tout d'abord, on se sert des stipes des palmiers pour établir la structure principale de la construction (charpente, poutre). Ensuite, pour réaliser la toiture, on se sert des feuilles qui ont

la propriété de former une excellente couche étanche. Les cloisons intérieures quant à elles sont réalisées à partir de folioles tressées.

I.4. INTERFACE D'UN MATERIAUX COMPOSITE : NOTION D'ADHESION

- ✓ ADHESION ; Ensemble des phénomènes physiques et/ou chimiques qui prennent naissance lorsque deux surfaces mises en contact. Adhésion liée à adhésivité (aptitude à créer des forces d'interactions entre deux surfaces), état de surface des deux constituants (surface spécifique, porosité, sites actifs, pollution) et mouillabilité (aptitude à créer un contact entre deux surfaces) [42].
- ✓ FORCES D'ADHESION ; forces de cohésion des matériaux : liaisons interatomiques (liaisons chimiques fortes) ou intermoléculaires (liaisons "physiques" faibles) [42].

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 [29].

I.4.2. Modification des fibres végétales

Comme nous l'avons déjà précisé, le principal frein au développement des matériaux composites à renfort de fibres de cellulose réside dans la faible compatibilité entre la matrice polymère et les fibres. On se trouve en présence d'un renfort hydrophile polaire et d'une matrice hydrophobe apolaire, d'où une faible adhésion fibre/matrice. Ceci conduit à des matériaux composites dont les propriétés mécaniques sont bien en deçà de celles attendues. De plus, les fibres de cellulose possèdent une faible résistance à l'humidité, ce qui est néfaste à la durabilité des composites. Pour incorporer efficacement des fibres de cellulose au sein d'une matrice thermoplastique, il est nécessaire d'améliorer l'interface fibre/matrice afin d'optimiser leur adhésion. Pour ce faire, différentes stratégies utilisant des méthodes physiques ou chimiques sont relatées dans la littérature [33].

Etant donné les problèmes rencontrés avec l'utilisation des fibres végétales en complément d'une matrice, de nombreuses études ont été menées dans le but de modifier

certaines de leurs caractéristiques avant l'élaboration de composites. La plupart des traitements ont pour but de limiter le comportement hydrophile du végétal et le relargage d'extractibles.

Ces modifications ont pour objectif de :

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

I.4.2.1. Les méthodes physiques de modification de la surface

Les traitements physiques de surface ont la particularité de ne pas modifier la composition chimique de la fibre cellulosique. Ces modifications ne sont pas les plus utilisées pour le traitement de surface des fibres cellulosiques mais ont fait l'objet de plusieurs études. Le traitement corona, les décharges diélectriques et plasma sont parmi les plus connus. De nouvelles techniques sont utilisées de plus en plus comme les irradiations laser, UV ou même les rayonnements γ [43].

I.4.2.2. Les méthodes chimiques de modification de la surface

Le principe des modifications chimiques est l'introduction d'un troisième matériau aux propriétés intermédiaires afin de rendre compatibles les deux matériaux de base. Le couplage réalisé permet l'association des fibres cellulosiques fortement hydrophiles avec des polymères hydrophobes. Dans cette partie, on va citer quelques méthodes courantes de traitement chimique des fibres de bois à fin d'améliorer l'adhérence [44].

I.4.2.2.a. Traitement à l'hydroxyde de sodium

La mercerisation est un procédé chimique inventé par John Mercer en 1844 et qui consiste à traiter une étoffe de coton (cellulose) afin d'améliorer les caractéristiques physicochimiques des fibres, comme de leur donner un aspect lustré [45]. Le traitement à la soude ou mercerisage est l'un des traitements les plus utilisés avec les fibres naturelles lorsqu'elles sont utilisées pour renforcer les thermoplastiques et les thermodurcissables [46]. 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 [47,27].

La définition standard du mercerisage (proposée par la norme ASTM D1965) 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[48] .



Figure I.17: Traitement des fibres par une solution de soude [49].

I.4.2.2.b. Imprégnation des fibres

Une meilleure association des fibres et de la matrice est obtenue par imprégnation des fibres de renfort par des matrices polymères compatibles avec la fibre. A cet effet, des solutions polymères ou agents dispersants de faible viscosité sont utilisés. Pour un certain nombre de polymères intéressants, le déficit de solvants appropriés limite le recours à l'imprégnation. Lorsque les fibres cellulosiques sont imprégnées en présence de l'agent dispersant polychlorure de vinyle (PVC) plastifié par du butyl benzylphtalate, une excellente répartition peut être réalisée dans du polystyrène (PS) et le PVC [50].

I.4.2.2.c. couplage chimique

Une autre méthode importante de traitement est le couplage chimique car il améliore la qualité de l'interface fibre/matrice. La surface de la fibre est traitée avec un composé chimique servant de pont des liaisons chimiques entre les fibres cellulosiques et la matrice .Les agents de couplage datent du début des années soixante et ce n'est qu'à la fin de cette décennie que l'on suggère leur utilisation pour améliorer les propriétés mécaniques. On distingue trois grandes catégories: les agents organiques, inorganiques et hybrides organiques-inorganiques [51].

✓ Agents de couplage organiques :

Ils possèdent des groupes fonctionnels qui interagissent avec les groupes polaires de la cellulose et de la lignine pour former des liaisons covalentes ou hydrogènes. On cite comme exemples d'agents de couplage organiques [52]:

- Le traitement avec un composé contenant des groupes méthylols (-CH₂-OH).
- Les traitements aux isocyanates.
- Le traitement aux anhydrides comme l'anhydride maléique et l'anhydride succinique
-

✓ Les agents de couplage inorganiques :

Ce type d'agent, comme les silicates, agit comme un agent dispersif qui contre balancerait la polarité de la surface des fibres [52].

I.4.2.2.d. Traitement avec les acides acryliques et méthacrylates :

Les acides acryliques et méthacrylates présentent une structure similaire avec celle de l'anhydride maléique, le Figure I-18 : montre la modification chimique des fibres cellulosiques par l'acide acrylique [8].

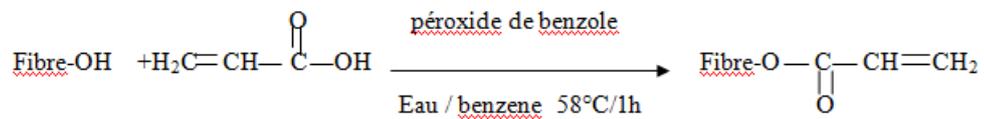


Figure I.18: montre la modification chimique des fibres cellulosiques par l'acide acrylique [53].

Références

- [1] M. MALHA ; Mise En Œuvre, Caractérisation Et Modélisation De Matériaux Composites: Polymère Thermoplastique Renforcé Par Des Fibres Doum, Thèse de Doctorat, Université Mohamed V- Ag dal Rabat. 2013.
- [2] Ewa Rudnik. Compostable Polymer Materials. Elsevier, p 21. 2008
- [3] L.SOCCALINGAME, Etude Des Scenarios De Fin De Vie Des Bio-composites Vieillesissement Et Retransformation De Bio-composites PP/Farine De Bois Et PLA/Fibres De Lin, Thèse De Doctorat, Université De Montpellier, 2014.
- [4] A. ELOUAER. Contribution A La Compréhension Et A La Modélisation Du Comportement Mécanique De Matériaux Composites A Renfort En Fibres Végétales. Thèse De Doctorat, Université De Reims Champagne-Ardenne, 2011.
- [5] H. DJEMAI, Contribution A L'étude De L'endommagement Dans Les Matériau Composites Sandwiches, Thèse De Doctorat, Université de Biskra, 2017.
- [6] M. RAGOUBI, Contribution A L'amélioration De La Compatibilité Interfaciale Fibres Naturelles/Matrice Thermoplastique Via Un Traitement Sous Décharge Couronne, Université Henri Poincaré Nancy 1, Thèse De Doctorat, 2010.
- [7] M.COULIBALY. Modélisation Micromécanique Et Caractérisation Expérimentale Du Comportement Des Matériaux Hétérogènes Elasto-viscoplastiques. Application a La Valorisation Des Polymères Recyclés. Thèse Doctorat, Université Paul Verlaine De Metz.2008.
- [8] S.NEDJMA, Effet De La Modification Chimique Des Déchets Ligno-cellulosiques Sur Les Propriétés Physico-Chimiques Des Composites Pvc/Papier Journal, These De Doctorat, Université de Bejaia, 2014.
- [9] Z. OUSSAMA, Contribution A L'étude Et a La Modélisation De L'influence Des Phénomènes De Transferts De Masse Sur Le Comportement Mécanique De Flacons En Polypropylène, Thèse de Doctorat, université De Paris-Est, 2008
- [10] M.KHAROUBI. Etude Du Comportement Mecanique De Materiaux Composites Sous Chargement Cyclique Et Dynamique. Thèse De Doctorat. Université 08 Mai 45 Guelma. 2009.
- [11] H.L .BOUDJEMA, Elaboration De Matériaux Composites Biodégradables Issus De Ressources Renouvelables, Thèse de Doctorat, Université d'Oran 2, 2016.
- [12] N. TEMIMI-MAAREF. Comportement Thermo-Mécanique Et Rupture De Polypropylènes. Etude Expérimentale Et Modélisation. Thèse Doctorat. Ecole Des Mines De Paris .Ecole Doctorale 364 : Sciences Fondamentales Et Appliquées. 2006

- [13] F. GEHRING, Etude Du Comportement Mécanique Et De L'endommagement De Composites Thermoplastiques Renforcés De fibres Courtes De Chanvre : Approche Expérimentale Et Modélisation, Thèse De Doctorat, Université De Lorraine, 2013
- [14] A. MAKHLOUF, Etude Du Polypropylène Chargé Par Des Particules Minérales : Relation, Microstructure –Propriétés. Thèse De Doctorant. Université De Guelma. 2016.
- [15] N.RENAUT, Amélioration Des Propriétés Thermomécaniques Et Ignifuger Du Polypropylène, Thèse De Doctorant, Université De Sciences Et Technologies De Lille, 2008.
- [16] D.CUONG NGUYEN, Caractérisation De L'interface Fibre/Matrice. Application Aux Composites Polypropylène/Chanvre, Thèse De Doctorant, Université De Technologie De Troyes, 2016.
- [17] M.VITE, Relations entre microstructure, propriétés mécaniques et résistance à la rayure du polypropylène injecté, thèse de Doctorant, Université de Savoie, 2009.
- [18] A. MOKHTARI, Modélisation Du Comportement Et De L'endommagement Des Composites A Matrice Thermoplastique, Thèse De Doctorant, Université de Tizi-Ouzou, 2016
- [19] Wulin Qiu, Takashi Endo, Takahiro Hirotsu, Structure and Properties Of Composites Of Highly Crystalline Cellulose With Polypropylene: Effects Of Polypropylene Molecular Weight; European Polymer Journal 42, 1059-1068, 2006.
- [20] TH. NARAPRATEEP; Effect Of Compatibilizer And Silane Coupling Agents On Physical Properties Of Natural Fiber-Polypropylene Composites; Thèse De Doctorat , Polymer Engineering Suranaree University Of Technology, 2007.
- [21] S.KHELLAF, Reticulation, Mecanisme Reactionnel Du Polypropylene Isotactique Et Du Polypropylene Isotactique Reticule, Thèse De Doctorant, Université Ferhat Abbas –Setif, 2012
- [22] D.HAMMICHE. Effet D'un Nouvel Agent Comptabilisant Pvc-G-Ma Sur Les Performances Des Composites Polychlorure De Vinyle/Alfa, Thèse De Doctorat, Université A. Mira de Bejaia, 2013.
- [23] S. BOUHANK, Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne : Formulations et caractérisations, Thèse De Doctorat, Université de Sétif 1-, 2017
- [24] A. SBIAI , Matériaux Composites A Matrice Epoxyde Chargée Par Des Fibres De Palmier Dattier : Effet De L'oxydation Au Tempo Sur Les Fbres, Thèse De Doctorat, L'université De Lyon, 2011.
- [25] T. DJOUDI, Elaboration Et Caractérisation De Composites Bio-Sourcés A Base De Fibres De Palmier Dattier, Thèse Doctorat, Université Mohamed Khider – Biskra, 2019
- [26] A.ACHOUR, Etude Des Performances Des Mortiers Renforcés De Fibres Naturelles : Valorisation Des Plantes Locales, Thèse De Doctorat, Université de Tlemcen, 2017

- [27] Boussehel, Hamida, Etude des moyens de stabilisation des composites a base de polystyrene, thèse de doctorat ,université mohamed khider- biskra, 2018.
- [28] A. LEPETIT, Élaboration De Matériaux Composites A Base De Filaments De Cellulose Et De Polyéthylène, Thèse De Doctorat, Université De Limoges, 2017
- [29] D.THI VI VI , Matériaux Composites A Fibres Naturelles / Polymère Biodégradables Ou Non, Thèse de doctorat, Université de Hô-Chi-Minh en Vietnamien, 2011
- [30] Y .DJELOUN, Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales, thèse de Doctorat, Université Mohamed Khider – Biskra, 2018 .
- [31] Duy cuong Nguyen, caractérisation de l'interface fibre/matrice,application ou composites polypropylène/ chanvre, thèse de doctorat, Université de Technologie de Troyes, 2016.
- [32] A. BELKADI, Contribution A L'étude De La Durabilité Et Les Performances Des Bétons Autoplaçants (Fibres Végétales, Milieu Agressif, Formulation, Modélisation), Thèse Doctorat, Université de Biskra, 2018.
- [33] HABA. Etude In-Situ Des Performances Energétiques Et Mécaniques Des Matériaux Biosourcés Et Locaux. Thèse De Doctorat. Université de BATNA 1. 2017.
- [34] A. TAALLAH, "Etude du comportement physico-mécanique du bloc de terre comprimée avec fibres," Thèse de Doctorat, Université de Biskra, 2014.
- [35] T. GUETTAF, Modélisation Du Comportement Mécanique Des Constituants Du Palmier Dattier, Thèse De Doctorat, Université de Biskra, 2017.
- [36] T.MASRI, Contribution Au Développement Des Matériaux De Construction A Base Des Sous-Produits Du Palmier Dattier, thèse de Doctorat, Université de Biskra, 2018
- [37] K.ALMI, Développement Et Caractérisation De Matériaux A Base Du Bois De Palmier Dattier Adaptés Aux Applications De Développement Durable En Algérie, Thèse De doctorat, Université De Biskra, 2018.
- [38] M. TLIJANI. Contribution a La Caractérisation Thermophysique De Matériaux Bio-Isolants : Valorisation Des Déchets De Bois De Palmier, Université Paris Est – Créteil, Thèse, 2016
- [39] S. AMROUN, Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériauxcomposites renforcés par des fibres de palmier. Thèse de doctorat, Université de Guelma. 2016.
- [40] N.BENMANSOUR, B.AGOUDJIL, A.GHERABLI, 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.
- [41] H CHAIB, A KRIKER, A MEKHERMECHE, Thermal Study Of Earth Bricks Reinforced By Date Palm Fibers. A Laboratory Of Exploitation And Valorization Of Natural Resources In Arid Zones, University Of Kasdi Merbah Ouargla, Algeria, *Energy Procedia* 74,919 – 925,2015

- [42] A. LAMURE, Adhésion et adhérence des matériaux mécanismes d'adhésion, 2016.
- [43] A.LEPETIT, Elaboration De Matériaux Composites A Base De Filaments De Cellulose Et De Polyéthylène, thèse de doctorat, Université de Limoges, France, 2017.
- [44] M.A.LAHMAR, Caractérisation d'un composite bois polymère pour utilisation en plaques de bardage par l'extérieur, thèse de doctorant , L'universite De Lyon,2016
- [45] M. Spinu, « Evaluation des paramètres physiques et physico-chimiques qui influencent l'accessibilité de la cellulose ». Thèse de doctorat, L'École nationale supérieure des mines de Paris, France, (2010), 200 .
- [46] BOUHANK Salim, Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne : Formulations et caractérisations, Thèse de doctorat, Université Ferhat ABBAS –Sétif 1-,2017.
- [47] Himadri Das, Dipul Kalita, Recent Development of Fiber Reinforced Composite Materials, journal Researchgate, vol , p 456-463, 2014.
- [48] Vi Vi Do Thi , Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non, Université de Grenoble, 11-115, 2011.
- [49] 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 doctorant ,université L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon , 2011.
- [50] Richard Ntenga, Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites . thèse de doctorant . UNIVERSITÉ BLAISE PASCAL(UBP) - C LERMONT I,2007.
- [51] D, HAMMICHE, Effet d'un Nouvel Agent Compatibilisant PVC-g-MA sur les Performances des Composites Polychlorure de Vinyle/Alfa, UNIVERSITE A. MIRA DE BEJAIA, 2013
- [52] Michaud F. Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique: aptitude au postformage, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, 2003, pp 1-235
- [53] N, Samira, Effet de la modification chimique des déchets lignocellulosiques sur les propriétés physico-chimiques des composites PVC/Papier journal, thèse doctorat, UNIVERSITE A. MIRA DE BEJAIA, 2014.

CHPITRE II

***MATERIAUX ET
TECHNIQUES
EXPERIMENTALES ET
CHARACTERISATIONS***

CHAPITRE II

MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET CARACTERISATIONS

II.1. MATERIAUX

II.1.1. Le polypropylène

Le polymère utilisé est le polypropylène (ISPLEN, PP080G2M), sous forme de granulés de couleur blanche, Le Polypropylène est fourni de l'entreprise énergétique mondiale REPSOL. C'est un homopolymère à haute fluidité destiné au moulage par injection. Il est largement utilisé pour la production de biens de consommation tels que les nôtres :

- Les récipients alimentaires et les emballages rigides.
- Flacons à vide et flacons cosmétiques.
- Meubles de jardin et de maison
- Produit de base pour les composés

Ses caractéristiques sont résumées dans le tableau II.1

Tableau II.1 : Caractéristique de Polypropylène.

Propriétés	Valeurs	Unité
Indice de fluidité (230 °C; 2.16 kg)	20	g/10 min
Température de fusion	190 - 250	°C
Densité	905	kg/m ³
Module de flexion	1600	MPa
Résistance à l'impact Charpy à 23°C	3	kJ/m ²
Température de déflexion à 0.45MPa	85	°C
Dureté Shore	70	D Scale



Figure II.1 : la poudre de polypropylène

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.

Formule 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 moléculaire	Densité	Pureté
HCl	36.46g/mol	1.18	35-38%

II.1.4. Acide méthacrylique

L'acide méthacrylique utilisé a été produite par la société **SIGMA-ALDRICH**, ses caractéristiques sont représentées dans le tableau II.4.

Tableau II.4: Caractéristiques d'acide méthacrylique

Formule chimique	Masse molaire	Pureté
$C_4H_6O_2$	86.0892 g/mol	99%

II.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.2.1. Préparation de fibre de palmier

La foliole de palmier dattier utilisées dans notre étude proviennent de la région de M'RARA EL OUED située au sud de l'Algérie, afin de préparer les feuilles, nous passons par les étapes représentées par :

- Les feuilles de palmier sont lavées avec de l'eau froide afin d'éliminer les impuretés puis sont mises sur un support propre, pour sécher à l'air libre pendant quatre jours.
- Les fibres de palmier sont découpées à une longueur de 1 à 2 cm, ensuite ils sont broyés par un broyeur à poivre puis à l'aide d'un moulin électrique.
- Le tamisage des fibres obtenues à travers plusieurs tamis de différents diamètres.
- Les fibres obtenues ont une taille entre 50 à 100 μ m.



A



B



C

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

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

Dans un bécher, on immerge 300 g des fibres de palmier dans une solution de NaOH à 5wt%/v, pendant 30min. Les fibres sont ensuite rincées plusieurs fois avec de l'eau distillée contenant quelques gouttes d'acide chlorhydrique afin de neutraliser l'excès de la soude, suivit par un lavage avec l'eau distillée.



Figure II.3: Traitement des fibres de palmier par mercerisation

II.2.3. Modification chimique des fibres de palmier par l'acide méthacrylique

On introduit les fibres de palmier traitées par la soude dans un bécher contenant la solution d'acide méthacrylique dissous dans l'éthanol (3% v/v). Pendant 1 h pour achever l'estérification. Enfin, les fibres sont filtrées et séché dans un four à 80°C pendant 24 h, puis conservés dans un dessiccateur.



Figure II.4 : Fibres de palmier après le traitement de dichromate de potassium

II.3. ELABORATION DES COMPOSITES PP/ FIBRES DE PALMIER

II.3.1.Préparation des mélanges

Les composites PP/fibre de palmier dattier ont été préparés avec des fibres non traitées et traitées à des taux de fibres de 10,20 et 30wt%.

Tableau II.5 : Composition des différentes formulations

Formulations	Composition%		
	PP	FNT	FTAc
PP	100%	-	-
PP/FNT ₁₀	90%	10	-
PP/FNT ₂₀	80%	20	-
PP/FNT ₃₀	70%	30	-
PP/FTAc ₁₀	90%	-	10
PP/FTAc ₂₀	80%	-	20
PP/FTAc ₃₀	70%	-	30

F₀= PP vierge; PP/FNT₁₀= Formulation à 10% des fibres non traitées; PP/FTAc₁₀= Formulation à 10% des fibres traitées par l'acide méthacrylique.

II.3.2. Extrusion monovis

Les mélanges précédents vont alimenter une extrudeuse de type PolyLab OC au niveau du laboratoire de génie mécanique LGM de l'université de Biskra. Les températures maximales ont été maintenues entre 190 et 230°C et la vitesse de rotation de la vis est fixée à 45tours/minute.

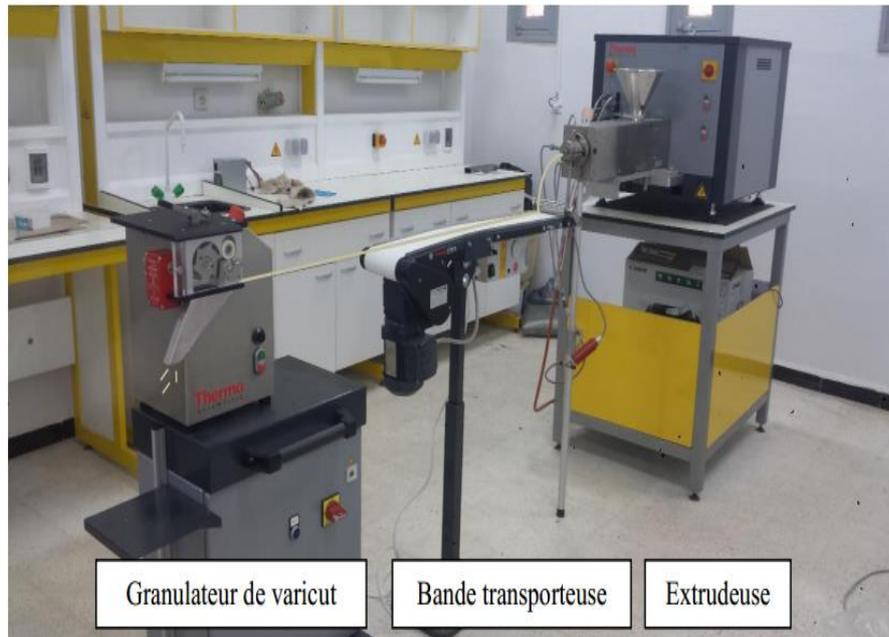


Figure II.6 : Extruzeuse de type PolyLab OC

II.3.3. Moulage des composites

Pour mouler nos échantillons, nous utilisons une presse hydraulique de marque Schwabenthan polystat 300S. Elle est constituée de deux plaques dont les températures sont asservies par un régulateur. Le moulage des composites s'effectue alors de la façon suivante : les bandes obtenues par extrusion sont introduites dans le moule entre deux feuilles d'aluminium et compressées à l'aide de la presse, à une température de 230°C, sous une pression de 300 bar et pendant un temps de séjour de 15 min. Un préchauffage est réalisé jusqu'à une fusion préliminaire du mélange, afin d'éviter la présence des bulles d'air, un dégazage est effectué avant l'application de la pression finale. Des plaques d'épaisseur de 2 mm sont obtenues, elles sont par la suite découpées sous forme d'haltère et carrés pour servir dans les différents tests de caractérisation.



Figure II.8 : La presse utilisée (SCHWABENTHAN POLYSTAT 300S)

II.3. TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS

II.3.1. Analyse spectrale par IRTF

Les mesures de spectroscopie infrarouge des différents échantillons, ont été enregistrées à l'aide d'un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier (IRTf) de modèle SHIMADZU FTIR-8400S qui est installé au laboratoire de chimie de l'université de Biskra (Figure II.2). Les échantillons à analyser sont préparés sous forme des pastilles. Il s'agit d'un mélange d'une petite quantité (~5% en masse) de fibres préalablement broyées (traitées, ou non traitées) à 95% en masse de bromure de potassium (KBr). La plage de balayage est comprise entre 400 et 4000 cm^{-1} avec une résolution de 2 cm^{-1} .



Figure II.9 : spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S

II.3.2. Tests mécaniques de traction

C'est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé, qui consiste à soumettre une éprouvette en forme d'altère de type « H2 », dans les mâchoires d'un dynamomètre. La mesure des propriétés mécaniques à la rupture des plaques est effectuée au niveau de laboratoire de « UNICAB » à Biskra à l'aide d'une machine de traction de type Zwick / Roell (Figure II.10), selon la norme ISO 527. La vitesse de déformation est maintenue constante à 250 mm/min.



Figure II.10 : La machine de traction utilisée.

CHPITRE III

***RESULTATS ET
DISCUSSIONS***

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSIONS

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

III.1.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR

Les spectres infrarouge des fibres de palmier non traités (FNT) et modifiées avec l'acide méthacrylique (FTAc) sont donnés dans la figure III.1. Le pic vers 3420 cm^{-1} qui correspond à la vibration de valence des liaisons O-H correspond à l'ensemble des hydroxyles, primaires et secondaires [1]. Les bandes d'intensité moyenne centrées vers 2920 et 2854 cm^{-1} traduit les vibrations d'élongation symétrique et asymétrique des liaisons C-H du groupe $-\text{CH}_2$ des segments de la cellulose et de la lignine [2]. La vibration d'élongation de la liaison C=O située à 1735 cm^{-1} correspond aux groupements carbonyles C=O de l'hémicellulose [3].

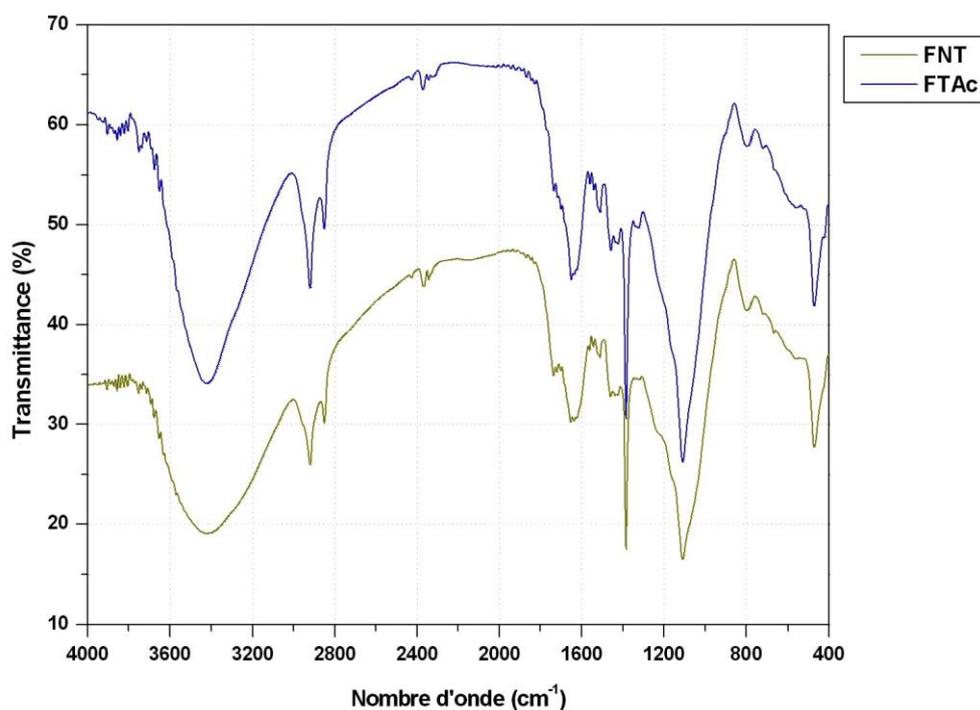


Figure III.1 : Spectres IRTF des fibres de palmier dattier traitées et non traitées

Les bandes à 1624 et à 1655 cm^{-1} sont affectées à l'eau absorbées par la fibre de palmier non traitée par suite à son caractère hydrophile très prononcé [4]. Le faible pic situé à 1513 cm^{-1} correspond à la vibration du cycle benzénique de la lignine [5], les pics situés à 1458, 1425 et à 1384 cm^{-1} sont des pics dues aux vibrations de déformation des groupements $-\text{CH}_2$ et $-\text{CH}_3$, contenus dans les structures de la lignine et l'hémicellulose [6]. Le pic situé à 1229 cm^{-1} présente la vibration d'élongation de la liaison C-O de la lignine [4, 6].

Les pics dus au groupe alcool de la cellulose (déformation OH) sont caractérisés par les pics situés à 1370 et 1335 cm^{-1} alors que le pic à 1316 cm^{-1} correspond à la flexion CH_2 de la cellulose. L'étirement glycosidique symétrique C-O-C ou mode d'étirement en anneau à 1100 cm^{-1} et la vibration d'étirement C-OH du squelette de la cellulose à 1050 cm^{-1} (alcool secondaire C-O) proviennent des composants polysaccharidiques (c'est-à-dire en grande partie de la cellulose) [7, 8].

Le traitement des fibres de palmier dattier avec l'acide méthacrylique (FTAc) a augmenté l'absorbance dans les régions 1737-1765 cm^{-1} et 1111- 1323 cm^{-1} . L'absorbance dans la région 1737-1765 cm^{-1} est due à l'estérification des groupes hydroxyles qui a entraîné une augmentation des vibrations d'étirement du groupe carbonyle (C=O). L'apparition du pic à environ 1770 cm^{-1} pour les fibres traitées prouve que les groupes méthacryliques sont impliqués dans une liaison ester avec les groupes hydroxyles des fibres [9]. Par ailleurs on peut proposer le mécanisme réactionnel suivant :

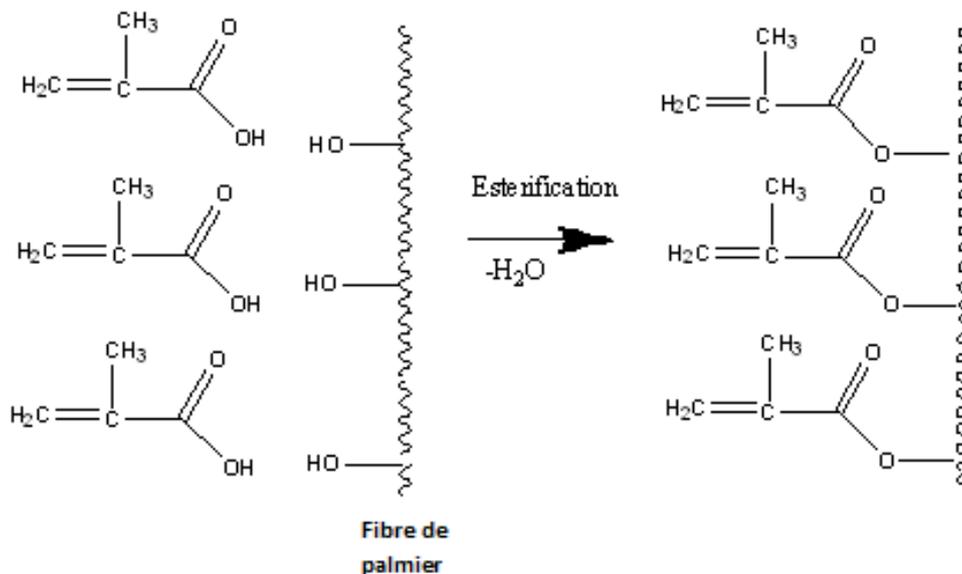


Schéma III.1 : Mécanisme réactionnel entre les fibres de palmier et l'acide méthacrylique.

III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITES ELABORES

III.2.1. Essai de traction

La figure III.2 illustre l'évolution de la contrainte à la rupture des biocomposites PP/fibres de palmier en fonction du taux de charge non traités et traités. La résistance à la traction des biocomposites PP/FNT non traités diminue avec l'augmentation de la teneur en matière de charge. Ceci est dû à la faible adhérence interfaciale, à la faible mouillabilité et à la mauvaise dispersion entre les fibres hydrophiles FNT et la matrice hydrophobe en polypropylène PP [8, 9]. Néanmoins, le traitement des fibres de palme à l'acide méthacrylique FTAc dans les biocomposites PP a augmenté la résistance à la traction des biocomposites PP/FTAc. Ce comportement est attribué à la présence d'une forte adhésion interfaciale et d'une meilleure dispersion entre les fibres traitées et la matrice PP. L'acide méthacrylique réagit par estérification avec le groupe hydroxyle des fibres pour former une liaison hydrogène. L'amélioration de la propriété de traction des biocomposites traités est une indication d'une meilleure adhérence à l'interface entre les fibres de palmier et le PP après traitement chimique [10].

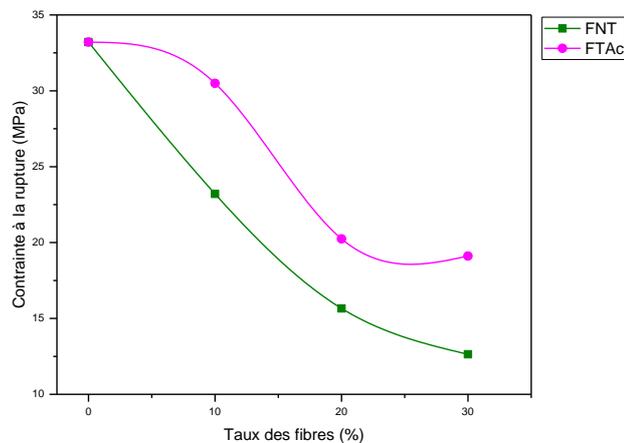


Figure III.2 : Evolution de la contrainte à la rupture de PP vierge et ces composites en fonction du taux des fibres traitées et non traitées

L'évolution de l'allongement à la rupture des composites traités et non traités en fonction du taux des fibres de palmier dattier est illustrée sur la figure III.3. On peut constater que l'allongement à la rupture des biocomposites non traités a chuté de façon spectaculaire à une teneur plus élevée en FNT. La fragilité et la rigidité des biocomposites PP/FNT ont augmenté avec l'augmentation de la teneur en FNT et ont réduit la mobilité de la chaîne polymère. Toutefois, les biocomposites PP/FTAc traités à l'acide méthacrylique présentent un allongement à la rupture inférieur à celui des biocomposites PP/FNT non traités. Le traitement de la surface

de la charge avec de l'acide méthacrylique a renforcé la rigidité des biocomposites et réduit la ductilité des composites [11].

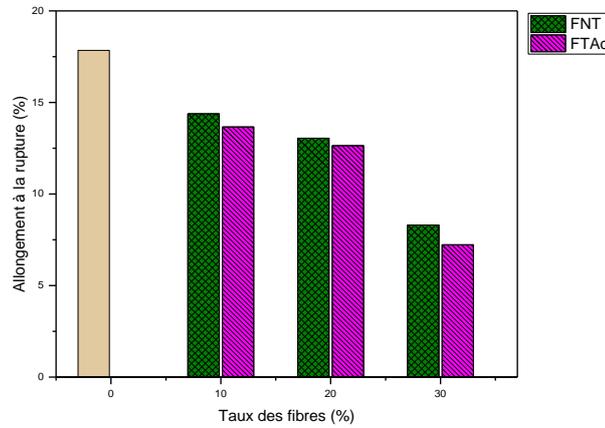


Figure III.3: Evolution de l'allongement à la rupture de PP vierge et ces composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitée

La figure III.4, représente l'évolution du module d'Young en fonction du taux des fibres de palmier traitées et non traitées. Le module d'élasticité des biocomposites non traités augmentait avec l'augmentation de la teneur en FNT. Il est connu que les charges qui ont une rigidité plus élevée que la matrice peuvent augmenter le module des biocomposites [12]. Les biocomposites PP/FTAc traités ont un module d'élasticité plus élevé que les biocomposites non traités. Ce résultat prouve que la rigidité des biocomposites PP/FTAc augmente avec le traitement chimique [13].

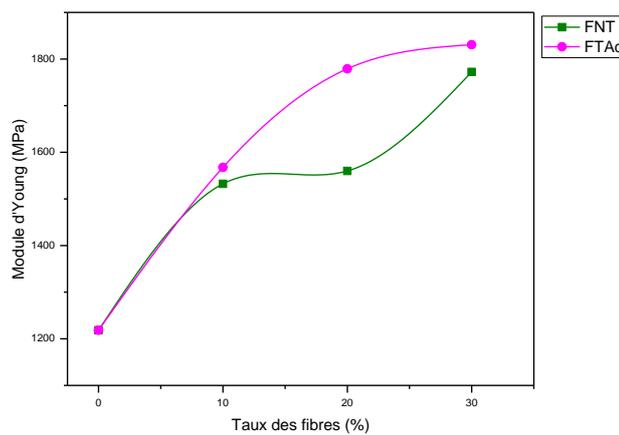


Figure III.4 : Evolution de module d'Young de PP vierge et ces composites en fonction du taux des fibres traitées et non traitées.

Références

- [1] F. CHIGONDO, P. SHOKO, B. C. NYAMUNDA, U. GUYO, M. MOYO, maize stalk as reinforcement in natural rubber composites, international journal of scientific and technology research, 2: 263-271, 2013.
- [2] M. A. RAHMOUNE, A. BENHAMOU, F. FERNANE, J. TOUFAILY, effect of treatment with soda and dimethoxy dimethyl silane on water absorption and thermal stability of olive pomace flour and date stone, j. mater. environ, 6: 2655-2664, 2015
- [3] P. GAÑÁN , J. CRUZ , S. GARBIZU, A. ARBELAIZ, I. MONDRAGON, stem and bunch banana fibers from cultivation wastes: effect of treatments on physic chemical behavior, wiley inter science journal, 94: 1489–1495, 2004.
- [4] 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.
- [5] S. NEDJMA, H. DJIDJELLI, A. BOUKERROU, D. BENACHOUR, N. CHIBANI, deinked and acetylated fiber of newspapers, journal of applied polymer science, 123: 1-7, 2012.
- [6] L. P. XIAO, Z. J. SUN, Z. J. SHI, F. XU, R. C. SUN, impact of hot compressed water pretreatment on the structural changes of woody biomass for bioethanol production, bioressouces, 6: 1576-1598, 2011.
- [7] M. BEZTOUT, A. BOUKERROU, H. DJIDJELLI, C. BARRES, F. FENOUILLOT, effects of acetylation process and cellulose content on the mechanical, thermal, morphological and rheological properties of poly (vinyl chloride)/cellulose composites cellulose chemistry and technology, 49: 517-528, 2015.
- [8] GARSIDE P, WYETH P. identification of cellulosic fibres by FTIR spectroscopy i: thread and single fibre analysis by attenuated total reflectance. stud conserv 2003;(48):269–75.
- [9] FRISONI G, BAIARDO M, SCANDOLA M. natural cellulose fibers: heterogeneous acetylation kinetics and biodegradation behavior. biomacromolecules 2001;2(2):476–82.
- [10] COLOM X, CARRILLO F, NOGUE'S F, GARRIGA P. structural analysis of photodegraded wood by means of ftir spectroscopy. Polym degrad stabil 2003;(80):543–9
- [11] H SALMAH, SC KOAY, O HAKIMAH, Surface modification of coconut shell powder filled polylactic acid biocomposites, Journal of Thermoplastic Composite Materials, 2012, 26(6) 809–819.
- [12] M.J. JOHN, R.D. ANANDJIWALA, Chemical modification of flax reinforced polypropylene composites. Compos Part A 2009; 40: 442–448.
- [13] YASUJI KURIMOTO, SEI SASAKI, Preparation of acetylated wood meal and polypropylene composites I: acetylation of wood meal by mechanochemical processing and its characteristics, J Wood Sci (2013) 59:209–215.

***CONCLUSION
GENERALE***

CONCLUSION GENERALE

L'étude réalisée dans ce travail avait pour objectif d'élaborer des composites à base de polypropylène renforcé par la fibre de palmier dattier. Nous nous sommes intéressés particulièrement au problème d'adhésion à l'interface farine /matrice. Par ailleurs, l'une des modes de traitement a été choisie : le traitement avec l'acide méthacrylique. La mise en évidence de la modification a été examinée par l'analyse IRTF, et l'impact des traitements sur les propriétés mécaniques des biocomposites ont été de même étudiés. Compte tenu des résultats obtenus, on peut conclure que :

- Les résultats en infrarouge ont montré que la structure de la fibre de palmier dattier a changé après le processus de traitement. Cette modification confirmée par l'estérification des groupes hydroxyles qui a entraîné une augmentation des vibrations d'étirement du groupe carbonyle (C=O) de pic à 1737 cm^{-1} après le traitement.
- L'étude des propriétés mécaniques (traction) a montré que la contrainte et l'allongement à la rupture des composites diminuent avec l'augmentation du taux de la fibre.
- La modification de la surface de la charge à l'aide de l'acide méthacrylique a amélioré la résistance à la traction, le module d'élasticité des biocomposites PP/FTAc.

Résumé

Ce manuscrit comporte une étude de l'effet d'estérification des fibres de palmier sur les propriétés des composites en polypropylène (PP) renforcé par des fibres avec des taux de charge variant de 10 à 30%. Les fibres ont été traitées avec l'acide méthacrylique. La mise en évidence de la modification a été examinée par l'analyse IRTF, l'impact de traitement chimique sur les propriétés mécaniques des bio composites a été étudié.

Mots clé : matériaux composites, polypropylène, fibres de palmier dattier, propriétés mécanique, l'acide méthacrylique.

Abstract

This manuscript includes a study of the esterification effect of palm fibers on the properties of fiber-reinforced polypropylene (PP) composites with filler rates ranging from 10 to 30%. The fibers were treated with methacrylic acid. The demonstration of the modification was examined by FTIR analysis; the impact of chemical treatment on the mechanical properties of bio composites was studied.

Key words: composite materials, polypropylene, palm fibers, mechanical properties, methacrylic acid.

المخلص

تهدف هذه الدراسة إلى تسليط الضوء على تأثير تفاعل الأسترة لألياف النخيل على خواص مركبات البولبي بروبيلين (PP) المقواة بالألياف بمعدل تحميل من 10 إلى 30%. تمت معالجة الألياف بحمض الميثاكريليك، التغييرات التي حدثت بعد المعالجة تم تحليلها بواسطة تقنيات مختلفة مثل: الأشعة تحت حمراء FTIR، و تأثير المعالجة على الخصائص الميكانيكية للمركبات تمت دراستها .

الكلمات الدالة: المواد المركبة، البولبي بروبلي، ألياف النخيل، الخصائص الميكانيكية، حمض الميثاكريليك.