

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Génie Chimique

Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Chimique

**Valorisation des déchets lignocellulosiques  
pour la préparation de nouveaux  
matériaux polymères**

Asma MIRAR Imene BERKANE

Sous la direction de Mme Samira SAHI MCB (ENP)

Présenté et soutenu publiquement le (19/06/2019)

**Composition du jury :**

Président	Mr. R. BOUARAB	Professeur	ENP
Promotrice	Mme S. SAHI	MCB	ENP
Examinatrices	Mme S. HADDOUM	MCB	ENP
	Mme O. REBAS	MCB	ENP

ENP 2019



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Génie Chimique

Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Chimique

**Valorisation des déchets lignocellulosiques  
pour la préparation de nouveaux  
matériaux polymères**

Asma MIRAR      Imene BERKANE

Sous la direction de Mme Samira SAHI      MCB (ENP)

Présenté et soutenu publiquement le (19/06/2019)

**Composition du jury :**

Président	Mr. R. BOUARAB	Professeur	ENP
Promotrice	Mme S. SAHI	MCB	ENP
Examinatrices	Mme S. HADDOUM	MCB	ENP
	Mme O. REBAS	MCB	ENP

*« La connaissance s'acquiert par l'expérience, tout le reste n'est que de l'information »*

*Albert Einstein*

*« Le vrai point d'honneur n'est pas d'être toujours dans le vrai. Il est d'oser, de proposer des idées neuves, et ensuite de les vérifier »*

*Pierre Gilles De Gennes*

# *Dédicaces*

*Nous dédions ce travail à nos chères familles, elles qui nous ont doté d'une éducation digne, leur amour et sacrifices ont fait de nous ce que nous sommes aujourd'hui.*

*A tous nos amis et à toutes personnes pour lesquelles nous avons une place dans leurs cœurs,*

*Nous vous remercions vivement pour votre présence et votre soutien*

*Asma et Imene*

## ***Remerciements***

Les travaux de recherche de ce mémoire ont été menés au niveau de Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles au sein de l'Ecole Nationale Polytechnique, dirigés par Madame le Docteur **Samira SAHI**.

Nous exprimons nos gratitudee et notre reconnaissance à notre directrice de mémoire, Mme. **Samira SAHI**, pour sa patience, son encadrement, ses qualités organisationnelles et de la planification, qui nous ont permis de mener bien ce projet de mémoire au cours de ces trois mois.

Nous remercions aussi l'ingénieur de laboratoire du département de génie chimique Mme. **Radia BENOUGHLIS** ainsi que l'ingénieur de laboratoire du département de génie minier.

Nous remercions vivement Mr. **Rachid BELHOCINE** chef du laboratoire chimie de l'entreprise CABEL d'Alger pour sa précieuse collaboration, de nous avoir permis d'élaborer les matériaux composites étudiés et réaliser les tests mécaniques au sein de son laboratoire.

Nous remercions également le Pr. **Ahmed BENABOURA** directeur de laboratoire de synthèse macromoléculaire et thio-organique macromoléculaire ainsi que Mme. **Si Saleh** de nous avoir permis de réaliser les tests DRX et FTIR. Dr. **Rabah DRIF** chercheur au sein de centre de recherche de Sonalgaz de nous avoir permis d'effectuer l'analyse morphologique (MEB).

Nous sommes très reconnaissants à l'égard de l'ensemble des membres du jury : le Professeur **R. BOUARAB**, Docteur **S. HADDOUM** et Docteur **O. REBAS** de l'Ecole Nationale Polytechnique, qui ont accepté de porter un regard critique sur ce projet de mémoire de fin d'études.

Enfin, nous adressons nos remerciements les plus sincères à nos familles pour leurs soutiens et leurs encouragements pour poursuivre et réaliser ce travail.

## ملخص: تـمـين النفايات اللينوسيلولوزية بـهـدف اعداد مواد بلاستيكية جديدة

من أجل الحد من استخدام الوقود الأحفوري واستعادة النفايات اللينوسيلوز، تشكل مركبات الألياف الطبيعية جزءاً من سياق مناسب يمكّن من الاستجابة للتحديات البيئية والاقتصادية والاجتماعية بفضل خصائصها: منخفضة التكلفة ومنخفضة الكثافة، المتجددة والقابلة للتحلل.

تهدف هذه الدراسة إلى تطوير مادة جديدة تتكون من مصفوفة من البولي كلوريد الفينيل (PVC) معززة بالألياف الطبيعية المتمثلة في نوى التمر. في هذا السياق، تم تحضير تركيبات مختلفة تعتمد على البولي كلوريد الفينيل ودقيق نوى التمر بمعدلات مختلفة من دقيق نوى التمر تتراوح بين 10 إلى 40%. تم تحليل المواد المطورة بتقنيات مختلفة وهي: الاختبارات الميكانيكية والمورفولوجيا والهيكلية. تشير النتائج المسجلة إلى خصائص ميكانيكية جيدة، والتي تتأثر بزيادة معدل الشحن. لذلك، يمكن استخدام هذه المواد في العديد من المجالات، وخاصة للسيارات والتعبئة والتغليف.

**الكلمات المفتاحية:** المواد المركبة، البولي كلوريد الفينيل، دقيق نواة التمر.

### **Abstract: Valorization of lignocellulosic waste for the preparation of new polymer materials**

In order to limit the use of fossil fuels and to recover lignocellulosic waste, natural fiber composites are part of a favorable context that will make it possible to respond to environmental, economic and social challenges thanks to their low cost, low density properties, renewable and biodegradable. The aim of this study is to develop a new material consisting of a thermoplastic matrix (PVC) reinforced with natural fibers based on date cores. In this context, different formulations based on polyvinyl chloride / flour dates kernels were prepared with different loading rates ranging from 10 to 40%. The materials developed have been characterized by various analytical techniques, namely: mechanical, morphological and structural tests. The recorded results indicate good mechanical properties, which are influenced by the increase in the charge rate. Therefore, these materials can be used in several fields, particularly for automobiles and packaging.

**Key words:** Composite materials, polyvinyl chloride, date kernel flour.

### **Résumé : Valorisation des déchets lignocellulosiques pour la préparation de nouveaux matériaux polymères**

Afin de limiter l'utilisation des énergies fossiles et de valoriser les déchets lignocellulosiques, les composites à fibres naturelles s'inscrivent dans un contexte favorable qui permettra de répondre à des enjeux environnementaux, économiques et sociaux grâce à leurs propriétés de faible coût, faible densité, renouvelables et de biodégradabilité.

L'objectif de cette étude est de développer un nouveau matériau constitué d'une matrice thermoplastique (le PVC) renforcée par des fibres naturelles à base des noyaux de dattes.

Dans ce cadre, différentes formulations à base de polychlorure de vinyle/farine des noyaux de dattes ont été préparées avec différents taux de charge allant de 10 à 40 %. Les matériaux élaborés ont été caractérisés par diverses techniques d'analyse, à savoir : tests mécaniques, morphologiques et structuraux. Les résultats enregistrés indiquent de bonnes propriétés mécaniques, qui sont influencées par l'augmentation du taux de charge. Donc, ces matériaux peuvent être utilisés dans plusieurs domaines notamment pour l'automobile et l'emballage.

**Mots clés :** Matériaux composites, Polychlorure de vinyle, Farine des noyaux de datte

## **Table des matières**

### **Liste des figures**

### **Liste des abréviations**

### **Introduction générale..... 14**

### **Chapitre 1. Synthèse bibliographique ..... 18**

1.1 Généralités sur les matériaux composites..... 18

1.2 Classification des composites..... 19

1.2.1 Selon la nature des charges..... 19

1.2.2 Selon la nature de la matrice ..... 20

1.3 Les matrices..... 21

1.3.1 Les matrices polymères (organique) ..... 22

1.4 Les renforts..... 22

1.5 Les fibres végétales ..... 23

1.5.1 Les fibres lignocellulosiques ..... 23

1.5.2 Classifications des fibres végétales ..... 24

1.5.3 Composition des fibres végétales ..... 24

1.5.4 Propriétés des fibres végétales..... 27

1.5.5 Les avantages des fibres végétales ..... 28

1.6 Composites à base de charges végétales ..... 28

1.6.1 Paramètres affectant les propriétés des composites à renfort végétal..... 28

1.6.2 Les enjeux..... 32

1.6.3 Application des composites à base de fibres végétales ..... 33

1.7 Procédés de production des matériaux composites ..... 34

1.8 Le polychlorure de vinyle (PVC) ..... 35

1.8.1 Obtention du PVC ..... 35

1.9 Les noyaux de dattes ..... 39

1.9.1 Compositions chimiques des noyaux de dattes ..... 40

### **Chapitre 2. Matériaux utilisés et techniques expérimentales ..... 42**

2.1 Matériaux utilisés ..... 42

2.1.1 Polychlorure de vinyle (PVC) ..... 42

2.1.2 Additifs du PVC ..... 42



2.1.3	La farine des noyaux de dattes (FND).....	44
2.2	Techniques expérimentales .....	45
2.2.1	Caractérisation de la farine des noyaux de dattes.....	45
2.2.2	Préparation des composites PVC/FND .....	47
2.2.3	Techniques de caractérisation des composites .....	53
<b>Chapitre 3. Résultats et discussion .....</b>		<b>62</b>
3.1	Caractérisation de la farine des noyaux de dattes.....	62
3.1.1	Caractérisation physico-chimique de la farine des noyaux de dattes .....	62
3.2	Caractérisation des composites.....	62
3.2.1	Caractérisation par la diffraction des rayons X (DRX) .....	62
3.2.2	Analyse morphologique par microscopie électronique à balayage (MEB).....	63
3.2.3	Spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (IRTF) .....	66
3.2.4	Test de densité .....	70
3.2.5	Test d'absorption d'eau .....	70
3.2.6	Test de dureté .....	72
3.2.7	Test de traction .....	72
<b>Conclusion générale .....</b>		<b>76</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>		<b>79</b>

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1.1 : Compositions des fibres végétales.....</b>	<b>27</b>
<b>Tableau 1.2 : Principales propriétés du PVC rigide et du PVC souple.....</b>	<b>38</b>
<b>Tableau 1.3 : Composition chimique des différents noyaux de dattes .....</b>	<b>40</b>
<b>Tableau 2.1 : Propriétés physico-chimiques du PVC utilisé .....</b>	<b>42</b>
<b>Tableau 2.2 : Propriétés physico-chimiques du DOP .....</b>	<b>43</b>
<b>Tableau 2.3 : Caractéristiques physiques du stabilisant thermique Ca/Zn.....</b>	<b>44</b>
<b>Tableau 2.4: Caractéristiques physiques de l'acide stéarique .....</b>	<b>44</b>
<b>Tableau 2.5 : La composition du PVC et ses additifs.....</b>	<b>48</b>
<b>Tableau 2.6 : La composition massique des différentes formulations des composites élaborés.....</b>	<b>49</b>
<b>Tableau 3.1 : Caractéristiques physico-chimiques de la FND .....</b>	<b>62</b>
<b>Tableau 3.2 : Les différentes fréquences d'absorption caractéristiques du le PVC pur</b>	<b>66</b>
<b>Tableau 3.3 : Fonctions chimiques des bandes d'absorption d'un spectre IRTF d'une fibre ligno-cellulosique .....</b>	<b>67</b>

## Liste des figures

<b>Figure 1.1 : Schéma d'un matériau composite.</b> .....	18
<b>Figure 1.2 : Classification schématique des différents types de composites.</b> .....	19
<b>Figure 1.3 : Schéma d'un matériau composite selon la nature de la charge</b> .....	20
<b>Figure 1.4 : Types de matrice</b> .....	21
<b>Figure 1.5 : Types des fibres naturelles</b> .....	23
<b>Figure 1.6 : Représentation schématique d'une fibre lignocellulosique.</b> .....	24
<b>Figure 1.7 : Structure chimique de la cellulose.</b> .....	25
<b>Figure 1.8 : Structure de la micro-fibrille de cellulose .</b> .....	25
<b>Figure 1.9 : Structure chimique de l'hémicellulose</b> .....	26
<b>Figure 1.10 : Motifs élémentaires de la lignine</b> .....	26
<b>Figure 1.11 : Habillage intérieur de portière de voiture en lin / polypropylène.</b> .....	33
<b>Figure 1.12 : Matériels de sport fabriqués en agro-composite renforcés par du Lin :</b> <b>(a)vélo de course Museeuw MF-5 et (b) raquette de tennis Artengo 820</b> .....	34
<b>Figure 1.13 : Polymérisation du chlorure de vinyle</b> .....	35
<b>Figure 1.14 : Schématisation du mécanisme de plastification à l'échelle moléculaire</b> .....	36
<b>Figure 1.15 : Noyau de datte</b> .....	39
<b>Figure 2.1 : Structure chimique du plastifiant DOP</b> .....	43
<b>Figure 2.2 : Structure chimique de l'acide stéarique</b> .....	44
<b>Figure 2.3 : Etapes du broyage des ND</b> .....	45
<b>Figure 2.4 : (a) PVC, (b) Acide stéarique, (c) Stabilisant Ca/Zn</b> .....	48
<b>Figure 2.5 : (a) Mélange du PVC et additifs, (b) Mélange PVC/farine des noyaux de dattes</b> .....	50
<b>Figure 2.6 : (a) La chambre du turbo mélangeur, (b) Turbo mélangeur Papienmie</b> .....	49

---

<b>Figure 2.7 : La calandre LESCUYER/A80 .....</b>	<b>50</b>
<b>Figure 2.8 : Préparation des plaques : (a) F0, (b) F30. ....</b>	<b>51</b>
<b>Figure 2.9 : La presse de table FONTJNE .....</b>	<b>51</b>
<b>Figure 2.10 : Les plaques (a) : F0,(b) : F30 .....</b>	<b>52</b>
<b>Figure 2.11 : Emporte-pièce. ....</b>	<b>52</b>
<b>Figure 2.12 : Eprouvettes des plaques F0, F10,F20,F30 et F40.....</b>	<b>53</b>
<b>Figure 2.13 : Courbe théorique d’effort-déformation. ....</b>	<b>54</b>
<b>Figure 2.14 : Machine de traction.....</b>	<b>55</b>
<b>Figure 2.15 : Duromètre shore D. ....</b>	<b>56</b>
<b>Figure 2.16 : Densimètre DSM.....</b>	<b>57</b>
<b>Figure 2.17 : Microscope électronique à balayage. ....</b>	<b>58</b>
<b>Figure 2.18 : Appareil DRX. ....</b>	<b>59</b>
<b>Figure 2.19 : Appareil IRTF.....</b>	<b>60</b>
<b>Figure 3.1 : Spectres DRX du PVC et des composite PVC/FND à 20% de charge.....</b>	<b>63</b>
<b>Figure 3.2 : Micrographies MEB de la surface fracturée du PVC (a) et des composites (b et c) F20 et (d et e) F30.....</b>	<b>65</b>
<b>Figure 3.3 : Spectres IRTF des composites PVC/FND avec 10, 20, 30 et 40% de charge. ....</b>	<b>69</b>
<b>Figure 3.4 : Variation de la densité du PVC et des composites PVC/FND avec 10, 20, 30 et 40 % de charge. ....</b>	<b>70</b>
<b>Figure 3.5 : Evolution du taux d’absorption d’eau du PVC et des composites PVC/FND avec 10, 20, 30 et 40% de charge.....</b>	<b>71</b>
<b>Figure 3.6 : Variation de la dureté des composites PVC/FND avec 10, 20, 30 et 40% de charge .....</b>	<b>72</b>
<b>Figure 3.7 : Evolution de la contrainte à la rupture du PVC et des composites PVC/FND avec 10, 20, 30 et 40% de charge.....</b>	<b>73</b>

**Figure 3.8 : Evolution de l'allongement à la rupture du PVC et des composites PVC/FND avec 10, 20, 30 et 40% de charge..... 74**

**Figure 3.9 : Evolution du module d'Young du PVC et des composites PVC/FND avec 10, 20, 30 et 40% de charge. .... 75**

## Liste des abréviations

**ASTM** : Standard Test Methods for Apparent Density.

**CBP** : Composites bois/polymère.

**CMC** : Composites à matrice céramique.

**CMM** : Composites à matrice métallique.

**CMO** : Composites à matrice organique.

**CPG** : Chromatographique en phase gazeuse.

**D<sub>éch</sub>** : Densité d'un échantillon.

**DIN** : Détermination of viscosity number.

**DOP** : Di-octylphtalate.

**DRX** : Diffraction des rayons X.

**EPA** : Agence de protection de l'environnement.

**FND** : Farine des noyaux de dattes.

**IRTF** : Infrarouge à Transformer de Fourier.

**MAPP** : Polypropylène greffé à l'anhydride maléique.

**MEB** : Microscopie électronique à balayage.

**MM** : Matière minérale (cendre).

**MO** : Matière organique.

**MS** : Matière sèche.

**NA** : Norme algérienne

**ND** : Noyaux des dattes.

**NF** : Norme française

**PE** : Poly éthylène.

**PEBD** : Polyéthylène basse densité.

**PP** : Poly propylène.

**PVC** : Polychlorure de vinyle.

**Th** : Taux d'humidité.

**VCM** : Vinyl chloride monomer.

---

## *Introduction générale*

---

## **Introduction générale**

La vaste prise de conscience des impératifs écologiques, sociaux et économiques, la recherche de technologies vertes durables, le problème croissant des déchets, les normes législatives environnementales ainsi que l'épuisement des ressources fossiles sont à l'origine de l'orientation de la recherche scientifique vers le développement des matériaux verts. A cet égard, depuis plus d'une décennie de nombreux laboratoires et centres techniques à travers le monde réalisent des travaux dans le but de combiner les matériaux d'origine naturelle avec les matières plastiques d'origine fossile. En outre, les progrès récents dans la science des composites et le développement des renforts naturels offrent d'importantes possibilités de développer de nouveaux matériaux issus de ressources renouvelables [1, 2].

La biomasse riche en cellulose acquiert une énorme importance comme matière première de l'industrie chimique, car elle se compose de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Dans ce cadre, les fibres cellulosiques attirent une attention grandissante pour le renforcement des matériaux composites et ce en raison notamment de leur faible coût, leur densité peu élevée, leur biodégradabilité, leur disponibilité, leur module spécifique intéressant et leur capacité à être recyclé [3]. De ce fait, un effort significatif a été apporté pour étudier l'utilisation des fibres naturelles (sisal, jute, chanvre, noyaux de dattes) comme renfort dans les composites thermoplastique comme le polyéthylène, le polypropylène, le polychlorure de vinyle et le polyacide lactique [4].

Les tendances récentes telles que le désir de diminuer la dépendance au pétrole et aux dérivés pétrochimiques, la volonté d'augmenter l'aspect « eco-friendly » de nos produits de consommation (valoriser des produits à plus faible empreinte environnementale), la production commerciale de nanocellulose et les marchés émergents joueront un rôle majeur dans l'avenir de ces composites. L'utilisation des fibres naturelles dans les matériaux composites est amenée à devenir un marché en pleine croissance. Selon Toupe [5], le marché mondial des composites de fibres naturelles, incluant les fibres de bois, a atteint une valeur de 2,1 milliards \$US en 2010, avec un taux de croissance annuel composé (Compound Annual Growth Rate, CAGR) de 15% en cinq ans avec une croissance d'environ 10% par an à partir de 2010, selon cette estimation ce marché devrait atteindre une valeur de 4 milliards \$US en 2019.

Parmi les matières plastiques les plus utilisées pour la préparation de ces composites, le polychlorure de vinyle (PVC). Ce dernier est l'une des matières plastiques les plus produites. Sa production mondiale est de 35 millions de tonnes par an [6]. C'est un polymère



thermoplastique largement utilisé dans divers secteurs, il est classé à la troisième position en terme de tonnages après le polyéthylène (PE) et le polypropylène (PP) [3].

En Algérie les importations de matière plastique sous forme primaire ont passées de 1,17 milliards de dollars en 2012 à 1,90 milliard de dollars en 2016 [8]. Donc, pouvoir remplacer totalement ou partiellement ces plastiques par des ressources abondantes dans la nature, comme les fibres végétales, serait une très bonne alternative pour notre économie.

L'Algérie produit près de 1.100.000 tonnes de dattes/an, plus de 10% de la production sont des dattes molles [9], et le poids moyen du noyau de dattes s'étend entre 10% et 15% du poids de dattes [10]. Ces noyaux sont rejetés et sont considérés comme sous-produit de l'industrie de dattes, ils sont mal exploités et représentent une perte de gisement de biomasse.

Notre étude a pour but de :

- Mettre en évidence les possibilités de diminuer la consommation du PVC et de valoriser les noyaux de dattes (qui sont généralement considérés comme un déchet), afin d'élaborer un nouveau matériau dit composite. Cette nouvelle catégorie de matériaux se distingue par des propriétés, telles qu'une rigidité élevée, une faible densité et un caractère écologique du fait c'est qu'ils sont issus de ressources renouvelables.
- Exploiter l'affinité potentielle entre le polychlorure de vinyle et la farine des noyaux de dattes, et d'étudier l'effet de l'introduction de cette farine sur les propriétés des matériaux élaborés.
- Elaborer un nouveau matériau composite à faible coût avec des propriétés comparables à celles des composites de grande diffusion.

Les matériaux composites développés dans cette étude devraient permettre d'associer les avantages des thermoplastiques avec ceux des fibres lignocellulosiques, ces matériaux ont les propriétés suivantes :

- Ils présentent une rigidité supérieure par rapport à celle du plastique ;
- Ces matériaux composites sont conçus pour être potentiellement recyclable ;
- Ils remplacent, en partie, une matière issue pour moitié de ressources fossiles par une matière renouvelable ;
- Ils peuvent être mis en forme selon les mêmes techniques de préparation que les composites de grande diffusion actuels ;

Ce mémoire est composé de trois chapitres :

**Le premier chapitre** est consacré dans une première partie à une étude bibliographique sur les matériaux composites d'une façon générale et aux composites à base de fibre lignocellulosique en particulier, des généralités sur les polymères thermoplastiques et les fibres végétales. L'autre

partie de ce chapitre est consacrée à une recherche sur les différents matériaux utilisés pour la préparation des composites étudiés ainsi que sur leurs propriétés.

**Le deuxième chapitre** présente les différents matériaux et les méthodes d'analyse et de caractérisation utilisées dans cette étude.

**Le troisième chapitre** présente les différents résultats enregistrés lors de l'étude des propriétés mécaniques, physico-chimiques, thermiques et morphologiques des matériaux composites élaborés pour notre étude.

---

*Chapitre 1. Synthèse  
bibliographique*

---

## Chapitre 1. Synthèse bibliographique

Durant ces dernières années, l'utilisation des matériaux composites a connu une évolution considérable dans différents domaines : l'aéronautique, l'automobile, l'emballage, le bâtiment, etc.

Une partie considérable de ces matériaux innovants est destinée au secteur de l'emballage, afin de substituer les matières plastiques qui sont utilisées sur une période de temps très réduite et qui génèrent rapidement un volume de déchets importants.

Dans ce chapitre, nous présenterons une recherche bibliographique scindée de deux parties, la première est consacrée à la description des matériaux composites, leurs constituants et l'intérêt de leur utilisation. La seconde partie présente les différents types de fibres naturelles utilisées qui constituent ces composites.

### 1.1 Généralités sur les matériaux composites

Un matériau composite peut être défini comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes. Les composites sont le plus souvent constitués d'une matrice dans laquelle sont dispersées des renforts.

La matrice maintient les renforts (figure 1.1) et assure les transferts de charge, tandis que les renforts apportent principalement leurs caractéristiques mécaniques élevées (modules et limites d'élasticité, résistance mécanique...). Cette association a pour but d'obtenir un matériau dont les propriétés spécifiques sont supérieures à celles des composants pris séparément.

Pour concevoir les caractéristiques spécifiques recherchées d'un matériau il faut bien choisir les constituants et leurs proportions respectives, ainsi que par le choix de la forme, des dimensions et de la disposition des renforts [11].

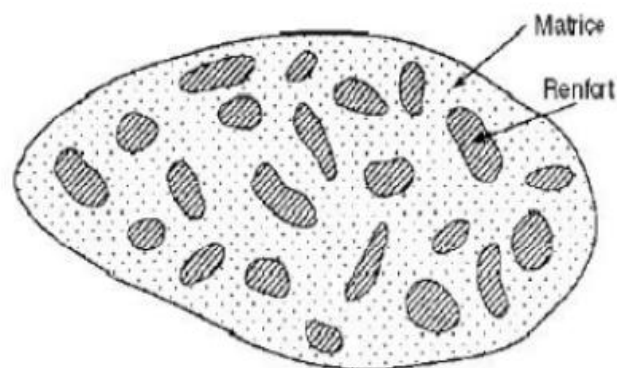


Figure 1.1 : Schéma d'un matériau composite [11].

## 1.2 Classification des composites

Il existe un grand nombre de matériaux composites que nous pouvons classer soit selon la structure des composants ou suivant la nature des composants. La figure suivante montre les différents types des composites, dans le cadre de notre étude nous nous intéressons au composite renforcé par des fibres courtes aléatoires.

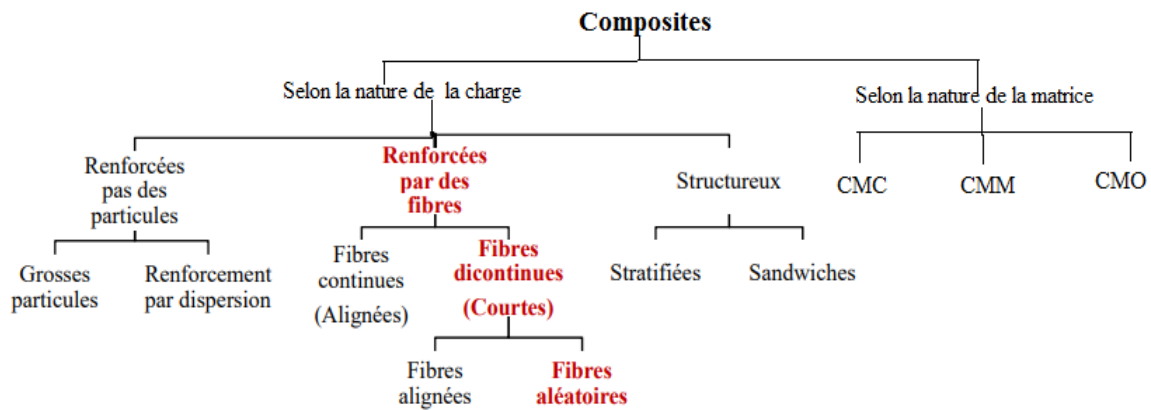


Figure 1.2 : Classification schématique des différents types de composites [11].

### 1.2.1 Selon la nature des charges

- Composites à fibres :

Un matériau composite est un composite à fibres si le renfort se trouve sous forme de fibres. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de moduler à la carte les propriétés mécaniques des matériaux composites, pour obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan.

- Composites à particules :

Un matériau composite est un composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée. Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc. Dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques.

- Composites structuraux : il existe deux types de composite structuraux

**a) Les stratifiés**

Un stratifié est constitué d'un empilement de monocouches ayant chacun une orientation propre à un référentiel commun aux couches et désigné comme le référentiel du stratifié. En jouant sur l'ordre et l'orientation de ces couches, il est possible d'adapter finement les propriétés mécaniques du stratifié aux sollicitations extérieures, et donc d'atteindre un haut niveau d'optimisation en mettant la matière là où elle est le plus utile [11].

**b) Les sandwichs**

Matériaux composés de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur enveloppant une âme (ou cœur) de forte épaisseur et de faible résistance. L'ensemble forme une structure d'une grande légèreté. Le matériau sandwich possède une grande légèreté en flexion, c'est un excellent isolant thermique [11].

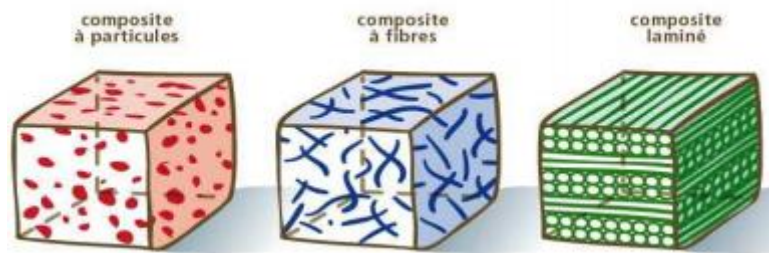


Figure 1.3 : Schéma d'un matériau composite selon la nature de la charge [11]

**1.2.2 Selon la nature de la matrice**

**a) Les composites à matrices céramiques (CMC)**

Les céramiques qui apparaissent dans les CMC sont résistantes à la température, plus légères que de nombreux métaux et chimiquement très stables. Cependant, elles sont très fragiles et, pour les rendre moins cassantes, il est intéressant de les intégrer à des structures composites. Afin de diminuer un peu plus les risques de rupture du matériau, les matrices céramiques sont habituellement constituées en multicouches. On trouve essentiellement ces matériaux composites dans les secteurs de l'industrie spatiale et de l'aéronautique militaire [12].

### b) Les composites à matrices métalliques (CMM)

Les CMM sont généralement constitués d'une matrice à base d'un métal léger (aluminium, magnésium, titane, etc.). Les matrices métalliques présentent l'inconvénient d'une grande réactivité chimique [12].

### c) Les composites à matrices organiques (CMO)

Parmi ces composites, 95 % sont dits à grande diffusion. Dotés de propriétés mécaniques remarquables, ils sont utilisés dans l'aéronautique, et la construction industrielle. Les renforts des composites à matrice organique peuvent être :

- Des fibres de verre;
- Des fibres de carbone ;
- Des fibres végétales, qui présentent l'avantage d'être renouvelables et qui sont, la plupart du temps, utilisées pour améliorer les propriétés mécaniques et faciliter la mise en œuvre du matériau [12]. Ce type de fibre fera l'objet de notre étude.

## 1.3 Les matrices

Dans les applications où une tenue de la structure aux très hautes températures est requise, des matériaux composites à matrice métallique, céramique ou carbone sont utilisés.

Nous ne présenterons pas ici une revue exhaustive sur les matériaux composites à différentes matrices mais nous nous concentrerons sur ceux dont la matrice est constituée d'un polymère.

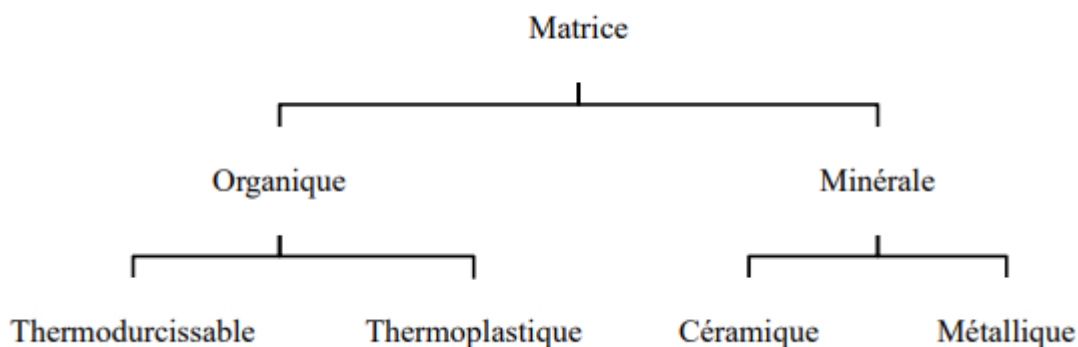


Figure 1.4 : Types de matrice [11]

### **1.3.1 Les matrices polymères (organique)**

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

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

Les thermoplastiques ramollissent sous l'effet de la chaleur, ils deviennent souples, malléables et durcissent à nouveau quand on les refroidit, ces matériaux conservent leurs propriétés et ils sont facilement recyclables. Leurs polymères de base sont constitués par des macromolécules linéaires reliées par des liaisons faibles qui peuvent être rompues sous l'effet de la chaleur ou de fortes contraintes, elles peuvent alors glisser les unes par rapport aux autres pour prendre une forme différente et quand la matière refroidit, les liaisons se reforment et les thermoplastiques gardent leurs nouvelles formes [13].

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

Ces polymères durcissent de façon définitive lors de leur synthèse. La transformation est donc irréversible. Leur transformation conduit, par une réaction chimique, à des composés macromoléculaires tridimensionnels qui sont des matières thermo-rigides [14].

### **1.4 Les renforts**

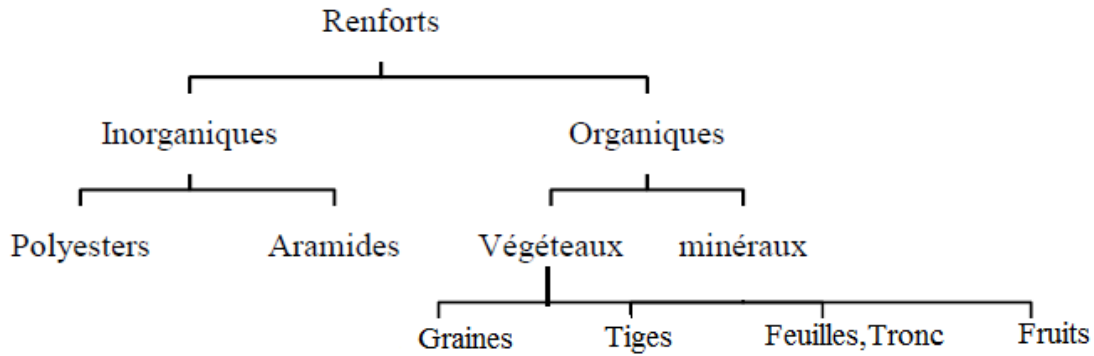
L'incorporation d'une charge au sein d'une matrice permet d'agir sur plusieurs propriétés du matériau composite formé :

- propriétés physico-chimiques (résistances aux produits acido-basiques...),
- propriétés mécaniques (résistances aux chocs, à la compression, aux cisaillements...),
- propriétés électriques (amélioration de la conductivité ou de la résistance),
- facilité de mise en œuvre,
- réduction du coût...

Les renforts constitués de fibres se présentent sous les formes suivantes : linéique (fils, mèches), tissus surfaciques (tissus, mats), multidirectionnelle (tresse, tissus complexes, tissage tri directionnel ou plus) [15].

La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la figure suivante :





**Figure 1.5 : Classification des différents types de renfort**

Le renfort utilisé pour l'élaboration des nouveaux matériaux composites de cette étude est un renfort organique végétale.

### 1.5 Les fibres végétales

Les fibres végétales sont composées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine, et en proportions relativement faibles d'extractibles non azotés, de matière protéique brute, de lipide et de matière minérale. Les proportions de ces différents constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [16].

Chaque fibre se présente sous la forme d'un composite où les micro-fibrilles de la cellulose sont réunies entre elles par une matrice « lignine » constitué d'hémicellulose comme étant un agent de couplage et de pectines. La proportion d'holocellulose (cellulose, hémicellulose) et de lignine varie selon la nature de la fibre naturelle [4].

#### 1.5.1 Les fibres lignocellulosiques

Les fibres lignocellulosiques exploitées dans l'industrie, proviennent principalement des arbres, qu'ils soient feuillus ou résineux. Elles peuvent également être obtenues à partir de différentes parties de la plante : des grains, de la tige ou du tronc, des fruits, ou des feuilles [17]. Les caractéristiques des fibres sont fonction de leur origine botanique [18].

La fibre végétale est constituée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposées en couches superposées dans le sens radial. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire, la paroi secondaire, bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de micro-fibrilles (S1, S2 et S3) [19].

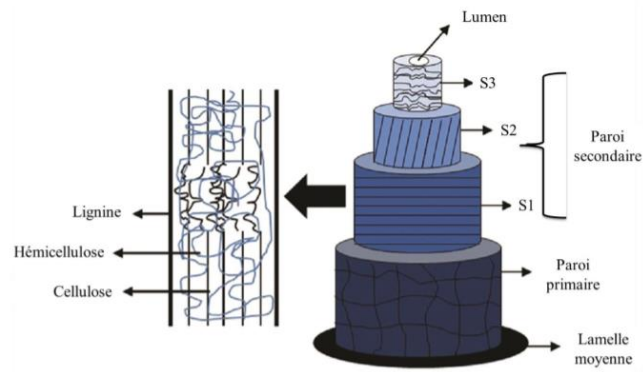


Figure 1.6 : Représentation schématique d'une fibre lignocellulosique [18].

## 1.5.2 Classifications des fibres végétales

Il est possible de définir les fibres et de les classer selon leurs origines dans la plante. Elles se divisent en quatre groupes [20] :

- ✓ Les fibres végétales provenant de la graine ;
- ✓ Les fibres végétales provenant de la tige ou du tronc ;
- ✓ Les fibres végétales provenant des feuilles ;
- ✓ Les fibres végétales provenant de l'enveloppe du fruit.

## 1.5.3 Composition des fibres végétales

### 1.5.3.1 La cellulose

La cellulose est un polymère qui existe à l'état naturel et qui est particulièrement important puisqu'il est le constituant principal de la masse végétale [21]. Elle présente sur sa chaîne de nombreux groupement hydroxyles, qui sont à l'origine de la cohésion avec l'autre chaîne de celluloses par des liaisons appelées pont d'hydrogène. Ces groupements constituent des zones cristallines appelés cristallites. Cette structure particulière confère à la cellulose une rigidité importante. En effet, le module d'élasticité de la cellulose est d'environ 136 GPa, il est très grand par rapport à celui de la fibre de verre qui est de l'ordre de 75 GPa [22]. D'un point de vue chimique, la cellulose est une molécule formée de longues chaînes dont le motif de base est le glucose [21].

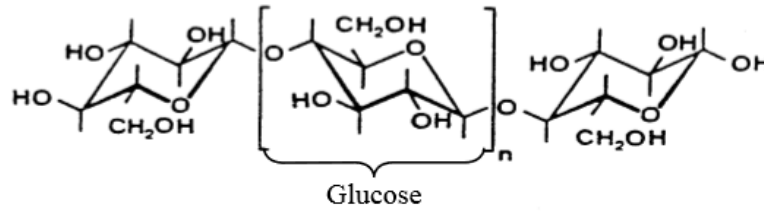


Figure 1.7 : Structure chimique de la cellulose [21].

Les chaînes de cellulose sont rassemblées en structures basiques appelées micro-fibrilles qui ont des diamètres de 2 à 20 nm. Chaque micro-fibrille peut être considérée comme des chaînes de cristaux de cellulose liés par des domaines amorphes [23].

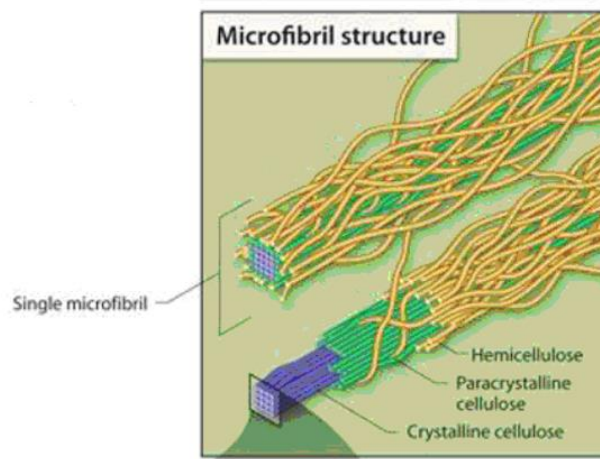
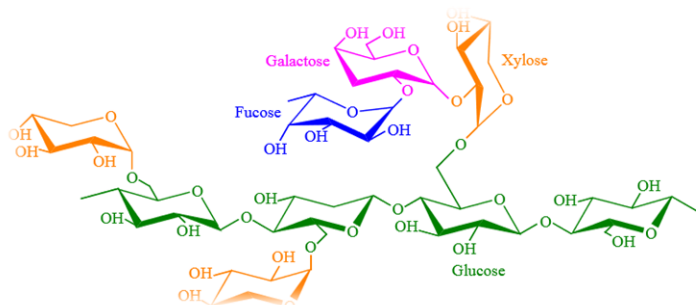


Figure 1.8 : Structure de la micro-fibrille de cellulose [23].

### 1.5.3.2 Les hémicelluloses

L'hémicellulose est un polymère hétérogène ramifié composé de chaînes de plusieurs sucres. Les molécules d'hémicelluloses sont très hydrophiles et adhésives, ce sont celles qui englobent les micro-fibrilles [22]. Ils sont également des polysaccharides, mais ramifiés et contenant des unités saccharidiques de structures moléculaires diverses. Les hémicelluloses sont par définition les polysaccharides solubles dans l'eau et pouvant être extrait de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines. Ce sont des polysaccharides amorphes, de masse moléculaire plus faible que celle de la cellulose [21].

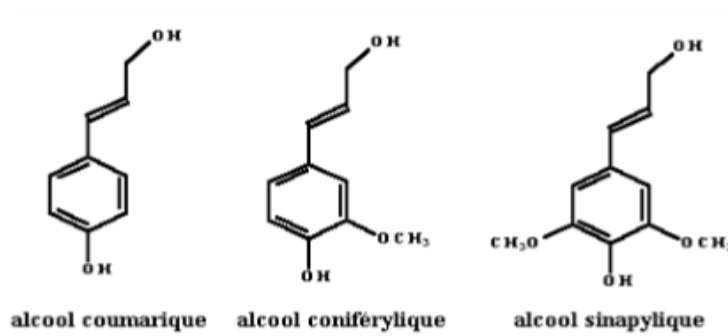


**Figure 1.9 : Structure chimique de l'hémicellulose [21]**

### 1.5.3.3 Les lignines

La lignine peut être définie comme un réseau polymère tridimensionnel amorphe et aléatoire, qui ne possède pas une structure uniforme et homogène. En raison de cette hétérogénéité, il n'est pas possible d'associer une structure définie à la lignine bien que certains modèles représentatifs aient été proposés [24].

Du point de vue chimique, la lignine résulte de la polymérisation de trois monomères de départ (figure 1.10) : l'alcool p-coumarique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique. L'assemblage de ces trois monolignols par différents types de liaisons chimiques conduit à un composé amorphe et hydrophobe. La composition chimique des lignines varie également en fonction de l'espèce végétale choisie [18].



**Figure 1.10 : Motifs élémentaires de la lignine [18].**

La composition chimique des fibres végétales varie selon la nature des fibres, et comporte principalement la cellulose, l'hémicellulose et de la lignine (Tableau 1.1). Les propriétés de chaque constituant contribuent à la propriété globale de la fibre. L'hémicellulose est responsable de la biodégradation, l'absorption d'humidité, et la dégradation thermique de la fibre. La lignine, thermiquement plus stable, est le responsable de la dégradation par les ultraviolets (UV) [30].

**Tableau 1.1 : Compositions des fibres végétales [20].**

Fibres	Compositions des fibres en (%)			
	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Pectine
<b>Coton</b>	83	5	-	-
<b>Lin</b>	65-70	10-16	2.90	2-4
<b>Chanvre</b>	67	16.10	4	-
<b>Jute</b>	55-64	12-18	12-33	0.2
<b>Kénaïf</b>	55-59	18-20	6.80-8	4.50-5
<b>Ramie</b>	68.90	13.10	0.60	-
<b>Sisal</b>	54-66	12	7.30	0.80
<b>Abaca</b>	63.20	19.60	5.10	-
<b>Bambou</b>	48	23	19	-
<b>Bois</b>	83	5	19-26	0

#### 1.5.4 Propriétés des fibres végétales

Le comportement thermomécanique de chaque bio-fibre dépend non seulement de leur composition mais aussi de leur structure. Chacun des principaux constituants agit sur les propriétés physiques et mécaniques de la manière suivante :

- la raideur de la fibre augmente avec la teneur en lignine qui agirait comme un agent de couplage entre les parois et les fibrilles de cellulose,
- le module de Young augmente avec la teneur en cellulose,
- la ductilité (déformation à rupture) des fibres végétales augmente si l'angle de spirale augmente. En effet les fibrilles se réorientent progressivement parallèlement à l'axe de chargement avant de supporter la pleine charge [25].

##### 1.5.4.1 Propriétés mécaniques

La rigidité des fibres provient de la structure cristalline qui suit un agencement supramoléculaire hélicoïdal très ordonné. Lors d'une elongation des fibres, il se produit un couplage torsion/traction qui peut avoir des conséquences sur l'interface, sur la déformation ou sur les mécanismes de rupture d'un composite [26].

#### **1.5.4.2 Propriétés thermiques**

La plupart des fibres naturelles perdent leur rigidité dès 160°C et la lignine se dégrade aux alentours de 200°C [26].

#### **1.5.5 Les avantages des fibres végétales**

Les fibres végétales combinent plusieurs avantages. Elles constituent tout d'abord une ressource biodégradable locale. Elles présentent un faible coût : jusqu'à neuf fois moins chères que les fibres de verre et jusqu'à cinq cent fois moins chères que les fibres de carbone. Elles sont issues des parties renouvelables des plantes. Elles présentent un faible impact environnemental (six fois moins énergivore que les fibres de verre et douze fois moins que les fibres de carbone). Enfin, elles possèdent une faible densité ce qui leur confère des propriétés spécifiques (grandeurs physiques ramenées à la densité) comparables à celles des fibres de verre dont elles constituent une alternative [27].

### **1.6 Composites à base de charges végétales**

Un composite à renfort lignocellulosique est une combinaison de matériaux fibreux lignocellulosiques et d'une matrice adhésive dans laquelle les composants gardent leur identité, ils ne se dissolvent pas ou ne se mélangent pas complètement. Ces deux composants du composite sont de formes et de compositions différentes à l'échelle macroscopique et peuvent être physiquement identifiables avec leur interface remarquable [19].

La disponibilité, le coût de production relativement bas, la capacité de renouvellement, la légèreté, la capacité acoustique, la faible conductivité thermique et les bonnes propriétés mécaniques militent en faveur du choix des fibres végétales pour leur transformation en matériaux composites [19].

#### **1.6.1 Paramètres affectant les propriétés des composites à renfort végétal**

Plusieurs facteurs peuvent influencer les propriétés mécaniques des composites à base de charge végétale.

##### **1.6.1.1 Fraction volumique des fibres**

La fraction volumique des fibres est un paramètre important à prendre en compte. De manière générale, il faut tenir compte de la longueur des fibres utilisées. Le fait de maintenir une fraction volumique élevée avec des petites fibres entraîne une augmentation du nombre d'extrémités, or ces extrémités agissent comme des initiateurs de fissures. A l'inverse, il faut éviter de travailler

avec des fibres trop longues (> 9-10 mm), sous peine de les voir se replier et s'enrouler sur elles-mêmes pendant le mélange. Au-delà d'une certaine valeur, les fibres ont tendance à s'agglomérer et il en résulte une mauvaise dispersion [18].

**Nabinejad et al.** [28], ont travaillé sur l'effet de la taille des particules de la farine de palmier sur les propriétés mécaniques des composites polyesters renforcés par la farine de palmier à différentes tailles. Ils ont observé une augmentation de la résistance à la traction et en flexion en diminuant la taille des particules (jusqu'à 75-150 $\mu$ m), alors que, la contrainte et le module en flexion sont indépendants de la taille des particules. Ce résultat montre l'importance de la taille des charges comme paramètre affectant les propriétés des composites polymère/fibres végétales.

**Ashori et al.** [29] se sont intéressés à l'étude des effets de la taille des fibres du bois sur les propriétés physiques et mécaniques des composites polypropylène/farine du bois. Les résultats ont montré que la contrainte à la rupture et le module augmentent avec l'ajout des fibres, mais les composites à fibres longues ont de meilleures propriétés à cause de leur pouvoir de transmettre les contraintes de la matrice. Donc la longueur des fibres est un paramètre important à prendre en considération.

#### **1.6.1.2 Effets de la dispersion et l'orientation des fibres**

Il est évident que la dispersion du renfort qui conduit à un mélange plus ou moins intime des composants est un paramètre qui influence les propriétés physico-mécaniques du matériau composite. La dispersion du renfort conduit à un mélange plus ou moins homogène des composants, ce qui influence les propriétés. En effet, les fibres ont tendance à se regrouper et à s'agglomérer ce qui crée des hétérogénéités. L'orientation des fibres génère une anisotropie, qui détermine des « axes forts » pour le polymère, selon lesquelles les fibres seront sollicitées longitudinalement (direction la plus résistante de la fibre) [30]. Il est donc impératif d'avoir une bonne dispersion des fibres, celles-ci doivent être bien séparées les unes des autres et chaque fibre doit être enrobée par la matrice [18].

#### **1.6.1.3 La nature des fibres**

L'augmentation du pourcentage de renforts améliore quasi systématiquement la rigidité d'un composite. Cependant, une très grande quantité de renforts implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performances dans certains cas. **Ragoubi** [26] a indiqué qu'il est assez peu fréquent de trouver des composites fabriqués qui contiennent un pourcentage de fibres supérieur à 50-60%, sans rencontrer de nombreuses difficultés lors du moulage. **Klason et al.**

[31] ont observé, qu'à partir d'un taux de 50% en fibres, le matériau devient rugueux et la surface présente des ruptures. L'augmentation de la proportion de fibres lignocellulosiques a aussi pour conséquence directe, la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygroscopique et dégradable [26].

**El-Shekeil et al.** [32] ont étudié l'effet du taux de fibres sur les propriétés mécaniques et morphologique des composites (PVC/Polyuréthane) /fibres de kenaf. Les résultats ont montré que les résistances à la traction et au choc diminuent avec l'augmentation du taux de fibres, alors que le module d'élasticité augmente. L'observation au microscope électronique à balayage des surfaces fracturées des composites a montré qu'il y'a une mauvaise adhésion entre la matrice et la fibre attribuée au manque de compatibilité entre les fibres végétales et les matrices polymères. Cette incompatibilité provoque une mauvaise dispersion des fibres et la formation d'un matériau hétérogène dont les propriétés mécaniques globales ne sont pas satisfaisantes.

**Panaitecu et al.** [33] ont étudié l'effet du taux de la charge sur les propriétés mécaniques du composite PP/fibres de sisal, et ont montré que la résistance à la traction et le module d'élasticité augmentent avec le taux des fibres de sisal. Le module d'élasticité a doublé dans le domaine de concentration 0, 5, 10, 15, 20, et 25%. L'augmentation du pourcentage de renforts lignocellulosiques améliore quasi systématiquement les performances mécaniques des composites bois/polymère (CBP). Cependant, une trop grande quantité de bois implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse des performances dans certains cas. Il faut aussi souligner, qu'il existe une proportion de renfort au-delà de laquelle des difficultés majeures apparaissent, notamment au niveau du mode de fabrication.

#### **1.6.1.4 L'adhésion fibre/matrice**

Les propriétés mécaniques des composites renforcés par des fibres lignocellulosiques dépendent intimement de l'adhésion interfaciale fibre/matrice [18], ce phénomène est lié au fait que les fibres végétales sont hydrophiles et polaires alors que les polymères thermoplastiques couramment utilisés pour ces composites, sont hydrophobes et apolaires. Les études menées dans ce sujet ont cherché à améliorer l'affinité entre la matrice et les fibres dans le but d'augmenter la force d'adhésion [34].

Afin d'améliorer l'adhésion entre les fibres lignocellulosiques et les matrices thermoplastiques, il est essentiel de traiter la fibre et/ou la matrice. Les différents traitements pouvant être appliqués sont généralement classés en deux catégories : physiques et chimiques.



➤ **Les traitements physiques**

Les traitements physiques modifient les propriétés structurales et superficielles des fibres et influencent surtout l'adhérence mécanique avec la matrice. Ils comprennent en particulier [34] :

- la fibrillation en surface ;
- la décharge corona ;
- le traitement par plasma froid.

➤ **Traitements chimiques**

L'utilisation de produits chimiques pour traiter les fibres naturelles et/ou la matrice permet d'améliorer les propriétés d'interface fibre/matrice. Deux voies peuvent être envisagées lors des traitements : traitement des fibres ou application d'agent de couplage [35].

**-Traitement des fibres :** Le traitement des fibres le plus couramment utilisé est la mercerisation. Ce prétraitement permet d'éliminer les constituants indésirables de la fibre, telles que la lignine, l'hémicellulose et la pectine. Ce qui entraîne des changements dimensionnels, morphologiques et mécaniques des fibres. La texturation de surface par apparition des microfibrilles donne une rugosité de surface. Ceci peut faciliter l'adhérence mécanique en plus d'une meilleure imprégnation de la résine. Cependant, l'hydroxyde de sodium sous certaines proportions a tendance à faire diminuer la cristallinité des fibres. L'amélioration de leurs propriétés mécaniques dépend étroitement de la conservation de leur cristallinité [35].

**-Application d'agent de couplage :** Les agents de couplage dans les composites à renfort naturel jouent un rôle très important dans l'amélioration de la compatibilité et l'adhésion entre les fibres naturelles polaires et des matrices polymères non-polaires. La surface de la fibre est traitée avec un composé, qui forme un pont de liaisons chimiques entre les fibres et la matrice. Les agents de couplage sont classés en trois groupes ; organiques, inorganiques et organiques-inorganiques. Les plus populaires sont les isocyanates, les silanes, et les copolymères-anhydrides modifiés, tels que le MAPP et l'anhydride acétique [35].

#### **1.6.1.5 Effet de l'humidité**

L'humidité est un point crucial qui évolue et intervient tout au long de la vie des matériaux composites due au caractère hydrophobique de la fibre. Les fibres végétales sont à l'origine très sensibles aux conditions hygroscopiques. Cette sensibilité joue un rôle important sur l'adhésion mais aussi sur les caractéristiques mécaniques et physiques du produit final. A cet égard, la résistance à l'eau de ces matériaux a pu être améliorée par la modification des fibres.

**Dhakal et al.** [36] ont étudié le comportement d'absorption d'eau et son influence sur les propriétés mécaniques des composites polyester insaturé/fibres de chanvre. Les échantillons ont été immergés dans l'eau distillée. Les résultats obtenus ont montré que le taux d'absorption d'eau pour les composites augmente avec l'augmentation du taux de fibres [30].

#### **1.6.1.6 Stabilité thermique des fibres naturelles**

Les fibres cellulosiques ont une faible stabilité thermique qui se traduit par l'exclusion de certains procédés de fabrication, et également l'utilisation limitée des matériaux composites pour les applications à basses températures. La température de mise en œuvre est donc limitée à environ de 200°C, bien qu'il soit possible d'utiliser une température plus élevée pendant de courtes périodes [37]. Des études récentes ont montré que la stabilité thermique des composites à base des fibres végétales est influencée également par la modification de surface des fibres.

**Arrakhiz et al.** [38] ont étudié l'effet de l'introduction d'une charge végétale sur la stabilité thermique et les propriétés mécaniques des composites PEBD/fibres de doum. Afin d'améliorer l'adhésion fibre/matrice, les fibres de doum ont été traitées par NaOH à une concentration de 1,6 mol/l pendant 48 heures. Les résultats ont montré une diminution de la stabilité thermique des composites avec l'addition des fibres de doum. Cet effet a été attribué à la composition chimique des charges végétales (la cellulose, les hémicelluloses, lignine, et pectines...) qui sont moins stables thermiquement que la matrice PEBD. D'autre part, les propriétés mécaniques (le module d'Young et le module en flexion) ont montré une amélioration significative avec l'ajout des fibres de doum par rapport à la matrice pure.

#### **1.6.2 Les enjeux**

L'utilisation des fibres naturelles comme renfort présente certains enjeux pour :

- Valoriser une ressource locale : les composites à fibres végétales ouvrant de nouveaux débouchés aux produits issus de l'agriculture ;
- Développer des matériaux et des technologies prenant en compte les impacts sur l'environnement et leur capacité à être intégrés dans une démarche d'éco-conception,
- Valoriser un matériau, potentiellement recyclable en fin de vie ;
- Son aspect économique, hormis la mise en place de moyen de production des fibres végétales et de fabrication des composites renforcés par des fibres végétales, le coût brut des fibres végétales est inférieur à ceux des fibres synthétiques ;
- Sa disponibilité, en mettant en place une culture contrôlée de la ressource, il est possible d'avoir un approvisionnement saisonnier et en quantité.

### 1.6.3 Application des composites à base de fibres végétales

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 (cosmétique, horticulture, électroménager, mobilier urbain, outillage...).

#### ➤ *En automobile*

L'utilisation des fibres naturelles dans les matériaux composites est de plus en plus courante, notamment, dans le secteur d'automobile où différents éléments sont fabriqués à partir des matériaux composites, pièces intérieurs automobile (36 % du marché, soit 150.000 T en 2017) [39].

Les principales applications sont les suivantes: garnissage des coffres, revêtements pour plancher, revêtement pour paroi intérieur (habillage des toits d'habitacle par la technique de contre collage/compression), revêtement pour avant et arrière, revêtement pour passage de roue, revêtements de garnissage pour plage arrière, habillage de sièges (figure 1.11), garnitures, housse, rembourrages en mousse, filtre à huile (pour la transmission), moquette de garnissage des panneaux de portières, capitonnage des panneaux de portières routières et ferroviaires, tableaux de bord (injection de granulés).



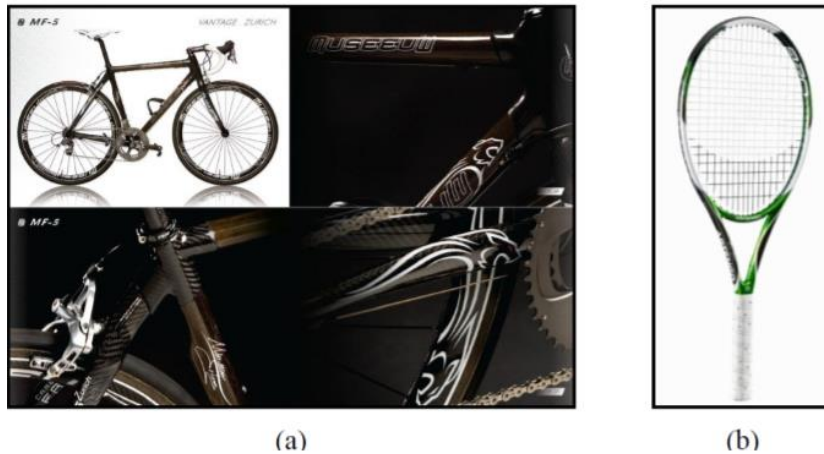
**Figure 1.11 : Habillage intérieur de portière de voiture en lin/polypropylène.**

#### ➤ *En construction*

Les matériaux composites sont utilisés de plus en plus dans le domaine de bâtiment ces dernières années, notamment pour l'isolation, le bardage et clôture (49 % du marché, soit 200.000 T en 2017) [39].

#### ➤ *Autres applications*

D'autres applications plus variées ont été envisagées comme pour la fabrication d'instrument de musique, les palettes, le mobilier (table de camping Lafuma ou chaise IKEA), même le domaine de loisir utilise également les composites dans la fabrication de différents produits comme les vélos de courses et les raquettes de tennis (figure 1.12)...etc.



**Figure 1.12 : Matériels de sport fabriqués en agro-composite renforcés par du Lin :**  
**(a) vélo de course Museeuw MF-5 et (b) raquette de tennis Artengo 820 [20].**

### 1.7 Procédés de production des matériaux composites

Il existe plusieurs méthodes d'élaboration et de mise en forme des composites, qui peuvent être regroupées en plusieurs catégories :

1. Par extrusion ; très utilisée avec les thermoplastiques ;
2. Par imprégnation ; utilisée souvent avec les tissus et les fils ;
3. Par dépôt ; pour les composites en sandwichs.

Ces techniques sont souvent suivies d'un moulage qui définit les formes du matériau. Le moulage peut être réalisé de plusieurs façons :

1. Par compression ; (à froid ou à chaud, par injection) : c'est une méthode utilisée pour les composites à fort taux de renfort pour obtenir des pièces avec des formes profondes et délicates.
2. Sous pression ; (au contact, à injection simultanée) : c'est la méthode la plus simple permettant l'obtention de pièces en grande série et à bas prix. Le taux de renfort est toutefois limité.
3. Sous vide, pour des pièces de petites et moyennes séries.
4. En continu ; les pièces obtenues sont planes ou ondulés, les composites en sandwichs sont souvent préparés par cette technique

5. Par centrifugation : technique réservée pour les formes cylindriques (tubes, tuyaux).
6. Par enroulement filamenteuse : (circonférentiel, hélicoïdal) permettant la conception de pièces cylindriques et sphériques avancées. La proportion de fibres dans le composite est assez élevée ce qui donne de hautes caractéristiques mécaniques. Par contre, cette méthode est très coûteuse [40].

## 1.8 Le polychlorure de vinyle (PVC)

Le PVC est l'une des matières plastiques les plus produites. Sa production mondiale est de 35 millions de tonnes par an, avec une progression courante de 5% [6]. Il a été synthétisé la première fois par le chimiste français Henri Victor Regnault (1810-1878) par hasard, en mettant en évidence la polymérisation par simple exposition à la lumière en 1834-1835 [6]. Il est issu principalement de deux matières premières. 57% de sel de gemme ou marine (pour l'extraction de chlore) et 43% de dérivés du pétrole. Il appartient aux polymères thermoplastiques amorphes et il se présente sous forme d'une poudre blanche. Celle-ci doit être additionnée de produits permettant sa transformation en objets finis (Principalement des additifs : stabilisants, lubrifiants, plastifiants, pigments, charges, etc...) [41]. Selon la nature et la quantité de ces additifs on distingue deux types de PVC rigide ou souple.

### 1.8.1 Obtention du PVC

Il existe plusieurs procédés industriels de polymérisation du chlorure de vinyle [42] :

- ✓ En suspension,
- ✓ En masse,
- ✓ En émulsion,
- ✓ En micro suspension

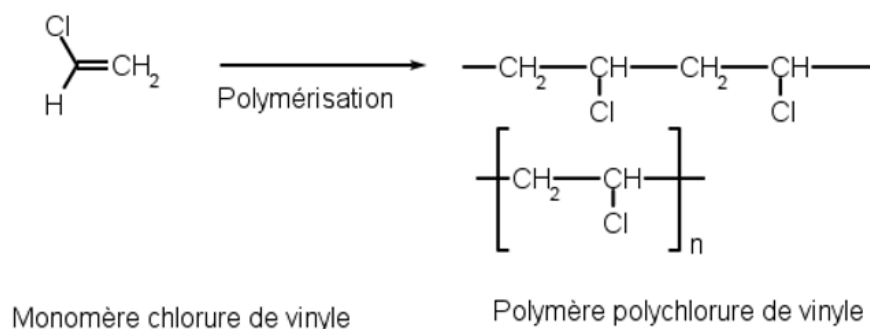


Figure 1.13 : Polymérisation de chlorure de vinyle [41].

## 1.8.2. Les adjuvants

### a. Stabilisant thermique de PVC

Les stabilisants sont destinés à retarder ou inhiber les processus responsables d'altération de la structure pendant la mise en œuvre ou l'utilisation des matériaux [43]. Ils retardent le dégagement de HCl et la formation des structures conjuguées très colorées, on les emploie en concentration en poids de 1 à 3 % [43]. L'importance des stabilisants pour la transformation du PVC (rigide ou souple) est d'avoir une stabilisation suffisante et de qualité afin d'éviter le dégagement de chlore et la dégradation à la température de travail. Il y a un bon nombre de stabilisants mis en jeu, à base de Plomb (Pb), de Calcium (Ca), de Baryum (Ba), d'étain (Sn) et de zinc (Zn) [6].

### b. Plastifiant

Un plastifiant est un solvant lourd qui incorporé aux polymères, détruit partiellement les interactions entre chaînes responsables de la cohésion mécanique et transforme un matériau initialement rigide en matériau souple, flexible.

La rigidité diminue avec la concentration en plastifiant de même que la température de transition vitreuse [43].

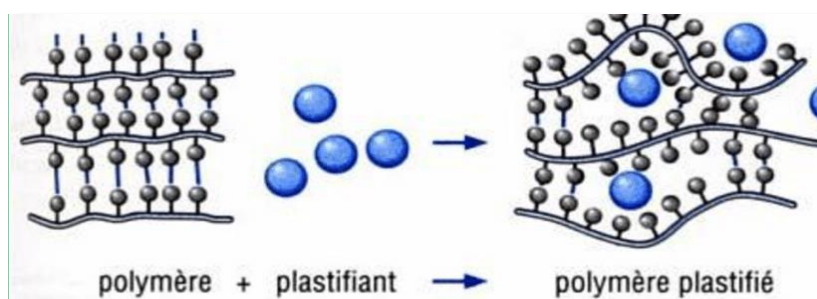


Figure 1.14 : Schématisation du mécanisme de plastification à l'échelle moléculaire [44]

### c. Lubrifiants

Il existe des lubrifiants internes, destinés à réduire le frottement du polymère sur lui-même, et des lubrifiants externes destinés à diminuer le frottement polymère-métal. Dans ce dernier cas,

l'adjuvant doit être insoluble dans le polymère et exsuder rapidement pour former une couche en surface. Les lubrifiants sont généralement utilisés en très faible concentration, souvent de l'ordre de 0.1% en masse [43].

### **1.8.3. Propriétés du PVC**

#### **1.8.3.1. Propriétés physiques**

Le PVC est un polymère essentiellement amorphe, mais il arrive que, localement, sur de courts segments de chaînes, le PVC puisse s'organiser en phase cristalline, mais le taux de cristallinité ne dépasse jamais 10 à 15 %. La masse volumique du PVC est de 1,38 g/cm<sup>3</sup>. Le PVC amorphe est transparent et relativement perméable à la vapeur d'eau [43].

#### **1.8.3.2. Propriétés mécaniques**

Le PVC offre une excellente rigidité jusqu'au voisinage de sa température de transition vitreuse. Il est fragile aux chocs à basses températures. L'addition de plastifiants diminue la température de transition vitreuse, ce qui permet de proposer un PVC souple à température ambiante [43].

#### **1.8.3.3. Propriétés chimiques**

Le PVC non plastifié résiste bien (jusqu'à 60° C) aux acides et bases ainsi qu'aux huiles, alcools et hydrocarbures aliphatiques. Par contre, il est sensible aux hydrocarbures aromatiques et chlorés, aux esters et cétones qui occasionnent un gonflement. Le PVC souple est sensible aux agents atmosphériques et à la lumière solaire [43].

#### **1.8.3.4. Propriétés électriques**

Le PVC présente de bonnes propriétés isolantes [43].

#### **1.8.3.5. Propriétés thermiques**

Le PVC (amorphe) a une température de transition vitreuse comprise entre 75 et 80° C, c'est à dire qu'à température ambiante, il est rigide et au-dessus de 90° C, il est caoutchouteux (faible résistance, grande déformation). Le PVC se décompose dans une flamme en libérant de l'acide chlorhydrique gazeux mais il est auto-extinguible. Les PVC plastifiés brûlent plus facilement [43].

#### **1.8.3.6. Propriétés dimensionnelles**

Le PVC présente une bonne stabilité dimensionnelle et un retrait limité dû à sa structure amorphe [43].

**Tableau 1.2 : Principales propriétés du PVC rigide et du PVC souple [43]**

Propriétés	Unités	PVC rigide	PVC souple
<b>Physiques</b>			
Masse volumique	g/cm <sup>3</sup>	1.38-1.4	1.3-1.7
Absorption d'eau saturation	%	0.1	
<b>Mécanique</b>			
Contrainte au seuil	MPa	45-60	10-20
Allongement au seuil	%	20-70	200-500
Contrainte de flexion	MPa	70-80	
Contrainte de compression	MPa		
Module de traction	MPa	2200-3000	
Module de flexion	MPa	2000	
<b>Thermique</b>			
Transition vitreuse Tg	°C	75-85	-10 à -40
HdT ou TFC (1.8 MPa)	°C	60-75	
Plage de température de résistance continue	°C	60	-35 à +70
Retrait au moulage	%	0.1 à 0.5	0.8 à 3
Conductivité thermique	W/m.K	0.16	0.16
<b>Electrique</b>			
Résistivité transversale	Ω.cm	10 <sup>16</sup>	1 à 100.10 <sup>12</sup>
Constante diélectrique 50 à 10 MHz		3.4	3 à 5
<b>Avantage</b>		Bonne rigidité jusqu'à 70°C Bonne stabilité dimensionnelle, auto-extinguible Alimentaire Bonne tenue chimique	Souple utilisable à basse température
<b>Inconvénients</b>		Sensible aux UV ; fragile à basse température.	Tenue chimique moins bonne que PVC rigide non alimentaire



#### 1.8.4. Domaines d'utilisations du PVC

Le PVC est utilisé pour une multitude d'applications rigides ou souples :

- canalisations (tubes et raccords) ;
- emballages (films et feuilles rigides, bouteilles et flacons) ;
- profilés (bardages, volets, fenêtres, gaines de câbles...) ;
- films et feuilles (similicuir, feuilles d'étanchéité...) ;
- revêtements de sols et de murs ;
- applications médicales (poches à sang, drains, tuyaux, alèses, gants de soins...) ;
- jouets (ballons, poupées...)
- divers (tuyaux d'arrosage, cartes de crédits, bottes et chaussures, vêtements, pièces techniques, équipements automobiles, fils électriques, articles de bureaux, papeterie, gants de vaisselles ou de jardinage etc.) [45].

Le secteur d'applications majoritaire est celui du bâtiment (70% environ), suivent ensuite le secteur d'emballage et le secteur électrique/électronique [34].

#### 1.9 Les noyaux de dattes

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est une espèce de plantes à fleurs dans la famille des palmiers *Arecaceae*, joue un rôle économique, social et écologique très important pour les populations des régions arides et semi-arides [10].

Les noyaux de dattes sont un sous-produit de l'industrie des fruits de dattes et sont normalement jetés et parfois utilisés comme aliments de bétail.

De nombreux travaux de recherche ont été consacrés à la valorisation des noyaux de dattes sous différentes formes : charbon actif [46, 47], supplément en alimentation de bétail [48], en médecine traditionnelle pour ses propriétés antimicrobienne et antivirale [49].

Le noyau de datte a une forme allongée, plus au moins volumineuse, lisse ou pourvu de protubérances latérales avec un sillon ventral, l'embryon est dorsal, sa consistance est dure et cornée [5].

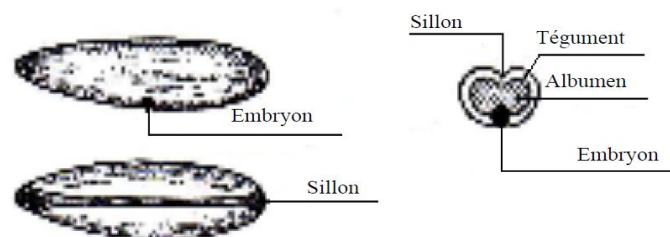


Figure 1.15 : Noyau de datte [5]

### 1.9.1 Compositions chimiques des noyaux de dattes

La composition chimique (teneur en eau, acidité grasse, protéines, sucres, matière grasse, etc.) des différents noyaux de dattes algériennes a été déterminée par **Khali M. et al.** [50] par différentes méthodes normalisées lors d'un essai de valorisation de ces noyaux par incorporation dans la farine de blé tendre commercial.

Les résultats enregistrés sont représentés dans le tableau suivant :

**Tableau 1.3 : Composition chimique des différents noyaux de dattes [50]**

Variété Paramètre	Deglet Nour	Degla Baida	Ghars	Hamraya
Taux d'Extraction (%)	76,00	75,00	65,00	60,00
Humidité (%)	08,08± 0,09	06,37± 0,04	12,42± 0,37	06,79 ± 0,02
Matière sèche (%)	91,92± 0,09	93,63± 0,04	87,58± 0,37	93,21± 0,02
Cendres (%)	01,08 ± 0,00	01,01 ± 0,05	00,80 ± 0,00	00,85 ± 0,01
Matière organique (%)	98,92 ± 0,01	98,99 ± 0,05	99,21± 0,00	99,15 ± 0,01
Protéines brutes (%)	08,59 ± 0,68	06,61 ± 0,17	06,51 ± 0,11	06,72 ± 0,29
Cellulose brute (%)	13,54 ± 1,17	16,27 ± 1,39	14,78 ± 0,60	13,94 ± 0,31
Sucres totaux hydrosolubles (%)	06,02 ± 1,24	07,09 ± 0,74	07,08 ± 0,03	07,41 ± 0,29
Matière grasse (%)	09,81 ± 1,78	08,72 ± 1,02	11,70 ± 1,76	10,39 ± 2,21
Glucides totaux (%)	66,98 ± 1,89	67,39 ± 1,59	66,21 ± 2,11	68,10 ± 0,47
pH	05,76 ± 0,07	05,91 ± 0,19	06,12 ± 0,09	05,93 ± 0,13
Acidité grasse (%)	00,03 ± 0,01	00,02 ± 0,01	00,04 ± 0,00	0,02 ± 0,00

---

## *Chapitre 2*

# *Matériaux utilisés et techniques expérimentales*

---

## Chapitre 2. Matériaux utilisés et techniques expérimentales

### 2.1 Matériaux utilisés

#### 2.1.1 Polychlorure de vinyle (PVC)

Le polymère utilisé est le PVC SE-1200 fabriqué par l'entreprise **SHINTECH** en utilisant la méthode de suspension comme méthode de polymérisation, dont les caractéristiques sont résumées dans le tableau suivant :

**Tableau 2.1 : Propriétés physico-chimiques du PVC utilisé**

Caractéristiques	Unité	Spécification	Méthode de mesure
Aspect	-	Poudre blanche	-
Indice de viscosité (K-wert)	-	70.2-72.0	DIN53726
Densité	-	0.481-0.561	ASTM D1895
Taille des particules			ASTM D1921
• Sur la maille	-	0.5max	
• Sur le pan	-	5 max	
Volatilité	%	0.3 max	ASTM D3080
Résiduel VCM	ppm	2 max	EPA 107

#### 2.1.2 Additifs du PVC

Les additifs ajoutés lors de la préparation de la matrice sont :

**a. Plastifiant :** Le plastifiant ajouté au PVC est le di-octylphtalate (DOP) ou le phtalate de di-2-éthylhexyle, fourni par l'entreprise tunisienne « société générale des plastifiants ». Sa formule brute est  $C_{24}H_{38}O_4$ , dont la structure est donnée par la figure 2.1

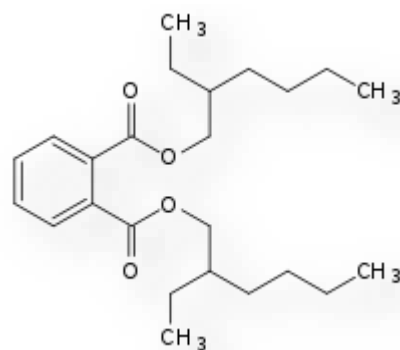


Figure 2.1 : Structure chimique du plastifiant DOP

Tableau 2.2 : Propriétés physico-chimiques du DOP

Caractéristiques	Unités	Valeurs	Norme-méthodes
Aspect	-	Huileux limpide	-
Masse molaire	g/mol	390.6	-
Masse volumique à 20°C	Kg/l	0.982-0.986	ASTM D 1298-90
Acidité	mg KOH/g	<0.1	ASTM D 1045-86
Viscosité à 20°C	Cst	75-85	ASTM D 445-88
Teneur en ester	%	99-99.8	CPG
Point d'éclaire	°C	> 190	ASTM D 93-90
Teneur en eau	ppm	≤ 1000	ASTM E 203-92
Indice de réfraction	-	1.485-1.487	ASTM D 045

### b. Le stabilisant thermique à base de Ca/Zn

Le Ca/Zn est un stabilisant non toxique avec une bonne stabilité thermique, bonne rétention de la couleur, une excellente résistance à la lumière et représente de bonnes propriétés diélectriques et mécaniques. Il est fabriqué par l'entreprise espagnole **Betaquimica** dont ces principales caractéristiques physiques sont représentées dans le tableau 2.3.

**Tableau 2.3 : Caractéristiques physiques du stabilisant thermique Ca/Zn**

Caractéristiques physiques	Unité	Spécification
Masse volumique	g/cm <sup>3</sup>	0.37
Teneur en Zn	%	2.25
Apparence	-	Poudre blanche

### c. Lubrifiant

Le lubrifiant utilisé est l'acide stéarique (lubrifiant interne C<sub>18</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub>) fabriqué par l'entreprise espagnole **Betaquimica**.



**Figure 2.2 : Structure chimique de l'acide stéarique**

Les caractéristiques de l'acide stéarique donnée par l'entreprise CABEL sont représenté dans le tableau 2.4

**Tableau 2.4 : Caractéristiques physiques de l'acide stéarique**

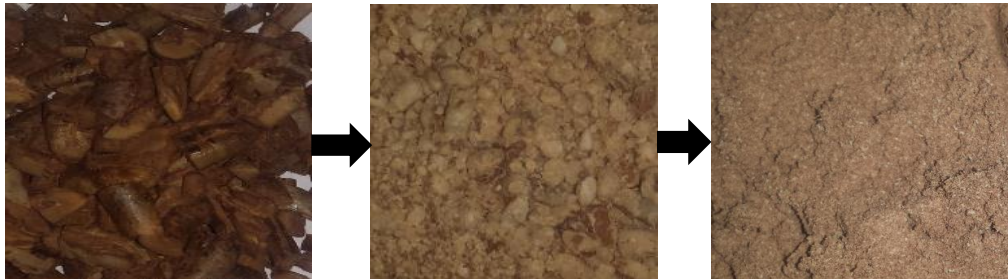
Caractéristiques	Unités	Spécifications
Indice de saponification	-	199-209
Couleur	-	2
Indice d'acide		198-208
Indice d'iode	-	3
Taux d'humidité	%	0.1

### 2.1.3 La farine des noyaux de dattes (FND)

Les noyaux de dattes collectés proviennent des dattes algériennes de variétés différentes, ces noyaux ont subi plusieurs étapes de près traitement :

- Plusieurs lavages avec de l'eau ordinaire afin d'éliminer le maximum d'impuretés.

- Séchage à l'air libre pendant 48 heures.
- Les noyaux sont concassés à l'aide d'un mortier ou d'un pilon, puis broyé à l'aide d'un broyeur électrique afin d'obtenir une poudre de granulométrie plus fine, en fin cette poudre est tamisé avec une série de tamis pour obtenir une granulométrie de 315µm.



**Figure 2.3 : Etapes du broyage des ND**

## **2.2 Techniques expérimentales**

Pour mettre en évidence les performances des matériaux composites, il est important de caractériser le renfort utilisé (fibre végétale) ainsi que les matériaux composites élaborés.

### **2.2.1 Caractérisation de la farine des noyaux de dattes**

#### **2.2.1.1 Détermination de la matière sèche et du taux d'humidité**

2g d'échantillon sont pesés ( $P_0$ ) dans un creuset en céramique de masse ( $P_1$ ) préalablement taré. Il est placé dans une étuve à 105°C pendant 24h. Le creuset est ensuite retiré de l'étuve, mis dans un dessiccateur et pesé ( $P_2$ ). La teneur en matière sèche est donnée par la formule suivante :

$$\%MS = \frac{P_2 - P_1}{P_0} * 100 \quad (1)$$

Avec :

$P_0$  : Poids de la prise d'essai.

$P_1$  : Poids du creuset vide.

$P_2$  : Poids du creuset avec le résidu.

Le taux d'humidité ( $Th$ ) est déterminé par l'expressions suivante :

$$\%Th = 100 - \%MS \quad (2)$$

### 2.2.1.2 Détermination de la matière minérale (Cendre) et de la matière organique

Le taux de cendres est déterminé selon la norme algérienne NA.732/1989 qui est en concordance technique avec la norme française NF V 03.760.

2g de la farine de noyaux de dattes sont mis dans un creuset en céramique puis incinérés dans un four à environ  $500 \pm 5$  °C pendant 1h jusqu'à combustion complète de la matière organique qui est estimée par simple différence avec le taux de cendres.

La teneur en cendres est calculée par la formule (3) :

$$\% \text{Cendre}(\text{MM}) = \frac{P_3 - P_1}{P_2 - P_1} * 100 \quad (3)$$

Avec :

$P_1$  : Poids du creuset vide.

$P_2$  : Poids du creuset avec l'échantillon.

$P_3$  : Poids du creuset contenant le résidu après calcination.

La matière organique (MO) est déterminée à partir :

$$\% \text{MO} = 100 - \% \text{Cendres} \quad (4)$$

### 2.2.1.3 Détermination de la densité de la FND

La détermination de la densité a été effectuée par la méthode pycnométrique selon la norme NFT 51063.

La densité ( $d_{\text{éch}}$ ) est déterminée par la relation (5) :

$$d_{\text{éch}} = \frac{m_2}{m_1 + m_2 - m_3} d_{\text{eau}} \quad (5)$$

Avec :

$d_{\text{éch}}$ : la densité de l'échantillon.

$m_1$  : la masse du pycnomètre plein de liquide (l'eau).

$m_2$  : la masse de l'échantillon seul.

$m_3$  : la masse du pycnomètre plein de liquide avec l'échantillon immergé.

$D_{\text{eau}}$ : la densité du liquide utilisé (l'eau).



#### **2.2.1.4 Détermination de la masse volumique apparente de la farine**

La masse volumique apparente est le rapport entre la masse de l'échantillon et son volume apparent.

La détermination de cette grandeur physique a été réalisée en utilisant une éprouvette de 5 ml en introduisant une masse (m) équivalente à un volume apparent (V) de la farine des noyaux de dattes.

La masse volumique apparente est calculée par la relation (6) :

$$\rho_{\text{app}} = \frac{m}{V} \quad [\text{g/cm}^3] \quad (6)$$

#### **2.2.1.5 Détermination de la porosité de la farine**

La porosité d'un matériau solide est définie comme étant le rapport entre le volume de l'ensemble de vide (pores) et le volume total.

Cette caractéristique est déterminée expérimentalement, en introduisant une masse (m) de la FND dans une éprouvette de volume (V=5ml) équivalente à un volume (V<sub>tot</sub>) ensuite on introduit à l'aide d'une burette un volume de méthanol (V<sub>vide</sub>) jusqu'à recouvrement total de la farine des noyaux de dattes.

La porosité est calculée avec la relation (7) :

$$\varepsilon = \frac{V_{\text{vide}}}{V_{\text{tot}}} \quad (7)$$

### **2.2.2 Préparation des composites PVC/FND**

#### **2.2.2.1 Formulation**

Des formulations à base de PVC/farine des noyaux de datte ont été élaborées par deux types de procédés de transformation à savoir le calandrage et le moulage par compression. Les procédés de préparation de plaques ont été effectués au sien de l'entreprise privée des câbles électriques « CABEL » à Alger. Les proportions du PVC, ses additifs et la composition des différentes formulations sont apportées dans les tableaux 2.5 et 2.6.

**Tableau 2.5 : La composition du PVC et ses additifs**

Produits	PVC	DOP	Ca/Zn	Acide stéarique
Quantité en partie (p)	100	30	5	1
Quantité (g)	1200	360	60	12

Avec : **1p=12g**

La résine de PVC est mélangée avec les additifs (DOP, stabilisant Ca/Zn et l'acide stéarique) figure 2.4 afin d'améliorer ces propriétés mécanique, thermique et électrique.



**Figure 2.4 : (a) PVC, (b) Acide stéarique, (c) Stabilisant Ca/Zn**

### 2.2.2.2 Mélangeur à cylindre (Dryblend)

Le PVC, le lubrifiant et le stabilisant sont bien mélangés à l'aide d'une spatule. On introduit le mélange dans la chambre d'un turbo mélangeur de marque Papenmier type LOHER. La vitesse de rotation est entre 2000 et 3000 tr/min et la température de mélange augmente par friction et lorsqu'elle atteint 80°C, on verse le plastifiant (DOP). On continue de mélanger jusqu'à ce qu'on atteigne la température de 100°C. Pour éviter la pré-gélification, on refroidit le mélange jusqu'à 40°C, puis on effectue la décharge. Le mélange à sec est appelé aussi le compound (Prémix), cette opération dure 15 min.



**Figure 2.6 : (a) La chambre du turbo mélangeur, (b) Turbo mélangeur Papenmie**

Nous préparons les différentes proportions de mélange 10 à 40 % en masse de FND et le reste de mélange à sec (le compound) préparé précédemment pour avoir 250 g pour chaque plaque, la composition des différentes formulations est représenté dans le tableau 2.6.

**Tableau 2.6 : La composition massique des différentes formulations des composites**

<b>Formulation</b>	<b>F0</b>	<b>F10</b>	<b>F20</b>	<b>F30</b>	<b>F40</b>
<b>Produits</b>					
<b>PVC (%)</b>	100	90	80	70	60
<b>Farine des noyaux de dattes (%)</b>	0	10	20	30	40



**Figure 2.5 : (a) Mélange du PVC et additifs, (b) Mélange PVC/farine des noyaux de dattes**

### **2.2.2.3 Calandrage**

Le calandrage est une méthode de mise en œuvre des plastiques. Il permet le passage de la matière thermoplastique entre deux ou plusieurs cylindres en fonte chauds parallèles. La calandre est de marque LESCUYER type A80. La température entre le land du mélange à deux cylindres est maintenue à 140°C. En premier, on a incorporé 250 g de compound qu'on a laissé se mélanger jusqu'à ramollissement, pour préparer la plaque vierge du PVC (F<sub>0</sub>) ainsi que les différentes formulations (F10, F20, F30 et F40) en prélevant sur la matière en rotation des morceaux et on les introduisant dans le vide entre deux cylindres avec une vitesse de 25 tr/min pendant un temps de 15 min.



**Figure 2.7 : La calandre LESCUYER/A80**



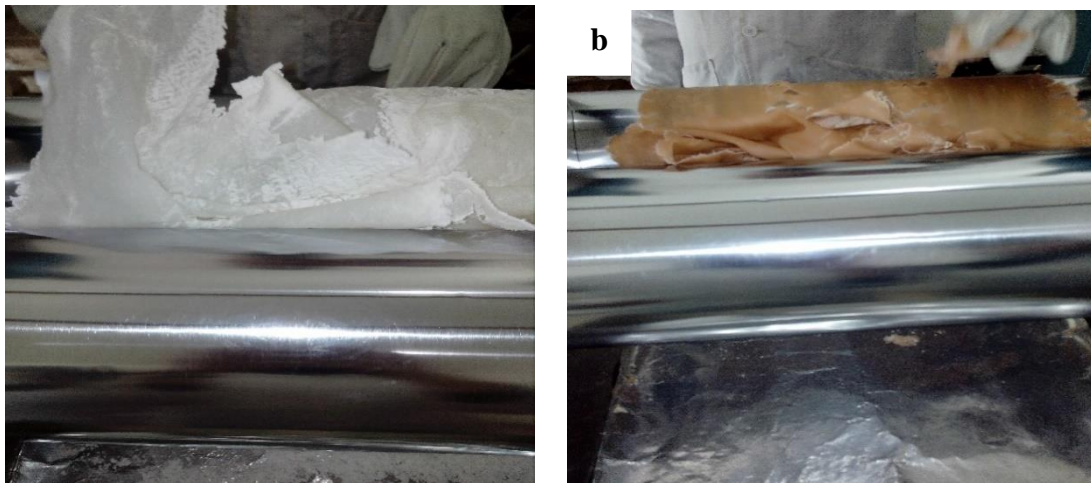


Figure 2.8 : Préparation des plaques : (a) F0, (b) F30.

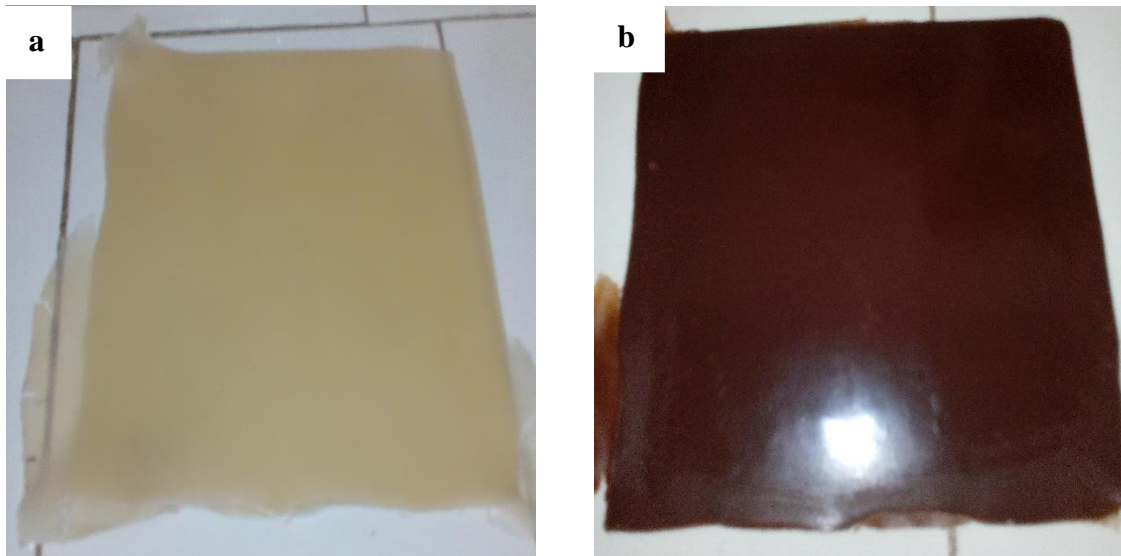
#### 2.2.2.4 Moulage par compression

Le mélange obtenu par calandrage est introduit dans les plateaux de la presse de table de marque FONTJNE à une température de 170°C, sous une force de pression de 300 KN et pendant un temps de séjour de 5 min. Un préchauffage est réalisé jusqu'à une fusion préliminaire du mélange. Afin d'éviter la présence des bulles d'air, un dégazage est effectué avant l'application de la pression finale.

Des plaques de 250×250×2 mm<sup>3</sup> sont obtenues et refroidies à température ambiante, qui serviront pour le découpage d'échantillons sous forme d'haltères et de carrés pour servir dans les différents tests de caractérisation.



Figure 2.9 : La presse de table FONTJNE

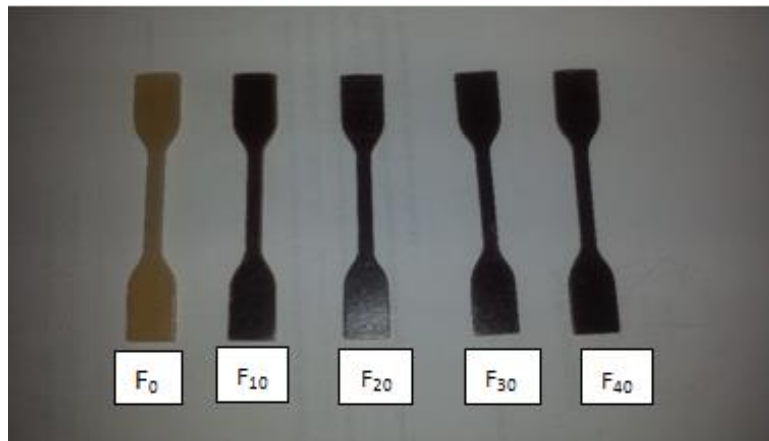


**Figure 2.10 : Les plaques (a) : F0, (b) : F20**

Le découpage des éprouvettes pour les différentes formulations a été réalisé en utilisant un emporte-pièce normalisé.



**Figure 2.11 : Emporte-pièce.**



**Figure 2.12 : Eprouvettes des différentes formulations**

### **2.2.3 Techniques de caractérisation des composites**

La caractérisation des matériaux composites élaborés est effectuée par différentes méthodes d'analyses à savoir :

- Propriétés mécaniques : test de traction et dureté shore D.
- Propriétés physiques : densité et absorption d'eau.
- Propriétés morphologiques : microscopie électronique à balayage (MEB).
- Diffraction des rayons X (DRX).
- L'analyse spectrale par infrarouge à transformé de fourier (IRTF).

#### **2.2.3.1 Propriétés mécaniques**

##### **➤ Test de traction**

L'essai de traction est mis en œuvre afin de connaître le comportement des matériaux utilisés pour cette étude. Il permet d'accéder aux propriétés élastiques de rigidité et de rupture dans les directions de sollicitation choisies pour l'essai. C'est un essai classique de caractérisation mécanique car il est simple à mettre en œuvre et permet d'accéder aux propriétés les plus intéressantes pour le dimensionnement de structure dans des cas simples [51]. Cet essai est utilisé pour la détermination des propriétés mécaniques suivantes :

- Module d'élasticité longitudinale (Module d'Young)  $E_{ii}$
- Contrainte à la rupture  $\sigma_{ii}^R$
- Déformation à la rupture  $\varepsilon_{ii}^R$

Sur un diagramme effort-déformation, on observe les phases successives suivantes [52]

**Zone OA** : domaine des déformations élastiques ou réversibles (zone parfois linéaire) si l'on cesse la charge, l'éprouvette retrouve ses dimensions initiales.

**Zone AB :** la déformation n'est plus complètement réversible. La déformation est plastique (ou permanente) homogène ; appelée aussi déformation plastique répartie. Les allongements croissent plus vite que les charges. L'allongement a lieu avec une diminution régulière de la section tout au long de l'éprouvette.

**Zone BC :** la déformation plastique se localise dans une petite portion de l'éprouvette et n'est plus homogène, c'est la striction, on aboutit à la rupture en C. les allongements croissent avec une diminution de la charge.

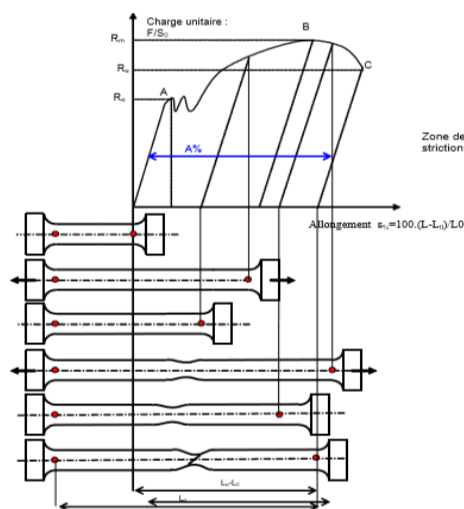


Figure 2.13 : Courbe théorique d'effort-déformation [52].

La mesure des propriétés mécaniques à la rupture des éprouvettes élaborées a été réalisée au niveau de laboratoire de l'entreprise privée des câbles électriques « CABEL » à Alger, à l'aide d'une machine de traction de marque MTS Criterion, selon la norme NFC 32-200. L'éprouvette est mise en place dans les mors d'une machine de traction. Un déplacement à vitesse constante de 50 mm/min est appliqué de manière à solliciter l'éprouvette dans une direction donnée jusqu'à la rupture de l'échantillon. La machine est reliée à un ordinateur qui effectue tous les calculs nécessaires et trace les courbes contrainte/déformation à l'aide d'un logiciel de type TXW.





**Figure 2.14 : Machine de traction**

➤ **Test de dureté shore D**

La mesure de la dureté shore D selon la norme NF T51-109 a été réalisée au niveau de laboratoire de l'entreprise privée des câbles électriques « CABEL », à Alger. L'essai consiste à soumettre un effort tendant à enfoncer l'aiguille pointue en acier (poinçon) d'un duromètre shore D, sur des plaques de  $5 \times 5 \text{ cm}^2$  d'une masse de 5g. la mesure sur le duromètre se fait entre 100 et 0 (100 dureté maximale pénétration nulle, 0 pénétration maximale). Plus le pénétrateur s'enfonce dans le matériau, plus ce dernier est mou, et plus la limite d'élasticité est basse. La pénétration se traduit par la lecture directe sur le duromètre après 15 seconds. Les essais de dureté sont très utilisés en raison de leur simplicité et de leur caractère peu destructif. Leur résultat donne un aperçu sur les propriétés de surface d'un matériau.



**Figure 2.15 : Duromètre shore D.**

### **2.2.3.2 Propriétés physiques**

#### **➤ Test d'absorption d'eau**

Ce test a été réalisé au niveau de laboratoire de génie chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique, Alger. Avant d'effectuer ce test, les éprouvettes ont été séchées dans une étuve à 105 °C pour éliminer l'humidité absorbée. Après refroidissement des éprouvettes dans un dessiccateur, on les pèse ( $m_0$ ) avec une balance analytique de précision 0.0001 gr. Ensuite on immerge les éprouvettes dans un récipient d'eau distillée à la température ambiante. Chaque 24 h, on fait un prélèvement, on enlève toute l'eau superficielle avec du papier absorbant et on pèse de nouveau les éprouvettes ( $m$ ). Ce test continue jusqu'à ce que la masse ( $m$ ) reste constante. Pour chaque formulation, trois éprouvettes ont été testées.

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

$$\Delta m(\%) = \frac{m - m_0}{m_0} * 100 \quad (8)$$

#### **➤ Détermination de la densité**

La détermination de la densité des échantillons est réalisée par l'intermédiaire de la mesure de la poussée d'Archimède exercée sur le volume d'échantillon immergé dans l'eau distillée de température connue. La densité a été déterminée en utilisant un densimètre modèle DSM au niveau de l'entreprise « CABEL ».



**Figure 2.16 : Densimètre DSM.**

### **2.2.3.3 Propriétés morphologiques**

#### **➤ Microscopie électronique à balayage (MEB)**

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électron-matière. Le MEB consiste en un faisceau d'électron balayant la surface de l'échantillon analysée par différents détecteurs permettant ainsi de reconstruire une image virtuelle de l'objet observé par MEB en trois dimensions de la surface de l'échantillon [18], les électrons incidents excitent la couche superficielle de l'échantillon et donneront naissance à des zones lumineuses alors que les creux apparaîtront plus sombres [4].

L'analyse a été effectuée par un microscope électronique à balayage de marque JEOL-6380 au centre du développement de l'électricité et du gaz (CREDEG) d'Alger.



Figure 2.17 : Microscope électronique à balayage.

#### 2.2.3.4 L'analyse DRX

L'analyse **DRX** est la méthode la plus utilisée pour déterminer avec précision à la fois la nature et la concentration des composés présents dans un système cristallin ou semi-cristallin. Elle permet la détermination des positions des atomes, des longueurs et des angles de liaison ainsi que la proximité spatiale des atomes non liés dans les matériaux capables de former des solides cristallins [3].

Cette analyse a été effectuée à l'USTHB à l'aide d'une appareil **PANalytical X'Pert PRO MPD**, en utilisant la raie  $K\alpha(\text{Cu})$  de longueur d'onde  $\lambda=1.54059 \text{ \AA}$ . La source de rayon X est un tube céramique muni d'une anode de cuivre et alimenté par un courant de 45 mV et une intensité de 40Ma.

La distance entre les feuilles est calculée à partir de la loi de Bragg [3, 4] :

$$n \lambda = 2.d.\sin \theta \quad (9)$$

Avec :

d : Distance inter-réticulaire des plans {h k l}.

$\theta$  : l'angle d'incidence du faisceau sur ces plans.

$\lambda$  : la longueur d'onde des rayons X utilisés.

n : nombre entier positif, appelé ordre de la diffraction.

- **Taux de cristallinité**

Le taux de cristallinité ( $T_c$ ) a été calculé selon la méthode empirique de Segal comme suit

$$T_c(\%) = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} * 100 \quad (10)$$

Avec :

$I_{002}$  : Représente à la fois le matériau amorphe et cristallin ;

$I_{am}$  : Représente seulement la partie amorphe.



**Figure 2.18 : Appareil DRX.**

### **2.2.3.5 Analyse spectrale par IRTF**

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTf) est une technique d'analyse simple et rapide, largement utilisée en chimie organique. Elle permet d'identifier les liaisons moléculaires spécifiques et les groupements fonctionnels présents dans la structure chimique des macromolécules [3]. C'est une technique parfaitement adéquate à l'étude du changement de la structure chimique des fibres lignocellulosiques [3].

L'analyse des différents échantillons par IRTf a été réalisée au centre de recherche nucléaire de Draria (CRND) à l'aide d'un appareil IRTf de modèle **Perkin Elmer Spectrum Two**. Des pastilles KBr ont été utilisées pour l'enregistrement des spectres des différents composés. Le traitement a été réalisé avec une résolution de  $4\text{ cm}^{-1}$  et dans la région de  $4000$  à  $400\text{ cm}^{-1}$ .



**Figure 1.19 : Appareil IRTF**

---

## **Chapitre 3. Résultats et discussion**

---

## Chapitre 3. Résultats et discussion

### 3.1 Caractérisation de la farine des noyaux de dattes

#### 3.1.1 Caractérisation physico-chimique de la farine des noyaux de dattes

Cette partie de l'étude, résume les principales caractéristiques physico-chimiques de la farine des noyaux de dattes, telles que la densité, le taux d'humidité, le taux de matière sèche, le taux de matière minérale, le taux de matière organique, la masse volumique apparente et la porosité obtenue expérimentalement.

Les différents résultats obtenus sont enregistrés dans le tableau 3.1.

**Tableau 3.1 : Caractéristiques physico-chimiques de la FND**

Caractéristiques	FND
Taux de matière minérale (MM)	00.51%
Taux de matière organique (MO)	99.49%
Taux d'humidité (Th)	12.86%
Densité ( $d_{ech}$ )	00.66
Masse volumique apparente ( $\rho_{ap}$ ) (g/cm <sup>3</sup> )	00.42
Porosité ( $\epsilon$ )	36.84%

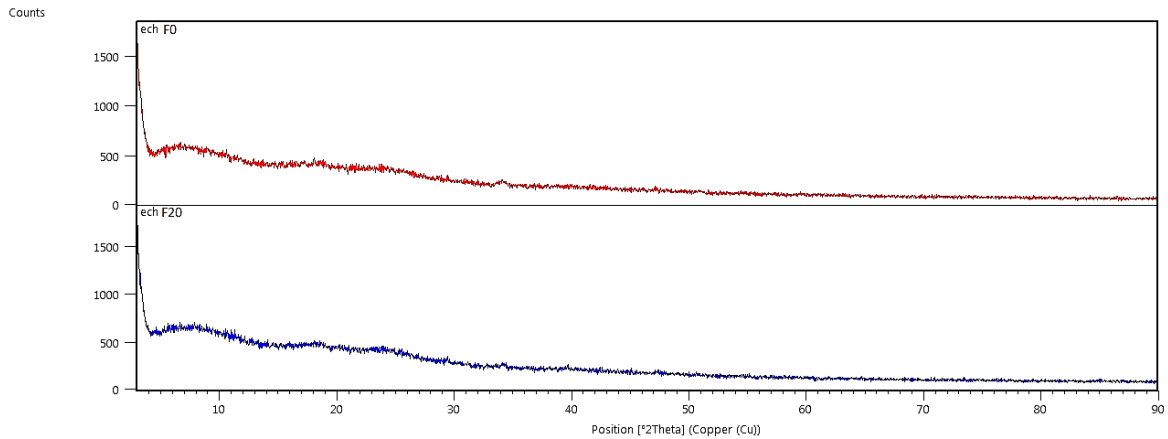
### 3.2 Caractérisation des composites

#### 3.2.1 Caractérisation par la diffraction des rayons X (DRX)

La figure 3.1 représente les diffractogrammes de la matrice PVC et du composite PVC/FND avec 20% de charge. On observe deux pics larges présents à  $2\theta = 5^\circ$  et  $8^\circ$  pour les formulations F0 et F20 respectivement. D'après cette figure on peut dire que les deux échantillons sont amorphes vue l'absence d'un pic pointu et la présence des pics larges.

D'après la littérature [4, 30, 53] le taux de cristallinité augmente avec l'augmentation du taux de charge, ce qui est expliqué par la cristallinité des fibres ligno-cellulosiques [54] ; aussi leur surface agit comme des sites de nucléation qui modifie la cinétique de cristallisation du polymère.





**Figure 3.1 : Spectres DRX du PVC et du composite PVC/FND à 20% de charge**

### 3.2.2 Analyse morphologique par microscopie électronique à balayage (MEB)

Les résultats de l'analyse MEB de la zone de fracture du PVC vierge et des composites à base de la FND sont représentés sur la figure 3.2. Pour chaque matériau deux échelles d'observation différentes ont été employées afin de montrer l'effet de l'introduction de la FND sur la dispersion et l'adhérence interfaciale entre la charge et la matrice polymère.

Pour le PVC vierge, on peut constater de la figure 3.2 (a) que la surface de la rupture est lisse et plus homogène comparant à celles des matériaux composites. La même observation a été tirée par d'autres chercheurs [4, 30, 54].

L'incorporation de 20% en masse de la FND dans la matrice PVC, décrit nettement une surface hétérogène, irrégulière, rugueuse et la présence d'agrégats de la FND de différentes tailles, totalement séparés de la matrice de polychlorure de vinyle (figure 3.2 (b)), et on remarque aussi que les fibres de la FND ne sont pas bien enrobées par la matrice, ce qui se traduit par une mauvaise dispersion de la FND au sien de la matrice. De plus la morphologie de la surface fracturée présente des vides sous forme de cavités dus au déchaussement des fibres de la matrice (figure 3.2 (d), (c)). Ce résultat peut être expliqué par la mauvaise interaction entre le renfort à caractère hydrophile et la matrice à caractère hydrophobe, donc une faible adhésion interfaciale [55].

**Bendahou et al. [56]**, ont étudié la morphologie des surfaces fracturées des composites PP/fibre de palmier et ils ont observé une mauvaise adhésion entre la fibre et la matrice, résultant de l'absence de tout contact physique entre les deux composants. D'autre part, la rupture des échantillons n'a pas permis de casser les fibres du palmier dattier.

D'après d'autres travaux de recherche [56], la faible polarité des matrices thermoplastiques (PEBD et PP) et l'énergie de surface élevée des fibres cellulosiques sont responsables du manque de compatibilité et du manque de contact entre la matrice et le renfort.

La figure 3.2 (d) et (e) représente les images MEB du composite à 30 % de charge. D'après cette figure, on voit que le faciès de rupture de l'échantillon présente plus de trous par rapport à F20. Cela est expliqué par le fait que cet échantillon (F30) est caractérisé par une augmentation du nombre et de la taille des agrégats formés par la FND par rapport à F20, ce qui se traduit par une dispersion plus faible de la fibre, due à l'incompatibilité entre la FND et le PVC. Donc on peut conclure que l'adhésion matrice/fibre diminue au fur et à mesure que le taux de charge augmente. Ces résultats sont en accord avec d'autres travaux de recherche [32, 33].

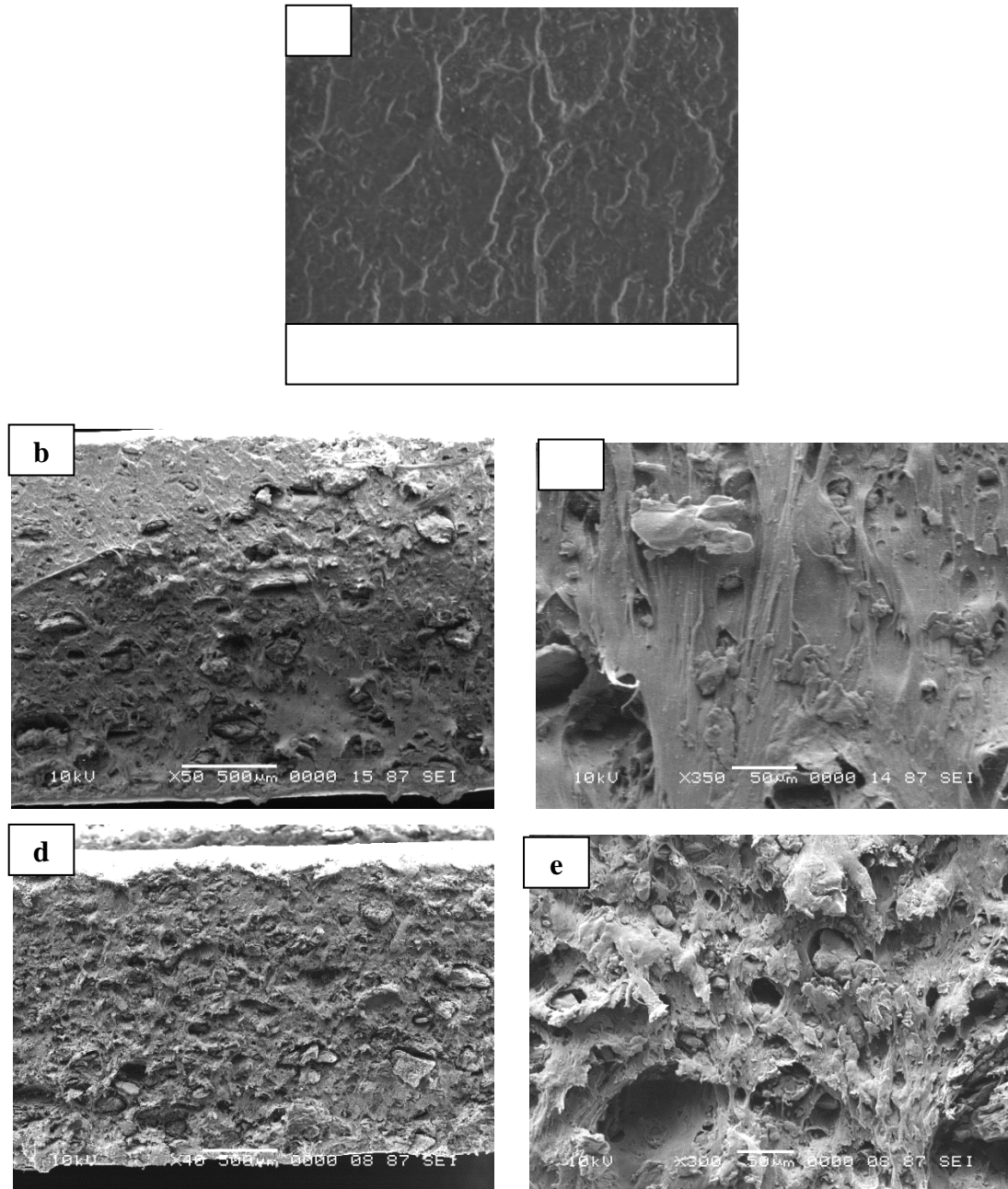


Figure 3.2 : Micrographies MEB de la surface fracturée du PVC (a) et des composites (b et c) F20 et (d et e) F30.

### 3.2.3 Spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (IRTF)

L'analyse spectrale est effectuée dans le but d'étudier les différentes interactions entre la matrice thermoplastique et les fibres ligno-cellulosiques en déterminant les différentes bandes d'absorption et en vérifiant si le nombre d'onde a changé suite à l'ajout des fibres.

La figure 3.3 (a) représente le spectre du PVC vierge. Des différentes fréquences d'absorption de ce polymère sont représentées dans le tableau suivant :

**Tableau 3.2 : Les différentes fréquences d'absorption caractéristiques pour le PVC pur [57].**

Nombre d'onde ( $\text{cm}^{-1}$ )	750 – 850	830 – 970	1200 – 1260	2850 – 2970	2970
Attributions	Elongation C-Cl	Déformation CH <sub>2</sub>	Déformation CH	Elongation CH <sub>2</sub>	Elongation CH

On voit, que le spectre obtenu (figure 3.3 : (F0)) montre que les cinq attributions citées dans le tableau 3.2 sont présentes. Un pic à  $614 \text{ cm}^{-1}$  correspond aux élongations C-Cl, aussi un pic à  $960 \text{ cm}^{-1}$  attribué au CH<sub>2</sub> de déformation ainsi que celui de déformation CH à  $1259 \text{ cm}^{-1}$  et finalement on observe la présence des pics à  $2853 \text{ cm}^{-1}$  et  $2924 \text{ cm}^{-1}$  correspondant aux élongations de CH<sub>2</sub> et CH respectivement.

La figure 3.3 représente les spectres des différentes formulations F10, F20, F30 et F40. Les attributions des fonctions chimiques pour chaque bande d'absorption qui apparait sur les spectres IRTF d'une fibre lignocellulosique sont énumérées dans le tableau 3.3.

**Tableau 3.3: Fonctions chimiques des bandes d'absorption d'un spectre IRTF d'une fibre ligno-cellulosique [4, 53].**

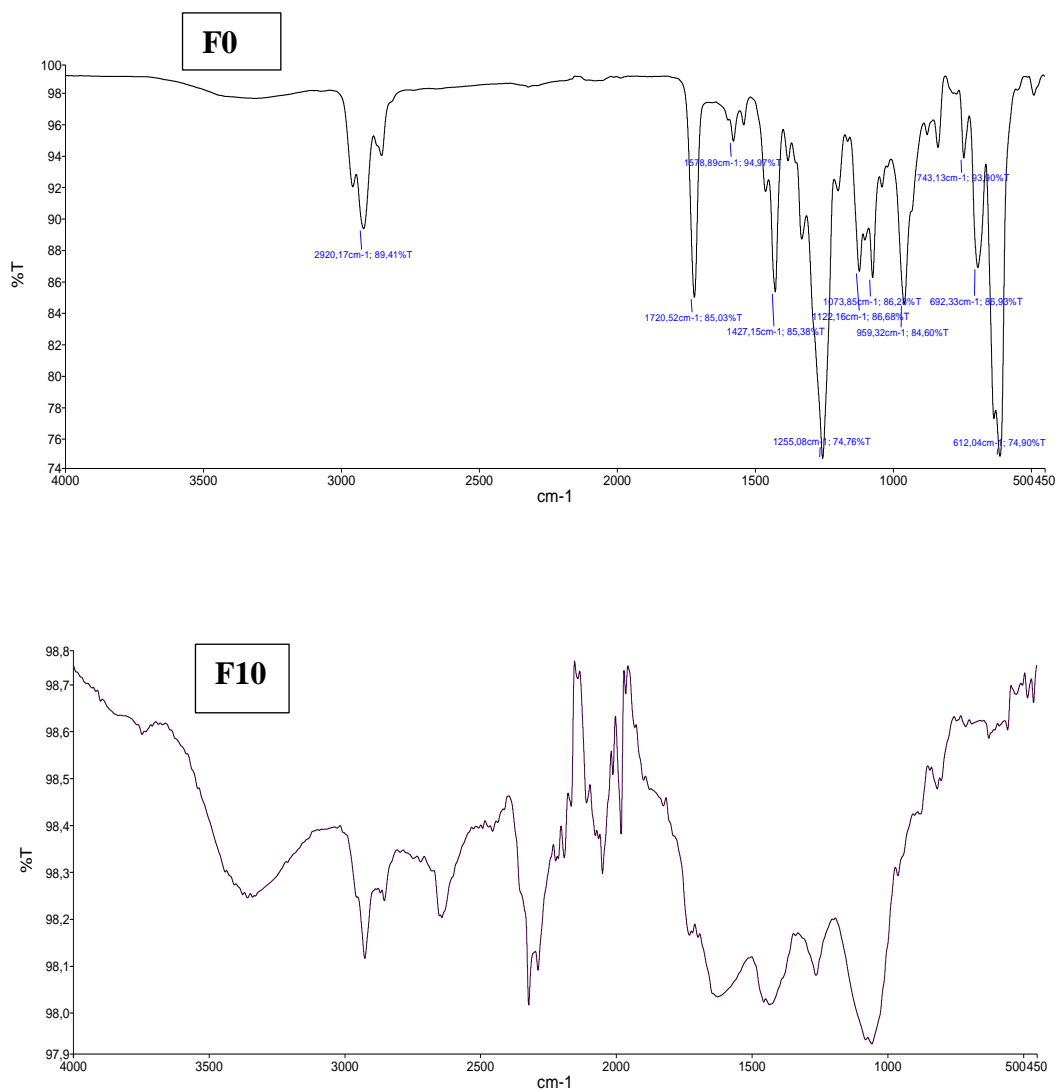
Longueur d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Type de vibration
<b>3500</b>	Vibration d'élongation des hydroxyles O–H
<b>2880-2890</b>	Vibration d'élongation asymétrique et symétrique des groupements C-H du groupe C-H <sub>2</sub>
<b>1600-1650</b>	Vibration d'élongation des hydroxyles O–H de l'eau
<b>1440-1460</b>	Vibration d'élongation du cycle aromatique
<b>1168</b>	Vibration de déformation symétrique des liaisons C–O–C de la cellulose et de l'hémicellulose
<b>1039</b>	Vibration de déformation des liaisons C–O de la cellulose

Les principaux pics d'absorption obtenus sont :

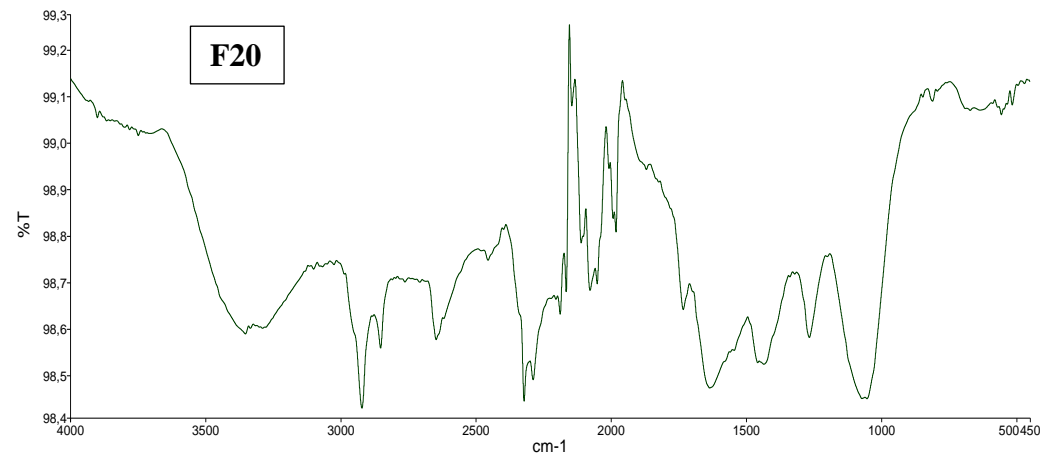
Une large bande due à la liaison hydrogène du groupement hydroxyle apparaît autour de 3500 cm<sup>-1</sup> et qui est caractéristique de la vibration d'élongation des hydroxyles O-H de la fibre. On observe la présence d'une bande entre 2880 et 2890 cm<sup>-1</sup> correspondant aux vibrations d'élongation symétrique et asymétrique de la liaison C-H du groupes (-CH<sub>2</sub>). La présence des pics entre 1600 et 1650 cm<sup>-1</sup> sont attribués aux liaisons O-H correspondant à l'eau liée contenue dans la fibre due au caractère hydrophile de la fibre cellulosique. Une bande entre 1440-1460 cm<sup>-1</sup> correspond à la présence des cycles aromatiques. Le pic à 1168 cm<sup>-1</sup> est assigné à l'élongation des groupements éthers (C-O-C) de la cellulose et de l'hémicellulose. Finalement on note l'apparition d'une bande caractéristique à 1039 cm<sup>-1</sup> qui caractérise les vibrations d'élongation des groupements (C-O) de la cellulose [30].

La comparaison entre les spectres des différents composites F10, F20, F30 et F40 (figure 3.3) montre l'apparition des mêmes pics enregistrés, à l'exception des bandes d'absorption qui sont situées entre 3200 et 3500 cm<sup>-1</sup> qui correspondent aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyles (-OH). On voit que l'intensité de cette bande augmente avec l'augmentation du taux de charge, ce qui est attribué à la présence importante de ces groupements au fur et à mesure qu'on augmente le taux de la farine, riche en ces groupements.

On a aussi constaté que les spectres IRTF des composites PVC/FND ont montré une diminution de l'intensité des différentes bandes d'absorption du PVC avec l'introduction de la FND pour les différentes formulations. Selon **MINDIVAN et al.** [58], ce résultat est expliqué par le fait que la fibre de la FND empêche les vibrations intermoléculaires.



**Figure 3.3 : Spectres IRTF des composites PVC/FND avec 10, 20, 30 et 40% de charge et du PVC vierge.**



4

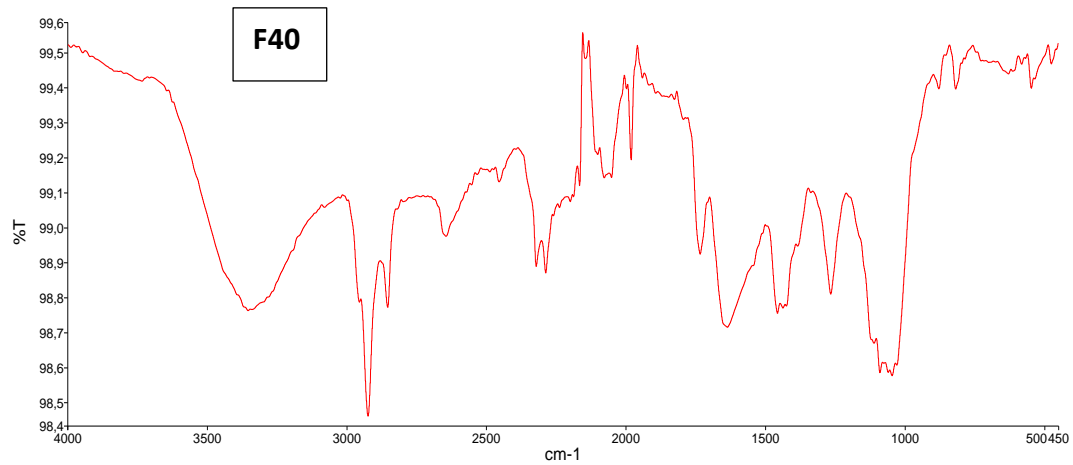
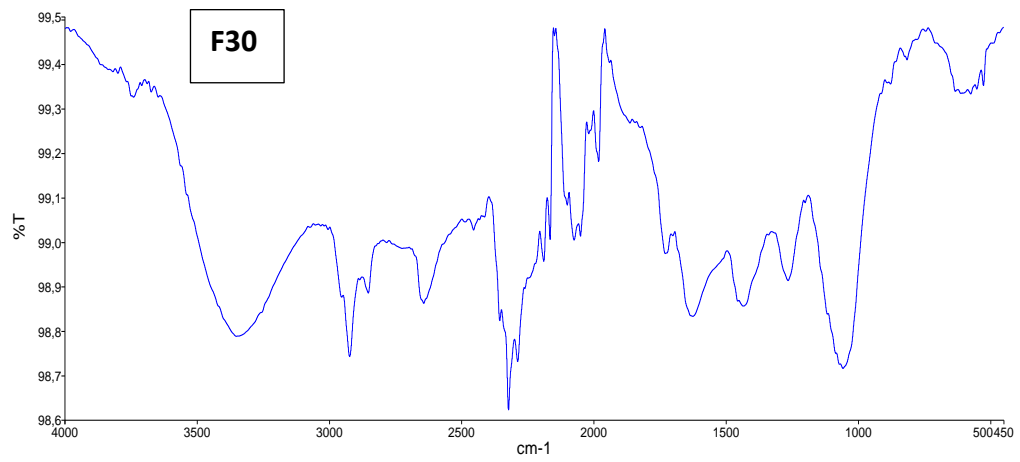
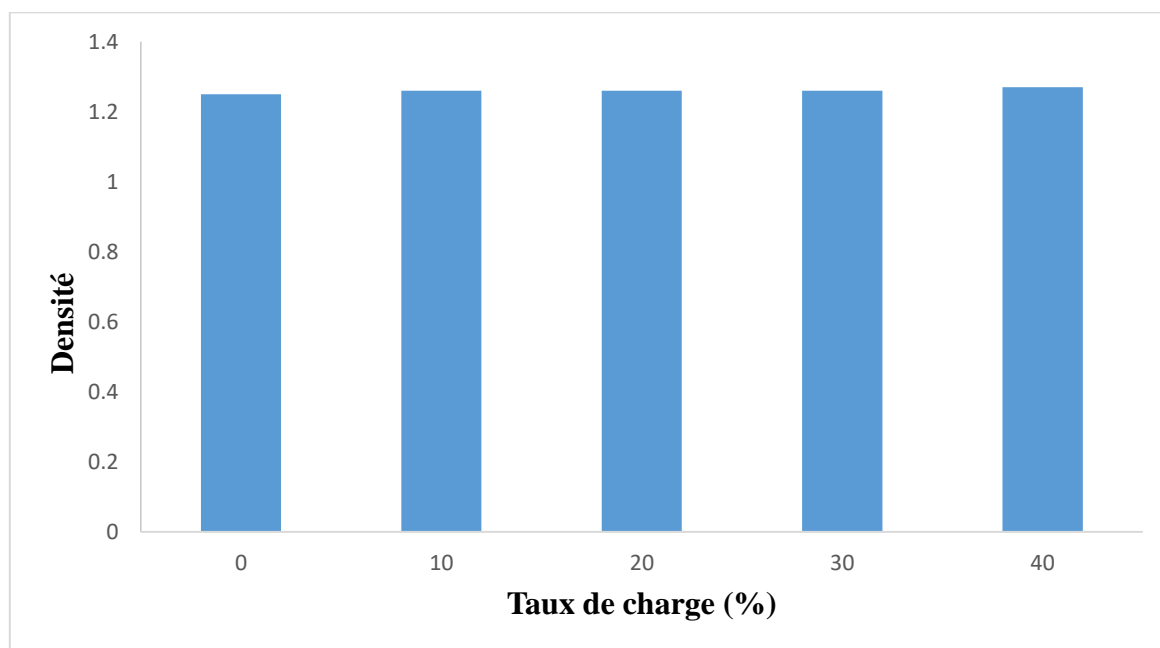


Figure 3.3 : Spectres IRTF des composites PVC/FND avec 10, 20, 30 et 40% de charge et du PVC vierge.

### 3.2.4 Test de densité

L'évolution de la densité des composites PVC/farine des noyaux de dattes en fonction du taux de charge introduite est illustrée sur la figure 3.4. Une augmentation non significative de la densité pour tous les échantillons a été enregistrée, qui est de 0.01 et de 0.02 pour les composites chargés avec 10 et 40 % respectivement, par rapport au PVC vierge. Cela est probablement dû à la faible densité des noyaux de dattes (0.66) par rapport à celle du PVC (1.25). Donc, on peut conclure que l'incorporation de la farine des noyaux de dattes n'a pas d'influence sur la densité des composites élaborés.



**Figure 3.4 : Variation de la densité du PVC et des composites PVC/FND avec 10, 20, 30 et 40 % de charge.**

### 3.2.5 Test d'absorption d'eau

La détermination du taux d'eau absorbée est un paramètre important parce que le problème majeur de l'utilisation des fibres lignocellulosiques comme charge dans les matériaux composites est leur sensibilité à l'humidité, qui provoque une diminution des propriétés mécaniques.

L'absorption d'eau par le PVC vierge et par les composites PVC/FND pour les différents taux de charge est représentée sur la figure 3.5. Il est clair que le PVC pur, enregistre une absorption d'eau négligeable qui est de l'ordre de 0.31 %. Cela, est dû à la nature hydrophobe de ce polymère.



Pour les différents diagrammes, il est observé que tous les matériaux enregistrent la même allure qui se traduit par une augmentation notable dans le taux d'absorption d'eau avec le temps d'immersion et avec l'augmentation du taux de charge en farine des noyaux de dattes. Cela est dû au caractère hydrophile des fibres de la FND tels que les groupements hydroxyles forment avec les molécules d'eau des liaisons hydrogènes. Donc plus le taux de charge augmente plus la concentration en OH des composites est élevée et le taux d'absorption d'eau devient plus important. Pour les formulations F10, F20, F30 et F40 le taux d'absorption maximum est de 2.06%, 4.37%, 7.97% et 14.97% respectivement.

Après les deux premières semaines, l'absorption d'eau diminue jusqu'à la stabilisation aux 35 eme jours d'immersion, cela est expliqué par la saturation des groupements hydroxyle de la charge [59].

L'absorption d'eau dans les composites à fibres naturelles peut se produire en raison de deux principaux mécanismes : (1) la présence des fibres naturelles, ce qui augmente le caractère hydrophile du matériau composite, et (2) la présence des particules de la charge dans la matrice perturbe l'homogénéité dans le matériau, en produisant des vides à l'interface et en augmentant la capacité de la pénétration des molécules d'eau dans le composite à travers le transport capillaire [30].

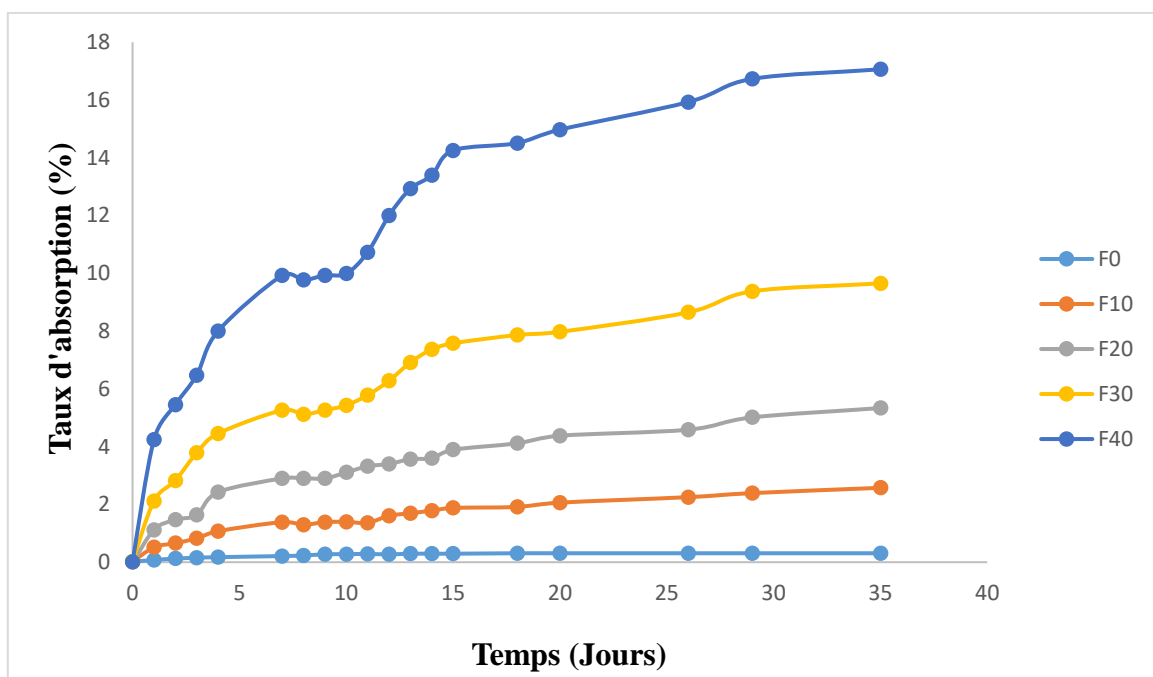
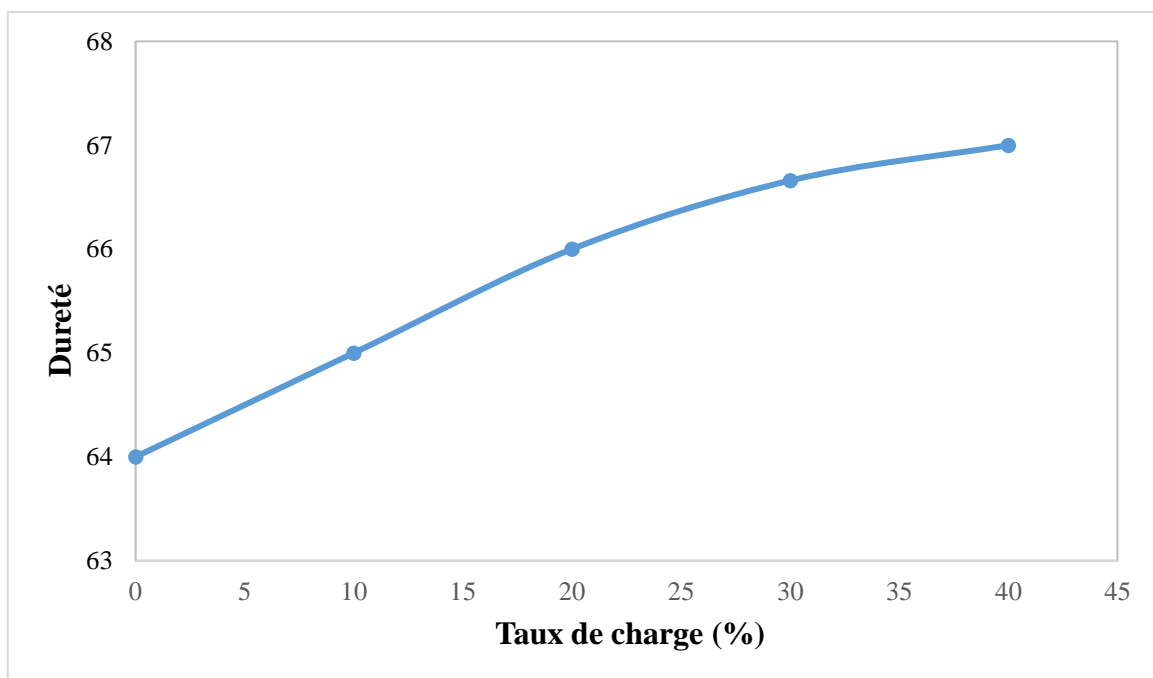


Figure 3.5 : Evolution du taux d'absorption d'eau par le PVC et des composites PVC/FND avec 10, 20, 30 et 40% de charge

### 3.2.6 Test de dureté

L'évolution de la dureté des composites PVC/FND en fonction du taux de charge est illustrée sur la figure 3.6. On remarque que la dureté augmente avec l'augmentation du taux de charge. Une augmentation de 1.56%, 3.12%, 4.15%, et 4.69% est enregistrée pour les formulations F10, F20, F30, et F40 respectivement, par rapport au PVC vierge. Ces résultats sont prévisibles, car la FND est constituée de micro-fibrilles de cellulose ce qui lui donne le caractère d'une fibre dure. Cela, engendre la difficulté de la pénétration de l'aiguille du duromètre dans le matériau composite [4, 53].



**Figure 3.6 : Variation de la dureté des composites PVC/FND avec 10, 20, 30 et 40% de charge**

### 3.2.7 Test de traction

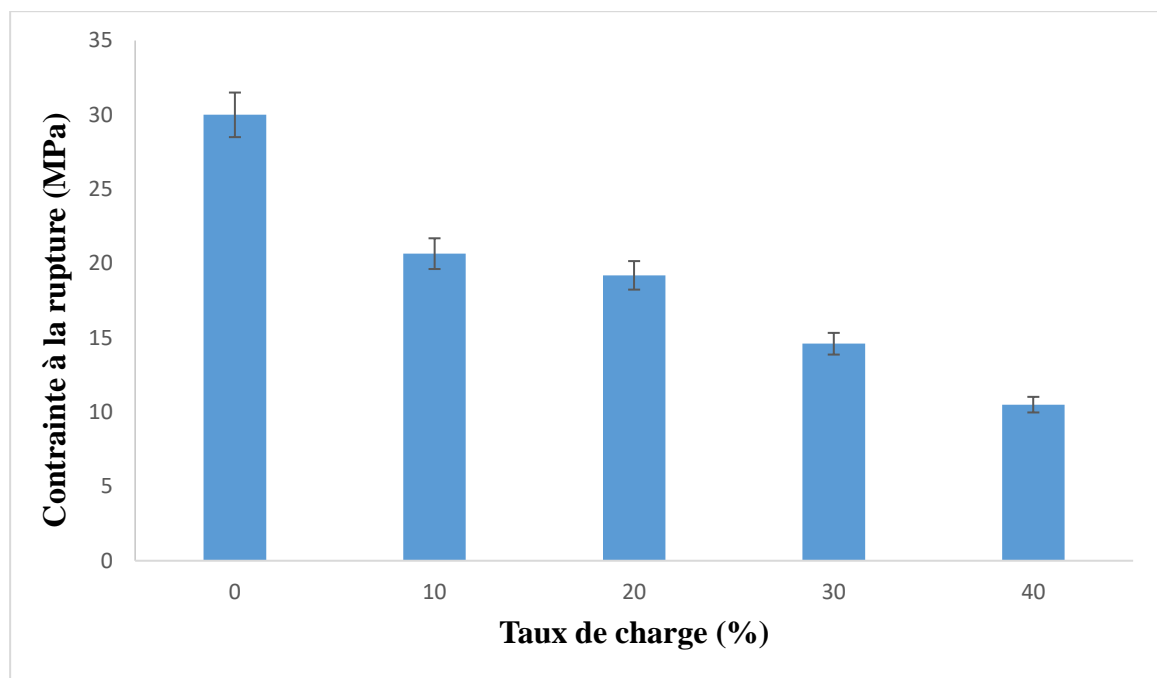
#### 3.2.7.1 Contrainte à la rupture

L'évolution de la contrainte à la rupture des différentes formulations en fonction du taux de charge est illustrée sur la figure 3.7. On constate une diminution de ce paramètre pour les composites chargés avec la farine des noyaux de dattes comparées au PVC vierge. Une baisse de 31.13%, 36%, 51.33% et 65% pour les formulations F10, F20, F30 et F40 respectivement est enregistrée par rapport à F0. Ces résultats sont prévisibles et sont en accord avec beaucoup de travaux de recherches [60, 61]. **Kaci et al.** [62] ont attribué cette baisse à la diminution de la force de liaison entre la fibre et la matrice qui obstrue la propagation d'effort. Cette diminution augmente au fur et à mesure que le taux de charge augmente, ce qui est lié à

l'incompatibilité entre la matrice polymérique et les fibres végétales, due à la présence des groupements hydroxyles hydrophiles à la surface de la fibre qui réduit l'interaction interfaciale avec la matrice polymérique à caractère fortement hydrophobe. D'autre facteur comme la longueur des fibres peut influencer les propriétés mécaniques des composites, en effet, il est rapporté que pour atteindre une valeur maximale de contrainte, la longueur de fibre doit être proche de la longueur optimale [5], Il a été démontré que plus le rapport d'aspect (longueur/diamètre) des fibres est important, meilleur est le transfert des flux d'effort au sein du matériau composite [18].

Ce résultat est prévisible d'après les images MEB de la figure 3.2 qui montre une mauvaise dispersion de la fibre sur la surface de la matrice avec l'augmentation du taux de charge.

**El-Shekeil et al.** Et **Panaitescu et al.** [32, 33] ont constaté qu'à partir d'une certaine proportion de renfort, le composite présente une mauvaise dispersion des fibres et la formation d'un matériau hétérogène ce qui conduit à une baisse des performances des propriétés mécaniques.

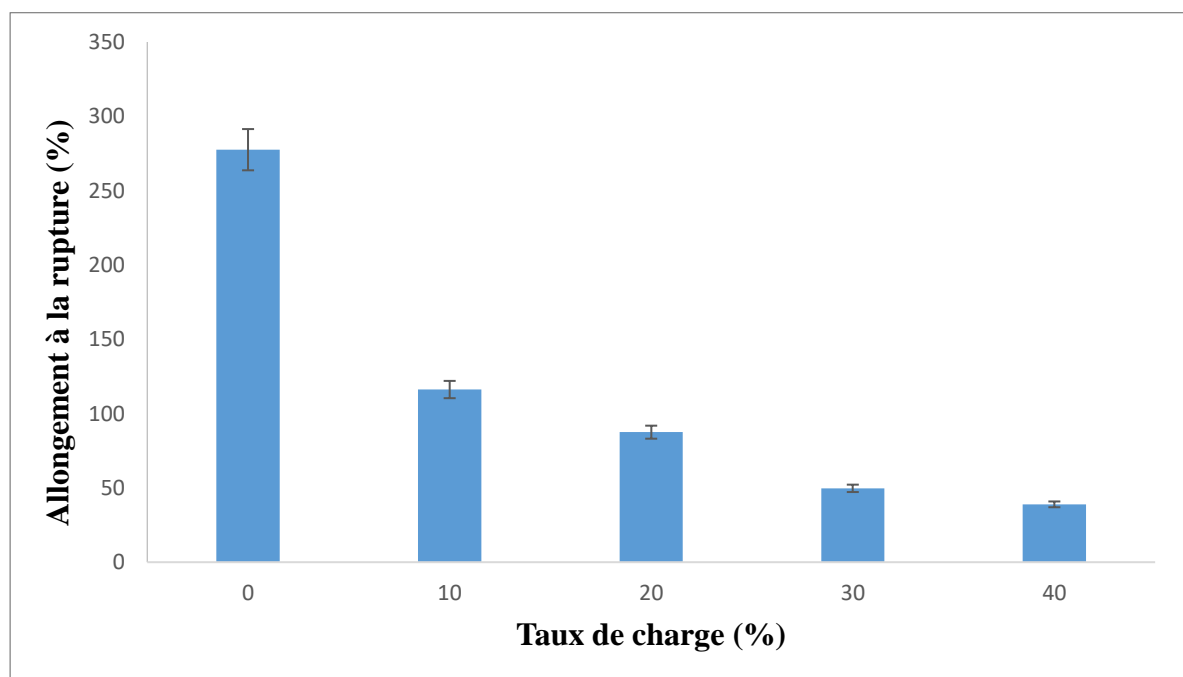


**Figure 3.7 : Evolution de la contrainte à la rupture du PVC et des composites PVC/FND avec 10, 20, 30 et 40% de charge.**

### 3.2.7.2 Allongement à la rupture

L'évolution de l'allongement à la rupture des différentes formulations en fonction du taux de charge est illustrée sur la figure 3.8. On remarque une diminution significative de 58.14%, 68.48%, 82.09% et 86% en introduisant 10, 20, 30 et 40% de la FND respectivement dans la matrice. Un effet similaire a été observé par **Nekkaa et al.** [63], **Rocha et al.** [64].

Cette diminution est principalement due à l'incorporation des fibres lignocellulosiques du caractère rigide dans la matrice PVC, ce qui réduit la mobilité des chaînes polymériques et accélère la rupture des échantillons à de faibles contraintes [38]. D'après d'autres travaux de recherches [23, 53], les fibres peuvent agir comme des défauts ou des sites fragiles qui réduisent la résistance des composites.

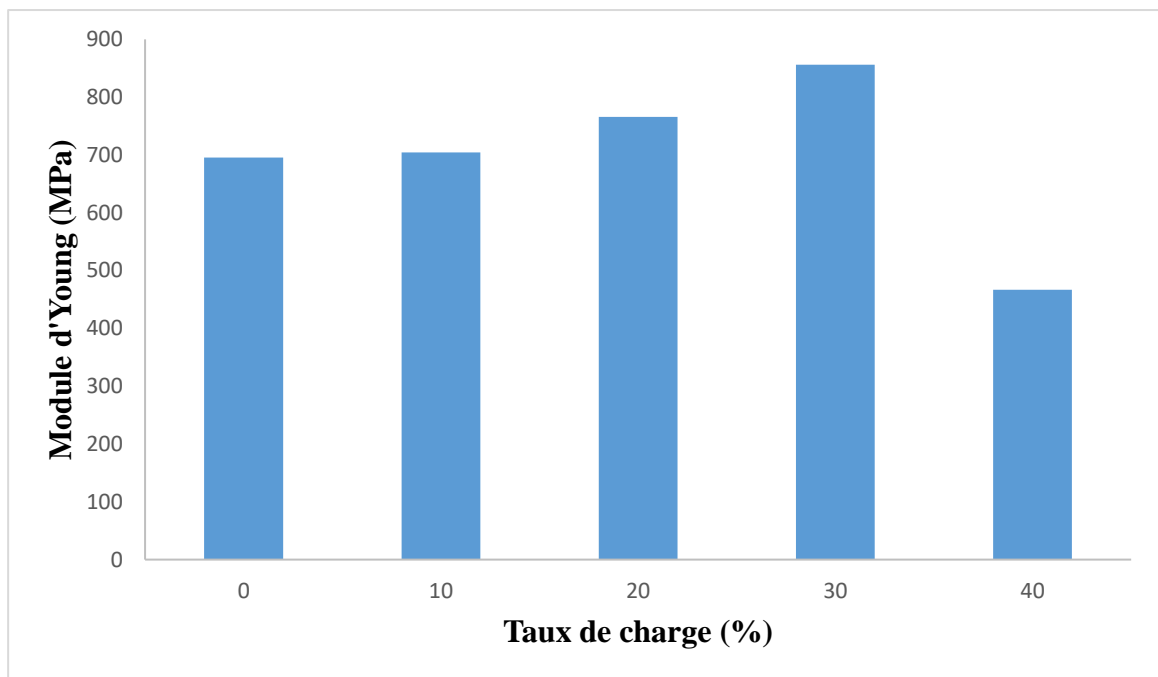


**Figure 3.8 : Evolution de l'allongement à la rupture du PVC et des composites PVC/FND avec 10, 20, 30 et 40% de charge.**

### 3.2.7.3 Module d'Young

Les résultats de l'évolution du module d'Young en fonction du taux de charge sont illustrés sur la figure 3.9. Ces résultats, montrent que l'introduction de la farine des noyaux de dattes dans la matrice PVC, augmente la rigidité des matériaux qui se traduit par l'augmentation du module d'Young avec l'augmentation du taux de charge. Cette augmentation est due à la rigidité des fibres lignocellulosiques de la FND. **H. Ihemouchen** [65], a enregistré les mêmes résultats en introduisant la farine des grignons d'olive comme charge dans le PVC.

Par contre pour la formulation F40 on remarque une diminution du module, ce qui est peut-être lié à la formation d'agrégats et à l'entassement des fibres les unes contre les autres, phénomène qui favorise la formation des défauts [26, 66].



**Figure 3.9 : Evolution du module d'Young du PVC et des composites PVC / FND avec 10, 20, 30 et 40% de charge.**

## **Conclusion générale**

Au cours de cette étude qui vise à valoriser les déchets lignocellulosiques et minimiser l'utilisation des énergies fossiles dans la production des matériaux plastiques afin de donner une bonne gestion de l'énergie, un intérêt particulier a été porté aux noyaux de dattes qui sont un sous-produit issu de l'une des richesses végétales les plus abondantes en Algérie. Ces noyaux sont utilisés comme charge pour élaborer de nouveaux matériaux composites à matrice polychlorure de vinyle avec différents taux de charge allant de 10 à 40%.

L'objectif principal de ce travail est d'étudier les différentes propriétés des composites élaborés avec ces deux matériaux.

L'étude expérimentale a été menée en trois étapes :

- La première étape consistait à élaborer les composites PVC/FND, par procédé calandrage et moulage par compression.
- La deuxième étape a été consacrée à la caractérisation physicochimique de la farine des noyaux de dattes.
- La troisième étape consistait à évaluer les propriétés mécaniques, physiques, morphologiques et structurales des composites PVC/FND élaborés.

L'analyse des résultats expérimentaux enregistrés, nous ont permis de tirer les principales conclusions suivantes :

### ➤ **Caractérisation de la FND**

Les résultats obtenus montrent que la FND a une faible densité, un taux d'humidité faible, une porosité moyenne et riche en matière organique.

### ➤ **Caractérisation des composites élaborés**

- L'analyse par diffraction des rayons X pour les formulations F0, F20 montre que ces matériaux sont amorphes.
- La caractérisation morphologique par le MEB montre une bonne dispersion de la fibre sur la matrice, mais cela est affecté en augmentant le taux de charge. Ces observations sont en accord avec les tests mécaniques (contrainte et allongement).

- L'analyse par IRTF nous a permis d'étudier séparément la structure de la matrice et celles des différents composites pour les différentes formulations et d'identifier la nature des interactions entre les différents composants.
- La densité des composites n'est pas affectée par l'incorporation de la FND dans la matrice PVC.
- L'absorption d'eau par ces composites dépend du temps d'immersion et du taux de la FND dans le matériau. Cette absorption augmente avec l'augmentation du taux de charge dans la matrice.
- L'étude des propriétés mécaniques des composites PVC/FND élaborés montre que la contrainte et l'allongement à la rupture diminue par comparaison au PVC non chargé et que la rigidité et la dureté augmente avec l'augmentation de taux de charge .

## **Perspectives**

En termes de perspective, il serait intéressant de compléter ce travail par les études suivantes :

- Améliorer l'adhésion interfaciale des composites PVC/FND par l'ajout d'un agent de couplage ou la modification chimique de la FND.
- Etudier l'effet de la granulométrie des particules de la FND sur les différentes propriétés des composites
- Etudier la recyclabilité de ces composites ainsi que leur vieillissement.



## Références bibliographiques

- [1] **LI, Jing. ZHANG, Li. Ping. PENG, Feng. BIAN, Jing.** Microwave-assisted solvent-free acetylation of cellulose with acetic anhydride in the presence of iodine as a catalyst. *Molecules*, septembre 2009. Vol 14. P 3551-3566.
- [2] **KALIA, Susheel. KAITH, Balbir. Singh, KAUR.** Cellulose Fibers: Bio- and Nano-Polymer Composites: Green Chemistry and Technology. Springer, Heidelberg mars 2011. [consulté le: 29-04-2019].  
Disponible sur : [www.springer.com](http://www.springer.com).
- [3] **EL BOUSTANI, Meriem.** Modification des fibres végétales par un procédé écologique: effets sur la microstructure et la compatibilité avec les matrices polymériques. P 207.  
Thèse de Doctorat : Sciences et Technique, Université Cadi Ayyad et de l'Université du Québec à Trois-Rivières : 2016.
- [4] **NEDJMA, Samira.** Effet du désencrage et du traitement de surface sur les propriétés physico-mécaniques et thermiques des composites PVC/fibres de papier de journal. P 102  
Mémoire de Magister : génie des procédés, Université de Bejaia-2010.
- [5] **TOUPE, Jean Luc.** Optimisation des propriétés mécaniques de composites à base de fibres naturelles : Application à un composite de fibre de lin avec un mélange de polyéthylène/polypropylène d'origine postconsommation. P 191.  
Thèse de Doctorat : génie chimique, Université de LVAL : 2015.
- [6] **AGASSANT, Jean- François,** ABC plastique. Technique de l'ingénieur, Paris, 2012 ,267p. technique de l'ingénieur plastique et composites T1100. 22750.
- [7] **GREGORY, Morris.** PVC polychlorure de vinyle. [en ligne]. Publié le 07/02/2017 [consulté le 7.04.2019].  
Disponible sur « <https://www.info-chimie.fr/pvc-polychlorure-de-vinyle,79682> »
- [8] **RABHI, Meziane.** Le potentiel du marché algérien du plastique est considérable [en ligne].[ consulté le 7.04-2019].  
disponible sur « <https://www.liberte-algerie.com/actualite> ».
- [9] **S.A.M,** l'agriculture : valoriser les sous-produit des dattes. [En ligne]. Publié le 20-03-2016, [consulté le 7-04-2019].  
disponible sur : « <http://www.elmoudjahid.com/fr/actualites/92032> »

- [10] **BOUSSENA, Zahida. KHALI, Mustapha.** Composés bioactifs : Extraction et composition chimique d'huile de noyaux de dattes algériennes. *Société algérienne de nutrition*, Décembre 2016. Vol 05. P 100-106.
- [11] **BOUDJEMA, Hayet Latifa.** Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables. 127 p.  
Thèse de Doctorat : sécurité industrielle et environnement, Université d'Oran 2 Institut de Maintenance et de sécurité Industrielle .2016.
- [12] **MAYER, Nathalei.** Matériau composite à matrice métallique. [En ligne]. [Consulté le 06.03.2019].  
Disponible sur : « <https://www.futura-sciences.com> ».
- [13] **Différents types de matières plastiques.** [En ligne]. [Consulté le 04.05.2019].  
Disponible sur : « [http// : cap-sciences.net/upload/differents\\_plastiques](http://cap-sciences.net/upload/differents_plastiques) ».
- [14] **F. BENYOUB.** Généralités sur les polymères. [En ligne]. [Consulté le 05.04.2019].  
Disponible sur « <http://dspace.univ-tlemcen.dz/bitstream/112/1084/6/chapitre1.pdf> ».
- [15] **GORNET, Laurent.** Généralités sur les matériaux composites, Engineering school. 2008. [En ligne]. [Consulté le 26.03.2019].  
Disponible sur : « <https://cel.archives-ouvertes.fr/cel-00470296v1> ».
- [16] **YAHIAOUI, Lamia.** Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss). 93 p.  
Mémoire de Magistère : Mécanique appliquée, Setif Université Ferhat Abbas- 2011).
- [17] **MEIRHAEGHE, Clément.** Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France. Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie (ADEME), Mars 2011, hôtel de Bureaux 2. Troyes. Fibres recherche développement.
- [18] **LEPETIT, Amaury.** Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène. 147 p.  
Thèse de Doctorat : Chimie appliquée – chimie des substances naturelles, Université de Limoges-2017.
- [19] **NENONENE, Amen Yawo.** Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bio-adhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage. 179 p.  
Thèse de Doctorat : Sciences des Agro-ressources, L'Institut National Polytechnique de Toulouse-2009.

- [20] **ILCZYSZYN, Florent.** Caractérisation expérimentale et numérique du comportement mécanique des agro-composites renforcés par des fibres de chanvre. 330 p.  
Thèse de Doctorat : Systèmes Mécaniques et Matériaux, Université de technologie de Troyes-2013.
- [21] **SEDAN, David.** Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite.128 p.  
Thèse de Doctorat : Matériaux Céramiques et Traitements de Surface, Université de Limoges-2007.
- [22] **KARRAY, Mayssa.** Caractérisation des propriétés mécaniques et électriques des matériaux composites par méthode holographique numérique 3D et analyse diélectrique.187 p.  
Thèse de Doctorat : Acoustique, Université du Maine-2012.
- [23] **DO THI Vi Vi.** Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non. 182 p.  
Thèse de Doctorat : Matériaux Polymères et Composites, université de Grenoble -2011.
- [24] **BERRIMA, Besma.** Etude structurale et chimique de la lignine d'Alfa et sa valorisation comme macro-monomère et/ou précurseur du charbon actif.152 p.  
Thèse de Doctorat : Chimie, Université Grenoble Alpes-2015.
- [25] **GEHRING, Florian.** Etude du comportement mécanique et de l'endommagement de composites thermoplastiques renforcés de fibres courtes de chanvre : Approche expérimentale et modélisation.151 p.  
Thèse de Doctorat : Mécanique et Energétique, Université de lorraine-2013.
- [26] **RAGOUBI, Mohamed.** Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne.163p.  
Thèse de Doctorat : Sciences pour l'ingénieur mention Bois et Fibres, Université Henri Poincaré Nancy 1-2010.
- [27] **DUJARDIN, Nicolas.** Un matériaux bio-source de choix : les fibres naturelles. Caractérisations et applications : 25èmes Journées Scientifiques de l'Environnement-l'économie vert en question, université Paris-est-Créteil, Journées Scientifiques de l'Environnement. 18-20 février 2014. < hal-00978360>
- [28] **NABINEJAD, Omid. SUJAN, Debnath. RAHMAN, M. Ekhlasur. DAVIES, Ian. J.** Effect of oil palm shell powder on the mechanical performance and thermal stability of polyester composites. *Materials and Design*, Janvier 2015, Vol. 65. P 823–830.

- [29] **ASHORI, Alireza ET NOURBAKHS, Amir**, Reinforced polypropylene composites: Effects of chemical compositions and particle size. *Bio-resource Technology*, Avril 2010. Vol 101. P 2515–2519.
- [30] **BOUHANK, Salim**. Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne : Formulations et caractérisations.130 p.  
Thèse de Doctorat : Génie des Procédés, Université Ferhat ABBAS –Sétif 1-2017.
- [31] **KLASON, C. KUBAT, J. STRÖMVALL, H.E**, The efficiency of cellulosic fillers in common thermoplastics. Part 1 Filling without processings aids or coupling agents. *Inter. J. Polymeric Mater.* Mars 1984. Vol 10. P 159-187.
- [32] **EL-SHEKEIL, Yousuf.Ali. SAPUAN, S.M. JAWAID, Mohamed, O.M. AL-SHUJAA**. Influence of fiber content on mechanical, morphological and thermal properties of kenaf fibers reinforced poly (vinyl chloride)/thermoplastic polyurethane poly-blend composites. *Materials and Design*, Février 2014. Vol 58. P 130–135.
- [33] **PANAITESCU, M.Denis. IORGA, Michaela. VULUGA, Zina. DONESCU, Dan. DAN, Maria. SERBAN, Sever ET FLOREA, Dorel**, L'effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matières plastiques. *Revue Roumaine de Chimie*, Avril 2007. Vol 52. P 409–414.
- [34] **AUGIER, M. Laurent**. Etude de l'élaboration de matériaux composites PVC/bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité.235p.  
Thèse de Doctorat : Sciences des Agroressources, Institut national polytechnique de Toulouse-2007.
- [35] **BOUZOUITA, Sofien**. Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel.168 p.  
Thèse de Doctorat : Génie Des Matériaux, l'École Centrale de Lyon-2011.
- [36] **DHAKAL, Hom. ZHANG, Zhongyi ET RICHARDSON, Melvin.O.W.**. Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composites Science and Technology*, (2007), Vol.67. P 1674–1683
- [37] **JAWAID, Mohamed. KHALIL, H.P.S. ABDUL**. Cellulosic/synthetic fibre reinforced polymer hybrid composites: A review. *Carbohydrate Polymers*, Aout 2011. Vol 86. P 1– 18.

- [38] **ARRAKHIZ, Fatima.Z. ELACHABY, Mounir. MALHA, Mustapha. BENSALAH, Mohamed, Ouadi. FASSI-FEHRI, Omar. BOUHFID, Rachid, K. BENMOUSSA ET A. QAISS.** Mechanical and thermal properties of natural fibers reinforced polymer composites: Doum/low density polyethylene. *Materials and Design*, Janvier 2013, Vol 43. P 200–205.
- [39] **GÉRADON, Célinen.** Bio-composites : un marché en développement. [En ligne]. [Consulté 04.04.2019]  
Disponible sur : « <https://valbiomag.labiomasseenwallonie.be/news/biocomposites-un-marche-en-developpement> ».
- [40] **El Hadji Babacar LY.** Nouveaux matériaux composites thermo-formables à base de fibres de cellulose. 215 p.  
Thèse de Doctorat : sciences et génie des matériaux, institut national polytechnique de Grenoble-2008.
- [41] **BELCADHI, Ferial.** L'essentiel à savoir sur le PVC. [En ligne]. [Consulté le : 25.02.2019].  
Disponible sur : « <https://www.usinenouvelle.com/expo/guides-d-achat/l-essentiel-a-savoir-sur-le-pvc-313> »,.
- [42] **BOUTAMINE Mimi, RAHAL Abir.** Etude Mécanique thermique et Economique de quelque Mélange à base de PVC Proposé par l'ENICAB de BISKRA.53p.  
Mémoire de Magistère : Génie des Procédés, Université de BISKRA-2013.
- [43] **P. Trotignon, J. Verdu, A. Dobraczynski, M. Piperaud,** *Matières plastiques : structures-propriétés, mise en œuvre, normalisation*, Paris : NATHAN 1996. 230 p. ISBN : 2-12-425031-0.
- [44] **Research Gate.** Mécanisme de plastification à l'échelle moléculaire. [en ligne],[ consulté le : 06.03.2019].  
Disponible sur : « <https://www.researchgate.net> ».
- [45] **Groupe de travail PVC.** *PVC en question* », CES, Paris (1998).  
Disponible sur : <http://dechetsbtplr.free.fr>.
- [46] **ALHAMED, Yahia.A.** Adsorption kinetics and performance of packed bed adsorber for phenol removal using activated carbon from dates' stones. *J. Hazard. Materials*. Juin 2009. Vol 170. P 763-770.
- [47] **EL NEMER,Ahmed. KHALED, Azza. ABDELWAHAB, Ola. EL-SIKAILY, Amany.** Treatment of wastewater containing toxic chromium using new activated carbon developed from date palm seed. *J. Hazard. Materials*. Juin 2007. Vol 152. P 263-275.

- [48] **HUSSEIN, A.S. ALHADRAMI, Ghaleb.A.** Effect of Enzyme Supplementation and Diets Containing Date Pits on Growth and Feed Utilization of Broiler Chicks. *Agricultural and Marine Sciences*.2003. Vol.8. P 67-71.
- [49] **HAMADA, Jamel. HASHIM, Isameldin. SHARIF, F.A.** Preliminary analysis and potential uses of date pits in foods. *Food Chemistry*. 2002. vol.76, pp. 135-137.
- [50] **KHALI, Mustapha. BOUSSENA, Zahida. BOUTEKRAT, linda.** Effet de l'incorporation de noyaux de dattes sur les caractéristiques technologiques et fonctionnelles de la farine de blé tendre. *Nature & Technology- B- Sciences Agronomiques et Biologique*. Janvier 2015. Vol 12. P16-26.
- [51] **BRAULT, Romain.** Étude du comportement mécanique des matériaux composites par corrélation volumique : Application à l'analyse des effets du cisaillement transverse.195 p.  
Thèse de Doctorat : mécanique des matériaux, Université de Toulouse-2013.
- [52] **Essai de traction. Doc 2010.** [Consulté 17/03/2019].  
Disponible sur : <https://meefi.pedagogie.ecnantes.fr/MEF/MIAS/treillis/doc/Essai-de-Traction.pdf>.
- [53] **DAIRI, Badrina.** Effet de la taille des fibres lignocellulosiques sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites polychlorure de vinyle/farine de bois.103 p.  
Mémoire de Magistère : génie des procédés, université Abderrahmane Mira de Bejaïa, 2010.
- [54] **AVENAS, Pierre.** Le rôle de la cristallinité dans la mise en forme des polymères. *Journal de physique*, juin 1978. Tome 39, p C2-37.
- [55] **ARDJOUR, Nadjet . AMRI Fouzia.** Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base d'une matrice biodégradable renforcée par la fibre de bois issue des déchets de menuiseries. 63 p.  
Mémoire de Magistère : génie des procédés, Université Abderrahmane Mira de Bejaïa-2010.
- [56] **BENDAHOU, Abdelkader. HABIBI, Youssef. KADDAMI, Hamid et DUFRESNE, Alain.** Matériaux composites à base des fibres ligno-cellulosiques et de matrices thermoplastiques (PP et PEBD). *Revue Roumaine de Chimie*, mars 2009. Vol 54. P557-563.

- [57] **MAHARBI, Abdelkader.** Etude du comportement des films polymériques à base de polystyrène et des mélanges (PVC/PS). 59 p.  
Mémoire de Master : Chimie Fondamentale et Appliqué, Université Med Khider Biskra-2014.
- [58] **MINDIVAN, F. GOKTAS, M.** Green synthesis of Reduced Graphene Oxide (RGNO) / Polyvinylchloride (PVC) composites and their structural characterization. *Materials Research*. Octobre 2018. Vol 8. P 143-151.
- [59] **DURIER, Anne-lise.** Contribution à l'étude de l'interaction contraintes-diffusion dans les polymères. 146 p.  
Thèse de Doctorat : mécanique et matériaux, université arts et métiers ParisTech. 2008.
- [60] **OUSSAD, Ali. MOALI, Hiba.** Elaboration et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de PVC et farine de bois rouge et chêne zeen. 39p.  
Mémoire de Master : Sciences de la matière, Université mouloud Mammeri de tizi-ouzou-2017.
- [61] **M. STARK, Nicole. E. ROWLANDS, Robert.** Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites. *Wood and Fiber Science*. Mars 2002. Vol 35. p167-174.
- [62] **KACI, Mustapha. DJIDJELLI, Hocine. BOUKERROU, Amar. ZAIDI, Linda.** Effect of wood filler treatment and EBAGMA compatibilizer on morphology and mechanical properties of low density polyethylene/olive husk flour composites. *Express Polymer Letters*. Mars 2007. Vol 65. P 467–473.
- [63] **NEKKA, Soraya. GUESSOUM, Melia. GRILLET, A. C. et HADDAOUI, Nacerddine.** Mechanical properties of biodegradable composites reinforced with short Spartium junceum fibers before and after treatments. *International Journal of Polymeric Materials*. Decembre 2012. Vol 61. P 1021–1034.
- [64] **ROCHA, Nuno. KAZLAUCIUNAS, Algy. GIL, Helena. M, GONÇALVES, Pedro et J.T. GUTHRIE,** Poly (vinyl chloride)–wood flour press mould composites: The influence of raw materials on performance properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. Mai 2009. Vol. 40. P 653–661.
- [65] **IHEMOUCHENE née BENMERAD, Chadia,** effet du traitement de surface sur les propriétés physico-mécaniques et thermique des composites polyéthylène haute densité/ farine de grignon d'olive.  
Mémoire de Magistère : génie des procédés, Université Abderrahmane MIRA Bejaia-2009.

- [66] **HAMDY, Ibrahim. FARAG, Mahmoud. MEGAHED, Hassan. MEHANNY, Sherif.** characteristics of starch-based biodegradable composites reinforced with date palm and flax fibres. *Carbohydrate polymers*. Aout 2013. Vol 101. P 11-19.



