



Université Mohamed Khider de Biskra  
Faculté des sciences et de la technologie

# MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences et Techniques  
Filière : Génie Mécanique  
Spécialité : Construction Mécanique

Réf. : Entrez la référence du document

---

Présenté et soutenu par :

**Moussaoui Anouar**

Le jeudi 24 septembre 2020

## **Effet des traitements chimiques sur les propriétés mécaniques des composites polychlorures de vinyle/fibre de palmier**

---

Jury:

Dr.	<b>DJEBLOUN youcef</b>	MBC	<b>Université de Biskra</b>	Président
Dr.	<b>GUERIRA Belhi</b>	MCA	<b>Université de Biskra</b>	Rapporteur
Dr.	<b>BOULGROUNE Abdelmalek</b>	MBC	<b>Université de Biskra</b>	Examineur

Année universitaire: 2019 - 2020

## *Remerciement*

*En premier temps, je remercie dieu Allah tout puissant de m'avoir accordé le courage pour accomplir ce modeste travail.*

*Je remercie mon Rapporteur Docteur BELHI GUERIRA qui m'a proposé ce sujet et qui m'a bien guidé tout le long de ce travail. Sans oublier mon Co -Rapporteuse Mrs : HAMIDA BOUSSAHÉL pour son conseil et son expérience dans ce domaine.*

*Enfin, nous remercierons tous les enseignants du département de génie mécanique de l'université de Biskra.*

**ANOUAR MOUSSAOUI**

# *Dédicace*

*A mes parents,  
Mes frères et mes sœurs,  
Mes collègues et mes amis.*

# CHAPITRE I

## GENERALITE SUR LES MATERIAUX COMPOSITES

Généralité sur les matériaux composites.....	3
I.1. Définition .....	3
I.2. Constituent des matériaux composites.....	4
I.2.1. Matrice.....	4
I.2.1.1 Matrices thermodurcissables.....	4
I.2.1.2. Matrices thermoplastiques.....	5
I.2.1.2.A. Le Polychlorure de vinyle.....	5
a) Propriétés physiques du PVC .....	6
b) Application du PVC.....	6
I.2.2. Les renforts .....	6
a) Classification des Renfort .....	7
I.2.3. Renforts végétaux .....	7
I.2.3.1. Classification des fibres végétales.....	8
a) Les fibres des feuilles .....	8
b) Les fibres des tiges .....	8
c) Les fibres des bois .....	9
d) Les fibres des surfaces .....	9
I.2.4. Structure de fibre végétale.....	9
a) Cellulose .....	9
b) Hémicellulose.....	10

c) Lignines .....	10
d) Processus d'extraction des fibres .....	11
<b>I.2.5. LES FIBRES NATURELLES .....</b>	<b>12</b>
<b>I.2.5.1. Fibre de palmier dattier .....</b>	<b>12</b>
a) La Palme .....	12
b) Les Folioles .....	13
c) Propriétés des fibres palmier dattier .....	14
<b>I.2.5.2. L'incorporation du bois de palmier dattier dans une matrice polymère .....</b>	<b>15</b>
<b>I.2.6. INTERFACE D'UN MATERIAU COMPOSITE : NOTION D'ADHESION .....</b>	<b>16</b>
<b>I.2.6.1. Interface fibres végétales / polymères thermoplastiques .....</b>	<b>16</b>
<b>I.2.6.2. Modification de l'interface fibres végétales /thermoplastiques .....</b>	<b>17</b>
<b>Références .....</b>	<b>18</b>

## **CHAPITRE II**

### **MATERIAUX ET TECHNIQUES**

#### **EXPERIMENTALES ET**

#### **CARACTERISATIONS**

<b>II.1. MATERIAUX UTILISES .....</b>	<b>23</b>
<b>II.1.1. Le polychlorure de vinyle .....</b>	<b>23</b>
<b>II.1.2. Hydroxyde de sodium .....</b>	<b>24</b>
<b>II.1.3. Acide acétique.....</b>	<b>24</b>
<b>II.1.4. (3-triméthoxysilyl) propyl méthacrylate (silane A174).....</b>	<b>24</b>

II.1.5. Ethanol .....	25
II.2. Techniques expérimentales .....	25
II.2.1. Préparation des fibres de palmier dattier .....	25
II.2.2. Modification chimique des fibres de palmier dattier .....	26
II.2.2.1. Modification chimique des fibres de palmier par la soude NaOH ....	26
II.2.2.2. Modification chimique des fibres de palmier par l'agent de couplage silane ((3-triméthoxysilyl) propyl méthacrylate (silane A174) .....	27
II.2.3. Elaboration des composites PVC/ Fibres de palmier dattier .....	27
II.3. TECHNIQUES DE CARACTERISATION .....	30
II.3.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR ....	30
II.3.2. Essai de traction .....	31
II.3.3. Essai de flexion en trois points .....	32

## **CHAPITRE III**

### **RESULTATS ET DISCUSSIONS**

III.1. CARACTERISATION DES FIBRES DE PALMIER DATTIER.....	35
III.1.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR.....	35
III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITES ELABORES .....	37
III.2.1. Essai de traction.....	37
III.2.1.1. Contrainte à la rupture .....	37
III.2.1.2. Allongement à la rupture .....	39
III.2.1.3. Module d'Young .....	40
III.2.2. Essai de flexion.....	41
III.2.2.1. Contrainte à la flexion.....	41

<b>III.2.2.2. Module de flexion .....</b>	<b>42</b>
<b>Références .....</b>	<b>43</b>

## CHAPITRE I

### GENERALITE SUR LES MATERIAUX COMPOSITES

Tableau I.1.	Caractéristiques des résines thermodurcissables .	4
Tableau I.2.	Caractéristiques de quelques thermoplastiques .	5
Tableau I.3.	Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales .	12

## CHAPITRE II

### MATERIAUX ET TECHNIQUES

### EXPERIMENTALES ET

### CARACTERISATIONS

Tableau II.1.	Caractéristique de Polychlorure de vinyle.....	23
Tableau II.2.	Caractéristiques de l'hydroxyde de sodium .....	24
Tableau II.3.	Caractéristiques de l'acide acétique.....	24
Tableau II.4.	Caractéristiques de (3-triméthoxysilyl) propyl méthacrylate.....	25
Tableau II.5.	Les caractéristiques de l'éthanol. ....	25
Tableau II.6.	Composition des différentes formulations. ....	28

# CHAPITRE I

## GENERALITE SUR LES MATERIAUX COMPOSITES

Figure I.1.	Matériau composite .....	3
Figure I.2.	Classification des Renforts . .....	7
Figure I.3.	Exemples de quelques fibres végétales . .....	8
Figure I.4.	La structure de la cellulose .....	9
Figure I.6.	Structure de la lignine .....	11
Figure I.7.	Techniques d'extraction des fibres végétales .....	11
Figure I.8.	La palme.....	13
Figure I.9.	Les folioles.....	14
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) .....	14

# CHAPITRE II

## MATERIAUX ET TECHNIQUES

### EXPERIMENTALES ET

### CARACTERISATIONS

Figure II.1.	Polychlorure de vinyle PVC.....	23
Figure II.2.	Structure chimique de (3-triméthoxysilyl) propyl méthacrylate (silaneA174).....	24
Figure II.3.	Préparation des fibres de palmier. ....	26

Figure II.4.	Tamiseuse de type Retsch AS 200. ....	26
Figure II.5.	Montage de mercerisation.....	27
Figure II.6.	Calandrage utilisés dans la préparation des composites.....	28
Figure II.7.	Le film du composite obtenu par la calandre.....	29
Figure II.8.	La presse utilisée pour la préparation des plaques.....	29
Figure II.9.	Le découpage des plaques sous forme d'haltères par la découpeuse. ....	30
Figure II.10.	Spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S.....	31
Figure II.11.	La machine de traction utilisée.....	31

## CHAPITRE III

### RESULTATS ET DISCUSSIONS

Figure III.1.	Spectres IRTF des fibres de palmier dattier traitées et non traitées.....	36
Figure III.2.	Evolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du taux des fibres traitées et non traitées.....	38
Figure III.3.	Evolution de l'allongement à la rupture de PVC vierge et ces composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées. ....	39
Figure III.4.	Evolution de module d'Young de PVC vierge et ces composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées. ....	40
Figure III.5.	Evolution de la contrainte à la flexion des de PVC vierge et ces composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées. ....	41
Figure III.6.	Evolution de Module de flexion des de PVC vierge et ces composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées. ....	42

## Liste des abréviations

<b>PVC</b>	Polychlorure de vinyle
<b>PS</b>	Polystyrène
<b>PET</b>	Poly (téréphtalate d'éthylène)
<b>PP</b>	Polypropylène
$\sigma_{traction}$	Résistance à la traction
$\rho$	Densité
<b>MOE</b>	Module d'élasticité en flexion
$R_{(IZOD)}$	Résistance au choc
$T_{fle}$	Température de fléchissement sous charge
$T_c$	Tenue à la chaleur continue
<b>FNT</b>	Fibre de palmier dattier non traitées
<b>FTA</b>	Fibre de palmier dattier traitées par la NaOH
<b>FTS</b>	Fibres de palmier dattier traitées par l'agent de couplage silane
<b>PVC/FNT</b>	Le polychlorure de vinyle renforcé par des fibres de palmier dattier non traitées
<b>PVC/FTA</b>	Le polychlorure de vinyle renforcé par des fibres de palmier dattier traitées par la NaOH
<b>PVC/FTS</b>	Le polychlorure de vinyle renforcé par des fibres de palmier dattier traitées par l'agent de couplage silane

# **INTRODUCTION GENERALE**

### Introduction général

Ces dernières années, les composites se sont énormément développés et impliqués dans de nombreux secteurs : aéronautique, automobiles... Toutefois face à des contraintes économiques et environnementales toujours plus exigeantes, l'utilisation des renforts végétaux dans les composites à matrice organique (thermodurcissable et thermoplastique) apparaît aujourd'hui comme une alternative de choix. L'intérêt pour ces fibres réside notamment dans leurs bonnes propriétés spécifiques : biodégradabilité, renouvelable, faible densité et coût. La recherche sur le sujet s'est ainsi fortement dynamisée au cours de ces dernières années et un certain nombre de produits commencent à apparaître sur le marché (bardage, palettes, fenêtres...). De nouvelles applications et des composites plus performants sont déjà anticipés, mais les connaissances restent insuffisantes et des études doivent être menées afin de mieux comprendre certains mécanismes.

Plusieurs fibres naturelles ont été proposées comme substituant aux fibres végétales parmi lesquelles le chanvre, le jute, le sisal, l'alfa et le palmier dattier... Nous nous intéresserons dans cette étude aux fibres de palmier dattier qui constitue l'une des richesses végétales les plus abondantes dans nos régions et qui de nos jours, restent peu exploitées. En effet, les travaux annuels d'entretien des palmiers dattiers génèrent des quantités importantes de déchets composés essentiellement de palmes qui peuvent être utilisés comme renfort fibreux dans les composites.

Le but de cette étude a caractérisé des matériaux composites à base de polychlorure de vinyle renforcé par la farine de fibre des palmiers dattier de notre région Biskra (Djamora).

Pour mener à terme ce projet, nous avons structuré ce travail en trois chapitres suivants :

- Le premier chapitre généralités sur les matériaux composites, dans ce chapitre, on donne un aperçu sur les matériaux composites d'une manière générale.
- Le deuxième chapitre constitue la partie expérimentale qui présente les matériaux utilisés, la préparation des formulations PVC/FP, et technique de caractérisation.
- Le troisième traitera l'ensemble des résultats obtenus et les discussions. Enfin, une conclusion générale permet de résumer les résultats des travaux présentés.

# Table des matières

## CHAPITRE I

### GENERALITE SUR LES MATERIAUX COMPOSITES

Généralité sur les matériaux composites.....	3
I.1. Définition .....	3
I.2. Constituent des matériaux composites.....	4
I.2.1. Matrice.....	4
I.2.1.1 Matrices thermodurcissables.....	4
I.2.1.2. Matrices thermoplastiques.....	5
I.2.1.2.A. Le Polychlorure de vinyle.....	5
a) Propriétés physiques du PVC .....	6
b) Application du PVC.....	6
I.2.2. Les renforts .....	6
a) Classification des Renfort .....	7
I.2.3. Renforts végétaux .....	7
I.2.3.1. Classification des fibres végétales.....	8
a) Les fibres des feuilles .....	8
b) Les fibres des tiges .....	8
c) Les fibres des bois .....	9
d) Les fibres des surfaces .....	9
I.2.4. Structure de fibre végétale.....	9
a) Cellulose .....	9
b) Hémicellulose.....	10

# Table des matières

c) Lignines .....	10
d) Processus d'extraction des fibres .....	11
<b>I.2.5.  LES FIBRES NATURELLES .....</b>	<b>12</b>
<b>I.2.5.1.  Fibre de palmier dattier .....</b>	<b>12</b>
a) La Palme .....	12
b) Les Folioles .....	13
c) Propriétés des fibres palmier dattier .....	14
<b>I.2.5.2.  L'incorporation du bois de palmier dattier dans une matrice polymère</b> .....	<b>15</b>
<b>I.2.6.  INTERFACE D'UN MATERIAU COMPOSITE : NOTION</b> <b>D'ADHESION .....</b>	<b>16</b>
<b>I.2.6.1.  Interface fibres végétales / polymères thermoplastiques .....</b>	<b>16</b>
<b>I.2.6.2.  Modification de l'interface fibres végétales /thermoplastiques .....</b>	<b>17</b>
<b>Références .....</b>	<b>18</b>

# **CHAPITRE I**

## **GENERALITE SUR LES MATERIAUX COMPOSITES**

## Généralité sur les matériaux composites

### I.1. Définition

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux, l'assemblage final ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. On appelle maintenant de façon courante "matériaux composites" des arrangements des fibres, des renforts qui sont noyés dans une matrice dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible. Le schéma général d'un matériau composite est donné sur la figure I.1. La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres, elle permet également de transmettre les sollicitations auxquelles sont soumises les pièces. Les matériaux ainsi obtenus sont très hétérogènes et anisotropes [1].

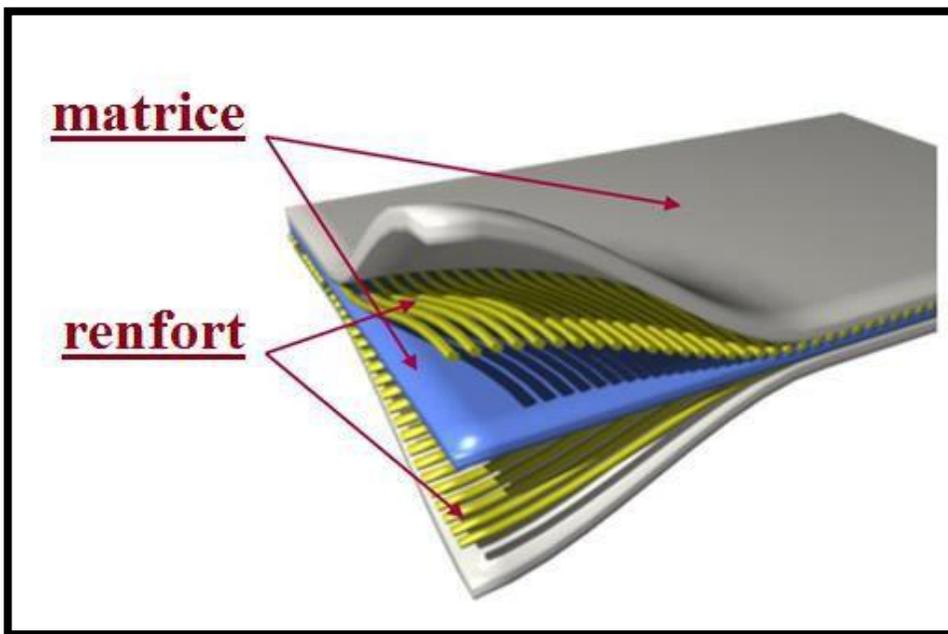


Figure I.1. Matériau composite [1].

## I.2. Constituent des matériaux composites

### I.2.1. Matrice

La matrice est l'un des constituants de base des matériaux composites qui revêt trois fonctions principales : la répartition de la charge mécanique sur tout le renfort, la cohésion des fibres pour une meilleure homogénéisation de l'ensemble et la protection des renforts vis à vis du milieu extérieur (chocs mécaniques ou thermiques). Les résines polymères les plus employées dans les matériaux composites sont les résines thermodurcissables (polyester, polyuréthane. . .) et les résines thermoplastiques (PVC, PS, PET. . .) [2].

#### I.2.1.1 Matrices thermodurcissables

Les thermodurcissables durcissent de façon définitive lors de leur synthèse. La transformation est donc irréversible. On trouve les résines polyester qui, associées à des fibres de verre ont une bonne tenue à la température et aux agents chimiques, les résines époxy qui possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques et chimiques, et les résines phénoliques qui résistent bien au feu [3].

**Tableau I.1.** Caractéristiques des résines thermodurcissables [4].

Résine	$\rho$	$\sigma_{\text{traction}}$ (Gpa)	MOE (Gpa)	$T_c$ (°C)
Polyester	1.2	50-60	3	120
Phénol Formaldéhyde	1.2	40-50	3	120-150
Époxyde	1.1-1.4	50-90	3	120-200
Polyuréthane	1.1-1.5	20-50	1	
Vinl-ester	1.15	70-80	3.5	14

### I.2.1.2. Matrices thermoplastiques

Les thermoplastiques se présentent sous forme de chaînes linéaires, il faut les chauffer pour les mettre en forme et les refroidir pour les fixer. Cette opération est réversible. Les matrices thermoplastiques ont de faibles propriétés mécaniques ; un renforcement par l'incorporation de charge leur confère une tenue thermique et mécanique améliorée et une bonne stabilité dimensionnelle. Les matrices les plus courantes sont le poly (chlorure de vinyle) qui est utilisé dans la fabrication des tuyauteries, le polyéthylène dont on se sert pour fabriquer les jouets, les bouteilles de shampoing ou les sacs de supermarchés, le polypropylène pour les boîtes alimentaires ou les revêtements de sols, le polystyrène qui intervient dans la composition des contenants alimentaires, de la vaisselle jetable, des jouets ou des vitres [5,6].

**Tableau I.2.** Caractéristiques de quelques thermoplastiques [6,7].

Polymère	P (g/cm <sup>3</sup> )	$\sigma_{\text{traction}}$ (N/mm <sup>3</sup> )	MOE (N/mm <sup>3</sup> )	A (%)	R(IZOD) (Kj/m <sup>2</sup> )	T <sub>fle</sub> (°C)
PVC	1.5	50	2400	10-50	-	60
PS	1.05	40	2800-3500	4	-	90
PEHD	0.95	30-35	1000	700-1000	5	77
PET	1.39	2.5	3400	90	3	80
PP	0.91	20-40	1100-1600	200-1000	-	100

#### I.2.1.2.A. Le Polychlorure de vinyle

Dans ce présent travail nous nous sommes intéressés au polychlorure de vinyle, du fait que c'est un polymère très utilisé, il vient juste après le polyéthylène. C'est un matériau particulièrement apprécié dans l'emballage alimentaire ainsi que dans le milieu médical. Il est également utilisé dans de nombreuses autres applications industrielles telles que la fabrication de gaines de câbles, de tubes, etc. Ce matériau présente de multiples qualités, néanmoins il est aussi décrié pour deux raisons majeures : sa plastification et surtout son incinération. La plastification consiste à ajouter

au PVC des plastifiants qui ont une mauvaise réputation d'un point de vue environnemental, mais qui permettent d'améliorer les caractéristiques mécaniques et notamment la souplesse du PVC [8]

### a) Propriétés physiques du PVC

Parmi les propriétés physiques, le PVC de couleur naturelle transparente (cristal), il est amorphe dans la majorité des cas, on note la présence de la phase cristalline qui varie de 5 à 15 % en masse, à température ambiante 23 à 25 °C, la phase amorphe est rigide, avec la température de transition vitreuse ( $T_v$ ) qui se situe vers les 75 °C et 80 °C, c'est-à-dire qu'il est rigide à température ambiante, et qu'au-dessus de 90°C, il est caoutchouteux (faible résistance, grande déformation) [9].

### b) Application du PVC

- **Construction** : tuyaux, profilés (portes et fenêtres), câbles, revêtements de sol, enduits de toiture, canalisations.
- **Emballage** : produits alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques.
- **Bien de consommation courante** : chaussures, cartes de crédits, vêtements, jouets.
- **Secteur automobile** : chaque voiture contient environ 10 à 16kg de PVC (revêtement des pièces, des tableaux de bord, les panneaux des portes).
- **Secteur médical** : poches de sang, cathéters, petits tubes et tuyaux, gants chirurgicaux, masques d'inhalations, emballages stériles [10]

## I.2.2. Les renforts

Le renfort est le squelette supportant les efforts mécaniques, il contribue à améliorer la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites. Il se présente sous forme filamentaire (organique ou inorganique comme les fibres de verre, carbone, aramide et les fibres naturelles (lin, sisal, ramie, jute, chanvre, abaca et grignon d'olive) [11].

## a) Classification des Renfort

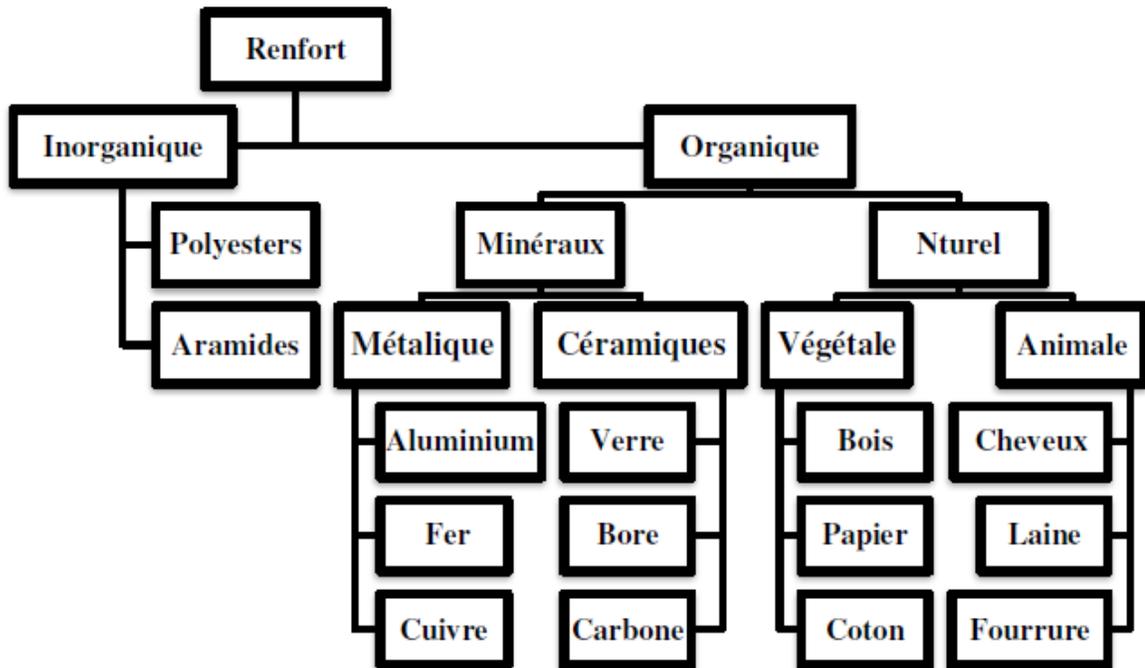


Figure I.2. Classification des Renforts [1].

## I.2.3. Renforts végétaux

Les fibres lignocellulosiques sont des structures biologiques fibrillaires d'origine végétale majoritairement composées de cellulose, d'hémicellulose 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, environnement de croissance et des organes de la plante [12].

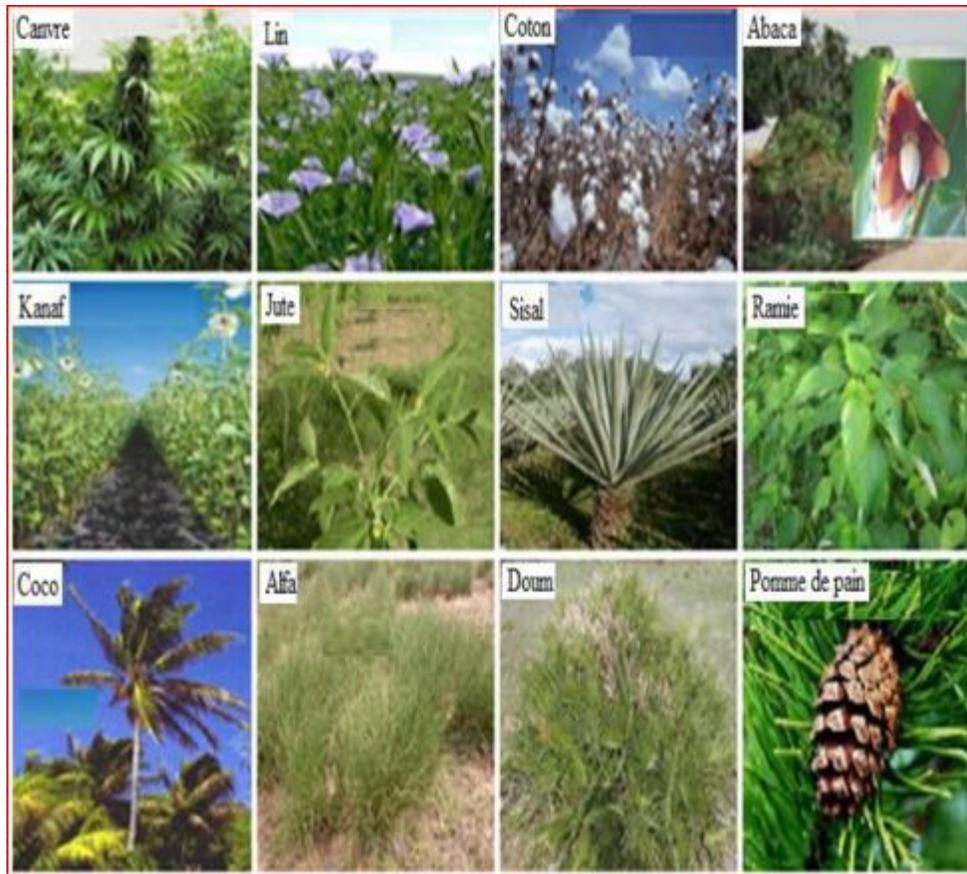


Figure I.3. Exemples de quelques fibres végétales [13].

### I.2.3.1. Classification des fibres végétales

#### a) Les fibres des feuilles

Les fibres sont fabriquées par chevauchement de paquet qui entoure le long des feuilles pour les renforcer ces fibres sont dures et rigides [14].

#### b) Les fibres des tiges

Les fibres de tige sont obtenues dans les tiges des plantes dicotylédones. Elles ont pour rôle de donner une bonne rigidité aux tiges de plantes. Les fibres de tige les plus utilisées sont les fibres de lin, de kernaf et de chanvre [14,15].

### c) Les fibres des bois

Les fibres de bois proviennent du broyage des arbres tels que les bambous [16].

### d) Les fibres des surfaces

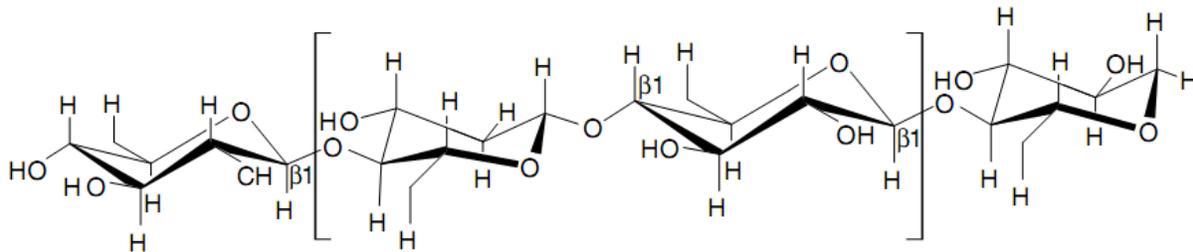
Les fibres de surface entourent en général la surface de la tige, de fruits ou de grains. Les fibres de surface des grains constituent le groupe le plus important dans cette famille de fibres. Nous citons entre autre le coton et la noix de coco (coco). Les fibres de coco ont donné de bons résultats pour la résistance à la flexion du ciment de fibre [17].

## I.2.4. Structure de fibre végétale

Les fibres végétales (coton, lin, chanvre, jute, sisal, kénaf, coco, abaca, bois,) sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine

### a) Cellulose

Est le constituant majoritaire et essentiel des fibres végétales. C'est un polymère linéaire à enchainement de cycles glucopyranose avec une liaison glycosidique du type  $\beta$ 1-4. Le degré de polymérisation varie selon l'origine des fibres et le procédé d'isolement, il est supérieur à 3000 pour le coton et égale à 1500 pour les pâtes de bois obtenues avec le minimum de dégradation [18,19].



**Figure I.4.** La structure de la cellulose [20].

## b) Hémicellulose

L'hémicellulose n'est pas une forme de cellulose. Elle comprend un groupe de polysaccharides composés d'une combinaison de cycles à 5 et 6 carbones. L'hémicellulose forme la matrice de support des microfibrilles de cellulose. L'hémicellulose diffère de la cellulose par trois aspects. Tout d'abord, elle est composée de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques alors que la cellulose ne contient que des unités 1,4- $\beta$ D-glucopyranose. Deuxièmement, elle présente un degré considérable de branchements contenant des groupes latéraux à l'origine de sa nature non-cristalline. Enfin, à l'état naturel, elle a un degré de polymérisation compris entre 50 et 300, tandis que celui de la cellulose native est 10-100 fois plus élevé. L'hémicellulose est très hydrophile, soluble en milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides [21].

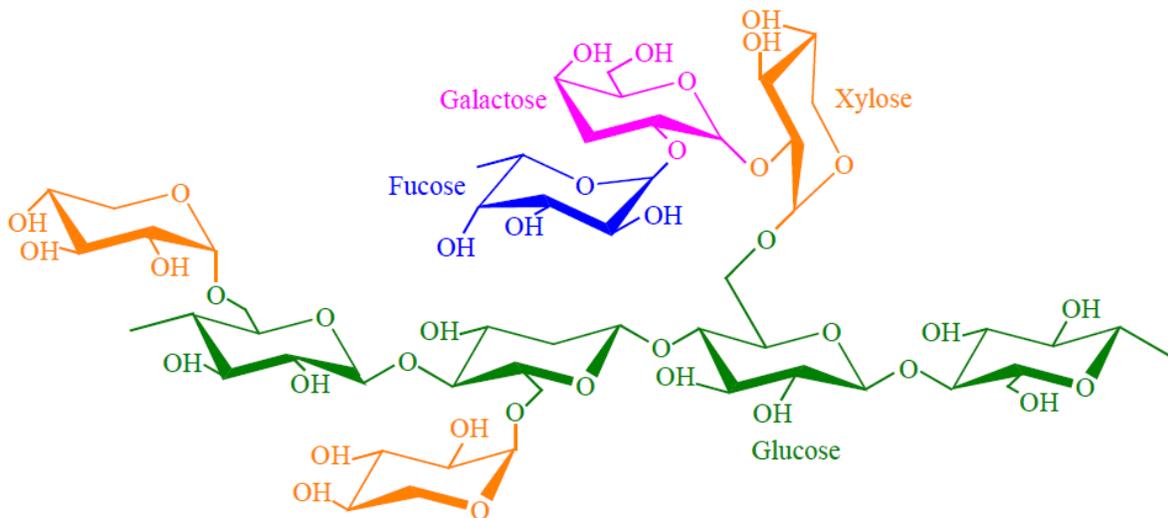


Figure I.5. Structure chimique de l'hémicellulose [22].

## c) Lignines

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable la plus abondante. Elle est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels et ne possède pas de motifs répétitifs. La structure complexe de la lignine comprenant de nombreuses fonctions phénoliques, hydroxyles et éthers explique sa grande réactivité. Cependant leur accessibilité est limitée par la conformation tridimensionnelle de réseau moléculaire [23,24].

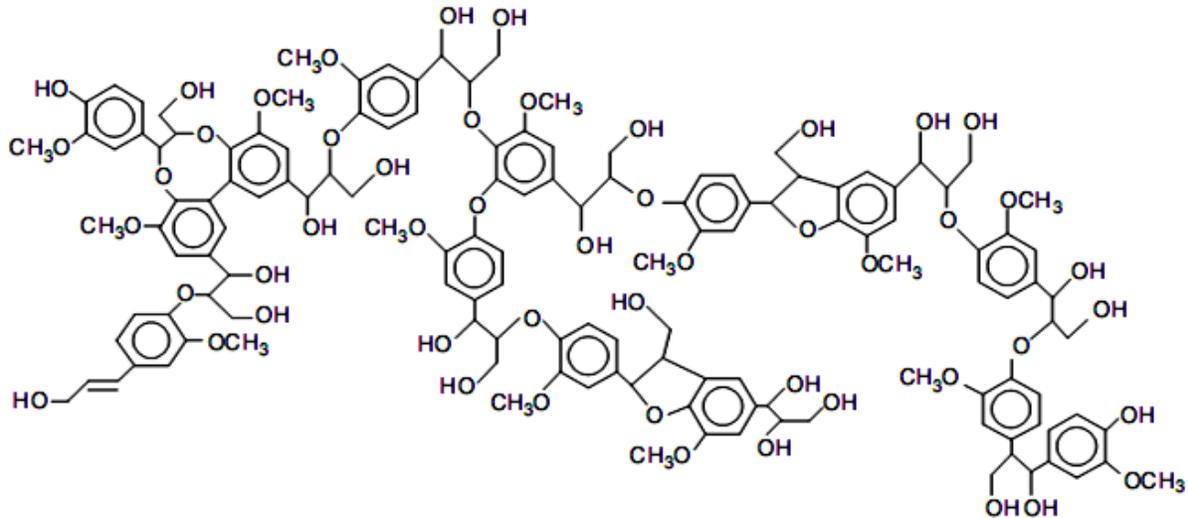


Figure I.6. Structure de la lignine [25].

#### d) Processus d'extraction des fibres

Ces procédés de séparation des fibres généralement utilisés de nos jours sont schématisés dans le diagramme de la figure I.7 :

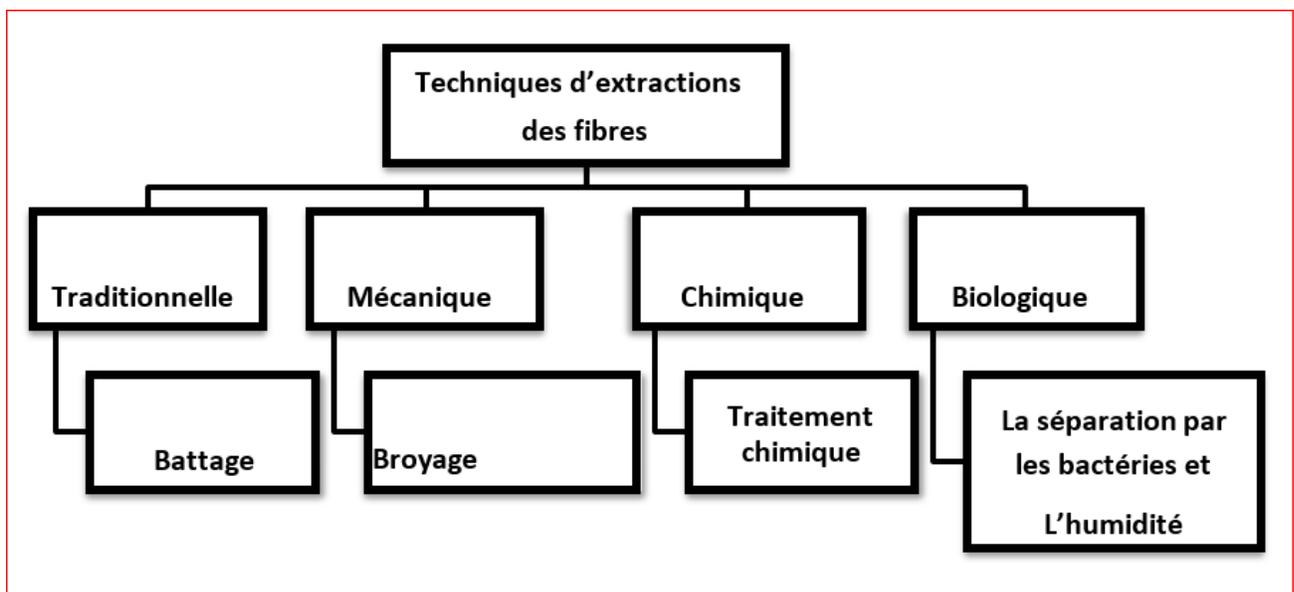


Figure I.7. Techniques d'extraction des fibres végétales [1].

**Tableau I.3.** Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales [26].

AVANTAGES	INCONVENIENTS
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Faible cout</li> <li>• Biodégradabilité</li> <li>• Neutre pour l'émission de CO2</li> <li>• Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres</li> <li>• Pas de résidus après incinération</li> <li>• Ressource renouvelable</li> <li>• Demande peu d'énergie pour être produite</li> <li>• Propriétés mécanique spécifique importantes (résistance et rigidité)</li> <li>• Bonne isolation thermique et acoustique</li> <li>• Non abrasif pour les outillages</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Renfort discontinu</li> <li>• Absorption d'eau</li> <li>• Faible stabilité dimensionnelle</li> <li>• Mauvaise tenue en vieillissement</li> <li>• Faible tenue thermique (200 à 230 °C max)</li> <li>• Fibres anisotropes</li> <li>• Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo...</li> <li>• Pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock</li> </ul>

## I.2.5. LES FIBRES NATURELLES

### I.2.5.1. Fibre de palmier dattier

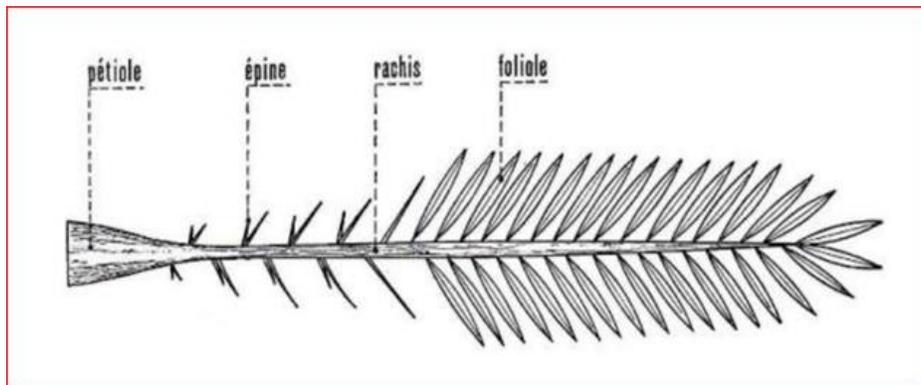
Le palmier dattier est typiquement cultivé dans les oasis sahariennes. Celui originaire d'Afrique du Nord, est amplement cultivé de l'Arabie jusqu'au Golfe Persique, où il forme la végétation caractéristique des oasis.

C'est une plante sensible au froid, qui pousse sur des terrains de n'importe quelle nature, pourvu qu'ils soient fertiles et bien drainés. Dans les régions à climat doux, il est cultivé en plein air, en position ensoleillée, utilisé surtout comme plante ornementale pour son allure élancée et son feuillage [27].

#### a) La Palme

La palme ou "Palm " en Anglais, 'Djérida' en Arabe est une feuille pennée garnies des folioles régulièrement disposées en position oblique le long de la partie supérieure du rachis. Les segments

inférieurs sont transformés en épines, plus ou moins nombreuses, et plus ou moins longues. Le nombre des palmes varie entre 30 et 150 palmes, disposées en spirale d'une longueur qui atteint 350 à 450 mm. Le palmier produit de 10 à 20 palmes par an selon les variétés et le mode de culture. Ces dernières vivent et demeurent vertes de 3 à 7 ans avant qu'elles deviennent sèches et inclinées puis elles seraient ôtées par taillage.



**Figure I.8.** La palme.

### b) Les Folioles

Les Folioles ou 'Leaflets' en Anglais et 'Saâf' en Arabe. Les folioles sont les petites feuilles dispersées sur les deux côtés de palme. Elles ont un épiderme recouvert d'un enduit cireux et une forme pointue aux extrémités. L'adhérence avec la palme se fait sous 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 regroupées en deux, trois, quatre ou en cinq. La longueur des folioles et leur largeur dépendent de la variété du palmier et de l'entretien qu'il a subi et des conditions environnementales. Les folioles peuvent avoir une longueur qui 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 [28].

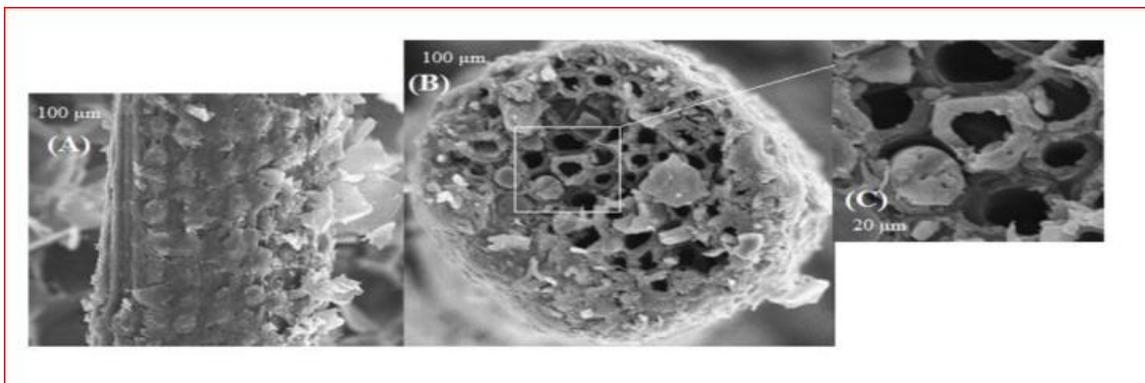


**Figure I.9.** Les folioles.

### c) Propriétés des fibres palmier dattier

- **Structure et morphologie**

Le bois de palmier dattier a une structure fibreuse. Les images MEB de la fibre de pétiole présente une surface cylindrique et irrégulière avec de nombreuses impuretés, cellules et pores [29].



**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) [29].

- **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 [28]. 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% [30].

- **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 [31]. Toutefois, les proportions de chaque constituant rapportées dans la plupart 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 [28].

- **Propriétés hydrophilique**

On peut constater que l'absorption d'eau des fibres naturelles est très élevée. La fibre naturelle a une teneur élevée en hydroxyle de la cellulose qui la rend susceptible d'absorber de l'eau : les molécules réagissent avec le groupe hydroxyle (-OH) des molécules de cellulose pour former des liaisons hydrogènes [32]. Capacité d'absorption d'eau des fibres naturelles peut être attribuée à la taille de fibre et à la teneur en cellulose.

### **I.2.5.2. 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].

## **I.2.6. INTERFACE D'UN MATERIAU COMPOSITE : NOTION D'ADHESION**

L'adhésion est un phénomène complexe qui consiste en la formation d'un contact interfaciale au niveau moléculaire entre les différents composés. Les molécules se déplacent ensuite pour atteindre l'équilibre d'adsorption en formant des liaisons physiques, plus ou moins fortes selon leur nature et/ou réagissent chimiquement pour former des liaisons covalentes. L'adhésion est donc affectée par des phénomènes de mouillabilité, de diffusion, d'adsorption, de réactivité chimique et elle peut aussi être d'origine mécanique cette interface prend différentes formes et conduit au concept d'interphase [34].

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 [35].

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 [35].

### **I.2.6.1. Interface fibres végétales / polymères thermoplastiques**

L'interface fibres/matrice joue un rôle déterminant sur les propriétés finales des matériaux composites. Des méthodes physiques et chimiques, dont l'objectif est de rendre compatibles les fibres et les matrices, peuvent être utilisées pour optimiser cette interface. Ces méthodes reposent sur la modification de surface des fibres et/ou de la matrice et la mise en place de nouvelles propriétés interfaciales [36].

### I.2.6.2. Modification de l'interface fibres végétales /thermoplastiques

Lorsque deux matériaux sont incompatibles, il est également possible d'introduire un troisième matériau ayant des propriétés intermédiaires entre celles des deux autres afin d'améliorer cette compatibilité [36].

Pour obtenir des matériaux composites performants, des traitements complémentaires sont nécessaires pour séparer les fibres, nettoyer leurs surfaces, obtenir une liaison fibre/matrice de qualité et, dans certains cas, diminuer le caractère hydrophile (présence de groupements hydroxydes). Dans un matériau composite, l'adhérence fibre/matrice joue un rôle très important sur la transmission des contraintes entre les fibres et la tenue au vieillissement [37]. Ces méthodes des modifications ont pour objectif de:

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

Les méthodes de modifications (traitements) sont différemment efficaces en ce qui concerne l'adhésion entre la matrice et les fibres [38]. Il existe de nombreuses techniques afin de rendre compatible la fibre cellulosique et la matrice polymérique. Ces diverses techniques peuvent être divisées en deux catégories : les méthodes de modification physiques et les méthodes chimiques [39].

## Références

1. Disponible sur :  
<https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Spécial:Recherche&search=Matériau+composi+te+%282017%29&ns0=1>
2. J. M. Berthelot, Matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures, 4th ed. Lavoisier, 2005.
3. R. Gensler, C. J. G. Plummer, H. H. Kausch, E. Kramer, J.-R. Pauquet, H. Zweifel, Polymer Degradation and Stability, 2000, 67, 195-208.
4. L. Berreur, Rapport final: L'industrie française des panneaux composites, Ministère de l'économie des finances et de l'industrie, France, 2002
5. C. Angelloz, L.Cramaro, P.Laine, J.Vaija, Note Scientifique et Technique, 2005, 258.
6. J. C. Morin, Guide de l'utilisateur des profils plastiques, syndicat national des profilés plastiques, Paris, France, 2000.
7. J. P. Baïlon, J. M. Dorlot, Des matériaux, troisième édition, Presses internationales Polytechniques, école Polytechnique de Montréal, 2005.
8. C. Reverte, « Stratégie expérimentale pour la détermination de modèles stoechiocinétiques des réactions de dégradation thermique », Thèse doctorat, Université Toulouse (2007).
9. P. Quennehen, Étude de la dégradation de la fonction isolation de câbles HT isolés au PVC, Thèse de doctorat, Université de Grenoble, France, 2006
10. M, L. AUGIER, Etude De L'élaboration De Matériaux Composites Pvc/Bois A Partir De Déchets De Menuiserie : Formulation, Caractérisation, Durabilité Et Recyclabilité,
11. F. Michaud, « Rhéologie de panneaux composites bois / thermoplastiques sous chargement thermomécanique, Aptitude au postformage », Thèse de Doctorat, Université LAVAL, Canada (2003).
12. A.Y. Nenonene, Thèse doctorat, Université Toulouse, 2009.
13. M. Malha, Thèse de Doctorat, Université Mohammed V- Agadal, 2013.
14. NILSON, L" Reinforced Concrete with Sisal and other vegetable fiber.Swedish Council for Building Research", document D14, (1975).

15. COUTTS, R.S.P., Flax fibers as a reinforcement in cement mortar, the international journal of cement composites and lightweight concrete, vol.5 N°4, pp 257- 262, (1983).
16. KRIKER. A., " Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec". Thèse de doctorat d'état, ENP, Alger, (2005).
17. BLEDZKI, A. K and GASSAN. J., " Composites reinforced with cellulose based fibers «, ELSEVIER, Progress in polymer science, volume 24, pp.221-274, (1999).
18. G. H. Doh, S. Y. Lee, I. A. Kang, Y. T. Kong, Composite Structures, 2005, 68, 103– 108.
19. C. Albano, J. Reyes, M. Ichazo, J. Gonzalez, M. Brito, D. Moronta, Polymer Degradation and Stability, 2002, 76, 191–203.
20. Ch. Li, Y. Zhang, Polymer Testing, 22; 191–195, 2003.
21. T. Surini, « Analyse Dynamique de la Biodégradation du Bois et de Composites à Base de Bois et Fibres Végétales » Thèse de Doctorat, Université Bordeaux 1 (2009).
22. D. Sedan, « Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite », Thèse Doctorat, Université de Limoges (2007).
23. S.Thiebaud, valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux, Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 1995.
24. H.Krässig, J.Schurz, R.G Steadman, K.Sch. Albretch, M.Mohring et H.Schlosser: Cellulose, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co, KGaA, 2004.
25. Monteiro, S. N., F. P. D. Lopes, A. P. Barbosa, A. B. Bevitori, I. L. A. Da Silva and L. L. Da Costa (2011). Natural lignocellulosic fibers as engineering materials—an overview. Metallurgical and Materials Transactions A, 42(10), 2963.
26. P, E. BOURBAN, L. CARLSSON, J, A. MANSON, J, P. MERCIER, Matériaux Composites A Matrice Organique : Constituants, Procédés, Propriétés, Traité des Matériaux, 15, 2004.
27. A. SBIAI, Matériaux Composites A Matrice Epoxyde Chargée Par Des Fibres De Palmier Dattier : Effet De L'oxydation Au Tempo Sur Les Fibres, Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale Matériaux de Lyon France, 2011.

28. 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.
29. B. HABA, Etude In-Situ Des Performances Energétiques Et Mécaniques Des Matériaux Biosourcés Et Locaux, thèse doctorat, Université de Batna, 2017.
30. 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.
31. N. BENMANSOUR, Développement Et Caractérisation De Composites Naturels Locaux adaptés A L'isolation Thermique Dans L'habitat, Thèse de doctorat, Université de Batna, 2015.
32. J. CHAMOIN, Optimisation Des Propriétés (Physiques, Hydriques Et Mécaniques) De Bétons De Chanvre Par La Maîtrise De La Formulation, Thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Rennes France, 2013.
33. Y. DJEBLOUN, Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales, thèse de doctorat, Université de Biskra, 2017.
34. M.RAGOUBI, Contribution A L'amélioration De La Compatibilité Interfaciale Fibres Naturelles/Matrice Thermoplastique Via Un Traitement Sous Décharge Couronne, thèse doctorat, l'Université de Nancy France, 2010.
35. S. BOUHANK, Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne : Formulations et caractérisation, Thèse de Doctorat, Université de Sétif 1, 2017.
36. D.THI VI VI, Matériaux Composites A Fibres Naturelles / Polymère Biodégradables Ou Non, Thèse de doctorat, Université de Hô-Chi-Minh en Vietnamien, 2011.
37. B, Y.TEMESGE, K.PRADEEP ET S.INDERDEEP, Sliding Wear Properties Of Jute Fabric Reinforced Polypropylene Composites, *Procedia Engineering*, 97, 402 – 411, 2014.
38. H, N.DHAKAL, V.ARUMUGAM, A.ASWINRAJ, C.SANTULLI, Z.Y.ZHANG Et A, L.ARRAIZA, Influence Of Temperature And Impact Velocity On The Impact Response Of Jute/Up Composites, *Polymer Testing*, 35, 10–19, 2014.
39. Y.ARAO, T.FUJIURA, S.ITANIET, T.TANAKA, Strength Improvement in Injection-Molded Jute-Fiber-Reinforced Polylactide Green-Composites, *Composites Part B: Engineering*, 68, 200–206, 2015.



# Table des matières

## CHAPITRE II

### MATERIAUX ET TECHNIQUES

### EXPERIMENTALES ET

### CARACTERISATIONS

<b>II.1. MATERIAUX UTILISES .....</b>	<b>23</b>
<b>II.1.1. Le polychlorure de vinyle .....</b>	<b>23</b>
<b>II.1.2. Hydroxyde de sodium .....</b>	<b>24</b>
<b>II.1.3. Acide acétique.....</b>	<b>24</b>
<b>II.1.4. (3-triméthoxysilyl) propyl méthacrylate (silane A174).....</b>	<b>24</b>
<b>II.1.5. Ethanol .....</b>	<b>25</b>
<b>II.2. Techniques expérimentales .....</b>	<b>25</b>
<b>II.2.1. Préparation des fibres de palmier dattier .....</b>	<b>25</b>
<b>II.2.2. Modification chimique des fibres de palmier dattier.....</b>	<b>26</b>
<b>II.2.2.1. Modification chimique des fibres de palmier par la soude NaOH ....</b>	<b>26</b>
<b>II.2.2.2. Modification chimique des fibres de palmier par l'agent de couplage silane ((3-triméthoxysilyl) propyl méthacrylate (silane A174).....</b>	<b>27</b>
<b>II.2.3. Elaboration des composites PVC/ Fibres de palmier dattier .....</b>	<b>27</b>
<b>II.3. TECHNIQUES DE CARACTERISATION .....</b>	<b>30</b>
<b>II.3.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR ....</b>	<b>30</b>
<b>II.3.2. Essai de traction .....</b>	<b>31</b>
<b>II.3.3. Essai de flexion en trois points .....</b>	<b>32</b>

**CHAPITRE II**

**MATERIAUX ET 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	$\geq 10$ g/s
Teneur en humidité	$\leq 0.3$ g/s
Cendre sulfatées	$\leq 0.1\%$
Yeux de poissons (nombre)	$\leq 20$
Absorption du plastifiant 5-25 min	Pas de taches



**Figure II.1.** Polychlorure de vinyle PVC.

### II.1.2. Hydroxyde de sodium

L'hydroxyde de sodium utilisée a été produite 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

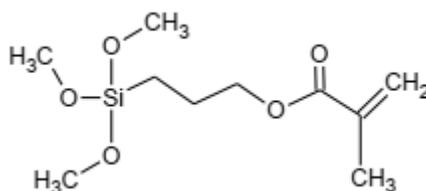
L'acide acétique utilisée a été produite par la société « **RIEDEL –DE HAEN AG SEELZE-HNNOVER** », ses caractéristiques sont représentées dans le tableau II.3.

**Tableau II.3.** Caractéristiques de l'acide acétique.

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

### II.1.4. (3-triméthoxysilyl) propyl méthacrylate (silane A174)

Le (3-triméthoxysilyl) propyl méthacrylate (silane A174) utilisé a été produit par « **SIGMA-ALDRICH** », ses caractéristiques principales sont représentées dans le tableau II.4 et sa formule chimique est représentée par la figure II.2:



**Figure II.2.** Structure chimique de (3-triméthoxysilyl) propyl méthacrylate (silane A174).

**Tableau II.4.** Caractéristiques de (3-triméthoxysilyl) propyl méthacrylate.

la formule chimique	La masse moléculaire	La densité	Température de fusion	Température d'ébullition
C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O <sub>5</sub> Si	248.35 g/mol	1.045g/ml	92°C	190°C

### II.1.5. Ethanol

L'éthanol utilisé est produit par la société "AnalaR NORMAPUR", ses caractéristiques sont données dans le tableau II.5 :

**Tableau II.5.** Les caractéristiques de l'éthanol.

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

## II.2. Techniques expérimentales

### II.2.1. Préparation des 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 les folioles ont subi plusieurs prés traitements. 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 100µm.



**Figure II.3.** Préparation des fibres de palmier.



**Figure II.4.** Tamiseuse de type Retsch AS 200.

## II.2.2. 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.2.2.1. Modification chimique des fibres de palmier par la soude NaOH

Dans un ballon, on introduit 100 g de la farine de palmier et 250 ml de NaOH à 2%, pendant une heure. 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, suivit par un lavage avec l'eau distillée et on termine par un séchage dans une étuve à  $80^{\circ}\text{C}$  pendant 24h.



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

### **II.2.2.2. Modification chimique des fibres de palmier par l'agent de couplage silane ((3-triméthoxysilyl) propyl méthacrylate (silane A174)**

Le (3-triméthoxysilyl) propyl méthacrylate (silane A174) est d'abord solubilisé dans l'eau, puis de l'acide acétique est ajouté jusqu'à obtenir un pH entre 2,9 et 4 (pour éviter la polymérisation du silane en polysiloxane). Après 15 min d'hydrolyse du silane, les fibres de palmier traités par la soude NaOH sont ajoutés dans cette solution et y séjourne pendant 1h à température ambiante. Enfin, les fibres sont lavées par l'eau jusqu'à un pH de 7 pour supprimer l'excès en silane puis par l'éthanol et séchées à l'étuve à 80°C. La concentration de silane a étudiée est : 1%.

### **II.2.3. Elaboration des composites PVC/ Fibres de palmier dattier**

L'élaboration de Nos composites a été effectuer 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	FTS
PVC	100	-	-	
PVC/FNT	95	5		
	75	25		
PVC/FTA	95		5	
	75		25	
PVC/FTS	95			5
	75			25

**PVC** : le polychlorure de vinyle vierge, **PVC/FNT** : le polychlorure de vinyle renforcé par des fibres de palmier dattier non traitées, **PVC/FTA** : le polychlorure de vinyle renforcé par des fibres de palmier dattier traitées par la soude NaOH, **PVC/FTS** : le polychlorure de vinyle renforcé par des fibres de palmier dattier traitées par l'agent de couplage silane.

### II.2.3.1. Calandrage

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.6. Calandrage utilisés dans la préparation des composites.



**Figure II.7.** Le film du composite obtenu par la calandre.

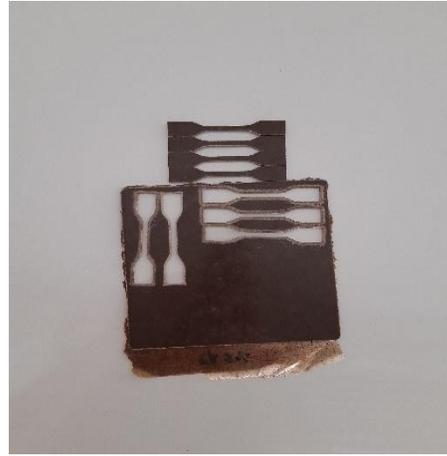
### II.2.3.2. Moulage par compression

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.8.** La presse utilisée pour la préparation des plaques.

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



**Figure II.9.** Le découpage des plaques sous forme d'haltères par la découpeuse.

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



**Figure II.10.** Spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S.

### II.3.2. Essai de traction

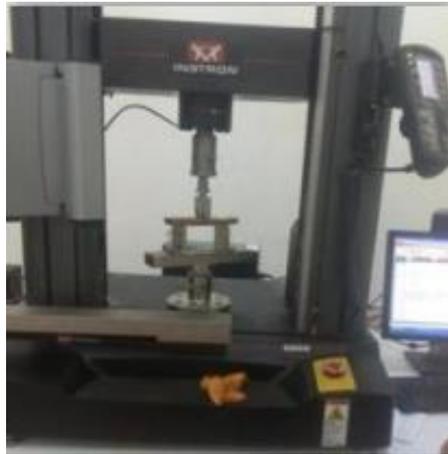
C'est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé, qui consiste à soumettre une éprouvette en forme d'altère de type « H2 », dans les mâchoires d'un dynamomètre. La mesure des propriétés mécaniques à la rupture des plaques est effectuée au niveau de laboratoire de « UNICAB » à Biskra à l'aide d'une 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.11.** La machine de traction utilisée.

### II.3.3. Essai de flexion en trois points

Le principe de la flexion 3 points consiste à poser l'éprouvette sur deux appuis et lui appliquer une force à vitesse constante perpendiculairement à sa surface. Les tests de flexion en trois points de chaque matériau composite sont réalisés selon la norme ASTM D79. En utilisant une machine électromécanique universelle d'essai qui permet l'obtention de toutes les propriétés mécaniques concernant le test effectué par cette machine.



**Figure II.12.** Machine d'essais mécanique de flexion trois points.



# Table des matières

## CHAPITRE III

### RESULTATS ET DISCUSSIONS

<b>III.1. CARACTERISATION DES FIBRES DE PALMIER DATTIER.....</b>	<b>35</b>
<b>III.1.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR.....</b>	<b>35</b>
<b>III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITES ELABORES .....</b>	<b>37</b>
<b>III.2.1. Essai de traction.....</b>	<b>37</b>
<b>III.2.1.1. Contrainte à la rupture .....</b>	<b>37</b>
<b>III.2.1.2. Allongement à la rupture.....</b>	<b>39</b>
<b>III.2.1.3. Module d'Young .....</b>	<b>40</b>
<b>III.2.2. Essai de flexion.....</b>	<b>41</b>
<b>III.2.2.1. Contrainte à la flexion.....</b>	<b>41</b>
<b>III.2.2.2. Module de flexion .....</b>	<b>42</b>
<b>Références .....</b>	<b>43</b>

## **CHAPITRE III**

# **RESULTATS ET DISCUSSIONS**

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

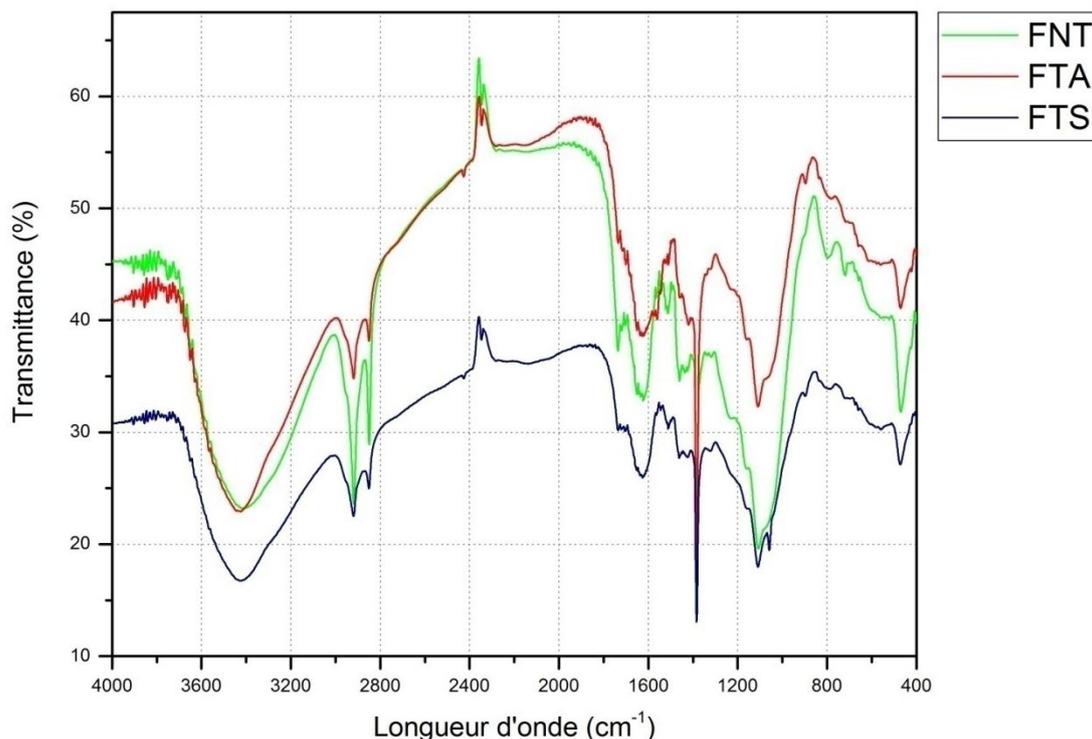
#### III.1.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR

Les spectres infrarouges des fibres de palmier non traités (FNT) et modifiées avec de la soude (FTA) et par l'agent de couplage silane (FTS) sont donnés dans la figure III.1. Le pic vers  $3406\text{ cm}^{-1}$  qui correspond à la vibration de valence des liaisons O-H correspond à l'ensemble des hydroxyles, primaires et secondaires subit après la modification une légère diminution d'intensité. Cela est expliqué par la conversion d'une partie des alcools primaires en acide carboxylique [1]. Le pic vers  $709\text{ cm}^{-1}$  qui traduit la déformation du groupement (-OH) disparaît aussi. Les bandes d'intensité moyenne centrées vers  $2920$  et  $2854\text{ cm}^{-1}$  traduit les vibrations d'élongation symétrique et asymétrique des liaisons C-H du groupe  $-\text{CH}_2$  des segments de la cellulose et de la lignine diminuent aussi [2].

Les pics correspondant aux groupements carbonyles C=O de la lignine ( $1735, 1238\text{ cm}^{-1}$ ) n'est plus observé après le traitement alcalin (FTA). Cela s'explique par l'hydrolyse partielle des hémicelluloses en milieu alcalin, caractérisée par la rupture des liaisons C-O-C entre deux monomères [3,4]. L'intensité du pic à  $1509\text{ cm}^{-1}$  caractéristique du groupe C=C diminue aussi [5]. La présence des pics de lignine dans le spectre de la fibre traitée démontre que les fibres contiennent encore de la lignine. La mercerisation élimine le tissu épidermique cireux, les pectines adhésives et les hémicelluloses qui lient les faisceaux de fibres les uns aux autres et aux gaines riches en pectine et en hémicellulose du noyau [6]. La réaction entre la cellulose et la soude est décrite par le schéma III.1 [7].

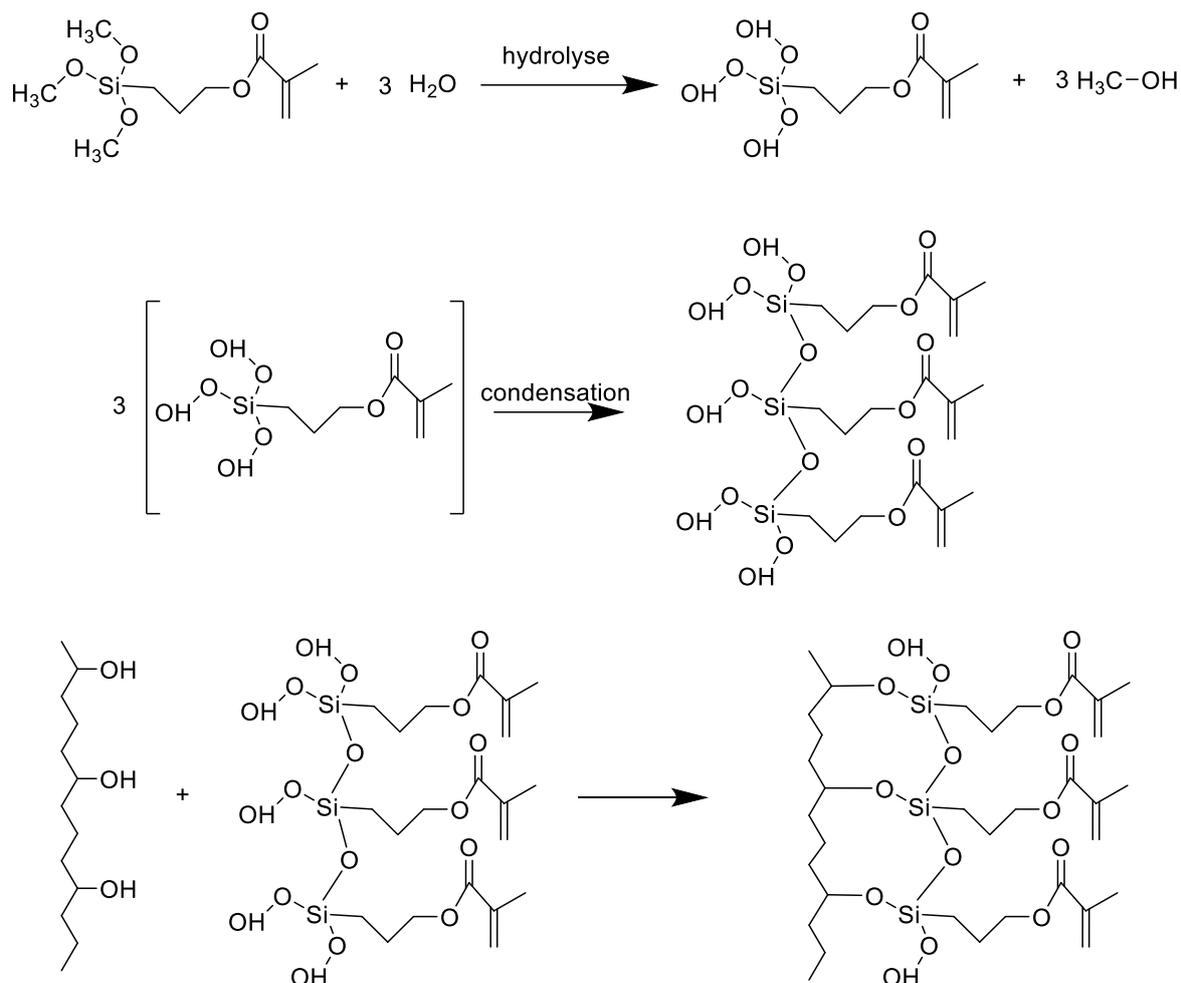


**Schéma III.1.** Réaction entre la cellulose et la soude (NaOH).



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

Pour le spectre des fibres de palmier traitées avec l'agent de couplage silane (FTS), on peut voir l'apparition des mêmes pics enregistrés pour la FTA mais à l'exception l'apparition de nouveaux groupes dans la région entre 1050 et 1100  $\text{cm}^{-1}$  assignées aux groupements Si-O-cellulose ou Si-O-Si, le premier confirme la substitution des groupements -OH des hémicelluloses par des groupements silanols (obtenu, lors de l'hydrolyse des silanes) par réaction de condensation, signature de la réaction de greffage du silane sur les fibres et le deuxième, est une indication que la condensation intermoléculaire s'est produite entre les groupes silanols adjacents [8, 9]. Aussi la bande à 807  $\text{cm}^{-1}$  pourra représenter la liaison Si-O qui viendrait de la réaction entre le silane et la farine. Ces résultats sont en accord avec les résultats de Boufi *et al* [10] La réaction de salinisation des fibres de palmier dattier avec le silane comme agent modifiant a bien été confirmée par l'analyse spectroscopique IRTF. Par ailleurs on peut proposer le mécanisme réactionnel suivant :



**Schéma III.2.** Mécanisme réactionnel entre les fibres de palmier et l'agent de couplage silane (3-triméthoxysilyl) propyl méthacrylate.

## III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITES ELABORES

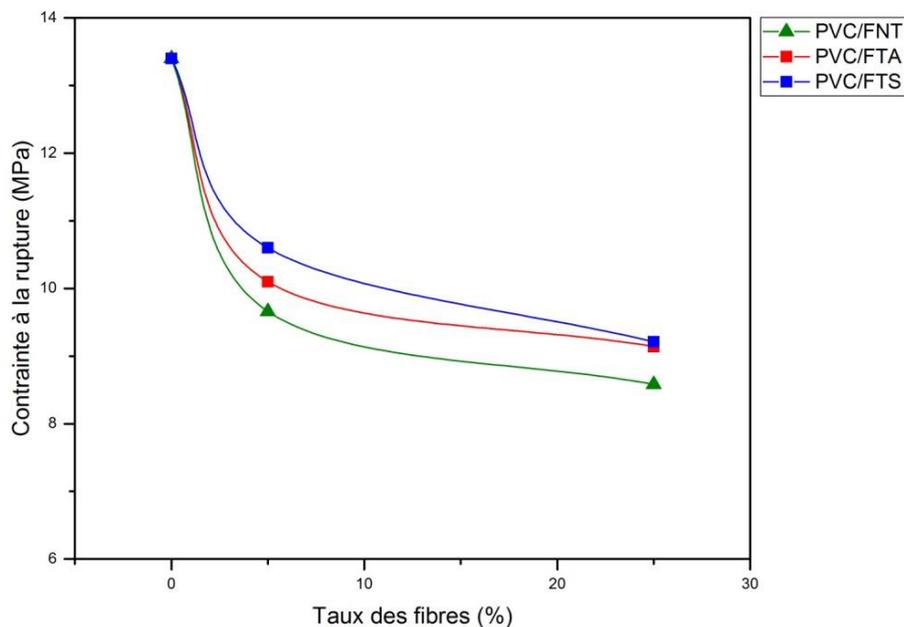
### III.2.1. Essai de traction

#### III.2.1.1. Contrainte à la rupture

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. Cette abaissement est attribué à la diminution de la force de liaison entre les fibres et la matrice de polychlorure de vinyle à cause du caractère hydrophobe de la matrice de PVC et le caractère hydrophile de la charge (FNT) [11], et la tendance des particules des fibres à se regrouper en formant

des agglomérats qui induisent des hétérogénéités et un transfert de contrainte non uniforme au sein de la matrice, par conséquent il se produit une fragilisation au matériau composite et obstrue la propagation d'effort [12].

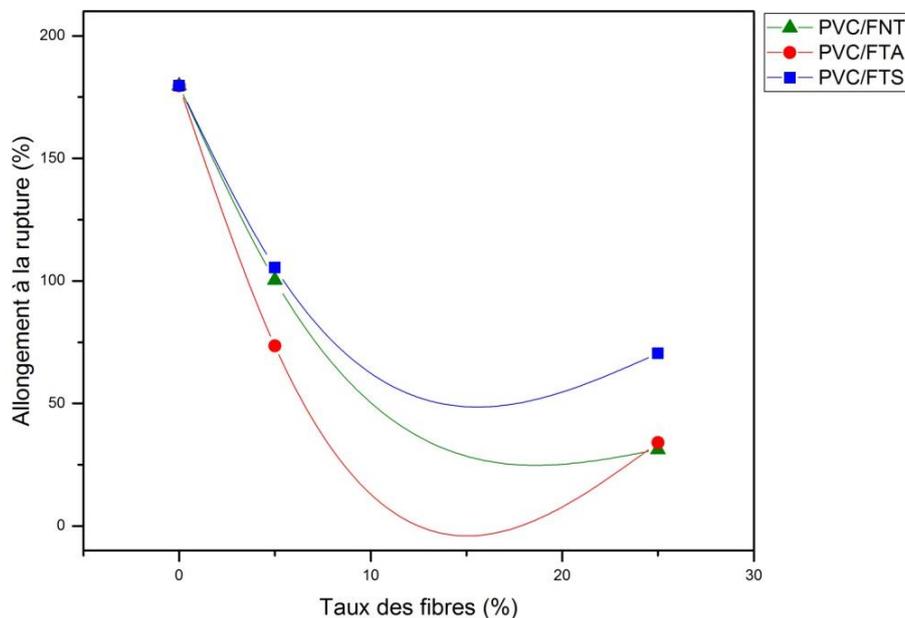
Les traitements des fibres de palmier conduisent à l'amélioration de la contrainte à la rupture des composites (PVC/FTA et PVC/FTS) par rapport aux composites renforcés par des fibres non traitées (PVC/FNT). Ceci est attribué à la bonne adhésion entre les fibres traitées et la matrice polymérique. Il est important de noter que le traitement alcalin permet d'extraire les impuretés et d'éliminer des constituants pariétaux tels que les lignines, les pectines et les substances cireuses qui recouvrent la surface externe des parois cellulaires de la fibre. Ce qui favorise la formation de fibrilles et donne une surface rugueuse à la fibre pour faciliter les interactions physico-chimiques à l'interface charge-polymère [13]. Nous constatons également que les composites traités par l'agent de couplage silane (PVC/FTS) montrent de meilleures résistances à la traction comparés à ceux traités par la soude (PVC/FTA). Ceci peut être expliqué par la capacité du silane 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 comparées au traitement alcalin [14,15].



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

### III.2.1.2. Allongement à la rupture

L'évolution de l'allongement à la rupture des composites traités et non traités en fonction du taux des fibres de palmier est illustrée sur la figure III.3. On remarque une baisse significative de l'allongement à la rupture pour les composites élaborés avec les fibres non traitées, cette diminution est expliquée d'une part, par la nature hydrophile des fibres non traitées qui absorbent plus d'humidité et provoquent un gonflement dans la matrice PVC ce qui provoque la fragilisation du matériau. Et d'autre part en raison du volume de plus en plus important qu'occupent les particules de la fibre, créant des défauts dans le système et réduisant les interactions inter chaînes, associée à une variation ductile fragile de comportement du matériau [16].



**Figure III.3.** Evolution de l'allongement à la rupture de PVC vierge et des composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées.

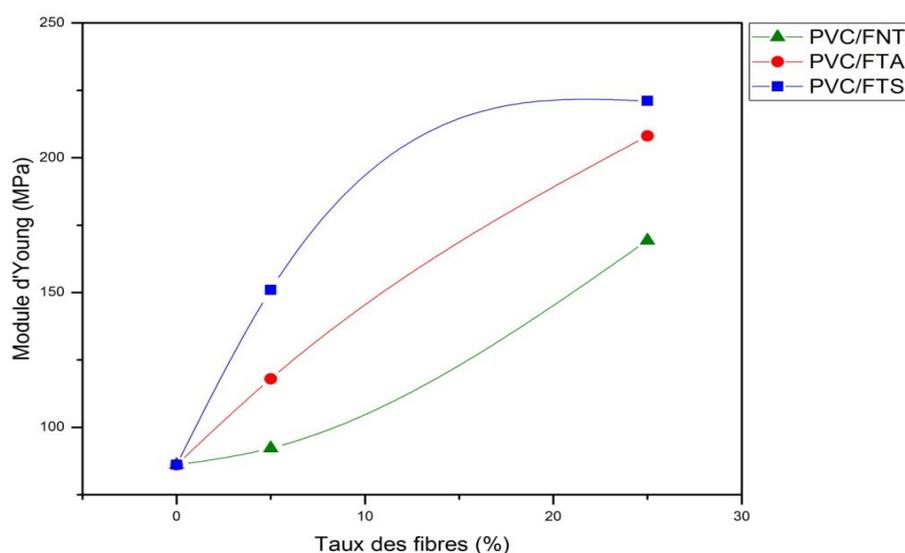
L'ajout des fibres de palmier traitées par le NaOH dans la matrice de polychlorure de vinyle a diminué l'allongement à la rupture de manière significative avec l'augmentation du taux des fibres. Cela est attribué à la présence d'une certaine quantité de la lignine dans les fibres ce qui provoque l'initiation de fissures et une défaillance potentielle du composite, du au temps et la concentration de la soude utilisée dans le traitement des fibres de palmier n'ont pas un grand effet sur l'élimination de la lignine [17]. En outre, l'agglomération de fibres pourrait avoir contribué à créer des zones de concentration de contraintes nécessitant moins d'énergie pour la propagation des fissures.

En comparant les allongements à la rupture des différents composites, on peut voir clairement que le traitement chimique avec l'agent de couplage silane a apporté une légère amélioration. Cette augmentation est principalement attribuée à une meilleure dispersion de la fibre traitée qui confère une certaine flexibilité au matériau [18, 19].

### 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'agent de couplage silane (3-(triméthoxysilyl) propyl méthacrylate) et la soude (NaOH). D'une manière générale, on peut voir clairement que les composites renforcés par les fibres de palmier traitées et non traitées enregistrent des modules d'Young plus important 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 [11].

Les traitements chimiques des fibres de palmier dattier avec le 3-(triméthoxysilyl) propyl méthacrylate augmente considérablement le module de Young, comparé aux composites traités par la soude. Cette augmentation est due principalement à une meilleure adhésion inter faciale fibre/matrice due à la bonne dispersion de la fibre traitée dans la matrice PVC. Le traitement a engendré la formation de liaisons chimiques entre la partie hydrophobe du silane et la surface de la matrice et la partie hydrophile avec la surface de la fibre [20, 21].

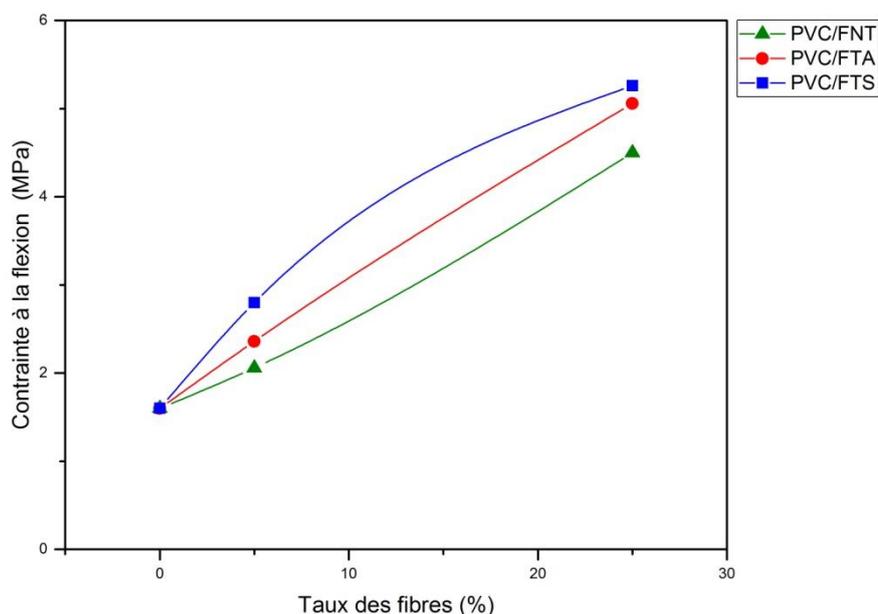


**Figure III.4.** Evolution de module d'Young de PVC vierge et ces composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées.

## III.2.2. Essai de flexion

### III.2.2.1. Contrainte à la flexion

L'évolution de la résistance à la flexion des composites en fonction des fibres de palmier traitées et non traitées est illustrée sur la figure III.5.

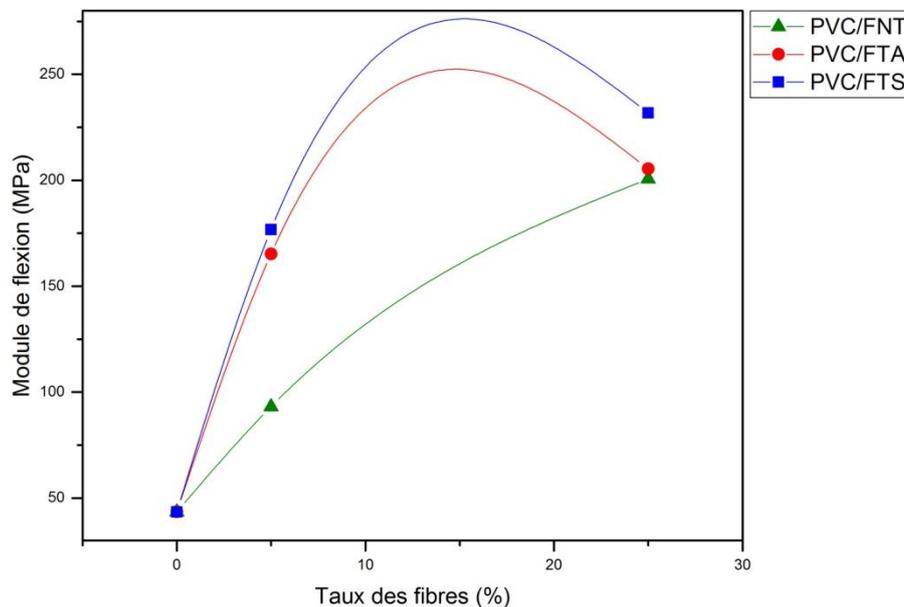


**Figure III.5.** Evolution de la contrainte à la flexion des de PVC vierge et ces composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées.

Les composites en PVC renforcés par des fibres traitées illustrent l'augmentation de la résistance à la flexion par rapport aux composites en PVC renforcé de fibres non traitées. Les traitements des fibres de palmier améliorent l'interface fibre/matrice, ce qui entraîne des propriétés de flexion plus élevées. La résistance à la flexion plus faible des composites non traités en raison de la présence d'hydroxyle et d'autres groupes polaires à la surface de la fibre, ce qui entraîne une interface fibre/matrice plus faible [22, 23]. Il est à noter que la combinaison des traitements alcalins et silane donne les meilleures performances par rapport aux traitements individuels. Cela peut s'expliquer par le fait qu'après le traitement alcalin, le réseau des liaisons d'hydrogène au sein de la structure de la cellulose peut être rompu et les groupes hydroxyles de la cellulose peuvent devenir plus actifs et donc améliorer le caractère hydrophile des fibres ainsi que leur compatibilité avec les agents silanes [24].

### III.2.2.2. Module de flexion

Les modules de flexion des composites de polychlorure de vinyle renforcés par des fibres traitées et non traitées sont présentés à la figure III.6. D'après les courbes, il est évident que l'incorporation de la fibre de palmier dans la matrice de PVC augmente le module d'élasticité des composites par rapport au PVC vierge. En comparant ces modules des composites, on peut voir que les composites renforcés par les fibres traitées avec l'agent de couplage silane ont un module de flexion maximal, sont dus aux meilleures adhérences interfaciales dans le composite. La variation de ces propriétés peut être expliquée sur la base des changements d'interaction chimique à l'interface fibre-matrice sur les différents traitements comme expliqué dans la section ci-dessus [25].



**Figure III.6.** Evolution de Module de flexion des de PVC vierge et ces composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées.

## Références

1. S. Amroune, A. Bezazi, A. Belaadi, C. Zhu, F. Scarpa, S. Rahatekar, A. Imad, Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (*Phoenix dactylifera* L.), *Composites: Part A* 71; 95–106, 2015.
2. S.L. Fávaro, T.A. Ganzerli, A.G.V de Carvalho Neto, O.R.R.F da Silva, E. Radovanovic, Chemical, morphological and mechanical analysis of sisal fiberreinforced recycled high-density polyethylene composites, *Express Polymer Letters*, 4; 465– 473, 2010
3. P. Upadhyaya, M. Garg, V. Kumar, A. K. Nema, The Effect of Water Absorption on Mechanical Properties of Wood Flour/Wheat Husk Polypropylene Hybrid Composites, *Materials Sciences and Applications*, 3; 317-325, 2012.
4. K. Bledzki, A. A. Mamuna, J. Volk, Physical, Chemical and Surface Properties of Wheat Husk, Rye Husk and Soft Wood and Their Polypropylene Composites, *Composites Part A*, 41; 480-488, 2010.
5. Y.T. Zheng, De-R. Cao, D-S. Wang, Jiu-Ji Chen, Study on the interface modification of bagasse fibre and themechanical properties of its composite with PVC, *Composites: Part A*, 38; 20–25, 2007.
6. H.N. Tran, S. Ogihara, N.H. Tung, S. Kobayashi, Effect of alkali treatment on interfacial and mechanical properties of coir fiber reinforced poly(butylene succinate) biodegradable composites, *Composites: Part B*, 42; 1648–1656, 2011.
7. G.O. Adebayo, A. Hassan, Y. Rosiyah, A.R. Normasmira, R. Lafia Araga, Influence of wood surface chemistry on the tensile and flexural properties of heat treated mangrove/ high density polyethylene composites, *Polymer Bulletin*, 76; 6467–6486, 2019.
8. M. Kaci, H. Djidjelli, A. Boukerrou, L. Zaidi, 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, 2007.
9. M. Bengtsson, K. Oksman, The use of silane technology in crosslinking polyethylene/wood flour composites, *Composites, Part A*, 37; 752–765, 2006.
10. S. Boufi, M. Abdelmouleh, M.N. Belgacem, A. Dufresne, Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading, *Composites Science and Technology*, 67; 1627–1639, 2007.

11. 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.
12. 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.
13. L.R. Guilherme, M. Gandara, D.D. Pinzón Moreno, S. Clodoaldo, Low-density polyethylene/sugarcane fiber composites from recycled polymer and treated fiber by steam explosion, *Journal of Natural Fibers*, 16(1); 13-24, 2019.
14. T.P. Thao Tran, J.C. Bénézet, A. Bergeret, Rice and Einkorn wheat husks reinforced poly (lacticacid) (PLA)biocomposites: Effects of alkaline and silane surfacetreatments of husks, *Industrial Crops and Products*, 2014; 58: 111–124.
15. 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.
16. Y.A. El-Shekeil, S.M. Sapuan, M. Jawaid, O.M. Al-Shuja'a, Influence of fiber content on mechanical, morphological and thermal properties of kenaf fibers reinforced poly(vinyl chloride)/thermoplastic polyurethane poly-blend composites, *Materials and Design*, 58; 130 135, 2014.
17. A. El oudiani, S. Msahli, F. Sakli, In-depth study of agave fiber structure using Fourier transforminfrared spectroscopy, *Carbohydrate Polymers*, 164; 242–248, 2017.
18. Y. T. Zheng, D. R. Cao, D. S. Wang, J. J Chen, Study on the interface modification of bagasse fibre and the mechanical properties of its composite with PVC, *Composites: Part A*, 38; 20-25, 2007.
19. M. Bengtsson, K. Oksman, The use of silane technology in cross-linking polyethylene/wood flour composites, *Composites, Part A*, 37; 752-765, 2006.
20. 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.

21. C. Nah, C.K. Hong, I. Hwang, N. Kim , D.H. Parkc, B.S. Hwang, Mechanical properties of silanized jute–polypropylene composites, *Journal of Industrial and Engineering Chmistry*, 14; 71-76, 2004.
22. M.I. Nazrul, M.R. Rezaur, M.M. Haque, M. Huque, Physico-mechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites, *Composites: Part A*, 41(2); 192- 198, 2010.
23. I. Baroulaki, O. Karakasi, G. Pappa, P.A. Tarantili, D. Economides, K.Magoulas, Preparation and study of plastic compounds containing polyolefins and post used newspaper fibers, *Composites: Part A* , 37(10); 1613-1625, 2006.
24. 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 surface treatments of husks, *Industrial Crops and Products*, 58; 111–124, 2014.
25. P.A. Sreekumar, S.P. Thomas, J.M Saiter, J. Kuruvilla, G. Unnikrishnan, T. Sabu, Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding, *Composites: Part A* , 40; 1777–1784, 2009.

## **CONCLUSION GENERALE**

### Conclusion générale

L'objectif de ce travail était d'étudier l'effet de traitement chimique des fibres de palmier sur les propriétés des composites PVC/FP. Les composites ont été préparés à partir d'une résine thermoplastique (Polychlorure de vinyle) et de fibre de palmier à différents taux des proportions de charge variant entre 5 et 25 % en poids par procédé calandrage et moulage par compression. Les composites obtenus sont ensuite caractérisés par la détermination des propriétés mécaniques.

L'analyse IRTF a permis de confirmer la modification des fibres de palmier par la disparition des pics à 2920, 2854  $\text{cm}^{-1}$  du fait de l'hydroxyle partiel des hémicelluloses en milieu alcalin. Et par la diminution de pics à 3423  $\text{cm}^{-1}$  pour le traitement avec l'agent de couplage silane l'attribuée à la diminution du caractère hydrophile de la fibre.

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

## Résumé

Le but de ce travail est d'extraire les propriétés mécaniques au moyen d'expériences infrarouge, et traction et flexion en trois points du matériau composite, constitué de fibre de palmier dattier soumises à un traitement chimique et de la matrice de Polychlorure de vinyle, ou ce matériau a été fabriqué par deux étapes :

- Première étape : Préparation du pré-mélange, cette forme des particules des fibres courtes et de matrice Polychlorure de vinyle.
- Deuxième étape : Nous avons moulé ces compounds à l'aide d'une presse thermique pour préparer des plaques de ce matériau avec différentes fractions massiques de fibres.

## Mots clé

Matériau composite, Fibre palmier dattier, Matrice polychlorure de vinyle, Flexion trois point, traction.

## Abstract

The aim of this work is to extract the mechanical properties by means of infrared experiments, and three-point traction and bending of the composite material, consisting of date palm fiber subjected to chemical treatment and polyvinyl chloride matrix, or this material was made in two stages:

- First step: Preparation of the premix, this form of the particles of short fibers and polyvinyl chloride matrix.
- Second step: We molded these compounds using a heat press to prepare plates of this material with different mass fractions of fibers.

## Key words

Composite material, Date palm fiber, Polyvinyl chloride matrix, Three point flexion, traction.

## ملخص

الهدف من هاذ العمل هو اسخراج الخصائص الميكانيكية عن طريق تجارب الاشعة تحت الحمراء والشد والانحناء ثلاثي النقاط للمادة المركبة المكونة من ألياف نخيل التمر الخاضع لمعالجة كيميائية ومن مصفوفة البولي كلورير فينيل حيث تمت صناعة هذه المادة عبر مراحل:

- المرحلة الاولى: تحضير الخليط الاولي عبارة عن جزيئات قصيرة من الالياف ومصفوفة البولي كلورير فينيل .
- المرحلة الثانية : قمنا بقولة هذه الجزيئات باستخدام ضاغطة حرارية لتحضير الواح من هذه المادة ذات نسب كتلية مختلفة.

## الكلمات المفاتيحية

مادة مركبة . الياف النخيل . مصفوفة البولي كلورير فينيل . انحناء ثلاثي النقاط . الشد.