

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

**Etude de l'effet du traitement chimique de la farine des
noyaux de dattes sur les propriétés physico-mécaniques des
matériaux PVC/FND.**

Islam KHALFI

Walid ASSILI

Sous la direction de Mme Samira SAHI

MCB (ENP)

Présenté et soutenu publiquement le (06/09/2020)

Composition du jury :

Présidente	Mme F. KIES	MCA	ENP
Promotrice	Mme S. SAHI	MCB	ENP
Examineurs	Mr R. BOUARAB	Professeur	ENP
	Mr T.AHMED-ZAID	Professeur	ENP

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

**Etude de l'effet du traitement chimique de la farine des
noyaux de dattes sur les propriétés physico-mécaniques des
matériaux PVC/FND.**

Islam KHALFI

Walid ASSILI

Sous la direction de Mme Samira SAHI

MCB (ENP)

Présenté et soutenu publiquement le (06/09/2020)

Composition du jury :

Présidente	Mme F. KIES	MCA	ENP
Promotrice	Mme S. SAHI	MCB	ENP
Examineurs	Mr R. BOUARAB	Professeur	ENP
	Mr T.AHMED-ZAID	Professeur	ENP

Dédicaces

En signe de respect et de reconnaissance, je dédie ce modeste travail à :

- ✍ Mes chers parents qui, moralement et financièrement, ont été toujours présent au moment où j'avais besoin d'eux.
- ✍ Mon cher grand frère **Saber** et **Imene**, ma très chère sœur.
- ✍ Mes amis et frères, **Toufik** et **Yanis**, pour leurs encouragements, leur disponibilité et leurs précieux conseils.
- ✍ Mes frères d'armes, membres du groupe **C19**.
- ✍ Tous mes amis chacun en son nom.
- ✍ Toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.
- ✍ Mon binôme **Walid**.

Islam KHALFI.

Dédicaces

En signe de respect et de reconnaissance, je dédie ce modeste travail à :

- ✍ Mes chers parents qui m'ont donné la vie, la tendresse, l'amour et le courage pour réussir, je vous offre ce modeste travail afin de vous remercier pour tous les sacrifices que vous avez faits et l'affection que vous m'avez donnée. Que Dieu vous protège et vous accord son vaste paradis.
- ✍ Ma chère grand-mère, mes chers tantes et oncles et toute ma famille maternelle. Ma source d'affection, de motivation et d'espoir.
- ✍ Mes Chers frères **Amir, Abderraouf et Abdelmalek** et mes cousins **Tarek, Sarah et Wanis**. Puisse Dieu vous donne santé, bonheur, courage et réussite.
- ✍ Mon binôme **Islam** et à tous mes amis, ma deuxième famille, ma source de joie et de bonheur, en particulier : **Merouane, Elhocine, Maissa, Madina, Adlene, Ghani, Sarah et Bachir, mes amis de Sigma Club et du CAP spécialement l'équipe Charity festival.**
- ✍ A toute personne ayant contribué de près ou de loin dans la réalisation de ce travail.
- ✍ A toutes personnes pour lesquelles j'ai une place dans leurs cœurs.

Walid ASSILI.

Remerciements

Nos remerciements et notre reconnaissance s'adressent au bon Dieu qui nous a donné la santé, le courage, la patience ainsi que la force pour réaliser ce modeste travail.

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

Nous exprimons nos gratitude 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 durant la préparation de notre travail.

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 sommes très reconnaissants à l'égard de l'ensemble des membres du jury : Le Docteur **F. KIES**, le Professeur **R. BOUARAB** et le Professeur **T. AHMED-ZAID** 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: دراسة تأثير المعالجة الكيميائية لدقيق نوى التمر على الخواص الفيزيائية الميكانيكية لمواد البولي كلوريد

الفينيل/دقيق نواة التمر

لغرض التقليل من الاستهلاك الضخم لبولي كلوريد الفينيل (PVC) الذي ينتج عنه مشاكل بيئية، قمنا بتقديم مواد مركبة قابلة للتحلل، منخفضة التكلفة ومنخفضة الكثافة. الهدف من هذه الدراسة هو تصميم مادة مركبة تتكون من مصفوفة PVC، معززة بألياف نباتية على شكل دقيق نواة التمر المعالج كيميائياً بواسطة أنهيدريد الأسيتيك. تم إجراء مجموعة من التحاليل والاختبارات على المواد المطورة، وظهرت النتائج المسجلة تحسن التصاق المصفوفة بالألياف الطبيعية وزيادة صلابة وخشونة المواد المركبة. وبالتالي، يمكن استخدام هذه المواد في العديد من المجالات بما في ذلك السيارات والتغليف.

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

Abstract : Study of the effect of the chemical treatment of date kernel flour on the physico-mechanical properties of PVC/DKF materials.

In order to reduce the massive consumption of PVC which causes environmental problems, we propose biodegradable composite materials, at low cost and with a low density.

The objective of this study is to design a composite material based on PVC, reinforced with vegetable fibres in the form of date kernel flour treated with acetic anhydride.

The composites developed have been characterized by various analysis techniques and the recorded results show an improvement in the fibre-matrix interfacial adhesion and an increase in the hardness and rigidity of the composites. These materials can therefore be used in several fields including automotive and packaging.

Keywords: Composite materials, Polyvinyl chloride, Date kernel flour, Acetic anhydride.

Résumé : Etude de l'effet du traitement chimique de la farine des noyaux de dattes sur les propriétés physico-mécaniques des matériaux PVC/FND.

Dans le but de réduire la consommation massive du PVC qui engendre des problèmes environnementaux, nous proposons des matériaux composites biodégradables, à bas coût et avec une faible densité.

L'objectif de cette étude est de concevoir un matériau composite à base du PVC, renforcé par des fibres végétales sous forme de farine de noyaux de dattes traitée par l'anhydride acétique.

Les composites élaborés ont été caractérisés par diverses techniques d'analyse et les résultats enregistrés montrent une amélioration de l'adhérence interfaciale fibre-matrice et une augmentation de la dureté et de la rigidité des composites. Ces matériaux peuvent donc être utilisés dans plusieurs domaines notamment l'automobile et l'emballage.

Mots clés : Matériaux composites, Polychlorure de vinyle, Farine des noyaux de datte, Anhydride acétique.

TABLE DES MATIERES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES FIGURES

LISTE DES SYMBOLES ET ABREVIATIONS

INTRODUCTION GENERALE	16
CHAPITRE 1. SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	19
1.1. LES MATERIAUX COMPOSITES	19
1.1.1. Définition	19
1.1.2. Les matrices polymères	20
1.1.3. Le polychlorure de vinyle (PVC)	20
1.1.3.1. Notion sur le PVC	20
1.1.3.2. Propriétés du PVC	21
1.1.3.3. Additifs du PVC	22
1.1.3.4. Domaines d'application du PVC	23
1.1.3.5. Les avantages du PVC	24
1.1.3.6. Les inconvénients du PVC	24
1.1.4. Les renforts	24
1.1.4.1. Les fibres végétales	25
1.1.4.2. Composition des fibres végétales	26
1.1.4.3. Avantages et inconvénients des fibres végétales	30
1.1.5. Les noyaux de dattes	31
1.1.5.1. Composition des noyaux de dattes	32
1.2. INTERFACE MATRICE-RENFORT DANS UN MATERIAU COMPOSITE	33
1.2.1. Notion d'adhésion interfaciale	33
1.2.2. Amélioration de l'adhésion interfaciale	33
1.2.2.1. Traitement physique des fibres naturelles	34
1.2.2.2. Traitement chimique des fibres naturelles	35
1.3. APPLICATION DES COMPOSITES A BASE DE FIBRES VEGETALES	43

CHAPITRE 2. MATERIAUX UTILISES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	48
2.1. MATERIAUX ET REACTIFS UTILISES	48
2.1.1. Polychlorure de vinyle (PVC)	48
2.1.2. Additifs du PVC	48
2.1.3. Farine des noyaux de dattes (FND)	49
2.1.4. Réactifs	50
2.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES	51
2.2.1. Traitement chimique de la FND par l'anhydride acétique	51
2.2.2. Caractérisation de la farine des noyaux de dattes brute (FNDB) et de la farine des noyaux de dattes traitée (FNDT)	53
2.2.2.1. Détermination de la matière sèche et du taux d'humidité	53
2.2.2.2. Détermination de la densité	53
2.2.3. Préparation des composites PVC/FNDT	53
2.2.3.1. Mélangeur à cylindre (Dryblend)	54
2.2.3.2. Calandrage	54
2.2.3.3. Moulage par compression	54
2.2.4. Techniques de caractérisation	56
2.2.4.1. Test de traction	56
2.2.4.2. Test de dureté shore D	56
2.2.4.3. Détermination de la densité	57
CHAPITRE 3. RESULTATS ET DISCUSSION	59
3.1. CARACTERISATION DE LA FARINE DES NOYAUX DE DATTES	59
3.1.1. Caractérisation physico-chimique de la farine des noyaux de dattes	59
3.2. CARACTERISATION DES COMPOSITES PVC/FNDT	60
3.2.1. Test de densité	60
3.2.2. Test de dureté	61
3.2.3. Test de traction	63
3.2.3.1. Contrainte à la rupture	63
3.2.3.2. Allongement à la rupture	65
3.2.3.3. Module d'Young	66

CONCLUSION GENERALE	69
PERSPECTIVES	70
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	72

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Les différentes propriétés mécaniques du PVC.	22
Tableau 1.2 : Composition et propriétés de quelques fibres végétales.....	30
Tableau 1.3 : Composition chimique des noyaux de dattes.....	32
Tableau 1.4 : Composition chimique des noyaux de dattes.....	33
Tableau 1.5 : Agents de couplage utilisés dans les composites à fibres naturelles.	43
Tableau 1.6 : Modèles de véhicules, fabricants et composants utilisant des composites à fibres naturelles.	45
Tableau 2.1 : Propriétés du PVC SE-1200.....	48
Tableau 2.2 : Propriétés physico-chimiques du DOP.	48
Tableau 2.3 : Propriétés du stabilisant thermique Ca/Zn.	49
Tableau 2.4 : Propriétés de l'acide stéarique.....	49
Tableau 2.5 : Propriétés de l'anhydride acétique.....	50
Tableau 2.6 : Propriétés de l'acide acétique.	51
Tableau 2.7 : Propriétés de l'acide sulfurique.....	51
Tableau 2.8 : Composition massique du PVC compound.	54
Tableau 2.9 : Composition massique des différentes formulations PVC/FNDT.....	55
Tableau 3.1 : Caractéristiques physico-chimiques de la FNDB et la FNDT.....	59

Liste des figures

Figure 1.1 : Schéma d'un matériau composite.	19
Figure 1.2 : Réaction de synthèse du PVC (Polymérisation du monomère de chlorure de vinyle).	21
Figure 1.3 : Classification des différents types de renfort.	25
Figure 1.4 : Structure moléculaire de la cellulose.	26
Figure 1.5 : Représentation des microfibrilles constituant les fibres de cellulose.	27
Figure 1.6 : Structure des hémicelluloses : (A) O-acétyle-4-O-méthylglucuronoxylane de feuilles et (B) Arabino-4-O-méthylglucuronoxylane de résineux.	28
Figure 1.7 : Structure moléculaire de la lignine.	29
Figure 1.8 : Structure des pectines.	29
Figure 1.9 : Coupe longitudinale d'un noyau de datte.	31
Figure 1.10 : Structure typique de la fibre lignocellulosique (i) non traitée et (ii) après traitement à la soude.	36
Figure 1.11 : Hydrolyse des silanes.	38
Figure 1.12 : Autocondensation des silanols.	38
Figure 1.13 : Adsorption des silanols.	39
Figure 1.14 : Greffage des silanols.	39
Figure 1.15 : Acétylation de la cellulose.	40
Figure 1.16 : Composants intérieurs d'une voiture fabriqués à partir de composites à base de fibres naturelles.	44
Figure 1.17 : Applications des composites à fibres naturelles dans les produits de construction.	46
Figure 2.1 : Etapes du broyage des noyaux de dattes.	50
Figure 2.2 : Structure chimique de l'Anhydride acétique.	50
Figure 2.3 : Installation du traitement chimique de la FND.	52
Figure 2.4 : Schéma du processus du traitement chimique de la FND	52
Figure 2.5 : La calandre LESCUYER A80.	54
Figure 2.6 : (a) La presse à table FONTJINE, (b) Forme des plaques des composites. ..	55
Figure 2.7 : (a) Emporte-pièce, (b) Les éprouvettes.	55
Figure 2.8 : Machine de traction.	56
Figure 2.9 : Duromètre Shore D.	57
Figure 2.10 : Densimètre DSM.	57

Figure 3.1 : Densité du PVC et des composites PVC/FNDT en fonction du taux de charge.....	60
Figure 3.2 : Densité du PVC et des composites PVC/FNDB et PVC/FNDT en fonction du taux de charge.	61
Figure 3.3 : Dureté du PVC et des composites PVC/FNDT avec 10, 20 et 30% de charge.	62
Figure 3.4 : Dureté du PVC et des composites PVC/FNDB et PVC/FNDT avec 10, 20 et 30% de charge.	63
Figure 3.5 : Contrainte à la rupture du PVC et des composites PVC/FNDB et PVC/FNDT avec 10, 20 et 30% de charge.	65
Figure 3.6 : Allongement à la rupture du PVC et des composites PVC/FNDB et PVC/FNDT avec 10, 20 et 30% de charge.	66
Figure 3.7 : Module d'Young du PVC et des composites PVC/FNDB et PVC/FNDT avec 10, 20 et 30% de charge.	67

Liste des symboles et abréviations

Liste des symboles

$d_{éch}$: la densité de l'échantillon [sans unité].

d_{eau} : la densité de l'eau [sans unité].

F_0 : Composite avec 0% de charge.

F_{10} : Composite avec 10% de charge.

F_{20} : Composite avec 20% de charge.

F_{30} : Composite avec 30% de charge.

m_1 : la masse du pycnomètre plein de liquide (l'eau) [g].

m_2 : la masse de l'échantillon seul [g].

m_3 : la masse du pycnomètre plein de liquide avec l'échantillon immergé [g].

P_0 : Masse de la prise d'essai [g].

P_1 : Masse du creuset vide [g].

P_2 : Masse du creuset avec le résidu [g].

Liste des abréviations

AA : Acetic anhydride (anhydride acétique).

ABAC : Abietic acid (acide abiétique).

AN : Acrylonitrile.

ASA : Alkyl succinic anhydride (anhydride alkyl succinique).

ASTM : American Standards of Technical Material (Normes américaines pour le matériel technique).

ATG : Analyse Thermogravimétrique.

BA : Butyl acrylate (acrylate de butyle).

BMI : N,N1-m-Phénylene bismaléimide.

BO : Butylene oxide (oxyde de butylène).

CB : Cellulose Brute.

DIN : Deutsches Institut für Normung (Institut allemand de normalisation).

DKF : Date kernel flour (farine des noyaux de dattes).

DOP : Di-octylphtalate.

DP : Degré de polymérisation.

DRX : Diffraction des rayons X.

EIC : Ethyl isocyanate (isocyanate d'éthyle).

EPMA : Epoxypropyl méthacrylate.

FND : Farine des noyaux de dattes.

FNDB : Farine des noyaux de dattes brute.

FNDT : Farine des noyaux de dattes traitée.

GMA : Glycidyl méthacrylate.

HEMA : Hydroxyethyl méthacrylate.

HMDIC : Hexaméthylène diisocyanate.

IRTF : Infrarouge à Transformée de Fourier.

LAC : Linoleic acid (acide linoléique).

MA : Maleic anhydride (anhydride maléique).

MAA : Methacrylic acid (acide méthacrylique).

MAPP : Polypropylène greffé à l'anhydride maléique.

MAT : Matières azotées totales

MEB : Microscopie électronique à balayage.

MG : Matière grasse.

MMA : Methyl methacrylate (méthacrylate de méthyle).

MM : Matière minérale.

MO : Matière organique.

MS : Matière sèche.

NDF : Neutral Detergent Fiber (fibres insolubles dans les détergents neutres).

NF : Norme française.

PHA : Phthalic anhydride (anhydride phtalique).

PHB : Polyhydroxybutyrate.

PO : Propylene oxide (oxyde de propylène).

PP : Polypropylène.

PVC : Polychlorure de vinyle.

SA : Succinic anhydride (anhydride succinique).

TCAC : Taux de croissance annuel composé.

TDIC : Toluène 2,4-diisocyanate.

Th : Taux d'humidité.

UV : Ultraviolet.

XPS : Spectroscopie de photoélectron des rayons X.

INTRODUCTION
GENERALE

Introduction générale

L'étude et la conception des matériaux composites suscitent depuis près d'un siècle un grand intérêt dans les domaines multiples et variés de la chimie moderne. Les matériaux composites à fibre naturelle occupent une place importante dans l'histoire de la technologie. La mise en valeur des ressources végétales apporte une alternative forte intéressante aux problèmes environnementaux, écologiques, sociaux et économiques, le problème croissant des déchets, les normes législatives environnementales ainsi que l'épuisement des ressources fossiles [1].

La recherche de technologies vertes durables est à l'origine de l'orientation de la recherche scientifique vers le développement des matériaux composites verts à base des fibres végétales cellulosiques (fibres naturelles). Cette nouvelle catégorie de matériaux se distingue par des propriétés, telles qu'une rigidité élevée, un bas prix, une faible densité, un caractère écologique du fait qu'ils sont issus de ressources renouvelables et biodégradables. Par ailleurs, elle demande peu d'énergie pour être produite, et offre une bonne isolation thermique et phonique [1, 2]. Cependant, le manque d'adhésion avec les matrices polymères est une difficulté qui peut empêcher un large usage des fibres végétales dans les composites. Le caractère hydrophobe de la majorité des polymères synthétiques et le caractère hydrophile des fibres cellulosiques affectent négativement l'adhésion interfaciale [3]. Pour remédier à ce problème, la modification de la surface des fibres est généralement nécessaire afin d'améliorer leur adhésion avec la matrice polymérique. Il a été démontré qu'un traitement approprié appliqué sur les fibres cellulosiques peut entraîner une compatibilité avec la matrice polymère, ce qui améliore la qualité des composites et réduit l'absorption d'humidité [4].

Des méthodes variées comme les traitements physiques ou chimiques des fibres végétales ont permis d'améliorer la compatibilité des fibres cellulosiques avec la matrice polymérique. Les méthodes physiques telles que les traitements thermiques induisent un changement des propriétés structurales et surfaciques de la fibre cellulosique. La modification de la surface par des méthodes chimiques permet le couplage entre les fibres cellulosiques fortement hydrophiles et les polymères hydrophobes. Ils existent différents traitements chimiques des fibres naturelles : traitement alcalin, acétylation, benzylation, traitement avec le silane, etc [5].

Parmi les fibres naturelles, les fibres des noyaux de dattes attirent de plus en plus l'attention des chercheurs. Cependant, la majorité des travaux de recherches ont été consacrés à la valorisation de ces noyaux sous forme : charbon actif, supplément en alimentation de bétail,

en médecine traditionnelle et pour ses propriétés antimicrobienne et antivirale, préparation de l'acide citrique et de protéines [6, 7].

L'Algérie produit près de 1.100.000 tonnes de dattes/an, plus de 10% de la production sont des dattes molles et le poids moyen des noyaux de dattes s'étend entre 10% et 15% du poids de dattes. 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.

L'étude présentée dans ce document a un caractère prospectif et son objectif est double. Il consiste, d'une part, de proposer des matériaux à bas coût avec des propriétés comparables à celles des composites de grande diffusion et qui devraient permettre d'associer les avantages des thermoplastiques avec ceux des fibres cellulosiques, et d'autre part : (1) de trouver un moyen de réduire la consommation du PVC largement employé à travers le monde, (2) d'étudier l'effet du traitement de la farine des noyaux de dattes sur les propriétés physico-mécaniques des composites PVC/farine des noyaux de dattes pour des taux de charge de 10, 20 et 30%.

Le choix des taux de charge 10, 20 et 30% a été fait pour deux raisons. D'une part, pour comparer entre les propriétés des composites PVC/FNDT et les composites PVC/FNDB élaborés précédemment avec les mêmes taux de charge. D'autre part, l'incorporation de la charge avec un taux dépassant les 30% peut entraîner une chute des propriétés mécaniques des composites.

Ce mémoire est composé de trois chapitres :

- **Le premier chapitre**, consacré à une synthèse bibliographique sur les matériaux composites, les différents matériaux utilisés pour la préparation des composites étudiés et leurs propriétés.
- **Le deuxième chapitre**, présente les différents matériaux, les méthodes d'analyse et de caractérisation utilisés dans cette étude.
- **Le troisième chapitre**, consacré à une discussion des différents résultats enregistrés sur:
 - Les propriétés physico-chimiques de la farine des noyaux de dattes après traitement chimique.
 - Les propriétés physico-mécaniques des matériaux composites PVC/FNDT élaborés.

CHAPITRE 1

Synthèse bibliographique

Chapitre 1. Synthèse bibliographique

Une utilisation efficace des matériaux composites renforcés par des fibres naturelles exige une connaissance approfondie des propriétés des matériaux. Sur la base des propriétés et des configurations des constituants on peut prédire les propriétés du composite résultant [2].

Ce chapitre est consacré aux généralités et notions théoriques sur les matériaux composites, les différents matériaux utilisés dans cette étude (matrice et renfort) ainsi que l'effet du traitement chimique des fibres cellulosiques sur la compatibilité matrice-renfort.

1.1. Les matériaux composites

1.1.1. Définition

Par définition, un composite est un matériau hétérogène obtenu par une combinaison d'au moins deux matériaux non miscibles dans le but d'avoir un matériau ayant des propriétés mécaniques, thermiques ou esthétiques améliorées. (Figure 1.1).

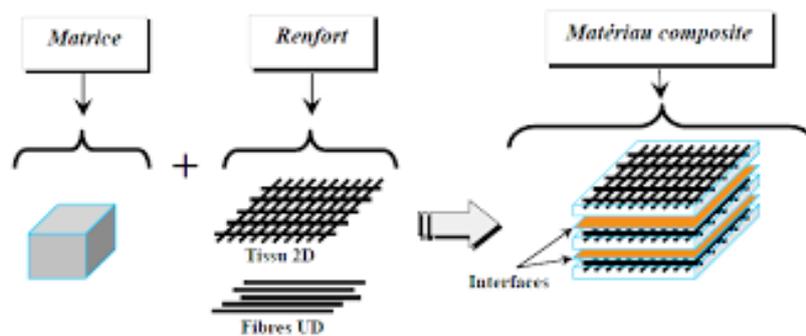


Figure 1.1 : Schéma d'un matériau composite.

On appelle maintenant de façon courante matériaux composites des arrangements de renforts (appelés aussi charges) qui sont noyés dans une matrice. La matrice assure la cohésion et l'orientation de la charge. Elle permet également de transmettre à la charge les sollicitations auxquelles est soumis le composite. La nature de la matrice et de la charge, la forme et la proportion de la charge, la qualité de l'interface et le procédé de production utilisé sont autant de paramètres qui peuvent influencer les propriétés du matériau composite. La matrice et le renfort peuvent être métalliques, céramiques ou polymères, ce qui permet d'envisager une multitude de combinaisons. Nous ne présenterons pas ici une revue exhaustive sur les matériaux composites mais nous nous concentrerons sur ceux dont la matrice est constituée d'un polymère.

1.1.2. Les matrices polymères

La matrice polymère permet de lier les fibres du renfort entre elles, de répartir les efforts (résistance à la compression ou à la flexion) et apporter la tenue de la structure et donner la forme désirée au composite [1]. Elle est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres. On peut utiliser des polymères thermoplastiques ou des polymères thermodurcissables.

➤ **Les thermoplastiques** : se présentent sous forme de chaînes linéaires, il faut les chauffer pour les mettre en forme et les refroidir pour les fixer. Cette opération est réversible. Les matrices les plus courantes sont le poly (chlorure de vinyle) qui est utilisé dans la fabrication des tuyauteries, le poly (acétate de vinyle) que l'on trouve dans les colles et adhésifs, le polyéthylène dont on se sert pour fabriquer les jouets, les bouteilles de shampoing ou les sacs de supermarchés, le polypropylène pour les boîtes alimentaires ou les revêtements de sols, le polystyrène qui intervient dans la composition des contenants alimentaires, de la vaisselle jetable, des jouets ou des vitres [8].

➤ **Les thermodurcissables** : durcissent de façon définitive lors de leur synthèse. La transformation est donc irréversible. On trouve les résines polyester qui, associées à des fibres de verre ont une bonne tenue à la température et aux agents chimiques, les résines époxy qui possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques et chimiques, et les résines phénoliques qui résistent bien au feu [8].

1.1.3. Le polychlorure de vinyle (PVC)

1.1.3.1. Notion sur le PVC

Le Polychlorure de vinyle ou chlorure de polyvinyle est un polymère thermoplastique, connu généralement sous le sigle PVC (de l'anglais polyvinyl chloride), il est obtenu par polymérisation des monomères de chlorure de vinyle ($\text{CH}_2 = \text{CHCl}$) (figure 1.2).

Historiquement, le monomère de chlorure de vinyle est produit par réaction entre l'éthylène et du chlore gazeux, mais de nos jours on peut faire réagir de l'acétylène avec de l'acide chlorhydrique en présence d'oxygène. Le produit intermédiaire de cette réaction, qui est le dichlorométhane, se transforme en chlorure de vinyle sous l'effet de la chaleur [4].

La figure 1.2, montre la réaction de polymérisation du chlorure de vinyle.

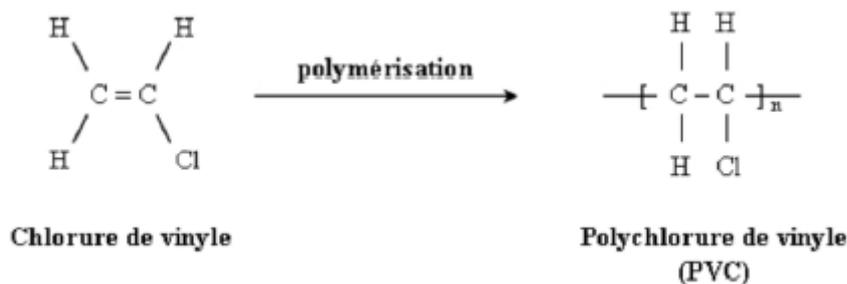


Figure 1.2 : Réaction de synthèse du PVC (Polymérisation du monomère de chlorure de vinyle).

1.1.3.2. Propriétés du PVC

Le PVC se présente sous forme d'une poudre blanche, inodore et inflammable et il présente les caractéristiques suivantes :

a. Propriétés thermiques

Le PVC est sensible à l'action de la chaleur, sa température de fusion est de 180 °C tandis que la température de transition vitreuse est de 80 °C. Il est donc rigide à température ambiante et il devient caoutchouteux au-delà de 90 °C [9].

b. Propriétés chimiques

Le PVC non plastifié possède une bonne résistance aux produits chimiques (acides, bases, alcools) comparé au PVC plastifié qui est sensible à certains solvants organiques (aromatiques, cétoniques, chlorés) [9].

c. Propriétés électriques

Le PVC présente de bonnes propriétés isolantes.

d. Propriétés mécaniques

Le PVC présente une bonne rigidité à température ambiante ainsi qu'une excellente résistance à l'abrasion. Il présente par contre une certaine fragilité au froid.

Le tableau 1.1 résume les différentes propriétés mécaniques du PVC [9].

Tableau 1.1 : Les différentes propriétés mécaniques du PVC.

<i>Type du PVC</i> <i>Propriétés</i>	<i>PVC rigide</i>	<i>PVC souple</i>
Contrainte à la rupture (MPa)	50	10-20
Allongement à la rupture (%)	10-50	200 à 500
Résistance à la flexion (MPa)	70-80	-
Module de traction (MPa)	2400	-
Module de flexion (MPa)	2000	-
Dureté shore D	70-80	20-40

1.1.3.3. Additifs du PVC

Les polymères de chlorure de vinyle se présentent sous forme de résines, ils ne sont en réalité jamais utilisés telles quelles. Pour faciliter leur mise en œuvre et obtenir des propriétés particulières de l'objet fini, il est nécessaire de leurs adjoindre certains adjuvants spécifiques.

Les adjuvants sont choisis en fonction :

- Des propriétés recherchées pour l'objet fini.
- Du procédé de mise en œuvre et des contraintes thermiques qui en résultent.

Les additifs se classent dans différentes familles :

a. Stabilisants thermiques

Ces additifs sont utilisés pour prévenir les effets néfastes de la chaleur, de la lumière et de l'oxygène, sur la macromolécule. On distingue des stabilisants thermiques qui sont des sels de plomb, zinc, étain, ...etc [10].

La stabilisation du PVC consiste à ralentir la propagation de la déshydrochloruration en chaînes et à éliminer l'acide chlorhydrique libéré (protection des outils de transformation et inhibition de l'effet autocatalytique du HCl) [11].

b. Lubrifiants

Pour éviter ou atténuer les conséquences du contact des polymères avec les outils métalliques chauds et pour faciliter l'écoulement des polymères en abaissant leur viscosité, les lubrifiants (externes ou internes) sont incorporés dans la formulation du PVC [12].

c. Plastifiants

Ces produits se présentent sous forme de liquides plus ou moins visqueux, incorporés à la résine à des taux variables pour conférer une souplesse permanente aux produits finis. Les plastifiants les plus courants sont à base d'ester organique [5, 12].

d. Charges

Les charges sont parfois utilisées afin de réduire le prix de revient des mélanges, d'en accroître la résistance au feu ou de renforcer certaines autres propriétés (résistance électrique, résistance aux chocs, etc...). Les charges les plus utilisés sont les charges minérales (carbonates de calcium, kaolin calciné, talc, sulfate de baryum) [12].

e. Pigments

Des adjuvants destinés à conférer au produit fini la couleur recherchée.

f. Ignifugeants

Le PVC rigide est ignifuge de nature. Les ignifugeants sont ajoutés au PVC souple (plastifié) car les plastifiants augmentent son inflammabilité.

1.1.3.4. Domaines d'application du PVC

Le PVC est présent dans tous les secteurs économiques, il est très utilisé en construction (57 % pour l'Union européenne). Les principales utilisations du PVC dans le secteur du bâtiment concernent trois domaines :

- *Canalisation* : Le PVC a permis de réaliser des produits de qualité (matériau résistant, léger et étanche), particulièrement adaptés pour la réalisation de réseaux destinés aux applications suivantes :
 - ✓ Adduction et distribution d'eau ;
 - ✓ Evacuation ;
 - ✓ Assainissement ;
 - ✓ Irrigation enterrée ;
 - ✓ Gaines et fourreaux.
- *Menuiserie* : Le PVC est couramment utilisé pour la fabrication des portes et des fenêtres. Les menuiseries en PVC sont moins coûteuses que celles en bois ou en aluminium.
- *Revêtement de sol* : Tendances, les revêtements de sol en PVC sont plus esthétiques et plus faciles d'entretien [12].

Comme le PVC se recycle facilement, il est utilisé aussi dans la plupart des grands secteurs industriels comme [5] :

- *Emballage* : bouteilles, flacons, ...
- *Automobile* : tableaux de bord, revêtements de sièges.
- *Bagagerie, chaussures* : valises, sacs, talons de chaussures.
- *Câblerie* : isolation de câbles moyenne et basse tension.
- *Loisirs* : articles de camping et de plage.
- *Plasticulture* : films agroalimentaires, tuyaux d'irrigation.
- *Electricité et électronique*.
- *Santé et transports*.

1.1.3.5. Les avantages du PVC

- Résistant aux intempéries, à l'usure, aux flammes et à la plupart des agents agressifs.
- Insensible aux variations climatiques (contrairement à l'aluminium ou au bois).
- Bon isolant électrique, thermique et phonique.
- Étanche aux gaz et aux liquides.
- Malléable, le PVC se plie à toutes les contraintes.
- Choix important de couleurs, motifs et finitions (imitation d'autres matériaux comme le bois, la pierre, le marbre, le béton, etc.).
- Économique (moins cher que l'acier, le bois ou l'aluminium).
- Facile à entretenir.
- Ignifugeant.
- 100% recyclable [12].

1.1.3.6. Les inconvénients du PVC

- Peu résistant aux UV, le PVC vieillit mal (jaunissement avec le temps).
- Toxique en cas d'incendie ou de combustion.
- Non biodégradable.
- Aspect plastique des produits d'imitation (bois, marbre, etc.).
- Peu résistant à l'usure en tant que revêtement de sol [12].

1.1.4. Les renforts

Le renfort est le squelette supportant les efforts mécaniques, il contribue à l'amélioration de la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites.

Issus d'origines diverses, les renforts existent sous forme de fibres, de particules ou de flocons, cependant la plupart des renforts sont des fibres parce que les matériaux sont plus résistants et rigides dans la forme fibreuse que dans toute autre forme [2].

L'intérêt de l'introduction des renforts dans les matériaux composites est essentiellement d'accroître leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc). Outre les propriétés mécaniques élevées, les caractéristiques recherchées dans les renforts sont une masse volumique faible, une compatibilité avec les matrices et une facilité de mise en œuvre [13].

Les renforts les plus courants sont les fibres de verre, et de carbone. Pour les fibres naturelles, le chanvre et le lin sont parmi les plus utilisés. Chacune de ces fibres possède des propriétés mécaniques différentes que ce soit au niveau du module d'élasticité E (ou module de Young), de la résistance en tension ou même du coefficient d'expansion thermique. Selon les propriétés recherchées, certaines fibres seront plus adaptées que d'autres [13]. La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la figure suivante :

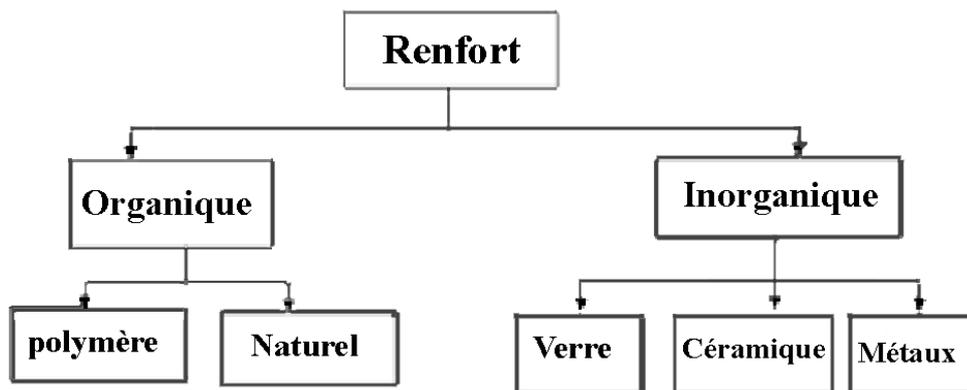


Figure 1.3 : Classification des différents types de renfort.

Dans cette présente étude, nous nous sommes focalisés sur les renforts naturels plus précisément les fibres végétales, qui feront l'objet de notre étude.

1.1.4.1. Les fibres végétales

L'utilisation des fibres végétales comme renfort dans les matériaux composites a connu un essor considérable. Ce gain d'intérêt provient de la combinaison de plusieurs avantages tels que : faible coût, faible densité, non-toxicité, hautes propriétés spécifiques, aucune abrasion pendant le traitement, et la possibilité de recyclage. Cependant, il y a un certain nombre de difficultés associées à l'intégration de ces fibres dans les matrices polymères, en particulier l'incompatibilité fibre-matrice [14].

Les fibres végétales font partie de la famille des fibres naturelles, elles se composent principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Dans une proportion beaucoup plus faible, elles contiennent aussi des protéines et certains composés inorganiques [15].

Les fibres végétales sont généralement utilisées pour le renforcement des matières plastiques, et elles sont considérées parmi les ressources de la biomasse et qui participent au développement durable [15].

1.1.4.2. Composition des fibres végétales

a. La Cellulose

La cellulose est un polymère de la famille des polysaccharides. Elle représente la molécule biologique la plus abondante sur notre planète. Sa production mondiale est estimée à environ $1,3 \cdot 10^{10}$ tonnes par an. C'est le constituant qui assure la protection et le soutien dans les organismes végétaux.

La cellulose est une molécule formée de longues chaînes dont le motif de base est le glucose. Le nombre de monomères de glucose, ou degré de polymérisation (DP), varie selon l'espèce végétale [3]. Elle possède des hydroxyles (OH) libres sur les positions 2, 3, et 6. Une liaison β (1-4) et une conformation chaise garantissent une meilleure stabilité. Les groupements terminaux de la cellulose sont des fonctions alcool et aldéhyde [5].

Dans la structure de la cellulose, les macromolécules sont liées entre elles par des liaisons hydrogènes.

La figure 1.4, montre la structure moléculaire de la cellulose.

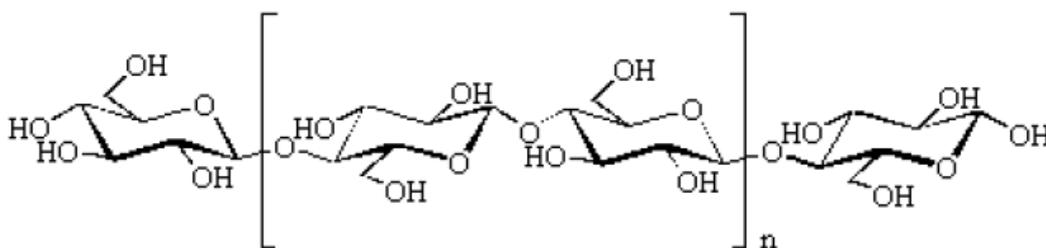


Figure 1.4 : Structure moléculaire de la cellulose [13].

Suivant l'organisation des chaînes moléculaires, on distingue deux types de cellulose :

- **Cellulose native** : lors de la cristallisation toutes les extrémités alcools se retrouvent du même côté et les aldéhydes de l'autre.
- **Cellulose régénérée** : provient du traitement chimique de la cellulose native par la soude suivi d'un séchage. En effet, la structure semi cristalline de la cellulose native évolue et forme

d'autres structures amorphes. Des traitements chimiques permettent de passer d'une structure à une autre [5].

Les chaînes de cellulose sont organisées sous forme de microfibrilles qui constituent l'armature de la paroi et présentent une très grande résistance aux tensions. Les microfibrilles de cellulose représentent environ 20 à 30% de la masse de matière sèche pariétale et occupent environ 15% du volume de la paroi [13].

Les microfibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes totalement désordonnées (figure 1.5). Dans la zone cristalline, les chaînes celluloses sont disposées parallèlement les unes aux autres, liées par des liaisons hydrogènes intra et intermoléculaires [1].

La figure 1.5, illustre la représentation des microfibrilles constituant les fibres de cellulose.

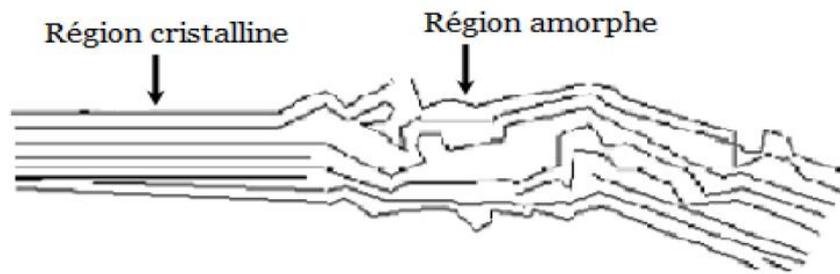


Figure 1.5 : Représentation des microfibrilles constituant les fibres de cellulose.

b. Hémicelluloses

Les hémicelluloses diffèrent de la cellulose par des chaînes moléculaires beaucoup plus courtes et par des ramifications sur la chaîne principale mais elles sont intimement liées à la cellulose [5].

Les hémicelluloses ont une structure amorphe et sont solubles dans l'eau et pouvant être extraits de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines.

Les hémicelluloses ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300 et leur structure dépend de l'espèce végétale (type cellulaire, localisation dans la paroi ou bien encore âge des tissus) [1]. On distingue différents types d'hémicelluloses (les xylanes, les mannanes, les glucanes, les galactanes et les pectines).

La figure 1.6 illustre la structure de deux types différents d'hémicellulose.

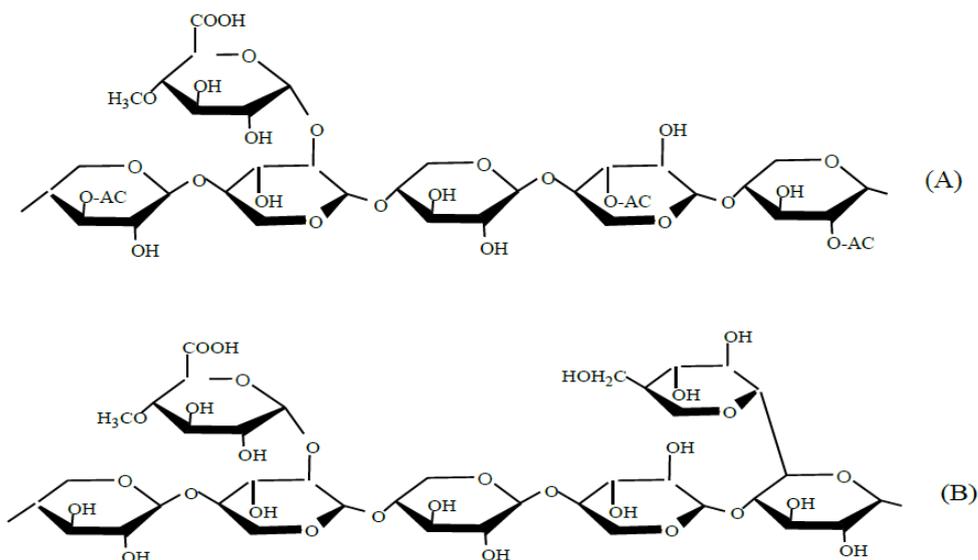


Figure 1.6 : Structure des hémicelluloses : (A) O-acétyl-4-O-méthylglucuronoxylane de feuilles et (B) Arabino-4-O-méthylglucuronoxylane de résineux [5].

c. Lignine

Après la cellulose, la lignine est la deuxième macromolécule présente dans les végétaux, sa teneur varie de 10 à 30%. Il s'agit d'un polymère réticulé in situ ayant une structure très complexe qui varie aussi en fonction de l'espèce et de l'âge du végétal, des conditions climatiques environnantes, etc. [13]. Elle contribue au renforcement mécanique des parois végétales, à leur défense contre les agents pathogènes.

La structure de base est néanmoins commune à toutes les lignines, il s'agit de macromolécules ramifiées contenant des groupements phénoliques, plus au moins substitués par des fonctions méthoxys, attachés à des motifs aliphatiques, comportant généralement trois atomes de carbone, qui peuvent à leur tour porter diverses fonctions [13]. Les trois cycles aromatiques les plus fréquents dans sa structure sont les alcools sinapylique, coniférylique et coumarylique. La formule chimique de la lignine est présentée sur la figure 1.7.

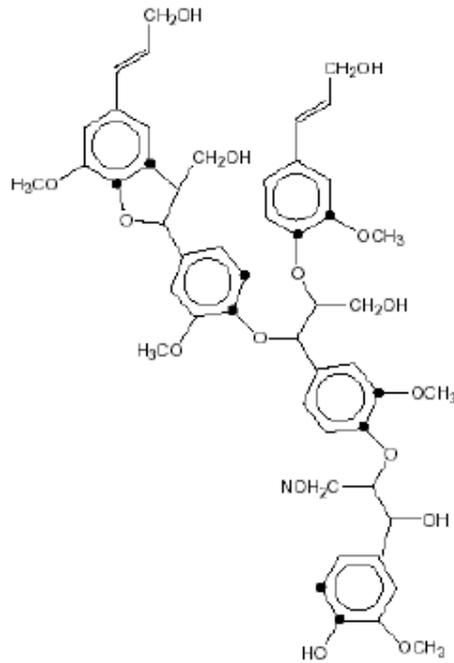


Figure 1.7 : Structure moléculaire de la lignine [13].

d. Les pectines

Les pectines sont des polysaccharides acides dont la chaîne principale est composée de monomères d'acide uronique en 1-4 ; régulièrement, des molécules de rhamnose s'intercalent entre ces monomères par des liaisons 1-2 et 1-4 [16]. Les pectines sont les composés les plus hydrophiles dans les fibres végétales en raison de la présence de groupe carboxylique [17]. La structure des pectines est montrée sur la figure 1.8.

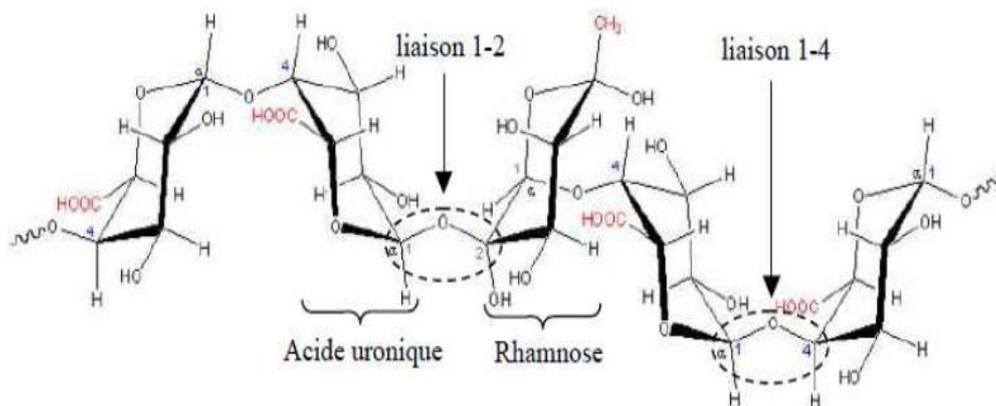


Figure 1.8 : Structure des pectines [16].

e. La cire

La cire est une partie des fibres qui peut être extraite avec une solution organique. Elle est constituée de différents types d'alcools, qui sont insolubles dans l'eau et se gonflent dans plusieurs acides tels que l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique [17].

La composition et les propriétés des fibres végétales varient selon la nature de la fibre. Le tableau 1.2 résume la composition et les propriétés de quelques fibres végétales qui sont utilisées comme renfort.

Tableau 1.2 : Composition et propriétés de quelques fibres végétales [13].

Plante	Alfa	Coton	Lin	Chanvre	Ramie	Sisal	Abaca	Jute
Cellulose (%)	50-54	92-95	62-71	67-75	68-76	66-73	63-68	59-71
Hémicellulose (%)	27-32	5,7	16-18	16-18	13-14	12-13	19-20	12-13
Lignine (%)	17-19	0	2-2,5	2,9-3,3	0,6-0,7	9,9	5,1-5,5	11-13
Pectine (%)	1-2	1,2	1,8-2	0,8	1,9-2,1	0,8	0,5	0,2-4,4
Cire (%)	0,5	0,6	1,5	0,7	0,3	0,3	0,3	0,5
Densité	1,4	1,51	1,4	1,48	1,4	1,2-1,4	1,5	1,46
Longueur (mm)	0,6-14	25	33	22	120	3	3-11	2,5
Diamètre (µm)	5-10	19	19	25	40	18	16-32	20
Absorption d'eau (%)	12	8-25	7	8	12-17	11	-	12

1.1.4.3. Avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres végétales présentent de nombreux avantages [15] :

- Faible cout,
- Biodégradable,
- Neutre pour l'émission de CO₂,
- Pas de résidus après incinération,
- Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité),
- Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres,
- Bon isolant thermique et acoustique,
- Faible densité et facilité de mise en œuvre.

Malgré les avantages cités ci-dessus, l'utilisation des fibres végétales est limitée due à leur caractère hydrophile et leur faible stabilité thermique et à d'autres inconvénients comme [15] :

- Nécessité de gestion d'un stock pour des applications industrielles,
- Faible stabilité dimensionnelle,
- Fibres anisotropes,
- Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, des conditions météorologiques,
- Renfort discontinu.

1.1.5. Les noyaux de dattes

Le palmier dattier « *Phoenix dactylifera L.* » provient du mot « *Phoenix* » qui signifie dattier chez les phéniciens et « *Phoenix Dactylifera* » dérive du terme grec « *dactulos* » signifiant doigt, allusion faite à la forme du fruit : la datte.

La datte, est une baie constituée d'une partie comestible « pulpe ou chair » et d'une partie dure non comestible « la graine ou noyau » de forme allongée et de grosseur variable, son poids moyen est environ d'un gramme et qui représente 10 à 15 % du poids de la datte.

Le noyau de datte, enveloppé dans l'endocarpe membraneux, est constitué d'un albumen corné d'une consistance dure protégé par une enveloppe cellulosique [6].

La figure 1.9 représente la coupe longitudinale d'un noyau de datte.

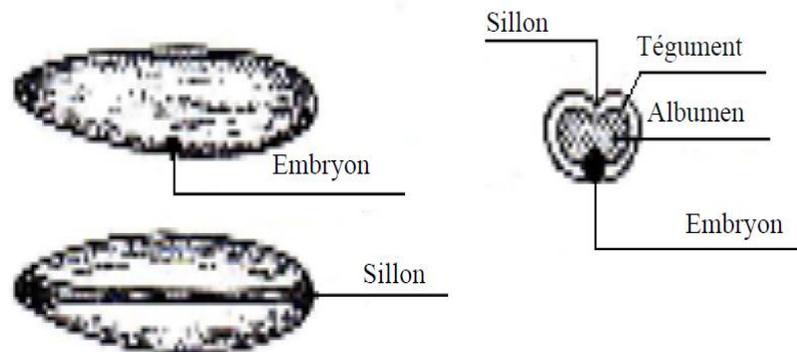


Figure 1.9 : Coupe longitudinale d'un noyau de datte [18].

Dans le but de valoriser les déchets alimentaires, plusieurs études ont été réalisées en utilisant les noyaux de dattes dans différentes applications, les noyaux de dattes broyés ont été utilisés dans l'adsorption comme charbon actif [15], dans la formulation des composites comme renfort et aussi par incorporation dans la farine de blé tendre commercial [19]. L'absence de gluten dans la farine des noyaux de dattes présente également un intérêt pour les industries alimentaires [7].

1.1.5.1. Composition des noyaux de dattes

Afin de déterminer la composition chimique des noyaux de dattes, différentes recherches et expériences ont été menées :

Khali et al. [7] ont procédé à une caractérisation physico-chimique et biochimique de différentes variétés des noyaux de dattes algériennes en utilisant différents tests normalisés.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 1.3 : Composition chimique des noyaux de dattes [7].

Variété	Deglet Nour	Degla Baida	Ghars	Hamraya
Paramètres				
Taux d'humidité (%)	8,08 ± 0,09	6,37 ± 0,04	12,42 ± 0,37	6,79 ± 0,02
Matière sèche (%)	91,92 ± 0,09	93,63 ± 0,04	87,58 ± 0,37	93,21 ± 0,02
Cendres (%MS)	1,08 ± 0,00	1,01 ± 0,05	0,80 ± 0,00	0,85 ± 0,01
Matière organique (%MS)	98,92 ± 0,01	98,99 ± 0,05	99,21 ± 0,00	99,15 ± 0,01
Protéines brutes (% MS)	8,59 ± 0,68	6,61 ± 0,17	6,51 ± 0,11	6,72 ± 0,29
Cellulose brute (% MS)	13,54 ± 1,17	16,27 ± 1,39	14,78 ± 0,60	13,94 ± 0,31
Sucres totaux hydrosolubles (% MS)	6,02 ± 1,24	7,09 ± 0,74	7,08 ± 0,03	7,41 ± 0,29
Matière grasse (% MS)	9,81 ± 1,78	8,72 ± 1,02	11,70 ± 1,76	10,39 ± 2,21
Glucides totaux (%MS)	66,98 ± 1,89	67,39 ± 1,59	66,21 ± 2	68,10 ± 0,47
pH	5,76 ± 0,07	5,91 ± 0,19	6,12 ± 0,09	5,93 ± 0,13
Acidité grasse (%)	0,03 ± 0,01	0,02 ± 0,01	0,04 ± 0,00	0,02 ± 0,00

Une autre étude portant sur l'analyse chimique des noyaux de dattes appartenant à vingt cultivars du sud-est algérien a été faite par **Boudechiche et al.** [19].

Les résultats obtenus par cette étude sont donnés dans le tableau 1.4.

Tableau 1.4 : Composition chimique des noyaux de dattes [19].

Variétés	MS, %	MM, %MS	MO, %MS	MAT, %MS	NDF, %MS	CB, %MS	MG, %MS
Tinicine	87,27	1,56	98,44	6,72	84,74	15,18	6,59
Arechti	87,73	1,74	98,26	5,82	89,36	16,20	7,00
Takermust	85,22	1,67	98,33	6,00	82,71	17,87	6,62
Tafzaouin	89,27	1,26	98,74	5,86	85,98	17,14	5,84
Kahlaya	88,10	1,47	98,53	5,15	84,03	16,45	7,01
El Aoula	87,95	1,28	98,72	6,05	82,83	15,85	6,55
Litima	85,36	1,52	98,48	5,74	85,69	16,80	5,88
El makhmouj	88,80	1,32	98,68	5,83	83,37	19,26	5,84
Mech degla beida	85,94	1,93	98,07	7,27	87,38	18,20	7,01
Tantabacht	84,28	1,51	98,49	6,76	88,46	17,23	6,00
Echemroukh	84,24	1,49	98,51	6,52	92,26	18,55	5,44
Hachef ghars	85,86	2,35	97,65	5,96	87,38	18,04	7,12
Sich D	81,62	2,17	97,83	6,62	88,49	17,37	6,32
El Hora	85,92	1,85	98,15	7,27	86,32	17,44	5,13
Bouhlassa	89,66	1,69	98,31	5,25	83,45	15,33	7,09
Hachef degla ksiba	88,85	3,17	96,83	7,04	85,55	17,18	6,88
M'farouia	84,83	1,36	98,64	6,00	82,03	16,87	5,62
Hamraya	85,35	2,33	97,67	6,86	85,78	15,32	6,74
Messouhi	90,13	1,30	98,7	5,75	86,54	16,88	6,77
P > F	***	NS	NS	***	***	**	NS

*** : Différence très hautement significative ; ** : Différence hautement significative ; NS : non significative
 MS : Matière sèche ; MM : Matière minérale ; MO : Matière organique ; MAT : Matières azotées totales ;
 CB : Cellulose brute ; NDF : Neutral Detergent Fiber ; MG : Matière grasse

1.2. Interface matrice-renfort dans un matériau composite

1.2.1. Notion d'adhésion interfaciale

L'adhésion entre les fibres et la matrice est sans doute le paramètre le plus important au niveau des caractéristiques des matériaux composites. En effet, leurs propriétés mécaniques chutent si l'adhésion fibre/matrice est mauvaise. 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 [20].

1.2.2. Amélioration de l'adhésion interfaciale

Dans le but d'augmenter la force d'adhésion entre la matrice et les fibres et de renforcer leur affinité, on procède soit à des traitements physiques ou chimiques.

En effet, vu le caractère hydrophobe des polymères thermoplastiques et hydrophile des fibres végétales, une très grande importance a toujours été accordée à l'étude de l'adhésion entre le renfort et la matrice. Différents traitements ont été appliqués sur les fibres dans le but d'améliorer cette adhésion et, en quelque sorte, chercher un caractère hydrophobe aussi pour les

fibres. Les traitements qui ont été appliqués sur les fibres peuvent être classés dans deux grandes familles : les traitements physiques et les traitements chimiques. Dans les deux cas, le traitement a une influence assez importante sur les propriétés des composites [21].

1.2.2.1. Traitement physique des fibres naturelles

Le traitement des fibres naturelles par des méthodes physiques permet de purifier, d'oxyder et/ou d'activer la surface des fibres. En modifiant les propriétés de surface des fibres, les traitements physiques vont influencer la mouillabilité et l'affinité des fibres avec la matrice. Il est également possible de traiter la matrice afin de la rendre plus réactive. Plusieurs méthodes sont utilisées : le traitement au plasma, le traitement corona, le traitement aux rayons γ et le traitement au rayonnement Ultraviolet (UV) [22].

1.2.2.1.1. Traitement plasma

Un des traitements physiques utilisés pour l'amélioration des propriétés interfaciales fibre naturelle/matrice polymère est le traitement plasma. Pendant le traitement plasma, le substrat est bombardé par des particules de haute énergie se déplaçant dans le flux de plasma. En conséquence, les propriétés de surface telles que la rugosité, la mouillabilité et la chimie de surface du substrat peuvent être modifiées sans avoir recours à des produits chimiques ou des solvants [23]. Généralement, les traitements plasma modifient la surface des fibres naturelles par altération ou élimination des couches de surface faiblement attachées et la formation de nouveaux groupes fonctionnels (fonctionnalisation et réticulation) [24]. Selon le type et la nature des gaz utilisés, différentes modifications de surface pourront être introduites [25]. Des réticulations de surface peuvent être introduites, la tension de surface peut être augmentée ou diminuée, des radicaux libres réactifs pourront être produits [26]. Avec un plasma oxygène par exemple, divers groupes polaires tels que $-C-OH$, $-C=O$, $-COOH$ et $-CO_2$, peuvent être introduits sur la surface des fibres traitées [27].

1.2.2.1.2. Traitement corona

Cette technique est également un traitement de surface. La décharge corona produit de nombreux sites actifs sur les longues chaînes polymériques qui pourraient réagir avec l'oxygène pour créer des défauts de surface. Autrement dit, une augmentation de la rugosité de la surface du matériau peut être provoquée par la formation de micro-trous et de cavités [28]. Ce traitement peut augmenter l'adhésion des fibres naturelles avec la matrice.

1.2.2.1.3. Traitement aux rayons γ

Les rayons γ correspondent à un rayonnement électromagnétique et sont émis par désintégration de l'isotope 60 du cobalt. Ils possèdent un taux de pénétration élevé qui leur permet de traiter un matériau en profondeur. Sous l'effet du rayonnement, les liaisons chimiques covalentes peuvent être rompues, conduisant à la création d'espèces réactives (radicaux libres, ions, ...) à la surface du matériau traité [22].

1.2.2.1.4. Traitement aux irradiations UV

Le traitement au rayonnement UV permet d'oxyder la surface du matériau traité. L'oxydation de la cellulose sous UV est aussi efficace que d'utiliser des méthodes chimiques. Ce traitement engendre une amélioration des performances mécaniques du composite, cependant, un temps d'exposition trop long au rayonnement UV conduit à une dégradation des fibres [22].

1.2.2.2. Traitement chimique des fibres naturelles

L'utilisation de produits chimiques pour traiter les fibres naturelles engendre une amélioration des propriétés d'interface fibre/matrice, en modifiant l'état de surface des fibres. La modification de la surface par des méthodes chimiques a permis le couplage entre les fibres cellulosiques fortement hydrophiles et les polymères hydrophobes. Le choix du traitement se fait en fonction de la nature des fibres [17].

1.2.2.2.1. Traitement par la soude

Le traitement à la soude ou mercerisage est l'un des traitements chimiques les plus utilisés avec les fibres naturelles lorsqu'elles sont utilisées pour renforcer les thermoplastiques et thermodurcissables. La modification importante apportée par un traitement alcalin est la diminution des liaisons hydrogène entre la cellulose et les deux autres principaux constituants, hémicellulose et lignine.

La définition standard du mercerisage (proposée par la norme ASTM D 1965) est la suivante : procédé qui consiste à soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse concentrée d'une base forte, dans le but de provoquer un gonflement important résultant en des changements dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés mécaniques [16].

Ce traitement permet d'éliminer les constituants indésirables de la fibre, telles que la lignine, l'hémicellulose et la pectine (figure 1.10). Cela entraîne des changements dimensionnels, morphologiques et mécaniques des fibres. La texturation de surface par

apparition des microfibrilles donne une rugosité de surface ce qui facilite l'adhérence mécanique avec 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 [29].

L'effet de la soude sur la fibre de cellulose est une réaction de gonflement, au cours de laquelle la structure cristalline naturelle de la cellulose relaxe. La cellulose native (telle qu'elle existe dans la nature) possède un réseau cristallin monoclinique de cellulose-I, qui peut être transformé en différentes formes polymorphes par des traitements chimiques ou thermiques [16].

La figure 1.10, montre l'effet du traitement alcalin sur la structure d'une fibre lignocellulosique.

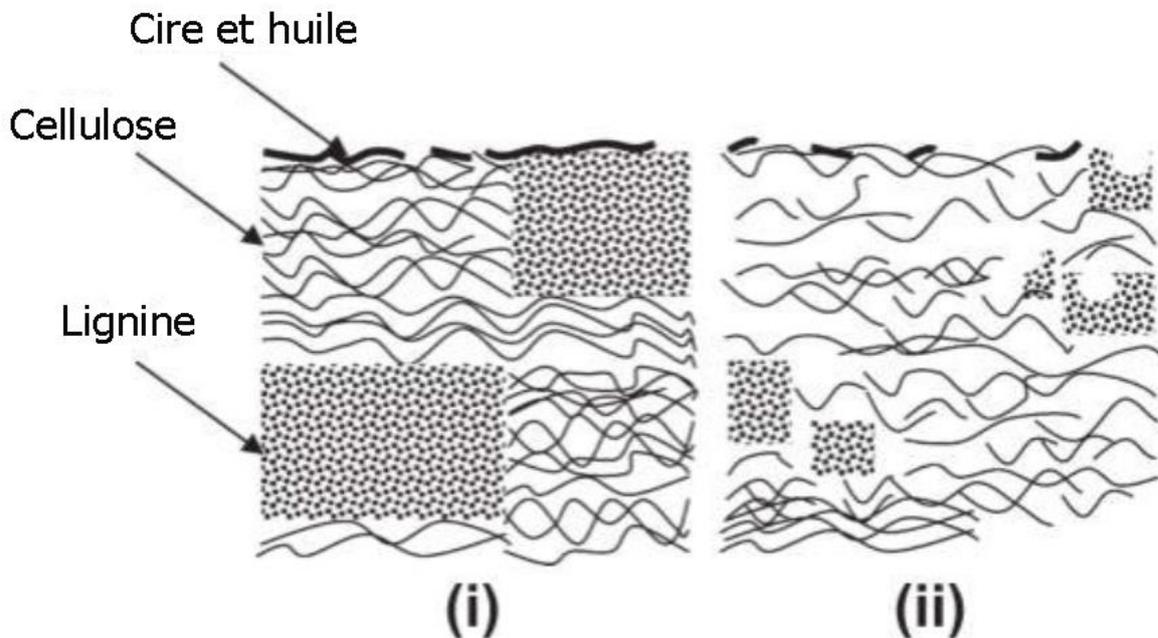


Figure 1.10 : Structure typique de la fibre lignocellulosique (i) non traitée et (ii) après traitement à la soude [30].

Ray et al. [31], ont étudié le traitement alcalin des fibres de jute en utilisant une solution de NaOH (5 %) à 30 °C pendant une période de temps allant de 2 h à 8 h. La cristallinité des fibres a augmenté après 6 h de traitement. Le module d'Young des fibres de jute a augmenté de 12% après 4 h de traitement, et de 68% et 79% quand elles étaient traitées pendant 6 et 8 h respectivement. La ténacité des fibres a augmenté de près de 46% après 6 et 8 heures de traitement, et l'allongement à la rupture a été réduit de 23% après 8 h de traitements [32].

Roy et al. [33] ont étudié l'effet de la variation de la concentration de la solution alcaline et du temps de traitement des fibres de jute sur les propriétés des matériaux (fibres de jute). Ils

ont enregistré une élimination progressive des hémicelluloses et de la lignine, ils ont constaté aussi que ce traitement brise les liaisons hydrogène entre les groupes hydroxyles (-OH) de la cellulose, les hémicelluloses et la lignine et conduit à la défibrillation, c'est-à-dire la décomposition du faisceau de fibres en fibres plus petites. La teneur en humidité des fibres de jute a diminué avec l'augmentation de la concentration de la solution alcaline et de la durée du traitement. La teneur en humidité de la fibre de jute non traitée était de 15,51 %. Elle a atteint 4,08 % lorsque les fibres de jute ont été traitées avec 1% de solution alcaline pendant 48 h. Dans ce dernier cas, l'angle de contact à l'eau des fibres traitées a augmenté de 63,9° à 96,2°. Ainsi, ces fibres sont devenues plus hydrophobes et plus compatibles avec une matrice thermoplastique. La rugosité de surface de la fibre de jute a augmenté avec la concentration de la solution alcaline et la durée du traitement. Ceci est dû à l'élimination des impuretés de surface, des matériaux non-cellulosiques, des substances inorganiques et de cires. Le diamètre des fibres a été réduit de 39%. Les propriétés mécaniques ont été améliorées. Le traitement alcalin a augmenté la résistance à la traction des fibres de 82% et l'allongement à la rupture de 45% [32].

1.2.2.2.2. Traitement par des silanes

La modification de surface à base de silane est une méthode très répandue pour modifier la surface de la fibre d'hydrophile à une fibre hydrophobe. En l'absence d'eau, même à une température élevée, aucune réaction ne se produit entre les liaisons Si-OR et les groupes OH de la cellulose, tandis que les liaisons Si-OR réagissent avec le groupement OH phénolique de la lignine. En présence d'humidité, un groupe alkoxy hydrolysable conduit à la formation de silanols. Le silanol réagit ensuite avec le groupe hydroxyle de la cellulose, en formant des liaisons covalentes stables avec la paroi cellulaire par chimisorption sur la surface de la fibre [34, 35].

D'une manière générale, l'interaction d'agents de couplage de silane avec des fibres naturelles se déroule principalement selon les étapes suivantes [35, 36] :

1. Les monomères de silane sont hydrolysés en présence d'eau et d'un catalyseur (acide ou base) libérant de l'alcool et donnant des groupes silanol réactifs (figure 1.11).

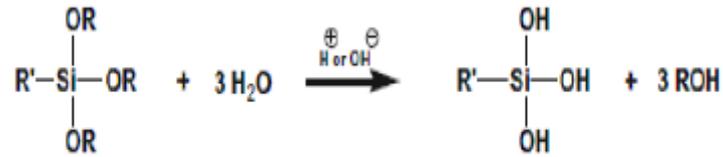


Figure 1.11 : Hydrolyse des silanes.

2. Pendant le processus d'hydrolyse, la condensation concomitante de silanols a également eu lieu (figure 1.12) La condensation doit être minimisée à ce stade pour laisser les silanols s'adsorber aux groupes hydroxyles des fibres naturelles. La vitesse de condensation des silanols peut être maîtrisée en ajustant le pH du système d'hydrolyse. Un environnement de pH acide est habituellement préférable pour accélérer la vitesse d'hydrolyse des silanes mais ralentir le taux de condensation des silanols.

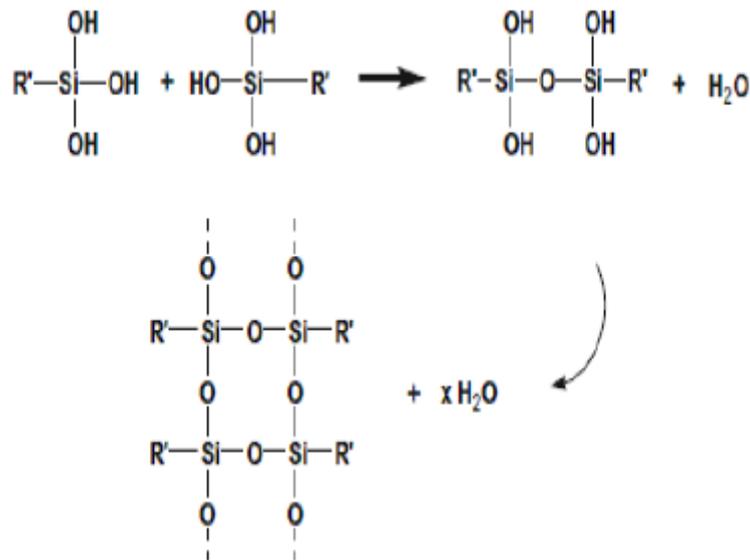


Figure 1.12 : Autocondensation des silanols.

3. Les monomères ou oligomères de silanol réactifs sont adsorbés physiquement sur les groupes hydroxyles des fibres par des liaisons hydrogènes (figure 1.13), soit sur les surfaces des fibres (revêtement de surface) soit dans les parois cellulaires des fibres (encombrement des parois cellulaires) qui dépend de la taille moléculaire des monomères/oligomères de silanol formé. Les silanols libres sont également adsorbés et réagissent les uns avec les autres, formant ainsi des structures rigides de polysiloxane liées à une liaison Si-O-Si stable.

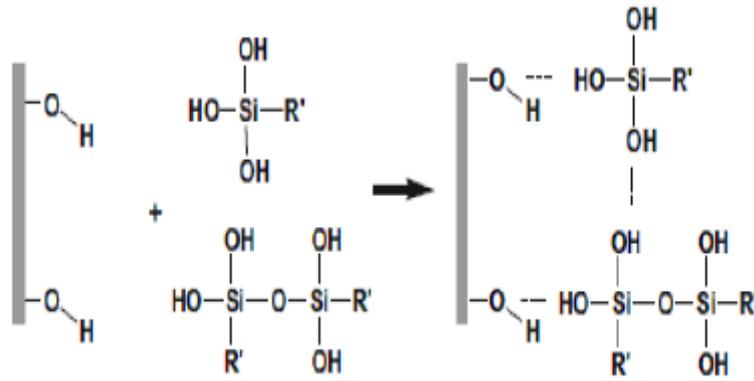


Figure 1.13 : Adsorption des silanols.

4. À haute température, les liaisons hydrogènes entre les silanols et les groupes hydroxyles des fibres peuvent être converties en liaisons $-\text{Si}-\text{O}-\text{C}-$ covalentes avec la libération d'eau (figure 1.14). Les groupes silanol résiduels dans les fibres vont encore se condenser l'un avec l'autre. Les liaisons de $-\text{Si}-\text{O}-\text{C}$ peuvent ne pas être stables à l'hydrolyse; cependant, cette liaison est réversible lorsque l'eau est enlevée à une température élevée.

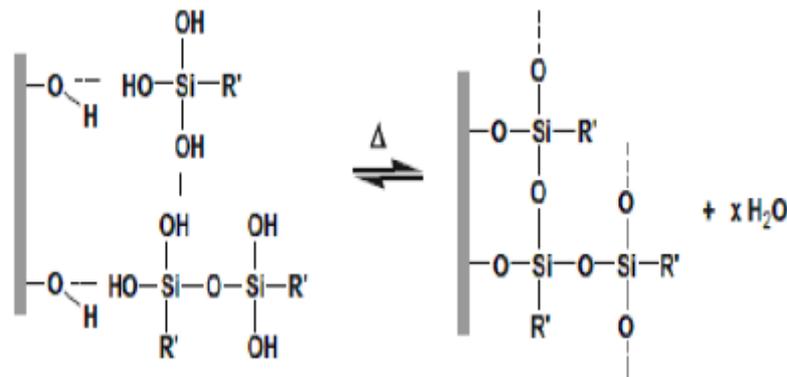


Figure 1.14 : Greffage des silanols.

1.2.2.2.3. Traitement par acétylation

L'acétylation est une technique d'estérification des fibres naturelles, c'est une méthode efficace pour réduire le caractère hydrophile des fibres de cellulose ce qui améliore la dispersion des fibres dans une matrice thermoplastique [29].

L'acétylation est le plus souvent réalisée dans un milieu acide avec des anhydrides correspondant à l'acide dans la plupart des cas. L'anhydride acétique est le plus utilisé car il permet de réduire l'énergie de surface de la fibre pour la rendre non-polaire par conséquent plus compatible avec la matrice thermoplastique [29].

L'acétylation est réalisée en ajoutant l'anhydride acétique et le catalyseur acide (H_2SO_4). Il se forme alors un triacétate de cellulose (Figure 1.15). Les fibres cellulosiques se dissolvent progressivement à mesure que la réaction avance. La dissolution complète ne se produit qu'en présence d'un excès important d'anhydride acétique. Elle indique alors la fin de l'estérification. Cette réaction provoque deux phénomènes : la réaction des groupements hydroxyles de la cellulose, et la fission des chaînes cellulosiques et donc la diminution du degré de polymérisation de la cellulose. La température favorisant l'hydrolyse de la cellulose [37].

L'hydrolyse transforme le triacétate obtenu lors de l'acétylation en un dérivé soluble dans l'acétone. On additionne de l'eau au mélange précédent (solution d'acide acétique) pour permettre l'hydrolyse du triacétate en diacétate. Cette étape est catalysée également par de l'acide sulfurique [37].

La dernière étape correspond à la précipitation et à la purification. Une fois que le degré de substitution de l'acétate a été ajusté, on précipite l'acétate cellulosique en ajoutant de l'eau à la solution et on lave à nouveau le précipité à l'eau. Cette purification est primordiale afin d'éliminer les traces d'agents chimiques et de recycler l'acide acétique [37].

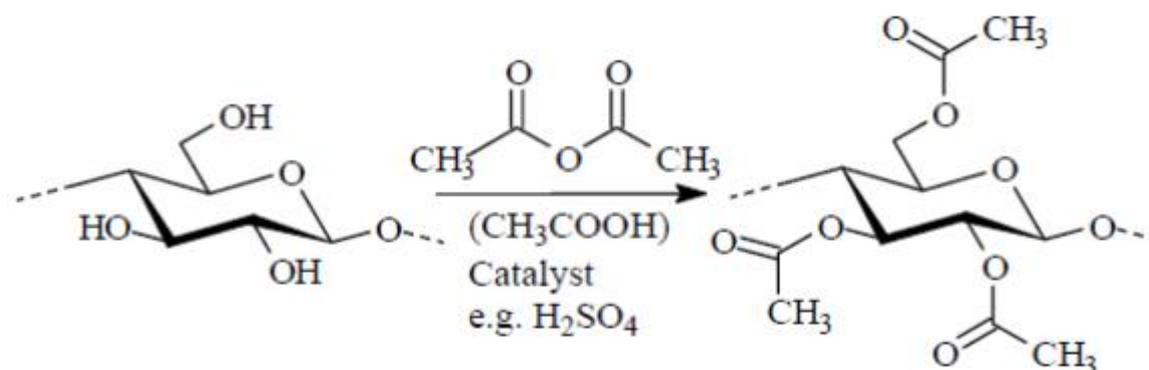


Figure 1.15 : Acétylation de la cellulose [38].

Bessadok et al. [39] ont étudié l'effet de l'acétylation des fibres d'alfa (*Stipatenacissima*) sur l'absorption d'eau. Les résultats de l'étude ont révélé une réduction de la prise d'eau des fibres d'alfa, ce qui est expliqué par la diminution des groupements hydroxyles après acétylation.

Tserki et al. [40] ont fait une étude sur le traitement des fibres de lin, de chanvre et du bois par acétylation. L'effet d'estérification entre les groupements acétyles et les groupements hydroxyles de la fibre a été mis en évidence par la spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier (IRTF) et par la spectroscopie de photoélectron des rayons X (XPS).

La diffraction des rayons X (DRX) et la microscopie électronique à balayage (MEB) ont été utilisées pour caractériser la cristallinité et la morphologie des fibres traitées et non traitées. Les deux méthodes spectroscopiques ont indiqué que la surface des fibres a été modifiée après traitement et cela apparaît dans la présence des liaisons ester sur la surface des fibres. Les résultats du MEB ont indiqué que ce traitement a provoqué l'élimination des substances cireuses. Il a été également montré que la cristallinité des fibres a diminué légèrement après estérification.

Tronc et al. [41] ont étudié l'estérification des fibres d'agave par un mélange d'anhydride acétique avec l'acide octanoïque et son effet sur les propriétés des composites PEHD/fibres d'agave. Les résultats ont montré que ce traitement améliore le module d'élasticité et la résistance au choc des composites et que les fibres modifiées chimiquement enregistrent une meilleure adhésion interfaciale avec la matrice PEHD par rapport aux fibres non modifiées, ce qui est expliqué par la réduction de la polarité de la fibre par l'estérification.

Cyras et al. [42] ont travaillé sur les biocomposites polyhydroxybutyrate (PHB)/cellulose acétylée et non acétylée. L'effet du taux de PHB sur l'absorption d'humidité, l'absorption d'eau et la perméabilité à la vapeur d'eau des films a été étudié et les résultats obtenus sont les suivants :

- Les composites à 15% en PHB ont montré une diminution de la perméabilité à la vapeur d'eau, d'absorption d'eau et d'humidité.
- Le module d'élasticité, la résistance à la traction et la contrainte à la rupture des biocomposites dépendent du taux de PHB où le meilleur comportement à la traction uniaxiale est obtenu avec des taux de PHB supérieur à 15%.
- Amélioration de l'adhésion entre le PHB et la cellulose acétylée.

Beztout [5] a étudié l'effet du traitement chimique de la cellulose sur les propriétés physico-mécaniques des composites PVC/cellulose. Les résultats de cette étude ont montré :

- Une diminution du taux d'absorption d'eau des matériaux composites traités.
- Une augmentation du taux de cristallinité des composites avec l'accroissement du taux de charge.
- Une amélioration de la dispersion de la cellulose traitée dans la matrice PVC, ainsi que l'adhésion interfaciale.
- Une amélioration des propriétés mécaniques, thermiques et diélectriques des composites PVC/cellulose traitée par rapport aux composites PVC/cellulose non traitée.

1.2.2.2.4. Traitement par l'acide stéarique

Le traitement par l'acide stéarique « $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$ » est une autre technique d'estérification des fibres naturelles. Cet acide est utilisé pour modifier la surface des fibres. Son groupement carboxyle ($-\text{COOH}$) réagit avec les groupements hydroxyles de la fibre ce qui réduit sa sensibilité à l'humidité [43], en effet, ce traitement peut conférer aux fibres naturelles un caractère extrêmement hydrophobe [44, 45]. Cependant, il élimine certains constituants de la structure de la fibre (pectine, huile de cire, etc.). Par conséquent, les faisceaux de fibres se décomposent et des phénomènes de défibrillation se produisent [46, 47]. Pour des applications composites, ce traitement favorise une meilleure liaison à l'interface fibres-matrice et fournit des meilleures propriétés des composites [32].

1.2.2.2.5. Couplage chimique

L'ajout d'un agent de couplage est l'une des méthodes chimiques les plus importantes, elle permet l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre la charge et la matrice.

La composition chimique des agents de couplage leur permet de réagir avec la surface des fibres formant un pont de liaisons chimiques entre la fibre et la matrice. En général, les agents de couplage sont des molécules possédant deux fonctions, la première fonction réagit avec les groupes $-\text{OH}$ de la cellulose et la seconde avec les groupes fonctionnels de la matrice [1].

Jusqu'à présent, plus de quarante agents de couplage ont été utilisés dans l'industrie et la recherche [48].

Le Tableau 1.5 liste les principales familles d'agents de couplage utilisées pour améliorer l'adhésion interfaciale entre les fibres naturelles et les matrices plastiques.

Tableau 1.5 : Agents de couplage utilisés dans les composites à fibres naturelles [48].

Nom de l'agent de couplage	Famille	Exemples
Organique	Acrylates	Glycidyl méthacrylate (GMA) Hydroxyethyl méthacrylate (HEMA)
	Anhydrides	N,N1-m-Phénylène bismaléimide (BMI)
	Amides et imides	Acetic anhydride (AA) Alkyl succinic anhydride (ASA) Succinic anhydride (SA) Phthalic anhydride (PHA) Maleic anhydride (MA)
	Chlorotriazines	
	Epoxydes	Butylene oxide (BO) Propylene oxide (PO)
	Isocyanates	Ethyl isocyanate (EIC) Hexaméthylène diisocyanate (HMDIC) Toluène 2,4-diisocyanate (TDIC)
	Acides organiques	Abietic acid (ABAC) Linoleic acid (LAC)
	Monomères	Acrylonitrile (AN) Butyl acrylate (BA) Epoxypropyl methacrylate (EPMA) Methacrylic acid (MAA) Methyl methacrylate (MMA) Styrene Vinyl compounds
	Polymères et copolymères	Ethyl/vinyl acetate (E/VAC) Maleated polyethylene (MAPE) Maleated polypropylene (MAPP)
Inorganique	Silicate de Sodium	
Organique-inorganique	Silanes	Vinyltri(2-methoxyethoxy) silane (A-172) γ -Methacryloxypropyltrimethoxy silane (A-174) γ -Glycidoxy propyltrimethoxy silane (A-187)
	Titanates	Titanium didioctylpyrophosphate) oxyacetate (KK 138S)

1.3. Application des composites à base de fibres végétales

Avec les dernières avancées en matière de moulage par injection et d'impression 3D, les composites à fibres naturelles présentent un grand intérêt pour plusieurs applications. Les granulés de bois et de fibres naturelles en plastique sont utilisés pour les biens de consommation tels que les instruments de musique, les boîtiers et les étuis, les meubles, les tables, les jouets, les peignes et les plateaux [49].

Les composites à fibres naturelles présentent un certain nombre d'avantages pour une utilisation dans les applications automobiles. Ces composites sont généralement des matériaux légers, ils réduisent donc la consommation des véhicules par conséquent moins de pollution due aux émissions de gaz à effet de serre [50].

Comparés aux composites d'origine non renouvelable, les biocomposites ont d'excellentes propriétés acoustiques et thermiques, ce qui les rend idéaux pour les pièces intérieures de véhicules. Leurs propriétés les rendent adaptés à la fabrication de composants intérieurs non structuraux, notamment les garnitures en bois, les rembourrages de siège, les dossiers de siège, les garnitures de pavillon, les panneaux intérieurs, les tableaux de bord et l'isolation thermoacoustique (figure 1.16) [50].



Figure 1.16 : Composants intérieurs d'une voiture fabriqués à partir de composites à base de fibres naturelles [50].

Plusieurs constructeurs automobiles à travers le monde utilisent maintenant les composites à fibres naturelles dans diverses applications.

Le tableau 1.6 illustre quelques composants fabriqués par ces constructeurs.

Tableau 1.6 : Modèles de véhicules, fabricants et composants utilisant des composites à fibres naturelles [51].

Modèle	Manufacturier	Composantes
A2, A3, A4, A4 Avant, A6, A8, Roadster, Coupe	Audi	Sièges arrières, panneaux de portes arrière et de côté, doublures de coffre, porte-chapeaux, doublures de roues de secours
C5	Citroën	Panneaux de portes intérieurs
3, 5, 7 series	BMW	Panneaux de portes, panneaux d'isolation acoustique, doublures de coffre, sièges arrières.
Eco Elise	Lotus	Panneaux de carrosserie, spoilers, sièges, tapis intérieurs
Punto, Brava, Marea, Alfa Romeo 146, 156	Fiat	Panneaux de portes
Astra, Vectra, Zafira	Opel	Panneaux instrumentaux, panneaux de garniture de pavillon, panneaux de portes, panneaux de couverture de piliers
406	Peugeot	Panneaux de portes avant et arrière
2000 et autres	Rover	Isolation, étagères arrières de rangement/panneaux
Raum, Brevis, Harrier, Celsior	Toyota	Panneaux de portes, sièges arrières, tapis de sol, couvre-roues de secours
Golf A4, Passat Variant, Bora	Volkswagen	Panneaux de portes, sièges arrières, panneaux de finition du couvercle de coffre, doublures de coffre
Space star, Colt	Mitsubishi	Planchers de coffre, panneaux de portes, panneaux instrumentaux
Mercedes A, C, E, S class, Trucks, EvoBus (exterior)	Daimler-Benz	Panneaux de portes, pare-brises/tableaux de bord, boîtes à gants, isolation, panneaux d'ouvertures, , couvertures internes du moteur, isolation du moteur, pare-soleils, pare-chocs, boîtes de roues, couvertures de toit
Pilot	Honda	Planchers de coffre
C70, V70	Volvo	Rembourrages de sièges, panneaux de plancher de coffre
Cadillac Deville, Chevrolet TrailBlazer	General Motors	Sièges arrières, planchers de coffre
L3000	Saturn	Panneaux de garniture de tablette arrière et panneaux de portes
Mondeo CD 162, Focus, freestar	Ford	Panneaux de plancher, panneaux de portes, B-piliers, doublures de coffre

Toutefois, l'utilisation des composites à fibres naturelles n'est pas limitée à des composants intérieurs et non-structuraux tels que ceux utilisés dans les véhicules, ils sont de plus en plus acceptés dans des applications structurelles telles que les clôtures, terrasses, toitures, balustrades, gainages et revêtements, bancs de parcs, et dans divers domaines, principalement celui de la construction [52].

La figure 1.17 montre quelques applications des composites à fibres naturelles dans les produits de construction.



Figure 1.17 : Applications des composites à fibres naturelles dans les produits de construction [52].

L'avenir du marché des composites thermoplastiques semble prometteur avec des opportunités dans les secteurs du transport, des biens de consommation, de l'industrie et de la construction. Le marché des composites thermoplastiques devrait décliné en 2020 en raison de la récession économique mondiale provoquée par la COVID-19. Cependant, le marché connaîtra une reprise en 2021 et il devrait atteindre environ 15,1 milliards de dollars d'ici 2025 avec un TCAC de 1% à 3% de 2020 à 2025. Les principaux moteurs de ce marché sont la demande croissante de produits légers et écologiquement durables, et la substitution des métaux par des composites dans différentes industries d'utilisation finale [53].

CHAPITRE 2

Matériaux utilisés et techniques expérimentales

Chapitre 2. Matériaux utilisés et techniques expérimentales

2.1. Matériaux et réactifs utilisés

2.1.1. Polychlorure de vinyle (PVC)

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

Tableau 2.1 : Propriétés du PVC SE-1200.

Propriétés	Spécification	Normes
Aspect	Poudre blanche	-
Indice de viscosité	70,2-72,0	DIN 53726
Viscosité (cSt)	0,990-1,080	ASTM D1243
Densité	0,481-0,561	ASTM D1895

2.1.2. Additifs du PVC

a. Plastifiant

Le plastifiant ajouté au PVC est le di-octylphtalate (DOP), fourni par l'entreprise tunisienne « société générale des plastifiants ». La formule brute du DOP est $C_{24}H_{38}O_4$.

Les propriétés physico-chimiques du DOP sont données dans le tableau 2.2.

Tableau 2.2 : Propriétés physico-chimiques du DOP.

Propriétés	Unités	Spécification	Normes
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
Viscosité à 25°C	Cst	55-60	
Teneur en ester	%	99-99,8	
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 1045

b. Stabilisant thermique à base de Ca/Zn

Le Ca/Zn est un stabilisant non toxique fabriqué par l'entreprise espagnole Betaquimica, il est recommandé pour être utilisé dans diverses applications comme l'isolation des fils électriques et de câbles en PVC car il présente une bonne stabilité thermique, une bonne rétention de la couleur, une excellente résistance à la lumière avec de bonnes propriétés diélectriques et mécaniques.

Le tableau 2.3 illustre les propriétés du stabilisant thermique Ca/Zn.

Tableau 2.3 : Propriétés du stabilisant thermique Ca/Zn.

Propriétés	Unités	Spécifications
Aspect	-	Poudre blanche
Masse volumique	g/cm ³	0,37
Teneur en Zn	%	2,25

c. Lubrifiant

Le lubrifiant utilisé est l'acide stéarique (lubrifiant interne C₁₈H₃₆O₂) fabriqué par l'entreprise espagnole Betaquimica.

Les propriétés de l'acide stéarique sont données dans le tableau 2.4.

Tableau 2.4 : Propriétés de l'acide stéarique.

Propriétés	Unités	Spécifications
Indice de saponification	-	199-209
Couleur Gardner	-	2
Indice d'acide	-	198-208
Indice d'iode	-	3
Taux d'humidité	%	0,1

2.1.3. Farine des noyaux de dattes (FND)

Les noyaux de dattes collectés proviennent des dattes algériennes de variétés différentes.

Pour préparer la FND, les noyaux collectés ont subi plusieurs étapes de pré traitement :

- Lavage avec de l'eau froide afin d'éliminer les impuretés solubles dans l'eau froide.
- Lavage avec l'eau chaude afin d'éliminer les impuretés insolubles dans l'eau froide.
- Séchage à l'air libre pendant 2 à 3 jours.
- Broyage à l'aide d'un broyeur d'épices.

- Tamisage avec une série de tamis de différents diamètres afin d'obtenir une farine de granulométrie $\leq 300 \mu\text{m}$.

La figure 2.1 montre les étapes du broyage des noyaux de dattes.



Figure 2.1 : Etapes du broyage des noyaux de dattes.

2.1.4. Réactifs

L'anhydride acétique, l'acide acétique et l'acide sulfurique sont les réactifs utilisés pour la modification chimique (acétylation) de la FND.

➤ **Anhydride acétique** : Fourni par BRITISH DRUG HOUSES LTD. Sa structure chimique est donnée sur la figure 2.2.

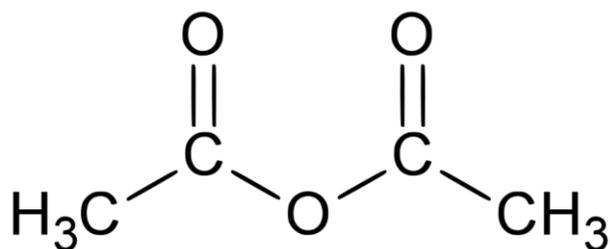


Figure 2.2 : Structure chimique de l'Anhydride acétique.

Les propriétés d'anhydride acétique sont données dans le tableau 2.5.

Tableau 2.5 : Propriétés de l'anhydride acétique.

Propriétés	Valeur
Pureté (%)	98
Masse molaire (g/mol)	102,09
Point d'ébullition (°C)	140
Densité	1,08

➤ **Acide Acétique** : Fourni par l'entreprise SIGMA-ALDRICH. Les propriétés de l'acide acétique sont données dans le tableau 2.6.

Tableau 2.6 : Propriétés de l'acide acétique.

Propriétés	Valeur
Pureté (%)	99
Masse molaire (g/mol)	60,05
Densité	1,049

➤ **Acide sulfurique** : Fourni par FLUKA, il est utilisé comme catalyseur dans la réaction d'acétylation de la FND. Les propriétés d'acide sulfurique sont données dans le tableau 2.7.

Tableau 2.7 : Propriétés de l'acide sulfurique.

Propriétés	Valeur
Pureté (%)	97
Masse moléculaire (g/mol)	98,08
Densité	1,83

2.2. Techniques expérimentales

2.2.1. Traitement chimique de la FND par l'anhydride acétique

Ce traitement a été effectué selon le protocole expérimental proposé par **Luz et al. [54]** : 90g de la FND ont été placés dans un ballon avec 456g d'acide acétique glacial, le ballon a été mis dans un bain thermostatique à 35°C durant 45 mn sous agitation magnétique continue, ensuite 150g d'acide acétique glacial et 0,6 ml de H₂SO₄ concentré ont été ajoutés ; la réaction continue durant 1h à 35°C. Après refroidissement du mélange à température ambiante, 264g d'anhydride acétique et 3,6 ml de H₂SO₄ ont été ajoutés, le contenu du ballon est maintenu à température ambiante durant 15 mn, ensuite la température a été augmentée pour atteindre 50 à 55°C, et la réaction continue durant 3h.

Finalement le mélange a été filtré, lavé avec l'eau distillée, séché à température ambiante ensuite dans l'étuve à 50°C durant 24h pour obtenir l'acétate de cellulose.

La figure 2.3 et la figures 2.4, illustrent le processus d'installation utilisé pour le traitement chimique de la FND.



Figure 2.3 : Installation du traitement chimique de la FND.

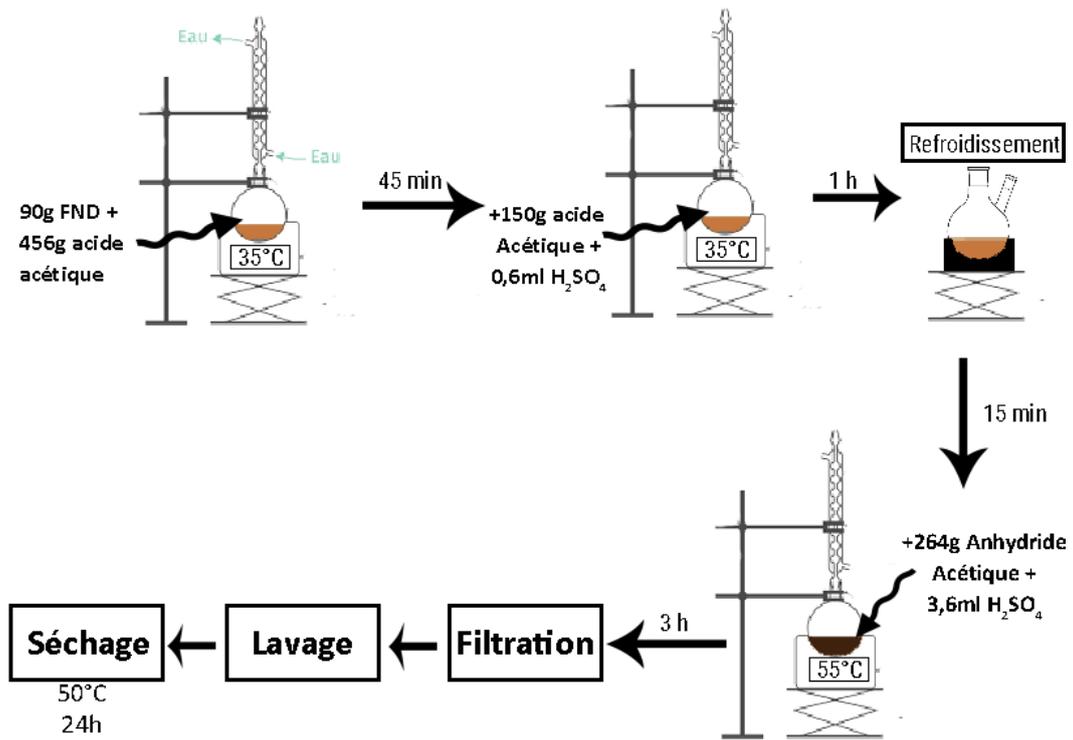


Figure 2.4 : Schéma du processus du traitement chimique de la FND

2.2.2. Caractérisation de la farine des noyaux de dattes brute (FNDB) et de la farine des noyaux de dattes traitée (FNDT)

2.2.2.1. 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 100°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'expression suivante :

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

2.2.2.2. Détermination de la densité

Cette caractéristique a été déterminée, selon la norme NFT 51-063, à l'aide d'un pycnomètre de volume de 10 cm³ dans lequel une masse de l'échantillon a été introduite. Par la suite, le pycnomètre a été rempli avec l'eau distillée.

La densité ($d_{éch}$) est déterminée par la relation (3) :

$$d_{éch} = \frac{m_2}{m_1 + m_2 - m_3} * d_{eau} \quad (3)$$

Avec :

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

d_{eau} : la densité de l'eau.

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.

2.2.3. Préparation des composites PVC/FNDT

L'élaboration des composites PVC/FNDT a été effectuée au sein de l'entreprise des câbles électriques « CABEL » à Alger, selon les procédés suivants :

2.2.3.1. Mélangeur à cylindre (Dryblend)

Le PVC et ces additifs (Plastifiant (DOP), stabilisant thermique (Ca/Zn) et lubrifiant (acide stéarique)) ont été mélangés dans un mélangeur de marque Papenmier, type LOHER tournant à une vitesse de 2000 à 3000 tr/min et à une température ne dépassant pas les 100°C pendant 10 mn. On obtient un mélange sec appelé PVC « compound ».

La composition massique du PVC compound est donnée dans le tableau 2.8.

Tableau 2.8 : Composition massique du PVC compound.

Constituants	PVC	DOP	Ca/Zn	Acide stéarique
Teneurs (%)	73,53	22,06	3,68	0,73

2.2.3.2. Calandrage

Le calandrage est une opération qui consiste à faire passer une matière, entraînée mécaniquement, entre deux cylindres chauffés pour produire des films plastiques.

Le mélange PVC/FNDT est introduit dans un mélangeur à double cylindre de type A80 (figure 2.5) à une température de 170°C. Pour chaque formulation, une masse de 150gr a été incorporée. Le mélange est maintenu durant 5 mn pour le ramollir et obtenir un film homogène.



Figure 2.5 : La calandre LESCUYER A80.

2.2.3.3. Moulage par compression

Les plaques ainsi obtenues par calandrage sont introduites dans le moule entre deux feuilles de Téflon et compressées à l'aide d'une presse de marque FONTJINE HOLLAND (figure 2.6.a) à une température de 170°C, sous une pression de 250 KN et pendant un temps de séjour de 5 min. Des plaques de dimensions de 250×250×2 mm³ sont obtenues (figure 2.6.b)

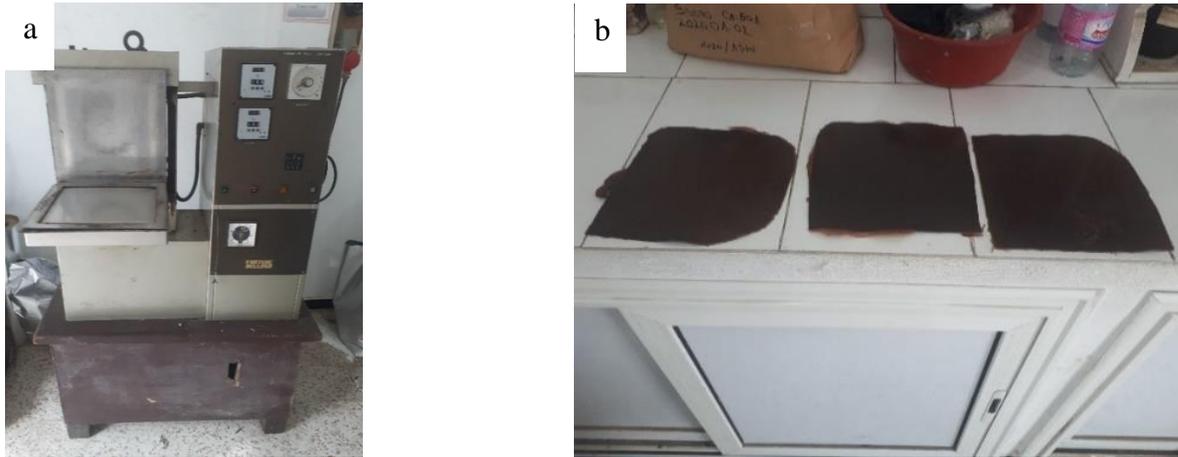


Figure 2.6 : (a) La presse à table FONTJINE, (b) Forme des plaques des composites.

Les plaques ainsi obtenues sont par la suite découpées par un emporte-pièce normalisé (figure 2.7) sous forme d’haltères pour servir dans les différents tests de caractérisation.

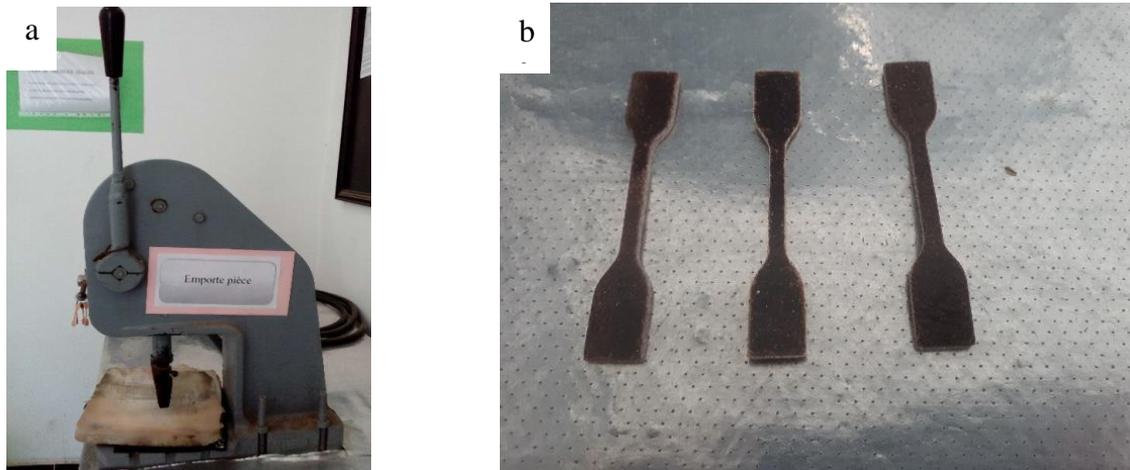


Figure 2.7 : (a) Emporte-pièce, (b) Les éprouvettes.

La composition massique des différentes formulations PVC/FNDT élaborées est rapportée dans le tableau 2.9.

Tableau 2.9 : Composition massique des différentes formulations PVC/FNDT.

Formulations Compositions (%)	F0	F10	F20	F30
PVC	100	90	80	70
FNDT	0	10	20	30

2.2.4. Techniques de caractérisation

2.2.4.1. Test de traction

L'essai de traction permet d'évaluer la résistance mécanique d'un matériau et d'accéder à ces propriétés élastiques de rigidité et de rupture via la détermination de certains paramètres tels que le module d'Young, l'allongement et la contrainte à la rupture.

L'essai de traction a été effectué au niveau du laboratoire de l'entreprise privée des câbles électriques « CABEL » sur une machine de marque MTS Criterion (figure 2.8) selon la norme NFC 32-200, pilotée par ordinateur à l'aide d'un logiciel de type TXW. Les éprouvettes subissent un étirement sous une vitesse constante (50 mm/mn). Le dépouillement des résultats nous permet d'obtenir : le module d'Young, la contrainte à rupture et l'allongement à la rupture.



Figure 2.8 : Machine de traction.

2.2.4.2. Test de dureté shore D

La mesure de la dureté shore D a été réalisée au niveau de laboratoire de l'entreprise privée des câbles électriques « CABEL », à Alger. Cet essai a pour objet de mesurer la dureté des matières plastiques et d'élastomères et de donner un aperçu sur les propriétés de surface du matériau selon la norme NF T51-109.

Le duromètre Shore D (figure 2.9) est constitué d'un pénétrateur (une aiguille pointue en acier) chargé par ressort, dont la profondeur de pénétration élastique constitue la mesure de la dureté Shore du matériau. Cette dureté est mesurée sur une échelle de 0 à 100. Plus le nombre est élevé, plus le matériau est dur. L'essai consiste à soumettre un effort tendant à enfoncer l'aiguille pointue en acier (poinçon) sur une plaque carrée d'une masse de 5g. Les essais de dureté sont très utilisés en raison de leur simplicité et de leur caractère peu destructif.



Figure 2.9 : Duromètre Shore D.

2.2.4.3. Détermination de la densité

La densité a été déterminée au niveau de l'entreprise « CABEL » en utilisant un densimètre modèle DSM (figure 2.10). Le principe du fonctionnement de ce densimètre consiste en la mesure de la poussée d'Archimède exercée sur le volume d'échantillon immergé dans l'eau distillée de température connue.



Figure 2.10 : Densimètre DSM.

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 première partie rassemble les différents résultats de la caractérisation physico-chimique de la farine des noyaux de dattes brute (FNDB) et de la farine des noyaux de dattes traitée (FNDT), telles que la densité, le taux d'humidité et le taux de matière sèche obtenus expérimentalement.

Les différents résultats obtenus sont enregistrés dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1 : Caractéristiques physico-chimiques de la FNDB et la FNDT.

Charge	FNDB	FNDT
Caractéristiques		
Densité	0,722	1,017
Taux de matière sèche (%)	88,48	85,99
Taux d'humidité (%)	11,52	14,01

La farine des noyaux de dattes traitée a une densité supérieure à celle non traitée. Cela est dû au traitement chimique par l'anhydride acétique qui élimine la plupart de l'hémicellulose et la lignine contenues dans la farine des noyaux de dattes, ce qui permet un rapprochement des microfibrilles de cellulose conduisant à une meilleure compacité et donc à une augmentation de la densité [16].

Quant au taux de la matière sèche, une diminution de 2,20% est enregistrée après l'acétylation de la farine des noyaux de dattes. Ce résultat est prévisible vu que la matière sèche d'une fibre végétale contient, en grandes proportions, de la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, et comme mentionné précédemment, le traitement chimique par l'anhydride acétique élimine la plupart de l'hémicellulose et la lignine contenues dans la farine des noyaux de dattes, donc la quantité ou le taux de matière sèche diminue.

Concernant le taux d'humidité, une augmentation de ce paramètre a été enregistrée après acétylation de la farine des noyaux de dattes. Cela est probablement dû au traitement chimique de la farine.

3.2. Caractérisation des composites PVC/FNDT

3.2.1. Test de densité

Les résultats du test de densité des composites PVC/FNDT pour les différents taux de charge présentés sur la figure 3.1, montrent qu'il y a une légère diminution de la densité avec l'accroissement du taux de la farine traitée. Cette diminution est de l'ordre de 9% pour un taux de charge de 30%.

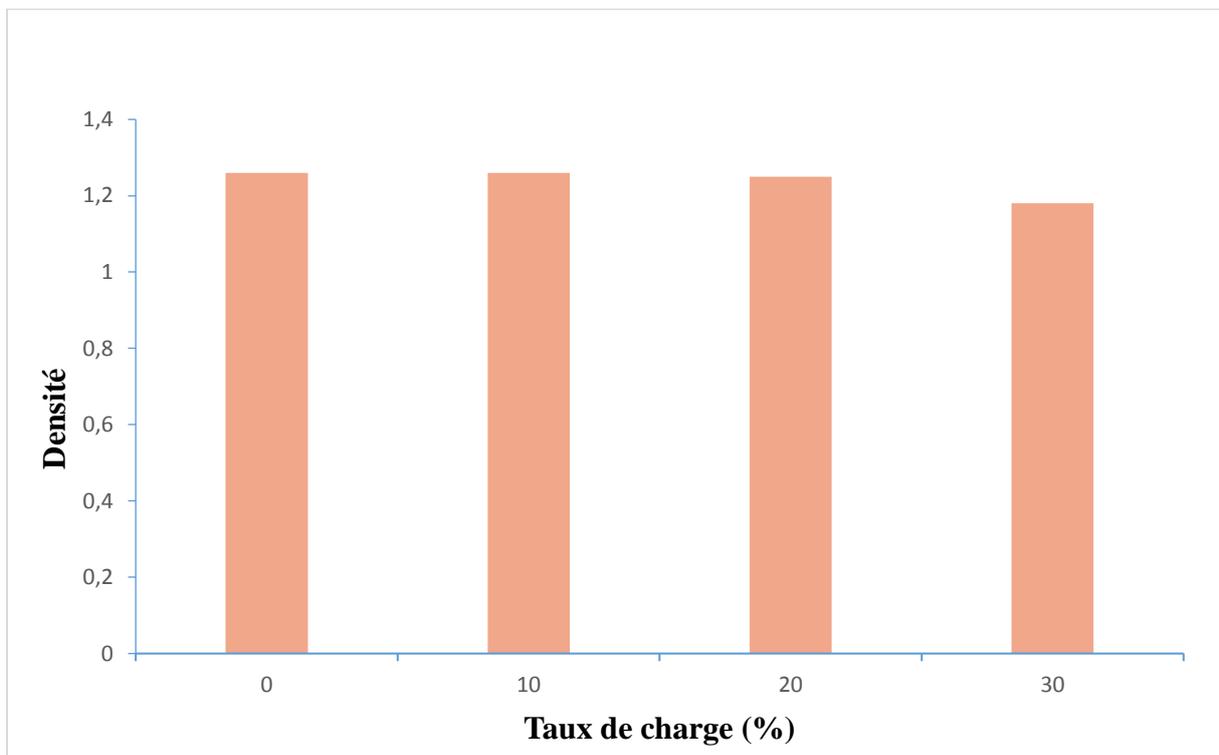


Figure 3.1 : Densité du PVC et des composites PVC/FNDT en fonction du taux de charge.

Comparant les résultats du test de densité des composites PVC/FNDT élaborés avec ceux des composites PVC/FNDB préparés par **Mirar et Berkane** [48] pour les mêmes taux de charge (figure.3.2), on constate que l'incorporation de la FNDT dans le PVC n'a pas d'effet pour des taux de charge de 10% et 20 %. Pour un taux de charge de 30% une densité plus faible que celle des composites non traités est enregistrée.

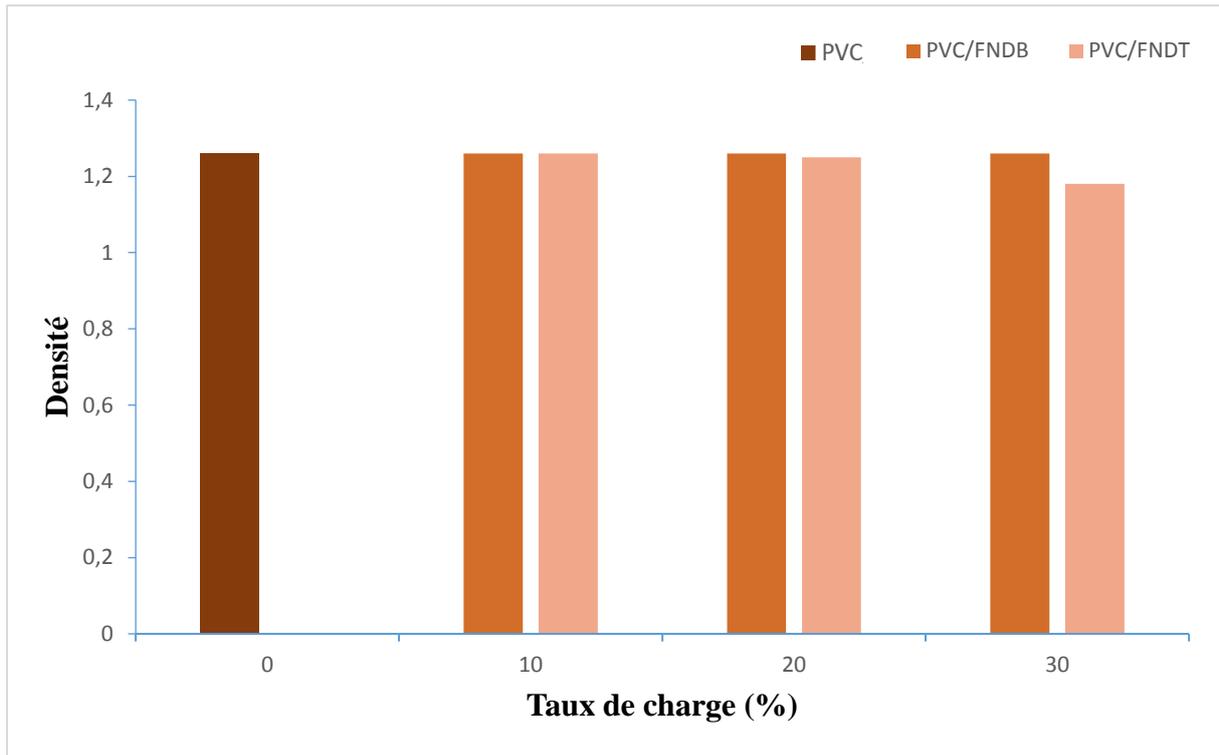


Figure 3.2 : Densité du PVC et des composites PVC/FNDB et PVC/FNDT en fonction du taux de charge.

3.2.2. Test de dureté

La dureté d'un échantillon particulier se rapporte à sa résistance à la pénétrabilité quand une charge est appliquée.

L'évolution de la dureté des composites PVC/FNDT en fonction du taux de charge est présentée sur la figure 3.3. On voit que la dureté augmente avec l'augmentation du taux de charge dans la matrice. Ces résultats sont prévisibles car la farine des noyaux de dattes a du caractère dur qui accroît la dureté des composites PVC/FNDT. Une augmentation de 4,61%, 6,15% et 7,69% est enregistrée pour les composites chargés avec 10, 20 et 30 % en FNDT respectivement, par rapport au PVC vierge.

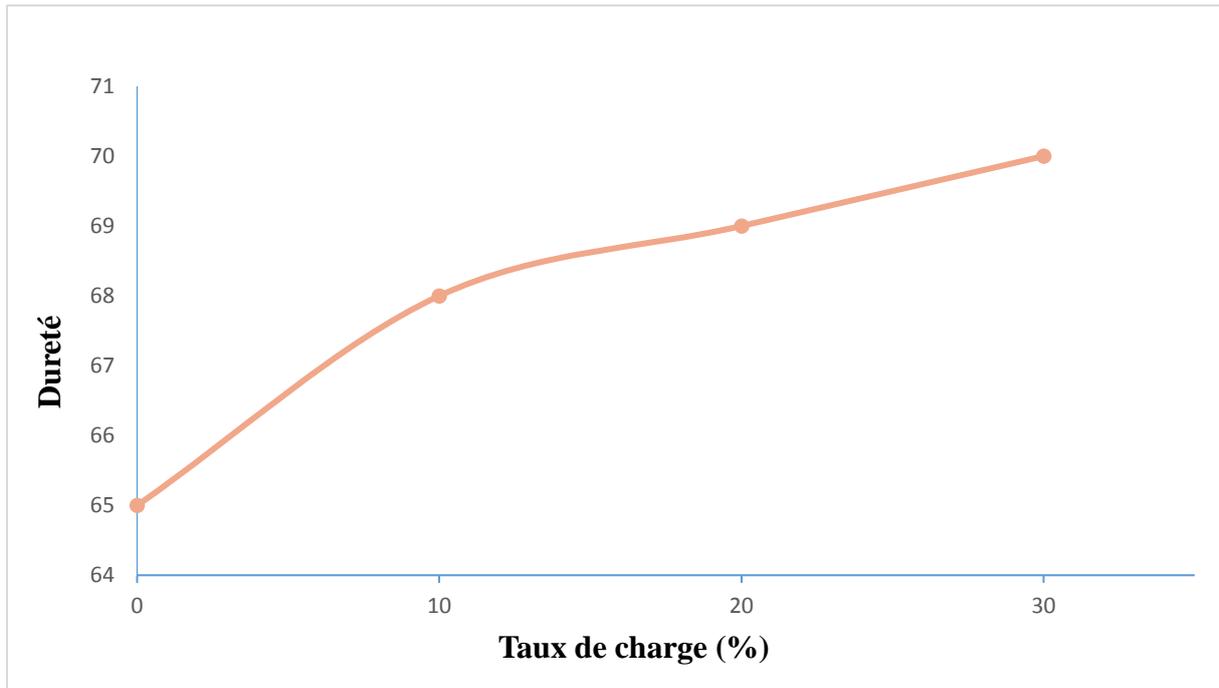


Figure 3.3 : Dureté du PVC et des composites PVC/FNDT avec 10, 20 et 30% de charge.

La figure 3.4, montre les résultats de la dureté Shore des composites PVC/FNDT et PVC/FNDB. En comparant ces résultats, on constate que les composites chargés avec la FNDT enregistrent une dureté plus importante par rapport à ceux chargés avec la FNDB. Pour un taux de charge de 20%, la dureté à augmenter de 66 à 69 pour les composites PVC/FNDB et PVC/FNDT respectivement. Cette augmentation est expliquée par la bonne dispersion de la fibre dans la matrice avec la diminution des vides et une plus forte adhésion interfaciale fibre-matrice [4]. Ces résultats sont en accord avec d'autres travaux de recherches [5, 55, 56 et 57].

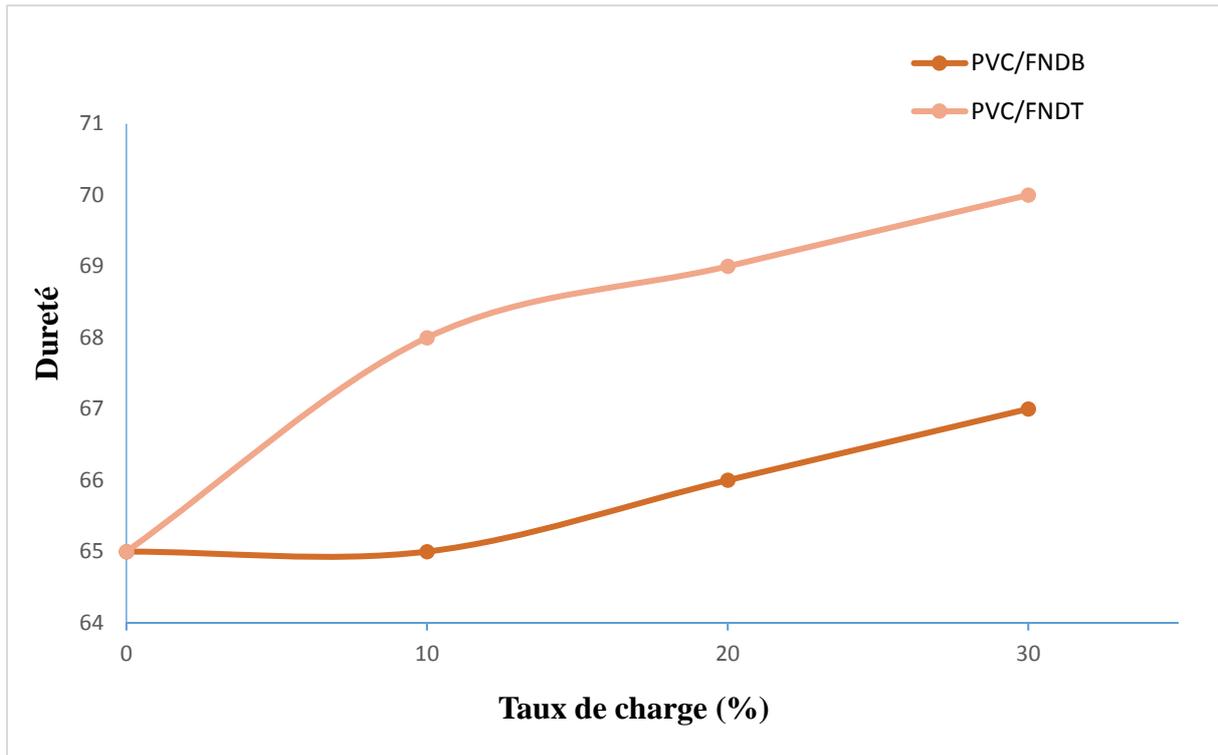


Figure 3.4 : Dureté du PVC et des composites PVC/FNDB et PVC/FNDT avec 10, 20 et 30% de charge.

3.2.3. Test de traction

3.2.3.1. Contrainte à la rupture

La figure 3.5, montre l'évolution de la contrainte à la rupture des composites PVC/FNDB et PVC/FNDT. On voit que la résistance à la traction de tous les composites diminue graduellement avec l'augmentation du taux de charge.

Pour les composites PVC/FNDB, une baisse de 31.13%, 36% et 51.33% pour des taux de charge de 10, 20 et 30% respectivement est enregistrée par rapport au PVC vierge [48]. Cela est dû à l'augmentation de la surface de contact, d'où l'affaiblissement des interactions entre la matrice et le renfort. Ce résultat est en accord avec plusieurs travaux de recherche. **Islam et al.** [56] ont enregistré une diminution de la contrainte à la rupture de 27,5 MPa pour le PP vierge à 25 MPa pour les composites chargés avec 25% en fibres de noix de coco. **Djidjelli et al.** [58] ont enregistré une diminution de la résistance à la traction d'environ 63% pour le PVC chargé avec 30% en fibres de sisal comparé au PVC vierge.

Après le traitement chimique de la FND, on remarque une diminution de la contrainte pour les trois formulations par rapport aux composites préparés avec la FNDB. Cela peut être attribué à la dégradation de la cellulose lors de l'acétylation, ce qui se traduit par la suite par une dépolymérisation de cette dernière et une perte de la cristallinité conduisant à une chute de

ses propriétés mécaniques [5, 22]. Les problèmes de dégradation de la cellulose après modification chimique sont couramment décrits dans la littérature et sont problématiques dans le cas de leur utilisation comme renfort de matériaux composites [59]. Un autre point qu'on peut souligner c'est que les conditions utilisées (température, temps de réaction et agent de gonflement) peuvent eux même conduire à une dégradation des fibres [22]. Ce résultat est similaire à celui trouvé par **Luz et al.** [54], qui ont enregistré une diminution de la résistance à la traction des composites PP/cellulose de 26,2 à 24,5 MPa et de 25,8 à 20,1 MPa pour un taux de charge de 10 et 20% respectivement et cela après acétylation. Ce résultat a été attribué à la forme et dimensions des fibres obtenues après modification chimique, car les fibres avant acétylation présentaient un aspect fibreux, tandis que l'acétylation a entraîné des particules globulaires et amorphes. Par conséquent, la forme des particules aurait pu influencer l'adhésion fibre/matrice.

Dans une autre étude, **Danyadi et al.** [60] ont enregistré une diminution de la résistance à la traction des composites PP/farine de bois de 19 à 14,5 MPa après benzylation et ils ont attribué ce résultat aux faibles interactions entre la fibre et la matrice dues au degré de substitution élevé des groupements OH de cellulose par les groupements benzyliques, ce qui empêche la formation des liaisons hydrogènes. Dans ce même contexte **Dominkovics et al.** [61] ont expliqué la diminution de la résistance à la traction des composites après benzylation de la fibre par la diminution de la tension superficielle.

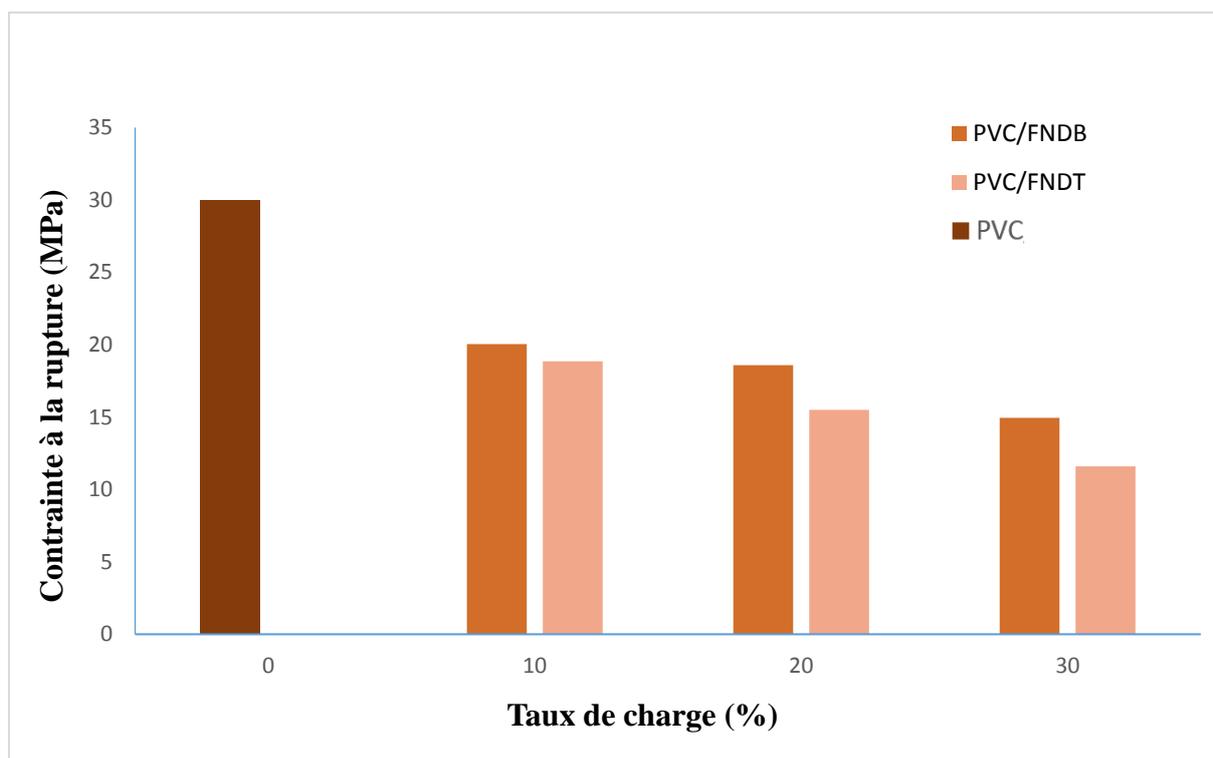


Figure 3.5 : Contraite à la rupture du PVC et des composites PVC/FNDB et PVC/FNDT avec 10, 20 et 30% de charge.

3.2.3.2. Allongement à la rupture

La figure 3.6 illustre l'évolution de l'allongement à la rupture du PVC et des composites PVC/FNDB et PVC/FNDT avec 10, 20 et 30% de charge. On remarque que la tendance de l'ensemble des formulations en fonction du type et du taux de charge est caractérisée par une baisse importante de l'allongement en le comparant à celui du PVC vierge. En effet l'allongement passe de 277,55% pour le PVC à 107,69% et 106,57% pour les composites PVC/FNDB et PVC/FNDT (10% en charge) respectivement.

En comparant les résultats de l'allongement à la rupture des différents composites, on peut voir que l'acétylation de la farine des noyaux de dattes n'a pas affecté l'allongement à la rupture des composites à 10% en charge. Par contre, pour les composites chargés avec 20% et 30% en FNDT, une légère diminution est enregistrée par rapport aux composites chargés avec la FNDB. L'allongement est passé de 52,92% à 22,76% pour les composites PVC/FNDB et PVC/FNDT (à 30%) respectivement. Ce résultat est similaire à celui trouvé par **Abdul khalil et al.** [62], qui ont constaté que les fibres de coco acétylées présentent une diminution de l'allongement par rapport à la fibre non modifiée pour le même taux de charge. Ils ont expliqué cette diminution par l'amélioration de l'adhésion fibre-matrice (pour donner plus de rigidité aux composites) ou parce que les fibres acétylées sont plus cassantes après l'acétylation.

John et al. [57] ont étudié l'allongement à la rupture des composites chargés avec des fibres de sisal traitées chimiquement et ils ont enregistré des valeurs inférieures à celles des composites préparés avec des fibres non traitées. Ils ont expliqué ce résultat par la meilleure dureté et rigidité obtenues grâce à une forte adhérence entre la fibre traitée et la matrice en caoutchouc. Une extension plus élevée est obtenue à partir d'une faible adhérence interfaciale comme on le voit pour les composites non traités.

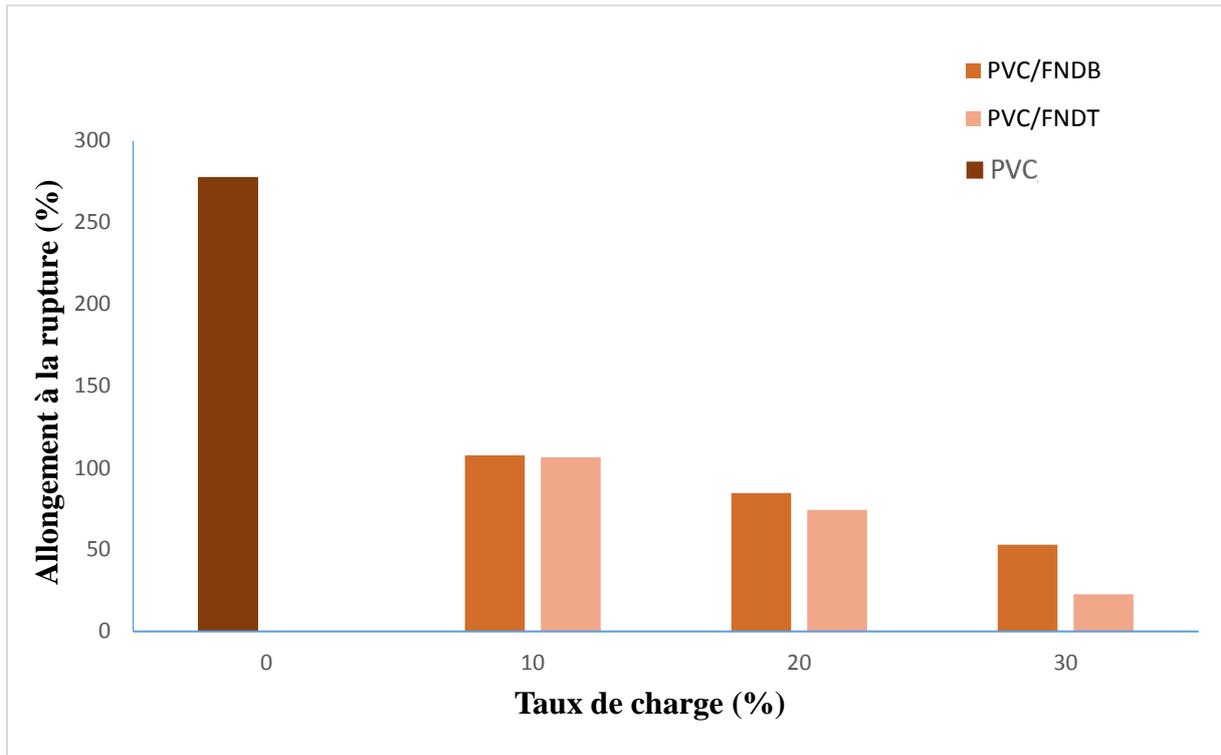


Figure 3.6 : Allongement à la rupture du PVC et des composites PVC/FNDB et PVC/FNDT avec 10, 20 et 30% de charge.

3.2.3.3. Module d'Young

La figure 3.7 montre l'évolution du module d'Young du PVC et des composites PVC/FNDB et PVC/FNDT avec 10, 20 et 30% de charge. D'une manière générale, on peut voir que l'introduction de la charge dans la matrice PVC augmente d'une manière significative la rigidité des composites. En effet les composites élaborés avec la farine des noyaux de dattes traitée et non traitée enregistrent des modules d'Young plus importants que le PVC.

En comparant les modules d'Young des différents composites, on voit que l'incorporation de la farine des noyaux de dattes traitée dans le PVC enregistre une augmentation du module d'Young par rapport aux composites préparés avec la farine non traitée. Des résultats similaires ont été trouvés par plusieurs chercheurs. **Abdul khalil et al.** [62] ont étudié l'évolution du module d'Young des composites polyester/fibre de coco et ils ont enregistré une augmentation

de ce paramètre après acétylation des fibres de coco. Ils ont expliqué ce résultat par une amélioration de l'adhésion entre les fibres et la matrice en polyester qui est due à l'acétylation. En effet, la fibre est rendue plus hydrophobe par une telle modification et elle peut être utilisée pour empêcher le décollement à l'interface de la fibre avec la matrice polyester.

Kalaprasad et al. [63] ont enregistré une augmentation du module d'Young de 14.89 % des composites hybrides polyéthylène/mélange des fibres de sisal et de verre et cela après une modification chimique de ces fibres avec de l'acide acétique. Ce résultat est attribué à l'hydrophobie accrue du sisal après le traitement.

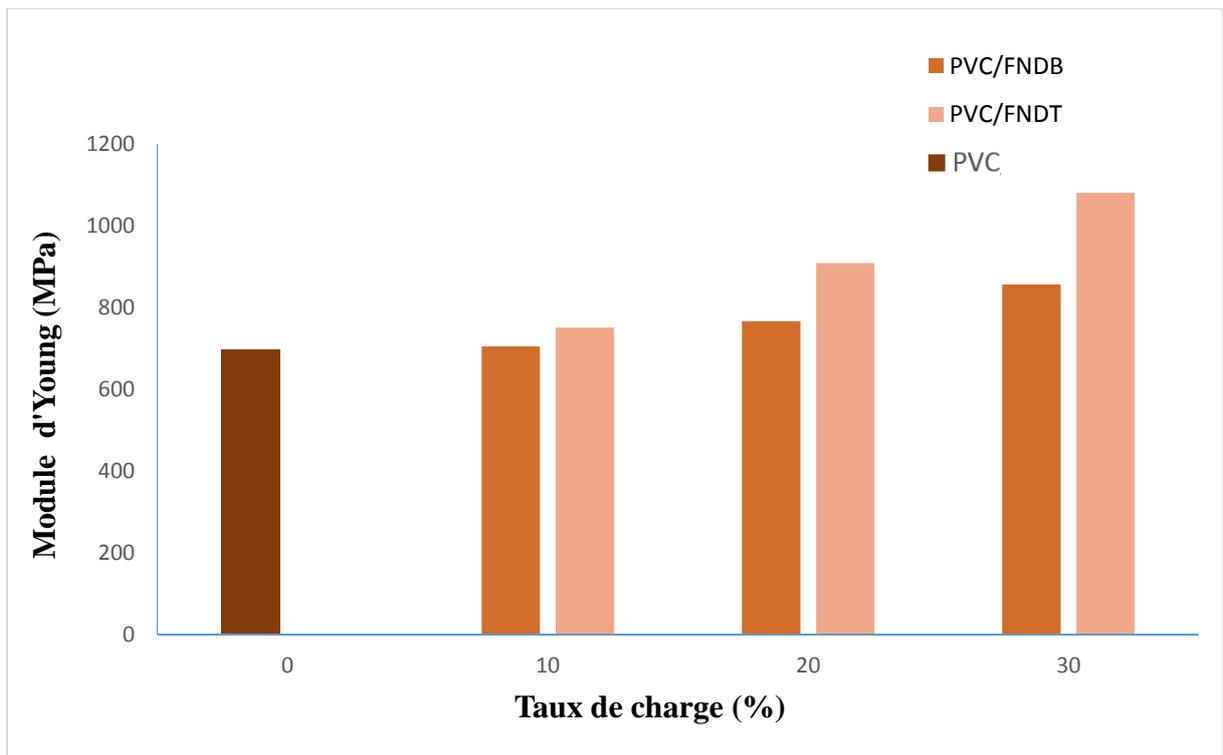


Figure 3.7 : Module d'Young du PVC et des composites PVC/FNDB et PVC/FNDT avec 10, 20 et 30% de charge.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Le développement de nouveaux matériaux est soumis aux besoins des utilisateurs. Ceux-ci veulent toujours des matériaux plus performants, plus économiques et qui durent plus longtemps. En effet, on ne découvre plus de nouveaux matériaux, mais on crée plutôt des nouvelles associations de matériaux. L'un des résultats de cette association est l'aboutissement à un matériau composite, qui a fait le sujet de notre étude.

L'étude réalisée dans ce travail a pour objectif d'élaborer des composites à base de polychlorure de vinyle renforcé par la farine des noyaux de dattes avec différents taux de charge allant de 10 à 30%. Nous nous sommes intéressés particulièrement au problème d'adhésion interfaciale matrice-charge en raison de la polarité différente des deux constituants. Pour cela, on a opté à la modification chimique de la surface des fibres de la farine des noyaux de dattes par l'anhydride acétique.

Plusieurs techniques ont été utilisées pour caractériser la farine des noyaux de dattes traitée (FNNT) et non traitée (FNDB). L'impact de ces traitements sur les propriétés physico-mécaniques des matériaux composites élaborés a été aussi étudié.

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

Caractérisation de la FNNT

Après modification chimique de la farine des noyaux de dattes, la densité et le taux d'humidité ont augmenté et le taux de la matière sèche a diminué.

Caractérisation des composites PVC/FNNT

- L'acétylation de la FND n'a pas affecté la densité des composites à faible taux de charge (10% et 20%) par rapport aux composites préparés avec la farine non traitée ; mais une diminution de la densité a été enregistrée pour des taux de charge de 30%.
- L'étude des propriétés mécaniques a montré que :
 - La contrainte et l'allongement à la rupture des composites PVC/FNNT diminuent avec l'augmentation du taux de charge par rapport au PVC vierge. Ces deux propriétés ont également enregistré une diminution pour les composites PVC/FNNT par rapport à ceux préparés avec la FNDB.
 - Le module d'Young des composites, augmente avec l'augmentation du taux de charge. Une amélioration de cette propriété est enregistrée après traitement chimique de la FND.
 - La dureté des composites a augmenté après acétylation de la FND.

Perspectives

Il serait intéressant de poursuivre cette recherche :

- En utilisant d'autres techniques de caractérisation (MEB, ATG, IRTF,..) des composites élaborés et aussi d'étudier leur absorption d'eau,
- En étudiant l'influence d'autres types de traitement de la FND.

Ce travail doit être aussi complété par une étude technico-économique.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

- [1] **BOUSSEHEL, Hamida.** *Etude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène.* Thèse de doctorat : Sciences et des Matériaux, Université Mohamed Khider de Biskra, 2018.
- [2] **ELBOUSTANI, Meriem.** *Modification des fibres végétales par un procédé écologique : effets sur la microstructure et la compatibilité avec les matrices polymériques.* Thèse de doctorat : Sciences et Génie des Matériaux Lignocellulosiques, Université Cadi Ayyad et Université du Québec à Trois-Rivières, 2016.
- [3] **FADEL, Ahlem.** *Influence des diverses modifications du Genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique.* Mémoire de magister : Génie des Polymères, Université Sétif 1, 2014.
- [4] **DAIRI, Badrina.** *Effet de la taille des fibres lignocellulosiques sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites polychlorure de vinyle/farine de bois.* Mémoire de Magister : Génie des Polymères, Université Abderrahmane Mira de Bejaïa, 2010.
- [5] **BEZTOUT, Meriama.** *Etude de l'effet du traitement chimique de la cellulose sur les propriétés physico-mécaniques des composites PVC/cellulose.* Mémoire de magister : Génie des procédés, Université Abderrahmane Mira de Bejaïa, 2010.
- [6] **ADRAR, Idir.** *Utilisation des noyaux de dattes pour l'élimination des ions Fe^{2+} en solution aqueuse.* Mémoire de Magister en Chimie. Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2016.
- [7] **KHALI, Mustapha, BOUSSENA, Zahida, et BOUTEKRABT, Lynda.** Effet de l'incorporation de noyaux de dattes sur les caractéristiques technologiques et fonctionnelles de la farine de blé tendre. *Nature & Technology*, 2015, no 12, p. 15.
- [8] **SEYNI, Abdoulaye.** *Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par co-broyage.* Thèse de doctorat : Génie des Procédés et Environnement, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2008.
- [9] **DJOUDI, Lynda.** *Etude de la stabilisation du polychlorure de vinyle (PVC) et les phénomènes de dégradation.* Mémoire de magister : chimie, sciences des matériaux ; université Mohamed Khider de Biskra, 2007.

- [10] **TROTIGNON, J. P., VERDU, J., DOBRACZYNSKI, A. et PIPERAUD M.** *Matière plastiques structure-propriétés, mise en œuvre, normalisation*. Paris : Edition NATHAN, 1999, 239p. ISBN 2-12-425031-0.
- [11] **CARETTE, Louis.** *Stabilisants*, Techniques d'ingénieur, A 3232, 1992.
- [12] **TABLIT, Sarra, DJOUAD, Amira.** *Etude de la thermo-dégradation et la stabilisation de polychlorure de vinyle (PVC)*. Mémoire de licence : Génie des procédés, Université Ferhat ABBAS Sétif 1, 2015.
- [13] **HAMOUR, Noura.** *Etude de l'introduction des fibres d'alfa de tailles différentes dans une matrice polychlorure de vinyle en vue d'améliorer ses propriétés physico- mécaniques*. Mémoire de magister : Génie des polymères, Université Abderrahmane Mira de Bejaïa, 2010.
- [14] **ROKBI, Mansour, OSMANI, Hocine.** *L'effet des traitements de surface des fibres sur les propriétés mécaniques des composites Polyester-fibres Alfa*. 20ème Congrès Français de Mécanique. Besançon, 29 août au 2 septembre 2011.
- [15] **MEKIDECHE, Salih.** *Valorisation des déchets comme constituants des bio-composites*. Mémoire de Master : Génie des Matériaux, Université de M'SILA, 2018
- [16] **Vi Vi Do, Thi.** *Matériaux composites à fibres naturelles / polymère biodégradables ou non. Alimentation et Nutrition*. Thèse de Doctorat : Matériaux Polymères et Composites, Université de Grenoble, 2011
- [17] **HARRACHE, Rabia.** *Elaboration et caractérisation des composites à matrices polymère et à renforts végétal et nanométrique lamellaire*. Mémoire de magister : Génie des polymères, Université Ferhat Abbas Sétif 1, 2015.
- [18] **LECHEB, Fatma.** *Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique de la matière grasse du noyau des dattes : essai d'incorporation dans une crème cosmétique de soin*. Mémoire de magister : Génie Alimentaire, Université M'hamed Bougara, Boumerdès, 2010.
- [19] **BOUDECHICHE, L., ARABA, A., TAHAR, A., et al.** *Etude de la composition chimique des noyaux de dattes en vue d'une incorporation en alimentation animale*. *Livestock Research for Rural Development*, 2009, vol. 21, no 5.

- [20] **LAURENT, Augier.** *Etude de l'élaboration de matériaux composites PVC / bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité.* Thèse de doctorat : Sciences des Agroressources, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2007.
- [21] **BENALI, Mokhles.** *Effet du traitement thermique des fibres sur les propriétés des composites bois-polymère.* Thèse de doctorat. Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue. 2016.
- [22] **AMAURY, Lepetit.** *Elaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène.* Thèse de doctorat : Chimie organique. Université de Limoges, 2017.
- [23] **LEE, Koon-Yang, DELILLE, Anne, et BISMARCK, Alexander.** Greener surface treatments of natural fibres for the production of renewable composite materials. In: *Cellulose fibers: bio-and nano-polymer composites.* Springer, Berlin, Heidelberg, 2011. p. 155-178.
- [24] **SABHARWAL, Harmohinder S., DENES, Ferencz, NIELSEN, Lynette, et al.** Free-radical formation in jute from argon plasma treatment. *Journal of agricultural and food chemistry*, 1993, vol. 41, no 11, p. 2202-2207.
- [25] **LI, Rongzhi, YE, Lin, et MAI, Yiu-Wing.** Application of plasma technologies in fibre-reinforced polymer composites: a review of recent developments. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 1997, vol. 28, no 1, p. 73-86.
- [26] **BLEDZKI, A. K., REIHMANE, S., et GASSAN, J.** Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites. *Journal of applied polymer science*, 1996, vol. 59, no 8, p. 1329-1336.
- [27] **JANG, Jyongsik et YANG, Hojung.** The effect of surface treatment on the performance improvement of carbon fiber/polybenzoxazine composites. *Journal of materials science*, 2000, vol. 35, no 9, p. 2297-2303.
- [28] **RAGOUBI, Mohamed, BIENAIMÉ, David, MOLINA, Stéphane, et al.** Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof. *Industrial Crops and Products*, 2010, vol. 31, no 2, p. 344-349.

- [29] **BOUZOUITA, Sofien.** *Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel.* Thèse de doctorat : Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir et Ecole Centrale de Lyon, France, 2011.
- [30] **MWAIKAMBO, Leonard Y. et ANSELL, Martin P.** Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization. *Journal of applied polymer science*, 2002, vol. 84, no 12, p. 2222-2234.
- [31] **RAY, Dipa, SARKAR, Bijit Kumar, RANA, A. K., et al.** Effect of alkali treated jute fibres on composite properties. *Bulletin of materials science*, 2001, vol. 24, no 2, p. 129-135.
- [32] **HAJJ, Raymond.** *Procédés de Modification des Fibres naturelles (PROMOF).* Thèse de doctorat : Matériaux. IMT - Mines Alès Ecole Mines - Télécom, 2018
- [33] **ROY, Aparna, CHAKRABORTY, Sumit, KUNDU, Sarada Prasad, et al.** Improvement in mechanical properties of jute fibres through mild alkali treatment as demonstrated by utilisation of the Weibull distribution model. *Bioresource technology*, 2012, vol. 107, p. 222-228.
- [34] **AGRAWAL, Richa, SAXENA, N. S., SHARMA, K. B., et al.** Activation energy and crystallization kinetics of untreated and treated oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites. *Materials Science and Engineering: A*, 2000, vol. 277, no 1-2, p. 77-82.
- [35] **NLANDU, Hervé Mayamba.** *Extraction et prétraitement de fibres naturelles de lin par une approche enzymatique combinée au CO₂ supercritique.* Thèse de doctorat en génie chimique, université LAVAL, Québec, Canada, 2019.
- [36] **XIE, Yanjun, HILL, Callum AS, XIAO, Zefang, et al.** Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2010, vol. 41, no 7, p. 806-819.
- [37] **HOCINE, Tayeb,** *acétate de cellulose, synthèse, propriétés et applications.* Mémoire master en chimie macromoléculaire, Université Abou-Bakr Belkaid, Tlemcen, 2013.
- [38] **LAPOINTE, Robert E.,** *Précis de chimie de la cellulose, 2nd edition,* Cégep de Trois-Rivières, CCDMD, 2000, 179p. ISBN 978-2-98005-386-3.

- [39] **BESSADOK, A., MARAIS, Stéphane, GOUANVÉ, Fabrice, et al.** Effect of chemical treatments of Alfa (*Stipa tenacissima*) fibres on water-sorption properties. *Composites science and technology*, 2007, vol. 67, no 3-4, p. 685-697.
- [40] **TSERKI, V., ZAFEIROPOULOS, N. E., SIMON, F., et al.** A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres. *Composites Part A: applied science and manufacturing*, 2005, vol. 36, no 8, p. 1110-1118.
- [41] **TRONC, E., HERNÁNDEZ-ESCOBAR, C. A., IBARRA-GÓMEZ, R., et al.** Blue agave fiber esterification for the reinforcement of thermoplastic composites. *Carbohydrate Polymers*, 2007, vol. 67, no 2, p. 245-255.
- [42] **CYRAS, Viviana P., SOLEDAD, Commisso Ma, et ANALÍA, Vázquez.** Biocomposites based on renewable resource: Acetylated and non acetylated cellulose cardboard coated with polyhydroxybutyrate. *Polymer*, 2009, vol. 50, no 26, p. 6274-6280.
- [43] **SCHROEDER, Marc, AICHERNIG, Nina, GUEBITZ, Georg M., et al.** Enzymatic coating of lignocellulosic surfaces with polyphenols. *Biotechnology Journal: Healthcare Nutrition Technology*, 2007, vol. 2, no 3, p. 334-341.
- [44] **XUE, Chao-Hua, JIA, Shun-Tian, ZHANG, Jing, et al.** Superhydrophobic surfaces on cotton textiles by complex coating of silica nanoparticles and hydrophobization. *Thin Solid Films*, 2009, vol. 517, no 16, p. 4593-4598.
- [45] **XUE, Chao-Hua, JIA, Shun-Tian, CHEN, Hong-Zheng, et al.** Superhydrophobic cotton fabrics prepared by sol-gel coating of TiO₂ and surface hydrophobization. *Science and Technology of Advanced Materials*, 2008.
- [46] **PAUL, Sherey Annie, JOSEPH, Kuruvilla, MATHEW, GD Gem, et al.** Influence of polarity parameters on the mechanical properties of composites from polypropylene fiber and short banana fiber. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2010, vol. 41, no 10, p. 1380-1387.
- [47] **PAUL, Sherey Annie, OOMMEN, Charlie, JOSEPH, Kuruvilla, et al.** The role of interface modification on thermal degradation and crystallization behavior of composites from commingled polypropylene fiber and banana fiber. *Polymer Composites*, 2009, vol. 31, no 6, p. 1113-1123.

- [48] **MIRAR, Asma, BERKANE, Imene.** *Valorisation des déchets lignocellulosiques pour la préparation de nouveaux matériaux polymères.* Mémoire de Master : Génie des procédés, Ecole Nationale Polytechnique, Alger, 2019.
- [49] **Growing application areas for biocomposites** [En ligne]. [Consulté le 22/04/2020]. Disponible sur « <http://news.bio-based.eu/growing-application-areas-for-biocomposites/> »
- [50] **Biocomposites in the automotive industry: potential applications and benefits** [En ligne]. [Consulté le 22/04/2020]. Disponible sur « <https://www.aimplas.net/blog/biocomposites-in-the-automotive-industry-potential-applications-and-benefits/> ».
- [51] **FARUK, Omar, BLEDZKI, Andrzej K., FINK, Hans-Peter, et al.** Progress report on natural fiber reinforced composites. *Macromolecular Materials and Engineering*, 2014, vol. 299, no 1, p. 9-26.
- [52] **FARSI, Mohammad.** Thermoplastic matrix reinforced with natural fibers: a study on interfacial behavior. *Some critical issues for injection molding. InTech*, 2012, p. 225-250.
- [53] **Thermoplastic Composites Market Report: Trends, Forecast and Competitive Analysis, lucintel** [En ligne]. [Consulté le 15/08/2020] Disponible à l'adresse : « <https://www.lucintel.com/thermoplastic-composites-market.aspx> »
- [54] **LUZ, S. M., DEL TIO, J., ROCHA, G. J. M., et al.** Cellulose and cellulignin from sugarcane bagasse reinforced polypropylene composites: Effect of acetylation on mechanical and thermal properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2008, vol. 39, no 9, p. 1362-1369.
- [55] **RAHMAN, Md Rezaur, HUQUE, Md Monimul, ISLAM, Md Nazrul, et al.** Improvement of physico-mechanical properties of jute fiber reinforced polypropylene composites by post-treatment. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2008, vol. 39, no 11, p. 1739-1747.
- [56] **ISLAM, Md Nazrul, RAHMAN, Md Rezaur, HAQUE, Md Mominul, et al.** Physico-mechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2010, vol. 41, no 2, p. 192-198.

- [57] **JOHN, Maya Jacob, FRANCIS, Bejoy, VARUGHESE, K. T., et al.** Effect of chemical modification on properties of hybrid fiber biocomposites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2008, vol. 39, no 2, p. 352-363.
- [58] **DJIDJELLI, Hocine, BOUKERROU, A., FOUNAS, R., et al.** Preparation and characterization of poly (vinyl chloride)/virgin and treated sisal fiber composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 2007, vol. 103, no 6, p. 3630-3636.
- [59] **PASQUINI, Daniel, DE MORAIS TEIXEIRA, Eliangela, DA SILVA CURVELO, Antonio Aprigio, et al.** Surface esterification of cellulose fibres: processing and characterisation of low-density polyethylene/cellulose fibres composites. *Composites Science and Technology*, 2008, vol. 68, no 1, p. 193-201.
- [60] **DÁNYÁDI, Lívía, MÓCZÓ, János, et PUKÁNSZKY, Béla.** Effect of various surface modifications of wood flour on the properties of PP/wood composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2010, vol. 41, no 2, p. 199-206.
- [61] **DOMINKOVICS, Zita, DÁNYÁDI, Lívía, et PUKANSZKY, Bela.** Surface modification of wood flour and its effect on the properties of PP/wood composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2007, vol. 38, no 8, p. 1893-1901.
- [62] **KHALIL, HPS Abdul, ROZMAN, H. D., AHMAD, M. N., et al.** Acetylated plant-fiber-reinforced polyester composites: a study of mechanical, hygrothermal, and aging characteristics. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 2000, vol. 39, no 4, p. 757-781.
- [63] **KALAPRASAD, G., FRANCIS, Bejoy, THOMAS, Selvin, et al.** Effect of fibre length and chemical modifications on the tensile properties of intimately mixed short sisal/glass hybrid fibre reinforced low density polyethylene composites. *Polymer international*, 2004, vol. 53, no 11, p. 1624-1638.