REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABBES LAGHROUR KHENCHELA

FACULTE DES SCIENCES & DE LA TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE GENIE INDUSTRIEL

جامعـــة عباس لغرور خنشلـــة

كليـــة العـلوم و التـكنـولـوجيـا

قســـم: الهندســـة الصناعيـة

No. Réf. : ……..

Mémoire

Présenté par **:**

SEGUENI Sara

SEBAA Ahlem

Pour obtenir le diplôme **de MASTER (**LMD**)**

OPTION : Génie des Procédés et Environnement

Thème

Elaboration et caractérisation d'un nouveau composite :

PEHD/Fibres de Palmier

Devant le jury :

Mr. MAKHLOUFI.A	Président	U.A.L.K
Mr. MAKHLOUF.A	Rapporteur	U.A.L.K
Mr. BAHLOULI.S	Examinateur	U.A.L.K

Année universitaire : 2018 – 2019

Remerciements

Les recherches qui font l'objet de ce mémoire ont été menées au laboratoire LSPN des polymères faculté de Technologie, Université de 8 mais 1945 Guelma, dirigées par monsieur le professeur SATHA.H.

On remercie Dieu de nous avoir donné la force, et la volonté pour bien achever ce modeste travail. En préambule, on souhaite adresser ici tous nos remerciements aux personnes qui nous ont apporté leur aide et qui ont ainsi contribué à l'élaboration de ce mémoire.

DR. MAKHLOUF AZZEDINE notre promoteur, pour leur encadrement, leurs conseils scientifiques et leur disponibilité.

Je remercie très vivement le jury composé de : Monsieur BAHLOULI.S, le président de jury, Monsieur MAKHLOUFI.A

Pour l'honneur qu'ils me font en acceptant de juger ce travail. On exprime notre gratitude à tous les internautes rencontrés (virtuellement) lors de nos recherches effectuées et qui ont accepté de répondre à nos questions avec gentillesse.

Enfin, on adresse nos plus sincères remerciements à tous nos proches et amis qui nous ont toujours soutenue et encouragée au cours de la réalisation de ce mémoire.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

A celle qui a inséré le gout de la vie et le sens de l'amoure et la responsabilité…ma mère Dhaouia

A celui qui a été toujours la source de volonté et de courage …..Mon père Hadjou

A mes frères : Mahmoude, Youcef, Houssin, Ridha, Islem

A ma sœur : Amel

A toute ma famille

A mes amis : Khadidja, Amira, Selma, Rokia…..

A mon binôme Sara

A la promotion génie des procédés 2018-2019

Ahlem.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

A celle qui a inséré le gout de la vie et le sens de l'amoure et la responsabilité…ma mère Hafidha

A celui qui a été toujours la source de volonté et de courage …..Mon père Bachir

A mon frère : Nabil

A ma sœur : Hana

A toute ma famille surtout : Assma, Khadidja, Oumayma, Lina, Amira, Mounia, Houda, Dalel.

A mes amis : Houda, Khadidja, Randa, Nassira, Amel…

A mon binôme : Ahlem

A la promotion génie des procédés 2018-2019.

Sara.

Liste des abréviations et symboles

ATG : analyse thermogravimétrique.

CMC : composites à matrices céramiques.

CMM : composites à matrices métalliques.

CMO : composites à matrices organiques.

3D : tridimensionnelle.

2D : deux dimensionnelle.

DA : degré d'acétylation.
DM : degré de méthylation.
DRX: diffraction des Rayons –X.

DSC: calorimétrie différentielle à balayage.

HG: homogalacturonane.
ICI: Imperial Chemical Industries.

IF: Indice de fluidité.

IR : Infrarouge.

P : paroi primaire.

PAV : poly acétate de vinyle.
PE : polyéthylène.

PEBD : polyéthylène basse densité.

PEBDl : polyéthylène basse densité linéaire.

PEBDr : polyéthylène basse densité ramifié.

PEHD : polyéthylène haute densité.

PEMD : polyéthylène moyenne densité.

PMMA : poly méthacrylate de méthyle.

PP : polypropylène.

PVC : poly chlorure de vinyle.

PVF : pourcentage du volume de la fraction.

RGI : rhamnogalacturonane I.

RGII : rhamnogalacturonane II.

UD : unidirectionnelles.

UV : Lumière ultraviolette.

Chapitre I :

Symbole	Désignation	Unité
Tg	température de transition vitreuse	°C
T_f	température de fusion	°C
σ_y	Contrainte au seuil d'écoulement	MPa
σ_M	Résistance en traction (ou contrainte maximale en traction)	MPa
σ_x	Contrainte à x% d'allongement	MPa
σ_{cm}	La résistance en compression	MPa
τ_m	La résistance en cisaillement	-
E	Déformation	%
$\sigma_{0.5}$	Contrainte à 0.5 % d'allongement	%
σ_B	Contrainte à la rupture	%

Chapitre II :

Symbole	Désignation	Unité
S_1	couche externe	-
S_2	couche moyenne	-
S_3	couche interne	-
Γ	transition	-

M_W	masse molaire	g/mole
T	température	°C
a, b, c	paramètres de maille	A°

Chapitre III :

Symbole	**Désignation**	**Unité**
L_3	Longueur totale	mm
L_1	Longueur de la partie étroite parallèle	mm
R	Rayon	mm
b_2	Largeur aux extrémités	mm
b_1	Largeur de la partie étroite	mm
H	Épaisseur	
L_0	Longueur de référence	mm
L	Distance initiale entre mors	mm
Σ	la contrainte axiale	-
ε	Déformation	%
E	pente de la courbe contrainte/élongation	Pa
F	charge maximale appliquée	N
S_0	section étirée de l'éprouvette	m^2
Δl	Allongement de l'éprouvette	m
L_0	longueur initial de l'éprouvette	m

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1: polymère ramifier.

Figure I.2: représentation schématique d'un polymère tridimensionnel.

Figure I.3:Schéma à deux dimensions de l'étirement des chaînes macromoléculaires dans un polymère thermoplastique à chaînes linéaires.

Figure1.4 : Structure d'un polymère thermodurcissable.

Figure1.5: Structure d'un polymère Elastomère.

Figure I.6: a. homopolymère, b. copolymère statistique, c. copolymère alterné, d.

Copolymère séquencé).

Figure I.7 : Schéma d'une polymérisation radicalaire.

Figure I.8 : Schéma d'une polymérisation anionique.

Figure I.9 : Schéma d'une polymérisation cationique.

Figure I.10 : Grandeurs caractéristiques déterminées à partir des courbes
Contrainte – déformation (essai de traction) pour différents types de matériaux

A: fragiles B, B' : ductiles avec seuil d'écoulement, C: ductile sans seuil d'écoulement.
Figure I.11 schéma d'un matériau composite.

Figure I.12: Composites à fibres.

Figure I.13 Composites à particules.

Figure I.14: Composites structuraux.

Figure I.15: composite stratifié.

Figure I.16: composite monocouche.

Figure I.17: Composite sandwich.

Figure 1.18: Les différents types de renfort.

Chapitre II

Figure II.1 : Classification des fibres naturelles en fonction de leur origine.

Figure II.2 : Les différentes formes de fibres végétales.

Figure II.3 : Classification des fibres végétales selon l'origine.

Figure II.4 : Représentation de la chaîne de cellulose.

Figure II.5 : Principaux glucides constituant les hémicelluloses.

Figure II.6 : structure de la pectine.

Figure II.7 : Motifs élémentaires de la lignine**.**

Figure II.8 : Structure et modèle moléculaire de l'acide palmitique.

Figure II.9 : Structurel des cellules fibreuses.

Figure II.10 : Structure de la paroi cellulaire, en coupe transversale (en bas) et en vue tridimensionnelle (en haut) : paroi secondaire (1 à 3, couches S1 à S3); lumen (4); paroi primaire (5); lamelle moyenne (6).

Figure II.11 : Structure microfibrillaire et moléculaire de la cellulose.

Figure II.12 : Palmier dattier et fibres de tige et du tronc de palmier.

Figure II.13: Arbre de palmier dattier.

Figure II.14: Structure de polyéthylène basse densité.

Chapitre III

Figure III.1: Photo de l'appareil DRX (Bruker D8).

Figure III.2: Photographie d'un diffractomètre de laboratoire.

Figure III.3: Schéma d'un diffractomètre de laboratoire, avec les repères de l'échantillon (O, $\vec{X}$,$\vec{Y}$,$\vec{Z}$) et de l'instrument (O, $\vec{X}$ inst, $\vec{Y}$ inst, $\vec{Z}$ inst).

Figure III.4: Principe d'établissement de la loi de Bragg.

Figure III.5: photo d'un appareil DSC/ATG.

Figure III.6: schéma descriptif de DSC.

Figure III.7 : Appareil pour l'essai de traction**.**

Figure III.8 : Eprouvette de traction pour PEHD/Fibres de Palmier.

Figure III.9 : L'emplacement de l'éprouvette entre les deux mors et l'évolution de son profil.

Figure III.10 : Organigramme de l'élaboration et la caractérisation du matériau

Composite PEHD/charge végétale.

Figure III.11 : Poudre du PEHD.

Figure III.12 : fibre de Palmier.

Figure III.13 : méthode d'élaboration des plaques bio composites entre les deux cylindres

Figure III.14 : Le moule entre les deux résistances.

Figure III.15 : plaque obtenue après le pressage.

Chapitre IV

Figure IV.1 : Diffractogramme de la fibre de Palmier.

Figure IV.2 : Diffractogramme du PE pur.

Figure IV.3 : Diffractogramme du composite (PE/10% fibre de palmier).

Figure IV.4 : Diffractogramme du composite (PE/20% fibre de palmier).

Figure IV.5 : Thermogramme de la fibre de palmier.

Figure IV.6 : Thermogramme ATG du PE pur.

Figure IV.7 : Thermogramme ATG du composite (PE/10% fibre de palmier).

Figure IV.8 : Thermogramme ATG du composite (PE/20% fibre de palmier).

Figure IV.9 ： Thermogramme DSC du PE vierge.

Figure IV.10 : Thermogramme DSC du composite (PE/10% fibre de palmier).

Figure IV.11 : Thermogramme DSC du composite (PE/20% fibre de palmier).

Figure IV.12 : Variation de la contrainte en fonction de déformation du PEHD.

Figure IV.13 : Variation de la contrainte en fonction de déformation de la fibre de Palmier (20%).

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1 : les domaines d'application des polymères.

Chapitre II

Tableau II.1: Les caractéristiques et les propriétés des fibres.

Tableau II.2: Les caractéristiques physiques des fibres végétales les plus utilisées.

Tableau II.3: Les caractéristiques physiques et mécaniques de quelques fibres végétales.

Tableau II.4 : Compositions chimiques de différentes fibres naturelles.

Tableau II.5 : Comparaison entre les avantages et les inconvénients des fibres végétales.

Tableau II.6: Caractéristiques majeurs des différentes familles des polyéthylènes.

Chapitre IV

Tableau IV.1 : Résultats de DRX.

Tableau IV.2 : Résultats de l'ATG.

Tableau IV.3 : Résultats de DSC.

Tableau IV.4 : Valeurs de module d'Young, contrainte max, déformation et résistance à la rupture.

SOMMAIRE

Sommaire

Remerciement	
Dédicaces	
Liste des abréviations et symboles	**i**
Liste des figures	**iv**
Liste des tableaux	**vii**
Sommaire	**viii**
Introduction général	**01**
Chapitre I : Etude bibliographique	
I.1. Introduction	**03**
I.2. Les polymères	**03**
I.2.1. Définition d'un polymère	**03**
I.2.2. Définition d'un monomère	**03**
I.2.3. Différentes classes de polymères	**04**
I.2.3.1. Classification selon la nature	**04**
I.2.3.1.1. Polymères minéraux	**04**
I.2.3.1.2. Polymères organiques	**04**
I.2.3.1.3. Polymères mixtes	**04**
I.2.3.2. Classification selon l'origine	**04**
I.2.3.2.1. polymères naturels	**04**
I.2.3.2.2. polymères artificiels	**04**
I.2.3.2.3. polymères synthétiques	**04**
I.2.3.3. Classification selon l'architecture	**05**
I.2.3.3.1. Les polymères linéaires	**05**
I.2.3.3.2. Les polymères bidimensionnels (ramifiés)	**05**
I.2.3.3.3. Les polymères tridimensionnels (réticulés)	**06**
I.2.3.4. Classification selon le comportement thermique	**06**
I.2.3.4.1. les thermoplastiques	**06**
I.2.3.4.2. Les thermodurcissables	**07**
I.2.3.4.3. Les élastomères	**07**
I.2.3.5. Classification selon la structure chimique	**08**
I.2.3.5.1. Les homopolymères	**08**
I.2.3.5.2. Les copolymères	**08**

I.2.3.5.2.1. Les copolymères statistiques	**09**
I.2.3.5.2.2. Les copolymères alternés	**09**
I.2.3.5.2.3. Les copolymères séquencés linéaires ou copolymères à bloc	**09**
I.2.3.5.2.4. Les copolymères séquencés et greffés	**09**
I.2.4. Nomenclature des polymères	**10**
I.2.5. La polymérisation	**10**
I.2.5.1. Définition	**10**
I.2.5.2. La polymérisation en chaîne	**10**
I.2.5.2.1. Polymérisation radicalaire	**10**
I.2.5.2.2. Polymérisation ionique	**12**
I.2.5.3. Réaction de polycondensation	**13**
I.2.5.3.1. Les techniques de la polymérisation par étape (Polycondensation)	**13**
I.2.5.3.1.1. La polycondensation en masse	**13**
I.2.5.3.1.2. La polycondensation en suspension et à l'état solide	**13**
I.2.5.3.1.3. La polycondensation en solution	**14**
I.2.5.3.1.4. La polymérisation interfaciale	**14**
I.2.6. Propriétés des polymères	**14**
I.2.6.1. Propriétés physiques des polymères	**14**
I.2.6.2. Propriétés thermiques	**15**
I.2.6.3. Propriétés mécaniques	**15**
I.2.6.3.1. La résistance et la contrainte	**15**
I.2.7. Applications des polymères	**17**
I.3. Les composites	**18**
I.3.1. Définition	**18**
I.3.2. Constituants des matériaux composites	**18**
I.3.3. Classification des composites	**19**
I.3.3.1. Selon la géométrie	**19**
I.3.3.1.1. Composites à fibres	**19**
I.3.3.1.2 Composites à particules	**20**
I.3.3.1.3. Composites structuraux	**20**
I.3.3.2. Selon la nature des constituants	**22**
I.3.4. Les matrice	**23**
I.3.4.1. Matrices thermodurcissables	**23**
I.3.4.2. Matrices thermoplastiques	**23**

I.3.5. Les renforts	**24**
I.3.5.1. Renfort en fibres discontinues	**25**
I.2.5.2. Renfort continu	**25**
I.3.6. Charges	**26**
I.3.6.1. Charges renforçantes	**26**
1.3.6.2. Charges non renforçantes	**26**
I.3.7. Additifs	**26**
I.3.8. Avantages et inconvénients des composites	**26**
I.3.9. Mise en œuvre des matériaux composites	**27**
I.3.10. Domaines d'utilisations des matériaux	**28**
I.4. Conclusion	**28**
Chapitre II : Généralité sur les matériaux de l'étude	
II.1. Introduction	**29**
II.2. Les fibres	**29**
II.2.1. Définition de fibre	**29**
II.2.2. Trois grandes familles de fibres	**30**
II.2.2.1. Les fibres métalliques	**30**
II.2.2.2. Les fibres organiques	**30**
II.2.2.3. Les fibres minérales	**30**
II.2.3. Caractéristiques et propriétés des fibres	**30**
II.3. Les fibres naturelles	**31**
II.4. Les fibres végétales	**32**
II.4.1. L'histoire des fibres végétales	**32**
II.4.2. Définition	**32**
II.4.3. Origine des fibres végétales	**33**
II.4.4. Classification des Fibres Végétales	**34**
II.4.4.1. Les fibres de feuilles	**34**
II.4.4.2. Les fibres de tiges	**34**
II.4.4.3. Les fibres de bois	**34**
II.4.4.4. Les fibres de surface	**34**
II.4.5. Composition biochimique d'une fibre	**35**
II.4.5.1. La cellulose	**35**
II.4.5.2. L'hémicelluloses	**35**
II.4.5.3. Les pectines	**36**

II.4.5.4. La lignine	**37**
II.4.5.5. La cire	**38**
II.4.6. Morphologie de la fibre végétale	**38**
II.4.7. Structure de la fibre végétale	**39**
II.4.8. Caractéristiques Physiques et Mécaniques des Fibres Végétales	**40**
II.4.9. Caractéristiques Chimiques des Fibres Végétales	**42**
II.4.10. Avantages et inconvénients des fibres végétales	**42**
II.5. Palmier dattier	**44**
II.5.1. Généralités sur le palmier dattier	**44**
II.5.2. Situation de la culture du palmier dattier en Algérie	**44**
II.5.3. Variétés de palmier dattier en Algérie	**45**
II.5.4 Etude morphologique du palmier dattier	**45**
II.5.5. Parties de palmier dattier	**47**
II.5.5.1. Le tronc	**47**
II.5.5.2. La couronne	**47**
II.5.5.3. Palme	**47**
II.6. Polyéthylène (PE)	**47**
II.6.1. Définition	**47**
II.6.2. Différent types de polyéthylènes	**48**
II.6.3. Méthode de fabrication du polyéthylène	**48**
II.6.3.1. Synthèse	**49**
II.6.3.2. Modes de synthèse	**49**
II.6.4. Caractéristiques générales des polyéthylènes	**49**
II.6.5. Polyéthylène basse densité	**50**
II.6.5.1. Historique	**50**
II.6.5.2. Structure	**51**
II.6.5.3. Propriétés du PEBD	**51**
II.6.5.3.1. Propriétés mécaniques	**51**
II.6.5.3.2. Propriétés Physiques	**51**
II.6.5.3.3. Propriétés thermiques	**52**
II.6.5.3.4. Propriétés électriques	**52**
II.6.5.3.5. Propriétés chimiques	**52**
II.6.5.4. Différentes applications du PEBD	**52**
II.6.6. Polyéthylène haute densité	**52**

II.6.6.1. Historique	**52**
II.6.6.2. Propriétés	**53**
II.6.6.2.1. Propriétés rhéologiques	**53**
II.6.6.2.2. Propriétés mécaniques	**53**
II.6.6.2.3. Propriétés thermiques	**53**
II.6.6.2.4. Propriétés chimiques	**54**
II.6.6.2.5. Propriétés électriques	**54**
II.6.6.3. Avantages et Inconvénients du PEHD	**54**
II.7. Conclusion	**55**
Chapitre III : Techniques expérimentales	
III.1. introduction	**56**
III.2. Méthodes d'analyse	**56**
III.2.1. Diffraction des Rayons –X (DRX) aux grands angles	**56**
III.2.1.1. Présentation du dispositif expérimental	**57**
III.2.1.2. Loi de Bragg	**59**
III.2.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)	**59**
III.2.2.1. Définition	**59**
III.2.2.2. Principe	**60**
III.2.3. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	**60**
III.2.3.1. Définition	**60**
III.2.3.2. Principe de l'appareil	**61**
III.3. Essais mécaniques	**62**
III.3.1. Méthode de caractérisation et mode opératoire	**62**
III.3.1.1. Préparation des éprouvettes	**62**
III.3.1.2. Analyse mécanique	**62**
III.3.1.2.1. Essai de traction	**62**
III.4. Matériaux utilisés	**67**
III.4.1. Résine	**67**
III.4.2. Charge	**67**
III.5. Méthode d'élaboration de bio composite	**68**
III.5.1. Préparation d'échantillon	**68**
Chapitre IV : Résultats et discussions	
IV.1. Introduction	**71**
IV.2. Résultats et discussions	**72**

IV.2.1. Diffraction des Rayons –X (DRX) aux grands angles	**72**
IV.2.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)	**75**
IV.2.3. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	**78**
IV.3. Comportement mécanique	**80**
IV.3.1. Comportement en traction	**80**
Conclusion générale	**83**
Références bibliographiques	**84**
Résumé	

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

En 1922, le chimiste allemand Hermann Staudinger a introduit la notion macromolécule, molécule comportant plusieurs milliers à plusieurs centaines de milliers d'atomes **[1]**.

Le développement industriel consécutif de la science macromoléculaire a été accéléré ensuite par la Seconde Guerre mondiale. Les États-Unis ont été privés lors de leur entrée en guerre de leur approvisionnement en caoutchouc naturel en provenance du sud-est d'Asie. Ils ont alors lancé un immense programme de recherche visant à trouver des substituts de synthèse.

Les avantages les plus importants des polymères sont la facilité de mise en œuvre, la productivité et la réduction des coûts. Pour de nombreuses applications, les propriétés des polymères sont modifiées en utilisant des renforts pour optimiser les propriétés mécaniques.

Les composites renforcés de fibres naturelles ont donc attiré une attention de plus en plus grande en raison de leur faible coût, leur densité peu élevée, leur biodégradabilité et leur disponibilité (par exemple le bambou se trouve en grande quantité au Viet Nam et dans les pays tropicaux), leur facilité de mise en œuvre, leur haut module spécifique, et leur capacité à être recyclé, etc. Ces avantages présentent de l'intérêt pour des applications dans divers domaines comme par exemple la vie quotidienne (mobilier, plancher, pots…), l'industrie automobile…, qui exigent des matériaux légers à haute performance, des possibilités de recyclage, le minimum d'impact sur l'environnement, et une réduction du coût de la matière **[2]**.

Les fibres naturelles sont hydrophiles car elles sont composées de lignocellulose, qui contient des groupes hydroxyles. Ces fibres sont donc incompatibles avec les thermoplastiques hydrophobes, tels que les polyoléfines et ont une faible résistance à l'humidité. Ces deux caractéristiques sont des points faibles pour l'utilisation des fibres végétales comme renfort de polymère. Il est alors nécessaire de les améliorer de façon à ne pas pénaliser les propriétés mécaniques **[2]**.

Plusieurs fibres naturelles ont été proposées comme substituant aux fibres classiques parmi lesquelles le chanvre, le lin, le jute (en Europe) ou encore le palmier dattier, l'alfa et le palmier nain (en Afrique). Nous nous intéresserons dans ce mémoire aux fibres de palmier dattier (Phoenix L. dactylifera) qui constitue l'une des richesses végétales les plus abondantes en Algérie et qui de nos jours, restent peu exploitées **[3].**

Les phénomènes à l'interface fibre/matrice sont particulièrement importants : par exemple, il existe un problème récurrent de compatibilité, a priori, entre les fibres végétales hydrophiles et la plupart des matrices qui sont généralement hydrophobes. Les propriétés rhéologiques et mécaniques des composites étant fortement liées aux propriétés à l'interface, une mauvaise interface aura des conséquences néfastes sur les performances du matériau **[3]**.

Le présent mémoire est structuré comme suit :

- le premier chapitre est un rappel de généralité et de notions fondamentales sur les polymères, leur classification, leur intérêt et aussi une généralité sur les matériaux composites ;
- dans le deuxième chapitre, une étude sur les fibres naturelles, les fibres de palmier et leurs propriétés ;
- le troisième chapitre est consacré aux différentes méthodes utilisées pour l'analyse (DRX, DSC, MEB, ATG) ainsi que les essais d'étude des propriétés mécanique ;
- le dernier chapitre est consacré aux résultats et discussion des travaux effectués ;
- et en fin une conclusion générale.

CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Introduction

Les matériaux polymères sont généralement utilisés pour leurs propriétés mécaniques et thermiques particulières et leur aptitude à être facilement mis en œuvre, ces qualités sont étroitement liées à leur structure et il est possible à partir d'une structure moléculaire donnée, d'imaginer la morphologie qui en découle et les propriétés qui s'y rattachent.

En effet, dans les mêmes conditions de service, et d'un point de vue technologique, on peut trouver des polymères qui sont, soit rigides fragiles, soit ductiles, soit caoutchoutiques. Cette diversité se retrouve, pour un même polymère, si l'on fait varier certaines de ses caractéristiques, ou simplement ses conditions de sa mise en œuvre. Ceci ne veut pas dire que le comportement d'un polymère est variable, voire incontrôlé.

Ces transitions de comportement sont fortement liées à la structure du polymère et varient significativement d'un polymère à un autre.

Ce chapitre vise à décrire la structure des matériaux polymères à différentes échelles.

I.2. Les polymères

I.2.1. Définition d'un polymère

Un polymère est une macromolécule, organique ou inorganique, constituée de l'enchaînement répété d'un même motif, les monomères (du grec mono : un seul ou une seule, et méros : partie) reliés les uns aux autres par des liaisons covalentes.

Dans la macromolécule suivante : .....A-A-A-A-A-A-A..... = $-[A-]_n$, l'unité constitutive est A ; elle est formée d'un groupe d'atomes qui se répète. A l'échelle moléculaire, quelques centaines de nm, la plupart des macromolécules se présentent sous forme de « fils long et souples». Les réactions chimiques permettant de passer d'un monomère A à la macromolécule $\{A\}_n$ s'appellent polymérisation **[4]**.

- Les polymères peuvent être constitués d'un seul motif ou d'un seul monomère dans ce cas on parle d'un homopolymère.
- Dans le cas où il y'a deux monomères différents on parle d'un copolymère.

I.2.2. Définition d'un monomère

Un monomère est un composé constitué de molécules simples pouvant réagir avec d'autres monomères pour donner un polymère. Contrairement au polymère, un monomère a une faible masse moléculaire.

Les monomères sont les composés de base des polymères. Relevant de la chimie organique, ils s'associent par des liaisons covalentes des atomes de carbone et des atomes

d'hydrogène, d'oxygène, d'azote, plus éventuellement des atomes de chlore, de fluor, de soufre, etc. Chaque atome de carbone, tétravalent, est relié aux atomes voisins par quatre liaisons covalentes, orientés dans l'espace vers les quatre sommets d'un tétraèdre régulier **[5]**.

I.2.3. Différentes classes de polymères

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

I.2.3.1. Classification selon la nature

I.2.3.1.1. Polymères minéraux

Ils sont constitues soit de chaines renfermant un seul corps simple : diamant, graphite, phosphore, soufre… Ou de chaine renfermant plusieurs hétéroatomes : (silicates, acide poly phosphorique…

I.2.3.1.2. Polymères organiques

C'est la classe la plus riche comme : les polyamides, les polyvinyles….

I.2.3.1.3. Polymères mixtes

Doués de propriétés intéressantes dont une bonne résistance thermique (-300°C-350°C) comme les silicones **[6]**.

I.2.3.2. Classification selon l'origine

Les polymères classés selon l'origine peuvent être:

I.2.3.2.1. polymères naturels

- Ce sont des composés organiques formant la matière vivante.
- Sont issus des règnes végétal ou animal ex : cellulose, amidon, la soie naturel…etc.

I.2.3.2.2. polymères artificiels

Ce sont des polymères obtenus par modification chimique d'un polymère naturel, exemple: nitrocellulose.

I.2.3.2.3. polymères synthétiques

- Totalement issus du génie de l'Homme.
- Les molécules monomères qui permettent de les obtenir n'existent pas dans la nature cependant, on peut remarquer que les structures réalisées par synthèse sont souvent proches

de celles des polymères naturel, exemple : les matières plastiques, les élastomères, les fibres, les adhésifs **[7]**.

I.2.3.3. Classification selon l'architecture

Selon Tomalia [**8,9]**, les architectures macromoléculaires peuvent être divisées en quatre grandes familles : les polymères linéaires, ramifiés, réticulés et plus récemment, les polymères dendritiques.

I.2.3.3.1. Les polymères linéaires

Les polymères linéaires sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons secondaires qui assurent la stabilité du polymère.

Ils sont essentiellement obtenus par des techniques de polymérisation en chaîne (« vivante », depuis de nombreuses années, ou radicalaire contrôlée, plus récemment) ou des réactions de polymérisation par étapes ou polycondensation (entre monomères strictement di fonctionnels) **[10]**.

I.2.3.3.2. Les polymères bidimensionnels (ramifiés)

Le squelette d'une molécule linéaire peut comporter de branches latérales, c'est à-dire d'autres petites molécules identiques branchées latéralement sur le squelette de la chaine principale. Ce sont les ramifications. Dans ce cas la macromolécule comporte plusieurs extrémités (> 2). Ces molécules aussi ne forment pas de réseau tridimensionnel **[11]**.

Les molécules sont enchainées dans deux directions de l'espace (le graphite). Dans ce cas, certaines ramifications peuvent être dues à des impuretés ou à la présence de monomères ayant plusieurs groupes réactifs.

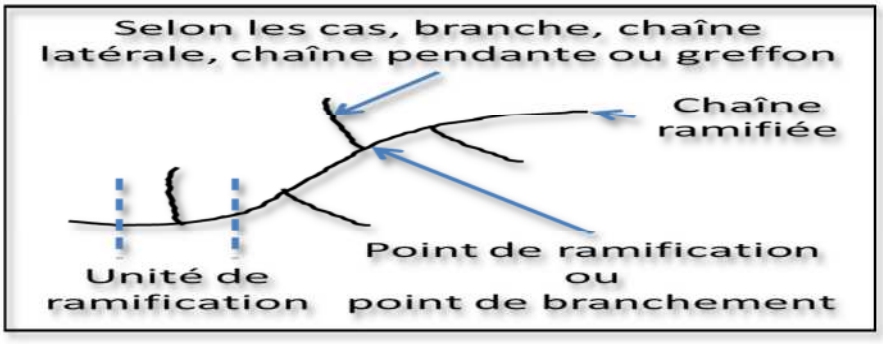


Figure I.1: Polymère ramifié **[12]**.

I.2.3.3.3. Les polymères tridimensionnels (réticulés)

Qui résultent de la polymérisation de monomère dont la valence moyenne est supérieure à deux ou de la réticulation de chaînes de polymères.

Leur dimension moléculaire peut être considérée comme infini **[7]** puisque toutes les unités monomères constituées d'un objet sont liées de façon covalente pour former une seul macromolécule.

Les liaisons se développent dans les trois dimensions.

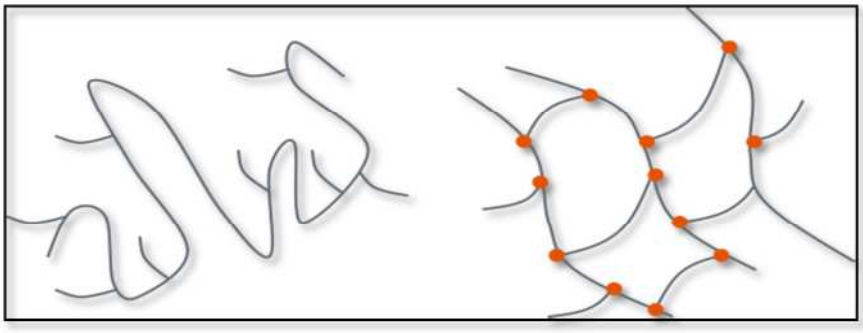


Figure I.2: Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel **[13]**.

I.2.3.4. Classification selon le comportement thermique

On peut les regrouper dans quatre familles :

- les thermoplastiques ;
- les thermodurcissables ;
- les élastomères.

I.2.3.4.1. les thermoplastiques

Se ramollissent sous l'effet de la chaleur, ils deviennent souples, malléables et durcissent à nouveau quand on les refroidit, ces matériaux conservent leurs propriétés et ils sont facilement recyclables. Leurs polymères de base sont constitués par des macromolécules linéaires reliées par des liaisons faibles qui peuvent être rompues sous l'effet de la chaleur ou de fortes contraintes, elles peuvent alors glisser les unes par rapport aux autres pour prendre une forme différente et quand la matière refroidit, les liaisons se reforment et les thermoplastiques gardent leurs nouvelles formes **[14]**.

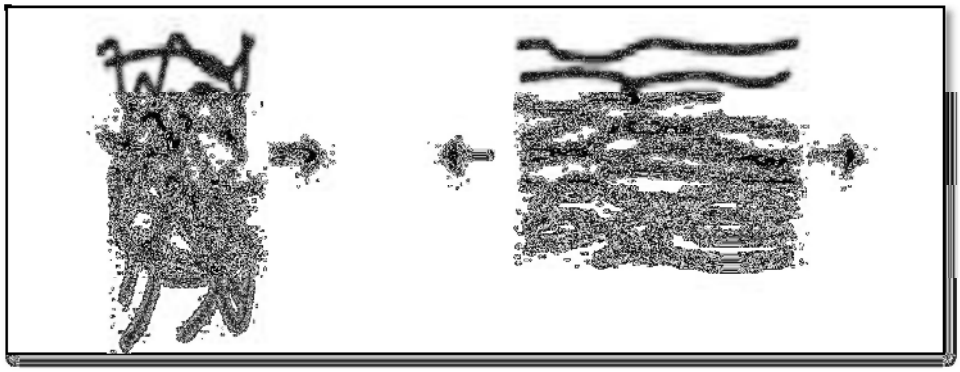


Figure I.3: Schéma à deux dimensions de l'étirement des chaînes macromoléculaires dans un polymère thermoplastique à chaînes linéaires **[15]**.

I.2.3.4.2. Les thermodurcissables

Les matières thermodurcissables sont les produits dont la transformation conduit, par une réaction chimique, à des composés macromoléculaires tridimensionnels qui sont des matières thermodurcies ou thermorigides. Dans ce cas les chaînes de départs sont beaucoup plus courte et plus réactives, ces chaînes vont se lier ensemble chimiquement, cette réaction conduit à des liens chimiques rigides et met en jeu toutes les molécules présentes pour former un réseau tridimensionnel **[16]**.

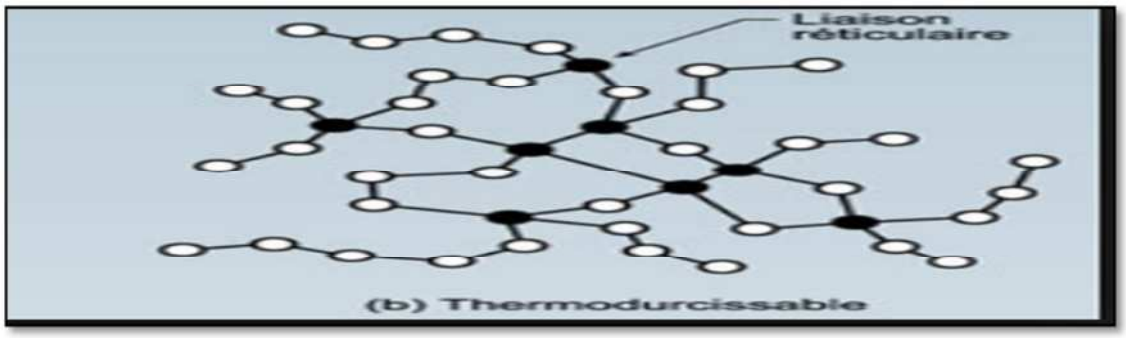


Figure1.4: Structure d'un polymère thermodurcissable **[17]**.

I.2.3.4.3. Les élastomères

Un élastomère est un polymère linéaire ou ramifiée transformé par vulcanisation en un réseau tridimensionnel faiblement réticulé infusible et insoluble.

Ces polymères présentent les même qualités élastiques que le caoutchouc, un élastomère au repos est constitué de longues chaînes moléculaires repliées sur elles même, sous l'action d'une contrainte, les molécules peuvent glisser les unes par rapport aux autres et se déformer **[18]**.

Figure1.5: Structure d'un polymère Elastomère **[19]**.

I.2.3.5. Classification selon la structure chimique

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

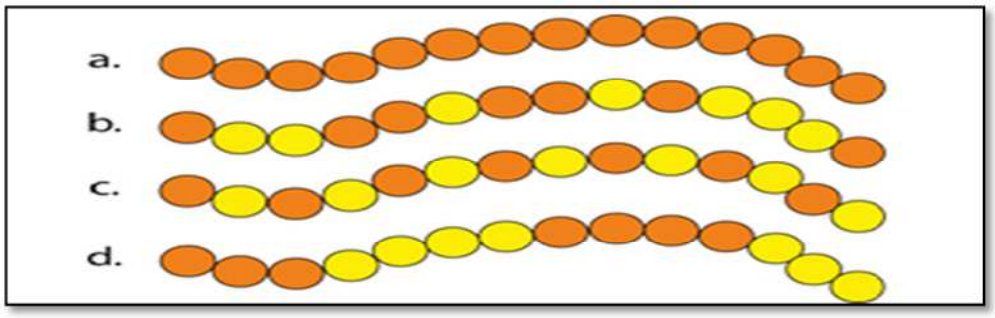


Figure I.6: a. homopolymère, b. copolymère statistique, c. copolymère alterné, d. copolymère séquencé) **[20]**.

I.2.3.5.1. Les homopolymères

Sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité, ces homopolymères sont des longues chaînes formées par la répétition d'un monomère, leurs propriétés mécaniques, écoulement à l'état fondu, optique, sont dues à la structure chimique des monomères et à la longueur des chaînes **[21].** Il existe au sein des homopolymères différentes familles, on trouve: les homopolymères linéaires, branchés et étoilés.

I.2.3.5.2. Les copolymères

Sont des polymères qui possèdent plusieurs unités, comme pour les homopolymères, les copolymères peuvent se classer dans différentes familles, citons: le mode statistique, alterné, séquencé et greffé **[8].**

I.2.3.5.2.1. Les copolymères statistiques

Les unités constitutives A et B se répartissent le long de la chaîne en suivant une statistique. Les copolymères complètement désordonnés font partie de cette famille. Dans ce cas particulier, les unités constitutives sont réparties de façon aléatoire. Par exemple :

─A─B─A─A─A─B─B─A─B─B─B─B─A─A─

I.2.3.5.2.2. Les copolymères alternés

Les unités constitutives A et B sont disposées en alternance le long de la chaine.

─A─B─A─B─A─B─A─B─A─B─A─B─A─B─

Les copolymères statistiques et alternes ont des propriétés intermédiaires entre celles de deux homopolymères $[A]_n$ et $[B]_m$ formés à partir des deux monomères différents.

I.2.3.5.2.3. Les copolymères séquencés linéaires ou copolymères à bloc

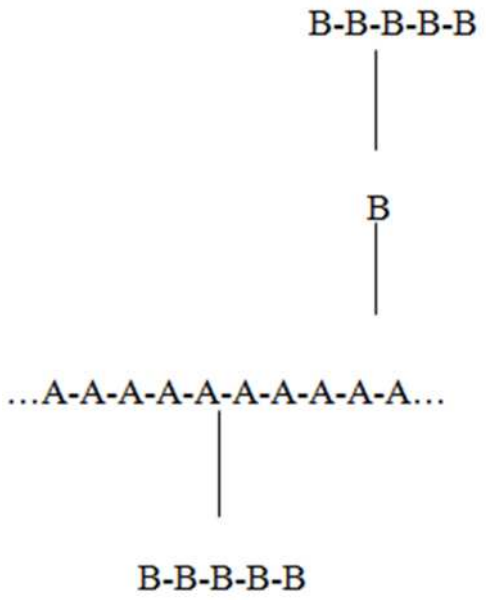
Ce sont des molécules où chaque unité constitutive est répétée plusieurs fois de suit (block) pour former de longues séquences. Par exemple :

- copolymère « di bloc » [AB] : ─A─A─A─A─A─A─A─B─B─B─B─B─B─B─B─
- copolymère «tri bloc » [ABA] :─A─A─A─A─A─B─B─B─B─B─A─A─A─A─

I.2.3.5.2.4. Les copolymères séquencés et greffés

L'exemple le plus simple est celui d'une chaine d'un homopolymère principal sur lequel des chaines secon

daires d'un autre polymère sont greffées. Par exemple:



I.2.4. Nomenclature des polymères

Le nom des polymères est généralement dérive de celui du monomère en ajoutant le préfixe "poly". Pour le nom du monomère : il est formé de plusieurs mots, il est mis entre parenthèses et précédé de poly (préfixe) :

Exemple :

- poly (chlorure de vinyle).

Pour le copolymère, on utilise un unifixe pour décrire ce que l'on connait de l'agencement des unités constitutives. Ils sont désignés par : le polymère alterné.

Exemple :

- Poly [styrène-Co-(méthacrylate de méthyle)].

Généralement, les polymères sont très utilisés dans les matières plastiques, les fibres, élastomères, peintures, adhésifs,…etc.

I.2.5. La polymérisation

I.2.5.1. Définition

La polymérisation est la réaction qui, à partir des monomères, forme en les liants des composés de masse moléculaire plus élevée, les polymères ou macromolécules.

Les noyaux des monomères sont le plus souvent constitués d'un atome de carbone (molécules organiques) ou d'un atome de silicium (polymères siliconés).

I.2.5.2. La polymérisation en chaîne

Le détail des réactions intervenant dans la polymérisation en chaîne, ainsi que leur probabilité de se produire, dépendent non seulement de la nature du monomère, mais aussi fortement de la nature du centre actif.

Les sites actifs localisés peuvent être de trois sortes :

- un radical : donnant naissance à une polymérisation radicalaire.
- un carbanion: donnant lieu à une polymérisation anionique.
- un carbocation: donnant lieu à une polymérisation cationique **[22]**.

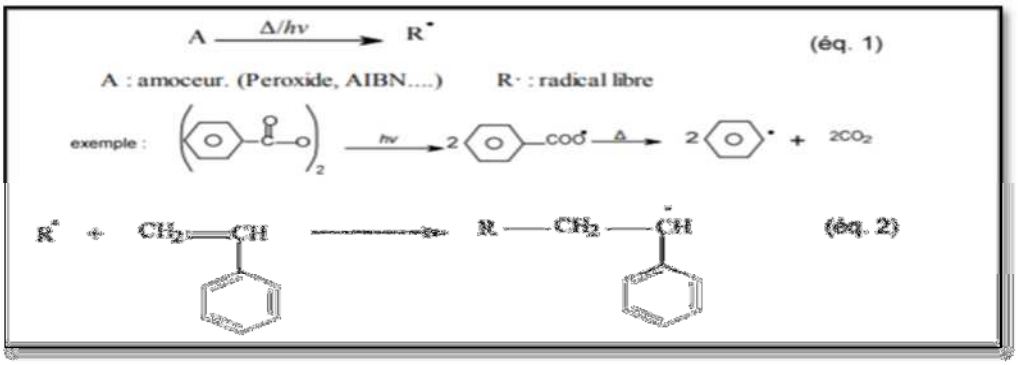
I.2.5.2.1. Polymérisation radicalaire

La polymérisation radicalaire est une réaction en chaine qui permet la formation d'un polymère à partir d'un monomère vinylique (CH_2=CH)—en présence des radicaux libres, chaque radical effectue en un temps très court (~0,1 s) un grand nombre de (1000 à 10000) de

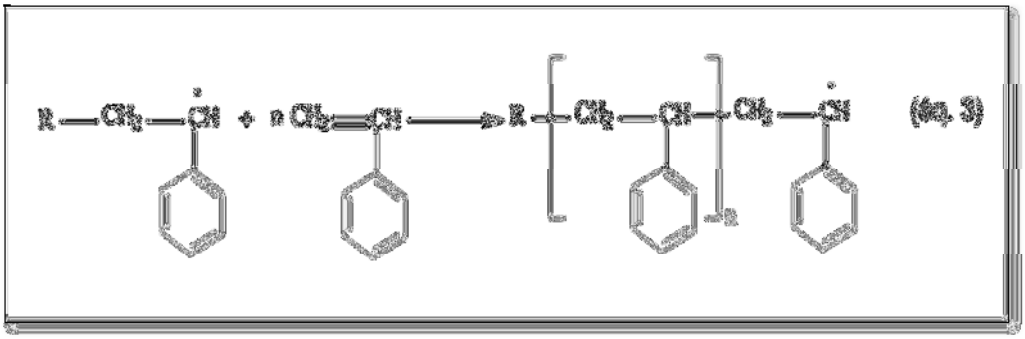
réactions chimiques élémentaires puis disparaît par réaction mutuelle avec un autre radical **[23]**.

La polymérisation radicalaire comporte généralement trois étapes : on désigne par R., les radicaux libres et par CH_2=CH−X le monomère ; ou X= Cl, CH_3, C_6H_5, $COOCH_3$ et R= C_6H_5.

Amorçage



Propagation



Terminaison

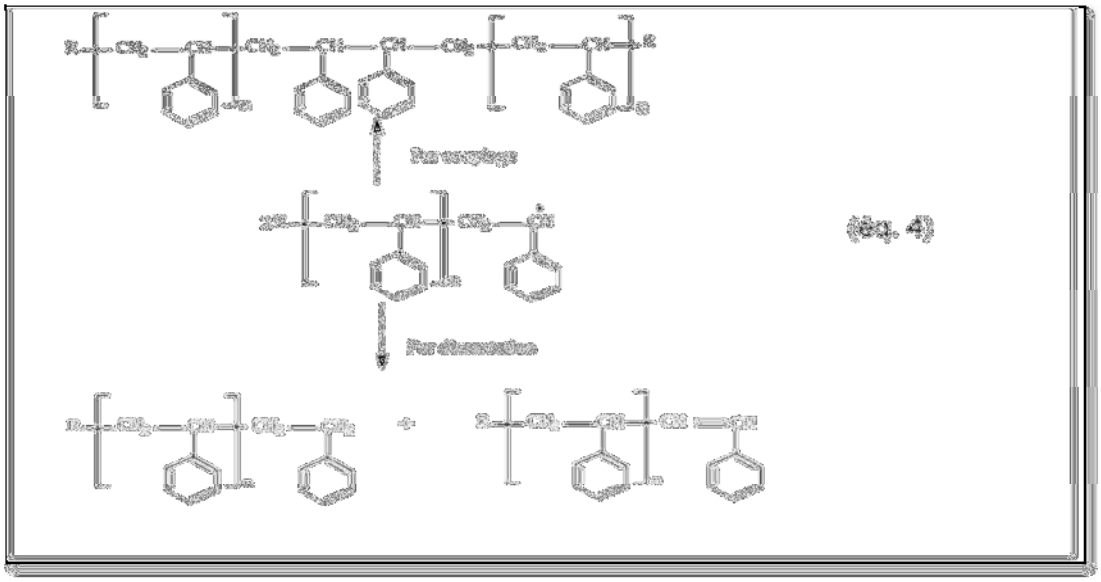


Figure I.7 : Schéma d'une polymérisation radicalaire **[24]**.

I.2.5.2.2. Polymérisation ionique

La polymérisation ionique est une polymérisation d'addition dans laquelle les extrémités de chaîne en croissance portent une charge négative ou positive. L'amorceur des réactions de polymérisation ionique n'est pas un radical, mais un ion (cation ou anion) **[24]**.

a. Polymérisation anionique

Parmi les amorceurs utilisés sont les bases fortes nucléophiles telles que naphtalène, KNH_2.

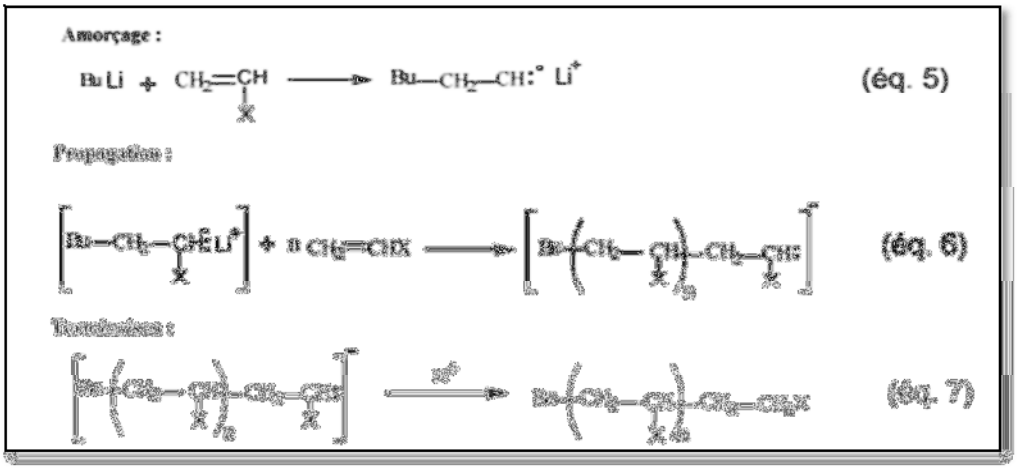


Figure I.8 : Schéma d'une polymérisation anionique **[24]**.

b. Polymérisation cationique

Les catalyseurs du type Friedel – Crafts: Chlorure d'aluminium ($AlCl_3$), fluorure de bore (BF_3). Ils sont accepteurs d'électrons et peuvent se fixer par coordination sur les doubles liaisons en créant un ion carbanium qui permet l'amorçage de la double liaison. La propagation se fait par addition successive de monomère sur l'ion carbanium et l'interruption de la croissance de la chaîne intervient par perte d'un proton repris par l'anion et apparition d'un chaînon terminal non saturé **[24].**

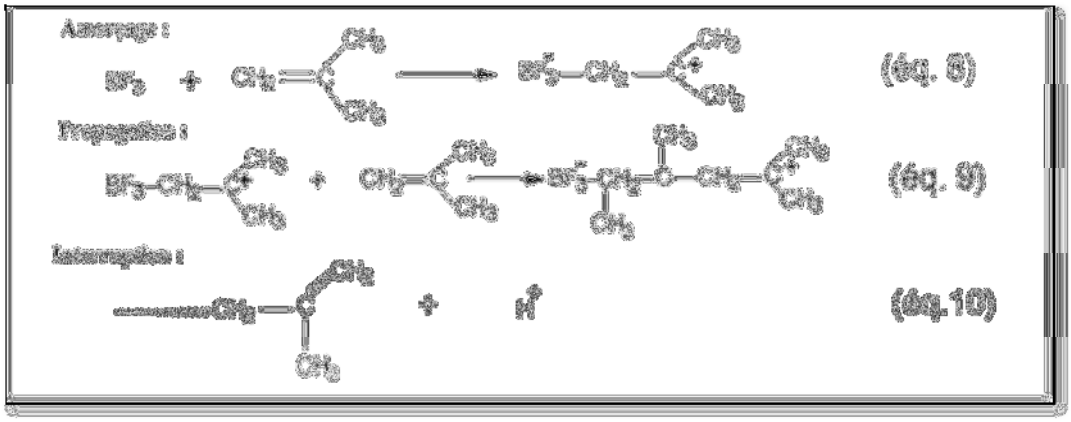


Figure I.9 : Schéma d'une polymérisation cationique **[24]**.

I.2.5.3. Réaction de polycondensation

La polycondensation est une réaction chimique entre molécules de base possédant des groupements fonctionnels différents, cette réaction mène à l'élaboration des macromolécules nommés polycondensats **[25]**.Au cours de la polycondensation, les monomères s'associent avec élimination simultanée d'atomes ou de groupes d'atomes. Les polyamides, les polyesters et certains polyuréthannes sont des exemples typiques de polymères obtenus par polycondensation.

Dans ce cas les réactions qui démarrent la polymérisation, appelées réactions d'initiation, sont de type ionique. Par un choix judicieux du groupement ionique initiateur, on peut dans certains cas obtenir une réaction stéréospécifique, c'est-à-dire que la disposition des monomères dans le polymère n'est pas aléatoire, mais au contraire orientée.

I.2.5.3.1. Les techniques de la polymérisation par étape (Polycondensation)

Techniquement, les réactions de polymérisation peuvent être effectuées de différentes manières suivant la nature du monomère et l'utilisation qui doit être faite du polymère. On distingue quatre techniques de polycondensation: la polycondensation en masse; la polycondensation en solution ; La polycondensation en suspension et à l'état solide ; la polycondensation interfaciale.

I.2.5.3.1.1. La polycondensation en masse

C'est évidement la méthode la plus couramment employée. Les réactions sont généralement lentes à température ambiante, il est intéressant d'opérer à des températures suffisantes pour que les monomères et polymères soient fondus ; dans ces conditions, le milieu réactionnel est toujours homogène et la polymérisation se trouve facile. Mais outre la dépense énergétique supplémentaire correspondant à ce chauffage ; il apparaît des risques de dégradation des produits. La polycondensation en masse présente l'avantage de conduire à un polymère sec directement utilisable, mais malheureusement l'opération est assez lente, elle nécessite une importante dépense d'énergie **[24]**.

I.2.5.3.1.2. La polycondensation en suspension et à l'état solide

L'association de ces deux types de polycondensation a été utilisée dans la préparation de polyamides en deux étapes. Un dicarboxylate de phényle est d'abord polycondensé avec une diamine en suspension dans un hydrocarbure aromatique. Le phénol et le polymère précipitent dans le dispersant qui doit dissoudre le dicarboxylate de diphényle sans gonfler le polyamide formé. Cette polycondensation en suspension donne un prépolymère (1000 à 4000) qui est ensuite pulvérisé et polycondensé à l'état solide **[24]**.

I.2.5.3.1.3. La polycondensation en solution

Bien qu'il s'agisse d'une méthode très développée en laboratoire, son utilisation industrielle est limitée. Son importance relative devrait cependant croître compte tenu du développement des nouveaux polymères aromatiques à températures de transition (T_g) et (T_f) élevées. Le mélange solvant contient en général un composé inerte vis-à-vis des réactifs et un agent gonflant du polymère ; un capteur de proton (pyridine, triethylamine) est ajouté pour fixer le chlorure d'hydrogène formé. Le pouvoir solvant de ces composés organiques est fortement accru par l'introduction de sels minéraux tels que LiCl ou $CaCl_2$ **[24]**.

I.2.5.3.1.4. La polymérisation interfaciale

La polycondensation interfaciale est une méthode de polymérisation rapide et irréversible utilisée pour la préparation des polyuréthanes, polyamides et polyarylates ester. Cette méthode met généralement en jeu des systèmes biphasiques liquides constitués d'une phase aqueuse et une phase organique qui dissolvent sélectivement les deux monomères. Les monomères utilisés sont plus souvent très réactifs **[5]**.

I.2.6. Propriétés des polymères

Les propriétés des matériaux polymères sont beaucoup plus sensibles que celles des métaux aux influences extérieures telles que la température, la dureté, l'intensité de la contrainte appliquée, les radiations UV et les agents chimiques.

Les caractéristiques de résistance peuvent différer seulement d'un ordre de grandeur. Hormis les paramètres spécifiques ou matériaux (masse molaire, taux de ramification, mobilité des chaînes, taux de réticulation,…..), et les conditions extérieures (humidité, agents chimiques, température, vitesse de sollicitation, type et intensité des contraintes appliquées).

I.2.6.1. Propriétés physiques des polymères

Avant tout, rappelons qu'il existe une grande variété de matières plastiques, tout comme il existe un grand nombre d'alliages métalliques, une des caractéristiques physiques générales des polymères est :

La masse volumique : La masse volumique des matières plastiques est peu élevée. La légèreté des polymères est sans aucun doute une des qualités qui a le plus largement contribué à leur diffusion.

En ce qui concerne le rapport (résistance à la traction / masse volumique), certains polymères sont en fait supérieurs bien à des matériaux métalliques.

La faible masse volumique des plastiques est due au faible poids atomique des principaux atomes de leurs chaînes (principalement l'hydrogène et le carbone) **[26]**.

I.2.6.2. Propriétés thermiques

- **La température**

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

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

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

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

Selon la température à laquelle il est soumis, un matériau polymère peut présenter des comportements mécaniques différents. Ceci peut se produire pour les thermoplastiques semi cristallins dans un domaine même étroit de la température **[26]**.

I.2.6.3. Propriétés mécaniques

La grande majorité des polymères sont utilisés pour supporter des charges, c'est-à-dire qu'ils ont une fonction mécanique. Pour assurer cette fonction souvent critique, il convient de correctement dimensionner les pièces de structures, afin d'assurer leur résistances mécaniques et leur durée de vie en service. Les propriétés mécaniques des polymères sont fortement influencées par la température et la vitesse de déformation. Pour un même matériau, une augmentation de la température conduit à un comportement évoluant de fragile à ductile, de même qu'une décroissance de la vitesse de déformation **[6]**.

I.2.6.3.1. La résistance et la contrainte

Les grandeurs caractéristiques permettant de comparer le comportement mécanique des différents matériaux sont définies ci-dessous et illustrées sur Figure I.10

- **Contrainte au seuil d'écoulement σ_y:**

Définie comme la contrainte en traction pour laquelle la pente de la courbe (σ-ε) s'annule pour la première fois.

- **Résistance en traction σ_M (ou contrainte maximale en traction) :**

Elle caractérise, comme son nom l'indique la contrainte maximale supportée par l'éprouvette pendant l'essai de traction.

- **Contrainte à x% d'allongement σ_x**

Définie comme la contrainte en traction pour laquelle la courbe (σ-ε) est décalée, par rapport à la courbe initialement linéaire, d'une distance correspondante à un allongement de x %.

- **Contrainte à la rupture σ_B**

Elle est déterminée à la rupture de l'éprouvette (quand il n'y a pas de seuil d'écoulement et donc de contrainte correspondante ou qu'il n'est pas possible de déterminer la contrainte à x % d'allongement) **[6]**.

- **La résistance en flexion**

Elle est calculée selon des normes et pour les thermoplastiques ductiles.

- **La résistance en compression σ_{cm}**

Elle est mesurée sur des petites éprouvettes d'essai, pour limiter le risque de flambage, il est important de noter que la présence d'entailles et de petites fissures est moins importante dans ce type d'essai que dans l'essai de traction, puisque ces défauts morphologiques peuvent se fermer sous l'effet de pression. Pour cette raison, la résistance en compression des matériaux polymères est généralement plus élevée que la résistance en traction **[6]**.

- **La résistance en cisaillement τ_m**

Elle peut être déterminée à partir des éprouvettes cylindriques, soumis à une sollicitation de torsion. Les déformations non homogènes des éprouvettes sont à éviter pendant l'essai.

Est généralement mieux définie à partir de la résistance en traction, en utilisant le critère de déformation de " Haber Von Mises Henky ".

$\tau_m = 0.58\ \sigma_M$

On peut en général appliquer le classement suivant **[6]** :

Résistance en cisaillement < Résistance en traction < Résistance en Compression < Résistance en flexion.

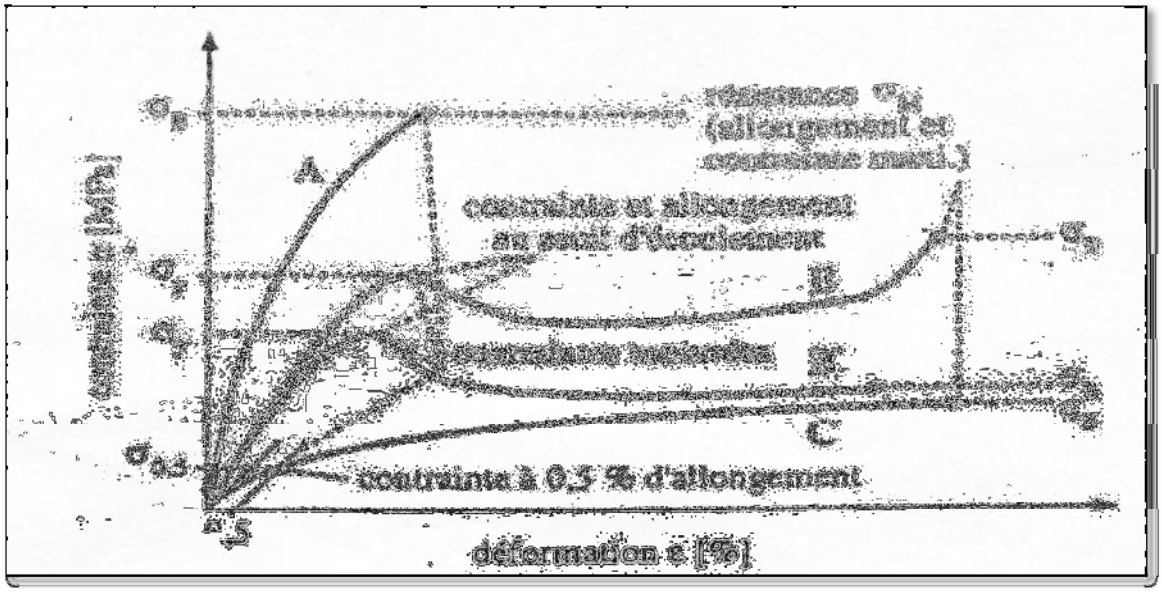


Figure I.10 : Grandeurs caractéristiques déterminées à partir des courbes Contrainte – déformation (essai de traction) pour différents types de matériaux

A: fragiles **B, B'** : ductiles avec seuil d'écoulement, **C**: ductile sans seuil d'écoulement **[6]**.

I.2.7. Applications des polymères

Tableau I.1 : les domaines d'application des polymères **[26].**

Domaines	**Exemples**
Le secteur de la construction	Les portes, conduites d'eau et l'assainissement, peinture des murs des plan chaires et des plafonds, revêtement du sol.
Industrie de l'emballage	Bouteilles, pots de yaourt, boites aux lettres, problème thermique, gainage films vidéo.
Médecine et santé	Poches de sang, gants, lentilles, verres de lunettes, les organes artificiels, seringues, prothèses, outils de chirurgie, industrie dentaire.
Articles ménagers	Tupperware, poubelles, seaux, vaisselle.
Matériel électrique et électronique et les communications	Tension d'isolement, isolation, laveuses, ordinateurs et les caméras, radio et télévision, téléphone.
Industrie au tom mobile	Systèmes vitre claire, tapie, carrosserie, optiques,

	planches de bord, habillage intérieur, façades de téléviseurs, gainage de câbles.
Industrie textile	Vêtement, fibres textiles naturelles et synthétiques, sacs.
Dans le domaine agricole	Colles, vernis, mousses.
Sports-loisirs	Certaines parties des bâtiments, des avions et bateaux, coques de bateaux…
Industrie chimique	cuves, revêtements.
Le domaine alimentaire	Procédés de fabrication d'aliments, emballages (bouteilles, pots de yaourt, briques de lait, boites a œufs) ou industriel (flacons de détergent, sachets et sacs, casiers).
Le matériel de maison	Meuble. Vaisselle, accessoires….

I.3. Les composites

I.3.1. Définition

Un matériau composite est constitué généralement d'une ou de plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. Dans le cas de plusieurs phases discontinues de natures différentes le composite est dit hybride. La phase discontinue est habituellement plus dure et avec des propriétés mécaniques en traction supérieures à celle de la phase continue. La phase continue est appelée matrice et la phase discontinue est appelée charges ou renforts **[27].**

I.3.2. Constituants des matériaux composites

Les matériaux composites sont constitués principalement :

- d'une matrice à laquelle sont ajoutés, dans certains composites des charges,
- d'un renfort,
- d'une interface **[28].**

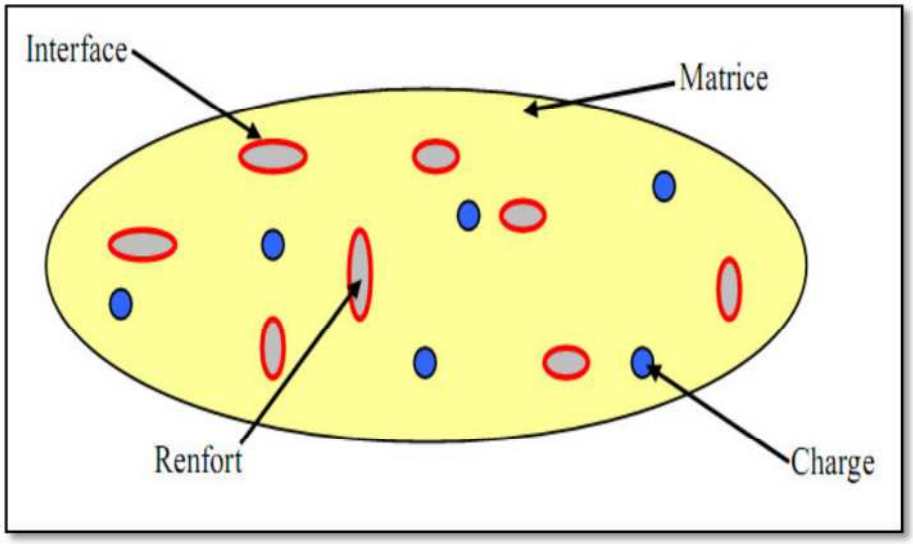


Figure I.11: schéma d'un matériau composite **[28].**

I.3.3. Classification des composites

I.3.3.1. Selon la géométrie

On a trois classes :

- composites à fibres ;
- composites à particules ;
- composites structuraux.

I.3.3.1.1. Composites à fibres

Un matériau composite est un composite à fibres si le renfort se trouve sous forme de fibres. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de moduler à la carte les propriétés mécaniques des matériaux composites, pour obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan **[29].**

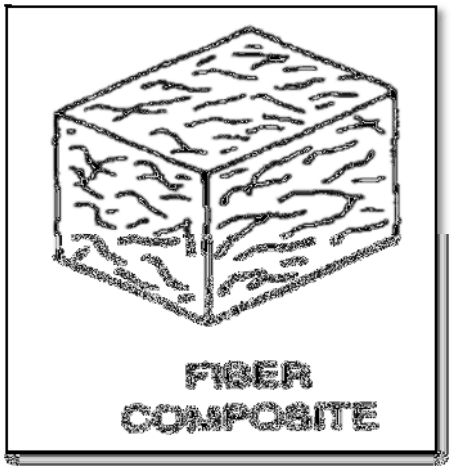


Figure I.12: Composites à fibres **[30]**.

I.3.3.1.2 Composites à particules

Un matériau composite est un composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée. Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc. Dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques **[29].**

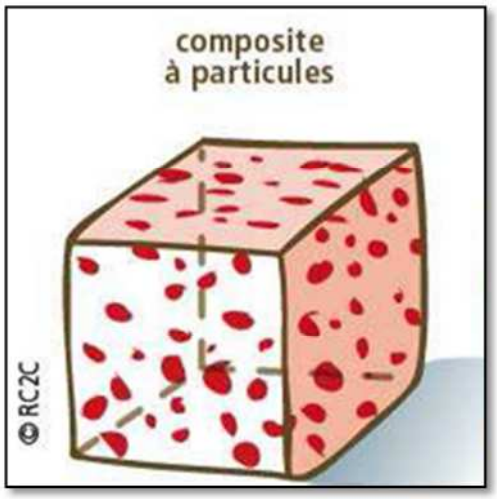


Figure I.13: Composites à particules **[30]**.

I.3.3.1.3. Composites structuraux

La fabrication d'un renfort peut se faire avec des fibres dispersées au hasard ou orientées dans une ou plusieurs directions. Des axes de renforcement peuvent être définis par le croisement de fils (le tissage). Des structures 3D ont également été développées afin

d'améliorer le renforcement du matériau et d'apporter une solution aux problèmes de délaminage.

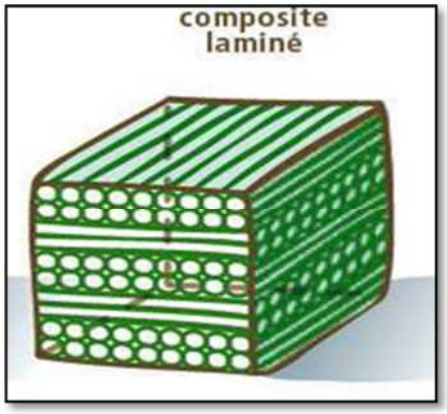


Figure I.14: Composites structuraux **[30]**.

- **Les stratifiés**

Un stratifié est constitué d'un empilement de monocouches ayant chacun une orientation propre à un référentiel commun aux couches et désigné comme le référentiel du stratifié.

En jouant sur l'ordre et l'orientation de ces couches, il est possible d'adapter finement les propriétés mécaniques du stratifié aux sollicitations extérieures, et donc d'atteindre un haut niveau d'optimisation en mettant la matière là où elle est le plus utile.

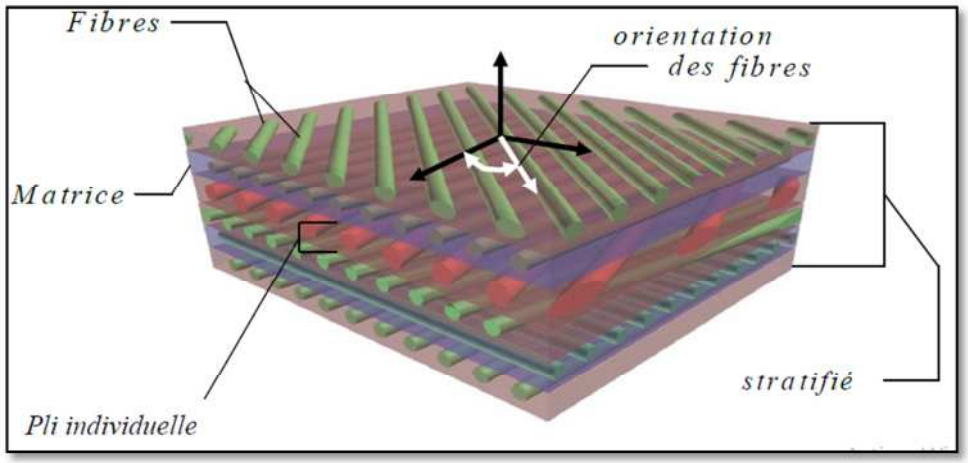


Figure I.15: composite stratifié **[29].**

- **Les Composites monocouches**

Représentent l'élément de base de la structure composite. Les différents types de monocouches sont caractérisés par la forme du renfort : à fibres longues (unidirectionnelles UD, réparties aléatoirement), à fibres tissées, à fibres courte **[29].**

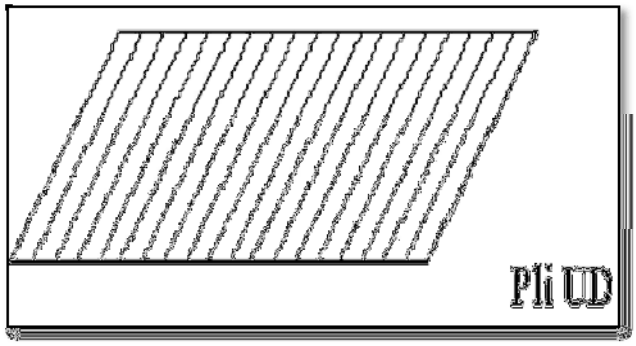


Figure I.16: composite monocouche **[29].**

- **Les sandwiches**

Matériaux composés de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur enveloppant une âme (ou cœur) de forte épaisseur et faible résistance. L'ensemble forme une structure d'une grande légèreté. Le matériau sandwich possède une grande légèreté en flexion et c'est un excellent isolant thermique **[29].**

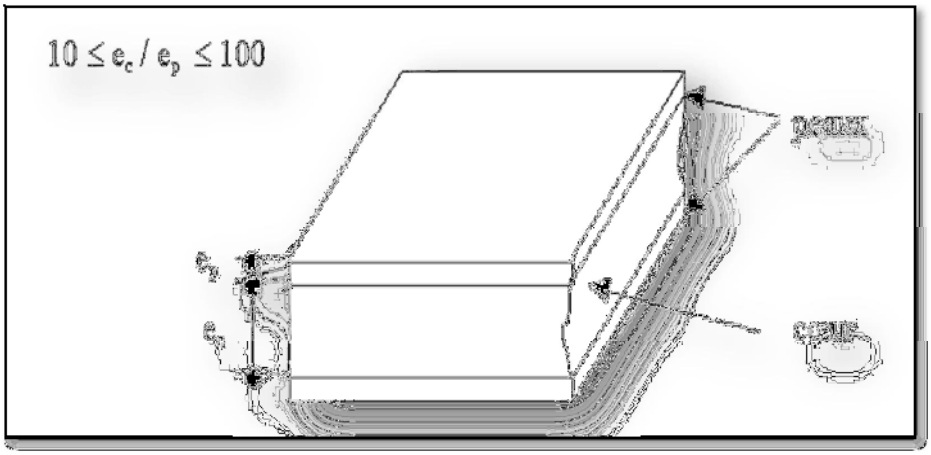


Figure I.17: Composite sandwich **[29].**

I.3.3.2. Selon la nature des constituants

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés comme des composites à matrice organique, à matrice métallique ou à matrice minérale. Divers renfort sont associés à ces matrices. Seuls certains couples d'associations ont actuellement un usage industriel, d'autres faisant l'objet d'un développement dans les laboratoires de recherche **[29].**

- **Les composites à matrices organiques (CMO) :** constituent, de loin, les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle.

- **Les composites à matrices céramiques (CMC) :** sont réservés aux applications de très haute technicité et travaillant à haute température comme dans les domaines spatial, nucléaire et militaire.
- **Les composites à matrices métallique**s **(CMM) :** sont composés d'aluminium, zinc ou magnésium par exemple. Les CMM peuvent être utilisés pour diverses applications comme l'automobile, les loisirs ou encore l'électronique.

I.3.4. Les matrice

Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère. Les résines polymères existent en grand nombre et chacune à un domaine particulier d'utilisation.

Les matrices ont essentiellement pour rôle de transférer les contraintes apportées sur le matériau aux fibres, de les protéger contre les agressions extérieures et donnent la forme du matériau. Elles doivent être en outre assez déformables et présenter une certaine compatibilité avec le renfort pour pouvoir apporter aux matériaux composites des propriétés mécaniques assez élevées.

Les résines les plus utilisées dans les matériaux composites sont :

- Les résines thermodurcissables ;
- Les résines thermoplastiques.

Ces deux types de polymères diffèrent en leur structure moléculaire aussi bien que leur comportement **[29].**

I.3.4.1. Matrices thermodurcissables

Ont une stabilité thermique beaucoup plus élevée en comparaison avec les matériaux thermoplastiques, un grand avantage pour des applications d'une demande très élevée.
Des remplisseurs ou charges sont employés en polymères pour une variété de raisons, à savoir réduire le coût, améliorez le traitement, la densité de commande, conductivité thermique, dilatation thermique, propriétés électriques, propriétés magnétiques, retard de flamme, et pour améliorer les propriétés mécaniques. En général, les remplisseurs peuvent changer l'exécution des composés de polymère en changeant la couleur, viscosité, propriétés de barrière, les propriétés électriques et thermiques, la finition de surface, le rétrécissement, etc... **[29].**

I.3.4.2. Matrices thermoplastiques

Dans les matériaux thermoplastiques, les différentes molécules ont une structure linéaire et il n'y a aucun produit chimique liant entre eux. Ces molécules s'associent par des forces de

Van der Waals, interactions de dipôle-dipôle, liaison d'hydrogène et égalisent l'empilement des anneaux aromatiques. Le thermoplastique peut être ramolli et fait pour couler avec l'application de la chaleur et de la pression pendant que l'interaction faible entre les molécules peut être temporairement décomposée. Quand le matériau est alors refroidi, les molécules reconstituent la liaison secondaire entre elles et il se solidifie. En raison de cette facilité de fabrication et de formabilité, les matériaux thermoplastiques sont largement répandus dans une variété de produits.

Parmi les matrices thermoplastiques, on trouve :

- Le polyéthylène (PE) ;
- Le polypropylène (PP);
- Le poly (acétate de vinyle) (PAV) (colles à bois et autres adhésifs) ;
- Le poly (chlorure de vinyle) (PVC) (tuyauteries) ;
- Le poly (méthacrylate de méthyle) (PMMA) ;
- Le nylon 6,6 (fibres, vêtements) ;
- L'acétate.

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

Les résines thermoplastiques, en revanche, peuvent être alternativement ramollies par chauffage et durcies par refroidissement dans un intervalle de température spécifique du polymère étudié. De plus ces résines présentent l'aptitude à l'état liquide de se mouler facilement par plasticité **[29].**

I.3.5. Les renforts

C'est le principal porteur constitutif dans le composite (forme, volume). Il confère aux composites leurs caractéristiques mécaniques : rigidité, résistance à la rupture, dureté. Ces renforts permettent également d'améliorer certaines des propriétés physiques : comportement thermique, tenue en température, tenue au feu, résistance à l'abrasion, propriétés électriques, etc. Les caractéristiques recherchées pour les renforts sont des propriétés mécaniques élevées, une masse volumique faible, une bonne compatibilité avec les résines, une facilité de mise en œuvre, un faible coût. En fonction de leur utilisation, les renforts peuvent être d'origines diverses comme il est indiquée sur la figure I.18

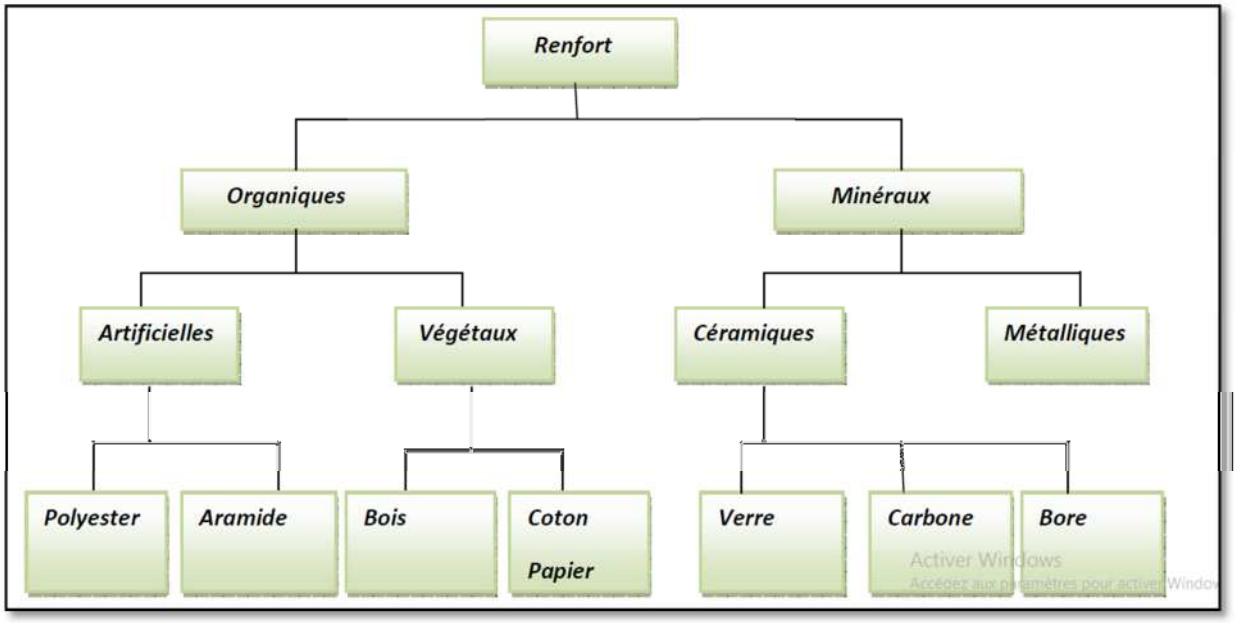


Figure 1.18: Les différents types de renfort **[31].**

Les propriétés physiques et mécaniques sont fortement influencées par la nature des fibres.

La forme du renfort est fonction de l'application et du volume de pièces à réaliser, elle permet de distinguer deux grandes familles **[29]**.

I.3.5.1. Renfort en fibres discontinues

Des fibres courtes, ou particules (charges sous forme de microbilles, de fibres broyées, d'écailles ou de poudre), permettent d'améliorer certaines propriétés de la matrice (résistance à l'usure, propriétés thermiques, poids). Celle-ci reste l'élément de base et on obtient alors un « polymère renforcé » **[29]**.

I.2.5.2. Renfort continu

Sous forme de fibres longues qui sont généralement utilisées pour des composites HP. Cette forme fibreuse offre une résistance à la rupture et souvent un module d'élasticité beaucoup plus élevée que ceux du même matériau massif, avec une augmentation de la longueur de 10000 fois, ou bien pour le même volume, la surface est multiplié par 100 dans le cas des fibres de verre.

Ces renforts ont le rôle d'assurer la bonne tenue mécanique des composites et sont disposés au sein du matériau en fonction des propriétés recherchées. Pour créer une structure résistante adaptée aux contraintes mécaniques, il existe plusieurs architectures de renforts :

unidirectionnelle, bidirectionnelle (tissus ou complexes 2D, tridimensionnelle (fibres orientées suivant trois directions) **[29].**

I.3.6. Charges

I.3.6.1. Charges renforçantes

L'objet de l'incorporation de charges renforçantes est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine. Ces charge peuvent être classées suivant leur forme géométrique en :

- charges sphériques ;
- charges non sphériques.

1.3.6.2. Charges non renforçantes

Les charges non renforçantes ont pour rôle soit de démineur le cout des résines en conservant les performances des résines, soit d'améliorer certaines propriétés des résines.

Parmi ces classes on trouve :

- charges de faible cout ;
- charges ignifugeantes ;
- charges conductrices et antistatique **[29]**.

I.3.7. Additifs

Les additifs se trouvent en faible quantités (quelques % et moins) et interviennent comme

- Lubrifiants et agents de démoulage ;
- Pigments et colorants ;
- Agents anti-retrait ;
- Agents anti-ultraviolets **[29]**.

I.3.8. Avantages et inconvénients des composites

Les composites sont préférés à d'autres matériaux parce qu'ils offrent des atouts liés à :

- leur légèreté ;
- grande résistance à la fatigue ;
- faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion
- insensibilité aux produits chimiques ;
- possibilité de prendre plusieurs formes (pièces complexes) ;
- bonne tenue au feu (attention aux dégagements toxiques).

Cependant certains inconvénients freinent leur diffusion :

- les coûts des matières premières et des procédés de fabrication ;
- la sensibilité à la chaleur ;
- la gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte **[32].**

I.3.9. Mise en œuvre des matériaux composites

Le but de ce paragraphe n'est pas de détailler les différentes techniques d'élaboration des matériaux composites mais de les présenter dans leur globalité et de préciser dans quels cas elles sont utilisées. Il existe plusieurs méthodes pour élaborer et mettre en forme les composites qui peuvent être regroupées en catégorie **[33]**.

- **par extrusion** : très utilisée avec les thermoplastiques ;
- **par imprégnation :** utilisée souvent avec les tissus et les fils ;
- **par dépôt :** pour les composites en sandwichs.

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

- **par compression :** (à froid ou à chaud, par injection de résine) : c'est une méthode utilisée pour les composites à fort taux de renfort pour obtenir des pièces avec des formes profondes et délicates.
- **sous pression :** (au contact, à injection simultanée) : c'est la méthode la plus simple permettant l'obtention de pièces en grande série et à bas prix. Le taux de renfort est toutefois limité.
- **sous vide :** pour des pièces de petites et moyennes séries
- **en continu :** les pièces obtenues sont planes ou ondulés, les composites en sandwichs sont souvent préparés par cette technique
- **par pultrusion :** qui intervient d'habitude après imprégnation des fibres (fils, stratifiés, tissus), les profils obtenus sont rectilignes ou en courbes à section constante. Cette technique donne des matériaux à caractéristiques mécaniques assez élevées.
- **par centrifugation :** technique réservée pour les formes cylindriques (tubes, tuyaux).
- **par enroulement filamentaire :** (circonférentiel, hélicoïdal) permettant la conception de pièces cylindriques et sphériques avancées. La proportion de fibres dans le composite est assez élevée ce qui donne de hautes caractéristiques mécaniques. Par contre, cette méthode est très couteuse **[33]**.

I.3.10. Domaines d'utilisations des matériaux

Les matériaux composites de nos jours prennent une place prépondérante dans différents domaines de par leur simplicité d'élaboration, leur légèreté ainsi que leurs caractéristiques mécaniques. Contrairement aux matériaux classiques qui présentent des caractéristiques mécaniques intrinsèques, les matériaux composites peuvent répondre aux exigences des différents types de contraintes à partir d'une élaboration et d'un choix judicieux de matrice et renfort, et ceci, dans différents domaines.

Les matériaux composites ont été introduits progressivement dans les automobiles, à la suite des matériaux polymères dont certains sont utilisés comme matrices.

De nos jours, les matériaux composites ont pris une place importante dans divers domaines : aéronautique, transport, bâtiment, loisirs etc. Du point de vue écologique, les fibres naturelles utilisées comme renforts dans les composites prennent une place croissante et sont de nouveau d'actualité **[29].**

I.4. Conclusion

L'objectif des producteurs des matériaux composites est de concurrencer et de surpasser les métaux qui, de leur coté, ne cessent d'optimiser leurs propres caractéristiques.

La diversité des matériaux composites et leur souplesse, qui permettent de fabriquer ou de composer des caractéristiques à la carte, rendent cet objectif légitime. Pour atteindre ces objectifs, ce secteur doit se développer par l'innovation.

Dans les composites les fibres se trouvent sous formes organiques et naturelles, ces dernière peuvent donner une bonne résistance au matériau grâce à leurs propriétés.

CHAPITRE II

MATERIAUX DE L'ETUDE

II.1. Introduction

L'utilisation croissante de fibres végétales comme renforts dans les composites à matrices thermodurcissables ou thermoplastiques fournit des avantages environnementaux très intéressants. Les caractéristiques marquantes de ces fibres sont leur faible coût, faible masse, haut module spécifique. Le défi majeur dans l'utilisation de ces fibres comme éléments de renforcement dans les matériaux composites est de réaliser une bonne liaison entre les fibres et la matrice polymère. Les fibres naturelles sont de nature hydrophile, car elles sont dérivées de la cellulose, qui contient des groupes hydroxyles fortement polarisés. La mauvaise adhérence interfaciale fibre/matrice et les difficultés dans le mélange en raison de mauvais mouillage de la fibre avec la matrice limitent l'utilisation de ces fibres comme matière de renforcement dans les matériaux bio-composites.

Les fibres naturelles ont récemment attiré l'attention des scientifiques et ingénieurs en raison des avantages qu'elles fournissent par rapport aux fibres de renforcement classiques comme les fibres de verre. Le développement des composites comportant des fibres naturelles est donc un sujet d'intérêt depuis les dix dernières années. Ces fibres naturelles sont des fibres à faible coût et à faible densité et elles possèdent des propriétés spécifiques, par exemple elles sont biodégradables et non abrasives.

Ce chapitre est divisé en deux parties, la première partie est consacrée à la présentation des palmiers dattiers et ses composants, à savoir la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Nous exposerons également les connaissances actuelles concernant les fibres végétales et les différentes voies de modification chimique et les méthodes d'extractions. On présente pareillement les matériaux composites renforcés par des fibres végétales et on donne des exemples d'utilisations de ces matériaux dans différentes domaines.

Dans la seconde partie, nous présenterons une généralisation sur le procédé de fabrication et les caractéristiques du polyéthylène.

II.2. Les fibres

II.2.1. Définition de fibre

Le terme fibre se rapporte à un corps solide flexible. La fibre est un composant filiforme (rapport longueur /diamètres est très élevé : 25-1500) de faible longueur (5- 60mm) et dont l'épaisseur est comprise entre 0.005-0.75mm les fibres sont disponibles sous différentes formes (rondes, plates, gaufrées) d'origine minérale, organique ou métallique **[34]**.

Une fibre est une formation élémentaire, végétale ou animale, d'aspect filamenteux, se présentant généralement sous forme de faisceaux. On emploie également ce terme par extension pour désigner certains matériaux minéraux ou synthétiques ayant le même aspect.

II.2.2. Trois grandes familles de fibres

On a quelques exemples de trois grandes familles de fibres

II.2.2.1. Les fibres métalliques

- acier ;
- inox ;
- fonte (amorphe) **[34]**.

II.2.2.2. Les fibres organiques

- polypropylène;
- polyamide;
- acrylique;
- mélange polypropylène/polyéthylène ;
- kevlar;
- aramide;
- carbone **[34]**.

II.2.2.3. Les fibres minérales

- verre;
- wollastonite;
- basalte;
- mica **[34]**.

II.2.3. Caractéristiques et propriétés des fibres

Chaque famille de fibres présente des caractéristiques et des propriétés spécifiques

Tableau II.1: Les caractéristiques et les propriétés des fibres **[34]**.

	Masse volumique (g/cm^3)	Diamètre moyen (µm)	Résistance à la traction (N/mm^2)	Module d'élasticité (GPa)	Allongement à la rupture (%)
Fibres métalliques	7,85	50-1000	1000-2500	150-200	3-4
Fibres de verre	2,6	9-15	2000-3000	80	2-3,5
Fibres polypropylène	0,9	>4	500-750	5-10	10-20

II.3. Les fibres naturelles

Les fibres naturelles sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, hémicelluloses et lignine. Elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques en faibles proportions **[35]**.

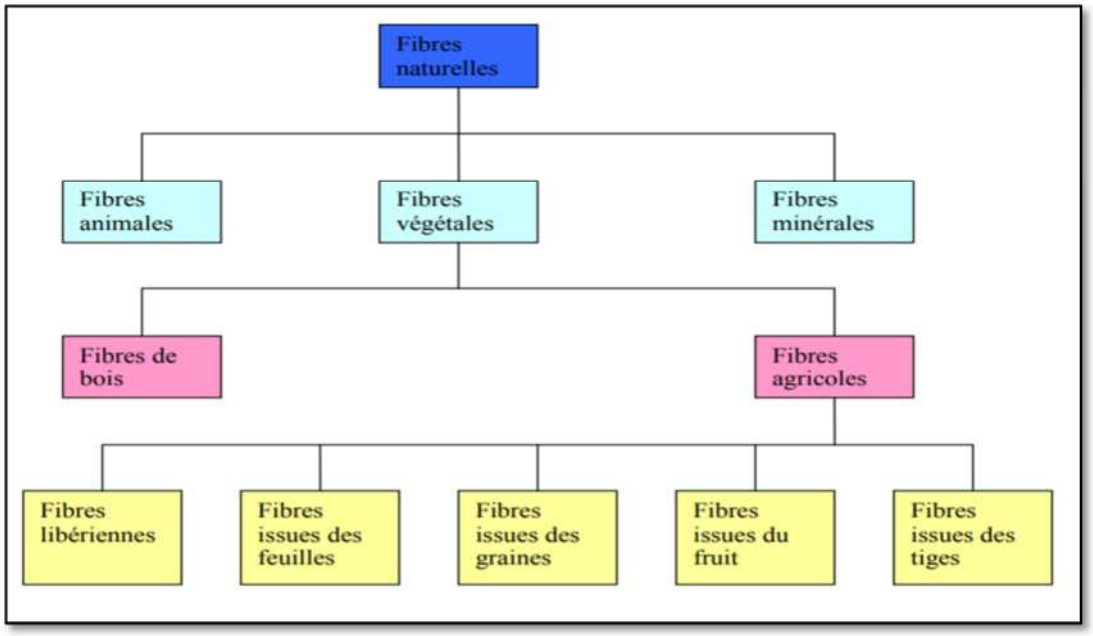


Figure II.1 : Classification des fibres naturelles en fonction de leur origine **[2]**.

Toutes les fibres naturelles sont biodégradables, ce qui veut dire que la nature peut les dégrader jusqu'à leurs composants de base sans intervention de l'homme. Autrefois, les fibres naturelles étaient dépassées par les fibres synthétiques qui étaient moins chères et plus faciles à produire et qui avaient des propriétés supérieures. A cause de la tendance actuelle de respect croissant pour la nature, la biodégradabilité des fibres devient de plus en plus

importante. C'est pourquoi les fibres naturelles biodégradables ont, de nouveau, gagné de l'ampleur par rapport aux fibres synthétiques non biodégradables.

Une caractéristique des fibres naturelles est la variation des propriétés mécaniques et chimiques due à la variation de leur composition. L'origine de cette variation de composition est d'une part le fait qu'il existe plusieurs variétés de plantes (plusieurs espèces de coton) et des animaux (plusieurs espèces de laine) dont sont extraites les fibres et d'autre part le fait que même les fibres de coton d'une plante particulière et les fibres de laine d'un seul mouton varient en longueur, épaisseur, rigidité, couleur, etc **[36]**.

II.4. Les fibres végétales

II.4.1. L'histoire des fibres végétales

Fibres végétales et fibres synthétiques ont toujours cohabité, chacune pour des qualités propres. Les fibres synthétiques ont réellement été mises au point au 20ème siècle : les Allemands ont lancé le chlorure de polyvinyle en 1934, les Américains le nylon une année plus tard. Par la flambée des cours de l'or noir, les fibres synthétiques ont commencé à être remplacées petit à petit par les fibres végétales, d'autant plus que ces derniers temps d'autres enjeux sont pris en considération, à savoir la préservation de l'environnement et les contraintes de recyclage. Les fibres végétales sont aujourd'hui très utilisées, que cela soit par la filière textile, automobile et même le bâtiment **[37]**.

II.4.2. Définition

Les fibres végétales sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. Dans une proportion beaucoup plus faible elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques. Chaque fibre se présente sous la forme d'un composite multicouches dans lequel la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant un élément structurant très rigide qui est la cellulose **[37]**.

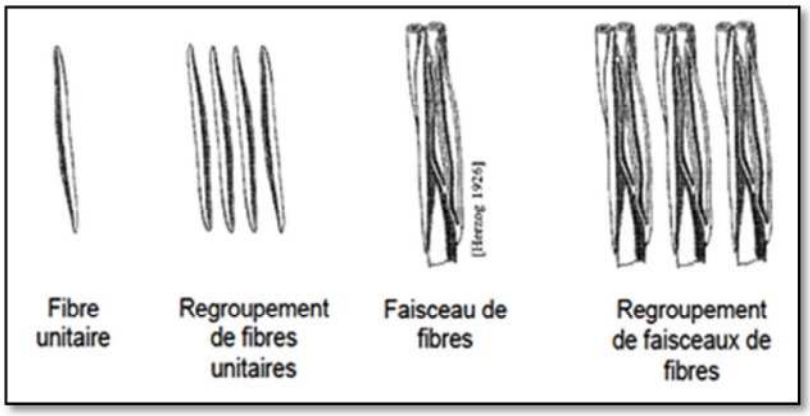


Figure II.2 : Les différentes formes de fibres végétales **[37]**.

II.4.3. Origine des fibres végétales

Les fibres végétales sont classées selon leur origine, elles sont issues de différentes parties de la plante : des feuilles (fibres de sisal, de bananier, de palmier, d'alfa), des graines (fibres de coton, de kapok, etc.), de la tige (lin, chanvre, jute, kénaf, ramie, bambou, etc.), des fruits (fibres de coco, etc.) **[37]**.

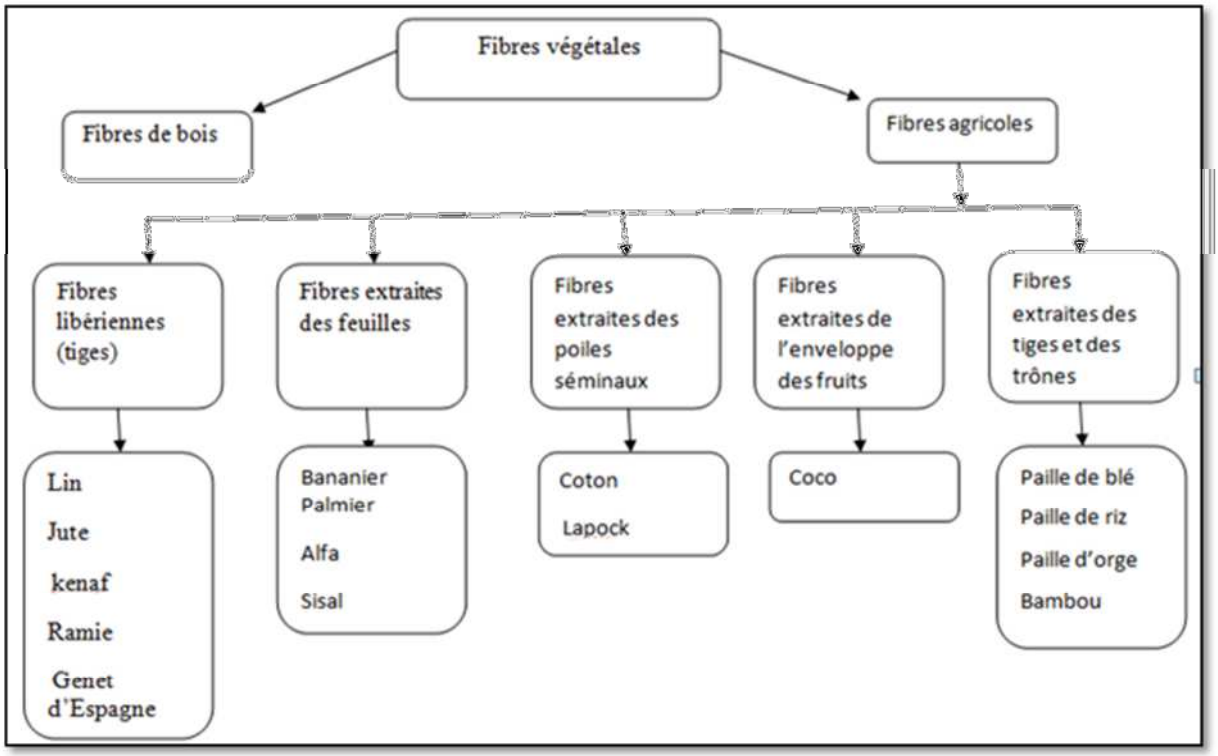


Figure II.3: Classification des fibres végétales selon l'origine **[37]**.

II.4.4. Classification des Fibres Végétales

Les fibres végétales sont classées en quatre groupes suivant leur provenance. A savoir : les fibres de feuille, de tiges, de bois et de surface.

II.4.4.1. Les fibres de feuilles

Ces fibres sont obtenues grâce au rejet des plantes monocotylédones. Les fibres sont fabriquées par chevauchement de paquet qui entoure le long des feuilles pour les renforcer ces fibres sont dures et rigides. Les types de fibres de feuilles les plus cultivées sont la fibre de sisal, de Henequen et d'abaca **[34]**.

II.4.4.2. Les fibres de tiges

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

Les fibres de tige sont commercialisées sous forme de paquet de cor et en toute longueur. Elles sont par la suite séparées individuellement par un processus défilage.

Les fibres, une fois séparées, sont utilisées dans la fabrication des cordes ou de textile ou bien dans le renforcement du ciment et béton. Les fibres de tige les plus utilisées sont les fibres de jute, de lin, de ramie, de sunn, de kenaf, d'urena et de chanvre.

Rapporte que les fibres de tige, les plus utilisées dans le renforcement du ciment, sont celles de sunn, de chanvre et de jute **[34]**.

II.4.4.3. Les fibres de bois

Les fibres de bois proviennent du broyage des arbres tels que les bambous ou les roseaux. Elles sont généralement courtes. Plusieurs chercheurs ont montré l'efficacité de ces fibres dans le renforcement des ciments **[34]**.

II.4.4.4. Les fibres de surface

Les fibres de surface entourent en général la surface de la tige, de fruits ou de grains. Les fibres de surface des grains constituent le groupe le plus important dans cette famille de fibres. Nous citons entre autre le coton et la noix de coco (coco). Les fibres de coco ont donné de bons résultats pour la résistance à la flexion du ciment de fibre. Il est à noter que, les fibres de palmier, qui entourent son tronc, appartiennent à cette famille de fibres. Nous citons entre autre le coton et la noix de coco (coco). Les fibres de coco ont donné de bons résultats pour la résistance à la flexion du ciment de fibre. Il est à noter que, les fibres de palmier, qui entourent son tronc, appartiennent à cette famille de fibres **[34]**.

II.4.5. Composition biochimique d'une fibre

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de microfibrille cellulosiques en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine **[38]**.

La proportion d'holocellulose (comprenant la cellulose et l'hémicellulose) et de lignine varie selon la nature et l'âge des fibres. La composition dépend de la condition de croissance, de l'âge du végétal, des conditions climatiques et bien sûr de la nature des fibres **[39]**.

II.4.5.1. La cellulose

La cellulose est le composant principal des fibres naturelles, elle présente le corps de la plante grâce à son état cristallin.

La cellulose est une macromolécule de formule chimique globale $(C_6H_{10}O_5)_n$, sous forme d'un polymère de condensation linéaire constitué d'unités D-glucopyranose-anhydro reliées entre elles par des liaisons ß-1,4-glucosidiques produit au niveau de la membrane plasmique par un ensemble de 6 unités cellulose synthases, dont la synthèse de 36 chaînes de β-(1,4)-glucane, forme une microfibrille de cellulose, plusieurs microfibrilles sont regroupées en fibrilles **[37]**.

Plusieurs microfibrilles liées entre elles par des liaisons hydrogènes constituent une fibrille, mesurant 3 à 5 nm de diamètre et jusqu'à 7 µm de longueur.

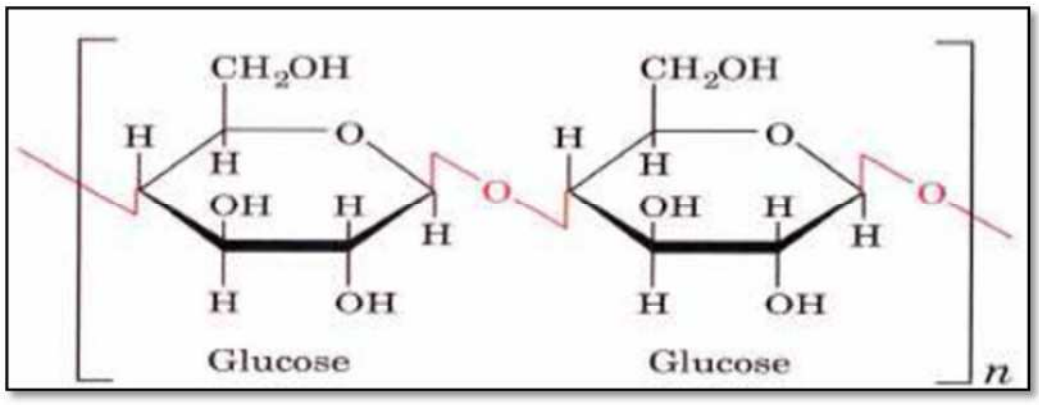


Figure II.4 : Représentation de la chaîne de cellulose **[40]**.

II.4.5.2. L'hémicelluloses

Après la cellulose, Les hémicelluloses constituent, le polysaccharide le plus abondant dans la nature, et qui se caractérise par son extraction par les solutions alcalines tel que le

NaOH. A l'inverse de la cellulose qui a une structure cristalline, les hémicelluloses sont amorphes **[37]**.

Le squelette des hémicelluloses est composé de résidus (1,4) D pyranose, de glucose, ou de mannose ou de xylose. De cela les hémicelluloses sont appelées : les xyloglucanes, les mannanes (galacto-/glucomannanes), les xylanes, les glucuronomannanes et les glucanes mixtes.

La nature des hémicelluloses dépende de sa composition monosaccharidique qui est très variable et qui dépend de leur origine variétale, du tissu ou du type cellulaire, de l'âge des cellules **[37]**.

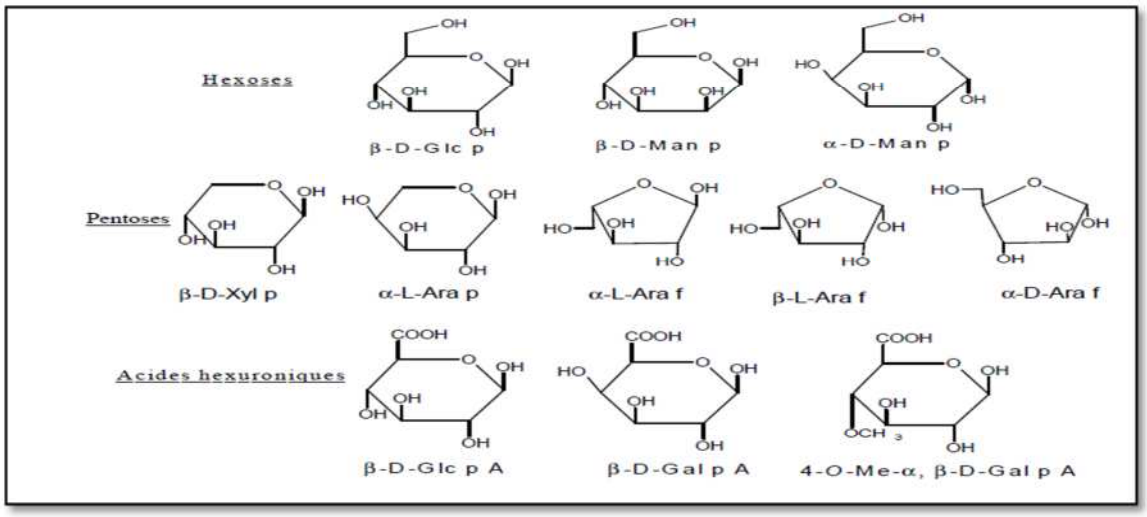


Figure II.5 : Principaux glucides constituant les hémicelluloses **[40]**.

II.4.5.3. Les pectines

Ce sont des polysaccharides chargés riches en acide D-galacturonique liés en α (1→4), appelé acide polygalacturonique. Elles sont également composées de L-rhamnose, L-arabinose et D-galactose. Elles permettent la liaison entre les faisceaux de fibres, et elles jouent le rôle de ciment intercellulaire et elles contribuent à la cohésion des tissus végétaux. Elles sont le constituant essentiel de la lamelle moyenne à la base du « ciment » qui réunit les cellules entre elles. Les pectines forment un groupe d'hétéropolysaccharides complexes qui représente généralement environ 35 % des parois primaires chez les dicotylédones et de 2 à 10 % chez les monocotylédones. Principalement trois domaines structuraux existent parmi les pectines ; l'homogalacturonane (HG), le rhamnogalacturonane I (RGI) et le rhamnogalacturonane II (RGII) **[37]**.

Selon l'estrerification les pectines sont caractérisées par un degré de méthylation (DM) et un degré d'acétylation (DA). Les HG sont déposés dans la paroi végétale sous forme

hautement méthylée. En fonction de son DM, un HG pourra être désigné par pectine (DM > 75 %) ou acide pectique (pectate) (DM < 75 %).

La modification du DA et du DM des HG par des enzymes au sein de la paroi sera abordée par la suite **[37]**.

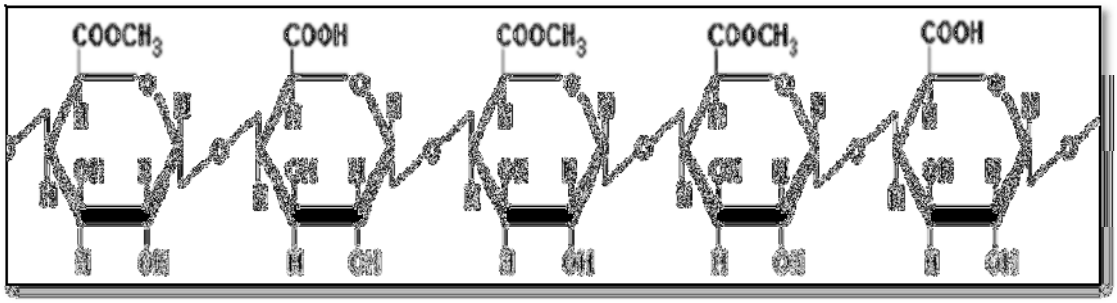


Figure II.6 : Structure de la pectine **[40]**.

II.4.5.4. La lignine

La lignine est un polymère phénolique amorphe constitué de composants aliphatiques (-R) et aromatiques (-Ar)**.**

Elle constitue le soutien de la structure naturelle de la plante, c'est le liant entre les fibres formant des faisceaux ou des tiges. En conséquence, elle occupe tout l'espace pariétal qui n'est pas occupé par des macromolécules, déplaçant, de ce fait, l'eau. La lignine forme ainsi un maillage tridimensionnel hydrophobe inapte à l'extension, qui génère l'arrêt de la croissance pariétale. La lignine est impliquée dans la structure et la cohésion de la paroi **[37]**.

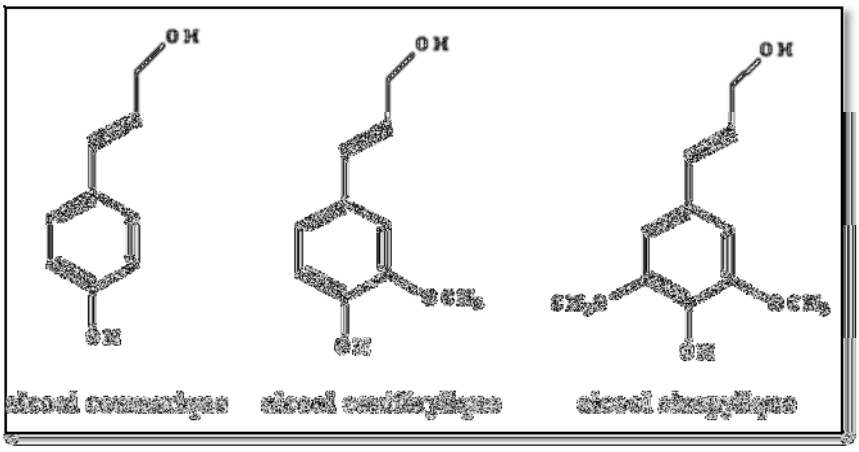


Figure II.7 : Motifs élémentaires de la lignine **[40]**.

II.4.5.5. La cire

Les cires sont des composantes des fibres végétales qui peuvent être extraites avec des solutions organiques. Elles sont constituées de différents types d'alcools insolubles dans l'eau et de plusieurs acides comme l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique **[2]**.

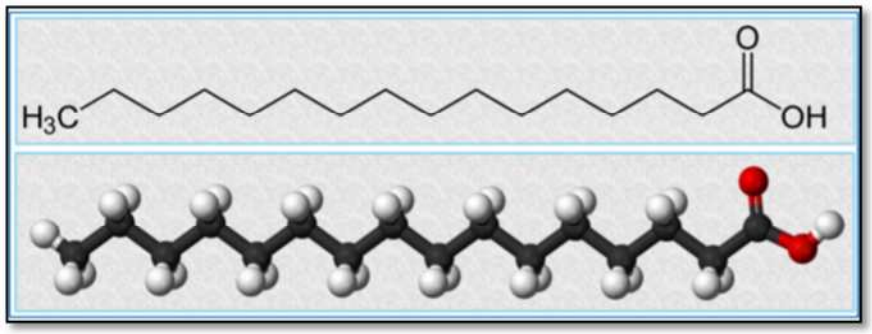


Figure II.8 : Structure et modèle moléculaire de l'acide palmitique **[41]**.

II.4.6. Morphologie de la fibre végétale

Sur le plan morphologique, les fibres végétales sont de dimensions très variables qui dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale **[38]**.

La fibre végétale se caractérise aussi par la variabilité de l'épaisseur de sa paroi qui découle de celle de la porosité des fibrilles, ainsi que le pourcentage du volume de la fraction (PVF) des différentes couches de la paroi [lamelle moyenne, paroi primaire et paroi secondaire]. La paroi primaire (P), est la plus mince, est de diamètre de 0.1 à 0.2 µm, constituée de cellulose, hémicelluloses, pectine et des protéines. Le tout est enrobé de lignine. La lamelle moyenne est de 0.05 à 0.2µm d'épaisseur. La strate extérieure de la paroi secondaire (S1) est mince, elle forme que 10 à 20 % de toute la paroi. La couche moyenne (S2) forme la partie la plus importante de la paroi cellulaire de 70 à 90 % de la paroi fibrillaire. La couche interne (S3), c'est la couche la plus mince de 2 à 8% de toute la paroi. Donc l'épaisseur de la paroi cellulaire de la fibre dépend de la couche (S2) de la paroi secondaire **[37]**.

La disposition des microfibrilles aussi est un élément très variable dans la morphologie des fibres végétales. La géométrie des fibres végétales est donc un problème important et difficilement surmontable pour ce qui concerne la micromécanique des composites renforcée par de telles fibres.

II.4.7. Structure de la fibre végétale

La fibre végétale tire sa structure de l'architecture et la composition biochimique de sa paroi dont celle-ci est composée de trois couches superposées dans le sens radial, et elles sont parallèles à l'axe de la fibre. De l'extérieur à l'intérieur sont localisées : la lamelle moyenne, dont son rôle est de coller les cellules l'une avec l'autre pour former le faisceau fibrillaire ; suivi par la paroi primaire et en dernier la paroi secondaire. Cette dernières borde un lumen de diamètre variable suivant l'espèce végétale **[37]**.

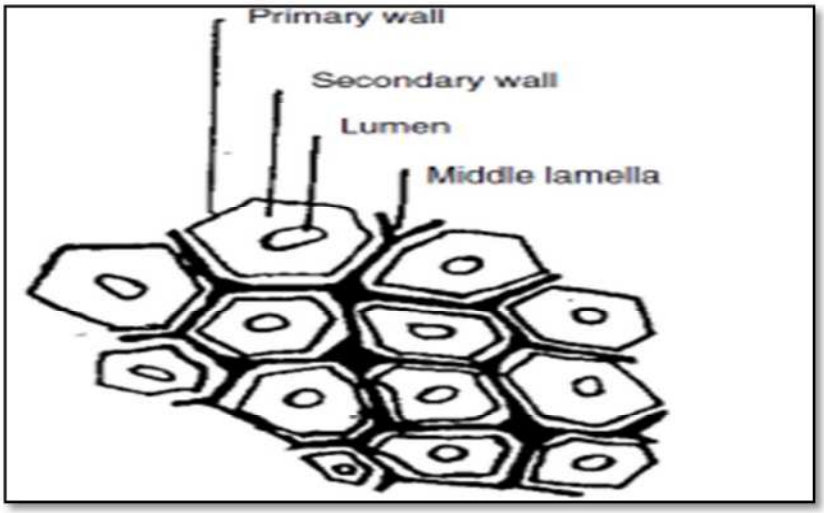


Figure II.9 : Structurel des cellules fibreuses **[37]**.

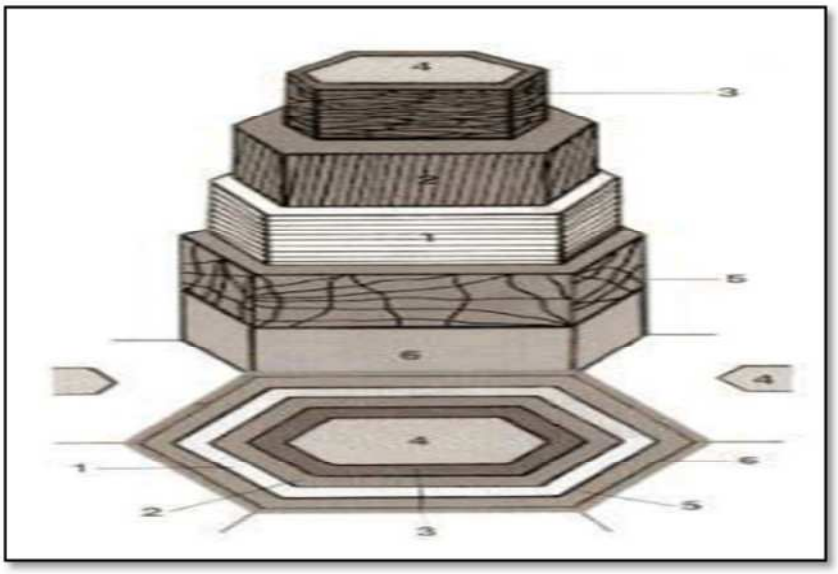


Figure II.10 : Structure de la paroi cellulaire, en coupe transversale (en bas) et en vue tridimensionnelle (en haut) : paroi secondaire (1 à 3, couches S1 à S3); lumen (4); paroi primaire (5); lamelle moyenne (6) **[37]**.

II.4.8. Caractéristiques Physiques et Mécaniques des Fibres Végétales

Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre, sa densité, et sa teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau. Elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, son élongation à la rupture et son module d'élasticité.

Les propriétés physiques et mécaniques des fibres végétales ont été traitées par beaucoup de chercheurs.

D'après les résultats des chercheurs on obtient deux tableaux 2 et 3, leur étude concernant les fibres végétales, ont constaté que la résistance à la traction et le module d'élasticité des fibres végétales sont proportionnelle à leur teneur en cellulose. Ainsi, ils ont remarqué que la résistance dépend de la forme des spirales des filaments ils constatent que les fibres à grand angle spiral ont une grande déformabilité, mais une faible résistance, tandis que les fibres à faible angle spirale ont une faible déformabilité et une grande résistance.

Sur le tableau 2, nous constatons que les fibres végétales sont naturellement humides. Pratiquement elles absorbent des quantités importantes d'eau à la saturation. Nous remarquons sur le tableau 3 que la densité de ces différentes fibres est très rapprochée, alors que leurs résistances à la traction et leurs modules d'élasticité sont très variables.

Cela est dû à la variation de leur composition chimiques, de leur texture et spécialement de l'orientation de leurs filaments et leur angle spiral **[34]**.

Tableau II.2: Les caractéristiques physiques des fibres végétales les plus utilisées **[34]**.

Fibre	Diamètre (mm)	Densité (g/cm^3)	Teneur en eau à l'état naturel (%)	Absorption d'eau après 5 min (%)	Absorption d'eau à la saturation (%)
Sisal	- - 0.08-0.30	1,5 1,37 0,75-1,07	- - 10,97-14,44	- 89,30 67-92	- 92 190-250
Noix de coco	- - 0,11-0,53	1,2 1,17 0,67-1,00	- - 11,44-15,85	- 43,20 22-28	- 80,40 85-135

Tableau II.3: Les caractéristiques physiques et mécaniques de quelques fibres végétales **[34]**.

Fibres	Densité (g/cm^3)	Allongement à la rupture (%)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Yong (Gpa)
Cotton	1,5-1,6	7,0-8,0	587-597	5,5-12,6
Lin	1,5	2,7-3,2	345-1035	27,6
Chanvre	-	1,6	690	-
Sisal	- 1,37 0,75-1,07 1,5	2,6 5,2 2,08-4,08 2,0-2,5	278 363 577,50 511-635	- 15,2 10,94-26,70 9,4-22,0
Noix de coco	1,2 1,17 0,67-1,00 1,33	30,0 37,7 13,7-41,0 -	175 107 174 72	4,0-6,0 2,8 2,5-4,5 2,0
Palmier dattier	0,51-1,08	7,5-17,4	170-290	2,1-5,25

II.4.9. Caractéristiques Chimiques des Fibres Végétales

Les fibres végétales sont caractérisées par leur composition chimique qui influe énormément sur leur durabilité et spécialement dans les milieux alcalins. La composition chimique des fibres végétales est formée de trois principaux constituants à savoir : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine **[42]**.

Tableau II.4 : Compositions chimiques de différentes fibres naturelles **[41]**.

Type de fibre	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Pectine (%)	Cires (%)	Angle microfibrillaire (°)
Alfa	45.4	38.5	14.9	-	2	-
Bambou	26–65	30	5–31	-	-	-
Banane	63–67.6	10–19	5	-	-	-
Coir	32–43.8	0.15–20	40–45	3–4	-	309
Coton	82.7–90	5.7	< 2	0–1	0.6	-
Ananas	70.7–73.6	9.9	7.5–11.1	-	-	-
Lin	62–72	18.6–20.6	2–5	2.3	1.5–1.7	5–10
Chanvre	68–74.4	15–22.4	3.7–10	0.9	0.8	2–6.2
Jute	59–71.5	13.6–20.4	11.8–13	0.2–0.4	0.5	8.0
Kénaf	31–72	20.3–21.5	8–19	3–5	-	-
Ortie	86	10	-	-	4	-
Palmier à huile	60–65	-	11–29	-	-	42–46
Ramie	68.6–85	13–16.7	0.5–0.7	1.9	0.3	7.5
Sisal	60–78	10.0–14.2	8.0–14	10.0	2.0	10–22

II.4.10. Avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres naturelles ce sont des biocomposites agrosourcés qui présentent comme tous les matériaux composites de notre planète des avantages qui favorisent leur utilisation dans plusieurs domaines d'application (Civil et Militaire). Ces matériaux verts montrent aussi des inconvénients qui limitent leur utilisation si aucune amélioration n'a été appliquée sur la fibre brute.

Le tableau II.5 résume les principaux avantages et inconvénients des fibres végétales.

Tableau II.5 : Comparaison entre les avantages et les inconvénients des fibres végétales **[41]**.

Avantages	**Inconvénients**
Ressource renouvelable et biodégradable.	Variabilité importante et défauts.
Pas d'émission de CO_2, en plus elle absorbe le CO_2 émis par les activités quotidiennes.	Faible durabilité à long terme.
Moins abrasive.	Compatibilité entre la fibre et la matrice.
Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité).	Faibles tenue à la température.
Bon régulateur de l'humidité interne dans le bâtiment.	Fort absorption de l'humidité.
Production : peu de technologie, ni d'énergie.	Variations dimensionnelles (gonflement /rétractabilité).
Non-toxiques : Pas d'allergie ou d'irritation cutanée lors de la manipulation.	Nécessite la gestion des stocks, surtout pour des applications industrielles.
Peu coûteux.	Forte capacité d'absorption d'eau : Le coefficient d'absorption de la fibre de Banane, Chanvre, Sisal, Palmier dattier, Lin et Noix de coco est respectivement d'environ 407, 158,149, 140,136, et 120%.
Faible densité (légère).	
Disponible	
Très bonne capacité d'isolation thermique et acoustique.	

II.5. Palmier dattier

II.5.1. Généralités sur le palmier dattier

Le palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) est l'un des palmiers les plus cultivés pour ses fruits dans les régions arides et semi-arides du monde. Selon les naturalistes, ce palmier est d'origine de la région du Golfe arabique. Il a toujours joué un rôle important dans la vie économique et sociale des habitants des régions désertiques chaudes de l'Inde jusqu'au Sahara occidental et aussi dans la région aride du sud des États-Unis (Californie et Arizona). Le palmier dattier peut atteindre un âge qui dépasse le siècle. L'Algérie dispose de plus de 10 millions de palmiers-dattiers dont plus de la moitié est du cultivar 'Deglet Noor' et le reste produit plus de 800 variétés de dattes dans les oasis du sud. Il est intéressant de noter qu'il existe des palmiers mâles appelés dokkars et des palmiers femelles. Le palmier dattier a une structure fibreuse, présentant quatre types de fibres : les fibres de bois dans le tronc, les fibres de feuille au niveau des pédoncules, les fibres de surface autour du tronc et les fibres de tige dans la tige (figure II.11) **[41]**.

Figure II.11 : Palmier dattier et fibres de tige et du tronc de palmier **[41]**.

II.5.2. Situation de la culture du palmier dattier en Algérie

L'Algérie est un pays phoenicicole classé au septième rang mondial et au premier rang dans le Maghreb pour ses grandes étendues de culture sur plus 160 000 ha dans plus de 2 millions de jardins et sa production annuelle moyenne de dattes de 500 000 tonnes .

Le palmier dattier en Algérie est établi en plusieurs oasis reparties sur le sud du pays ou le climat est chaud et sec (zone saharienne). Sa culture s'étend depuis la frontière Marocaine

à l'ouest jusqu'à la frontière tuniso-libyenne à l'est et depuis l'Atlas Saharien au nord jusqu'à Reggane (sud-ouest), Tamanrasset (centre) et Djanet (sud-est).

Dans un passé lointain (début du XXe siècle), la culture du palmier dattier était une culture de subsistance mais diversifiée et basée sur l'économie de l'eau grâce au système des Foggaras. Il n'en demeure pas moins que 4 500 000 palmiers étaient exploités. Puis durant la période coloniale, les superficies augmentent (6 700 000 palmiers).

Au cours des années 1980, de nouveaux périmètres de culture saharienne sont crées et des actions de plantation de palmier sont menées en particulier à Tindouf, Bechar et Tamanrasset en même temps que ceux développés dans ces régions, un réseau électrique et des ressources hydriques sont mobilisées.

Le nombre de palmiers qui était 8 000 000, est passé à 9 000 000 dans les années 1990 grâce à un soutien aux investisseurs qui permet la création de grands périmètres à Biskra, El Oued, Guerrara, El Meniaa, Adrar, Ain Salah.

Les recherches en biotechnologie se développent et des vitro plants sont plantés à Adrar, Touggourt et El Meniaa. A partir de l'année 2000, on observe un rajeunissement de la palmeraie algérienne qui atteint d'abord 13 500 000 palmiers sur 120 830 ha en 2002 pour être en 2008 à 17 000 000 d'individus sur 160 000 ha.

Aujourd'hui, le nombre de palmier dattier est supérieur à 18 millions d'arbres, avec plus de 800 variétés. Le tonnage de la partie consommable des palmes sèches est environ de 135 103 tonnes de palmes sèches / an, les pédicelles des dattes est environ de 5 103 tonnes de pédicelles / an, avec 67 500 tonnes de rebuts de dattes **[43]**.

II.5.3. Variétés de palmier dattier en Algérie

On distingue dans la littérature plusieurs variétés de palmier dattier; les variétés les plus connues en Algérie sont:

- Deglet Nour, qui est probablement la datte la plus réputée au monde,
- Ghars,
- Deglet Degla ou Garbaï,
- Tafezouine **[43]**.

II.5.4 Etude morphologique du palmier dattier

Le palmier dattier appartient à la classe des monocotylédones (une feuille embryonnaire dans la graine). Les monocotylédones ont une organisation différente, ils n'ont pas de cambium (une couche mince située entre le bois et l'écorce), alors que le bois de

palmier présentant une structure et des propriétés bien différentes de celle des autres arbres **[43]**.

En effet, le palmier est une herbe géante de 20 à 30 m de hauteur, au tronc cylindrique (le stipe), portant une couronne de feuilles pennées, divisées avec une longueur de 4 à 7 m. Il porte des inflorescences mâles ou femelles.

Le palmier dattier produit entre 5 à 15 bouquets de dattes par arbre.

Chaque bouquet peut contenir jusqu'à 1000 dattes correspondant à un poids approximatif entre 6 à 8 Kg. un arbre de palmier commence à produire des dattes à partir de 3 ans, mais généralement entre 3 à 5 ans.

Il peut rester vivant et productif pendant 150 ans.

La forme, la taille et la couleur des fruits varient selon la variété **[43]**.

Figure II.12: Arbre de palmier dattier **[44]**.

Le palmier dattier a une structure fibreuse, possédant cinq types de fibres:

(1) fibres de bois du tronc ;

(2) fibres de tige au niveau des tiges des pédoncules et du support dattier (grappe) ;

(3) fibres de feuilles au niveau des pédoncules ;

(4) fibres de surface autour de son tronc ou de base de palmes (pétiole) ;

(5) fibres de liffe (entre les Kornaf, le tronc est recouvert d'une bourre fibreuse que l'on appelle le liffe) **[43]**.

II.5.5. Parties de palmier dattier

II.5.5.1. Le tronc

Le palmier dattier a un tronc unique colonnaire sans branche appelé stipe. Le stipe se termine par un bourgeon terminal unique produisant des feuilles appelées palmes (frondes), il est généralement cylindrique.

L'enveloppe extérieure, l'écorce, n'est qu'une expansion de la base des pétioles des feuilles.

Les fibres des pétioles ne forment point un tissu comme dans le bois ordinaire. Ce tissu présente des couches assez semblables à des toiles d'araignées (elles sont placés sans ordre, les unes à côté des autres).

Le tronc n'est composé que des fibres pétiolaires superposées les unes sur les autres de l'intérieur à l'extérieur **[45]**.

II.5.5.2. La couronne

On appelle la couronne, l'ensemble des palmes vertes. Le nombre de palmes chez un palmier dattier adulte peut atteindre de 50 à 200 palmes. Elles sont émises par le bourgeon terminal ou phallophores **[45]**.

II.5.5.3. Palme

La palme ou Djérid est une feuille pennée dont les folioles sont régulièrement disposées en position oblique le long du rachis qui s'étend au pétiole.

Les segments inférieurs sont transformés en épines, plus ou moins nombreuses, et plus ou moins longues. Le pétiole (Kornaf) est dur et relativement rigide.

Chaque année, le palmier dattier produit un certain nombre de palmes à partir de bourgeon et perd un nombre similaire de palmes par dessèchement **[45]**.

II.6. Polyéthylène (PE)

II.6.1. Définition

Le polyéthylène est un matériau thermoplastique de la famille de polyoléfines contenant uniquement des carbones hybridés de types sp3; **s**a molécule se présente sous forme de chaînes contenant 1000 à 2000 monomères **[46]**.

Le polyéthylène est une paraffine, c'est-à-dire une substance inerte et parfaitement biocompatible. C'est un polymère d'éthylène, c'est-à-dire formé par des chaînes linéaires de monomères de longueur variable.

Son nom vient du fait qu'il est obtenu par polymérisation des monomères d'éthylène **($CH_2 = CH_2$)** en une structure complexe de formule générique : **$- (CH_2 - CH_2)_n -$**

La formule chimique du polyéthylène est **[46]**:

$$n\ H_2C = CH_2 \rightarrow (-CH_2 - CH_2 -)_n$$

Partiellement cristallin, le polyéthylène contient deux phases :

- une zone amorphe dans laquelle les chaînes sont disposées de manière désordonnée,
- une zone cristalline dans laquelle les chaînes sont disposées de manière ordonnée formant ainsi des cristallites **[46]**.

Les chaînes dans les zones cristallines se regroupent sous forme de lamelles (fibrilles lamellaires) de quelques centaines d'Angströms. Ces lamelles sont typiquement arrangées comme des sphérolites **[46].**

Les qualités du polyéthylène peuvent de toute façon se résumer comme suit: faible coût, usinage facile, ténacité et flexibilité aux basses températures, absence d'odeur et de toxicité, transparence comme il est aussi un excellent isolant électrique.

II.6.2. Différent types de polyéthylènes

Les PE (polyéthylène) font partie des thermoplastiques, c'est-à-dire qu'ils ont des propriétés qui leur confèrent une malléabilité à chaud et une thermoplasticité réversible. Mais ils sont de natures différentes selon les modes de polymérisation:

- a partir d'un procédé à haute pression, on obtient un polymère très ramifié appelé le polyéthylène basse densité PEBD (il contient deux types principaux : le polyéthylène basse densité linéaire PEBDl et polyéthylène basse densité ramifié PEBDr),
- à l'inverse on utilise un procédé à basse pression pour obtenir le polyéthylène haute densité PEHD,
- il existe par ailleurs un autre type de PE, le PEMD (moyenne densité) ; mais c'est en réalité un intermédiaire entre des deux formes et n'a pas de caractéristique particulière ou intéressante qui mérite d'être développée **[46].**

II.6.3. Méthode de fabrication du polyéthylène

Parmi les polymères semi-cristallins, le polyéthylène est l'élément le plus utilisé dans la vie quotidienne.

II.6.3.1. Synthèse

Il est issu de la polymérisation du monomère éthylène seul pour former un homopolymère, ou en présence d'un comonomère de type 1-alcène pour former un copolymère. Les deux voies essentielles pour fabriquer des polyéthylènes hautes densité sont des réactions de polymérisation catalysée par des systèmes à base d'oxyde de chrome ou des composés organométalliques de type Ziegler Natta. La polymérisation effectuée en suspension continue, utilise un procédé de catalyse à basse pression. Depuis quelques années est apparue une voie de synthèse catalytique à base d'espèces dites métallocènes, permettant d'accéder à des PE plus homogènes **[46]**.

II.6.3.2. Modes de synthèse

- **Polymérisation catalysée par un oxyde métallique**

  Ce type de polymérisation a lieu dans des conditions de température et de pression moyenne, la méthode la plus couramment employée vient du procédé Phillips **[46]**.

- **Polymérisation de type Ziegler-Natta**

  Cette voie de synthèse a lieu dans des conditions de températures et de pressions relativement faibles, légèrement inférieures aux conditions précédentes **[46]**.

- **Mécanisme de polymérisation par voie métallocène**

La polymérisation métallocène a lieu dans des conditions opératrices douces, similaires aux conditions Ziegler-Natta **[46].**

II.6.4. Caractéristiques générales des polyéthylènes

La température de fusion des zones cristallines les mieux formées se situe à 135 °C. Les séquences non cristallisées subissent le phénomène de transition vitreuse à ~ -110 °C. Cette transition (dite «γ») correspond au mouvement de courtes séquences (3 à 4 groupe méthylène) et est observée dans tous les types de PE. On admet que le PE présente une seconde transition à ~ -20 °C (transition «β») qui est liée au mouvement de segments plus longs et qui n'est pratiquement pas décelable dans les polymères des cristallinité élevée. Le taux de cristallinité des polyéthylènes est étroitement dépendant de leur structure ; il peut varier de 30 % à 70 % selon que la proportion des ramifications (ou celle du comonomère) est élevée ou faible.

Un cas particulier est celui des PE linéaire de très forte masse molaire (Mw > 3.106 $g.mol^{-1}$) dont la cristallisation peut être partiellement inhibée (d = ~0.94), non par la proportion des branches, qui est faible, mais par la viscosité très élevée du milieu. La forte

densité d'énergie cohésive des zones cristallines est responsable de la faible solubilité du polyéthylène : il est insoluble dans tous les solvants à la température ambiante et n'est soluble, à haute température (T>80 °C) que dans certains hydrocarbures (décahydronaphtalène…) des hydrocarbures halogéné (o-dichlorobenzène, trichlorobenzène…) ou bien des cétones, des esters et des éthers portant des groupe alkyle lourds (diamyl éther). L'insolubilité du PE à la température ambiante a nécessité, pour sa caractérisation structurale en solution, la mise au point de technique opérant à haute température. En raison de sa structure paraffinique le PE présente un caractère hydrophobe marqué et une inertie chimique, sa résistance à la dégradation thermo-oxydante est en étroite relation avec son taux de ramification car les hydrogènes tertiaires sont plus sensibles que les secondaires à l'attaque de l'oxygène moléculaire **[46].**

Tableau II.6: Caractéristiques majeurs des différentes familles des polyéthylènes **[46].**

Type de polyéthylène	**Masse volumique (g/cm^3)**	**Taux de cristallinité (%)**	**Température de fusion (°C)**	**Température de transition vitreuse (°C)**	**Module d'Young en traction (MPa)**
PEBD	0,915 - 0,935	41 – 58	95 – 117	-133 à -103	120 – 135
PEMD	0,930 - 0,945	41 – 58	125 -130	-	350 – 800
PEHD	0,945 - 0,970	65 – 80	130 – 138	-120	800 – 1300

II.6.5. Polyéthylène basse densité

II.6.5.1. Historique

Le polyéthylène basse densité (PEBD) a été inventé en 1933 par les ingénieurs anglais E.W. Fawcett et R.O. Gibson de la société Imperial Chemical Industries (I.C.I) **[47]**.

Le polyéthylène basse densité (PEBD) est produit par polymérisation radicalaire de l'éthylène, sous des pressions de 100 à 350 MPa et à des températures de 150 à 350°C (dans ces conditions, la masse volumique de l'éthylène est de 400 à 600kg/m3 et sa concentration de 13 à 21 mole/l.

Les procédés haute pression sont caractérisés par un milieu réactionnel constitué d'une solution de polymère et de monomère. La teneur en polymère atteint 16 à 30% en masse.

Elle est représentative du taux de conversion par masse et dépend du type de réacteur utilisé et de la qualité désirée.

Le polymère obtenu séparé par détentes successives est finalement repris à l'état fondu (entre 200 et 300°C) par une extrudeuse puis transformé en granulés.

II.6.5.2. Structure

Le PEBD est produit sous haute pression (82-276 MPa) et sous haute température (132-332°C) avec un initiateur de radical libre (tel que les peroxydes et l'oxygène).

Dans le PEBD une chaine complètement ramifiée du groupement (-CH2-). Cette structure donne une densité plus faible et une flexibilité plus grande à celle qu'on peut obtenir dans le cas de PEHD **[47].**

Figure II.14: Structure de polyéthylène basse densité **[47].**

Les macromolécules du polyéthylène adoptent une conformation stable en zigzag planaire (Fig. II.14) qui correspond à un arrangement trans des liaisons C-C du motif de constitution.

La présence des groupements latéraux peut perturber la conformation des chaînes, mais elle ne modifie pas la structure cristalline.

La phase orthorhombique est la phase cristalline la plus courante du polyéthylène. Les paramètres de maille sont a = 7,47 Å, b = 4,945 Å et c = 2,547 Å.

Dans cette maille élémentaire, l'axe cristallographique c correspond à l'axe des chaînes **[47]**.

II.6.5.3. Propriétés du PEBD

II.6.5.3.1. Propriétés mécaniques

- Contrainte à la rupture : 9-12 MPa ;
- Déformation à la rupture : 400-600% ;
- Module d'élasticité: 200-300 MPa **[47]**.

II.6.5.3.2. Propriétés Physiques

- Masse volumique : 0.915-0.93 g/cm3 ;

- Taux de cristallinité : 65-70% ;
- Perméabilité aux gaz : la perméabilité varie à l'inverse de la masse volumique.

Les PEBD sont peu perméables à la vapeur d'eau ; par contre, leurs propriétés barrières sont assez faibles pour d'autres gaz **[47]**.

II.6.5.3.3. Propriétés thermiques

• Température de fusion : 110-125 °C ;

• Transition vitreuse (Tg) : -110 °C **[47]**.

II.6.5.3.4. Propriétés électriques

Le PEBD est une substance non polaire, caractérisée par une permittivité relative, un faible facteur de dissipation diélectrique et une rigidité diélectrique élevée. Il est largement employé en câblerie en tant qu'isolant **[47].**

II.6.5.3.5. Propriétés chimiques

En général, le PEBD présente une bonne résistance chimique du moment qu'il est :

• très résistant aux acides faibles ;

• résistant aux acides forts non oxydants ;

• très résistant aux bases faibles et fortes ;

• résistant aux solvants organiques au-dessous de 80 °C.

Le PEBD est sensible à la lumière et, de ce fait, pour des applications de longue durée (1 an), il doit être protégé par du noir de carbone (câblerie, films pour ensilage) ou par des adjuvants anti UV-IR (films pour couverture de serres) **[47].**

II.6.5.4. Différentes applications du PEBD

Le PEBD est utilisé sous différentes formes à savoir :

- films, sacs et sachets: Sacs grande contenance, Films agricoles,…
- tuyaux et tubes,
- câblerie : Câbles d'énergie,
- corps creux : jouets,
- récipients ménagers ou industriels : cuvettes, pots, bouteilles, … **[47]**.

II.6.6. Polyéthylène haute densité

II.6.6.1. Historique

Le polyéthylène haute densité (PEHD) a été synthétisé en 1953 par le chimiste allemand Karl Ziegler.

II.6.6.2. Propriétés

Les propriétés des polyéthylènes dépendent essentiellement de trois paramètres structuraux à savoir : la cristallinité, la masse moléculaire et la distribution des masses moléculaires **[48]**.

II.6.6.2.1. Propriétés rhéologiques

Le PEHD à l'état fondu présente un comportement viscoélastique non linéaire, cela signifie que sa viscosité diminue avec l'augmentation du cisaillement. Lors de l'extrusion, le polyéthylène est soumis à un gradient de vitesse de cisaillement, du cylindre de l'extrudeuse à la filière. Il est donc important de connaitre la courbe de viscosité-vitesse de cisaillement sur l'étendue de la plage de cisaillent. La mesure de l'indice de fluidité à chaud (IF) permet d'estimer la viscosité à une vitesse de cisaillement donnée **[48]**.

II.6.6.2.2. Propriétés mécaniques

La rigidité et la dureté du PEHD augmentent avec la densité, et donc avec la cristallinité.

La rigidité est mesurée au moyen de module d'élasticité qui varie d'environ 1600 MPa (dans le cas du PEHD) alors que la dureté (Shore D) varie d'environ 60 20 Le PE est un thermoplastique résistant au choc et à l'impact, même à des basses températures (T <0°C)), due à sa faible température de transition vitreuse ≪Tg≫ (jusqu'à -110 °C). Cette résistance est d'autant meilleure que :

-La masse molaire est plus élevée.

-La cristallinité est plus faible.

-La distribution des masses moléculaires est plus large.

Le touché paraffinique du PE lui assure un faible coefficient de friction. Sa résistance à l'abrasion augmente avec la masse moléculaire et la cristallinité. Elle est remarquable pour les PEHD de masse moléculaire très élevée **[48]**.

II.6.6.2.3. Propriétés thermiques

Le point de fusion du PEHD se situe entre 120 et 136°C. La conductivité thermique et le coefficient de dilatation thermique linéaire sont fonction du taux de cristallinité, ils sont plus élevés pour les homopolymères que les copolymères **[48]**.

II.6.6.2.4. Propriétés chimiques

Propriétés chimiques du PE vis-à-vis des agents chimiques sont déterminées par leur structure paraffinique apolaire, par son caractère cristallin et sa très haute masse moléculaire. Il résiste bien aux acides forts (les acides inorganiques) et les bases fortes (les solutions salines), mais il est attaqué par les acides oxydants (les acides nitriques concentrés). Il se gonfle dans les hydrocarbures aliphatiques et aromatiques et dans leurs dérivés halogénés, dans lesquels il se dissout à température élevée, ce qui explique sa grande perméabilité aux vapeurs de ces produits. Il est également peu perméable à la vapeur d'eau, à cause de son caractère hydrophobe (l'absorption d'eau est d'environ 0.01% et 0.5 % pour le PE contenant du noir de carbone) **[48].**

II.6.6.2.5. Propriétés électriques

Le PE présente d'excellentes propriétés d'isolation électrique quelles que soient sa masse moléculaire et sa cristallinité. Sa faible permittivité relative et son faible facteur de dissipation diélectrique font de lui un matériau de choix en isolation électrique **[48]**.

II.6.6.3. Avantages et Inconvénients du PEHD

- **Avantages**

- Mise en œuvre aisée.
- Excellentes propriétés d'isolation électrique.
- Bonne résistance aux chocs.
- Grande inertie chimique.
- Bonne qualité alimentaire.
- Perte du caractère perméable des PE que ce soit à l'eau, mais aussi à l'air et aux hydrocarbures **[48]**.

- **Inconvénients**

- Sensibilité aux UV en présence d'oxygène.
- Sensibilité à la fissure sous contrainte.
- Mauvaise tenue à la chaleur.
- Collage important **[48]**.

II.7. Conclusion

Les fibres végétales ont une structure complexe et une composition chimique variable qui est fortement influencée par différents facteurs tels que : les conditions climatiques, l'âge de la plante et la nature de sol ; ce qui les rend difficile à étudier. En revanche, les fibres présentent plusieurs avantages prometteurs pour l'utilisation dans des applications composites. De plus, la structure creuse et poreuse des fibres, leur offre de bonnes propriétés isolantes thermiques et acoustiques. En outre, la forte capacité d'absorption d'eau et la dégradation de certaines composantes chimiques des fibres comme l'hémicellule et la lignine dans des milieux alcalins, limite leur utilisation en tant que renfort.

Notons que la cellulose, la lignine et la pectine sont les composantes chimiques qui sont respectivement responsables de la résistance, la rigidité et la flexibilité des plantes.

L'utilisation croissante de fibres végétales comme renforts dans les composites à matrices thermodurcissables ou thermoplastiques fournit des avantages environnementaux très intéressants. Les caractéristiques marquantes de ces fibres sont leur faible coût, faible masse, haut module spécifique. Le défi majeur dans l'utilisation de ces fibres comme éléments de renforcement dans les matériaux composites est de réaliser une bonne liaison entre les fibres et la matrice polymère. Les fibres naturelles sont de nature hydrophile, car elles sont dérivées de la cellulose, qui contient des groupes hydroxyles fortement polarisés. La mauvaise adhérence interfaciale fibre/matrice et les difficultés dans le mélange en raison de mauvais mouillage de la fibre avec la matrice limitent l'utilisation de ces fibres comme matière de renforcement. Les fibres de palmier dattier ayant des propriétés mécaniques et thermiques significatifs et leurs propriétés varient selon la variété du palmier. En plus, les fibres végétales possèdent une structure poreuse capable d'absorber une grande quantité d'eau. L'incorporation de fibres de palmier dans les matrices thermoplastiques ou thermodurcissables peut améliorer les propriétés mécaniques du matériau.

CHAPITRE III

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III.1. introduction

Les techniques utilisées pour la caractérisation des échantillons préparées sont :

- Diffraction des Rayons –X (DRX) ;
- Analyse Thermogravimétrique (ATG) ;
- Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) ;
- Essai de traction.

Dans ce chapitre nous présentons les techniques de caractérisations des composites qui ont été étudiés en expliquant le principe de chaque technique.

III.2. Méthodes d'analyse

III.2.1. Diffraction des Rayons –X (DRX) aux grands angles

A cause de leurs propriétés, les rayons-X sont utilisés dans divers domaines. Ils sont utilisés plus particulièrement dans le domaine de la détermination des structures cristallines.

Le principe des rayons-X consiste en une interaction de ces derniers avec la matière à analyser **[49]**.

La diffraction est une technique dont l'utilisation va de la simple identification des cristaux jusqu'à la détermination de leur structure atomique. Elle permet non seulement d'accéder à des paramètres structuraux (arrangement des atomes, paramètres de maille...) mais fournit également des informations sur la microstructure de l'échantillon (taille et forme des domaines cohérents). Pour étudier des systèmes cristallisés, les rayons X sont les plus employés car leur longueur d'onde est proche de 1 Å, ce qui correspond à l'ordre de grandeur des distances interatomiques dans la matière condensée. Bien que la détermination des structures cristallines se fasse préférentiellement à partir de monocristaux, l'étude de matériaux composites et finement divisés peut se faire à partir d'une poudre. De façon simplifiée, les informations contenues dans un diffractogramme de poudre proviennent des angles auxquels sont observés les pics de diffraction, de leur intensité et de leur largeur **[50]**.

III.2.1.1. Présentation du dispositif expérimental

Figure III.1: Photo de l'appareil DRX (Bruker D8).

Un diffractomètre est composé d'une source de rayons X (anode en cuivre), d'un détecteur linéaire rapide (LynxEye). Des moteurs permettent de les faire tourner autour de l'´echantillon à analyser. Une photographie et un schéma de ce dispositif sont donnés dans les figures III.2 et III.3.

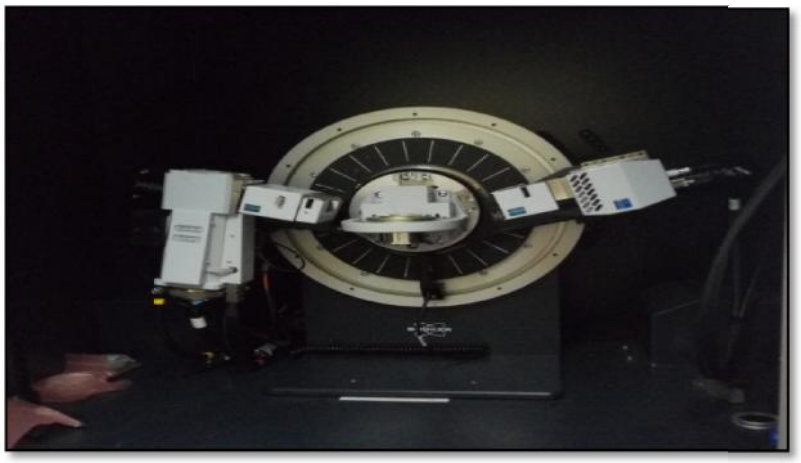


Figure III.2: Photographie d'un diffractomètre de laboratoire.

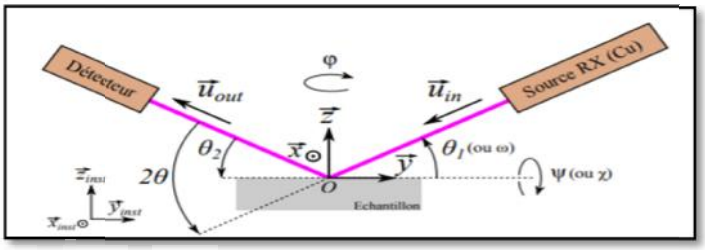


Figure III.3: Schéma d'un diffractomètre, avec les repères de l'échantillon (O, $\vec{X}$, $\vec{Y}$, $\vec{Z}$) et de l'instrument (O, $\vec{X}$ inst, $\vec{Y}$ inst, $\vec{Z}$ inst) **[51]**.

Les rayons X sont produits par un tube composé d'une cathode et d'une anode, entre les quelles une haute tension est appliquée (généralement de 40 kV). Un courant d'électron entre ces électrodes excite les atomes de l'anode.

La désexcitation des atomes de cuivre produit des rayons X de différentes longueurs d'ondes. Après filtrage, seuls les rayons avec les deux longueurs d'ondes suivantes sortent de la source : $\lambda K_{\alpha 1}$ (1,5405 ˚A) et $\lambda K_{\alpha 2}$ (1,5444 ˚A) du Cuivre (Cu), Le rapport de leur intensité ($K_{\alpha 2}/K_{\alpha 1}$) est de 51/100. Les rayons de la raie $K_{\alpha 2}$ ne sont pas filtrés, car cela impliquerait une forte baisse du flux de photons.

Ce faisceau est focalisé avec un diamètre de l'ordre de 0,5 à 1cm dans une direction $\vec{i}$.

L'intercepte l'échantillon au milieu de la surface implanté. Ce point d'intersection est appelé O et le ère de l'instrument est défini par (O, $\vec{X}$ inst, $\vec{Y}$ inst, $\vec{Z}$ inst), ou $\vec{X}$ inst et $\vec{Y}$ inst sont parall s au sol et $\vec{Z}$ inst perpendiculaire au sol. Le faisceau incident porté par le vecteur normé $\vec{i}$ est inclus dans le plan (O, $\vec{Y}$ inst, $\vec{Z}$ inst)

Le 1er moteur permet à la source de faire une rotation centre O d'un angle ± θ_1 autour de l'axe $\vec{X}$ inst. Le détecteur ponctuel est placé de manière recevoir tout photon provenant du point O avec une direction portée par le vecteur normé $\vec{t}$.

Le 2eme moteur permet 'a ce détecteur de faire une rotation de centre O d'un angle ± θ_2 autour de l'axe $\vec{X}$ inst.

L'échantillon est pos´e sur le porte échantillon de manière `a ce que la base ($\vec{X}$,$\vec{Y}$, $\vec{Z}$) soit identique à ($\vec{X}$ inst, $\vec{Y}$ inst, $\vec{Z}$ inst). Le 3eme moteur permet à l'échantillon de faire une rotation de centre O d'un angle ± φ autour de l'axe $\vec{Z}$. Dans le cas d'un poly cristal, la section du faisceau avec la surface de l'échantillon peut ne pas la recouvrir en totalité et ne pas être bien centrée. Or seuls les grains dans cette section diffractent. Si leur nombre est insuffisant, la statistique peut être augmentée en effectuant cette rotation φ pendant le temps de comptage du détecteur. Enfin, le 4eme moteur permet de tourner le porte échantillon d'une rotation de centre O d'un angle de ±ψ autour de l'axe $\vec{Y}$ inst **[51]**.

III.2.1.2. Loi de Bragg

Bragg proposa une explication simple des angles observés pour les faisceaux diffractés par un cristal. On obtient des rayons diffractés lorsque les rayons réfléchis par les plans parallèles interfèrent de façon additive. Il y'a diffraction d'un rayonnement X par un milieu cristallin, lorsque les rayons réfléchis par deux plans voisins de la même famille de plans (hkl) ont une différence de marche d'un nombre entier de longueurs d'ondes.

$$\delta = n \times \lambda$$

Où : δ est la différence de marche entre deux rayons réfléchis sur deux plans voisins et λ la longueur d'onde du rayons-X incident.

$$\delta = BC + CD = 2\, d \sin \Theta$$

Où d est la distance perpendiculaire entre les plans, et θ l'angle d'incidence du rayon. Or on a δ = n λ, d'où **(1)**:

$$n\lambda = 2\, d_{hkl} \sin \theta$$

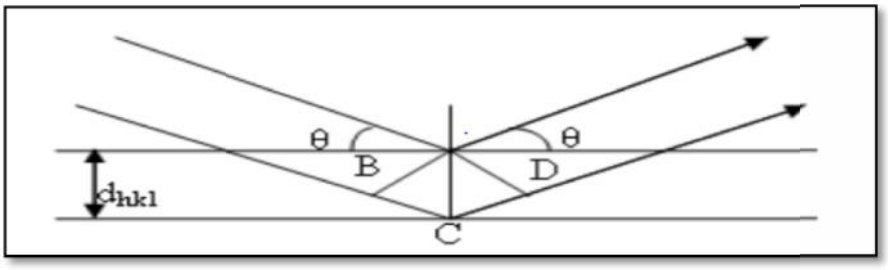


Figure III.4: Principe d'établissement de la loi de Bragg **[49]**.

III.2.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)

III.2.2.1. Définition

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une méthode permettant de suivre une réaction de décomposition grâce à l'évolution de la masse de l'échantillon testé au cours du temps ou en fonction de la température. Elle permet de mettre en évidence les effets thermiques de cette réaction liés aux variations d'enthalpie correspondant à des phénomènes physiques ou chimiques **[49]**.

III.2.2.2. Principe

La technique d'analyse thermogravimétrique (ATG) donne la variation de la masse qui permet de déterminer la température minimale de dégradation des composés.

L'analyse thermogravimétrique (ATG) ou thermogravimétrie a pour objectif la caractérisation des matériaux par mesure directe de leur variation de masse en fonction de la température et/ou du temps à l'aide d'une thermo-balance. La mesure se fait en milieu inerte (azote, argon ou hélium pour des essais à hautes températures) ou en milieu oxydant (dioxygène). Cette technique de mesure peut également être couplée avec d'autres méthodes d'analyse effectuées simultanément afin par exemple, de déterminer la nature des produits qui s'évaporent de l'échantillon. L'échantillon est utilisé sous forme de poudre ou sous forme massive. La perte de masse est calculée pendant un cycle thermique par rapport à une référence étalon. L'échantillon présente généralement une masse comprise entre 10 mg et 1g suivant l'appareil utilisé et le matériau analysé. La plage de température d'essai se situe entre 100 à 950°C **[52]**.

Figure III.5: photo d'un appareil DSC/ATG (NETZSCH).

III.2.3. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

III.2.3.1. Définition

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC : Differential Scanning Calorimetry en anglais) est une technique permettant d'étudier les transitions thermiques des matériaux. On peut ainsi détecter la transition vitreuse, la cristallisation et la fusion (Figure II.5) **[53]**.

L'analyse thermique consiste, de manière générale, à mesurer les évolutions d'une propriété physique d'un échantillon lorsqu'il est soumis à une variation programmée (généralement linéaire) de température avec le temps sous une atmosphère contrôlée. La calorimétrie différentielle à balayage se rapporte à l'étude de la température de l'échantillon et

des échanges thermiques entre celui-ci et le milieu extérieur. Cette analyse se fait en mesurant les différences d'échange de chaleur entre l'échantillon à analyser et une référence (souvent un creuset vide). Elle permet l'étude de la stabilité thermique des matériaux en déterminant leurs transitions de phase. Ainsi, les températures de fusion, de cristallisation ou encore de décomposition peuvent être déterminées **[52]**.

III.2.3.2. Principe de l'appareil

La calorimétrie différentielle à balayage est une technique utilisée pour étudier ce qui arrive aux polymères lorsqu'ils sont chauffés. Cette technique sert à étudier les transitions thermiques d'un polymère. Les transitions thermiques sont les changements qui interviennent dans un polymère quand on le chauffe. La fonte d'un polymère cristallin ou la transition vitreuse en sont des exemples. Ainsi comment peut-on étudier ce qui arrive à un polymère lorsqu'on le chauffe ? La première étape consiste à le chauffer, évidemment. C'est ce que l'on fait dans la Calorimétrie Différentielle à Balayage, (DSC) **[53]**.

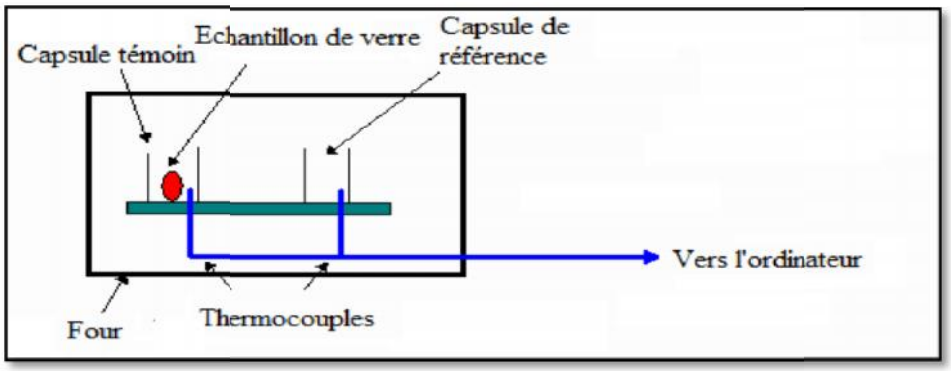


Figure III.6: schéma descriptif de DSC **[53]**.

Il y a deux récipients. Dans l'un des deux, le récipient témoin, nous mettons notre échantillon de polymère. L'autre, que nous laissons vide, est le récipient de référence. Les deux récipients se trouvent dans un four qui chauffe habituellement à une vitesse comme 10°c/minute. Chaque récipient contient un thermocouple relié à un ordinateur. L'ordinateur fait la différence entre la température de l'échantillon et celle de la référence, et les convertit en flux de chaleur. L'échantillon de polymère représente de la matière supplémentaire dans le récipient témoin par rapport au récipient de référence. La présence de cette matière supplémentaire et son "inertie thermique" (plus y'a de matière, plus il faut de temps pour que tout soit chaud) font que le récipient témoin ne sera pas à la même température que le récipient de référence.

Lors d'une manipulation DSC : Sur l'axe des abscisses nous traçons la température (du four). Sur l'axe des ordonnées nous traçons la différence de chaleur entre les deux récipients, témoin et référence **[53]**.

III.3. Essais mécaniques

III.3.1. Méthode de caractérisation et mode opératoire

III.3.1.1. Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes destinées aux essais mécaniques en traction, et dureté ont été moulés par un appareil d'une découpeuse marque CEAST. Les plaques sont placées dans la fenêtre du moule et découpées pour chaque mélange, la taille des éprouvettes dépendra du moule.

On change le moule selon l'éprouvette de chaque essai :

- **La traction :** une éprouvette de 2 mm d'épaisseur, 11,5 cm de longueur et 2,5 cm de largeur.

III.3.1.2. Analyses mécaniques

Les essais mécaniques constituent la plus ancienne discipline des essais de matériaux et leur importance n'a cessé de croître. D'ailleurs certaines caractéristiques peuvent être déterminées par ces essais et notre présent travail sera consacré aux essais de traction.

III.3.1.2.1. Essai de traction

Essai de traction est un essai mécanique de basse le plus courant permet de déterminer la loi de comportement mécanique d'un matériau. Il consiste à soumettre une éprouvette du matériau à étudier à une traction et à mesurer l'allongement Δl correspondant à une force F. Le comportement mécanique des composites en mode traction a été analysé à l'aide de la machine Sun 500 munie d'un capteur de force de 5KN selon les normes ASTM D-648, couplée à un logiciel d'acquisition. Les mesures ont été réalisées à température ambiante (23°C) et à une vitesse de déformation de 5 mm/min pour les composites et de 50 mm/min pour la matrice vierge. Les résultats des essais mécaniques représentent la moyenne de 3 mesures.

Figure III.7: Appareil pour l'essai de traction.

Tout d'abord fixer l'éprouvette entre les mâchoires l'un mobile et l'autre fixe la machine est reliée à un capteur de force. Fixer ensuite la longueur initiale de l'éprouvette et faire l'expérience puis tracer la courbe.

D'après la courbe contrainte-déformation on obtient :

- **Module d'élasticité**

C'est le rapport de la contrainte de traction à la déformation correspondante dans la limite de contrainte maximale qu'une matière peut supporter. Il représente un critère de rigidité, il s'exprime comme suit :

$$E = \tau/\varepsilon \ (N/m^2)$$

E: Module d'élasticité (MPa);

τ: Contrainte (N/m^2);

Ɛ: Déformation (%).

- **Contrainte**

C'est la charge de traction supportée par l'éprouvette par unité de surface, elleest donnée par l'expression suivante:

$$\tau = F/S \ (N/m^2)$$

F: Charge de traction supportée par l'éprouvette (N) ;

S: Section initiale (m^2).

- **Contrainte à la rupture**

C'est la charge de traction supportée par l'éprouvette à l'instant de sa rupture par unité de surface.

- **Allongement à la rupture**

C'est l'augmentation de la distance entre les repères sur la partie calibrée de l'éprouvette produite par une charge de traction au moment de la rupture de l'éprouvette. Il est indiqué en pourcentage sous la forme suivant :

Il est indiqué en pourcentage sous la forme suivante:

$$\varepsilon_r = \Delta l / l_o \ (\%)$$

$\Delta l = l - l_o$: Allongement à la rupture ;

l_o: Longueur initiale de l'éprouvette ;

l : Longueur finale de l'éprouvette.

Figure III.8 : Eprouvette de traction pour PEHD/Fibres de Palmier.

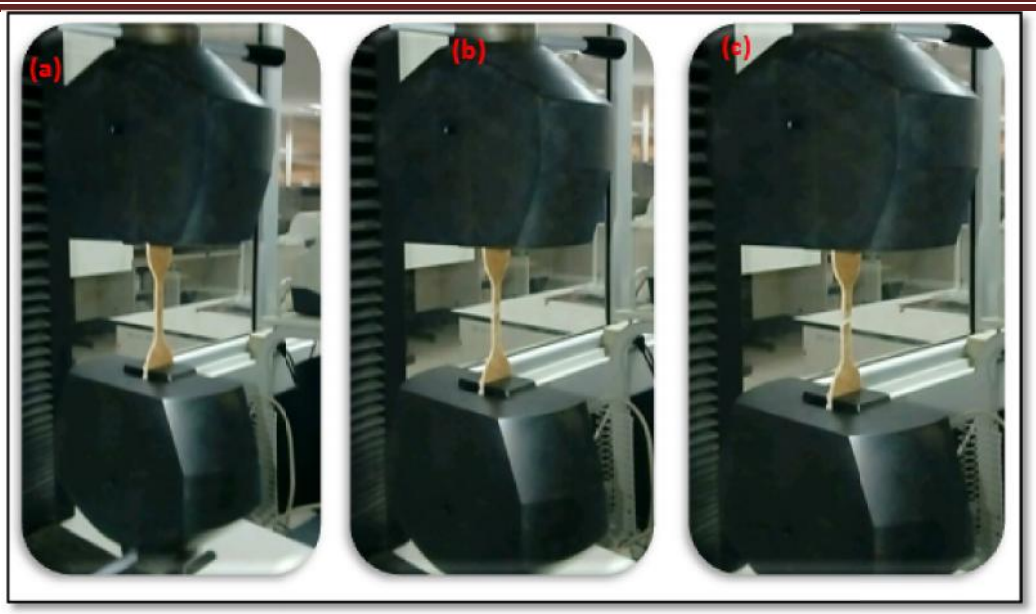


Figure III.9 : L'emplacement de l'éprouvette entre les deux mors et l'évolution de son profil.

Les étapes de ce travail ont été résumées dans l'organigramme suivant :

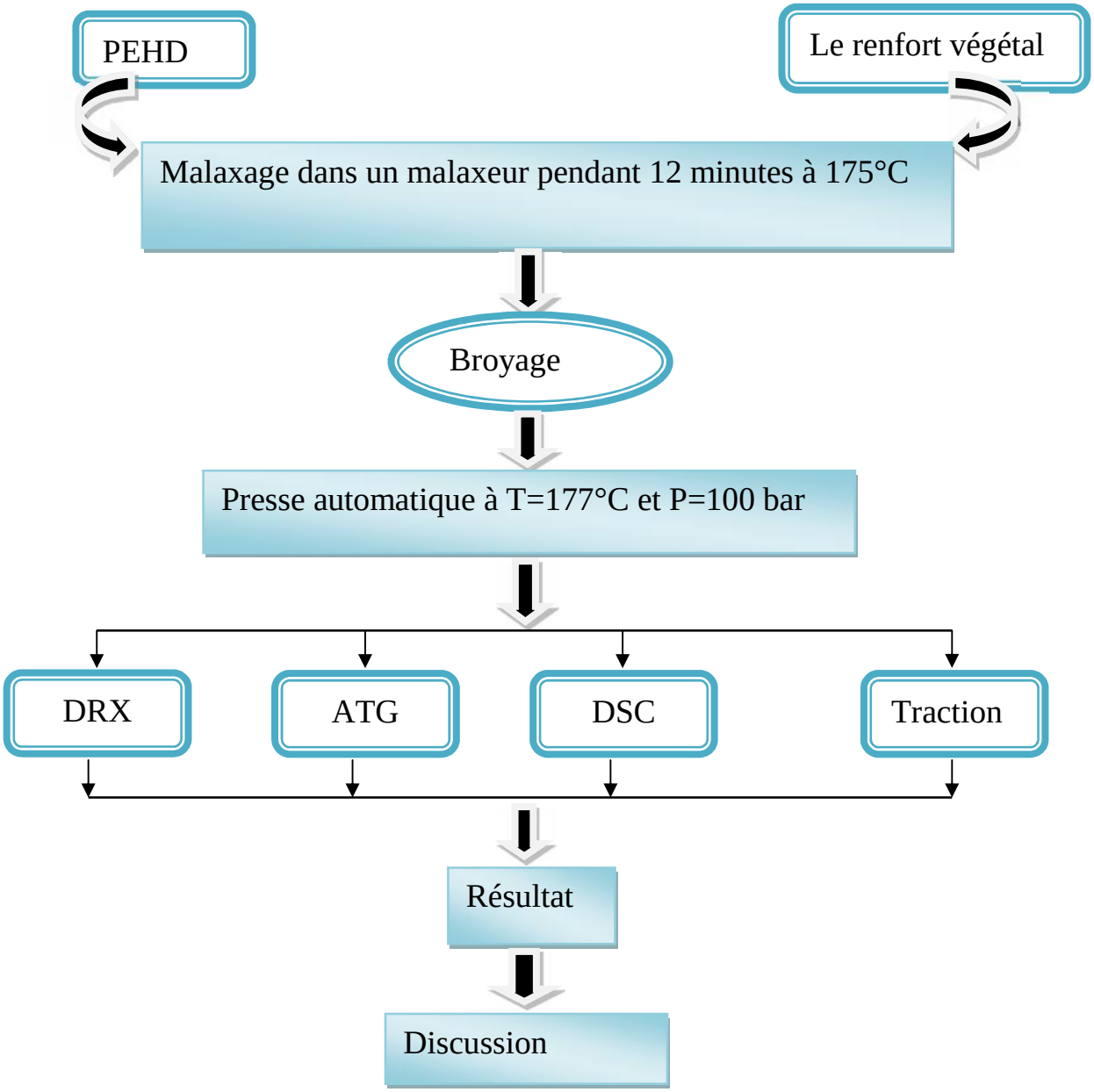


Figure III.10 : Organigramme de l'élaboration et la caractérisation du matériau Composite PEHD/charge végétale.

III.4. Matériaux utilisés

III.4.1. Résine

La matière première qui a été utilisée dans cette étude pour la préparation des formulations comporte le polyéthylène haute densité de grade 5502 (PEHD) comme résine, c'est un produit commercialisé par « POLYMED » (de l'unité POLYMED CP2 /K situé a la zone industrielle de Skikda). Il se présente sous forme de poudre et granulés.

Figure III.11 : Poudre du PEHD.

III.4.2. Charge

La charge utilisée dans cette étude est : fibre végétale de palmier dattier que nous avons récoltés de la zone de Biskra, et nous l'avons coupé à une longueur den 5mm.

Trois différentes concentrations massiques en fibre ont été étudiées:

- ✓ PEHD pur.
- ✓ Composite 1 ⟶ 125 g PEHD + 15 g fibre de Palmier (donc la masse de fibre représente 10% de la masse totale).
- ✓ Composite 2 ⟶ 120 g PEHD + 30 g fibre de Palmier (donc la masse de fibre représente 20 % de la masse totale).

Figure III.12 : fibre de Palmier.

III.5. Méthode d'élaboration de bio composite

III.5.1. Préparation d'échantillon

Les composites ont été élaborés dans un malaxeur comportant deux cylindres tournant en sens inverse à une vitesse angulaire de 32 tour par minute et à une température de 175°C.

On Introduit le mélange entre les deux cylindres durant 12 minutes, ce qui assurait une fusion complète du mélange de polymère. Nous pouvons obtenir une feuille (refroidir à l'aire libre) coupées en petits morceaux de 2,5 à 4cm (voire Figure. III.13).

Les échantillons ont été fabriqués à l'aide d'une presse chauffante réglée à 177°C et d'un moule constitué de plaques d'aluminium. On a fabriqué des plaques pour les tests mécaniques de traction, dureté shore et résistance au choc (voir figure. III.14 et figure. III.15).

Figure III.13 : méthode d'élaboration des plaques bio composites entre les deux cylindres.

Figure III.14 : Le moule entre les deux résistances.

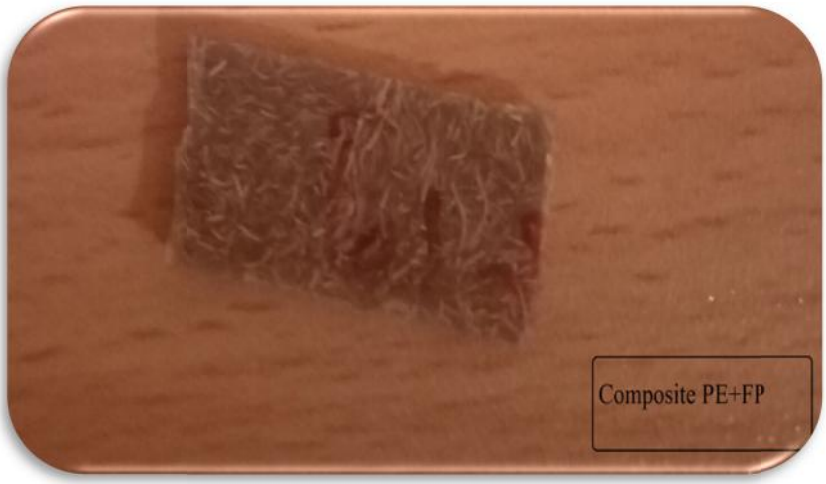


Figure III.15 : plaque obtenue après le pressage.

CHAPITRE IV

RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous exposons le procédé de fabrication des échantillons du composite à matrice thermoplastique de renfort végétal (fibres de palmier) qui ont fait l'objet de nos expérimentations.

En suite, les méthodes d'élaborations et caractérisations d'un biocomposite. En outre, nous avons donné les modes opératoires des différents essais réalisés dans la partie expérimentale, dans le but d'une bonne interprétation des différents résultats expérimentaux.

Les étapes de ce travail ont été résumées dans l'organigramme suivant :

IV.2. Résultats et discutions

IV.2.1. Diffraction des Rayons –X (DRX) aux grands angles

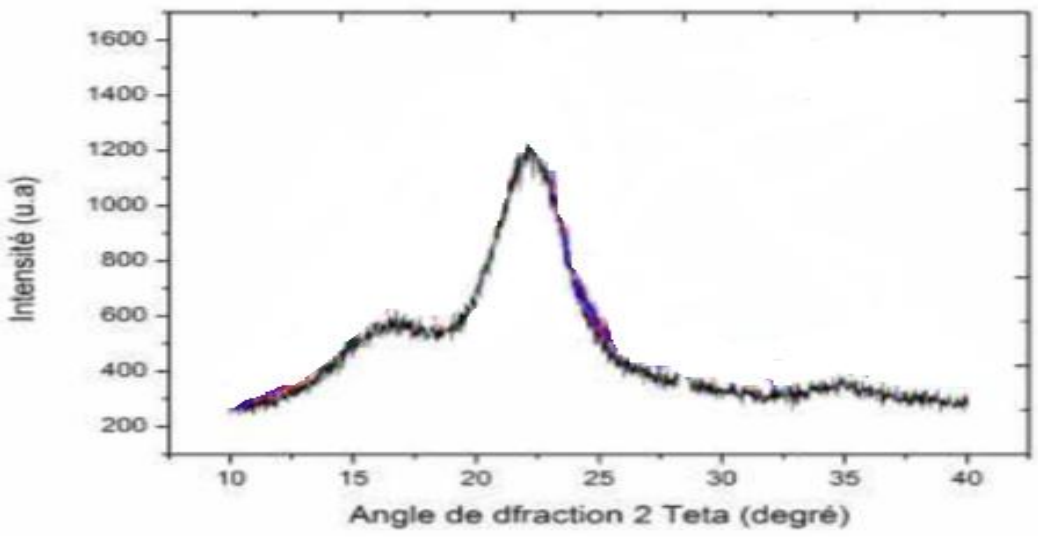


Figure IV.1 : Diffractogramme de la fibre de Palmier.

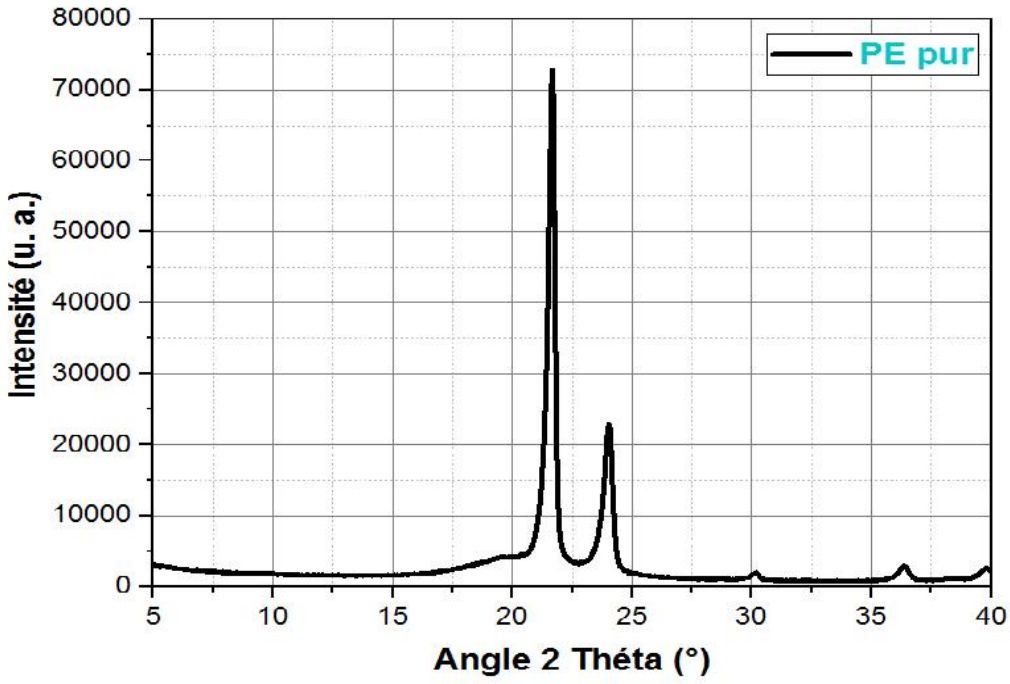


Figure IV.2: Diffractogramme du PE pur.

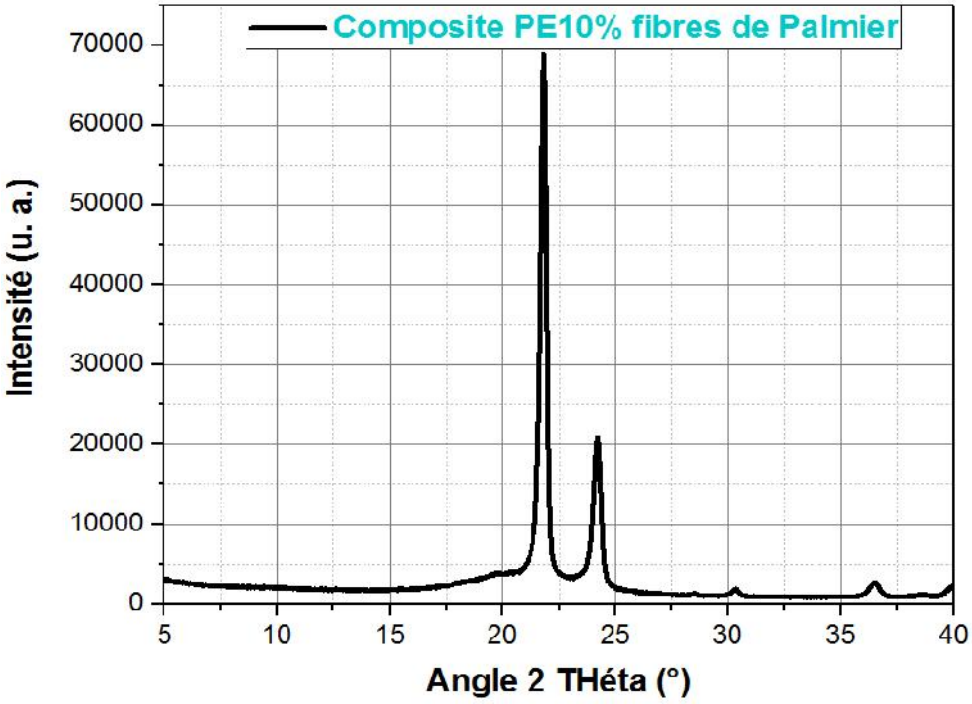


Figure IV.3 : Diffractogramme du composite (PE/10% fibre de palmier).

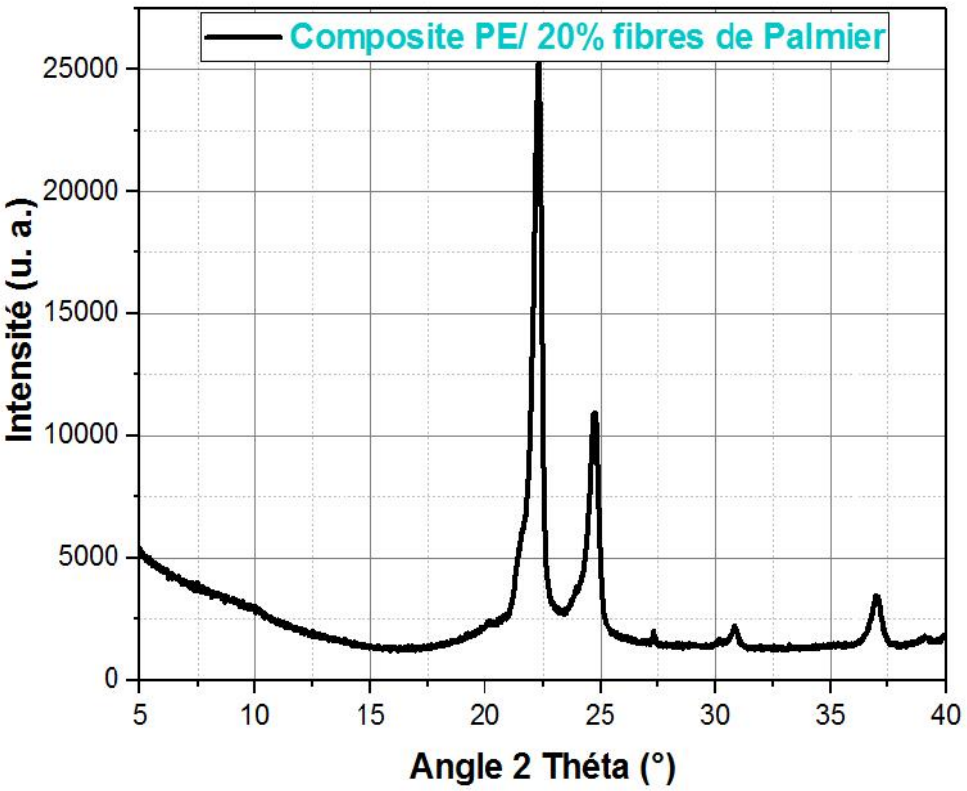


Figure IV.4 : Diffractogramme du composite (PE/20% fibre de palmier).

Tableau IV.1 : Résultats de DRX.

	Fibre de Palmier		**PE pur**			**Composite PE/10% fibre de Palmier**			**Composite PE/20% fibre de Pal**		
Intensité de chaque pic (a.u)	600	1200	71500	23000	2750	69000	21000	2500	25500	10700	2650
Angle(°)	16.50	22.50	21.95	24.89	36.50	22.00	24.90	36.50	22.02	24.99	36.50

Les résultats de DRX pour les composites de l'étude montrent que l'ajout de la charge de fibres de palmier n'a affecté la structure du composite que légèrement, c.à.d : le diffractogramme affiche trois pics au même angle 2 théta que pour le PE ; la seule différence est dans l'intensité des pics qui diminue avec le taux de charge incorporé dans la matrice du PE.

Alors on peut conclure que l'ajout de cette charge comme renfort de la matrice du PE ne modifie pas la structure de ce matériau.

IV.2.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)

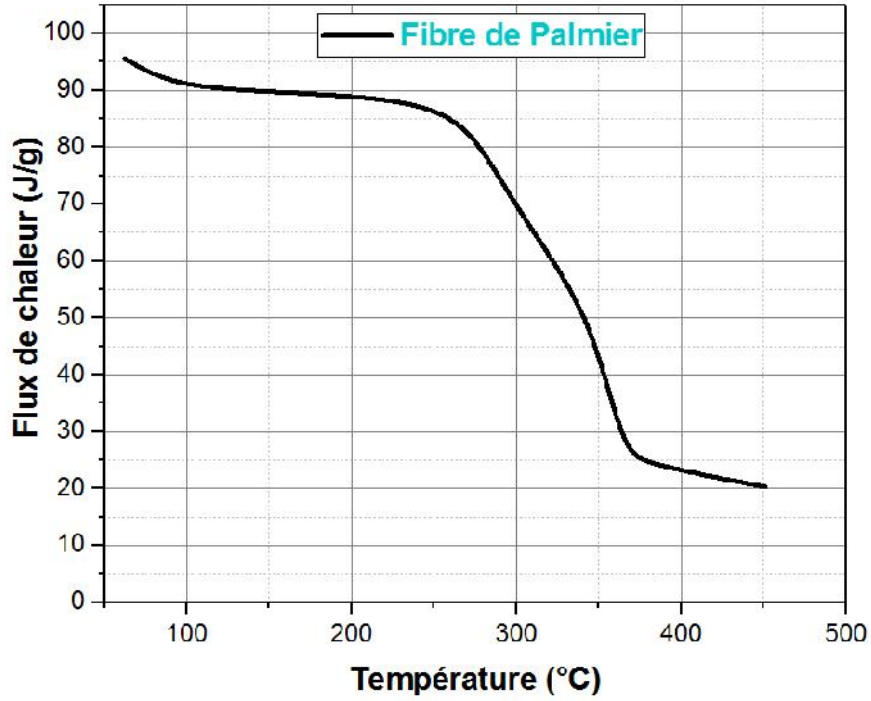


Figure IV.5: Thermogramme de la fibre de palmier.

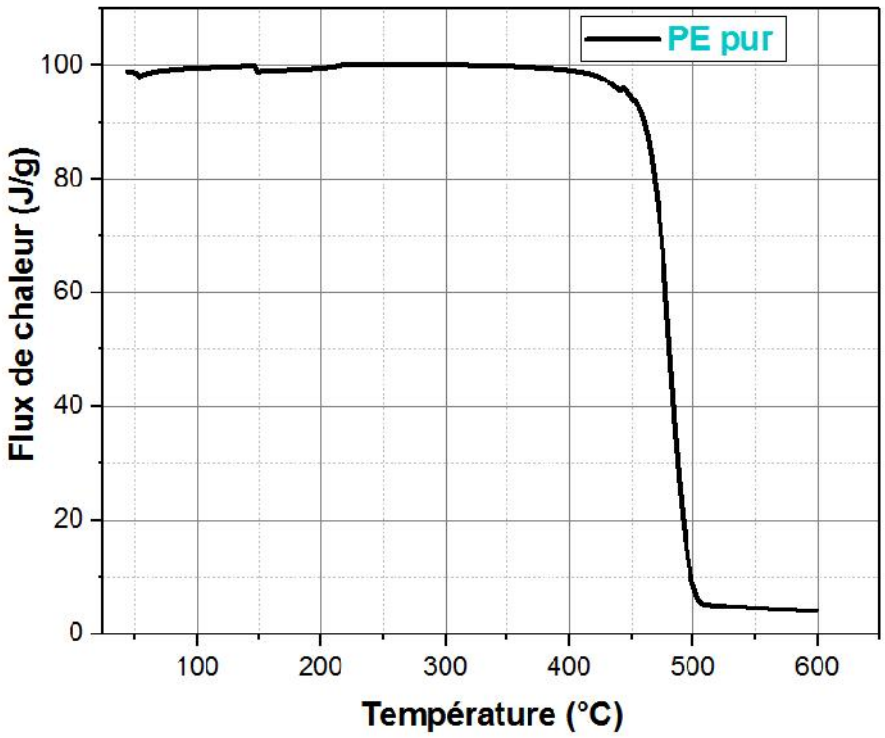


Figure IV.6 : Thermogramme ATG du PE pur.

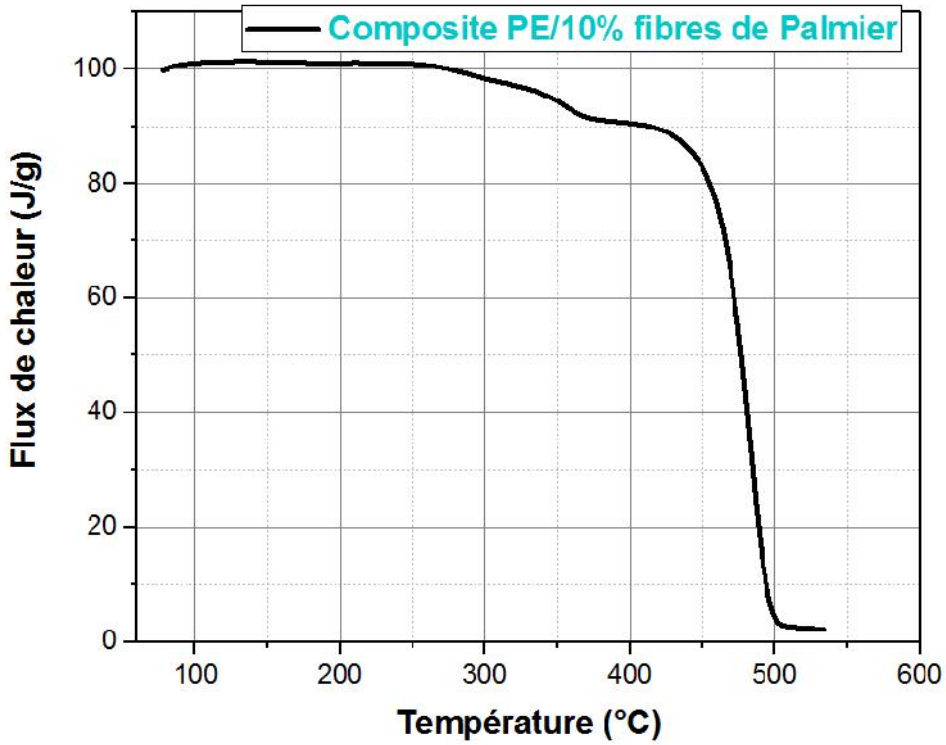


Figure IV.7 : Thermogramme ATG du composite (PE/10% fibre de palmier).

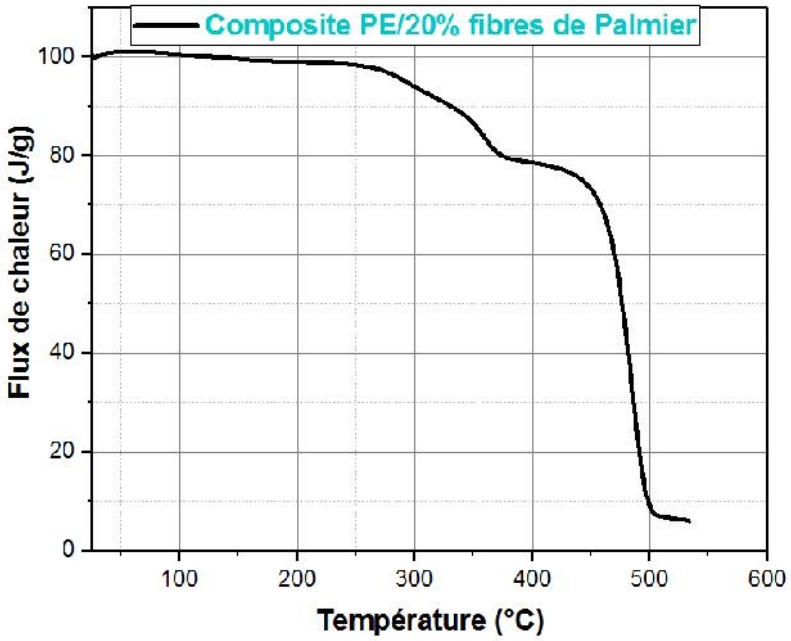


Figure IV.8 : Thermogramme ATG du composite (PE/20% fibre de palmier).

Tableau IV.2 : Résultats de l'ATG.

	PE pur	**Fibre de Palmier**	**Composite PE/10% fibre de Palmier**		**Composite PE/20% fibre de Pal**	
			PE	**Fibre de PAL**	**PE**	**Fibre de PAL**
T_{onset} (°C)	380	193	402	272	438	169
T_{offset} (°C)	506	383	500	369	513	375

Les résultats de l'ATG regroupés dans le tableau IV.2 montrent que l'incorporation de la charge de renfort de palmier a modifié le comportement thermique du composite obtenu en décalant la température de début de dégradation vers les hautes températures de 380 à 402 °C pour 10 % de charge et de 380 à 438 °C pour 20% de charge en masse mais pour la fin du processus de dégradation le décalage était léger de 506 à 513 pour 20% de charge en masse.

IV.2.3. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

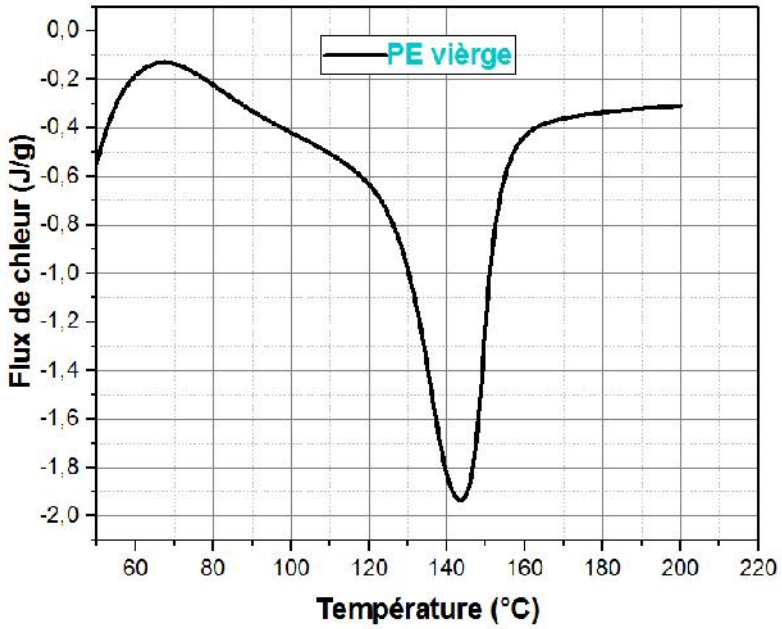


Figure IV.9 : Thermogramme DSC du PE vierge.

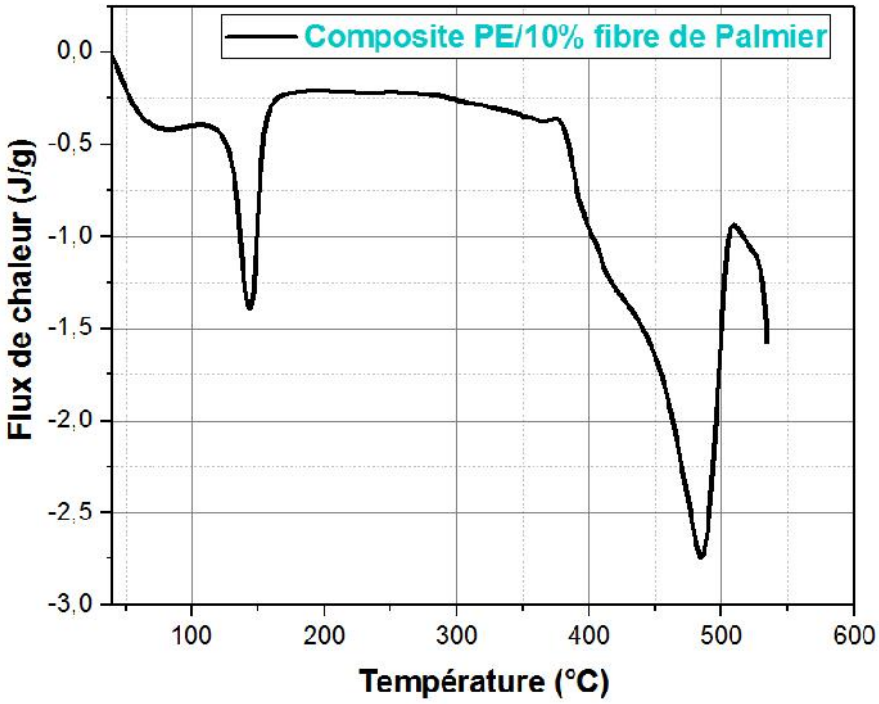


Figure IV.10 : Thermogramme DSC du composite (PE/10% fibre de palmier).

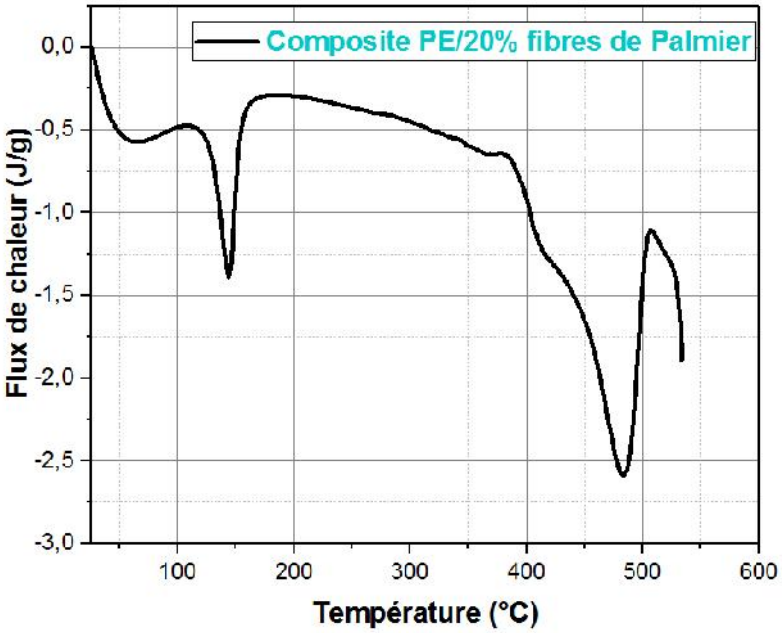


Figure IV.11 : Thermogramme DSC du composite (PE/20% fibre de palmier).

Tableau IV.3 : Résultats de DSC.

	PE pur	**Fibre de Palmier**	**Composite PE/10% fibre de Palmier**		**Composite PE/20% fibre de Pal**	
			PE	**Fibre de PAL**	**PE**	**Fibre de PAL**
T_f (°C)	143	90	486	145	484	143

En regardant les résultats illustrés dans le tableau IV.3, on constate que le comportement thermique du composite préparé a changé dans le sens de hautes températures et cela pour les deux pourcentages de renfort en fibre de palmier à savoir la température de fusion du PE passe de 143 à 486 pour une charge de 10% en masse et garde presque la même plage de température pour le renfort de 20%en masse.

IV.3. Comportement mécanique

IV.3.1. Comportement en traction

Les courbes de la contrainte en fonction de déformation des essais de traction des différentes fibres et différentes pourcentages représentés dans les courbes suivants :

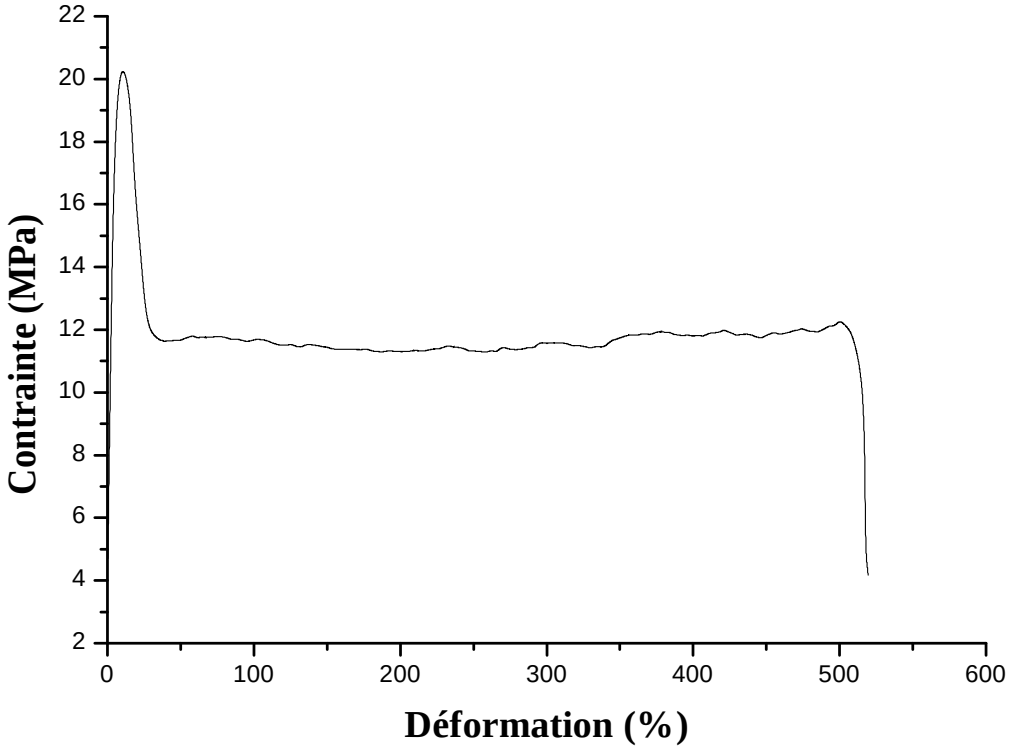


Figure IV.12 : Variation de la contrainte en fonction de déformation du PEHD.

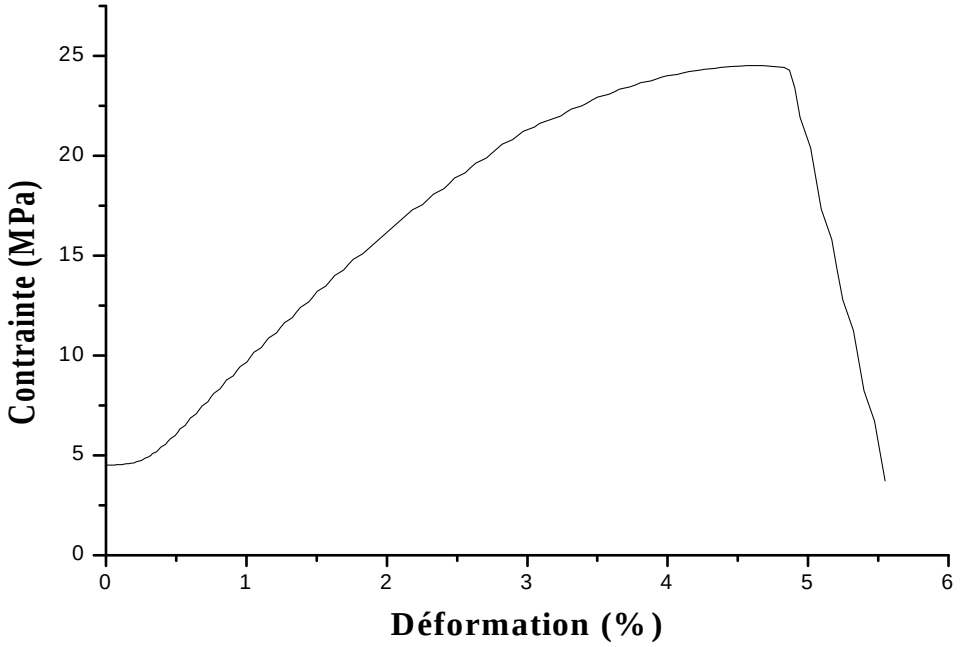


Figure IV.13 : Variation de la contrainte en fonction de déformation de la fibre de Palmier (20%).

L'effet de la charge sur les propriétés mécaniques de PEHD a été suivi par le changement des valeurs suivant :

Tableau IV.4 : Valeurs de module d'Young, contrainte max, déformation et résistance à la rupture.

Charge (%)		Résistance à la traction (MPa)	Résistance à la rupture (MPa)	Déformation à la rupture (%)	Module d' Young (MPa)
PEHD (vierge)		22.00	13.94	606.71	2.15
Fibre de Palmier	10	27.80	25.83	10.66	5.70
	20	23.00	22.00	6.88	6.60

D’après le tableau IV.4 on observe une diminution de la déformation à la rupture après l’ajout de la charge, en effet, la diminution de la déformation la plus significative est observée dans le matériau brut (PEHD).

On note une augmentation de résistance à la traction du bio-composite avec l’ajout de la charge végétale. Pour la variation de la contrainte à la rupture en fonction du taux de fibre, on constate une amélioration de la contrainte à la rupture. L’augmentation de la contrainte à la rupture est attribuée à la bonne répartition de la fibre dans la matrice du PEHD qui est la phase dominante, ce qui lui permet de bien jouer son rôle de liant.

On remarque une augmentation du module d’élasticité du bio-composite avec l’ajout de la charge végétale. Cet effet de renforcement, met en évidence une certaine adhésion entre les fibres et la matrice du biocomposite. Cependant, les valeurs du module d’élasticité des biocomposites avec les taux (20%) de différentes fibres sont élevées par rapport à celles avec le taux (10%) de fibres.

En d’autres termes l’introduction des fibres dans la matrice PEHD conduit à une plus grande rigidité du polymère chargé.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

L'objectif principal de ce travail de l'élaboration d'un composite constitué d'une matrice de polyéthylène haute densité (PEHD), renforcé par des fibre naturelle d'origine végétale :les fibre de lin à des pourcentages de 10%, 20% de la masse totale de matériau composite, Ceci nous a permis, grâce aux techniques de caractérisations, de recueillir des informations intéressantes relatifs à l'effet du taux de charge sur les propriétés des composites élaborés.

En général, l'ajout des fibres améliore les propriétés mécaniques des composites à cause de la compatibilité entre les fibres et la matrice et de leurs propriétés mécaniques élevées.

L'analyse des résultats expérimentaux nous conduisent donc à affirmer que :

- les résultats obtenus par la Diffraction des Rayons –X (DRX) aux grands angles confirme que la structure du composite préparé ne diffère pas en terme de cristallinité vis-à-vis la structure du PE.
- l'ensemble es données recueillies sur les propriétés thermiques des composites par ATG/DSC, montrent que la charge lignocellulosique retarde sensiblement la décomposition du polyéthylène. Autrement dit, elle joue le rôle d'inhibiteur de la dégradation thermique.
- d'après les résultats de l'essai de traction en remarque une augmentation de résistance à la traction du biocomposite avec l'ajout de la charge végétale.

REFERENCES BIBLIOGAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

[1] http://dspace.univ-tlemcen.dz/bitstream/112/1084/5/introduction-generale.pdf.

[2] DO THI VI VI, « Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non », thèse de doctorat en Matériaux Polymères et Composites, l'université de grenoble et de l'université des sciences de hochiminh ville, 2011, P 11-19.

[3] ADIL SBIAI, « Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres », Matériaux Polymères, thèse de doctorat en Matériaux Polymères, L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2011, P 2.

[4] AIT OUAKLI Nabila, « Modélisation et élaboration des matériaux hybrides de kaolin et de polymères. Application aux céramiques réfractaires», Mémoire de Magister en Génie Chimique, Université Abderrahmane Mira-Bejaia, 2010, P 26.

[5] Aide-mémoire science des matériaux livre écrit par Michel Dupeux.

[6]http://dspace.univbiskra.dz:8080/jspui/bitstream/123456789/4326/3/chapitre%20%2001.pdf.

[7] GHORZI WISSAM, «Etude de la diffusion des molécules de bas poids moléculaire dans des réseaux de polymères acryliques », Mémoire de licence en physique, Université Abou BekrBelkaid Tlemcen, 2012, P 44.

[8] F. MOINGEON, Thèse de Doctorat, option chimie; Université Louis Pasteur Strasbourg I, (2006), P 20.

[9] D.A. TOMALIA, J. M .J. Fréchet. Dendrimers and other Dendritic Polymers; Wiley, New York, (2001), P 60.

[10] https://docplayer.fr/70516919-Chapitre-i-generalites-sur-les-polymeres.html.

[11] ZEGGAI NOUH, « Caractérisation par gonflement de systèmes réseaux de polymères/solvant-Optimisation du procédé par la méthode de surface de réponse », mémoire de Master en chimie, Systèmes macromoléculaires et leurs applications, université Abou Bekr Belkaïd de Tlemcen, 2014, P 6.

[12] http://fracademic.com/dic.nsf/frwiki/2087340.

[13]https://www.google.com/search?q=polym%C3%A8re+tridimensionnel&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ved=0ahUKEwjekfrY7MDfAhVnwosKHR_0Al8Q_AUIDigB&biw=1094&bih=456&dpr=1.25#imgrc=p8eSeRdL6QPK9M.

[14] "Différents types de matières plastiques » Rapport, Disponible sur: http//: cap-sciences.net/upload/differents-plastiques.

[15] I.TERAOKA, "Polymer Solutions, An introduction to physical properties, Ed. Polytechnic" University Brooklyn, New York, (2002), P 35.

[16] HADJ ABEDRRAHMANE RABIE, BENYAROU ALI MOKHTAR, « Etude transfert de chaleur dans un écoulement de polymère fondu en régime non stationnaire », Mémoire de master en génie mécanique, Energétique, Centre Universitaire Belhadj Bochaib d'Ain-Temouchent, 2018, P 13**.**

[17] https://www.nrc-cnrc.gc.ca/ctu-sc/wp-content/uploads/sites/5/1999/ctu30/images/p2-f.jpg.

[18] M. FONTANILLE, P. Vairon ; Polymérisation; Ed. Techniques de l'ingénieur, Traité plastiques et composites; (A3 040), P 23.

[19] A.SEYNI, «Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par Co-broyage», Thèse de doctorat en Génie des Procédés et Environnement, Université de Toulouse, 2008, P 35-38.

[20] Tomalia, D A, Baker, H, Dewald, J, Hall, M, Kallos, G, Martin, S, Roeck, J, Ryder, J, Smith, P, Polym. J, (1985), 17, 117.

[21] S.JOUENNE, « Option chimie et physicochimique des polymères »; Thèse de Doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris, 2005.

[22] J.L.HALARY, F.LAUPRETRE « De la macromolécule au matériau polymère : synthèse et propriétés des chaînes », Ed Belin, 2007, p 40.

[23] SAKHRI ZOULIKHA, « Effet de l'ajout d'un copolymère à base de d'éthylène/acétate de vinyle sur les propriétés du mélange de polymères PEBD/PVC », mémoire de master en génie des procédés, Génie de l'environnement, Université Mohamed Khider – Biskra, 2016, P 7.

[24] GUEMAZ NORA, « Préparation et étude de la stabilité thermique des polyuréthanes », Mémoire de Magister en Génie de Procédés, Génie des Polymères, Universit2 Ferhat Abbas Sétif, 2012, P 6-12.

[25] C. Decker, *Progr. Polym. Sci*., 21, 593, (1996).

[26] ATMANI ABDERAOUF, « Comportement mécanique en traction monotone d'un polymère associe au carbonate de calcium (pehd 5502/caco3) », Mémoire de Master en mécanique avancée, Université Badji Mokhtar Annaba, 2017, P 8-11.

[27] ABANI S. « Caractérisation et durabilité des bétons renforcés de fibres végétales de palmier dattier », Mémoire de Magister, Université de Ouargla, 2003, P 67.

[28] KAOUCHE NAIMA, « Prise en compte du vieillissement et de l'endommagement dans le dimensionnement de structures en matériaux composites », Mémoire de Magister en caractérisation et comportement des matériaux pour le biomédical, Université des sciences et de la technologie d'Oran Mohamed Boudiaf, 2017, P 5.

[29] ROUAM KAMILA, « Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles », Mémoire de Magister en science et génie des matériaux, physique et mécanique des Matériaux, Université M'hamed Bougara – Boumerdes, 2014, p 3-18.

[30] FIACRE DJONKONE SENGHOR, « Identification des propriétés anisotropes des matériaux complexes : application aux matériaux composites stratifiés », Thèse de doctorat, l'Université Bretagne Loire, 2017, P 23.

[31] A. AL-MAGHRIBI, « Comportement des matériaux composites à fibres courtes : applications à L'impact basse vitesse », Thèse de doctorat, l'Université Paul Sabatier, 2008.

[32] SANDALI A, RABHI N. « Comportement au choc des stratifiées composite renforcées par des fibres naturelles », Mémoire de master, Université Kasdi Marbah de Ouargla 2013.

[33] EL HADJI BABACAR LY, « Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose », Thèse de doctorat, institut national polytechnique de Grenoble, 2008.

[34] DJELOUAHI HAYET, «Influence des fibres végétales sur les propriétés physico-mécaniques d'un béton », Génie des Matériaux, mémoire de Master en Génie des Matériaux, université m'hamed Bougara-Boumerdes, 2016/2017, P 14-36.

[35] FRANCK MICHAUD, « Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : aptitude au post formage », thèse de doctorat pour l'obtention du grade de Docteur ès Sciences, UNIVERSITÉ BORDEAUX I Bordeaux, France, 2003, P 5.

[36]http://dspace.univguelma.dz:8080/xmlui/bitstream/handle/123456789/342/these_amroune_finale.pdf?sequence=1&isAllowed=y.

[37] AIZI DJAMEL EDDINE, « Extraction, caractérisation morphologique, physico chimique et mécanique des fibres caulinaires de Retama monosperma L.Boiss », thèse de doctorat en Sciences de la nature et de la vie, Biotechnologie, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed Boudiaf, 2017, P 8-18.

[38] NEGOUDI ABDELHAKIM, KHINECH SAYAH, «Etude de comportement mécanique des composites bio sources », mémoire de master en mécanique, université KASDI MERBAH OUARGLA, 2015, P8.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[39] HARRACHE RABIA, "élaboration et caractérisation des composites a matrice polymère et a renforts végétal et nanométrique lamellaire », mémoire de Magister en génie des polymères, université Ferhat Abbas Sétif 1, 2015, P 9.

[40] YAHIAOUI LAMIA, « caractérisation d'un composite a la rupture a base des fibres végétales (Diss) », mémoire de magister en optique et mécanique de précision, mécanique appliquée, université Ferhat Abbas Sétif, 2011, P 18-22.

[41] ACHOUR ABDERRAOUF, «Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles : valorisation des plantes locales», Durabilité des Matériaux et Durée de Vie des Ouvrages, thèse de Doctorat en Génie Civil, Université Aboubakr Belkaïd– Tlemcen – Faculté de technologie Laboratoire Eau et Ouvrage dans Leurs Environnement, 2017, P 10-19.

[42] MOKHTARI ABDESSAMED, « Influence des ajouts de fines minérales sur les Performances Mécaniques des Bétons Renforcés de Fibres Végétales de Palmier Dattier », mémoire de magister en génie civil, université de KASDI MERBAH OUARGLA, 2006, P 16.

[43] SALAH AMROUNE, « Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier », thèse de doctorat en Génie mécanique, université du 8 mai 1945 Guelma, 2016, P 4-9.

[44] https://thumbs.dreamstime.com/z/palmier-dattier-tropical-28478083.jpg

[45] KARECHE ABDELHAK, « Etude des matériaux à base de bois de palmier dattier durabilité, dégradation et propriétés structurales et de transfert ». Mémoire de Magister, Faculté de Technologie, Université El Hadj Lakhdar (Algérie), 2014, P 14-15.

[46] METHIA AKLI, REZZOUG MOHAMED AMINE, « Etude de la diffusion de l'irganox 1076 dans un polymère recyclé à base de PEHD », mémoire de master en génie des procédés option génie de l'environnement, UNIVERSITE ABDERRAHMANE MIRA – BEJAIA, 2017, P 7-10.

[47] CHALAL SID ALI, « Étude des propriétés mécaniques d'un composite PEBD à base d'une charge en céramique modifiée », Mémoire de Master en Génie des Procédés, 2017, P 5-7.

[48] BOUTERFA MERIEM, « Etude de la détermination du paramètre d'interaction entre deux polymères par voie mécanique» "effet du compatibilisant sur ce paramètre", mémoire de Magister en Génie des Polymères, université Ferhat Abbas Sétif, 2011, P 19-21.

[49] Malika FOUDIA, « Contribution à l'étude du rôle de l'eau de structure dans le mécanisme de formation de α-PbO2. », thèse de doctorat en science, Génie électrochimique, université Ferhat Abbas-Sétif, 2011, P 42-44.

[50] AMELIE JUHIN, « Propriétés électroniques et structurales du chrome en impureté dans les cristaux. Approche expérimentale et théorique. », thèse de doctorat en Physique et chimie des matériaux, l'université pierre et marie curie, 2008, P 52.

[51] AXEL RICHARD, « Étude par diffraction des rayons X des déformations induites par irradiation/implantation d'ions dans le dioxyde d'uranium. », thèse de doctorat en Milieux denses et matériaux, l'université de Poitiers, 2012, P 61-62.

[52] SELMA SASSI, « Synthèse, caractérisation physico-chimique et propriétés de transport des composés homologues $(PbSe)_5$ (Bi2Se_3)3m (m = 1, 2, 3) », thèse de doctorat en Sciences des matériaux, l'Université de Lorraine, 2017, P 97.

[53] AZZEDINE MAKHLOUF, « étude du polypropylène chargé par des particules minérales : relation, microstructure –propriétés. », thèse de doctorat en Chimie industrielle, l'université du 8 MAI 1945 GUELMA, 2016, P 45-47.

[54] AMAURY LEPETIT, « Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène », thèse de doctorat en « Sciences et génie des matériaux lignocellulosique », Université du Québec à Trois-Rivières Centre de recherche sur les matériaux renouvelables, 2017, P 129.

[55] HOURIA LADJABI, « Etude Expérimentale du Comportement Mécanique des Polymères », mémoire de magister en Matériaux Avancés, université BADJI MOKHTAR-ANNABA, 2011, P 28.

[56] JAMAL EDDINE ARBAOUI, «Etude comparative et caractérisations mécaniques des structures sandwichs multicouches », thèse de doctorat en Sciences des matériaux – Physique, Université PAUL VERLAINE – METZ laboratoire de physique des milieux denses, 2009, P 43-48.

Résumé

L'objectif de ce travail est d'élaborer et de caractériser un nouveau matériau composite à base de polyéthylène haute densité (PEHD) renforcé par des fibres de palmier dattier (FD). L'inconvénient majeur que l'on rencontre pour ce type de système est l'incompatibilité avec la matrice PEHD.

La méthode de diffraction des rayons X est l'une des méthodes les plus intéressantes pour caractériser les structures cristallines.

- D'après les résultats des analyses effectués, on a observé que la structure du composite préparé ne diffère pas en terme de cristallinité vis-à-vis la structure du PE.
- Aussi, Les résultats des essais thermogravimétriques (ATG) couplés avec la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), montrent que l'addition des fibres modifie le comportement thermique du composite obtenu en décalant la température de début de dégradation vers les hautes températures.
- D'après les résultats de l'essai de traction en remarque une augmentation de résistance à la traction du biocomposite avec l'ajout de la charge végétale. Pour la variation de la contrainte à la rupture en fonction du taux de fibre, on constate une amélioration de celle-ci en fonction du taux de charge incorporé dans la matrice du thermoplastique étudié le PE.

Mots clés : palmier dattier, polyéthylène haute densité, DRX , DSC, ATG.

Abstract

The objective of this work is to develop and characterize a new composite material based on high-density polyethylene (HDPE) reinforced with date palm fibers (FD).The major disadvantage that we encounter for this type of system is the incompatibility with the HDPE matrix.

The X-ray diffraction method is one of the most interesting methods for characterizing crystalline structures.

- From the results of these analyses, it has been observed that the degree of crystallinity has not change.
- Also, Thermo gravimetric (TGA) tests coupled with Differential Scanning Calorimetry (DSC) are also performed, to study the degradation and loss of mass as a function of the temperature rise of fiber composites. The results show that the addition of the fibers modifies the thermal behavior of the composite obtained by shifting the degradation start temperature to the high temperature.
- From the results of the tensile test, note that an increase in the tensile strength of the bio-composite with the addition of the vegetable load. For the variation of the stress at break as a function of the fiber content, an improvement in the breaking stress is observed.

Keywords: high-density polyethylene, date palm fibers, XRD, DSC, TGA.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو تطوير و توصيف مادة مركبة جديدة تستند الى البولي ايثيلين عالي الكثافة PEHD معززبالياف نخيل التمر.

العيب الرئيسي الذي نواجهه لهذا النوع من النظام هو عدم التوافق مع مصفوفة طريقة حيود الاشعة السينية هي واحدة من اكثر الطرق اثارة للاهتمام لتوصيف الهياكل البلورية,من خلال نتائج التحليلات نلاحظ ان العلاج ليس له تأثير كبير عل درجة البلورة.

ايضا يتم اجراء اختبارات قياس الجاذبية الحرارية الى جانب قياس المسعر التفاضلي للمسح لدراسة تدهور وفقدان الكتلة كدالة لارتفاع درجة حرارة مركبات الالياف,ا ظهرت النتائج ان اضافة الالياف تعدل من السلوك الحراري للمركب الناتج عن طريق تحويل درجة حرارة بداية التدهور نحو درجات الحرارة المرتفعة.

بناءا على نتائج اختبار الشد نلاحظ ان هناك زيادة في قوة الشد للمركب الحيوي مع اضافة الحمل النباتي. من اجل اختلاف الضغط عند الكسر كدالة لمحتوى الالياف لوحظ تحسن في ضغط الكسر.

الكلمات المفتاحية : البولي ايثيلين عالي الكثافة, الياف نخيل التمر,DRX, DSC, ATG