



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE ECHAHID HAMMA LAKHDAR EL-OUED

FACULTE DE LA TECHNOLOGIE

Mémoire de Fin d'Etude

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de :

**MASTER ACADEMIQUE**

Domaine : Sciences et Technologies

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

Présenté par :

M<sup>elle</sup> Rawiya Boulifa & M<sup>elle</sup> Medjdoub Barkahoum

**Thème**

*Suivi, par spectrophotométrie IR et UV-visible, de dégradation photochimique de composites à base du PVC et d'une biocharge*

Soutenu publiquement le 25/05/2016 devant le Jury composé de :

Mr. Salah Eldin Laauni	Président	MCB	U.El Oued
M <sup>me</sup> Nassima Lami	Examineur	MAA	U.El Oued
Mr. Abdeslam bougezal	Rapporteur	MAA	U.El Oued

2015/2016

# REMERCIEMENTS

Nous remercions Dieu qui nous a donné le courage pour réaliser ce modeste travail et le mener jusqu'au bout. Aussi à ne nous oublions de remercier notre famille, de leurs aides et de leurs encouragements.

Notre travail a été réalisé au sein du laboratoire des génies des procédés Université d'El Oued.

Du profond de nos cœurs, Nous remercions monsieur *Mr .A.Bougezal* notre rapporteur, de sa proposition de ce intéressant sujet.

Nous remercions très vivement le jury composé de : *Mr S.LAOUINI*, le président de jury, *M<sub>me</sub> N .LAMI* d'examiner ce mémoire et de l'évaluer.

Nous adressons également notre profonde gratitude à monsieur Mr. A. Bougefa ainsi qu'à tous nos amis et nos collègues pour leurs aides ,appuis et encouragements spécialement

Sara ,Safia, Asia, Amel, Souad Nacira

***ABREVIATIONS***

***ET***

***SYMPOLES***

## *Abréviations et symboles*

---

<b>Symboles</b>	<b>Désignation</b>
PEBD	Polyéthylène basse densité
PEHD	Polyéthylène haute densité
PVC	polychlorure de vinyle
CVM	chlorure de vinyle monomère
M	Millimètre
UV-visible	L'ultraviolet et visible
UV	rayonnement ultraviolet
IR	Infrarouge
K	kelvin
W	watt
J	joule
Kg	kilogramme
G	Gramme
Cm <sup>3</sup>	Centimètre cube
m <sup>3</sup>	Mètre cube
hν	Energie de photon.
TiO <sub>2</sub>	Dioxyde de titane
PE	polyéthylène
PP	Polypropylène
O <sub>2</sub>	Oxygène
Tg	Température de transition vitreuse
FPD	fibres de palmier dattier
CO <sub>2</sub>	dioxyde de carbone
THF	Tétrahydrofurane
BTP	Travaux publics et Bâtiment

# ***LISTE DES FIGURES***

## Liste des figures

<b>Figure I.1</b> : Représentation de la chaîne d'un polymère linéaire.....	4
<b>Figure I.2</b> : Représentation schématique d'un polymère bidimensionnel.....	4
<b>Figure I.3</b> : Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel.....	5
<b>Figure I.4</b> : Polymérisation de PVC .....	8
<b>Figure I.5</b> : polymérisation en émulsion .....	9
<b>Figure I.6</b> : Schématisation de la pénétration d'un solvant à l'intérieur d'un système Polymère....	14
<b>Figure II.1</b> : Matériau composite.....	18
<b>Figure II.2</b> : Graphe des différents renforts existants.....	19
<b>Figure II.3</b> : Les différentes matrices des matériaux composites.....	19
<b>Figure II.4</b> : Origines des fibres végétales produites dans le monde.....	26
<b>Figure II.5</b> : Schéma de la structure d'une fibre végétale.....	27
<b>Figure II.6</b> : Présentation schématique d'un palmier dattier.....	30
<b>Figure III.1</b> : Poudre de PVC.....	32
<b>Figure III.2</b> : Ulves de Palmier dattier.....	32
<b>Figure III.3</b> : Collecte et broyage des fibres .....	33
<b>Figure III .4</b> : Image de l'appareillage d'extraction .....	34
<b>Figure III .5</b> : lavage par de l'eau distillée.....	34
<b>Figure III .6</b> : Image de la fibre après traitement par NaOH .....	35
<b>Figure III.7</b> : Image de la rebroyage de la fibre .....	35
<b>Figure III .8</b> : Préparation de la solution de PVC et PVC/ FPD .....	36
<b>Figure III .9</b> : films du composite après évaporation du solvant (a .PVC pur, b. PVC/FV)...	6
<b>Figure III .10</b> : Films composites exposés au rayonnement solaire.....	37
<b>Figure III.11</b> : le spectrophotomètre UV-visible utilisé.....	37
<b>Figure III .12</b> : le spectrophotomètre infrarouge.....	38
<b>Figure IV.1</b> : Image (photographie) des films composites.....	39

## Liste des figures

---

<b>Figure. IV .2 :</b> la variation du poids des films composites en fonction du temps.....	40
<b>Figure. IV .3:</b> spectre IR avant dégradation.....	41
<b>Figure. IV .4 :</b> spectre IR après 15 jours.....	42
<b>Figure. IV .5 :</b> spectre IR après 30 jours .....	42
<b>Figure. IV .6 :</b> 1 spectre IR après 60 jours .....	42
<b>Figure. IV .7 :</b> spectre IR de PVC pur (100/0)%.....	43
<b>Figure. IV .8 :</b> spectre IR de PVC/FPD (95/05)%.....	44
<b>Figure. IV .9 :</b> spectre IR de PVC pur (90/10)%.....	44
<b>Figure. IV .10 :</b> spectre IR de PVC pur (85/15)%.....	45
<b>Figure. IV .11 :</b> spectre IR de PVC pur (80/20)%.....	45
<b>Figure. IV .12 :</b> spectre UV- visible avant de dégradation .....	46
<b>Figure. IV .13 :</b> spectre UV -visible en de PVC (100/0)%.....	47
<b>Figure. IV .14 :</b> spectre UV visible en de PVC /FPD (95/05)%.....	47
<b>Figure. IV .15 :</b> spectre UV visible en de PVC /FPD (90/10)%.....	48
<b>Figure. IV .16 :</b> spectre UV visible en de PVC/ FPD (85/15)%.....	48
<b>Figure. IV .17 :</b> spectre UV visible en de PVC/FPD (80/20)%.....	48

# ***LISTE DES TABLEAUX***

## **Liste des tableaux**

<b>Tableau I.1</b> : Sensibilité des hydrogènes à l'oxydation.....	15
<b>Tableau II.1</b> : Les caractéristiques physiques et mécaniques de quelques fibres végétales...	27
<b>Tableau II.2</b> : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales.....	28
<b>Tableau II.3</b> : Domaine d'utilisation de fibre végétale.....	29

---

# Sommaire

liste de figures

liste de tableaux

abréviation et symboles

*Introduction générale*..... 01

## *Chapitre I :LES POLYMERES*

**I.1. Introduction**..... 02

**I .2.Définition** ..... 02

**I .3 - Classification des polymères** ..... 02

**I .3.1.Selon leur origine** ..... 02

**I .3.2.Selon leur domaine d’application**..... 03

**I .3.3.Selon leur structure (dimensionnalité)**..... 03

**I.3.4.Selon leur comportement thermique** ..... 05

**I.4. Additifs** ..... 06

**I.5. Polychlorure de vinyle PVC**..... 06

**I.5.1.Définition** ..... 06

**I.5.2.Formule chimique du Polychlorure de vinyle du PVC**..... 06

**I.5 .3. Préparation du monomère**..... 06

**I.5.4.Polymérisation du (C V M)**..... 07

---

<b>I.6. Adjuvant.....</b>	<b>10</b>
<b>I.7. Propriétés du polychlorure de vinyle.....</b>	<b>11</b>
<b>I.7. 1. Propriétés physiques de PVC.....</b>	<b>11</b>
<b>I.7. 2. Propriétés mécaniques de PVC .....</b>	<b>12</b>
<b>I.7. 3. Propriétés chimiques de PVC.....</b>	<b>12</b>
<b>I.7. 4. Propriétés thermiques de PVC.....</b>	<b>12</b>
<b>I.7. 5. Propriétés électriques de PVC.....</b>	<b>13</b>
<b>I.8. Applications de Polychlorure de vinyle.....</b>	<b>13</b>
<b>I.9. Vieillessement thermique des polymères.....</b>	<b>14</b>
<b>I.9.1 Définition .....</b>	<b>14</b>
<b>I.9.2 Vieillessement physique .....</b>	<b>14</b>
<b>I.9.2.1. Vieillessement par transfert de masse .....</b>	<b>14</b>
<b>I.9.2.2. Phénomènes de transport .....</b>	<b>14</b>
<b>I.9.3. Vieillessement par oxydation .....</b>	<b>15</b>
<b>I.9.4. Vieillessement du polymère.....</b>	<b>16</b>
<b>I.9.5. Vieillessement mécanique .....</b>	<b>16</b>
<b>I.9.6. Vieillessement photochimique.....</b>	<b>16</b>
<b>I.9.6.1 Mécanismes photo lytiques purs.....</b>	<b>16</b>
<b>I.9.7. Vieillessement thermique du P.V.C .....</b>	<b>17</b>

## *Chapitre II Les composites*

<b>I.1. Introduction.....</b>	<b>18</b>
<b>II.2. Le renfort .....</b>	<b>18</b>
<b>II.3. La matrice.....</b>	<b>19</b>
<b>II.3.1. Les matrices polymères.....</b>	<b>20</b>

---

<b>II.4. Relation de la matrice-renfort .....</b>	<b>20</b>
<b>II.5. Procèdes de production des matériaux composites.....</b>	<b>21</b>
<b>II.5.1.Synthèse chimique .....</b>	<b>21</b>
<b>II.5.2. Extrusion.....</b>	<b>21</b>
<b>II.5.3.Co-broyage.....</b>	<b>21</b>
<b>II.6. Application des matériaux composites.....</b>	<b>22</b>
<b>II.7. Les charges végétales.....</b>	<b>23</b>
<b>II.7.1 Introduction.....</b>	<b>23</b>
<b>II.7.2 Les différents types de charges .....</b>	<b>24</b>
<b>II. 8 Les fibres végétales.....</b>	<b>24</b>
<b>II.8.1. Définition .....</b>	<b>24</b>
<b>II.8.2. Classification des Fibres Végétales.....</b>	<b>25</b>
<b>II.8.3 Caractéristiques des Fibres Végétales.....</b>	<b>26</b>
<b>II.8.3.1 Caractéristiques Chimiques des Fibres Végétales.....</b>	<b>26</b>
<b>II.8.3.2 Caractéristiques Physiques et Mécaniques des Fibres Végétales .....</b>	<b>27</b>
<b>II.8.4 Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales.....</b>	<b>28</b>
<b>II.8.5 Domaine d'utilisation de fibre végétale .....</b>	<b>29</b>
<b>II. Description et zone de culture.....</b>	<b>30</b>
<b><i>CHAPITRE III :PARTIE EXPERIMENTALE</i></b>	
<b>III .1.Méthodologie expérimentale.....</b>	<b>32</b>
<b>III.1.1 produits et matériels .....</b>	<b>32</b>
<b>III.1.1 .1 .Les produits.....</b>	<b>32</b>

---

III.1.1 .2 .Le matériel.....	33
III.1.2.Méthode de préparation.....	33
III.1.2.1. Préparation des fibres palmier dattier.....	33
III.1.2. 2.Préparation des composites.....	34
III .1.3.Les appareils utilisés.....	36
Spectrophotométrie d'absorption UV-visible.....	37
Spectrophotométrie infrarouge.....	38

### *Chapitre IV: Résultats et discussion*

IV.1 Texture de la surface.....	39
IV .2 Mesure de poids des films composites.....	40
IV .3 caractérisation des films Par IRTF .....	41
IV .3.1 effet de la charge.....	41
IV .3.2 effet de l'exposition aux rayonnement solaire.....	43
IV .4 caractérisation des films Par spectroscopie UV- visible.....	46
IV .4.1 effet de la charge .....	46
IV. 4.2 effet de l'exposition aux rayonnement solaire .....	47
Conclusion générale.....	49
Référence bibliographique.....	50
ANNEXES.....	54

# ***INTRODUCTION GENERALE***

### **INTRODUCTOIN GENERALE**

Les domaines d'application des matériaux composites necessent de s'élargir d'un jour à l'autre. Grace aux propriétés très spécifiques que peuvent contenir ces matériaux, leur industrie et fabrication se développent très rapidement, donnant ainsi à la recherche scientifique une grande importance.

Les composites à base d'une matrice polymère et charge végétale constituent, ces derniers temps, un enjeu très important. La biodégradation de la matière végétale semble être labonne raison pour attirer les polyméristes vers ce domaine.

Parmi les problèmes que rencontrent la plus part des matériaux polymères et donc leur limite d'utilisation figure leurs dégradations, soit thermiques, chimiques ou photochimiques. Cependant, l'utilisation d'une charge, minérale ou organique semble être une solution de ce problème de dégradation.

Notre travail entre dans ce contexte, c'est-à-dire l'incorporation d'une charge organique dans une matrice polymères a fin d'améliorer la stabilité du composite. Le processus de dégradation des films composites traduit par une élimination d'HCl et formation du polyène est suivit par la spectroscopie infrarouge et l'UV-visible.

Notre mémoire est présenté en deux parties, la première partie (théorique) regroupe deux chapitres.

Le premier chapitre est consacré à l'étude théorique sur les polymères en générale et le PVC en particulier.

Le deuxième chapitre concerne l'étude des matériaux composites(charges et fibres végétales).

La partie expérimentale est présenté quant à elle en deux chapitres, le premier est consacré au protocole expérimentale et le seconde regroupe les discussions des résultats. En fin, nous terminons par une conclusion générale.

# ***CHAPITRE***

## ***I***

## I.1. Introduction

Le terme générique de matière plastique ne désigne pas un matériau unique. Comme le terme métal ne désigne pas uniquement le fer ou l'aluminium, la matière plastique désigne de manière générique des matériaux qui diffèrent les uns des autres par leurs structures, leurs modes d'obtention, leurs compositions et leurs propriétés. Tous les plastiques ont néanmoins une chose en commun ils sont constitués de grandes chaînes moléculaires aussi appelées macromolécules. L'unité de base de ces chaînes est les monomères.

Ces macromolécules, et donc par extension les matières plastiques, sont également appelés polymères (poly = plusieurs). [1]

## I.2. Définition

Le polymère est un produit constitué de molécules caractérisées par un grand nombre de répétitions d'une ou de plusieurs espèces d'atomes ou de groupes d'atomes (motifs constitutionnels) reliés entre eux en quantité suffisante pour conduire à un ensemble de propriétés qui ne varient pratiquement pas avec l'addition ou l'élimination d'un seul ou d'un petit nombre de motifs constitutionnels. [2]

## I.3 . Classification des polymères

### I.3.1. Selon leur origine:

On peut les classer en trois catégories :

- a) **Les polymères naturels** : sont issus des règnes végétal ou animal. Leur importance est considérable mais ils ne seront que succinctement décrits dans la première partie de cet ouvrage. On peut cependant mentionner.

Exemples :

- les polysaccharides (cellulose, amidon...).
- des protéines (laine, soie...).
- le caoutchouc naturel.

- b) **Les polymères artificiels** : sont obtenus par modification chimique de polymères naturels, de façon à transformer certaines de leurs propriétés.

Exemples :

- les esters cellulosiques (nitrocellulose, acétate de cellulose...).

- c) **Les polymères synthétiques** : totalement issus du génie de l'Homme, sont obtenus par polymérisation de molécules monomères. Leur variété est extrême et ce sont eux qui seront le plus souvent considérés dans la suite de cet ouvrage. [2]

### I .3.2.Selon leur domaine d'application :

Il est difficile de proposer une classification exhaustive tant la variété des propriétés a multiplié les applications des polymères, comme matériaux en particulier. Il est cependant possible de regrouper les polymères en trois grandes catégories :

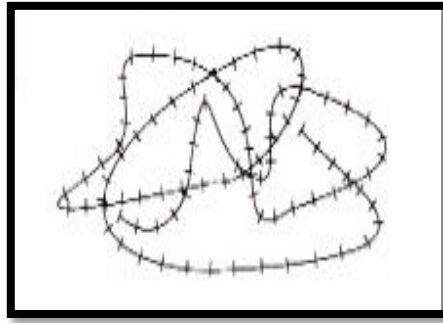
- a) **Les polymères de grande diffusion** : (encore appelés polymères de commodité), dont la production annuelle s'évalue en millions de tonnes, sont devenus d'un emploi quotidien. Le polyéthylène, le poly (chlorure de vinyle), le polystyrène et quelques autres sont à classer dans cette catégorie, ils présentent une importance économique considérable.
- b) **Les polymères techniques** : ont des caractéristiques mécaniques qui leur permettent de se substituer, de plus en plus, aux matériaux traditionnels (métaux, céramiques...) dans de nombreuses applications, les polyamides, les poly acétals... font partie de cette famille.
- c) **Les polymères spéciaux** : (ou polymères de fonction) présentent généralement une propriété spécifique qui induit leur utilisation pour une application particulière. C'est dans cette catégorie se trouvent les polymères conducteurs, photo actifs, thermostables, adhésifs, etc. [3]

### I .3.3.Selon leur structure (dimensionnalité) :

Les polymères peuvent encore être classés en trois catégories :

- a) **Polymères linéaires (ou monodimensionnels):**

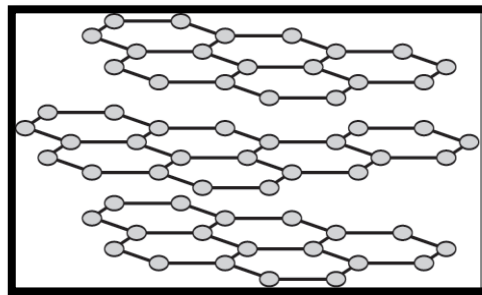
Pour lesquels chaque chaîne macromoléculaire est constituée d'un nombre (éventuellement) élevé mais fini d'unités monomères, de tels systèmes correspondent à la polymérisation de monomères bivalents et une macromolécule linéaire peut être très schématiquement représentée par un trait continu divisé en intervalles figurant chacun une unité monomère.



**Figure I-1-**Représentation de la chaîne d'un polymère linéaire.

**b) Polymères bidimensionnels :**

Dont certains peuvent être produits par la nature (carbone graphite, kératine...), dans le domaine des polymères synthétiques ce sont encore des curiosités de laboratoire. Ils se présentent sous la forme de feuillets bidimensionnels, d'épaisseur comparable à celle des molécules simples.

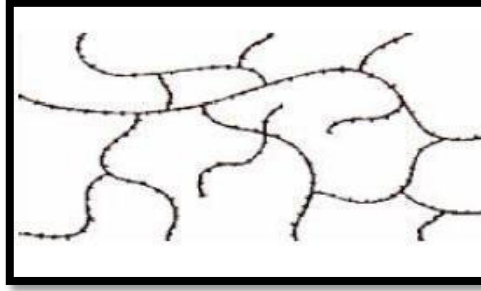


**Figure I-2-**Représentation schématique d'un polymère bidimensionnel

**c) Polymères tridimensionnels :**

Résultant de la polymérisation de monomères dont la valence moyenne est supérieure à deux, ils peuvent aussi être obtenus par la réticulation (formation d'un réseau tridimensionnel), par voie physique ou chimique, de polymères linéaires, leur dimension moléculaire peut être considérée comme infinie puisque toutes les unités monomères constitutives d'un objet sont liées de façon covalente pour former une seule macromolécule.

Les liaisons se développent dans les trois dimensions et un élément de volume d'un tel système est représenté comme sur Figure (I-3) [2, 3]



**Figure I-3** - Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel.

#### **I.3.4. Selon leur comportement thermique :**

Les polymères sont souvent classés d'après leurs propriétés thermodynamiques en trois types :

##### **a) Les thermoplastiques**

Un polymère thermoplastique possède une structure chimiquement linéaire. Il est composé de chaînes macromoléculaires liées entre elles par des forces de cohésion. Les chaînes peuvent être

- Linéaires et denses : dans ce cas le polymère sera rigide, comme le PEHD

(Polyéthylène haute densité)

- Ramifiées : dans ce cas le polymère sera plus souple comme le PEBD

(Polyéthylène basse densité)[1]

##### **b) Les thermodurcissables**

Les plastiques thermodurcissables sont transformés sous l'impact conjugué de la Température, la pression et les produits chimiques. Les macromolécules réticulent Pendant la cuisson. Cet état de la matière est irréversible, et donc les thermodurcissables ne peuvent être fondus de nouveau après leur réticulation. Ils restent solides et rigides presque jusqu'à la température de décomposition. Cette famille comprend différents matériaux comme les compounds qui durcissent, les résines liquides ou de coulée et les semi-produits. Ils sont indissolubles et ne fusionnent pas. De ce fait, la tenue à la chaleur et la résistance aux attaques chimiques.

##### **a) Les élastomères**

Elastomères est le terme générique désignant des polymères à hauts poids moléculaires et dotés de propriétés élastiques. Ils peuvent être d'origine naturelle

(caoutchouc) ou synthétique. Ils peuvent subir une élongation qui peut atteindre plusieurs fois leur longueur initiale puis reprendre leur forme originelle. [1]

#### I.4. Additifs

Malgré la grande variété des polymères, pour satisfaire les exigences de l'utilisation plusieurs additifs peuvent entrer dans la composition d'un polymère entraînant des variations importantes de leurs propriétés (Plastifiants, Lubrifiants, Stabilisants, Ignifugeants, Charge Renforts). [4]

#### I.5. Polychlorure de vinyle PVC

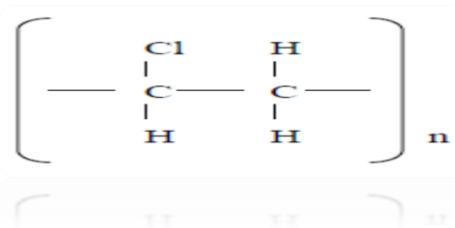
##### I.5.1. Définition

Le poly chlorure de vinyle est une matière thermoplastique, est une poudre de couleur blanche, inflammable, substance dure, de synthèse composée de carbone, d'hydrogène et de chlore, Le carbone et l'hydrogène proviennent du pétrole (43 %) tandis que le chlore est originaire du sel (57 %). [6]

C'est un plastique très présent dans notre vie quotidienne car l'ensemble de ses propriétés mécaniques et physiques et son aptitude à être modifié selon les besoins en font un matériau adapté à de multiples usages. [5]

##### I.5.2. Formule chimique du Polychlorure de vinyle du PVC

La formule chimique du PVC est la suivante :

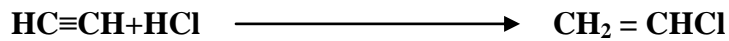


##### I.5.3. Préparation du monomère

Le monomère employé lors de la réaction de polymérisation est le chlorure de vinyle est réalisée suivant deux principaux acétylène et éthylène [7]

###### ➤ Premier procédé : D'acétylène

La réaction de l'acide chlorhydrique sur l'acétylène :  
L'addition du gaz chlorhydrique sur l'acétylène.

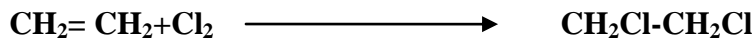


➤ **Deuxième procédé : d'éthylène**

Il y a trois réactions :

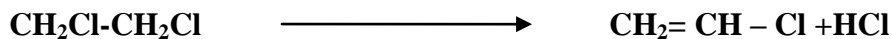
✓ **Chloruration :**

La chloration de l'éthylène en 1,2-di chloroéthane, dernier :

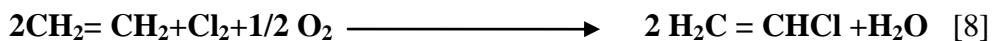


✓ **Pyrolyse:**

Pyrolyse du 1,2 dichlorométhane en chlorure de vinyle.



✓ **Oxychloruration :**

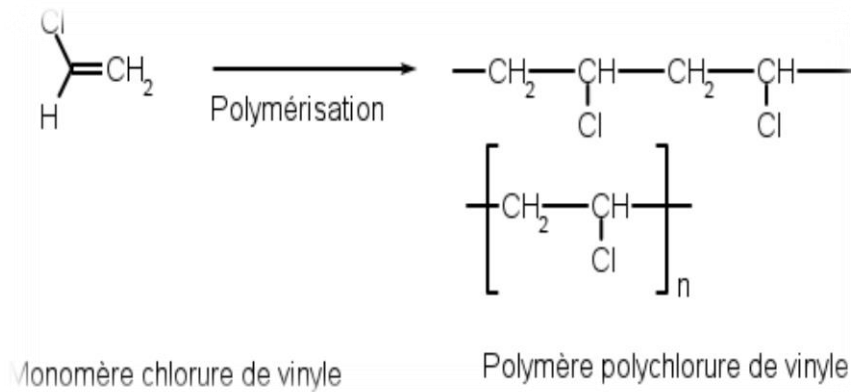


#### I.5.4. Polymérisation du (C V M)

La réaction de polymérisation du chlorure de vinyle monomère par voie radicalaire donne naissance à des macromolécules linéaires de masses moléculaires moyennes dont la répartition présente une allure gaussienne asymétrique. C'est une réaction fortement exothermique, Quand les macromolécules sont constituées à partir d'un seul type de monomère, Lorsque la polymérisation s'effectue en présence de mélanges de monomères différents.

Il existe plusieurs procédés industriels de polymérisation du (CVM).

- ✓ en suspension
- ✓ en masse
- ✓ en émulsion
- ✓ en solution [5,8]



**Figure : I. 4 .Polymérisation de PVC**

**a) Polymérisation en suspension**

La polymérisation du chlorure de vinyle dispersé en fines gouttelettes dans l'eau est activée par des amorceurs solubles dans le monomère. Le PVC est séparé de l'eau par centrifugation, décantation, séchage la température de réaction est de 50 à 70 °C, le volume des autoclaves de 80 à 150 m<sup>3</sup>, la durée d'un cycle de l'ordre de 8 h, Les produits obtenus sont transparents, avec une faible absorption d'eau, 80 % de la production mondiale [ 9,10]

**b) Polymérisation en masse**

Ce procédé consiste à polymériser le monomère en l'absence totale d'eau et d'agent dispersant.

Un initiateur organe-soluble est ajouté au chlorure de vinyle monomère. Le PVC, insoluble dans son monomère, précipite dans le milieu réactionnel au fur et à mesure de sa formation.

Le procédé comporte **02** étapes :

- une étape de pré polymérisation dans laquelle environ 10 % du monomère est polymérisé dans des conditions spécifiques pour former des grains de caractéristiques morphologiques définies.

- une étape de polymérisation au cours de laquelle les grains

De « semence » sont transférés dans le réacteur principal où sont ajoutés du monomère et des initiateurs, la polymérisation se poursuit par croissance de grains initiaux. Après l'élimination du monomère n'ayant pas réagi, le PVC est tamisé. Il se présente sous forme de grains de 120 à 150 mm de diamètre moyen. [5]

### c) Polymérisation en émulsion

La réaction a lieu en milieu aqueux où le monomère est maintenu en émulsion à l'aide d'agents tensioactifs du type savon.

La polymérisation est réalisée au moyen d'un initiateur hydrosoluble et se poursuit à l'intérieur des micelles (agrégats de molécules de tensioactif en milieu alcalin). [5]

Le processus de production comprend cinq étapes :

- 1) Extraction du pétrole et du sel.
- 2) Production de chlore et d'éthylène.
- 3) Synthèse du chlorure de vinyle monomère (CVM) à partir du chlore et de l'éthylène.
- 4) Polymérisation (constitution d'une chaîne moléculaire) du chlorure de vinyle en chlorure de polyvinyle (PVC).
- 5) Transformation du PVC en produit. [11]

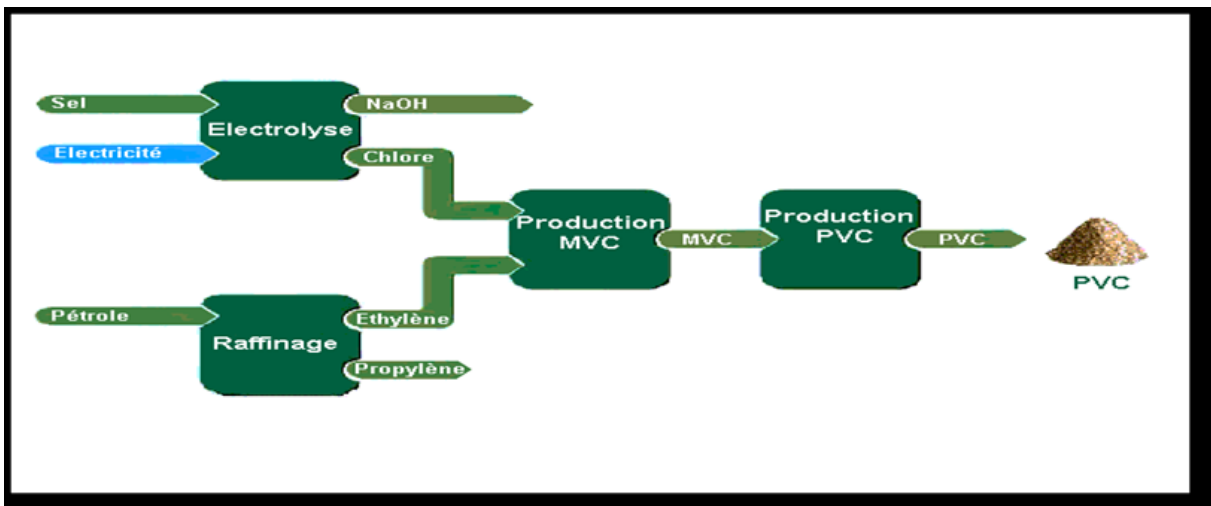


Figure I.4 : polymérisation en émulsion

### d) Polymérisation en solution

Une dispersion de monomère, d'eau d'agent de surface et de catalyseur organique (peroxyde) soluble préparée à froid par un moyen mécanique puissant est polymérisée à chaud sous agitation lente.

On obtient des particules de taille comprise entre 0,2 et 4 µm qui subissent ensuite un traitement et un séchage semblables à ceux du procédé de polymérisation en émulsion. [5,12]

## I.6. Adjuvants

L'utilisation variée du PVC est rendue possible grâce aux propriétés intéressantes du polymère combinées aux procédés de transformation et à l'ajout d'additifs. Il existe ainsi une grande variété de types de PVC aux propriétés diverses. [11]

### a) Stabilisants

Le rôle de la stabilisation est double :

- ✓ fixer le chlorure d'hydrogène libéré pour empêcher la réaction auto catalytique.
- ✓ réagir sur les liaisons insaturées pour supprimer les structures polygéniques.

Les principaux stabilisants sont à base de : calcium/zinc, baryum /cadmium, plomb, Étain [5]

### b) Lubrifiants

Les lubrifiants facilitent la transformation du PVC et contribuent à ce que ce dernier n'adhère pas aux surfaces de contact métalliques des machines. Il s'agit de gras organiques, d'alcools gras, d'acides gras, d'esters ou de sels métalliques. [11]

Le rôle du lubrifiant est donc de maîtriser et régulariser ces forces de frottement.

Il existe 2 grandes familles de lubrifiants :

- **Externes**: leur action vise à combattre les frottements sur les parois métalliques des outillages en facilitant le glissement de la matière plastique et en évitant les collages sur ceux-ci, ils sont peu compatibles avec le polymère ; on utilise généralement des paraffines et des cires de polyéthylène.

-**Internes** : leur action consiste à réduire les frottements intermoléculaires qui provoquent l'échauffement du polymère et risquent d'entraîner sa dégradation thermique ; ces lubrifiants compatibles avec le PVC pour éviter toute migration hors du polymère sont des dérivés des alcools et esters d'acides gras, souvent de l'acide stéarique. [5]

### c) Plastifiants

Le PVC seul est un matériau rigide. L'ajout de plastifiants permet de le rendre flexible. On obtient ainsi du PVC souple dont le champ d'application est très large : emballages, câbles, Tuyaux d'arrosage, jouets,... Par ailleurs, des plastifiants sont également utilisés dans des applications comme les peintures, les produits en caoutchouc et certains cosmétiques.

Les plastifiants les plus utilisés dans le PVC sont des esters organiques à haut point d'ébullition comme les phtalates, les adipates et les organophosphates. Ceux qui sont de loin les plus utilisés sont : le DINP (di-iso-nonyl phtalate), le DIDP (di-iso-decyl phtalate) et le DEHP (di-éthylhexyl phtalate), également connu sous le nom de DOP (dioctylphtalate).

En raison de son application étendue, il s'agit d'une des substances chimiques ayant fait l'objet du plus grand nombre d'études. Les phtalates ne se dégagent du PVC qu'en faible quantité et se dégradent facilement dans la nature.

#### d) Charges

Les charges sont utilisées, entre autres, pour augmenter la résistance au feu et renforcer certaines propriétés physiques. Les charges les plus utilisées sont la craie, le talc et la dolomite. [11]

#### e) Colorants et pigments

Ajoutés à faibles doses en général, ces adjuvants permettent d'obtenir une gamme de coloris très étendue.

Ils se classent en plusieurs catégories :

- ✓ Colorants organiques de type azoïque, anthraquinonique solubles dans le polymère et formant avec celui-ci une phase homogène .
- ✓ Pigments minéraux (oxydes de titane, de fer, de chrome, de manganèse, de cobalt...).
- ✓ Composés organométalliques (phtalocyanine de cuivre...)
- ✓ Pigments métallisés [5]

#### f) Retardateurs de feu

Le PVC rigide est retardateur de feu par nature. Des retardateurs de flamme sont souvent ajoutés au PVC souple étant donné que l'ajout de plastifiants augmente son inflammabilité. Bien que la résistance au feu du PVC soit en général plus élevée que celle d'autres matières plastiques, l'ajout de certains retardateurs comme les oxydes de métal peut encore augmenter cette Résistance. [11]

## I.7. Propriétés du polychlorure de vinyle

### I .7. 1. Propriétés physiques de PVC

Le PVC est un polymère a tactique donc essentiellement amorphe, mais il arrive que, localement sur de courts segments de chaines, le PVC soit syndiotactique et puisse s'organiser en phase cristalline, mais le taux de cristallinité ne dépasse jamais 10 à 15%.

La masse volumique du PVC est de l'ordre de  $1.38\text{g/cm}^3$ . Le PVC amorphe est transparent et relativement perméable à la vapeur d'eau. Sa masse moléculaire moyenne du PVC est généralement donnée par la «valeur K». Lorsque la valeur K augmente, la résilience, la stabilité dimensionnelle à chaud et la résistance au fluage augmentent alors que la transformation devient plus difficile.

- La température de la fusion de PVC est  $>180\text{ °C}$ .
- La température d'auto-inflammation  $600\text{ °C}$ .
- Limites d'explosivité dans l'air inférieur à  $60\text{ g/m}^3$ . [13]

### I.7. 2. Propriétés mécaniques de PVC

- Le PVC offre une excellente rigidité jusqu'au voisinage de sa température de transition vitreuse.
- Les PVC offre une excellente résistance à l'abrasion.
- Les PVC sont fragiles au choc à basses températures ( $<-100\text{°C}$ ) [10]

### I.7. 3. Propriétés chimiques de PVC

- Résistance aux agents chimiques : Le PVC non plastifié possède une excellente résistance à de nombreux produits chimiques, ce qui permet de l'utiliser dans une gamme étendue d'applications où cette qualité revêt une importance primordiale
- Tenue à la lumière (résistance photochimique) : les PVC présentent une bonne résistance au vieillissement naturel, qui peut être encore améliorée par l'addition d'agents de protection anti-UV. Le choix des colorants ou pigments doit être fait en fonction des utilisations et des contraintes d'environnement particulières.

### I.7. 4. Propriétés thermiques de PVC

- Conductivité thermique : Elle est d'environ  $0,2\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .
- Capacité thermique massique : Elle est d'environ  $1\,046\text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .
- Pouvoir calorifique : Il est de  $17\text{ kJ/kg}$  environ, pour les PVC non plastifiés et de valeur supérieure mais variable suivant la formulation pour les PVC plastifiés.
- Coefficient de dilatation linéique : Il est d'environ  $5\,10^{-5}$  à  $8\,10^{-5}\text{ K}^{-1}$  pour les PVC non plastifiés. Il est moins significatif pour les PVC plastifiés.
- Température de ramollissement Vicat : Mesurée uniquement sur les PVC non plastifiés, la température de ramollissement Vicat se situe entre  $65$  et  $85\text{ °C}$ . Pour des mélanges de PVC et de PVC chloré, elle peut atteindre des valeurs supérieures à  $100\text{ °C}$ .
- Température de fléchissement sous charge : Elle ne s'applique qu'aux PVC non plastifiés. Elle varie de  $55$  à  $70\text{ °C}$  selon les formulations et peut atteindre  $90\text{ °C}$  pour celles contenant du PVC chloré. [5]

### I.7.5. Propriétés électriques de PVC

Le PVC a de bonnes propriétés isolantes mais les pertes électriques dans le matériau sont suffisamment importantes pour permettre le soudage par haute fréquence. [13]

### I.8. Applications de Polychlorure de vinyle

#### a) Bâtiment

Le PVC est le matériau de synthèse le plus utilisé dans le bâtiment. Le choix d'un matériau pour une application est toujours dicté par l'adéquation de ses performances au service d'une utilisation précise. Le PVC n'échappe pas à la règle. Là où le PVC est présent dans les bâtiments, c'est grâce à la combinaison de ses caractéristiques techniques qui répondent à plusieurs exigences en même temps. Il contribue ainsi à la performance des bâtiments dans différents domaines : longévité, hygiène, isolation thermique et performance énergétique

#### b) Matériel médical

Le PVC présente une aptitude parfaite au contact direct avec les tissus et liquides biologiques (sang, sérums, etc.).

(Poches à sang, cathéters, tubes dialyses, gants, emballages de médicaments...)

#### c) Équipements électriques et électroniques

Le PVC est utilisé pour le gainage des câbles électriques.

#### d) Automobile

Le PVC a depuis longtemps pris place à l'intérieur de nos voitures. Il est la matière chouchou des designers pour les revêtements des tableaux de bord des véhicules haut de gamme.

#### e) Emballage

C'est le deuxième débouché pour ce polymère. 17 % des matières plastiques utilisées dans l'emballage sont en PVC.

#### f) Mode et accessoires

Le PVC fait aussi partie de nos garde-robes. Souvent accessibles en prix, cirés, bottes dépliées ou de plage, sacs à main transparents et autres accessoires en PVC sont inusables. [14]

## I.9. Vieillessement des polymères

### I.9.1 Définition

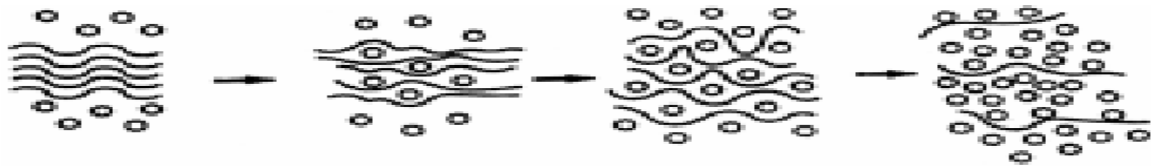
Le vieillissement est défini comme étant une dégradation provoquant un processus irréversible qui entraîne un changement significatif dans la structure du matériau.

Le changement est classiquement caractérisé par une perte des propriétés initiales (Poids moléculaire, structure moléculaire, résistance à la traction) et ou une fragmentation. Quant à la dégradation, elle est affectée par les paramètres environnementaux et se déroule en une ou plusieurs étapes. [15,16]

### I.9.2 Vieillessement physique

Un vieillissement physique est la modification de la morphologie du matériau. Il peut s'effectuer par transfert de masse.

#### I.9.2.1. Vieillessement par transfert de masse



**Figure I.5 :** Schématisation de la pénétration d'un solvant à l'intérieur d'un système Polymère. [17]

La figure I.1 schématise la pénétration d'un solvant dans un système polymère lors de la diffusion du solvant entre les molécules du solvant et les macromolécules en détruisant des liaisons intermoléculaires. La cohésion du système polymère est par conséquent affaiblie et la mobilité moléculaire augmente. Cela se traduit par une diminution de la contrainte au seuil de l'écoulement et une diminution de la température de transition vitreuse. Ce phénomène est appelé plastification. Une autre conséquence de l'absorption de solvant, visible sur le schéma est le gonflement du polymère. [18]

#### I. 9.2.2. Phénomènes de transport

Les phénomènes de transfert de masse sont essentiellement appelés aux notions de solubilité, de diffusion et de plastification. Le nombre de petites molécules susceptibles de s'installer dans le réseau macromoléculaire, c'est-à-dire leur solubilité dans le polymère, dépend du nombre de sites portés par les macromolécules, capables d'établir des interactions avec elles et donc les retenir. Ces interactions sont essentiellement déterminées par la polarité. C'est pourquoi les polymères peu polaires ont peu ou pas d'affinités avec la majorité des

solvants. Selon qu'il y ait transfert de masse du matériau vers l'environnement ou l'inverse, on peut avoir une pénétration de solvants ou une perte d'adjuvant. [19]

#### •Perte d'adjuvants

La perte de plastifiants par migration peut concerner des quantités relativement importantes, donc affecter de façon non négligeable les propriétés (notamment mécaniques) du matériau. La vitesse de migration d'un plastifiant est en raison inverse de sa tension de vapeur, qui est elle-même liée dans une certaine mesure à la masse moléculaire.

On observera dans le cas de plastifiants, une diminution de l'allongement à la rupture, une augmentation de la température de transition vitreuse et du module d'Young. Dans le cas de stabilisants, c'est la stabilité chimique qui diminuera. Plusieurs mécanismes sont responsables de la migration des adjuvants, nous pouvons citer l'évaporation et l'extraction. [20]

### I.9.2 .3. Vieillissement par oxydation

L'oxygène est l'un des paramètres le plus destructif du polymère. Il réagit avec les atomes hydrogènes des carbones tertiaires C—H. La vitesse de la réaction  $V$  est directement liée à la nature de l'hydrogène arraché ( $V$  radical primaire  $<$   $V$  radical secondaire  $<$   $V$  radical tertiaire). Le tableau II.1. Illustre bien la sensibilité des hydrogènes qui est liée directement à l'énergie de dissociation de la liaison C—H. [21,22]

Stabilité	Groupement	Energie de liaison (KJ/ mole)
Instable	CH en d'hétéro atome	$<377$
	CH allylique	$<377$
	CH tertiaire	$= 377 - 382$
±Stable	CH secondaire	$= 395$
Stable	CH primaire	$= 406 - 418$
	CH aromatique	$> 450$

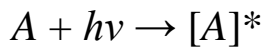
**Tableau I.1** Sensibilité des hydrogènes à l'oxydation

### I.9.3. Vieillissement mécanique

Un apport d'énergie d'origine mécanique peut affecter le système, plus exactement ; une destruction chimique apparaît sous une contrainte mécanique. Il est très difficile de cerner cette dégradation car des contraintes existent toujours comme lors de l'extrusion du polymère ou ce sont des causes mal définies L'analyse est d'autant plus difficile lorsqu'elle se déroule sur un temps plus long [23,24].

### I.9.4. Vieillessement photochimique

L'acte primaire de tout processus photochimique est l'absorption d'un photon par le milieu. Cette absorption va porter l'espèce absorbante  $A$  à l'état excité  $[A]^*$ , c'est-à-dire ayant un niveau électronique d'énergie élevée, donc conférant à la molécule une certaine réactivité qu'elle n'a pas dans l'état fondamental. On peut écrire ce processus : Avec  $h\nu$  énergie de photon.



Le vieillissement photochimique est un phénomène superficiel, l'épaisseur dégradée étant une fonction décroissante de l'absorptivité du matériau. Dans le cas des photo-oxydations, l'épaisseur de la couche dégradée peut, bien sûr, être limitée par la diffusion d'O<sub>2</sub>.

Il existe des moyens d'augmenter l'absorptivité du matériau en incorporant par exemple des pigments du type TiO<sub>2</sub> ou noir de carbone, ou des absorbeurs UV (cf. articles spécialisés dans la rubrique Adjuvants et renforts des plastiques de ce traité).

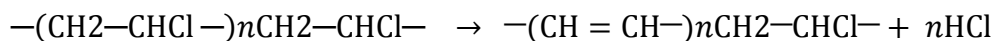
L'absorption obligatoire d'un photon conduit à distinguer deux familles de polymères : Ceux dont le motif structural régulier n'absorbe pas dans l'UV Solaire, par exemple (PE, PP, PVC ....)

- **Mécanismes photo lytiques purs**

On connaît assez peu de cas où le vieillissement dans l'UV solaire est susceptible d'altérer de façon importante les propriétés des Polymères

Exposés en atmosphère neutre. Les cas les plus connus sont : [25]

Celui du **PVC**

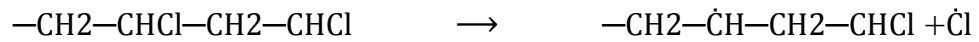


### I.9.5. Vieillessement thermique du P.V.C

Sous l'influence de la chaleur, le PVC subit une dégradation profonde, accompagnée d'une coloration caractéristique. Plus cette dernière s'accroît, plus les propriétés du PVC décroissent, et devient de plus en plus fendillé et cassant et fini par se désagréger complètement. Ce processus est déclenché selon deux étapes principales :

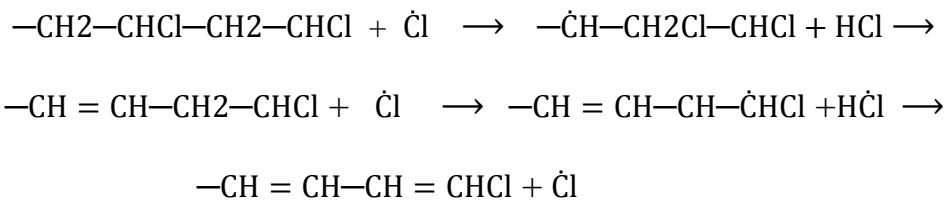
**a) Amorçage :** La dégradation thermique du PVC produit des atomes de chlore

Labiles, où un ion de chlore est encore séparé pendant que le proton correspondant et sa charge positive reste sur la chaîne.



**b) Propagation :**

La réaction de dégradation thermique la plus importante est la formation de l'acide chlorhydrique, laissant la place à une double liaison. Cette déshydrochloruration obéit à un mécanisme ionique, c'est-à-dire que le chlore est séparé en tant qu'anion et l'hydrogène en tant que proton à partir d'une unité structurale, il déstabilise l'unité structurale voisine et facilite donc une propagation en cascade, ce qu'on l'appelle en anglais « unzipping » donnant ainsi naissance à des séquences de double liaisons conjuguées, appelées un polyène conjugué, responsable des colorations parasites, cette réaction est catalysée par l'acide chlorhydrique formé .



Les atomes de chlore peuvent s'échapper de cet environnement et attaquer une autre chaîne.  
[26]

**c) terminaison :**

La réaction est terminée par :  $\dot{\text{C}}\text{l} + \dot{\text{C}}\text{l} \longrightarrow \text{Cl}_2$

Certaines observations expérimentales ne peuvent pas être expliquées par les mécanismes radicalaires et il est particulièrement difficile à expliquer l'effet de HCl. Lorsque le nombre de doubles liaisons conjuguées formées devient égal ou supérieur à 5, le PVC commence à se colorer, il devient brun puis noirci, avec augmentation du nombre de réticulation, si le phénomène continue [27]

# ***CHAPITRE***

## ***II***

## II .1.Introduction

Les matériaux composites, définis comme des matériaux constitués d'un renfort et d'une matrice, se distinguent des autres produits plastiques de synthèse par des caractéristiques qui leur permettent, avec des propriétés d'inaltérabilité et de faible poids, de se substituer à des pièces en métal. Depuis quelques années, le marché des matériaux composites ne cesse de croître. De nombreux secteurs d'activité intègrent ces nouveaux matériaux dans la conception de leurs produits : le médical, le sport, l'automobile, l'énergie verte, etc. Nouvelles sources d'innovations, les matériaux composites offrent de nouvelles opportunités décroissance pour l'industrie. [28]

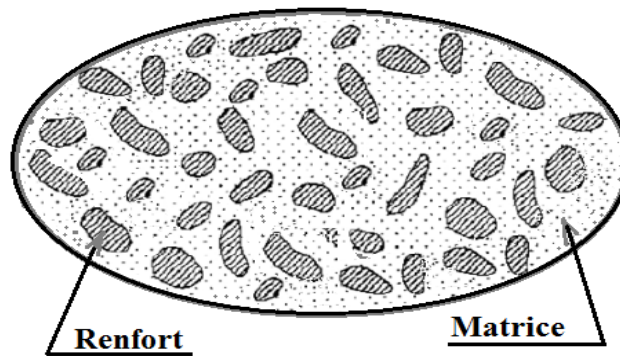


Figure II.1 : Matériau composite [29]

## II.2. Renfort

Les renforts sont les éléments qui contribuent majoritairement à la réponse mécanique du composite. Ils requièrent donc d'excellentes propriétés de résistance mécanique, mais aussi de bonnes propriétés thermiques, électriques ou encore chimiques suivant les applications. Malgré leur diversité il est possible de les classer suivant différentes catégories selon leur nature, souvent de nature filamentaire (des fibres organiques ou inorganiques) Comme le montre la figure. [30, 31,32]

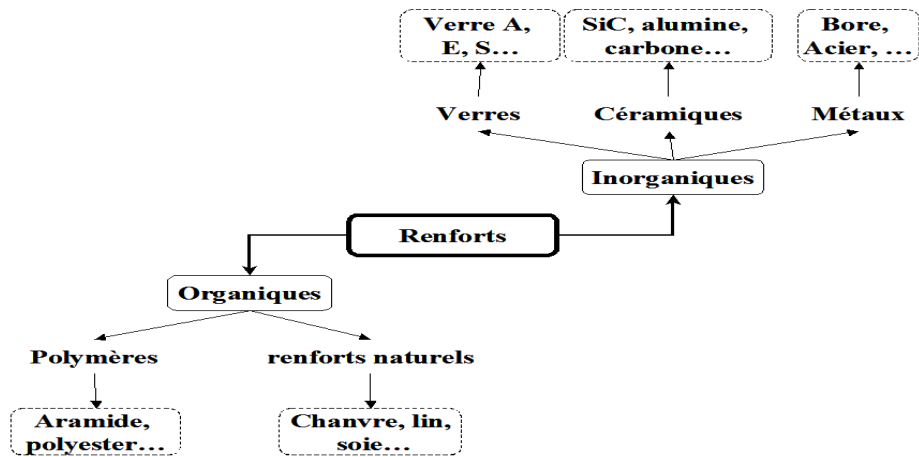


Figure II.2 : Graphe des différents renforts existants.

### II.3. Matrice

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

- Les composites à matrice polymère ou organique (CMO).
- Les composites à matrice métallique(CMM).
- Les composites à matrice céramique(CMC). [31,33]

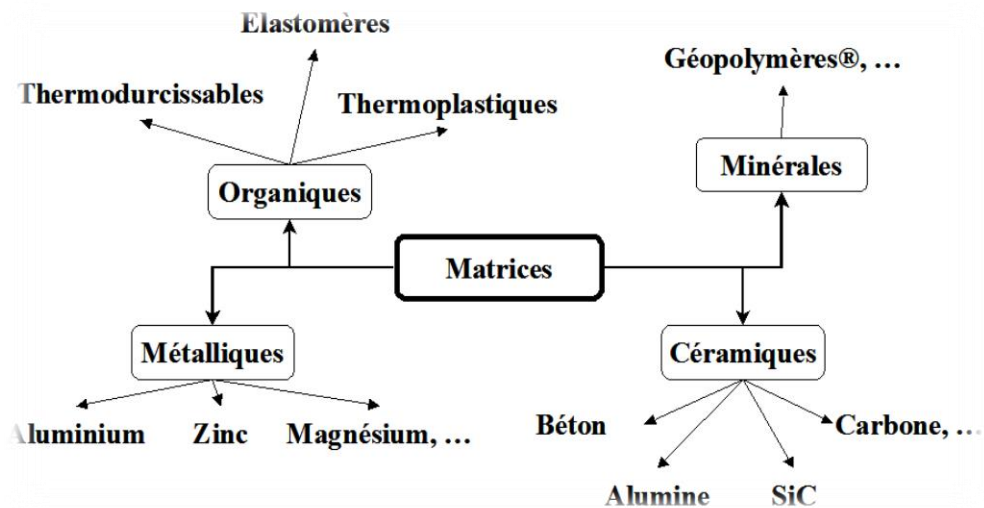


Figure II.3 : Les différentes matrices des matériaux composites.

### II.3.1. Matrice polymères :

Le rôle de la matrice polymère est de recevoir les renforts, répartir les contraintes, apporter la tenue de la structure et donner la forme désirée au composite. On peut utiliser des polymères thermoplastiques ou des polymères thermodurcissables. [34]

#### a) Les matrices 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 poly (acétate de vinyle) que l'on trouve dans les colles et adhésifs, 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.

#### b) Les matrices thermodurcissables :

Durcissent de façon définitive lors de leur synthèse. La transformation est donc irréversible. Ce sont les matrices les plus utilisées dans la production de matériaux composites. 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. [34 ,35]

### II.4. Relation de la matrice-renfort :

Le premier rôle de la matrice est de maintenir les renforts dans une forme compacte et de donner la forme voulue au produit final. La matrice sert entre autres à :

- ✓ Protéger les fibres contre l'abrasion et l'environnement agressif.
- ✓ Contrôler le fini de surface.
- ✓ Transférer les charges de surface.

Bien que les propriétés mécaniques de la matrice soient très faibles devant celles des renforts, la performance générale du composite (matrice/renfort) est très dépendante du choix de la matrice. Le rôle de la matrice devient très important pour la tenue à long terme (fatigue, fluage). [30]

## **II.5. Procédés de production des matériaux composites :**

Les deux procédés les plus connus de production de matériaux composites sont la synthèse chimique et l'extrusion. Nous décrirons rapidement ces deux procédés et en présenterons les inconvénients. Nous nous intéresserons enfin à un troisième procédé développé il y a une quarantaine d'années : le Co-broyage.

### **II.5.1.Synthèse chimique :**

Elle consiste à dissoudre la matrice dans un solvant puis à introduire la charge afin de l'activer grâce à un agent, souvent oxydant. L'ensemble subit ensuite une précipitation puis est filtrée et séchée. On peut aussi disperser la matrice dans un non solvant ou polymériser le monomère et/ou la charge in situ. Cette méthode a été retenue pour la synthèse de matériaux composites possédant des propriétés électriques. Pour ce qui est de la production de matériaux composites à charge dégradable, ce type de procédé est la nécessité que les constituants possèdent des propriétés chimiques proches, et, en particulier, qu'ils soient compatibles avec un même solvant.

### **II.5.2. Extrusion :**

Dans le cas d'une production par extrusion, les produits, initialement sous forme de poudre, flocons, paillettes, granulés, fibres, ... sont préchauffés avant d'être introduits en amont d'une vis extrudeuse qui permet de disperser la charge dans la matrice et d'effectuer ainsi un mélange intime entre les constituants. Plusieurs matériaux composites à charge dégradables ont été produits par extrusion : polyéthylène chargé de protéines végétales. Cette méthode nécessite une compatibilité thermique entre les produits. En particulier, lorsque plusieurs polymères sont utilisés, il ne faut pas que l'un d'eux soit thermiquement dégradé tandis que d'autres ne sont pas fondus.

### **II.5.3.Co-broyage :**

Le Co-broyage a été développé en 1968 pour la fabrication d'alliages métalliques. Deux constituants métalliques ont été Co-broyés dans un broyeur à boulets fortement énergétique. Une poudre fine a ainsi été produite selon un mécanisme alterné de fractures et de « soudures froides ». Plus tard, on a étudié plus en détail ce mécanisme, en testant différents systèmes métalliques afin de générer une bibliothèque de données. Par la suite, le procédé de Co-broyage n'a pas été limité aux alliages métalliques, puisque l'a appliqué aux polymères. En effet, cet auteur a Co-broyé des particules de polypropylène et de polyéthylène basse

densité dans un broyeur à boulets et a montré que le traitement permet d'augmenter d'une part la surface spécifique de la poudre composée de petits agrégats dont la taille varie entre 100 nm et quelques microns, et d'autre part la cristallinité du mélange. [34]

## II.6. Application des matériaux composites :

### a) Construction aéronautique :

Les composites de haute performance ont été longtemps confinés dans l'aéronautique civile à des pièces de structure secondaire (habillage intérieur, volets), plus rarement primaire et jamais à la voilure, car il se posait deux difficultés :

- des coûts élevés par rapport à l'aluminium.
- des risques de délaminage les interdisant de vol sur les structures aérodynamiques chargées.

### b) Construction automobile:

L'utilisation des composites dans le secteur automobile remonte à des origines relativement anciennes (fin des années 1980), mais ne s'est généralisé que très récemment, comme le montrent les décisions récentes de grands constructeurs étrangers (Volvo, Mercedes) de développer des coffres et hayons. Les composites à matrice thermoplastique sont, par contre, de plus en plus fréquents.

### c) Travaux publics et Bâtiment:

Mis à part la fourniture de renforcement des structures en béton, les composites ont relativement peu pénétré le secteur du BTP, notamment du fait :

- d'un prix élevé comparé aux matériaux traditionnels (35 F/kg contre 18 F/kg pour l'acier et 6 F/kg pour le bois).
- d'une relative méconnaissance des architectes et bureaux d'études vis-à-vis des composites.
- d'un manque d'information sur le cycle de vie (recyclabilité, durabilité).

Les qualités des composites (légèreté, résistance au feu, résistance mécanique et chimique, possibilité de créativité) sont cependant extrêmement prometteuses. Les fournisseurs de solutions composites ont développé de nombreux produits présentés au salon JEC d'avril 2000 : fenêtres, portes, substituts d'ardoise, renforts de poutres, etc.

### d) Loisirs et sports:

Les constructeurs de matériels de sport et loisirs ont depuis longtemps adopté les composites, développés notamment par Shappe Technique et Ems Chimie (Suisse), ces nouveaux matériaux leur ont permis de faire preuve d'une grande créativité, tout en présentant

des propriétés mécaniques intéressantes qui ont, dans une large mesure, été à l'origine du développement récent des sports de glisse modernes. C'est précisément en utilisant des nouveaux matériaux (skis moulés et non stratifiés) que Salomon est devenu Co-leader mondial du matériel de ski, aux côtés d'un autre français Rossignol.

**e) Les matériels ferroviaires :**

Présentent de nombreuses possibilités d'utilisation pour les matériaux composites, comme le montrent :

- les développements récents de l'entreprise allemande d'équipements de trains pendulaires, Comptas (Allemagne), secteur d'excellence où les acteurs européens font maintenant front commun,
- le projet de Bombardier-ANF de réaliser des wagons en structure composite.

**f) L'équipement électronique :**

Représentent déjà 26% du marché des composites à matrice organique. Le potentiel plurifonctionnel des composites (alliant par exemple étanchéité et propriétés électriques) y est important. En électronique, les boîtiers céramiques pour microprocesseurs d'Egide, récemment introduite au Nouveau Marché, sont utilisées dans le monde entier. [36]

## **II.7. Charges végétales**

### **II.7.1 Introduction**

On désigne sous le nom général de charge toute substance inerte, minérale ou végétale qui, ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques, d'améliorer l'aspect de surface ou bien, simplement, de réduire le prix de revient du matériau transformé. Pour les matières thermoplastiques, les charges ne sont pas des adjuvants indispensables et peu en contenaient avant 1950. Leur utilisation a pris un essor considérable ces dernières années. Les matières thermodurcissables ont toujours contenu des charges de nature et de forme variée, à des taux souvent élevés pouvant atteindre 60 % en masse. Pour un polymère donné, le choix d'une charge est déterminé en fonction des modifications recherchées pour l'objet fini. Mais, d'une manière générale, les substances utilisables comme charges des matières plastiques devront d'abord satisfaire à un certain nombre d'exigences énoncées ci-après. [37]

## II.7.2 Différents types de charges :

- a) **Les charges organiques** : ce sont des polymères qui peuvent apporter une bonne tenue mécanique. [37,38]
- b) **Les charges minérales** : sont souvent utilisées comme additifs et permettent d'améliorer les propriétés mécaniques du composite tout en réduisant son prix de revient. [21]
- c) **Les charges métalliques** : L'addition de poudres ou de paillettes métalliques (aluminium, cuivre, nickel, fer, etc.) est effectuée pour rendre conducteurs de l'électricité ou de la chaleur les matériaux plastiques employés en aérospatiale, en électronique (capotage), en particulier pour la protection électromagnétique de divers dispositifs. [37,38]
- d) **Les charges particulières renforçantes** : certaines peuvent permettre de modifier la masse volumique du composite, ses propriétés électriques, mécaniques et physicochimiques. Elles sont généralement de petites tailles et peuvent être sphériques, en paillettes, ...
- e) **Les charges particulières inertes**: de par leur faible coût, réduisent le prix du composite. Ce sont essentiellement des minéraux comme le carbonate de calcium, la craie, la silice ou le kaolin. Ce type de charge peut éventuellement augmenter la dureté et la résistance à la rupture du composite.
- f) **Les renforts fibreux** : les fibres de renforcements des matériaux composites proviennent de deux origines :
  - ✓ Les fibres Minérales : verre, carbone, céramique ....
  - ✓ Les fibres Organiques : fibres végétales.....

Les qualités importantes recherchées lors de l'introduction de fibre dans une matrice sont en premier lieu un module de Young, une résistance à la rupture ou une conductivité électrique élevés et tous deux reliés à la légèreté du matériau. [37]

## II. 8 Les fibres végétales

### II.8.1.Définition

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

un empilement de plis dont la structure est constituée d'une lamelle mitoyenne, d'une paroi primaire et d'une paroi secondaire. [39,40]

## II.8.2. Classification des Fibres Végétales

Les fibres végétales sont classées en quatre groupes suivant leur provenance. A savoir. les fibres de feuille, de tiges, de bois et de surface.

### A. Les Fibres de Feuilles

Ces fibres sont obtenues grâce au rejet des plantes monocotylédones. Les fibres sont fabriquées par chevauchement de paquet qui entoure le long des feuilles pour les renforcer ces fibres sont dures et rigides. Les types de fibres de feuilles les plus cultivées sont la fibre de sisal, de Henequen et d'abaca .De ces fait, plusieurs chercheurs tel que ; et al ont montré l'efficacité du renforcement du ciment par les fibres de feuilles.

### B. Les Fibres de Tiges

Les fibres de tige sont obtenues dans les tiges des plantes dicotylédone Elles ont pour rôle de donner une bonne rigidité aux tiges de plantes Les fibres de tige sont commercialisées sous forme de paquet de cor et en toute longueur. Elles sont par la suite séparées individuellement par un processus de défilage. Les fibres, une fois séparées, sont utilisées dans la fabrication des cordes ou de textile ou bien dans le renforcement du ciment et béton. Les fibres de tige les plus utilisées sont les fibres de jute, de lin, de ramie, de kénaf, et de chanvre.

### C. Les Fibres de Bois

Les fibres de bois proviennent du broyage des arbres tels que les bambous ou les roseaux. Elles sont généralement courtes. Plusieurs chercheurs ont montré l'efficacité de ces fibres dans le renforcement des ciments.

### D. Les Fibres de Surface

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 Cotton 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 .Il est à noter que, les fibres de palmier, qui entourent son tronc, appartiennent à cette famille de fibres. [41]

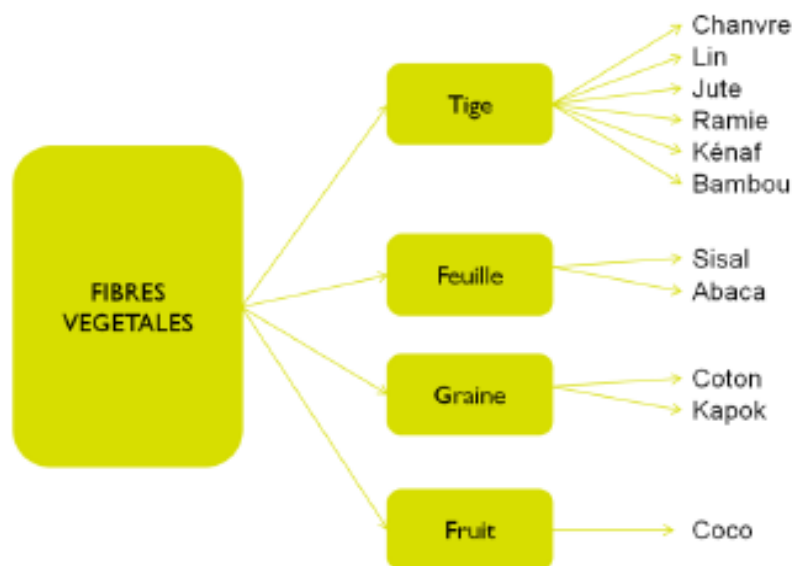


Figure II. 4 : Origines des fibres végétales produites dans le monde. [42]

## II.8.3 Caractéristiques des Fibres Végétales

### II.8.3.1 Caractéristiques Chimiques des Fibres Végétales

Les fibres végétales sont caractérisées par leur composition chimique qui influence énormément sur leur durabilité et spécialement dans les milieux alcalins. La composition chimique des fibres végétales est formée de trois principaux constituants à savoir : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. [41, 43]

#### A) La cellulose

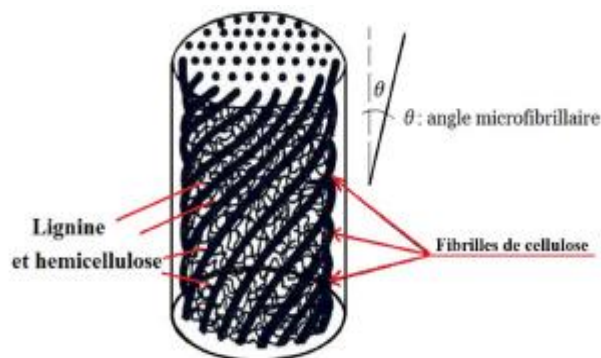
La cellulose est une macromolécule constituée par une très longue chaîne stéréorégulière composée de maillons de glucose  $C_6H_{12}O_6$ . Le motif de répétition est le dimère cellobiose. Le nombre de motifs de répétition ou le degré de polymérisation varie suivant l'origine de la cellulose. Ce polymère présente un grand intérêt du point de vue industriel puisque de nombreuses fibres (coton, chanvre, jute, lin) sont composées de cellulose. [40,41]

#### B) Les Hémicelluloses

L'hémicellulose n'est pas du tout une forme de cellulose. Elle comprend un ensemble de polysaccharides (hors pectine) qui restent associés à la cellulose après le retrait de la lignine. L'hémicellulose forme la matrice de support des microfibrilles de cellulose. L'hémicellulose est très hydrophile, soluble en milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides. [44]

### C) Lignines

Les lignines sont des polymères d'hydrocarbures complexes avec des constituants à la fois aliphatiques et aromatiques. La lignine participe à la rigidité structurale des parois cellulaires et protège les plantes contre l'attaque des organismes pathogènes. Ces propriétés mécaniques sont plus faibles que celles de la cellulose. [40]



**Figure II.5 :** Schéma de la structure d'une fibre végétale. [29]

#### II.8.3.2 Caractéristiques Physiques et Mécaniques des Fibres Végétales :

Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre sa densité et son teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau. Et elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, son élongation à la rupture et son module d'élasticité. [40]

**Tableau II.1 :** Les caractéristiques physiques et mécaniques de quelques fibres végétales.

Fibers	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Allongement à la rupture (%)	Résistance à la traction (Mpa )	Module de Young (GPa)
Cotton	1.5-1.6	7.0-8.0	587-597	5.5-12.6
Jute	1.3	1.5-1.8	393-773	26.5
Lin	1.5	2.7-3.2	345-1035	27.6
Chanvre	/	1.6	690	/
Noix de coco	7.5-17.4	13.7-41.0	174	2.5-4.5
Palmer Dattier	0.51-1.08	7.5-17.4	170-290	2.1-5.25

### II.8.4 Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres présentent de nombreux avantages comme renfort de matériaux composites. En revanche, certains inconvénients peuvent être un frein au niveau du développement industriel. Les principaux avantages et inconvénients sont rassemblés dans le tableau II.2 :

**Tableau II.2** : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales [31 ,45]

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

**II.8.5 : Domaine d'utilisation de fibre végétale :**

Les fibres végétales peuvent être utilisées dans d'autres domaines pratiques comme l'indique le tableau II.3 :

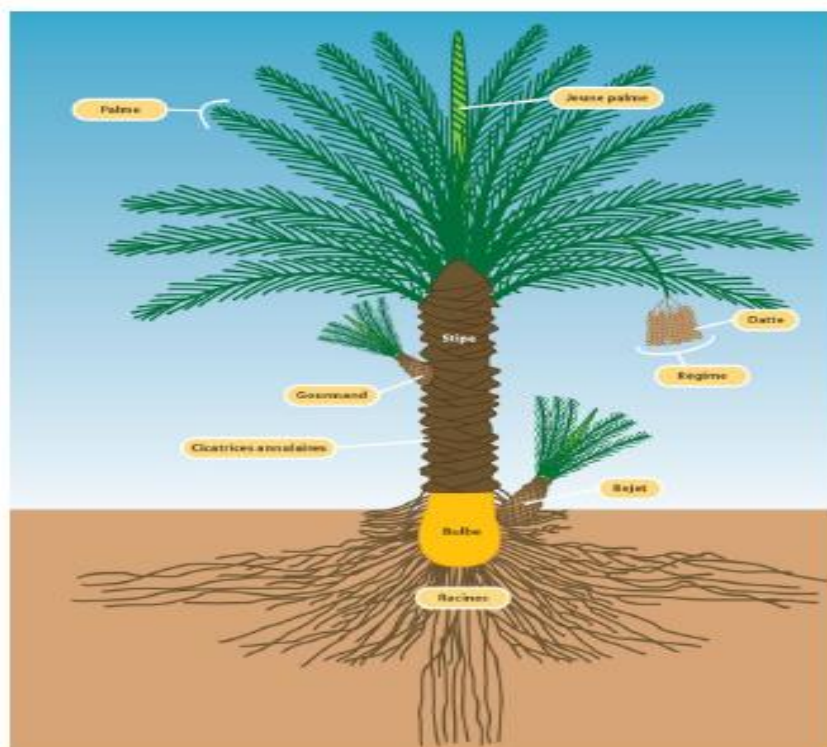
**Tableau II.3 : Domaine d'utilisation de fibre végétale. [46]**

type de fibre	Domaine d'utilisation
Fibre de graine : tel que le coton. Fibre de tiges : tel que le lin, le chanvre. Fibre de feuille : tel que le sisal et le raphia.	Textile
Paille, bagasse, bambou, coton, roseau, sisal, chanvre.	Production du papier
palmier, Halfa, coton.	Art
Fibre végétale - plastique. Fibre végétale – résine, ramie /PP, jute/PP.	Matériaux composites

## II.9 : Description et zone de culture:

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.

Le palmier a un tronc très élancé, haut jusqu'à 30 m, couvert de manière visible par les gaines des feuilles tombées. Les feuilles, réunies en un nombre de 20 à 30 maximums, forment une couronne apicale clairsemée (figure II.6)



**Figure II.6 :** Présentation schématique d'un palmier dattier

Le palmier dattier se constitue principalement de 10 parties à savoir (figure. II.6)

- a) **Palmes :** Les palmes sont les feuilles du palmier constitués de rachis le long duquel sont déposés des folioles. Elles sont longues de 4 à 7 mètres. Les feuilles âgées peuvent rester contre le stipe quelques mois voire plusieurs années avant de tomber. L'ensemble des feuilles au sommet du stipe est appelé couronne, elle peut faire de 6 à 10 mètres d'envergure.
- b) **Jeune palme:** La jeune palme est enroulée pendant toute sa croissance comme les brins d'herbe ou les feuilles de bambous.

- c) **Régime de dattes:** Un régime de dattes (ou spéculé) est la partie qui supporte les fruits du palmier. On parle aussi de régime pour les bananes. Il est accroché au palmier par la hampe, qui est d'ailleurs tellement résistante qu'elle doit être sciée pour être décrochée. Il peut contenir plus de 1000 fruits, Le palmier devra être âgé d'au minimum 7 ans avant de produire des dattes.
- d) **Dattes :** Ces fruits sont des baies de forme ovale de 3 cm de long. La chaire très sucrée entoure la graine. Récoltées en automne, leur couleur varie du rouge lumineux au jaune lumineux selon les variétés; elles seront ensuite séchées au soleil. Un palmier dattier peut produire de 10 jusqu'à 100 kg par an.
- e) **Gourmand:** Un gourmand est une branche secondaire qui se développe sur la branche principale d'une plante. Il faut généralement les supprimer car comme leur nom l'indique, ils sont gourmands et épuisent inutilement la plante. On retrouvera ce cas notamment sur les tomates, ou il est indispensable de les retirer pour avoir de bons fruits.
- f) **Stipe:** Le stipe rappelle le tronc des arbres mais est en fait composé de fibres végétales des anciennes feuilles. Son diamètre peut varier légèrement selon les conditions climatiques.
- g) **Cicatrices annulaires:** On a l'impression que le palmier a un «tronc recouvert d'écailles». Ces cicatrices annulaires correspondent au point d'attache de la feuille ancienne une fois le pétiole (support de la feuille) tombé. Elles permettent au grimpeur de s'y accrocher pour atteindre les dattes.
- h) **Rejet:** Le rejet est une jeune pousse du végétal, qu'il est possible de planter pour obtenir un nouveau palmier. Celui-ci sera choisi par l'homme parmi une sélection des meilleurs palmiers.
- i) **Bulbe:** Se situant à la base du stipe, le bulbe constitue la réserve du palmier. De là part le système racinaire d'où émergent les racines primaires courtes de moins d'un mètre, et longues de plus de 20 mètres.
- j) **Racines:** Elles sont nombreuses et profondes jusqu'à 20 mètres ; elles sont capables d'aspirer des centaines de litres d'eau par jour. [47]

# ***CHAPITRE***

## ***III***

## III .1.Méthodologie expérimentale

### III.1.1 produits et matériels

#### III.1.1 .1 .Les produits :

##### ➤ Le polychlorure de vinyle (PVC)

- Formule générale :  $-(CH_2-CHCl-)_n-$
- Masse molaire :  $M=30000M$
- $65 < K_w < 67$
- Viscosité apparente : 0.89 à 0.95
- Densité : 1.16 ~ 1.35
- Tg : 50 ~ 80°C



*Figure III.1 : Poudre de PVC*

- ##### ➤ La fibre végétale (FVP) :
- La fibre végétale utilisée est origine du palmier dattier Phoenix dactylofera (zone de culte Oued Souf .sud algérien). Le dattier est un palmier de 15 à 20m de hauteur au tronc cylindrique, le stipe porte une couronne de feuilles.



*Figure III.2 : Ulves de Palmier dattier*

##### ➤ Les solvants

##### ❖ Tétrahydrofurane (THF) :

- Formule générale :  $C_4H_8O$
- Masse molaire :  $M= 72.11g /mol$
- Densité : 0.889
- Point d'ébullition : 65-66 °C

##### ❖ Ethanol

- Formule générale :  $C_2H_6O$
- Masse molaire :  $M= 46g /mol$
- Point de fusion : -114°C
- Point d'ébullition : 78-78.5 °C

### III.1.1 .2 . Matériel utilisé

- Büchner
- Boîtes de pétrie
- Barreau aimanté Balance
- Spatule
- étuve
- Bécher 100 ml
- Agitateur + plaque chauffant
- Balance
- Éprouvette graduée
- Appareille d'extraction par solvant (VELP SCIENTIFICA SER 148)

### III.1.2.Méthode de préparation :

#### III.1.2.1. Préparation des fibres du palmier dattier:

##### a) Collecte et broyage des fibres :

On s'intéresse uniquement aux fibres extraites des folioles des ulves de palmier dattier, les rachis ne sont donc pas concernés. Les folioles étudiées ont été collectées à partir de palmiers dattiers de la région d'Oued Souf. Après séchage sous ombre et nettoyage (lavage avec de l'eau), folioles sont déchiquetées et broyées. La poudre est exposée au soleil afin d'éliminer au maximum l'humidité présente.



*Figure III.3 : Collecte et broyage des fibres*

**b) Traitement de la fibre****1) Extraction**

L'extraction est réalisée suivant les étapes illustrées si dessous :

1. On met une quantité de la fibre brute dans la cartouche porte échantillon.
  2. On utilise l'éthanol comme solvant d'extraction.
  3. On fixe la température de travail à 210°C .
  4. On fixe le temps des trois étapes (immersion, lavage, récupération).
- ✓ Immersion 15 minutes.
  - ✓ Lavage 40 minutes.
  - ✓ Récupération du solvant 10 minutes.



*Figure III .4 : Image de l'appareillage d'extraction.*

**2) Lavage**

Le lavage de la fibre est effectué avec un Büchner en utilisant l'eau distillée. L'opération est répétée plusieurs fois jus qu'à l'obtention d'une eau claire (figure III .5)



*Figure III .5: Image de lavage par de l'eau distillée*

**3) Traitement de la fibre par NaOH :**

La fibre, après le premier lavage, est immergée dans un bécher contenant la solution de NaOH(0.5M) sous agitation à température ambiante pendant 02 heures.

Après un deuxième lavage par de l'eau distillée (plus HCL pour neutralisation) la fibre est filtrée.



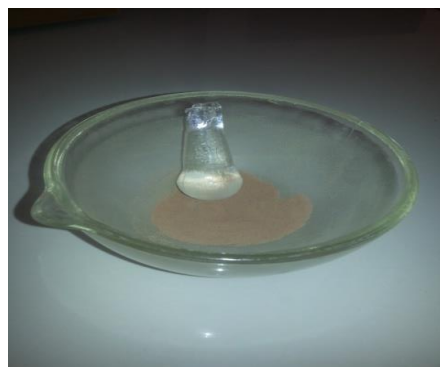
*Figure III .6: Image de la fibre après traitement par NaOH*

**4) Étuvage :**

Avant l'utilisation de la fibre, celle-ci est étuvée à 80 °C pendant 24 heures.

**5) Rebroyage :**

Afin de diminuer la taille des particules de la fibre on a procédé à un deuxième broyage en utilisant un mortier.



*Figure III.7: Image de la rebroyage de la fibre*

### III.1.2. 2.Préparation des composites:

Les différents composites sous forme de solution ont été préparés comme suit :  
On met 20 ml de solvant (THF) dans un bécher et on ajoute, successivement et sous agitation au solvant, les quantités pesées du polymère PVC et de la charge végétale. Après un temps (de 03 à 04 heures), on verse la solution dans une boîte de pétrie et on décolle le film après l'évaporation du THF.

Les rapports matrice/charge ont été choisis comme suit :

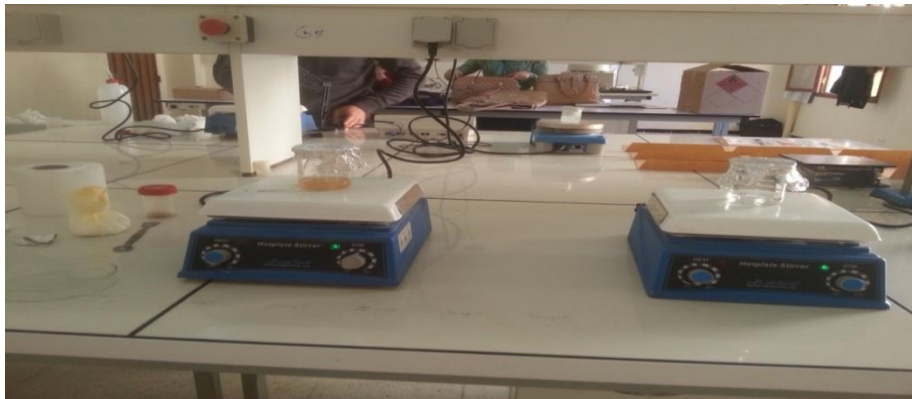
**Composite (1) :** 20 ml de la solution (2g) de PVC+ (0g) de fibre. 100/0(%)

**Composite (2) :** 20 ml de la solution (1.95g) de PVC+ (0.05g) de la fibre. 95/5(%)

**Composite(3) :** 20 ml de la solution de (1.90g) PVC+ (0.10g) de la fibre. 90/10(%)

**Composite(4) :** 20 ml de la solution de (1.85g) PVC+ (0.15g) de la fibre. 85/15(%)

**Composite(5) :** 20 ml de la solution de (1.80g) PVC+(0.20g) de la fibre. 80/20(%)



*Figure III .8 Préparation des composites PVC/FV en solution.*

- ✓ **Obtention des films :** Les films des composites sont obtenus par évaporation du solvant à l'air libre et à température ambiante.



*Figure III .9 films du composite après évaporation du solvant*

*(a .PVC pur, b. PVC/FV)*



*Figure III .10 : Films composites exposés au rayonnement solaire*

### III .1.3.Appareils de caractérisation

#### ➤ Spectrophotométrie d'absorption UV-visible

La spectrométrie d'absorption UV-visible n'est pourtant pas utilisée comme une méthode de routine d'identification des polymères. En effet, contrairement aux spectres infrarouges, les spectres UV-visible des polymères ne présentent généralement pas de bandes d'absorption suffisamment caractéristiques pour permettre l'identification des échantillons. Les principales applications de la spectrométrie UV-visible dans le Domaine des polymères concernent plus spécialement l'analyse D'adjuvants, colorants, pigments et l'analyse du vieillissement des Polymères abordées sur un plan qualitatif (identification des chromophores) ou purement quantitatif (mesure du « jaunissement »). En pratique courante, on opère dans le domaine spectral de L'ultraviolet (180-400 nm) et dans celui du visible (400-800 nm). [48]



*Figure III.11: le spectrophotomètre UV-visible utilisé.*

➤ **La spectrophotométrie infrarouge**

La spectroscopie infrarouge est une technique simple et fiable utilisée aussi bien en chimie organique qu'inorganique, en recherche et dans l'industrie. Cette technique exploite le fait que les molécules absorbent des fréquences spécifiques caractéristiques de leur structure. Les absorptions correspondent aux fréquences de résonance, à savoir les fréquences telles que le rayonnement absorbé correspond à la fréquence de la liaison ou du groupe en vibration. La partie infrarouge du spectre électromagnétique est généralement divisée en trois régions : l'infrarouge proche, moyen et lointain, cette appellation se rapportant au spectre visible. L'infrarouge proche à plus haute énergie, de 14000 à 4000  $\text{cm}^{-1}$ , peut exciter des vibrations harmoniques. L'infrarouge moyen de 4000 à 400  $\text{cm}^{-1}$ , peut être utilisé pour étudier les vibrations fondamentales et les structures associées rotations-vibrations. L'infrarouge lointain, (400–10  $\text{cm}^{-1}$ ) [1]

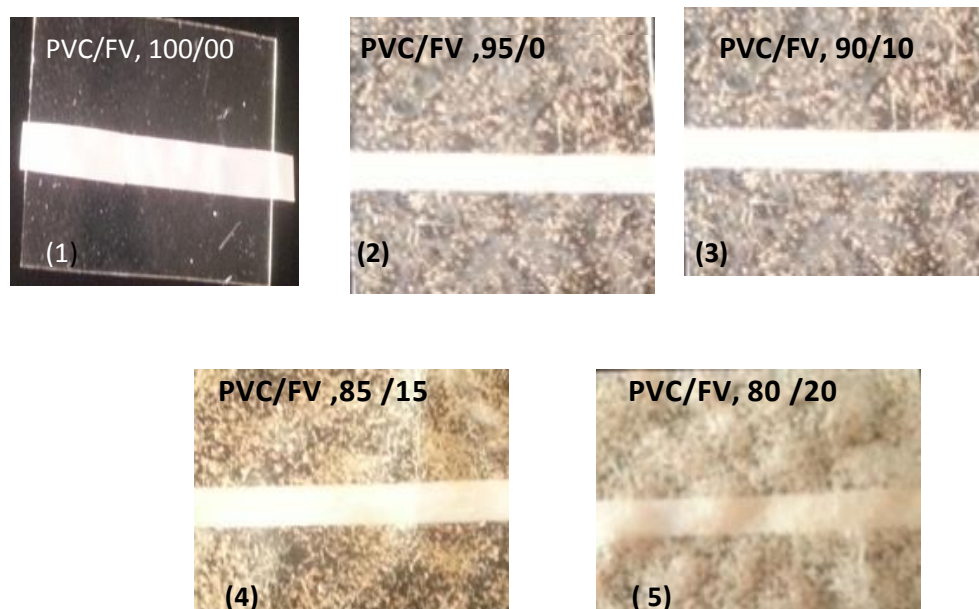


*Figure III .12 : le spectrophotomètre infrarouge utilisé*

## ***RESULTATS ET DISCUSSION***

**IV.1 Résultats et discussion :****IV.1.1 Texture de la surface :**

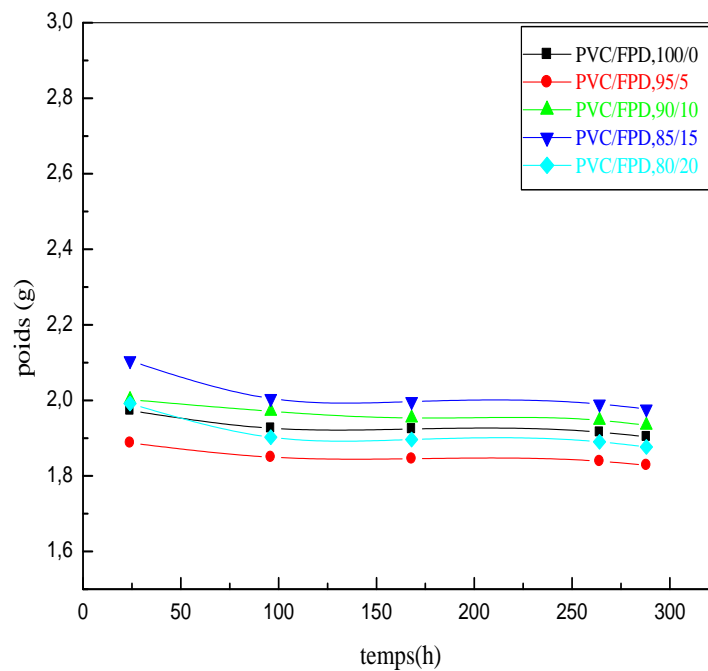
La figure IV-1 représente les différentes images photographiques prises pour les films composites. Il est clairement observé que la transparence diminue en fonction de la quantité de la fibre ajoutée. L'état de la surface diffère d'un composite à l'autre et les agglomérations de la charge peuvent être facilement observées (échantillons 4 et 5), ceci peut être expliqué d'une part, par la mauvaise adhérence entre la matrice et la charge et d'autre part, par la méthode de préparation des composites (en solution).



**Figure IV.1 :** Image (photographe) des films composites

#### IV.1.2 mesure du Poids des films composites :

La figure IV.2. Représente la variation du poids des films composites en fonction du temps d'évaporation du solvant (THF). On constate que le poids diminue en fonction du temps indiquant l'évaporation du solvant. Cette diminution diffère d'un composite à l'autre, ceci peut être expliqué par la différence entre la morphologie des composites et par conséquent les propriétés finales du matériau. La vitesse d'évaporation du solvant à travers le film est influencée par le rapport matrice/charge et une grande quantité du solvant est évaporée dans les premières heures.



**Figure. IV .2** : la variation du poids des films composites en fonction du temps d'évaporation du solvant.

### IV.3 Caractérisation des films par IRTF :

#### IV.3.1 Effet de charge :

Les spectre IRTF sur figures IV.3 , IV.4, IV.5, IV.6 représentent l'étude de la dégradation des films composites PVC /FPD, au cours du temps , en fonction de la quantité de la charge végétale ajoutée. Sur les spectres, on peut distinguer les différents pics Caractéristiques du PVC pur (liaison C-Cl stretching entre 600 et 700 $\text{cm}^{-1}$ , 2950 à 3000  $\text{cm}^{-1}$  du CH stretching ,1200  $\text{cm}^{-1}$  du CH stretching du HCl), et on observe qu'il y a un changement au niveau de l'intensité et la nature des pics (large bande aux environs de 3400 et 3500  $\text{cm}^{-1}$  qui peut être attribuer aux groupements hydroxyle OH de la charge végétale).

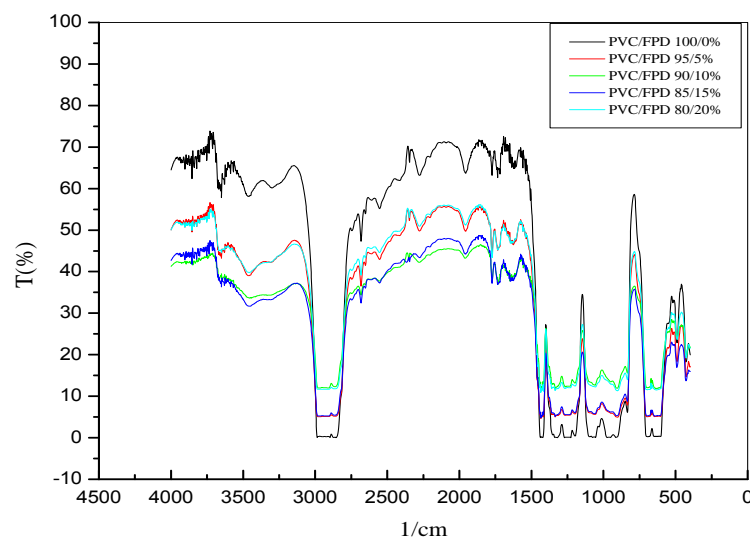


Figure . IV.3 : Spectre IR pour avant dégradation.

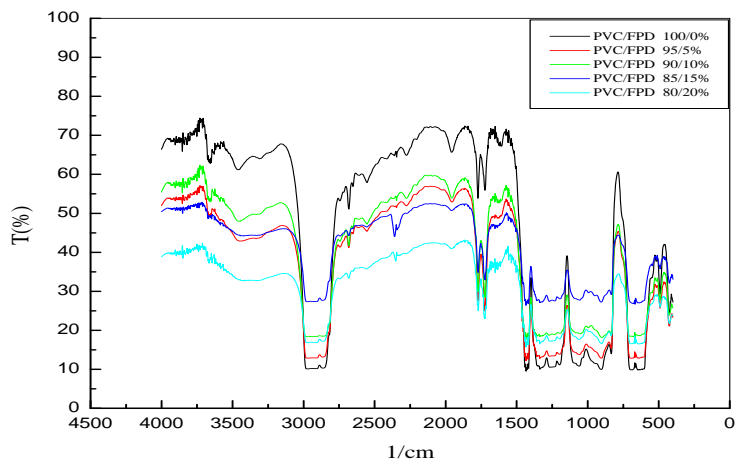


Figure. IV. 4 : Spectre IR pour 15 jours.

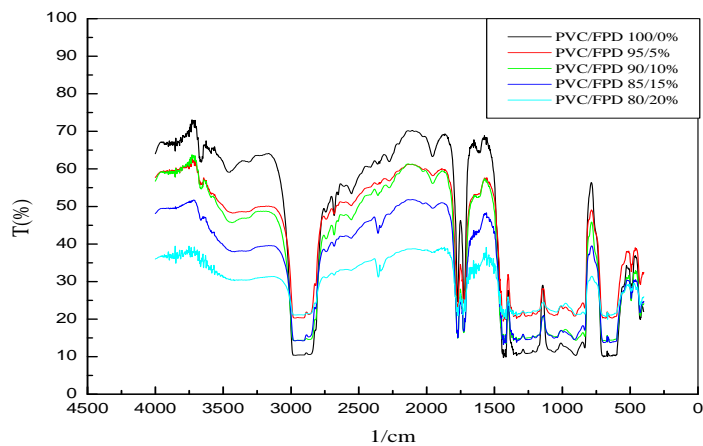


Figure. IV. 5 : Spectres IR pour 30 jours.

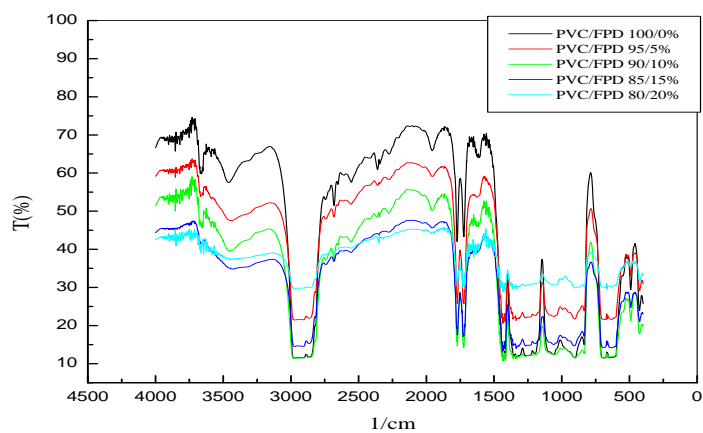


Figure. IV. 6 : Spectres IR pour 60 jours.

### IV. 3. 2 Effet de exposition aux rayonnements solaires :

Les spectres IRTF de différents films composites PVC/FPD exposés aux rayonnements solaires en plein air pendant 0, 15, 30, 60 jours sont représentés sur les figures IV. 7, IV. 8, IV. 9, IV. 10 et IV. 11. On remarque clairement une différence dans l'intensité des pics caractéristiques des principaux liaisons et groupements dans la matrice polymère et la charge végétale.

La dégradation du PVC est caractérisée par la formation d'une chaîne polyène (double liaison) et élimination du HCl (déshydrochloruration). Cette double liaison peut être localisée aux environs de  $1600\text{cm}^{-1}$ . On observe bien une variation dans l'intensité de ce pic en fonction de temps d'exposition, une variation est observée aussi au niveau du pic caractéristique du C-H dans les groupements éthyliques ( $\text{CH}_2$ ) aux environs de  $2900\text{cm}^{-1}$  (augmentation), indiquant ainsi une légère modification au niveau de structure moléculaire de PVC (signe de dégradation) et ce, en fonction du temps de l'exposition. À notre avis, qu'une exposition longue est nécessaire à fin de bien observer et d'étudier le processus de dégradation.

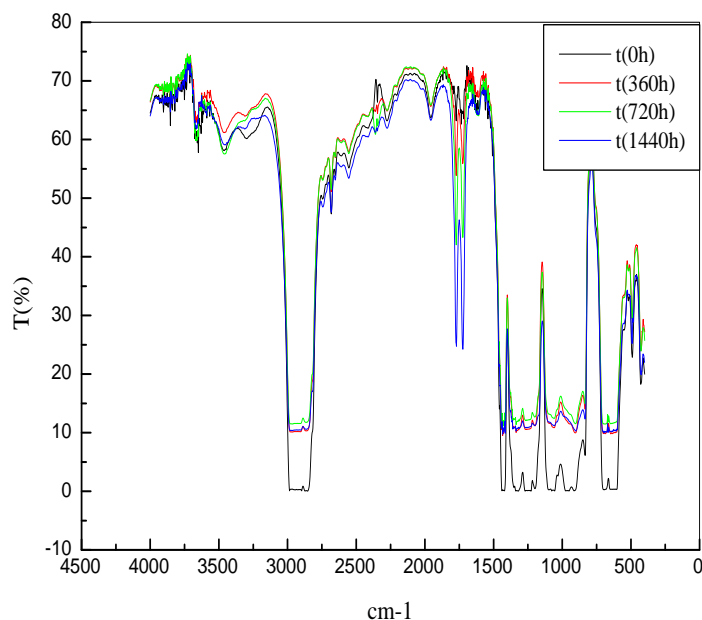
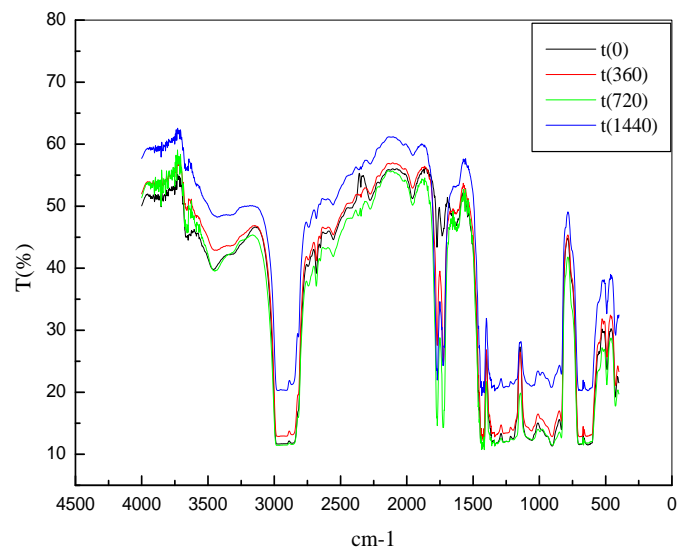
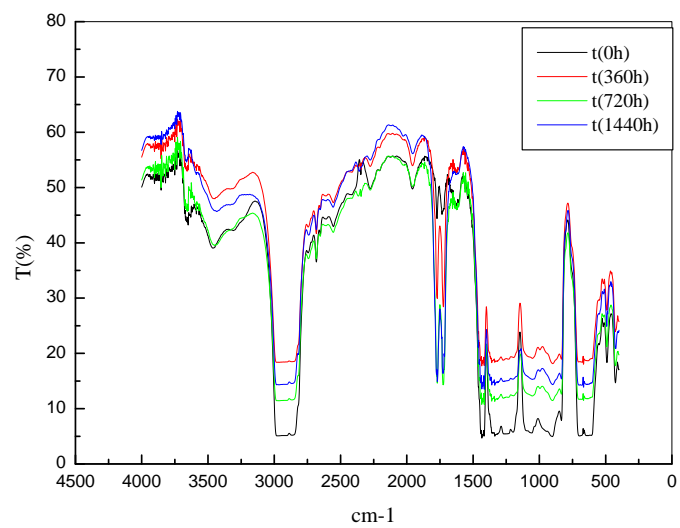


Figure . IV. 7 : Spectres infrarouges de PVC pur (100 /0)%



**Figure .IV. 8 :** Spectres infrarouges de PVC /FPD (95 /5) %



**Figure .IV. 9 :** Spectres infrarouges de PVC /FPD (90 /10) %

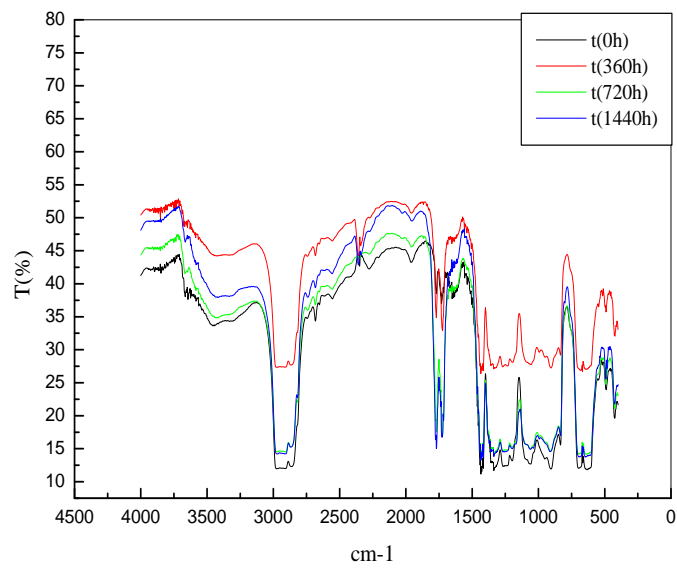


Figure .IV. 10: Spectres infrarouges de PVC /FPD (85/15)%

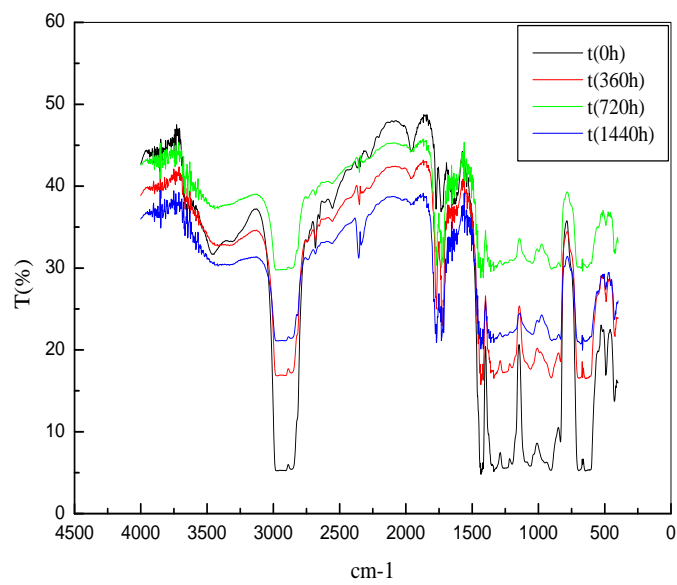


Figure .IV. 11: Spectres infrarouges de PVC /FPD (80/20)%

#### IV.4 Caractérisation par spectroscopie UV-visible:

##### IV.4.1 Effet de charge :

Les spectres UV-visible des films composites PVC/FPD sont regroupés sur la figure IV.12 l'effet de la quantité de la charge dans les composites sur l'absorption de la lumière UV-visible est étudié. Généralement, les films PVC, qui sont transparents (polymère amorphe), absorbent aux environs de 250-280 nm, ce qui est observé sur le spectre du film PVC pur. L'allure (intensité) de cette bande varie en fonction de la quantité de la fibre ajoutée (diminution de la transparence) ce qui est en accord avec les résultats de test de transparence (figure IV.2).

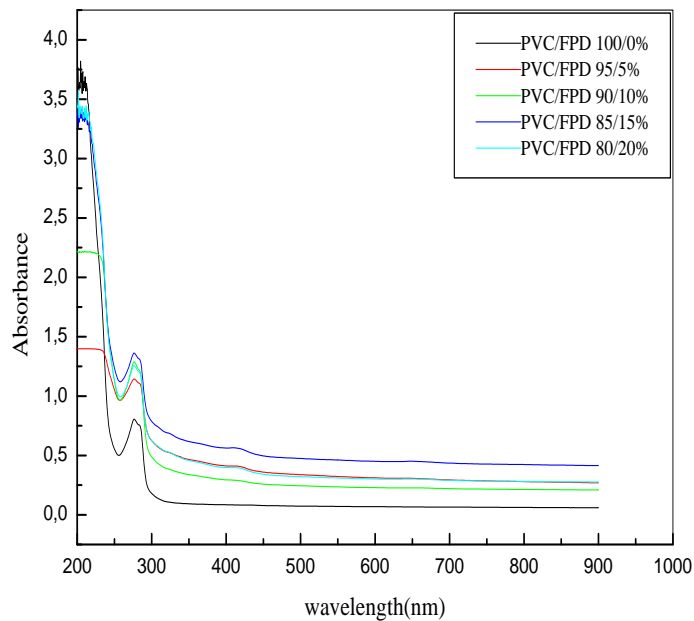


Figure .IV. 12: Spectre UV-visible avant la dégradation

#### IV. 4. 2 Effet de exposition aux rayonnements solaires :

Les spectre UV-visible montrant l'effet de l'exposition aux rayonnements solaires des différents films composites pendant 0,15,30,60jours sont représentés sur les figures IV. 13, IV. 14, IV. 15, IV. 16, IV. 17. Une variation dans la bande d'absorption(250-280 nm) en fonction du temps d'exposition peut être facilement remarquée. Ce ci peut être attribué au phénomène du commencement de la dégradation du PVC. L'apparition de la double liaison dans la structure moléculaire est traduite par une coloration au niveau des films et par conséquence une diminution de leur transparence.

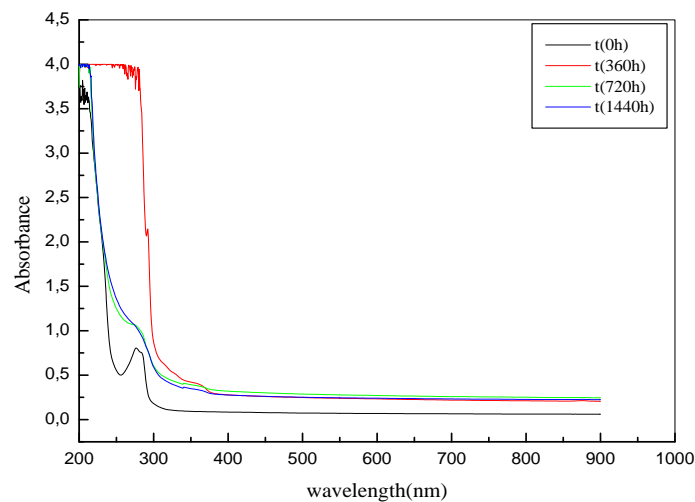


Figure IV. 13: spectre UV-visible en de PVC(100/0)%

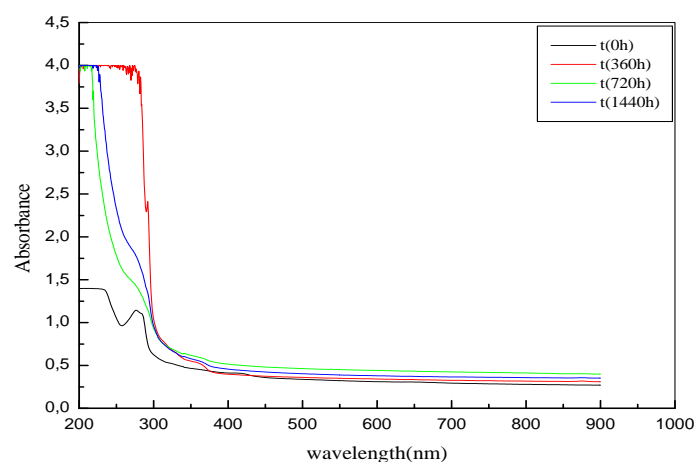


Figure IV. 14 : spectre UV-visible en de PVC /FPD (95/5)%

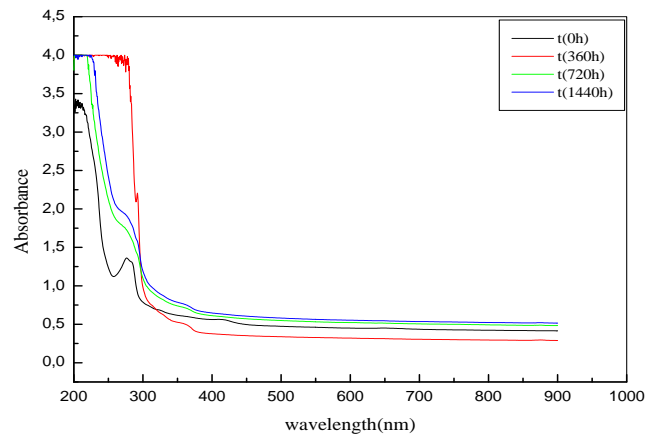


Figure IV. 15: spectre UV-visible en de PVC /FPD (90/10)%

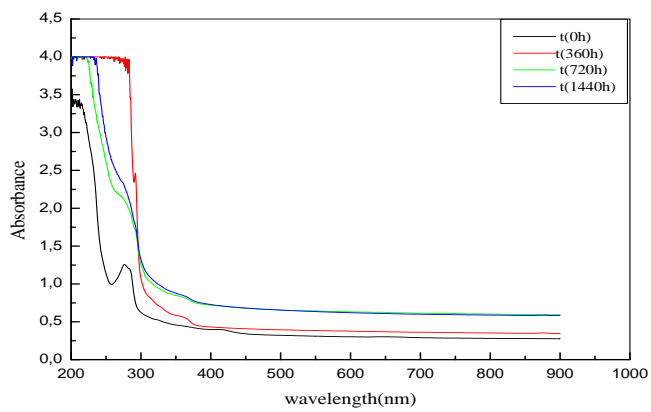


Figure IV. 16: spectre UV-visible en de PVC /FPD (85/15)%

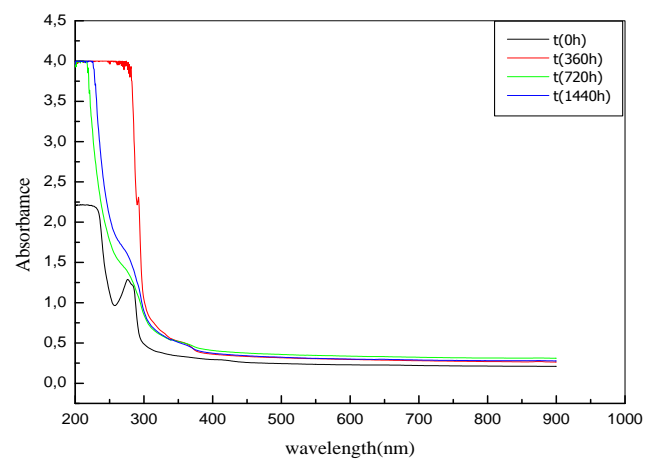


Figure IV. 17: spectre UV-visible en de PVC /FPD (80/20)%

## ***CONCLUSION GENERALE***

### *Conclusion générale*

D'après les caractérisations effectuées sur les films composites préparés, on peut conclure que :

- Les composites peuvent être préparés par une méthode simple et facile.
- Le processus de dégradation du PVC peut être suivi par l'IRTF et UV-visible.
- L'ajout d'une charge végétale à la matrice thermoplastique ,modifie grandement les propriétés optiques du matériau(transparence).
- La méthode d'évaporation du solvant influe sur l'aspect de la surface des films composites.

## ***REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES***

### Références bibliographiques

[1] REACH for Polymères, meilleures méthodes d'essai et techniques disponibles

©2011, Smithers Rapra.

[2] **M. Fontanille, Y. Gnanou**, « Chimie et Physico-chimie des Polymères » ; DUNOD ; paris ; 3<sup>e</sup> édition ,( 2005)

[3] « La chimie des polymères », Université Médicale Virtuelle Francophone, PDF,(2010).

[4] Polymères et composites A. Guidoum matériaux de construction .PDF

[5] **D. Ausseur** , «Poly (chlorure de vinyle)» ,Technique de l'ingénieur , AM 3325 , France.

[6] «Feuille ressource Jouets en PVC : questions et réponses » [en Ligne] Disponible sur le site : «[http:// www.cccf-fcsge.ca/](http://www.cccf-fcsge.ca/) Feuille ressource Jouets en PVC : questions et réponses » ( 2004).

[7] **M. laurent augier**,Etude de l'élaboration de matériaux composites PVC/bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité, thèse( 2007).

[8] George Odian, «Principles of polymerization», Polytechnica, Paris, (1994).

[9] « Fabrication des polymères »Document de référence sur les meilleures techniques Disponibles,(2007).

[10] **M. BOUTAMINE, A. RAHAL**, thème « Etude Mécanique thermique et Economique de quelque Mélange à base de PVC Proposé par l'ENICAB de BISKRA »mémoire de master université Mohamed Khider – Biskra, (2013).

[11] «Oui, c'est du PVC Un choix durable pour le secteur de la construction » ,[en Ligne] Disponible sur le site : «<http://www.pvcinfo.be> .PDF».

[12] **Michel fontanille, Jean-Pierre vairon** « Polymérisation »A3 040,Techniques de l'Ingénieur.

[13] **S.GAGGIONE** ,«Le polychlorure de vinyle» , [ en ligne ] , Disponible sur le site : «[http:// www.gaggione.fr/downloads/polychloruredevinylepvc.pdf](http://www.gaggione.fr/downloads/polychloruredevinylepvc.pdf)».

[14] « Dossier de presse Le PVC dans la construction», [en ligne] , Disponible sur le site : «[http://www .la.plasturgie. fr /communiquers /PVC\\_construction\\_mars2010.pdf](http://www.la.plasturgie.fr/communiquers/PVC_construction_mars2010.pdf) » , forum PVC France , (2010).

## Références bibliographiques

---

- [15] **GHERARDI .B**, Organisation multi échelle et stabilité colloïdale de suspensions d'argiles organophiles en milieu organique. Thèse chimie-physique : Université d'Orléans, 160, (1998).
- [16] **Antoine Congieras**, « Mise au point d'un milieu solide inerte pour l'étude de la biodégradation des polymères dans le composte ». Thèse, Université de Reims Champagne Ardenne.(2005).
- [17] **J .verdu**, « Vieillissement physique des plastiques », Techniques de l'Ingénieur, A 3150.
- [18] **Lionel Vignoud**, « Evolution des propriétés macroscopiques de deux résines époxydes lors du vieillissement sous irradiation »Thèse, INSA, Lyon.(2001).
- [19] **Y. Mecheri**, « Influence du mode de vieillissement thermique sur les propriétés du polyéthylène réticulé chimiquement utilisé dans l'isolation des câbles moyenne tension », Thèse de Doctorat, ENP (2008).
- [20] **J. Verdu**, « Effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques », EDP Sciences, Echanges physique- Industrie, (2000).
- [21] **M. Nedjar, A. Boubakeur, A. Bérroual, M. Bournane**, Thermal aging of polyvinyl chloride used in electrical insulation, Annales de Chimie, Science des matériaux, Volume 28, (2003).
- [22] **Xavier Collin – Jacques Verdu**, « Vieillissement Thermo Oxydant des Composants à Matrice Organique ». Prédiction des durées de vie RCMA,(2002).
- [23] **Xavier Collin**,« Modélisation Cinétique de la Thermo oxydation de Matériaux Polymères et Composites à Hautes Performances Thermomécaniques ».Thèse ENSAM,(2001).
- [24] **C. Menguy**, « Mesure des caractéristiques des matériaux isolants solides », Techniques de L'ingénieur, (1997).
- [25] **J. VERDU**, « Différents types de vieillissement chimique des plastiques » Techniques de l'Ingénieur, AM 3152, France.
- [26] **Quet, J-P**, Polyéthylènes linéaires. Volume 4, traité Génie des Procédés, déc. (1992).

## Références bibliographiques

---

- [27] **Jean pierre Mémoriser- Ernest Maréchal** , "Traité des matériaux". « Chimie des polymères- Synthèses Réactions dégradations ».Presses Polytechnique Romandes. Lausanne (1996).
- [28] **Jean-Luc Wertz** ,« Les bio composites et composites polymère-chanvre en particulier», Disponible sur le site : «[http://www .valbiom.be](http://www.valbiom.be)\_ Juillet 2014. pdf », (2014).
- [29] **Mustapha Malha**, « Mise en œuvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites : polymère thermoplastique renforcé par des fibres de doun ». Thèse de doctorat, université Mohammed V,( 2013).
- [30] **Kessaissia Karima**, thème « Modélisation et simulation interactions composites nanotubes de carbone /polymères, mémoire magister, Université Hassiba Ben Bouali- Chlef, (2009).
- [31] **Sellami Asma**, « Elaboration des composites cimentaires à base de fibres végétales locales (le diss) : Caractérisation, Durabilité et Application au cas de la maçonnerie », Thèse de université badji mokhtar – annaba, (2015).
- [32] **Christophe PARIS**, « Étude et Modélisation de la Polymérisation Dynamique de Composites à Matrice Thermodurcissable » thèse de Institut National Polytechnique de Toulouse ,( 2011).
- [33] **Jérémie Aucher**, « Etude comparative du comportement composites à matrice thermoplastique ou Thermodurcissable» Autre. INSA de Rouen, Français (2009).
- [34] **Abdoulaye SEYNI**, « Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par Co-broyage » Thèse de Institut National Polytechnique de Toulouse,( 2008).
- [35] **Abir Mahfoudh**, « Étude de la production et de la caractérisation de composites bois-plastiques »mémoire de université Laval-canada , (2013).
- [36] **LOUIS BERREUR**, « L'industrie française des matériaux composites » Rapport final de ministre de l'économie des finances et de l'industrie, (2002).
- [37] **Cécile-Anne Naudin,Claude Clozza**, « les charges » Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites.
- [38] glossaire des matériaux composites ,édition C.A.R.M.,octobre (2006).

## Références bibliographiques

---

- [39] **Rouam Kamila**, Thème « Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles », mémoire magister, université Mohamed bougara-boumerdes, (2014).
- [40] **Mohamed ragoubi** ,« Contribution à l'amélioration de la compatibilité Interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne » Thèse de université Henri Poincaré,( 2010).
- [41]**A. MOKHTARI**, Thème « Influence des ajouts de fines minérales sur les Performances Mécaniques des Bétons Renforcés de Fibres Végétales de Palmier Dattier », mémoire magister université de kasdi merbah – Ouargla,( 2006).
- [42] **FRD**- Troyes France - Fibres et renforts végétaux Solutions composites Mars,( 2012).
- [43]**Houda Saad**, « développement de bio composites à base de fibres végétales et de colles écologiques »,Thèse docteur de université de peau et des pays de l'Adour ,( 2013).
- [44] **David SEDAN**,« Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du Composite »Thèse de docteur de l'université de limoges,(2007).
- [45] glossaire des matériaux composites renforcés de fibres d'origine renouvelable ,édition C.A.R.M.A ,décembre (2006).
- [46]**Saddam Mekki** « préparation et caractérisation d'un matériau composites» mémoire de master, université d'el oued,( 2013).
- [47] **ADIL SBIAI**, « Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier » : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres. Autre. INSA de Lyon, (2011).
- [48 ] **Jean-Luc Gardette**, « Caractérisation des polymères par spectrométrie optique »Techniques de l'Ingénieur, AM 3 271.

# ***ANNEXES***

## Annexes

<b>Temps(h)</b>	<b>24</b>	<b>96</b>	<b>168</b>	<b>264</b>	<b>288</b>
<b>Poids de échantillon(g)</b>					
<b>M<sub>1</sub> (100/0)</b>	1.9734	1.9262	1.9240	1.9157	1.9039
<b>M<sub>2</sub> (95/5)</b>	1.8878	1.8498	1.8455	1.8387	1.8283
<b>M<sub>3</sub> (90/10)</b>	2.0019	1.9712	1.9534	1.9471	1.9340
<b>M<sub>4</sub> (85/5)</b>	2.1053	2.0052	1.9970	1.9903	1.9773
<b>M<sub>5</sub> (80/20)</b>	1.9916	1.9026	1.8961	1.8902	1.8768

**Tableau IV.2** :la variation du poids des films composites en fonction du temps d'évaporation du solvant.

## Résumé:

Notre travail consiste en l'étude de la dégradation photochimique du composite à base d'une matrice thermoplastique qu'est le PVC et une charge organique végétale issue du palmier dattier (*Phoenix dactélyfira*). Les films préparés par évaporation du solvant (THF) à différents taux de charge sont exposés aux rayonnements solaires et à l'air libre. La dégradation est suivit par deux méthodes spectroscopiques, l'infrarouge a transformé de fourrier IRTF et l'UV- Visible.

**Mots-clés:** matériaux composites, charge végétale, PVC polymères, palmier dattier.

## Abstract:

That Our work is study of the photochemical degradation of the composite based on a thermoplastic matrix that is PVC and vegetable organic local bow form the date palm (*Phoenix dactélyfira*).film prepared by evaporation of the solvent (THF) at different charge rates are exposed to solar radiation and in the open. The degradation is followed by tow spectroscopic methods, infrared fairy transformed IRTF and UV-Visibl.

**Keywords:** composite materials, vegetable filler, PVC polymers, date palm.

## ملخص:

إن عملنا هذا هو دراسة الانحلال الضوئي للمواد المركبة والتي تستعمل على شكل مصفوفة متكونة من البلاستيك الحراري (متعدد كلوريد الفينيل) محملة بالألياف النباتية المتوفرة (جريد النخل). المركبات تم الحصول عليها عن طريق تبخير المذيب منها و التي كانت نسبة الألياف فيها بكميات مختلفة. بعد تعرضها للأشعة الشمس و الهواء الطلق. درسنا انحلالها الطيفي بطريقتين، هما الطيف تحت الحمراء و الطيف فوق البنفسجي المرئي.

**مفتاح الكلمات:** المواد المركبة، الألياف النباتية، البوليميرات، جريد النخل.