



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 des Sciences de la Matière  
Filière de Physique  
Spécialité Physique des matériaux

Réf:

---

Présenté et soutenu par :

*Amor Mouna & Chamakhi Asma*

Le : jeudi 24 juin 2021

## ***Etude mécanique des composites de polyester- fibre naturelle, cas (Ecorce d'orange, feuilles et noix d'olive)***

---

### Jury :

Dr	OUHABAB Nouredine	M.A.A	Université Med Khider- Biskra	Président
Dr	SLIMANI Mohamed	M.A.A	Université Med Khider- Biskra	Rapporteur
Dr	BOUDAIRA Boukhemis	M.C.B	Université Med Khider- Biskra	Examineur

Année universitaire : 2020-2021



# Remerciements

*Je tiens tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant et miséricordieux, qui nous adonné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.*

*Nous souhaitons exprimer notre gratitude et nos chaleureux remerciements à monsieur le professeur **MEGHEZZI AHMED**, le directeur du laboratoire **LCA**, pour ses précieux conseils, son orientation et l'assistance qu'il a portées et son aimable générosité de nous avoir ouvert les portes de son laboratoire.*

*Je tiens à remercier beaucoup mon encadreur, Dr **MOHAMMED SLIMANI**, pour ses conseils, sa bonne orientation et surtout pour sa patience durant toute une année de travail.*

*Je tiens à remercier les membres de jury: Dr **Noureddine OUHABAB** et Dr **Boukhemis BOUDAIRA** d'avoir accepté de lire et d'évaluer ce modeste travail de recherche.*

*J'aimerai bien le remercier ainsi que le chef de service du laboratoire de l'entreprise **ENICAB** de Biskra, **Mme Amina LOUCIF** et les membres de son équipe pour leurs soutien pendant le stage que j'ai effectué au sein de l'entreprise. Je tiens aussi à remercier **Mme Hayat Benmachiche** technicienne du laboratoire pédagogique Chimie de l'université de Biskra pour leurs disponibilités.*

*Merci à toute ma collègue qui a contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

*Merci à tous*



# Dédicace

l'aide de Dieu Tout-Puissant, j'ai accompli cet humble  
Que j'ai donné aux deux personnes les plus précieuses au monde et la source de mon bonheur

Ma chère maman, vos prières et vos prières m'ont beaucoup aidé à terminer  
mes études avec succès

A mon cher père Aucune dévotion ne peut exprimer l'amour, l'appréciation et le respect  
que j'ai toujours eu pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts faits jour et nuit pour mon  
éducation et mon bien-être. Ce travail est le fruit des sacrifices que vous avez consentis

pour mon éducation et ma formation

A mes frères et sœurs

pour toute ma famille

A tous mes amis et collègues

Et à tous ceux qui m'ont aidé à compléter ces notes.

*ASMA*



# Dédicace

*A ceux qui m'ont tout donnés sans rien en retour*

*A ceux qui m'ont encouragés et soutenus dans les moments les plus  
difficiles*

*Et ceux à qui je dois tant*

*Mon père, mon ange gardien*

*À ma mère, la lumière de ma vie*

*J'espère qu'un jour mon bon dieu me donne l'occasion de les honorer  
et leur rendre ce qu'ils méritent.*

*À mes chers frères et sœurs*

*Sans vous, ma vie ne serait pas complète.*

***MOUNA***



# Table des matières

Remerciements .....	I
Dédicace .....	II
Table des matières .....	IV
Liste des figures .....	VII
Liste des tableaux .....	X
Liste des abréviations .....	XL
Introduction générale.....	1

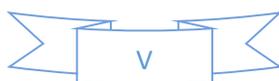
## Chapitre 1 : Généralités sur les polymères

Introduction .....	3
1 Définition du polymère .....	3
1.1 Nomenclature des polymères .....	3
2 Classification des polymères .....	4
2.1 Selon leur origine.....	4
2.1.1 Polymères naturels .....	4
2.1.2 Polymères artificiels (dérivés des polymères naturels) .....	4
2.1.3 Polymères synthétiques .....	4
2.2 Selon leur nature chimique .....	4
2.2.1 Polymères minéraux .....	4
2.2.2 Polymères organiques .....	4
2.2.3 Polymères mixtes .....	4
2.3 Selon leur structure .....	4
2.3.1 Les polymères linéaires (ou monodimensionnels) .....	4
2.3.2 Les polymères ramifiés (ou bidimensionnels) .....	5
2.3.3 Les polymères réticulés (ou tridimensionnels) .....	6
2.4 Selon le comportement thermique .....	6

2.4.1	Polymères thermoplastiques.....	6
2.4.2	Les polymères thermodurcissables.....	6
2.4.3	Les élastomères .....	6
2.4.4	Les polymères thermostables .....	6
2.5	Selon leur structure chimique .....	7
2.5.1	Homopolymères .....	7
2.5.2	Copolymères .....	7
3	Les propriétés des polymères .....	8
3.1	Propriétés physiques des polymères .....	8
3.2	Propriétés thermiques .....	9
4	Utilités de polymères .....	9
4.1	Intérêt des polymères dans notre vie .....	9
4.2	Application des polymères .....	9

## **Chapitre 2 : Les matériaux composites et les matériaux utilisés**

Introduction .....	11
1 Les matériaux composites .....	11
1.1 Définition.....	11
1.2 Constituants des matériaux composites.....	12
1.2.1 Matrice .....	12
1.2.2 Les renforts.....	13
1.2.3 Les charges et les additifs.....	14
2 Les matériaux utilisés .....	15
2.1 La matrice polyester insaturé.....	15
2.1.1 Définition .....	15
2.1.2 Propriétés des polyesters insaturés .....	16
2.1.3 Applications .....	17
2.1.4 Les additifs .....	17



2.2	Propriétés des fibres naturelles .....	18
2.2.1	Propriétés des écorces d'oranges .....	18
2.2.2	Composition chimique globale des fibres de feuilles d'olivier .....	19
2.2.3	Composition chimique des noyaux d'olives .....	20

### **Chapitre 3 : Techniques expérimentales de synthèse et de caractérisation**

Introduction .....	21
1 Préparation des fibres naturelles .....	21
1.1 Préparation de la poudre d'écorce d'orange .....	21
1.2 Préparation de la poudre des feuilles d'olives .....	22
1.3 Préparation de la poudre de noyaux d'olive .....	23
2 Préparation des mélanges.....	24
2.1 Les calculs théoriques.....	24
3 Préparation des plaques.....	25
3.1 Moulage .....	25
4 Techniques de caractérisations.....	27
4.1 Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR) .....	27
4.1.1 Définition .....	27
4.1.2 Principe.....	27
4.1.3 Préparation des échantillons.....	28
4.2 Tests mécaniques.....	29
4.2.1 Test de traction .....	29
4.2.2 Test de la dureté Shore A .....	33
4.3 Test d'absorption d'eau .....	35

### **Chapitre 4 : Les résultats et interprétations**

1 L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR.....	37
1.1 L'analyse spectroscopique infrarouge pour le polyester UP .....	37
1.2 L'analyse spectroscopique infrarouge de l'écorce d'orange .....	38

1.3	L'analyse spectroscopique infrarouge des feuilles d'olive.....	39
1.4	L'analyse spectroscopique infrarouge de la poudre des noix d'olive.....	40
1.5	L'analyse spectroscopique infrarouge du composite UP/ Ecorce d'orange .....	41
2	L'absorption d'eau distillée .....	42
2.1	Influence du taux de fibre sur l'absorption.....	42
2.1.1	Ecorce d'orange.....	42
2.1.2	Feuilles d'olive .....	43
2.1.3	Noix d'olive.....	44
2.2	Influence de la nature de la fibre sur l'absorption .....	45
3	Les résultats de l'étude mécanique .....	46
3.1	L'influence du taux d'additif sur les propriétés mécaniques.....	46
3.1.1	L'influence de la fibre écorce d'orange .....	46
3.1.2	L'influence de la fibre feuilles d'olive .....	49
3.1.3	L'influence de la fibre noix d'olive.....	51
3.2	L'influence du type d'additif sur les propriétés mécaniques.....	54
3.2.1	Eude de la résistance et l'allongement à la rupture .....	54
3.2.2	Etude de la dureté Shore.....	55
	Conclusion générale .....	56
	Liste de référence .....	57
	Annexes .....	60
	Résumé.....	68

## Liste des figures

Figure 1 : a. homopolymère, b. copolymère statistique, c. copolymère alterné, d. copolymère séquencé).....	5
Figure 2: Homopolymère ramifié (a) et copolymère ramifié (b) .....	5
Figure 3: Polymère réticulé avec ponts di-sulfure reliant deux chaînes .....	6
Figure 4 : Représentation schématique d'un matériau composite .....	12
Figure 5 : Différentes familles de matrice .....	13
Figure 6 : Représentation schématique d'un matériau composite .....	14
Figure 7 : Réaction d'obtention des résines de polyesters insaturés .....	15
Figure 8: Structure de Peroxyde de méthyle éthyle cétone «PMEC» . .....	18
Figure 9: Les principaux constituants d'orange .....	18
Figure 10 : l'écorces d'oranges séché dans l'étuve à 80°C pendant 24 h. ....	21
Figure 11: Broyage d'écorces d'oranges.....	22
Figure 12: la poudre d'écorces d'oranges. ....	22
Figure 13: Préparation de la poudre des feuilles d'olive.....	23
Figure 14: la poudre des feuilles d'olive .....	23
Figure 15: la poudre des noyaux d'olive .....	24
Figure 16: Étapes à suivre pour préparer le mélange .....	26
Figure 17:Le composite (UP/Noix d'olive) moulée au contact. ....	26
Figure 18:Les plaques (UP/Noix d'olive) préparées. ....	27
Figure 19:Spectrophotomètre à transformée de Fourier de type SHIMADZU FTIR-8400S... ..	28
Figure 20:préparation des échantillons. ....	28
Figure 21:Presse à vide. ....	29
Figure 22: Machine de traction de type Zwick/Roell.....	30
Figure 23: Courbe théorique contrainte/déformation des matériaux polymères.....	30
Figure 24: éprouvette de l'essai de traction.....	31
Figure 25: Découpage des éprouvettes.....	32
Figure 26: Mesure des dimensions de l'éprouvette . ....	33
Figure 27: Éprouvette d'essai mise en place dans la machine de traction. ....	33
Figure 28: Principe de duromètre Shore utilisé.....	34

Figure 29: Duromètre Shore A.....	34
Figure 30: Test de la dureté Shore. ....	35
Figure 31: Sécher des éprouvettes à l'étuve pendant 1 h à 80 °C. ....	36
Figure 32: la balance électronique utilisée. ....	36
Figure 33: les éprouvettes dans un récipient d'eau distillée.....	36
Figure 34: Spectre FTIR du polyester UP 100%.....	37
Figure 35: Spectre FTIR de l'écorce d'orange.....	38
Figure 36: Spectre FTIR des feuilles d'olive. ....	39
Figure 37: Spectre FTIR de la poudre des noix d'olive. ....	40
Figure 38: Spectre FTIR du composite UP/Ecorce d'orange 30%. ....	41
Figure 39: L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps UP 100%, UP/ Ecorce d'orange 15%, UP/ Ecorce d'orange 20%, UP/ Ecorce d'orange 30%, UP/ Ecorce d'orange 40%.....	42
Figure 40: L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps UP 100%, UP/Feuilles d'olive 15%, UP/Feuilles d'olive 30%. ....	43
Figure 41: L'absorption de l'eau distillée en fonction de temps UP 100%, UP/Noix d'olive 15%, UP/Noix d'olive 30%.....	44
Figure 42: L'absorption de l'eau distillée en fonction de temps UP, écorce d'orange, feuilles d'olive et noix d'olive. ....	45
Figure 43: Évolution de la résistance à la rupture des compositions .....	47
Figure 44: Évolution de l'allongement à la rupture des compositions UP/écorce d'orange....	47
Figure 45: Évolution de la dureté Shore de l'écorce d'orange.....	48
Figure 46: Évolution de la résistance à la rupture des compositions UP/ Feuilles d'olive .....	49
Figure 47: Évolution de l'allongement à la rupture des compositions UP/ Feuilles d'olives..	50
Figure 48: Évolution de la Dureté Shore des compositions UP/ Feuilles d'olive.....	51
Figure 49: Évolution de la résistance à la rupture des compositions UP/ Noix d'olive.....	52
Figure 50: Évolution de l'allongement à la rupture des compositions UP/ noix d'olive. ....	52
Figure 51: Évolution de la Dureté Shore des compositions UP/ noix d'olives.....	53
Figure 52: Histogramme de la résistance à la rupture des composites UP/ Fibres. ....	54
Figure 53: Histogramme de l'allongement à la rupture des composites UP/ Fibres.....	54
Figure 54: Histogramme de la dureté Shore des composites UP/ Fibres.....	55

## Liste des tableaux

Tableau 1: Application des polymères .....	10
Tableau 2: les propriétés mécaniques de polyesters.....	16
Tableau 3:propriétésé le ctriques de polyesters.....	17
Tableau 4: Composition chimique globale des écorces d'orange (g/100g MS) .....	19
Tableau 5: Composition chimique global des feuilles d'olivier .....	20
Tableau 6: Composition chimique des noyaux d'olive.....	20
Tableau 7:Les différentes formulations choisies pour la préparation de nos échantillons.....	25
Tableau 8 : fréquences caractéristiques du polyester UP 100%.....	38
Tableau 9: fréquence caractéristiques de l'écorce d'orange. ....	39
Tableau 10 : fréquences caractéristiques des feuilles d'olive. ....	40
Tableau 11: fréquences caractéristiques des noix d'olive.....	41
Tableau 12: fréquence caractéristiques du polyester UP/Ecorce d'orange 30%.....	42
Tableau 13: Composition chimique globale des feuilles d'olive .....	44
Tableau 14: Propriétés mécaniques des compositions de UP 100%, UP/Ecorce d'orange 15%, UP/Ecorce d'orange 20%, UP/ Ecorce d'orange 30%, UP/Ecorce d'orange 40%. ....	46
Tableau 15: Propriétés mécaniques des compositions de UP 100 %, UP/ feuilles d'olive 15%, UP/ feuilles d'olive 30% .....	49
Tableau 16: Propriétés mécaniques des compositions de UP 100%, UP/Noix d'olive 15%, UP/Noix d'olive 30%.....	51

## Liste des abréviations

**Tg:** La température de transition vitreuse.

**Tf:** La température de fusion.

**UV:** Ultra violet.

**%:** Pourcent.

**MPa:** Méga Pascal.

**UP:** Polyester insaturé.

**ER:** Ecorce d'orange.

**FO:** Feuilles d'olives

**NO:** Noyaux d'olives

**KBr:** Bromure de potassium.

**Cat:** Catalyseur.

**M (UP):** Masse de polyester insaturé.

**M (ER):** Masse de la fibre d'écorce d'orange.

**M (FO):** Masse de la fibre de feuilles d'olive

**M (NO):** Masse de la fibre de noyaux d'olive

**M (Cat):** Masse du catalyseur.

**FTIR:** Technique de mesure de l'absorption par Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier.

## *Introduction générale*

## **Introduction générale**

L'usage des polymères dans les différents secteurs de la vie quotidienne s'est considérablement répandu pendant ces dernières années grâce à leurs avantages le faible coût, la facilité de mis en œuvre, la possibilité de recyclage. Les matériaux polymères peuvent s'explorer dans des nombreuses applications (habitat, transport, habillement, emballages, pneumatiques, aéronautique, etc.) [1].

Les polymères à l'état pur sont rarement utilisés en raison de leurs faibles propriétés, ils doivent être combinés à d'autres matériaux considérés comme un renfort, permettant de générer une importante classe des matériaux hétérogènes appelée matériaux composites à matrice polymère qui ont suscité un grand intérêt dans le milieu académique et industriel grâce aux améliorations significatives dans les propriétés de la matière plastique. Ces améliorations peuvent comprendre; une stabilité thermique remarquable, des modules mécaniques élevés, une forte résistance contre le vieillissement...etc [2].

Ils possèdent ainsi de nombreux avantages leur permettant de concurrencer directement les matériaux dits conventionnels tels que les métaux ou les alliages. Dans ce travail, on s'intéresse à l'étude des propriétés l'une des principales matières plastiques du polyester insaturé (UP), que nous diviserons en plusieurs compositions du polymère avec les fibres. Les matériaux constituant le composite sont généralement choisis en fonction de l'application que l'on souhaite en faire par la suite, et ces propriétés mécaniques et physiques peuvent être modifiées selon les besoins. En utilisant cette technique, de nombreuses propriétés peuvent être améliorées.

Notre mémoire est subdivisé en quatre parties:

D'abord une introduction générale, le premier chapitre étudie les notions fondamentales sur les polymères (définition d'un polymère, classification des polymères,...etc...), le second chapitre est divisé en deux parties principales, la première décrit les matériaux composites, leurs constituants ainsi que leurs procédés de production. La deuxième partie couvre des généralités sur le polyester insaturé, les types de matériaux (fibres naturelles) utilisés pour la préparation

de nos mélanges à base de Polyester: fibres d'écorces d'oranges, fibres des feuilles d'olive, fibres des noyaux d'olive.

Le troisième chapitre présente le dispositif expérimental de synthèse par voie fondue ainsi que les méthodes analytiques qui ont permis de caractériser les propriétés des composites obtenus.

Enfin, le quatrième chapitre est consacré à la discussion et l'interprétation des divers résultats obtenus.

Le mémoire se termine par une conclusion générale et une liste de références bibliographiques suivis d'annexe.

*Chapitre 1: Généralités sur les  
polymères*

# Chapitre 1: Généralités sur les polymères

## Introduction

Les polymères trouvent des applications ciblées dans des domaines variés, cela grâce à leurs propriétés physico-chimiques importantes. De ce fait, connaître leurs structure conformationnelles et configurationnelles leurs propriétés physico-chimiques rend leur utilisation plus efficace. Le but de ce chapitre est d'expliquer la physico-chimie des polymères. Nous détaillerons l'aspect structural et conformation, leurs classifications ainsi que leurs domaines d'applications [3].

## 1 Définition du polymère

Un polymère est une substance composée de longues chaînes moléculaires appelées Macromolécules. Une macromolécule résulte de l'enchaînement par liaison covalente, d'unités constitutives (ou groupes d'atomes) appelés «mères» (provenant du grec «meros» qui signifie «partie»). [4]

### 1.1 Nomenclature des polymères

Le nom des polymères est généralement dérivé de celui du monomère en ajoutant le préfixe "poly". Pour le nom du monomère: il est formé de plusieurs mots, il est mis entre parenthèses et précédé de poly (préfixe):

Exemple:

- poly (chlorure de vinyle)

Pour le copolymère, on utilise un unifix pour décrire ce que l'on connaît de l'agencement des unités constitutives. Ils sont désignés par: le polymère alterné [5].

## **2 Classification des polymères**

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

### **2.1 Selon leur origine**

On peut classer les polymères en trois groupes:

#### **2.1.1 Polymères naturels**

Sont issus des règnes végétal ou animal ex: cellulose, amidon, la soie naturel...etc.

#### **2.1.2 Polymères artificiels (dérivés des polymères naturels)**

Sont obtenus par modification chimique de polymère naturel ex: nitrocellulose.

#### **2.1.3 Polymères synthétiques** totalement issus du génie de l'homme [6].

### **2.2 Selon leur nature chimique** On distingue

#### **2.2.1 Polymères minéraux**

Ils sont constitués soit de chaînes renfermant un seul corps simple: diamant, graphite, phosphore, soufre...Ou de chaînes renfermant plusieurs hétéroatomes: (silicates acides polyphosphoriques, chlorure de polyphosphonitrile).

#### **2.2.2 Polymères organiques**

C'est la classe la plus riche comme: les polydiènes, les polyacryliques, les polyamides, les polyvinyliques.

#### **2.2.3 Polymères mixtes**

Dotés de propriétés intéressantes dont une bonne résistance thermique (~300°C -350°C) comme les silicones [5].

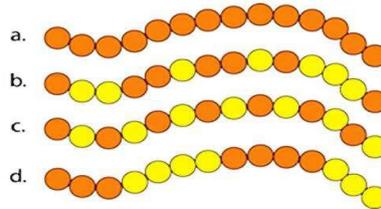
### **2.3 Selon leur structure**

Les polymères peuvent présenter des architectures extrêmement variables. Ils peuvent être linéaires, ramifiés ou réticulés. Le plus souvent, ils sont amorphes, parfois ils peuvent être, au moins partiellement, cristallisés [7].

#### **2.3.1 Les polymères linéaires (ou monodimensionnels)**

En plus des liaisons covalentes, les chaînes de monomères sont aussi reliées entre eux par des ponts hydrogènes ou des liaisons de Van der Waals. Ces liaisons secondaires assurent la

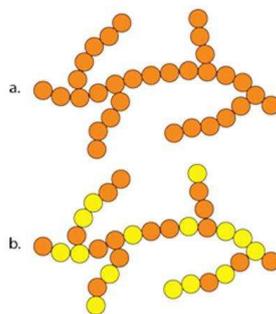
stabilité du polymère et lui confèrent une certaine rigidité. Sous l'effet d'une température élevée le polymère acquiert le comportement d'un liquide visqueux, on parle alors d'une température de transition vitreuse, qui marque le passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique. La figure 1 donne différents exemples de polymères linéaires [8]. Il faut souligner que l'appellation « polymère linéaire » ne signifie pas que les groupes unitaires de la chaîne soient alignés, en effet, ils peuvent être : en zig-zag, en hélice simple ou double ou bien pelote.



**Figure 1:** a. homopolymère, b. copolymère statistique, c. copolymère alterné, d. copolymère séquencé).

### 2.3.2 Les polymères ramifiés (ou bidimensionnels)

Des chaînes homopolymériques ou copolymériques peuvent se greffer sur d'autres chaînes au cours de la polymérisation (figure 2). Au-dessus de la température de transition vitreuse, ces matériaux présenteront un comportement visqueux plus marqué que les polymères linéaires [8].



**Figure 2:** Homopolymère ramifié (a) et copolymère ramifié (b).

### 2.3.3 Les polymères réticulés (ou tridimensionnels)

La réticulation correspond à la formation de liaisons chimiques suivant les différentes directions de l'espace, au cours d'une polymérisation des polymères linéaires, qui conduit à la formation d'un réseau tridimensionnel [8] (figure 3).

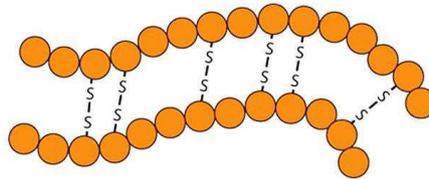


Figure 3: Polymère réticulé avec ponts di-sulfure reliant deux chaînes.

## 2.4 Selon le comportement thermique

### 2.4.1 Polymères thermoplastiques

Ce sont des polymères linéaires, fusibles et solubles dans les solvants organiques et ils sont en général recyclables, c'est-à-dire, ils permettent le chauffage et le refroidissement plusieurs fois lors du moulage des pièces [9, 10].

### 2.4.2 Les polymères thermodurcissables

Ils durcissent au cours de la polymérisation lors de la montée en température en formant un réseau tridimensionnel de monomères liés par liaisons covalentes. La transformation est unique et donne lieu à une pièce définitive. Donc, il n'existe pour eux ni solvant, ni phase fondue. Les thermodurcissables ne sont pas recyclables et leur mise en forme est plus complexe [10, 11].

### 2.4.3 Les élastomères

Ce sont des polymères qui peuvent être étirés à au moins deux fois leur longueur d'origine et qui se rétractent à leur dimension initiale dès que cesse la force d'étirement et ce sans vulcanisation. Parmi les avantages des élastomères, il faut citer une excellente mise en œuvre, de bonnes propriétés mécaniques, un très faible échauffement interne et une très bonne tenue au froid [11, 12].

### 2.4.4 Les polymères thermostables

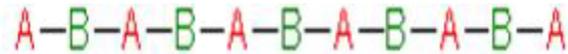
Ce sont des polymères qui conservent leurs propriétés quelques minutes à 600 °C, quelques heures à 400 °C, plus de 100 heures à 300 °C et plus de 30000 heures à 220 °C [11].



2.5.2.1 Mode statistique



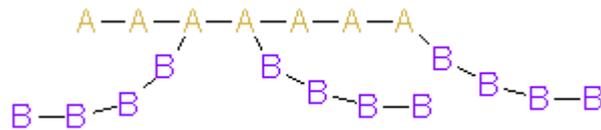
2.5.2.2 Mode alterné



2.5.2.3 Mode séquence



2.5.2.4 Mode greffé



### 3 Les propriétés des polymères

#### 3.1 Propriétés physiques des polymères

Avant tout, rappelons qu'il existe une grande variété de matières plastiques, tout comme il existe un grand nombre d'alliages métalliques, une des caractéristiques physiques générales des polymères est:

**Masse volumique:** La masse volumique des matières plastiques est peu élevée. La légèreté des polymères est sans aucun doute une des qualités qui a le plus largement contribué à leur diffusion. En ce qui concerne le rapport (résistance à la traction / masse volumique), certains polymères sont en fait supérieurs bien à des matériaux métalliques. La faible masse volumique des plastiques est due au faible poids atomique des principaux atomes de leurs chaînes (principalement l'hydrogène et le carbone) [05].

### 3.2 Propriétés thermiques

La température de transition vitreuse " $T_g$ " et la température de fusion " $T_f$ " sont les deux températures fondamentales nécessaires dans l'étude des matériaux polymères. la température de transition vitreuse est partiellement importante pour les polymères amorphes, notamment les thermoplastiques amorphes, pour lesquels, il n'existe aucune force de cohésion importante autre que l'enchevêtrement [05].

Selon la température à laquelle il est soumis, un matériau polymère peut présenter des comportements mécaniques différents. Ceci peut se produire pour les thermoplastiques semicristallins dans un domaine même étroit de la température [15].

## 4 Utilités des polymères

### 4.1 Intérêt des polymères dans notre vie

Les polymères jouent un rôle très intéressant à cause de:

- Leurs propriétés, thermiques, optiques, électriques et chimiques.
- Propriétés mécaniques et élastiques intéressantes.
- Abondance et disponibilité à coût réduit.
- Possibilité d'avoir des matériaux de toutes les formes, de toutes les épaisseurs.
- Taux de vieillissement faible en fonction du temps.
- Flexibilité et légèreté [15].

### 4.2 Application des polymères

Les polymères constituent une des principales révolutions techniques. Ceux-ci sont utilisés pour un nombre extraordinaires d'applications à tous les échelons de la vie. Le tableau suivante présente l'Application des polymères [16].

Domaines	Exemples
<b>Le secteur de la construction</b>	Les portes, conduites d'eau et l'assainissement, peintures des murs des planchers et des plafonds, revêtement du sol.
<b>Industrie de l'emballage</b>	Bouteilles, pots de yaourt, boites aux lettres, problèmes thermiques, gainage films vidéo.

<b>Médecine et santé</b>	Poches de sang, gants, lentilles, verres de lunettes, les organes artificiels, Seringues, industrie dentaire, prothèses, outils de chirurgie
<b>Articles ménagers</b>	Tupperware, poubelles, seaux, vaisselle
<b>Matériel électrique et électronique</b>	Tension d'isolement, isolation, laveuses, ordinateurs et les caméras, Radio et télévision, téléphone.
<b>Industrie automobile</b>	Système vitre claire, Tapie, carrosserie, optiques, planches de bord, habillage intérieur, Façades de téléviseurs, gainage de câbles.
<b>Industrie textile</b>	Vêtement, fibres textiles naturelles et synthétiques, sacs skaï, similicuir, non tissés
<b>Sports-loisirs</b>	Certaines parties des bâtiments, des avions et des bateaux, DVD, bandes magnétiques, Files de pêche et les cordons utilisés, piscines, coques de bateaux.
<b>Industrie chimique</b>	Tuyauterie, cuves, revêtements
<b>Le domaine alimentaire</b>	Procédés de fabrication d'aliments, emballages (bouteilles, pots de yaourt, briques de lait, boîtes œufs) ou industriel (flacons de détergent, sachets et sacs, casiers...)

**Tableau 1:** Application des polymères [16].

*Chapitre 2: Les matériaux  
composites et les matériaux utilisés*

# Chapitre 2: Les matériaux composites et les matériaux utilisés

## Introduction

L'étude et la conception des matériaux composites suscitent depuis près d'un siècle un grand intérêt dans les domaines multiples et variés de la chimie moderne. Structures hétérogènes isotropes, ou anisotropes, ils présentent des performances souvent bien supérieures à celles des matériaux homogènes (propriétés chimiques, mécaniques, optiques, thermiques ou diélectriques) qui leur offrent des perspectives d'utilisation fort prometteuses [17].

## 1 Les matériaux composites

### 1.1 Définition

Un matériau composite est défini comme étant un assemblage d'au moins deux constituants non miscibles, mais ayant une forte capacité d'adaptation. Les qualités respectives des constituants associés se complètent pour former un matériau aux performances mécaniques, thermiques, électriques et/ou physico-chimiques améliorées. Le développement des matériaux composites ayant une ou plusieurs de ces propriétés particulières répond généralement à un besoin spécifique [18]. La réalisation d'un matériau composite nécessite donc l'association d'au moins deux composants: Le composé principal est appelé matrice. Le second, étant le renfort, qui doivent être compatibles entre eux et se solidariser. Pour cela, un agent de liaison, appelé interface, est nécessaire.

Des charges et des additifs peuvent être ajoutés au composite sous forme d'éléments fragmentaires, de poudres ou liquide, afin de modifier une propriété de la matière à laquelle on l'ajoute (par exemple la tenue aux chocs, la résistance aux UV, la résistance au feu...).

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice [17].

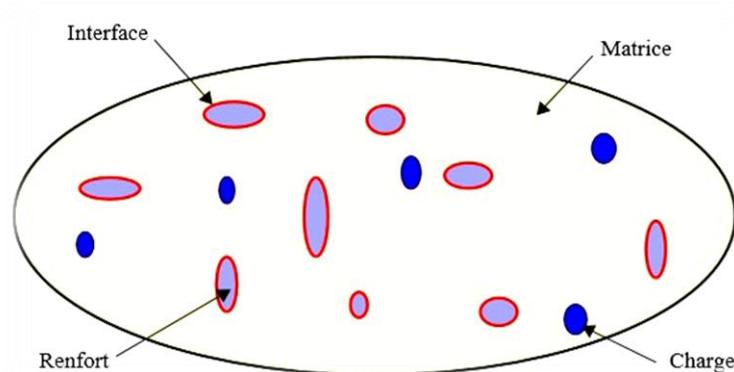
- les Composites à Matrices Organiques (CMO), telles que les polymères organiques (résine thermodurcissable ou thermoplastique);
- les Composites à Matrices Céramiques (CMC) réservés aux applications à haute température.

- les Composites à Matrice Métallique (CMM) intéressent les concepteurs des industries automobiles, électroniques et de loisirs pour répondre à des exigences mécaniques spécifiques [18].

### 1.2 Constituants des matériaux composites

En général les constituants principaux d'un matériau composite sont:

- ✓ La matrice.
- ✓ Le renfort.
- ✓ Les charges et les additifs [19].



**Figure 4 :** Représentation schématique d'un matériau composite [20].

#### 1.2.1 Matrice

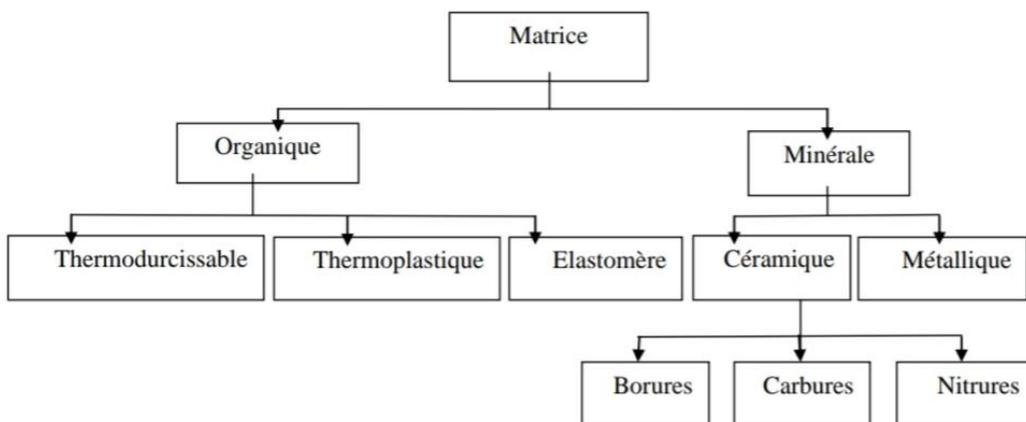
La matrice permet de lier les fibres du renfort fibreux entre elles, ainsi que de répartir les efforts (résistance à la compression ou à la flexion). La matrice est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres, lie les fibres du renfort entre eux et assure la répartition de la contrainte c'est «l'emballage». Les matrices doivent présenter une bonne compatibilité avec le renfort. En outre, elles doivent avoir une masse volumique faible de manière à conserver aux matériaux composites des caractéristiques mécaniques spécifiques élevées. Trois catégories de ces matières plastiques peuvent cependant être distinguées:

- Les polymères thermoplastiques (cristallins, semi-cristallins ou amorphes). sont les résines polymères les plus utilisées dans les matériaux composites.
- Les polymères thermodurcissables (amorphes).
- Les élastomères (amorphes) [21].

Dont les trois fonctions principales sont:

- la répartition de la charge mécanique sur tout le renfort.
- la cohésion des fibres pour une meilleure homogénéisation de l'ensemble.
- la protection des renforts vis à vis du milieu extérieur (chocs mécaniques ou thermiques) [22].

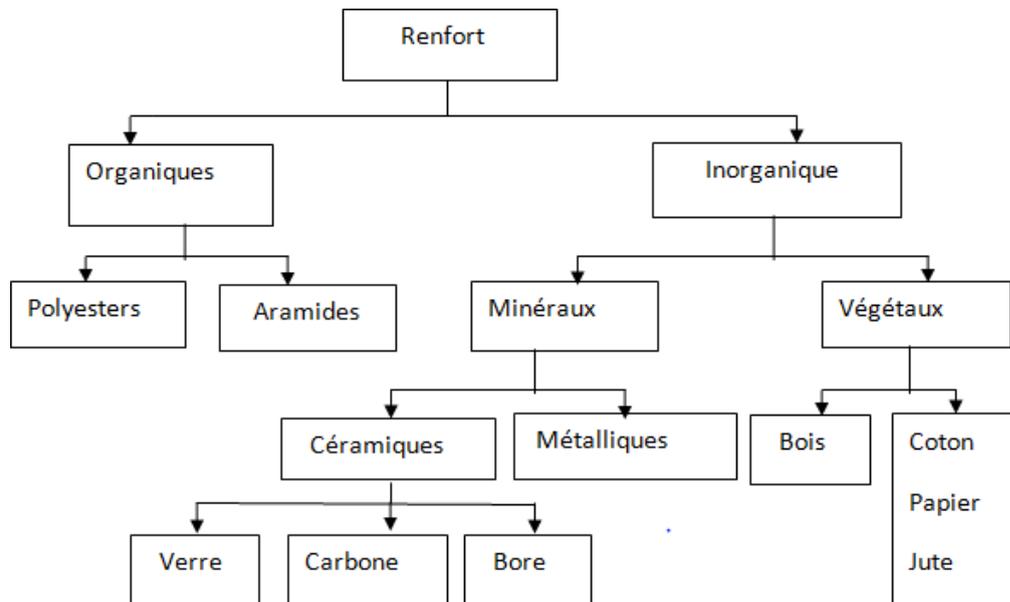
La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la figure 5.



**Figure 5 :** Différentes familles de matrice [19].

### 1.2.2 Les renforts

Les renforts permettent d'améliorer les propriétés physico-chimiques des matériaux (par exemple, la résistance aux acides et bases pour le stockage de produits chimiques), mais aussi les propriétés mécaniques (résistance à la compression, à l'impact, à l'abrasion...), électriques (résistance électrique, conductivité, ...). Elle permet aussi de faciliter la mise en œuvre et de réduire le coût de fabrication d'un matériau [17].



**Figure 6:** Représentation schématique d'un matériau composite[20].

### 1.2.3 Les charges et les additifs

#### 1.2.3.1 Les charges

##### 1.2.3.1.1 Charges renforcâtes

L'objet de l'incorporation de charges renforcâtes est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine.

Ces charges peuvent être classées suivant leur forme géométrique en :

- Charges sphériques
- Charges non sphériques.

##### 1.2.3.1.2 Charges non renforcâtes

Les charges non renforcâtes ont pour rôle soit de diminuer le coût des résines en conservant les performances des résines, soit d'améliorer certaines propriétés des résines.

Parmi ces classes on trouve :

- Charges de faible coût.
- Charges ignifugeantes.
- Charges conductrices et antistatiques [21].

#### 1.2.3.2 Les additifs

Les additifs se trouvent en faible quantité (quelques % et moins) et interviennent comme :

- Lubrifiants et agents de démoulage.



### 2.1.2 Propriétés des polyesters insaturés

#### 2.1.2.1 Propriétés physiques

Les polyesters insaturés non chargés sont transparents. Leur masse volumique est comprise entre 1.1 et 1.4 g/cm<sup>3</sup> [22].

#### 2.1.2.2 Propriétés mécaniques

Les polyesters insaturés sont rarement utilisés seuls mais presque toujours associés à des charges carbonate de calcium, silice, mica...ou à des fibres. Le tableau 2 présente les propriétés mécaniques de différentes qualités de polyesters.

Propriétés	Unités	UP rigide	UP souple
Contrainte à la rupture	MPa	50 à 62	5 à 18
Allongement à la rupture	%	2 à 3	18 à 140
Module d'élasticité (traction)	MPa	2850 à 3450	570 à 1000
Contrainte en flexion : rupture	MPa	100 à 115	Pas de bris
Module d'élasticité (flexion)	MPa	3100	340
Résistance en compression	MPa	90 à 200	-
Résistance au choc Izod entaillé	J/m	10	-
Dureté Barcol	-	46	-

Tableau 2: les propriétés mécaniques de polyesters[22].

#### 2.1.2.3 Propriétés thermiques

Les polyesters insaturés sont inflammables mais peuvent être rendus auto extinguisibles par addition de charges. Ils présentent une bonne tenue à la température jusqu'à 130 C° [22].

#### 2.1.2.4 Propriétés chimiques-corrosion

Les polyesters insaturés résistent bien aux acides non oxydants, aux solvants tels qu'alcools, hydrocarbures aliphatiques. Ils sont attaqués par les solvants chlorés, les cétones, les esters, les bases et les acides oxydants [22].

#### 2.1.2.5 Propriétés électriques

Les polyesters insaturés présentent d'excellentes propriétés d'isolants électriques (tableau3).

Propriétés	Unités	UP rigide	UP souple
Résistivité volumique	$\Omega.cm$	1015	1014
Permittivité relative	-	3 à 9	4 à 8
Facteur de pertes diélectriques	-	0.003 à 0.006	0.02 à 0.06

Tableau 3: propriétés électriques de polyesters [22].

### 2.1.3 Applications

Les marchés des résines polyesters se développent régulièrement; ceux des polyesters renforcés progressent notablement en Europe. Les principales applications sont les suivantes:

- ✓ **Polyesters non renforcés** environ 18% du marché total des polyesters: vernis gel-coats, boutons, inclusion, mastics, mortiers et bétons, pierres et marbres reconstitués, faux-bois.
- ✓ **Polyesters renforcés fibres de verre** environ 82% du marché total des polyesters:
  - transports, automobile: pièces de carrosserie, pare-chocs, cabines.
  - bâtiment: plaques planes et ondulées, profilés, dômes, coupoles, éléments de façade, unités sanitaires, piscines.
  - réservoirs, citernes, appareils de génie chimique: cuves à vin, à fuel, citernes d'épandage, silos, revêtements des réacteurs chimiques.
  - électricité et électronique: armoires, boîtiers, isolants, chemins de câbles, citernes.
  - sports et loisirs: bateaux de plaisance, chalutiers, planches à voile, télécabines... [22].

### 2.1.4 Les additifs

L'additif utilisé dans notre étude est le peroxyde de méthyle éthyle cétone «PMEC».

Le catalyseur initie la réticulation des chaînes de polyesters insaturés et des monomères réactifs en les faisant passer de l'état liquide à l'état solide, ce sont des peroxydes organiques. Le plus utilisé est le peroxyde de méthyle éthyle cétone «PMEC». Il est employé pour le travail au contact [14]. Sa formule est la suivante:

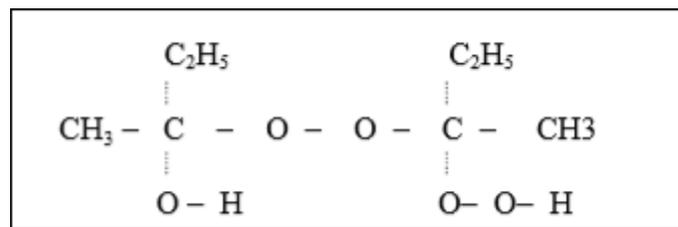


Figure 8: Structure de Peroxyde de méthyle éthyle cétone «PMEC» [23].

## 2.2 Propriétés des fibres naturelles

### 2.2.1 Propriétés des écorces d'oranges

#### 2.2.1.1 Structure morphologique de l'orange

La structure morphologique de l'orange est constituée de l'extérieur vers l'intérieur de L'écorce: constituée de deux parties:

- L'épicarpe: c'est la partie colorée appelée 'flavedo' elle représente 8 à 10 % du fruit, contient des glandes à huiles essentielles, des pigments caroténoïdes, des vitamines etc.
- Le mésocarpe: le mésocarpe interne est appelé 'albedo'. il représente 12 à 30 % du fruit, de couleur blanchâtre, il contient de la cellulose, des sucres solubles, des acides aminés, des vitamines et de la pectine.
- La pulpe: c'est la partie comestible représentant 50 à 80% du fruit [24].

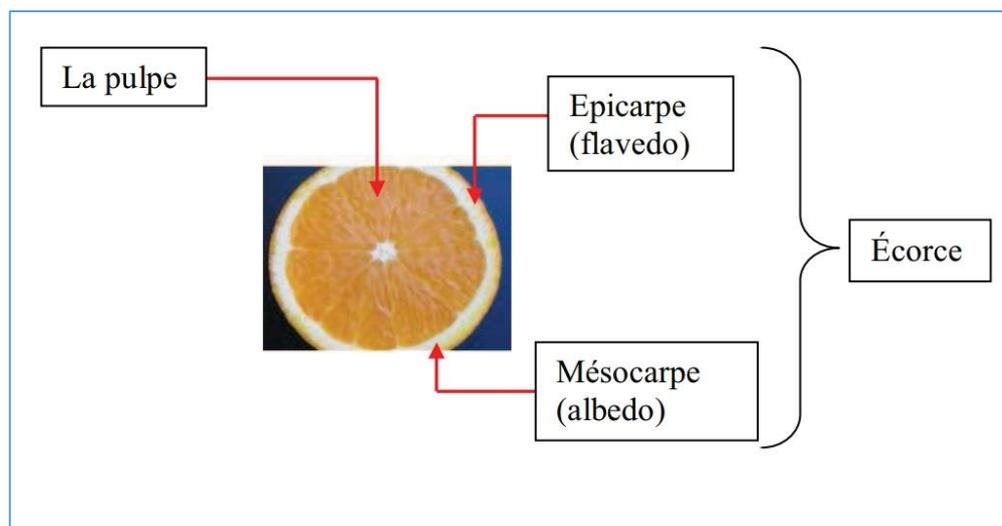


Figure 9: Les principaux constituants d'orange [24].

## Chapitre 2: Les matériaux composites et les matériaux utilisés

### 2.2.1.2 Composition chimique globale des fibres des écorces d'orange

Les chercheurs ont constaté que la peau (Zeste) contient une variable quantité d'huile essentielle, de flavonoïdes et d'acide ascorbique. Le taux de présence de ces composants, varie selon:

- La période de cueillette de fruit.
- Du type de fruit (amer ou doux).
- Du taux d'ensoleillement [25].

La composition globale est représentée dans le tableau ci-dessous.

Composition chimique	Concentration
<b>Eau</b>	60- 75 %
<b>Lipides</b>	1.66g/100g MS
<b>Protéines</b>	1.79g/100g MS
<b>Glucides</b>	15.01g/100g MS
<b>Minéraux</b>	3.45g/100Gms
<b>Fibres</b>	41.64g/100Gms
<b>Caroténoïdes</b>	0.04g/100gMS
<b>Phénols totaux</b>	19.62g/100Gms
<b>Vitamine C</b>	1.15g/100g MS
<b>Huiles essentielles</b>	0.6g/100g MS

**Tableau 4 :** Composition chimique globale des écorces d'orange (g/100g MS)[26].

### 2.2.2 Composition chimique globale des fibres de feuilles d'olivier

Les feuilles d'olivier sont l'un des sous-produits oléicoles, elles sont retrouvées en grandes quantités dans les huileries (10% du poids total des olives) et sont accumulées pendant l'effeuillage des oliviers [27].

La composition chimique globale moyenne des deux variétés de feuilles d'oliviers est récapitulée dans le tableau suivant:

Composition chimique	Valeur %
Lipides	3.2
Protéines	7.0
Minéraux	16.2
Carbohydrates	27,5
Fibres brutes	7.0
Cellulose	19.4
Hémicellulose	25.4
Phénols totaux	1,3-2,3
Lignine	30.4

**Tableau 5:** Composition chimique global des feuilles d'olivier  
(exprimée en g par 100g) [28].

### 2.2.3 Composition chimique des noyaux d'olives

Le tableau suivant présente les principaux constituants des noyaux d'olives.

Composition	Valeur %
Matière sèche	75-80
Matières minérales	3-5
Matières azotées	5-10
Cellulose brute	35-50
Matières grasses	8-15

**Tableau 6:** Composition chimique des noyaux d'olives [29].

*Chapitre 3: Techniques expérimentales  
de synthèse et caractérisations*

# Chapitre 3: Techniques expérimentales de synthèse et de caractérisation

## Introduction

Dans ce chapitre, nous consacrerons à la description de la méthode de synthèse utilisée pour développer des composés de fibres de polyesters naturelles. Les techniques de caractérisation utilisées sont:

- ❖ Analyse spectrale par Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR).
- ❖ Propriétés mécaniques: test de traction, dureté shore.
- ❖ Propriétés physiques: test d'absorption d'eau

## 1 Préparation des fibres naturelles

### 1.1 Préparation de la poudre d'écorce d'orange

Pour préparer la poudre d'écorce d'orange, on procède comme suit:

- On lave bien les oranges, on doit s'assurer qu'elles sont propres puis, on les essuie afin qu'ils sèchent.
- Utilisons un éplucheur de légumes pour éliminer la couche d'orange, en prenant soin de la couche éponge blanche.
- Après, on doit sécher les oranges à l'air libre pendant 24 heures, et on les met à l'étuve à 80 °C pendant 24 heures, pour se débarrasser complètement de l'humidité. (figure10)

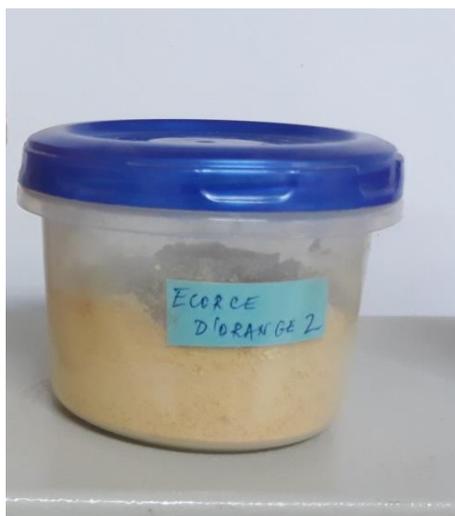


**Figure 10** : l'écorces d'orange séchées dans l'étuve à 80°C pendant 24 h [30].

- On procède au broyage et au tamisage des écorces d'orange pour obtenir une poudre fine. On les garde dans une boîte pour les protéger de l'humidité. (figure 11, 12)



**Figure 11:** Broyage d'écorces d'orange [30].



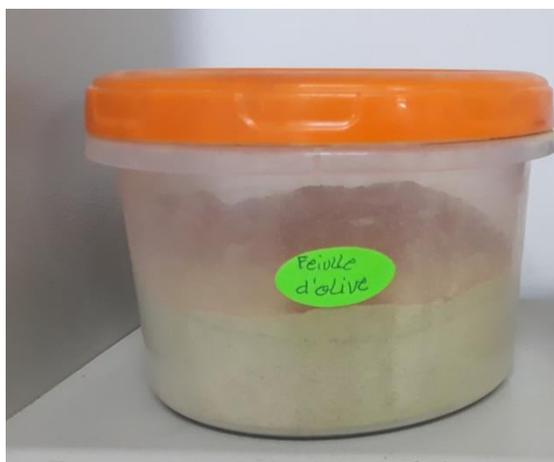
**Figure 12:** la poudre d'écorces d'orange.

## **1.2 Préparation de la poudre des feuilles d'olives**

- D'abord, on lave les feuilles d'olive avec l'eau distillée.
- Ensuite, on les sèche à l'air pendant 24 heures dans les conditions ambiantes selon le climat et on les met 24 heures dans l'étuve à 80 °C. A la fin, on fait progressivement le broyage et tamisage des feuilles d'olives pour obtenir une poudre fine.



**Figure 13:** Préparation de la poudre des feuilles d'olive [30].



**Figure 14:** la poudre des feuilles d'olive.

### 1.3 Préparation de la poudre de noyaux d'olive

- On lave les noyaux d'olive avec l'eau distillée tiède et l'on sèche à l'air libre pendant 24 heures.
- On élimine les restes d'olive. Ensuite, les noyaux sont broyés par un mortier en cuivre. Puis ils sont broyés de façon poussée par un moulin à café domestique.
- Ils sont tamisés par un tamisage, on obtient une poudre fine.



Figure 15 : la poudre des noyaux d'olive [14].

## 2 Préparation des mélanges

### 2.1 Les calculs théoriques

Pour obtenir des plaques, on utilise un moule dont les dimensions:

Épaisseur = 0.2 cm.

Largeur = 20.2 cm.

Hauteur = 20.2 cm.

#### ➤ La masse du moule

$$V = E \times L \times H = 0.2 \times 20.2 \times 20.2 = 81.608 \text{ cm}^3$$

V : Le volume du moule (cm<sup>3</sup>).

E : L'épaisseur du moule (cm).

L : La largeur du moule (cm).

H : La hauteur du moule (cm).

#### ➤ Pour un mélange de (UP 80%/ER 20%)

Pour le polyester insaturé (UP):

On a:	100%	→	81.608 g	→	M (UP) = 65.28 g
	80%	→	M (UP) g		

Pour la poudre d'écorce d'orange:

80%	→	65.28 g	→	M (ER) = 16.32 g
20%	→	M (ER) g		

Pour le catalyseur :

$$\begin{array}{l}
 80\% \longrightarrow 69.36 \text{ g} \\
 1\% \longrightarrow M (\text{Cat}) \text{ g}
 \end{array}
 \quad \longrightarrow \quad
 \boxed{M (\text{Cat}) = 0.816 \text{ g}}$$

Les différentes formulations choisies pour la préparation de nos échantillons sont données dans le tableau 1 Suivant:

Mélange	Taux de la UP (%)	Poids de la UP (g)	Taux de la (%)	Poids de la (g)	Taux de la Cat (%)	Poids de la Cat (g)
UP 100%	100	81.608	0	0	1	0.816
UP+ER 15%	85	69.366	15	12.24	1	0.816
UP+ER 20%	80	65.28	20	16.32	1	0.816
UP+ER 30%	70	57.12	30	17.137	1	0.816
UP+ER 40%	60	48.96	40	32.64	1	0.816
UP+FO 15%	85	69.366	15	12.24	1	0.816
UP+FO 30%	70	57.12	30	17.137	1	0.816
UP+NO 15%	85	69.366	15	12.24	1	0.816
UP+NO 30%	70	57.12	30	17.137	1	0.816

**Tableau 7:** Les différentes formulations choisies pour la préparation de nos échantillons.

### 3 Préparation des plaques

#### 3.1 Moulage

Nous avons choisi une technique de moulage par contact dans ce travail, qui est une méthode d'exécution manuelle pour fabriquer des panneaux à partir de différents mélanges à température ambiante à l'aide d'un moule ouvert lisse.

Afin de préparer ces plaques, nous suivons les étapes suivantes:

- Nous collons le moule avec du silicone et veillons à ce que ses bords soient très serrés afin d'éviter toute sortie de matière, puis nous le posons sur une surface plane.

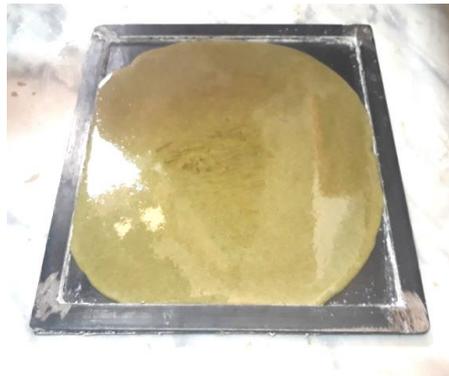
### Chapitre 3: Techniques expérimentales de synthèse et de caractérisation

- Dans un récipient en plastique, nous pesons le polyester et la poudre d'écorce d'orange, puis ajoutons progressivement de la poudre de peau d'orange au polyester, puis mélangeons bien jusqu'à ce qu'il devienne homogène pendant une période de 30 ou 35 minutes, puis ajoutons le catalyseur tout en continuant à mélanger pendant 5 minutes.



**Figure 16:** Étapes à suivre pour préparer le mélange [30].

- Nous versons le mélange directement dans le moule, puis nous le répartissons uniformément dans le moule et nous le laissons sécher à l'air pendant 24 heures. Enfin les échantillons sont prêts à être démouler sous forme de carrés.



**Figure 17:** Le composite (UP/Noix d'olive) moulée au contact.



**Figure 18:** Les plaques (UP/ Noix d'olive) préparées.

## 4 Techniques de caractérisations

### 4.1 Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR)

#### 4.1.1 Définition

La spectroscopie infra rouge a transformée de Fourier (ou FTIR : Fourier Transform Infra Red spectroscopy) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau [31].

#### 4.1.2 Principe

Lorsque la longueur d'onde (l'énergie) apportée par le faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et on enregistre une diminution de l'intensité réfléchié ou transmise. Le domaine infrarouge entre  $4000\text{ cm}^{-1}$  et  $400\text{ cm}^{-1}$  ( $2.5 - 25\mu\text{m}$ ) correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules [32].

Par conséquent un matériau de composition chimique et de structure donnée, va correspondre un ensemble de bandes d'absorption caractéristiques permettant d'identifier le matériau: spectre de vibration infra rouge. L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier qui envoie sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'onde (que le matériau absorbe) et les intensités de l'absorption [33].

Les mesures de spectroscopie infrarouge des différents échantillons, ont été enregistré à l'aide d'un spectrophotomètre infrarouge à transforme de Fourier (IRTF) de modèle SHIMADZUFTIR-8400S qui est installé au laboratoire de chimie de l'université de Biskra (figure 19).



**Figure 19:** Spectrophotomètre à transformée de Fourier de type SHIMADZU FTIR-8400S.

#### 4.1.3 Préparation des échantillons

- Nous broyons et mélangeons une quantité de 0.001g d'échantillon solide et une quantité de 0.2 g de bromure de potassium KBr. Dans un mortier d'agate avec un pilon.



**Figure 20:** Préparation des échantillons.

- Les échantillons à analyser sont préparés sous forme des pastilles, nous plaçons le mélange à l'intérieur de la presse à vide pour former la pastille.



**Figure 21:** Presse à vide.

## 4.2 Tests mécaniques

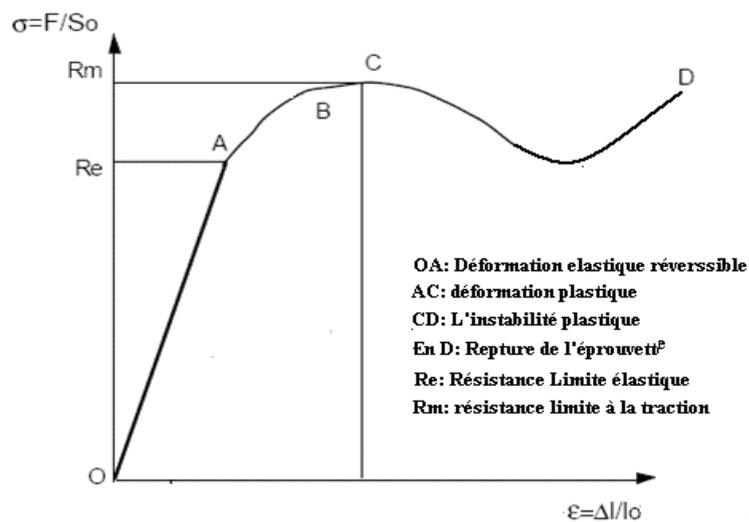
### 4.2.1 Test de traction

C'est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé, pour la détermination des comportements mécaniques des matériaux. Ces comportements sont décrits par un ensemble de relations entre les contraintes, les déformations et leur évolution au cours du temps. La mesure des propriétés mécaniques à la rupture des plaques est effectuée au niveau de laboratoire de « ENICAB » à Biskra à l'aide d'une machine de traction de type Zwick / Roell (figure 22), 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 [34].



**Figure 22:** Machine de traction de type Zwick/Roell.

La figure 23 représente la courbe théorique contrainte /déformation des matériaux polymères en général [34].



**Figure 23:** Courbe théorique contrainte/déformation des matériaux polymères [34].

La pente de la partie linéaire OA (figure 23) représente le module d 'Young (E) exprimé en MPa ou en GPa, appelé aussi ou module d'élasticité. On appelle loi de Hooke la relation:

$$\sigma_{\text{élastique}} = E \times \varepsilon_{\text{élastique}}$$

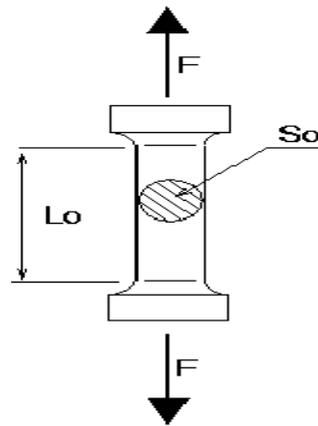


Figure 24: éprouvette de l'essai de traction.

#### 4.2.1.1 Paramètres d'études de traction

Les caractéristiques mécaniques déterminées par l'essai de traction sont:

##### Module d'élasticité (Le module d'Young E)

C'est le rapport de la contrainte de traction à la déformation correspondante dans la limite de contrainte maximale qu'une matière peut supporter. Il représente un critère de rigidité, il s'exprime comme suit:

$$E = \sigma_{\text{élastique}} / \varepsilon_{\text{élastique}}$$

E: Module d'élasticité (MPa).

$\sigma$ : Contrainte (N/m<sup>2</sup>).

$\varepsilon$ : Déformation (%).

##### ➤ La contrainte à la rupture

C'est la charge de traction supportée par l'éprouvette à l'instant de sa rupture par unité de surface, elle est donnée par l'expression suivante:

$$\delta = \frac{F}{S}$$

$\delta$ : Contrainte à la rupture(Pa).

S: L'aire de la section droite (épaisseur x largeur) (mm<sup>2</sup>).

F: La force d'étirement appliquée (N).

➤ **L'allongement à la rupture**

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

$$\epsilon_r = \frac{(L-L_0)}{L_0} \times 100$$

$\epsilon_r$ : Allongement à la rupture(%).

$L$ : Longueur finale de l'éprouvette (partie linéaire étroite) (m).

$L_0$ : Longueur initiale de l'éprouvette(m).

❖ **Étapes de l'essai**

Préparation des éprouvettes découpées à l'aide d'un emporte-pièce de dimensions normalisées chaque échantillon a subi trois éprouvettes traction sur une machine de traction de type Zwick/Roell.

- D'abord introduire les données relatives de l'éprouvette à tester dont: son épaisseur  $h$ , sa largeur  $b_0$ .
- Placer l'éprouvette dans la machine d'essai de traction.
- Démarrer la machine et la courbe s'affiche progressivement sur l'écran.



**Figure 25:** Découpage des éprouvettes.



**Figure 26:** Mesure des dimensions de l'éprouvette.



**Figure 27:** Éprouvette d'essai mise en place dans la machine de traction.

#### 4.2.2 Test de la dureté Shore A

La mesure de la dureté Shore A a été réalisée au niveau du laboratoire de «ENICAB » à Biskra. L'essai consiste à appliquer un effort tendant à enfoncer l'aiguille d'un duromètre Shore A suivant la norme NF ISO T 51-123, sur des plaques de  $20 \times 20 \text{ cm}^2$ . Mesurer la résistance qu'oppose une surface de l'échantillon (matières plastiques et élastomères) à la pénétration de la bille ou la pointe d'un duromètre Shore. La lecture se fait directement sur le duromètre après la pénétration de 15 secondes. La photo du duromètre utilisé est illustrée sur la figure 28 [17].

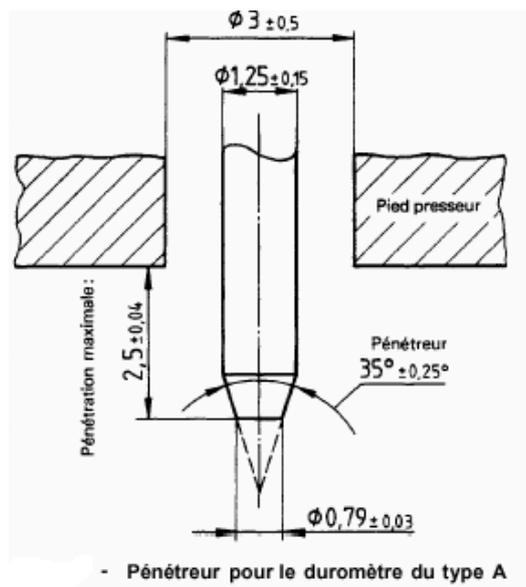


Figure 28: Principe de duromètre Shore utilisé.

### Mode opératoire

- Tenir l'appareil à la main.
- Appliquer lentement et régulièrement la partie avec la pointe (pénétrateur) sur la plaque.
- Lire la valeur indiquée. Effectuer 5 mesures et calculer la moyenne pour obtenir la valeur de dureté la plus précise possible.



Figure 29: Duromètre Shore A.



Figure 30: Test de la dureté Shore.

### 4.3 Test d'absorption d'eau

Le problème d'affinité des fibres naturelles avec l'eau intervient négativement sur les propriétés des composites polymères/ fibres naturelles.

- Pour éliminer la quantité d'eau retenue, il y a lieu de sécher des éprouvettes carrées, dans une étuve pendant 1 h à 80 °C, on les laisse refroidir jusqu'à la température ambiante et on les pèse ( $m_0$ ) sur une balance analytique de précision 0,0001 g.
- Ensuite on immerge les éprouvettes dans un récipient d'eau distillée à une température ambiante. Chaque 24 h, on fait un prélèvement, on enlève toute l'eau superficielle avec du papier absorbant.
- On pèse de nouveau les éprouvettes ( $m$ ), l'opération continue pendant 30 jours.

Le taux d'absorption d'eau a été calculé suivant la formule:

$$\text{Taux d'absorption d'eau (\%)} = \frac{(m - m_0)}{m_0} \times 100$$

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

$m$ : La masse de l'échantillon après l'immersion (g).



**Figure 31:** Séchage des éprouvettes dans l'étuve pendant 1 h à 80 °C.



**Figure 32:** la balance analytique utilisée.



**Figure 33:** les éprouvettes dans un récipient d'eau distillée.

*Chapitre 4: Les résultats et  
interprétations*

## Chapitre 4: Les résultats et interprétations

Dans ce chapitre on présente les résultats de l'étude expérimentale pour les différentes compositions préparées pour cette étude.

### 1 L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR

Dans un but de caractériser la composition chimique de nos compositions, une série de spectres FTIR a été tirée. Les fréquences de vibrations caractéristiques ont été déterminées pour chaque échantillon.

#### 1.1 L'analyse spectroscopique infrarouge pour le polyester UP

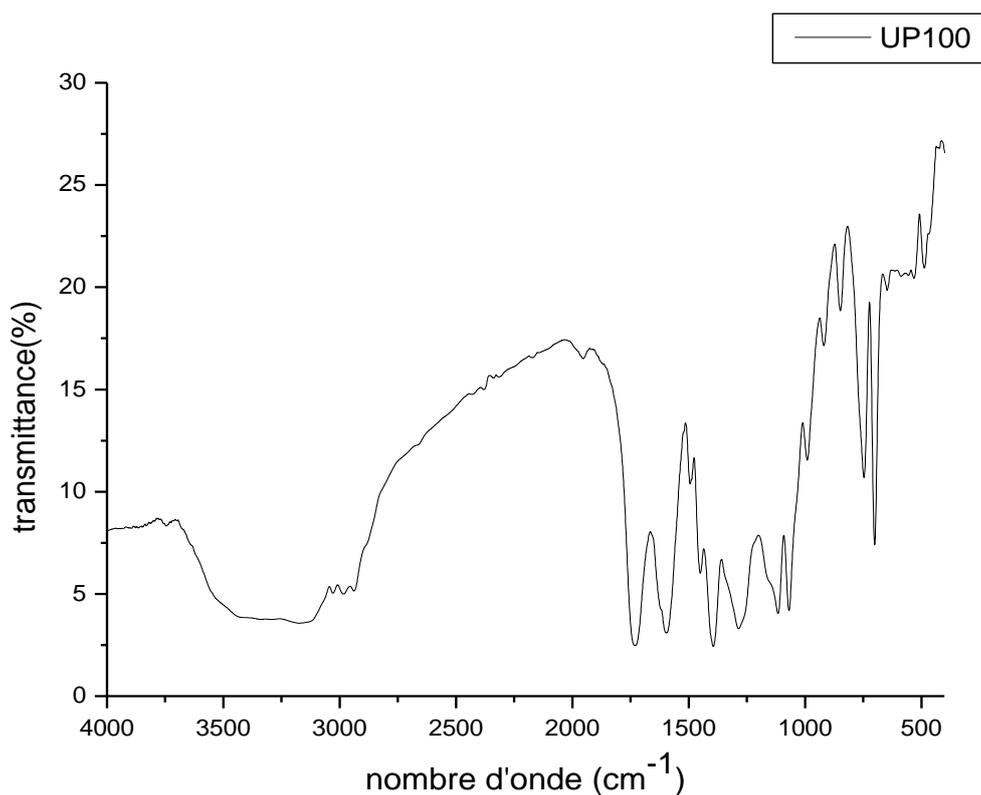


Figure 34: Spectre FTIR du polyester UP 100%.

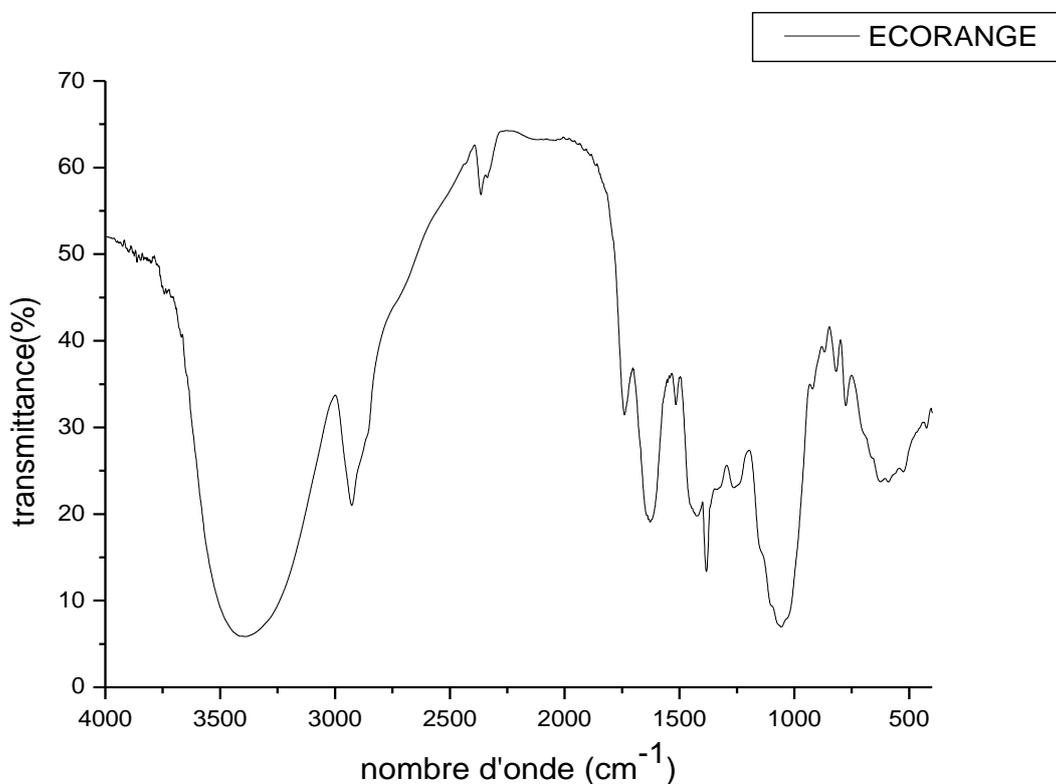
Liaison	O-H Associée	C-O	C-O-C	C-H Alcane
Fréquence $\text{cm}^{-1}$	3424	1107	1055	2913 et 2852

**Tableau 8:** fréquences caractéristiques du polyester UP 100%.

L'analyse du spectre infrarouge a montré l'existence de bandes caractéristiques de groupements hydroxyles (O-H), groupement (C-O), groupement (C-O-C), et les liaisons (C-H) alcanes (tableau 8).

### 1.2 L'analyse spectroscopique infrarouge de l'écorce d'orange

Les données du spectre sont regroupées dans le tableau suivant Figure 35



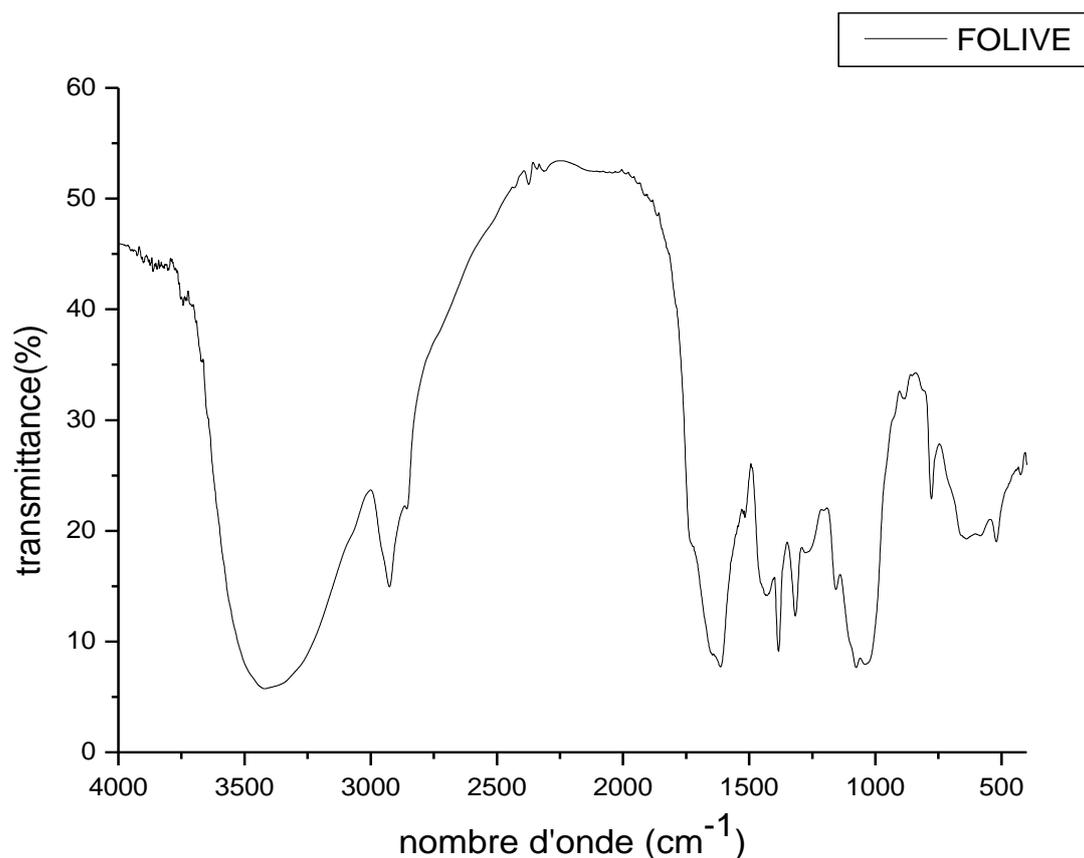
**Figure 35:** Spectre FTIR de l'écorce d'orange.

Liaison	O-H	C-H Alcène	C-H Aromatique	C-O	C-H Déformation
Fréquence $\text{cm}^{-1}$	3424	3080 – 2922	1650	1107	833

**Tableau 9:** fréquence caractéristiques de l'écorce d'orange.

On remarque sur le spectre les bandes caractéristiques liées à la structure chimique de l'écorce figure 35 relatifs aux bandes d'absorption caractéristiques. On note les absorptions des groupements fonctionnels tels que C=O, C-O, C-H (tableau 9).

### 1.3 L'analyse spectroscopique infrarouge des feuilles d'olive



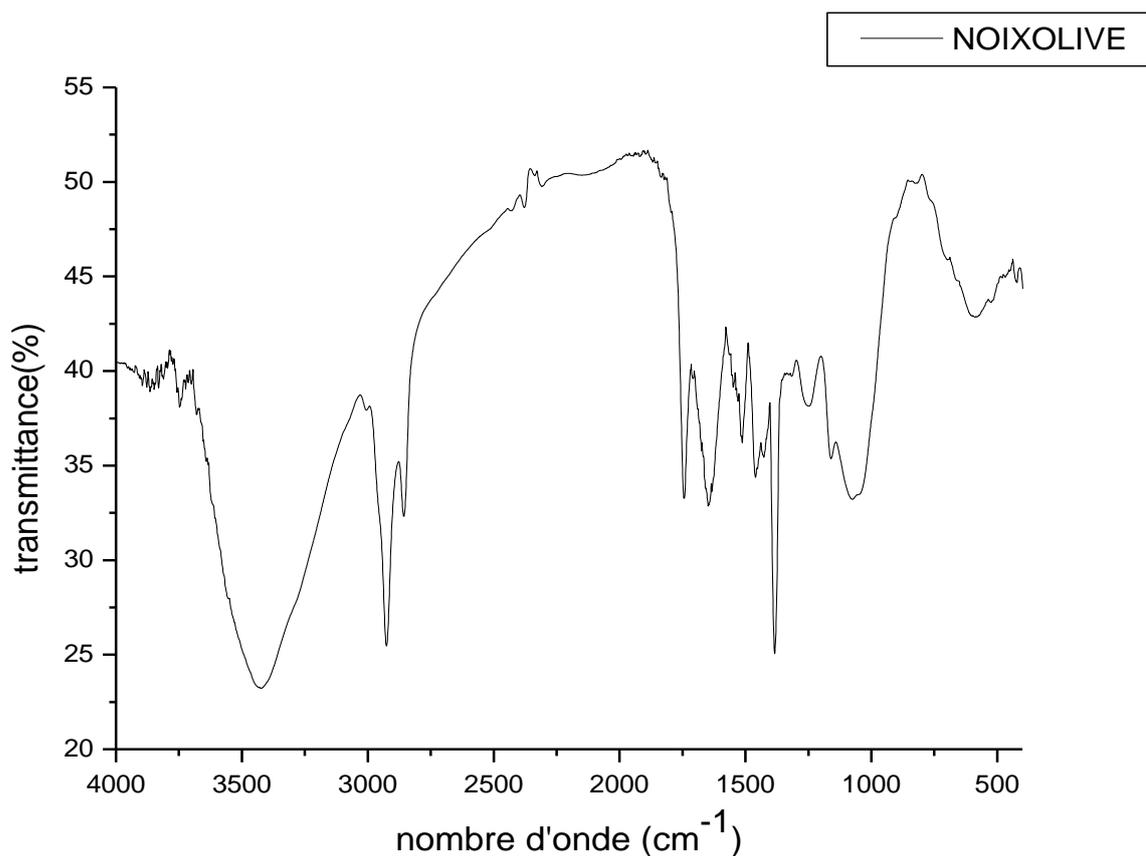
**Figure 36:** Spectre FTIR des feuilles d'olive.

Liaison	O-H associée	C-H Alcène	C=O carbonyle	C-H Alcane
Fréquence cm <sup>-1</sup>	3400	2950	1680	2913 et 2852

**Tableau 10:** fréquences caractéristiques des feuilles d'olive.

Le spectre FTIR de la figure 36 montre des fréquences d'absorption caractéristique tels que par exemple un pic aux alentours de 1680 cm<sup>-1</sup> relatif à l'absorption du groupement carbonyle C=O.

#### 1.4 L'analyse spectroscopique infrarouge de la poudre des noix d'olive



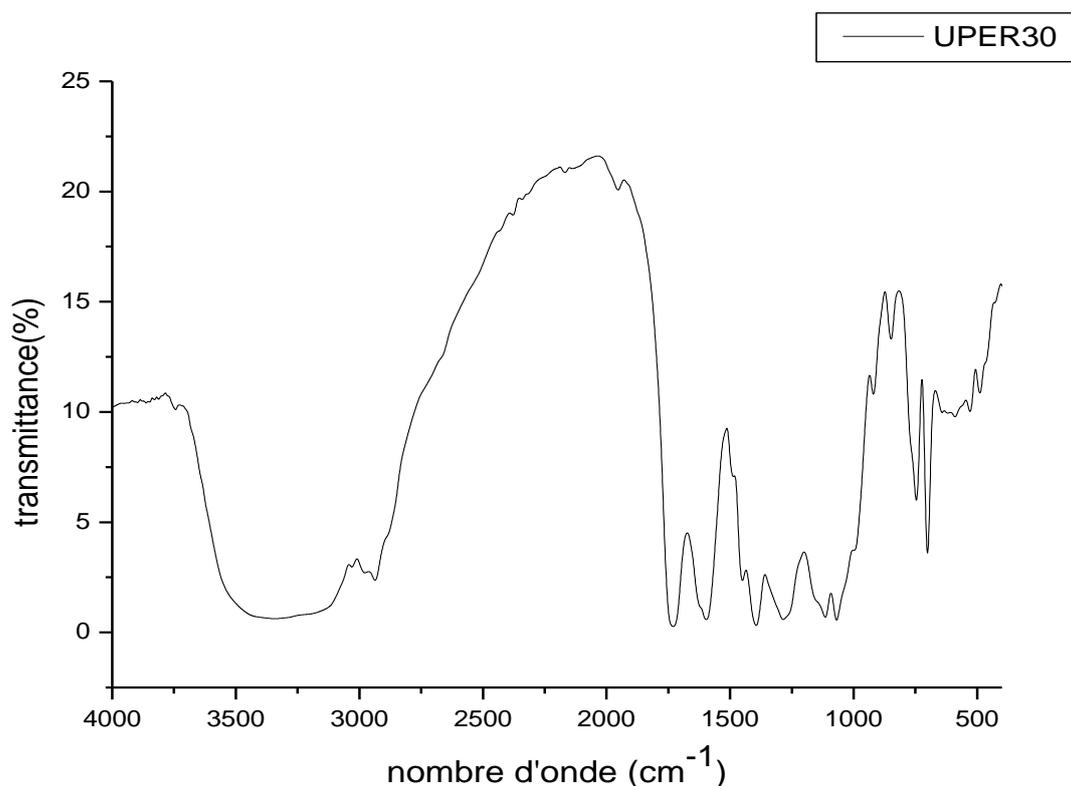
**Figure 37:** Spectre FTIR de la poudre des noix d'olive.

Liaison	O-H associée	C-H alcane	C=O	C-O-C
Fréquence $\text{cm}^{-1}$	3450	2950 - 2850	1760	1055

**Tableau 11:** fréquences caractéristiques des noix d'olive.

On note sur le spectre de la figure 37 relatif à la fibre des noix d'olive des bandes d'absorption caractéristiques tels que l'absorption du groupement carbonyle C=O à 1760  $\text{cm}^{-1}$  (tableau 11).

### 1.5 L'analyse spectroscopique infrarouge du composite UP/ Ecorce d'orange



**Figure 38:** Spectre FTIR du composite UP/Ecorce d'orange 30%.

Liaison	O-H	C-H alcène	C=O	C-H aromatique	C-H Déformation
Fréquence $\text{cm}^{-1}$	3450	3080 - 2922	1760	1650	833

**Tableau 12:** fréquence caractéristiques du polyester UP/Ecorce d'orange 30%.

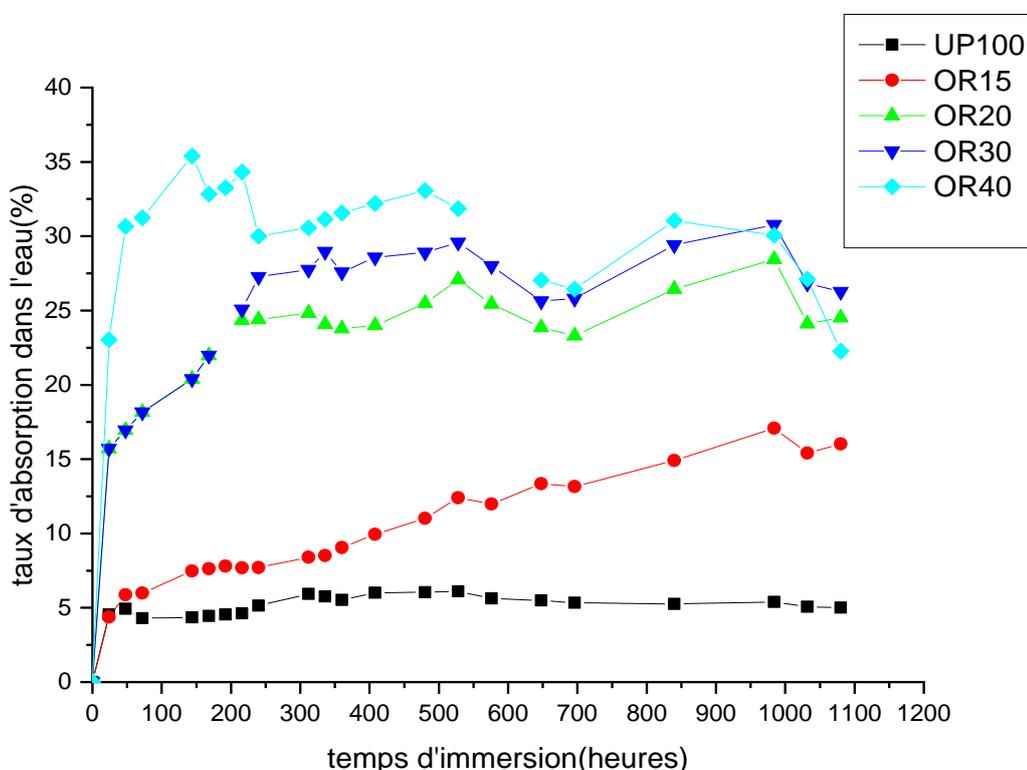
La figure 38 montre le spectre FTIR du composite UP/Ecorce d'orange 30%, on remarque les mêmes bandes d'absorption que celles de la figure 35, le taux de la composition n'influe pas sur l'absorption.

## 2 L'absorption d'eau distillée

L'étude de l'absorption d'eau a été faite dans un but de voir la capacité d'absorption de 03 types de fibres à savoir l'écorce d'orange, les noix d'olive et les feuilles d'olive associées au polyester.

### 2.1 Influence du taux de fibre sur l'absorption

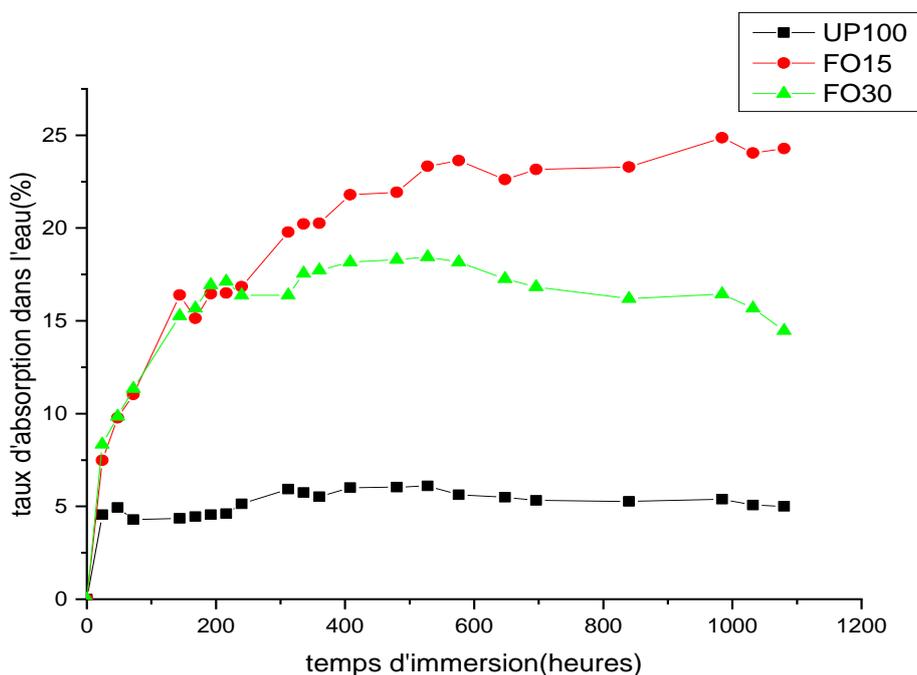
#### 2.1.1 Ecorce d'orange



**Figure 39:** L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps  
UP 100%, UP/ Ecorce d'orange 15%, UP/ Ecorce d'orange 20%, UP/ Ecorce d'orange 30%,  
UP/ Ecorce d'orange 40%.

Pour le cas de l'écorce d'orange associée au polyester, on remarque d'après la figure 39 que plus le taux de la fibre est élevé, plus l'absorption est forte ceci trouve son explication dans le fait que l'écorce d'orange est une fibre, à caractère hydrophile.

### 2.1.2 Feuilles d'olive



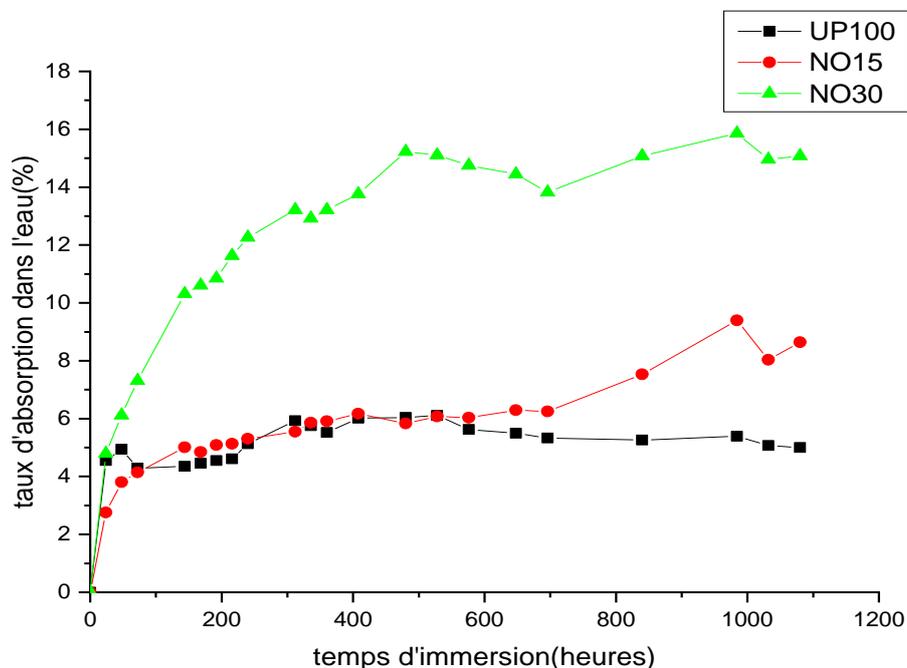
**Figure 40:** L'absorption de l'eau distillée en fonction du temps  
UP 100%, UP/Feuilles d'olive 15%, UP/Feuilles d'olive 30%.

D'après la figure 40 on constate que le caractère hydrophile des feuilles d'olives diminue au fur et à mesure que le taux de ce dernier augmente dans le composite UP/FO, ceci est étroitement lié à la nature chimique que possède les feuilles d'olives (le caractère huileux des feuilles). Donc la composition chimique des feuilles d'olives (tableau 13) influe beaucoup sur l'absorption de l'eau par le composite UP/FO qui ne dépasse pas les proportions 85/15 (UP/FO) s'avère le meilleur dans ce cas.

Composition chimique	Valeur %
Lipides	3.2
Protéines	7.0
Minéraux	16.2
Carbohydrates	27,5
Fibres brutes	7.0
Cellulose	19.4
Hémicellulose	25.4
Phénolstotaux	1,3-2,3
Lignine	30.4

**Tableau 13:** Composition chimique globale des feuilles d'olive  
(Exprimé en g par 100g) [28].

### 2.1.3 Noix d'olive



**Figure 41:** L'absorption de l'eau distillée en fonction de temps  
UP 100%, UP/Noix d'olives 15%, UP/Noix d'olives 30%.

L'analyse des courbes montre que le caractère absorbant du composite augmente avec l'augmentation du taux des noix dans le composite jusqu'à aboutir à une saturation vers les 1000 heures d'immersion, le caractère chimique des noix montre un effet hydrophile.

## 2.2 Influence de la nature de la fibre sur l'absorption

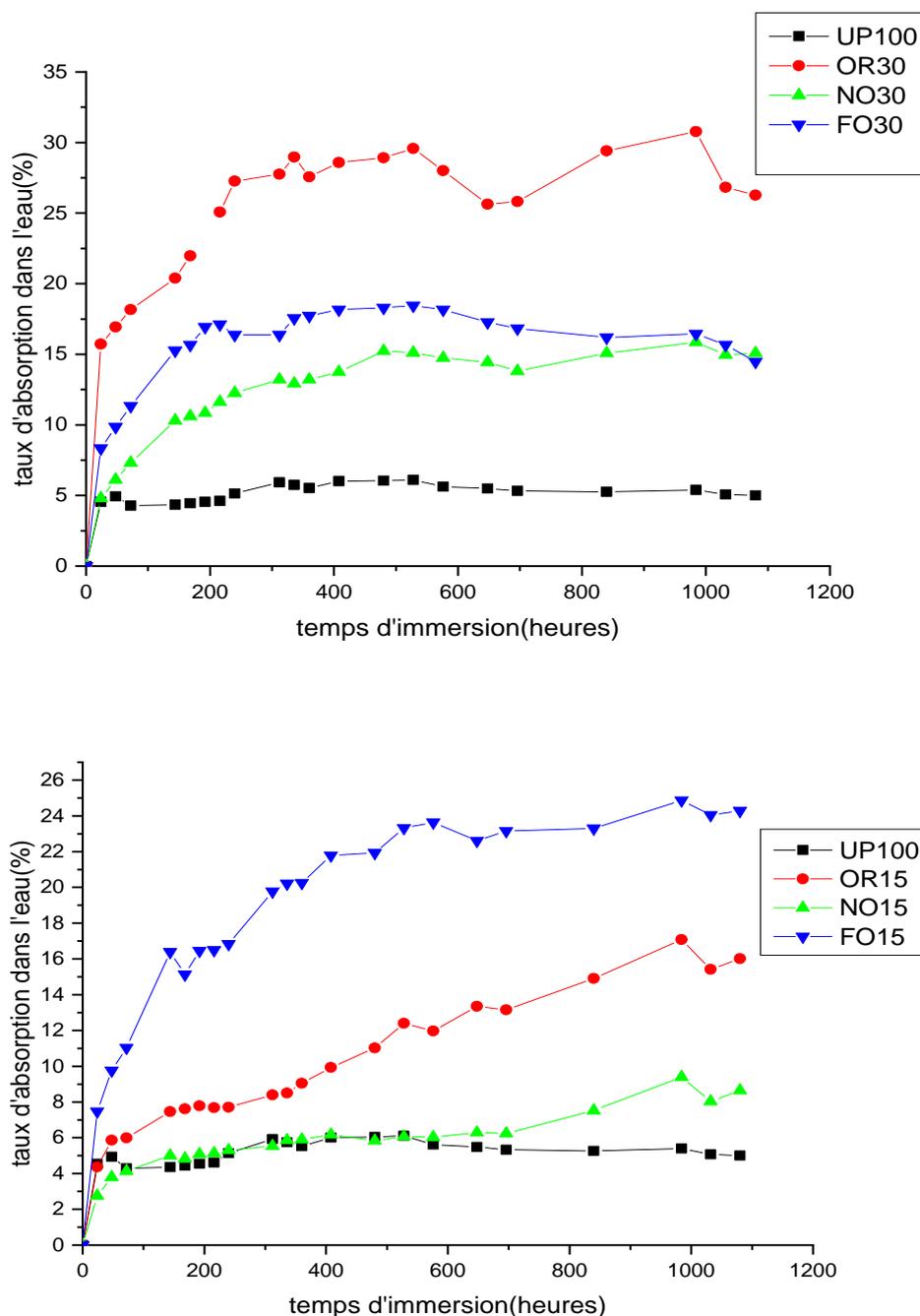


Figure 42: L'absorption de l'eau distillée en fonction de temps UP, écorce d'orange, feuilles d'olive et noix d'olive.

La nature de l'additif un flue de manière considérable sur l'absorption ainsi l'écorce d'orange à le pouvoir le plus hydrophilique, les feuilles d'olives montrent aussi le caractère hydrophilique moins que l'écorce d'orange et enfin la poudre des noix d'olives, le caractère de la nature huileuse apparition en faisant diminuer l'absorption.

### 3 Les résultats de l'étude mécanique

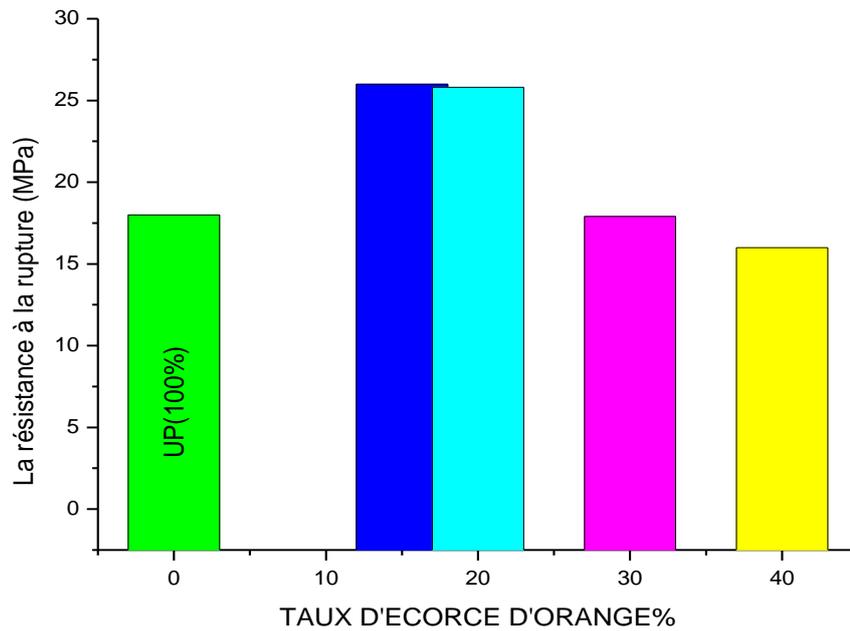
#### 3.1 L'influence du taux d'additif sur les propriétés mécaniques

##### 3.1.1 L'influence de la fibre écorce d'orange

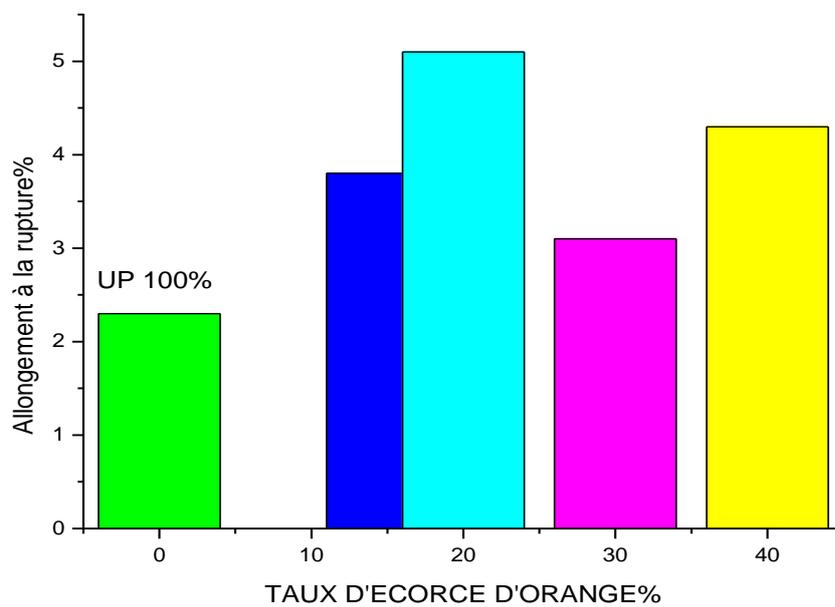
	Résistance $\sigma$ (MPa)	Allongement $\epsilon$ (%)	Dureté Shore
<b>UP 100</b>	18.0	2.3	97.92
<b>ER 15</b>	26.0	3.8	95,54
<b>ER 20</b>	25.8	5.1	94,90
<b>ER 30</b>	17.9	3.1	96,26
<b>ER 40</b>	16.0	4.3	94,26

**Tableau 14:** Propriétés mécaniques des compositions de UP 100%, UP/Ecorce d'orange 15%, UP/Ecorce d'orange 20%, UP/ Ecorce d'orange 30%, UP/Ecorce d'orange 40%.

3.1.1.1 Etude de la résistance et l'allongement à la rupture



**Figure 43:** Évolution de la résistance à la rupture des compositions UP/écorce d'orange.



**Figure 44:** Évolution de l'allongement à la rupture des compositions UP/écorce d'orange.

D'après les résultats de l'analyse mécanique, concernant la résistance à la rupture, on remarque que le composite UP/écorce d'orange perd en propriétés mécaniques lorsque le taux de l'écorce dépasse 20% dans la composition, la résistance à la rupture passe de 25.5 MPa à 18 MPa alors que l'allongement à la rupture passe de 5.1% à 3.1%. En conclusion la rigidité du composite UP/Ecorce d'orange diminue lorsque le taux de l'écorce augmente.

### 3.1.1.2 Etude de la dureté Shore

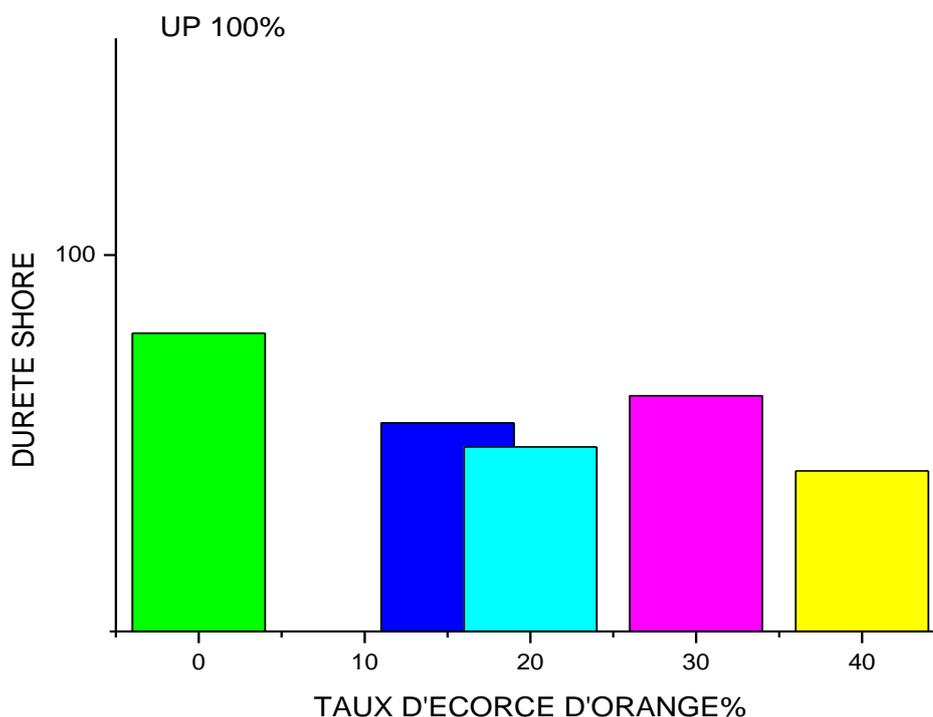


Figure 45: Évolution de la dureté Shore de l'écorce d'orange.

L'addition de l'écorce au polyester, par comparaison à celle du polyester, fait diminuer la dureté car l'écorce d'orange est considérée comme fibre non rigide, possédant une structure molle.

3.1.2 L'influence de la fibre feuilles d'olive

	Résistance $\sigma$ (MPa)	Allongement $\epsilon$ (%)	Dureté Shore
UP 100	18.0	2.3	97.92
FO 15	11.3	2.3	97,76
FO 20	13.3	3.2	83,06

Tableau 15: Propriétés mécaniques des compositions de UP 100 %, UP/Feuilles d'olive 15%, UP/Feuilles d'olive 30%.

3.1.2.1 Etude de la résistance et l'allongement à la rupture

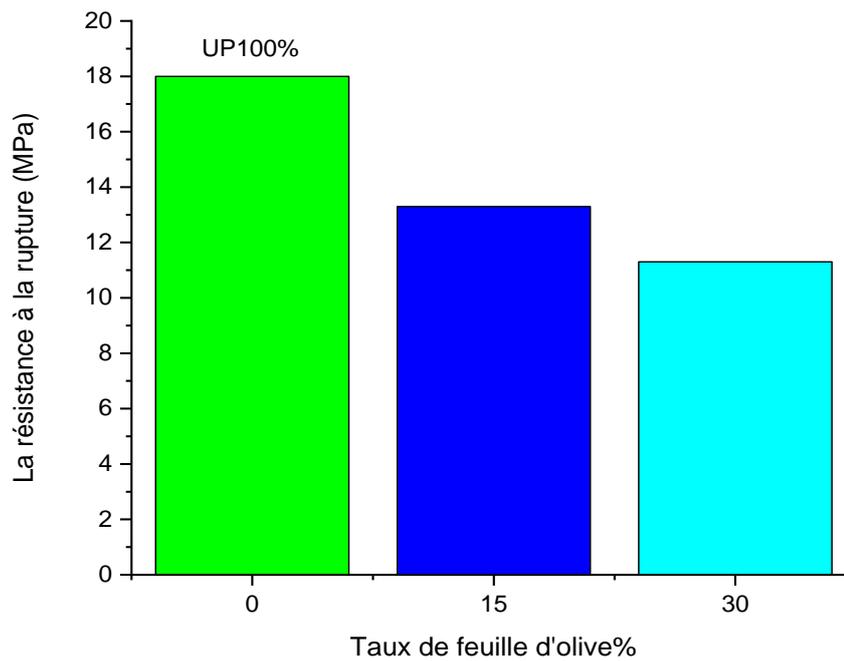
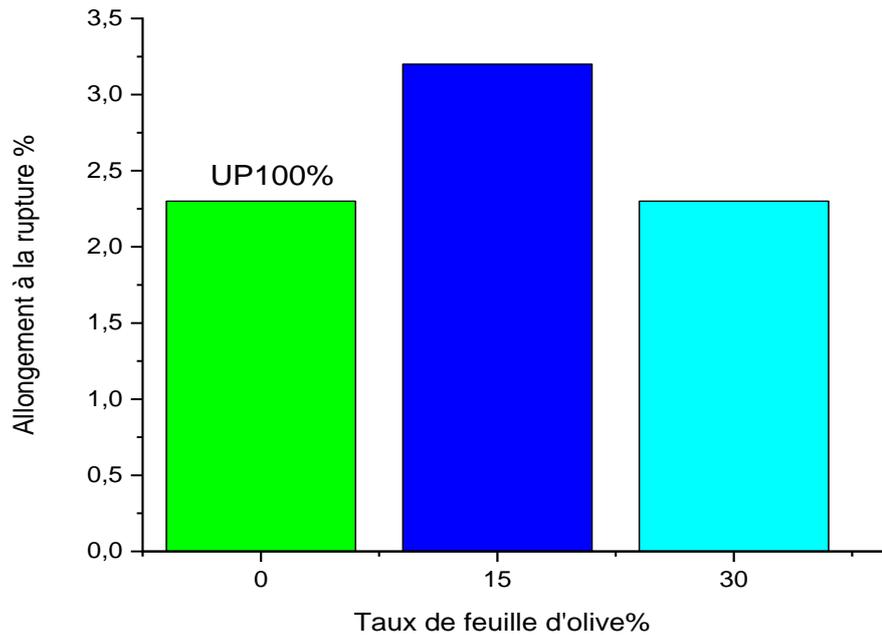


Figure 46: Évolution de la résistance à la rupture des compositions UP/ Feuilles d'olive.



**Figure 47:** Évolution de l'allongement à la rupture des compositions UP/ Feuilles d'olive.

D'après les résultats du tableau 15 et des figures 46, 47 on note une diminution de la résistance à la rupture pour le composite UP/ Feuilles d'olives à un taux de 15%, comparativement à la résistance pour le polyester vierge ceci est dû en majeure partie à la propriété des feuilles dont la composition chimique renferme un taux élevé de produits huileux ( composition chimique tableau 13 ) et tableau 15 ceci confirme les résultats de l'allongement à la rupture, ou l'on voit une diminution lorsque le taux des feuilles augmente dans la composition du composite est le caractère chimique des feuilles influe sur les propriétés mécaniques, qui confère une malléabilité au composite par conséquent la résistance diminue ainsi que l'allongement.

3.1.2.2 Etude de la dureté Shore

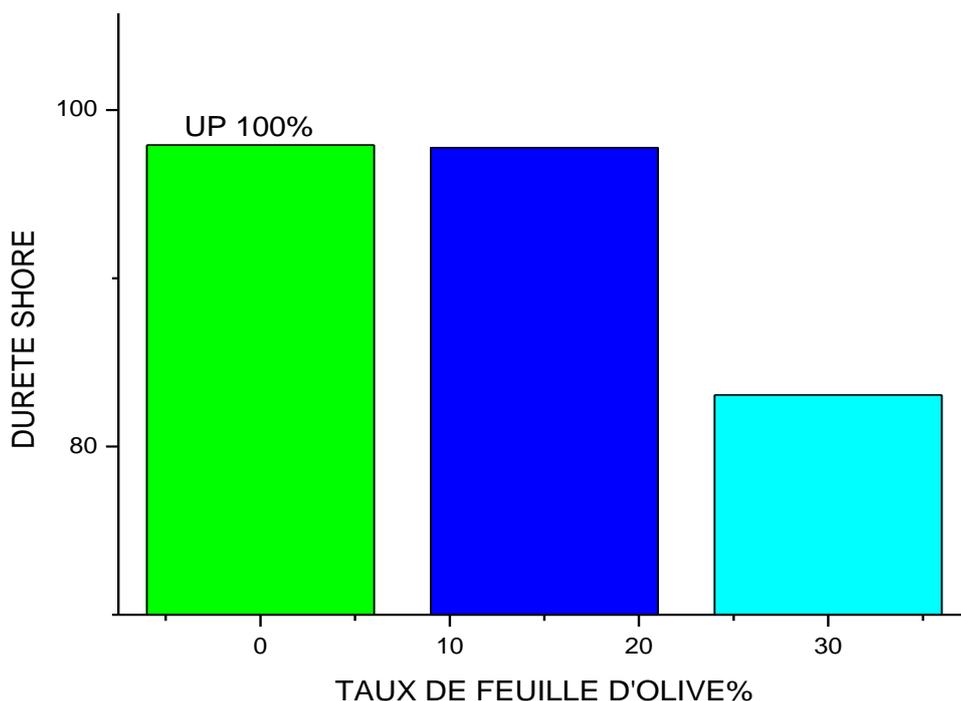


Figure 48: Évolution de la Dureté Shore des compositions UP/ Feuilles d’olive.

D’après les résultats de la figure 48 , la dureté Shore pour les compositions renfermant les noix d’olive diminue par rapport au polyester à cause de l’influence de la fibre, mais il faut noter le fait que l’élévation du taux de feuilles dans la composition du composite fait diminuer la dureté chose attendue lorsqu’on sait que la nature huileuse des feuilles augmente la malléabilité de la composition..

3.1.3 L’influence de la fibre noix d’olive

	Résistance $\sigma$ (MPa)	Allongement $\epsilon$ (%)	Dureté shore
UP 100	18.0	2.3	97.92
NO 15	19.0	3.3	95,56
NO 30	19.9	3.1	98,02

Tableau 16 : Propriétés mécaniques des compositions de UP 100%, UP/ Noix d’olive 15%, UP/ Noix d’olive 30%.

3.1.3.1 Etude la résistance et l'allongement à la rupture

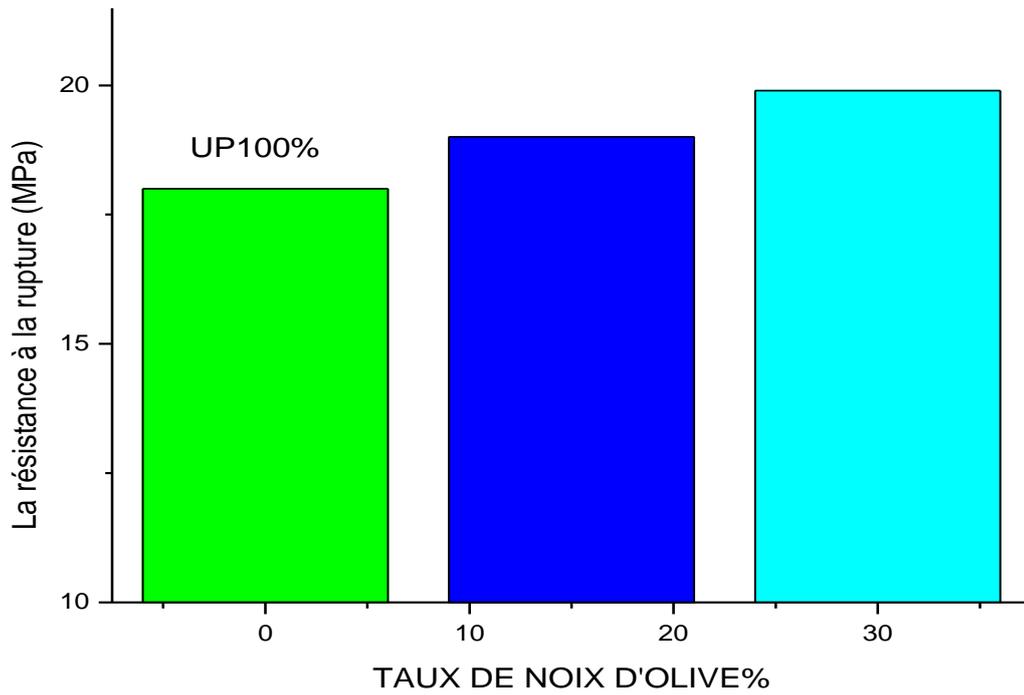


Figure 49: Évolution de la résistance à la rupture des compositions UP/ Noix d'olive.

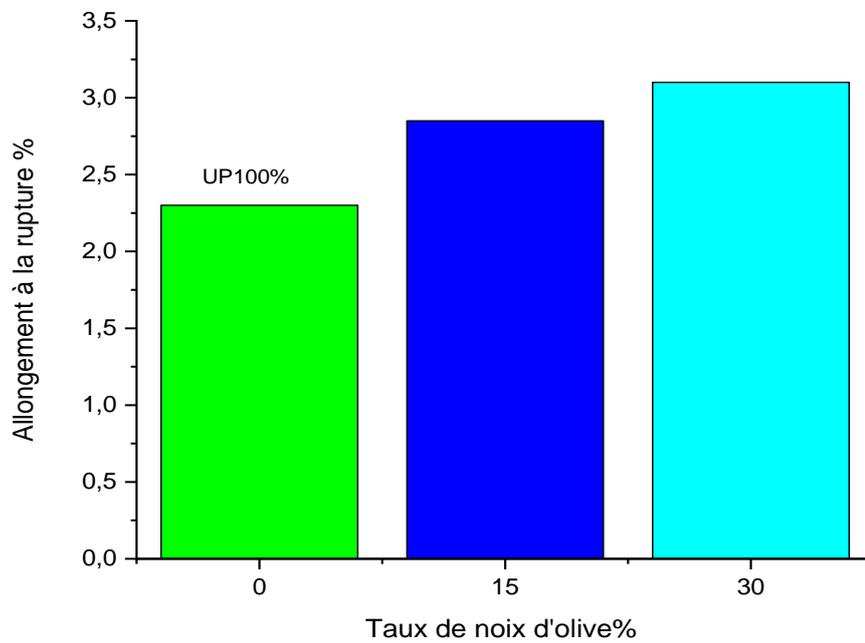
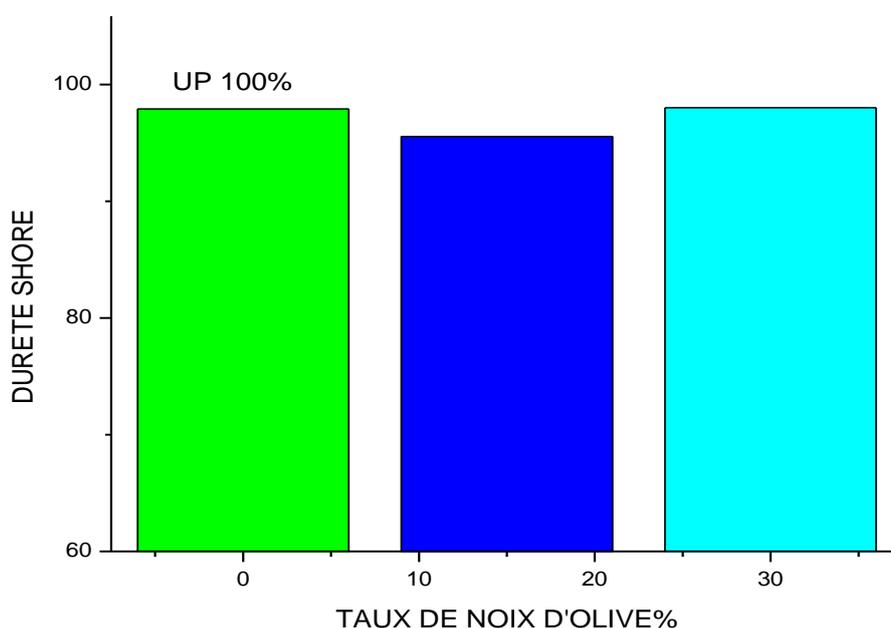


Figure 50: Évolution de l'allongement à la rupture des compositions UP/ noix d'olive.

D'après les résultats du tableau 16 et des figures 49, 50, la résistance à la rupture croît au fur et à mesure que le taux des noix augmente dans la composition du composite ceci est étroitement lié à la nature rigide des noix d'olives dont le caractère huileux est faible.

Cette variation de la résistance suit celle de l'allongement à la rupture ou l'on remarque sur les courbes les mêmes variations à savoir l'accroissement des valeurs avec l'élévation du taux de noix dans la composition.

### 3.1.3.2 Etude de la dureté Shore



**Figure 51:** Évolution de la Dureté Shore des compositions UP/ noix d'olive.

D'après la figure 51 on remarque que la dureté Shore pour les composites UP/ Noix d'olive diminue de manière faible comparativement à celle du polyester suite à la nature fibreuse des noix, néanmoins il faut noter que le taux de la fibre incorporé au polymère fait accroître la dureté.

### 3.2 L'influence du type d'additif sur les propriétés mécaniques

#### 3.2.1 Etude de la résistance et l'allongement à la rupture

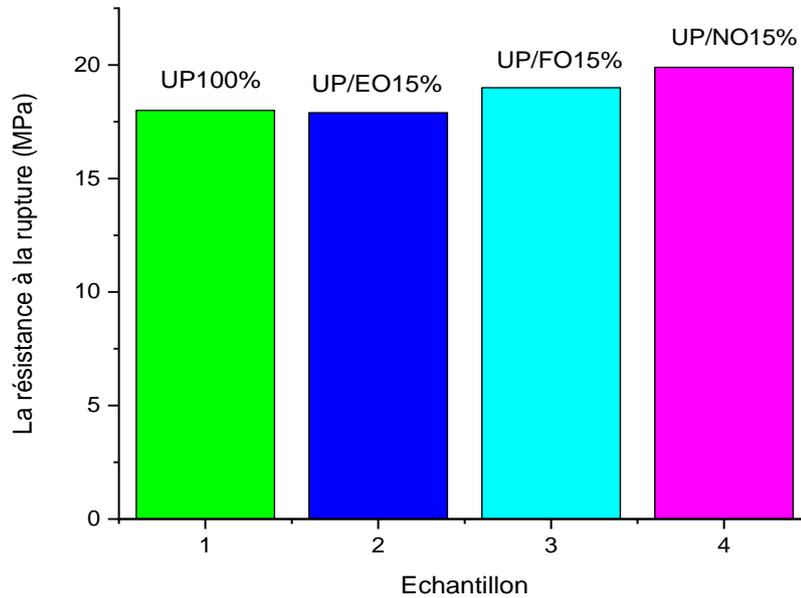


Figure 52: Histogramme de la résistance à la rupture des composites UP/ Fibres.

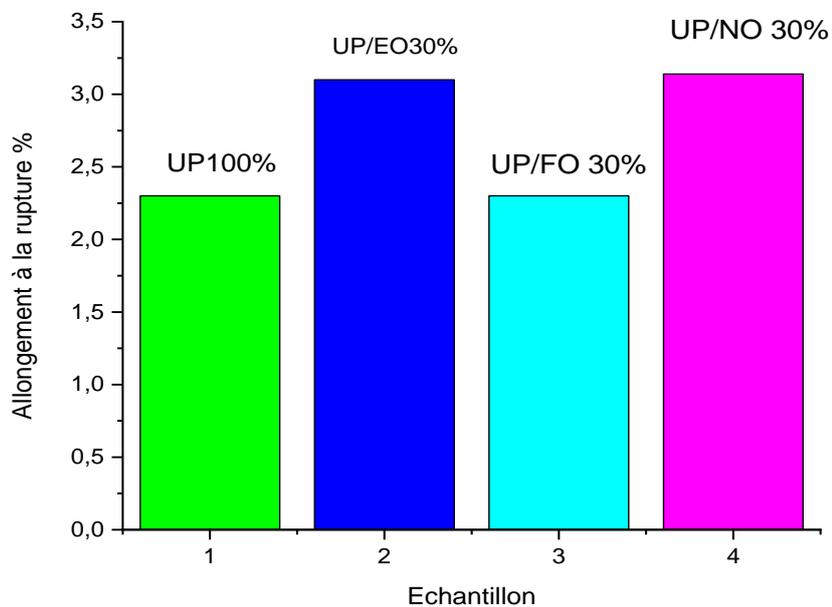


Figure 53: Histogramme de l'allongement à la rupture des composites UP/ Fibres.

La résistance à la rupture pour les trois types de composites varie selon la nature de l'additif au polyester, on remarque la même tendance à savoir la diminution de la résistance pour le composite avec l'écorce à 30%, diminution aussi pour les composites avec feuilles d'olive à 30% à cause de la nature de la composition, alors qu'une augmentation pour le composite avec noix d'olives à 30% ceci est lié à la rigidité, cette constatation s'applique aussi à l'allongement à la rupture des composites, qui suit la même tendance (figures 53, 54).

### 3.2.2 Etude de la dureté Shore

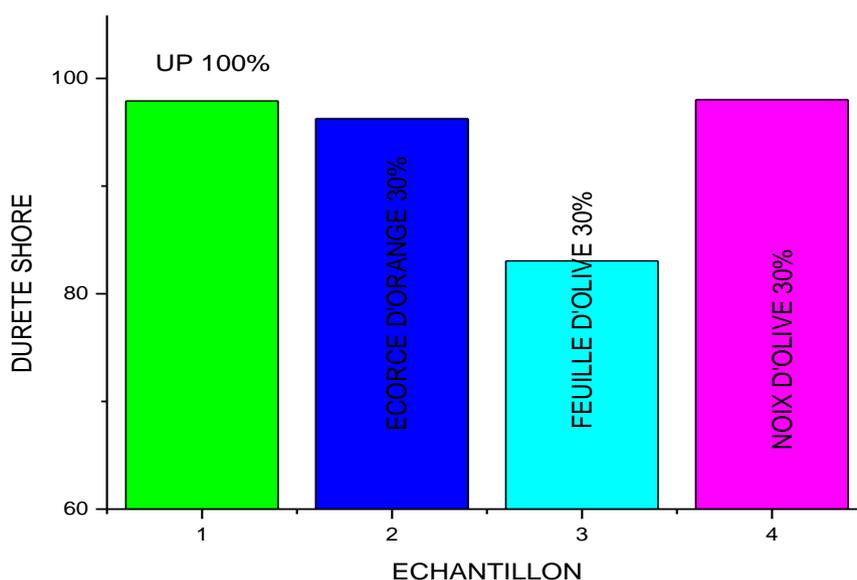


Figure 54: Histogramme de la dureté Shore des composites UP/ Fibres.

L'historgramme de la figure 54 montre la variation de la dureté Shore des composites avec différentes fibres associées au polyester à un taux de 30%. On remarque bien une diminution de cette valeur pour les trois composites comparativement à celle du polyester. L'insertion de la fibre fait diminuer la dureté, la plus faible dureté est pour le composite UP/écorce suivie de celle du UP/feuille d'olive et enfin UP/noix d'olive, ceci est étroitement lié à la nature de la fibre ajoutée lorsqu'on sait que l'écorce est fragile, les feuilles d'olive sont souples à cause de l'huile et enfin les noix avec une certaine rigidité.

*Conclusion générale*

## **Conclusion générale**

L'objectif principal de ce travail s'articule autour d'une recherche des moyens d'amélioration des propriétés du polyester par élaboration de composites à base de fibres naturelles (valorisation d'un déchet naturel).

Le travail entrepris nous a permis de tirer les constatations suivantes:

L'étude spectroscopique infrarouge a été faite dans le but d'une caractérisation structurale de la fibre associée au polymère et pour un composite choisi. Les bandes caractéristiques d'absorption des différents groupements ont été déterminées.

L'adjonction de fibres naturelles au polyester, entraîne une nouvelle propriété absorbante du composite. L'absorption d'eau est en relation avec le taux de fibre ainsi que la nature chimique de cette dernière.

Le comportement mécanique des composites a été suivi par la variation de la résistance à la rupture, l'allongement à la rupture et enfin la dureté Shore A. Il a été trouvé que la résistance à la rupture varie avec la nature de la fibre choisie, l'allongement est fonction du choix aussi.

Pour ce qui est de la dureté Shore, les composites renfermant la poudre des noix d'olive présentent la forte dureté.

Cette étude nous a permis de situer la proportion de la fibre qu'il faut associer au polyester pour contribuer à l'amélioration de ces propriétés et par conséquent mettre en valeur le déchet naturel choisi.

## Liste de référence

- [1] A. Laachachi, poly méthacrylate de méthyle (pmma) : développement de nouveaux systèmes retardateurs de flamme à base de nano charges minérales. Recherche de synergie avec des montmorillonites est des composés phosphorés, thèse de doctorat, université de Metz, (2005).
- [2] S. Chaoui, élaboration et caractérisation de nano composite à matrice polymère: approche expérimentale, hèse de doctorat, université Ferhat Abbas Sétif.
- [3] R. Sinha, Outlines of Polymer Technology, Prentice-Hall by India Private Ltd New Delhi, (2002).
- [4] P. Combette et I. Ernoult, physique des polymères tome I : STRUCTURE, FABRICATIONETEMPLOI. Hermann éditeurs (2005).
- [5] [En ligne]; disponible sur le site :<http://dspace.univ-biskra.dz:8080/jspui/bitstream/123456789/4326/3/chapitre%20%2001.pdf> (10/6/2019).
- [6] N. Zerdoumi, «Elaboration de composites à base de PEBD: Etude des effets du taux de charges et des interactions à l'interface», mémoire de master, UNIVERSITE FERHAT ABBAS, SETIF Algérie(2015).
- [7] P. Combette, I. Ernoult, Physique des polymères : Tome I Structure, fabrication, emploi.Collection enseignement des sciences (2005).
- [8] P. Wiess, la chimie des polymères, Université Médicale Virtuelle Francophone, (2010).
- [9] M. Dupeux, Aide-mémoire Science des matériaux, Editions Dunod, (2004).
- [10] C. Paris, Étude et Modélisation de la Polymérisation Dynamique de Composites à Matrice Thermodurcissable, thèse de doctorat, Université de Toulouse, (2011).
- [11] R. Perrin, J. P Scharff, Chimie industrielle, Dunod, 2ème Ed (1999).
- [12] J. P. Arlie, Caoutchoucs synthétiques. Procédés et données économiques. Éditions Technip, (1980).
- [13] [En ;ligne]; disponible sur le site: <http://chimie.sup.pagesperso-orange.fr/polymères/GENERALITESPOLYMERES.html>.(16/6/2019).
- [14] R. Rezgui, D. Rezgui, Influence des fibres naturelles sur les propriétés mécaniques et dynamiques des composites à base de PVC (cas DPLF-noix de d'olives) ; Mémoire de master ; Université de Biskra. Algérie (2019).

- [15] I. Zoubir, Elaboration et caractérisation d'un matériau composite polymère- ZnO. Mémoire de master. Université de Tlemcen (2017).
- [16] I. Seghir, Caractérisation du matériau polystyrène/talc et polystyrène/alun ; Mémoire de master ; Université de Biskra. Algérie (2016).
- [17] H. Boussehel, Etude des moyens de stabilisation des composites à base de Polystyrène ; Mémoire de doctorat ; Université de Biskra. Algérie (2018).
- [18] Y. Ledru, Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques ; Thèse de doctorat ; Université de Toulouse (2009).
- [19] B. Bakhouch, Caractérisation d'un matériau composite stratifié à fibre de verre/époxy en flexion 3 points statique ; Thèse de doctorat. Université d'Annaba. Algérie (2018).
- [20] F. Z. MOULAY, Etude par algorithme génétique de l'effet d'humidité sur l'endommagement de l'interface d'un bio-composite bio-polypropylène ; Mémoire de master ; Université de Saida. Algérie (2018).
- [21] K. Rouam, Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles. Mémoire de magister. Université de Boumerdès. Algérie (2013).
- [22] S. Ouajai, R. A. Shanks, « Preparation, structure and mechanical properties of all-help cellulose »; *biocomposites Composites Science and Technology*, 69 : 2119–2126 (2009).
- [23] M. Rokbi, Comportement à la rupture et caractérisation mécanique de composites polyester-fibres de verre ; Mémoire de magister ; Université de M'sila. Algérie (2001).
- [24] A. Khalfaoui, Etude expérimental de l'élimination de polluants organiques et inorganiques par adsorption sur des matériaux naturels : application aux peaux d'orange et de banane ; Thèse de doctorat ; Université de Constantine. Algérie (2012).
- [25] R. Habchi, N. Alachaher, Dosage des citroflavonoïdes dans le jus et la peau d'orange (Clémentine) ; Mémoire de master ; Université de Tlemcen. Algérie (2017).
- [26] T. Belmehdi, Optimisation des conditions d'extraction des antioxydants à partir du sous-produit industriel de fabrication des jus d'orange ; Mémoire de magister ; Université de Bejaïa. Algérie (2018).
- [27] M. Bouaziz, I. Fki, A. Jemai, M. Ayadi, S. Sayadi, Effect of storage on refined and husk olive oils composition: Stabilization by addition of natural antioxidants from Chemlali olive leaves; *Food Chemistry*; Vol. 108; pp. 253-262 (2008).

- [28] D. Boussadia, S. Djenoune, Evaluation de l'activité antibactérienne des extraits bruts des feuilles de l'olivier de Laperrine (*Olea europaea laperrinei*) et de l'oléastre (*Olea europaea sylvestris*) sur cinq souches bactérienne et l'étude de l'association extrait brutantibiotique ; Mémoire de master. Université de tizi-ouzou. Algérie (2017).
- [29] A. Nefzaoui, Importance de la production oléicole et des sous produits de l'olivier. In : Etude de l'utilisation des sous-produits de l'olivier en alimentation animale en Tunisie. Étude FAO Production et Santé Animales 43. Rome (1984).
- [30] M. Tabib, Préparation et étude comparative des composites de polyester-fibre naturelle, cas (DPLF, feuilles d'olive et écorce d'orange); Mémoire de master ; Université de Biskra. Algérie (2020).
- [31] D. W. Van Krevelen, & K. Te Nijenhuis, Properties of polymers: their correlation with chemical structure; their numerical estimation and prediction from additive group contributions. Elsevier (2009) .
- [32] B. Wojtkowiak, M. Chabanel. Spectrochimie moléculaire. Technique& Documentation, Imprimerie Bayeusaine.France (1977).
- [33] M.J. Hollas, Spectroscopie, Dunod, Paris (2003).
- [34] H. Lapeyre, Polyéthylène haute densité PE HD, Technique de l'ingénieur; A3315, (1990).

# *Annexes*

# Annexes

## Analyse mécanique

### A) Essai de traction

#### ➤ La résistance à la rupture $\sigma$ (MPa)

	Test 1	Test 2	Test 3	Moyenne
<b>UP 100</b>	19.1	17.3	17.7	18.0
<b>ER 15</b>	29.0	26.7	22.3	26.0
<b>ER 20</b>	26.4	24.3	26.6	25.8
<b>ER 30</b>	19.3	16.5	18	17.9
<b>ER 40</b>	15.5	17.0	15.4	16.0
<b>FO 15</b>	15.1	12.8	12.0	13.3
<b>FO 30</b>	12.9	10.9	10.1	11.3
<b>NO 15</b>	16.3	19.5	21.3	19.0
<b>NO 30</b>	19.7	19.0	20.8	19.9

#### ➤ L'allongement à la rupture $\varepsilon$ (%)

	Test 1	Test 2	Test 3	Moyenne
<b>UP 100</b>	2.5	1.9	2.5	2.3
<b>ER 15</b>	5.0	4.7	1.5	3.8
<b>ER 20</b>	4.9	5.8	4.5	5.1
<b>ER 30</b>	3.0	3.2	3.0	3.1
<b>ER 40</b>	4.8	4.0	4.0	4.3
<b>FO 15</b>	3.0	3.3	3.1	3.2
<b>FO 30</b>	2.0	2.0	2.7	2.3
<b>NO 15</b>	2.9	2.8	2.8	2.85
<b>NO 30</b>	2.7	3.2	3.3	3.1

## A) Dureté Shore

	<b>Test1</b>	<b>Test2</b>	<b>Test3</b>	<b>Test4</b>	<b>Test5</b>	<b>Moyenne</b>
<b>UP 100</b>	96.9	98.7	97.3	98.2	98.5	97.92
<b>ER 15</b>	95,6	95,9	95,8	94,1	96,3	95,54
<b>ER 20</b>	96,5	94,9	92,1	96,5	94,5	94,90
<b>ER 30</b>	96,5	95,1	97,0	96,4	96,3	96,26
<b>ER 40</b>	93.0	94,2	95,6	93,4	95,1	94,26
<b>FO 15</b>	98,1	98,2	97,2	97,5	97,8	97,76
<b>FO 30</b>	94.0	94,3	93,6	93,8	39,6	83,06
<b>NO 15</b>	95,4	94,8	95,8	96,7	95,1	95,56
<b>NO 30</b>	97,9	98,1	98,9	97,2	98.0	98,02

## Test d'absorption d'eau

	Temps (h)	m <sub>0</sub> (g)	m (g)	Δm (%)
<b>UP 100</b>	0	0,3078	0,3078	0,0000
	24	0,3078	0,3218	4,5484
	48	0,3078	0,3230	4,9383
	72	0,3078	0,3210	4,2885
	144	0,3078	0,3212	4,3535
	168	0,3078	0,3215	4,4509
	192	0,3078	0,3218	4,5484
	216	0,3078	0,3220	4,6134
	336	0,3078	0,3236	5,1332
	480	0,3078	0,3322	7,9272
	528	0,3078	0,3255	5,7505
	576	0,3078	0,3248	5,5231
	648	0,3078	0,3263	6,0104
	696	0,3078	0,3264	6,0429
	744	0,3078	0,3266	6,1079
	792	0,3078	0,3251	5,6205
	864	0,3078	0,3247	5,4906
	912	0,3078	0,3242	5,3281
	960	0,3078	0,3240	5,2632
	1032	0,3078	0,3262	5,9779
1080	0,3078	0,3234	5,0682	
1128	0,3078	0,3232	5,0032	

	Temps (h)	m <sub>0</sub> (g)	m (g)	Δm (%)
<b>ER 15</b>	0	0,4620	0,4620	0,0000
	24	0,4620	0,4822	4,3723
	48	0,4620	0,4891	5,8658
	72	0,4620	0,4897	5,9957
	144	0,4620	0,4965	7,4675
	168	0,4620	0,4972	7,6190
	192	0,4620	0,4980	7,7922
	216	0,4620	0,4975	7,6840
	240	0,4620	0,4976	7,7056
	312	0,4620	0,5008	8,3983
	336	0,4620	0,5013	8,5065
	360	0,4620	0,5038	9,0476
	408	0,4620	0,5079	9,9351
	480	0,4620	0,5129	11,0173
	528	0,4620	0,5193	12,4026

576	0,4620	0,5173	11,9697
648	0,4620	0,5237	13,3550
696	0,4620	0,5228	13,1602
840	0,4620	0,5309	14,9134
984	0,4620	0,5409	17,0779
1032	0,4620	0,5332	15,4113
1080	0,4620	0,5360	16,0173
1152	0,4620	0,5431	17,5541
1200	0,4620	0,5403	16,9481
1248	0,4620	0,5336	15,4978
1320	0,4620	0,5418	17,2727
1368	0,4620	0,5384	16,5368

	Temps (h)	m0 (g)	m (g)	$\Delta m$ (%)
<b>ER 20</b>	0	0,2700	0,2700	0,0000
	24	0,2700	0,3124	15,7172
	48	0,2700	0,3157	16,9379
	72	0,2700	0,3190	18,1587
	144	0,2700	0,3251	20,3967
	168	0,2700	0,3293	21,9736
	192	0,2700	0,3378	25,1111
	216	0,2700	0,3357	24,3333
	240	0,2700	0,3359	24,4074
	312	0,2700	0,3370	24,8148
	336	0,2700	0,3350	24,0741
	360	0,2700	0,3342	23,7778
	408	0,2700	0,3348	24,0000
	480	0,2700	0,3388	25,4815
	528	0,2700	0,3431	27,0741
	576	0,2700	0,3387	25,4444
	648	0,2700	0,3344	23,8519
	696	0,2700	0,3329	23,2963
	840	0,2700	0,3414	26,4444
	984	0,2700	0,3468	28,4444
1032	0,2700	0,3351	24,1111	
1080	0,2700	0,3362	24,5185	
1152	0,2700	0,3387	25,4444	
1200	0,2700	0,3308	22,5185	
1248	0,2700	0,3273	21,2222	
1320	0,2700	0,3384	25,3333	
1386	0,2700	0,3317	22,8519	

	Temps (h)	m <sub>0</sub> (g)	m (g)	Δm (%)
<b>ER 30</b>	0	0,3932	0,3932	0
	24	0,3932	0,4800	22,0741
	48	0,3932	0,4804	22,1852
	72	0,3932	0,4810	22,3333
	144	0,3932	0,4937	25,5556
	168	0,3932	0,4884	24,2222
	192	0,3932	0,4919	25,1111
	216	0,3932	0,4918	25,0763
	240	0,3932	0,5004	27,2635
	312	0,3932	0,5023	27,7467
	336	0,3932	0,5071	28,9674
	360	0,3932	0,5016	27,5687
	408	0,3932	0,5056	28,5860
	480	0,3932	0,5069	28,9166
	528	0,3932	0,5095	29,5778
	576	0,3932	0,5033	28,0010
	648	0,3932	0,4940	25,6358
	696	0,3932	0,4947	25,8138
	840	0,3932	0,5088	29,3998
	984	0,3932	0,5142	30,7731
	1032	0,3932	0,4987	26,8311
1080	0,3932	0,4965	26,2716	
1152	0,3932	0,5092	29,5015	
1200	0,3932	0,4987	26,8311	
1248	0,3932	0,4933	25,4578	
1320	0,3932	0,4976	26,5514	
1386	0,3932	0,4970	26,3988	

	Temps (h)	m <sub>0</sub> (g)	m (g)	Δm (%)
<b>ER 40</b>	0	0,3755	0,3755	0,0000
	24	0,3755	0,4620	23,0360
	48	0,3755	0,4906	30,6525
	72	0,3755	0,4928	31,2383
	144	0,3755	0,5084	35,3928
	168	0,3755	0,4988	32,8362
	192	0,3755	0,5004	33,2623
	216	0,3755	0,5044	34,3276
	240	0,3755	0,4882	30,0133
	312	0,3755	0,4903	30,5726
	336	0,3755	0,4924	31,1318
	360	0,3755	0,4940	31,5579
	408	0,3755	0,4964	32,1971

480	0,3755	0,4997	33,0759
528	0,3755	0,4951	31,8509
576	0,3755	0,4688	24,8469
648	0,3755	0,4770	27,0306
696	0,3755	0,4748	26,4447
840	0,3755	0,4921	31,0519
984	0,3755	0,4884	30,0666
1032	0,3755	0,4773	27,1105
1080	0,3755	0,4591	22,2636
1152	0,3755	0,4732	26,0186
1200	0,3755	0,5469	25,6458
1248	0,3755	0,4582	22,0240
1320	0,3755	0,4489	19,5473
1386	0,3755	0,4470	19,0413

	<b>Temps (h)</b>	<b>m<sub>0</sub> (g)</b>	<b>m (g)</b>	<b>Δm (%)</b>
<b>FO 15</b>	0	0,2928	0,2928	0,0000
	24	0,2928	0,3147	7,4795
	48	0,2928	0,3214	9,7678
	72	0,2928	0,3251	11,0314
	144	0,2928	0,3408	16,3934
	168	0,2928	0,3371	15,1298
	192	0,2928	0,3410	16,4617
	216	0,2928	0,3411	16,4959
	240	0,2928	0,3421	16,8374
	312	0,2928	0,3507	19,7746
	336	0,2928	0,3520	20,2186
	360	0,2928	0,3521	20,2527
	408	0,2928	0,3566	21,7896
	480	0,2928	0,3570	21,9262
	528	0,2928	0,3611	23,3265
	576	0,2928	0,3620	23,6339
	648	0,2928	0,3590	22,6093
	696	0,2928	0,3606	23,1557
	840	0,2928	0,3610	23,2923
	984	0,2928	0,3656	24,8634
1032	0,2928	0,3632	24,0437	
1080	0,2928	0,3639	24,2828	
1152	0,2928	0,3606	23,1557	
1200	0,2928	0,3612	23,3607	
1248	0,2928	0,3582	22,3361	
1320	0,2928	0,3600	22,9508	

	1386	0,2928	0,3576	22,1311
--	------	--------	--------	---------

	Temps (h)	m <sub>0</sub> (g)	m (g)	Δm (%)
<b>FO 30</b>	0	0,3897	0,3897	0,0000
	24	0,3897	0,4222	8,3397
	48	0,3897	0,4281	9,8537
	72	0,3897	0,4339	11,3421
	144	0,3897	0,4492	15,2682
	168	0,3897	0,4508	15,6787
	192	0,3897	0,4557	16,9361
	216	0,3897	0,4564	17,1157
	240	0,3897	0,4535	16,3716
	312	0,3897	0,4535	16,3716
	336	0,3897	0,4581	17,5520
	360	0,3897	0,4588	17,7316
	408	0,3897	0,4605	18,1678
	480	0,3897	0,4610	18,2961
	528	0,3897	0,4616	18,4501
	576	0,3897	0,4605	18,1678
	648	0,3897	0,4570	17,2697
	696	0,3897	0,4553	16,8335
	840	0,3897	0,4528	16,1919
	984	0,3897	0,4538	16,4486
1032	0,3897	0,4508	15,6787	
1080	0,3897	0,4461	14,4727	
1152	0,3897	0,4477	14,8832	
1200	0,3897	0,4462	14,4983	
1248	0,3897	0,4471	14,7293	
1320	0,3897	0,4463	14,5240	
1386	0,3897	0,4447	14,1134	

	Temps (h)	m <sub>0</sub> (g)	m (g)	Δm (%)
<b>NO 15</b>	0	0,4131	0,4131	0,0000
	24	0,4131	0,4245	2,7596
	48	0,4131	0,4288	3,8005
	72	0,4131	0,4302	4,1394
	144	0,4131	0,4338	5,0109
	168	0,4131	0,4331	4,8414
	192	0,4131	0,4341	5,0835
	216	0,4131	0,4343	5,1319
	240	0,4131	0,4350	5,3014

	312	0,4131	0,4360	5,5435
	336	0,4131	0,4373	5,8581
	360	0,4131	0,4375	5,9066
	408	0,4131	0,4386	6,1728
	480	0,4131	0,4372	5,8339
	528	0,4131	0,4382	6,0760
	576	0,4131	0,4380	6,0276
	648	0,4131	0,4391	6,2939
	696	0,4131	0,4389	6,2455
	840	0,4131	0,4442	7,5284
	984	0,4131	0,4519	9,3924
	1032	0,4131	0,4463	8,0368
	1080	0,4131	0,4488	8,6420
	1152	0,4131	0,4490	8,6904
	1200	0,4131	0,4540	9,9008
	1248	0,4131	0,4481	8,4725
	1320	0,4131	0,4489	8,6662
	1368	0,4131	0,4483	8,5209

	Temps (h)	m <sub>0</sub> (g)	m (g)	Δm (%)
<b>NO 30</b>	0	0,3336	0,3336	0,0000
	24	0,3336	0,3496	4,7962
	48	0,3336	0,3540	6,1151
	72	0,3336	0,3580	7,3141
	144	0,3336	0,3680	10,3118
	168	0,3336	0,3690	10,6115
	192	0,3336	0,3698	10,8513
	216	0,3336	0,3724	11,6307
	240	0,3336	0,3745	12,2602
	312	0,3336	0,3777	13,2194
	336	0,3336	0,3767	12,9197
	360	0,3336	0,3777	13,2194
	408	0,3336	0,3795	13,7590
	480	0,3336	0,3844	15,2278
	528	0,3336	0,3840	15,1079
	576	0,3336	0,3828	14,7482
	648	0,3336	0,3818	14,4484
	696	0,3336	0,3797	13,8189
	840	0,3336	0,3839	15,0779
	984	0,3336	0,3865	15,8573
1032	0,3336	0,3835	14,9580	

	1080	0,3336	0,3839	15,0779
	1152	0,3336	0,3858	15,6475
	1200	0,3336	0,3851	15,4376
	1248	0,3336	0,3863	15,7974
	1320	0,3336	0,3843	15,1978
	1386	0,3336	0,3843	15,1978

## Résumé

L'objectif principal de notre travail est une valorisation d'un déchet naturel pouvant contribuer à l'amélioration des propriétés d'un polyester par élaboration d'un composite. Des composites UP/ écorce d'orange, UP/ feuilles d'olive et UP/noix d'olive à des taux de 15, 20, 30 et 40 % en masse ont été élaborés par la technique de moulage de contact. La spectroscopie infrarouge FTIR a été utilisée pour caractériser les structures des fibres. Les tests d'absorption d'eau ont montré le caractère hydrophile de la fibre en contrepartie le caractère hydrophobe du composite, le taux de fibre influe sur l'absorption, le comportement mécanique se résumant à la résistance et l'allongement à la rupture a montré un accroissement des valeurs avec le taux utilisé des différentes fibres, ainsi la dureté Shore augmente avec la rigidité du matériau.

**Mots Clés: Polyester, Fibre naturelle, comportement mécanique, absorption, dureté.**

## المخلص

الهدف الرئيسي لعملانا هو استعادة النفايات الطبيعية التي يمكن أن تساعد في تحسين خصائص البوليستر عن طريق صنع مركب. تم إنتاج مركبات UP / قشر البرتقال، UP / أوراق الزيتون و UP / نواة الزيتون بمعدلات 15, 20, 30 و 40٪ بالكتلة بواسطة تقنية التشكيل بالتماس. تم استخدام التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء FTIR لتوصيف هياكل الألياف. أظهرت اختبارات امتصاص الماء الطابع المحب للماء للألياف مقابل الطابع الكاره للماء للمركب، ويؤثر معدل الألياف على الامتصاص، ويلخص السلوك الميكانيكي في المقاومة والاستطالة عند الكسر. أظهرت زيادة في القيم مع معدل استخدام الألياف المختلفة، وبالتالي تزداد صلابة Shore مع صلابة المادة.

**الكلمات المفتاحية: بوليستر، ألياف طبيعية، سلوك ميكانيكي، امتصاص، صلابة**