

CARACTERISATION PAR DRX DES MATERIAUX COMPOSITES A MATRICE THERMOPLASTIQUE (PEHD) RENFORCEE PAR DE FIBRES DE PALMIER DATTIER (FD)

HACHAICHI Amina^{1,2}, NEKAA Sorya¹

¹ Laboratoire de Physico-Chimie des Hauts Polymères (LPCHP), Faculté de Technologie,
Université Ferhat ABBAS, Sétif 1

² Unité de recherche-Matériaux-Procédés et environnement (UR-MPE), Faculté des sciences
de l'ingénieur, Université M'hamed BOUGARA, Boumerdès.

RESUME

L'objectif de ce travail est d'élaborer et de caractériser un nouveau matériau composite à base de polyéthylène haute densité (PEHD) renforcé par des de palmier dattier (FD). L'inconvénient majeur que l'on rencontre pour ce type de système est l'incompatibilité avec la matrice PEHD. Pour pallier à cet inconvénient, la fibre de palmier dattier a été traitée par le permanganate de Potassium ($KMnO_4$) pour améliorer la liaison à l'interface fibre/polymère. La méthode de diffraction des rayons X est l'une des méthodes les plus intéressantes pour caractériser les structures cristallines. D'après les résultats de ces analyses, on a observé que le taux de cristallinité des composites PEHD/FD à 30% de fibres non traitées et traitées a augmenté par rapport la matrice PEHD. D'autre part, nous remarquons que le traitement n'a pas d'influence importante sur le taux de cristallinité.

Mots clés : Polyéthylène haut densité ; fibre de palmier dattier ; composite ; traitement de surface.

Author Correspondence, e-mail: aminahachaichi28@mail.com

1. INTRODUCTION

Au cours des dernières années, l'utilisation des fibres naturelles dérivant de ressources renouvelables a fait partie de beaucoup de travaux de recherches récents. Elles sont devenues

alternativement faisables pour remplacer les composites de fibres de verre et tous qui est produits pétrochimiques dans beaucoup d'applications «automobile ; emballage et en construction... », À cause de la toxicité et irrecyclabilité de ces produits d'une part. D'autre part, les propriétés mécaniques excellentes, le potentiel de recyclage et de biodégradabilité des composites à fibres naturelles [1, 2].

Cependant, les fibres végétales, bien qu'elles possèdent de nombreuses qualités, présentent certains défauts majeurs lorsqu'il s'agit de les associer aux polymères. Les fibres végétales sont hydrophiles car elles sont composées de lignocellulose, qui contient des groupes hydroxyles. Ces fibres sont donc incompatibles avec les thermoplastiques hydrophobes, tels que les polyoléfines et ont une faible résistance à l'humidité. Ces deux caractéristiques sont des points faibles pour l'utilisation des fibres végétales comme renfort de polymère [3].

D'après les multiples travaux de recherche, il existe divers traitements permettant la modification de la surface des fibres végétales. Ces traitements améliorent la mouillabilité entre la fibre et la matrice et créent un lien fort à l'interface fibre-matrice et par conséquent contribué à l'amélioration des propriétés des composites [3].

L'objectif de ce travail est d'élaborer et de caractériser un nouveau matériau composite à base de polyéthylène haute densité (PEHD) renforcé par un renfort microscopique (fibre végétale) fibres de palmier dattier (FD). L'inconvénient majeur que l'on rencontre pour ce type de système est l'incompatibilité avec la matrice PEHD. Pour pallier à cet inconvénient, les fibres de palmier dattier ont été traitées par le permanganate de Potassium (KMnO_4) à une concentration de 0.125 (% m) pendant 2 min. Après élaboration, les composites (PEHD/FD) ont été caractérisés par un essai structuraux d'analyse de diffraction des rayons X.

2. RESULTATS ET DISCUSSION

2.1. Diffraction des rayons X de la fibre de palmier dattier avant et après traitement

La figure 1 représente les spectres DRX des fibres de palmier dattier traitées et non traitées. On constate que tous les spectres contiennent deux pics qui sont particulièrement bien définis pour les fibres végétales. La présence de ces pics de diffraction montre que les fibres traitées et non traitées sont semi-cristallines. Ces deux pics situés à $2\theta = 18.24^\circ$ et $2\theta = 22.6^\circ$ peuvent être attribué à la cellulose I. On observe aussi qu'après le traitement, ces deux pics

deviennent plus intenses que ceux de la fibre de palmier dattier non traitée, ce qui attribué à la dissolution d'une partie des matériaux amorphes recouvrant la fibre.

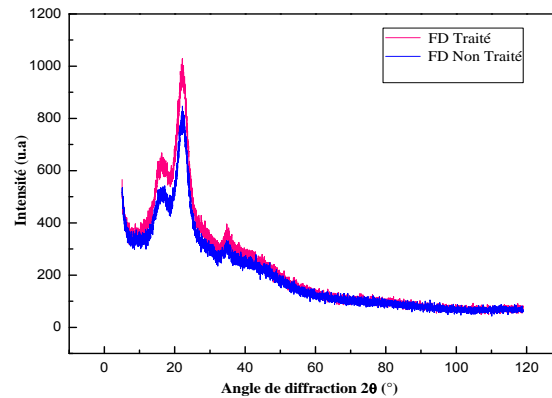


Fig .1. Diffractogrammes de fibre de palmier dattier non traitée et traitée.

Le tableau 1 regroupe les valeurs de l'indice de cristallinité (I_c) obtenus en utilisant la méthode de Segal et les tailles des cristallites de la fibre FD avant et après traitement.

Tableau 1. Les valeurs des intensités des raies I_{AM} et I_{002} , des indices de cristallinité et des tailles des cristallites de la fibre de palmier dattier avant et après le traitement.

Fibre	I_{002} ($2\theta = 22,60^\circ$)	I_{AM} ($2\theta = 18,4^\circ$)	I_c (%)	β (rad)	L (nm)
FD(Non Traitée)	1022.38	548.09	46.39	2.94	0.50
FD (Traitée par $KMnO_4$)	839.81	433.99	48.32	3.24	0.75

D'après les résultats du tableau, on observe que l'indice de cristallinité de la FD a augmenté avec le traitement. On note aussi une légère augmentation de la taille des cristallites de fibre traitée par rapport à celle non traitée. Ceci est peut être expliqué par la réduction de la quantité de composants amorphes présent dans la fibre (solubilisation des hémicelluloses, graisses, cires).

2.2. Diffraction des rayons X des composites PEHD/FD

La figure 2 présente les diffractogrammes du polyéthylène haute densité et des composites PEHD/FD à 30% fibres non traitées et traitées par $KMnO_4$. Le diffractogramme du PEHD révèle une maille cristalline orthorhombique en exhibant les pics de diffraction

caractéristiques aux valeurs 2θ suivantes : 21° et 22.3° spécifiques aux plans réticulaires hkl ayant les indices 110 et 002.

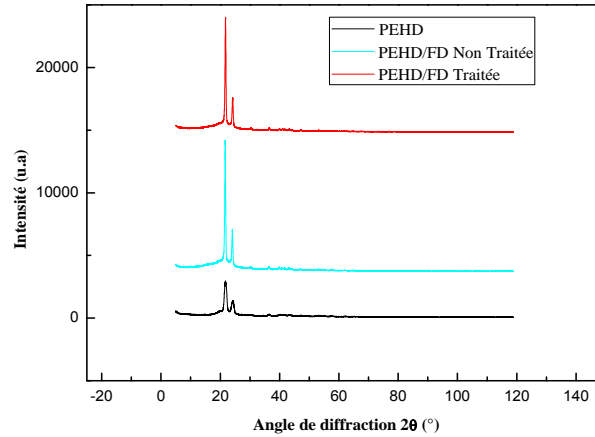


Fig. 2. Diffractogrammes des composites PEHD/FD à 30% de fibres non traitées et traitées.

Tableau 2. Les valeurs de taux de cristallinité ($X_c\%$) obtenus des composites PEHD/FD à 30% de fibres non traitées et traitées.

Composite	$X_c\%$
PEHD	44
PEHD/30%FD NT	46
PEHD/30%FD T	49

D'après les résultats du tableau, on observe que le taux de cristallinité des composites PEHD/FD à 30% de fibres non traitées et traitées a augmenté par rapport la matrice PEHD. Ceci est peut être expliqué par la présence des fibres de palmier dattier qui joue le rôle d'agent de nucléation favorisant ainsi la cristallisation du matériau. D'autre part, nous remarquons que le traitement n'a pas d'influence importante sur le taux de cristallinité.

3. EXPERIMENTAL

3.1. Matériaux utilisés

- Le polyéthylène haut densité (PEHD)

Le PEHD utilisé dans cette étude est du type Exxon Mobil HYA 800, fabriqué par la firme Chemical Company. Sous forme de granulés blanche. C'est un thermoplastique semi-cristallin obtenu par polymérisation en suspension [4].

Tableau 3. Principales caractéristiques du PEHD Exxon Mobil HYA 800.

Propriétés	Valeur	Unité
Indice de fluidité (2.16 Kg)	0,7	g/10 min
Densité	1,04	-

• La fibre de palmier dattier (FD)

Dans cette étude on a utilisé la fibre de dattier qui est obtenue après le lavage étuvage, séchage et tamisage des tiges de dattier. Avant le traitement, la fibre a été immergée dans une solution de NaOH à une concentration de 1 (% m) avec agitation à la température ambiante pendant 2 heures. Puis, un lavage de la fibre avec de l'eau distillée a été effectué plusieurs fois, suivi d'une neutralisation avec une solution d'acide acétique 2 (% m) pendant 10 min à la température ambiante, ensuite un lavage avec de l'eau distillée. Enfin, la fibre a été séchée à l'air libre pendant 24 h ; après dans une étuve à 60°C pendant 24 heures.

La fibre de palmier dattier a été immergée dans une solution d'acétone de concentration 0.125% en KMnO₄ sous agitation pendant de 2 min à la température ambiante. Après filtration la fibre a été laissée à l'air libre pendant deux jours puis étuvée à T =60°C pendant 24h.

3.2. Préparation des composites

Les mélanges PEHD, fibres de palmier dattier préalablement étuvées, ont été préparés sur mélangeur à deux cylindres de marque « SCHWABENTHAN/BERLIN », avec une vitesse de rotation de 17 tr/min à une température 160°C et un temps de mélangeage de 5 min. Les feuilles obtenues ont été découpées en petits morceaux, puis ont subi un broyage mécanique à l'aide d'un broyeur.

Tableau 4. Les compositions des formulations étudiées.

Composition%	PEHD	FD (Non traitée)	FD (Traitée)
--------------	------	------------------	--------------

F1	100	0	0
F2	70	30	0
F3	70	0	30

3.3. Caractérisations structurales Diffraction des rayons X (DRX)

La méthode de diffraction des rayons X est l'une des méthodes les plus intéressantes pour caractériser les structures cristallines. Elle permet de déterminer des paramètres aussi importants que la conformation cristalline de la chaîne, le taux de cristallinité ; et avoir une estimation sur la taille des particules ou des grains.

Les analyses de diffraction des rayons X de nos échantillons ont été effectuées sur un diffractomètre de type « XPERT PRO ». Le faisceau incident monochromatique est centré sur la raie $K\alpha_1$ du cuivre (longueur d'onde du rayonnement incident $\lambda = 1,54184 \text{ \AA}$). L'intensité présente est enregistrée en fonction de l'angle de diffraction 2θ compris entre 5 et 120° .

De nombreuses études citent la méthode de Ségal afin d'estimer l'indice de cristallinité des fibres naturelles. Cet indice peut être estimé à partir des valeurs des intensités de diffraction de la structure cristalline et celles de la structure amorphe, en utilisant les intensités des raies 002 (I_{002} , $2\theta = 22,7^\circ$), et 110 (I_{AM} , $2\theta = 18^\circ$).

I_{002} représente à la fois le matériau amorphe et cristallin alors qu' I_{AM} représente seulement la partie amorphe.

$$I_c (\%) = (I_{002} - I_{AM} / I_{002}) \times 100 \dots \dots \dots (\text{Éq.1})$$

Avec :

I_{002} : est l'intensité du pic de la phase cristalline à $2\theta = 22,7^\circ$;

I_{AM} : est l'intensité à $2\theta = 18^\circ$.

On peut déterminer la taille des cristaux à partir de la loi de Bravais [5].

$$L = K \lambda / \beta \cos \theta \dots \dots \dots (\text{Éq.2})$$

L : la taille des cristaux ;

β : représente la largeur à demi-hauteur du pic principal de diffraction;

$K = 0.89$.

Le taux de cristallinité du PEHD vierge et dans composites PEHD/FD ($X_c\%$) est calculé selon la formule (3) :

$$X_c = \frac{Ac}{At} = \frac{Ac}{(Ac + Aa)} \times 100 \dots \dots \dots (\text{Éq.3})$$

Où :

Ac : La surface engendrée par la phase cristalline ;

Aa : la surface engendrée par la phase amorphe et At la surface totale [6,7].

4. CONCLUSION

Les résultats de l'analyse par la diffraction des rayons X ont montré que le traitement a augmenté légèrement l'indice de cristallinité et la taille des cristallites des fibres de palmier dattier. Le taux de cristallinité des composites PEHD/FD à 30% de fibres non traitées et traitées a augmenté par rapport la matrice PEHD.

5. REMERCIEMENT

Je tiens à exprimer mes vifs remerciements à mon encadreur **Pr. NEKKAA Sorya**

J'adresse mes remerciements aux personnels des laboratoires de Physico- Chimie des Hauts Polymères et du Hall des Polymères

Je remercie enfin, ma famille et mes amies pour leur aide et les encouragements qu'ils m'ont apportés.

6. REFERENCES

- [1] ADEME .Etude de marché des nouvelles utilisations des fibres végétales ., 2005, Disponible sur :
<<http://www2.ademe.fr/servlet/getDoc?Id=11433&m=3&cid=96>>
- [2] J. LI, L. VAISMAN, G. MAROM et J.K. KIM, Br treated graphite nanoplatelets for improved electrical conductivity of polymer composites , Carbon, vol. 45.,2007, pp 744-750.
- [3] C. POUTEAU, Matériaux composites à renforts fibres naturelles d'origine végétale, Pole Européen de Plasturgie, Supplément Technique n. 7 ., 2004, 4 p.
- [4] A.N. BENÍTEZ, M.D. MONZÓN et I. ANGULO, Treatment of banana fiber for use in the reinforcement of polymeric matrices. Measurement. Vol. 46,. 2013, pp.1065-1073.

- [5] Y.Seki et al, Extraction and properties of *Ferula communis* (chakshir) fibers as novel reinforcement for composites materials. *Composites part B: Ennerging*. Vol .44., 2013, pp.517-523.
- [6] V.S. Sreenivasan, S. Somasundaram, D. Ravindran, V. Manikandan et R. Narayanasamy, Microstructural, physico-chemical and mechanical characterisation of *Sansevieria* Cylindrical fibres – An exploratory investigation. *Materials and Design*., 2011, Vol. 32, pp. 453–461.
- [7] A. Roy, S. Chakraborty, S. P. Kundu, R. K. Basak, S. B. Majumder et B. Adhikari, Improvement in mechanical properties of jute fibres through mild alkali treatment as demonstrated by utilisation of the Weibull distribution model. *Bioresource Technology*., 2012 Vol. 107, pp. 222–228.