



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



Université Echahid Hamma Lakhdar. El Oued
Faculté de la Technologie

Mémoire de Fin d'Etude
En vue de l'obtention du diplôme de
MASTER ACADEMIQUE

Domaine: Sciences et Technologies
Filière: Génie des Procédés
Spécialité: Génie chimique

Présenté par:
-Belaggoune Dhiya Elhak-
-Saidi Islam-

Thème

**Optimisation des paramètres opératoires
pour la préparation d'un film composite
polymère / charge naturelle**

Soutenu le 05/06/2018

Devant le Jury:

Mr. F. Ferhat	Président	Université d'El Oued.
Mr. N. Chaabia	Examineur	Université d'El Oued.
Mr. A. Boughezal	Rapporteur	Université d'El Oued

2017/2018

Dédicaces

Je dédie ce travail à ma mère et mon père pour ses encouragements et ses prières tout au long de mes études.

Je le dédie à mes frères et mes sœurs et ma fiancée R, et je les remercie pour leurs encouragements et leurs aides ainsi que toute ma grande famille.

A mon binôme Islam et a toute la famille Saidi.

À mes amis:

Abdelouahab, Farouk, Younes, Abdelhalim, Maamar et Hamid.

A mes collègues de la promotion -LMD-2018.

A chaque personne qui m'a aidé .



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

A mes parents .Aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de l'amour Dont ils ne cessent de me combler. Que dieu leur procure bonne santé et longue vie.

A celui que j'aime beaucoup et qui m'a soutenue tout au long de ce projet:

A mes frères MOHEMED HOSSNI ,SANA , WALID ,ILYAS et ASMA.

A toute ma famille, et mes amis ABDELHAKIM , ABDELFATAH , ABDELWAHAB , BRAHIM , ABDELKADER , ABDESSAMIE , Ali et NADIR.

A mon binôme DHIYA ELHEK et toute la famille BELLAGGOUNE

Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce projet soit possible, je vous dis merci



REMERCIEMENTS

*Nous remercions Dieu tout puissant clément et miséricordieux. Nous tenons, avant tout, à exprimer notre profonde gratitude à monsieur **Abdeslam Boughezal**, notre encadreur et qui a assumé la direction de ce travail. Qu'il veuille bien trouver ici l'expression de nos reconnaissances pour son dévouement, sa patience, sa disponibilité, ses conseils et son aide constant qu'il nous a apporté tout au long de ce travail*

Nous exprimons notre reconnaissance à tous les enseignants du département de génie des procédés qui par leur enseignement, leur encouragement et leur aide ont contribué à notre formation durant toutes nos études à l'Université d'Echahid Hamma Lakhdar El-Oued. Nous adressons nos remerciements à Mr A. Khechkhouch pour sa contribution et sa disponibilité.

*Nous tenons à remercier, également, le personnel de l'usine **Dehliba Plast**, responsable, ingénieurs et technicien qui nous ont fait part d'un bienvenu au niveau de leur laboratoire.*

Un vif remerciement est adressé à tous les ingénieurs du laboratoire de GP pour leurs aides, leurs présence et leurs contributions permanents.

Que monsieur le président et les membres de jury, trouve ici notre respect et spécial remerciement.

Enfin, que toutes les personnes ayant contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail, soient chaleureusement remerciées.

Sommaire

Abréviation et symbols

Liste de figures

Liste de tableaux

Introduction générale..... 1

Chapitre I : Généralités sur les polymères thermoplastiques et leurs applications

I.1. Introduction 2

I.2. Quelques définitions 2

I.3. Propriétés des matériaux polymères..... 3

I.3.1 Propriétés mécaniques..... 3

I.3.2. Propriétés physiques 3

I.3.2.1. Propriétés optiques 3

I.3.2.2. Propriétés thermiques 4

I.3.2.3. Propriétés électriques 4

I.3.3. Propriétés chimiques 4

I.4. Réactions de polymérisation..... 5

I.4.1. Réactions de polymérisation en chaîne 5

I.4.2. Réactions de polymérisation par étapes (par condensation) 6

I.5. Polychlorure de vinyle PVC 8

I.5.1. Définition 8

I.5.2 Synthèse du monomère 8

I.6. Procédés et techniques utilisés dans la production de Polychlorure de vinyle PVC 8

I.6.1 Matières premières 8

I.6.1.1. Chlorure de vinyle monomère (CVM) 8

I.6.1.2. Utilités en contact avec les fluides de procédé 9

<i>I.6.1.3 Produits chimiques de procédé</i>	9
I.6.2. Fourniture du CVM, stockage et déchargement.....	9
I.6.3. Polymérisation du Polychlorure de vinyle PVC.....	10
<i>I.6.3.1 Le procédé de PVC en suspension.....</i>	10
<i>I.6.3.2. Le procédé de PVC en émulsion.....</i>	10
<i>I.6.3.3. Procède de polymérisation en solution.....</i>	12
<i>I.6.3.4. Procède de polymérisation en masse.....</i>	12
I.7.Types et propriétés du chlorure de vinyle.....	13
I.7.1. Les types du PVC.....	13
I.7.2. Les propriétés	14
<i>I.7.2.1 Propriétés technologiques.....</i>	14
<i>I.7.2.2. Propriétés chimiques</i>	14
<i>I.7.2.2.1. Résistance aux agents chimiques</i>	14
<i>I.7.2.2.2. Tenue à la lumière</i>	15
<i>I.7.2.3. Propriétés mécaniques</i>	15
<i>I.7.2.4. Propriétés électriques de PVC.....</i>	15
I.8. Mise en œuvre et domaines d'applications.....	15
I.8.1.Extrusion (en general).....	15
I.8.2. Extrusion- soufflage	16

Chapitre II : Les polymères et la fibre végétale ou bio-composites

II.1. Les différents types de fibres naturelles.....	17
II.1.1. Les fibres végétales	17
<i>II.1.1.1 Les fibres animales.....</i>	17
<i>II.1.1.2. Les fibres minérales.....</i>	17
II.2. Les fibres végétales	18
II.2.1 Définition de la fibre végétale	18
II.2.2.Structure de la fibre végétale.....	18

II.2.3.Composition chimique des fibres végétales	19
II.2.4.Propriétés des fibres végétales.....	19
<i>II.2.4.1. Propriétés physiques des fibres végétales.....</i>	<i>19</i>
<i>II.2.4.2. Propriétés mécaniques</i>	<i>19</i>
<i>II.2.4.3. Propriétés thermiques.....</i>	<i>20</i>
II. 3. Les composites matrice polymère / fibres et problèmes d'adhésion	21
II.3.1.Les matrices polymères	21
<i>II.3.1.1.Les matrices thermodurcissables</i>	<i>21</i>
<i>II.3.1.2.Les matrices thermoplastiques</i>	<i>22</i>
II.3.2.Les matériaux composites	23
II.3.3.Problèmes d'adhésion	23
<i>II.3.3.1.Notions d'adhésion</i>	<i>23</i>
<i>II.3.3.2.Théories de l'adhésion</i>	<i>24</i>
<i>II.3.3.3.Théorie mécanique</i>	<i>24</i>
<i>II.3.3.3.1.Théorie thermodynamique ou mouillage.....</i>	<i>24</i>
<i>II.3.3.3.2.Théorie électrostatique</i>	<i>24</i>
<i>II.3.3.4.Théorie de la diffusion.....</i>	<i>25</i>
<i>II.3.3.5.Théorie chimique</i>	<i>25</i>
II.4. Applications des biocomposites	25
II.4.1.Potentiel de marché pour les polymers végétaux	25

Chapitre III : Partie expérimentale

III.1. Méthodologie expérimentale.....	27
III.1.1. produits et matériels.....	27
<i>III.1.1.1.Les produits.....</i>	<i>27</i>
<i>III.1.1.2 .Matériel utilisé.....</i>	<i>28</i>
III.1.2.Méthode de préparation.....	28
<i>III.1.2.1.Préparation des fibres du palmier dattier.....</i>	<i>28</i>
<i>a) .Collecte et broyage des fibre.....</i>	<i>28</i>

<i>b) Traitement de la fibre.....</i>	29
1-Extraction.....	29
2-Lavage.....	30
3- Traitement de la fibre par NaOH.....	30
4- Étuvage.....	31
5- Rebroyage.....	31
<i>III.1.2.2.Préparation des composites.....</i>	31
III.1.3.Appareillage de mesure et de caractérisation.....	33
<i>III.1.3.1.La spectrophotométrie infrarouge a transformé de fourier IRTF.....</i>	33
<i>III.1.3.2.Absorption de l'eau.....</i>	34
<i>III.1.3.3.Conductivité thermique.....</i>	34
<i>III.1.3.4.Test de traction</i>	35

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1. Résultats et discussion.....	37
IV.1.1.Caractérisation par IRTF.....	37
<i>IV.1.1.1.Effet du traitement de la charge.....</i>	37
<i>IV.1.1.2. Effet de la composition des composites.....</i>	38
IV.1.2. Variation du poids des films composites	39
IV.1.3.Le taux d'absorption d'eau.....	40
IV.1.4.La conductivité thermique.....	43
IV.1.5.Test de traction.....	45
Conclusion générale.....	47
Référence bibliographique.....	48
Annexes.....	51

**ABREVIATIONS
ET
SYMPOLES**

Abréviations et symboles

Symboles	Désignation
ABS	Acrylonitrile butadiène styrène.
PLA	Acide polylactique.
PET	Polyethylene terephthalate.
CMO	Les composites à matrice organique.
CMC	Les composites à matrice céramique.
CMM	Les composites à matrice métallique.
PSE	Le polystyrène expansé.
FVP	La fibre végétale de palmier.
IRTF	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.
E	Module d'élasticité.
A	Allongement
R_m	Résistance à la rupture.
R_e	Limite élastique
K_{ic}	Fracture toughness.
n	L'indice de réfraction.
C	La vitesse de la lumière dans le vide.
V	La vitesse de la lumière dans le matériau .
T_g	La température de transition vitreuse.
T_f	La température de fusion.
δ	Contrainte à la rupture.
T_{max}	Température maximale d'utilisation.
PEBD	Polyéthylène basse densité.
PEHD	Polyéthylène haute densité.
CVM	Chlorure de vinyle monomère.
DCE	Dichloréthane.
DINP	Di-iso-nonylphtalate.

Abréviations et symboles

DIDP	Di-iso-decylphtalate.
DEHP	Di-éthylhexylphtalate.
DOP	Dioctylphtalate.
UV	Ultraviolet.
SB	Styrene-Butadiene
PPSU	Polyphenylsulfone.
PMMA	Polyméthacrylate de méthyle.
PC	Polycarbonate.
PS	Polystyrène.
PP	Polypropylène.
PE	Polyéthylène.
PA	Polyamide.
PTFE	Polytétrafluoroéthylène
PVC	Polychlorure de vinyle.
ADN	Acide désoxyribonucléique.
M	Masse molaire
w	Watt
W	Le taux d'absorption
m	Mètres
k	Kelvin
g	Gramme
cm³	Centimètre cube
MPa	Milli pascal
N	Newton
λ	La conductivité thermique

LISTE DES FIGURES

Liste des figures :

Figure I.1. Polymérisation par ouverture d'une double liaison (d'éthylène, par exemple).....	5
Figure I.2. Courbe énergétique de l'homopolymérisation.....	6
Figure I.3. Vue schématique d'une réaction de polycondensation.....	7
Figure I.4. Polymérisation du chlorure de vinyle en suspension.....	10
Figure I.5. Schéma de principe d'un procédé E-PVC.....	11
Figure I.6. Polymérisation en masse du chlorure de vinyle.....	13
Figure . II.1. Illustrations de quelques fibres animales, de gauche à droite: cocon de soie, fibres d'Angora et fibres d'Alpaga.....	17
Figure. II.2. Structure du bois (observations multi échelles).....	18
Figure III.1. Image de la poudre de PVC	27
Figure III.2. Image du PSE recyclé	27
Figure III.3. Image des pulves de palmier dattier	27
Figure III.4. (A) la fibre avant broyage , (B) après broyage.....	29
Figure III.5. Image de l'appareillage d'extraction par solvant.....	29
Figure III.6. Image de l'opération de lavage par de l'eau distillée.....	30
Figure III.7. Image de la fibre du palmier dattier, (A) avant traitement (B) après traitement par NaOH.....	30
Figure III.8. Rebroyage de la fibre végétale.....	31
Figure III.9. Image des composites (1,2, 3 et 4).....	32
Figure III.10. Image du spectrophotomètre infrarouge utilise.....	33
Figure III.11. Shéma simplifié du montage expérimental pour la mesure de la conductivité thermique.....	35
Figure III.12. Image de l'appareillage(machine) de traction	36
Figure IV.1. Spectre IR pour les différents types de fibres	37
Figure IV.2. Spectre IR pour les types des composites.....	38
Figure IV.3. La variation du poids des films composites en fonction du temps d'évaporation du solvant.....	39

Liste des figures

Figure IV.4. Images des différents composites, avant l'absorption(A) après l'absorption(B).....	40
Figure IV.5. Variation du taux d'absorption d'eau en fonction du temps à température ambiante.....	41
Figure IV.6. Histogrammes de variation du taux d'absorption des composites à température ambiante.....	41
Figure IV.7. Variation du taux d'absorption d'eau en fonction du temps à température de 40 ° C.....	42
Figure IV .8. Histogrammes de variation du taux d'absorption des composites à 40 ° C.....	42
Figure IV .9. Histogramme de variation du taux d'absorption des composites à température ambiante et à 40 ° C.....	43
Figure IV.10. Profil de température des parois internes des composites en fonction du temps.....	44
Figure IV.11. Profil de température des parois externes des composites en fonction du temps.....	44
Figure IV.12. Histogramme de variation de la conductivité thermique de différents composites.....	45
Figure IV.13. Histogramme de variation la contrainte de traction des composites.....	46
Figure IV.14. Histogramme de variation l'allongement des composites.....	46

LISTE DES TABLEAUX

Liste de tableaux :

Tableau I.1 .Propriétés mécanique de quelques polymères.....	3
Tableau I.2 . Indice de réfraction et les facteurs de transmission de quelques matériaux.....	4
Tableau I.3 . Rapport entre le degré de polymérisation et la vitesse de conversion dans une réaction de croissance par étapes.....	7
Tableau. I. 4 .les caractéristiques typiques des différents procédés de PVC en émulsion.....	11
Tableau II.1 .Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales.....	19
Tableau II.2 .Propriétés mécaniques de différentes fibres naturelles et synthétiques.....	20
Tableau II.3 Principaux secteurs d'applications des matières plastiques.....	21
Tableau II.4 . Caractéristiques des résines thermodurcissables.....	22
Tableau II.5 . Caractéristiques des quelques thermoplastiques.....	22
Tableau III..1 . La composition des différents matériaux composites préparés.....	32

INTRODUCTION

GENERALE

Introduction générale

Les polymères sont des matériaux innovants et d'une grande importance, cette importance provient de leurs variantes propriétés : d'un matériau souple et flexible à un matériau fragile et ductile, d'un isolant à un conducteur.....etc. Cette divergence de propriétés se traduit en pratique par une large gamme d'applications. Une autre caractéristique qui confère aux polymères leur importance est la possibilité de modification structural chimique ou physique à savoir ; les blends, la mise en solution, l'ajout d'additifs et de renfort (composites) ...etc.

Le polychlorure de vinyle PVC est l'un des polymères les plus utilisés et consommés dans la vie quotidienne, il est produit avec des millions de tonnes chaque année et son application varie d'une simple pièce de quelques centimètres à des objets de grandes dimensions. Ces dernières années, des recherches sont accentuées sur son impact environnemental et l'une des voie suivit consiste en la l'incorporation d'une biocharge afin de faciliter sa dégradation dans la nature d'un part et d'autre part d'exploiter ses capacités dans d'autres applications externe à savoir l'isolation, le recouvrement (peinture).....etc.

L'objectif de notre étude est de préparer un matériau composite à base d'une matrice polymère et d'une charge biodégradable. Cette charge est une fibre issue du palmier dattier, elle est très disponible dans la région de Oued Souf. Afin d'améliorer la propriété d'isolation, nous avons procédé à l'ajout d'un autre thermoplastique, le polystyrène expansé recyclé, nous obtenons alors, un composites constitué d'un mélange de matrices chargé par une fibre végétale.

Notre manuscrit se compose de 04 chapitres réparti comme suit :

Le chapitre 1 comporte des notions de base et des généralités sur les polymères ;

Le deuxième chapitre focalise sur les fibres végétales, les composites et leurs applications ;

Les chapitres 03 et 04, constituent la partie expérimentale, ils traitent les méthodes de mesures utilisés ainsi que l'exposé de résultats et leurs discussions.

Chapiter I :
Généralités sur
les polymères thermoplastiques
et leurs applications

I.1. Introduction :

Un matériau est appelé plastique, qu'il soit naturel ou synthétique, quand après avoir été déformé par une action externe (température + contrainte, pression, ...), il conserve la forme acquise après la fin de cette action. Il vient du mot grec plastikos qui signifie modelable.

Scientifiquement il a le nom polymère, qui veut dire en grec plusieurs unités. C'est un matériau organique composé essentiellement d'atomes de carbone et d'hydrogène.

Dans les années 1920, Hermann Staudinger a démontré qu'il était formé de longues chaînes moléculaires qualifiées de macromolécules, elles-mêmes formées d'une répétition de molécules élémentaires appelées monomères (motifs, éléments de base, mères). Ainsi la molécule de polyéthylène est formée de l'association en chaînes du motif $-CH_2-CH_2-$ provenant de l'éthylène C_2H_4 . Le nombre de motifs n qui est entier, peut être extrêmement élevé jusqu'à 10^6 .

La méthode d'élaborer le polymère à partir de monomères ou macromolécules est appelée la polymérisation.[1]

I.2. Quelques définitions :

Un polymère est une substance composée de longues chaînes moléculaires appelées Macromolécules. Une macromolécule résulte de l'enchaînement par liaison covalente, d'unités constitutives (ou groupes d'atomes) appelés « mères » (provenant du grec «meros» qui signifie «partie»). [2].

Les monomères : Ce sont les composés de base des polymères. Relevant de la chimie organique, ils associent par des liaisons covalentes des atomes de carbone et des atomes d'hydrogène, d'oxygène, d'azote, plus éventuellement des atomes de chlore, de fluor, de soufre, etc.. Le terme macromolécule est souvent utilisé à la place de polymère.[3, 4]

La polymérisation : est la réaction qui, à partir des monomères, forme en les liants des composés de masse moléculaire plus élevée, les polymères ou macromolécules. Les noyaux des monomères sont le plus souvent constitués d'un atome de carbone (molécules organiques) ou d'un atome de silicium (polymères siliconés).[3]

Un homopolymère :est un polymère qui comporte des motifs monomères tous identiques.

Un copolymère : est un polymère qui comporte des motifs monomères de deux ou plus sortes différentes.[3]

Les polymères peuvent être d'origine naturelle (animale ou végétale) ou d'origine synthétique. Les macromolécules naturelles sont les caoutchoucs, les polysaccharides, le glycogène, l'ADN, les protéines... Les macromolécules synthétiques sont représentées par

exemple par le polyéthylène PE, le polypropylène PP, le polystyrène PS, le polychlorure de vinyle PVC, le polytétrafluoroéthylène PTFE, les polycarbonates PC, les poly-imides PI...[3]

I.3. Propriétés des matériaux polymères :

I.3.1 Propriétés mécaniques :

Les propriétés mécaniques sont récapitulées dans le tableau suivant:

Matériau	E(Gpa)	N	Re(MPa)	Rm(MPa)	A(%)	KIC(MPa-m ^{1/2})
Mousses polymères	0.001-2	0.25	0.2-10	0.2-10	10-100	0.001-2
Polyamide 6-6 PA	2-4	0.35	50-80	60-110	15-80	0.5-3
Polycarbonate de biphénol PC	2.6	0.40	50	60	15-70	1-2.5
Polyéthylène basse densité PEBD	0.15-0.24	0.44	6-20	7-20	100-1000	1-5
Polyéthylène haute densité PEHD	0.55-1	0.42	20-30	20-37	170-1400	2-5
Poly-méthacrylate de méthyle PMMA	3.4	0.39	60-110	60-110	2-10	1-1.6
Polypropylène PP	0.9-1.7	0.41	20-35	35-70	60-100	3-3.5
Polystyrène PS	3-3.4	0.39	35-70	40-70	1-4	2
Polytétrafluoroéthylène PTFE	0.3-0.8	0.45	10-15	17-40	200-400	3
Polychlorure de vinyle PVC	2.4-3	0.39	40-50	40-60	12-80	2-8

Tableau I.1 .Propriétés mécanique de quelques polymères[4]

I.3.2. Propriétés physiques :

Les propriétés physiques des matériaux polymères sont une moyenne de celles des composants quand il s'agit de la masse volumique ou de la reprise d'humidité. Pour le reste, ces matériaux sont souvent inhomogènes et il n'y a pas de règle d'addition pour prévoir les propriétés à partir de celles des composants. [5]

I.3.2.1. Propriétés optiques :

L'indice de réfraction n d'un matériau transparent est défini par le rapport de la vitesse de la lumière dans le vide C à la vitesse de la lumière dans le matériau V :

$$n = C/V = \sin(i)/\sin(r) \dots \dots \dots (\text{éq. I.1})$$

Ou:

n : L'indice de réfraction.

C : La vitesse de la lumière dans le vide.

V : La vitesse de la lumière dans le matériau .

Le tableau suivant représente les indices de réfraction et les facteurs de transmission de quelques matériaux.

Matériau	Indice de réfraction	Facteur de transmission (%/mm)
Polycarbonate (PC)	1.59	88
Polyméthacrylate de méthyle (PMMA)	1.49 à 1.56	92
Polysulfone (PPSU)	1.65	75
Polytétrafluoréthylène (PTFE)	1.32	0
Résine acrylique	1.49	>99
Styrène-butadiène (SB)	1.57	90

Tableau I.2. Indice de réfraction et les facteurs de transmission de quelques matériaux.[4]

I.3.2.2. Propriétés thermiques :

La température de transition vitreuse " T_g " et la température de fusion " T_f " sont les deux températures fondamentales nécessaires dans l'étude des matériaux polymères.

La température de transition vitreuse est partiellement importante pour les polymères amorphes, notamment les thermoplastiques amorphes, pour lesquels, il n'existe aucune force de cohésion importante autre que l'enchevêtrement.

Les zones cristallines ne fondent que bien au-delà de la température de transition vitreuse.

Les températures caractéristiques d'un seul et même matériau peuvent alors être classées de la façon suivante:

Température de transition vitreuse < Température de cristallisation < Température de fusion < Température de décomposition thermique.

Selon la température à laquelle il est soumis, un matériau polymère peut présenter des comportements mécaniques différents. Ceci peut se produire pour les thermoplastiques semi cristallins dans un domaine même étroit de la température.[6]

I.3.2.3. Propriétés électriques :

Les polymères organiques sont en général des isolants que des charges conductrices percolantes peuvent rendre conducteurs : graphite en poudre ou en fibres, fibres de nickel. La conductibilité en surface, faible, mais suffisante pour assurer un écoulement des charges électriques, est obtenue par des additifs, dits antistatiques, souvent des substances organiques hydrophiles. [5]

I.3.3. Propriétés chimiques :

Le comportement chimique du matériau dépend en grande partie de la nature chimique de la partie polymère mais aussi de son accessibilité aux agents extérieurs. Il faut donc garder en

mémoire tout ce qui a été dit sur les propriétés physiques. On traitera dans ce qui suit de l'action des produits chimiques sur le matériau solide, puis du comportement au feu qui est une attaque chimique à température élevée par l'air.

On notera que la distinction entre mise en solution et attaque chimique est théoriquement claire, une solution devant laisser intacte la structure chimique du produit. Cependant des réactifs utilisés comme solvants peuvent être des agents de l'attaque chimique. Ainsi les acides formique ou chloracétique, qui dissolvent le PA 66, commencent par mettre en jeu une liaison hydrogène avec les fonctions amide ; à température plus élevée ils peuvent provoquer la rupture des liaisons et donc dégrader le polymère chimiquement[5].

I.4. Réactions de polymérisation :

Le terme 'polymérisation' désigne l'ensemble des procédés de formation de chaînes à partir de molécules plus petites (monomères) ; chaque monomère est isolé, il est ensuite combiné avec d'autres monomères de même nature ou de nature différente lors d'une réaction chimique appelée réaction de polymérisation.[1]

Il existe deux types de réaction de polymérisation:

I.4.1. Réactions de polymérisation en chaîne :

La polymérisation représente le procédé de réaction le plus important et produit, entre autres, le polyéthylène plastique (PE), le polypropylène (PP), le chlorure de vinyle (PVC) et le polystyrène (PS). Le principe de réaction inclut l'ouverture de la double liaison de la chaîne monomère (voir Figure I.1) ainsi que l'enchaînement de nombreuses molécules monomères formant une longue chaîne de macromolécules saturées. [7]

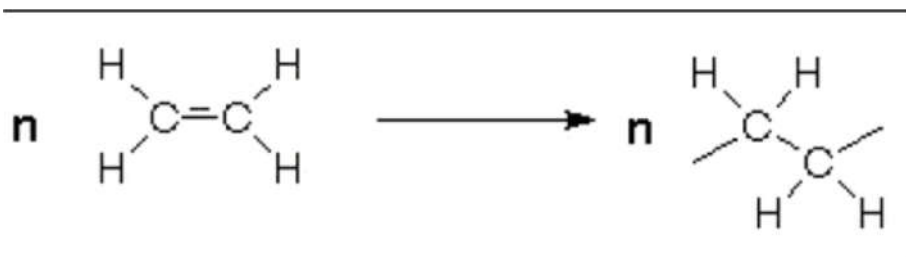


Figure I.1. Polymérisation par ouverture d'une double liaison (d'éthylène, par exemple)[7]

Une différenciation est faite entre la polymérisation radical et ionique en fonction de l'activation (type d'amorçage) :

- les initiateurs radicaux peuvent être l'oxygène ou, à des températures opératoires plus élevées, des peroxydes organiques, des azoïques ou, tout simplement, la chaleur, comme c'est le cas du polystyrène et, à des températures opératoires inférieures, des systèmes d'oxydoréduction tel que le persulfate / bisulfite.
- les catalyseurs ioniques (y compris organométalliques) sont pour la plupart d'une nature très complexe et nécessitent souvent un procédé de production séparé à l'intérieur de l'usine. Les catalyseurs ioniques modernes sont tellement efficaces, que l'élimination du catalyseur après la polymérisation n'est plus requise pour la plupart des utilisations.

La polymérisation réelle peut être réalisée en masse, dans l'eau, dans des solvants ou dans des dispersants organiques.

Le déroulement d'un procédé de réaction peut généralement être décrit comme suit :

- réaction d'amorçage.
- réaction de croissance.
- réaction de rupture.

La Figure I.2 décrit la courbe énergétique durant le temps de réaction de l'homopolymérisation de l'éthylène en polyéthylène.

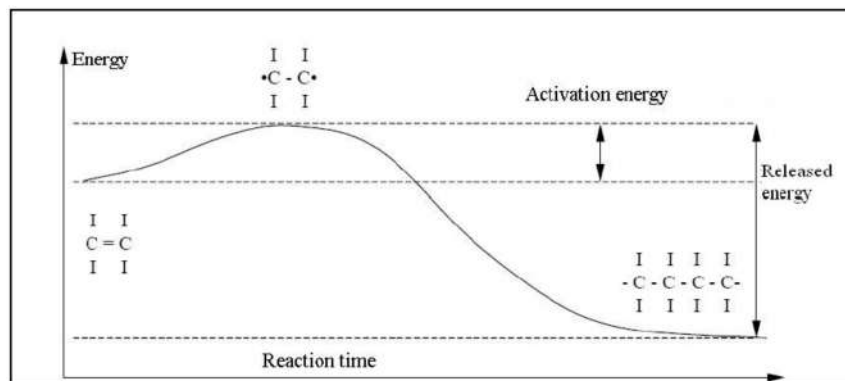


Figure I.2. Courbe énergétique de l'homopolymérisation[7]

I.4.2. Réactions de polymérisation par étapes (par condensation) :

Le principe de la réaction inclut la réaction d'un monomère avec deux groupements fonctionnels réactifs différents ou la combinaison de deux monomères bi fonctionnels formant un polymère et générant un sous-produit qui est, dans de nombreux cas, de l'eau. Une vue schématique de la réaction est représentée à la Figure I.3. [7]

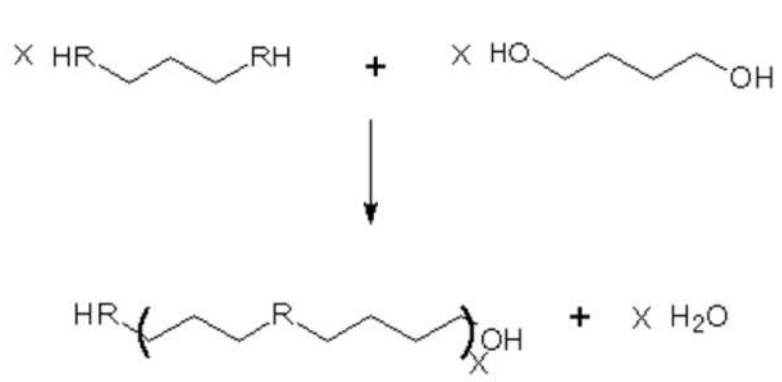


Figure I.3. Vue schématique d'une réaction de polycondensation[7]

La polycondensation est considérée comme « une réaction de croissance par étapes ». Le procédé doit utiliser souvent (mais pas toujours) un catalyseur d'habitude sous forme de sel métallique ou d'une combinaison de sels métalliques.

En raison des caractéristiques propres au procédé, le degré d'avancement de polymérisation est généralement inférieur à celui d'une polymérisation en chaîne (entre 1000 et 10 000). La molécule grandit point par point à une vitesse relativement faible. La croissance procède doucement du monomère au dimère, trimère, etc. jusqu'à ce que ne soient élaborées des macromolécules entières ; cette élaboration ne se fera qu'à des vitesses de conversion élevées à la fin du temps de réaction, comme il est indiqué au Tableau I.3:

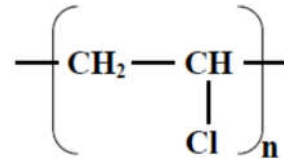
Degré de polymérisation	Conversion nécessaire
2	50 %
10	90 %
100	99 %
1000	99,9%
10 000	99,99 %

Tableau I.3. Rapport entre le degré de polymérisation et la vitesse de conversion dans une réaction de croissance par étapes[7]

I.5. Polychlorure de vinyle PVC :

I.5.1. Définition :

Le polychlorure de vinyle dont l'abréviation internationale est PVC de formule générale :

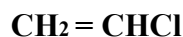


est une matière thermoplastique de synthèse obtenue par polymérisation du chlorure de vinyle (CVM) ou monochloréthylène.

La découverte de cette réaction de polymérisation fut réalisée par le chimiste français Regnault 1835.[8]

I.5.2 Synthèse du monomère :

La synthèse du chlorure de vinyle monomère (CVM)

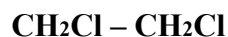


est réalisée suivant deux principaux procédés :

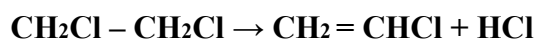
- ✓ Addition du gaz chlorhydrique sur l'acétylène :



- ✓ Chloration de l'éthylène en 1,2- dichloro- éthane :



Puis pyrolyse de ce dernier :



I.6. Procédés et techniques utilisés dans la production de Polychlorure de vinyle PVC :

I.6.1 Matières premières :

I.6.1.1. Chlorure de vinyle monomère (CVM) :

Le PVC est issu de la polymérisation du chlorure de vinyle monomère (CVM), qui à son tour est produit par le craquage thermique du dichloréthane (DCE). Le chlore utilisé dans la fabrication du DCE (dichloréthane) est dérivée du sel commun (Na Cl) par électrolyse, et ainsi 43 % en poids de PVC provient du pétrole brut.

Différentes impuretés en traces se forment dans le chlorure de vinyle, dont certaines impuretés telles que le butadiène-1.3 et l'acétylène de mono vinyle peuvent avoir des effets défavorables sur la cinétique de la polymérisation, même à des niveaux très faibles (mg par kg) ; pour cette raison, ces impuretés doivent être soumises à un contrôle rigoureux.

Tout liquide inaltéré ayant, d'une part, un point d'ébullition considérablement plus élevé que le chlorure de vinyle tel que le DCE et, d'autre part, restant dans le CVM, sera retrouvé dans l'effluent aqueux, car les techniques développées pour éliminer le CVM ne réussiront pas à éliminer ces liquides.[7]

I.6.1.2. Utilités en contact avec les fluides de procédé :

- L'azote : utilisé pour le rinçage et la méthode de traitement dit « inertage ».
- La vapeur : pour l'eau et le stripage de la suspension et du latex, pour le préchauffage de la réaction et pour la purge des équipements.
- L'air utilisé pour le séchage.
- L'eau. [7]

I.6.1.3 Produits chimiques de procédé :

- L'eau de procédé utilisée pour disperser le CVM durant la polymérisation, pour diluer la Suspension ou le latex et pour rincer les équipements si nécessaire.
- Les agents de surface, les émulsionnants et les colloïdes protecteurs utilisés pour préparer et stabiliser la dispersion du monomère et du PVC dans l'eau de procédé, en général la teneur est d'environ de 1 kg/t dans la suspension et d'environ 10 kg/t dans l'émulsion.
- Les initiateurs de polymérisation, tels que les peroxydes organiques ou les peresters, en général à raison de moins de 1 kg/t de CVM.
- Les produits chimiques pour arrêter la réaction, tels que les phénols bloqués en général à raison de moins de 1 kg/t de CVM.
- Les agents imputrescibles utilisés pour limiter la formation de polymère sur les parois du réacteur.
- Les produits chimiques utilisés pour modifier les caractéristiques du produit final, notamment les copolymères pour améliorer l'effet utile de l'impact.[7]

I.6.2. Fourniture du CVM, stockage et déchargement :

Pour fournir des usines de PVC isolées et lorsque la distance est courte, le gaz CVM peut être transporté par des canalisations spécifiques. Les navires, les trains et les camions sont utilisés pour effectuer des distances plus longues. La plupart des usines PVC disposent d'installations de stockage et de déchargement pour le CVM.

Le CVM peut être stocké dans des cuves sous pression ou réfrigérées à la pression atmosphérique environ. Pour les installations de déchargement, des dispositifs de plan incliné à contrepoids seront utilisés entre la phase de stockage et le transport afin de réduire les émissions.[7]

I.6.3. Polymérisation du Polychlorure de vinyle PVC :

I.6.3.1 Le procédé de PVC en suspension :

Dans un grand récipient (autoclave), on mélange fermement le MVC avec une certaine quantité d'eau. La polymérisation commence après ajout d'un initiateur. Lorsque 90 % du MVC est polymérisé, la réaction est stoppée. Le MVC qui n'a pas été transformé est récupéré et réutilisé. Après séchage et tamisage, le PVC est stocké et emballé sous forme de poudre blanche inerte.[9]

La polymérisation du chlorure de vinyle en suspension dans le tableau suivant:

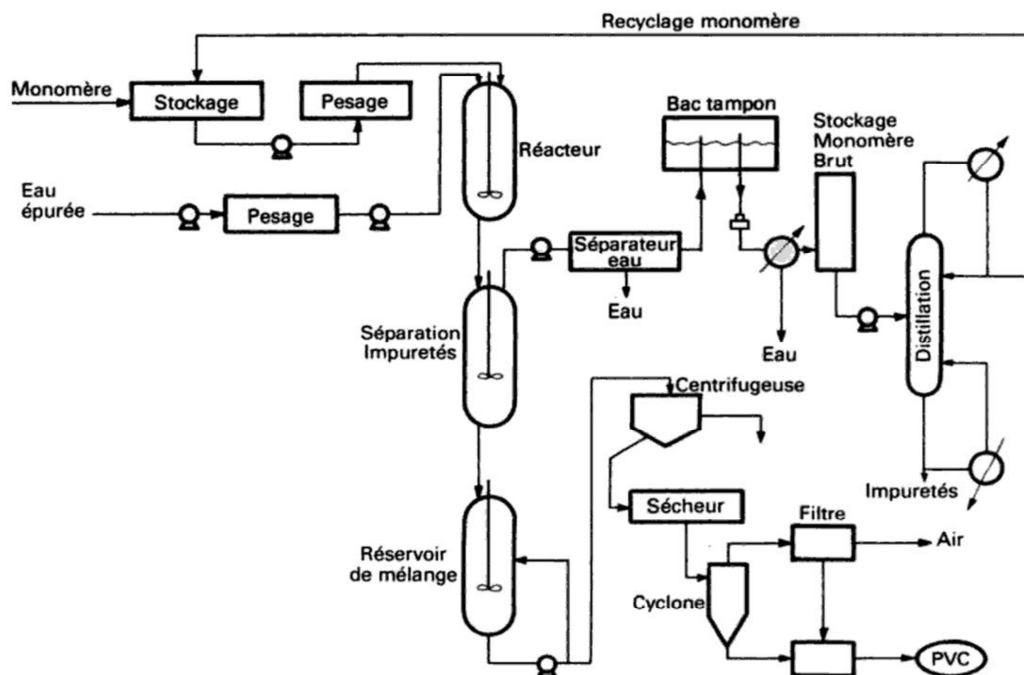


Figure I.4. Polymérisation du chlorure de vinyle en suspension.[10]

I.6.3.2. Le procédé de PVC en émulsion :

Fournit surtout de fines le processus de production comprend cinq étapes: Ce procédé se fait également dans un autoclave. Le MVC est placé en émulsion dans de l'eau. La suite du procédé est identique dans le figure I.5 Ce type de polymérisation :

1. Extraction du pétrole et du sel.
2. Production de chlore et d'éthylène.

3. Synthèse du chlorure de vinyle monomère (MVC) 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. Compound, mélanger du PVC avec toutes sortes d'additifs en vue d'obtenir des variantes aux propriétés diverses.
6. Transformation du PVC en produit. [9]

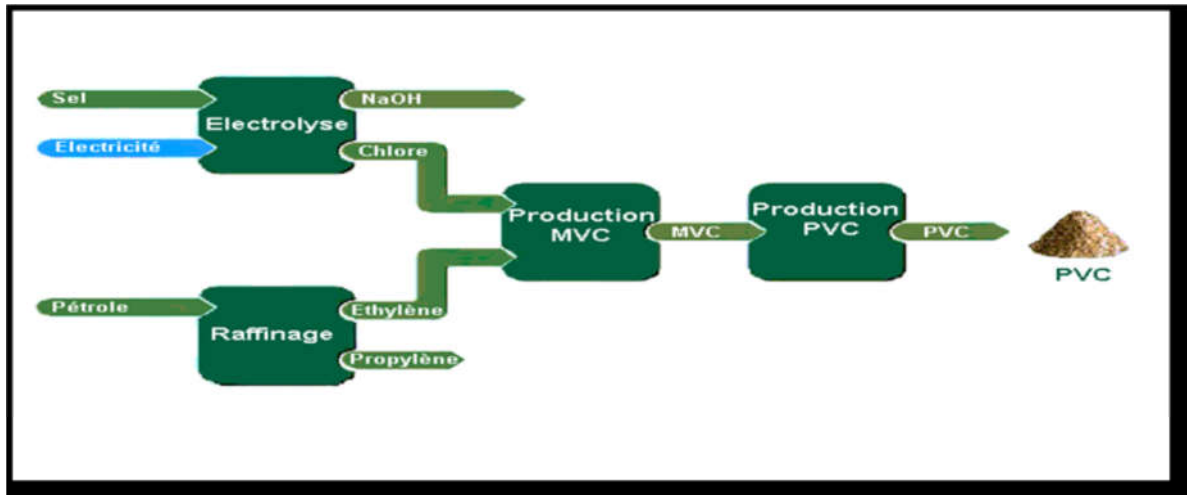


Figure I.5.Schéma de principe d'un procédé E-PVC[9]

Les caractéristiques typiques des différents procédés de PVC en émulsion dans le tableau suivant.

Procédé	Avantages	Inconvénients
Emulsion par lots	Capacité de produire des polymères caractérisés par une pseudoplasticité élevée. Capacité de fournir une gamme d'autres rhéologies. Simplicité et flexibilité.	Les niveaux d'émulsifiant résiduels sont trop élevés pour fournir des revêtements caractérisés par une absorption d'eau et une transparence très faibles.
Emulsion continue	Capacité de produire des polymères caractérisés par des viscosités du plastisol faibles. Stabilité du produit. Rendement élevé.	Revêtements avec une faible absorption d'eau et transparence (émulsifiant résiduel élevé). Ce type d'émulsion ne peut pas produire des polymères pseudoplastiques. Aucune flexibilité. Coûts des émulsifiants.
Microsuspension	Capacité de produire des polymères caractérisés par des viscosités du plastisol très faibles. Les polymères peuvent fournir des revêtements avec une absorption d'eau et une transparence très faibles et avec des propriétés organoleptiques excellentes (niveaux d'émulsifiant faible). Stabilité du produit. Une consommation d'émulsifiant inférieure peut aussi être un avantage en matière d'impact environnemental du procédé.	Incapacité de produire des polymères pseudoplastiques. Complexité supérieure.

Tableau. I. 4.les caractéristiques typiques des différents procédés de PVC en émulsion.[10]

I.6.3.3. Procède de polymérisation en solution:

Un solvant organique dans lequel monomère et polymère sont solubles remplace l'eau des procédés en émulsion et suspension. Le solvant le plus courant est le n-butane, mais bien d'autres sont possibles tels le benzène, le cyclohexane ou des solvants aliphatiques chlorés.

Le procédé de polymérisation en solution est surtout utilisé pour la production de copolymères du chlorure de vinyle. L'utilisation d'un solvant organique augmente en effet d'une manière considérable le coût de la production, ce qui explique le fait que ce procédé ne soit employé que pour des conditions spéciales et qu'il ne puisse pas être considéré comme compétitif pour la production de PVC usage général.[10]

I.6.3.4. Procède de polymérisation en masse :

La polymérisation en masse du chlorure de vinyle est devenue un important procédé au cours des vingt dernières années grâce aux travaux de Rhône-Poulenc(Chloé Chimie).

Il conduit à deux types de résines qui diffèrent par la taille de leurs particules:

- 90-200 μ , taille équivalente à celle des résines issues du procédé en suspension.
- 20-50 μ résines pour mélange.

Ces résines sont bien adaptées aux usages du PVC sous forme souple et rigide, car elles sont plus poreuses que celles en provenance du procédé en suspension, ce qui facilite l'adsorption des plastifiants.

La figure I.6.représente le schéma du procédé qui comprend les deux étapes de la polymérisation, le recyclage du monomère, le séchage et la récupération du polymère.

La réaction de polymérisation s'effectue donc en deux étapes : la première étape est la phase de formation des grains de polymère, étape qui conditionne la structure du polymère final ; la deuxième étape est la phase de croissance des grains.[10]

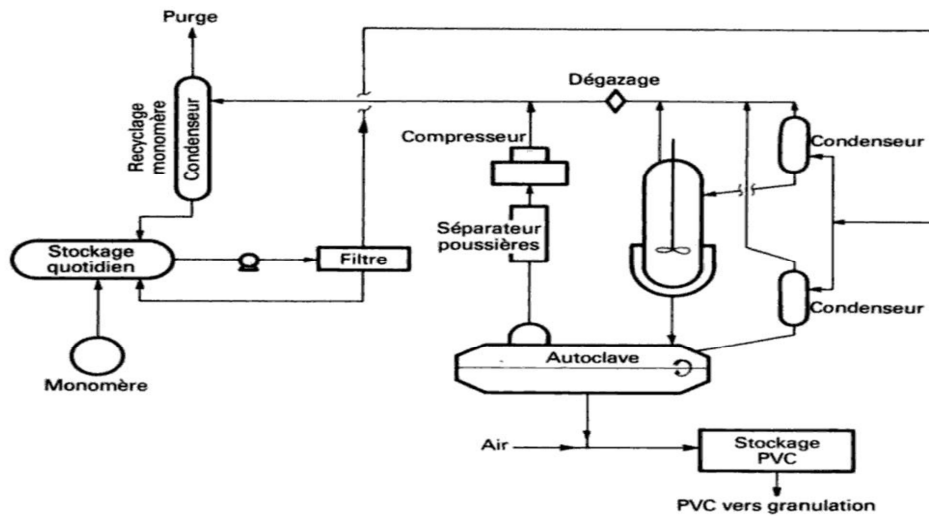


Figure I.6. Polymérisation en masse du chlorure de vinyle. [10]

I.7. Types et propriétés du chlorure de vinyle :

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.

I.7.1. Les types du PVC :

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. [11]

b) Lubrifiants :

La mise en œuvre à température élevée fait intervenir des forces de frottement entre le polymère et les parois métalliques des machines de transformation et entre les grains ou les chaînes du polymère lui-même.

Le rôle du lubrifiant (paraffines, cires de polyéthylène, acides gras...) est donc de surmonter ces forces de frottement afin de faciliter l'écoulement de la matière.[12]

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-nonylphtalate), le DIDP (di-iso-decylphtalate) et le DEHP (di-éthylhexylphtalate), 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]

I.7.2. Les propriétés :

I.7.2.1 Propriétés technologiques :

Les compositions à base de PVC peuvent être mises en œuvre par toutes les méthodes de transformation actuellement connues : injection, extrusion, calandrage, etc. ; de plus les produits transformés présentent une bonne aptitude au façonnage et à l'usinage ainsi qu'au collage, au soudage, etc. [8]

I.7.2.2. Propriétés chimiques :

I.7.2.2.1. Résistance aux agents chimiques :

Le PVC non plastifié possède une résistance remarquable à 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, chlorés).

1.7.2.2. Tenue à la lumière : (résistance photochimique)

Compte tenu des précautions spéciales prises tant 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 encore améliorée par l'addition d'agents de protection anti -UV et le choix de colorants ou pigments sélectionnés en vue d'utilisations particulières.[13]

1.7.2.3. Propriétés mécaniques :

- 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°C). [11]

1.7.2.4. Propriétés électriques de PVC

Le PVC à de bonnes propriétés isolantes mais les pertes électriques dans le matériau sont suffisamment importantes pour permettre le soudage par haute fréquence. [11]

I.8. Mise en œuvre et domaines d'applications :

I.8.1.Extrusion (en général) :

❖ Extraction de tubes rigides pour :

- transport de fluides divers,

- canalisations électriques, etc.

❖ Extrusion de tuyaux souples pour :

- usages domestiques ou industriels (arrosage, etc.),

- emballages tubulaires (tubes souples et berlingots).

- gaines pour câbles et fils électriques, etc.

❖ Extrusion de profilés rigides pour volets, portes, châssis de fenêtres, mains courantes, nez d'escaliers, plinthes, cornières, rails et cache-rails, etc.

❖ Extrusion de feuilles et plaques rigides pour :

-Le secteur du bâtiment (toitures, bardages, etc.),

- thermoformage, etc.

❖ Extrusion de films souples ou semi-rigides pour usages divers (emballages, par exemple).

I.8.2. Extrusion- soufflage :

❖ Extrusion -soufflage de récipients en PVC non plastifié :

Les bouteilles, flacons et corps ceux rigides en PVC trouvent un vaste champ d'application, grâce aux caractéristiques suivantes :

- grande légèreté et robustesse ; bonne rigidité même pour des récipients à parois minces ; sécurité d'utilisation, pas de bruit à la manutention ;
- fini de surface très brillant et possibilité d'obtenir une transparence parfaite ;
- bonne résistance à la rayure ;

❖ Extrusion soufflage de films :

L'application principale de cette technique est celle des emballages, tels que les sacs, sachets, gaines, housses, etc. [8]

Chapitre II :

Les polymères et la fibre végétale

II.1. Les différents types de fibres naturelles:

II.1.1. Les fibres végétales :

Les fibres végétales sont issues de la biomasse, elles peuvent être extraites du fruit, de la tige ou de la feuille d'une plante. Elles sont principalement composées de cellulose, d'hémicelluloses, de lignines et de pectines. Elles sont surtout utilisées pour leurs avantages inégalés : leur faible densité, leur pouvoir d'isolant thermique, leurs propriétés mécaniques, et notamment pour leur biodégradabilité et atouts écologiques. [14]

II.1.1.1 Les fibres animales :

La petite part du marché que tiennent ces fibres (à peine 2%) sur l'ensemble des fibres textiles utilisées dans le monde d'un point de vue tonnage ne reflète pas la proportion économique plus importante. La fibre la plus importante et la plus utilisée est la fibre de laine connue pour ses qualités de bon isolant thermique, son pouvoir absorbant élevé (16-18%) et son élasticité importante (45%). [15]



Figure . II.1. Illustrations de quelques fibres animales, de gauche à droite: cocon de soie, fibres d'Angora et fibres d'Alpaga[15]

II.1.1.2. Les fibres minérales :

L'amiante est la seule fibre minérale naturelle. Il a attiré l'attention des industriels pour sa résistance à la chaleur, au feu, aux agressions électriques et chimiques et pour son pouvoir absorbant. Il a été utilisé pour les patins de freins ou en garniture de chaudières ou fours électriques, ou encore dans diverses installations électriques (ex : plaques chauffantes) avant de l'interdire progressivement à cause des risques cancérogènes qu'il présente.[16]

II.2. Les fibres végétales :

II.2.1 Définition de la fibre végétale :

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.[17]

II.2.2. Structure de la fibre végétale:

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de micro-fibrille cellulosiques en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine.[18]

La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de micro-fibrilles (S1, S2, S3) (Figure. II.2).[17]

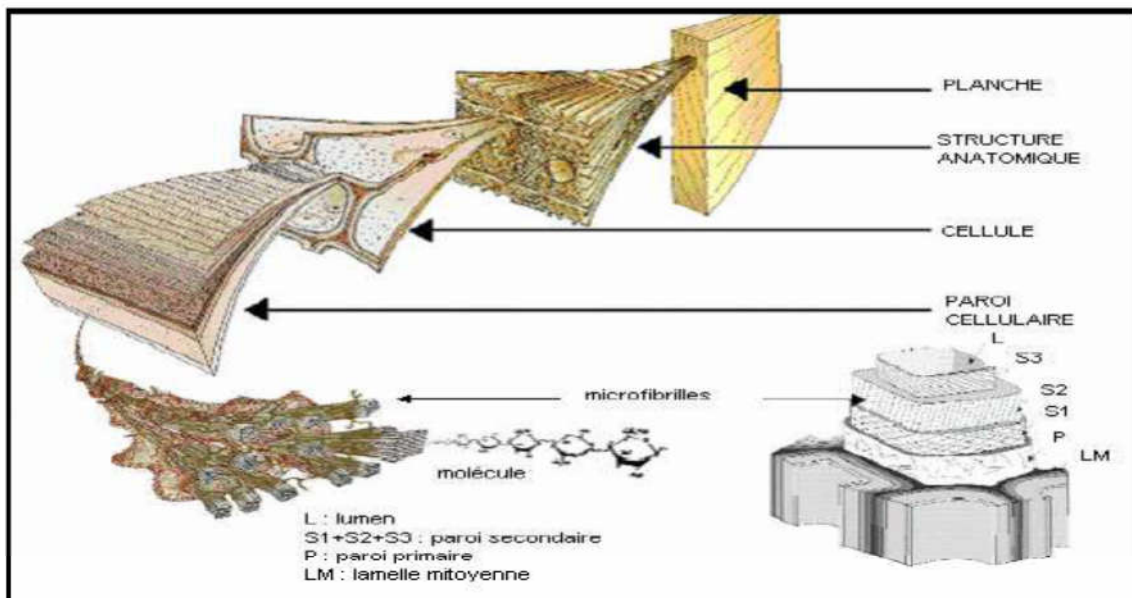


Figure. II.2. Structure du bois (observations multi échelles) [17].

II.2.3.Composition chimique des fibres végétales :

Hormis l'eau qui reste la molécule indispensable pour la survie de n'importe quelle espèce végétale, les cellules végétales se composent principalement de polymères à base de sucre (glucides) qui sont combinés avec de la lignine et d'autres produits d'extraction en quantités moindres. La composition chimique varie d'une plante à une autre et dépend de l'espèce, de l'âge de la plante, des conditions climatiques, de la composition du sol et de la méthode d'extraction utilisée. Les fibres végétales se composent principalement de la cellulose, d'hémicellulose, de la lignine, de la pectine et des cires. Leurs proportions déterminent l'ensemble des propriétés de fibres.[19]

La composition chimique (en %) de différentes fibres végétales dans le tableaux suivant .

Fibres	Cellulose	Hémicelluloses	Lignine	Pectine	Cire
Coton	85 - 90	5.7	0.7 - 1.6	0-1	0.6
Lin	71	18.6 - 20.6	2.2	2.3	1.7
Chanvre	70 - 74	17.9 - 22.4	3.7 - 5.7	0.9	0.8
Jute	61.1 - 71.5	13.6 - 20.4	12 - 13	0.2	0.5
Ramie	68.6 - 76.2	13.1 - 16.7	0.6 - 0.7	1.9	0.3
Sisal	66 - 78	10 - 14	10 - 14	10	2
Coco	32 - 43	0.15 - 0.25	40 - 45	3 - 4	-
Alfa	45	24	24	5	2

Tableau II.1 .Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales[19]

II.2.4.Propriétés des fibres végétales :

II.2.4.1. Propriétés physiques des fibres végétales :

Les fibres végétales de qualité présentent de grands intérêts dans de nombreux domaines d'application. Même si leurs propriétés font qu'elles ne peuvent pas concurrencer certaines fibres synthétiques pour des utilisations spécifiques, dans de larges domaines, elles peuvent être employées avec succès, voire même avec un gain de performance.[20]

II.2.4.2. Propriétés mécaniques :

Les caractéristiques mécaniques des fibres végétales sont toutefois soumises à une variabilité parfois importante. D'une part la composition chimique joue un rôle important :

les espèces produisant des fibres ayant un taux de cellulose élevé possèdent les meilleurs potentiels. La microstructure des fibres a aussi son importance, angle micro-fibrillaire et rapport L/D des fibres élémentaires sont d'autres paramètres influençant la résistance des fibres. Ces paramètres propres à chaque type de plantes peuvent être manipulés par sélection de certaines variétés et par leurs conditions de croissance dans le tableaux suivant.[20]

Fibre	Densité g/cm ³	Module d'élasticité GPa	Résistance à rupture MPa	Allongement à rupture %
Verre E	2,54	72	2200	4,8
Verre S	2,48	86	4400	5,4
Carbone	1,8	400	2200	0,5
Aramide	1,45	130	3100	1
Lin	1,4-1,5	50-70	500-900	1,3-3,3
Chanvre	1,4-1,5	30-60	310-750	2-4
Coton	1,55	6-10	300-700	6-8

Tableau II.2 .Propriétés mécaniques de différentes fibres naturelles et synthétiques[20]

II.2.4.3. Propriétés thermiques :

Bien qu'il semble qu'aucune étude n'ait été réalisée pour comparer de façon objective les différentes fibres végétales entre elles, il semblerait que leurs caractéristiques soient assez proches.[9] Pour les matériaux d'isolation thermique, en fonction du type de conditionnement, la conductivité thermique (λ) des produits manufacturés se situe généralement entre $0,035 \text{ W m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ et $0,040 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. Ce qui leur permet d'entrer en concurrence avec la plupart des produits existants sur le marché.

La température de dégradation des fibres naturelles est beaucoup plus basse que celle des fibres d'origine minérale, ce qui doit être pris en compte si le matériau doit être soumis à des températures supérieures à 150°C dans certaines applications techniques.[21]

II. 3. Les composites matrice polymère / fibres et problèmes d'adhésion :

II.3.1. Les matrices polymères :

L'utilisation et le développement des polymères remonte au début du siècle dernier. Ces matériaux trouvent aujourd'hui leurs applications dans de nombreux secteurs.

Le principaux secteurs d'applications des matières plastiques dans le tableaux suivant .

Secteur d'application	%
Emballage	25
Bâtiment	21
Industrie électrique	15
Industrie automobile	7
Ameublement	5
Agriculture	4
Articles ménagers	3
Divers	20

Tableau II.3 Principaux secteurs d'applications des matières plastiques[22]

Parmi les grandes familles de polymères, on distingue les résines thermodurcissables et les matrices thermoplastiques [23].

II.3.1.1. Les matrices thermodurcissables :

Les matrices thermodurcissables sont des polymères (macromolécules tridimensionnelles) qui ne peuvent être mis en forme qu'une seule fois mais qui possèdent des propriétés mécaniques et thermomécaniques élevées par rapport aux thermoplastiques. On distingue principalement les polyesters insaturés, les résines époxydes, et d'autres résines telles les phénoliques, les aminoplastes, les furaniques, etc. Ces polymères se présentent toujours sous forme amorphe.

Le tableau II.4. Représenté caractéristiques des résines thermodurcissables.

Résine	densité ρ	E (GPa)	σ_r (MPa)	T_{max} (°C)
Époxyde	1,2	4,5	130	90-200
Uréthane	1,1	0,7-7	30	100
Polyester insaturé	1,2	4	80	60-200
Urée Formaldéhyde	1,2-1,5	6-10	40-80	140
Phénol Formaldéhyde	1,1-1,3	3-4	35-60	80-300

Tableau II.4. Caractéristiques des résines thermodurcissables[24]

II.3.1.2. Les matrices thermoplastiques :

Les matrices thermoplastiques (macromolécules linéaires ou légèrement ramifiées) sont les plus utilisées compte tenu de leur facilité de mise en œuvre et de leur faible coût. Elles se présentent sous forme semi cristallines. Ces macromolécules sont formées à partir de monomères de fonctionnalité moyenne voisine de 2. Leur recyclabilité et leur thermo réversibilité constituent des avantages très importants. Il existe aussi des thermoplastiques à usage spécifique qui peuvent résister à des températures de l'ordre de 200°C voire plus. Les principales familles de thermoplastiques sont les polyoléfines (les polyéthylènes, les polypropylènes), les plastiques à base de polychlorure de vinyle, les acryliques et les polystyrènes.

Le tableau II.5. Représenté caractéristiques des quelques thermoplastiques.

Polymère	T_g (°C)	T_f (°C)	Densité ρ	σ_r (MPa)	E (GPa)
PP	5	165	0,92	30	1,2
PLA	50-60	150	**	40-60	3-4
HDPE	-100	134	0,95	28	1,1
PVC	75-105	160-220	1,39	58	2,9
PS	90-100	-	1,05	55	3,2
PET	70	255-265	1,30	47	2,6
ABS	90-120	-	1,05	50	2,5

Tableau II.5 Caractéristiques des quelques thermoplastiques[24]

II.3.2. Les matériaux composites :

Dans sa forme la plus simple, un composite est constitué d'au moins deux éléments qui travaillent ensemble pour produire un matériau dont les propriétés sont différentes des deux éléments pris séparément. En pratique, la plupart des composites consistent en un matériau liant (la matrice), et d'un renfort quelconque, pour augmenter la résistance et la rigidité de la matrice.

Ce renfort est généralement ajouté sous forme de fibres. La plupart des composites actuels peuvent être classés en trois familles .[25]

- **Les composites à matrice organique (CMO)**, qui sont les plus courants et dont il sera question dans les parties suivantes. Ces composites utilisent des polymères variés en tant que matrice, et le renfort est généralement constitué de fibres (verre, carbone, aramide, végétales).
- **Les composites à matrice céramique (CMC)**, que l'on retrouve dans des applications de haute technicité comme l'aérospatiale, de par leur résistance exceptionnelle aux très hautes températures. Le renfort de la matrice pour ces applications est généralement fait de fibres courtes de carbure de silicium ou de nitrure de bore.
- **Les composites à matrice métallique (CMM)**, dont l'utilisation dans l'industrie automobile se fait de plus en plus présente. Ils sont composés d'une matrice métallique comme de l'aluminium renforcée de fibres ou de particules, carbure de silicium par exemple.

II.3.3. Problèmes d'adhésion :

II.3.3.1. Notions d'adhésion :

La notion d'adhésion ne peut être dissociée de la nature des surfaces impliquées. D'une manière générale, une mauvaise adhésion provient des propriétés antagonistes de la surface des composés associés.

L'adhésion est un phénomène complexe qui consiste en la formation d'un contact interfacial au niveau moléculaire entre les différents composés. Les molécules se déplacent ensuite pour atteindre l'équilibre d'adsorption en formant des liaisons physiques, plus ou moins fortes selon leur nature et/ou réagissent chimiquement pour former des liaisons covalentes, l'adhésion est donc affectée par des phénomènes de mouillabilité, de diffusion, d'adsorption, de réactivité chimique et elle peut aussi être d'origine mécanique. En effet, la surface conditionne fortement les possibilités de liens chimiques ou mécaniques à l'interface entre des matériaux, l'interface peut prendre différentes formes et conduire au concept d'interphase, l'interphase étant une zone plus ou moins large entre les deux adhérents, dans laquelle il existe un gradient de concentration de propriétés des deux composants.[26]

II.3.3.2. Théories de l'adhésion :

Les mécanismes par lesquels deux matériaux solides sont maintenus ensemble par un contact interfacial intime ont été étudiés depuis de nombreuses années. Différentes théories ont été proposées afin d'expliquer la nature des forces et/ou interactions mises en jeu lors du processus d'adhésion, mais aucune de ces théories n'est capable à l'heure actuelle, d'expliquer de façon satisfaisante tous les cas rencontrés. On trouve dans la littérature, des synthèses de diverses théories qui montrent la complexité des phénomènes mis en jeu. D'après ces travaux, on peut citer les différentes théories.[27]

II.3.3.3. Théorie mécanique :

Cette théorie a été proposée en 1925 par *McBain et Hopkins* dont les travaux traitaient principalement le collage du bois. L'adhésion y est assurée par un ancrage mécanique du polymère qui pénètre dans les microcavités et irrégularités de surface du substrat avant la solidification. Un bon ancrage mécanique nécessite un choix judicieux de la rugosité de surface et dépend à la fois de la viscosité de l'adhésif et de la mouillabilité du substrat. Une bonne affinité adhésif/surface du substrat limite la formation de défauts liés à l'air piégé.[28]

II.3.3.3.1. Théorie thermodynamique ou mouillage :

C'est le modèle le plus utilisé dans l'approche des phénomènes d'adhésion. Il considère que les interactions interatomiques et intermoléculaires faibles constituent la base de l'adhésion, d'une manière générale, on considère que l'adhésion est assurée à l'échelle moléculaire par des interactions de type Van der Waals (essentiellement dispersives) et des interactions polaires, acido-basiques,... (non dispersives). Par conséquent, le processus d'adsorption et les forces de surface (responsables de l'énergie libre de surface) influent directement sur le travail thermodynamique d'adhésion.[28]

II.3.3.3.2. Théorie électrostatique :

Cette théorie suppose qu'un transfert d'électrons se produit à l'interface adhésif/substrat que l'on assimile à un condensateur. L'adhésion serait due à l'existence des forces attractives à travers la double couche électrique. Ce modèle reste adapté à des interfaces spécialisées (métaux) et ne fait pas l'unanimité de la communauté scientifique car il tend à surestimer la force d'adhésion.[29]

II.3.3.4. Théorie de la diffusion :

Cette théorie permet de décrire l'adhésion de deux blocs de polymères de même nature ("auto-adhésion").[30] L'assemblage est dû à des mouvements de segments moléculaires à travers l'interface ; l'interpénétration des chaînes de polymères assure l'adhésion. Ce phénomène nécessitant une bonne affinité entre les deux constituants en contact, est limité aux assemblages pour lesquels les deux constituants sont des polymères. Dans le cas contraire, l'usage d'agents de couplage conduit à un mécanisme d'adhésion similaire à celui décrit ci-dessus.[31]

II.3.3.5. Théorie chimique :

Cette théorie repose sur la formation de liaisons chimiques covalentes ou ioniques entre la surface du substrat et le polymère généralement par utilisation d'agents de couplage, tel que le silane.[31]

II.4. Applications des biocomposites :

II.4.1. Potentiel de marché pour les polymères végétaux :

Les matériaux et composites utilisés pour la construction, les pièces automobiles, les meubles, les emballages, les ustensiles, l'impression, les revêtements et les textiles représentent un marché important (environ 100 milliards de dollars) comprenant une grande variété de produits tels que les adhésifs, les résines, fibres, peintures, encres, additifs et solvants. Par exemple, environ 20 milliards de livres d'adhésifs sont utilisés chaque année aux États-Unis. Parmi ces adhésifs, environ 8 milliards de livres sont des adhésifs à base de formaldéhyde, 3,5 milliards de livres sont des adhésifs thermodurcissables et thermoplastiques, 7,5 milliards de livres sont à base de latex, 0,5 milliard sont à base d'isocyanate et le reste sont des adhésifs uniques.

Les adhésifs à base de latex sont principalement utilisés pour l'emballage, le revêtement, l'étiquetage, l'encre, les peintures, les colles de bureau, les meubles, les meubles et autres utilisations similaires. Les adhésifs à base de formaldéhyde comprennent principalement des adhésifs urée-formaldéhyde et phénol-formaldéhyde, qui sont principalement utilisés pour le contreplaqué, les panneaux de particules, les panneaux de fibres à densité moyenne et les panneaux à copeaux orientés pour la construction et l'ameublement. Généralement, l'adhésif est d'environ 5-20% en poids d'un matériau composite à base de bois utilisé dans la construction, le reste du composite étant composé principalement de matériaux fibreux. Avec une moyenne de 10% d'adhésif utilisé dans de tels composites, la demande annuelle totale en fibres est d'environ 150 milliards de livres.

Les demandes de résine thermoplastique sont un autre indicateur du potentiel du marché. Narayan a fait une recherche en 1994 et a constaté qu'environ 54,2 milliards de livres de résines thermoplastiques et 11,1 milliards de livres de résines de latex à base de styrène ont été produites en 1992 aux États-Unis. Ces résines sont principalement utilisées dans l'emballage, la construction, l'ameublement et les adhésifs . Environ 22 milliards de livres de déchets plastiques ont été rejetés en 1992 avec un taux de croissance annuel de 5,9% . Ce chiffre devrait atteindre 42 milliards de livres en 2007. Selon les statistiques de l'EPA (Environmental Protection Agency), environ 10 millions de livres de déchets plastiques sont produits à bord des navires gouvernementaux .Ces déchets peuvent être utilisés comme indicateur du potentiel de marché pour les matériaux biosourcés et biodégradables. [32 , 33]

Chapitre III :
Partie expérimentale

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 : $M=30000M$
 - Conductivité thermique : 0.2 w/m.k
 - Viscosité apparente : $0.89 \text{ à } 0.95$
 - Densité : $1.16 - 1.35$
 - Température de transition vitreuse (T_g) : 80 °C



Figure III.1. Image de la poudre de PVC

- **Le polystyrène expansé Recyclé (PSE) :**
 - Formule générale $:(C_8H_8)_n-$
 - T° de la fusion $\approx 240-270^\circ\text{C}$
 - T° transition vitreuse $\approx 95^\circ\text{C}$



Figure III.2. Image du PSE recyclé

- **La fibre végétale (FVP) :** La fibre végétale utilisée est origine du palmier dattier Phoenix dactylyfera (zone de culte Oued Souf .sud algérien).



Figure III.3. Image des ulves de palmier dattier

➤ **Les solvants:**

❖ *Cyclohexanone :*

- Formule générale : $C_6H_{10}O$
- Masse molaire : $M= 98.15 \text{ g/mol}$
- Densité : 0.95g/cm^3
- Point de fusion: $-47 \text{ }^\circ\text{C}$
- Point d'ébullition : 156°C
- Origine :Biochem Chemopharma / France.

❖ *Ethanol:*

- Formule générale : C_2H_6O
- Masse molaire : $M= 46 \text{ g/mol}$
- Point de fusion: $-114 \text{ }^\circ\text{C}$
- Point d'ébullition : $78-78.5^\circ\text{C}$
- Origine -VWR Chemicals / France .

III.1.1.2 .Matériel utilisé:

- | | |
|---|---|
| 1-Bécher100 ml | 9-Balance analytique de précision. |
| 2-Boites de pétrie | 10-Pied à coulisse |
| 3-Barreau aimanté. | 11- Lampe 15w |
| 4-Büchner | 12-Termocouple |
| 5-Etuve | 13- Chronomètre |
| 6-Agitateur et plaque chauffante | 14- Appareille de traction type JINGMI (china). |
| 7-Eprouvette graduée | |
| 8- 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), la folioles sont déchiquetées et broyées. La poudre est exposée au soleil afin d'éliminer au maximum l'humidité présente.



Figure III.4. (A) la fibre avant broyage , (B) après broyage.

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 20 minutes.
 - Récupération du solvant 15 minutes.



Figure III.5 .Image de l'appareillage d'extraction par solvant

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 III .6).

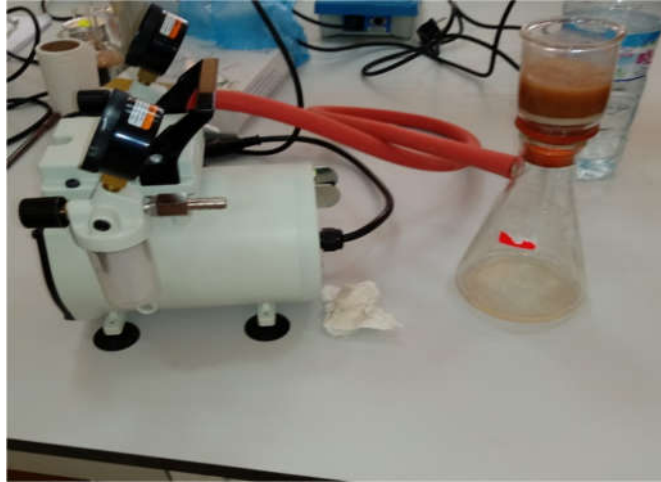


Figure III.6. Image de l'opération de lavage par de l'eau distillée

3). Traitement de la fibre par NaOH :

La fibre, après le premier lavage, est immergée dans un bécher contenant la solution de NaOH(1M) sous agitation à température ambiante pendant 6 heures. La fibre est ensuite récupérée est soumise à un deuxième lavage, des gouttes d'acide acétique sont ajoutées afin de neutraliser le milieu.

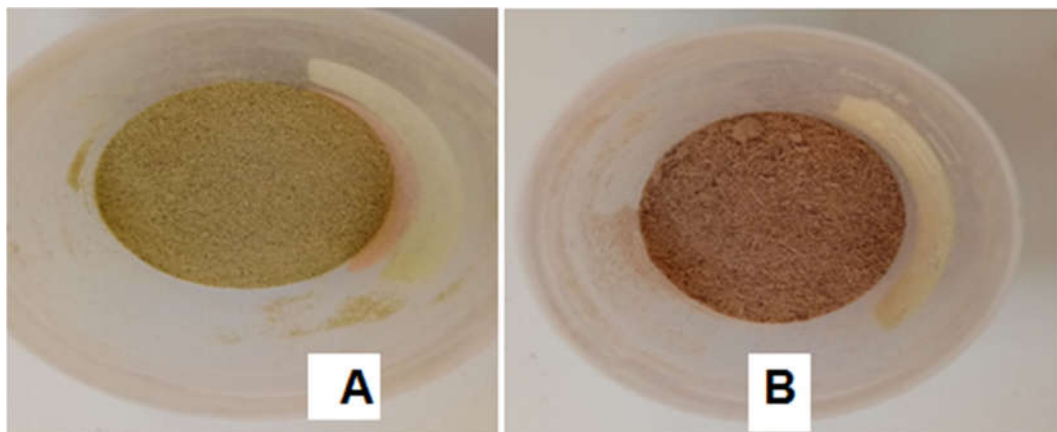


Figure III.7. Image de la fibre du palmier dattier, (A) avant traitement (B) après traitement par NaOH

4).Étuvage :

Avant l'utilisation de la fibre, celle-ci est étuvée à 60 °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 de laboratoire comme c'est démontré par l'image ci-dessous.



Figure III.8. Rebroyage de la fibre végétale

III.1.2.2.Préparation des composites:

Les différents composites sous forme de solution ont été préparés comme suit :

Dans un bécher, On dissous 4 g de polymère PVC dans 20 ml de solvant (la Cyclohexanone), la dissolution est effectuée à température ambiante et sous agitation contenue jusqu'à l'obtention d'une solution homogène. On suit les mêmes étapes pour la préparation de la solution du polystyrène recyclé PSE.

Pour l'obtention de composites feuillés, on étale 10 ml de solution de PVC dans une boîte de pétrie, nous ajoutons par la suite une quantité bien déterminée de la fibre avec du solvant et enfin nous étalons 10 ml de la solution du deuxième polymère(PSE recyclé dans la cyclohexanone). Afin d'avoir une fibre de taille plus au moins homogène, celle est soumise à un tamisage manuelle.

La composition des différents composites préparés sont récapitulés dans la tableau suivant.

Composites	PVC en poids (g)	PSE en poids (g)	Fibre en poids (g)	Nature de la fibre
Composite (1)	4	0	2	Fibre non traitée (extraite par éthanol
Composite (2)	4	0	2	Fibre traitée par NaOH
Composite (3)	2	2	2	Fibre non traitée (extraite par éthanol
Composite (4)	2	2	2	Fibre traitée par NaOH

Tableau III.1. La composition des différents matériaux composites préparés.

L'image ci-dessous représente les différents composites obtenus après évaporation du solvant

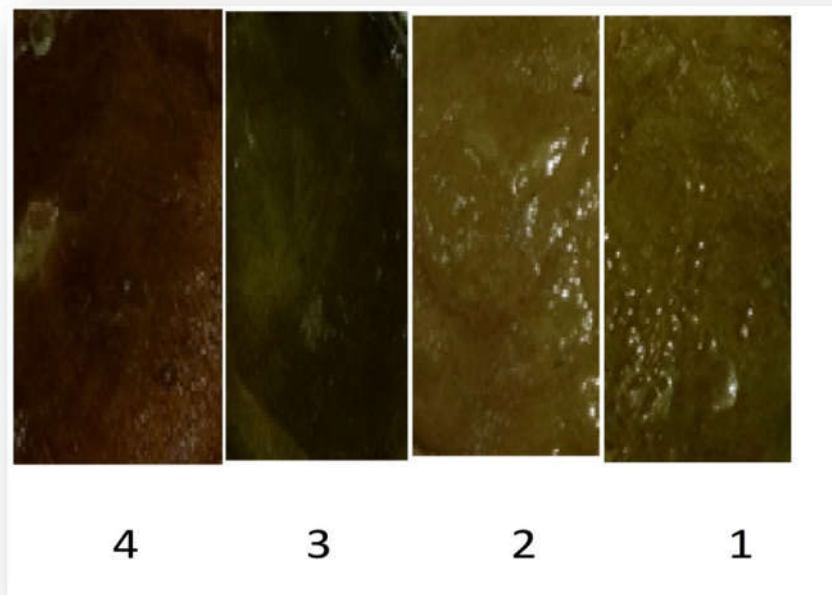


Figure III.9. Image des composites (1,2, 3 et 4)

III.1.3.Appareillage de mesure et de caractérisation :

III.1.3.1.La spectrophotométrie infrarouge a transformé de fourier IRTF :

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 cm^{-1} , peut exciter des vibrations harmoniques. L'infrarouge moyen de 4000 à 400 cm^{-1} , peut être utilisé pour étudier les vibrations fondamentales et les structures associées rotations-vibrations. L'infrarouge lointain, (400 – 10 cm^{-1})[34].



Figure III.10. Image du spectrophotomètre infrarouge utilisé

III.1.3.2. Absorption de l'eau:

Le taux d'absorption de l'eau est obtenu en basant sur la méthodologie suivante:

En découpe de l'échantillon composite un morceau déterminé de masse m_{sec} . On l'immerge après, dans un bécher contenant de l'eau distillé à température ambiante. A des temps différents (24, 48,72 heures), on enlève l'échantillon, on le pèse et on note sa masse après immersion m_h , (l'échantillon avant sa pesée est essuie légèrement avec un papier coton afin d'enlever l'eau de la surface).

Le taux d'absorption peut être calculé selon la relation suivante:

$$W = \frac{m_h - m_{sec}}{m_{sec}} \dots\dots\dots(\text{éq. III.1})$$

Ou:

W: Le taux d'absorption

m_h : La masse du composite après immersion en (g)

m_{sec} : La masse du composite avant immersion en (g)

III.1.3.3. Conductivité thermique:

On a procédé, dans notre, cas au calcul de la conductivité thermique, à titre comparatif, entre les 04 composites par mesure de la résistance thermique en basant sur un dispositif expérimental non normalisé (figure III.11.). les résultats s'obtient facilement à partir des équations qui suit.

$$Q = S \cdot \lambda / T \cdot e \dots\dots\dots(\text{éq. III.2})$$

$$\lambda = Q \cdot e / S \cdot T \dots\dots\dots(\text{éq. III.3})$$

$$T = (T_e - T_s) \dots\dots\dots(\text{éq. III.4})$$

$$R_{th} = (T_e - T_s) / Q \dots\dots\dots(\text{éq. III.5})$$

$$R_{th} = e / (\lambda \cdot S) \dots\dots\dots(\text{éq. III.6})$$

$$\lambda = e / (R_{th} \cdot S) \dots\dots\dots(\text{éq. III.7})$$

Ou :

Q: La quantité de chaleurs (flux)en (W)

S : La surface de l'échantillon en (m^2)

λ : La Conductivité thermique en (w/m.k)

T : La différence de température entre les deux parois de l'échantillon en ($^{\circ}K$)

e : Epaisseur de l'échantillon en (m)

R_{th} : La résistance thermique en ($^{\circ}K/W$)

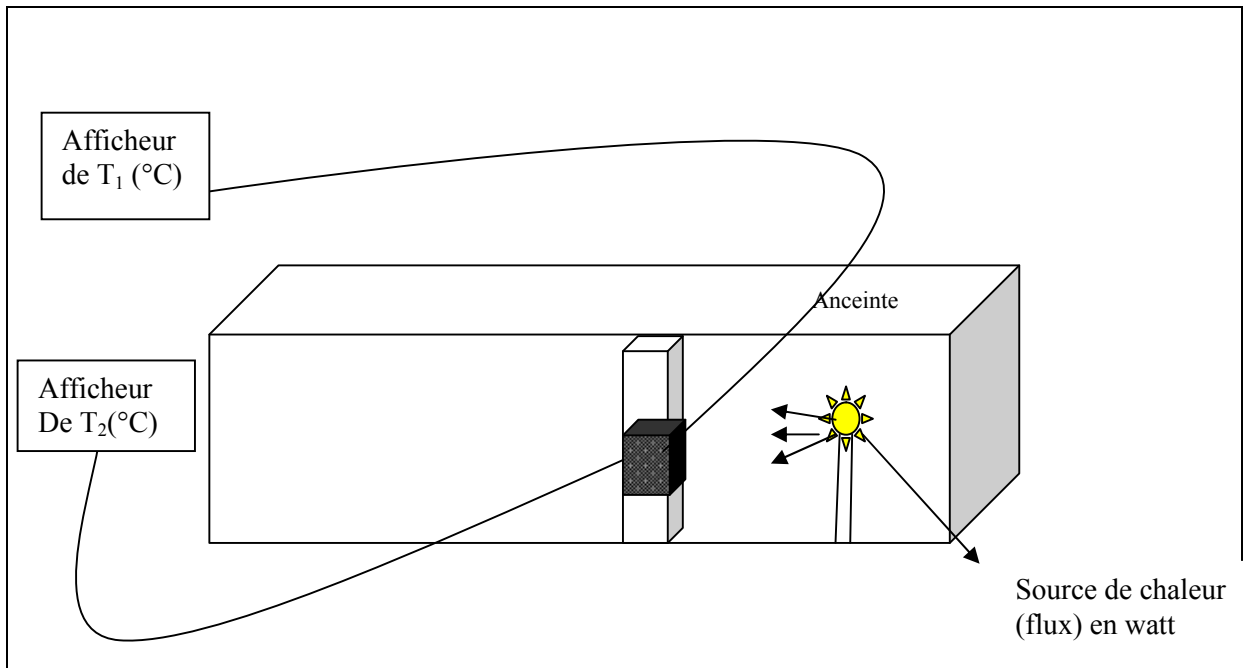


Figure III.11. Shéma simplifié du montage expérimental pour la mesure de la conductivité thermique

III.1.3.4. Test de traction :

L'essai est effectué par la machine de traction type JINGMI (china) disponible au niveau du laboratoire de contrôle de qualité de l'usine de transformation de matières plastiques DEHLIBA Plast d'El Oued. Des échantillons sous forme de films de dimensions (2x6.5x0.001 cm). L'échantillon, placé entre les mâchoires de l'appareil, est soumis à une contrainte (force) d'étirement a vitesse constante de 1mm/min jusqu'à la rupture. On obtient de ce test plusieurs paramètres caractérisant le comportement mécanique du matériau à savoir : la contrainte à la rupture, l'allongement à la rupture, le module de young ou module d'élasticité,ect.

On a donc:

$$\delta = F_{\max} / S \dots\dots\dots(\text{éq. III.8})$$

$$S = (e \cdot d) \dots\dots\dots(\text{éq. III.9})$$

$$\epsilon = ((L - L_0) / L_0) \cdot 100 \dots\dots\dots(\text{éq. III.10})$$

Sachant que:

δ : La contrainte en traction en (MPa).

F_{max}: La force en (N)

S : L'aire de la section transversale initiale de l'éprouvette en (mm^2)

e : Epaisseur de l'échantillon en (mm)

d: Diametre de l'échantillon en (mm)

ϵ :Est l'allongement en (%)

L: La longueur entre repères en (mm)

L_0 : La longueur initiale entre repères en (mm)



Figure III.12. Image de l'appareillage (machine) de traction

Chapitre IV :

Résultats et discussion

IV.1. Résultats et discussion:

IV.1.1. Caractérisation par IRTF:

IV.1.1.1. Effet du traitement de la charge:

L'effet du traitement de la fibre du palmier dattier à savoir l'extraction par éthanol et traitement par NaOH est présenté par le spectre IRET sur la figure IV.2. On peut observer facilement que la bande caractéristique au environ de 3500cm^{-1} qui peut être attribuer aux groupements hydroxyle OH diminue d'une façon significatif par rapport à celle de la fibre brute indiquant la diminution des OH dans la fibre, ce qui augmente son caractère hydrophobe. Une autre bande caractéristique est observée au environs de 1630 cm^{-1} qui peut être attribuée au groupement carbonyle C=O. La diminution de son intensité est la conséquence de la diminution (enlèvement) de l'hémicellulose lors du traitement alcalin de la fibre.

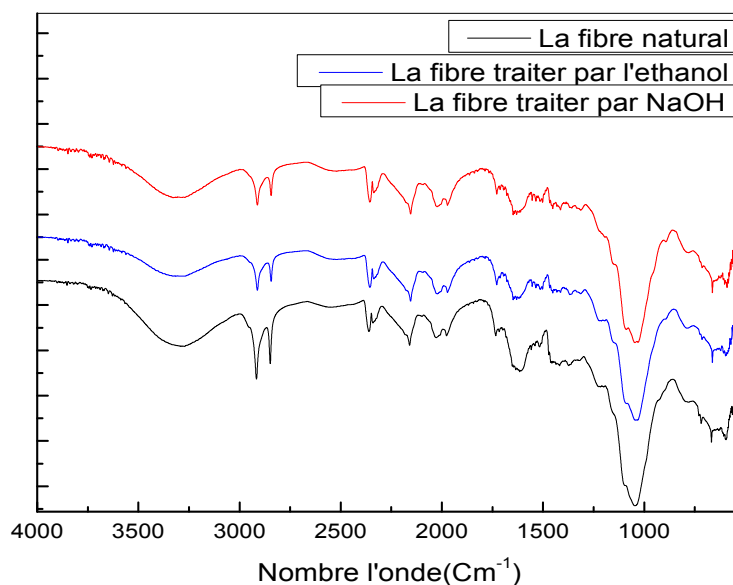


Figure IV.1. Spectre IR pour les différents types de fibres .

IV.1.1.2. Effet de la composition des composites:

L'analyse par IRTF de différents composites est présentée par les spectre d'absorption sur la figure IV.2. On observe pratiquement tous les bandes caractéristiques des trois constituants a savoir la fibre (traitée et non traitée), les matrice PVC et PS et celles du solvant. Les bandes d'absorption CCl et CH₂ (élongation asymétrique) ainsi que du groupement phényle (overtones) aux environs de 750 cm⁻¹, 2900cm⁻¹ et de 1700 à 2000cm⁻¹ respectivement. Une autre bande caractéristique aux environs de 1650 cm⁻¹ peut être attribuée au groupement carbonyle de la cyclohexanone, cette dernière disparaît sur le spectre du composite 4, indiquant la disparitions du solvant. Ceci est en accord avec les résultats de la variation du poids pendant l'évaporation du solvant. On constate aussi que l'intensité des pics variée en fonction de la composition du matériau.

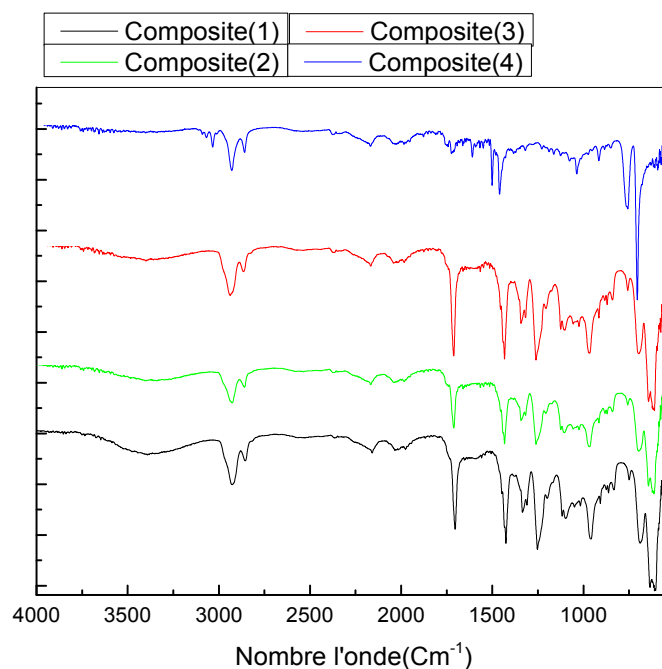


Figure IV.2. Spectre IR pour les types des composites.

IV.1.2. Variation du poids des films composites:

La figure IV.3. Représente la variation du poids des films composites en fonction du temps d'évaporation du solvant (Cyclohexanone) à température ambiante. Une rapide diminution du poids est observée pendant les premières 24 heures indiquant l'évaporation du solvant. Cette diminution diffère d'un composite à l'autre, ce qui peut être expliqué par la différence entre la composition (rapport matrice/charge) de différents films composites. Ceci est observé clairement dans le composite(4), l'incompatibilité des matrices PVS et PS ainsi que le traitement de la charge végétale par NaOH, donc diminution de son hydrophile, font que le solvant s'échappe facilement et rapidement de la texture du composite.

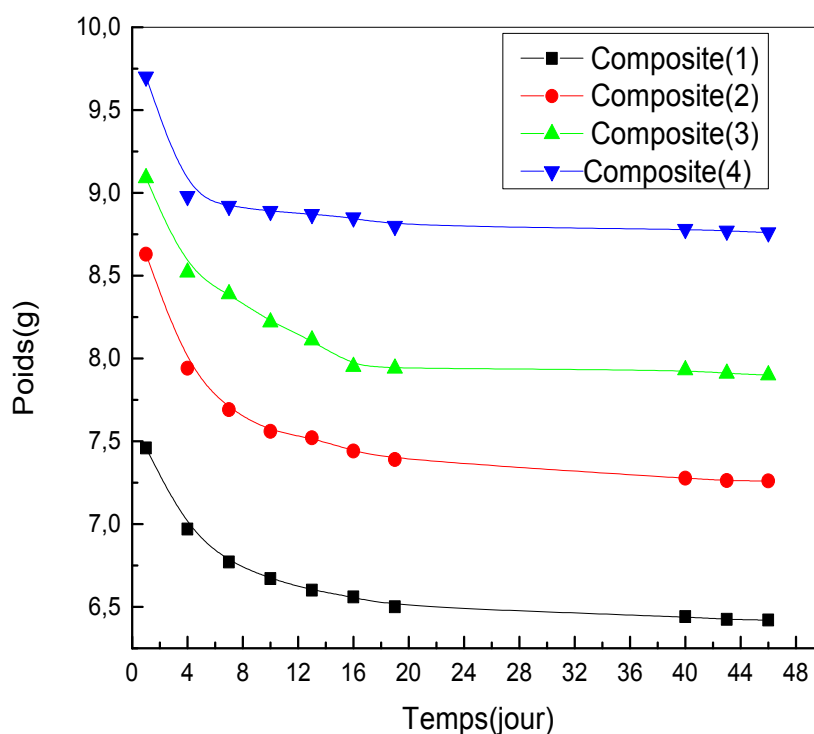


Figure IV.3. La variation du poids des films composites en fonction du temps d'évaporation du solvant

IV.1.3. Le taux d'absorption d'eau:

Les figures IV.5 et IV.7. représente le taux d'absorption d'eau ou teneur en eau des matériaux composites à température ambiante et à 40°C respectivement. On observe que tous les matériaux absorbent de l'eau mais d'une façon variée de l'un à l'autre, ainsi, les composite à base d'une charge traité par NaOH présente une absorption plus moins qu'à celle des composites a charge non traitée. Ce qu'est peut être expliqué par la nature hydrophile de la fibre végétale. Dans les matériaux poreux comme les fibres végétales soumises dans une très haute humidité, l'eau liquide peut être tenue par les forces de la tension superficielle dans les espaces capillaires entre les fibres ou dans les fissures sur la surface de fibre, celle-ci est diminuée par le traitement dans un milieu alcalin. Ce résultat est en parfaite accord avec ceux de l'analyse par IRTF (figure IV.1) [35,36].

On observe, également, que ce taux d'absorption est plus supérieure à 40°C qu'à température ambiante, ceci peut être expliqué par le comportement morphologique des matrices constituant le composite. A 40°C, les chaînes dans la phase amorphe présentent une certaine mobilité (flexibilité) libérant ainsi plus d'espace (vide) pour la molécule d'eau. Ce comportement est observé presque pour tous les composites sauf le composite3, cette anomalie peut être liée soit à une mauvaise pesée, soit à l'état de l'échantillon.

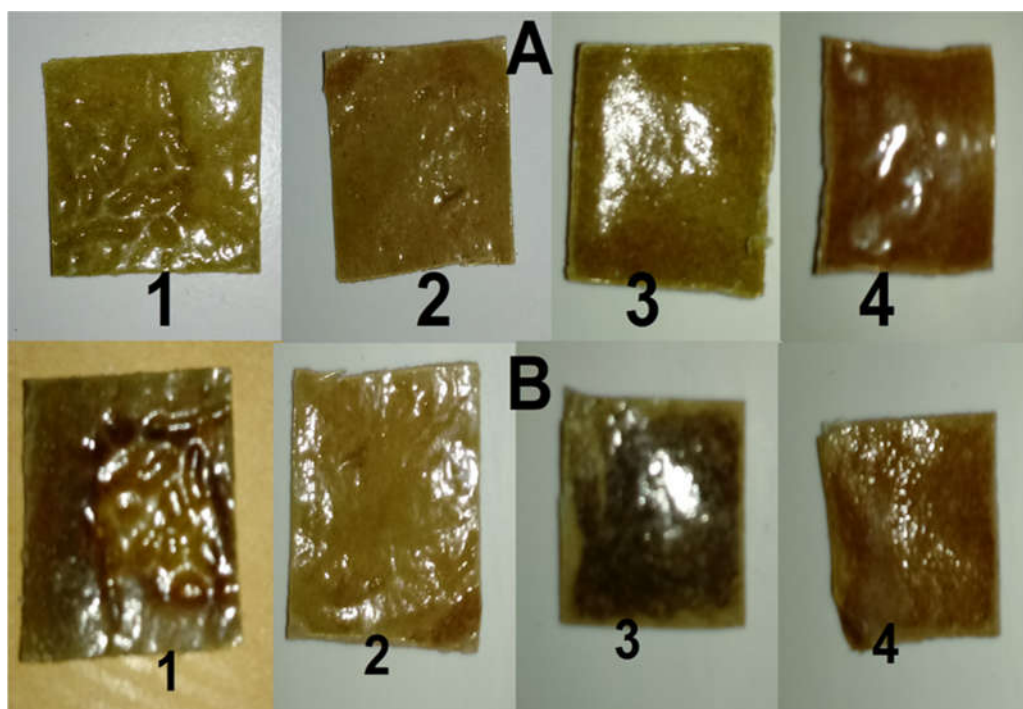


Figure IV.4. Images des différents composites, avant l'absorption(A) après l'absorption(B)

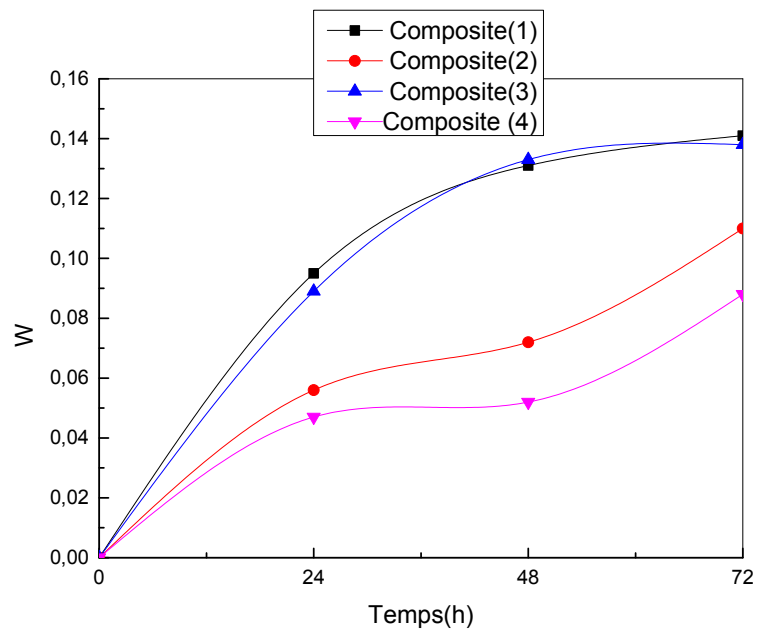


Figure IV.5. Variation du taux d'absorption d'eau en fonction du temps à température ambiante.

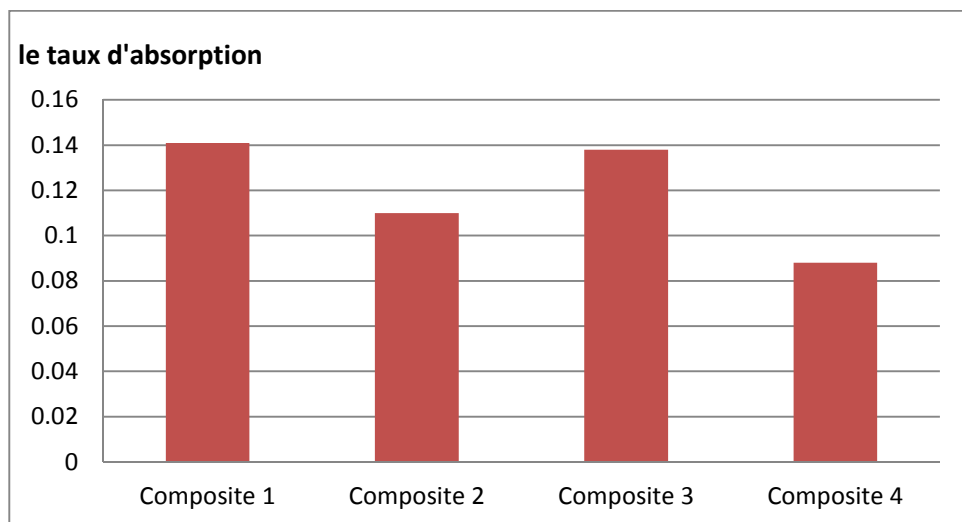


Figure IV.6. Histogrammes de variation du taux d'absorption des composites à température ambiante.

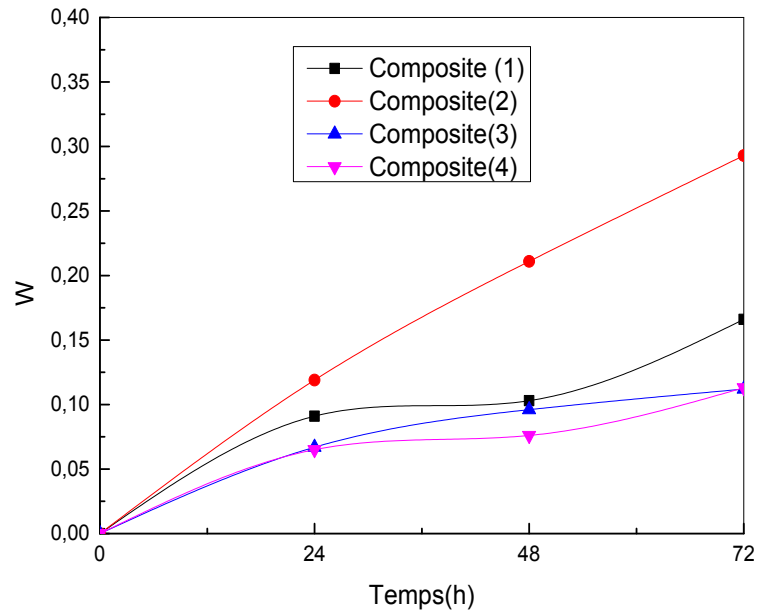


Figure IV.7. Variation du taux d'absorption d'eau en fonction du temps à température de 40 ° C.

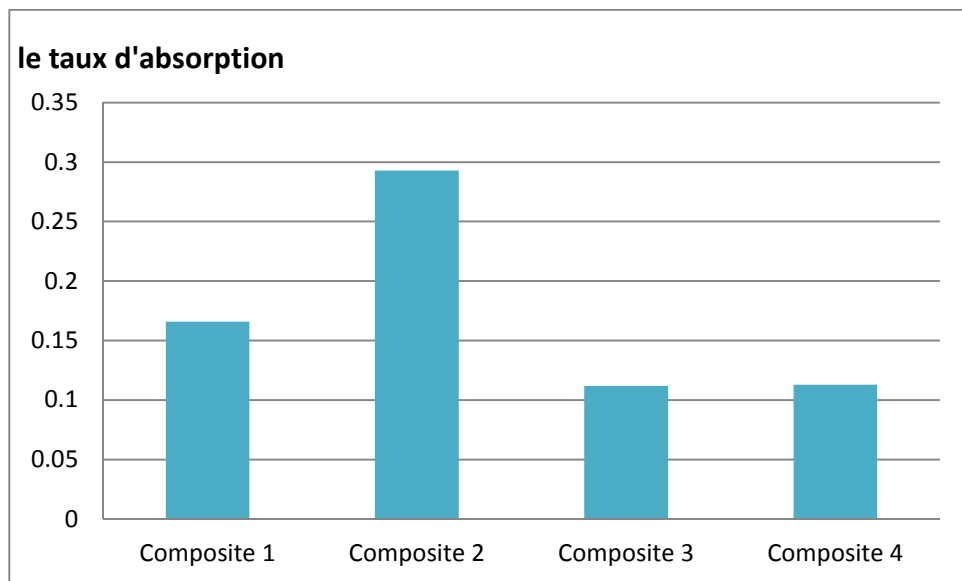


Figure IV .8. Histogrammes de variation du taux d'absorption des composites à 40 ° C.

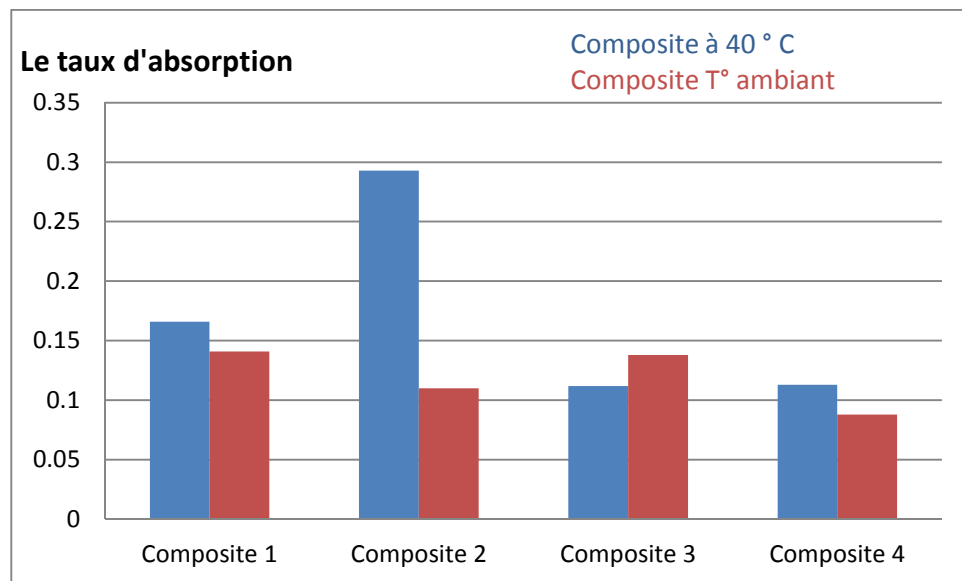


Figure IV .9. Histogramme de variation du taux d'absorption des composites à température ambiante et à 40 ° C.

IV.1.4.La conductivité thermique:

Les figure IV.10. et IV.11. Représente le profil de température aux parois (interne et externe) du composite et les résultats de mesure de la conductivité thermique respectivement. On constate que la température augmente et diminue rapidement sur les deux parois des échantillons (flux de 500 watt) à l'exception du composite 4 dont la matrice est composée du PVC et du PSE recyclé. Le PS est un thermoplastique connu par ses caractéristiques d'isolation, sa présence confère, donc au matériau composite cette caractéristique.

Sur la figure IV.12.On observe que les valeurs de la conductivité thermique (mesurés a titre comparatif) son influencé d'un part par la composition de la matrice (PVC, PSE) et d'autre part par la nature de la fibre végétale. Ainsi, les composites dont la fibre est traité par NaOH présente une conductivité moindre donc isolation meilleur. Ceci peut être expliquer par le fait que le traitement en milieu alcalin améliore l'adhésion interracial entre la matrice (polymère) et la fibre ce qu'est traduit par un comportement notable vis avis la température malgré l'incompatibilité entre les deux thermoplastiques PVC et PS (composite 3).

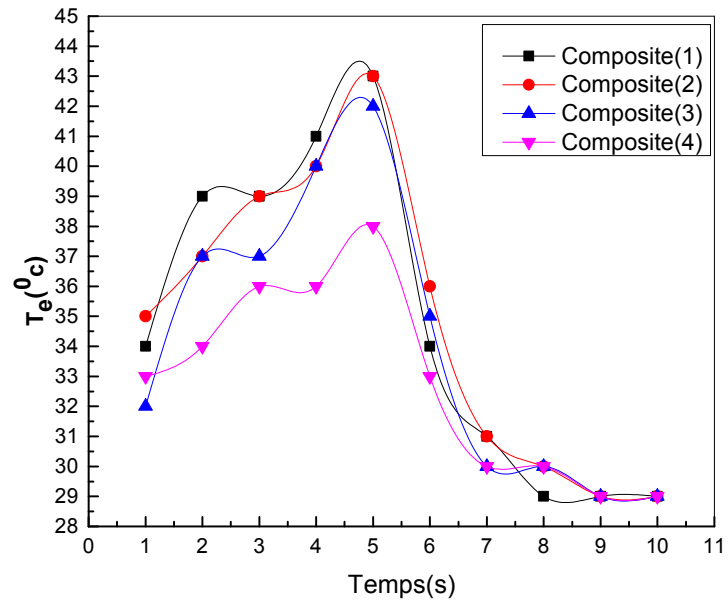


Figure IV.10. Profil de température des parois internes des composites en fonction du temps.

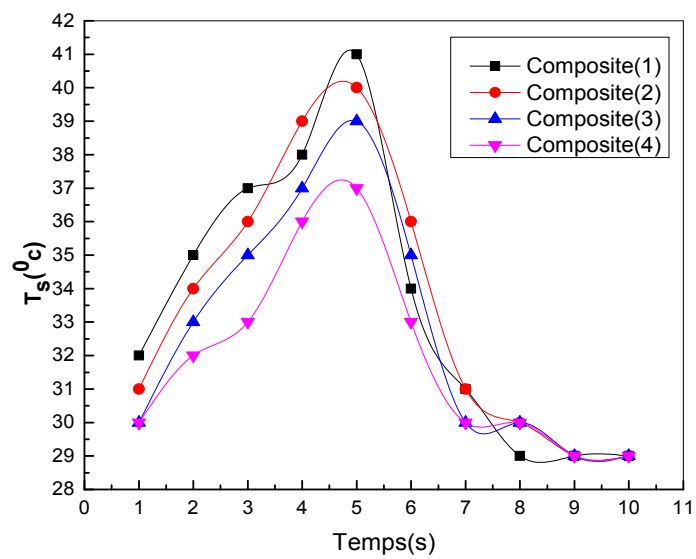


Figure IV.11. Profil de température des parois externes des composites en fonction du temps..

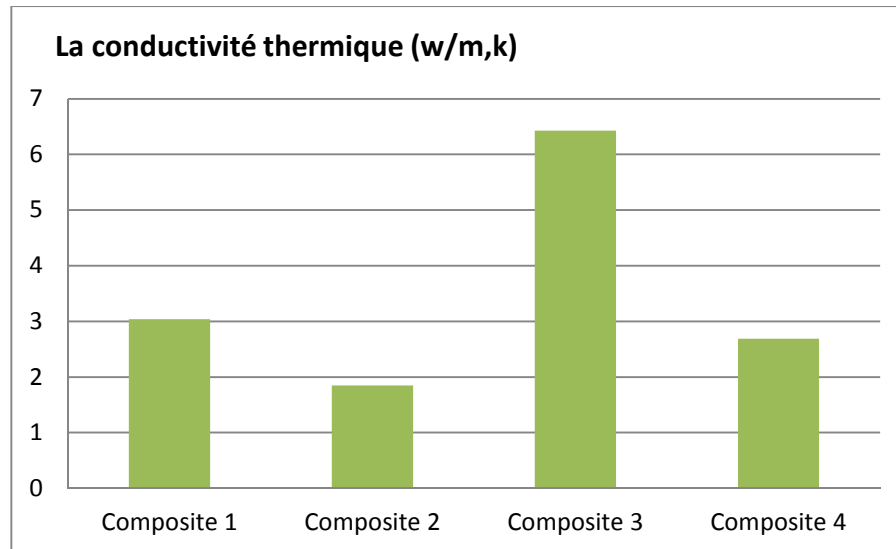


Figure IV.12. Histogramme de variation de la conductivité thermique de différents composites

IV.1.5. Test de traction:

Les résultats du test de traction sont représentés par les figures IV-13 et IV-14 dont sont illustrés les variations de la contrainte à la rupture σ et de l'allongement à la rupture en fonction de la composition du composite respectivement. Il en résulte que le composite 2 dont la fibre est traitée par NaOH présente une contrainte supérieure à celle du composite 1, ceci peut être expliqué par l'effet du traitement de la charge qui améliore la cohésion entre la surface de la fibre et les chaînes de la matrice PVC, ce qui traduit par une certaine dureté du matériau. Contrairement aux composites 3 et 4 dont l'effet de la compatibilité des deux matrices est observé d'où une mauvaise morphologie et par conséquent une faible valeur de contrainte.

Contrairement à la contrainte, l'allongement à la rupture détermine bien l'effet du traitement sur les propriétés mécaniques des composites, on peut facilement observer que les composites 1 et 3 ont un allongement supérieur (jusqu'à 60%) indiquant le caractère souple et flexible des matériaux. Ceci peut être attribué à la mauvaise adhésion entre les chaînes des deux matrices d'un part et d'autre part, entre les chaînes polymères et la fibre végétale. Cette disposition permet d'avoir une morphologie contenant plus d'espace et de vide dans la structure du matériau. Ces espaces et vides confèrent aux chaînes un bon alignement vis-à-vis l'étirement ce qui n'est pas le cas pour les composites 3 et 4.

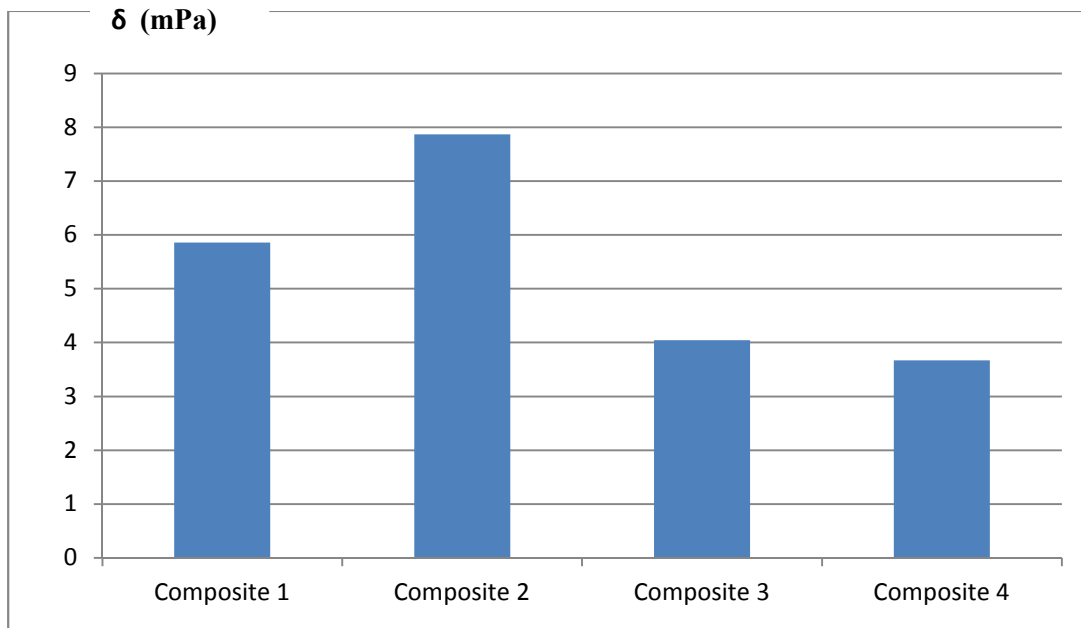


Figure IV.13. Histogramme de variation la contrainte de traction des composites.

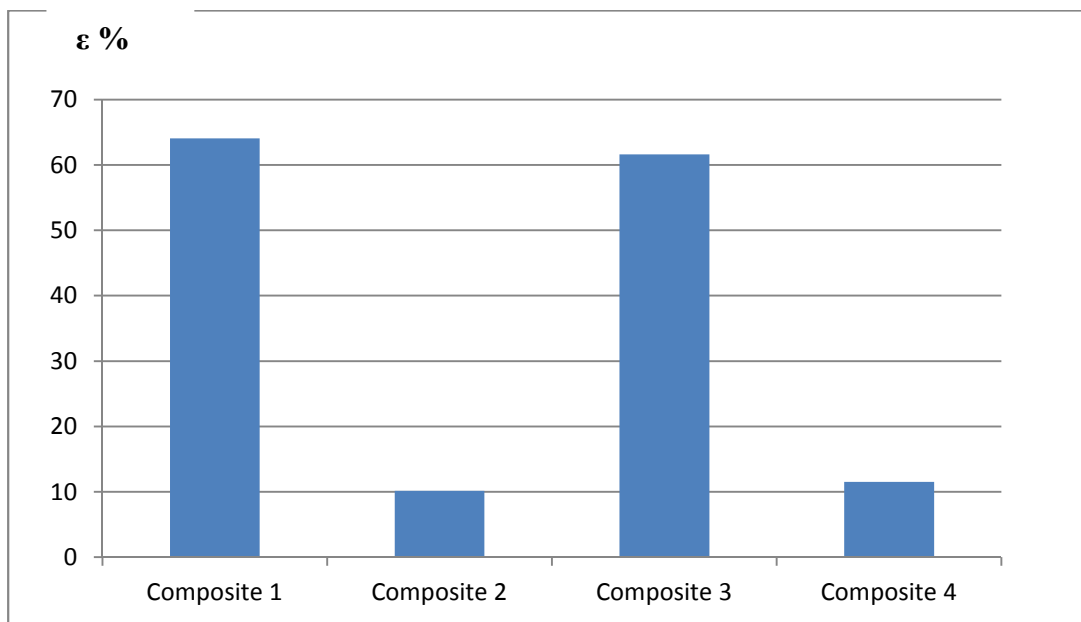


Figure IV.14. Histogramme de variation l'allongement des composites.

CONCLUSION

GENERALE

Conclusion générale

D'après les résultats obtenus lors de différents test et mesures, on peut conclure que :

- La préparation des composites par mélange en solution, malgré sa simplicité, semble être une méthode fiable onéreuse. Cependant, elle est influencé par plusieurs paramètres à savoir le choix du solvant, le rapport matrice/ charge, la méthode d'évaporation du solvant...etc.
- Le traitement alcalin de la fibre végétale améliore l'adhésion interfacial entre celle-ci et la matrice, ce qu'est traduite par une amélioration des propriétés finale du matériau (test de traction) et une diminution du vieillissement physique à long terme (absorption d'eau).
- L'utilisation de la fibre du palmier dattier dans la fabrication des composites peut être l'une des solutions pour les problèmes environnementaux liés aux matières plastiques .
- L'ajout d'une autre matrice polymère recyclé (PSE) d'une propriété d'isolation, malgré son incompatibilité avec le PVC, permet d'obtenir un composite de propriétés remarquables avec de bonnes perspectives en matière d'application.

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques:

- [1] O. Gilles, Chimie des matériaux, Ecole industrielle et commerciale de la ville de Namur ; 3ème édition, 2005.
- [2] P. Combette, I. Ernoult, physique des polymères tome I : STRUCTURE, FABRICATION ET EMPLOI. Hermann (2005).
- [3] La chimie des polymères, Support de Cours (Version PDF) Université Médicale Virtuelle Francophone 2009-2010.
- [4] M. Dupeux ,Aide-mémoire science des matériaux livre.
- [5] Aide-mémoire Matières plastiques Dunod, 2007 2e édition.
- [6] J. Martin et al, " traité des matériaux ", Tome 14, (2001).
- [7] Fabrication des polymères ;Document de référence sur les meilleures techniques disponibles Août 2007.
- [8] D. Christopher, E. S. Daniels, Emulsion Polymerization and Latex Applications, Smithers Rapra Publishing, (2003), 160 p.
- [9] G. Odian, «Principles of polymerization», Polytechnica, Paris, (1994), 823 p.
- [10] J. P.Arlie, Les thermoplastiques de grand tonnage; Ecole nationale supérieure du pétrole et des moteurs 2eme édition Paris 1987.
- [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] G.Chrétien, « Initiation aux plastiques et aux composites », TEC & DOC, Paris (1991).
- [13] «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.
- [14] « Fibres et renforts végétaux Solutions composites », Fibres Recherche Développement (FRD), Troyes – France (Mars 2012).
- [15] M.Feughelman « Mechanical properties of wool fibers & the two-phase model », Mechanical Properties and Structure of Alpha-Keratin Fibers: Wool, Human and related fibers, Université of New South Wales Press, pp. 28-59 (1997).
- [16] « Amiante», Service de la santé et de la sécurité du travail – Service du répertoire toxicologique, Canada (Octobre 2004).

Références bibliographiques

- [17] F. Michaud, "Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post formage" thèse Phd, univ Laval, 2003.
- [18] A.K. Bledzki, J. Gassan, "Composites reinforced with cellulose based fibres", Prog. Polym. Sci. 24 221–274, 1999.
- [19] J.W.S.Hearle «The fine structure of fibers and crystalline polymers. III. Interpretation of the mechanical properties of fibers», Journal of Applied Polymers Science, Vol 7, pp.1207-1223 (1963)
- [20] A. Latteri, G. Recca, G. Cicala G. Cristaldi, "Composites based on natural fibre fabrics," in Woven Fabric Engineering, Sciyo, Ed.: Polona Dobnik Dubrovski, 2010, ch. 17, pp. 317- 342.
- [21] Construire en Chanvre.[**Online**].
(http://www.constructionchanvre.asso.fr/performances_fr_20_31.html.)
- [22] D. Rutot., P , Dubois, "Les (bio) polymères biodégradables : l'enjeu de demain , Chimie nouvelle". (2004), 22, pp. 66-75.
- [23] C. Baley, Y. Grohens, and I. Pillin, "State of the art regarding biodegradable composites". Revue des Composites et des Matériaux Avances, (2004), 14, p. 135_ 166.
- [24] D. Gay., "Matériaux composites". Édition Hermes. 1997.
- [25] R. Kueny, F. Lecoanet, B. Massetau, D. Carpentier, A. Krebs, F. Loiseau, S. Molina, M. Ragoubi A. Pizzi, "High resin content natural matrix–natural fibre biocomposites," Ind. Crops Prod., no. 30, pp. 235-240, 2009.
- [26] Shanahan. M.E.R, "Adhesion and Wetting : Similarities and differences", Rubber World, (1991), p 28.
- [27] A. Roche, "Les théories de l'adhésion et mesure de l'adhérence", Le Vide, les Couches Minces, (1991), 257, pp 197- 230.
- [28] Mcbain. J.W, Hopkins. D.G, On Adhesives and Adhesive Action, J. Phys. Chem. (1925), 29, p 188.
- [29] Kinloch .A. J, The science of adhesion, Journal of Materials Science, (1980), 15, p. 2141-2166.
- [30] Voyutskii. S.S, "Autoadhesion and Adhesion of High Polymers", Wiley and Sons, (1963).
- [31] Smith. O.W, Parker. J.K, Mills.P.J, "Tailored Adhesion at Polymer/non Polymer Interfaces", J. Polym.Sci. Polym. Phys Ed. (1994), 32, pp 1731 - 1744,

Références bibliographiques

- [32] R. Narayan, Polymeric materials from agriculture feedstocks, In Polymers from Agricultural Coproducts, Fishman et al., Eds., ACS Symposium Series 575; 1993.
- [33] Anonymous, *Plastics Eng.* 1994, 50, 34.
- [34] REACH for Polymères, meilleures méthodes d'essai et techniques disponibles ©2011, Smithers Rapra.
- [35] W. E. Morton and J. W. S. Hearle, 1975. *Physical properties of textile fibres*. London: Heinemann -The textile Institut
- [36] Q. Zhu and Y. Li, 2003. "Effect of pore size distribution and fiber diameter on the coupled heat and liquid moisture transfer in porous textiles," *Int. J. of Heat and Mass Transfer*, vol. 46, pp. 5099-5111.

ANNEXES

Tempso(jour)	1	4	7	10	13	16	19	40	43	46
Poids des composites (g)										
Composite (1)	7.46	6.97	6.77	6.67	6.60	6.56	6.50	6.44	6.4239	6.42
Composite (2)	8.63	7.94	7.69	7.56	7.52	7.44	7.39	7.2766	7.2619	7.26
Composite (3)	9.09	8.52	8.39	8.22	8.11	7.95	7.94	7.93	7.91	7.90
Composite (4)	9.70	8.98	8.92	8.89	8.87	8.85	8.80	8.78	8.77	8.76

Tableau IV.1 La variation du poids des films composites en fonction du temps d'évaporation du solvant

Temps(h)	0	24	48	72
Poids des composites(g)				
Composite (1)	0.6598	0.7227	0.7462	0.7529
Composite (2)	0.8159	0.8617	0.8743	0.9023
Composite (3)	0.2593	0.2823	0.2938	0.2952
Composite (4)	0.3265	0.3418	0.3434	0.3551

Tableau IV.2 La variation du poids des films composites en fonction du temps avant et après d'absorption à température ambiante .

Temps(h) Poids des composites(g)	0	4	8	12
	Composite (1)	0.4577	0.4995	0.5050
Composite (2)	0.3469	0.3883	0.4201	0.4484
Composite (3)	0.2576	0.2748	0.2823	0.2865
Composite (4)	0.3224	0.3419	0.3470	0.3592

Tableau IV.3 La variation du poids des films composites en fonction du temps avant et après d'absorption à température constante 40 ° C.

Temps(h) Le taux d'absorption	24	48	72
	Composite (1)	0.095	0.131
Composite (2)	0.056	0.072	0.110
Composite (3)	0.089	0.133	0.138
Composite (4)	0.047	0.052	0.088

Tableau IV.4 Variation du taux d'absorption d'eau en fonction du temps à température ambiante

Temps(h) Le taux d'absorption	4	8	12
	Composite (1)	0.091	0.103
Composite (2)	0.119	0.211	0.293
Composite (3)	0.067	0.096	0.112
Composite (4)	0.065	0.076	0.113

Tableau IV. 5 Variation du taux d'absorption d'eau en fonction du temps à température de 40 °C.

Temps(min) Température(° C)	Te					Ts				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Composite (1)	34	39	39	41	43	32	35	37	38	41
Composite (2)	35	37	39	40	43	31	34	36	39	40
Composite (3)	32	37	37	40	42	30	33	35	37	39
Composite (3)	33	34	36	37	38	30	32	33	36	37

Tableau IV.6 La variation du température en fonction du temps .

Temps(min) Résistance thermique (k/w)	1	2	3	4	5
	Composite (1)	4.10^{-3}	8.10^{-3}	4.10^{-3}	6.10^{-3}
Composite (2)	8.10^{-3}	6.10^{-3}	6.10^{-3}	2.10^{-3}	6.10^{-3}
Composite (3)	4.10^{-3}	8.10^{-3}	4.10^{-3}	6.10^{-3}	6.10^{-3}
Composite (4)	6.10^{-3}	4.10^{-3}	6.10^{-3}	2.10^{-3}	2.10^{-3}

Tableau IV.7 La variation du Résistance thermique en fonction du temps .

Temps(min) Conductivité thermique(w/k.m)	1	2	3	4
	Composite (1)	4.08	2.97	2.8
Composite (2)	2.31	1.86	1.68	1.68
Composite (3)	6.64	6.13	6.64	6.37
Composite (4)	2.78	2.87	2.59	2.55

Tableau IV.8 La variation du Conductivité thermique en fonction du temps .

Les composites	S (mm ²)	F _{MAX} (N)	δ (mPa)	ε (%)
Composite (1)	22	128.963	5.862	64.042
Composite (2)	22	173.140	7.870	10.145
Composite (3)	22	88.978	4.044	61.611
Composite (4)	22	80.733	3.670	11.519

Tableau IV.9 La variation de test de traction .

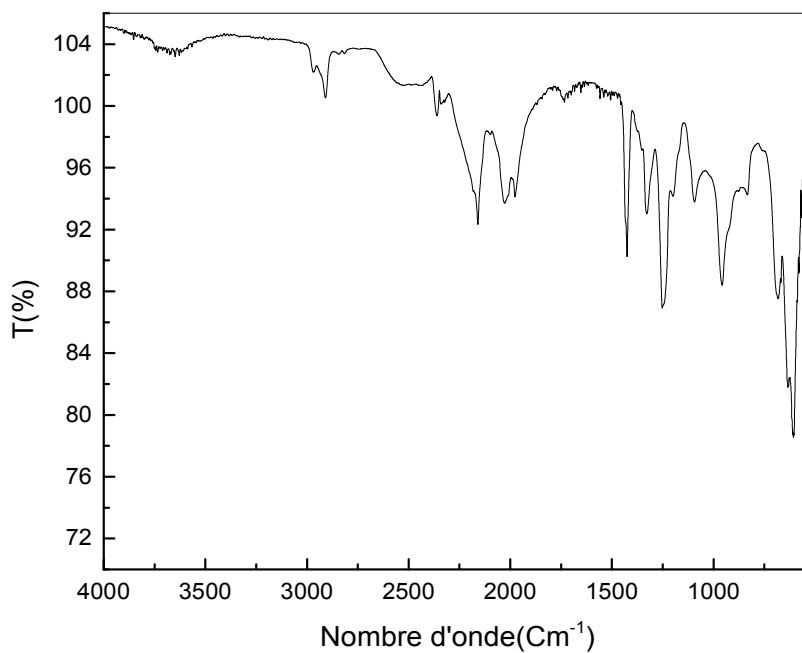


Figure IV.1. Spectre IR des PVC .

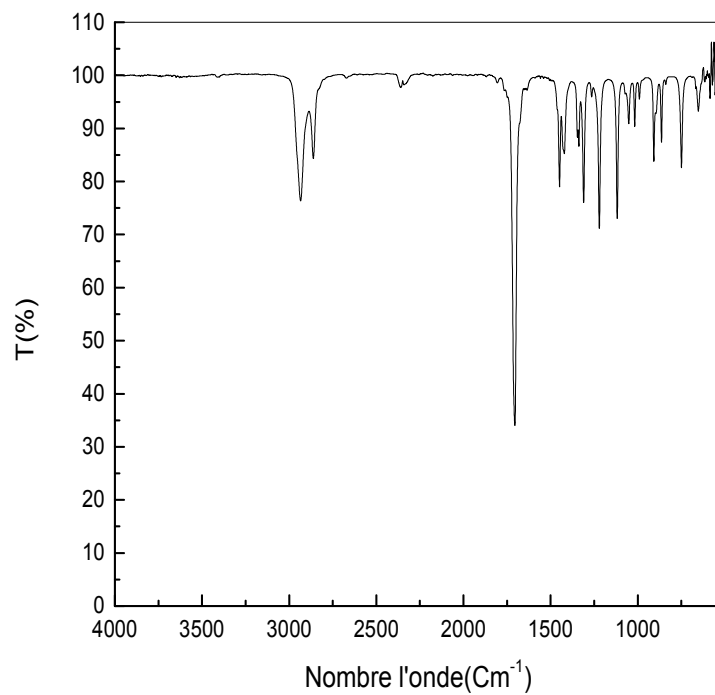


Figure 4.2. Spectre IR de la Cyclohexanone.

Résumé:

La préparation en solution est l'une des méthodes d'obtention des composites polymère/fibre végétale . La nature du solvant, la forme de la fibre végétale, la nature du traitement et la température d'évaporation sont des paramètres qui influent sur les propriétés du film composite. Notre travail consiste donc, en la préparation d'un nouveau matériau composites en exploitant des ressources localement disponibles.

Les différents tests et analyses montrent une amélioration remarquable de quelques propriétés (mécaniques, isolation, vieillissement) pour les composites dont la fibre du palmier dattier est traitée par NaOH . Cependant, l'ajout de cette fibre au matrice polymères permet d'avoir un matériau facilement dégradable.

Mots-clés: Composite, matrice polymère, fibre du palmier dattier, PVC, PSE, mélange en solution.

ملخص :

طريقة التحضير التي قمنا بها هي إحدى طرق الحصول على مركبات ألياف بوليمر / ألياف نباتية . إن طبيعة المذيب وشكل الألياف النباتية وطبيعة المعالجة ودرجة حرارة التبخر هي عوامل تؤثر على خصائص المركب. وبالتالي ، فإن عملنا هو إعداد مادة مركبة جديدة باستغلال الموارد المتاحة محلياً.

تُظهر الاختبارات والتحليلات المختلفة تحسناً ملحوظاً في بعض الخصائص (الميكانيكية و العزلية والشيخوخة) للمركبات التي تعالج ألياف النخيل فيها باستخدام هيدروكسيد الصوديوم . ومع ذلك ، فإن إضافة هذه الألياف إلى مصفوفة البوليمر يجعل من الممكن الحصول على مادة قابلة للتحلل بسهولة.

الكلمات المفتاحية : المركبات ، مصفوفة البوليمر ، ألياف جريد النخل ، بولي كلوريد الفينيل ، البولسترين ، خلط في المحلول .