

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



CRTI
Research Centre in Industrial Technologies

Département de Génie de l'environnement

Laboratoire des Science et Techniques de l'Environnement

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie de l'Environnement

Développement d'un Biomatériau à base de polymère et renfort végétal

Présenté par : Hadjira DAMOUS

Sous la direction de :

Mr Zouheyr BELOUADAH, ENP et Mr. M.Fares REKBI, CRTI

Mme Naima BELHANECHÉ, ENP

Soutenu publiquement le 14 juillet 2021

Devant le Jury :

Mme N.DJELLOULI

Mr Z.BELOUADAH

Mr M.F. REKBI

Mme N.BELHANECHÉ

Mme S.AROUA

Mme N.OUAZENE

MCB, ENP

MCA, ENP

MCB, CRTI

Professeur, ENP

MCB, ENP

MCB, Université de Boumerdes

Présidente

Promoteur

Promoteur

Promoteur

Examinatrice

Examinatrice

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



CRTI
Research Centre in Industrial Technologies

Département de Génie de l'environnement

Laboratoire des Science et Techniques de l'Environnement

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie de l'Environnement

Développement d'un Biomatériau à base de polymère et renfort végétal

Présenté par : Hadjira DAMOUS

Sous la direction de :

Mr Zouheyr BELOUADAH, ENP et Mr. M.Fares REKBI, CRTI

Mme Naima BELHANECHÉ, ENP

Soutenu publiquement le 14 juillet 2021

Devant le Jury :

Mme N.DJELLOULI

Mr Z.BELOUADAH

Mr M.F. REKBI

Mme N.BELHANECHÉ

Mme S.AROUA

Mme N.OUAZENE

MCB, ENP

MCA, ENP

MCB, CRTI

Professeur, ENP

MCB, ENP

MCB, Université de Boumerdes

Présidente

Promoteur

Promoteur

Promoteur

Examinatrice

Examinatrice

Dédicaces

Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie ce modeste travail à ceux qui, quels que soient les termes embrassés, je n'arriverais jamais à leur exprimer mon amour sincère.

A ma source de bonheur, qu'aucun jour de ma vie ne peut passer sans la remercier, ma petite et merveilleuse famille **Hocine, Amal, Marwa, Malek, Fares, Danyl** et précisément mon trésor, mon privilège, ma joie de vivre, mon tout, ma *Maman* pour tous ses sacrifices, son amour, son soutien et ses prières tout au long de mes études.

A mes chers **Asma, Abdallah, Maria, Abdou**, je ne peux trouver les mots justes et sincères pour vous exprimer mon affection et mes pensées. Vous êtes pour moi des frères et des sœurs sur qui je peux compter. En témoignage de l'amitié qui nous unit et des souvenirs de tous les moments que nous avons passés ensemble, je vous dédie ce travail et je vous souhaite une vie pleine de santé et de bonheur.

A mes accompagnants durant ces trois dernières années, **Chanez, Rayane, Mokrane** merci pour tous les moments de bêtises, de fous rires et de tous nos souvenirs.

Une dédicace spéciale à ma 2^{ème} famille, mes chers camarades du **Vision and Innovation Club** et l'équipe organisatrice de **ENGINEERS' GALA**, qui ont su, chacun à sa manière, offrir l'aide et l'amour pour me combler et qui ont su me soutenir durant mes années d'études.

Tout cela dit, je tiens finalement à me dire, **Hadjer**, Merci, de tous les efforts, les sacrifices, d'avoir continué jusqu'au bout et de m'avoir satisfait.

Remerciements

Je tiens d'abord à remercier Dieu le tout puissant qui m'a guidé dans mon chemin de vie et qui m'a accordé tant de biens.

Ce Projet de Fin d'Etudes a été réalisé, au sein du **Laboratoire des Science et Techniques de l'Environnement** de l'**Ecole Nationale Polytechnique d'Alger** dirigé par Madame Professeure **N. BELHANCHE**.

Je voudrais exprimer toute ma reconnaissance à mes Promoteurs : **Dr Zouheyr BELOUADAH**, **Pr. Naima BELHANCHE**, ainsi que le **Dr. F. Mohamed REKBI** pour leur encadrement et la bonne conduite de mes recherches, pour leur aide, la confiance qu'ils m'ont accordée, leurs précieux conseils et leur optimisme à toute épreuve.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements aux membres du jury. **Dre N.DJELLOULI** pour l'honneur qu'elle me fait en présidant ce jury, **Dre S.AROUA** et **Dre N.OUAZENE** pour avoir accepté de consacrer de leur temps pour juger ce travail.

Je tiens également à remercier chaleureusement **Mr. Mahieddine DOUADI**, Ingénieure de laboratoire au Département Génie de l'environnement, pour sa grande disponibilité et pour son aide précieuse.

Enfin, je remercie chaleureusement tous les membres de ma famille qui n'ont cessé de croire en ce travail et qui m'ont été d'un grand support dans tous les moments difficiles.

ملخص: تطوير مادة حيوية تعتمد على البوليمرات وتقوية النبات

في السنوات الأخيرة، كان هناك حماس قوي لتطوير البوليمرات ذات الطبيعة القابلة للتحلل كبديل للعديد من التطبيقات. وذلك لتقليل الاستهلاك المرتفع للبلاستيك الذي يسبب مشاكل بيئية. في هذه الدراسة، نقوم بتطوير مواد مركبة منخفضة التكلفة وقابلة للتحلل الحيوي منخفضة الكثافة يمكن إعادة تدويرها وتساعد في مكافحة مشاكل التلوث في القرن الحادي والعشرين. يتم توجيه العمل المنفذ في هذا الموجه على طول هذا المحور ويهدف إلى تطوير مخاليط تعتمد على البولي فينيل كلوريد وألياف هاليموسالأتريبيليكس بمعدلات شحن تتراوح من 1% إلى 10%. تم تنفيذ تقنيات التوصيف المختلفة على الخلائط المطورة. أظهرت الخصائص الفيزيائية مثل الامتصاص، وكذلك اختبار الصلابة والميكانيكية والشد، تحسناً في محتوى وقوة المواد المقواة بالألياف النباتية. تقودنا هذه الملاحظات إلى استنتاج أنه يمكن استخدام مثل هذه المواد على نطاق صناعي لتطبيقات التعبئة والتغليف.

الكلمات المفتاحية: المواد المركبة، كلوريد البولي فينيل، هاليموسالأتريبيليكس، ألياف النبات.

Abstract: Development of a biomaterial based on polymer and plant reinforcement.

In the last few years, there has been a strong interest in the development of biodegradable polymers as an alternative for many applications, and this is in order to reduce plastic wastes that cause environmental problems. In this study, we developed for the first time low cost and density biodegradable composite materials that can be easily recycled in one contribution to combat pollution problems of the 21st century. This innovative work allowed us to develop polymer mixtures based on polyvinyl chloride and Atriplex halimus fibers by varying from 1% to 10% the rates of vegetal fiber in each polymer mixture. Various techniques were carried out in order to characterize the resulting polymer mixtures: physical properties such as absorption, and mechanical ones such as hardness and tensile test, showed an improvement of the content and resistance of our reinforced material by the vegetal fiber. Our material showed an absorption rate of 2, 42%, a hardness of 51, and the results of tensile test were 23, 9 MPa at 10% vegetal fiber rate.

These results lead us to conclude that such a material can be used on industrial scale for packaging applications.

Keywords: Composite materials, Polyvinyl chloride, Atriplex halimus, vegetal fiber.

Résumé : Développement d'un biomatériau à base de polymère et renfort végétal

Au cours des dernières années, il y a eu un fort intérêt pour le développement de polymères biodégradables comme alternative pour de nombreuses applications, et ce afin de réduire les déchets plastiques qui causent des problèmes environnementaux.

Dans cette étude, nous avons développé pour la première fois des matériaux composites biodégradables à faible coût et densité qui peuvent être facilement recyclés dans une contribution à la lutte contre les problèmes de pollution du 21ème siècle. Ce travail innovant nous a permis de développer des mélanges de polymères à base de polychlorure de vinyle et de fibres d'Atriplex halimus en faisant varier de 1% à 10% les taux de fibres végétales dans chaque mélange de polymères. Différentes techniques ont été mises en œuvre afin de caractériser les mélanges polymères obtenus : les propriétés physiques telles que l'absorption, et mécaniques telles que la dureté et l'essai de traction, ont montré une amélioration de la teneur et de la résistance de notre matériau renforcé par la fibre végétale. Notre matériau a montré un taux d'absorption de 2,42%, une dureté de 51, et les résultats du test de traction étaient 23,9 MPa pour un taux de fibre de 10%.

Ces résultats nous amènent à conclure qu'un tel matériau peut être utilisé à l'échelle industrielle pour des applications d'emballage.

Mots clés : Matériaux composites, Polychlorure de vinyle, Atriplex halimus, Fibre végétale.

Sommaire

LISTE DES TABLEAUX

LISTES DES FIGURES

LISTE DES SYMBOLES ET ABREVIATIONS

Introduction générale.....	12
Chapitre 1 : Etude Bibliographique	15
1.1 Introduction :	16
1.2 Définition des matériaux composites :	16
1.3 Les matrices polymères :.....	17
1.3.1 Les résines Thermodurcissables:.....	18
1.3.2 Les élastomères:	20
1.3.3 Les matrices thermoplastiques:	20
1.4 Polychlorure de vinyle :	21
1.4.1 Additifs de transformation :	22
1.4.2 Les stabilisants:	22
1.4.3 Les plastifiants:	23
1.4.4 Charges :.....	24
1.4.5 Colorants et pigments :.....	24
1.5 Mise en œuvre :	24
1.5.1 Injection:.....	24
1.5.2 Extrusion:	25
1.6 Propriétés générales du PVC :	25
1.6.1 Propriétés physiques:.....	25
1.6.2 Propriétés mécaniques:.....	26
1.6.3 Propriétés chimiques:	26
1.6.4 Propriétés électriques:	27
1.6.5 Propriétés thermiques:.....	27
1.7 Applications du PVC :.....	28
1.8 Les fibres de renforts :	30
1.8.1 Les fibres naturelles:	31
1.8.2 Les fibres végétales:	32
1.8.2.1 Caractéristiques d'une fibre végétale :	32
1.8.2.2 Composition des fibres végétales :	33

1.8.2.3	Processus d'extraction des fibres végétales :	34
1.8.2.4	Propriétés physiques :	35
1.9	Mise en œuvre des matériaux composites :	36
1.9.1	Moulage sans pression:	37
a.	Moulage au contact:	37
b.	Moulage au contact par projection (projection simultanée) :	37
1.9.2	Moulage sous vide :	38
1.9.3	Moulage par compression :	39
a.	Moulage par injection de résine :	39
1.10	Applications des matériaux composites :	40
1.10.1	Marché des composites :	40
1.10.2	Domaines d'application :	41
1.10.3	Critères de choix :	41
Chapitre 2	: Matériel et méthodes	43
2.1	Réactifs utilisés :	44
2.1.1	Polychlorure de vinyle (PVC) :	44
2.1.2	Tetrahydrofuran (THF) :	44
2.1.3	L'Atriplexhalimus :	45
2.2	Techniques expérimentales :	45
2.2.1	Préparation de la fibre Atriplex halimus:	45
2.2.2	Préparation des composites PVC/Atriplex halimus :	46
2.2.2.1	Mise en œuvre des composites :	46
2.3	Techniques de caractérisation :	49
2.3.1	Les propriétés mécaniques :	49
2.3.1.1	Test de traction :	49
2.3.1.2	Test de dureté shore D :	50
2.3.1.3	Mesure de la densité :	51
2.3.2	Propriétés physiques :	52
2.3.2.1	Test d'absorption de l'eau :	52
2.3.3	Analyse spectrale par IRTF-ATR :	53
2.3.4	Analyse morphologique :	53
2.3.4.1	Microscopie optique :	53
Chapitre 3	: Résultats et discussion	54
3.1	Caractérisation de la fibre d'Atriplex halimus :	55
3.1.1	Analyse spectroscopique (IRTF-ATR) :	55

3.1.2	Analyse morphologique :	57
3.2	Caractérisation des composites PVC/AH :.....	58
3.2.1	Analyse spectroscopique (IRTF-ATR) :	58
3.2.2	Analyse morphologique :	59
3.2.3	Test de densité:.....	61
3.2.4	Test absorption d'eau :	62
3.2.5	Test de dureté :	63
3.2.6	Test de traction :	64
3.2.6.1	Résistance à la traction :	64
3.2.6.2	Déformation à la rupture :	65
3.2.6.3	Module d'Young :	66
Conclusion.....		69
Références Bibliographiques		72

LISTE DES TABLEAUX

Table 1.1 : Exemples typiques (et atypiques) de composites.....17

Tableau 1.2 : Propriétés des thermodurcissables.....19

Tableau 1.3 : Caractéristiques des principales matrices polymères..... 20

Tableau 1.4 : Propriétés des thermoplastiques..... 21

Tableau 1.5 : Propriétés mécaniques du PVC..... 26

Tableau 1.6 : Propriétés électriques du PVC..... 27

Tableau 1.7 : Propriétés thermique du PVC.....28

Tableau 1.8 : Avantages, inconvénients et applications du PVC rigide et plastifié.....30

Tableau 1.9 : Classification et exemples de fibre naturelle.....31

Tableau 1.10 : Propriétés physiques de différentes fibres végétales.....33

Tableau 1.11 : Propriétés mécaniques de différentes fibres naturelles et synthétiques.....36

Tableau 2.1 : Propriétés du PVC SE-1200.....44

Tableau 2.2 : Propriétés du Tetrahydrofuran.....44

Tableau 2.3 : Composition massique des différentes formulations PVC/Fibre AH.....48

Tableau 3.1 : Identifications des pics les plus importants des spectres ATR-FTIR issues de la littérature.....57

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : Morphologie des thermodurcissables.....	18
Figure 1.2 : Structure chimique du PVC.....	22
Figure 1.3 : Plastification du PVC.....	23
Figure 1.4 : Utilisation industrielle de la production de PVC en Europe (2006).....	29
Figure 1.5 : Classification générale des fibres.....	31
Figure 1.6 : Illustration d'une structure possible de lignine.....	34
Figure 1.7 : Processus d'extraction des fibres.....	34
Figure 1.8 : Principe du moulage au contact.....	37
Figure 1.9 : Principe du moulage au contact par projection.....	38
Figure 1.10 : Principe du moulage sous vide.....	38
Figure 1.11 : Principe du moulage par injection de résine.....	39
Figure 1.12 : Principe du moulage par compression à froid.....	39
Figure 1.13 : Principe du moulage par compression à chaud.....	40
Figure 1.14 : Marché des composites en Europe.....	40
Figure 1.15 : Les secteurs utilisateurs (%).....	41
Figure 2.1 : Structure chimique du tetrahydrofuran.....	44
Figure 2.2 : L'Atriplex halimus L(a) ; la tige (b); les fibres extraites mécaniquement (c).....	46
Figure 2.3 : Pesée du PVC (a) et de la fibre Atriplex halimus (b) avant l'étuvage.....	46
Figure 2.4 : Etuvage de la fibre Atriplexhalimus et du PVC.....	47
Figure 2.5 : Dissolution du PVC.....	47
Figure 2.6 : Plaque (matrice vierge) obtenue après évaporation du solvant.....	48
Figure 2.7 : L'emporte-pièce (a), Les éprouvettes (b).....	49
Figure 2.8 : Machine de traction.....	50
Figure 2.9 : Duromètre Shore D.....	51
Figure 2.10 : Test de densité.....	51
Figure 2.11 : Test d'absorption d'eau.....	52
Figure 2.12 : Spectroscopie IRTF-ATR.....	53

Figure 3.1 : Spectre IRTF-ATR de la fibre AtriplexHalimus.....	56
Figure 3.2 : Image macroscopique de fibre utilisée comme renfort avec différent grossissements, (a)x2, (b) x3, (c)x5.....	57
Figure 3.3 : Spectre IRTF-ATR du PVC et des différents composites.....	58
Figure 3.4 : La distribution des fibres dans la matrice, (a)F1%, (b) F5%, (c) F10%.....	59
Figure 3.5 : Images microscopique de la distribution des fibres dans la matrice, (a)F1%, (b) F5%, (c) F10%.....	60
Figure 3.6 : Rupture de la fibre après l’essai de traction (a) Image macroscopique, (b) Image microscopique.....	60
Figure 3.7 : Rupture de la fibre après l’essai de traction (a) facies de rupture, (b) mécanisme du rupture.....	60
Figure 3.8 : Densité du PVC et des composites PVC/AH en fonction du taux de fibre.....	61
Figure 3.9 : Taux d’absorption d’eau du PVC et des composites PVC/AH pour des taux de fibre 1%, 5% et 10% en fonction du temps.....	62
Figure 3.10 : Dureté shore D du PVC et des composites à taux de fibre 1, 5 et 10%.....	64
Figure 3.11 : Résistance à la traction du PVC et du composite PVC/AH avec 1, 5, 10% de taux de fibre.....	65
Figure 3.12 : Allongement à la rupture (%) du PVC et du composite PVC/AH avec 1, 5, 10% de taux de fibre.....	66
Figure 3.13 : Module d’Young du PVC et du composite PVC/AH avec 1, 5, 10% de taux de fibre.....	67
Figure 3.14 : Evolution des propriétés mécanique du PVC et du composite PVC/AH avec l’augmentation du taux de fibre.....	68

LISTE DES SYMBOLES ET ABREVIATIONS

Liste des symboles

$d_{\text{éch}}$	Densité de l'échantillon [sans unité].
d_{eau}	Densité de l'eau [sans unité].
F_0	Composite avec 0% de charge.
F_1	Composite avec 1% de charge.
F_5	Composite avec 5% de charge.
F_{10}	Composite avec 10% de charge.
T_f	Température de fusion.
T_g	Température de transition vitreuse.
T_{max}	Température maximale d'utilisation.
σ_r	Contrainte à la rupture.

Liste des abréviations

ABS	Acrylonitrile butadiène styrène à l'état amorphe.
AH	Atriplex halimus.
ASTM	American Standards of Technical Material.
ATR	Attenuated Total Reflectance.
E	Module de Young.
HDEP	Polyéthylène à haute densité.
PET	Polyéthylène téréphtalate semi cristallin.
PLA	Acide poly lactique.
PP	Polypropylène à l'état semi cristallin.
PS	Polystyrène à l'état amorphe.
PVC	Polychlorure de vinyle amorphe.

Introduction générale

Introduction générale

Actuellement, le monde le monde est en proie à de graves crises liées aux problèmes environnementaux engendrés par les rejets de tout genre, les rejets plastiques en tête de liste.

En effet, malgré le fait que le plastique a révolutionné l'industrie et notre style de vie de fond en comble, il n'en demeure pas moins que ce matériau est en phase de devenir le pire cauchemar de la planète du fait de l'énorme pollution qu'il génère.

En réponse à ce problème, des prises de conscience commencent à se voir à travers le développement de nouveaux matériaux composites biodégradables afin de préserver l'environnement.

Contrairement à la plupart des matériaux structurels traditionnels, dont le comportement mécanique est supposé être homogène et isotrope, les propriétés mécaniques des matériaux composites présentent une dépendance statistique intrinsèque [1]. Rappelons que les matériaux composites sont obtenus en remplaçant, en partie, une matière issue de ressources fossiles par une matière renouvelable, d'origine végétale ou minérale [2].

De nombreux facteurs tels que la résistance mécanique, les propriétés physiques et chimiques, leur accessibilité et leur faible coût ont influencé les industries et les ont amenées à envisager de les utiliser dans leurs créations, en particulier dans les l'industrie automobile et aéronautique ainsi que pour les emballages.

D'une manière générale, vu l'engouement pour ces nouveaux matériaux, la valeur du marché de ces composites connaîtra un taux de croissance annuel prévu de 7,6 % entre 2020 et 2027 [3]. Cette croissance est due à la création de la bioéconomie qui a poussé le besoin de leur développement encore plus loin dans le but de créer des innovations respectueuses de l'environnement basées sur des sources renouvelables et des produits recyclables.

Cependant, la technologie de fabrication de cette catégorie de matériaux n'est pas encore totalement au point. De nombreuses études et recherches visent à développer cette nouvelle classe de matériaux afin d'obtenir des formulations performantes en optimisant la part des fibres dans le polymère.

Ce travail original s'inscrit dans cet objectif, et a permis de mettre au point au laboratoire de manière artisanale et pour la première fois un matériau constitué de matrice polymère

thermoplastique constituée de polychlorure de vinyle renforcée avec de la fibre végétale d'Atriplex halimus.

Ce manuscrit comporte trois chapitres :

- Un premier chapitre dédié à l'état de l'art sur les matrices polymère, le Polychlorure de vinyle, des notions sur les matériaux composites et leur mise en forme ;
- un deuxième chapitre qui regroupe les matériels et méthodes utilisés pour la conception de notre matériau composite.
- Ainsi qu'un troisième chapitre dédié aux résultats ainsi qu'à leur discussion.

Le manuscrit se termine par une conclusion générale ainsi que la proposition de quelques voies à explorer en guise de perspectives pouvant enrichir et compléter les résultats obtenus à l'issue de cette étude.

Chapitre 1 : Etude Bibliographique

1.1 Introduction :

Les composites à base de fibres ont évolué au cours du vingtième siècle grâce au développement de résines et de fibres synthétiques. Le but de ces composites était d'améliorer la structure et les propriétés du matériau. Les matériaux composites sont constitués de l'assemblage de plusieurs éléments non miscibles (au moins deux) et de natures différentes (polymères, métaux, céramiques, verres), ils présentent souvent un rapport « propriétés mécaniques/poids » supérieur aux matériaux qui le constituent [4].

Actuellement, face à une crise environnementale, plusieurs marchés industriels se sont orientés vers des solutions plus écologiques dont il en résulte la substitution des matériaux traditionnels par des matériaux composites. Cela a augmenté par suite la demande sur les matériaux composites et surtout ceux à base de fibre végétale. Le remplacement des fibres minérales ou organiques par des fibres végétales est effectivement très avantageux, notamment dans le domaine des transports. La consommation énergétique et la participation à l'effet de serre (émissions de CO₂, CH₄, NO₂) lors de la fabrication et l'utilisation d'un composite à base de fibres végétales, sont nettement inférieures à celles du même polymère non chargé ou du composite renforcé par des fibres minérales[2]. Ils sont aujourd'hui de plus en plus utilisés dans de nombreux domaines techniques tels que l'automobile, l'aérospatiale, le ferroviaire et ce principalement comme matériaux des pièces d'habillage (pare-chocs, plancher, intérieur de porte, etc.) [4].

1.2 Définition des matériaux composites :

Les matériaux composites sont par définition un assemblage d'au moins deux constituants non miscibles dont les propriétés répondent à des besoins spécifiques non satisfaits individuellement par les composants de base [5].

Le développement des matériaux composites a non seulement enrichi les systèmes de matériaux modernes, mais a contribué à des progrès durables dans la science et l'ingénierie des matériaux et a aussi amélioré la qualité de vie humaine.

On distingue 4 classes majeures de composites, table 1.1.

Table1.1 :Exemples typiques (et atypiques) de composites[6].

Classe	Exemple	Composantes	Applications
Composites à matrice organique	Carton	cellulose	Emballages etc.
	Pneus	caoutchouc, acier	Transports
	Stratifiés	résines organiques, fibres de verre, carbone, bore etc.	Structures légères
	Plastiques renforcés	Résines, courtes fibres	Diverses
Composites à matrice minérale	Béton	ciment, additifs	génie civil
	composites C-C	C, fibres de C	aérospatial, aviation, sport,
	composites céramiques	céramiques fibres céramiques	et biomécanique composantes thermomécaniques
Composites à matrice métallique		Al/fibres de B	aérospatial
		Al/fibres de C	
Alliages	aciers	C, Fe, Mn, Cr, Al, Cu, Sn etc.	diverses
	Alliages d'Al		
	Cuivres		

1.3 Les matrices polymères :

Les polymères sont des matériaux légers dont la densité est légèrement supérieure à celle de l'eau. Ils peuvent être employés en solution ou fondus pour imprégner des fibres à des

températures et des pressions plus faibles que celles nécessaires à d'autres matériaux tels que les métaux. De plus, les résines résistent mieux à la plupart des milieux corrosifs. Le faible module mécanique des polymères facilite le transfert de charge aux fibres et permet l'exploitation des propriétés mécaniques de ces dernières. Parmi les inconvénients, notons que les polymères ne possèdent pas des propriétés à haute performance, rendant ainsi les composites unidirectionnels très anisotropes. De plus l'absorption de l'eau par les polymères peut nuire aux performances des composites. L'hydrolyse de la résine peut en effet entraîner la destruction des interfaces fibre-matrice.

Il existe deux catégories principales des matrices polymères : les thermoplastiques et les thermodurcissables.

1.3.1 Les résines Thermodurcissables:

Les thermodurcissables sont des polymères de macromolécules tridimensionnelles qui ne peuvent pas revenir à son état solide d'origine après le chauffage du fait des grandes liaisons chimiques fortes entre les macromolécules. Ce sont des polymères dits *réticulés* dont leurs longues chaînes, contrairement aux thermoplastiques, possèdent des liaisons disponibles pour former un réseau impossible à défaire sans rupture. Ce réseau est formé suite à une réaction irréversible appelée 'Réticulation' déclenchée par la température et l'ajout de certains composants qu'on appelle durcisseur. Ce dernier transforme la résine d'un état liquide visqueux à un état solide.[7].

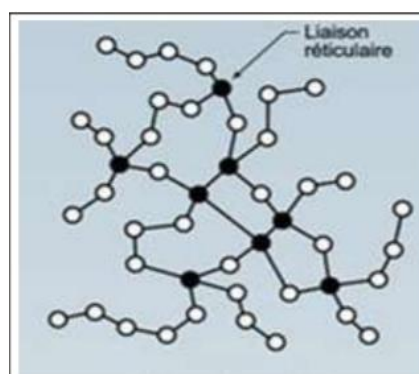


Figure 1.1 : Structure chimique des thermodurcissables [8].

Les thermodurcissables présentent une haute résistance thermique et une faible résistance à l'impact par rapport aux matrices thermoplastiques. Leur faible viscosité avant leur mise en

forme favorise le mouillage des agents de renforts et les rend pratique ce qui explique leurs grandes importances commerciales.

La différence de structure qui distingue les thermoplastiques des thermodurcissables est une différence à grande échelle, due à des points de réticulation qui ne peuvent être rompus sans altérer la nature chimique de la molécule [7]

Parmi les thermodurcissables les plus utilisées, 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 [9]

Le tableau 1.2 regroupe les différentes propriétés des résines thermodurcissables les plus utilisées dans l'industrie.

Tableau 1.2 : Propriétés des thermodurcissables [10].

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

Tableau 1.3 : Caractéristiques des principales matrices polymères [11].

Matrices thermodurcies	Matrices thermoplastiques
<ul style="list-style-type: none">• Amorphes• Résistantes aux températures élevées• Viscosité basse pendant la mise en forme• Fragiles• Cycles de fabrication longs• Difficiles à réparer• Recyclage des déchets impossible	<ul style="list-style-type: none">• Amorphes ou semi cristallines• Haute résistance à l'impact• Fabrication difficile en raison de la viscosité très élevée du polymère fondu• Thermo formables• Possibilités de réparation• Recyclage très aisé

1.3.2 Les élastomères:

Ils sont traités sur des équipements plastiques conventionnels, tels que les machines de moulage par injection, les machines de moulage par soufflage, les extrudeuses de feuilles et de profilés, et ainsi de suite, mais développent leurs propriétés caoutchouteuses finales immédiatement après refroidissement. Les caoutchoucs conventionnels, quant à eux, doivent être vulcanisés [12].

Les caoutchoucs conventionnels sont aussi réticulés par une liaison de valence primaire, tandis que les élastomères thermoplastiques sont réticulés par une liaison de valence secondaire, telle que les interactions de van der Waals, les interactions dipolaires ou la liaison hydrogène.

La différence principale entre les élastomères et les thermoplastiques repose sur la température de transition vitreuse. Les élastomères ont généralement une température de transition vitreuse supérieure à celle de la température ambiante, les rendant mou et souple. Tandis que, la température de transition vitreuse des thermoplastiques est au-dessous de la température ambiante, les rendant dur et cassant.

1.3.3 Les matrices thermoplastiques:

Les thermoplastiques sont des macromolécules linéaires ou légèrement ramifiées dont la caractéristique particulière qui leur diffère des thermodurcissables est le ramollissement en chauffage. Cette propriété qui permet de les déformer sous l'action de chaleur à plusieurs reprises est due à l'absence des liaisons qui leur permet de former des ponts chimique forts avec

d'autres molécules. Les liaisons dont ils possèdent sont des liaisons latérales faibles (liaisons van der waals) entre les éléments non chimiquement liés [13].

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[9].

Les matrices thermoplastiques ont actuellement un taux de croissance supérieur à celui des résines thermodurcissables en raison de la nécessité du recyclage des composites et de leur déchets[13]. Elles peuvent être facilement produites et recyclées car elles ne subissent aucune transformation chimique.

Le tableau 1.4 regroupe les différentes propriétés des thermoplastiques les plus utilisés dans l'industrie.

Tableau 1.4 : Propriétés des thermoplastiques [10].

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

1.4 Polychlorure de vinyle :

Le Polychlorure de vinyle (PVC) est un polymère thermoplastique produit par polymérisation du monomère chlorure de vinyle (CVM) avec une structure de chaîne comprenant [-CH₂-CHCl-]_n. Le degré de polymérisation (n) varie de 500 à 4000 environ [5].

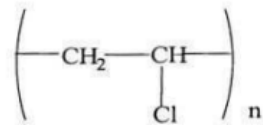


Figure 1.2 : Structure chimique du PVC.

Cette polymérisation est aujourd'hui faite selon les trois types de procédés suivants[7] :

- Procédé en masse,
- Procédé en émulsion,
- Procédé en suspension

Du fait de ses bonnes propriétés physiques et mécaniques et de son faible coût de production, le PVC fait partie des trois polymères les plus utilisés dans le monde (avec les polyéthylènes et les polypropylènes)[14]. Il est présent dans tous les secteurs économiques: bâtiment (57 % des usages pour l'Union européenne) ; emballage ; électricité / électronique ; biens de consommation ; santé ; transports.

Le PVC est composé de carbone, d'hydrogène et de chlore. Le carbone et l'hydrogène proviennent du pétrole (43 %) tandis que le chlore est originaire du sel (57 %)[15].

1.4.1 Additifs de transformation :

Le PVC de base est une matière rigide ayant une température de dégradation inférieure à sa température de fusion (>100°C), d'où la difficulté de toute mise en œuvre de ce polymère amorphe (un départ en chaîne d'acide chlorhydrique (HCl) est observé dès que le polymère est chauffé à 80°C) et une des raisons pour laquelle Les résines de polychlorure de vinyle ne sont jamais utilisées telles quelles (formations des structures insaturées).

Les propriétés mécaniques du PVC peuvent varier d'une extrême rigidité à une très grande souplesse par l'addition contrôlée de plastifiants, stabilisants, charges, etc. Cet ensemble donne naissance à une composition vinylique appelée « compound » en anglais.

1.4.2 Les stabilisants:

Sous l'effet de la chaleur, de la lumière et de l'oxygène, les molécules de PVC se dégradent avec départ de chlorure d'hydrogène qui catalyse lui-même la réaction (réaction

autocatalytique) donnant progressivement l'apparition d'une coloration jaune puis brune et qui provoque une réticulation des chaînes entre elles, conduisant à l'obtention d'un produit carbonné infusible[16].

L'ajout des stabilisants permet de ralentir ou bien inhiber dans certains cas les processus responsables d'altérations de la structure pendant la mise en œuvre. Le stabilisant idéal devrait être à la fois accepteur d'HCl, antioxydant et filtre d'ultraviolet.

Pour la fabrication des tuyaux et profilés rigides pour les bâtiments et d'isolants de câbles électriques, on utilise le plomb comme stabilisant. L'Europe s'est engagée à ne plus utiliser les métaux lourds comme stabilisant[17].

1.4.3 Les plastifiants:

Le principal rôle des plastifiants est de diminuer la température de transition vitreuse (T_g) du PVC par une diminution des forces d'interactions entre les différentes [18]. Ils rendent le matériau plus souple tout en procurant une meilleure résistance au choc[7].

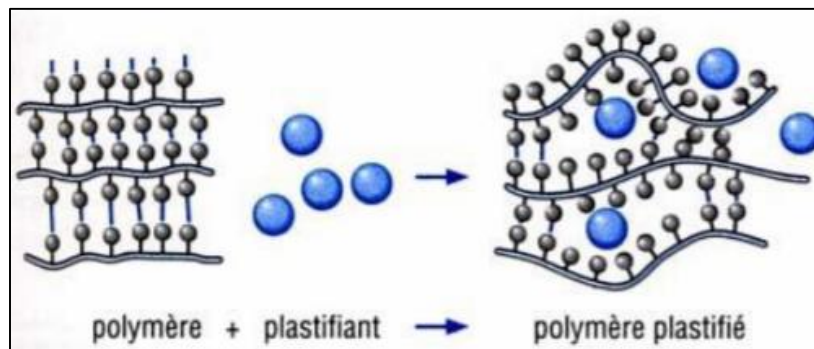


Figure 1.3 : Plastification du PVC[19].

Les plastifiants les plus communément utilisés sont[20] :

- Esters de l'acide phtalique ;
- Esters de l'acide phosphorique ;
- Esters de l'acide adipique ;
- Esters de l'acide sébacique ;
- Plastifiants polymériques tels les polyesters ;
- Elastomères de synthèse.

1.4.4 Charges :

Sont désignées par « charges » toutes substances inertes ajoutées à un polymère dans le but d'en modifier les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques, d'en améliorer l'état de surface ou d'en réduire le prix de revient (du produit fini)[18].

Les critères auxquelles doivent répondre les charges sont les suivants [21]:

- compatibilité avec le PVC, pas d'impuretés ;
- mouillabilité et bonne dispersion dans la matrice polymère ;
- uniformité (qualité et granulométrie) ;
- prix de revient bas ;
- faible action abrasive.

1.4.5 Colorants et pigments :

L'ajout de toutes sortes de pigments permet de colorer le PVC [22]. Les principaux produits ajoutés au PVC sont [23]:

- Les pigments minéraux (oxydes de titane, de fer, de chrome, de cobalt,...) ;
- Les pigments organiques (azoïques, anthraquinoniques,...) ;
- Le noir de carbone.

1.5 Mise en œuvre :

Le Polychlorure de vinyle (PVC) peut être mis en œuvre selon les techniques habituelles de transformation des thermoplastiques.

1.5.1 Injection:

La technique d'injection consiste à injecter la matière dans un moule ramolli et chauffé d'une source externe, combiné d'un travail mécanique sous la forme d'un cisaillement intense. C'est une technique qui permet d'obtenir des robinets, vannes, raccords, etc.

La pression d'injection exercée par la vis sur la matière peut atteindre 180 MPa. L'injection soufflage permet la réalisation de récipients pour cosmétiques, pharmacies, etc. [19].

1.5.2 Extrusion:

L'extrusion est mise à profit pour la fabrication de profilés de géométries et masses linéiques très variables. Le cas le plus spectaculaire est la co-extrusion de joints de vitrage et d'étanchéité en PVC souple (PVC plastifié) sur les profilés en PVC rigide[19].

L'extrusion permet essentiellement de fabriquer les produits finis suivants :

- Tubes rigides.
- -Tuyaux souples.
- Profilés rigides pour volets, portes, châssis de fenêtres, plinthes, cornières, rails et cache-rails...
- Profilés souples ou semi-rigides : mains courantes, nez d'escaliers, protection de carrosserie automobile, etc.
- Feuilles et plaques rigides.
- Films souples ou semi-rigides pour usages divers (emballages par exemple).

1.6 Propriétés générales du PVC :

1.6.1 Propriétés physiques:

Le PVC est un polymère amorphes présentant une très faible cristallinité (7%) dans la masse volumique est de [7]:

- 1,4g/cm³ pour les mélanges non plastifiés ;
- 1,2 à 1,3 g/cm³ pour les mélanges plastifiés.

Il est insoluble dans la plupart des solvants. Il est soluble dans le tetrahydrofuranne, la cyclohexanone et le diméthylformamide[24].

C'est un thermoplastique qui se ramollit lorsqu'on le chauffe et se fixe lorsqu'on le refroidit[25].

1.6.2 Propriétés mécaniques:

Le PVC présente une bonne rigidité à température ambiante ainsi qu'une excellente résistance à l'abrasion. Il présente par contre une certaine fragilité au froid, notamment une fragilité au choc à température inférieure à -10°C [7].

Tableau 1.5 : Propriétés mécaniques du PVC [7].

Propriétés	Unités	PVC rigide	PVC souple	PVCC
Contrainte à la rupture	MPa	50	10-20	60
Allongement à la rupture	%	10-50	200 à 500	4,5
Résistance à la flexion	MPa	70-80	-	-
Module de traction	MPa	2400	-	2800
Module de flexion	MPa	2000	-	2800
Dureté shore D	-	70-80	20-40	-

1.6.3 Propriétés chimiques:

Beaucoup de phénomènes peuvent avoir lieu lors du contact avec les produits chimiques présents. Selon la nature et la composition du plastique, il peut y avoir diffusion, absorption et gonflement, gélification, dissolution ou destruction.

Le PVC sans plastifiant possède une bonne résistance aux produits chimiques : acides, bases, huiles, alcools, hydrocarbures aliphatiques. Par contre, il est sensible aux hydrocarbures aromatiques et chlorés. Le PVC souple (plastifié) est beaucoup plus sensible aux agents chimiques [7].

Le PVC rigide résiste parfaitement aux produits ci-après :

- Acide sulfurique jusqu'à 90% à 40°C, sulfureux à 40°C, chlorhydrique à 30% à 60°C, nitrique jusqu'à 60%, phosphorique à 60°C, acétique jusqu'à 85% à 60°C, formique, oxalique, acides gras jusqu'à 60°C ;
- Eau de mer, eaux résiduaires, eau oxygénée à 20% à 50°C et 30% à 20°C, eau de javel jusqu'à 60°C ;
- Sels (dilués ou concentrés) de : Al, Co, Cu, K, Mg, Na, NH₄, Ni, Pb, Su, Zn à 40 °C ;
- Alcools éthylique, méthylique, toutes concentrations, à 50°C.
- Aldéhydes à 50°C.
- Bains photographiques à 50°C.

1.6.4 Propriétés électriques:

Le PVC présente de bonnes qualités d'isolement électrique. Les pertes diélectriques restent néanmoins suffisantes pour permettre le soudage par haute fréquence [7]

Tableau 1.6 :Propriétés électriques du PVC [26].

Propriétés	PVC rigide	PVC souple
Constante diélectrique à 60 Hz	3,2 – 3,6	5 – 9
Constante diélectrique à 103 Hz	3 – 3,3	4 – 8
Constante diélectrique à 106 Hz	2,8 – 3,1	3,3 – 4,5
Résistivité transversale ($\Omega \cdot \text{Cm}$)	$> 10^{16}$	$10^{11} – 10^{13}$
Facteur de pertes diélectriques (50 à 100 kHz)	$1,4 – 1,8 \cdot 10^{-2}$	0,1 – 0,15

1.6.5 Propriétés thermiques:

Le PVC présente sa température de transition vitreuse entre 75 et 80°C ; à température ambiante, il est donc rigide mais devient caoutchouteux au-delà de 90°C [7].

Tableau 1.7 : Propriétés thermique du PVC [7].

Propriétés	Unités	PVC rigide	PVC souple
Température fusion	de °C	160-170	140-170
Température transition vitreuse	de °C	75-105	-40
Température fragilisation	de °C	-	-30
Température (1,85 MPa)	TFC °C	60-70	-
Retrait	%	0,1 à 0,5	0,8 à 3
Conductibilité Thermique	W/ (m.K)	0,16	0,16

1.7 Applications du PVC :

En ce qui concerne le développement des marchés du PVC, on peut faire les constatations suivantes [7]:

- La consommation totale du PVC progresse d'environ 3,5% dans le monde (moins de 1% en Europe) ;
- Les profilés rigides augmentent un peu plus que le marché tandis que les films rigides continuent à croître, surtout dans l'emballage et la feuille technique (ameublement) ;
- Le PVC se recycle facilement, comme la plupart des polymères.

Le PVC est utilisé dans de nombreux secteurs industriels. Il peut être utilisé pour l'emballage, construction, secteur automobile, bagagerie, chaussures, câblerie, plasticulture (films, serres, etc.).

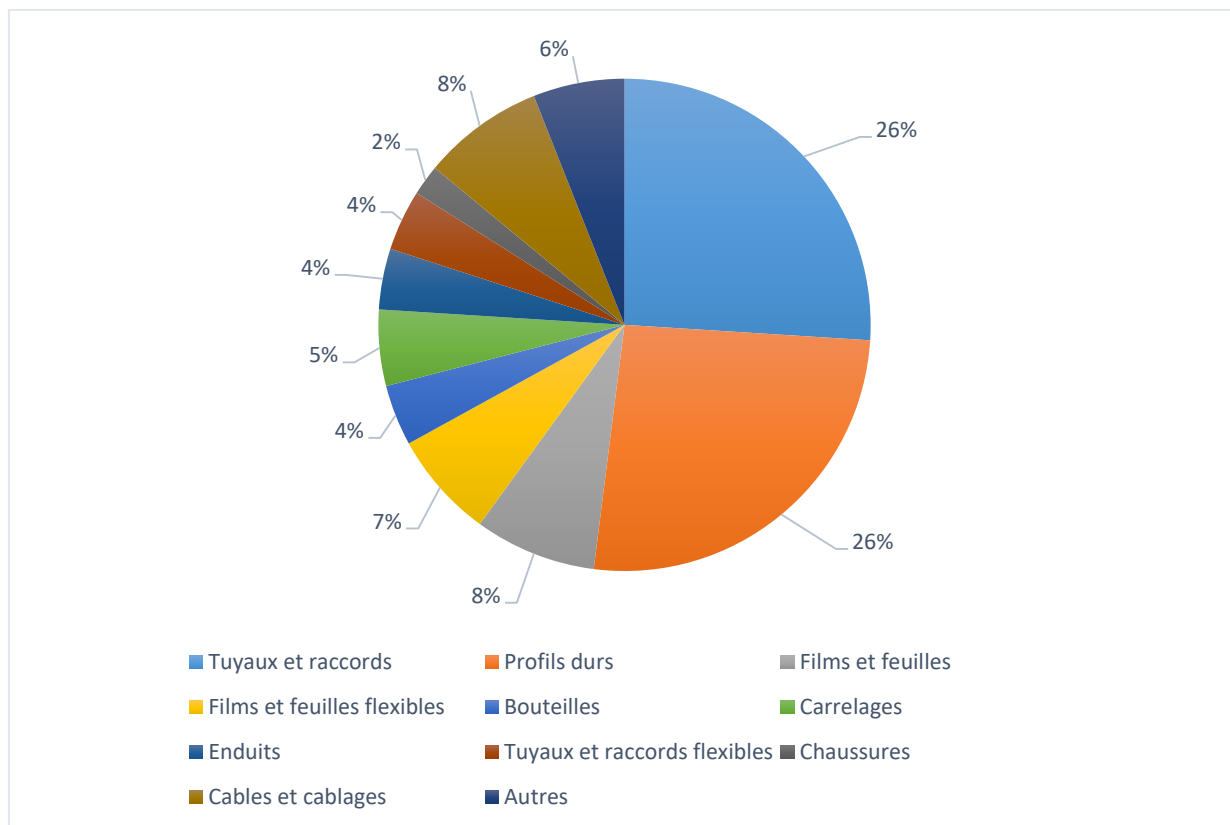


Figure 1.4 :Utilisation industrielle de la production de PVC en Europe (2006)[14].

L'utilisation du PVC peut avoir de nombreux avantages ainsi que des inconvénients majeurs selon les types d'applications.

Tableau 1.8 :Avantages, inconvénients et applications du PVC rigide et plastifié[24].

	PVC rigide	PVC souple
Avantages	<ul style="list-style-type: none"> - Rigidité et stabilité dimensionnelles. - Résistance à l'abrasion. - Autoextinguibilité. - Absorption d'eau pratiquement nulle. - Qualité alimentaire. - Bon comportement aux agents chimiques, huiles, graisse. - mise en œuvre aisée par extrusion, formage, usinage, soudage. 	<ul style="list-style-type: none"> - Souplesse comparable au caoutchouc. - Utilisable à basse température
Inconvénients	<ul style="list-style-type: none"> - Fragile aux basses températures. - Sensible aux UV (brunissement). 	<ul style="list-style-type: none"> - Tenue chimique réduite par l'adjonction de plastifiants. – - Non alimentaire. - Collage difficile.
Applications	<ul style="list-style-type: none"> - Tuyauterie : alimentation et évacuation d'eau. Bouteilles alimentaires : eau minérale, huile, vinaigre, etc. - Profilés : fenêtres, volets, portes, etc. - Canalisations souterraines de gaz. 	<ul style="list-style-type: none"> - Revêtement de sol. - Isolation de câbles et fils électriques. - Chaussures et semelles. - Sièges d'automobiles, mobilier, bagages, rideaux. - Vêtements imperméables.

1.8 Les fibres de renforts :

Une fibre est une forme de matière possédant une résistance à la rupture et souvent des modules d'élasticité beaucoup plus élevés que ceux du même matériau sous sa forme massive[13].

Les fibres supportent la majorité des contraintes mécaniques et assurent la résistance et la rigidité du composite[27].

Ils doivent également être compatibles avec la matrice du composite sur le plan chimique, c.-à-d. assurer une adhérence interfaciale renfort-matrice suffisante et stable dans le temps[28].

Les caractéristiques des fibres sont fonction de leur nature (figure 1.5).

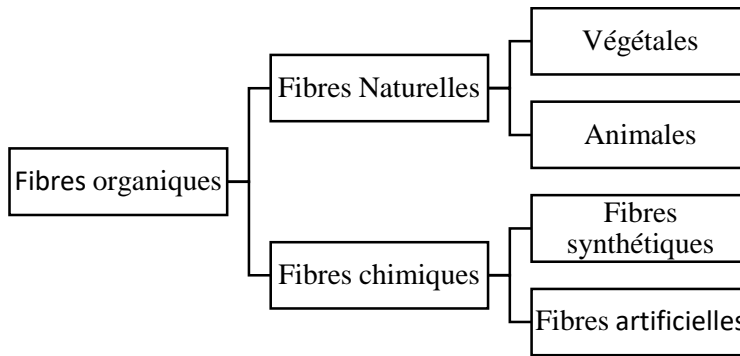


Figure 1.5 : Classification générale des fibres.

1.8.1 Les fibres naturelles:

Les fibres naturelles ont réussi à acquérir un intérêt croissant en tant que renfort dans les composites. Cela est dû à leurs propriétés mécaniques, leurs densités particulièrement faibles et les coûts de production bas [29].

Les fibres naturelles sont classées selon leurs origines en 3 familles : animale, végétale et minérale.

Tableau 1.9 : Classification et exemples de fibre naturelle [30].

Origine	Provenance	Exemples
Végétale	Graines	Coton, kapok, Asclépiade
	Fruits	Noix de coco
	Ecorces	Lin, chanvre, jute, ramie, kénaf
	Feuilles	Sisal, henequen, abaca, Ananas
	Bois	
	Tiges	Blé, maïs, orge, seigle, avoine, riz
	Cannes et roseaux	Bambou, bagasse, alfa, roseau
Animale	Laine/poil	Laine, poils, Cachemire
	Vers à soie	Soie de tussah, soie de murier
Minérale		Amiante, Wollastonite

1.8.2 Les fibres végétales:

Une fibre végétale est une cellule morte de la plante de forme allongée. Elle peut être soit indépendante soit liée avec d'autres dans un faisceau de fibres[31].

Les fibres d'origine végétale sont constituées majoritairement de cellulose et possèdent des propriétés mécaniques supérieures à celles d'origine animale. Ces dernières, telles que la laine et la soie, sont largement utilisées dans le domaine du textile [29].

La qualité et les performances des fibres récoltées varient grandement en fonction de différents facteurs comme le type de plante, ses conditions de croissance, les méthodes de récolte et de traitement mises en jeu[32].

1.8.2.1 Caractéristiques d'une fibre végétale :

Une fibre végétale est caractérisée par sa finesse et sa forme allongée par rapport à son diamètre. La plupart des fibres végétales mesurent entre 10 et 150 mm de long pour un diamètre de 10 à 50 micromètres, soit un rapport longueur sur diamètre compris entre 10 et 100[31].

Leur retour en tant que matériaux potentiels est dû aux divers avantages qu'ils présentent. Bien entendu, les effets de ces bienfaits varient d'une fibre à l'autre, selon la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage Cellulose, l'angle des microfibrilles, la section transversale et le degré de polymérisation (tableau 1.10).

Tableau 1.10 : Propriétés physiques de différentes fibres végétales[33].

Types de fibres	Cellulose (%)	Angle micro fibrillaire(°)	Diamètre (µm)	Longueur (mm)	Rapport L/d
Cotton	85-90	33	19	35	1842
Lin	71	10	5-76	4-77	1687
Chanvre	70-74	6.2	10-51	5-55	960
Jute	61.1-71.5	8	25-200	9-70	110
Ramie	68.6-76.2	7.5	16-126	40-250	3500
Sisal	66-78	20	7-47	0.8-8	100
Coco	32-43	45	12-24	0.3-1	35
Alfa	45	-	5-95	5-50	1964

1.8.2.2 Composition des fibres végétales :

La composition chimique d'une fibre végétale est constituée principalement de cellulose, les hémicelluloses et les lignines. D'autres éléments rentrent aussi dans la composition tel que les protéines, les extractibles.

- La cellulose est une macromolécule linéaire qui peut avoir une structure amorphe ou cristalline [34]. Le taux de cellulose est le polymère qui apporte le plus de rigidité et influence, d'une manière importante, les propriétés mécaniques des fibres.
- Les hémicelluloses ont une structure ramifiée. Le degré de polymérisation des hémicelluloses est généralement compris entre 200 et 300 et leur structure dépend de l'espèce végétale[35].
- La lignine est constituée d'un réseau tridimensionnel complexe qui apporte de la rigidité, de l'hydrophobie et une bonne résistance à la décomposition [36].

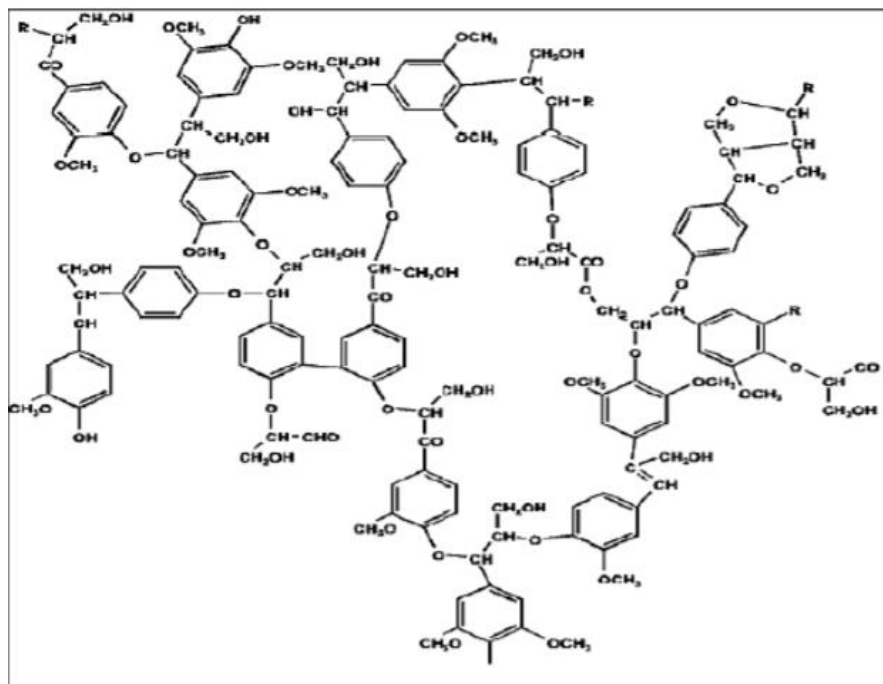


Figure 1.6 : Illustration d'une structure possible de lignine [36].

1.8.2.3 Processus d'extraction des fibres végétales :

Avant l'incorporation des fibres dans la matrice, les fibres végétales doivent être généralement extraites des plantes les renfermant.

De façon générale, le processus de séparation des fibres du reste de la plante est composé de trois étapes [37] (Figure 1.7) :

- la décortication, consiste à désolidariser la biomasse des tiges, en général par une opération mécanique ;
- la séparation, vise à séparer les différentes fractions végétales obtenues ;
- l'affinage, permet la réduction du nombre de fibres unitaires par faisceau jusqu'à éventuellement, l'obtention de fibres élémentaires.

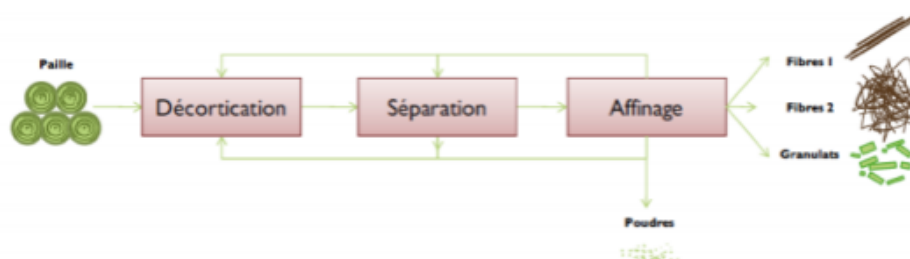


Figure 1.7 : Processus d'extraction des fibres[38].

1.8.2.4 Propriétés physiques :

Face à la crise écologique, de nombreux travaux et recherche ont été effectués afin d'étudier l'utilisation des fibres végétales comme renfort dans l'élaboration de matériaux composites. Les fibres végétales de haute qualité ont reçu une grande attention dans de nombreux domaines d'application.

La plupart des propriétés de ces fibres ne peuvent pas rivaliser avec certaines fibres synthétiques utilisées à des fins spécifiques, mais dans un large éventail de domaines, elles peuvent être utilisées avec succès et peuvent même améliorer les performances.

a. Propriétés mécaniques :

Les fibres végétales présentent globalement de bonnes performances mécaniques. Les caractéristiques mécaniques des fibres végétales sont toutefois soumises à une variabilité parfois importante [32] :

- La composition chimique : les espèces produisant des fibres ayant un taux de cellulose élevé possèdent les meilleurs potentiels ;
- La microstructure ;
- Angle micro-fibrillaire et rapport L/D des fibres élémentaires sont d'autres paramètres influençant la résistance des fibres.

Tableau 1.11 : Propriétés mécaniques de différentes fibres naturelles et synthétiques [39]

Fibre	Densité g/cm²	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

Les traitements appliqués aux plantes lors de la récolte peuvent aussi détériorer les performances des fibres, comme un mauvais rouissage, ou un teillage trop agressif [32].

b. Propriétés thermiques :

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 [32].

1.9 Mise en œuvre des matériaux composites :

L'élaboration des matériaux composites d'une matrice organique demande une approche assez différente de celle des matériaux jusqu'à présent.

Les performances de ces matériaux vont être fortement liées à leur mode de mise en œuvre. En effet, leurs propriétés mécaniques sont directement dépendantes de la qualité de la liaison entre la fibre et la matrice, de la proportion de fibres, des propriétés intrinsèques des composants et du taux de porosité de la résine formant la matrice [13].

1.9.1 Moulage sans pression:

Les méthodes de moulage à froid et sans intervention d'une presse sont les méthodes les plus simples à mettre en œuvre. Elles nécessitent un minimum d'équipement et par conséquent d'amortissement [40].

a. Moulage au contact:

Dans cette technique, la première phase consiste à projeter un gel-coat, résine de faible viscosité qui donnera l'aspect de surface en empêchant les fibres d'émerger à l'extérieur de la pièce.

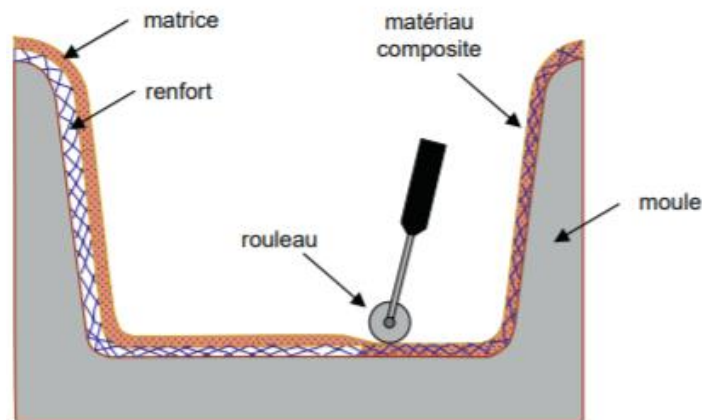


Figure 1.8 : Principe du moulage au contact [40].

La phase suivante est la mise en place du renfort qui peut être, dans cette technique, du mat ou du tissu. La résine formulée est ensuite versée sur le mat ou le tissu puis imprégnée manuellement à l'aide d'un rouleau spécial dont la surface a l'aspect d'une pomme de pin et que l'on appelle "rouleau d'ébulleur" (il permet de forcer la pénétration de la résine au milieu des fibres et ainsi de réduire la porosité de l'ensemble par compactage des deux milieux) [13].

b. Moulage au contact par projection (projection simultanée) :

Ce type de moulage est une évolution du moulage en contact. La projection simultanée est une technologie de fabrication à base de matériaux composites, qui apporte ou projette en même temps deux composants : les renforts sous forme de fibres courtes et la matrice. Elle permet d'améliorer l'homogénéité du matériau.

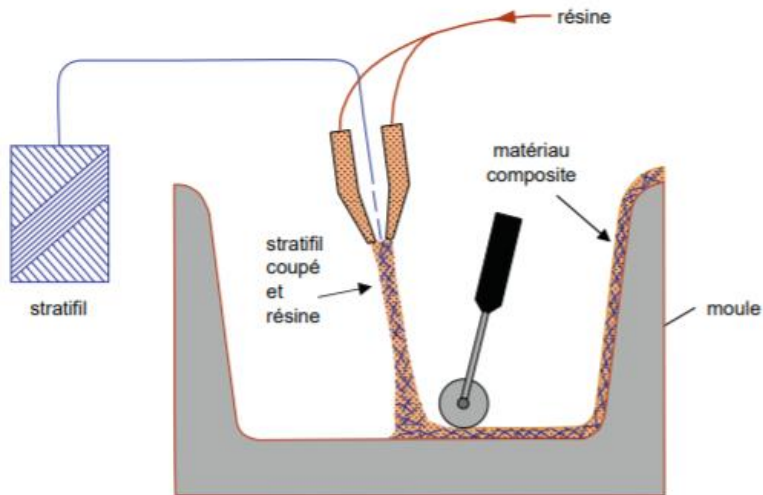


Figure 1.9 :Principe du moulage au contact par projection [40].

1.9.2 Moulage sous vide :

Le moulage sous vide consiste à utiliser simultanément le vide et la pression atmosphérique.

Ce procédé de moulage convient pour la fabrication de pièces en petites et moyennes séries. Il permet d'obtenir de bonnes qualités mécaniques, grâce à une proportion de résine uniforme et à une diminution des inclusions d'air [40].

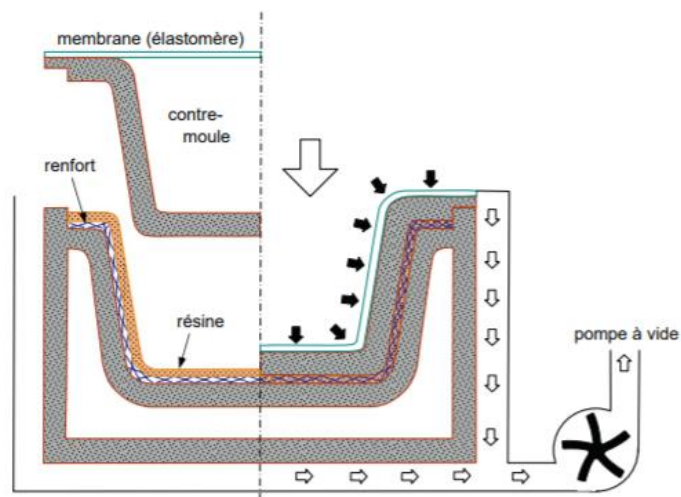


Figure 1.10 :Principe du moulage sous vide [40].

1.9.3 Moulage par compression :

a. Moulage par injection de résine :

Le moulage consiste, par injection de résine sous pression, à imprégner un renfort placé à l'intérieur d'un ensemble moule et contre-moule très rigide et fermé [40].

Ce procédé de moulage convient à la réalisation de pièces profondes et de formes compliquées.

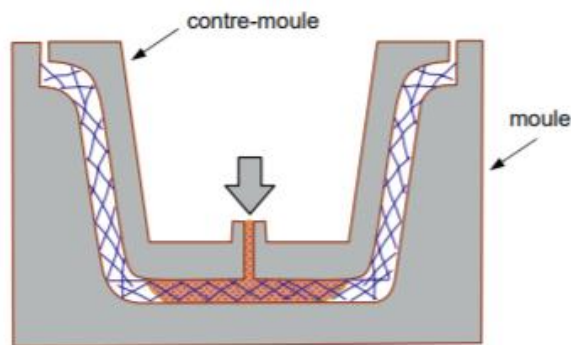


Figure 1.11 : Principe du moulage par injection de résine [40].

La compression peut aussi se faire à froid et à chaud. La compression à froid, qui permet de fabriquer des pièces de moyennes séries, utilise l'énergie exothermique de polymérisation de la résine. Cette énergie aide à augmenter et maintenir éventuellement la température du moule de base froid à 50-70°C.

Tandis que la compression à chaud consiste à chauffer le moule et le contre-moule à de haute température. Cette technique permet d'obtenir des pièces de grandes séries ayant de bonnes caractéristiques mécaniques.

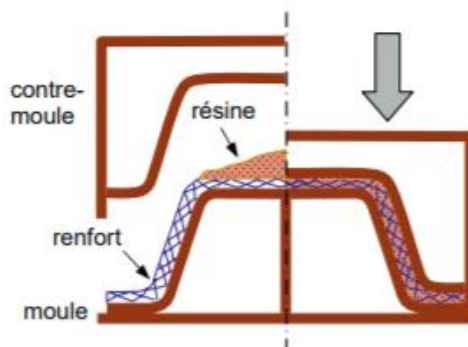


Figure 1.12 : Principe du moulage par compression à froid [40].

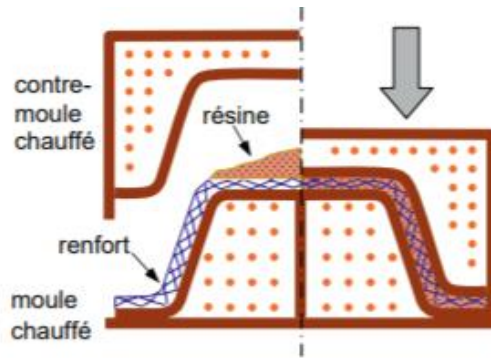


Figure 1.13 :Principe du moulage par compression à chaud [40].

1.10 Applications des matériaux composites :

1.10.1 Marché des composites :

Les matériaux composites offrent aux industriels et aux designers des possibilités nouvelles d'associer des formes et des matériaux de plus en plus performants. De par leur légèreté, leur longévité et leur flexibilité, ces matériaux ont un grand potentiel de développement.

Dans pratiquement toutes les régions du monde et tous les secteurs d'applications, les marchés des composites sont en hausse, que ce soit en volumes ou en valeurs. En Europe plus précisément, la production des composites se développe rapidement (figure 1.14).

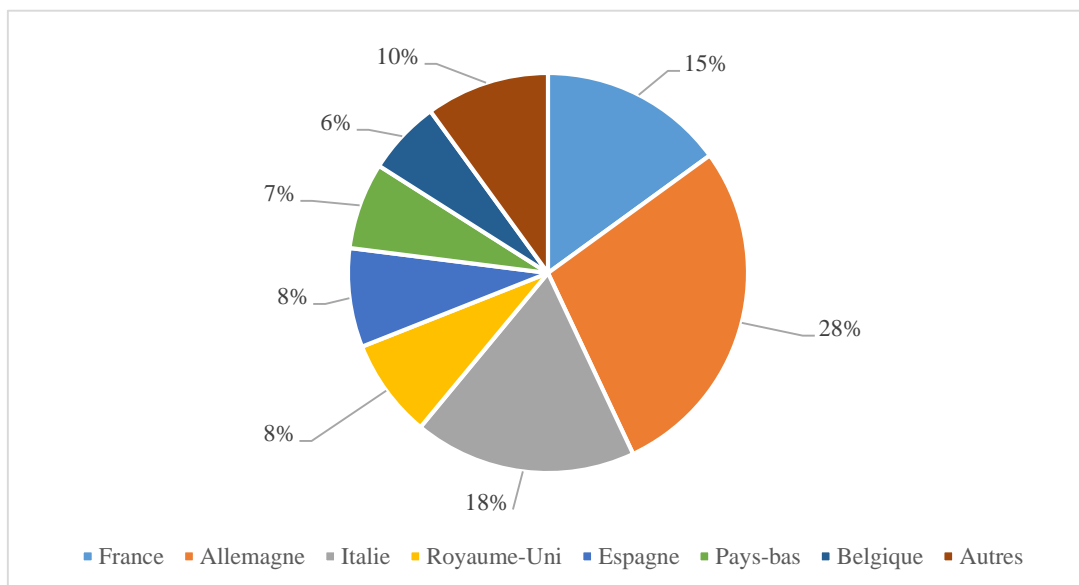


Figure 1.14 : Marché des composites en Europe[41].

1.10.2 Domaines d'application :

La diversité de propriétés des matériaux à fibres végétales promet une large gamme d'applications, notamment dans l'automobile et dans le domaine de la construction et d'autres secteurs de niches.

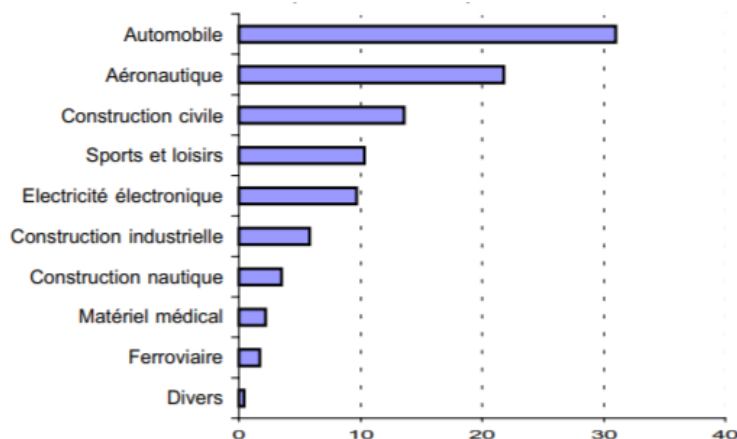


Figure 1.15 : Les secteurs utilisateurs (%) [41].

Dans l'industrie automobile actuellement, une automobile peut contenir jusqu'à 15% de matières plastiques (thermoplastiques ou thermodurcissables) [42].

Les avantages qu'une telle utilisation apporte se diffèrent selon les caractéristiques intrinsèques qu'un matériau possède.

1.10.3 Critères de choix :

Pour chaque composite, il y a une application envisagée. Cette application se fait selon des critères de choix qui prennent en considération les facteurs suivants[43] :

- les fonctions principales des objets et des structures dont la réalisation est envisagée ; il est par exemple nécessaire de déterminer les modes de mise en charge, les températures ainsi que les conditions générales d'utilisation ;
- le comportement intrinsèque des matériaux : résistance à la rupture, à l'usure, à la corrosion, conductibilité, etc. ;
- le comportement des matériaux durant leur fabrication et leur transformation ;
- le comportement des matériaux vis-à-vis de l'environnement ;
- le prix de revient des diverses solutions envisageables ;

- les possibilités de recyclage ou d'élimination par incinération avec récupération d'énergie.

Chapitre 2 : Matériel et méthodes

2.1 Réactifs utilisés :

2.1.1 Polychlorure de vinyle (PVC) :

Le polymère utilisé comme matrice pour le développement des matériaux composites dans le cadre de ce travail est le PVC SE-1200 fabriqué par l'entreprise américaine SHINTECH. Le tableau 2.1 résume les principales propriétés du PVC SE-1200.

Tableau 2.1 : Propriétés du PVC SE-1200.

Propriétés	Spécification	Normes
Aspect	Poudre blanche	-
Indice de viscosité	70,2 – 72,0	DIN 53726
Viscosité apparente	0,99 – 1,08	ASTM D1243
Densité (unité)	1.38 -1.41	ASTM D1895
Température de transition vitreuse T_g	80°C	-

2.1.2 Tetrahydrofuran (THF) :

Le Tetrahydrofuran (THF) est le solvant utilisé pour la dissolution du PVC et la préparation des plaques composites. Sa structure chimique est donnée sur la figure 2.1.

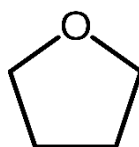


Figure 2.1 : Structure chimique du Tetrahydrofuran (THF).

Les propriétés du THF sont données dans le tableau 2.2.

Tableau 2.2 : Propriétés du Tetrahydrofuran.

Propriétés	Valeur
Pureté (%)	99.8
Poids moléculaire (g/gmol)	72.11
Densité (g/cm ³)	0.889

2.1.3 L'Atriplexhalimus :

Atriplex halimus L est un arbrisseau halophyte qui pousse sur un terrain salé. Formant des buissons très touffus et denses d'environ 1,5 à 2 m, cette plante est à croissance très rapide et peut s'étendre grâce à son large réseau souterrain. Les feuilles sont petites pétiolées de forme ovale, de couleur gris argenté sur les deux faces. Les tiges et les feuilles sont recouvertes de petites écailles qui donnent un aspect velouté.

Plante originaire du sud de l'Europe où elle est connue par l'arroche halime, le pourpier de mer et l'arroche marine. Elle est également présente en Afrique du Nord, et dans le proche et moyen orient. Très rependue en Algérie surtout dans les régions steppiques et sahariennes elle est communément connue sous le nom de G'tef et est à l'origine de diverses utilisations en médecine traditionnelle comme anti-inflammatoire, anti diabétique et pour dissoudre les kystes ovariens.

Dans le cadre de ce travail, l'Atriplex halimus a été collectée dans la région de Bir Henni en Algérie (35°19'14.81"N 4°25'0.68"E et 425 m d'altitude) [44].

2.2 Techniques expérimentales :

2.2.1 Préparation de la fibre Atriplex halimus:

Les principales étapes de l'extraction de la fibre lignocellulosique de la plante Atriplex halimus sont énumérées dans la figure 2.2. la méthode d'extraction utilisées est décrite comme suit [44]:

- La plante subit une ébullition dans de l'hydroxyde de sodium (NaOH) à 0,5% pendant 1 h, s'ensuivent plusieurs lavages avec de l'eau distillée, la neutralisation avec de l'acide sulfurique (H₂SO₄) à 1% pendant 10 min suivie d'un dernier lavage avec de l'eau distillée.

Après traitement, les fibres ont été retirées des tiges manuellement à l'aide d'un peigne métallique puis séchées dans une étuve à 80 °C pendant 6 heures.

Afin de diminuer la taille des particules, la fibre Atriplex halimus a été broyée en utilisant un moulin à café puis tamisée afin d'obtenir des fibres de granulométrie comprise entre 160-360 µm.

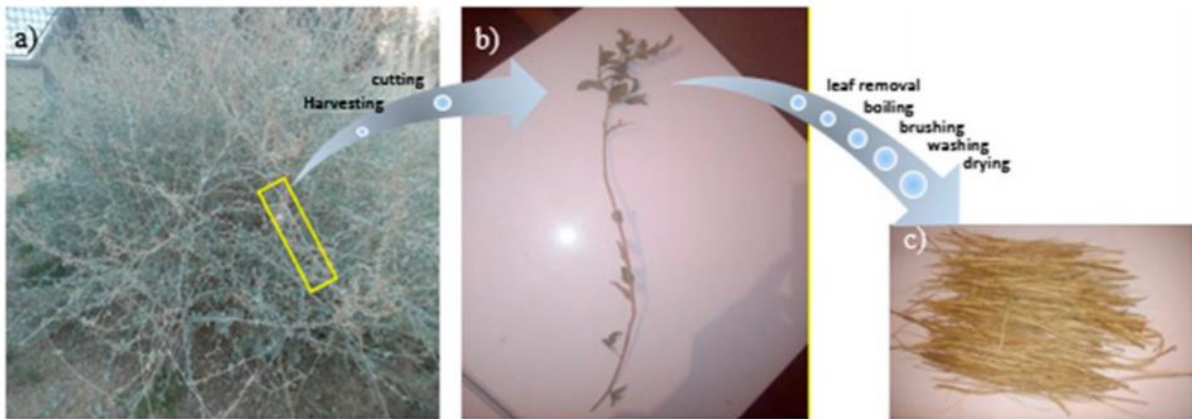


Figure 2.2 : L’Atriplex halimus L(a) ; la tige (b); les fibres extraites mécaniquement (c)[44].

2.2.2 Préparation des composites PVC/Atriplex halimus :

2.2.2.1 Mise en œuvre des composites :

L’élaboration des composites PVC/Atriplex halimus a été effectuée au niveau du Laboratoire des Sciences et Techniques de l’Environnement selon le protocole suivant :

Le PVC et la fibre Atriplex halimus ont été pesés individuellement à l’aide d’une balance de marque DENVER Instrument (figure 2.3) et ensuite mis dans une étuve de marque MEMMERT, à une température qui dépassant pas les 80° C pendant 2 heures pour le polymère PVC et 6 h pour la fibre traitée Atriplex halimus (figure 2.3).

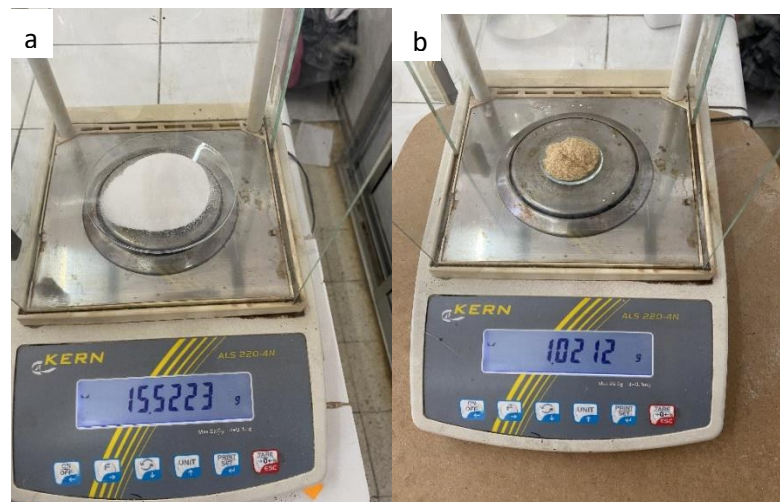


Figure 2.3 : Pesée du PVC (a) et de la fibre Atriplex halimus (b) avant l’étuvage.



Figure 2.4 : Etuvage de la fibre *Atriplex halimus* (a) et du PVC (b).

Après étuvage, on dissout le polymère PVC dans 100 ml de solvant (THF). La dissolution est effectuée à température ambiante et sous agitation continue à une vitesse de 850 à 1250 tr/min jusqu'à obtention d'une solution homogène. La quantité de fibre est ensuite rajoutée graduellement à la solution en agitation continue.



Figure 2.5 : Dissolution du PVC.

Pour l'obtention des plaques composites, on verse la solution PVC/ fibre sur un moule de verre et on laisse sécher à l'air libre pendant 18 h ou bien jusqu'à évaporation du solvant et solidification de la solution. On obtient ainsi des plaques de (90 X 90 mm²), et d'épaisseur qui

varie entre 1,3 à 1,8 mm. Ces plaques serviront pour le découpage d'échantillons pour effectuer les différents tests de caractérisation.

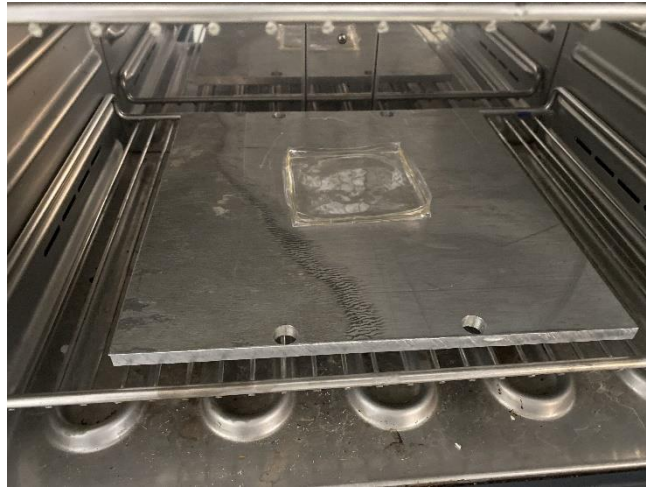


Figure 2.6 : Plaque (matrice vierge) obtenue après évaporation du solvant.

Dans le cadre de ce travail, trois formulations ont été testées à côté de la matrice PVC vierge (F0) :

- PVC + fibres végétales à 1 % noté (F1) ;
- PVC + fibres végétales à 5 % (F5) ;
- PVC + fibres végétales à 10 % (F10).

La composition massique des différentes formulations élaborées est donnée dans le tableau 2.3

Tableau 2.3 : Composition massique des différentes formulations PVC/Fibre AH.

Formulation / Compositions (%)	F0	F1	F5	F10
PVC compound	100	99	95	90
Fibre AH	0	1	5	10

Le découpage des plaques a été réalisé par un emporte-pièce normalisé sous forme d'haltères (figure 2.7).

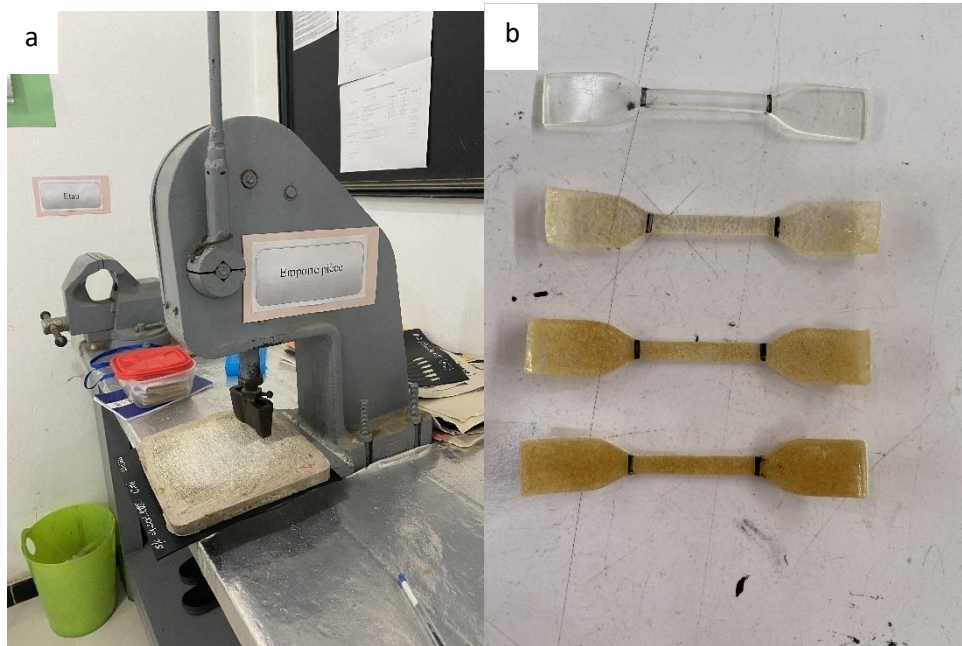


Figure 2.7 : L'emporte-pièce (a), Les éprouvettes (b)

2.3 Techniques de caractérisation :

2.3.1 Les propriétés mécaniques :

Les performances mécaniques des matériaux composites sont à sans aucun doute les propriétés techniques les plus importants à avoir. Elles donnent un aperçu sur le comportement du matériau pendant les procédés de transformation et au cours du cycle de vie du produit final.

2.3.1.1 Test de traction :

L'essai de traction a été effectué au niveau du laboratoire de l'entreprise privée des câbles électriques « CABEL » sur une machine de marque MTS Criterion (figure 2.8) selon la norme NFC 32-200, pilotée par ordinateur à l'aide d'un logiciel de type TXW.

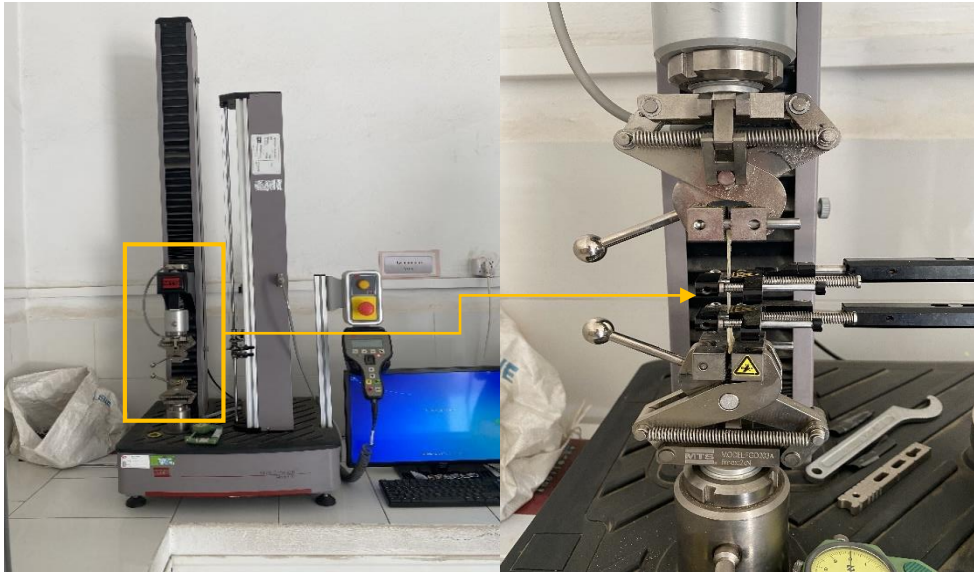


Figure 2.8 : Machine de traction.

L'éprouvette est étirée le long de son axe principal à une vitesse constante (20 mm/min) jusqu'à sa rupture [42].

L'essai de traction permet d'obtenir les paramètres suivants:

- Contrainte à la rupture σ (exprimé en MPa) : contrainte en traction au moment de la rupture de l'éprouvette ;
- Déformation à la rupture (en %) : accroissement de la longueur de l'éprouvette à la rupture, il se calcule par :

$$\varepsilon(\%) = \frac{L - L_0}{L_0} \times 100$$

Où :

L et L_0 sont respectivement les longueurs finale et initiale de l'éprouvette ;

- Module d'Young ou module d'élasticité (MPa) : rapport de la différence de contraintes à la différence des valeurs de déformation.

2.3.1.2 Test de dureté shore D :

La mesure de la dureté shore D a été réalisée au niveau de laboratoire de l'entreprise privée des câbles électriques « CABEL » selon la norme française NFT51-109.

La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la pénétration : un pénétrateur de géométrie connue est appliqué sur la surface du matériau à tester avec une force connue pendant un temps donné [42]. La pénétration se traduit par la lecture sur un cadran d'un indice compris entre 0 et 100 [28].

Les essais de dureté sont très utilisés en raison de leur simplicité et de leur caractère peu destructif.



Figure 2.9 : Duromètre Shore D.

2.3.1.3 Mesure de la densité :

Le test de densité des éprouvettes à différent taux de fibre a été effectué au Laboratoire du Centre de Recherche des Technologies Industrielles 'CRTI'. La mesure de la densité des solides s'effectue au travers du poids et du volume d'un échantillon. Le volume se calcule en exerçant une force sur l'échantillon dans le liquide, tel que représenté sur la figure 2.10.

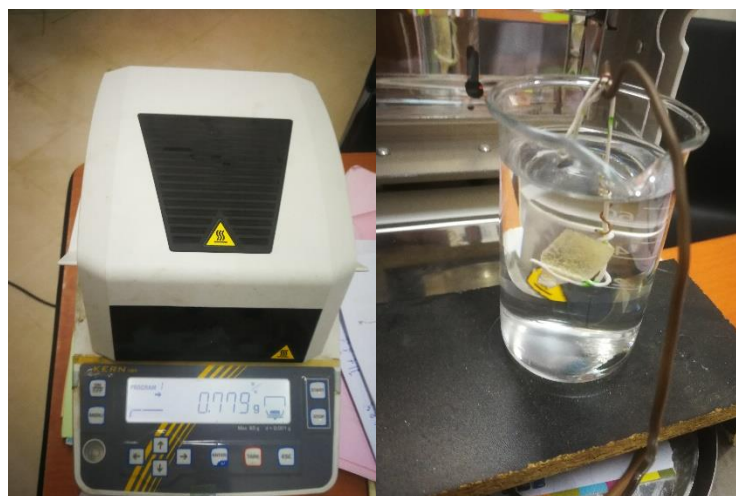


Figure 2.10 : Test de densité.

2.3.2 Propriétés physiques :

2.3.2.1 Test d'absorption de l'eau :

Le test d'adsorption a été réalisé au niveau du Laboratoire des Sciences et Techniques de l'Environnement selon la norme ISO 62.

Les éprouvettes sont séchées à 105°C pendant 1h en premier lieu afin d'éliminer l'humidité absorbée. Elles sont ensuite immergées dans un bain marie rempli de 15 litres d'eau distillé à une température de 23°C (figure 2.11). Le prélèvement de chaque éprouvette est fait après 24 h ou l'eau superficielle est essuyée à l'aide d'un papier absorbant puis l'éprouvette pesée de nouveau (on notera son poids m).

Pour chaque formulation, trois éprouvettes ont été testés.

Le pourcentage (ou la variance) de la masse est donnée par la formule suivante :

$$\Delta_m (\%) = \frac{m - m_0}{m_0} \times 100 \quad (2)$$

Avec :

- m_0 : La masse initiale des échantillons (en g) ;
- m : La masse en g des échantillons après un temps t d'immersion dans l'eau (en jours).



Figure 2.11 : Test d'absorption d'eau.

2.3.3 Analyse spectrale par IRTF-ATR :

Les spectres ATR-FTIR ont été enregistrés à l'aide de l'instrument Cary 630 FTIR (Agilent Technologies) à température ambiante pour des nombres d'onde allant de 4000 à 400 cm^{-1} et avec une résolution spectrale de 4 cm^{-1} (figure 2.12).



Figure 2.12 : Spectroscopie IRTF-ATR.

2.3.4 Analyse morphologique :

2.3.4.1 Microscopie optique :

Le test de morphologie a été effectué au niveau du Laboratoire du Centre de Recherche des Technologies Industrielles (CRTI) grâce à un microscope optique. Ce test nous permet de visualiser des différents aspects morphologiques des échantillons.

Chapitre 3 : Résultats et discussion

3.1 Caractérisation de la fibre d'Atriplex halimus :

Dans ce qui va suivre, les résultats de caractérisation de la fibre d'Artiplex halimus seront exposés, suivis de la discussion des résultats relatifs à la caractérisation des composites PVC/Fibre d'AH.

3.1.1 Analyse spectroscopique (IRTF-ATR) :

La figure 3.1 montre les spectres IRTF enregistrés sur la fibre Atriplex halimus.

Selon la figure, en raison de la liaison hydrogène du groupe hydroxyle, on remarque une large bande qui apparaît autour de $3000-3600\text{ cm}^{-1}$. C'est la caractéristique de la vibration d'allongement du groupe hydroxyle O-H de la fibre.

Par ailleurs, on constate une autre bande à 2900 cm^{-1} moins intense que celle reliée au groupement hydroxyle. Cette bande peut être due à la vibration d'élongation asymétrique et symétrique des groupements C-H et du groupe $-\text{CH}_2$ de la fibre relié à la présence de l'hémicellulose et de la lignine.

D'autres bandes d'absorption ont été observées et enregistrées :

- A 1720 cm^{-1} , une bande qui apparaît faible, peut être assignée à la vibration des groupements carbonyles C=O.
- A $1400-1460\text{ cm}^{-1}$, une bande qui apparaît faible, peut être assignée à la vibration de déformation asymétrique des liaisons C-H du cycle aromatique.
- A 1030 cm^{-1} , une bande qui apparaît forte, peut être assignée à la vibration de déformation des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose.

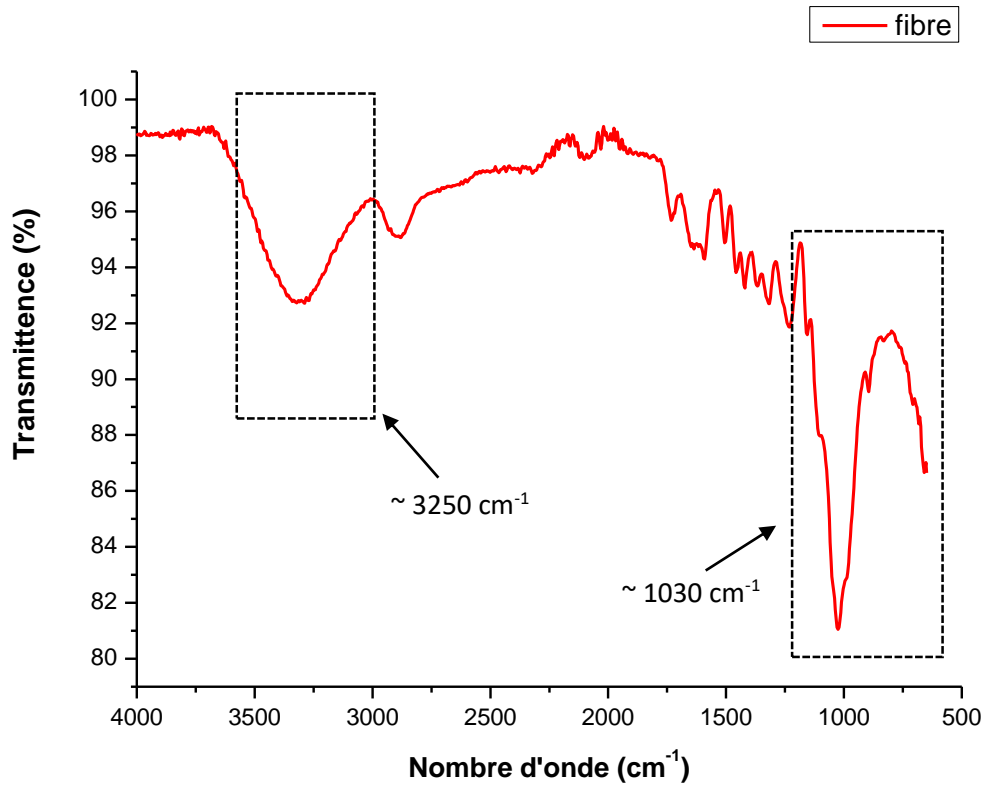


Figure 3.1: Spectre IRTF-ATR de la fibre AtriplexHalimus.

Les différentes bandes d'absorption qui peuvent apparaître dans le spectre IRTF pour les fibres lignocellulosiques sont résumées sur le tableau 3.1 :

Tableau 3.1 : Identifications des pics les plus importants des spectres ATR-FTIR issues de la littérature [45].

Wavenumber (cm ⁻¹)	Vibration mode	Source(s)
3200-3600	O-H stretching	Cellulose, hemicellulose
2919–2845	C–H stretching	Cellulose, hemicellulose
1734	C=O stretching	Hemicellulose, lignin and extractives
1648	H–O–H bending of absorbed water	Water
1606, 1510, 1425	C=C Stretching (aromatic skeleton)	Lignin compounds
1367	C–H stretching	Lignin compounds
1242	-COO stretching	Hemicellulose
1163	C-O bridge stretching	Cellulose, hemicellulose

3.1.2 Analyse morphologique :

La figure 3.2 correspond à des images prises au microscope optique de la fibre utilisée comme renfort avec différents grossissements. On remarque que la fibre extraite a une surface plutôt lisse due au traitement chimique par NaOH. On remarque aussi que malgré l'apparence poudreuse à l'œil nu, l'analyse au microscope optique montre un enchevêtrement des filaments de la fibre.

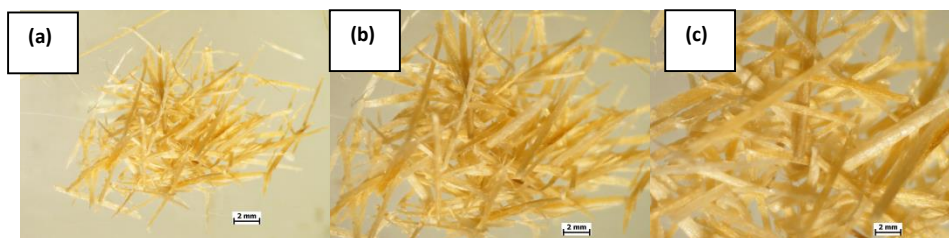


Figure 3.2 : Image macroscopique de fibre utilisée comme renfort avec différents grossissements, (a)x2, (b) x3, (c)x5.

3.2 Caractérisation des composites PVC/AH :

3.2.1 Analyse spectroscopique (IRTF-ATR) :

La figure 3.3 montre le spectre IRTF du PVC et des composites PVC/AH. Le spectre est focalisé dans la région spectrale entre 4000 et 400 cm^{-1} .

Le spectre IRTF des échantillons enregistre les mêmes bandes d'absorption pour des valeurs différentes de transmittance. Les pics obtenus sont résumé ci-dessous:

- Un pic à 834 cm^{-1} qui correspond à la vibration d'élongation de la liaison C-Cl,
- Un pic à 1252 cm^{-1} qui correspond à la déformation CH,
- Un pic à 2850 cm^{-1} qui correspond à l'élongation de CH_2 ,
- Un pic à 2911 cm^{-1} qui correspond à l'élongation CH,
- Un pic à 3500 cm^{-1} qui correspond à la déformation OH.

Les résultats obtenus des pics enregistrés sur le PVC vierge correspondent à celles données par la littérature [46].

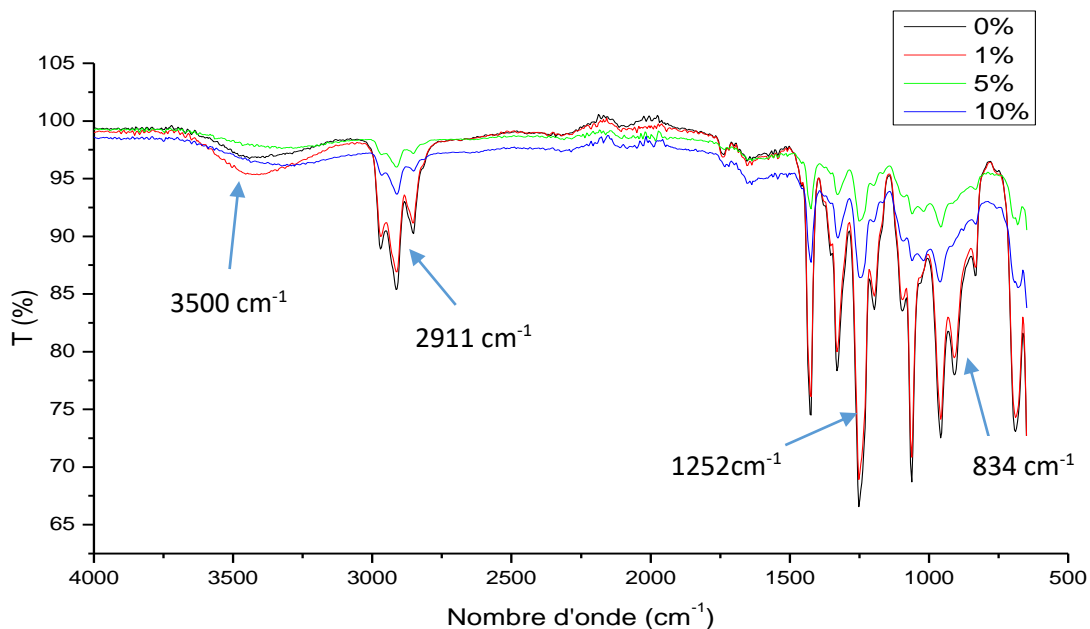


Figure 3.3 : Spectre IRTF-ATR du PVC et des différents composites.

Les pics sont obtenus pour les mêmes longueurs d'ondes car c'est la même fibre utilisée pour les trois matériaux synthétisés. Par contre, l'intensité de la transmission diffère selon le pourcentage de fibre incorporé. Par exemple, pour 1% de taux de fibre le spectre est identique à celui obtenu pour le PVC pur, donc ce pourcentage n'a pas influé sur la structure du matériau.

Pour les spectres obtenus pour les taux de fibre 5 % et 10 % on remarque une diminution considérable de l'intensité des pics mentionnés précédemment. Cela prouve que ces pourcentages ont suffi pour transformer la structure du matériau utilisé qui peut être traduit par un changement dans les caractéristiques mécaniques. Selon **Mindivan et al.**[47], ce résultat est expliqué par le fait que la fibre empêche les vibrations intermoléculaires.

En effet, la résistance a augmenté avec l'augmentation du taux de fibre, cela pourrait être lié à la formation ou rupture de différents types de liaisons. Par exemple, l'intensité du pic à 834 cm^{-1} correspondant à la liaison C-Cl a diminué, d'où l'augmentation de la résistance mécanique. Ce type de liaison étant faible, la diminution de leur densité entraîne une augmentation de la rigidité du matériau. Cela a été prouvé lors de l'essai de traction.

3.2.2 Analyse morphologique :

La figure 3.4 et la figure 3.5 correspondent respectivement à des images macroscopiques et images microscopiques de la distribution des fibres dans la matrice. On remarque qu'on a une bonne distribution de la fibre dans la matrice. La distribution de la fibre occupe plus de volume avec l'augmentation du taux de charge et à 10% de taux de fibre, la surface de l'éprouvette est totalement occupée par la fibre. La figure 3.6 et la figure 3.7 montrent des images de la rupture de la fibre après l'essai de traction. On peut voir que la rupture se fait selon un seul axe. Cela peut-être lié à une bonne adhésion fibre/matrice.

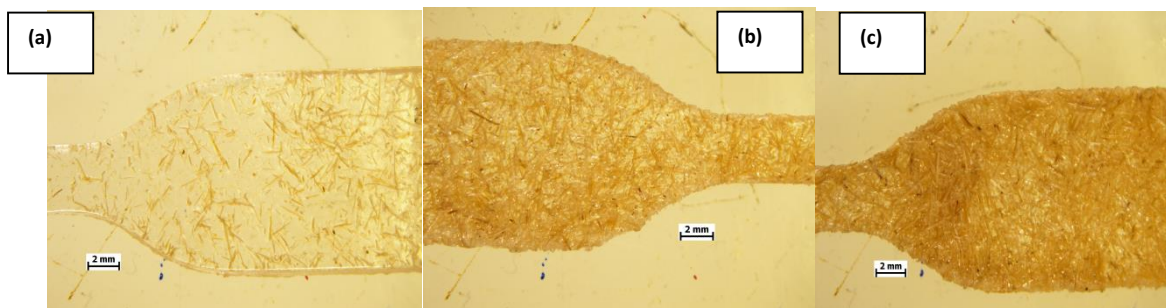


Figure 3.4 : La distribution des fibres dans la matrice, (a)F1%, (b) F5%, (c) F10%.

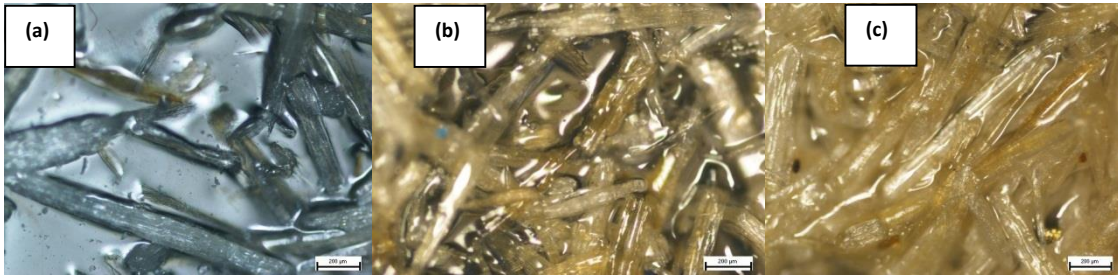


Figure 3.5 : Images microscopique de la distribution des fibres dans la matrice, (a) F1 %, (b) F5 %, (c) F10 %.

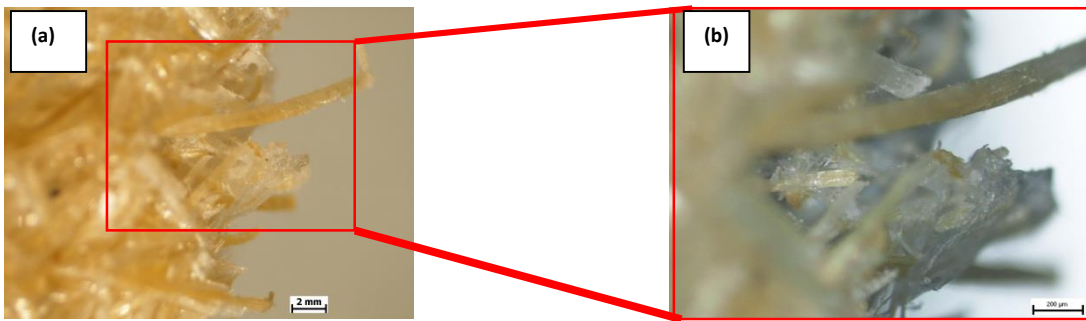


Figure 3.6: Rupture de la fibre après l'essai de traction (a) Image macroscopique, (b) Image microscopique.

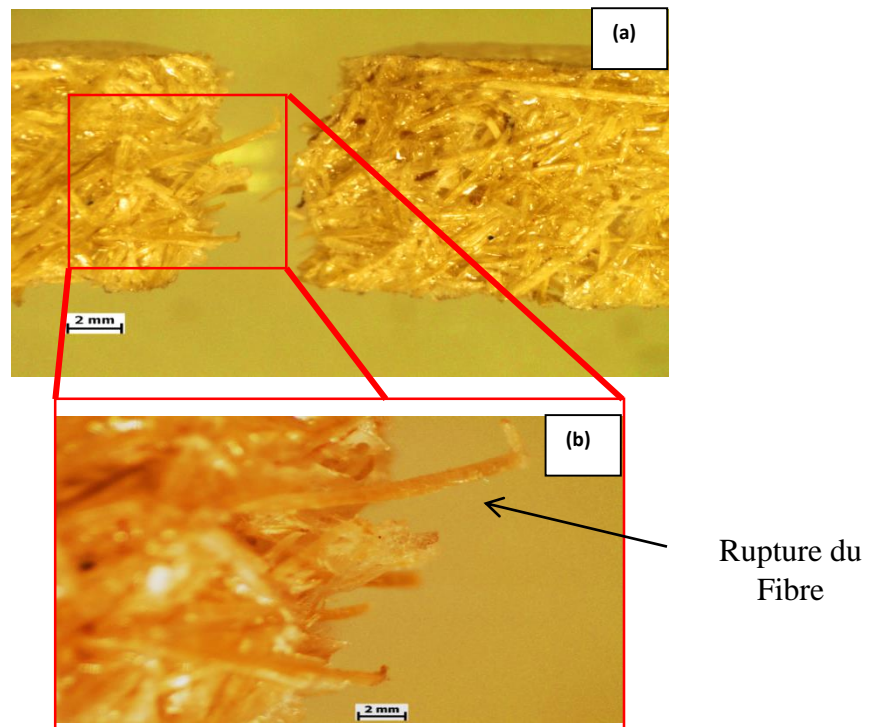


Figure 3.7 : Rupture de la fibre après l'essai de traction sur l'échantillon à 10 % de fibre (a) facies de rupture, (b) mécanisme du rupture.

3.2.3 Test de densité:

La figure 3.8 présente les résultats du test de densité effectué sur le PVC et les composites à différents taux de fibres. Selon la figure, la densité a connu une légère augmentation entre le PVC et le matériau où 1% de taux de fibre a été incorporé. La différence considérable peut être observée à partir du taux de fibre 5%. On remarque que l'accroissement du taux de fibre dans le PVC a induit une décroissance de la densité du matériau. En effet, on ne peut que conclure que l'introduction de la fibre permet l'augmentation de la proportion d'une phase amorphe moins dense. Par conséquent, on peut suggérer que contrairement à différentes fibres de verre d'une densité supérieure, la fibre d'Atriplex halimus combinée avec une matrice à base de PVC aide à l'obtention de systèmes plus légers.

Selon la littérature [35], plus la densité est forte plus la réponse mécanique des composites sera supérieure. Pour nos résultats obtenus de densité supérieure à 1, qui a pu augmenter suite au traitement de la fibre par la soude NaOH, les bio-composites restent dans un intervalle de densité raisonnable qui permet l'obtention de réponse mécanique assez forte. Il suffit de trouver un bon rapport poids / réponse mécanique pour les matériaux à taux de fibre croissant.

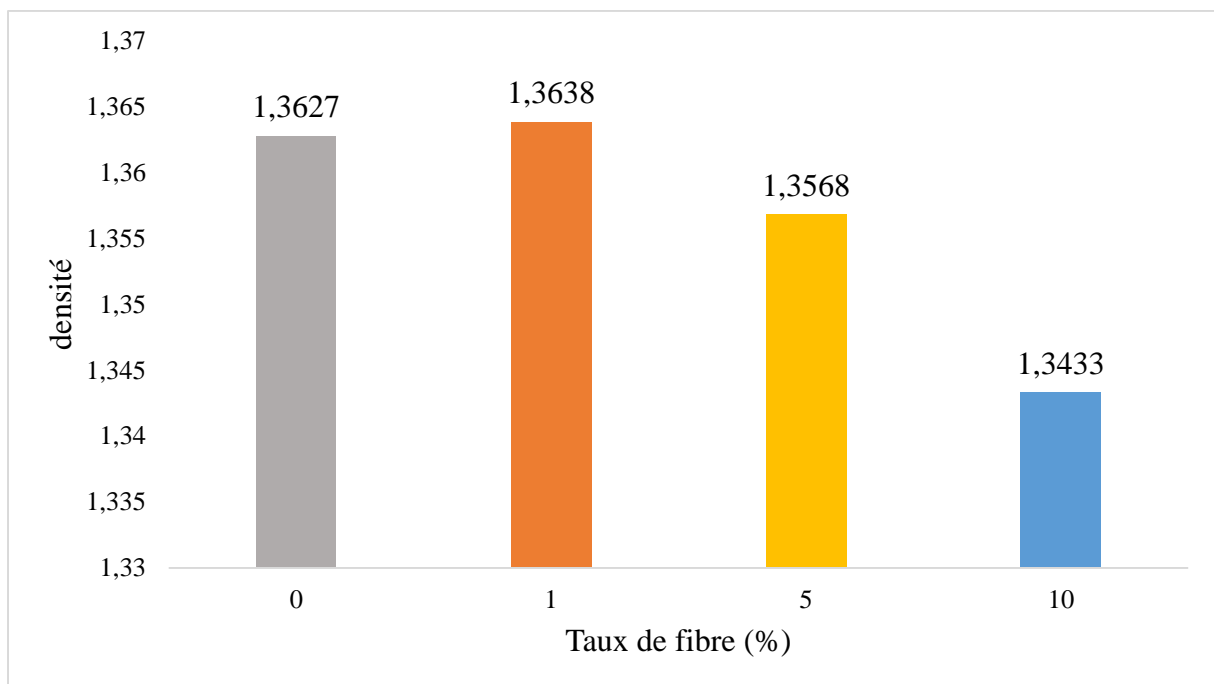


Figure 3.8 : Densité du PVC et des composites PVC/AH en fonction du taux de fibre.

3.2.4 Test absorption d'eau :

Lors de la mise en œuvre des composites, plusieurs aspects du matériau ont été étudiés et pris en considération afin d'aboutir à un résultat final. La 'qualité' de la fibre cellulosique utilisée dépend d'un ensemble de propriétés physiques, chimiques et mécaniques. L'un des caractéristiques les plus importantes à prendre en considération est l'absorption d'eau du matériau.

Sachant que l'incorporation de la fibre et l'élaboration d'un biomatériau a pour but d'augmenter les différentes propriétés de la matrice polymère, principalement la résistance de ce matériau, l'humidité tends à provoquer une diminution des propriétés mécaniques.

La figure 3.9 représente les différents résultats obtenus du taux d'absorption de l'eau par le PVC et les matériaux à des taux de fibres de 1 %, 5 % et 10 % en fonction du temps d'immersion.

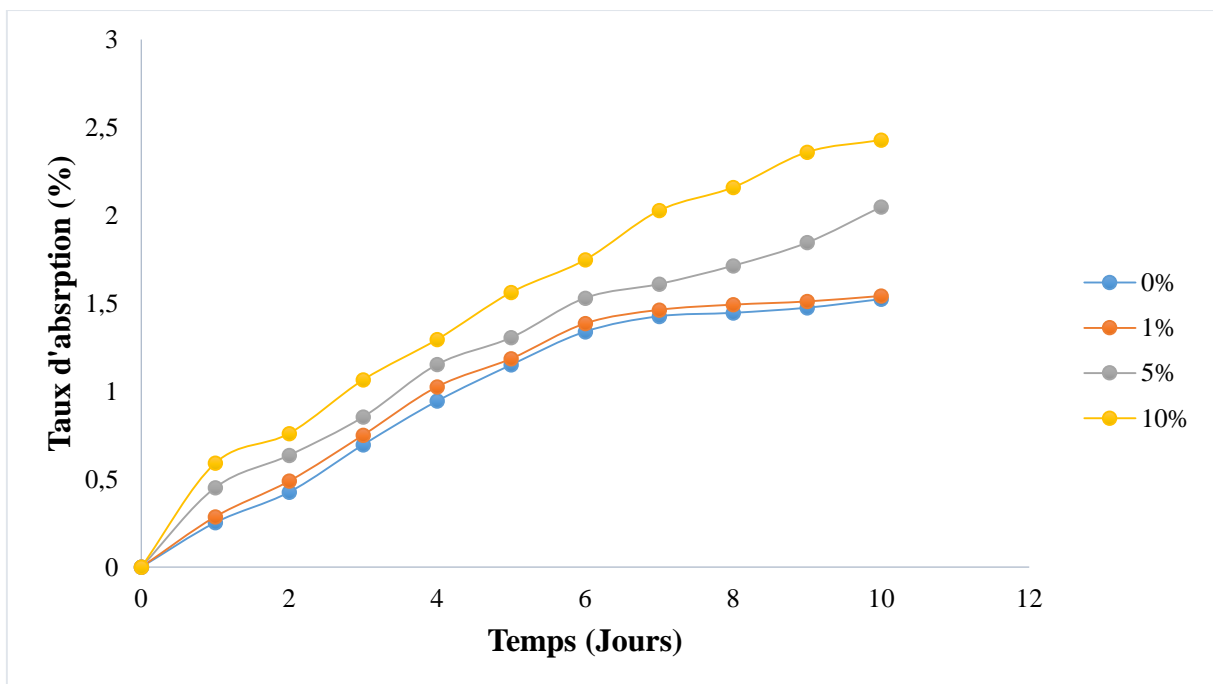


Figure 3.9 : Taux d'absorption d'eau du PVC et des composites PVC/AH pour des taux de fibre 1%, 5% et 10% en fonction du temps.

D'après la figure 3.9, le taux d'absorption à un accroissement linéaire lors de la première semaine après émergence du PVC dans le bain marie qui enregistre une absorption de l'ordre

de 1,43 %. La vitesse d'absorption de ce dernier diminue avec l'augmentation du temps d'immersion.

On remarque aussi que la courbe du PVC a une allure identique à celle du matériau de taux de fibre 1%. Les deux courbes sont superposées l'une sur l'autre. Cependant, une légère différence des taux d'absorption entre les deux matériaux est observée mais peut être considéré comme pratiquement négligeable, tandis que le taux d'absorption de fibre 5 % incorporé connaît une augmentation par rapport aux deux autres matériaux mentionnés précédemment. Le même constat est observé pour l'échantillon contenant 10 % de fibre végétales.

Cela peut être expliqué par la nature chimique de la fibre elle-même, de son caractère hydrophile, qui permet la formation des liaisons hydrogènes entre les groupements hydroxyles et les molécules d'eau. Le matériau à taux de fibre 10 % étant le plus chargé par rapport aux autres composites veut dire plus de molécules OH qui réagissent avec le H₂O, d'où, l'augmentation de la sensibilité du matériau vis-à-vis de l'eau.

On remarque aussi suivant la figure 3.9 que plus le renfort augmente plus le matériau tardera à atteindre l'état stationnaire (point de saturation). Cela peut signifier que l'incorporation de la fibre occupe plus de volume de la surface spécifique de notre matériau, et par conséquent ralenti le phénomène d'absorption et augmente le temps d'immersion.

3.2.5 Test de dureté :

Les résultats obtenus du test de dureté du PVC et des composites PVC/AH en fonction du taux de charge sont enregistrés sur la figure 3.10.

Depuis la figure, l'augmentation du taux de fibre de l'Atriplex halimus dans la matrice PVC induit à une augmentation de la dureté du matériau car la fibre présente des caractéristiques de rigidité assez élevées dues à sa constitution de fibrilles de cellulose ramollis qui contribuent à la résistance de la fibre.

Le traitement par le NaOH a permis de renforcer ces fibrilles en éliminant la cellulose et l'hémicellulose d'une part, et de diminuer les pores dans la structure de la fibre.

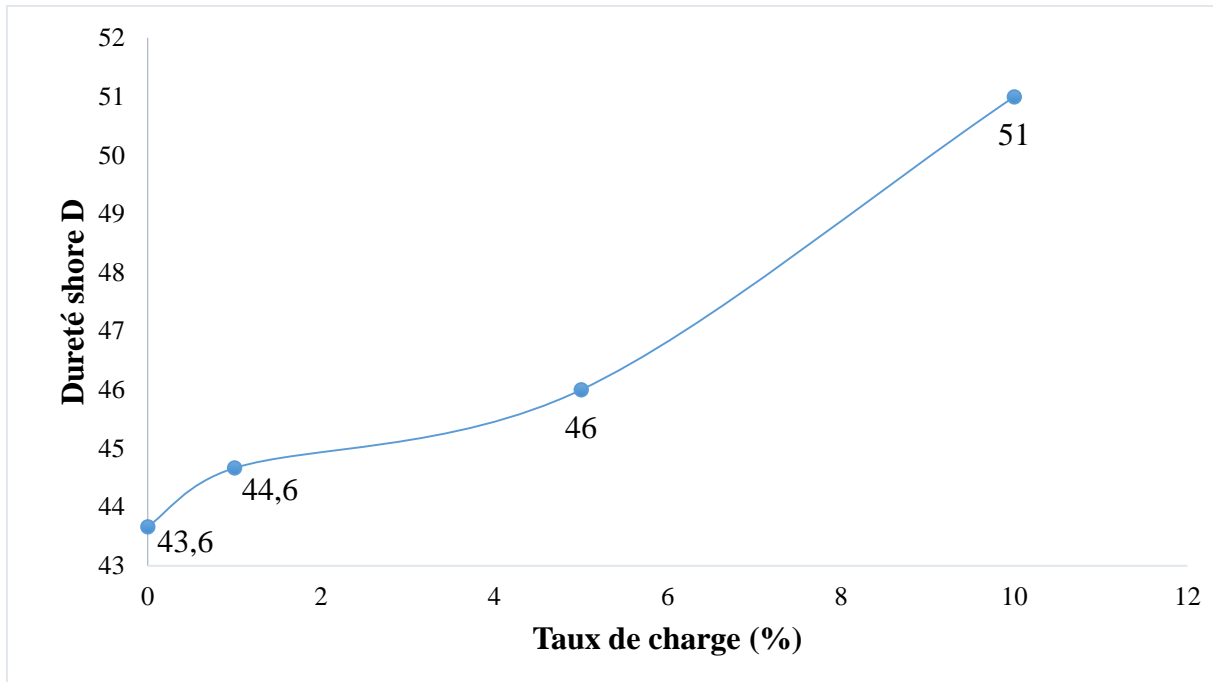


Figure 3.10 : Dureté shore D du PVC et des composites à taux de fibre 1, 5 et 10 %.

3.2.6 Test de traction :

Dans les applications industrielles, les matériaux sont souvent soumis à ce type de sollicitations. La démarche de l'essai est de soumettre l'éprouvette à une sollicitation d'extension tout en mesurant les allongements correspondants [48][49].

3.2.6.1 Résistance à la traction :

La figure 3.11 représente l'évolution de la contrainte à la rupture du PVC et des composites PVC/AH en fonction du taux de charge. Le résultat obtenu montre que la résistance à la traction des composites chargés de fibre augmente avec l'augmentation du taux de charge. Pour le PVC on remarque que la contrainte à la rupture est de 7,7 MPa. Cette valeur est en accord avec la valeur proposée par la bibliographie [50].

Pour les composites, une augmentation de 27,27 %, 48,05 %, 110,38 % pour des taux de charge 1, 5, 10 % respectivement est enregistrée par rapport au PVC vierge. Cela signifie que nous avons une bonne adhésion et dispersion de la surface de la fibre avec la matrice qui vient affirmer les observations précédentes de la morphologie de notre matériau.

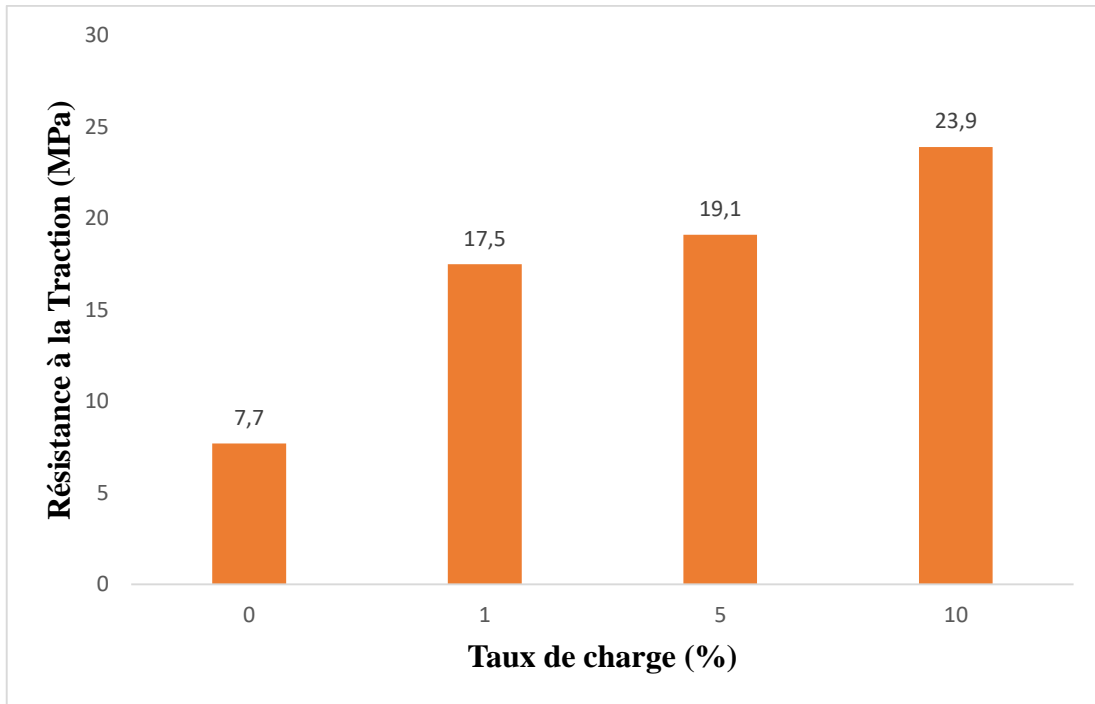


Figure 3.11 : Résistance à la traction du PVC et du composite PVC/AH avec 1, 5, 10% de taux de fibre.

3.2.6.2 Déformation à la rupture :

La figure 3.12 représente l'évolution de la déformation à la rupture du PVC et des composites PVC/AH à différents taux de fibre. On remarque que le taux de déformation à la rupture diminue avec l'augmentation du taux de charge, Le taux de diminution est de 83,66 % entre le PVC vierge et la formulation F1 (1 % de fibre) avec la matrice et de 46,43 % pour le composite à 5% de taux de charge. On voit aussi que l'allongement à la rupture de la formulation 10 % est très faible ce qui renforce les explications données précédemment sur la bonne surface d'adhésion fibre/matrice.

Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par **Luz et al.**[51], qui ont travaillé sur les composites PP/fibre cellulosiques.

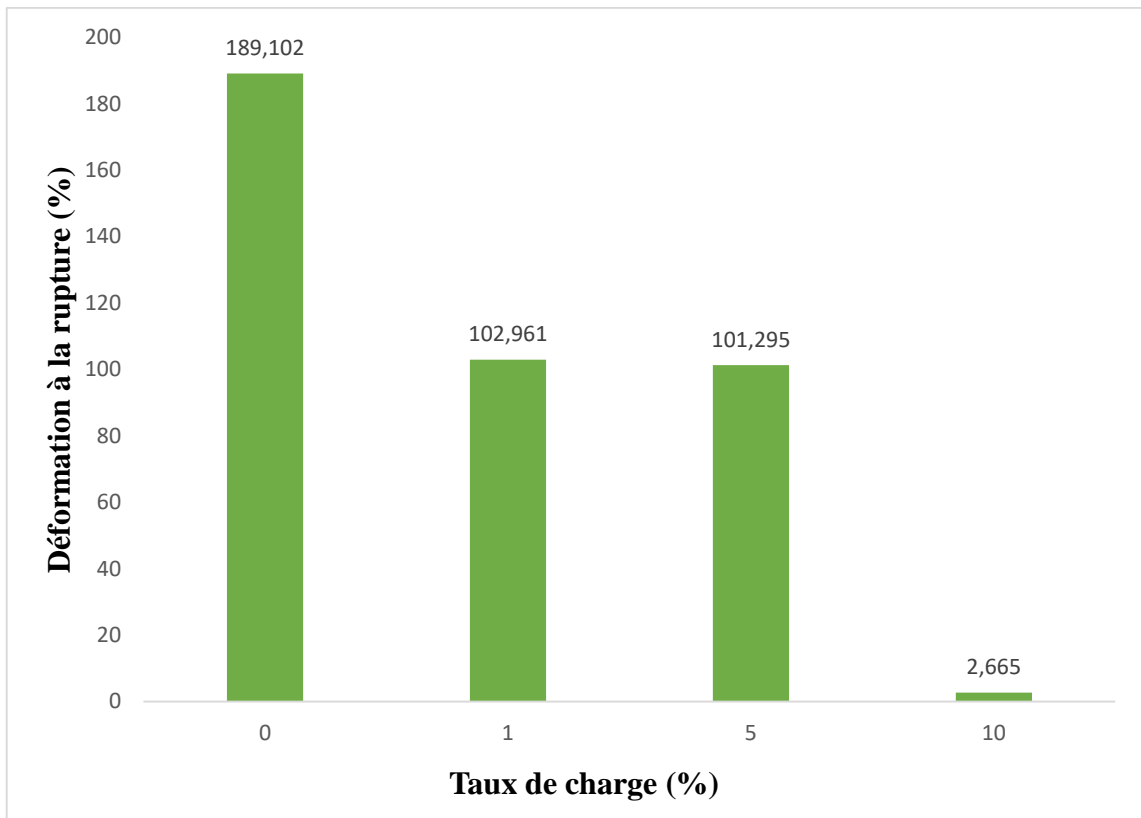


Figure 3.12 : Déformation à la rupture (%) du PVC et du composite PVC/AH avec 1, 5, 10% de taux de fibre.

3.2.6.3 Module d'Young :

La figure 3.13 illustre les résultats du module d'Young obtenus en traction pour la matrice PVC et du composite PVC/AH à différent taux de fibre. On remarque une augmentation du module d'Young d'autant plus importante avec l'augmentation du taux de charge. Pour ces formulations on obtient le meilleur résultat pour le module d'Young avec la formulation F10 avec une valeur de 1771,7 MPa. Nous constatons de façon attendue que l'incorporation de la fibre dans la matrice augmente les performances mécaniques du matériau.

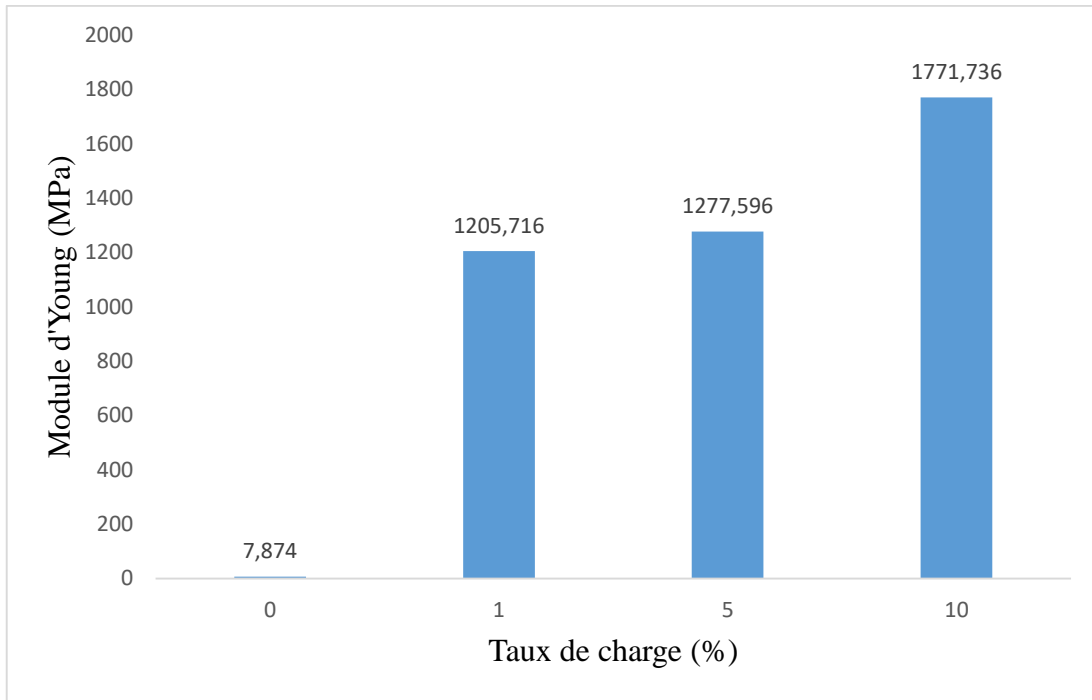


Figure 3.13 : Module d'Young du PVC et du composite PVC/AH avec 1, 5, 10% de taux de fibre.

Le résultat observé montre que l'incorporation de la fibre végétale *Atriplex halimus* dans la matrice de PVC mène à l'obtention de systèmes plus rigide qui présentent des propriétés mécanique intéressantes. L'historgramme de la figure 3.14 rassemble les résultats de ces propriétés mécaniques. On peut voir que pour un module d'Young élevé on a un allongement très faible du matériau et il semble que le matériau composite renforcé à 10 % de fibre est le plus intéressant d'un point de vue mécanique.

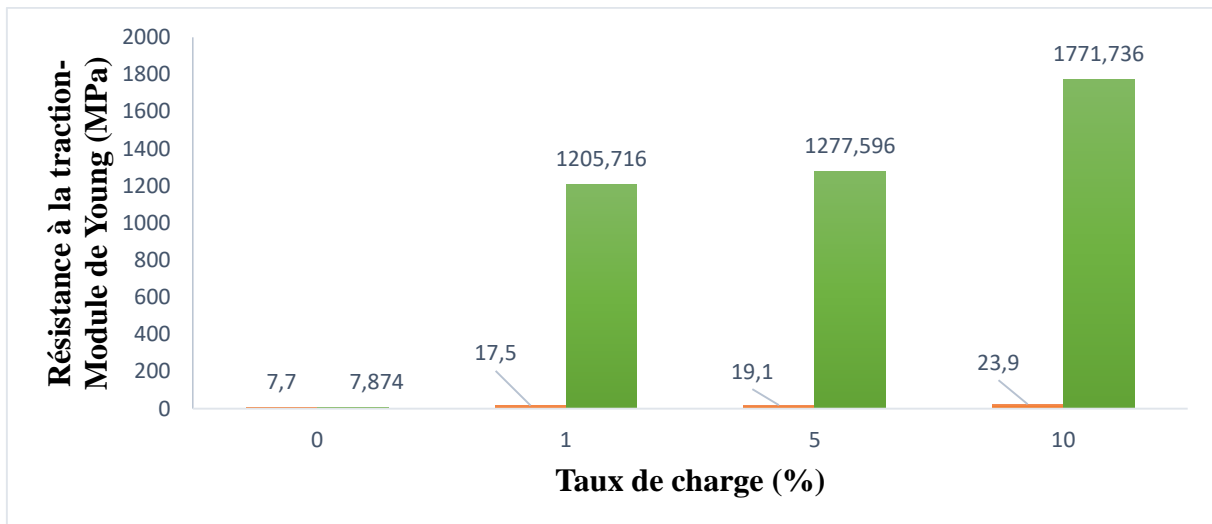


Figure 3.14 : Evolution des propriétés mécanique du PVC et du composite PVC/AH avec l'augmentation du taux de fibre.

Conclusion

Conclusion générale

L'étude pratique abordée dans ce mémoire consiste à développer un matériau composite à base de polychlorure de vinyle 'PVC' et de fibre végétale 'd'Atriplex halimus' à différents taux de fibre. L'élaboration de ce type de matériau, a pour objectif de répondre aux tendances et aux besoins actuels en termes de préservation de l'environnement et consiste à trouver le taux de charge en ressources naturelles le plus performant à incorporer dans les formulations à base de matrices polymères.

La qualité de la fibre végétale utilisée contribuera non seulement à l'amélioration des différentes propriétés du matériau mais elle ouvre aussi une voie éventuelle pour une fabrication et utilisation industrielle de formulations à base de cette fibre en élargissant ainsi le marché potentiel de leur utilisation.

La caractérisation de la fibre et des mélanges par la spectroscopie Infra-Rouge a permis de donner une compréhension plus profonde de la structure de notre fibre et des matériaux composites respectivement. Les résultats obtenus nous ont aidés à déterminer les différentes molécules agissant avec d'autre composant et une meilleure compréhension du comportement de notre matériau.

L'analyse morphologique de la fibre et des composites a mis en évidence l'aspect plus ou moins rugueux de la surface de la fibre dans le matériau qui influence la résistance mécanique et l'aspect de la fibre après rupture où on observe une fissure matricielle due à la force de traction.

L'étude de l'absorption a révélé que plus le taux de charge en fibre augmente, plus le taux d'absorption est élevé, et que le taux d'adsorption des composites renforcés par 1% de fibre est proche des taux d'absorption de la matrice vierge, d'où l'importance du caractère hydrophile des composites.

Le test dureté de nos composites a affirmé l'employabilité de notre matériau composite dans les différents voies industrielles car on observe une augmentation continue de la dureté avec l'augmentation du taux de fibre, et suite aux résultats de l'essai de traction, il semble que le taux de cellulose présent dans notre fibre ainsi que la bonne adhésion fibre/matrice apportent une plus grande résistance et rigidité à notre matériau.

Perspectives :

Le travail effectué pour ce mémoire est loin d'être final.

Le protocole d'élaboration effectué au niveau du laboratoire pour le développement de notre biocomposite, a permis d'avoir une idée sur l'élaboration future du biocomposite de façon industrielle, ce qui permettra de confirmer les essais réalisés au laboratoire et donner ainsi une utilisation à ce matériau.

Il serait intéressant d'effectuer d'autres tests de caractérisation thermique sur ces composites accompagnés d'une étude sur leur vieillissement.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] BARBERO, Alessandro, FERNÁNDEZ-SÁEZ,, José, NAVARRO, Francis. Statistical analysis of the mechanical properties of composite materials. *Composites Part B: Engineering*. 2000, vol.31, n°5. pp. 375-381.
- [2] AUGIER M, Laurent. Etude de l'élaboration de matériaux composites PVC/bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité. Thèse de doctorat : Chimie agro-industrielle. Toulouse : Institut National Polytechnique, 2007.
- [3] LUCIA, Fernández. Market value of composite materials worldwide from 2015 to 2027. juill. 2021. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.statista.com/statistics/944471/global-market-value-of-composites/>.
- [4] BIER, Frédéric. Conception et synthèse d'une matrice polymère thermoplastique pour l'obtention de matériaux composites recyclables, résistants au feu et utilisables dans l'industrie. Doctorat : Chimie physique. Université de Lorraine, 2018.
- [5] GUZMAN MALDONADO, Eduardo. Modélisation et Simulation de la mise en forme des matériaux composites préimprégnés à matrice thermoplastique et à fibres continues. Doctorat : Mécanique. Lyon, Université de Lyon, 2016.
- [6] VANNUCCI, Paolo. Introduction aux Cours Matériaux Composites Partie: Anisotropie et mécanique des stratifiés ». juin 2005.
- [7] CARREGA, Marc, VERNEY, Vincent. *Matières Plastiques : Propriétés, mise en forme et applications industrielles des matériaux polymères*, 3^e éd. DUNOD. 2012. 664 p.
- [8] BELARIBI, Abdelkarim, SAADAOUI, Oussama. Etude du procédé de production des pièces par injection des thermoplastiques. Mémoire de Master : Génie mécanique. M'sila : Université Mohamed Boudiaf, 2017.
- [9] RAGOUBI, Mohamed. Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne. Ecole Doctorale Sciences et Ingénierie des Ressources Procédés Produits et Environnement, 2010.
- [10] GAY Daniel, *Matériaux composites*, 4^e éd. Hermès, 1997. 704 p.
- [11] BOURBAN, Pierre-Etienne, CAELSSON, leif, MERCIER, jean-pierre, MANSON, jan-anders. *Matériaux composites à matrice organique : constituants, procédés, propriétés*. PPUR presses polytechniques. 2004. 250 p.
- [12] MORTON, Maurice. *Rubber Technology*, 3^e éd. Springer Netherlands. 1973. 650 p.

- [13] RENARD, Jacques, Elaboration, microstructure et comportement des matériaux composites à matrice polymère, vol. 1. Lavoisier. 2005. 376 p.
- [14] AUBIN, Antoine. Optimisation des opérations de séchage dans la chaîne de fabrication du PVC en poudre. Experimentation, simulation, Modélisation. Thèse de doctorat : Génie de procédés de l'environnement. Université de Toulouse, 2014.
- [15] HRUSKA, Zdenek, GUESNET, Patrice, SALIN, Christian, COUCHOUD, Jean-Jacques, Poly(chlorure de vinyle) ou PVC. Techniques de l'ingénieur. 2007. pp. 1-14.
- [16] NAUDIN, Cécile-Anne, CLOZZA, Claude. Charges (AM 3 220). 1987.
- [17] CARETTE, Louis. Stabilisants (AM3 232). Technique de l'Ingénieur. 1992.
- [18] QUENNEHEN, Pierre. Étude de la dégradation de la fonction isolation de câbles HT isolés au PVC. Thèse de doctorat Matériaux, Mécanique, Génie civil, Électrochimie. Grenoble, université de Grenoble. 2006.
- [19] TROTIGNON, Jean-Pierre, VERDU, Jacques, DOBRACZYNSKI, Alexandre, PIPERAUD, Michel, Précis de matières plastiques. Structures-propriétés, mise en oeuvre, normalisation, 4^e éd. NATHAN. 1989. 239 p.
- [20] VERRIER, Pierre. Plastifiants (AM3 231). Technique de l'ingénieur. 1992.
- [21] BENHABILES, Karim. Evolution de la résistivité électrique des isolations pvc des câbles de centrales en fonction du vieillissement thermique et de la diffusion des plastifiants des différents constituants. Thèse de doctorat : Sciences appliquées. Paris : ENSAM. 1994.
- [22] MAOU, Samira. Etude des propriétés thermiques de mélanges à base de PVC et PVC-PEHD et les phénomènes de dégradation. Thèse de Magister : Chimie des matériaux. Ouargla : Université Kasdi Merbah. 2012.
- [23] DEFOSSE, Robert. Colorants et pigments (AM 3 233). Technique de l'ingénieur. 1991.
- [24] MECHERAOUI, Ahmed. Etude des propriétés des mélanges PVC-ABS. Thèse de doctorat : Sciences des Agroressources. Toulouse, Ecole militaire polytechnique. 1999.
- [25] REYNE, Maurice. L'utilisation industrielle des plastiques - Caractéristiques d'emploi, procédés de mise en oeuvre, traitement des déchets, marchés en développement, évolution des prix. Edition de l'usine nouvelle. Paris, 1982. 229 p.
- [26] MOUSSAOUI, Yacine. Modification chimique de PVC et étude des propriétés du mélange PVC-Polybutadiène. Thèse de Magister : Sciences des Agroressources. Toulouse : Ecole militaire polytechnique, 2003.
- [27] HALLONET, Anne. Développement et caractérisation d'un matériau composite à base de fibres de lin- Application au renforcement de structures en béton par collage externe. Thèse de doctorat : Génie Civil. Lyon : Université Claude Bernard. 2016.

- [28] DUPEUX, Michel. Aide-Mémoire science des matériaux, 3^e éd. Paris: DUNOD. 2004. 416 p.
- [29] BOUZOUITA, Sofien. Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel. Thèse de : Génie des matériaux. Lyon : l'École Centrale de Lyon. 2011.
- [30] BISMARCK, Alexander, MISHRA, Supriya, LAMPKE, Thomas. Plant Fibers as Reinforcement for Green Composites, 1^{re} éd. CRC Press, 2005.
- [31] KUREK, Bernard. Les fibres naturelles: originalités, propriétés, qualités et défauts. Journée technique « matériaux » renforcés fibres naturelles et matériaux issus de ressources renouvelables, appliqués en plasturgie, Pôle européen de plasturgie, Bellignat, France, 2006.
- [32] NICOLLIN, Arnaud. Développement de matériaux composites écologiques à base de résines de tannins et de renforts de fibres végétales. Thèse de doctorat : sciences du bois et des fibres. Lorraine : Université de Lorraine, 2014.
- [33] DALLEL, Mohamed. Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil. Thèse de doctorat : Génie des procédés. Colmar : Université de Haute Alsace, 2012.
- [34] MITRA, Gautam, MUKHERJEE, Partha Sarathi. X-ray diffraction study of fibrous polymers. I. Degree of paracrystallinity—a new parameter for characterizing fibrous polymers. *Polymer*. 1980, vol. 21, pp. 1403-1409.
- [35] KUENY, Raphaël. Biocomposites : composites de hautes technologies en renfort de fibres naturelles et matrice de résines naturelles. Thèse de doctorat : Sciences du Bois et des Fibres. Université de Lorraine, 2013.
- [36] FREUDENBERG, Karl, NEISH, Arnold. Constitution and Biosynthesis of Lignin, 1^{re} éd., vol. 2. Berlin: Springer-Verlag, 1968. 289 p.
- [37] DITTENBER, David, GANGARAO, Hota. Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2012. pp. 1419-1429.
- [38] FRD, « Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France. », mars 2011.
- [39] LATTEI, Alberta, CICALA, Gianluca, CRISTALDI, Giuseppe, RECCA, Giuseppe. Composites Based on Natural Fibre Fabrics. *Woven Fabr. Eng.* 2010, n° 17, pp. 317-342.
- [40] BERTHELOT, Jean-Marie, Matériaux composites: Comportement mécanique et analyse des structures. Tec & Doc Lavoisier. 2012. 645 p.

- [41] BEGUIN, Jean-Marc. Les matériaux composites : Dynamisme et innovation. 2002, n°158, p. 4.
- [42] TOUATOU, Soumia. Etude de composites à base de polychlorure de vinyle et fibres de plumes de poule. Thèse de Magister : Génie de l'Environnement. Alger: Ecole Nationale Polytechnique, 2012.
- [43] MERCIER, jean-pierre, ZAMBELLI, Gérald, KURZ, Wilfried. Traité des matériaux volume 1: Introduction à la science des matériaux, 3eme édition. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1999. 520 p.
- [44] BELOUADAH, Zouheyr, TOUBAL, Lotfi, BELHANECHÉ-BENSEMRA, Naima, ATI, Abdelaziz. Characterization of ligno-cellulosic fiber extracted from *Atriplex halimus* L. plant. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2020, pp. 806-815.
- [45] ROKBI, Mansour, ATI, Abdelaziz, AICHE, Fatima Zohra. Characterization of long lignocellulosic fibers extracted from *Hyphaene thebaica* L. leaves. *Research Journal of Textile and Apparel*. 2018, vol.22, n°3, pp. 195-211.
- [46] NARITA, Seinosuke, ICHINOHE, Sasuke. Infrared spectrum of polyvinyl chloride. *Journal of Polymer Science*. 1959, pp. 281-294.
- [47] FMINDIVAN, Ferda, GOKTAS, Meryem. Green synthesis of Reduced Graphene Oxide (RGNO) / Polyvinylchloride (PVC) composites and their structural characterization. *Powder Metall. Adv. Mater*. 2018, pp. 143-151.
- [48] MOW, Richardson. Polymer engineering composites. *British Polymer Journal*. 1977, vol.11, n° 4, pp. 219-219.
- [49] ZEDIRA, Hamma, LAHBAL, Naamane, *Resistance des matériaux tome 1 : Al'usage des étudiants de génie civil*. OPU.Alger, 1990.
- [50] HEINISCH, Kurt. *Dictionary of rubbers*. London: Applied Science publishers. 1974. 545 p.
- [51] GONCALVES, Roberto, LUZ, Sandra, TIO, Junior. Cellulose and cellulignin from sugarcane bagasse reinforced polypropylene composites: Effect of acetylation on mechanical and thermal properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2008, vol.39, n°9, pp.1362-1369. [En ligne].