

**REPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POULAIRE**



**MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR**

**ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**



**UNIVERSITE 20 AOUT 1955 SKIKDA**

**FACULTÉ DES SCIENCES ET TECHNOLOGIE**

**DÉPARTEMENT DE PETROCHIMIE**

**Mémoire**

En vue de l'obtention du diplôme de

**MASTER**

**FILIERE** : Industries Pétrochimiques

**OPTION** : Pétrochimie Et Procèdes Des Polymères

*Thème :*

---

**Synthèse et Caractérisation D'un Composite  
à Base De Polystyrène-Lin**

---

Soutenu : le 11/07/2023.

**Présentés par :**

Feredj Haithem

Krim Hichem

**Encadrée par :**

Mme Tabet Habiba

Année universitaire : 2022/2023.

# Remerciements

Nous tenons tout d'abord à remercier le bon Dieu le tout puissant et miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer ma sincère gratitude envers toutes les personnes qui ont contribué de manière significative à la réalisation de ce travail de recherche et à l'aboutissement de ce mémoire de Master 2.

Nous souhaitons remercier chaleureusement notre directeur de mémoire et notre encadrante Dr : H.Tabet pour son encadrement attentif, ses précieux conseils et son soutien constant tout au long de ce projet. Ses connaissances approfondies et son engagement envers notre succès académique ont été d'une valeur inestimable.

Nous voudrions aussi remercier les responsables des laboratoires du département de la pétrochimie et génie des procédés pour nous avoir fourni tous les moyens matériels nécessaires aux manipulations effectués au niveau du laboratoire de département.

Nous adressons nos sincères remerciements aux membres du jury pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant de juger ce travail.

Nous remercions enfin tous ceux qui, d'une manière ou d'une autre, de près ou de loin, ont contribué à la réussite de ce travail.

# *Dédicaces*

*Je dédie ce mémoire de fin d'étude*

*A mes très chers parents*

*Grâce à leurs tendres encouragements et leurs sacrifices, ils ont pu créer le climat affectueux et propice à la poursuite de mes études.*

*Aucune dédicace ne pourrait expliquer mon respect, ma considération et mes profonds sentiments envers eux.*

*A mon chère frère : Mohamed Islam*

*Mes chers sœurs : Anfel et Amel*

*A qui je souhaite un avenir radieux plein de réussite*

*A toute la famille "Krim"*

*A mes amis sans exceptions et spécialement l'équipe de la cité*

*5*

*A tous ceux qui ont fait partie de ce voyage et ont contribué de différentes manières à la réalisation de ce mémoire.*

KRIM HICHEM

# *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail...*

*A mes très chers parents, qui ne cessent de m'encourager et de prier pour moi ; pour que ce travail voit le jour. A tous les membres de ma famille, petits et grands. A tous mes amis.*

Feredj Haithem

## Résumé:

L'objet de ce travail est de synthétiser des composites biodégradables à base de lin utilisée comme charge renforçante. Cette méthode de synthèse est effectuée en masse ; Les composites préparés sont caractérisés suivant un protocole qui permettrait de comprendre et de détecter le phénomène selon la méthode de préparation ainsi les changements structuraux. Pour cela des caractérisations par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier ont été utilisées afin de mieux comprendre le mécanisme de fonctionnement de notre système en présence d'un peroxyde, Ainsi que les techniques suivantes: chromatographie et UV visible. Les résultats des composites étudiés, prouvent que le lin a un effet considérable sur la stabilité de polystyrène.

**Mots-clés :** Composite, fibre de lin, biodégradable, masse molaire, styrène.

---

## ملخص:

الهدف من هذا العمل هو تصنيع مركبات قائمة على الكتان قابلة للتحلل الحيوي تستخدم كمواد حشو تقوية. يتم تنفيذ طريقة التوليف هذه بكميات كبيرة ؛ يتم وصف المركبات المعدة وفقاً لبروتوكول يسمح بفهم واكتشاف الظاهرة وفقاً لطريقة التحضير بالإضافة إلى التغييرات الهيكلية. لهذا الغرض ، تم استخدام التوصيفات بواسطة مطيافية فورييه بالأشعة تحت الحمراء لفهم آلية تشغيل نظامنا بشكل أفضل في وجود بيروكسيد ، بالإضافة إلى التقنيات التالية: الكروماتوغرافيا والأشعة فوق البنفسجية المرئية. أثبتت نتائج المواد المركبة المدروسة أن الكتان له تأثير كبير على ثبات البوليبسترين.

**الكلمات المفتاحية :** مركب، ألياف كتان، قابل للتحلل، كتلة مولارية، ستيرين.

---

## Abstract:

The object of this work is to synthesize biodegradable flax-based composites used as reinforcing filler. This method of synthesis is carried out in bulk; the composites prepared are characterized according to a protocol which would allow to understand and detect the phenomenon according to the method of preparation as well as the structural changes. For this, characterizations by Fourier Transform Infrared Spectroscopy were used to better understand the operating mechanism of our system in the presence of peroxide, as well as

the following techniques: chromatography and visible UV. The results of the composites studied, proved that flax has a considerable effect on the stability of polystyrene.

**Key words :** Composite, linen fiber, biodegradable, molar mass, styrene.

---

# Sommaire

Remerciement	
Dédicace	
Résumé	
Sommaire	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction générale.....	01

## **CHAPITRE I : Les matériaux composites**

I.1. Historique.....	04
I.2. Matériaux Composites.....	04
I.2.1. Définition.....	04
I.3. Caractéristiques générales.....	05
I.4. Classification des matériaux composites.....	07
I.4.1. Classification suivant la forme des constituants.....	08
a) Composites à fibres.....	08
b) Composites à particules.....	09
I.4.2. Classification suivant la nature des constituants.....	09
I.5. Les éléments constituant un matériau composite.....	10
I.5.1. Matrice.....	11
I.5.1.1. Les matrices thermodurcissables.....	12
I.5.1.2. Les matrices thermoplastiques.....	13
I.5.2. Renforts (fibres et tissus).....	14
I.5.2.1. Renfort en fibres discontinues.....	16
I.5.2.2. Renfort en fibres continus.....	16
I.5.2.3. Géométrie des renforts.....	17
I.5.2.4. Fibres de verres.....	17
I.5.2.5. Fibres de carbone.....	19
I.5.2.6. Fibres d'aramides.....	20

I.5.2.7. Fibres Naturelles.....	20
I.6. Les propriétés des matériaux composites.....	20
I.6.1. Résistance spécifique élevée.....	20
I.6.2. Résistance à la corrosion.....	20
I.6.3. Rigidité élevée.....	20
I.6.4. Résistance aux températures élevées.....	21
I.6.5. Faible conductivité thermique.....	21
I.7. Les applications des matériaux composites.....	21
I.7.1. Aérospatiale.....	21
I.7.2. Automobile.....	21
I.7.3. Construction.....	22
I.7.4. Énergie renouvelable.....	22
I.7.5. Sports et loisirs.....	22

## **CHAPITRE II : Le Polystyrène**

II.1. Historique.....	24
II.2. Le polystyrène.....	25
II.3. Les types de polystyrène.....	26
II.3.1. Polystyrène standard (cristal).....	26
II.3.2. Le polystyrène choc (SB).....	27
II.3.3. Polystyrène expansé.....	27
II.4. Les modes des synthèses.....	27
II.4.1. Polymérisation radicalaire.....	27
II.4.2. Polymérisation cationique.....	29
II.4.3. Polymérisation anionique.....	31
II.5. Propriétés du polystyrène.....	32
II.5.1. Propriétés mécaniques.....	32
II.5.2. Propriétés physiques.....	32
II.5.3. Propriétés chimiques.....	32
II.5.4. Diverses autres propriétés.....	33

II.6. les applications du polystyrène.....	33
--	----

### **CHAPITRE III : Les renforts végétales**

III.1. Les fibres naturelle.....	35
III.1.1. Les fibres végétales.....	35
III.1.2. Les fibres animales.....	35
III.1.3. Les fibres minérales.....	36
III.2. Classification des fibres végétales.....	36
III.3. Structure d'une fibre végétale.....	37
III.3.1. Composition chimique des fibres végétales.....	39
III.3.1.1. Cellulose.....	40
III.3.1.2. Hémicelluloses.....	41
III.3.1.3. Lignine.....	41
III.3.1.4. Les pectines.....	43
III.3.2. Propriétés des fibres végétales.....	44
III.4. Présentation des fibres de lin.....	46
III.4.1. Extraction de la fibre de lin unitaire à partir de la tige.....	47
III.4.2. Propriétés des fibres de lin.....	49
III.4.3. Application des fibres de lin.....	50

### **CHAPITRE IV: Matériaux et technique**

IV.1. Produits utilisés.....	52
IV.1.1. Fibre de lin.....	52
IV.1.2. Le Styrène.....	53
IV.1.3. Le peroxyde de polymérisation.....	53
IV.1.4. L'Acétone.....	53
IV.2. Le mode opératoire.....	54
IV.2.1. Élaboration des matériaux composites par polymérisation In- Situ.....	54
IV.3. Les techniques de caractérisation.....	55
IV.3.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IR-TF) .....	55

IV.3.2. Spectrophotométrie UV-VIS .....	57
IV.3.3. High Performance Liquid Chromatography (HPLC).....	58

## **CHAPITRE V: Résultat et discussion**

V.1. Caractérisation par spectroscopie IRTF .....	61
V.2. Etude du polymère par spectrophotométrie UV .....	67
V.3 Masses Molaires Des Macromolécules .....	70
Conclusion .....	76

# Liste des figures

## *Figures du chapitre I*

<b>Figure I.1 :</b> Matériau composite.....	07
<b>Figure I.2 :</b> Différentes familles de matrices.....	12
<b>Figure I.3 :</b> Les différents types de renfort de base.....	
<b>Figure I.4 :</b> Les structures géométriques des composites, (a)fibres longues, (b) fibres courtes, (c) particules.....	17
<b>Figure I.5 :</b> À gauche fibre de verre tissé et à droite fibre de verre mat.....	18
<b>Figure I.6 :</b> Les fibres de carbone.....	19

## *Figures du chapitre II*

<b>Figure II.1 :</b> Polystyrène sous sa forme commerciale.....	25
<b>Figure II.2 :</b> Structure de polystyrène.....	25
<b>Figure II.3 :</b> Polystyrène cristal.....	26
<b>Figure II.4 :</b> Polystyrène choc.....	27
<b>Figure II.5 :</b> La polymérisation radicalaire du polystyrène.....	28

## *Figures du chapitre III*

<b>Figure III.1 :</b> Illustrations de quelques fibres animales, de gauche à droite: cocon de soie, fibres d'Angora.....	36
<b>Figure III.2 :</b> Classification des fibres naturelles.....	37
<b>Figure III.3 :</b> Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale.....	38
<b>Figure III.4 :</b> Structure détaillée d'une fibre végétale.....	38
<b>Figure III.5 :</b> Représentation schématique d'une fibre de bois.....	40
<b>Figure III.6 :</b> Représentation de la chaîne de cellulose.....	40
<b>Figure III.7 :</b> Principaux glucides constituant les hémicelluloses.....	41
<b>Figure III.8 :</b> Formule chimique des alcools précurseurs des lignines.....	42

<b>Figure III.9</b> : Représentation schématique de structure de la lignine.....	43
<b>Figure III.10</b> : Représentation de la molécule de pectine.....	44
<b>Figure III.11</b> : Fleur de lin.....	46
<b>Figure III.12</b> : Micrographies optiques de lin, de la tige à la fibre.....	47
<b>Figure III.13</b> : Arrachage du lin.....	47
<b>Figure III.14</b> : Ruban de fibres de lin.....	49

### *Figures du chapitre IV*

<b>Figure IV.1</b> : Les fibres de lin.....	52
<b>Figure.IV.2</b> : Poudre de lin.....	52
<b>Figure.IV.3</b> : Structure chimique de peroxydé de benzoyle (DCP).....	53
<b>Figure.IV.4</b> : Formule semi-développée et représentation 3D de l'acétone.....	54
<b>Figure.IV.5</b> : Principe de fonctionnement de la spectroscopie IR-TF .....	56
<b>Figure.IV.6</b> : Schéma de principe du spectrophotomètre .....	58
<b>Figure.IV.7</b> : Chromatographe HPLC.....	59

### *Figures du chapitre V*

<b>Figure V.1</b> : Spectres FTIR de PS .....	61
<b>Figure V.2</b> : Spectres FTIR de PS avec 2.5 % de lin .....	62
<b>Figure V.3</b> : Spectres FTIR de PS avec 5% LIN .....	63
<b>Figure V.4</b> : Spectres FTIR de PS/7.5% LIN .....	64
<b>Figure V.5</b> . Spectres FTIR de PS/2.5 LINTR .....	65
<b>Figure V.6</b> : Spectres FTIR de PS/ 5 LINTR .....	66
<b>Figure V.7</b> : Spectre d'absorption optique de PS .....	67
<b>Figure V.8</b> : Spectre d'absorption optique de Ps avec 7.5% de Lin .....	68
<b>Figure V.9</b> : Spectre d'absorption optique de PS avec 2.5 % de lin .....	68

<b>Figure V.10</b> : Spectre d'absorption optique de PS avec 5% de lin .....	69
<b>Figure V.11</b> : Spectre d'absorption optique de PS/2.5 LINTR .....	69
<b>Figure V.12</b> : Spectre d'absorption optique de PS/5 LINTR .....	70
<b>Figure V.13</b> : La distribution des masses molaires polystyrène vierge .....	71
<b>Figure V.14</b> : La distribution des masses molaires Polystyrène/ 2.5% de lin ..	72
<b>Figure V.15</b> : La distribution des masses molaires de Polystyrène/ 5% de lin ..	72
<b>Figure V.16</b> : La distribution des masses molaires de Polystyrène/ 7.5% de lin ..	73
<b>Figure V.17</b> : Réaction de décomposition de peroxyde de benzoyle .....	73

# Liste des tableaux

## *Tableaux du chapitre I*

<b>Tableau I.1:</b> Exemples de matériaux composites, pris au sens large.....	06
<b>Tableau I.2 :</b> Caractéristiques des résines thermodurcissables.....	13
<b>Tableau I.3 :</b> Caractéristiques de quelques thermoplastiques.....	14
<b>Tableau I.4 :</b> Composition chimique des différents types de fibres de verre.....	19

## *Tableaux du chapitre III*

<b>Tableau III.1 :</b> Propriétés physiques de différentes fibres végétales.....	45
<b>Tableau III.2 :</b> Les propriétés mécaniques de quelques fibres végétales.....	45

## *Tableaux du chapitre III*

<b>Tableau V.1.</b> Attribution des groupes de liaisons et des bandes d'absorptions des vibrations de PS .....	61
<b>Tableau V.2.</b> Attribution des groupes de liaisons et des bandes d'absorptions des vibrations de PS avec 2.5% de lin .....	62
<b>Tableau V.3.</b> Attribution des groupes de liaisons et des bandes d'absorptions des vibrations de PS avec 5% LIN .....	63
<b>Tableau V.4.</b> Attribution des groupes de liaisons et des bandes d'absorptions des vibrations de PS/7.5% LIN .....	64
<b>Tableau V.5.</b> Attribution des groupes de liaisons et des bandes d'absorptions des vibrations de PS/2.5 LINTR .....	65
<b>Tableau V.6.</b> Attribution des groupes de liaisons et des bandes d'absorptions des vibrations de PS/ 5 LINTR .....	66
<b>Tableau .V.11.</b> Masse molaire de chaque échantillon .....	74

# Liste des abréviations

**SiC** : Carbure de silicium.

**TD** : Thermodurcissables.

**TP** : Thermoplastiques.

**PVC** : Polychlorure de vinyle.

**PE** : Polyéthylène.

**PP** : Polypropylène.

**PS** : Polystyrène.

**PEHD** : Polyéthylène haute densité.

**PET** : Polytéraphthalate éthylénique.

**PMMA** : Polyméthacrylate de méthyle.

**PAN** : Polyacrylonitrile.

**HR** : Haute résistance.

**HM** : Haut module.

**GPPS** : *General Purpose Polystyrène.*

**PSR** : Polystyrène rigide.

**DVD** : *Digital Versatile Disc.*

**SB** : Styrène butadiène.

**HIPS** : *High Impact Polystyrene.*

**PSE** : Polystyrène expansé.

**PSE-M** : Polystyrène expansé moulé.

**PSE-E** : Polystyrène expansé extrudé.

**UV** : Ultraviolet.

**BuLi** : Butyllithium.

**PhLi** : Phényllithium.

**XPS** : Polystyrène extrudé.

**HG** : Homogalacturonique.

**RG** : Rhamnogalacturonique.

**DE** : Degré d'estérification.

**CMO** : Composites à matrice organique.

**CMC** : Composites à matrice céramique.

**CMM** : Composites à matrice métallique.

# **Introduction Générale**

# Introduction Générale

---

L'idée de combiner des matériaux aux caractéristiques complémentaires au sein d'un solide, formant ainsi un matériau composite, n'est pas nouvelle. Les végétaux, notamment le bois, sont des exemples de structures composites naturelles. Cependant, l'utilisation systématique de composites synthétiques n'est apparue que récemment, il y a environ vingt ans, lorsque les matériaux conventionnels ne répondaient plus aux exigences de la technologie moderne.

Les composites sont des matériaux complexes et relativement nouveaux, ce qui soulève de nombreux défis tant sur le plan fondamental que technologique, en ce qui concerne leur définition, leur élaboration, leurs propriétés et leur utilisation. Différents types de composites ont été utilisés en fonction du domaine d'application et de la nature de leur matrice : les composites à matrice organique (CMO), céramique (CMC) ou métallique (CMM). Les CMO sont les plus développés, représentant 92% du marché mondial, suivis des CMC avec 7%, et loin derrière les CMM avec seulement 1% du marché.

La conception et le développement de nouveaux matériaux est le souci permanent de nombreux secteurs industriels. L'environnement est la préoccupation majeure de l'industrie contemporaine que ce soit de haute technologie (aéronautique ...) ou dans le domaine du quotidien (automobile, habitat...). Donc, l'intégration de nouveaux matériaux à caractère écologique est une nécessité inévitable. Actuellement les fibres synthétiques sont largement dominantes dans les produits à grande diffusion. Cependant, leur utilisation soulève de plus en plus de problèmes environnementaux. L'énergie de production et l'émission de composés nocifs sont des inconvénients majeurs. Pour le moment, aucune solution n'est viable et économique pour le recyclage des composites à fibres traditionnelles, sans pollution. L'utilisation des fibres naturelles s'avère une alternative plus respectueuse de l'environnement. La substitution des fibres synthétiques par des fibres biodégradables et issues de ressources renouvelables contribue à la protection de l'environnement.

Effectivement, depuis de nombreuses années, des recherches sont menées dans des laboratoires et centres techniques du monde entier pour intégrer des matériaux d'origine végétale aux plastiques, qui sont généralement d'origine fossile. Ces travaux sont motivés par la volonté de préserver l'environnement tout en réduisant la dépendance aux matières premières non renouvelables. L'incorporation de fibres végétales, telles que le bois, le lin, le chanvre et le coton, dans des polymères thermoplastiques ou thermodurcissables en

## Introduction Générale

---

remplacement des fibres de verre, a conduit au développement d'une classe de matériaux composites déjà industrialisés et commercialisés.

Les composites renforcés de fibres naturelles ont 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 lin se trouve en grande quantité au France et Canada), 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.

Largement disponibles en France, les fibres longues de lin sont principalement utilisées dans l'industrie textile. Cependant, elles peuvent également être utilisées comme renforts de composites, offrant des propriétés mécaniques solides et une faible densité par rapport aux fibres de verre. Cela permet de produire des matériaux composites plus légers et plus respectueux de l'environnement, en utilisant une ressource renouvelable. Leur utilisation croissante contribue à la création de matériaux écologiques et durables dans divers secteurs industriels.

Les fibres végétales sont hydrophiles en raison de leur composition en lignocellulose qui contient des groupes hydroxyles. Cependant, cette hydrophilie et leur incompatibilité avec les thermoplastiques hydrophobes peuvent limiter leurs propriétés mécaniques et leur résistance à l'humidité. Pour surmonter ces limitations, des améliorations sont nécessaires, notamment en termes de compatibilité avec les polymères et de dispersion homogène des fibres. Ces défis doivent être relevés pour exploiter pleinement le potentiel de renforcement des fibres végétales dans les polymères.

Pour surmonter les limitations des fibres végétales dans les polymères, divers traitements ont été proposés. Parmi eux, les traitements mécaniques et chimiques sont les plus couramment utilisés. Ces traitements visent à améliorer l'adhésion, la dispersion des fibres et la stabilité thermique. Les traitements chimiques sont actuellement les plus largement adoptés, offrant des résultats prometteurs dans l'optimisation des propriétés des fibres végétales pour une utilisation efficace comme renfort dans les polymères.

# Introduction Générale

---

L'objectif principal de notre travail est la mise en œuvre des matériaux composites renforcés par des charges végétales (fibres et poudres de Lin) à base d'une matrice thermoplastique de polystyrène (PS). L'évaluation de l'effet du type de traitement et de la taille de la fibre de lin ainsi que la caractérisation de façon rhéologique, morphologique et mécanique des matériaux composites.

Ce travail intitulé « **Synthèse et Caractérisation D'un Composite à Base De Polystyrène-Lin** » se compose de cinq chapitres :

**Le premier chapitre** est une vue générale sur les matériaux composites, leur constituants, leur caractéristiques, propriétés et applications.

**Le deuxième chapitre** portera sur la description du polystyrène, ces propriétés, application dans la vie

**Le troisième chapitre** présente, la composition des fibres végétales et la présentation des fibres de lin.

**Le quatrième chapitre** sera tout d'abord dédié à la description des constituants du composite : une matrice de Polystyrène (PS), des fibres de lin. La deuxième partie de ce chapitre de différentes techniques de caractérisation sont présentées.

**Le cinquième chapitre** la description et la discussion des résultats obtenus.

Le mémoire s'achève par une conclusion générale. Il s'agit d'une synthèse des résultats obtenus, les conclusions tirées de cette étude et les perspectives envisagées.

**Chapitre I**  
**Les matériaux**  
**composites**

## I.1 Historique

Les matériaux composites ont une longue histoire, qui remonte à des milliers d'années. Les premiers exemples de matériaux composites sont des structures de chaume renforcées avec de la boue et de la paille, utilisées pour la construction de maisons et de bateaux en Égypte ancienne et en Chine [1].

Cependant, les développements modernes dans les matériaux composites ont commencé dans les années 1930, lorsque des scientifiques ont commencé à utiliser des fibres de verre pour renforcer les plastiques. En 1935, Owens-Corning a commercialisé la première fibre de verre continue, qui a été utilisée pour fabriquer des composites renforcés de verre.

Au cours des décennies suivantes, les scientifiques ont continué à explorer de nouveaux types de fibres de renforcement, notamment les fibres de carbone, qui ont des propriétés mécaniques supérieures à celles des fibres de verre. En 1958, un ingénieur de General Electric, Roger Bacon, a breveté un processus pour produire des fibres de carbone de haute qualité, qui ont finalement été utilisées pour renforcer les composites de carbone.

Depuis lors, les matériaux composites ont été utilisés dans une variété d'applications, notamment dans l'industrie aérospatiale, l'industrie automobile, la construction navale, le sport et la construction [2].

## I.2 Matériaux Composites

### I.2.1 Définition

Dans un sens large, le mot "composite" signifie "constitué de deux ou plusieurs parties différentes". En fait, l'appellation matériau composite ou composite est utilisée dans un sens beaucoup plus restrictif, qui sera précisé tout au long de ce chapitre. Nous en donnons pour l'instant la définition générale suivante. Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux matériaux de natures différentes, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont l'ensemble des performances est supérieur à celui des composants pris séparément. Des exemples de matériaux composites pris au sens large sont donnés au Tableau I.1 [3].

## I.3 Caractéristiques générales

Un matériau composite consiste dans le cas le plus général d'une ou 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 avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue. La phase continue est appelée la matrice. La phase discontinue est appelée le renfort ou matériau renforçant (Figure I.1). Une exception importante à la description précédente est le cas de polymères modifiés par des élastomères, pour lesquels une matrice polymère rigide est chargée avec des particules élastomères. Pour ce type de matériau, les caractéristiques statiques du polymère (module d'Young, contrainte à la rupture, etc.) ne sont pratiquement pas modifiées par l'adjonction de particules élastomères, alors que les caractéristiques au choc sont améliorées [3].

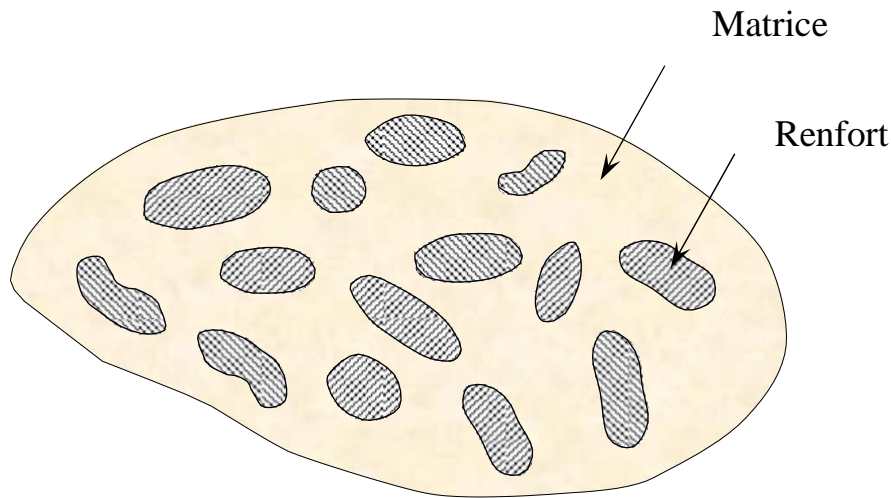
Les propriétés des matériaux composites résultent :

- des propriétés des matériaux constituants,
- de leur distribution géométrique,
- de leurs interactions, etc.

# Chapitre I : Les Matériaux Composites

**Tableau I.1** Exemples de matériaux composites, pris au sens large [3].

Type de composite	Constituants	Domaines d'application
<p>1. <i>Composites à matrice organique</i></p> <p>Papier, carton</p> <p>Panneaux de particules</p> <p>Panneaux de fibres</p> <p>Toiles enduites</p> <p>Matériaux d'étanchéité</p> <p>Pneumatiques</p> <p>Stratifiés</p> <p>Plastiques renforcés</p>	<p>Résine/charges/fibres cellulose-siques</p> <p>Résine/copeaux de bois</p> <p>Résine/fibres de bois</p> <p>Résines souples/tissus</p> <p>Elastomères/bitume/textiles</p> <p>Caoutchouc/toile/acier</p> <p>Résine/charges/fibres de verre, de carbone, etc.</p> <p>Résines/microsphères</p>	<p>Imprimerie, emballage, etc.</p> <p>Menuiserie</p> <p>Bâtiment</p> <p>Sports, bâtiment</p> <p>Toiture, terrasse, etc.</p> <p>Automobile</p> <p>Domaines multiples</p>
<p>2. <i>Composites à matrice minérale</i></p> <p>Béton</p> <p>Composite carbone-carbone</p> <p>Composite céramique</p>	<p>Ciment/sable/granulats</p> <p>Carbone/fibres de carbone</p> <p>Céramique/fibres céramiques</p>	<p>Génie civil</p> <p>Aviation, espace, sports, bio-médecine, etc.</p> <p>Pièces thermo-mécaniques</p>
<p>3. <i>Composites à matrice métallique</i></p>	<p>Aluminium/fibres de bore</p> <p>Aluminium/fibres de carbone</p>	<p>Espace</p>
<p>4. <i>Sandwiches</i></p> <p>▣ Peaux</p> <p>▣ Ames</p> <p>▣</p>	<p>Métaux, stratifiés, etc.</p> <p>Mousses, nids d'abeilles, balsa, plastiques renforcés, etc.</p>	<p>Domaines multiples</p>



**Figure I.1.**Matériau composite [3].

## I.4 Classification des matériaux composites

Ainsi, pour accéder à la description d'un matériau composite, il sera nécessaire de spécifier :

- la nature des constituants et leurs propriétés,
- la géométrie du renfort, sa distribution,
- la nature de l'interface matrice-renfort.

La géométrie du renfort sera caractérisée par : sa forme, sa taille, la concentration du renfort, sa disposition (son orientation), etc. Si l'ensemble de ces paramètres concourt à déterminer les propriétés du composite, les modélisations descriptives ne tiendront compte que de certains paramètres, du fait de la complexité des phénomènes mis en jeu. Par exemple, la forme du renfort sera schématiquement approchée soit par des sphères, soit par des cylindres.

La concentration du renfort est habituellement mesurée par la fraction volumique (fraction en volume) ou par la fraction massique (fraction en masse). La concentration du renfort est un paramètre déterminant des propriétés du matériau composite.

Pour une concentration donnée, la distribution du renfort dans le volume du composite est également un paramètre important. Une distribution uniforme assurera une "homogénéité"

# Chapitre I : Les Matériaux Composites

---

du matériau : les propriétés du composite seront indépendantes du point de mesure. Dans le cas d'une distribution non uniforme du renfort, la rupture du matériau sera initiée dans les zones pauvres en renfort, diminuant ainsi la résistance du composite.

Dans le cas de matériaux composites dont le renfort est constitué de fibres, l'orientation des fibres détermine l'anisotropie du matériau composite. Cet aspect constitue une des caractéristiques fondamentales des composites : la possibilité de contrôler l'anisotropie du produit fini par une conception et une fabrication adaptées aux propriétés souhaitées.

Les composites peuvent être classés suivant la forme des composants ou suivant la nature des composants [3].

## I.4.1 Classification suivant la forme des constituants

En fonction de la forme des constituants, les composites sont classés en deux grandes classes : les matériaux composites à particules et les matériaux composites à fibres [3].

### a) 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, etc. 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. Le concepteur possède donc là un type de matériau dont il peut modifier et moduler à volonté les comportements mécanique et physique en jouant sur :

- la nature des constituants,
- la proportion des constituants,
- l'orientation des fibres,

Suivant le cahier des charges imposées.

L'importance des matériaux composites à fibres justifie une étude exhaustive de leurs comportements mécaniques. En conséquence, le présent ouvrage sera essentiellement consacré par la suite à l'étude de ce type de matériaux.

## b) 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.

Le choix de l'association matrice-particules dépend des propriétés souhaitées. Par exemple, des inclusions de plomb dans des alliages de cuivre augmenteront leur facilité d'usinage. Des particules de métaux fragiles tels le tungstène, le chrome et le molybdène, incorporées dans des métaux ductiles, augmenteront leurs propriétés à températures élevées, tout en conservant le caractère ductile à température ambiante.

Les cermets sont également des exemples de composites métal-céramique à particules, adaptés à des utilisations à températures élevées. Par exemple, les cermets à base d'oxydes sont utilisés pour les outils de coupe à vitesse élevée, et pour les protections à hautes températures.

Également, des particules d'élastomère peuvent être incorporées dans des matrices polymères fragiles, de manière à améliorer leurs propriétés à la rupture et au choc, par diminution de la sensibilité à la fissuration.

Ainsi, les composites à particules recouvrent un domaine étendu dont le développement s'accroît sans cesse. Toutefois, compte tenu de leurs diversités, ce type de matériaux ne sera pas étudié dans le cadre de cet ouvrage.

### I.4.2 Classification suivant la nature des constituants

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés suivant des composites à matrice organique, à matrice métallique ou à matrice minérale. Divers renforts sont associés à ces matrices. Seuls certains couples d'associations ont actuellement un usage

# Chapitre I : Les Matériaux Composites

---

industriel, d'autres faisant l'objet d'un développement dans les laboratoires de recherche. Parmi ces composites, nous pouvons citer :

- Composites à matrice organique (résine, charges), avec :
  - ✓ des fibres minérales : verre, carbone, etc.
  - ✓ des fibres organiques : Kevlar, polyamides, etc.
  - ✓ des fibres métalliques : bore, aluminium, etc.
- Composites à matrice métallique (alliages légers et ultralégers d'aluminium, de magnésium, de titane), avec :
  - ✓ des fibres minérales : carbone, carbure de silicium (SiC),
  - ✓ des fibres métalliques : bore,
  - ✓ des fibres métallo-minérales : fibres de bore revêtues de carbure de silicium (BorSiC).
- Composites à matrice minérale (céramique), avec :
  - ✓ des fibres métalliques : bore,
  - ✓ des particules métalliques : cermets,
  - ✓ des particules minérales : carbures, nitrures, etc.

Les matériaux composites à matrice organique ne peuvent être utilisés que dans le domaine des températures ne dépassant pas 200 à 300 °C, alors que les matériaux composites à matrices métallique ou minérale sont utilisés au-delà : jusqu'à 600°C pour une matrice métallique, jusqu'à 1000 °C pour une matrice céramique [3].

## I.5 Les éléments constituant un matériau composite

Un matériau composite est différent des matériaux homogènes macroscopiques tels que les métaux et les polymères. Il est constitué de fibres continues ou coupées d'un matériau résistant (le renfort) qui sont immergées dans une matrice dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible. Il existe différents types d'arrangements de fibres dans les composites. Le renfort confère au matériau composite ses propriétés mécaniques élevées, tandis que la matrice a pour rôle de transmettre aux fibres les sollicitations mécaniques extérieures et de protéger les fibres contre les agressions extérieures [4] [5].

## I.5.1 Matrice

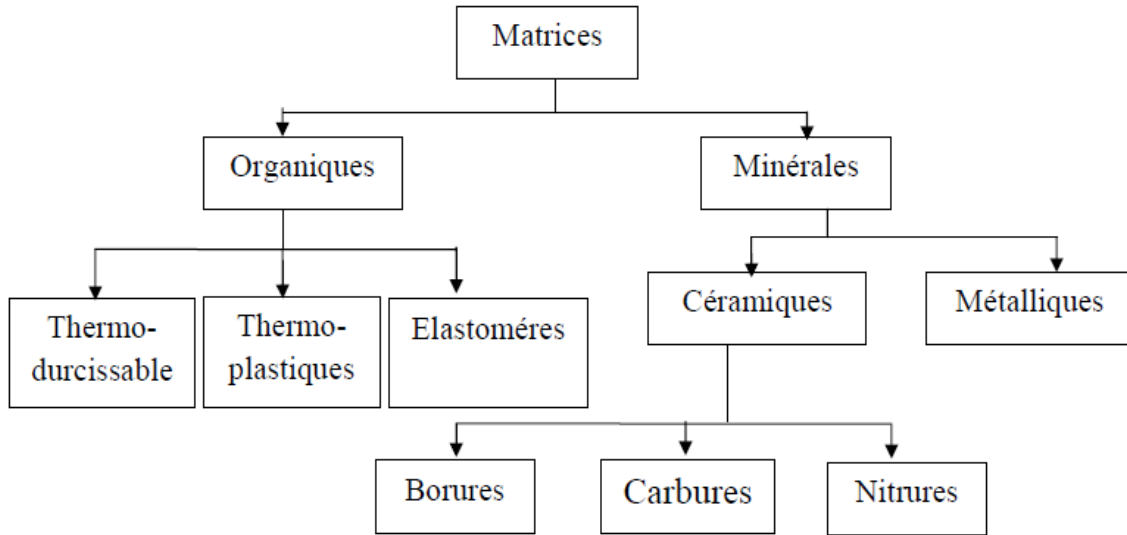
La matrice joue un rôle fondamental dans la constitution des matériaux composites. Il s'agit d'un matériau organique léger et facilement déformable qui remplit trois fonctions essentielles : la répartition de la charge mécanique sur tous les renforts, la cohésion des fibres pour une homogénéisation optimale de l'ensemble, et la protection des renforts contre les agressions externes telles que les chocs thermiques ou mécaniques. Il est important que la matrice possède une faible masse volumique pour que le composite conserve ses caractéristiques mécaniques élevées [6][7].

La matrice permet de lier les fibres du renfort fibreux entre elles, ainsi que de répartir les efforts (résistance à la compression ou à la flexion). Elle est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres, tout en les liant entre elles pour assurer la répartition de la contrainte, c'est-à-dire l'emballage. Les matrices doivent présenter une bonne compatibilité avec le renfort, et leur masse volumique doit être faible pour que les matériaux composites conservent des caractéristiques mécaniques spécifiques élevées [8].

Les résines polymères les plus couramment utilisées dans la fabrication de matériaux composites sont les résines thermodurcissables (TD) et les résines thermoplastiques (TP).

Ces deux types de polymères diffèrent par leur structure moléculaire et par leur comportement.

Il existe d'autres catégories de résines : les résines thermostables et les polymères thermoplastiques qui peuvent résister à des sollicitations thermiques continues de 200°C et même plus. Toutefois, l'usage de ces résines reste spécifique, ce qui limite leur fabrication. La Figure I.2 représente les différentes familles de matrices.



**Figure I.2.** Différentes familles de matrices [9].

## I.5.1.1 Les matrices thermodurcissables

Les polymères thermodurcissables ou thermodurcissables sont formés par un réseau tridimensionnel de macromolécules. Ils sont obtenus à partir de monomères polyfonctionnels par polycondensation ou polyaddition. Les monomères réagissent entre eux ou avec de petites molécules servant de liant pour former une structure réticulée stable. Cette structure ne peut pas être ramollie ou fusionnée par la chaleur ou les solvants après durcissement, d'où leur nom de polymères thermodurcissables. Les propriétés thermiques élevées et la résistance chimique des polymères thermodurcissables les rendent utiles dans de nombreuses applications industrielles [10].

Les polymères thermodurcissables durcissent de manière irréversible lors de leur synthèse. C'est pourquoi ils sont souvent utilisés comme matrices dans la production de matériaux composites. Les résines polyester, qui sont souvent associées à des fibres de verre, présentent une bonne résistance à la température et aux agents chimiques. Les résines époxy, quant à elles, possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques et chimiques. Les résines phénoliques ont une excellente résistance au feu. Ces différentes propriétés en font des matériaux composites largement utilisés dans diverses applications industrielles [11].

**Tableau I.2** Caractéristiques des résines thermodurcissables [12].

Résine	$\rho$	$\sigma_{traction}$ (GPa)	MOE (GPa)	$T_c$ (°C)
<b>Polyester</b>	1,2	50 - 65	3	<b>120</b>
<b>Phénol Formaldéhyde</b>	1,2	40 - 50	3	<b>120 - 150</b>
<b>Époxyde</b>	1,1 - 1,4	50 - 90	3	<b>120 - 200</b>
<b>Polyuréthane</b>	1,1 - 1,5	20 - 50	1	<b>100 - 120</b>
<b>Vinyl-ester</b>	<b>1,15</b>	<b>70 - 80</b>	<b>3,5</b>	<b>14</b>

### I.5.1.2 Les matrices thermoplastiques

Les thermoplastiques sont constitués de chaînes linéaires ou ramifiées qui sont maintenues ensemble par des liaisons faibles telles que les forces de van der Waals ou les liaisons hydrogène. Ces matériaux peuvent être chauffés pour être mis en forme et refroidis pour être fixés. Contrairement aux thermodurcissables, cette opération est réversible. Les thermoplastiques ont généralement des propriétés mécaniques plus faibles. Cependant, en incorporant des charges, leur tenue thermique et mécanique peut être améliorée, tout en maintenant une bonne stabilité dimensionnelle. Les thermoplastiques renforcés sont largement utilisés dans de nombreuses applications, notamment dans l'industrie automobile et aéronautique [13].

Les matrices thermoplastiques les plus courantes sont le polychlorure de vinyle (PVC) que l'on trouve dans les colles et adhésifs, le polyéthylène (PE) dont on se sert pour fabriquer les jouets, les bouteilles de shampoing ou les sacs de supermarchés, le polypropylène (PP) pour les boîtes alimentaires ou les revêtements de sols, le polystyrène (PS) qui intervient dans les meubles, emballage, électroménager, l'automobile, la construction les radios, les téléviseurs, jouets, Articles de maison et couverts jetables. Le tableau I.3 montre quelques caractéristiques des polymères thermoplastiques les plus utilisés [14].

**Tableau I.3** Caractéristiques de quelques thermoplastiques [15].

Polymère	$\rho$ ( $g\ cm^3$ )	$\sigma_{traction}$ ( $N\ mm^2$ )	MOE ( $N\ mm^2$ )	A (%)	$R_{(IZOD)}$ ( $Kj\ m^2$ )	$T_{fle}$ ( $^{\circ}C$ )
PVC	1,5	50	2400	10 - 50	-	60
PS	1,05	40	2800 - 3500	4	-	90
PEHD	0,95	30 - 35	1000	700 - 1000	5	77
PET	1,39	2,5	3400	90	3	80
PMMA	1,19	65	3300	4	15	95
PP	0,91	20 - 40	1100 - 1600	200 - 1000	-	100

## I.5.2 Renforts (fibres et tissus)

Le renfort a pour rôle de supporter l'essentiel de l'effort mécanique appliqué au matériau composite grâce à ses caractéristiques mécaniques élevées (modules et limite d'élasticité, résistance mécanique...) [16].

Il se présente sous forme fibreuse ou particulaire selon les utilisations. La recherche de renforts performants s'oriente dans le cas des renforts fibreux, à quelques exceptions près, vers les verres, carbone, etc., du fait de leurs hautes performances mécaniques et de la relative maîtrise quant à leur élaboration. D'autres fibres sont également commercialisées, mais restent peu utilisées du fait de leur mise en œuvre plus complexe et de leur coût plus élevé : fibres multibrins de carbure de silicium, d'alumine et de silice [17].

Les fibres de renforcements des matériaux composites proviennent de deux origines :

- Les fibres minérales : fibre de verre, de carbone, céramiques,
- Les fibres organiques.

## Chapitre I : Les Matériaux Composites

---

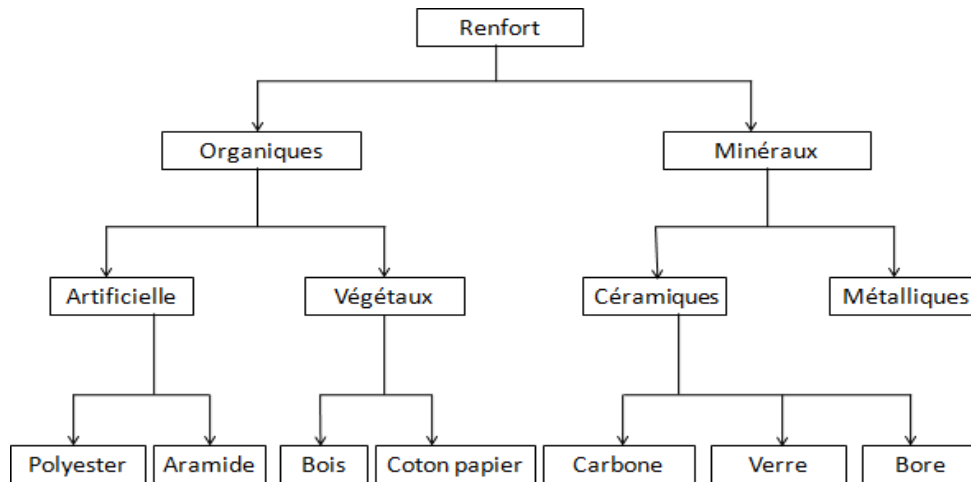
Les qualités importantes recherchées lors de l'introduction de fibres dans une matrice sont en premier lieu un module de Young élevé, une résistance à la rupture élevée et tous deux reliés à la légèreté du matériau.

Les renforts constituent une fraction volumique du matériau composite généralement comprise entre 0,3 à 0,7. Les structures composites sont anisotropes.

La plupart des renforts travaillent bien en traction, mais offrent de moins bonnes performances en compression et cisaillement. Il est donc impératif de jouer sur la texture et la géométrie des renforts pour créer une architecture adaptée [18]. Il existe différentes géométries et textures de renforts :

- Sous forme linéique (fils, mèches, etc.) ;
- Sous forme de tissu surfacique (tissus simples, mats, etc.) ;
- Sous forme multidirectionnelle (tresses, tissus complexes, etc.).

Les caractéristiques recherchées pour les renforts sont des propriétés mécaniques élevées, une faible masse volumique, une bonne compatibilité avec les résines et une facilité de mise en œuvre [17]. En fonction de leur utilisation, les renforts peuvent être d'origines diverses, comme indiqué sur la Figure I.3.



**Figure I.3.** Les différents types de renfort de base [17].

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 des pièces à réaliser ; elle permet de distinguer deux grandes familles.

### I.5.2.1 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).

### I.5.2.2 Renfort en fibres continus

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 élevé que ceux du même matériau massif, avec une augmentation de la longueur de 10000 fois, ou bien pour le même volume, la surface est multipliée par 100 dans le cas des fibres de verre [19].

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.

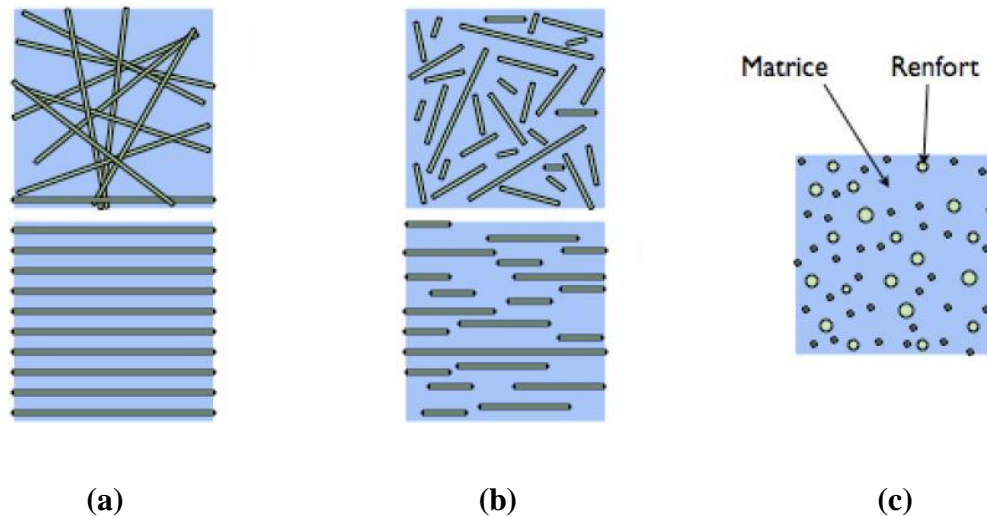
Pour créer une structure résistante adaptée aux contraintes mécaniques, il existe plusieurs architectures de renforts : unidirectionnelle (nappes ou roving), bidirectionnelle (tissus ou complexes 2D), tridimensionnelle (fibres orientées suivant trois directions).

## I.5.2.3 Géométrie des renforts

D'un point de vue géométrique, on peut distinguer trois grands types de renforts :

- Les fibres longues (longueur comparable aux dimensions de la pièce, Figure I. 4.a),
- Les fibres courtes (de longueur faible devant les dimensions de la pièce, Figure I. 4.b),
- Les particules, ou charges renforçantes (Figure I. 4.c).

Tous ces renforts sont inclus au sein d'une matrice qui répartit les efforts entre eux et les protège des agressions extérieures, comme indiqué ci-dessus. En outre, lorsque les renforts sont des fibres, celles-ci peuvent être soit orientées dans une direction précise, soit disposées aléatoirement.



**Figure I.4.** Les structures géométriques des composites, (a), fibres longues, (b) fibres courtes, (c) particules [20].

## I.5.2.4 Fibres de verres

Les fibres les plus employées sont les fibres de verre. Elles constituent le renfort essentiel des composites de grande diffusion. Elles sont obtenues à partir du sable (silice) et d'additifs (alumine, carbonate de chaux, magnésie, oxyde de bore).

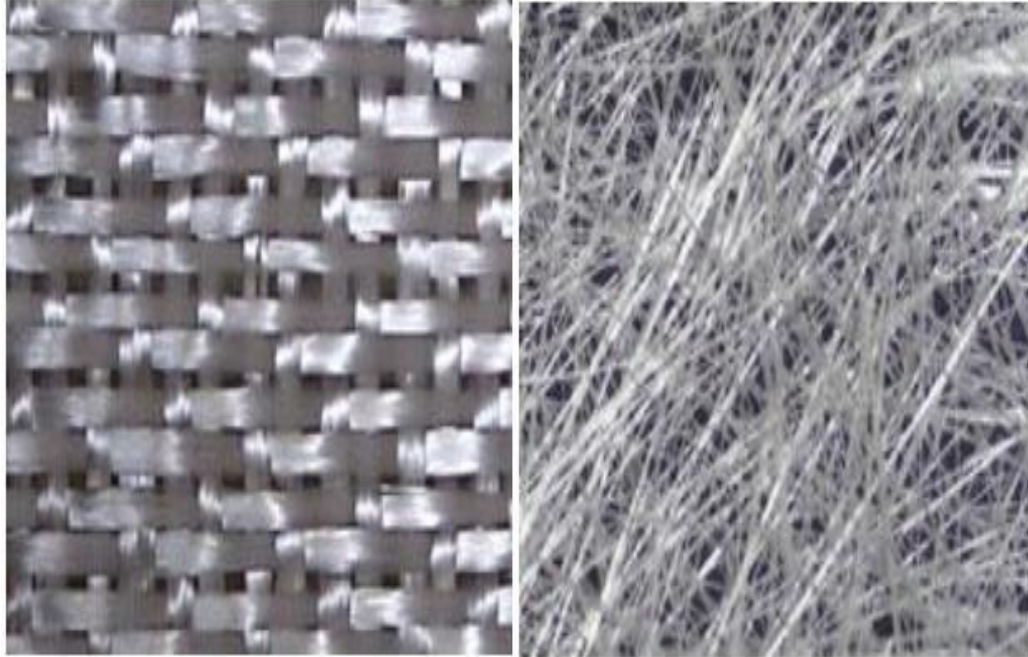
On distingue trois types de fibres de verre:

- ✓ E : pour les composites de grande diffusion et les applications courantes ;

## Chapitre I : Les Matériaux Composites

---

- ✓ R : pour les composites hautes performances ;
- ✓ D : pour la fabrication de circuits imprimés (propriétés diélectriques) [21].



**Figure I.5.** À gauche fibre de verre tissé et à droite fibre de verre mat [21].

# Chapitre I : Les Matériaux Composites

Le Tableau I.4. représente la composition chimique des différents types de fibres de verre.

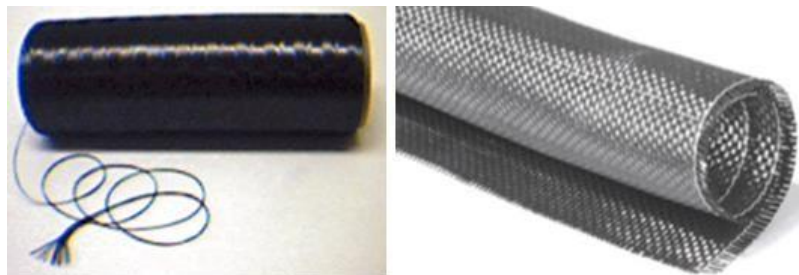
**Tableau I.4.** Composition chimique des différents types de fibres de verre [22].

Constituants		Composition en masse (%)		
		Verre E	Verre D	Verre R
Silice	SiO <sub>2</sub>	53-54	73-74	60
Alumine	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	14-15.5	/	25
Chaux	CaO	20-24	0.5-0.6	9
Magnésie	MgO			6
Oxyde de bore	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6.5-9	22-23	
Fluore	F	0-0.7		
Oxyde de fer	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<1	0.1-0.2	
Oxyde de titane	TiO <sub>2</sub>			
Oxyde de sodium	Na <sub>2</sub> O	<1	1.3	
Oxyde de potassium	K <sub>2</sub> O		1.5	

## I.5.2.5 Fibres de carbone

C'est la fibre la plus utilisée dans les applications hautes performances. Elle est obtenue par carbonisation de la fibre de PAN (Polyacrylonitrile). Selon la température de combustion, on distingue deux types de fibres :

- Fibres haute résistance (HR) : pour une combustion de 1000 à 1500 °C ;
- Fibres haut module (HM) : pour une température de combustion de 1800 à 2000 °C.



**Figure I.6.** Les fibres de carbone [22].

## **I.5.2.6 Fibres d'aramides**

Souvent appelée KEVLAR, la fibre d'aramide est issue de la chimie des polyamides aromatiques. Il est possible de trouver deux types de fibres d'aramide de rigidités différentes :

- Les fibres de bas module : utilisées pour les câbles et les gilets pare-balles [22].
- Les fibres de haut module : employées dans le renforcement pour les composites hautes performances [23].

## **I.5.2.7 Fibres Naturelles**

Les fibres naturelles sont des substances filamenteuses issues de végétaux et d'animaux, susceptibles d'être filées pour fabriquer des fils et des cordes. Elles sont tissées, tricotées ou tressées pour confectionner des textiles indispensables à la société. Les fibres végétales sont de plus en plus utilisées dans les matériaux composites (sisal, jute, kenaf...) qui représentent aujourd'hui quelques dizaines de milliers de tonnes [24].

Les fibres naturelles peuvent provenir de plusieurs sources, notamment les plantes, les animaux ou les minéraux. Cependant, dans plusieurs applications, il s'est avéré que les fibres naturelles végétales sont le renfort le plus utilisé [25].

## **I.6 Les propriétés des matériaux composites**

### **I.6.1 Résistance spécifique élevée**

Les composites offrent une résistance mécanique élevée par rapport à leur poids. Cette propriété est particulièrement avantageuse pour les applications où la légèreté et la résistance sont essentielles, comme dans l'aérospatiale ou l'automobile [26].

### **I.6.2 Résistance à la corrosion**

Certains composites, tels que les composites à base de fibres de carbone ou de verre et de résines époxy, sont intrinsèquement résistants à la corrosion, ce qui les rend appropriés pour des applications en milieu corrosif [26].

### **I.6.3 Rigidité élevée**

Les matériaux composites ont souvent une rigidité élevée, ce qui signifie qu'ils conservent leur forme et leur structure même sous des charges importantes. Cette propriété est

utile dans les applications où une stabilité dimensionnelle est nécessaire, comme dans la construction de bâtiments ou les pales d'éoliennes [27].

### **I.6.4 Résistance aux températures élevées**

Certains composites, comme les composites à matrice céramique ou à matrice polymère renforcée de fibres céramiques, peuvent résister à des températures extrêmement élevées, les rendant adaptés aux environnements à haute température, tels que les moteurs d'avions [27].

### **I.6.5 Faible conductivité thermique**

Certains composites présentent une faible conductivité thermique, ce qui les rend utiles pour l'isolation thermique ou pour des applications nécessitant une isolation thermique, comme les revêtements de protection contre la chaleur [27].

Il convient de noter que les propriétés des matériaux composites peuvent varier en fonction des matériaux constitutifs, des techniques de fabrication et des configurations spécifiques.

## **I.7 Les applications des matériaux composites**

Les matériaux composites sont utilisés dans de nombreuses applications en raison de leurs propriétés uniques.

### **I.7.1 Aérospatiale**

Les composites sont largement utilisés dans l'industrie aérospatiale pour la construction d'avions, d'hélicoptères et de satellites. Les composites à base de fibres de carbone offrent une résistance élevée et une légèreté, ce qui permet de réduire le poids des structures aéronautiques et d'améliorer l'efficacité énergétique [28].

### **I.7.2 Automobile**

Les matériaux composites sont utilisés dans l'industrie automobile pour réduire le poids des véhicules, améliorer la consommation de carburant et la performance. Ils sont utilisés dans la fabrication de carrosseries, de pare-chocs, de pièces structurelles et d'autres composants [29].

## **I.7.3 Construction**

Les composites sont utilisés dans la construction pour renforcer les structures en béton, tels que les ponts, les bâtiments et les routes. Les composites renforcés de fibres offrent une résistance élevée, une durabilité accrue et une meilleure résistance aux vibrations et aux séismes [30].

## **I.7.4 Énergie renouvelable**

Les matériaux composites sont utilisés dans les énergies renouvelables, notamment dans les pales d'éoliennes, les panneaux solaires et les systèmes de stockage d'énergie. Les composites offrent une combinaison de légèreté, de résistance et de durabilité nécessaires pour ces applications [31].

## **I.7.5 Sports et loisirs**

Les composites sont largement utilisés dans l'industrie des sports et des loisirs pour la fabrication de raquettes, de clubs de golf, de planches de surf, de vélos, d'équipements de protection, etc. Les composites offrent une performance améliorée grâce à leur légèreté, leur rigidité et leur résistance [32].

Ces exemples d'applications sont largement répandus, mais les matériaux composites sont utilisés dans de nombreux autres domaines tels que l'industrie pétrolière. Ils sont utilisés dans diverses applications de l'industrie pétrolière en raison de leurs caractéristiques spécifiques.

### **❖ Tuyauterie et canalisations**

Les composites à base de polymères renforcés de fibres sont utilisés pour fabriquer des tuyaux et des canalisations utilisés dans les installations pétrolières. Ces composites offrent une résistance à la corrosion, une résistance mécanique élevée et une légèreté, ce qui en fait une alternative attrayante aux matériaux traditionnels tels que l'acier [33].

### ❖ **Réservoirs de stockage**

Les matériaux composites, tels que les composites à base de résine époxy renforcée de fibres, sont utilisés pour construire des réservoirs de stockage de pétrole, de gaz ou de produits chimiques. Ces composites offrent une excellente résistance à la corrosion, une grande capacité de stockage et une durabilité à long terme [34].

### ❖ **Équipements offshore**

Les matériaux composites sont utilisés dans la fabrication d'équipements offshore tels que les plates-formes pétrolières et gazières, les flotteurs de bouées, les systèmes de gestion des câbles, etc. Les composites offrent une résistance élevée, une faible conductivité thermique et une résistance à la corrosion, ce qui les rend adaptés aux environnements marins hostiles [34].

### ❖ **Revêtements et protections**

Les composites sont utilisés pour les revêtements et les protections dans l'industrie pétrolière. Par exemple, les composites à base de polymères renforcés de fibres peuvent être utilisés comme revêtements anticorrosion pour protéger les structures métalliques contre les environnements agressifs [34].

### ❖ **Systèmes d'isolation thermique**

Les matériaux composites sont utilisés pour les systèmes d'isolation thermique dans l'industrie pétrolière. Les composites à base de fibres de verre ou de céramique offrent une faible conductivité thermique, ce qui permet d'isoler efficacement les équipements et les installations pétrolières à haute température [34].

# **Chapitre II**

## **Le Polystyrène**

### II.1 Historique

Le terme polymère est utilisé pour la première fois en 1832 par Jöns Jacob Berzelius. En 1835, le français Henri Victor Regnault prépare du chlorure de vinyle à partir du dichlore et d'éthylène. Il observe que ce produit en ampoule scellée, se transforme progressivement en une poudre blanche, non cristalline, qu'il n'identifie pas encore comme étant du PVC.

En 1863, un imprimeur américain John Wesley Hyatt et son frère, sont attirés par un concours doté de 10 000 dollars dont le but est de trouver une substance pour remplacer l'ivoire dans la fabrication des boules de billard. Après plusieurs années de tâtonnement, les frères Hyatt inventent le celluloid en 1870, matière plastique issue d'un mélange à chaud de nitrocellulose et de camphre, plastifiant de la nitrocellulose. En 1897, apparaît la corne artificielle ou galalithe, un mélange caséine - formol.

Le premier polymère entièrement synthétisé date de 1907 ; il est réalisé par Hendrick Baekeland. Cette résine urée-formol est baptisée bakélite. Elle bouleverse alors l'environnement domestique puisqu'on la rencontre dans la poignée de fer à repasser, les coques de téléphone. Puis apparaissent successivement en 1928, le plexiglas ou PMMA, une idée de l'allemand Otto Röhrner, en 1931 le PVC et le polystyrène (PS), en 1935 le polyéthylène (PE) et en 1937 le nylon.

Il faut attendre la fin de la seconde guerre mondiale pour que l'essor des matériaux polymères devienne considérable grâce aux travaux de Hermann Staudinger, le père de la chimie des macromolécules, de Carothers, puis de Ziegler et Natta.

Vers le milieu des années 1960, le PVC commence à remplacer le verre dans les emballages alimentaires. C'est également à cette époque que la pétrochimie prend la relève de la carbochimie dans la production des polymères.

En 1977, les professeurs Mac Diarmid, Heeger et Shira kawa découvrent qu'il est possible de moduler la conductivité électrique du poly acétylène moyennant l'introduction contrôlée de groupements donneurs ou accepteurs d'électrons, ce qui fait passer le polymère de l'état d'isolant à celui de conducteur [35].

Aujourd'hui les matériaux polymères se trouvent dans tous les domaines, où ils se substituent aux matériaux usuels des céramistes et des métallurgistes.

### II.2 Le polystyrène

Le polystyrène (PS en abrégé) est le polymère-(CH<sub>2</sub>-CH(Ph))<sub>n</sub>, obtenu par la polymérisation des monomères de styrène CH<sub>2</sub>=CH-Ph, le polystyrène est solide à 20°C et pâteux à 120°C, la fusion s'opérant entre 150°C et 170°C. Le polystyrène est généralement inflammable et combustible, la dégradation commençant dès 350°C et l'auto-inflammation vers 490°C. D'une densité réelle de 1,03 à 1,05, le polystyrène est soluble dans les hydrocarbures chlorés et aromatiques [36].



Figure II.1. Polystyrène sous sa forme commerciale [36].

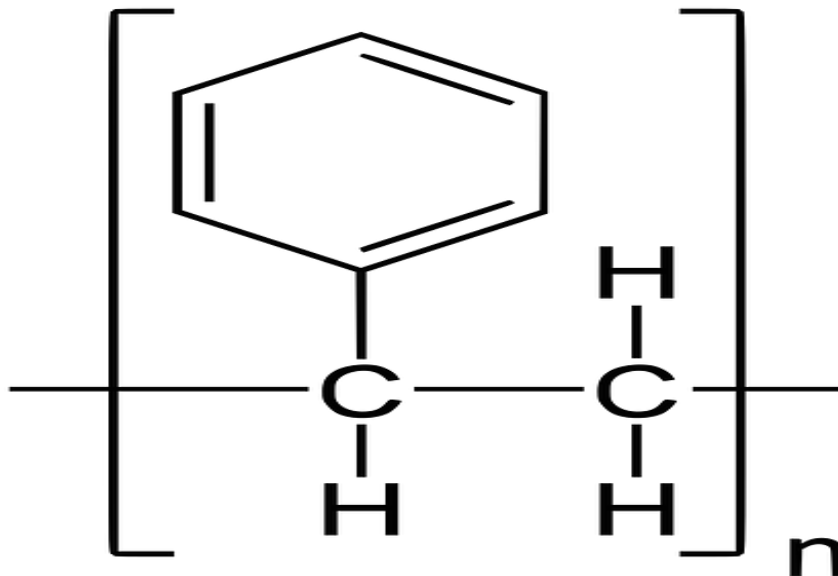


Figure II.2. Structure de polystyrène [37].

### II.3 Les types de polystyrène

Il existe différents types de polystyrène qui diffèrent par leur structure, leur composition ou leur méthode de production.

#### II.3.1 Polystyrène standard (cristal)

Ce PS est également appelé le polystyrène d'utilisation général (*General Purpose Polystyrène (GPPS)*) ou bien le polystyrène rigide (PSR). C'est un polymère amorphe, transparent, brillant, rigide, cassant et pouvant être coloré. Il est souvent appelé PS cristal à cause de son aspect transparent. C'est le premier PS obtenu suite à la polymérisation. Toutes les autres formes du PS sont obtenues par modification de celui-ci. Le PS cristal peut également être façonné par injection et des pièces moulées, comme des gobelets transparents ou des boîtiers de Digital Versatile Disc (DVD), sont obtenues. Dans ce cas, il porte le nom de PS injecté [36].



**Figure II.3.** Polystyrène cristal [36].

### II.3.2 Le polystyrène choc (SB)

Le polystyrène choc, également appelé *High Impact Polystyrene* (HIPS), est un mélange de polystyrène cristallin et d'un élastomère qui améliore sa résistance aux chocs. Il est utilisé pour les applications nécessitant une résistance accrue aux impacts, telles que les pièces d'automobile, les jouets, etc [36].



Figure II.4. Polystyrène choc [36].

### II.3.3 Polystyrène expansé

**Terminologie :** on utilisera les abréviations :

- **PSE :** (polystyrène expansé) pour les mousses de polystyrène en général.
- **PSE-M :** (polystyrène expansé moulé) pour celles obtenues par le procédé d'expansion-moulage à partir de perles de polystyrène expansible.
- **PSE-E :** (polystyrène expansé extrudé) pour celles [36].

## II.4 Les modes des synthèses

### II.4.1 Polymérisation radicalaire

La polymérisation radicalaire du polystyrène est un processus de synthèse du polystyrène par le biais de réactions chimiques radicalaires.

Elle est un processus de synthèse qui se déroule en plusieurs étapes : initiation, propagation et terminaison.

# Chapitre II : Le Polystyrène

## 1. Initiation

Le processus débute par l'ajout d'un initiateur radicalaire, tel que le peroxyde de benzoyle ( $C_6H_5COO-OO-C_6H_5$ ), qui se divise en radicaux libres lors d'une activation thermique ou par exposition à une source d'énergie, telle que la chaleur ou la lumière UV. Ces radicaux initient la réaction de polymérisation.

## 2. Propagation

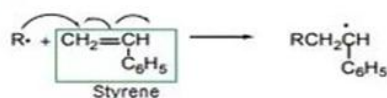
Les radicaux libres initiaux réagissent avec le monomère de styrène ( $C_6H_5CH=CH_2$ ), provoquant la rupture de la double liaison du styrène et formant un nouveau radical sur le monomère. Ce radical réagit ensuite avec un autre monomère de styrène, créant ainsi une chaîne polymère en croissance. Ce processus de réaction se répète de manière répétée, allongeant la chaîne polymère.

## 3. Terminaison

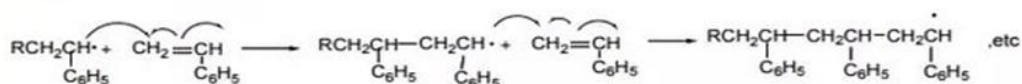
La réaction de polymérisation se termine lorsque les radicaux libres sont consommés ou lorsque deux radicaux se combinent pour former une molécule non réactive. Cela conduit à la formation de chaînes polymères de différentes longueurs [38].

Polymerization of styrene:

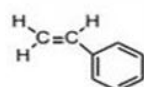
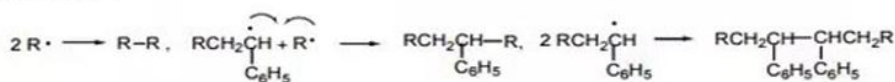
Initiation:



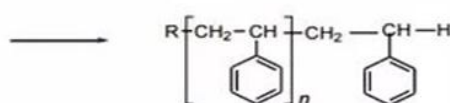
Propagation:



Termination:



Styrene  
MW 104.15  
bp 145-146°C



Polystyrene  
MW 300,000-25,000,000

**Figure II.5.** La polymérisation radicalaire du polystyrène [38].

La polymérisation radicalaire du polystyrène est un processus relativement simple et économique, ce qui en fait l'une des méthodes les plus couramment utilisées pour la production de polystyrène à grande échelle.

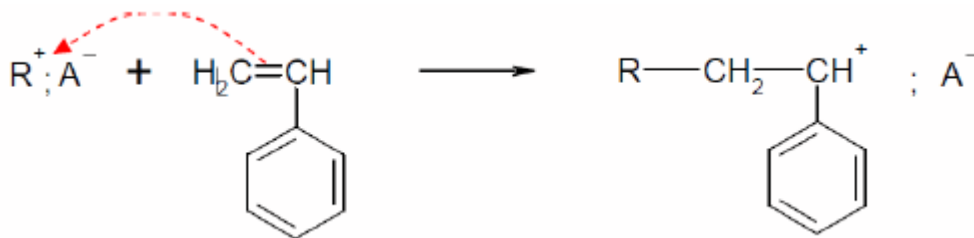
### II.4.2 Polymérisation cationique

La polymérisation cationique du polystyrène est un autre type de polymérisation utilisé pour la synthèse du polystyrène.

La polymérisation cationique du polystyrène implique l'utilisation de catalyseurs cationiques pour initier la réaction de polymérisation. Voici les étapes principales de ce processus :

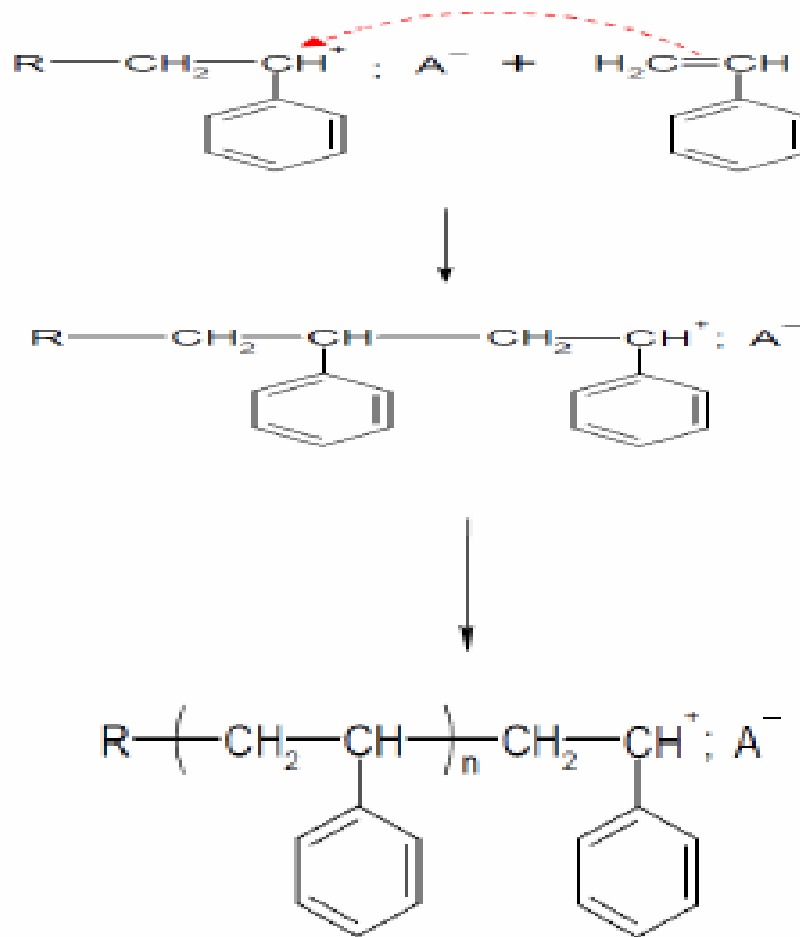
#### 1. Initiation

L'initiation de la polymérisation cationique du polystyrène se fait généralement à l'aide de catalyseurs cationiques tels que les sels d'alkyle de métaux divalents (par exemple, les sels d'alkyle d'aluminium). Ces catalyseurs génèrent des cations actifs capables de réagir avec le monomère de styrène.



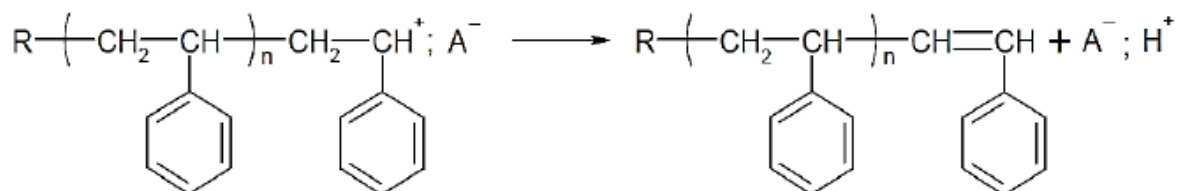
#### 2. Propagation

Le cation actif réagit avec le monomère de styrène, provoquant l'ouverture de la double liaison du styrène et la formation d'un carbocation. Ce carbocation réagit ensuite avec d'autres monomères de styrène, créant ainsi une chaîne polymère en croissance.



### 3. Terminaison

La réaction de polymérisation cationique se termine lorsque le cation actif est consommé ou lorsqu'il réagit avec une espèce non réactive, telle qu'un anion, pour former une molécule non réactive [39].



Il est important de noter que la polymérisation cationique du polystyrène est moins courante que la polymérisation radicalaire et peut être plus complexe en raison de la sensibilité des cations actifs aux impuretés et aux inhibiteurs.

### II.4.3 Polymérisation anionique

La polymérisation anionique du polystyrène implique l'utilisation de réactifs anioniques, tels que les initiants à base d'organolithiens ou d'organomagnésiens, pour initier la réaction de polymérisation. Voici les étapes principales de ce processus :

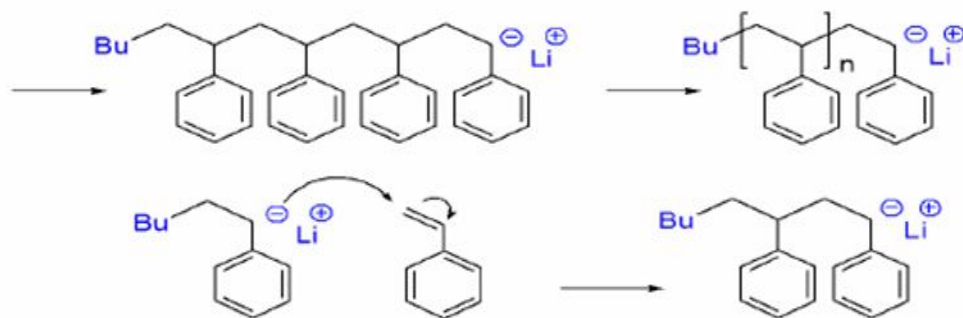
#### 1. Initiation

L'initiation de la polymérisation anionique du polystyrène se fait généralement en utilisant des réactifs anioniques forts tels que le butyllithium (BuLi) ou le phényllithium (PhLi). Ces réactifs anioniques réagissent avec le monomère de styrène pour générer un anion actif.



#### 2. Propagation

L'anion actif réagit avec le monomère de styrène, provoquant l'ouverture de la double liaison du styrène et la formation d'un nouveau carbanion. Ce carbanion réagit ensuite avec d'autres monomères de styrène, créant ainsi une chaîne polymère en croissance.

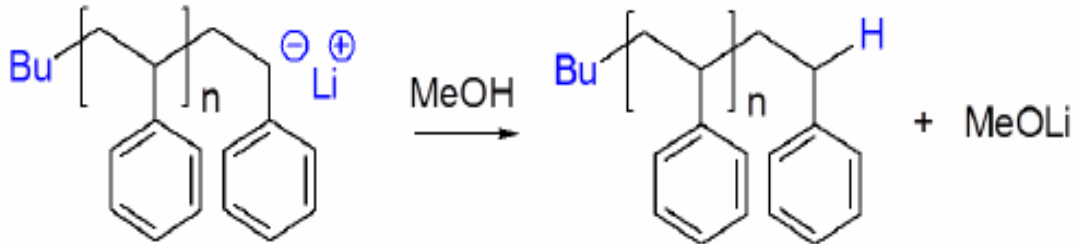


#### 3. Terminaison

La réaction de polymérisation anionique se termine lorsque l'anion actif est consommé ou lorsqu'il réagit avec une espèce non réactive, telle qu'un proton ou un solvant, pour former une molécule non réactive.

Il convient de noter que la polymérisation anionique du polystyrène nécessite des conditions spécifiques, notamment l'utilisation de réactifs anioniques forts et de solvants

appropriés. Elle est moins courante que la polymérisation radicalaire, mais elle offre un meilleur contrôle de la structure du polymère et une plus grande pureté [39].



### II.5 Propriétés du polystyrène

#### II.5.1 Propriétés mécaniques

##### ✚ Rigidité

Le polystyrène présente une bonne rigidité, ce qui en fait un matériau approprié pour de nombreuses applications structurelles.

##### ✚ Faible résistance aux chocs

Le polystyrène cristallin a une faible résistance aux chocs, ce qui signifie qu'il peut se casser ou se fissurer facilement lorsqu'il est soumis à des contraintes mécaniques élevées.

#### II.5.2 Propriétés physiques

##### ✚ Légèreté

Le polystyrène a une faible densité, ce qui le rend léger et facile à manipuler.

##### ✚ Isolation thermique

Le polystyrène, en particulier sous forme de polystyrène expansé (EPS) ou de polystyrène extrudé (XPS), offre d'excellentes propriétés d'isolation thermique, ce qui le rend utile pour l'isolation des bâtiments, des réfrigérateurs et des emballages thermiques.

#### II.5.3 Propriétés chimiques

##### ✚ Résistance chimique

Le polystyrène présente une bonne résistance à de nombreux produits chimiques courants, ce qui en fait un choix approprié pour les applications chimiques.

### Sensibilité aux solvants organiques

Le polystyrène est sensible aux solvants organiques tels que l'acétone, qui peuvent provoquer une dégradation ou une déformation du matériau.

### II.5.4 Diverses autres propriétés

#### Transparence

Le polystyrène cristallin est transparent, ce qui le rend adapté à des applications telles que les emballages, les vitrines et les produits jetables.

#### Faible coût

Le polystyrène est généralement peu coûteux à produire, ce qui en fait un matériau économique pour de nombreuses applications.

#### Traitement facile

Le polystyrène peut être facilement moulé, extrudé, coupé et façonné, ce qui permet une grande variété de méthodes de transformation [40].

## II.6 les applications du polystyrène

Le polystyrène est un matériau polymère léger et rigide qui est utilisé dans de nombreuses applications [41].

### 1. Emballage

Le polystyrène expansé (PSE), également connu sous le nom de "Styrofoam", est largement utilisé comme matériau d'emballage pour protéger les produits fragiles. Il est utilisé dans les emballages de produits électroniques, les boîtes de transport, les plateaux d'aliments à emporter, etc. Le PSE est apprécié pour ses propriétés d'isolation thermique et de protection contre les chocs.

### 2. Isolation thermique

Le PSE est un excellent isolant thermique. Il est utilisé dans l'isolation des bâtiments, les panneaux isolants, les revêtements extérieurs, les toitures, les murs et les sols. Il aide à réduire les pertes de chaleur ou de froid, ce qui contribue à une meilleure efficacité énergétique.

### **3. Industrie du bâtiment**

Le polystyrène extrudé (XPS) est utilisé dans la construction pour fabriquer des panneaux isolants, des dalles de toiture, des sols isolants et des revêtements extérieurs. Il est léger, résistant à l'humidité et offre une bonne isolation thermique.

### **4. Vaisselle jetable**

Les produits en polystyrène sont souvent utilisés comme vaisselle jetable, tels que les gobelets, les assiettes, les bols et les plateaux. Cependant, en raison de problèmes environnementaux liés à sa dégradation lente, il est de plus en plus remplacé par des alternatives plus durables.

### **5. Industrie de l'emballage**

Le polystyrène est également utilisé dans l'industrie de l'emballage pour fabriquer des boîtiers de protection, des moules, des présentoirs et des pièces d'emballage sur mesure.

### **6. Secteur médical**

Le polystyrène est utilisé dans certains dispositifs médicaux et équipements, tels que les plaques de Petri pour la culture de cellules, les boîtes de transport pour le transport d'échantillons, les tubes à essai, etc.

### **7. Maquettes et modèles**

Le polystyrène est un matériau populaire pour la construction de maquettes, de modèles réduits d'avions, de voitures, de bateaux, etc. Il peut être facilement coupé, façonné et collé pour créer des structures détaillées.

**Chapitre III**  
**Les renforts**  
**végétales**

### III.1 Les fibres naturelles

Ces dernières années, les fibres naturelles ont suscité un intérêt croissant de la part des scientifiques et des ingénieurs en raison des avantages qu'elles offrent par rapport aux fibres de renforcement traditionnelles telles que les fibres de verre. Ainsi, le développement de composites utilisant des fibres naturelles est devenu un sujet d'intérêt majeur au cours de la dernière décennie.

Les fibres naturelles se répartissent en deux catégories principales : celles d'origine animale, telles que la laine et la soie, et celles d'origine végétale, comme le coton, le lin, le chanvre, le jute, le sisal, le kénaf, la fibre de coco et le bois. Parmi ces fibres, celles d'origine végétale, en particulier le bois, le lin et le chanvre, sont les plus couramment utilisées pour le renforcement des plastiques. Il est important de noter que le chanvre et le lin sont des plantes annuelles, tandis que le bois ne l'est pas.

Ces fibres naturelles présentent plusieurs avantages : elles sont économiques, légères et possèdent des propriétés spécifiques. Par exemple, elles sont biodégradables, ce qui les rend plus respectueuses de l'environnement, et elles ne sont pas abrasives [42].

#### III.1.1 Les fibres végétales

Les fibres végétales sont obtenues à partir de la biomasse et peuvent être extraites du fruit, de la tige ou de la feuille des plantes. Elles se composent principalement de cellulose, d'hémicelluloses, de lignine et de pectines. Ces fibres sont largement utilisées en raison de leurs nombreux avantages, tels que leur faible densité, leur capacité à isoler thermiquement, leurs propriétés mécaniques et, surtout, leur biodégradabilité et leurs atouts écologiques [43].

#### III.1.2 Les fibres animales

La petite part du marché que tiennent ces fibres (à peine 2%) sur l'ensemble des fibres textiles utilisées dans le monde d'un point de vue tonnage ne reflète pas la proportion économique plus importante [44]. La fibre la plus importante et la plus utilisée est la fibre de laine connue pour ses qualités de bon isolant thermique, son pouvoir absorbant élevé (16-18%) et son élasticité importante (45%) [45]. Les fibres animales sont classées selon leur provenance, on note essentiellement : Poils : la laine (obtenue par la tonte de moutons), alpaga, angora, chameau, cachemire,... Sécrétions : soie (Bombyx

Mori), soie sauvage, fils d'araignée Ces fibres sont produites avec des faibles quantités et leurs prix sont relativement chers.



**Figure III.1.** Illustrations de quelques fibres animales, de gauche à droite: cocon de soie, fibres d'Angora [45].

### III.1.3 Les fibres minérales

En effet, l'amiante est la seule fibre minérale naturelle. Il a suscité l'intérêt de l'industrie en raison de sa résistance à la chaleur, au feu, aux agressions électriques et chimiques, ainsi que de son pouvoir absorbant. Par conséquent, il a été largement utilisé dans diverses applications telles que les patins de freins, les garnitures de chaudières ou de fours électriques, ainsi que dans certaines installations électriques, comme les plaques chauffantes. Cependant, en raison des risques cancérigènes qu'il présente pour la santé, l'utilisation de l'amiante a été progressivement interdite. Les particules d'amiante, lorsqu'elles sont inhalées, peuvent causer des maladies graves, notamment des cancers du poumon et de la plèvre. Par conséquent, de strictes réglementations ont été mises en place pour limiter ou éliminer l'utilisation de l'amiante dans de nombreux pays [46].

## III.2 Classification des fibres végétales

Il existe plusieurs critères de différenciation des fibres:

- Suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (Kénaf, jute, lin, ramie), et de feuilles (Sisal, abace, paille de graminée) [47].
- Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigide provenant de matériels ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois) et les fibres non ligneuses (douces,

## Chapitre III : Les renforts végétales

souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riche en lignine tels que le kénaf, le chanvre, le sisal, le jute et le lin )

• Suivant leur longueur, les fibres végétales peuvent être groupées en deux catégories : fibres longues, dites libérienne, provenant des tiges et d'écorce de tiges de plantes annuelles. Elles sont douces, tandis que les fibres longues issues de feuilles ou de troncs d'arbre sont plus dures et plus rigides à cause de leur richesse en lignine ; et fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues [47].

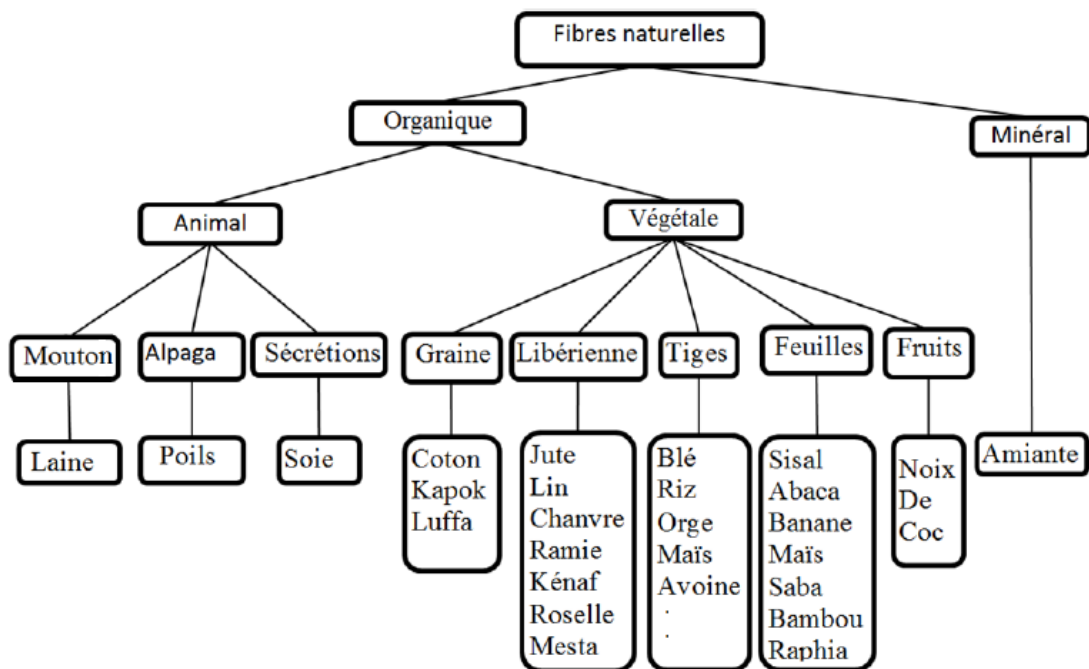


Figure III.2. Classification des fibres naturelles [47].

### III.3 Structure d'une fibre végétale

La fibre végétale peut être considérée comme un matériau composite, dans lequel le renforcement est assuré par les fibrilles de cellulose entourées d'une matrice composée d'hémicellulose et de lignine. Ces fibrilles sont organisées en une structure en hélice et forment un angle par rapport à l'axe de la fibre, connu sous le nom "d'angle microfibrillaire" [48].

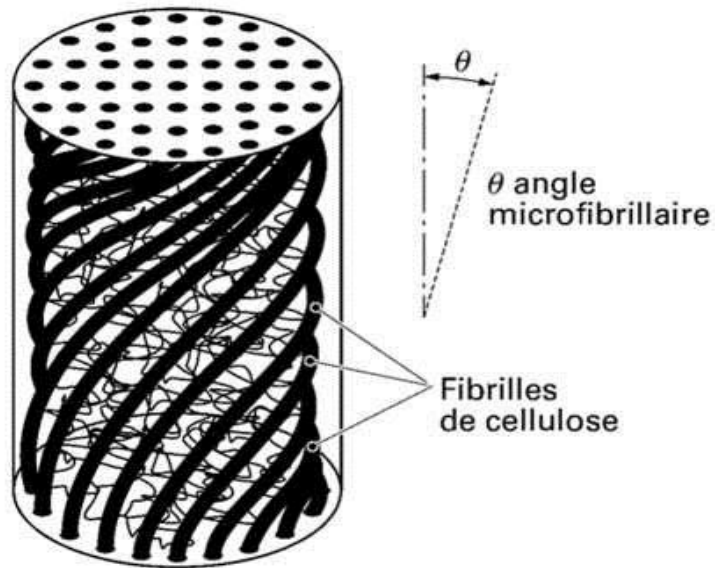


Figure III.3. Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale [48].

La structure détaillée de la fibre végétale est donnée dans la Figure III.4.

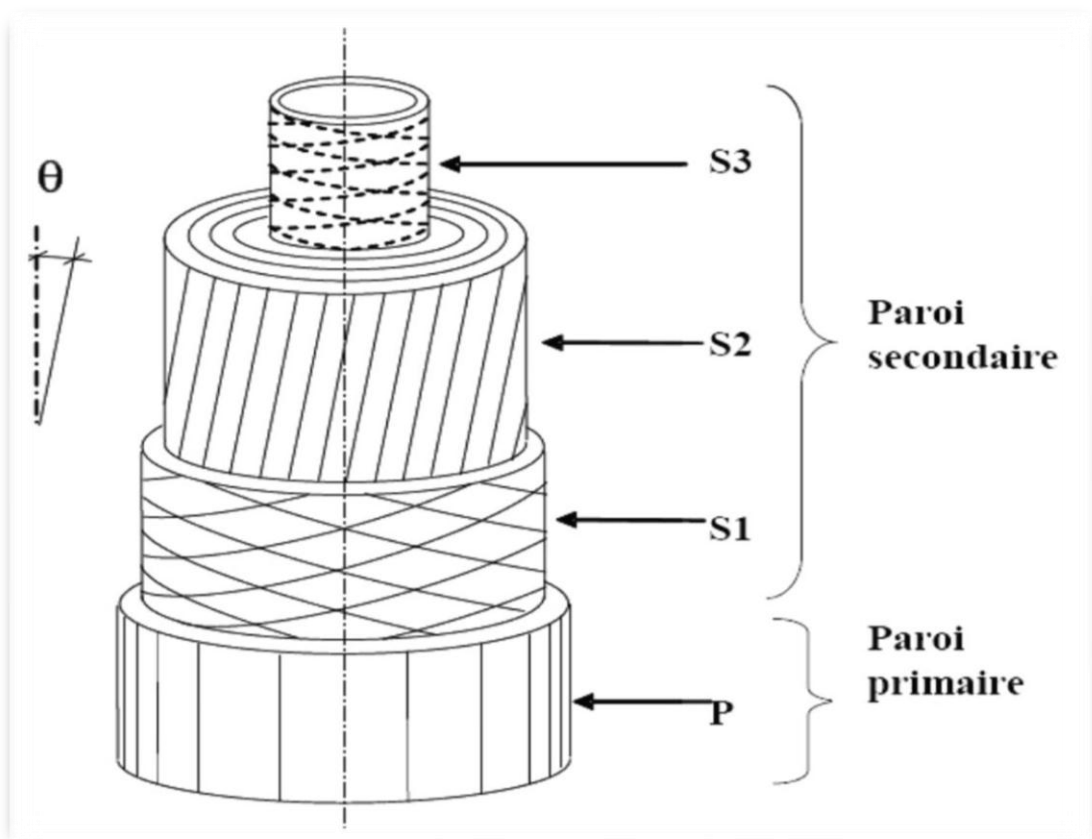


Figure III.4. Structure détaillée d'une fibre végétale [48].

## Chapitre III : Les renforts végétales

---

La lamelle moyenne fait référence à la couche intercellulaire des fibres végétales. Elle agit comme un ciment composé de pectine, ce qui lui confère un caractère hydrophile et poly-anionique. Son épaisseur varie généralement entre 0,5 et 1,5  $\mu\text{m}$ .

La paroi primaire, quant à elle, constitue la couche externe de la cellule végétale. Elle présente une épaisseur allant de 1 à 3  $\mu\text{m}$  et contient de l'eau (environ 90 %), de la cellulose (environ 80 %), de l'hémicellulose, de la lignine (parfois présente), des composés extractibles et des substances pectiques. Les microfibrilles de cellulose s'entremêlent pour former un réseau poreux dans cette paroi. La paroi primaire est en continuité avec la lamelle moyenne et possède une grande élasticité .

La paroi secondaire des fibres végétales est rigide et inextensible en raison de l'absence de pectines et de la présence d'une structure fibrillaire très compacte due à la haute cristallinité de la cellulose. Elle est riche en lignine, en cutine et en subérine, mais elle contient peu d'eau (< 20 %). Cette paroi est composée de trois sous-couches distinctes:

- La couche S1 : Elle est constituée de microfibrilles entrecroisées formant un angle de  $60^\circ$  à  $80^\circ$  par rapport à l'axe de la cellule. Son épaisseur est généralement comprise entre 0,1 et 0,35  $\mu\text{m}$ .
- La couche S2 : C'est la partie la plus volumineuse de la paroi secondaire. Les microfibrilles sont enroulées en forme d'hélice, formant un angle de  $5^\circ$  à  $50^\circ$  par rapport à l'axe de la cellule. Son épaisseur varie entre 1 et 10  $\mu\text{m}$  et représente de 15 % à 85 % de l'épaisseur totale de la paroi.
- La couche S3 : Elle présente une épaisseur comprise entre 0,5 et 1,1  $\mu\text{m}$ . Dans cette couche, les microfibrilles sont orientées selon un angle variant entre  $60^\circ$  et  $90^\circ$  par rapport à l'axe de la cellule.

Ces sous-couches confèrent à la paroi secondaire une structure solide et résistante, adaptée aux fonctions de soutien et de protection des cellules végétales [49].

### III.3.1 Composition chimique des fibres végétales

La biomasse végétale est composée de plusieurs macromolécules qui sont étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale. On distingue principalement quatre composés : la cellulose, les hémicelluloses, les pectines et la lignine.

Les proportions de ces constituants varient considérablement selon les types de fibres végétales et les spécificités des plantes. Cependant, la cellulose est généralement l'élément constitutif prédominant dans la composition de la paroi végétale.

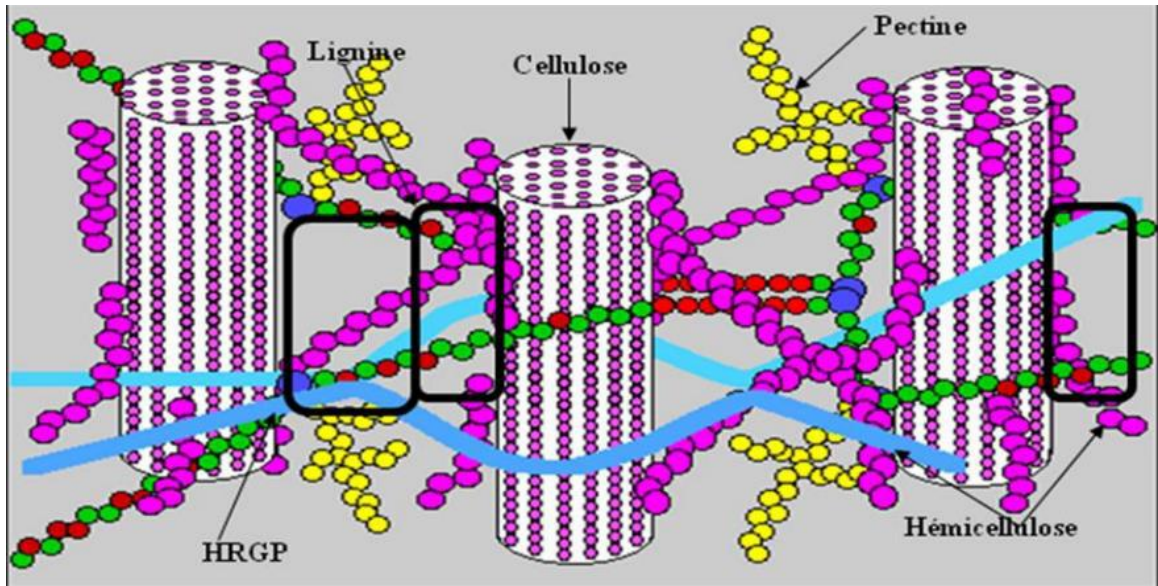


Figure III.5. Représentation schématique d'une fibre de bois [48].

### III.3.1.1 Cellulose

La cellulose est la molécule organique la plus abondante que l'on trouve dans la nature. Elle constitue le principal composé de structure des cellules végétales. La proportion en cellulose dans les fibres détermine en grande partie les propriétés, le coût de leurs production, et les choix d'application de ces dernières [48].

Elle est composée des unités de D-anhydrocopyranos reliées entre elle par des liaisons  $\beta$  1-4. L'unité répétitive est le Cellobiose (deux glucoses réunis). Ces unités élémentaires s'associent par paquet pour former les micro fibrilles [50].

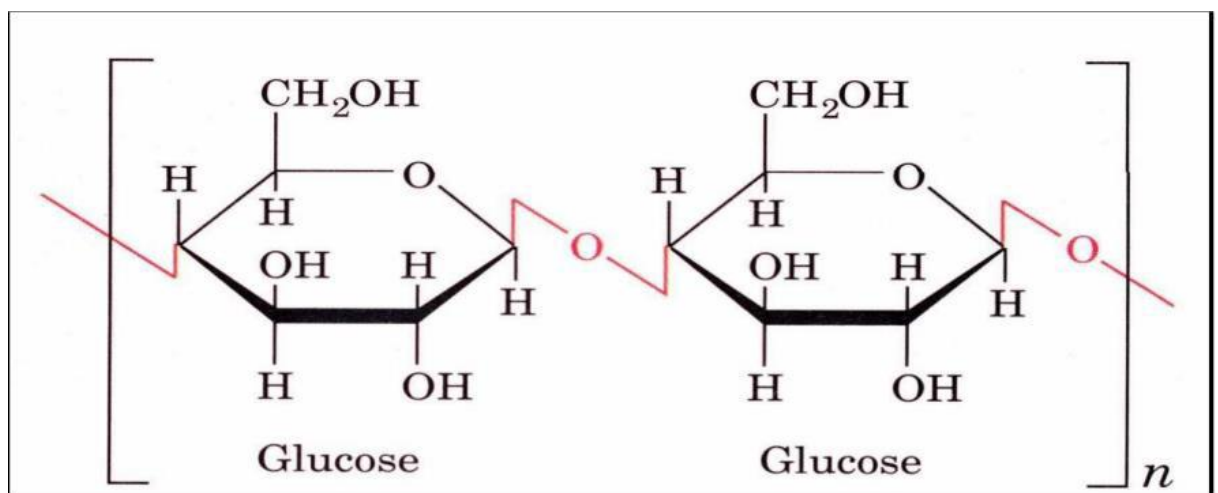


Figure III.6. Représentation de la chaîne de cellulose [50].

n : degré de polymérisation.

### III.3.1.2 Hémicelluloses

L'hémicellulose est un terme utilisé pour désigner tout polysaccharide soluble dans l'eau et pouvant être extrait de la paroi des cellules végétales à l'aide de solutions acides. Les hémicelluloses forment une classe de polymères très diversifiés, avec de nombreux types de monomères et de nombreux branchements différents. En raison de cette diversité, leur structure est assez mal définie. Dans leur état naturel, leur structure dépend de l'espèce végétale à partir de laquelle elles sont extraites. Les hémicelluloses ont un degré de polymérisation compris généralement entre 200 et 300, ce qui signifie qu'elles sont composées de 200 à 300 monomères reliés entre eux [51].

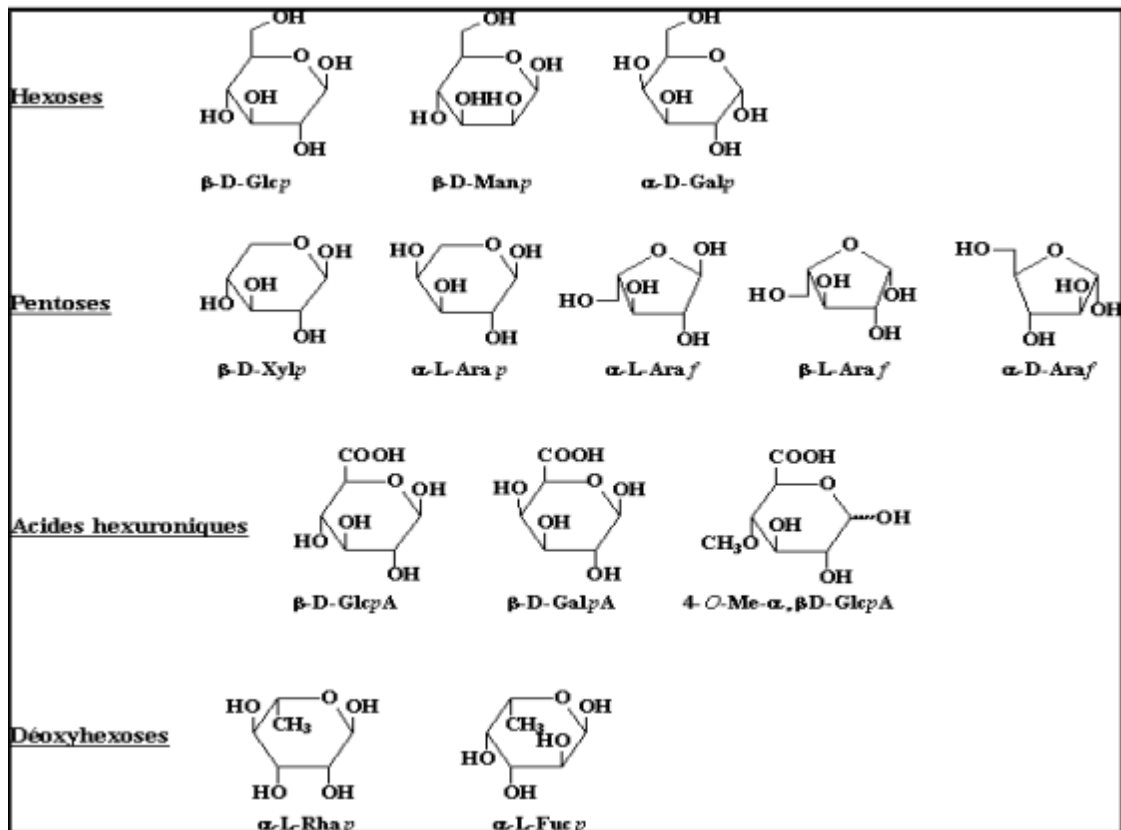


Figure III.7. Principaux glucides constituant les hémicelluloses [48].

### III.3.1.3 Lignine

Les lignines sont des polymères d'hydrocarbures complexes avec des constituants à la fois aliphatiques et aromatiques.

La lignine joue un rôle essentiel dans la rigidité structurale des parois cellulaires des plantes, et elle contribue également à la protection contre les organismes pathogènes.

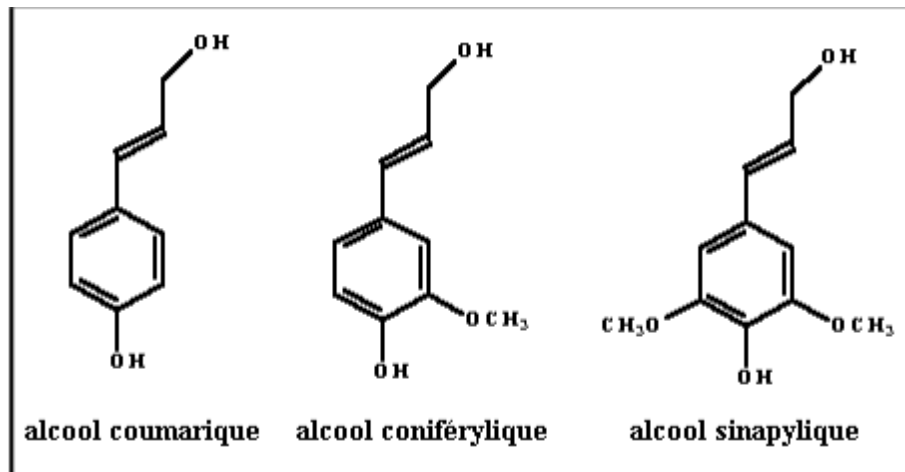
## Chapitre III : Les renforts végétales

Cependant, ses propriétés mécaniques sont généralement inférieures à celles de la cellulose. La lignine est un composé totalement amorphe et hydrophobe, ce qui signifie qu'elle n'a pas de structure cristalline et qu'elle repousse l'eau.

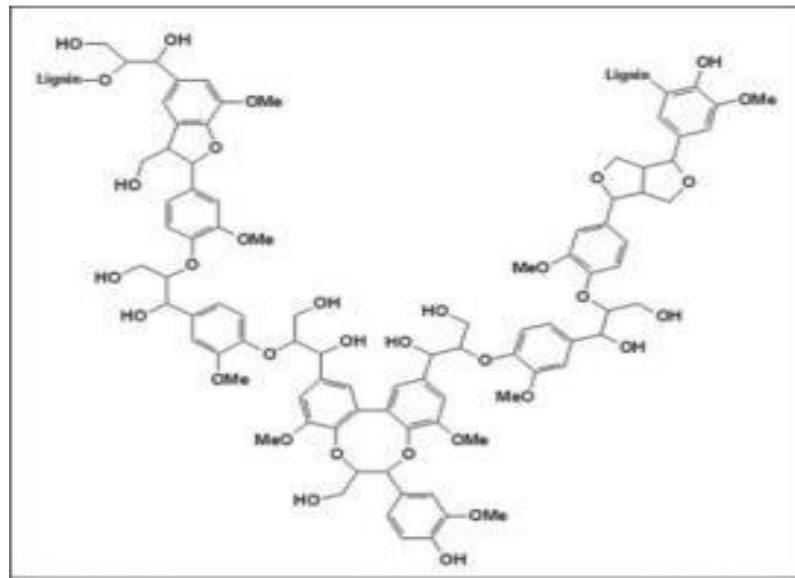
La lignine confère à la plante sa rigidité caractéristique. Elle est considérée comme un polymère thermoplastique, ce qui signifie qu'elle se ramollit lorsqu'elle est chauffée. La lignine présente une température de transition vitreuse d'environ 90°C et une température de fusion d'environ 170°C.

La lignine n'est pas hydrolysée par les acides, mais elle est soluble dans l'alcali chaud, ce qui permet de l'extraire lors de certains procédés de traitement de la biomasse. Elle a également la capacité de s'oxyder facilement et peut être condensée avec des composés phénoliques.

En résumé, la lignine joue un rôle crucial dans la structure des plantes, fournissant rigidité et résistance mécanique. Elle est amorphe, hydrophobe et présente des propriétés thermoplastiques [52][53].



**Figure III.8.** Formule chimique des alcools précurseurs des lignines [54].



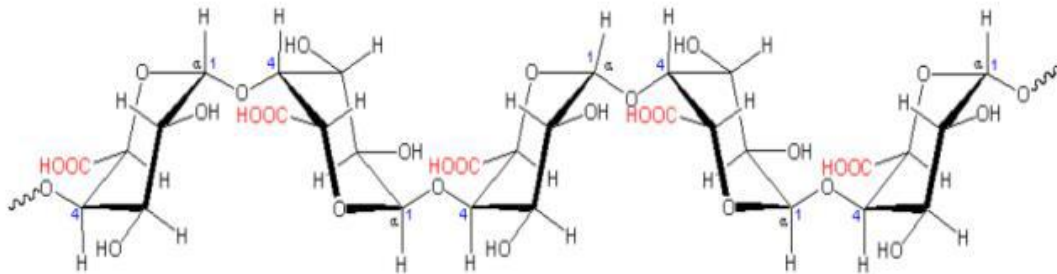
**Figure III.9.** Représentation schématique de structure de la lignine [54].

### III.3.1.4 Les pectines

Les pectines sont des polysaccharides composés principalement d'acide  $\alpha$ -D-galacturonique et de faibles quantités d' $\alpha$ -L-rhamnose, avec des ramifications plus ou moins présentes. Selon le modèle généralement accepté, les pectines sont constituées d'une combinaison de deux structures principales : une chaîne principale homogalacturonique (HG), également appelée "zone lisse", et une chaîne rhamnogalacturonique (RG), également appelée "zone hérissée". La chaîne principale homogalacturonique (HG) est composée d'acide  $\alpha$ -D-galacturonique et est relativement linéaire. Elle forme une structure lisse et régulière. La chaîne rhamnogalacturonique (RG) est une chaîne latérale ramifiée, constituée d'acide  $\alpha$ -D-galacturonique et d' $\alpha$ -L-rhamnose. Cette chaîne présente des ramifications qui peuvent varier en termes de longueur et de position. Ainsi, les pectines sont généralement décrites comme un assemblage de ces deux structures principales, où la chaîne principale homogalacturonique (HG) forme une zone lisse et la chaîne rhamnogalacturonique (RG) forme une zone hérissée. Cette combinaison de structures confère aux pectines leurs propriétés particulières et leur fonction dans la cohésion des cellules végétales [55][56].

La pectine contient environ 55-75% d'acide galacturonique méthyl-estérifié. Elle est dite « Hautement Méthylée » lorsqu'elle renferme plus de 50% d'esters sur ses groupements carboxyliques, et « Faiblement Méthylée » quand les esters sont moins de

50%. Le degré d'estérification (DE), défini comme le pourcentage d'acides galacturoniques méthylestérifiés, est une caractéristique importante de la pectine étant donné que c'est ce paramètre qui définit ses propriétés fonctionnelles [57].



**Figure III.10.** Représentation de la molécule de pectine [57].

### III.3.2 Propriétés des fibres végétales

La densité, la résistivité électrique, la force de traction, le module de Young, la reprise d'humidité et le degré de cristallinité dépendent de la composition chimique et de la structure interne de la fibre. En général, on admet que les fibres ayant une forte teneur en cellulose, un haut degré de polymérisation de la cellulose et un faible angle micro fibrillaire sont des fibres qui possèdent les meilleures propriétés mécaniques.

Les fibres qui se caractérisent par une forte teneur en lignine, un faible rapport L/D et un angle micro fibrillaire important présentent des valeurs faibles en traction et en module de Young, mais elles sont plus extensibles. Outre la composition chimique et la structure, les défauts survenant dans la vie des plantes influencent également les propriétés mécaniques des fibres. On distingue deux modes de rupture en traction : une rupture intercellulaire et une rupture intracellulaire [58].

## Chapitre III : Les renforts végétales

**Tableau III.1.** Propriétés physiques de différentes fibres végétales [58].

<b>Propriétés</b>	<b>Force de traction (MPa)</b>	<b>Module de Young (GPa)</b>	<b>Allongement à la rupture (%)</b>
<b>Abaca</b>	12	41	3,4
<b>Banane</b>	529-914	27-32	1-3
<b>Ananas</b>	413-1627	60-82	0-1,6
<b>Sisal</b>	80-840	9-22	2-14
<b>Bambou</b>	575	27	-
<b>Lin</b>	500-900	50-70	1,3-3,3
<b>Chanvre</b>	310-750	30-60	2-4
<b>Jute</b>	200-450	20-55	2-3
<b>Kénaf</b>	295-1191	22-60	-
<b>Ramie</b>	915	23	3,7
<b>Coco</b>	106-175	6	15-40
<b>Coton</b>	300-700	6-10	6-8
<b>Kapok</b>	93,3	4	1,2

**Tableau III.2.** Les propriétés mécaniques de quelques fibres végétales [58].

<b>Nature des fibres</b>	<b>Diamètre (µm)</b>	<b>Longueur (mm)</b>	<b>Facteur de forme (L/D)</b>	<b>Angle microfibrillaire (degrés)</b>	<b>Densité (kg/m<sup>3</sup>)</b>	<b>Reprise de l'humidité (%)</b>
<b>Abaca</b>	17,0-21,4	4,6-5,2	257	-	1500	14,00
<b>Bagasse</b>	20	1,7	-	-	550-1250	-
<b>Banane</b>	-	2-3,8	-	11-12	1300-1350	-
<b>Bambou</b>	10-40	2,7	-	-	1500	-
<b>Coco</b>	16,2-19,5	0,9-1,2	64	39-49	1250	13,00
<b>Coton</b>	11,5-17,0	20-64	2752	20630	1550	8,50
<b>Lin</b>	17,8-21,6	27,4-36,1	1258	5	1400-1500	12,00
<b>Chanvre</b>	17,0-22,8	8,3-14,1	549	6,2	1400-1500	12,00
<b>Jute</b>	15,9-20,7	1,9-3,2	157	8,1	1300-1500	17,00
<b>Kapok</b>	15-35	32	724	-	384	10,90
<b>Kénaf</b>	17,7-21,9	2,0-2,7	119	-	1220-1400	17,00
<b>Ananas</b>	20-80	-	-	6-14	1520-1560	-
<b>Ramie</b>	28,1-35,0	60-250	4639	-	1550	8,50
<b>Sisal</b>	18,3-23,7	1,8-3,1	115	10-22	1300-1500	14,00

### III.4 Présentation des fibres de lin

Il existe près de 100 variétés de lins cultivés, rassemblés par les botanistes sous le nom de *Linum usitatissimum*. Il s'agit d'une plante herbacée annuelle de la famille des Linaceae cultivée principalement pour ses fibres, mais aussi pour ses graines oléagineuses. Cette plante est constituée d'une tige dont l'extrémité est formée de plusieurs petites fleurs bleues [59].



**Figure III.11.** Fleur de lin [59].

Pour obtenir un maximum de fibres, il doit être cultivé dans les régions où l'été est doux et humide. Ces fibres se situent dans le phloème parenchymateux, entre le bois et l'écorce, et sont regroupées en faisceaux. Sur la section d'un faisceau, on compte environ dix à quarante fibres et une tige regroupe plusieurs dizaines de faisceaux.

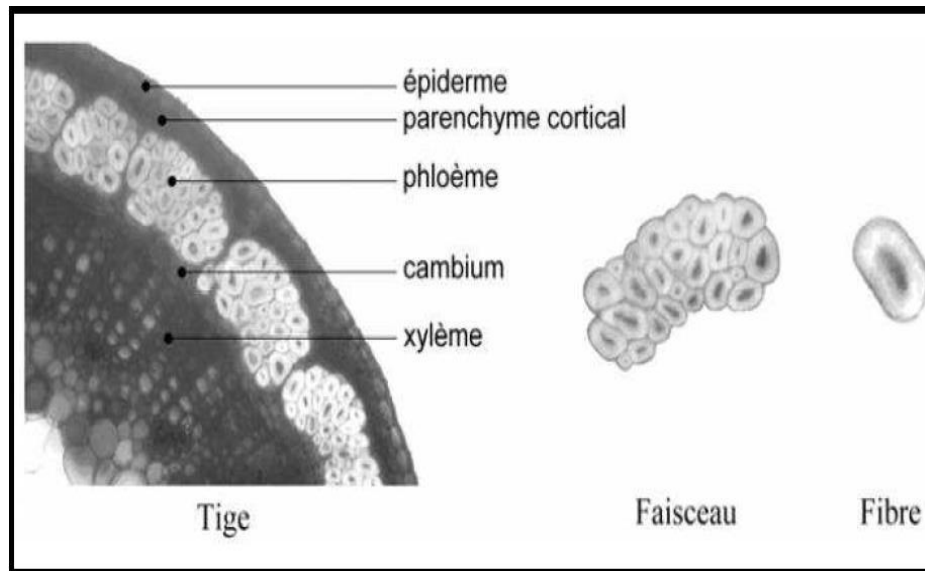


Figure III.12. Micrographies optiques de lin, de la tige à la fibre [60].

### III.4.1 Extraction de la fibre de lin unitaire à partir de la tige

Pour obtenir de longues fibres de lin à partir d'une tige, plusieurs étapes successives sont nécessaires : l'arrachage, le rouissage, le teillage et filature.

#### ➤ Arrachage

L'arrachage correspond à la première étape de la récolte. Il intervient quand les lins sont matures. Ce terme est employé pour signifier que les plantes ne sont pas fauchées pour que l'opération puisse se faire rapidement et afin de ne pas perdre les fibres présentes dans la partie basse des tiges [61].



Figure III.13. Arrachage du lin [61].

### ➤ Rouissage

Une fois le lin arraché (on parle de « pailles » de lin), il est étalé sur le sol du champ, où les bactéries et l'humidité désagrègent la partie externe des tiges qui entourent les fibres, ce qui favorise l'extraction des fibres à l'étape suivante dite du teillage. Le lin est retourné en cours de rouissage, pour que le rouissage soit homogène. Une alternance d'humidité, pour attaquer les tiges, et de vent, pour les sécher, est idéale pour un bon rouissage. Avant, le rouissage se faisait directement dans un bain d'eau, mais le procédé a changé pour des raisons écologiques et économiques [62].

### ➤ Teillage

Les pailles de lin rouies (ayant subi un rouissage réussi) sont broyées et battues pour éliminer les résidus tels que le bois (appelé anas) et l'épiderme des tiges. Les fibres se trouvent ainsi séparées et récupérées. On distingue des fibres longues, soit les fibres les plus qualitatives du lin, que l'on appelle aussi « lin teillé », et des fibres courtes appelées étoupes, que l'on valorise comme un produit mineur mais complémentaire des fibres longues. Les fibres sont ensuite répandues en nappe chez l'agriculteur puis lavées. Notons au passage que les graines de lin ont également été soigneusement mises de côté [61].

### ➤ Peignage et filature

La première étape nécessaire à la formation d'un fil de lin est le peignage. Lors de cette étape, les fibres sont disposées mécaniquement de façon parallèle en forme de ruban (Figure III.13). Une fois peigné, le ruban de fibre suit deux voies possibles, la filature «au mouillé» ou la filature «au sec». Lors de la filature «au mouillé», plusieurs rubans de fibres sont laminés successivement jusqu'à l'obtention d'un ruban homogène et celui-ci est légèrement tordu. Il est ensuite plongé dans l'eau maintenue à 60°C afin de ramollir la pectine liant les fibres élémentaires entre elles. Le ruban est alors étiré et tordu à nouveau pour former un fil mince, résistant et régulier. La filature «au sec» quant à elle consiste à étirer et tordre le ruban sans le mouiller, ce qui limite le raffinement possible. Le fil qui s'en suit est plus gros et moins régulier que le fil obtenu par la méthode «au mouillé» [62].



**Figure III.14.** Ruban de fibres de lin [62].

### III.4.2 Propriétés des fibres de lin

✚ Résistance mécanique élevée : Les fibres de lin sont connues pour leur résistance à la traction élevée, ce qui en fait des matériaux solides et durables. Elles présentent une résistance à la traction supérieure à celle du coton ou de la laine.

✚ Légèreté : Les fibres de lin ont une faible densité, ce qui les rend légères par rapport à certains autres matériaux, tels que les fibres de verre. Cette légèreté est avantageuse pour des applications où la réduction de poids est importante.

✚ . Bonne absorption d'humidité : Les fibres de lin ont une capacité d'absorption d'humidité élevée, ce qui les rend confortables à porter et adaptées aux textiles d'été. Elles peuvent absorber jusqu'à 20 % de leur poids en humidité sans se sentir mouillées.

✚ Résistance à la dégradation chimique : Les fibres de lin présentent une bonne résistance à la dégradation chimique, ce qui les rend appropriées pour des applications où elles sont exposées à des agents corrosifs ou des environnements chimiquement agressifs.

✚ Biodégradabilité : Les fibres de lin sont biodégradables, ce qui signifie qu'elles peuvent se décomposer naturellement dans l'environnement, réduisant ainsi leur impact sur les déchets et leur durabilité globale [58].

### III.4.3 Application des fibres de lin

Le lin textile trouve de nombreuses applications diverses. En tant que fibre naturelle, le lin est couramment utilisé dans la fabrication de textiles d'ameublement tels que des draps, des serviettes et des rideaux. Grâce à ses fibres résistantes et durables, le lin est un choix privilégié pour ces produits qui subissent une utilisation fréquente et répétée. Comparé à d'autres matériaux tels que le coton, le lin est considéré comme une option plus respectueuse de l'environnement et écologique, en raison de ses caractéristiques naturelles et de son faible impact environnemental.

Les vêtements et accessoires en lin sont également très appréciés pour leur confort et leur style. Le lin est une fibre respirante et légère, ce qui en fait un choix idéal pour les vêtements d'été et les accessoires tels que les écharpes et les chapeaux. Le lin est également utilisé pour fabriquer des vêtements de travail robustes tels que les chemises de travail et les pantalons de travail. Le tissage du lin permet de créer des textiles solides qui sont résistants à l'usure.

Enfin, le lin textile est également utilisé dans des applications industrielles telles que les cordes, les câbles et les toiles de voile. Les fibres de lin sont extrêmement résistantes et peuvent être tressées pour créer des cordages solides et durables. Le lin est également utilisé dans les applications nautiques pour sa résistance à l'eau et à la moisissure. Les produits industriels en lin textile sont généralement fabriqués avec des fibres de lin de haute qualité pour assurer une résistance maximale [63].

**Chapitre IV**  
**Matériaux et**  
**techniques**

### IV.1 Produits utilisés

#### IV.1.1 Fibre de lin

Les fibres de lin utilisées dans cette étude sont des produits existents dans le marché national,



**Figure IV.1.** Les fibres de lin.

Pour cette étude on a coupées les fibres manuellement à une longueur de 5-10 mm puis on a broyées à l'aide d'un Moulin à café pour avoir un poudre de lin ( SEB Perp line 850) fine d'être utilisées dans la mise en œuvre des composites.



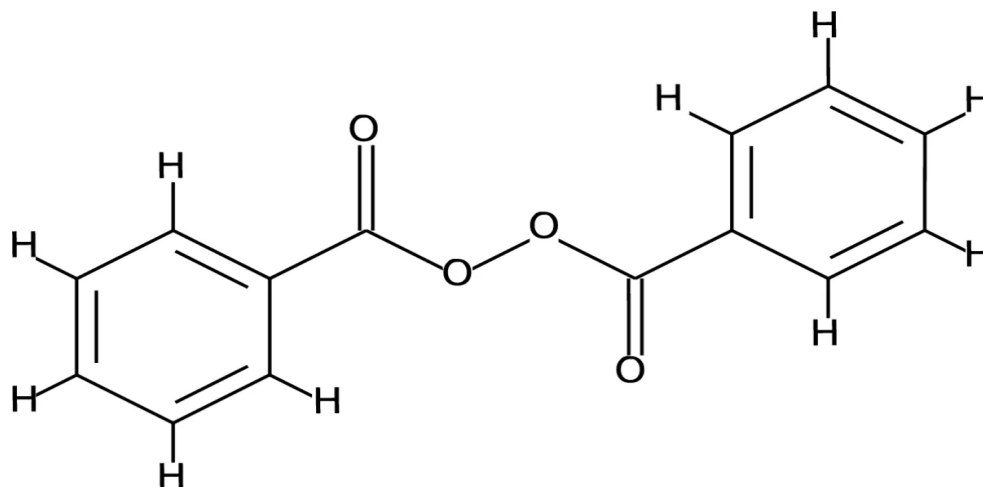
**Figure IV.2.** Poudre de lin.

### IV.1.2 Le Styrène

Le monomère utilisé dans cette étude est le styrène fabriqué par la société Américaine *Sigma-Aldrich* dont la formule chimique brute est  $C_8H_8$  avec plus de 99% de pureté ; avec une masse volumique de  $0.906\text{g/mol}$ , auxquels est incorporer une certaine proportion d'un inhibiteur de polymérisation qui est un phénol ( alcool aromatique )

### IV.1.3 Le peroxyde de polymérisation

C'est un peroxyde organique dont le nom est benzènecarboperoxoate de benzoyle d'après la nomenclature universel de *L'UICPA* ; fournit par la société *Sigma Aldrich* et dont la formule chimique brute est  $C_{14}H_{10}O_4$  (voire la Figure.IV.2), Il se présente sous forme des cristaux blancs ou poudre avec une masse molaire de  $242,2268\text{ g/mol}$ .



**Figure.IV.3.** Structure chimique de peroxyde de benzoyl (DCP).

### IV.1.4 L'Acétone

Connue sous le nom de propanone fabriqué par la société la *CHEM-LAB* ; sa formule chimique brute est  $C_3H_6O$  et masse molaire  $58.0791\text{g/mol}$  (voire la Figure.IV.4),



**Figure.IV.4.** Formule semi-développée et représentation 3D de l'acétone.

### IV.2 Le mode opératoire

Pour aboutir à notre résultat qui est celui de la synthèse des matériaux composites (Ps /fibre de lin) par polymérisation in-situ nous devons préparer la fibre selon les étapes suivantes :

- Broyage de Fibre de lin;
- Tamisage de Fibre de lin;
- Purification de Fibre de lin.

#### IV.2.1 Élaboration des matériaux composites par polymérisation In- Situ

Pour réaliser la synthèse du polystyrène, on prélève 10 ml du monomère styrène et on le met dans un bécher adéquat, (il est primordial de travailler sous la hotte, afin d'éviter l'inhalation des vapeurs de styrène qui peuvent s'avérer dangereuse pour la santé), ce volume sera mis dans un ballon on additionne au monomère une proportion du peroxyde benzoylé de l'ordre de 0.5 g pour déclencher la réaction, On attache le ballon à un réfrigérant dont le rôle est de condenser les vapeurs du monomère qui s'évaporent durant la réaction, et cela on fait circuler de l'eau du robinet à température ambiante entre les parois du réfrigérant .

Le ballon est immergé dans un bain d'huile préchauffé à 100°C par une plaque chauffante placée en-dessous du dispositif le milieu réactionnel est agité pendant 1h de temps, Durant le déroulement de la réaction on constate que la viscosité du milieu réactionnel augmente avec le temps cela veut dire que la réaction de polymérisation est réellement passée.

## Chapitre IV : Matériaux et techniques

---

Enfin on récupère notre polymère du ballon et on le met dans un cristalliseur contenant de l'éthanol afin d'éliminer les traces de monomère non réagit et on met notre polymère ainsi dépourvue de son monomère dans un bithène et on le laisse à l'air libre pendant un certain temps pour qu'il se sèche de son monomère.

Différents échantillons ont été réalisés : afin d'examiner l'effet de la concentration (les concentrations du lin 2.5 ; 5 et 7.5 ) sur la masse molaire du polystyrène.

Afin de synthétiser notre matériau composite nous avons utilisé la méthode de la polymérisation in-situ, on donc met dans un ballon 10 ml du monomère styrène et on lui ajouté 5% de poudre de lin. Cette formulation sera agitée durant 1h cela représente le temps nécessaire pour que le styrène s'intercale entre les particules de poudre puis on a ajouté 0.5 g de peroxyde de benzoyle. On attache le ballon à un réfrigérant dont le rôle est de condenser les vapeurs du monomère qui s'évaporent durant la réaction, et cela on fait circuler de l'eau du robinet à température ambiante entre les parois du réfrigérant. Le ballon est immergé dans un bain d'huile préchauffé à 100°C par une plaque chauffante placée en-dessous du dispositif le milieu réactionnel est agité pendant 1h de temps.

Enfin on récupère notre polystyrène du ballon et on le met dans un cristalliseur contenant de l'éthanol afin d'éliminer les traces de monomère non réagit et on met notre polymère ainsi dépourvue de son monomère dans un bithène et on le laisse à l'air libre pendant un certain temps pour qu'il se sèche de son monomère.

### IV.3 Les techniques de caractérisation

#### IV.3.1 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IR-TF)

L'absorption varie avec la longueur d'onde de la lumière ; elle atteint un maximum à une longueur ( $\lambda_{max}$ ) pour laquelle la sensibilité est la plus grande et les fluctuations sont les moins importantes. La concentration pour une épaisseur donnée est inversement liée à l'absorption, qui est la mesure la plus utilisée. Le domaine de validité de la méthode, qui est déterminé par l'étalonnage, est le seul domaine de concentration dans lequel la loi de Beer-Lambert est linéaire. Dans notre étude, l'analyse

## Chapitre IV : Matériaux et techniques

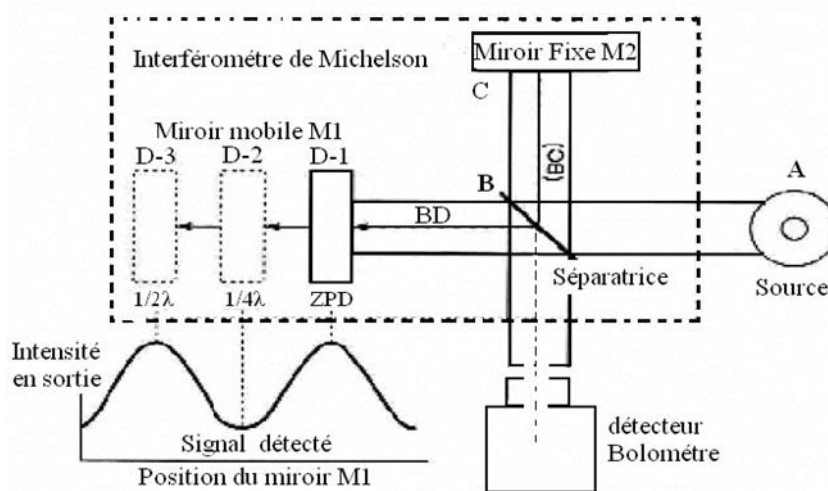
spectrophotométrie UV-vis est utilisée pour déterminer le dosage des agents colorants dans la phase aqueuse ainsi que pour évaluer les pigments libérés par labiomasse.

### a. Définition

Le fondement de la spectroscopie infrarouge transformée de Fourier (FTIR), également connue sous le nom de Spectroscopie transformée de Fourier à Infrarouges, est l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau étudié. Il permet la détection des vibrations typiques des liaisons chimiques ainsi que l'identification des fonctions chimiques présentes dans le matériau.

### b. Principe

L'analyse est effectuée à l'aide d'un spectroscope de transformation de Fourier, qui envoie un rayonnement infrarouge sur l'échantillon et mesure les longueurs d'onde et les intensités de l'absorption. Le diagramme d'un spectroscope transformé de Fourier est montré dans la Figure.IV.5.



**Figure.IV.5.** Principe de fonctionnement de la spectroscopie IR-TF.

Un faisceau infrarouge provenant de la source A est dirigé dans un interféromètre de Michelson, qui module chaque longueur d'onde du faisceau à une fréquence différente. Dans un interféromètre, un faisceau de lumière frappe un séparateur. La moitié du faisceau est dirigée vers un miroir fixe et le reste passe à travers un séparateur de faisceau vers un miroir mobile. Selon la position du miroir mobile, la recombinaison des deux

## Chapitre IV : Matériaux et techniques

---

faisceaux se traduit par des interférences destructives ou constructives. Le faisceau modulé est réfléchi par deux miroirs sur l'échantillon, où l'absorption se produit. Le faisceau atteint alors un détecteur et est converti en un signal électrique. Les matériaux d'une composition chimique et d'une structure particulière correspondent donc à un ensemble de bandes d'absorption caractéristiques qui permettent d'identifier le matériau.

### IV.3.2 Spectrophotométrie UV-VIS

#### a. Principe

Est une technique d'analyse optique qui utilise la variation de l'intensité d'un faisceau lumineux Avec une longueur d'onde prédéterminée. Lors qu'il passe par le liquide, une partie du rayonnement est absorbée par les molécules du liquide tandis que la partie restante est transmise. La loi de Beer-Lambert donnée par la relation permet de lier l'intensité d'absorption à la Concentration :

$$\log (I_0 / I) = \varepsilon LC \quad \text{EQ IV.1.}$$

$I_0$  : l'intensité du faisceau incident,

$I$  : l'intensité du faisceau émergent,

$C$  : la concentration de la solution à analyser,

$\varepsilon$ : le coefficient d'absorption molaire (sa valeur dépend de la longueur d'onde).

$L$  : l'épaisseur de la cuve (1 cm).

On appelle absorbance ( $A$ ) ou densité optique, l'expression  $\log I_0/I$  ;  
ainsi l'équation

$$A = \varepsilon LCIV \quad \text{EQ IV.2.}$$

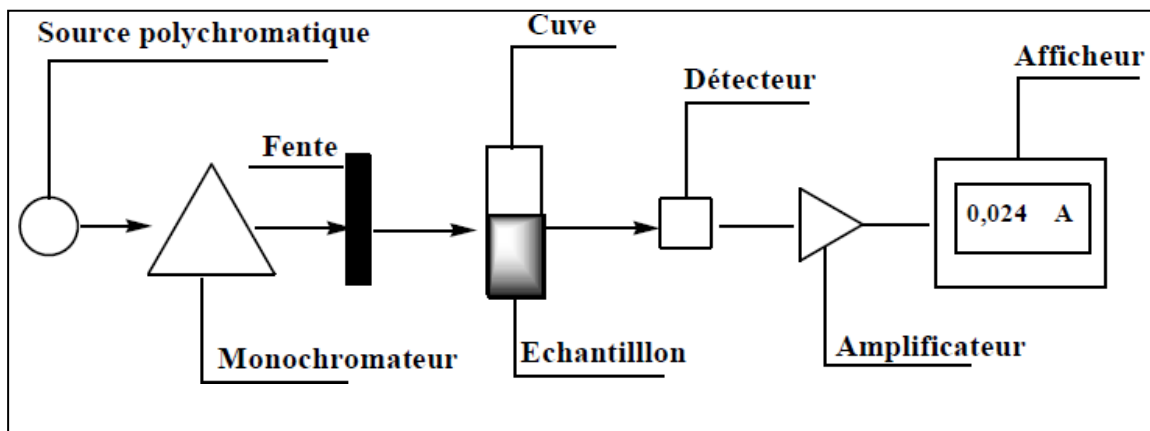


Figure.IV.6. Schéma de principe du spectrophotomètre.

### IV.3.3 High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

La chromatographie est une technique analytique séparative, permettant l'identification ou le dosage des constituants d'un mélange et/ou préparative permettant la récupération des composés.

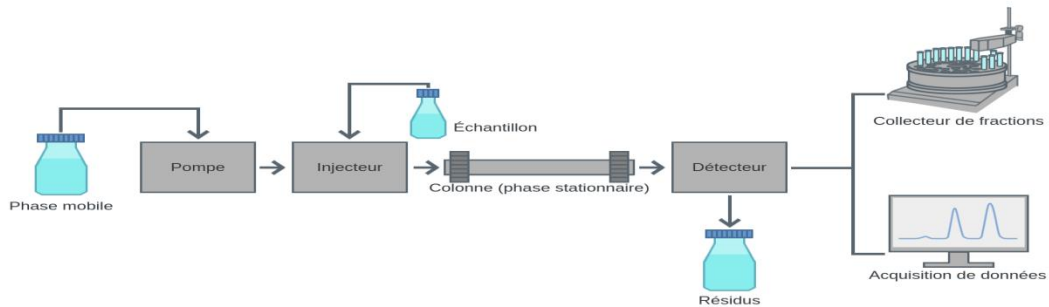
#### ✓ Principe

Les composés à séparer (solutés) sont mis en solution dans un solvant. Ce mélange est introduit dans la phase mobile liquide (éluant). Suivant la nature des molécules, elles interagissent plus ou moins avec la phase stationnaire dans un tube appelé colonne chromatographique. La phase mobile poussée par une pompe sous haute pression, parcourt le système chromatographique. Le mélange à séparer est injecté à l'entrée de la colonne où il se dilue dans la phase mobile qui l'entraîne à travers la colonne. Les constituants du mélange injectés sont soumis à un phénomène appelé rétention et se déplacent tous plus vite que la phase mobile et que leur vitesse de déplacement sont différents. Ils sont ainsi élués de la colonne les uns après les autres et donc séparés.

Un détecteur placé à la sortie de la colonne couplé à un enregistreur permet d'obtenir un tracé appelé chromatogramme.

## Chapitre IV : Matériaux et techniques

Dans des conditions chromatographiques données, le "temps de rétention" (temps au bout duquel un composé est élué de la colonne et détecté), caractérise qualitativement une substance. L'amplitude de ces pics, ou encore l'aire limitée par ces pics et la prolongation de la ligne de base permet de mesurer la concentration de chaque soluté dans le mélange injecté.

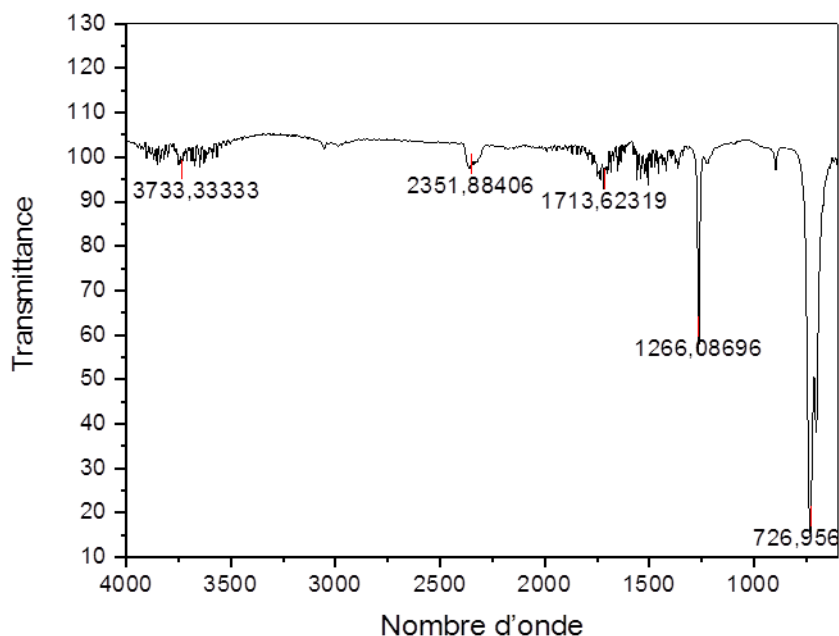


**Figure.IV.7.** Chromatographe HPLC.

**Chapitre V**  
**RESULTAT ET**  
**DISCUSSION**

### V.1. Caractérisation par spectroscopie IRTF

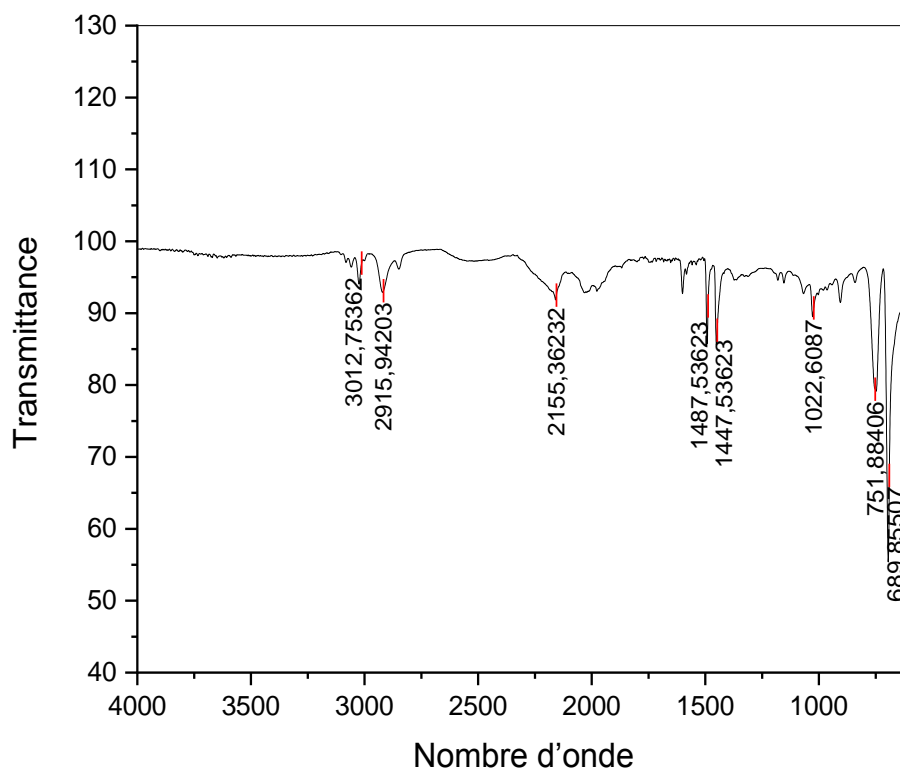
La spectroscopie IRTF permet de caractériser les groupements fonctionnels dans la poly-aniline et le composite, en identifiant leurs bandes d'absorption caractéristiques. Elle permet aussi de détecter le déplacement de leurs valeurs une fois mélangés. Cette variation peut être due à des modifications chimiques ou physiques induites par les interactions.



**Figure V.1.** Spectres FTIR de PS.

**Tableau V.1.** Attribution des groupes de liaisons et des bandes d'absorptions des vibrations de PS.

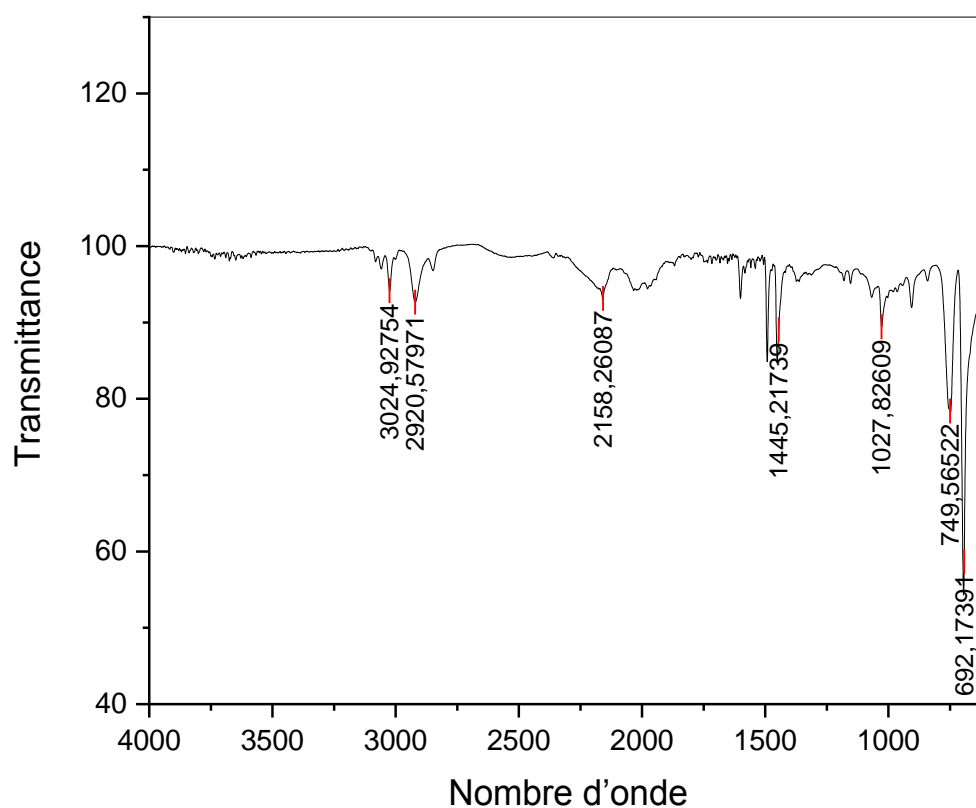
Nombre d'ondes $\text{cm}^{-1}$	3003	1 713	1266	726
Groupement	$\text{C}_{\text{tri}}\text{-H}$	$\text{C}=\text{O}$	$\text{C-H}$	Benzène monosubstitué



**Figure V.2.** Spectres FTIR de PS avec 2.5 % de lin.

**Tableau V.2.** Attribution des groupes de liaisons et des bandes d'absorptions des vibrations de PS avec 2.5% de lin.

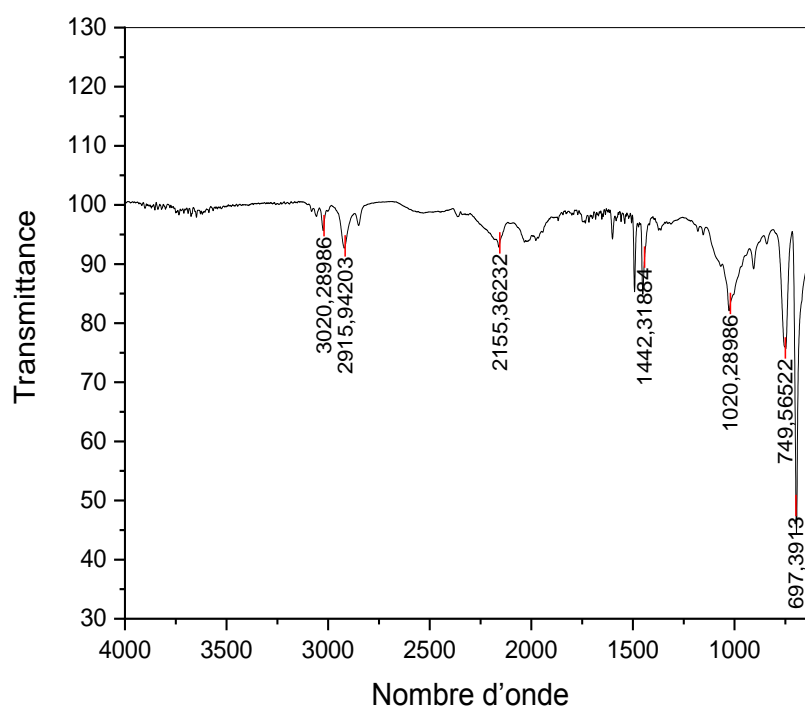
Nombre d'ondes cm <sup>-1</sup>	3012	2915	1487	1022	690
Groupement	C <sub>tri</sub> -H	C <sub>tét</sub> -H	C=C aromatique	O-H primaire	benzène monosubstitué



**Figure V.3.** Spectres FTIR de PS avec 5% LIN.

**Tableau V.3.** Attribution des groupes de liaisons et des bandes d'absorptions des vibrations de PS avec 5% LIN.

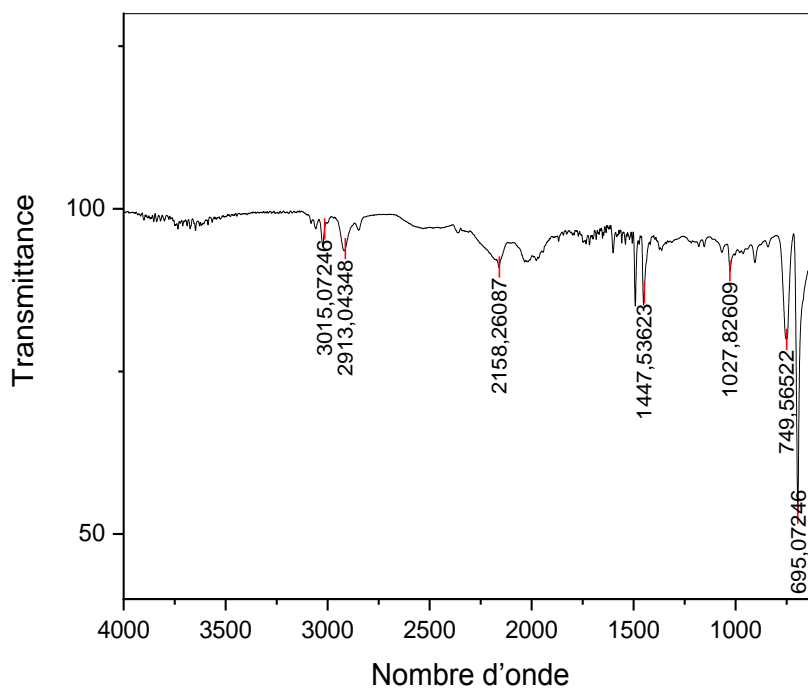
Nombre d'ondes $\text{cm}^{-1}$	3024	2920	1445	1027	692
Groupement	$\text{C}_{\text{tri}}\text{-H}$	$\text{C}_{\text{tét}}\text{-H}$	$\text{C}=\text{C}$ aromatique	O-H prei	benzène monosubstitué



**Figure V.4.** Spectres FTIR de PS/7.5% LIN.

**Tableau V.4.** Attribution des groupes de liaisons et des bandes d'absorptions des vibrations de PS/7.5% LIN.

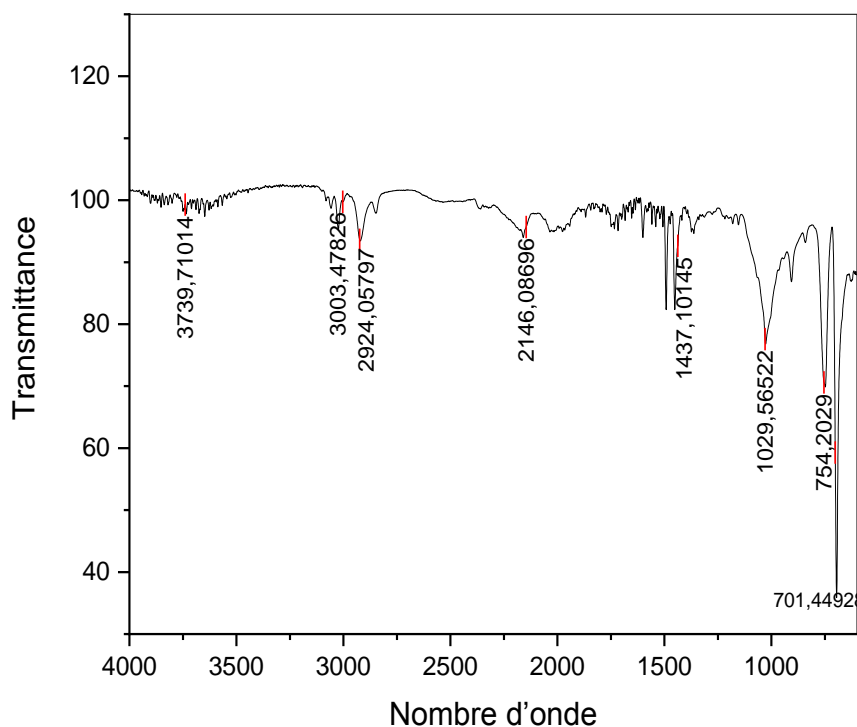
Nombre d'ondes $\text{cm}^{-1}$	3020	2915	1442	1020	697
Groupement	$\text{C}_{\text{tri}}\text{-H}$	$\text{C}_{\text{tét}}\text{-H}$	$\text{C}=\text{C}$ aromatique	O-H prei	benzène monosubstitué



**Figure V.5.** Spectres FTIR de PS/2.5 LINTR.

**Tableau V.5.** Attribution des groupes de liaisons et des bandes d'absorptions des vibrations de PS/2.5 LINTR.

Nombre d'ondes $\text{cm}^{-1}$	3015	2913	1447	1027	695
Groupement	$\text{C}_{\text{tri}}\text{-H}$	$\text{C}_{\text{tét}}\text{-H}$	$\text{C}=\text{C}$ aromatique	O-H prei	benzène monosubstitué



**Figure V.6.** Spectres FTIR de PS/ 5 LINTR.

**Tableau V.6.** Attribution des groupes de liaisons et des bandes d'absorptions des vibrations de PS/ 5 LINTR.

Nombre d'ondes $\text{cm}^{-1}$	3739	3003	2924	1437	1029	701
Groupement	OH	$\text{C}_{\text{tri}}\text{-H}$	C-H	C=C aromatique	O-H prei	benzènemonos ubstitué

Dans les spectres infrarouge des composites sans presque identique on a :

L'apparition des pics VERS 3003, 2950, 1450, 750  $\text{cm}^{-1}$  relative au groupement méthylène ( $-\text{CH}_2-$ ) prouve bien que la réaction de polymérisation c'est réellement déroulé.

La présence du pic 1028  $\text{cm}^{-1}$  de la vibration de déformation de la liaison ( $=\text{CH}$ ) du groupement vinyle montre que une certaine quantité de monomère n'a pas réagit ce qui veut dire que la réaction de polymérisation n'est pas totale.

## CHAPITRE V : Résultat et discussion

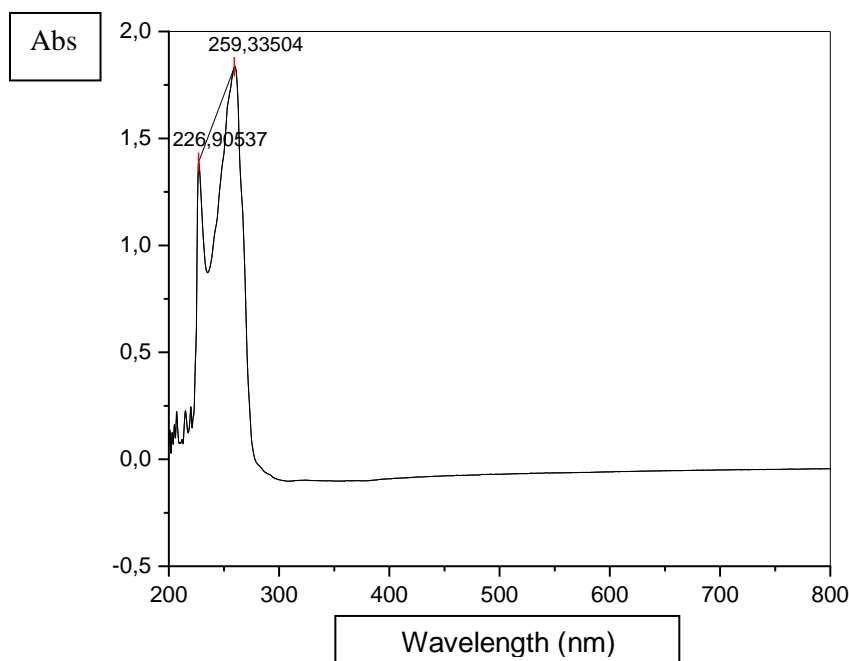
L'augmentation de l'intensité de pic vers 1040 cm avec l'augmentation de la quantité de la fibre ajoute pics caractéristiques de OH

Apparitions des nouveaux pics vers 2980 et 3030 cm ainsi vers 1440 et 1480 cm liées à la liaison de C-H des groupements CH ; CH<sub>2</sub> respectivement.

### V.2. Etude du polymère par spectrophotométrie UV

L'absorption de la lumière visible, ultraviolette ou infrarouge a été l'une des premières méthodes physiques utilisées pour examiner la structure moléculaire des substances.

Cette absorption est d'un grand intérêt car elle dépend de la structure électronique de la molécule.



**Figure V.7.** Spectre d'absorption optique de PS.

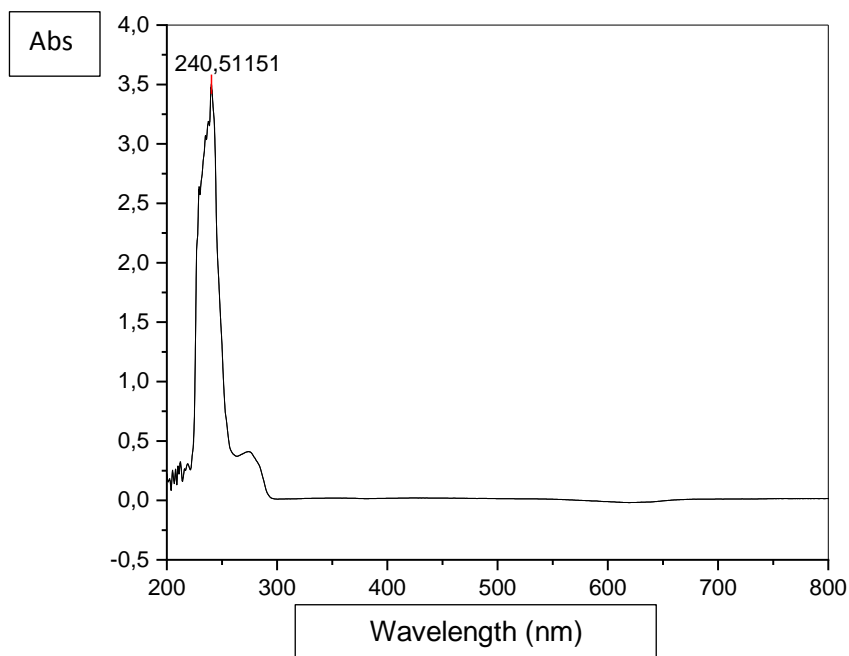
Le styrène présente à 280 nm et à 290 nm deux bandes d'absorption caractéristiques de sa double liaison REF.

Pour le polystyrène figure V.7, les deux bandes ont disparu, ce qui permet de «visualiser» le rôle de la double liaison éthylénique au cours de la réaction de polymérisation.

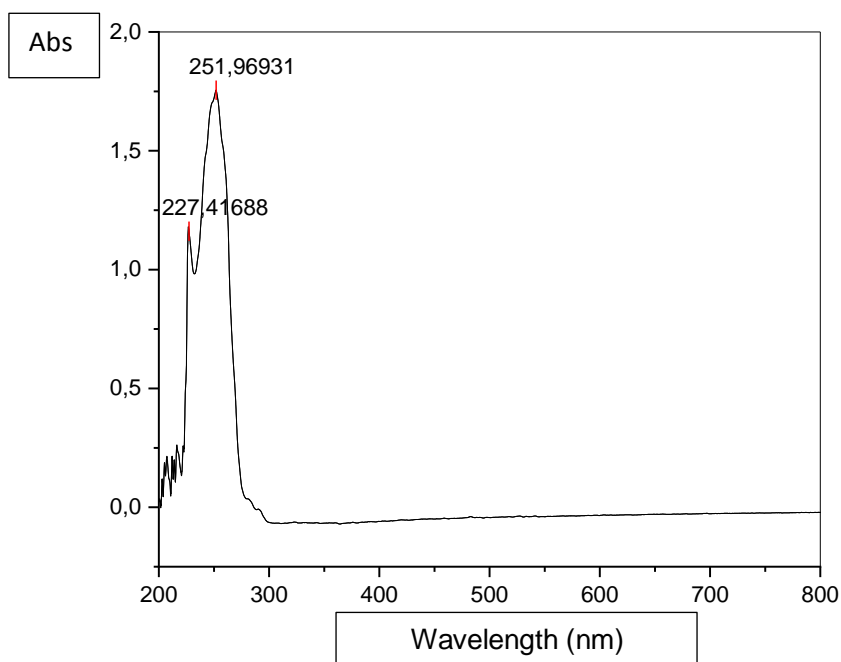
## CHAPITRE V : Résultat et discussion

Cette méthode d'analyse, bien que limitée dans son usage, est très sensible.

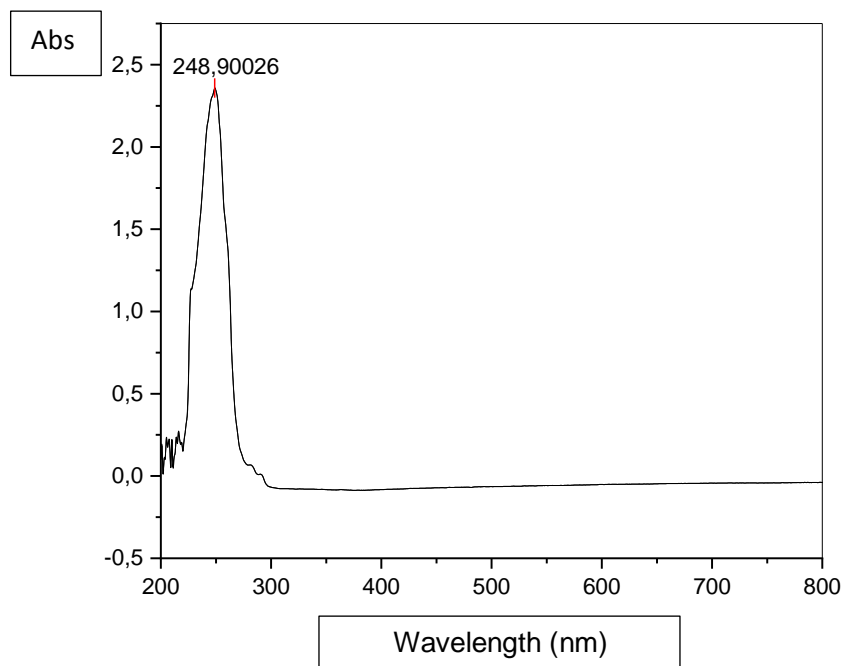
Pour les composites on observe aussi l'absence des deux pics d'absorption de styrène et l'absorbance augmente avec l'addition de la charge (figure V.8, V9, V10).



**Figure V.8.** Spectre d'absorption optique de Ps avec 7.5% de Lin.

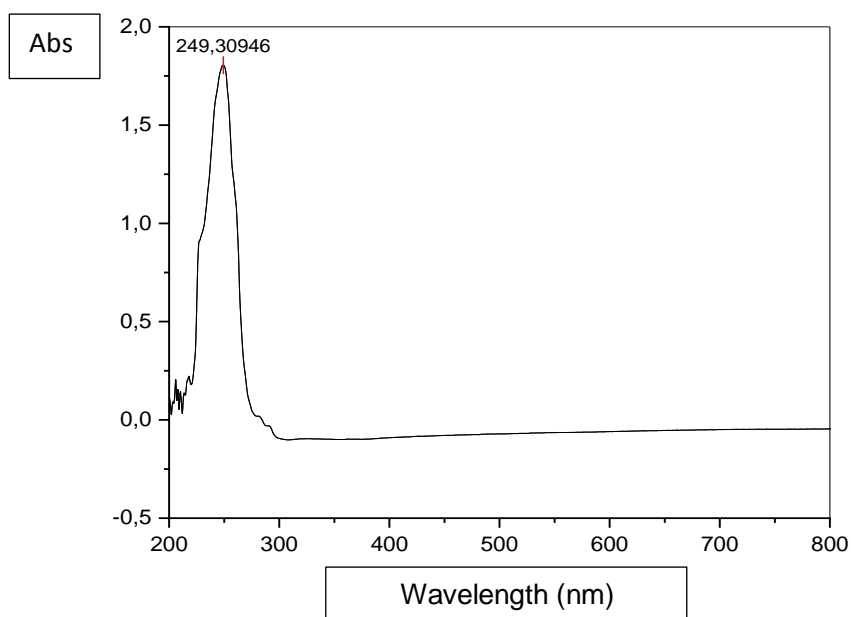


**Figure V.9.** Spectre d'absorption optique de PS avec 2.5 % de lin.

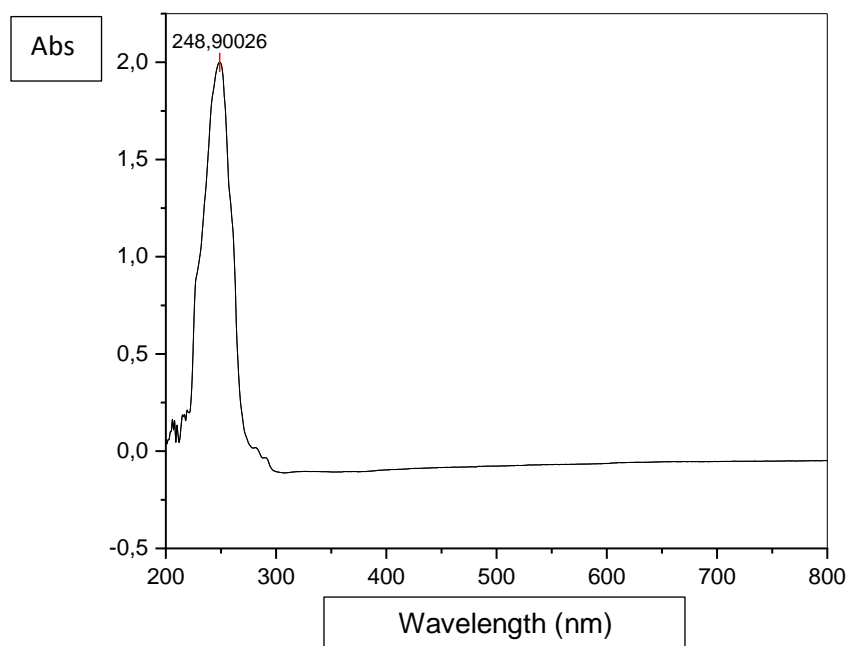


**Figure V.10.** Spectre d'absorption optique de PS avec 5% de lin.

Pour les polystyrènes avec fibre modifiée (figure V.11., V.12) on Remarque la diminution de l'absorbance avec l'addition de la fibre ceci peut être due la modification réduite les interactions intra chaines est par conséquent la quantité de la matière.



**Figure V.11.** Spectre d'absorption optique de PS/2.5 LINTR.



**Figure V.12.** Spectre d'absorption optique de PS/5 LINTR.

### V.3 Masses Molaires Des Macromolécules.

S'il est facile de déterminer la masse molaire exacte d'une petite molécule comme le styrène à partir des données expérimentales ou du calcul, celle d'un polymère ne peut l'être de façon précise. Le styrène est composé de molécules de formule  $C_8H_8$ . Un polystyrène est composé de chaînes moléculaires de longueurs différentes, cela en raison même de la réaction de polymérisation qui l'a créé.

- Etude de l'échantillon par chromatographie:

Cette méthode d'analyse tend de plus en plus à s'appeler chromatographie par exclusion stérique (CES).

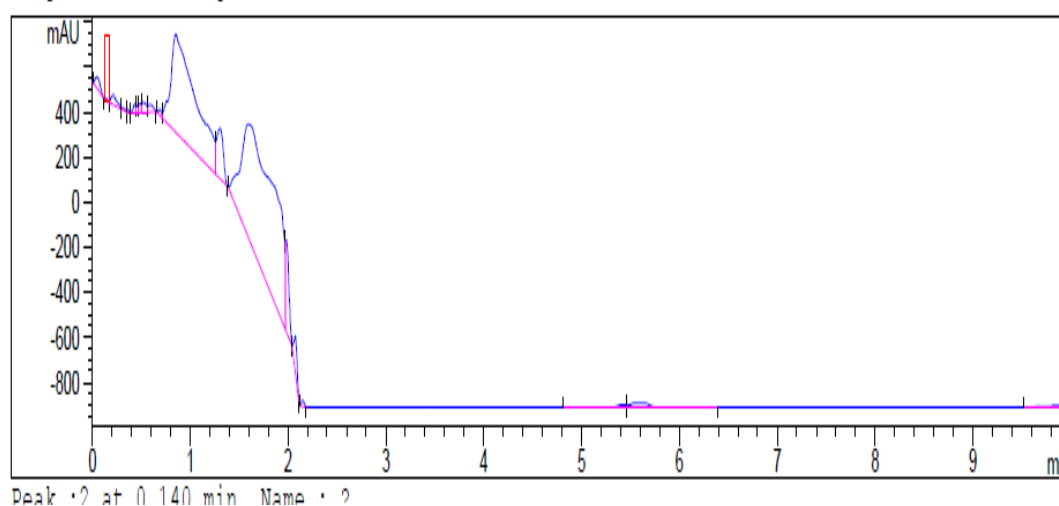
Elle est basée sur les propriétés des macromolécules en solution. Chaque chaîne de polymère supposée flexible, possède, en solution, une conformation en pelote statistique gaussienne et occupe un certain volume (volume hydrodynamique moyen). Il consiste à fractionner une solution diluée de polymère en 'la faisant passer à travers une colonne constituée par un gel poreux (ou de la silice) dans lequel ont été formés des pores de dimensions variables. Les molécules ne peuvent pénétrer que dans les pores dont les dimensions sont plus grandes que leur volume hydrodynamique.

## CHAPITRE V : Résultat et discussion

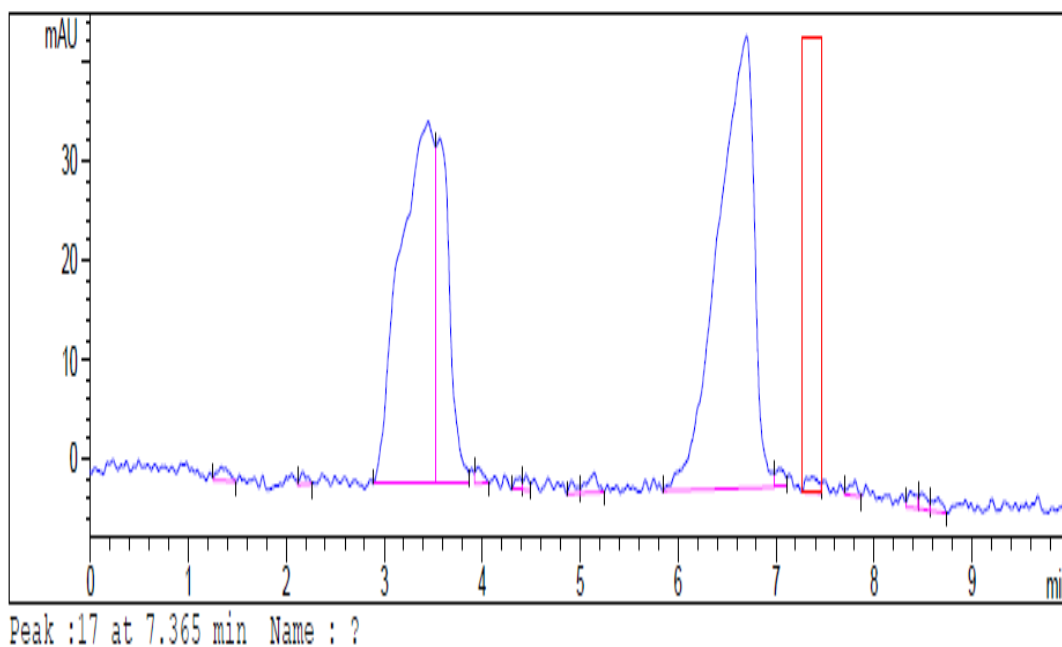
Lorsque l'on fait circuler un solvant, les plus grosses molécules ne pénètrent que dans les pores les plus grands. Elles seront éluées les premières alors que les plus petites resteront dans les cavités et ne seront éluées qu'ensuite par ordre de taille décroissante. A la sortie de la colonne, les molécules sont en général détectées en continu par un réfractomètre différentiel qui mesure la différence des indices de réfraction du mélange et du solvant pur. Elles peuvent aussi être détectées par spectrophotométrie UV OU par diffusion de la lumière ou par viscosimètre.

La GPC permet donc de déterminer la proportion relative des macromolécules de différentes masses, c'est-à-dire la distribution des masses molaires. Un étalonnage des courbes en masses molaires est effectué en utilisant des échantillons isomolaires du même polymère. A partir de cet étalonnage, il est possible de déduire les masses molaires moyennes à partir des courbes de distribution.

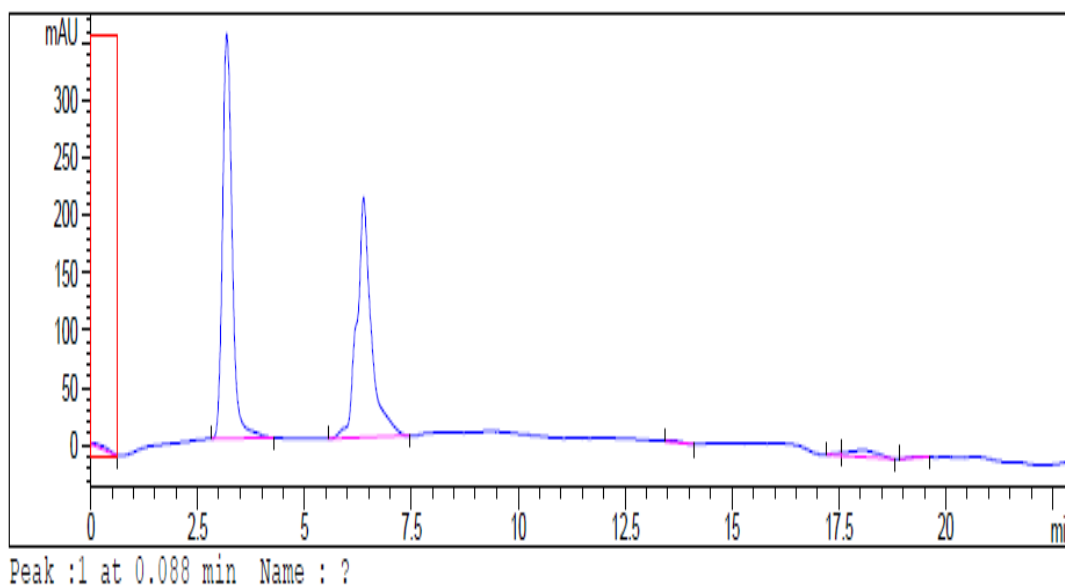
En revanche, la distribution des masses molaires de polystyrène vierge (figure V.13) est large, ce qui indique une grande disparité des macromolécules par contre les composites présentent des pics étroites dans les chaînes sans presque ont la même longueur (les figures V.14, V.15, V.16)



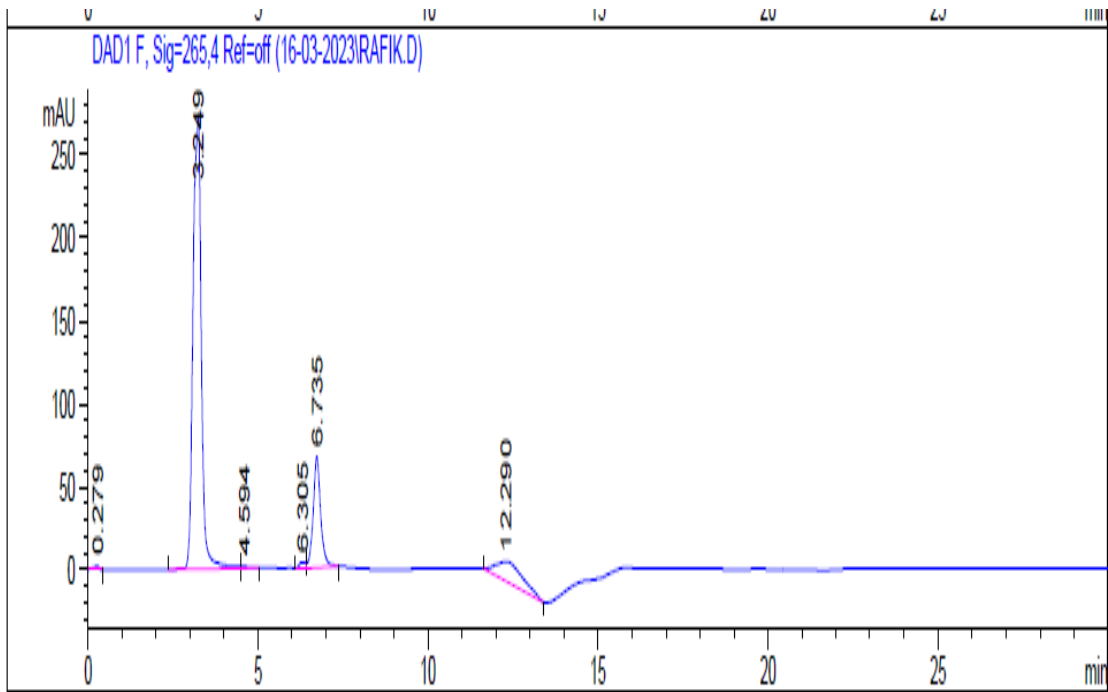
**Figure V.13.** La distribution des masses molaires polystyrène vierge.



**Figure V.14.** La distribution des masses molaires Polystyrène/ 2.5% de lin.

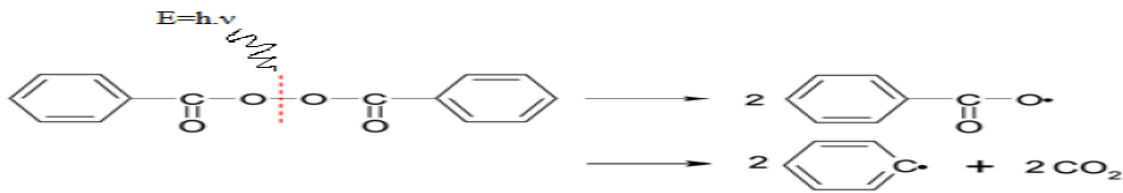


**Figure V.15.** La distribution des masses molaires de Polystyrène/ 5% de lin.



**Figure V.16.** La distribution des masses molaires de Polystyrène/ 7.5% de lin.

On remarque aussi qu'il a y deux bans soit pour le polystyrène vierge ou bien pour les composites. Ceci peut être due au la réaction de décomposition du peroxyde



**Figure V.17.** Réaction de décomposition de peroxyde de benzoyle.

Cette réaction donne deux radicaux libre dans on deux type de centre actifs avec une efficacité déférente.

## CHAPITRE V : Résultat et discussion

---

D'après le tableau.V.1 on observe que la masse molaire diminue en fonction de l'addition de la charge ceci due au les fibres (présence de OH) qui joue le d un stabilisant des radicaux formes.

**Tableau .V.11.** Masse molaire de chaque échantillon.

Echantillon	Polystyrène vièrge	Polystyrène avec 2.5% LIN	Polystyrène avec 5% LIN	Polystyrène avec 7.5% LIN
Mn	84113	8657.109	2258.345	1045.420

# Conclusion générale

## Conclusion générale

---

Ce travail nous a permis d'étudier la synthèse d'un composite biodégradable à base de polystyrène renforcé par fibre de lin. Car le lin c'est un matériau naturel, non toxique, efficace et moins polluant.

Ces composites ont été synthétisés par voie chimique. Les différents échantillons ont été réalisés par polymérisation styrienne in-situ à l'aide d'un peroxyde.

Ce travail nous a également permis d'étudier la relation entre la structure et les propriétés des polymères biodégradables. Le choix de ces polymères n'était pas fortuit car nous cherchions à développer un matériau biodégradable.

Voici quelques-unes des observations et des résultats les plus importants obtenus au cours de ces expériences pour les trois analyses on remarque que :

- ✚ L'addition du lin provoque la formation des nouveaux pics ceci peut être due au fait que le lin affecte la morphologie du polystyrène;
- ✚ Le nombre et l'intensité des pics augmentés avec l'augmentation de taux de lin;
- ✚ Par contre on remarque que la masse molaire diminue avec le taux de charge.

**Pour une poursuite potentielle de ce travail on suggère :**

- ❖ L'étude des propriétés rhéologiques en régime dynamique des composites (DMA);
- ❖ L'étude de la morphologie des matériaux par Microscopie électronique à balayage (MEB) ;
- ❖ Calculer la masse molaire moyenne par viscosimètre et RMN.

# **Références bibliographiques**

## Références bibliographiques

---

- [1] "A Short History of Composite Materials" de James E. Gordon, publié dans le journal *Composites Science and Technology* en 1988.
- [2] Chawla, Krishan K. *Composite materials: science and engineering*. Springer Science & Business Media, 2012.
- [3] Berthelot, Jean-Marie. "Mécanique des matériaux et structures composites." Institut Supérieur des Matériaux et Mécaniques Avancés (2010): 176p.
- [4] Soo-Jin Park, Fan-Long Jin, Changjin Lee, Preparation and physical properties of hollow glass microspheres-reinforced epoxy matrix resins, *Materials Science and Engineering A* 402 (2005) 335-340.
- [5] Gay Daniel, "Matériaux composites", Ed. Hermès Sciences Publication, Paris, 5 édition révisée, 2005.
- [6] Haudin J.M., "Structures et morphologies des polymères semi-cristallins", Introduction à la mécanique des polymères, ed. C. G'Sell, J.M. Haudin, Institut national polytechnique de lorraine, p. 97-115, 1995.
- [7] Kelly A., Zweben C., *Comprehensive composite materials : polymer matrix composites*, volume 2, Elsevier, 2000.
- [8] K. Mimura, H. Ito, Characteristics of epoxy resin cured with in situ polymerized curing agent, *Polymer* 43 (2002) 7559-7566.
- [9] Zaidi Ali, Etude du comportement de matériaux composites à matrice polymère en fatigue (effet de vieillissement), mémoire de magister, Université de Tizi Ouzou, 2014.
- [10] M.J. Miaha, M.A. Khan, R. Khan, *Fabrication and Characterization of Jute Fiber Reinforced Low Density Polyethylene Based Composites: Effects of Chemical Treatment*, *Journal of Scientific Research*, **2011**; 3: 249-259.
- [11] A.K. Jahangir, A.K. Mubarak, I. Rabiul, A. Gafur, *Mechanical, Thermal and Interfacial Properties of Jute Fabric-Reinforced Polypropylene Composites: Effect of Potassium Dichromate*, *Materials Sciences and Applications*, **2010**; 1: 350-357.
- [12] D. Hammiche, A. Boukerrou, H. Djidjelli, A. Djerrada, *Effects of some PVC- grafted maleic anhydrides (PVC- g- MAs) on the morphology, and the mechanical and thermal properties of (alfa fiber)- reinforced PVC composites*, *Journal of vinyl & Additive Technology*, **2013**; 19: 225–232p.

## Références bibliographiques

---

- [13] P.K. Aggarwal, *Influence of maleated polystyrene on the mechanical properties of bio-based fibers-polystyrene composites*, Journal of the Indian Academy of Wood Science, **2011**; 8: 184–189.
- [14] Y. Hammoui, S. Molina-Boisseau, A. Duval, N. Djerrada, N. Adjeroud, H. Remini, F. Dahmoune, K. Madani, *Preparation of plasticized wheat gluten/olive pomace powder biocomposite: Effect of powder content and chemical modifications*, Materials and Design, **2015**; 87: 742–749.
- [15] Y. Xie, C. A. S. Hill, Z. Xiao, H. Militz, C. Mai, *Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review*, Composites: Part A, 2010; 41: 806–819.
- [16] Gay Daniel, "Matériaux composites", Ed. Hermès Sciences Publication, Paris, 5 édition révisée, 2005.
- [17] Ronald F. and Gibson, Principles of Composite Material Mechanics, McGraw Hill publishing Co. ISBN-13: 978-0-07-292139-7, 1994.
- [18] Tsai, S.W and Hahn, Introduction to Composite Materials, H.T., Technomic Publishing Co., Lancaster, P.A (1980)
- [19] Yamina Aimane, Hyper-élastique pour la simulation des renforts fibreux en grandes transformations. Thèse de doctorat, Institut National des sciences appliquées de Lyon, 2007.
- [20] hexcel [en ligne], " Ressources/DataSheets/BrochureDataSheets/Prepreg\_Technol", article, disponible sur : <http://www.hexcel.com>, consulter le 5 mai 2023.
- [21] Y. Perrot, Contribution à l'étude des matériaux composites utilisés en construction navale de plaisance, Thèse de l'Université de Bretagne Sud, U.F.R Sciences et Sciences de l'Ingénieur, 2006.gy.pdf.
- [22] Yahyaoui Souad, étude expérimentale de la durabilité des éléments fissurés en béton armé rigidifiés par les matériaux composites, Mémoire de Magister, Université de Boumerdes, 2006.
- [23] Mustapha Assarar, Etude expérimentale et modélisation du comportement dynamique des composites stratifiés et sandwichs. Thèse de doctorat, Université de Maine, 2007.
- [24] A. Mir, Etude mécanique, thermomécanique et hygrothermique d'un matériau composite pùmsandwich à âme en liège et peaux en jute/époxy. Thèse de doctorat, Université de

## Références bibliographiques

---

Boumerdes.

- [25] Brahmakumar M.; Pavithran C.; Pillai .RM.; Coco nut fiber reinforced polyethylene composites: effect of natural waxy surface layer of the fiber on fiber/matrix interfacial bonding and strength of composites. *Compos Sci Technol* 2005,65 : 563-569.
- [26] Chung, Deborah DL. *Composite materials: science and applications*. Springer Science & Business Media, 2010.
- [27] Sager, Abdulmuaen, et al. "Characterization and corrosion behavior of composites reinforced with ZK60, AlN, and SiC particles." *Engineering Science and Technology, an International Journal* 41 (2023): 101389.
- [28] Chawla, Krishan K. *Composite materials: science and engineering*. Springer Science & Business Media, 2012.
- [29] Kablov, E. N., et al. "Perspective high-temperature ceramic composite materials." *Russian Journal of General Chemistry* 81 (2011): 986-991p.
- [30] " Durham, William B., et al. "Rheological and thermal properties of icy materials." *Space Science Reviews* 153 (2010): 273-298p.
- [31] Vasiliev, V. V. "Composite Materials in Aerospace Engineering." *Vsye Materialy* 8 (2012): 17-24.
- [32]Poston, I. E. "Polymer Composites for Automotive Applications." *ANTEC 92--Shaping the Future*. 1 (1992): 740-744p.
- [33] Papavinasam, Sankara. *Corrosion control in the oil and gas industry*. Elsevier, 2013.
- [34] Graham-Jones, Jasper, and John Summerscales, eds. *Marine applications of advanced fibre-reinforced composites*. Woodhead Publishing, 2015.
- [35] Deterre, Rémi, and Bernard Lestriez. *Introduction aux matériaux polymères 2ème édition*. Lavoisier Tec & Doc, 2016.
- [36] MAHIOUT, Soraya. *Mettre en valeur ou bannir le polystyrène: approches dans un cadre de développement durable*, thèse de doctorat, université SHERBOCK, 2014.

## Références bibliographiques

---

- [37] Collegedunia [en ligne], "exams/polystyrene-structure-preparation-properties-uses-chemistry", article, disponible sur : <https://collegedunia.com>, consulter le 23 mai 2023.
- [38] Hiemenz, Paul C., and Timothy P. Lodge. Polymer chemistry. CRC press, 2007.
- [39] LUCHE, Jean-Louis, WALTON, David J., et MASON, Timothy J. Organic sonoelectrochemistry. Synthetic Organic Sonochemistry, 1998, 263-300p.
- [40] FRIED, Joel R. "Polymer science and technology". Pearson Education, 2014
- [41] LYNWOOD, Cole. Polystyrene: synthesis, characteristics, and applications. Nova publishers, 2014.
- [42] DO THI, Vi Vi Do Thi. Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non. 2011. Thèse de doctorat. Université de Grenoble; Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh Ville.190p.
- [43] LE TROEDEC, Marianne, SEDAN, David, PEYRATOUT, Claire, et al. Influence of various chemical treatments on the composition and structure of hemp fibres. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2008, vol. 39, no 3, p. 514-522.
- [44] KOZLOWSKI, Ryszard et WLADYKA-PRZYBYLAK, Maria. Uses of natural fiber reinforced plastics. Natural fibers, plastics and composites, 2004, p. 249-274.
- [45] MISHRA, S., NAIK, J. B., et PATIL, Y. P. The compatibilising effect of maleic anhydride on swelling and mechanical properties of plant-fiber-reinforced novolac composites. Composites Science and Technology, 2000, vol. 60, no 9, p. 1729-1735.
- [46] MATSUDA, H. Chemical Modification of Solid Wood in Chemical Modification of Lignocellulosic Materials, D. Hon Ed., pag. 159. 1996.
- [47] NENONENE, Amen. Élaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kéraf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage, Université de Toulouse, Institut national polytechnique de Toulouse, Thèse de doctorat. 2009, 180p.
- [48] VIDIL, Lisa. Etude de matériaux naturels 2D–Potentialités d'utilisation comme renfort de matériaux composites. Université des Antilles, Pointe-à-Pitre, Thèse de doctorat. 2019, 258p.
- [49] ROWELL, Roger M. Property enhanced natural fiber composite materials based on chemical modification. Science and technology of polymers and advanced materials: emerging technologies and business opportunities, 1998, New York 717-732 p.

## Références bibliographiques

---

- [50] KALIA, Susheel, KAITH, B. S., et KAUR, Inderjeet. Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites—a review. *Polymer Engineering & Science*, 2009, vol. 49, no 7, p. 1253-1272.
- [51] Commission of the European Communities, Biomass for energy, UK Section of the International Solar Energy Society, 1979, p. 73
- [52] CHAN, C.-M., KO, T.-M., et HIRAOKA, Hiroyuki. Polymer surface modification by plasmas and photons. *Surface science reports*, 1996, vol. 24, no 1-2, p. 1-54.
- [53] SITUMA, Catherine, WANG, Yun, HUPERT, Mateusz, et al. Fabrication of DNA microarrays onto poly (methyl methacrylate) with ultraviolet patterning and microfluidics for the detection of low-abundant point mutations. *Analytical biochemistry*, 2005, vol. 340, no 1, p. 123-135.
- [54] TUOR, U., WINTERHALTER, K., et FIECHTER, A. Enzymes of white-rot fungi involved in lignin degradation and ecological determinants for wood decay. *Journal of Biotechnology*, 1995, vol. 41, no 1, p. 1-17.
- [55] VORAGEN, Alphons GJ, COENEN, Gerd-Jan, VERHOEF, Rene P., et al. Pectin, a versatile polysaccharide present in plant cell walls. *Structural Chemistry*, 2009, vol. 20, p. 263-275.
- [56] CAFFALL, Kerry Hosmer et MOHNEN, Debra. The structure, function, and biosynthesis of plant cell wall pectic polysaccharides. *Carbohydrate research*, 2009, vol. 344, no 14, p. 1879-1900.
- [57] MORRIS, G. A., FOSTER, T. J., et HARDING, S. E. The effect of the degree of esterification on the hydrodynamic properties of citrus pectin. *Food Hydrocolloids*, 2000, vol. 14, no 3, p. 227-235.
- [58] MWAIKAMBO, L. Review of the history, properties and application of plant fibres. *African Journal of Science and Technology*, 2006, vol. 7, no 2, p. 121.
- [59] Union Syndicale des Rouisseurs-Teilleurs de Lin de France - USRTL 2012 [en ligne], "la fibre de lin/présentation de la fibre de lin", article, disponible sur : <https://www.usrtl-ifl.fr>, consulter le 30 mai 2023.

## Références bibliographiques

---

[60] KARRAY, Mayssa. Caractérisation des propriétés mécaniques et électriques des matériaux composites par méthode holographique numérique 3D et analyse diélectrique. Université du Maine. Thèse de doctorat. 2012 . 187p.

[61] CHARLET, Karine. Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin: relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques. Université de Caen/Basse-Normandie. Thèse de doctorat. 2008. 178p.

[62] COUTURE, Adrien. Étude comparative des propriétés mécaniques d'un éco-composite unidirectionnel à base de lin avec et sans fibres courtes. Université du Québec à Trois-Rivières, Canada. Thèse de doctorat. 2015. 111p.

[63] Gratitude [en ligne], " lin textile : définition, fabrication, utilisations, avantages et inconvénients", article, disponible sur : <https://gratitude-lin.fr>, consulté le 10 juin 2023.