



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de génie mécanique

MÉMOIRE DE MASTER

Sciences et Technologies
Génie mécanique
Construction mécanique

Réf. : ...

Présenté et soutenu par :
Amraoui Samir

Le : mercredi 23 septembre 2020

Effet du traitement de surface sur les propriétés physico-chimique de composite PVC

Jury :

Dr.	GUERIRA BELHI	Grade M.C.A	Président
Dr.	DRIAS NOUREDINE	Grade M.C.B	Rapporteur
Dr.	DJMOUI MOHAMEDI	Grade M.C.B	Examineur

Résumé

Cette étude vise à éclairer l'exploitation des déchets cellulosiques ; une attention particulière étant portée aux fibres de palme utilisées comme matériau de support dans la fabrication de matériaux composites à matrice PVC.

Ce travail comprend deux parties principales. En premier lieu, nous nous sommes intéressés au traitement des fibres de palme par deux types de réactions chimiques (acétylation et traitement alcalin). Deuxièmement, la fabrication de composés de chlorure de polyvinyle, où nous avons étudié l'effet de la teneur et du traitement des fibres sur les propriétés des composés, et dans le but de déterminer certaines propriétés, nous avons effectué des tests tels que les essais de traction et de dureté.

Mots clés : Polychlorure de vinyle, Palmier dattier, Matériaux composites, acétylation, mercerisation.

المخلص

تهدف هذه الدراسة إلى تسليط الضوء على استغلال النفايات السلولوزية، اهتمام خاص بألياف النخيل كمادة داعمة في صناعة المواد المركبة ذات مصفوفة البولي كلوريد فينيل.

اهتمامنا بمعالجة ألياف النخيل باستعمال نوعين من التفاعلات يحتوي هذا العمل على جزئين رئيسيين. أولاً الكيميائية (الاستلة، المعالجة القلوية). ثانياً، صناعة مركبات البولي كلوريد فينيل حيث قمنا بدراسة تأثير المحتوى ومعالجة الألياف على خصائص المركبات ولتحديد بعض الخصائص قمنا بإجراء بعض الاختبارات مثل اختبارات الشد.

الكلمات المفتاحية: بولي كلوريد فينيل، الياف نخيل، المواد المركبة، أستلة، المعالجة القلوية.

Dédicace :

Je dédie ce modeste travail à mes chers parents

A mes frères et sœurs et toute la famille

A tous mes professeurs

A tous mes amis et mes collègues

A toute personne qui m'a aidée de près ou de loin

Remerciements

Je remercie le bon Dieu de m'avoir donné toute la patience, le courage, la volonté et la motivation qui m'ont permis de mener à bien ce travail jusqu'à sa fin.

Je remercie tous les membres de ma famille qui m'ont aidés et encouragés durant mes longues années d'étude.

Mes remerciements les plus vifs en priorité à mon encadreur drias Noureddine et président guerira belhi, Je voudrais exprimer mes sincères remerciements et ma gratitude à Mme Boussehel Hamida pour ses efforts.

Et je n'oublie pas les membres de jury.

Merci à toutes les personnes qui m'ont aidées

Moralement et matériellement.

En fin, je remercie toute l'équipe de laboratoire de mécanique,

Ainsi que tous les étudiants de ma promotion.

Liste des Tableaux :

Tableau I.1 : caractéristiques des résines thermodurcissables.....	7
Tableau I.2 : caractéristique de thermoplastique.....	8
Tableau I.3 : les principales caractéristiques des matrices polymères thermodurcissables et thermoplastiques.	8
Tableau I.5 : Principales propriétés physiques du PVC rigide et du PVC souple.	10
Tableau I.6 : principaux avantages et inconvénients des fibres végétales.	12
Tableau II.1 : Caractéristiques de polychlorure de vinyle.	21
Tableau II.2 : Caractéristiques de l'hydroxyde de sodium.	22
Tableau II.3 : Caractéristiques de l'acide acétique.....	22
Tableau II.4 : Les caractéristiques de l'anhydride acétique.....	22
Tableau II.5 : Les caractéristiques de l'acide sulfurique.....	23
Tableau II.6 : Composition des différentes formulations.....	25

Liste des Figures :

Figure I.1 : Schéma descriptif de la structure d'un matériau composite.....	5
Figure I.2: Les différents types de fibres naturelles.....	6
Figure I.3: Le pourcentage des différentes utilisations du PVC	11
Figure I.4: Représentation schématique d'une fibre végétale.....	13
Figure I.5 : Structure chimique de la cellulose.....	14
Figure I.6 : Représentation des micro-fibrilles constituant les fibres de cellulose	14
Figure I.7 : Structure moléculaire de la lignine.....	15
Figure I.8 : Structure moléculaire de l'hémicellulose.....	16
Figure I.9 Quatre parties du palmier dattier.....	17
Figure I.10 : Images MEB d'une fibre de bois de palmier dattier : vue longitudinale (A), vue transversale (B), zoom de la vue transversale (C).....	18
Figure II.1 : Les granulées de polychlorure de vinyle PVC.....	21
Figure II.2 :[A] Fibre de palmier avant découpage, [B] fibre découpée [C] fibre broyage.....	23
Figure II.3: Tamiseuse.....	24
Figure II.4 : Les fibres de palmier.....	24
Figure II.5: Fibres après le traitement alcalin.....	24
Figure II.6: Fibres après le traitement d'acétylation.....	25
Figure II.7: Calandrage utilisés dans la préparation des composites.	26
Figure II.8 : le film du composite obtenu par la calandre.....	27
Figure II.9: la presse utilisée pour la préparation des plaques.	27
Figure II.10 : le moulage et l'obtention des plaques.	28
Figure II.11: Spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S.....	28
Figure II.12 : La machine de traction utilisée.	29

Figure.II.13: Schématisation de l'essai de traction.....	29
Figure II.14: Test de stabilité thermique.....	30
Figure II.15 : Microscope électronique.....	31
Figure II.16: Duromètre utilisé.	31
Figure III.1 : Spectres IRTF des fibres de palmier dattier ; (a) fibres non traitées, (b) fibres traitées par acétylation, (c) fibres traitées par la soude.	34
Figure III.2 : Mécanisme réactionnel d'acétylation des fibres de palmier.	34
Figure III.3 : Réaction entre la cellulose et la soude (NaOH).	35
Figure III.4 : Evolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du taux des fibres traitées et non traitées.....	35
Figure III.5: Evolution de l'allongement à la rupture de PVC vierge et ces composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées.....	36
Figure III.6 : Evolution de module d'Young de PVC vierge et ces composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées.....	37
Figure III.7 : Evolution de la dureté Shore D de PVC vierge et des composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées.....	38

Liste des abréviations :

PLA	Acide poly lactique
PET	Poly (téréphtalate d'éthylène)
PE	Polyéthylène
PP	Polypropylène
PS	Polystyrène
PVC	Polychlorure de vinyle
GPa	Gigapascal
MEB	Microscopie électronique à balayage
MPa	Mégapascal
FTIR	Analyse spectrale par Infrarouge à Transformée de Fourier.
FNT	Fibre de palmier dattier non traitée
FTA	Fibre de palmier dattier traitée par acétylation
FTM	Fibre de palmier dattier traitée par mercérisation à 5% de NaOH
	Allongement à la rupture
PVC/FNT	Formulation du composite à matrice de PVC et fibres non traitées
PVC/FTA	composite à matrice de PVC et fibres traitées par acétylation
PVC/FTM	composite à matrice de PVC et fibres traitées par mercérisatio
F10NT	Formulation à 10% de fibre non traitée
F30NT	Formulation à 30% de fibre non traitée
F10TA	Formulation à 10% de fibre traitée par acétylation
F30TA	Formulation à 30% de fibre traitée par acétylation
F10TM	Formulation à 10% de fibre traitée par la soude à 5%.
F30TM	Formulation à 30% de fibre traitée par la soude à 5%.

Sommaire :

Dédicace

Remerciements

Liste des Tableaux.....I

Liste des Figures..... II

Liste des abréviations.....IV

Sommaire V

Introduction générale.....2

CHAPITRE I : Généralités sur les matériaux composites.....4

I.1. Généralité.....4

I.1. Situation économique.....4

I.2. les matériaux composites.....4

I.2.1. Définition4

I.2.2. Le renfort.....5

I.2.3. La matrice6

I.2.3.1.Classification des matériaux composites.....6

I.2.3.1.a. Les matrices organiques6

I.2.3.1.b. Les matrices métalliques.....6

I.2.3.1.c. Les matrices minérales.....7

I.2.3.2. Matrice polymère.....7

I.2.3.2.a. Les thermoplastiques.....7

I.2.3.2.b. Les thermodurcissables.....8

I.3. POLYCHLORURE DE VINYLE SYNTHÈSE PROPRIÉTÉS ET APPLICATION.....9

I.3.1. Notions sur le polychlorure de vinyle PVC9

I.3.2. Synthèse du polychlorure de vinyle.....9

I.3.3. Propriétés physico-chimiques du PVC.....9

I.3.3. Applications du PVC.....10

I.4. LES FIBRES NATURELLES.....11

I.4.1. Définition de la fibre végétale.....12

I.4.2. Classification des fibres végétales.....12

I.4.3 La composition chimique des fibres végétales.....13

I.4.3.a. Cellulose.....13

I.4.3.b. Les lignines.....	15
I.4.3.c. Les hémicelluloses.....	15
I.4.4. Les propriétés des fibres naturelles.....	16
I.3.2.a. Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales.....	16
I.3.2.b. Caractéristiques thermiques et acoustiques des fibres végétales.....	16
I.3.3. Fibre de palmier dattier.....	17
I.3.4.a. Les Folioles.....	17
I.3.4.b. Propriétés des fibres palmier dattier.....	18
I.3.3.c L'incorporation du bois de palmier dattier dans une matrice polymère.....	19
CHAPITRE II : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET CARACTERISATIONS.....	20
II.1. MATERIAUX UTILISE.....	21
II.1.1. Le polychlorure de vinyle.....	21
II.1.2. L'hydroxyde de sodium.....	22
II.1.3. Acide acétique.....	22
II.1.4.L'anhydride acétique.....	22
II.1.5. L'acide sulfurique.....	23
II.1.6. Fibres de palmier dattier.....	23
II.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....	24
II.2.1. Modification chimique des fibres de palmier dattier.....	24
II.2.1.1. Modification chimique des fibres de palmier par la soude NaOH (mercerisation)	24
II.2.1.2. Modification chimique des fibres de palmier par acétylation.....	25
II.2.2. Elaboration des composites PVC/ Fibres de palmier dattier.....	25
II.2.3. Calandrage.....	26
II.2.4. Moulage par compression.....	27
II.3. TECHNIQUES DE CARACTERISATION.....	28
II.3.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR.....	28
II.3.2. Essai de traction.....	28
II.3.3. Test de stabilité thermique.....	28
II.3.4. Test d'absorption d'eau.....	30
II.3.5. Analyses morphologiques par MEB.....	30
II.3.6. Test de Dureté Shore D.....	31
CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS.....	32

III.1. CARACTERISATION DES FIBRES DE PALMIER DATTIER.....	33
III.1.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR.....	33
III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITES ELABORES.....	35
III.2.1. Essai de traction.....	35
III.2.1.1. Contrainte à la rupture.....	35
III.2.1.2. Allongement à la rupture.....	36
III.2.1.3. Module d'Young.....	37
III.2.2. La dureté Shore D.....	38
Conclusion générale.....	39
Bibliographie.....	41

INTRODUCTION GENERALE

La recherche pour de nouveaux matériaux a pris une place significative dans l'histoire de la technologie. Les industrialistes utilisent de plus en plus les matériaux composites avec des fibres comme des renforts. En particulier, ils ont cherché pour concevoir, développer et pour caractériser de nouveaux matériaux pour l'utilisation dans des secteurs de hautes technologies comme l'aéronautique, l'armée et dans d'autres quotidiens domaines comme les applications automobiles, commodité, et les habitats [1].

En Europe, les constructeurs automobiles utilisent des tapis fabriqués à base d'abaca. Notamment, le lin et le chanvre sont utilisés dans la fabrication des portes à panneaux pressés, tablettes arrière, dossiers de siège, boucliers moteur et appuie-tête. Pour les consommateurs, les composites à base des fibres végétales dans les voitures fournissent une meilleure isolation thermique et acoustique, par rapport aux fibres synthétiques [2].

La tendance à utiliser les fibres naturelles est la disponibilité, le faible coût, biodégradabilité aussi qu'ils constituent un ressource renouvelable. Les recherches dans les années passées ont été focalisées sur les déchets résiduels d'agriculture pour l'utilisation des fibres naturelles comme des renforts dans les matériaux composites [3,4].

L'exploitation des palmiers dattiers produit annuellement une quantité importante de bois, estimée à environ 25 milles de tonnes pour l'Algérie seulement et presque 2 millions de tonnes mondialement. Ces parties renouvelables de l'arbre sont actuellement très peu exploitées. Ce type de matériau est ainsi actuellement envisagé comme matériau de renforcement dans des domaines variés [5].

LE palmier dattier est la plante la plus répandue dans la région de Biskra, et il se compose de (palmier à feuilles groupées). En raison de la difficulté d'adhésion entre le composite à matrice polymère et les renforts en fibres naturelles en raison de la nature hydrophobe de la plupart des polymères et du caractère hydrophile de la fibre.

Afin d'améliorer la matière organique, nous utilisons un traitement chimique intermédiaire comme solution puissante et efficace, Notre travail consiste donc à étudier l'effet du traitement chimique (fibres / matrice).

CHAPITRE 1

Généralités sur les
matériaux composites

I.1. Généralité :

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. Situation économique :

Comparée aux 18 millions de tonnes de métaux ouvrées chaque année, l'industrie des composites n'est encore aujourd'hui qu'une petite industrie : elle ne représente que 300 à 350 mille tonnes de produits finis. L'industrie des matériaux composites a bénéficié d'une croissance régulière, soutenue en particulier par la diversité des applications. Les composites trouvent leurs principales applications dans les transports automobiles, aériens (civil, militaire), maritime et ferroviaire, le bâtiment, le matériel médical, la construction civile, l'aérospatial ainsi que dans le sport et loisirs [3, 4].

I.2. les matériaux composites :

I.2.1. Définition et intérêt d'un matériau composite :

Un matériau composite est par définition, une combinaison à l'échelle microscopique de deux ou plusieurs constituants à structures différentes, qui permet l'obtention d'un matériau dont les propriétés sont supérieures à celles de chacun pris individuellement. Constitué d'une ossature appelée renfort généralement sous forme filamentaire qui supporte les efforts mécaniques, et d'une protection appelée matrice, généralement une matrice polymère [5].

Les matériaux composites sont divisés en deux parties, en général:

- Le renfort qui joue le rôle de squelette ou d'armature ; il assure la tenue mécanique (résistance à la traction et rigidité). Souvent il est de nature filamentaire (fibre organique).
- La matrice qui lie les fibres (renfort), répartit les efforts (résistance à la compression ou à la flexion ou à la traction), assure aussi la protection chimique.

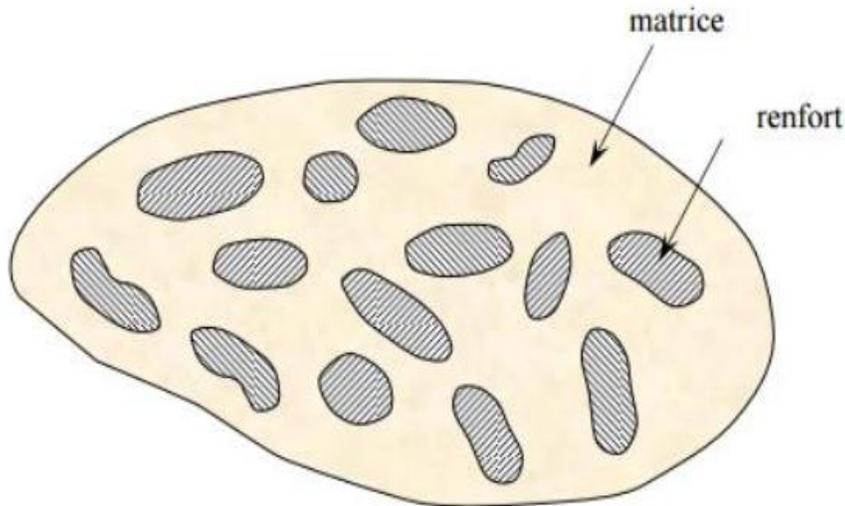


Figure I.1 : Schéma descriptif de la structure d'un matériau composite [6].

I.2.2. Renfort:

Le renfort constitue le squelette ou l'armature du composite et a pour fonction de supporter l'essentiel de l'effort mécanique appliqué au matériau. Il se présente généralement sous forme fibreuse et se compose de plusieurs centaines, voire de plusieurs milliers de filaments de très petit diamètre (5 à 20 μm). Sa nature fibreuse permet d'obtenir un matériau anisotrope avec un renforcement dans des directions préférentielles [7].

L'incorporation d'une charge au sein d'une matrice permet d'agir sur plusieurs propriétés du matériau composite formé tel que : les propriétés physico-chimiques, les propriétés mécaniques et les propriétés électriques, ainsi que la facilité de mise en œuvre [8].

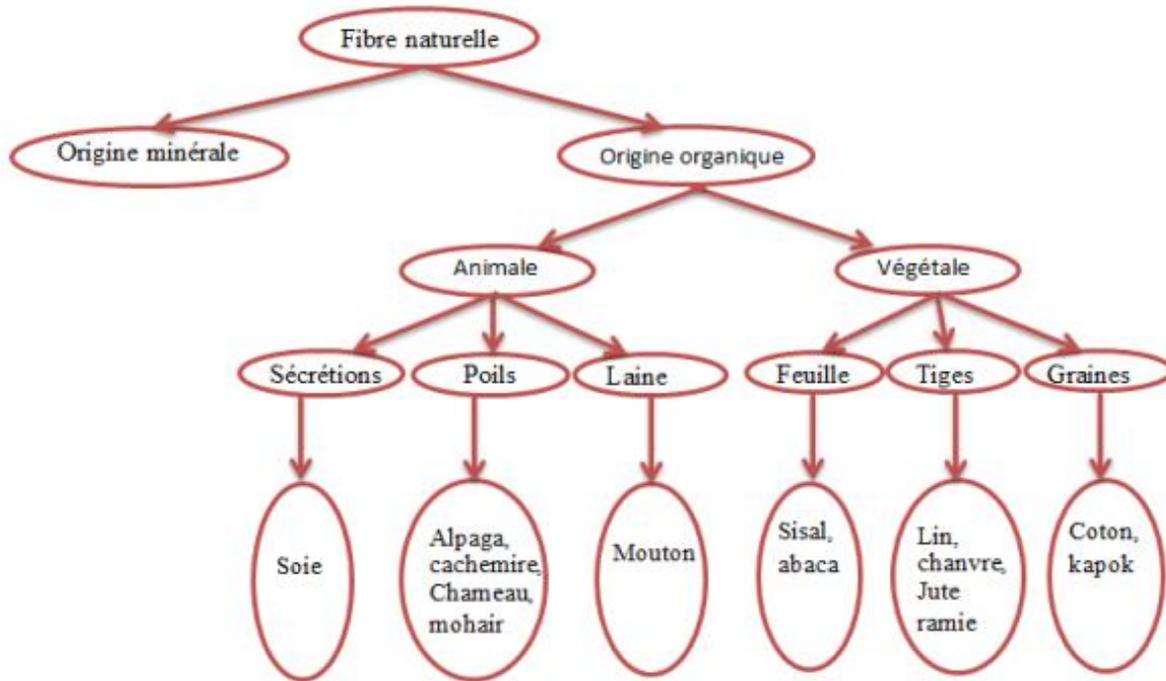


Figure I.2: Les différents types de fibres naturelles[8].

I.2.3.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 [9].

I.2.3.1.Classification des matériaux composites :

Les composites peuvent être classés suivant la nature de leurs matrices en trois groupes :

I.2.3.1.a.Les composites à matrice métallique :

Il a une bonne résistance à la température, de bonnes propriétés électriques et thermiques et une résistance à la corrosion.

I.2.3.1.b. Les composites à matrice céramique :

Les composites à matrice céramique sont réalisés dans le but de remédier au caractère fragile de la céramique et d'améliorer ainsi la ténacité du matériau.

I.2.3.1.c. Les composites à matrice organique :

Il offre des propriétés mécaniques élevées, une résistance élevée à la corrosion, des propriétés électriques et de bonnes propriétés isolantes.

Chacun de ces groupes emploie différents types de renforts et possède des propriétés différentes [10].

I.2.3.2. Matrice polymère

La matrice polymère est divisée en deux catégories: les thermodurcissables et les thermoplastiques.

I.2.3.2.a. Les thermodurcissables

Ils sont de structures réticulées, formant un réseau 3D, des liaisons covalentes assurant les pontages entre les chaînes et ayant des résistances mécaniques et thermiques plus élevées que celles des thermoplastiques, souvent fragiles. Ils sont Infusibles, donc non recyclable. Ils sont rigides jusqu'à la température de décomposition. Les résines thermodurcissables les plus répandues sont les polyesters insaturés, les résines époxydes, et les résines phénoliques [11].

Tableau I.1 : caractéristiques des résines thermodurcissables [12].

Résine	Densité	E (GPa)	σ (MPa)	T max (°C)
Epoxyde	1.2	4.5	130	90-200
Uréthane	1.1	0.7-7	30	100
Polyester insaturé	1.2	4	80	60-200
Urée Formaldéhyde	1.2-1.5	6-10	40-80	140
Phénol Formaldéhyde	1.1-1.3	3-4	35-60	80-300

E : module d'Young **σ** : Contrainte à la rupture **T max** : température maximale d'utilisation

I.2.3.2.b. Les thermoplastiques :

Ils sont caractérisés par une structure linéaire ou ramifiée, amorphe ou semi cristalline. Ils sont des matériaux généralement ductiles, recyclables, fusibles à haute température. Les principales résines thermoplastiques utilisées dans les composites sont : les polyéthylènes téréphtalates (PET), les poly butylènes téréphtalate (PBT), les polycarbonates (PC), le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), le polychlorure de vinyle (PVC). Les propriétés de chaque polymère sont

variables, qu'ils agissent de PP rigide ou souple, de PE haute densité, basse densité ou de PVC et par conséquent la matrice n'apporte pas les mêmes performances [13].

Tableau I.2 : caractéristique de thermoplastique [12].

Polymère	Tg(°C)	Tf(°C)	Densité	σ (MPa)	E(GPa)
PP	5	165	0,92	30	1,2
PLA	50-60	150	**	40-60	3-4
HDPE	-100	134	0,95	28	1,1
PVC	75-105	160-220	1,39	58	2,9
PS	90-100	150-170	1,05	55	3,2
PET	70	255-265	1,30	47	2,6
ABS	90-120	-	1,05	50	2.5

Tableau I.3 : les principales caractéristiques des matrices polymères thermodurcissables et thermoplastiques [14].

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.3. POLYCHLORURE DE VINYLE SYNTHÈSE PROPRIÉTÉS ET APPLICATIONS

I.3.1. Notions sur le polychlorure de vinyle PVC

Le polychlorure de vinyle (PVC) est l'un des polymères les plus utilisés dans le monde. Le polymère a été l'un des premiers matériaux plastiques modernes découverts. Synthétisé pour la première fois en laboratoire au XIXe siècle, il n'a été commercialement exploité qu'à partir du milieu des années 1920 pour avant de connaître un développement spectaculaire dans les années 1950 [15].

I.3.2. Synthèse du polychlorure de vinyle

Le monomère employé lors de la réaction de polymérisation est le chlorure de vinyle, gaz incolore, liquide à -14°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 [16].

I.3.3. Propriétés physico-chimiques du PVC

On distingue, habituellement le PVC non plastifié, qu'on appelle «PVC rigide», du PVC plastifié qui contient une grande quantité de plastifiant et qu'on appelle «PVC souple». Ces deux matériaux présentent des propriétés physiques et mécaniques différentes [17]; Le tableau ci-dessous montre les propriétés physico-chimiques du PVC:

Tableau I.5 : Principales propriétés physiques du PVC rigide et du PVC souple [18].

Propriétés	Unité	PVC rigide	PVC souple
Volumétriques			
Densité		1,38 à 1,40	1,3 à 1,7
Mécaniques			
Contrainte rupture - traction	MPa	45 à 60	10 à 20
Allongement rupture - traction	%	20 à 70	200 à 500
Module élastique - traction	GPa	2,2 à 3,0	n.d.
Module élastique - flexion	GPa	2,0	n.d.
Izod sans entaille	J.cm-1	240 pas de rupture	n.d.
Izod avec entaille	J.cm-1	4 à 6	n.d.
Thermiques			
Température de transition vitreuse	°C	75 à 85	-40 à -10
Température de fléchissement sous charge (1,8 MPa)	°C	60 à 75	n.d.
Electriques			
Résistivité	Ω .cm	1016	1.1012 à 1.101
Permittivité relative	3,4	3 à 5	

I.3.4. Applications du PVC

La grande diversité des propriétés du PVC permet la fabrication des produits les plus divers. Des formulations peuvent, par exemple, être élaborées pour satisfaire aux exigences les plus strictes en matière de santé publique, d'emballage de produits alimentaires, de transport d'eau potable [18], bâtiment et construction, équipements électriques et électroniques ou mode et accessoires [19].

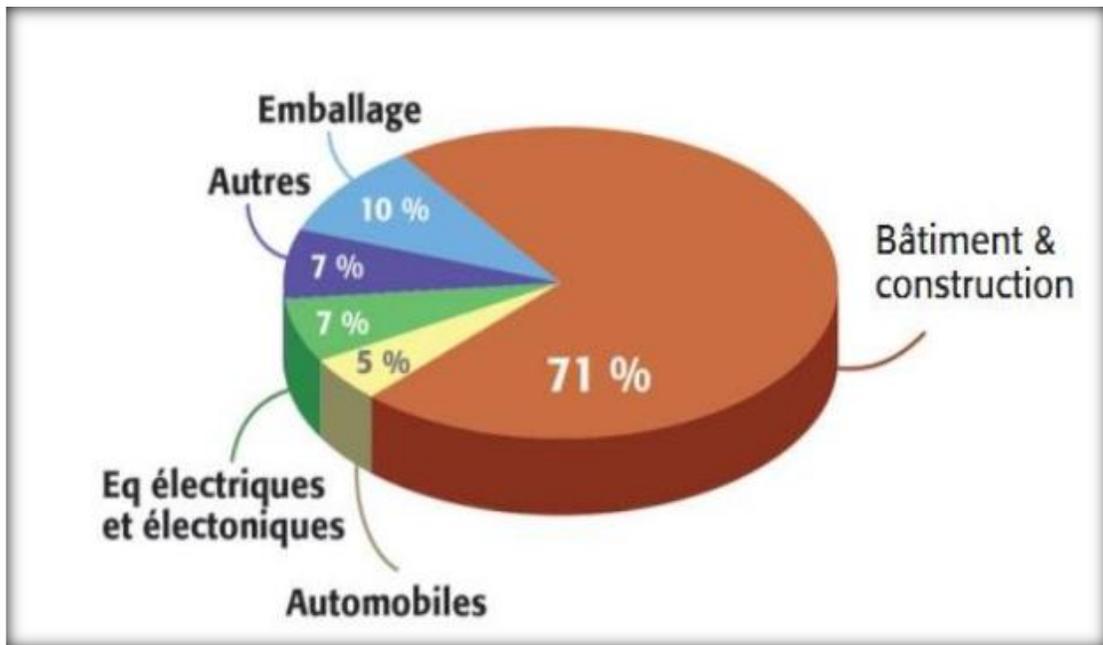


Figure I.3: Le pourcentage des différentes utilisations du PVC [19].

I.4. 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

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 [20].

Le palmier ont certains avantages technico-économiques et écologiques par rapport aux fibres synthétiques (fibres de verre, ...). La combinaison intéressante de leurs propriétés mécaniques et physiques ainsi que leur caractère respectueux de l'environnement a suscité un intérêt dans un certain nombre de secteurs industriels, notamment l'industrie automobile. Les avantages et les

inconvénients de l'utilisation de fibres naturelles dans les composites sont donnés dans le Tableau I.6 [18].

Tableau I.6: principaux avantages et inconvénient des fibres végétales [36].

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

I.4.1. Définition de la fibre végétale :

Les fibres végétales sont réparties entre les fibres libériennes, les fibres de feuilles, de graines, de fruits, de bois, de la paille de céréales et d'autres fibres d'herbe. Leur composition principale est la cellulose, la lignine et l'hémicellulose [21].

I.4.2. Classification des fibres végétales :

Il existe plusieurs critères de différenciation des fibres:

➤ Suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (Kénaf, jute, lin, ramie), et de feuilles (Sisal, abace, paille de graminée) [22].

➤ Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigide provenant de matériels ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois et les fibres non ligneuses (douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que le kénaf, le chanvre, le sisal, le jute et le lin) [23].

➤ Suivant leur longueur, les fibres végétales peuvent être groupées en deux catégories : fibres longues, dites libérienne, provenant des tiges et d'écorce de tiges de plantes annuelles. Elles sont douces, tandis que les fibres longues issues de feuilles ou de troncs d'arbre sont plus dures et plus rigides à cause de leur richesse en lignine. et fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues [24].

I.4.3. La composition chimique des fibres végétales :

Les fibres végétales sont des fibres 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 [10].

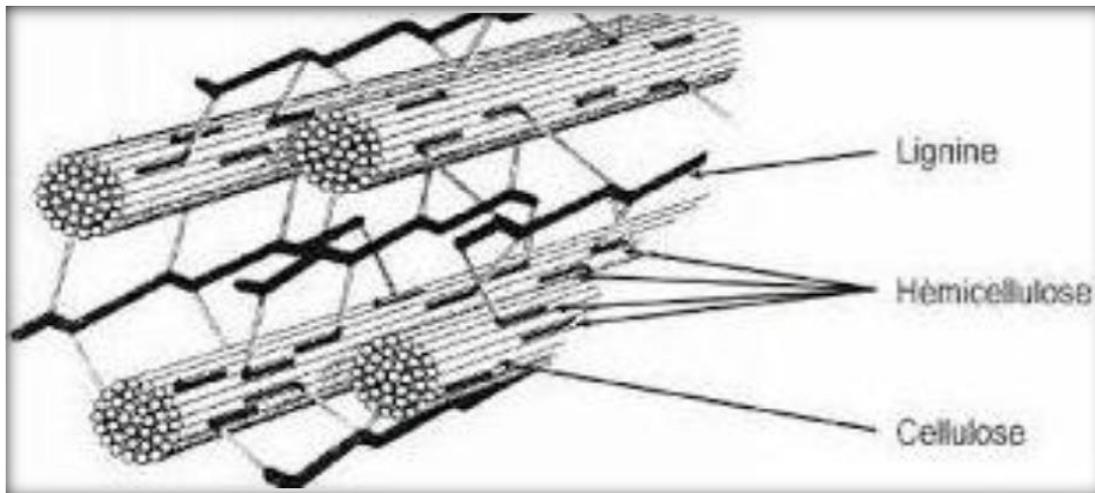


Figure I.4: Représentation schématique d'une fibre végétale [25].

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.

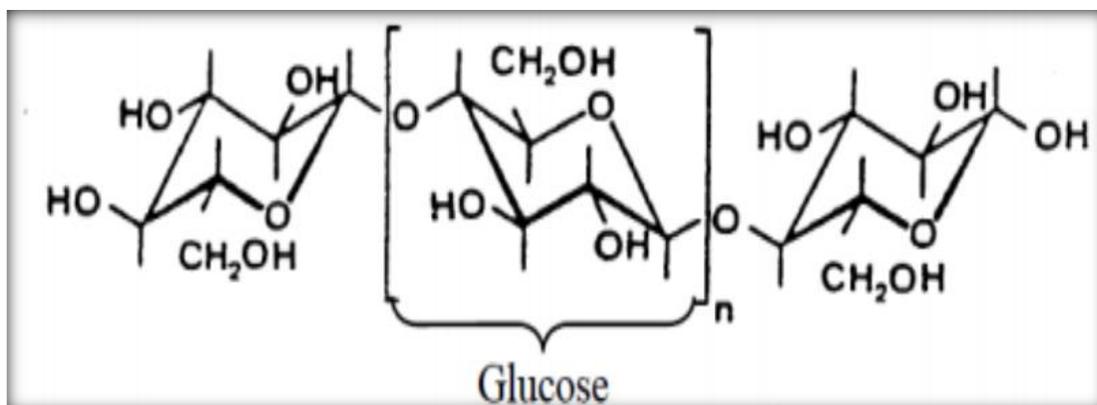


Figure I.5 : Structure chimique de la cellulose[26].

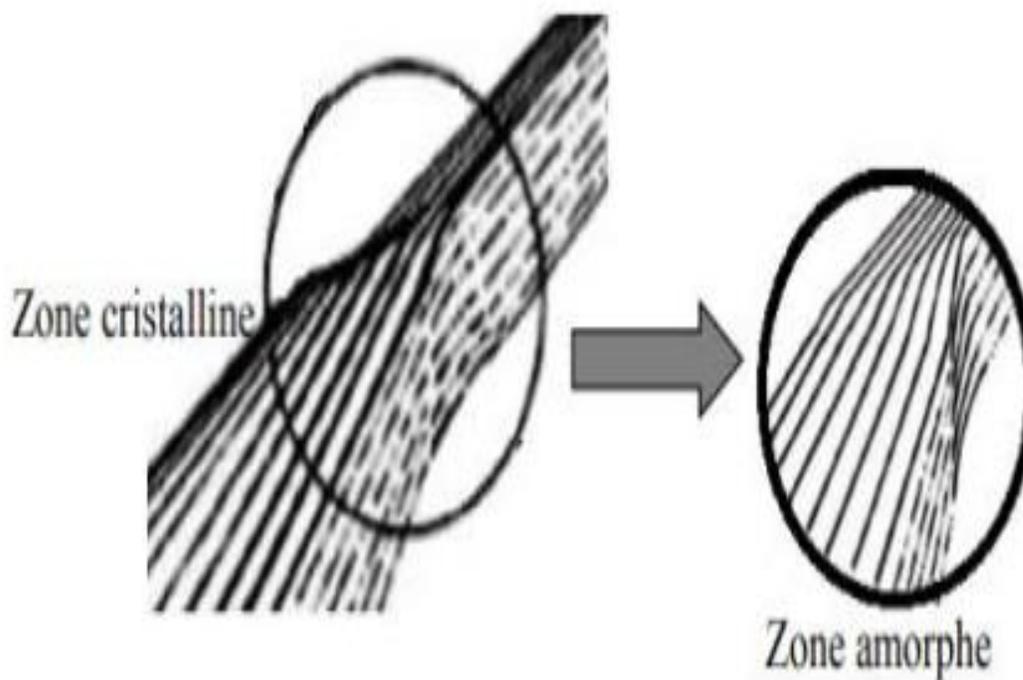


Figure I.6 : Représentation des micro-fibrilles constituant les fibres de cellulose[10].

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 [10].

I.3.1.b. Les lignines :

La lignine est la seconde substance organique renouvelable la plus présente sur la terre après la cellulose sa proportions 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 [27].

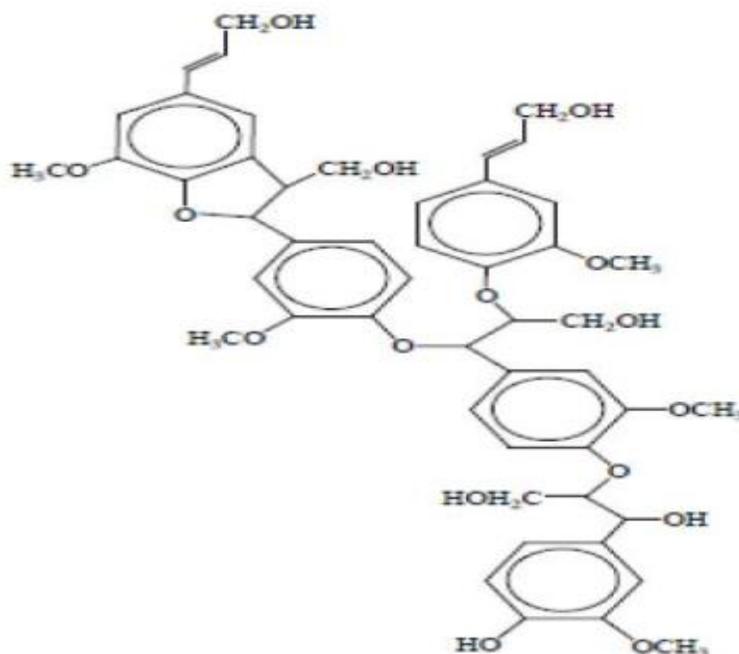


Figure I.7 : Structure moléculaire de la lignine [27].

I.2.2.5.b. Les hémicelluloses :

Les hémicelluloses sont des polysaccharides, qui se trouvent dans tous les végétaux caractérisés par des masses molaires beaucoup plus faibles que celle de la cellulose et par des structures moins régulières à la fois par la présence de différentes unités dans leurs chaînes et/ou de ramifications. Si l'on considère que le bois est un

matériau composite dans lequel la cellulose est la fibre de renfort et la lignine est la matrice, les hémicelluloses jouent le rôle de comblant à l'interface entre ces deux éléments. [28]

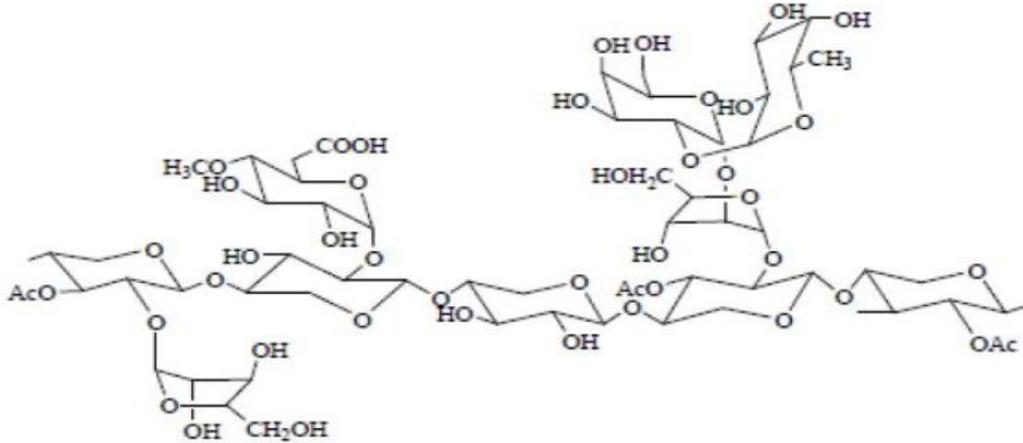


Figure I.8 : Structure moléculaire de l'hémicellulose [29].

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 [10].

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 lignine se dégrade 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 [10].

I.3.3. Fibre de palmier dattier :

La grande disponibilité des produits de palmier dattier renouvelables nécessite leur utilisation comme renforcement des matériaux composites et des structures isolantes. Cela nécessite la caractérisation physique et mécanique des différents composants du palmier mature. Le palmier est principalement divisé en deux parties (Pétiole et Rachis)[30].

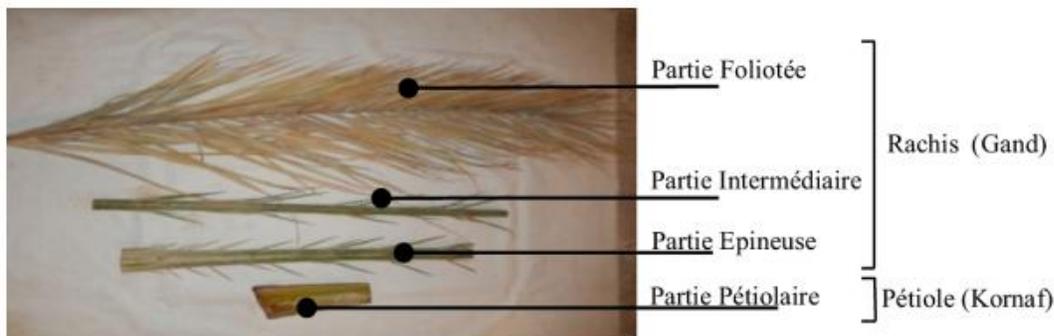


Figure I.9 Quatre parties du palmier dattier[30].

I.3.3.a. Les Foliolles :

Les Foliolles ou 'LEA flets' en Anglais et 'Sauf' 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 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 [10].

I.3.3.b 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 [31].

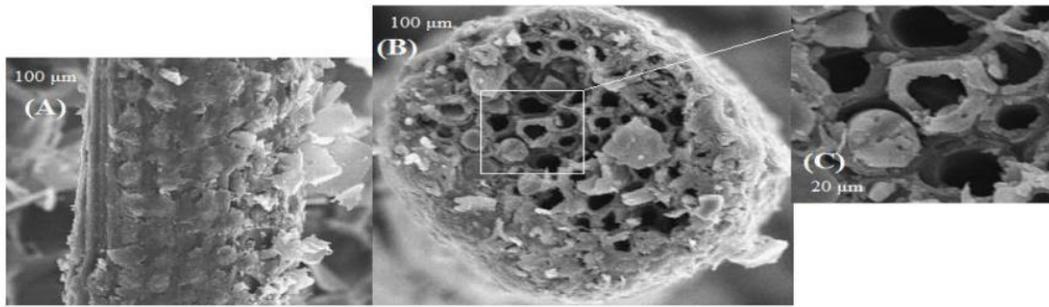


Figure I.10 : Images MEB d'une fibre de bois de palmier dattier : vue longitudinale (A), vue transversale (B), zoom de la vue transversale (C) [31].

Propriétés mécaniques :

Le comportement mécanique 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 [10].

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% [32].

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 [35]. 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 [32].

I.3.3.c 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 [33].

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 [34].

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 [34].

CHAPITRE 2

MATERIAUX
TECHNIQUES
EXPERIMENTALES ET
CARACTERISATIONS

II.1. MATERIAUX UTILISES :

II.1.1. Le polychlorure de vinyle :

Le polymère utilisé est le polychlorure de vinyle, sous forme de granulés de couleur blanche fourni par la société UNICAB de la zone industrielle BISKRA (Algérie). Ses caractéristiques sont résumées dans le tableau II.1 :

Tableau II.1 Caractéristique de Polychlorure de vinyle.

Propriétés	Valeurs
Aspect	Poudre blanche
Densité de polymérisation	1250-1450
Densité apparente sans tassage	0.43-0.50
Densité apparente après tassage	0.53-0.60
Ecoulement libre	≥ 10 g/s
Teneur en humidité	≤ 0.3 g/s
Cendre sulfatées	$\leq 0.1\%$
Yeux de poissons (nombre)	≤ 20
Absorption du plastifiant 5-25 min	Pas de taches



Figure II.1 : Les granulés de polychlorure de vinyle PVC.

II.1.2. Hydroxyde de sodium :

L'hydroxyde de sodium utilisée a été produit 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. Acide acétique :

L'acide acétique utilisée a été produit par la société «*RIEDEL –DE HAEN AG SEELZE-HNNOVER*», ses caractéristiques sont représentées dans le tableau II.3.

Tableau II.3 : Caractéristiques de l'acide acétique

Formule chimique	Masse moléculaire	Pureté
CH ₃ COOH	60 g/mol	99-100%

II.1.4.L'anhydride acétique :

L'anhydride acétique est produit par "GPR RECTAPUR", ses caractéristiques sont données dans le tableau II.4 :

Tableau II.4 : Les caractéristiques de l'anhydride acétique.

la formule chimique	La masse moléculaire	La densité	Pureté
C ₄ H ₅ O	102.09 g/mol	1.08g/ml	100%

II.1.5. L'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_2SO_4	98.08 g/mol	95-97%

II.1.6. Fibres de palmier dattier

Dans notre étude, la charge utilisée est les folioles de palmier dattier sèche récupérées directement dans la région de Biskra située au sud de l'Algérie, ces folioles ont subi plusieurs prétraitements. A savoir le découpage à une longueur de 1 à 2 cm, en suite le lavage avec de l'eau froide et l'eau chaude afin d'éliminer les impuretés solubles dans l'eau. Le séchage à l'air libre pendant 48 heures. Enfin le broyage et le tamisage pour obtenir des fibres de taille entre 50 et 100 μ m.



Figure II.2 : [A] Fibres de palmier avant découpage, [B] fibres découpées [C] fibres broyées



Figure II.3: Tamiseuse.



Figure II.4 : Les fibres de palmier.

II.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES :

II.2.1. Modification chimique des fibres de palmier dattier :

Les fibres ont été modifiées selon la méthode décrite ci-dessous (toutes les concentrations sont exprimées en % massique).

II.2.1.1. Modification chimique des fibres de palmier par la soude NaOH (mercerisation) :

Dans un bécher, on introduit 100 g des fibres de palmier dattier et 250 ml de NaOH à 5%, ce mélange est soumis à un chauffage à 50°C pendant 2h. Les fibres sont ensuite rincées plusieurs fois avec de l'eau distillée contenant 10^{-2} mol/l d'acide acétique 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: Fibres après le traitement alcalin.

II.2.1.2. Modification chimique des fibres de palmier par acétylation :

Les fibres de palmier (100g) sont traitées avec une solution d'acide acétique (250ml) à température 25°C. Après agitation pendant 45 min, les fibres sont décantées et ensuite sont immergées dans une solution de l'anhydride acétique (250ml) additionnée de quelques gouttes d'acide sulfurique (5ml), pendant 2 heures, à température 50°C. À la fin de l'opération, on effectue une filtration suivie de plusieurs lavages avec de l'eau distillée pour supprimer l'excès de l'acide acétique, ensuite le séchage dans une étuve à 80°C pendant 24h.



Figure II.6 : Fibres après le traitement d'acétylation.

II.2.2. Elaboration des composites PVC/ Fibres de palmier dattier :

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 renforcé par des fibres de palmier dattier (traitées et non traitées). Les mélanges à différentes proportions massiques (5 et 25 %) ont été soigneusement préparés par pesée et placés dans une étuve à 80°C pendant une heure. La composition des différentes formulations sont rapportées dans les tableaux II.6 :

Tableau II.6 : Composition des différentes formulations

Formulations	PVC	FNT	FTA	FTM
PVC	100	-	-	
PVC/FNT	90	10		
	70	30		
PVC/FTA	90		10	
	70		30	
PVC/FTM	90			10
	70			30

PVC : le polychlorure de vinyle vierge, **PVC/FNT**: le polychlorure de vinyle renforcé par des fibres de palmier dattier non traitées, **PVC/FTM** : le polychlorure de vinyle renforcé par des fibres de palmier dattier traitées par la soude NaOH, **PVC/FTA** : le polychlorure de vinyle renforcé par des fibres de palmier dattier traitées par acétylation.

II.2.3. Calandrage :

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



Figure II.7 : Calandrage utilisés dans la préparation des composites.

La préparation des composites a été faite sur le mélangeur à deux cylindres (calandre) de marque : SCHWABENTHAN, de type « polymix 200 P » avec la température de mise en œuvre la mieux adaptée au polychlorure de vinyle est de 160°-165°C, et un temps de mélangeage de 10 min à l'aide d'une spatule jusqu'à fusion du polymère puis incorporation de la fibre.



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

II.2.4. Moulage par compression :

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

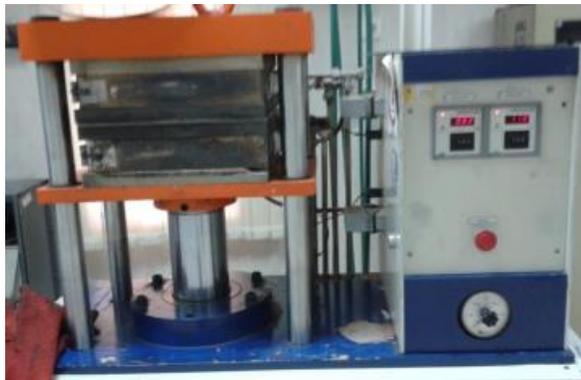


Figure II.9 : la presse utilisée pour la préparation des plaques.

Le moulage des composites s'effectue par une presse hydraulique de marque Schwabenthan polystat 300S à une température de 160-165°C, sous une pression de 300 bar et pendant un temps de séjour de 10 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.

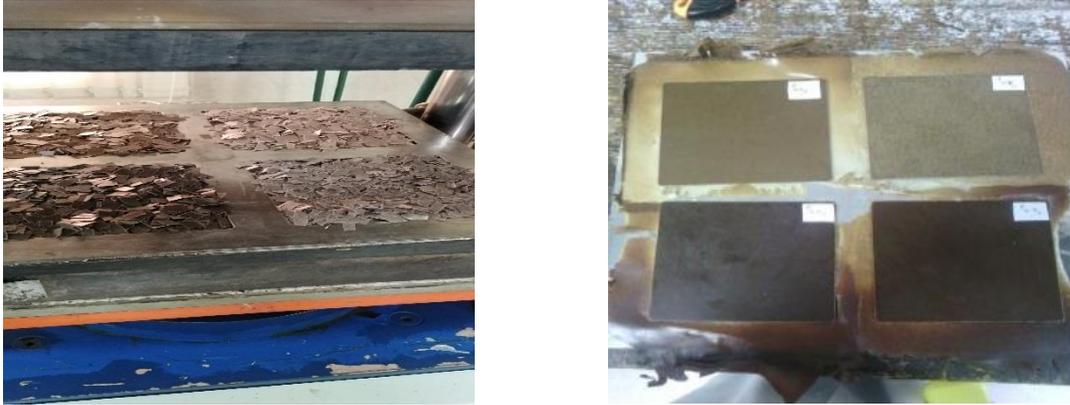


Figure II.10 : le moulage et l'obtention des plaques.

II.3. TECHNIQUES DE CARACTERISATION :

II.3.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR :

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 on traité) et 0.2g de bromure de potassium (KBr) dans la plage de balayage comprise entre 400 et 4000 cm^{-1} .



Figure II.11 : Spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S

II.3.2. Essai 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 IV.6), selon la norme ISO 527. La vitesse de déformation est

maintenue constante à 250 mm/min. La machine est reliée à un micro-ordinateur qui effectue tous les calculs nécessaires et trace les courbes contrainte/déformation.



Figure II.12 : La machine de traction utilisée.

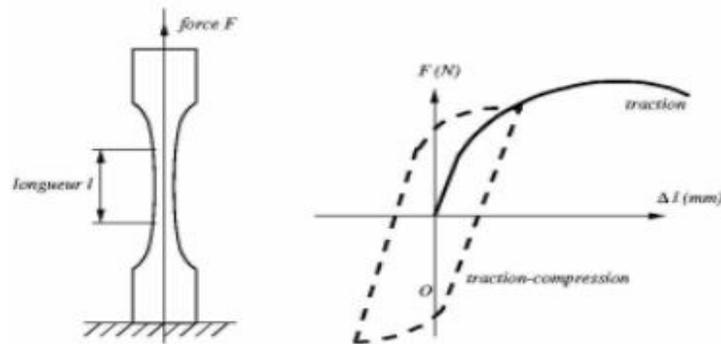


Figure.II.13 : Schématisation de l'essai de traction [1].

II.3.3. Test de stabilité thermique :

L'un des majeurs problèmes connu par le PVC est sa dégradation en libérant le chlorure d'hydrogène qui commence à température de 180 à 200°C, pour cela on peut mesurer le temps qu'il prend pour commencer à libérer ce gaz pour définir la stabilité thermique. Dans le but de déterminer l'influence des fibres comme des renforts pour la matrice du PVC et pour en voir la différence entre les deux traitements sur la stabilité thermique des composites, on effectue ce test en immergeant des tubes à essai contenant les différentes formulations des composites dans un huile chauffée à 200°C par un thermostat ces tubes contiennent des papiers pH et leur coloration indique la libération d'HCl gaz. Ce test a été effectué au niveau de l'ENICAB.



Figure II.14 : Test de stabilité thermique.

II.3.4. Test 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 :

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

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

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

II.3.5. 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 obtenus ainsi pour visualiser la distribution de la matrice et l'homogénéité du matériau [3].

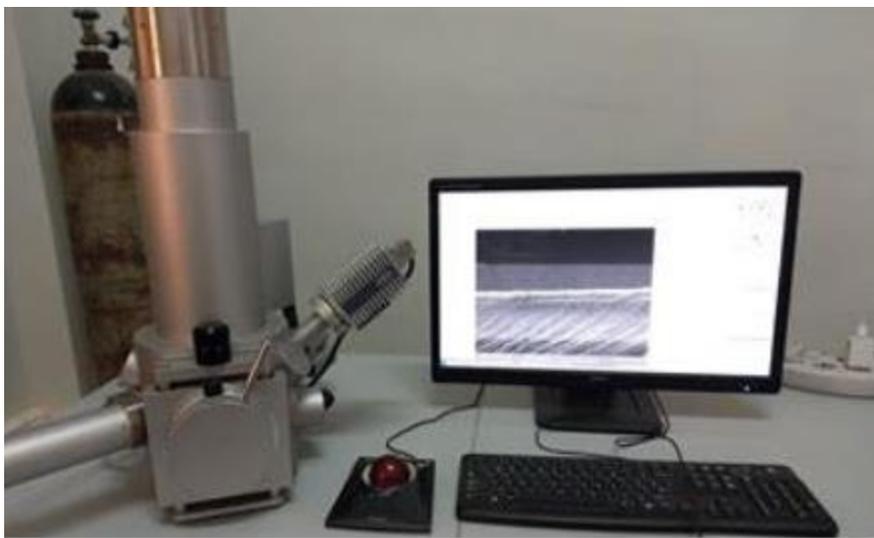


Figure II.15 : Microscope électronique.

II.3.6. Test de Dureté Shore D :

Afin de déterminer la dureté des composites élaborées, on utilise la dureté Shore D pour les élastomères. Ces mesures ont été effectuées au niveau du laboratoire physique de l'entreprise nationale des industries des câbles BISKRA (*ENICAB*) par le duromètre Shore Zwick / Roell



Figure II.16 : Duromètre utilisé.

CHAPITRE 3

RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1. CARACTERISATION DES FIBRES DE PALMIER DATTIER :

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

La figure III.1 montre les spectres IR des fibres de palmier dattier non traitées et traitées. Les fibres non traitées (figure III.1.a) présentent des pics caractéristiques; le large pic à 3418 cm^{-1} qui est lié à l'étirement des groupements OH dans les celluloses et les lignines [1]. Les pics à 2919 cm^{-1} et 2849 cm^{-1} sont respectivement attribués aux vibrations d'allongement symétriques et asymétriques des liaisons C-H du groupe $-\text{CH}_2$ des segments de cellulose et de lignine [2]. Cependant, le pic fort et aigu à 1732 cm^{-1} a été attribué à la vibration d'étirement $>\text{C}=\text{O}$ de l'hémicellulose [3]. Les bandes à 1622 et 1651 cm^{-1} sont dues à l'eau absorbée par la fibre de palmier non traitée en raison de son caractère hydrophile prononcé [4]. Un petit pic à 1513 cm^{-1} correspond à la vibration de l'anneau benzénique de la lignine [5]. Les pics à 1460 , 1435 et 1383 cm^{-1} sont dus aux vibrations de déformation des groupes $-\text{CH}_2$ et CH_3 , contenus dans les structures de la lignine et de l'hémicellulose. Le pic à 1229 cm^{-1} présente la vibration d'élongation de la liaison C-O de la lignine. Le petit pic trouvé à 1159 cm^{-1} correspond à la vibration de C-O-C responsable des liaisons β -glucosidiques de la cellulose et de l'hémicellulose [6]. La bande d'élongation de la liaison C-H de la lignine apparaît clairement par le pic de 1107 cm^{-1} .

Le spectre des fibres acétylées (figure 1.b), on observe une réduction des intensités des bandes affectées à la substitution des groupes hydroxyles par les groupes acétyles, principalement celles à 3418 cm^{-1} [7]. L'absorbance dans la région de 1737 et 1229 cm^{-1} est due à l'estérification des groupes hydroxyles, ce qui entraîne une augmentation des vibrations d'étirement du groupe carbonyle (C=O). Le spectre de la fibre non modifiée montre un pic d'absorption à 1383 cm^{-1} attribué à la vibration de flexion -C-H. Après l'estérification, l'apport supplémentaire de la vibration d'étirement de l'acétyle ($-\text{C}-\text{CH}_3$) intensifie ce pic d'absorption [8].

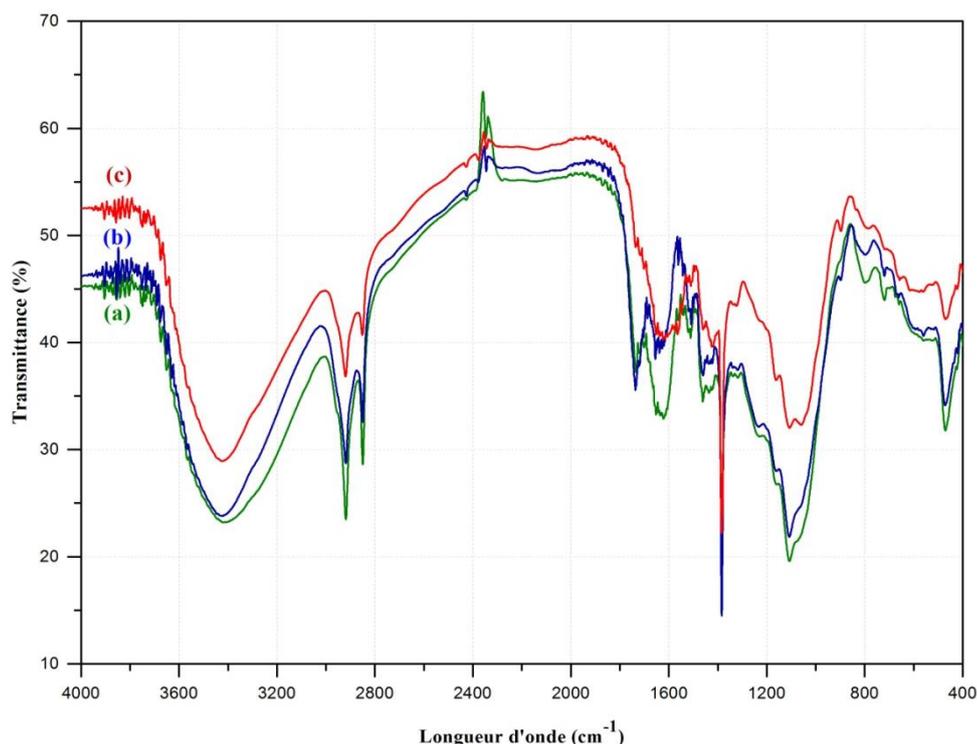


Figure III.1 : Spectres IRTF des fibres de palmier dattier ; (a) fibres non traitées, (b) fibres traitées par acétylation, (c) fibres traitées par la soude.

La réaction d'acétylation des fibres cellulosiques avec l'anhydride acétique a été confirmée par l'analyse FTIR, cette réaction est effectuée comme suit :

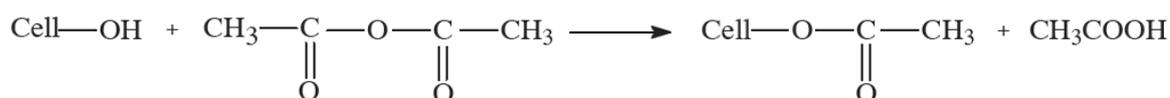


Figure III.2 : Mécanisme réactionnel d'acétylation des fibres de palmier.

Le spectre des fibres traitées par la soude NaOH (figure III.1. c), a la plus faible amplitude, ce qui confirme que le traitement alcalin réduit l'effet et le nombre de liaisons OH. L'intensité des pics situés à 2920 et 2851 cm^{-1} a fortement diminué, ces deux pics correspondent à la vibration des liaisons C-H, C-H₂ et C-H₃ des lignines [9]. Le traitement alcalin induit la disparition partielle de l'hémicellulose et de la lignine, confirmée par la disparition de la bande qui caractérise le groupe carbonyle observée à 1735 cm^{-1} . On observe une diminution de l'intensité du pic à 1421 cm^{-1} correspondant à la déformation du groupe -CH₂ de la lignine avec la disparition du pic à 1460 cm^{-1} due aux cycles aromatiques de la lignine. On peut également constater que l'intensité du pic attribué à la vibration du cycle benzénique de la lignine entre 1577 et 1507 cm^{-1} a diminué [10, 11]. La réaction s'effectue comme suit.

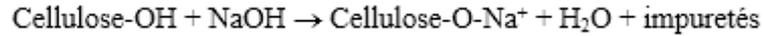


Figure III.3 : Réaction entre la cellulose et la soude (NaOH).

III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITES ELABORES :

III.2.1. Essai de traction :

III.2.1.1. Contrainte à la rupture :

Les propriétés mécaniques des composites à matrice thermoplastique tels que le PVC dépendent de plusieurs facteurs, comme la dispersion des fibres, la quantité d'air stockée dans le composite lors du mélange [12]. Cependant, selon Georgopoulos et al [13], il convient de noter que l'interface fibre-matrice joue un rôle essentiel en garantissant que chaque élément constituant le composite contribue à la propriété finale du matériau.

L'évolution de la contrainte à la rupture des composites élaborés en fonction de taux des fibres traités et non traités est illustrée sur la figure III.2. On constate une diminution de la contrainte à la rupture pour les composites avec l'augmentation du taux des fibres non traitées comparé au PVC non chargé. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par Yao et al [14], ils ont enregistré une diminution de la résistance à la traction des composites avec l'augmentation du taux de charge, ce qui augmente l'air interfaciale et affaiblit les interactions entre la charge et la matrice, par conséquent il se produit une fragilisation au matériau composite et obstrue la propagation d'effort [15].

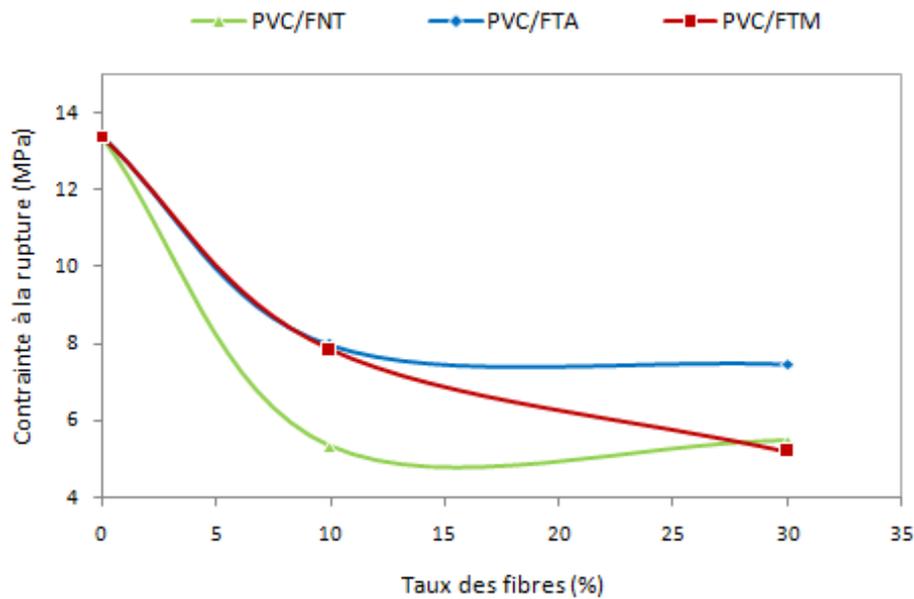


Figure III.4 : Evolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du taux des fibres traitées et non traitées.

Pour les composites renforcés avec des fibres traitées par la soude et acétylées, nous avons noté une amélioration de la résistance à la traction des composites par rapport aux composites non traités. Cette augmentation est due à une meilleure dispersion de la charge et en particulier au renforcement des liaisons interfaciales entre le PVC et les fibres de palme traitées [16, 17].

Nous constatons que les composites traités par acétylation (PVC/FTA) montrent de meilleures résistances à la traction comparés à ceux traités par la soude (PVC/FTM). Ceci est expliqué par la capacité de l'acide acétique à former de fortes liaisons interfaciales entre le PVC et les fibres de palmier dattier et par conséquent un meilleur transfert de contrainte entre les deux phases comparés au traitement alcalin [18, 19].

III.2.1.2. Allongement à la rupture :

L'évolution de l'allongement à la rupture des composites traités et non traités en fonction de la teneur en fibres de palmier est illustrée sur la figure III.3. On remarque une diminution significative de l'allongement à la rupture pour les composites renforcés par fibres non traitées (PVC/FNT), cette diminution étant due à la nature hydrophile des fibres non traitées qui absorbent plus d'humidité et provoquent un gonflement des composites ce qui entraîne la fragilisation du matériau. D'autre part, l'augmentation du volume occupé par les fibres entraîne des défauts dans le matériau et réduit les interactions entre les chaînes [20].

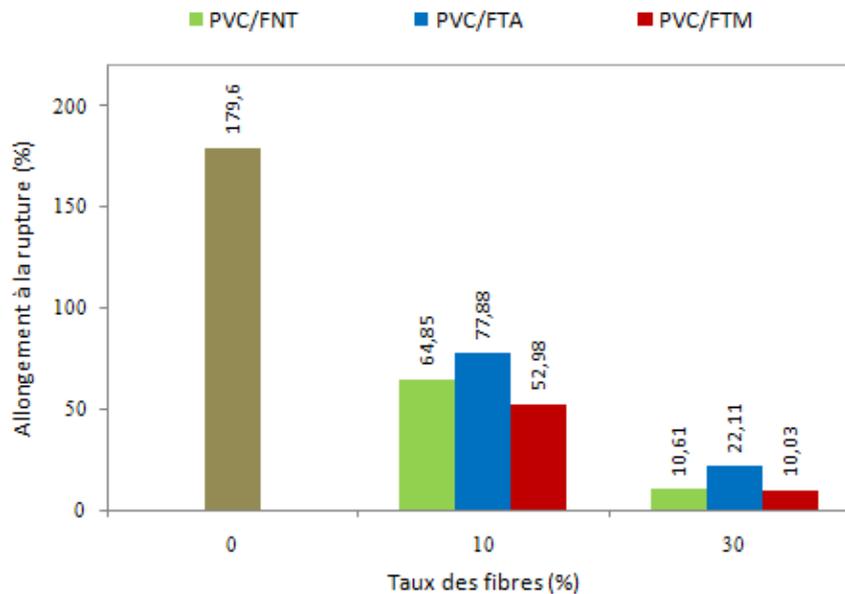


Figure III.5: Evolution de l'allongement à la rupture de PVC vierge et ces composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées.

L'ajout de fibres de palme acétylées, permet une certaine augmentation de l'allongement à la rupture par rapport aux composites renforcés par les fibres non traitées, estimée à 77.88 et 22.11 %

pour les formulations à 10 et 30 % en poids respectivement. Cette amélioration est attribuée à la bonne dispersion des fibres qui confère une certaine souplesse au matériau. En outre, il est à noter que l'ajout de fibres traitées par le soude dans la matrice de PVC (PVC/FTM) n'apporte aucune amélioration de la déformation ; ce résultat est confirmé par Nedjma et al. [21].

III.2.1.3. Module d'Young :

La figure III.4 illustre l'évolution du module d'Young des différents composites PVC/fibres de palmier non traités et traités avec l'acide acétique et la soude (NaOH). Les composites traités et non traités 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. Ce comportement est attribué à la phase rigide des fibres dispersée qui confère une grande rigidité à la matrice polymère [22]. Les composites acétylés marquent une augmentation considérable du module de Young, comparé aux composites traités par la soude. Cette augmentation est due principalement à une meilleure adhésion interfaciale fibre/matrice due à la bonne dispersion de la fibre traitée dans la matrice PVC [23].

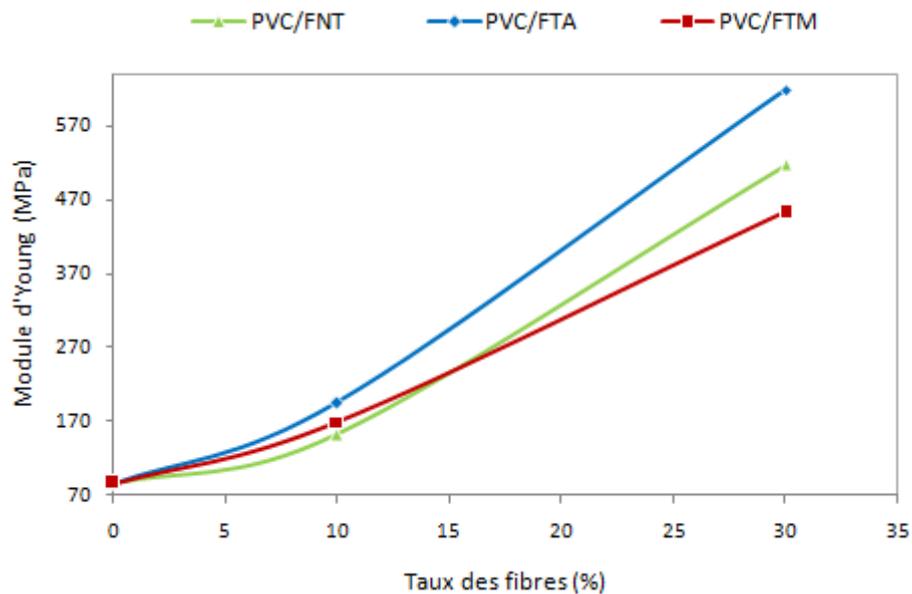


Figure III.6 : Evolution de module d'Young de PVC vierge et ces composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées

III.2.2. La dureté Shore D :

La figure III.5, représente l'évolution de la dureté shore en fonction du taux des fibres de palmier traitée et non traitée. D'après cette figure, nous remarquons que la dureté accroît avec l'augmentation des fibres non traitées de caractère rigide. D'après la littérature [24, 25], ce résultat indique la diminution de la flexibilité et l'augmentation de la rigidité. Ou les valeurs de dureté sont une mesure de la résistance à l'usure et à l'abrasion, puisque les matériaux durs résistent mieux aux frottements. Pour la dureté des composites traités par acétylation, on enregistre une augmentation. Cette augmentation est interprétée par la bonne dispersion de la fibre dans la matrice avec la diminution des vides et une plus forte adhésion interfaciale fibre-matrice [25, 26].

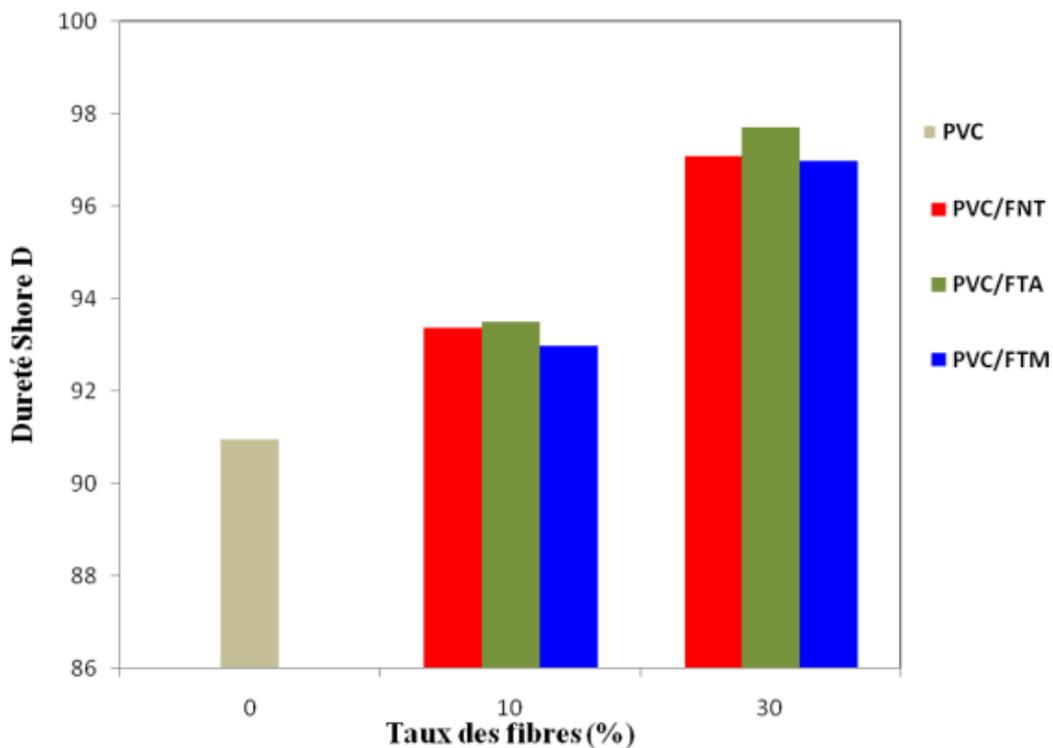


Figure III.7 : Evolution de la dureté Shore D de PVC vierge et des composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées

CONCLUSION GENERALE

Au cours de cette étude consacrée à la valorisation des déchets .Un intérêt particulier a été porté à la fibre de palmier dattier, comme charge dans la fabrication des matériaux composites à matrice poly (chlorure de vinyle) avec un taux de charge de 10 à 30 %. Nous sommes intéressés particulièrement au problème d'adhésion à l'interface fibre /matrice. Par ailleurs, deux modes de traitement ont été choisis. Le premier traitement consiste à la modification de la fibre de palmier avec l'anhydride acétique. Le deuxième est la mercerisation. La mise en évidence de la modification a été examinée par l'analyse IRTF, et l'impact des traitements sur les propriétés physico-mécaniques, thermiques des composites ont été de même étudiés. Compte tenu des résultats obtenus, on peut conclure que :

- La vision donnée par l'analyse IRTF montre le changement structural des fibres après les deux traitements présentés par la réduction de l'intensité de la bande correspondante au groupement hydroxyle de la cellulose à 3418 cm^{-1} . Le traitement alcalin induit à la disparition partielle de l'hémicellulose et la lignine, à cause de la disparition de la bande qui caractérise le groupement carbonyle à 1735 cm^{-1} .
- Les essais de traction ont montré que l'ajout des fibres non traités diminue la contrainte à la rupture et allongement. Par contre il y a une amélioration, pour les composites traités avec la soude et le traitement par acétylation, due à la meilleure dispersion de la charge ; où les composites traités par acétylation montrent de meilleures propriétés à la traction.
- La Dureté Shore D a été augmentée d'une façon générale, mais d'une manière significative pour l'acétylation.

BIBLIOGRAPHIE

Introduction générale

- [1] B. AMAR,1 K. SALEM,1 D. HOCINE, I. CHADIA, M. J. JUAN, Study and Characterization of Composites Materials Based on Polypropylene Loaded with Olive Husk Flour, *Journal of Applied Polymer Science*, 122; 1382–1394, 2011.
- [2] Y. XU, Q. WU, Y. LEI, F. YAO, Creep behavior of Bagasse fiber reinforced polymer composites, *Bioresource Technology*, 101; 3280–3286, 2010.
- [3] B. RINGUETTE, *Matériaux Composites A Base De Fibres De Chanvre: thèse de doctorat*, Université Laval, Québec, Canada, ,2011.
- [4] J. S. DUPUY, *Identification des propriétés mécaniques de matériaux composites par analyse vibratoire: thèse de doctorat*, L'Université De Montpellier II, France, 2008.
- [5] M. ROKBI, H. OSMANI, L'effet des traitements de surface des fibres sur les propriétés mécaniques de composites Polyester-fibres Alfa, 20ème Congrès Français de Mécanique, 2011.

Chapitre 1 : Généralités sur les matériaux composites

- [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] Louis Berreur, Bertrand de Maillard, Stanislas Nösperger: « L'industrie française des matériaux composites ». Des enjeux prioritaires pour un développement durable, Ministère de l'Economie, des Finances et de l'industrie, Mai 2002.
- [4] Jean-Marc Béguin, Gilles Rotman, Alain Bentolila, Brigitte Baroin. « Les matériaux composites Dynamisme et innovation ». Ministère de l'Economie, des Finances et de l'industrie, février 2002.
- [5] L. Lundquist, B. Marque, P. O. Hagstrand, Y. Leterrier, J. A. E. Manson, «Novel pulp fibre reinforced thermoplastic composites», *Composites Science andTechnology*, 63; 137-152, 2003.
- [6] A. G. Facca, M. T. Kortschot, N. Yan, «Predicting the tensile strength of natural Fibre reinforced thermoplastics», *Composites Sciences and Technology*, 67; 2454-2466, 2007.

- [7] I. Slama, Caractéristiques physico-mécaniques des composites bois-plastiques provenant de la valorisation des résidus des panneaux MDF- étude des possibilités de recyclage, Thèse doctorat, Université Québec, 2009.
- [8] S. Sahri, Etude de comportement mécanique d'un matériau composite. Thermoplastique (PP) \ verre : effet de différents milieu, Mémoire magistère, Université Mouloud Mammeri de TIZI-OUZOU, Algérie, 2012.
- [9] J. Aucher, Etude comparative du comportement de composite à matrice thermoplastique ou thermodurcissable, Thèse de doctorat, Ecole Doctorale SPMII, Rouen, 2009.
- [10] 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.
- [11] M. Balat, « Production of bioethanol from lignocellulosic materials via the biochemical pathway: A review», Energy Conversion and Management, 52 (2), 858-875, 2011.
- [12] Gay, D. Matériaux composites, 4 e édition revue et augmentée. Chapitre3, Hermès-Paris, 1997.
- [13] M. Ragoubi, Contribution à l'amélioration de la compatibilité inter faciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne, (Doctoral dissertation, Nancy 1) 2010.
- [14] 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.
- [15] Rapport d'avancement VinylPlus 2013, VinylPlus Bruxelles Belgique, 2013.
- [16] M. L. AUGIER, Etude de l'élaboration de matériaux composites PVC/bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité: thèse
- [17] I. MKACHER, Vieillessement thermique des gaines PE et PVC de câbles électriques: thèse de doctorat, Arts et Métiers Paris Tech - Centre de Paris PIMM, France, 2012.
- [18] M. O. BOUSSOUM, Etude de méthodes de traitement pour diminuer la migration à partir des emballages en PVC: thèse de doctorat, Ecole Nationale Polytechnique – ENP Algérie, 2012.
- [19] H. BOYER, C. WEILL, Le Forum PVC France: Le PVC dans la construction, 2010.
- [20] 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.

- [21] Takayanagi, M. Uemura, S. Minami, Application of equivalent model method to dynamic rheoptical properties of crystalline polymer, *Journal of Polymer Science*, C5, 113-122, 1964.
- [22] A. Y. Nenonene, Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de
- [23] F. Michaud, Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post formage thèse Phd, univ Laval, 2003
- [24] A. Y. Nenonene, Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bio adhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage , thèse de doctorat de l'université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agro ressources, 2009.
- [25] A. Kareche, Étude des matériaux à base de bois de palmier dattier: durabilité, dégradation et propriétés structurales et de transfert, Thèse magistère, Université Hadj Lakhdar Batna, Algérie, 2014.
- [26] R. NTENGA, Modélisation Multi-Échelles Et Caractérisation De L'anisotropie Élastique De Fibres Végétales Pour Le Renforcement De Matériaux Composites: thèse de doctorat, Université Blaise Pascal (UBP)-Clermont II, France, 2008.
- [27] V. Tserki, P. Matzinos, S. Kokkou, C. Panayiotou, Novel biodegradable composites based on treated lignocellulosic waste flour as filler. Part I. Surface chemical modification and characterization of waste flour, *Composites, Part A*, 36, 965-974, 2005.
- [28] C.F. Kuan, H.C. Kuan, C.C.M. Ma et C.M. Huang, Mechanical, Thermal and Morphological Properties of Water-Crosslinked Wood Flour Reinforced Linear Low-Density Polyethylene Composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37; 1696-1707, 2006.
- [29] A. K. Mubarak, A. K. Ruhul, Haydaruzzaman, G. Sushanta, M. N. A. Siddiky, M. Saha, Study on the Physico-Mechanical Properties of Starch-Treated Jute Yarn-Reinforced Polypropylene Composites: Effect of Gamma Radiation *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 48, 542–548, 2009.
- [30].Djoudi, T., Hecini, M., Scida, D., Djebbloun, Y., & Guerira, B. (2018). Caractérisation physique et mécanique du bois et des fibres issus d'une palme mûre de palmier dattier. *Matériaux & Techniques*, 106(4), 403.
- [31] B.HABA, Etude In-Situ Des Performances Energétiques Et Mécaniques Des Matériaux Biosourcés Et Locaux, thèse doctorat, Université de Batna, 2017.

- [32] 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.
- [33] Y.DJEBLOUN, Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés den fibres végétales, thèse de doctorat, Université de Biskra, 2017.
- [34] S.BOUHANK, Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne : Formulations et caractérisation, Thèse de Doctorat, Université de Sétif 1, 2017.
- [35] N.BENMANSOUR, Développement Et Caractérisation De Composites Naturels Locaux adaptés A L'isolation Thermique Dans L'habitat, Thèse de doctorat, Université de Batna, 2015.
- [36] A. Elouaer, Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales, Thèse de doctorat, Université de Reims Champagne, Ardenne, 2011. [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] Louis Berreur, Bertrand de Maillard, Stanislas Nösperger: « L'industrie française des matériaux composites ». Des enjeux prioritaires pour un développement durable, Ministère de l'Economie, des Finances et de l'industrie, Mai 2002.

Chapitre 2 : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET CARACTERISATIONS

- [1] R. FORTUNIER, Comportement Mécanique des Matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines Saint-Etienne.
- [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.

Chapitre 3 : RESULTATS ET DISCUSSIONS

- [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.
- [1] Chigondo F, Shoko P, Nyamunda CB, Guyo U, Moyo M. Maize stalk as reinforcement in natural rubber composites. *International Journal of Scientific and Technology Research* 2: 263-271. (2013).
- [2] Rahmoune MA, Benhamou A, Fernane F, Toufaily J. (2015). Effect of treatment with soda and dimethoxydimethylsilane on water absorption and thermal stability of olive pomace flour and date stone. *Journal of Materials and Environmental Science* 6: 2655-2664.
- [3] Gañán P, Cruz J, Garbizu S, Arbelaiz A, Mondragon I. Stem and bunch banana fibers from cultivation wastes: Effect of treatments on physico-chemical behavior. *Journal of Applied Polymer Science* 94: 1489-1495. (2004).
- [4] Bodîrlău R, Teacă CA. Fourier transform infrared spectroscopy and thermal analysis of lignocellulose fillers treated with organic anhydrides. *Romanian Journal of Physics* 54: 93-104. (2009).
- [5] Nedjma S, Djidjelli H, Boukerrou A, Benachour D, Chibani N. Deinked and acetylated fiber of newspapers. *Journal of Applied Polymer Science* 123: 1-7. (2012).
- [6] Bessadok A, Marais S, Roudesli S, Lixon C, Métayer M. Influence of chemical modifications on watersorption and mechanical properties of Agave fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39: 29-45. (2008).
- [7] Beztout M, Boukerrou A, Djidjelli H, Barres C, Fenouillot F. 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 Cellulose* 49: 517-528. (2015).
- [8] Mokaloba N, Batane R. The effects of mercerization and acetylation treatments on the properties of sisal fiber and its interfacial adhesion characteristics on polypropylene. *International Journal of Engineering, Science and Technology* 6: 83-97. (2014).
- [9] Ikhlef S, Nekkaa S, Guessoum M, Haddaoui N. Effects of alkaline treatment on the mechanical and rheological properties of low-density polyethylene/spartiumjunceum flour composites. *ISRN Polymer Science Journal* 7-13. (2012).
- [10] Jähn A, Schröder MW, Fütting M, Schenzel K, Diepenbrock W. Characterization of alkali treated flax fibres by means of FT Raman spectroscopy and environmental scanning electron microscopy, 58: 2271-2279. (2002).
- [11] Sgriccia N, Hawley MC, Misra M. Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39: 1632-1637. (2008).
- [12] Bledzki AK, Letman M, Viksne A, Rence L. (2005). A comparison of compounding processes and wood type for wood fibre—PP composites. *Composites: Part A* 36: 789-797.
- [13] T.Georgopoulos S, Tarantili PA, Avgerinos E, Andreopoulos AG, Koukios EG. (2005). Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues. *Polymer Degradation and Stability* 90: 303- 312.
- [14] Yao F, Wu Q, Lei Y, Xu Y. (2008). Rice straw fiberreinforced high-density polyethylene composite: Effect of fiber type and loading. *Industrial Crops and Products* 28: 63-72.

- [15] R. Latif , S. Wakeel, N.Z. Khan, A.N. Siddiquee, S. Lal Verma, Z.A. Khan, Surface treatments of plant fibers and their effects on mechanical properties of fiber-reinforced composites: A review, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 0(0); 1–16, 2018.
- [16] Liu FP, Wolcott MP, Gardner DJ, Rials T. (1994). Characterization of the interface between cellulosic fibers and a thermoplastic matrix. *Composite Interfaces* 2: 419-432.
- [17] Anbukarasi K, Kalaiselvam S. (2015). 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.
- [18] T.P. Thao Tran, J.C. Bénézet, A. Bergeret, Rice and Einkorn wheat husks reinforced poly(lactic acid) (PLA)biocomposites: Effects of alkaline and silane surfacetreatments of husks, *Industrial Crops and Products*, 2014; 58: 111–124.
- [19] A. Valadez-Gonzalez, J.M. Cervantes-Uc, R. Olayo, P.J. Herrera-Franco, Chemical modification of henequen fibers with an organosilane coupling agent, *Composites: Part B*, 1999; 30: 321–331.
- [20] Kaci M, Djidjelli H, Boukerrou A, Zaidi L. (2007). Effect of wood filler treatment and EBAGMA compatibilizer on morphology and mechanical properties of low density polyethylene/olive husk flour composites. *eXPRESS Polymer Letters* 1: 467–473.
- [21] Nedjma S, Djidjelli H, Boukerrou A, Grohens Y, Chibani N, Benachour D, Pillin I. (2014). Effect of chemical treatment on newspaper fibers reinforced polymer poly(vinyl chloride) composites. *Journal of Vinyl & Additive Technology* 22: 173-181.
- [22] H. Djidjelli, A. Boukerrou, R. Founas, A. Rabouhi, M. Kaci, J. Farenc, J. J. M. Vega, D. Benachour, Preparation and characterization of poly (vinyl chloride)/virgin and treated sisal fiber composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 103; 3630-3636, 2007.
- [23] K. Panyasart, N. Chaiyut, T. Amornsakchai, O. Santawitee, Effect of surface treatment on the properties of pineapple leaf fibers reinforced polyamide 6 composites, *Energy Procedia*, 56; 406 – 413, 2014.
- [24] M. N. ISLAM, M. R. RAHMAN, M. M. HAQUE, AND M. M. HUQUE, Physicomechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites, *Composites Part A*, 41; 192–198, 2010.
- [25] M. R. RAHMAN, M. M. HUQUE, N. ISLAMA, AND M. HASAN, Mechanical properties of polypropylene composites reinforced with chemically treated abaca, *Composites Part A*, 40; 511–517, 2009.
- [26] B. WANG, S. PANIGRAHI, L. TABIL, W. CRERAR, T. POWELL, M. KOLYBABA, S. SOKHANSANJ, CSAE/ASAE north-Central Intersectional Conference North Dakota, USA, Octobre 3-4, 2003.