

N° d'ordre :

N° de série :

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la
Recherche Scientifique



UNIVERSITE D'EL-OUED



FACULTE DE SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE

Mémoire de fin d'étude

Présenté pour l'obtention du diplôme de

MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences et techniques

Filière : génie des procédés

Spécialité : génie chimique

Présenté par : Mekki Saddam

Thème

PREPARATION ET CARACTERISATION
D'UN MATERIAU COMPOSITE
(POLYMERRE /CHARGE VEGETALE)

Juillet le 2013

Devant le jury composé de :

Melle
Mr
Mr
Mr

N. Lami
A.Boughezal
D. Barani
N. Rouahna

Président
Rapporteur
Examineur
Examineur

Université d'El-Oued
Université d'El-Oued
Université d'El-Oued
Université d'El-Oued

2012-2013

المجلس الأعلى للتعليم
جامعة القاهرة
كلية التربية
م 2346
660/1005/04
الدرجة الأولى

REMERCIEMENTS

Je remercier du fond du cœur Allah, le tout puissant ,qui nous a accordé la force ,la volonté et le courage afin de mener à bout ce travail.

Ce modeste travail n'est autre qu'un fruit de tant d'années de labeur et de sacrifices continus ou plusieurs personnes ont participé ,et à qui nous offrons une fière chandelle ,pour nous avoir donné de leur mieux afin de nous voir réussir et aller au-devant de nos rêves et de nos aspirations .

Je tiens à remercier vivement M.A. Boughezal pour nous avoir confié ce travail et pour son aide ,sa patience ,ses encouragements et ses conseils précieux.

Mes vifs remerciement à tous ceux qui nous ont aidé de loin ou de prés.

Je tenais à remercier Monsieur le président et les membres du jury qui ont accepté de juger ce travail.

Symboles	Désignations
UV	Le rayonnement ultraviolet
Cu	Cuivre
Zn	Zinc
ABS	Acrylonitrile Butadiene Styrene
PVC	Poly(chlorure vinyle)
CVM	Chlorure vinyle monomère
T _{eb}	Température d'ébullition
W	Watt
m	Mètre
K	Kelvin
J	Joule
kg	Kilogramme
µm	Micromètre
mm	Millimètre
g	Gramme
cm ³	Centimètre cube
m ³	Mètre cube
CV%	Variabilité de la concentration
FSPD	Fibre de surface de palmier dattier
km	Kilomètre
P.C	Principales caractéristiques
s	Seconde
PEBD	Polyéthylène à base densité
PEHD	Polyéthylène à haute densité
PS	Polystyrène
PMMA	Poly (méthacrylate de méthyle)
P.M.T	Principales matrices thermoplastiques
PP	polypropylène
PAV	Le poly (acétate de vinyle)
PE	Polyéthylène
THF	Tetrahydrofurane

Liste des tableaux:

Tableau I.1 :Masse volumique ,résistances à la traction et résistances spécifique de quelque métaux et polymère	9
Tableau I.2 : Propriétés mécaniques du PVC	15
Tableau II.1 : Propriétés affectées par l'incorporation d'une charge.....	21
Tableau II.2: Les propriétés physiques et mécaniques des fibres végétales.....	24
Tableau II.3 : Composition chimique de quelques fibres végétales.....	25
Tableau II.4: Domaine d'utilisation de fibre végétale	25
Tableau II.5 : Principales propriétés physiques des FSPD.....	26
Tableau III.1: les principales matrices thermoplastiques utilisées, ainsi que leurs principales caractéristiques.....	33

Liste des figures :

Figure I.1: Photo de Hermann Staudinger.....	2
Figure I.2: Classification des architectures macromoléculaires selon Tamolia.....	3
Figure I.3: Voies, types et procédés de polymérisation.....	5
Figure I.4: La variation de rigidité en fonction de température.....	10
Figure I.5: La résistance à la traction d'un polymère à chaînes linéaires est fonction de sa masse moléculaire moyenne	11
Figure I.6: Variations du comportement mécanique ; ductilité-fragilité , résistance à la traction, ténacité.....	12
Figure II.1 : Les différentes formes de fibres	22
Figure II.2: Schéma de classification de fibre végétale	23
Figure II.3 : Présentation schématique d'un palmier dattier.....	27
Figure III.1: Matériau Composite.....	30
Figure III.2: Différents mélanges possibles pour la formation de matériaux composites à partir des trois types de matrices	31
Figure III.3: Schéma du phénomène de fragmentation lors du co-broyage.....	36
Figure III.4: Différentes étapes d'agglomération au cours du co-broyage : (a) soudure, (b) enrobage et (c) agglomération.....	36
Figure IV.1: Poudre de PVC.....	40
Figure IV.2: Ulves de Palmier dattier.....	40
Figure IV.3: Schéma du mode opératoire.....	41
Figure IV.4 : Photo de l' appareil de extraction utilisé.....	42
Figure IV.5 : Opération de lavage	43
Figure IV.6 : L'étuve utilise pour éliminer d'eau	43
Figure IV.7 : Rebroyage de la fibre	43
Figure IV.8 : Photo des solution composites.....	44
Figure IV.9 : Photo des films après évaporation du solvant.....	44
Figure IV.10: Images de la surfaces des films composites.....	45
Figure IV.11: La variation du poids des films composites en fonction du temps.....	46
Figure IV.12: Variation de la dureté (Shore D) des composites en fonction de la quantité de la fibre végétale.....	47

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	1
-----------------------------	---

PARTIE THEORIQUE

Chapitre I : Les Polymères

I.1. Historique.....	2
I.2. Définition.....	2
I.3. Différentes classes de polymères.....	3
I.3.1. Classification selon l'origine.....	3
I.3.2. Classification selon l'architecture.....	3
I.3.3. Classification selon la structure chimique.....	4
I.3.4. Classification selon le comportement thermique.....	4
I.4. Préparations des polymères.....	5
I.4.1 Polymérisation en chaîne.....	5
I.4.1.1 La polymérisation radicalaire.....	6
I.4.1.2 La polymérisation cationique.....	8
I.4.1.3 La polymérisation anionique.....	8
I.4.2 Polycondensation.....	8
I.5. Propriétés des polymères	9
I.5.1. Propriétés physiques.....	9
I.5.2. Propriétés mécaniques.....	10
I.5.3. Autres propriétés.....	11
I.6. Utilisation des polymères	12
I.7. Le PVC (Polychlorure de vinyle	12
I.7.1. Introduction	12
I.7.2. Obtention du PVC.....	13
I.7.3. Production et transformation du PVC.....	14
I.7.4. Propriétés.....	15
I.7.4.1. Propriétés physiques.....	15
I.7.4.2. Propriétés mécaniques.....	15



1.7.4.3 Propriétés chimiques.....	16
1.7.4.4 Propriétés électriques.....	16
1.7.4.5 Propriétés thermiques.....	16
1.7.5.Applications.....	16

Chapitre II : Les Charges végétales

II.1. introduction.....	18
II.2. Définition.....	18
II.3.Les différents types des charges.....	18
II.4.Les différentes propriétés affectées par les charges.....	20
II.5.Les Fibres végétales.....	22
II.5.1.Introduction.....	22
II.5.2.Définition.....	22
II.5.3.Classification des fibres végétales.....	22
II.5.4.Caractéristiques des fibres végétales	24
II.5.4.1 Caractéristiques physique et mécaniques.....	24
II.5.4.2 Caractéristiques chimique	24
II.5.5.Domaine d'utilisation de fibre végétale	25
II.5.6.Les fibres issus du palmier dattier	26
II.5.6.1 Généralité	26
II.5.6.2 Description et zone de culture	26

Chapitre III : Les Matériaux composites

III.1.Généralités.....	30
III.2.Composition d'un matériau composite.....	30
III.2.1.Les matrices polymères.....	31
III.2.2.Les renforts (charge).....	34
III.3.Relation matrice - renfort.....	34
III.4.Méthode de préparation d'un matériaux composites.....	34
III.4.1.L'extrusion.....	34
III.4.2.La synthèse chimique.....	35
III.4.3. Le co-broyage.....	35
III.5.Intérêt des matériaux composites.....	37
III.6.Application des matériaux composites.....	36

PARTIE EXPERIMENTALES

Chapitre IV: Partie expérimentales

Méthodologie expérimentale

IV.1.méthodologie expérimentale.....	40
IV.1.1. Produits et matériel utilise.....	40
IV.1.1.1 Produit.....	41
IV.1.1.2 Matériel	41
IV.1.2.Méthode de préparation.....	41
IV.1.2.1 Préparation de la solution de polymère	41
IV.1.2.2 Préparation de la fibre.....	42
IV.1.2.3 Préparation des composites.....	44

Résultat et discussion

IV.2.Resultat et discussion.....	45
IV.2.1.Caractérisation des films composites	45
IV.2.1.1 Texture de la surface	45
IV.2.1.2 Mesure du poids des films	46
IV.2.1.3 Test de dureté (shore D)	47

<i>Conclusion générale</i>	48
---	----

<i>Références bibliographiques</i>	49
---	----

<i>Annexes</i>	52
-----------------------------	----

Introduction générale:

Un composite est un matériau constitué d'une matrice généralement polymérique renforcé par une charge minérale ou organique. La matrice peut être un seul polymère ou un mélange de polymères, elle assure la souplesse surtout du composite, tandis que la charge améliore les propriétés mécaniques et thermiques.

Un composite peut être préparés soit à l'état fondu ou en solution, la méthode de préparation affecte grandement les propriétés finale du matériau.

L'utilisation des matériaux composites ne cesse de croître et les domaines d'application se multiplient d'un jour à l'autre. Cependant, le problème de dégradation et donc les exigences de l'environnement sont en faveur de l'utilisation des composites à base de fibres végétales et c'est dans ce sens que notre travail a été réalisé.

Notre mémoire se compose de deux parties, la première, contient trois chapitres théoriques et la deuxième est une partie expérimentale.

Le premier chapitre se focalise sur les polymères en générale. Le deuxième traite le domaine des charges en générale et, en particulier, la fibre végétale. Le troisième chapitre est consacré aux matériaux composites.

La partie expérimentale est un travail préliminaire consiste en la préparation de la fibre végétale, son traitement et l'incorporation de celle-ci dans une matrice polymérique qu'est le PVC. Les composites sont obtenus par évaporation du solvant sous forme de films.

1.1. Historique:

Bien que l'homme ait depuis longtemps utilisé des polymères naturels, comme les fibres textiles par exemple, il faut attendre 1830 pour que la science s'y intéresse.

Au départ, on a transformé chimiquement des polymères naturels pour générer des polymères artificiels. La vulcanisation du caoutchouc en 1844 par Goodyear et la production de nitrocellulose pour remplacer la soie en sont les deux grands exemples.

Le terme polymère est pour la première fois utilisé en 1866 par Berthelot lors d'une de ses observations, il désigne ainsi probablement le premier polymère synthétique reconnu, le polystyrène.

Une étape importante est franchie avec la production industrielle de polymères synthétiques, comme la bakélite en 1910.

Même si la notion de macromolécule est présagée au début du XIXe siècle, de nombreux chercheurs ne voient là que des agrégats ou micelles. Cette notion n'apparaît que tardivement dans l'histoire de la chimie, dans les années 1920, avec les travaux d'Hermann Staudinger. Il est le premier à proposer la notion de polymère comme connue aujourd'hui, il a ainsi ouvert la voie à la science et à la technologie des polymères.



Figure 1.1 :
Photo d'Hermann
Staudinger

Il a obtenu le prix Nobel en 1935 pour ses travaux.

Ce n'est cependant qu'au cours de la décennie suivante que la théorie macromoléculaire définitivement remplacé la théorie micellaire à laquelle elle était opposée[1].

1.2. Définition :

Les polymères représentent une classe de matériaux de plus en plus importante. Ils concurrencent les matériaux traditionnels, métaux et matériaux minéraux, grâce à:

- Leur faible densité alliée à des propriétés thermomécaniques de plus en plus élaborées;
- Leurs propriétés très spécifiques (cas des polymères fonctionnels);
- Leur possibilité de recyclage, au moins en ce qui concerne les matières thermoplastiques.

Les polymères sont des matériaux composés de très longues chaînes (macromolécules) elles-mêmes formées de molécules élémentaires (monomères) assemblées entre elles. Ces chaînes sont principalement constituées d'atomes de carbone sur lesquels sont fixés des éléments comme l'hydrogène ou l'oxygène. D'autres éléments, notamment le chlore, l'azote ou le fluor, peuvent encore intervenir dans la composition de la chaîne [2].

I.3. Différentes classes de polymères:

Plusieurs classifications des composés macromoléculaires peuvent être proposées selon qu'on choisit l'origine, le type d'architecture, la structure chimique des motifs ou le types de polymérisation, comme base de la classification[3].

I.3.1. Classification selon l'origine:

Les polymères classés selon l'origine peuvent être:

- Des polymères naturels : ce sont des composés organiques formant la matière vivante, comme les protéines, les acides nucléiques, la cellulose, la chitine...
- Des polymères obtenus par modification chimique d'un polymère naturel, exemple: méthylcellulose.
- Des polymères synthétiques : ce sont les matières plastiques, les élastomères, les fibres, les adhésifs [3].

I.3.2. Classification selon l'architecture:

Selon Tomalia [4], les architectures macromoléculaires peuvent être divisées en quatre grandes familles : les polymères linéaires, ramifiés, réticulés et plus récemment, les polymères dendritiques.

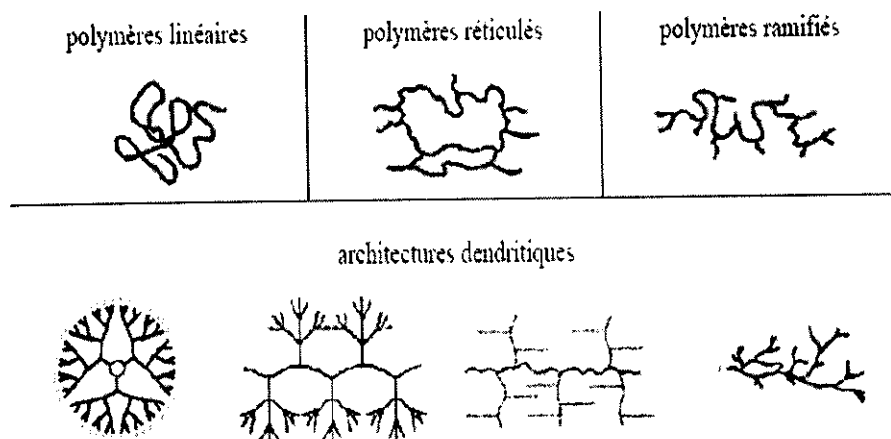


Figure I.2: Classification des architectures macromoléculaires selon Tomalia[4].

I.3.3. Classification selon la structure chimique:

La structure chimique des motifs permet une classification des composés macromoléculaires en homopolymères et copolymères.

a) Les homopolymères: Sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité, ces homopolymères sont des longues chaînes formées par la répétition d'un monomère, leurs propriétés mécaniques, écoulement à l'état fondu, optique, sont dues à la structure chimique des monomères et à la longueur des chaînes [5].

Il existe au sein des homopolymères différentes familles, on trouve: les homopolymères linéaires, branchés et étoilés.

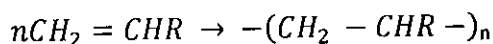
b) Les copolymères: Sont des polymères qui possèdent plusieurs unités, comme pour les homopolymères, les copolymères peuvent se classer dans différentes familles, citons: le mode statistique, alterné, séquencé et greffé.

I.3.4. Classification selon le comportement thermique:

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

a) Les thermoplastiques: Ramollissent sous l'effet de la chaleur, il deviennent souples, malléables et durcissent à nouveau quand on les refroidit, ces matériaux conservent leurs propriétés et ils sont facilement recyclables. Leurs polymères de base sont constitués par des macromolécules linéaires reliées par des liaisons faibles qui peuvent être rompues sous l'effet de la chaleur ou de fortes contraintes, elles peuvent alors glisser les unes par rapport aux autres pour prendre une forme différente et quand la matière refroidit, les liaisons se reforment et les thermoplastiques gardent leurs nouvelles formes [6].

L'exemple type est celui des composés polyvinyliques :



b) Les thermodurcissables: Les matières thermodurcissables sont les produits dont la transformation conduit, par une réaction chimique, à des composés macromoléculaires tridimensionnels qui sont des matières thermo-durcies ou thermo-rigides. Dans ce cas les chaînes de départ sont beaucoup plus courtes et plus réactives, ces chaînes vont se lier ensemble chimiquement, cette réaction conduit à des liens chimiques rigides et met en jeu toutes les molécules présentes pour former un réseau tridimensionnel [7].

c) **Les élastomères**: Ces polymères présentent les même qualités élastiques que le caoutchouc, un élastomère au repos est constitué de longues chaînes moléculaires repliées sur elles même, sous l'action d'une contrainte, les molécules peuvent glisser les unes par rapport aux autres et se déformer [8].

I.4. Préparations des polymères :

On distingue deux grandes catégories de réactions chimiques permettant la préparation des polymères :

- La polymérisation en chaîne, pour produire par exemple le polyéthylène, le polystyrène, le polypropylène;
- La polycondensation (polymérisation par étapes, pour produire par exemple le PET (Polyéthylène téréphtalate)) [9,10].

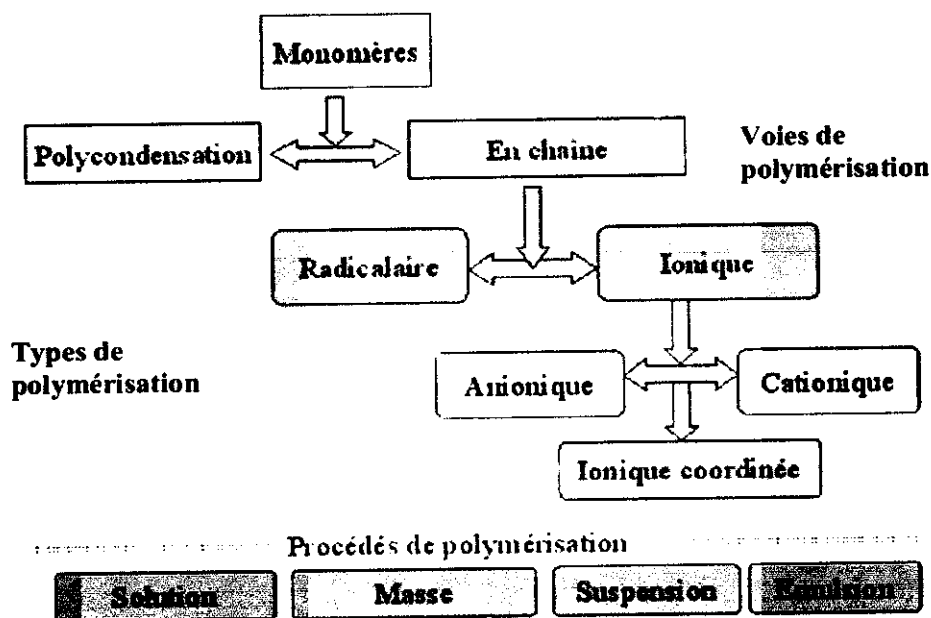


Figure I.3: Voies, types et procédés de polymérisation [11].

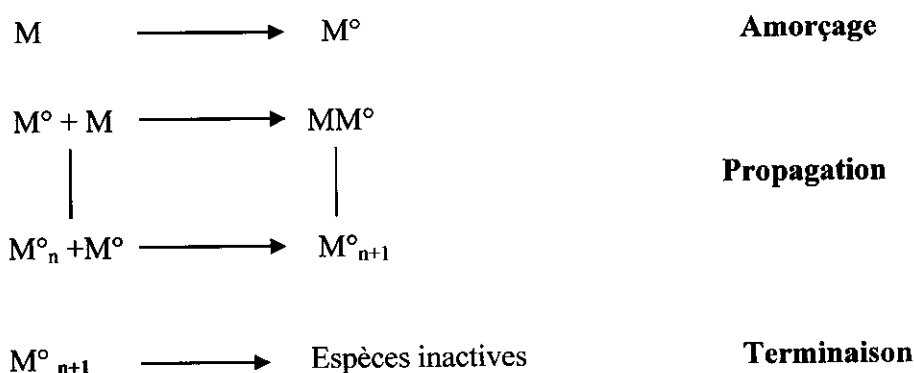
I.4.1. Polymérisation en chaîne :

Une réaction de polymérisation en chaîne, est une réaction conduisant à la formation de polymères par additions successives de monomères sur une extrémité active de la chaîne macromoléculaire (centre actif noté *) [12]. On peut la schématiser par :



La «chaîne cinétique» commence par l'élaboration du centre actif qui constitue le site d'amorçage, capable d'attaquer une première molécule de monomère. L'ensemble de ces deux événements constitue la réaction d'amorçage proprement dite. La molécule formée reste porteuse d'un centre actif de même nature et est donc capable d'attaquer une nouvelle molécule de monomère, et ainsi de suite. La chaîne cinétique se poursuit donc par un grand nombre de réactions de cette nature, dites réactions de propagations.

Elle se termine par la destruction du centre actif, dite réaction de terminaison. Ces différentes étapes sont schématisées ci-dessous :



Le centre actif peut être un radical libre (Polymérisation radicalaire), un carbocation (Polymérisation cationique) ou un carboanion (Polymérisation anionique).

I.4.1.1 La polymérisation radicalaire : La polymérisation par voie radicalaire est une réaction qui, comme son nom l'indique, fait intervenir comme espèce réactive R^* appelée radical libre. Cette technique trouve son succès dans sa facilité de mise en œuvre [13], la durée de réaction est très courte et la formation des polymères de hauts poids moléculaires est aussi rapide.

a) L'amorçage : Nommée également initiation, elle comprend deux réactions successives :

➤ La génération de radicaux (dits primaires) à l'aide d'une substance dénommée amorceur A.



➤ L'addition du radical primaire sur une première unité monomère M pour former le premier maillon de la chaîne polymère en croissance.



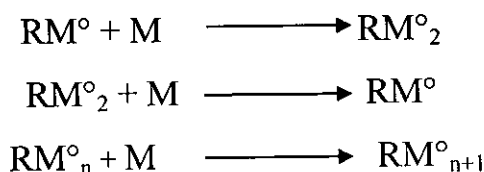
Cette étape apporte l'énergie nécessaire à l'activation d'un certain nombre de chaînes radicalaires. Elle est le plus souvent chimique, grâce à la décomposition thermique d'un amorceur. Elle peut aussi être photochimique et, dans ce cas, l'activation est provoquée par un rayonnement (UV, Gamma, X).

L' amorçage chimique : Est le plus souvent utilisé au niveau industriel. Son principe est que dans le milieu réactionnel, il existe des molécules capables de se composer thermiquement ou par des réactions chimiques en radicaux libres. Son avantage est la vitesse à laquelle les amorceurs se décomposent en radicaux et la possibilité de leur réaction avec les monomères [14] .

L' amorçage thermique : En général utilisé spécifiquement dans un certain intervalle de température, en fonction de la cinétique de décomposition des amorceurs thermiques.

L' amorçage photochimique : L'activation photochimique est l'une des méthodes les plus efficaces pour créer des espèces réactives et amorcer ainsi des réactions chimiques pouvant conduire à la synthèse de nouveaux matériaux bien définis ; les échantillons sont exposés à un rayonnement lumineux : Le plus souvent c'est le rayonnement UV, mais aussi par radiation γ ou par bombardement par un faisceau d'électrons (EB). Elle implique en général l'utilisation de photo-amorceurs qui sont excités par le rayonnement et permettent la production de radicaux ou de carbocations, soit directement, soit indirectement par des processus de transfert d'énergie. Un des problèmes rencontrés et difficiles à résoudre est l'effet inhibiteur de l'oxygène sur les polymérisations radicalaires[15].

b) La propagation : La propagation se fait par additions successives de molécules de monomères sur la partie active de la chaîne croissante. Cette réaction se fait en une fraction de seconde et ramène à une géante molécule, avec un radical libre au bout de la chaîne. Un processus est maintenant indispensable qui va terminer la grande chaîne, la réaction de terminaison [16].



c) La terminaison : La réaction de terminaison consiste en la destruction du centre actif qui est localisé à l'extrémité de la chaîne en croissance et peut, en principe, se faire

de différentes façons (chocs sur une paroi, réaction avec des impuretés, etc.). Cette réaction peut s'effectuer suivant deux mécanismes, couplage ou dismutation.

Dans le cas d'une polymérisation, cette réaction arrête la croissance des chaînes macromoléculaires ; les macromolécules sont ainsi terminées.

I.4.1.2 La polymérisation cationique [17] : La partie est un carbocation, où un des atomes de carbone porte une charge positive, associée à un contre-ion chargé négativement. Les monomères peuvent être :

- Des oléfines (isobutylène);
- Des éthers vinyliques $\text{CH}_2=\text{CHOR}$;
- Des carbures insaturés (styrènes, indène, benzofurane);
- Des composés hétérocycliques (oxirane, tétrahydrofurane, cyclosiloxane);

Le groupe R doit être donneur d'électrons (isobutylène, éther vinylique) ou stabiliser localement par résonance (styrène, indène).

I.4.1.3 La polymérisation anionique: La partie active est un carbanion (l'un des atomes de carbone porte une charge négative) ou un oxanion (la charge négative est portée par un atome d'oxygène) associé à un contre-ion Me^+ , chargé positivement et souvent métallique. La polymérisation peut se faire par ouverture d'une double liaison (styrène, diènes, acrylonitrile, vinylpyridine) ou d'un cycle (oxirane, lactone, lactame....)[18].

I.4.2 Polycondensation :

Dans ce type de polymérisation, les macromolécules résultent de réactions successives entre les fonctions antagonistes portées par des molécules plurifonctionnelles (fonctionnalité ≥ 2). La réaction se produit dans les conditions où réagissent habituellement les fonctions organiques concernées, par simple chauffage ou en présence d'un catalyseur convenable. Les condensations qui, généralement, éliminent à chaque étape un tiers constituant, comme l'eau, un alcool ou un hydracide, interviennent au départ entre molécules monomères puis, au fur et à mesure de l'avancement de la réaction, entre les molécules polymères formées, pour conduire (théoriquement) au stade ultime de l'unique macromolécule.

03 types de réaction de polycondensation sont distingués :

- Réactions qui se font avec élimination du produit de condensation.
- Réactions sans formation de produit secondaire de réaction.
- Polymérisation par recombinaison des radicaux [12].

1.5. Propriétés des polymères [19] :

1.5.1. Propriétés physiques:

a) Masse volumique : Peu élevée par rapport aux autres types de matériaux;

➤ la légèreté est une des qualités ayant le plus contribué à la diffusion des polymères;

➤ Cause : Faible poids atomique des atomes constituant les chaînes (H et C) 0,9 à 2,2 g/cm³.

Tableau I.1 : Masse volumique ,résistances à la traction et résistances spécifique de quelques métaux et polymères .

Matériaux	Masse volumique (g/cm ³)	Résistance à la traction R _m (MPa)	R _m /p
Acier à 0,1% C laminé à froid.	7,8	450	58
Laiton (Cu-30% Zn) recuit	8,3	400	48
Al-4% Cu ,trempé et vieilli	2,8	350	125
Polyéthylène de haute densité (PEHD)	0,96	30	30
Nylon 6-6 (PA 6-6)	1,12	80	71
ABS	1,1	45	41

b) Propriétés thermiques :

➤ Coefficient de dilatation linéique élevé : couplage métal/polymère;

➤ Conductivité thermique faible : Utilisation comme isolants (mousses).

c) Propriétés électriques: Faible conductivité , isolants électriques.

d) Propriétés optique: A l'état amorphe, les polymères transmettent bien la lumière;

Exemple : Polyacryliques : Transmission lumineuse > 90%

Utilisation pour les vitrages.

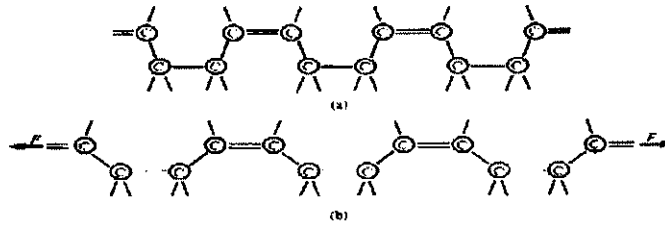
Polycarbonates : Transmission lumineuse > 88%

Utilisation pour les lentilles, les systèmes optiques des autos, etc.

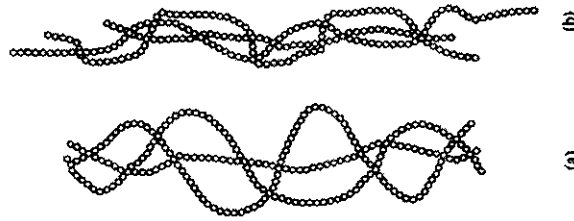
1.5.2. Propriétés mécaniques:

a) Déformations des polymères : Mécanismes de déformation:

- Variation des angles entre les atomes de carbone dans les liaisons covalentes C-C:



- Déploiement des chaînes qui sont enchevêtrées et repliées sur elles-mêmes:



b) Rigidité des polymères:

b) -1- Rigidité des thermoplastiques:

- Varie beaucoup avec la température

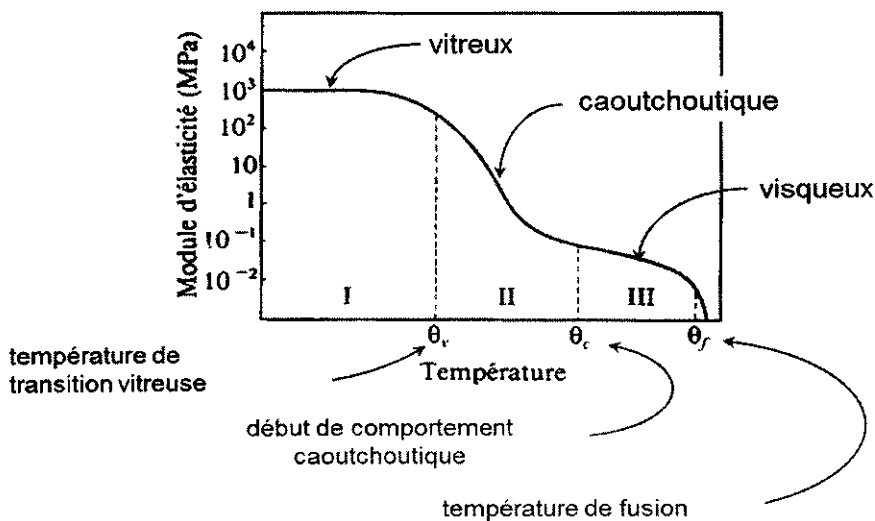


Figure I.4: La variation de rigidité en fonction de température

Zone 1 : Etat vitreux : polymère dans un état dur et fragile.

Zone 2 : Augmentation de la souplesse : comportement caoutchoutique.

Zone 3 : Effondrement de la rigidité: comportement de liquide visqueux.

b) -2- Rigidité des thermodurcissables:

- ⇒ Rigidité importante .
- ⇒ Conservée jusqu'à leur dégradation .

b)-3-Rigidité des élastomères:

- ⇒ Habituellement très faible.
- ⇒ Augmente avec la déformation (alignement des chaînes).
- ⇒ Augmentation avec le nombre de liaisons pontales .
- ⇒ Existence d'une température de transition vitreuse (transition ductile-fragile).

1.5.3. Autres propriétés:

a) Résistance à la traction:

⇒ La résistance à la traction d'un polymère à chaînes linéaires est fonction de sa masse moléculaire moyenne (longueur des chaînes) Exemple : caoutchouc ,synthétique butyle.

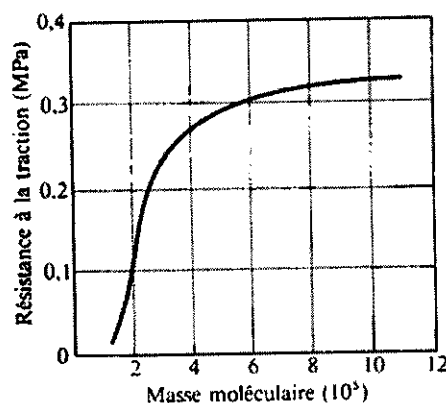


Figure I.5: La résistance à la traction d'un polymère à chaînes linéaires est fonction de sa masse moléculaire moyenne .

b) Transition ductile / fragile:

- ⇒ Domaine de température d'utilisation restreint;
- ⇒ Variations importantes des comportements mécaniques avec la température.

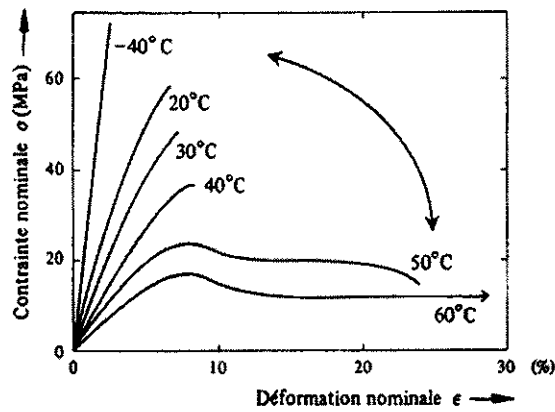


Figure I.6: Variations du comportement mécanique ; ductilité-fragilité , résistance à la traction, ténacité.

I.6. Utilisation des polymères :

On rencontre les polymères dans les petits objet usuel de la maison ,les appareils électroménagers ,et aussi en tant que matériaux de construction ,en revêtements et peintures ,dans les emballages , les pneus ,les fibres textile , les produit médicaux ,chirurgicaux ,prothèses, produits d'hygiène ,articles de loisirs ,pièces de structure dans les véhicules de transport ,les équipements électriques ,les circuits électronique ,les matelas mousses ,le colles. Ils s'infiltrant aussi dans l'alimentation ,les produits cosmétique le ciment ,etc [20] . Leur application industrielle majeures sont :

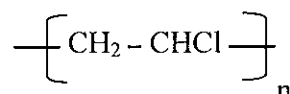
- Les thermoplastique :emballage ,automobile ...
- Les caoutchoucs : pneus ,joints ...
- Film minces : peintures ,adhésifs ...

I.7. Le PVC (Polychlorure de vinyle) :

I.7.1.Introduction :

Le polychlorure de vinyle (PVC) est un polymère de commodité d'importance économique majeure puisque sa production mondiale annuelle atteint 26million de tonnes ,sa consommation par habitant dans la pays industrialisé dépassant 13kg /an .Il est utilisé comme polymère thermoplastique ,sous de forme ;l'une rigide ,correspond au polymère ne contenant qu'une faible proportion d'additifs ,tandis que l'autre ,souple possède un teneur en plastifiant pouvant atteindre 50% [21].

Sa formule chimique est:

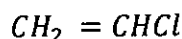


1.7.2.Obtention du PVC:

Le poly(chlorure de vinyle) (PVC) est obtenu par polymérisation du chlorure de vinyle monomère (CVM) ou monochloréthylène . La synthèse est réalisée par voie radicalaire au moyen d'initiateurs appropriés.

La découverte de cette réaction de polymérisation par le chimiste français Regnault date de 1835.

a) Synthèse du monomère(VCM): Depuis 1970, le chlorure de vinyle monomère de formule semi-développée :



est essentiellement produit à partir d'éthylène dans des unités de grande capacité pouvant atteindre 500 000 tonnes/an[22].

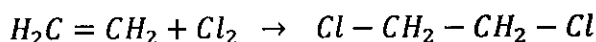
Le monomère est obtenu en trois méthodes :

- ➔ C'est un gaz ($T_{eb} = -14$) qui peut être produit par addition de HCL sur l'acétylène

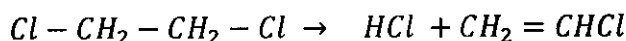


mais les méthodes les plus utilisées à l'heure actuelle sont:

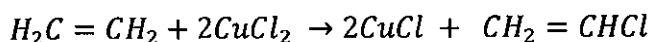
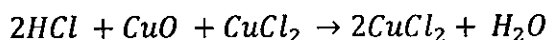
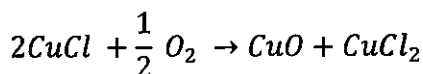
- ➔ La chloration directe de l'éthylène par addition électrophile catalysée par $FeCl_3$:



Suivi d'une pyrolyse du 1,2-dichloroéthane :



- ➔ L'oxydation de l'éthylène ,catalyse par $CuCl_2$:



Les deux méthodes peuvent être couplées , la seconde utilisant le HCL produit par la première .

Le chlorure de vinyle monomère est extrêmement toxique est ne peut être manipulé que dans de condition de haute sécurité .

Sa production mondiale est proche de 30 millions de tonnes ;elle est essentiellement réservée à la préparation du PVC et à celle de copolymère divers[21] .

b) préparation du PVC : Il est important de noter que poly(chlorure de vinyle) est en soluble dans son monomère . seule la polymérisation radicalaire est utilisé pour polymériser le VCM ,au moyen de toute les principales techniques applicable à la polymérisation en chaine : masse ,solution ,suspension ,émulsion[21].

I.7.3.Production et Transformation du polychlorure de vinyle PVC:

L'utilisation variée du PVC repose sur les propriétés intéressantes du polymère qui peut être fabriqué sur mesure grâce au procédé de transformation et à l'ajout d'additifs. C'est pourquoi il existe une grande quantité de types de PVC aux propriétés diverses. Les propriétés mécaniques du PVC peuvent varier d'une extrême rigidité à une très grande souplesse par l'addition contrôlée de plastifiants. L'ajout de toutes sortes de pigments permet de colorer le PVC.

a)Stabilisants : Les stabilisants primaires les plus fréquents sont des dérivés du plomb, du calcium, de l'étain ou du zinc. Autrefois, on utilisait également le cadmium mais celui-ci a été remplacé en raison de sa toxicité. A l'heure actuelle, on utilise également des stabilisants organiques dans certaines applications. Les Co-stabilisants augmentent encore davantage la stabilité du PVC.

b) Plastifiants: 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), mieux 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 sont notamment utilisés dans le PVC destiné aux emballages alimentaires et au matériel médical. Les phtalates ne se dégagent du PVC qu'enfaible quantité et se désagrègent facilement dans la nature [23].

c)Pigments : Certains pigments sont toxiques (surtout ceux contenant des métaux lourds) et leur utilisation est réglemantée dans la législation nationale et internationale.

Ils ne se dégagent pas du PVC en cas d'utilisation normale ou sous l'action des conditions atmosphériques.

d)Charges: Les charges sont utilisées pour réduire le prix de revient du PVC, augmenter sa résistance au feu et renforcer certaines propriétés physiques. Les charges les plus utilisées sont la craie, le talc et la dolomite. Ces charges ne présentent aucun danger pour la santé et l'environnement [24].

e)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 cires organiques, d'alcools gras, d'acides gras, d'esters ou de sels métalliques. Ils ne présentent aucun risque pour la santé et n'interviennent qu'à très faibles concentrations dans le PVC [25].

I.7.4.Propriétés:

I.7.4.1 Propriétés physiques: Le PVC est un polymère atactique donc essentiellement amorphe, mais il arrive que, localement sur de courts segments de chaînes, 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 1.38g/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 [26].

I.7.4.2.Propriétés mécaniques: Elles sont présentées dans le tableau.

Tableau I.2 : Propriétés mécaniques du PVC [26].

Propriétés	Unité	PVC rigide	PVC souple
Masse volumique	g/cm^3	1.38	1.3-1.7
Contrainte à la rupture	MPa	50	10-20
Allongement à la rupture	%	10-50	200 à 500
Résistance à la flexion	MPa	70-80	—
Module de traction	MPa	2400	—
Module de flexion	MPa	2000	—
Résilience	J/m	50-200	—

1.7.4.3. Propriétés chimiques :

a) Résistance aux agents chimiques : Le PVC non plastifié possède une résistance remarquable à un bon nombre de produits chimiques, une gamme étendue d'application où cette qualité revêt une importance primordiale. Par contre, le PVC plastifié est sensible à certains solvants organiques (aromatiques, cétoniques et chlorés).

b) Tenue à la lumière : (Résistance photochimique) : Compte tenu des précautions spéciales prises au stade de la formulation qu'à celui de la transformation, les compositions à base de PVC présentent une bonne tenue au vieillissement naturel, qui peut être améliorée par l'addition d'agents de protection anti UV et le choix de colorants ou pigments sélectionnés en vue d'utilisations particulières [27].

1.7.4.4 Propriétés électriques : Le PVC a de bonnes propriétés isolantes mais les pertes électriques dans le matériau sont suffisamment importantes pour permettre le soudage par haute fréquence [28].

1.7.4.5 Propriétés thermiques :

- Conductivité thermique : Elle est d'environ $0,2 \text{ W. m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.
- Capacité thermique massique : Elle est d'environ $1\,046 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.
- Pouvoir calorifique : Il est de 17 kJ/kg environ, pour les PVC non plastifiée 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} K^{-1} pour Les PVC non plastifiés et moins significatif pour les PVC plastifiés.
- Température de ramollissement Vicat : La température de ramollissement Vicat pour les PVC non plastifiés se situe entre 65 et 85°C . Pour des mélanges de PVC et de PVC chloré, elle peut atteindre des valeurs supérieures à 100°C .
- Température de fléchissement sous charge : Elle ne s'applique qu'aux PVC non plastifiés. Elle varie de 55 à 70°C selon les formulations et peut atteindre 90°C pour celles contenant du PVC chloré.
- Comportement au feu : Le PVC se décompose dans une flamme en libérant de l'acide chlorhydrique gazeux mais il est auto extinguable. Les PVC plastifiés brûlent plus facilement [29].

1.7.5. Applications:

Grâce à ses propriétés très diverses, le PVC est le polymère qui couvre tous les secteurs de l'activité économique. C'est aussi un des plus utilisés puisqu'en 1996, avec

une consommation mondiale de 20 millions de tonnes dans le monde dont 830 kT en France et près de 5 000 kT en Europe de l'Ouest, il se place au second rang derrière le polyéthylène.

Cette diversité de propriétés et son aptitude à répondre favorablement à plusieurs exigences cumulées en font un matériau de choix pour les secteurs du bâtiment, de l'emballage, de l'électricité et de l'électronique, des transports et de la santé.

Les 2/3 des applications du PVC ont une durée de vie de 15 à plus de 50 ans.

a) Bâtiment : Le PVC est le matériau de synthèse le plus utilisé dans le bâtiment.

En Europe de l'Ouest : plus de 50 % du polymère est consommé dans ce domaine.

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

c) Électricité, électronique : Grâce à la combinaison de ses bonnes propriétés diélectriques et de comportement au feu, le PVC occupe une position forte dans ce secteur, principalement en électricité. Avec 9 % de la consommation, ce secteur représente le 3^e débouché du PVC.

d) Santé-biens de consommation : Plus de 7 % du PVC est destiné à ces 2 secteurs.

e) Transports : Dans ce secteur, la consommation du PVC représente environ 3 % de la consommation totale. Par automobile, sur 100 kg de matières plastiques utilisées, 8 à 9 kg sont en PVC.

f) Valorisation du PVC en fin de vie : Le PVC est un matériau parfaitement valorisable. Des solutions industrielles ont été mises au point et fonctionnent correctement. L'utilisation du PVC de seconde génération se développe fortement (tubes, profilés...). Des études sont activement menées dans les secteurs électriques et automobile pour développer la valorisation en créant de nouveaux débouchés.

Cette valorisation repose sur 2 modes principaux :

- ➔ l'incinération,
- ➔ le recyclage de la matière [22].

II.1. Introduction:

Un polymère sous sa forme brute n'a pas souvent les qualités requises pour l'application à laquelle il est destiné. Il faut souvent ajouter au plastique des additifs (charges) qui vont jouer essentiellement sur l'esthétique, la stabilité (chimique, UV, chaleur et longévité...) et la plasticité.

II.2. Définition:

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 considérables ces dernières années.

Les matières thermodurcissables ont toujours contenu des charges de nature et de forme variées, 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 tel que la compatibilité avec la résine de base, la non-toxicité, l'absence de coloration ou d'impuretés gênantes, la neutralité et inertie chimiques, la stabilité à la chaleur et à la lumière, la faible absorption d'eau, n'avoir aucune influence sur la stabilité du polymère ou sa couleur.

Les charges réunissant l'ensemble de ces qualités sont rares, mais on peut toutefois pallier certains défauts par traitement spécial de la charge ou utilisation d'agents de couplage appropriés[30].

II.3. Les différents types de charges:

Différentes natures de charge peuvent être utilisées. On distingue trois grandes familles :

➤ Les charges minérales telles que le carbonate de calcium, le sulfate de calcium, qui sont souvent utilisées comme additif permettant de diminuer le coût de revient du matériau. Elles permettent aussi de modifier certaines propriétés mécaniques.

☞ Les charges métalliques qui permettent de conférer au matériau des propriétés électriques, ou d'améliorer leur comportement thermique.

☞ Les charges organiques (souvent des polymères) sont, la plupart du temps, utilisées pour améliorer les propriétés mécaniques et faciliter la mise en œuvre du matériau.

Les différentes familles de charges peuvent être décomposées et classées suivant leur type :

☞ Les charges particulières qui se divisent en deux sous-familles :

- Les charges renforçantes qui ont une action bénéfique sur les propriétés de la matrice.

- Les charges inertes qui n'ont pas d'effet sur les propriétés mais qui permettent de diminuer le prix de revient du mélange.

☞ les charges fibreuses utilisées uniquement pour l'amélioration des propriétés mécaniques.

a) Les charges particulières renforçantes : Elles sont constituées de très fines particules (sphères, écailles, paillettes,...) qui, lorsqu'elles sont bien dispersées dans la matrice, permettent de répartir les contraintes dans la masse du composite.

Dans ce type de charge, les plus utilisées sont les billes de verres, creuses ou non, de diamètre compris entre 10 et 150 μm . N'étant pas poreuses, elles n'absorbent pas la matrice et permettent donc de ne pas trop faire augmenter la viscosité ; elles améliorent la résistance aux contraintes de flexion et de compression, la dureté superficielle et permettent aussi de diminuer la masse volumique du mélange.

Elles ont la faculté d'augmenter les propriétés électriques des matériaux, mais aussi d'améliorer la rigidité mécanique et touchent les propriétés physico-chimiques en permettant au matériau d'avoir une meilleure tenue aux agents chimiques.

b) Les charges particulières inertes: De par leur faible coût, leur rôle essentiel est de réduire le prix de revient du matériau. Elles permettent aussi d'améliorer la mise en œuvre et certaines propriétés telles que la dureté, la résistance à la rupture...etc.

Ce type de charge regroupe surtout les matières minérales telles que : les silices, les kaolins (silicates d'aluminium hydratés), le carbonate de calcium, la craie qui permet de diminuer le prix de revient des mélanges, le talc qui confère aux mélanges de bonnes propriétés mécaniques et une grande résistance aux acides.

c) **Les renforts fibreux:** Les fibres de renforcements des matériaux composites proviennent de deux origines:

- ➔ les fibres minérales : fibre de verre, de carbone, céramiques....
- ➔ les fibres organiques: fibre de végétale....

Les qualités importantes recherchées lors de l'introduction de fibres dans une matrice sont en premier lieu un module de Young élevé, une résistance à la rupture élevée et tous deux reliés à la légèreté du matériau [31].

II .4. Les différentes propriétés affectées par les charges:

Le **Tableau II. 1** récapitule les grandes familles de propriétés ainsi que le type de charge à utiliser pour obtenir la propriété désirée.

La multiplicité des matériaux pouvant être mis en œuvre en tant que charge dans les matériaux composites est grande et permet de modifier un grand nombre de propriétés[31].

Tableau II.1 : Propriétés affectées par l'incorporation d'une charge.

Type de propriété recherchée	Propriétés	Charge utilisée
Propriétés générales		• Carbonate de calcium • Sulfate de calcium • Silice • Alumine • Mica • Oxyde de zinc • Sulfate de baryum
Nucléaires	Bouclier contre les radiations	• Plomb • Carbure de bore
Fabrication	Facilité de mise en œuvre	• Métaux • Carbonate de calcium • Polymères organiques • Sulfate de calcium
Thermiques	Transfert de chaleur	• Aluminium • Silice • Or • Argent

Thermiques	Réduction de la chaleur	• Fer • Aluminium • Silice
	Résistance électrique	• Alumine • Talc • Mica • Silice
Electriques	Conductivité électrique	• Or • Argent • Cuivre électrolytique • Aluminium • Graphite
	Force de traction	• Fibres • Métaux
	Résistance à la compression ou à la flexion	• Silice • Alumine • Fer • Aluminium • Carbure de silicium
	Module de flexion	• Carbonate de calcium • Sulfate de calcium
Mécaniques	Force à l'impact	• Fer • Aluminium • Fibres • Particules d'élastomères
	Résistance à l'abrasion	• Carbure de silicium • Oxyde d'aluminium • Silice • Métaux
Physico-chimiques	Résistance à la corrosion	• Zinc

II.5. Les Fibres Végétales:

II.5.1.Introduction:

L'utilisation des fibres naturelles d'origine végétales dans la construction remonte aux années où l'on fabriquait des briques renforcées par la paille ou des roseaux. Dans le temps moderne (depuis l'année 1970), le premier composite liant avec les fibres végétales était le plâtre. De ce fait, plusieurs ouvrages sont réalisés avec le plâtre renforcé de fibres végétales [32,33].

II.5.2.Définition:

Une fibre végétale est une expansion cellulaire morte qui est principalement cellulose, d'hémicelluloses, de lignine et de pectines. Elle est soit isolée soit regroupée d'autres en un faisceau.

Il est primordial de ne pas confondre fibre unitaire (ou fibre élémentaire) et faisceau de fibres. Une fibre unitaire correspond à une cellule élémentaire fibreuse, qui regroupée avec d'autres forme un faisceau de fibres, le lien interstitiel entre les fibres unitaires étant composé principalement de pectines et d'hémicellulose (figure 1). Ce sont généralement ces faisceaux de fibres qui sont communément appelés « fibres végétales » [34] .

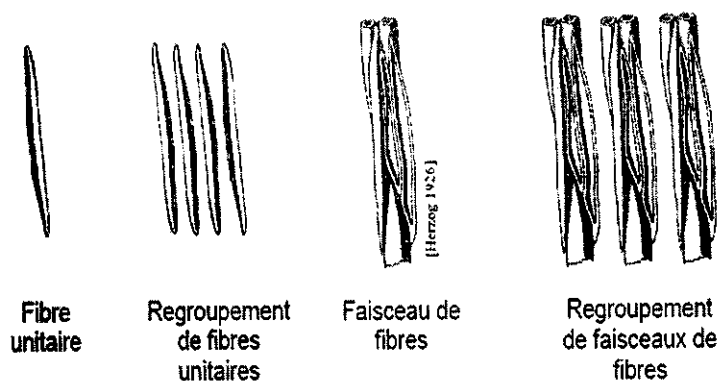


Figure II.1 : Les différentes formes de fibres[34].

II.5.3.Classification des Fibres Végétales:

Les fibres végétales sont classées en quatre groupes suivant leur provenance. A s'avoir : 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 [33].

b) Les Fibres de Tiges : Les fibres de tige sont obtenues dans les tiges des plantes dicotylédones. Elles ont pour rôle de donner une bonne rigidité aux tiges de plantes.

Les fibres de tige 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.

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.

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 [36].

Il est à noter que, les fibres de palmier, qui entourent son tronc, appartiennent à cette famille de fibre.

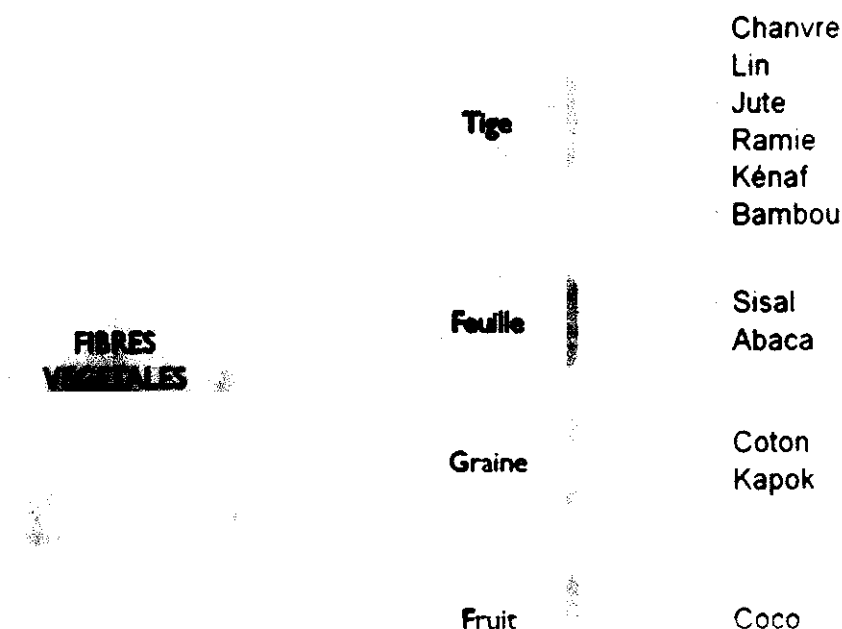


Figure II 2 Schéma de classification de fibres végétales [37].

II.5.4. Caractéristiques des fibres végétales :

II.5.4.1 Caractéristiques physiques et mécaniques: Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre, sa densité, sa teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau [33].

Elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, à la rupture et par le module d'élasticité.

Les propriétés physiques et mécaniques des fibres végétales ont été traitées par plusieurs chercheurs [33,37] (Tableau II.2):

Fibre	Diamètre (mm)	Densité (g/cm ³)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Teneur en eau à l'état naturel (%)	Absorption d'eau à la saturation (%)
Cotton	-	1.5-1.6	587-597	5.5-12.6	-	-
Jute	-	1.3	393-773	26.5	-	-
Lin	-	1.5	345-1035	27.6	-	-
Chanvre	-	-	690	-	-	-
Ramie	-	-	400-938	61.4-128	-	-
Sisal	0.08-0.30	0.75-1.5	278-577.5	9.4-26.7	10.97-14.44	92-250
Noix de coco	0.08-0.30	0.67-1.33	72-175	2.0-6.0	11.44-15.85	85-135

Tableau II.2: Les propriétés physiques et mécaniques des fibres végétales

II.5.4.2 Caractéristiques Chimiques: Les fibres végétales sont caractérisées par leur composition chimique qui influe 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 [36].

a) La Cellulose: C'est la principale composante des fibres végétales. C'est un polymère naturel du premier plan. Généralement, les fibres végétales sont constituées par une chaîne de fibres en cellulose.

b) Hémicellulose: L'hémicellulose présente dans toutes les parois de ces fibres, est un polysaccharide à chaîne courte ramifiée et repliée sur elle-même. C'est le

constituant responsable de l'élasticité des fibres et qui permet aux parois de s'allonger pendant la croissance.

c) **Lignine:** La lignine constitue la colle qui lie les fibres végétales entre elles ainsi que leurs parois. C'est un polymère tridimensionnel provenant de la copolymérisation de trois alcools phénylpropénoïques[36].

Le **Tableau II.3** présente la composition chimique de quelques fibres végétales (noix de coco, sisal, jute et palmier dattier) .

Fibres	Composition (%)			
	Cendre	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
Noix de coco	1.44	32-43	0.15-0.25	40-45
Sisal	1.13	66-72	12.0	10-14
Jute	7.6	63	--	--
Palmier dattier	1.2	41-45	6-10	30-40

Tableau II.3 : Composition chimique de quelques fibres végétales.

II.5.5. Domaine d'utilisation de fibre végétale :

Les fibres végétales peuvent être utilisées dans d'autres domaines pratiques comme l'indique le **Tableau II.4**.

Type de fibre	Domaine d'utilisation
Fibres de graine : tel que le coton et le kapok. Fibres de tige : tel que le lin, le chanvre et le jute. Fibres de feuille : tel que le sisal et le raphia.	Textile
Paille, bagasse, Bambou Cotton, Roseau, Sisal, Jute, Chanvre, Abaca, Kenaf et falax.	Production du papier
Palmier, Halfa, Cotton...	Art
Fibres végétales - plastique Fibres végétales - résine, Ramie/PP, Jute/PP, Curaua/PP	Matériaux composites

Tableau II.4: Domaine d'utilisation de fibre végétale.

II.5.6. Les fibres issus du palmier dattier:

II.5.6.1 Généralité : Parmi les fibres végétales les plus cultivées, on peut citer les fibres de palmier dattier, dans le sud de notre pays, il y'a plus de 800 variétés de palmier dans les oasis d'après des statistiques universitaires[33].

Les types les plus connus sont : Deglette Nour, Dokar, Elghers...(appellation locale)
On peut avoir plusieurs types de fibre dans le palmier : du bois, des feuilles, des tiges, du surface....

d'après la bibliographie, on peut résumer les propriétés physiques principales des fibres du surface de palmier dattier (**Tableau II.5**).

Ainsi parmi les caractéristiques des fibres de surface de palmier dattier, on peut citer d'après les chercheurs [33,37] :

- Un pouvoir d'absorption assez élevé (123.5% en moyenne),
- Les fibres sont poreuses avec une surface alvéole,
- Le pourcentage de cellulose(le responsable de la résistance) est

relativement faible par rapport aux fibres de Sisal.

Propriété	Minimum -Maximum	Moyenne - CV(%)
Diamètre (mm)	0.10-1.00	0.45-54.43
Densité Absolue (kg/m ³)	1300-1450	1383.33-5.52
Densité Apparente (kg/m ³)	512.21-1088.81	900-17.64
Teneur en eau naturelle (%)	9.50-10.00	10-5.00

Tableau II.5 : Principales propriétés physiques des FSPD [33,37].

II.5.6.2 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.

Il est cultivé en outre aux Canaries, dans la Méditerranée septentrionale et dans la partie méridionale des Etats-Unis. C'est une plante sensible au froid, qui pousse sur des terrains de n'importe quelle nature, pourvu qu'ils soient fertiles et bien drainés.

Dans les régions à climat doux, il est cultivé en plein air, en position ensoleillée, utilisé surtout comme plante ornementale pour son allure élancée et son feuillage.

Il existe plus de 2600 espèces de palmiers. On pourrait croire que c'est un arbre plus qui possède un tronc alors que c'est un monocotylédone qui ne contient pas de bois ni de tronc mais possède un stipe. De plus, c'est une plante dioïque contenant donc des palmiers mâles et des palmiers femelles. 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 maximum, forment une couronne apicale clairsemée (**Figure II.3**).

Elles sont pennées, longues jusqu'à 6m; les feuilles supérieures sont ascendantes, les basales recourbées vers le bas, avec des segments coriaces, linéaires, rigides et piquants, de couleur verte.

Le palmier dattier se constitue principalement de 10 parties à savoir (**Figure II.3**) :

Figure II.3 : Présentation schématique d'un palmier dattier.

a) Palmes : Les palmes sont les feuilles du palmier constituées 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 spécule) 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'un 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[38].

III .1. Généralités:

Un matériau composite est constitué de fibres ou de particules rigides (appelées charge) enrobées dans une matrice.

Pour obtenir les différentes propriétés recherchées, il faut souvent combiner des molécules. Pour cela, nous distinguerons deux types de mélanges :

- les mélanges à l'échelle microscopique : le mélange s'effectue à l'échelle atomique généralement par voie chimique. Dans ce cas, on parle d'obtention d'alliage.
- les mélanges à l'échelle macroscopique : le mélange s'effectue par la combinaison macroscopique de deux ou plusieurs molécules. Dans ce cas, on parle de formation de matériaux composites [31].

III .2. Composition d'un matériau composite:

Le matériau composite est constitué d'une matrice enrobant une charge, chacun des deux constituants jouant un rôle particulier dans la tenue mécanique du matériau.

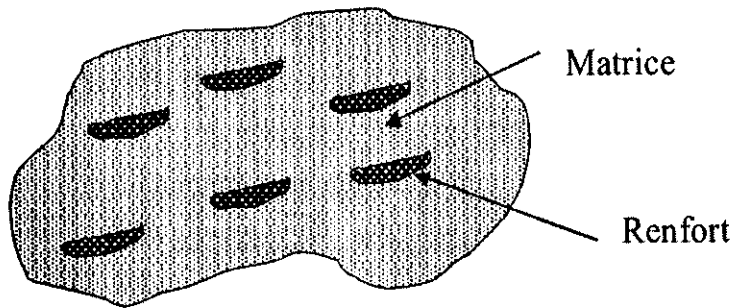


Figure III.1 : Matériau Composite

La matrice reçoit toutes les sollicitations. Celle -ci a la fonction de répartir les efforts dans tout le matériau et de protéger le renfort (charge). Le charge confère à la matrice des propriétés qu'elle ne possède pas seule.

Ainsi différentes notions entrent en jeu. Les propriétés du matériau composite dépendront de la nature, de la texture et de la forme du renfort, de sa quantité introduite, de la qualité de l'interface matrice / renfort et enfin du procédé de mise en œuvre.

On peut donc imaginer une infinité de combinaison matrice / charge qui permettrait d'obtenir des matériaux composites. Ces différentes configurations dépendent de l'utilisation finale du matériau et du procédé de mise en œuvre.

La **Figure III.2** présente un classement des matériaux composites suivant la nature de la matrice. Trois types de matrices sont usuellement utilisés :

- les matrices métalliques
- les matrices céramiques
- les matrices plastiques.

Une combinaison de ces trois types de constituant peut donner naissance à des matériaux composites à propriétés contrôlées. Les différentes configurations qui peuvent être envisagées à partir des trois types de matrice sont représentées sur la **Figure III.2**.

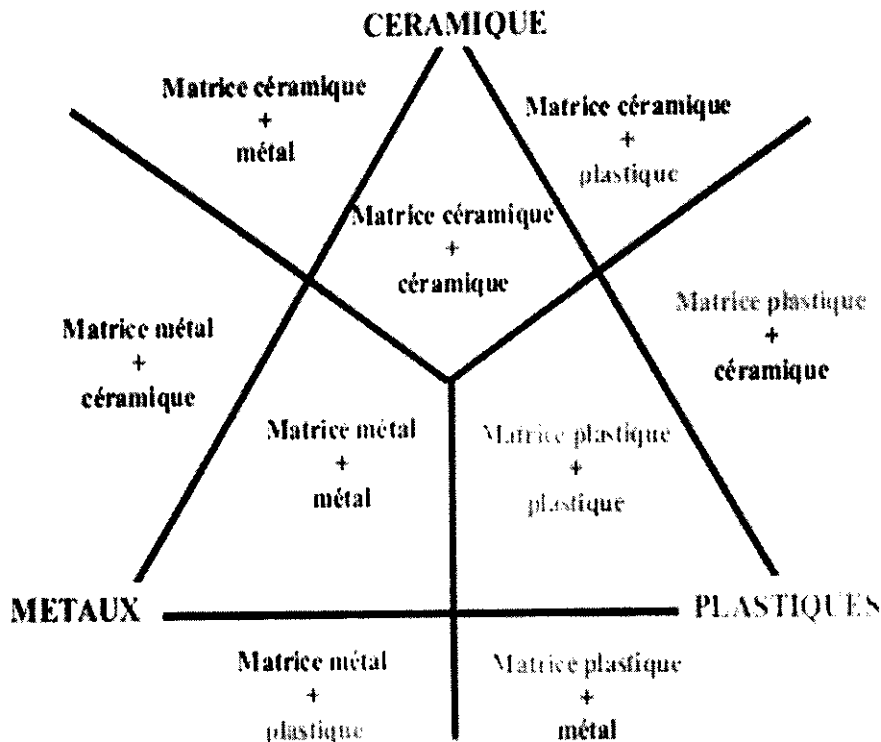


Figure III.2 : Différents mélanges possibles pour la formation de matériaux composites à partir des trois types de matrices.

S'il est simple de représenter ce type de classification par nature de la matrice, le travail n'est pas aussi simple pour classer les types de renforts. Effectivement, la nature chimique de la charge va devoir être prise en compte (métallique, plastique, céramique ou minérale), mais aussi sa structure (fibres, particules, matériaux laminés, ...). La construction d'un diagramme aussi simple que précédemment ne peut donc pas être effectuée[31].

III.2.1. Les matrices polymères:

La matrice joue le rôle de liant. Elle permet de répartir les efforts et de transférer

les contraintes mécaniques au renfort et joue sur sa plasticité pour éviter la propagation des fissures.

La matrice idéale doit adhérer suffisamment au renfort pour que le transfert des contraintes mécaniques soit optimal. Elle doit être ductile et la moins onéreuse possible.

Ces exigences sont souvent difficilement conciliables. En conséquence, le choix de la matrice dépend surtout de l'utilisation à laquelle on destine le matériau composite.

Dans la famille des matrices plastiques, on distingue deux types de matériaux :

- ➔ les thermoplastiques
- ➔ les thermodurcissables.

a) Les matrices thermoplastique: Ces matrices sont souvent utilisées seules car leur propriété intrinsèques sont suffisantes pour la mise en forme des objets.

Parmi les matrices thermoplastiques, on trouve le polyéthylène (PE) avec lequel sont fabriqués les sacs des supermarchés, les bouteilles de shampoing, les jouets des enfants, et même les gilets pare-balles ; le polypropylène (PP) (boîtes à aliments ou revêtements de sol intérieur et extérieur) ; le poly (acétate de vinyle) (PAV) (colles à bois et autres adhésifs) ; le poly (chlorure de vinyle) (PVC) (tuyauteries) ; le poly (méthacrylate de méthyle) (PMMA) (utilisé pour remplacer le verre, pour des vitres incassables) ; le nylon 6,6 (fibres, vêtements) ; l'acétate de cellulose (utilisé pour la fabrication des feux arrière de voiture et des pièces pour appareils électroménagers).

Toutes ces matrices possèdent des applications dans la vie courante.

Le **Tableau III.1** recense les principales matrices thermoplastiques (P.M.T) utilisées, ainsi que leurs principales caractéristiques (P.C).

Les matrices thermoplastiques possèdent de faibles propriétés mécaniques. Leur renforcement (le plus souvent par des fibres courtes) confère une meilleure résistance mécanique, une bonne stabilité dimensionnelle, ainsi qu'un accroissement de la tenue en température.

P.C P.M.T	Résistance à la traction (kg/m ²)	Allongement (%)	Module de traction. (Pa)	Résistance à la compression (kg/m ²)	Vitesse de combustion (m / s)	Temp de fléchissement. (° C)	Effet des solvants
PEBD	11-63	50-800	550-2200	++	0.083-0.087	32-49	++
PEHD	55-100	20-1000	2400-7100	40-65	0.083-0.087	43 - 54	++
PP	77- 100	200-700	6300-8900	100-145	Lent	52 - 60	++
PAV	90- 160	2 - 40	----	145-230	Auto extinguible	----	Cétones Et Esters
PVC	27-63	200-450	13800-23700	16-30	Lent		Cétones Et Esters
PS	90-215	1-2,5	15800-23700	210-190	Lent	105° max	Hydrocarbur aromatiques
PMMA	125-225	2-10	13800-19000	200-375	incombustible	68- 100	Cétones
Nylon 6,6	160-215	60-300	6900- 16400	120-220	Auto extinguible	65- 105	++
Acétate de cellulose	34-160	6-70	900-23700	35-645	Auto extinguible	45-90	Solvants ordinaires

Tableau II : Principales propriétés des thermoplastiques utilisées, ainsi que leurs solvants usuels.

b) Les matrices thermoplastiques. Les matrices thermoplastiques, elle sont rarement cassantes). Elles sont moins chers que ceux à matrice thermoset.

La matrice thermoplastique est aujourd'hui sont à base de matrice thermoset (résines époxy et les résines phénoliques).

III.2.2. Les renforts:

La charge permet d'améliorer les propriétés physico-chimiques des matériaux (par exemple, la résistance aux acides et bases pour le stockage de produits chimiques), mais aussi les propriétés mécaniques (résistance à la compression, à l'impact, à l'abrasion...), électriques (résistance électrique, conductivité, ...).

Elle permet aussi de faciliter la mise en œuvre et de réduire le coût de fabrication d'un matériau[31].

III .3. Relation matrice – renfort:

Les performances d'un composite sont conditionnées par les propriétés intrinsèques des matériaux constitutifs et dépendent également très étroitement de l'adhésion, donc des interactions échangées entre le renfort et la matrice.

Les paramètres responsables de l'adhésion sont nombreux et ont des origines très différentes, ils se répartissent en trois classes :

- Ceux concernant le renfort (nature et composition du renfort, influence du taux et de la taille du renfort),
- Ceux concernant la matrice,
- Et enfin ceux relatifs à l'interface (épaisseur, forces interfaciales renfort - matrice, mouillabilité du renfort par la matrice, influence des impuretés).

III .4. Méthode de préparation d'un matériaux composites:

Actuellement, il existe deux grandes méthodes d'obtention des matériaux composites.

- La première, la plus commune, consiste à extruder les différentes matières premières.
- La seconde consiste à synthétiser chimiquement le composite souhaité.
- Actuellement une troisième méthode de synthèse des matériaux composites est en cours de développement : le co-broyage[39].

III.4.1.L'extrusion:

Les produits à extruder sont préchauffés et introduits en amont d'une vis d'extrusion. Au sein de l'extrudeuse, la température augmente progressivement, conduisant à un changement d'état des produits. L'utilisation de vis d'extrusion de différentes morphologies permet d'effectuer un mélange in time entre les différents composés et de disperser l'un au sein de l'autre de manière homogène. Cette technique

est très utilisée pour la fabrication des briques, des pâtes, des tuyaux en plomb, ... Les matières plastiques extrudées peuvent se présenter sous forme de poudres, flocons, paillettes, granulés...

Néanmoins, tous les mélanges de produits ne sont pas réalisables. Il est nécessaire d'avoir une certaine compatibilité thermique entre les différents constituants.

Notamment, dans le cas de l'association de deux polymères, il ne faut pas dégrader un produit alors que le second n'est pas encore fondu. De plus, l'uniformité du mélange final est très importante. Il faut éviter la formation d'agglomérats de charge (qui conduirait à la formation de points de concentration de charge au sein de la matrice, entraînant ainsi des zones de rupture préférentielles) en appliquant des contraintes de cisaillement importantes. La maîtrise des conditions de fonctionnement de ce type d'appareil est donc très importante et influe considérablement sur les propriétés du produit final.

III.4.2. La synthèse chimique:

Une deuxième méthode d'obtention des composites consiste à les synthétiser chimiquement. Dans ce cas, la matrice est dissoute ou mise en suspension dans un solvant et la charge est activée *insitu* à l'aide d'un agent souvent oxydant. Les particules de composite sont ensuite filtrées puis séchées. Cette méthode est souvent utilisée pour obtenir des polymères conducteurs électriques [39]. En revanche, elle est très peu utilisée pour les composites à grande diffusion car elle nécessite des installations très onéreuses.

Il est relativement complexe de synthétiser chimiquement des matériaux composites car il est nécessaire que les constituants initiaux possèdent des propriétés chimiques très proches, notamment une solubilité dans le même solvant. Mais il faut aussi que les particules de composite formées restent sous forme solide, donc insolubles dans ce même solvant. De plus, une limitation liée à l'agitation du système apparaît, celle-ci ne permettant pas de produire des particules de charges suffisamment petites de manière à obtenir des propriétés les plus homogènes possibles.

III.4.3. Le co-broyage :

Une nouvelle technique de synthèse des matériaux composites:

Chacune des deux techniques de mise en œuvre des matériaux composites citées précédemment, possède des limitations qui peuvent être d'ordre thermique, dans le cas

de l'extrusion, ou d'ordre chimique, dans le cas de la synthèse chimique. En outre, ces deux techniques possèdent un point commun qui est la difficulté de disperser la charge dans la matrice. Pour la première, si les conditions de fonctionnement ne sont pas bien maîtrisées, il y a apparition d'agglomérats, alors que pour la seconde technique, l'agitation seule ne permet pas d'obtenir des particules de tailles suffisamment petites de manière à avoir des propriétés homogènes.

Cette technique consiste à broyer deux matériaux A et B ensemble. Dans un premier temps, il se produit un phénomène de fragmentation des particules des différents constituants (**Figure III.3**) jusqu'à une taille limite. Un des deux constituants se fragmente beaucoup plus rapidement, ici le constituant B. Ainsi B atteint sa taille de fragmentation limite avant A.



Figure III.3 : Schéma du phénomène de fragmentation lors du co-broyage.

Les fines particules du constituant B vont avoir tendance, en raison de forces inter-particulaires, à se coller sur les particules plus grosses. Plus le broyage continu, plus le phénomène s'amplifie. Différents stades d'agglomération vont être rencontrés : la simple soudure entre deux particules ou plus, puis le stade d'enrobage des particules et enfin le stade d'agglomération des particules entre elles. Le type de phénomène observé dépendra entre autre de la durée de l'opération et de l'affinité des produits.

La **Figure III.4** présente l'évolution des différents stades d'agglomération au cours du co-broyage.

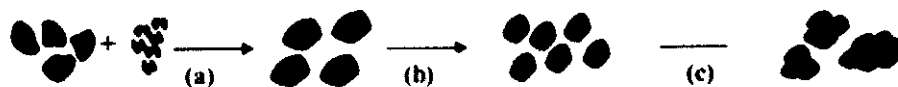


Figure III.4 : Différentes étapes d'agglomération au cours du co-broyage : (a) soudure, (b) enrobage et (c) agglomération.

III.5. Intérêt des matériaux composites:

L'utilisation à des fins technologiques des matériaux traditionnels implique des choix restreints conditionnés par les performances propres au matériau choisi et par les procédés de mise en œuvre. Ces matériaux nécessitent soit l'étape intermédiaire du demi-produit soit une conformation effectuée souvent à une haute température. Les contraintes ainsi introduites limitent nécessairement les champs de possibilités « dimensions/complexité géométriques » au point de rendre prohibitives certaines technologies ou du moins de les limiter à des créneaux spécifiques.

Une autre contrainte des matériaux traditionnels, d'ordre économique, est le coût de la performance. Le besoin de travail à haute température, la tenue chimique, la légèreté impliquent des matériaux « nobles » (céramiques, aciers réfractaires,) éventuellement associés ou alliés dont les applications seront toujours limitées par des contraintes économiques, hormis les cas où ils demeurent seuls à apporter la solution recherchée.

Des charges à renfort fibreux sont ainsi introduites et mélangées à des matrices métalliques, céramiques, plastiques, ou inversement un renfort fibreux orienté a été imprégné d'un liant susceptible de se figer à l'état solide lors de la phase de conformation des pièces. Les premières techniques qui visaient à associer la facilité de mise en œuvre de la matrice à l'apport de résistance mécanique des charges et renforts se sont rapidement perfectionnées pour déboucher sur des technologies spécifiques à des matériaux hétérogènes, constamment améliorés par le liant et le renfort, continu ou discontinu[40].

Enfin, nous pouvons citer les principaux avantages des matériaux composites:

➤ Possibilités étendues d'adapter les matériaux en fonction de la pièce ;

➤ Optimisation possible sur poids, contraintes,..... des solutions technologiques choisies au regard du cahier des charges imposé, ceci par :

- La sélection du matériau et de ses composants ;
- Les définitions géométriques ;
- Le dimensionnement ;
- La mise au point de nouveaux procédés de transformation .

➤ Obtention des performances nouvelles telles que :

- Allègement sans concessions sur les propriétés ;

- Tenues mécaniques particulières (fatigue,.....)
- Résistance chimique, tenue électrique ;
 - Abaissement des coûts de production au volume unitaire
 - Adéquation possible entre le choix des matériaux [40].

III .6. Application des matériaux composites:

Les matériaux composites sont aujourd'hui présents dans tous les secteurs industriels:

a)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.

L'aéronautique utilise principalement des composites « hautes performances » constitués d'une matrice époxy associée à un taux élevé de renforts en fibres de carbone.

L'aéronautique utilise les composites « hautes performances » pour la fabrication de pièces de structure primaire des appareils en raison de leur légèreté, de leur souplesse de forme et des économies de frais de maintenance qu'ils engendrent.

Les applications rencontrées concernent : radome de radar, bords d'attaque, volets, dérives, pales d'hélicoptères, disques de freins d'avion,...etc.

b)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 des grands constructeurs étrangers (Volvo, Mercedes) de développer des coffres et hayons. Les composites à matrice thermoplastique sont, par contre, de plus en plus fréquents.

Le secteur de l'automobile utilise pour 95% des composites à matrice polyesters et fibres de verre, mais devrait intégrer massivement les composites thermoplastiques d'ici 2003-2006.

Les composites apportent au secteur de l'automobile une facilité d'entretien et une grande liberté de conception ; l'allègement de 1 kg, obtenu par l'utilisation des

composites, autorise un surcoût de 3 €/kg gagné ou permet d'économiser 1,5 € de carburant par 100 km. Les applications est pour les pièces de carrosseries, roues, calandres, ressorts de suspension, sièges...etc.

c)Secteur ferroviaire : Le secteur ferroviaire utilise principalement des composites à matrice thermodurcissable et fibres longues, mais il apparaît peu dynamique. Dans le secteur ferroviaire, la facilité de conception et le bon comportement au feu sont les principaux atouts des matériaux composites.

Les applications concernent les voitures, wagons, portes, sièges avant de motrices, gaines de ventilation...

d)Secteur médical : Les applications des composites aux secteurs médical et de la sécurité sont très récentes et concernent plutôt les composites hautes performances, à matrice époxy et fibres de carbone, ou à matrice thermoplastique et fibres longues de verre ou de carbone d'autre part.

e)Sports et loisirs : Les sports et loisirs utilisent des composites HP avec un taux de renforts de plus de 70%. Les composites permettent d'augmenter sur mesure les performances, la fiabilité des articles de sports. Les applications rencontrées concernent les raquettes de tennis et de squash, cannes à pêche, skis, planches à voiles, arcs, flèches, javelots, cadres de bicyclette, casques de protection, clubs de golf, avirons, surf,...etc.

g)Travaux publics et bâtiments : Piscines, profilés, cloisons, portes, mobilier, sanitaires...etc.

h)Spatial : Corps de propulseurs, Réservoirs, Tuyères, corps de rentrée, d'atmosphère...etc.

i)Electricité et électronique : Supports de circuits imprimés, disjoncteurs, Isolant, Coffrets,...etc [41].

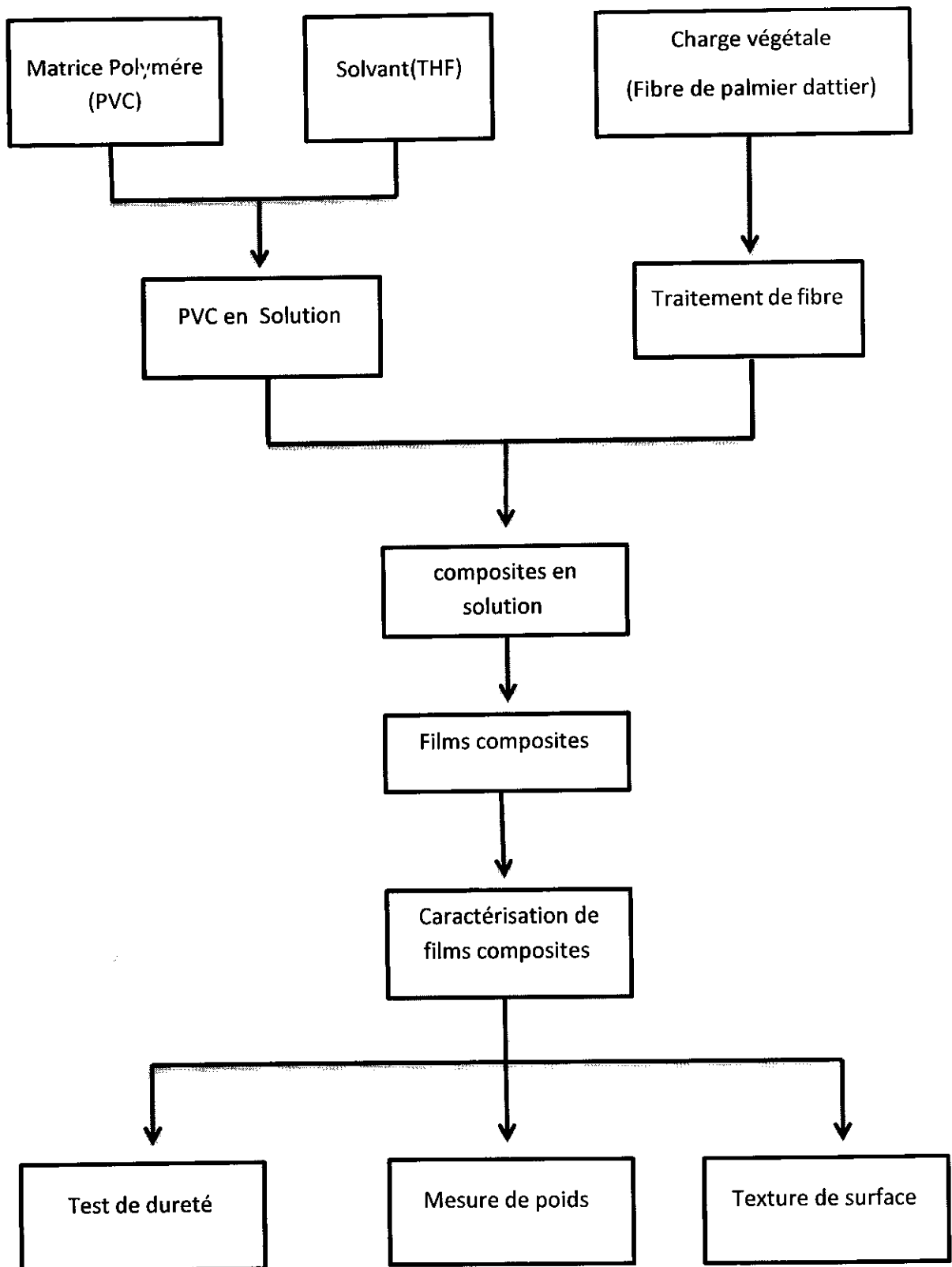


Figure: Organigramme illustratifs des différents étapes de la partie expérimentale

IV.1.Méthodologie expérimentale :

IV.1.1.Produit et matériel utilise :

IV.1.1.1 Produits :

a)*Le polychlorure de vinyle (PVC)* :Le PVC utilisé est du type 4000M produit par suspension à l'ENIP de Skikda,Algérie , ces caractéristiques sont :

- Masse molaire : $M=30000$ M ;
- Degré de polymérisation : 970 à 1070 ;
- $65 < K_w < 67$;
- Viscosité apparente : 0.89 à 0.95 ;
- Densité : $1.16 \sim 1.35$;
- $T_g = 50 \sim 80^\circ \text{C}$.

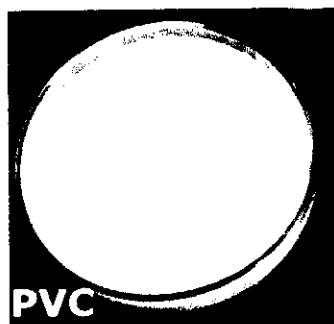


Figure IV.1: Poudre de PVC

Formule générale : $\sim (\text{CH}_2\text{-CHCl})_n \sim$

b)*La fibre végétale* : La fibre végétale utilisée est origine du palmier dattier (zone de culte oued souf). Le dattier est un palmier de 15 à 20 m de haut, au tronc cylindrique, le stipe porte une couronne de feuilles.



Figure IV.2: Ulves de Palmier dattier.

c)Les solvants :

c)-1- Tetrahydrofurane (THF), $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$: De marque PROLABO , ces caractéristiques sont:

- Masse molaire : $M=72.11$ g/mole ;
- Densité : $0.886 \sim 0.889$;
- Point d'ébullition : $65 -66.5^\circ\text{C}$;

IV.1.2.2 Préparation de la fibre :

a) Collecte et broyage de 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 de *Oued Souf*. Les folioles du palmier dattier sont séchées sous ombre (après nettoyage), déchiquetées et broyées. La poudre obtenue est exposée au soleil afin d'éliminer au maximum l'humidité présente.

b) Traitement de la fibre :

b)-1-Extraction :

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

- 1- On pèse 30 gr de fibres préparées et on le met dans le porte échantillon;
- 2- On utilise 70 ml de solvant (éthanol);
- 3- On fixe la température de travail à 210°C;
- 4- On fixe le temps de trois étapes (immersion, lavage et récupération):
 - Immersion 40 minutes;
 - Lavage 20 minutes;
 - Récupération du solvant 15 minutes .

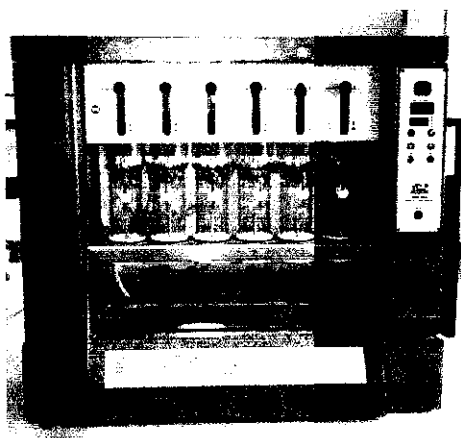


Figure IV.4 :Schéma du appareille d'extraction.

b)-2- Lavage :

Le lavage de la fibre est effectué avec un Büchner en utilisant l'eau distillée. L'opération est répétée plusieurs fois jusqu'à l'obtention d'une eau claire.



Figure IV.5 :Opération de lavage .

b)-3-Etuvage:

Avant l'utilisation de la fibre, celle-ci est étuvée à 65°C pendant 24 heure.

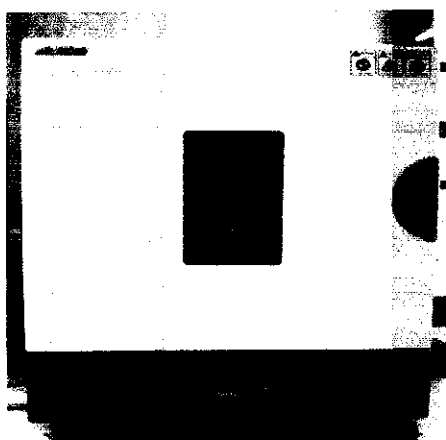


Figure IV.6 :L'étuve utilise pour éliminer d'eau .

b)-4-Rebroyage:

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

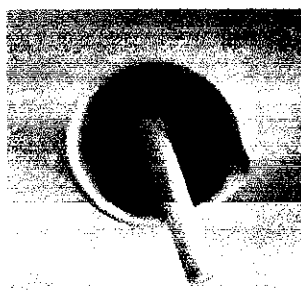


Figure IV.7 : rebroyage de la fibre .

IV.1.2.3. Préparation des composites :

a) Méthode de préparation : Dans chacune des boîtes pétries on prépare un composite en solution avec des rapports matrice/charge différents. Les rapports ont été choisis comme suit:

Composite 01 : 20ml de la solution de PVC + 0 gr de fibre.

Composite 02 : 18ml de la solution de PVC + 0,2 gr de fibre .

Composite 03 : 16ml de la solution de PVC + 0,4 gr de fibre.

Composite 04 : 14ml de la solution de PVC + 0,6 gr de fibre.

Composite 05 : 12ml de la solution de PVC + 0,8 gr de fibre.

Composite 06 : 10ml de la solution de PVC + 1 gr de fibre.

Les différentes composition sont récapitulée dans le tableau ci-dessous:

N° Mélange	01	02	03	04	05	06
PVC / FV (%)	100 / 0	90 / 10	80 / 20	70 / 30	60 / 40	50 / 50

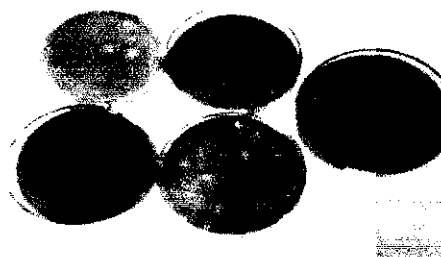


Figure IV.8 : Photo des solution composites.

b) Obtention des films : Le film des composites sont obtenus par évaporation du solvant à l'air libre et à température ambiante .

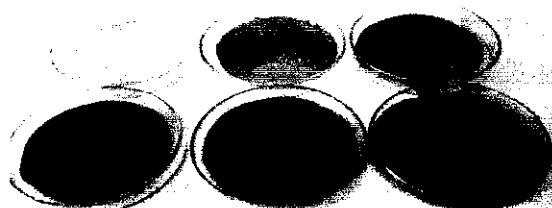


Figure IV.9 : Photo des films composites après évaporation du solvant.

IV.2.Résultats et discussion:

IV.2.1.Caractérisation des films :

les différents films composites obtenus par évaporation du solvant ont été caractérisés à fin d'avoir une idée sur leurs morphologies et donc leurs propriétés finales.

Des images ont été prises pour la surface des films dans le but d'observer l'état de distribution de la fibre végétale dans la matrice polymère. Un test de mesure du poids est effectué aussi.

Afin d'avoir aussi une idée sur les propriétés mécaniques, les films composites ont été soumis à un test de dureté instantanée et après 15 secondes on utilisant un duromètre type Shore D.

IV.2.1.1 Texture de la surface :

La Figure IV.7 représente les différentes images prises pour les surfaces des 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 composites à l'autre et des agglomérations de la charge peuvent être facilement observés, ceci peut être expliquer d'un part, par la mauvaise adhérence (compatibilité) entre la matrice et la charge et de l'autre part, par la méthode de préparation des composites.



Image01: PVC/ FV,100/0 ;



Image02: PVC /FV,90/10 ;



Image03: PVC/FV 80/20

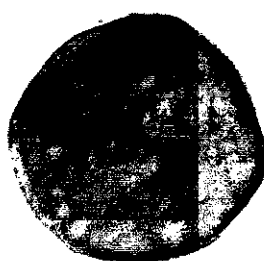


Image04: PVC/FV,70/30 ;

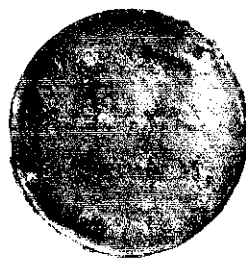


Image05: PVC /FV,60/40 ;

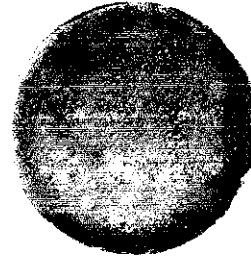


Image06: PVC /FV,50/50

Figure IV.10: Images de la surface des films composites.

IV.2.1.2 Mesure du poids des films :

La Figure IV.11 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 de la morphologie des composites et par conséquent les propriétés finales. La vitesse d'évaporation (échappement) du solvant à travers le composite est influencée par le rapport matrice/charge et d'avoir ainsi, des informations sur la structure morphologique du matériau.

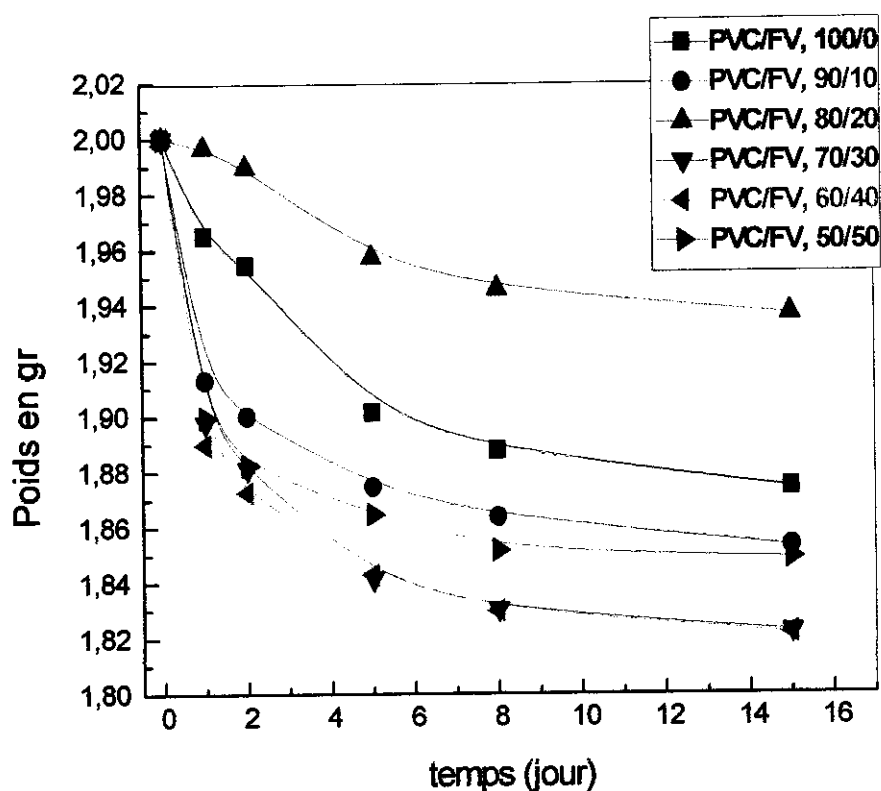


Figure IV.11: la variation du poids des films composites en fonction du temps.

IV.2.1.3 Test de dureté (shore D) :

La Figure IV.12 représente la variation de la dureté Shore D instantanée et après 15 secondes des films composites. Il en résulte que les valeurs instantanées sont supérieures aux valeurs enregistrées après 15 sec, la relaxation des chaînes est probablement derrière ce phénomène (la force de pénétration instantanée est supérieure à la force de pénétration après un certain moment où les chaînes macromoléculaires ont le temps de se relaxer) .

Ce test nous a permis aussi de conclure que la dureté (instantanée ou après 15 sec) augmente en fonction de la quantité de la fibre dans le composite. Plus la quantité augmente, plus la rigidité (dureté) des films composites est remarquable. On peut dire donc, que la morphologie (et donc les propriétés du composite) sont affectées par l'ajout de la fibre végétale.

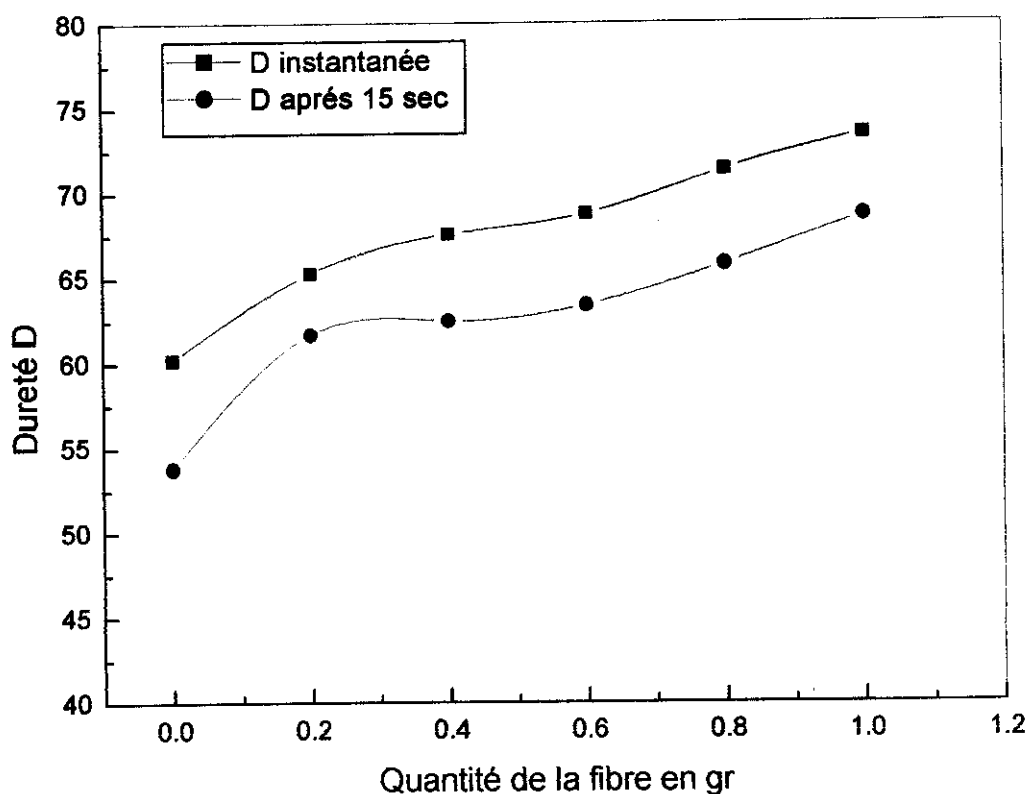


Figure IV.12 : Variation de la dureté (Shore D) des composites en fonction de la quantité de la fibre végétale.

Conclusion générale:

Notre modeste travail, considéré comme une initiation à la recherche dans le domaine des composites à base d'une matrice polymère et charge végétale, tire son importance de l'utilisation d'une charge disponible localement, d'un part et de l'autre part, du problème de dégradation des matières plastiques sur l'environnement.

D'après les résultats obtenus on peut conclure que :

✓ La méthode de préparation des composites en solution, malgré sa simplicité, conduit à des résultats appréciables et on peut facilement jouer sur plusieurs paramètres à savoir la température d'évaporation du solvant, la quantité de la fibre ajoutée, la nature du solvant.....etc.

✓ La quantité de la fibre dans le composite affecte le processus d'évaporation du solvant. Ceci est traduit par la différence observé sur le poids des films affectant ainsi les propriétés des matériaux.

✓ L'interaction entre matrice et charge est un paramètre très important lors de la préparation des composites, une mauvaise ou faible interaction conduit à des matériaux avec des propriétés non désirés (textures de la surface).

✓ La morphologie du composites est affectés par la quantité de la fibre incorporée et la méthode de préparation.

Références bibliographiques:

- [1]: **T. Coppen, J. Decker**, *ULB : les polymères, printemps de sciences ; sciences envie du 22 au 28 mars (2010)* .
- [2]: *Documents de Plastics-Europe France, Le Diamant A, 92909 Paris La Défense Cedex.*
- [3]: "Polymère" Microsoft® Encarta® [CD], Microsoft Corporation (2007).
- [4]: **D.A. Tomalia, J. M .J. Fréchet**, *Dendrimers and other Dendritic Polymères*; Wiley, New York, (2001).
- [5]: **S. Jouenne** , *Thèse de Doctorat ; option chimie et physicochimie des polymers; Université Pierre et Marie Curie, (2005)* .
- [6]: "Différents types de matières plastiques" [http// : cap-sciences.net/uploadé/différents-plastiques](http://cap-sciences.net/uploadé/différents-plastiques).
- [7]: "Aucun titre de diapositive " <http://www.civil.usherbrooke.ca/cours/gcil16/notes/cours/5.2polymères.ppt>.
- [8]: **M. Fontanille, P. Vairon** ; *Polymérisation; Techniques de l'ingénieur, Traité plastiques et composites; (A3040)*.
- [9]: "Polyaddition." Wikipédia, l'encyclopédie libre. (2006),
<http://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Polyaddition&oldid=6434897>
- [10]: "polymères." Microsoft® Encarta® (2006) [CD]. Microsoft Corporation (2005).
- [11]: **F. Gugumus**, *Re-evaluation of the stabilization mechanisms of various light stabilizer classes. Polym. Degrad. Stab. Vol 39 ,(1993) 117-135.*
- [12]: **E. Maréchal**; *Polycondensation et polyaddition ; Techniques de l'ingénieur, traité Plastiques et composites ; AM3042.*
- [13]: **G. Odian**; *Principle of polymerization ; Wiley Interscience ,(1991).*
- [14]: **N. Mohammedi**, *Mémoire fin d'étude ingénieur physicien; Option : Physique des Matériaux, département de physique ; UABB Tlemcen.*
- [15]: **C. Decker**; *Polymérisation sous rayonnement UV ; Techniques de l'ingénieur, traité Plastiques et composites ; AM3044.*
- [16]: **A. Ram**; *Fundamentals of polymer engineering; Ed. Plenum Press; Chapitre 2; 14-28 (1997).*
- [17]: **J. Verdu**; *Polymérisation sous rayonnement principes ; Techniques de l'ingénieur, traité Plastiques et composites ; AM3043.*

- [18]: A. Guyot ; *Polymérisation : Techniques de l'ingénieur, traité Génie des procédés* ; J5830.
- [19]: C. Martin ,*GCI – Matériaux d'ingénieur Partie 5 Les différents types de matériaux.*
- [20]: F. Reniers , J.P. Lickes ,Y. Geerts, *Cours de chimie général* , Site Internet :WWW.ULB.ac.be/sciences. (2002,2003).
- [21]: J. Marie ; M. Lehn; *Chimie et physico-chimie de polymère.*
- [22]: D. Ausseur *Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites ;Poly(chlorure de vinyle) AM3325.1*
- [23]: E. Wilkes ,Charles et all , *PVC Handbook*, Hanser Verlag, (2005).
- [24]: S. Maou , *Etude des propriétés thermiques de mélanges à base de PVC et PVC-PEHD et les phénomènes de dégradation. Mémoire de magister Université kasdi merbah-Ouargla* (2012).
- [25]: J. G. Speight, A .Norbert ,*Lange, Lange's handbook of chemistry*, McGraw-Hill, (2005).
- [26]: IARC Working Group on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans, «Evaluations Globales de la Cancérogénicité pour l'Homme, Groupe 3 : Inclassables quant à leur cancérogénicité pour l'Homme» sur [http ://monographs. iarc. fr](http://monographs.iarc.fr), CIRC, 16 janvier (2009).
- [27]: «Chlorure de polyvinyle» dans la base de données de produits chimiques Reptox de la CSST (organisme québécois responsable de la sécurité et de la santé au travail), consulté le 25 avril (2009).
- [28]: D. Marcel ,Peacock A.J. *Handbook of polyethylene: Structure, Properties, and Applications*, New York:, 534, (2001).
- [29]: J. Dupuy, *Synthèse de nouveaux catalyseurs pour la polymérisation de l'éthylène*, Thèse de doctorat, Université Lyon 1, 171, (1994).
- [30]: C.A. Naudint , C. Clozzat ,*techniques de l'Ingénieur, Les Charges A3220.*
- [31]: M.F. Ashby , et D.R.H. Jones; *Matériaux 2 : Microstructure et mise en œuvre* Dunod , Paris, 369 p (1991).
- [32] : J. C. Rical , *Matériaux composites, introduction à l'usage des ingénieurs et des techniciens*, édition Masson, Paris, (1992).
- [33]: A. Ameur , M. Mari ; *Contribution à l'étude expérimentale des bétons renforcés de fibres d'acier locales. Mémoire de magister, U Tiaret*, (1998).

- [34] : H. Bewa, A. Anjers ; *Evaluation de la disponibilité et l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France, mars(2011).*
- [35]: R.S.P. Coutts , *Flax fibers as a reinforcement in cement mortar, the international journal of cement composites and lightweight concrete, vol.5 N°4,pp 257-262, (1983).*
- [36]: A. K. Bledzki et J. Gassan , *Composites reinforced with cellulose based fibers, ELSEVIER, Progress in polymer science, volume 24, pp.221-274, (1999).*
- [37]: FRD – Troyes France –© *Fibres et renforts Végétaux Solutions composites mars (2012).*
- [38]: S. Adil , *matériaux composite à matrice époxyde chargée par des palmier dattier :effet de l'oxydation au tempo, Thèse doctorat ; L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon(2011).*
- [39]: C. Cassignol , P. Olivier et A. Ricard ,*Influence of the dopant on the polypyrrole moisture content: effects on conductivity and thermal stability. Journal of applied polymer Sciences, 70, 1567-1577 (1998).*
- [40]: W. Jean , B. Claude , « *Les matériaux composites – Volume 1* » Centre Technique des Industries Mécaniques 328p (1991).
- [41]: G. Samir *comportement viscoélastique des matériaux orthotropes Mémoire de magister , université mentouri – Constantine(2005).*

Tableau 1: Valeurs du poids des films PVC/F.V préparé par évaporation du solvant.

POIDES de l'échantillo	Temps (jour)	0	01	02	05	08	15
M ₀₁	2	1,9650	1,9543	1,9015	1,8877	1,8740	
M ₀₂	2	1,9130	1,9001	1,8745	1,8636	1,8531	
M ₀₃	2	1,9967	1,9897	1,9572	1,9456	1,9363	
M ₀₄	2	1,8978	1,8812	1,8414	1,8304	1,8224	
M ₀₅	2	1,8897	1,8726	1,8427	1,8298	1,8218	
M ₀₆	2	1,8997	1,8823	1,8646	1,8515	1,8486	

Tableau 2: Valeur de la dureté (Shore D) des composites en fonction de la quantité de la fibre végétale.

La quantité de fibre dans le composites	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1
D instantanée	60.2	65.3	67.6	86.8	71.4	73.5
D après 15sec	53.8	61.7	62.5	63.4	65.8	68.7