

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de L'enseignement Supérieur et de La Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ 20 AOÛT 1955 SKIKDA

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DÉPARTEMENT DE GÉNIE DES PROCÉDÉS



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

Master

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie des Polymères

**Effet d'un traitement physique sur les performances
des Composites à Matrices thermoplastiques et Charges
Naturelles**

Soutenu le 22/06/2023

Réalisé par : BOUCHAREB Karima

ALIZOU I Ines

LAHRECHE Maria Rayane

Encadré par : Dr. BELLILI Nadira

Dr. DAIRI Badrina

Année Universitaire 2022- 2023

Remerciements

Nous adressons en premier lieu notre reconnaissance à **ALLAH** notre **DIEU** tout puissant, de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

Nous exprimons nos profonds remerciements à nôtres promotrices, **Docteur BELLILI Nadira et Docteur DAIRI Badrina**, pour leur patience, leur disponibilité et leur œil critique qui nous ont été très précieuse pour structurer le travail et améliorer la qualité de notre mémoire.

Nous tenons également à remercier les membres du jury, qui ont bien voulu accepter de porter leur jugement sur ce modeste travail que nous espérons sera à la hauteur de leur satisfaction.

Nos remerciements s'étendent aussi à toutes les personnes qui nous ont bien aidé pour compléter ce travail, à la société de calandrage plastiques CALPLASTE Sétif, centre de recherche nucléaire d'ALGER, société algérienne des travaux routiers ALTRO (SKIKDA).

Nos familles, parents, frères, sœurs, amies, pour leurs soutiens constants et leur encouragement...

Dédicaces

C'est avec une grande gratitude et des mots sincères, que je dédie ce modeste travail de fin d'étude à mes chers parents qui ont sacrifié leur vie pour ma réussite.

A mon Père pour avoir toujours cru en moi et pour ses nombreux sacrifices,

A ma Mère pour son soutien et ses encouragements,

A mes très chères frères, Abdel Madjid, Abd Esamie, Rabah

A mes très chères sœurs, soumia et Sarra

A mes chères amies et mes collègues

A toute ma famille

A ma promo (2022-2023)

Karima

Dédicaces

- **À Mon cher père « Chérif Alizoui »** ma source de force, il est celui qui me soutient dans mes décisions et m'encourage à réaliser mes rêves. Comme je suis fier d'ajouter mon nom au votre, mon seigneur ne me prive pas de toi.
- **À la fontaine de tendresse Ma mère « Hada Djabba »** celle au cœur chaud, qui ressent ma tristesse malgré mon silence, alors elle n'a pas hésité à rappeler ma joie et mon sourire, la femme qui veillait de longues nuits pour mon confort, mon seigneur ne me prive pas de toi.
- **A mon deuxième père, mon unique frère « Youcef » et à mes chères sœurs « Wissam et Doua »** vous êtes les joyaux de ma vie et l'une des bénédictions que dieu m'a accordées, je suis reconnaissante pour chaque moment que vous avez passé avec moi et pour chaque soutien que vous m'avez apporté dans les moments difficiles.
- **A mon fiancé « Anis Grimed »** je suis tellement reconnaissante du destin qui nous a réunis, je te remercie pour la véritable amitié qui nous unit, et pour ton soutien moral et tes soins sans constants.
- **A toutes ma famille surtout « Maram et Anes ».**
- **A tous mes amis surtout « Dounia ».**

Ines

DÉDICACES

« Ce n'est pas grave de tomber. Ce qui est important, c'est la vitesse à laquelle tu te relèves »

Avant tout je remercie dieu le tout puissant de m'avoir donné la force d'accomplir ce travail

Je dédie ce mémoire à ma mère tu m'as donné la vie la tendresse et le courage pour réussir.

Tout ce que je peux t'offrir ne pourra exprimer l'amour et la reconnaissance que je te port.

En témoignage je t'offre ce modeste travail pour te remercier de tout tes sacrifices et pour l'affection dont tu m'as toujours entourée.

À mon père pour tout l'amour dont tu m'avais entouré, pour tout ce que tu avais fait pour moi. Je ferai de mon mieux pour rester un sujet de fierté à tes yeux avec l'espoir de ne jamais te décevoir.

À ma très chère sœur : Ghada.

À mes chers frères jumeaux : Salah Et Fares.

Et à toutes personnes qui m'ont toujours aidé et encouragé.

MARIA LAHRECHE

Liste des abréviations

[PVC] Polychlorure de vinyle

[kGy] Kilo Gray

[FND] Farine de noyau de datte

[CE] Commission européenne

[NaCl] Chlorure de sodium

[VCM] Vinyle chlorure monomère

[Ω .cm] Ohm.centimètre

[MPa] Méga Pascal

[D] Dureté shore

[Tg] Température Transition vitreuse

[UV] Rayonnement ultraviolet

[β 1-4] Type de la liaison glycosidique

[γ] Gamma

[^{60}CO] Cobalt 60

[MEV] Méga électron volt

[\emptyset] Flux

[CBP] Composite bois plastique ou composite bois polymère

[FGO] Farine de grignon d'olive

[F0] Une formulation de PVC non chargée et non traitée notée

[F20] Une Formulations de matériaux composite (PVC/ charge naturel) non
Traité

[PP] Polypropylène

[PPgMA] Polypropylène greffé anhydride maléique

[MEB]Le microscope électronique à balayage

[ORF] Farine de résidus d'olive

[PANI] Poly aniline

[FTRI] La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

[PL] Photoluminescence

[CS-137] Source de césium-137

[AFM] La microscopie à force atomique

[AGT] Analyse thermogravimétrique

[DSC] Calorimétrie différentielle à balayage

[TDG] Dérivée de la thermogravimétrie

[CIRES] Cooperative institute for Research environmental

[USA] United States of America

[CALPLAST] Société de calandrage plastique

[DOP] Le di octyl phtalate

[HSE 100S] huile de soja époxydée

[PPM] Parties par million

[APHA] Unités de couleur définie par utilisateur

[PP*] *perte en poids

[ALTRO] société algérienne des travaux routiers

[CRNA] Centre de recherche nucléaire à Alger

[TH] Taux d'humidité

[M0] La masse de l'échantillon avant l'immersion

[M1] La masse de l'échantillon après l'immersion

[d(eau)] La densité de l'eau.

[m0] La masse du pycnomètre vide.

[m1] La masse du pycnomètre rempli d'eau.

[m2] La masse de l'échantillon.

[m3] La masse du pycnomètre rempli d'eau avec l'échantillon

[E] Module Young

[GPa] Giga Pascal

[σ] Constraint

[ϵ] Allongement

[S] Section de l'éprouvette.

[F] La force d'étirement

[L] Longueur finale de l'éprouvette.

[L0] Longueur initiale de l'éprouvette.

Liste des figures

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

Figure I.1: Constituants d'un matériau composite(**page5**).

Figure I.2: Types des matrices(**page7**).

Figure I.3: Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle(**page8**).

Figure I.4: Les applications du PVC (**page12**).

Figure I.5: Classification des Renforts(**page13**).

Figure I.6: Structure de la cellulose(**page14**).

Figure I.7: Structure chimique de l'hémicellulose(**page15**).

Figure I.8: Structure de la lignine(**page15**).

Figure I.9: Noyau de dattes du palmier dattier(**page17**).

Figure I.10: Noyau de dattes(**page17**).

Figure I.11: A) Noyaux de dattes entières, B) Noyaux de dattes concassés, C) Poudre de noyaux de datte en petits fragments, D) Poudre de noyaux de(**page18**).

Chapitre II : Rappels bibliographiques

Figure II.1: Effet des irradiations gamma sur la morphologie des composites a) F0, b) F20, c) F2010kGy, d) F2070kGy(**page28**).

FigureII.2: Micrographie MEB de la farine de grignon d'olive : a) F, b) F70 kGy(**page29**).

Figure II.3: FTIR de : a) Composites non irradiés b) Composites irradiés(**page32**).

Figure II.4: Micrographies MEB des surfaces fracturées des composites : a) non traités

b) irradiés à 50kGy c) irradiés à 100kGy(**page35**).

Figure II.5: Thermo grammes obtenus par la DSC des composites traités et non traité à la présence de PP-g-MA (**page36**).

Figure II.6: Thermogrammes obtenus par la DSC des composites traités et non traité(**page37**).

Figure II.7: Courbes : a) TGA b) DTG des composites irradiés et non irradiés(**page38**).

Chapitre III : Matériaux, méthodes et techniques d'analyse

Figure III.1: Les additives du PVC (**page43**).

Figure III.2: Les tamis utilisés(**page43**).

Figure III.3: La calandre utilisée dans la préparation des composites(**page44**).

Figure III.4: Test d'absorption (laboratoire de Génie des Procédés, Université de 20 Aout 1955 Skikda) (**page46**).

Figure III.5: Un pycnomètre(**page47**).

Figure III.6: Microscope optique (Optika HC 4*0.1160/0.17) (**page47**).

Figure III.7: La machine d'essai de traction utilisée(**page48**).

Chapitre IV : Résultats et discussions

Figure IV.1: L'évolution de taux d'absorption d'eau des composites PVC/FND à différentes doses d'irradiation, en fonction du temps d'immersion (**page 50**).

Figure IV.2: Evolution de la densité des composites PVC/FND en fonction de la dose d'irradiation (**page 52**).

Figure IV.3: La microscopie optique des composites renforcés par la charge traitée et non traitée (**page 53**).

Figure IV.4: La variation de module de Young des différents échantillons PVC/FND non traités et traités avec l'irradiation gamma (**page 54**).

Figure IV.5: : La variation de la contrainte à la rupture avant et après l'incorporation de la charge non traitée et traitée à différentes doses d'irradiation (**page55**).

Figure IV.6: La variation de l'allongement à la rupture avant et après l'incorporation de la charge non traitée et traitée à différentes doses d'irradiation (**page 57**).

Liste des tableaux

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

Tableau I.1: Propriétés thermiques du PVC (page9).

Tableau I.2: Propriétés mécaniques de PVC (page10).

Tableau I.3: Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales(page16).

Tableau I.4: Composition chimique de FND (page18).

Chapitre II : Rappels bibliographiques

Tableau II.1: Paramètres thermiques obtenus par l'analyse thermogravimétrique de la farine de grignon d'olive(page29).

Chapitre III : Matériaux, méthodes et techniques d'analyse

Tableau III.1: Propriétés physico-chimiques du polychlorure de vinyle(page41).

Tableau III.2: Propriétés physico-chimiques du DOP (page41).

Tableau III.3: Propriétés physico-chimiques de stabilisant thermique (huile de soja époxydée (HSE 100S) et NEW STAB 26) (page42).

Tableau III.4: Propriétés physico-chimiques de l'acide stéarique (page42).

Tableau III.5: Composition massique des formulations de PVC/ FND (page44).

Sommaire

Remerciement	
Dédicaces	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale	1
Références bibliographiques.....	4

Partie théorique

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges

lignocellulosiques

I.1. Définition d'un matériau composite	5
I.2. Pourquoi renforcer les composites avec des fibres naturelles.....	5
I.3. Domaines d'applications des matériaux composites.....	6
I.4. Les matrices polymères.....	7
I.4.1. Le polychlorure de vinyle (PVC)	7
I.4.2. Propriétés du polychlorure de vinyle (PVC).....	8
I.4.2.1. Propriétés électriques.....	8
I.4.2.2. Propriétés thermiques.....	8
I.4.2.3. Propriétés mécaniques.....	9
I.4.2.4. Propriétés physiques	10
I.4.2.5. Propriétés chimiques.....	10
I.4.3. Les avantages et les inconvénients du PVC	10
I.4.4. Application du PVC.....	11
I.5. Les renforts	13
I.5.1. Les fibres végétales	13
I.5.2. Structure des fibres végétales	14
I.5.3. Les avantages et les inconvénients des fibres végétales	16
I.5.4. Le noyau de datte	16
I.5.5. Préparation des noyaux.....	17

I.5.6. Caractéristiques physico-chimiques du noyau de dattes.....	18
I.5.7. Utilisation des noyaux de datte	19
I.6. Interface d'un matériau composite : Notion D'adhésion.....	19
I.6.1. Les méthodes de modification de l'interface	20
I.6.1.1. Traitement chimique.....	20
I.7.1.2. Traitement physique.....	21
Références bibliographiques.....	23

Chapitre II : Rappels bibliographiques

Rappels bibliographiques	27
Références bibliographiques.....	39

Partie expérimentale

Chapitre III : Matériaux, méthodes et techniques d'analyse

III.1. Présentation des matériaux utilisés	41
III.1.1. Le Polychlorure de vinyle.....	41
III.1.2. Additifs.....	41
III.1.2.1. Plastifiants.....	41
III.1.2.2. Stabilisant thermique	42
III.1.2.3. Lubrifiant	42
III.1.3. Préparation de la farine de noyaux de datte	43
III.2. Préparation des échantillons	43
III.3. Irradiation des échantillons	44
III.4. Méthodes de caractérisations	45
III.4.1. Caractérisation des matériaux composites	45
III.4.1.a. Test d'absorption d'eau.....	45
III.4.1.b. La densité.....	46
III.4.1.c. Caractérisation de surface des composites par microscopie optique	47
III.4.1.d. Test de traction	47

Chapitre IV : Résultats et Discussions

IV.1. Caractérisations physiques.....	50
IV.1.1. Taux d'absorption d'eau.....	50
IV.1.2. La densité	51
IV.2. Caractérisation optique	52

IV.3. Caractérisation mécanique	54
IV.3.1. Module de Young	54
IV.3.2. Contrainte à la rupture	55
IV.3.3. Allongement à la rupture	56
Références bibliographiques	58
Conclusion générale...	59
Annexe	60
Résumé	62

Introduction Générale

Introduction générale

Introduction générale

Les polymères sont des matériaux polyvalents qui jouent un rôle essentiel dans notre vie quotidienne et dans diverses industries. Des bouteilles en plastique et emballages aux pièces automobiles et dispositifs médicaux, les polymères sont largement utilisés en raison de leur légèreté, de leur rentabilité et de leurs excellentes propriétés mécaniques. Cependant, dans des applications spécifiques nécessitant une résistance accrue et une rigidité, il est crucial de combiner les polymères avec des fibres de renforcement. La combinaison de fibres et de polymères donne naissance à des matériaux composites présentant des performances mécaniques supérieures par rapport à leurs composants individuels.

Le polychlorure de vinyle (PVC) est un polymère thermoplastique qui se caractérise par sa bonne résistance à l'humidité et au feu. Au niveau mondial, la demande du PVC dépasse 35 millions de tonnes par an. En termes de tonnage et de consommations, il est classé le deuxième après le polyéthylène dans l'industrie des plastiques. Il est utilisé pour la fabrication d'une vaste gamme de produits avec des propriétés différentes et un coût relativement faible [1].

Auparavant, les matériaux composites étaient le plus souvent des matrices thermoplastique ou thermodurcissable renforcées de fibres de carbone, de verre, Toutefois, ces dernières années, les matériaux composites renforcés avec des fibres naturelles attirent l'attention des chercheurs parce qu'ils pourraient être une solution efficace pour résoudre les problèmes d'environnement, de biodégradabilité et d'épuisement du pétrole, tout en développant des composites à moindre prix, [2].

Les fibres apportent résistance et rigidité, tandis que les polymères agissent comme une matrice, offrant flexibilité et facilité de mise en forme. Cette synergie permet de développer des matériaux légers mais durables pour l'aérospatiale, l'automobile, la construction et de nombreux autres secteurs industriels. Sans une interaction interfaciale efficace, les propriétés mécaniques du composite peuvent être compromises, limitant ainsi son plein potentiel.

La valorisation des déchets naturels tel que les noyaux de datte en les utilisant dans la préparation de matériaux composites à matrice thermoplastiques apporte une alternative forte intéressante aux problèmes environnementaux et à l'épuisement probable, des ressources fossiles.

Les noyaux de datte sont généralement retirés des dattes avant leur consommation, et plutôt que de les jeter, ils peuvent être transformés en une forme de farine et utilisés dans diverses applications culinaires, notamment en tant qu'ingrédient dans les recettes de pâtisserie en raison

Introduction générale

de sa richesse en fibres alimentaires, en antioxydants et en certains minéraux tels que le calcium et le potassium.

Malgré les avantages de fibres cellulosiques dans les thermoplastiques, la préparation des matériaux composites à base des matrices thermoplastiques renforcées par des charges naturelles est handicapée par le caractère fortement hydrophile de ces charges, qui est associé à une faible compatibilité avec les polymères hydrophobes, [3-6].

Amélioration de la compatibilité interfaciale Polymère/Charge naturelle par l'irradiation γ à faibles doses est une nouvelle technique de modification de surface respectueuse à l'environnement.

Les rayonnements gamma, une forme de rayonnement ionisant, ont la capacité d'induire des changements structurels au niveau moléculaire et réduire le caractère hydrophile des fibres naturelles [1].

Dans le présent travail, l'étude de l'effet de différentes doses de rayonnement gamma (10,15 et 20 kGy) sur les propriétés mécaniques physiques et morphologiques des composites polychlorure de vinyle (PVC) / Farine de noyau de datte (FND) a été effectuée.

L'objectif de cette étude est d'explorer les rayonnements gamma en tant que moyen de modification des propriétés mécaniques physiques et morphologiques des composites PVC/FND. En soumettant la charge utilisée pour la préparation des matériaux composites à des doses contrôlées de rayonnements gamma, nous visons à étudier si ce processus peut améliorer la compatibilité entre la farine de noyaux de datte et la matrice PVC, améliorant ainsi les performances globales des composites.

Ce travail est subdivisé en quatre chapitres énoncés des manières suivantes :

- Le premier chapitre concerne des généralités sur les matériaux composites ainsi que leurs constituants tel que la charge naturelle (la farine de noyau de datte) et la matrice polychlorure de vinyle (PVC).
- Le deuxième chapitre résume quelques rappels bibliographiques sur les travaux relatifs aux composites Polymère/Charge naturel.
- Le troisième chapitre constitue la partie expérimentale qui présente les matériaux et les différentes techniques utilisées pour la préparation et la caractérisation des composites préparés.
- Le dernier chapitre montre la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués.

Introduction générale

- Pour conclure, une conclusion générale permet de résumer les résultats des travaux présentés et d'ouvrir de nouvelles perspectives de développement.

Introduction générale

Références Bibliographiques

1. BELLILI N., Elaboration et caractérisation des composites à base d'une matrice thermoplastique chargée avec des fibres lignocellulosiques traitées par irradiation gamma présenté à l'université de A. Mira Béjaïa, (2015).
2. Do T. V.V., Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non, thèse de doctorat, présenté à l'université de Grenoble et de l'université des sciences de Hochiminh ville, France, juillet (2011).
3. TIHMINLIOGLU F., DEMIR H., ATIKLER U., BALKOSE D., The effect of fiber surface treatments on the tensile and water sorption properties of polypropylene–luffa fiber composites, *Composites: Part A*, 37 (2006) 447–456.
4. Rong M.Z., Zhang M.Q., Liu Y., Yang G.Ch., Zeng H.M., The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites, *Composites Science and Technology*, 61 (2001) 1437–1447.
5. Monteiro S.N., Calado V., Rodriguez R.J.S., Margemc F.M., Thermogravimetric behavior of natural fibers reinforced polymer composites—An overview, *Materials Science and Engineering, A* 557 (2012) 17–28.
6. Monteiro S.N., Calado V., Rodriguez R.J.S., Margemc F.M., Thermogravimetric Stability of Polymer Composites Reinforced with Less Common Lignocellulosic Fibers – an Overview, *Journal of Materials Research and Technology*, 1(2) (2012) 117-126.

Partie théorique

Chapitre 1 : Les composites Polymère

/Charges lignocellulosiques

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

I.1. Définition d'un matériau composite

Un composite est l'assemblage de plusieurs matériaux non miscibles de nature différente et dont les qualités se complètent afin d'obtenir un matériau hétérogène dont les performances sont supérieures à celles de ses composants. Un matériau composite est constitué d'un renfort (ossature du matériau) qui assure la tenue mécanique et d'une matrice (enveloppe ou peau du matériau) qui est généralement polymérique (résine thermoplastique ou thermodurcissable) ou métallique, qui assure la cohésion de la structure et la retransmission des efforts vers le renfort [1].

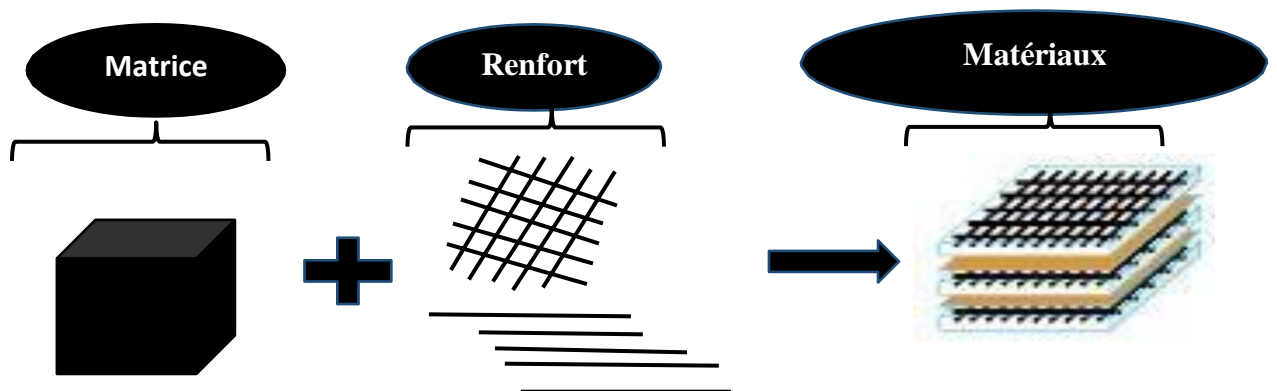


Figure I.1 : Constituants d'un matériau composite [1].

L'objectif de la fabrication des composites est d'exploiter les propriétés reconnues de chaque composant afin de construire des matériaux mieux adaptés à certaines applications. Un composite est un matériau qui tente de combiner les propriétés de ses constituants pour améliorer certaines propriétés, telles que la résistance à la rupture ou la rigidité pour les composites à usage mécanique, ou la conductivité électrique pour les composites à usage électrique [2].

I.2. Pourquoi renforcer les composites avec des fibres naturelles

De manière générale, l'utilisation de fibres naturelles comme renfort pour les composites se justifie :

- La valorisation des ressources locales dans les pays industrialisés ou moins industrialisés, les composites en fibres naturelles ouvrent de nouveaux débouchés aux produits agricoles.
- Le développement de matériaux et de technologies prenant en compte l'impact sur l'environnement. Les fibres naturelles sont produites et recyclées naturellement (en

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

cultivant des matériaux biodégradables et renouvelables) sur la terre depuis des millions d'années.

Les principes directeurs pour sélectionner des fibres issues de leur milieu naturel et présentant des propriétés mécaniques intéressantes sont :

-Leur origine et leur fonction ;

-Leur disponibilité : Les fibres naturelles sont considérées comme utilisables si elles existent sur le marché en quantités suffisantes pour produire des composants industriels. Sa production est liée au point de vente.

-Leur composition et leur structure sont souvent complexes. Bien que les composites se présentent souvent sous des formes originales et innovantes, le milieu naturel a fourni une large gamme de composites, tant dans le monde végétal qu'animal. Une multitude de matériaux naturels, certains durs mais légers comme les coquilles de noix et d'autres souples mais résistants comme le bois, doivent leurs propriétés mécaniques à leurs structures composites [3].

- Rigidité et résistance spécifiques importantes pour concevoir des structures performantes tout en obtenant une réduction de masse par rapport aux solutions métalliques précédentes ;

- Faible sensibilité à la fatigue ;

- Faible sensibilité à la corrosion ;

- Capacité à fabriquer des matériaux aux propriétés particulières [4].

I.3. Domaines d'applications des matériaux composites

Les polymères renforcés par les fibres naturelles sont utilisés dans plusieurs domaines d'applications tels que le domaine des bâtiments comme le revêtement de sol, cadres de fenêtres... etc. Ils ont donné quelques propriétés critiques, telles que la résistance à l'usure. On les trouve dans d'autres domaines d'application tels que l'emballage, sport, pièces électriques, meuble, moulures des portes et prothèse médicaux.

Le passage à des constructions plus durables dans l'industrie automobile n'est pas seulement une initiative visant d'un environnement plus viable et l'efficacité des coûts, mais aussi une demande de la réglementation européenne. Cette dernière joue un rôle important comme force motrice vers l'utilisation de matériaux durables. Selon la directive européenne 2000/53/CE délivré par la Commission européenne, 85% du poids d'un

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

véhicule devait être recyclable pour 2005. Ce pourcentage recyclable sera augmenté à 95% en 2015 [5].

I.4. Les matrices polymères

La matrice permet de lier les fibres du renfort 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. Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère [6].

On peut décomposer les matières plastiques en deux grandes classes : les thermoplastiques et les thermodurcissables. Cette distinction se base sur leurs structures moléculaires et leur comportement sous l'effet d'une forte température [7].

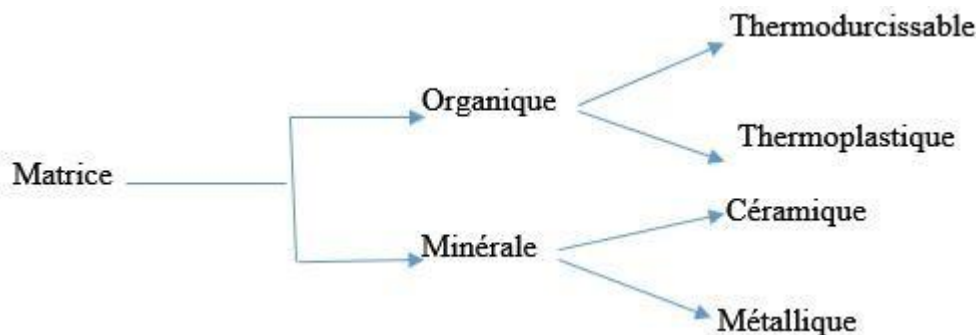


Figure I. 2 : Types des matrices.

I.4.1. Le polychlorure de vinyle (PVC)

Le poly (chlorure de vinyle) est un matériau organique, connu sous le sigle PVC (sigle venant de l'appellation anglaise polyvinylchloride). C'est un polymère thermoplastique de grande consommation, amorphe ou faiblement cristallin, principal représentant de la famille chloropolymères. Il est préparé à partir de deux matières premières : à 57 % de sel de mer (NaCl) et à 43 % de pétrole ; c'est la seule matière plastique constituée par plus de 50 % de matière première d'origine minérale.

Le PVC rigide est surtout utilisé pour la fabrication de profilés et tubes par extrusion.

Le PVC souple (ou PVC plastifié) sert par exemple dans l'industrie des vêtements et des tapisseries. De formule chimique $-(CH_2-CHCl)_n-$, il est obtenu par polymérisation radicalaire du monomère chlorure de vinyle (sigle VCM, formule $CH_2=CHCl$) [8].

La polymérisation du chlorure de vinyle est aujourd'hui faite selon les trois types de procédés suivants :

-Procédé en masse

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

-Procédé en émulsion

-Précédé en suspension

Les procédés en masse et en suspension permettent d'obtenir des résines de granulométrie de l'ordre de 130 μ m, qui sont ensuite ajoutées et transformées sur des machines fournissant à la fois du cisaillement et de la chaleur. Par opposition, les résines pour plastisols, obtenues par les procédés émulsion, ont une granulométrie beaucoup plus faible, de l'ordre de 10 μ m. De ce fait, une fois additivées, ces résines se mettent en œuvre par des techniques très différentes [9].

La figure 3, montre la réaction de polymérisation du chlorure de vinyle.

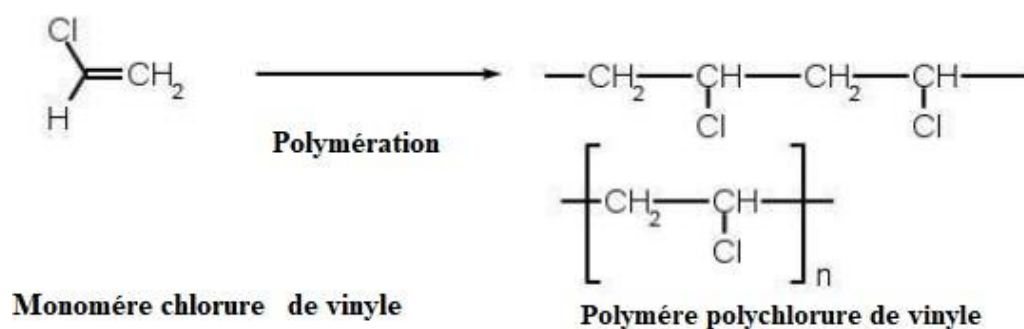


Figure I. 3 : Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle [10].

I.4.2. Propriétés du polychlorure de vinyle (PVC)

I.4.2.1. Propriétés électriques

Le PVC a des bonnes propriétés isolantes mais les pertes électriques dans les matériaux sont suffisamment importantes pour permettre le soudage par haute fréquence [11].

-Le facteur de perte diélectrique à 50 Hz et 20 °C est de l'ordre de 15x10⁻³.

-La constante diélectrique à 50Hz et 20°C et de l'ordre de 3,4.

-La résistivité transversale est de l'ordre de 10¹⁶ Ω .cm.

I.4.2.2. Propriétés thermiques

Le tableau suivant montre quelques propriétés thermiques du PVC.

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

Tableau I.1 : Propriétés thermiques du PVC [11].

Propriétés thermiques	Caractéristiques
Conductivité thermique	Elle est d'environ $0,2 \text{ W. m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.
Capacité thermique massique	Elle est d'environ $1\ 046 \text{ J.kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.
Pouvoir calorifique	Il est de 17 kJ/kg environ, pour les PVC non plastifiés et de valeur supérieure mais variable suivant la formulation pour les PVC plastifiés.
Coefficient de dilatation linéique	Il est d'environ $5 \cdot 10^{-5}$ à $8 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ pour les PVC non plastifiés et moins significatif pour les PVC plastifiés.
Température de ramollissement Vicat	La température de ramollissement Vicat pour les PVC non plastifiés se situe entre 65 et $85 \text{ }^\circ\text{C}$. Pour des mélanges de PVC et de PVC chloré, elle peut atteindre des valeurs supérieures à $100 \text{ }^\circ\text{C}$.
Température de fléchissement sous charge	Elle ne s'applique qu'aux PVC non plastifiés. Elle varie de 55 à $70 \text{ }^\circ\text{C}$ selon les formulations et peut atteindre $90 \text{ }^\circ\text{C}$ pour celles contenant du PVC chloré.
Comportement au feu	Le PVC se décompose dans une flamme en libérant de l'acide chlorhydrique gazeux mais il est auto extinguable. Les PVC plastifiés brûlent plus facilement.

I.4.2.3. Propriétés mécaniques

Le PVC résiste à l'abrasion et aux chocs encore plus à basse température $< 10 \text{ }^\circ\text{C}$, et de bonne résistance à la rigidité jusqu'au voisinage de sa température de transition vitreuse, l'addition des plastifiants permet de diminuer la T_g . Et selon la proportion de plastifiant, on distingue le PVC souple et le PVC rigide [12].

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

Tableau I.2 : Propriétés mécaniques de PVC [13].

Propriétés \ Type	PVC rigide	PVC souple
Contrainte à la rupture (MPa)	50	10-20
Allongement à la rupture (%)	10-15	200-500
Résistance à la flexion (MPa)	70-80	-
Module de traction (MPa)	2400	-
Module de flexion (MPa)	2000	-
Dureté shore D	70-80	20-40

I.4.2.4. Propriétés physiques

Parmi les propriétés physiques, le PVC de couleur naturelle transparente (cristal), il est amorphe dans la majorité des cas, on note la présence de la phase cristalline qui varie de 5 à 15% en masse, à température ambiante 23 à 25 °C, la phase amorphe est rigide, avec la température de transition vitreuse (Tg) qui se situe vers les 75 °C et 80°C, c'est -à dire qu'il est rigide à température ambiante, et qu'au-dessus de 90°C, il est caoutchouteux (faible résistance, grande déformation) [14].

I.4.2.5. Propriétés chimiques

Le PVC non plastifié possède une excellente résistance à de nombreux produits chimiques. Il résiste ainsi parfaitement aux acides et aux bases, aux huiles, alcools et hydrocarbures aliphatiques.

Le PVC plastifié est plus sensible à certains agents chimiques. Plus particulièrement il est sensible aux hydrocarbures aromatiques, aux solvants cétoniques et chlorés, aux esters et aux cétones qui peuvent engendrer un gonflement.

La résistance aux agents chimiques du PVC plastifié dépend du type et de la quantité de plastifiant utilisé pour sa formulation. Il peut également être sujet à des problèmes de migration de plastifiant et est relativement peu hydrophile (absorption d'eau pendant 24 h de 0,14 à 0,4 % pour une épaisseur de 3 mm à 20°C) [14].

I.4.3. Les avantages et les inconvénients du PVC

Le PVC présente d'importants avantages tel que :

- Rigidité à la température ambiante.

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

- Excellente résistance à la l'abrasion.
- Bonne qualité d'isolation électrique.
- Bonne résistance chimique aux acides, huiles et alcools.
- Bonne stabilité dimensionnelle et un retrait limité dû à sa structure amorphe

Cependant, il possède également certains inconvénients qui sont :

- Peu résistant aux UV, le PVC vieillit mal (jaunissement avec le temps) ;
- Toxique en cas d'incendie ou de combustion (contient de l'acide chlorhydrique) ;
- Non biodégradable ;
- Peu résistant à l'usure en tant que revêtement de sol [15].

I.4.4. Application du PVC

Il existe plusieurs domaines d'utilisation du PVC, notamment :

- Dans le domaine de santé, le PVC est utilisé pour élaborer les poches à sang et à urine, les cathéters, les blisters pour médicaments, les tubulures de perfusion, les gants chirurgicaux et les drains souples, etc....
- Dans le domaine des bâtiments, le PVC est généralement employé pour fabriquer les châssis de fenêtre, les accessoires de canalisation d'eau, les gouttières, les revêtements de sols et comme isolante pour les câbles et les fils électriques [5].
- Dans le Domaine d'emballage : 15% des matières plastiques utilisées dans l'emballage sont du PVC. En pratique, le PVC non plastifié se retrouve dans : des flacons pour produits d'entretien et cosmétiques, films, feuilles, bouteilles, récipients pour l'industrie alimentaire en sac, ...etc. Et le PVC plastifié, plutôt dans : des jouets, des films étirables pour produits alimentaires, des films de protection d'articles de quincaillerie...etc [16].
- On trouve aussi le PVC dans l'automobile, il protège le soubassement de ces dernières contre l'usure et permet un intérieur plus attrayant et plus confortable. Sa capacité d'absorber les chocs et sa résistance au feu contribuent à la sécurité. Comme il présente aussi dans bon nombre d'articles de bureau, de sport et de loisirs [5].

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques



Figure I.4 : Les applications du PVC [17 - 20]

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

I.5. Les renforts

Le renfort est le squelette supportant les efforts mécaniques, il contribue à améliorer la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites. Il se présente sous forme filamentaire organique ou inorganique comme les fibres de verre, carbone, aramide et les fibres naturelles (lin, sisal, ramie, jute, chanvre, abaca et grignon d'olive) [21].

La figure 5 représente les classifications des différents renforts utilisés dans la préparation des composites.

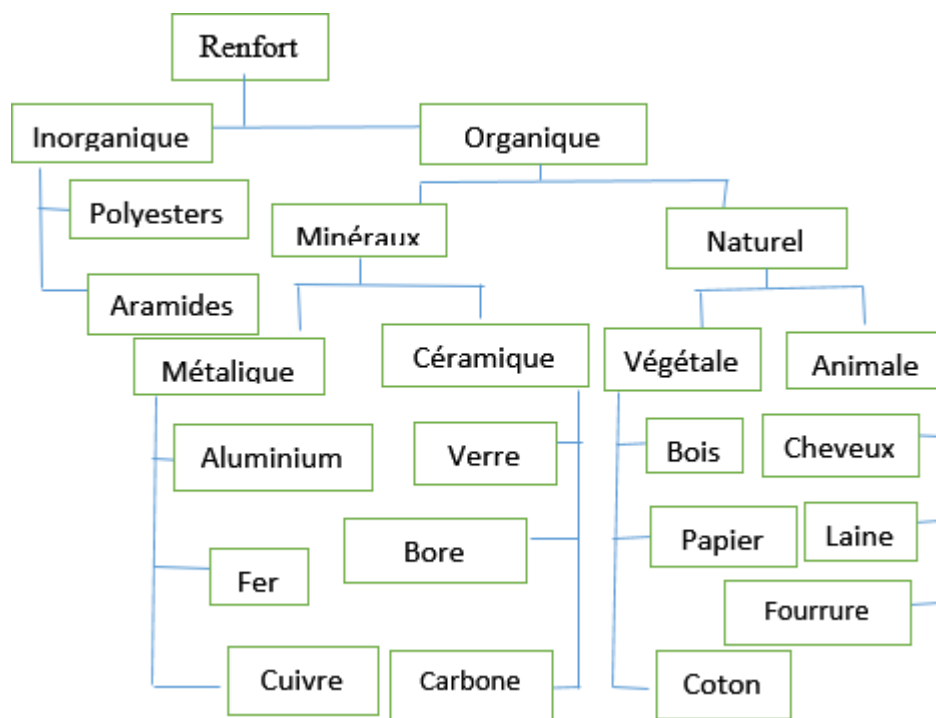


Figure I.5 : Classification des Renforts [22].

I.5.1. Les fibres végétales

Il existe plusieurs critères de différenciation des fibres :

➤ Les fibres des feuilles

Les fibres des feuilles **sont** fabriquées par chevauchement de paquet qui entoure le long des feuilles pour les renforcer, ces fibres sont dures et rigides [23].

➤ Les fibres des tiges

Les fibres de tige sont obtenues dans les tiges des plantes dicotylédones. Elles ont pour rôle de donner une bonne rigidité aux tiges de plantes. Les fibres de tige les plus utilisées sont les fibres de lin, de kenaf et de chanvre [23,24].

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

➤ Les fibres des bois

Les fibres de bois proviennent du broyage des arbres tels que les bambous [25].

➤ Les fibres des surfaces

Les fibres de surface entourent en général la surface de la tige, de fruits ou de grains. Les fibres de surface des grains constituent le groupe le plus important dans cette famille de fibres. Nous citons entre autres le coton et la noix de coco (coco). Les fibres de coco ont donné de bons résultats pour la résistance à la flexion du composite ciment/ fibre [26].

I.5.2. Structure des fibres végétales

Les fibres végétales (coton, lin, chanvre, jute, sisal, kénaf, coco, abaca, bois...etc.) sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine

➤ **La Cellulose** est le constituant majoritaire et essentiel des fibres végétales. C'est un polymère linéaire à enchainement de cycles glucopyranose avec une liaison glycosidique du type β 1-4. Le degré de polymérisation varie selon l'origine des fibres et le procédé d'isolement, il est supérieur à 3000 pour le coton et égale à 1500 pour les pâtes de bois obtenues avec le minimum de dégradation [27,28].

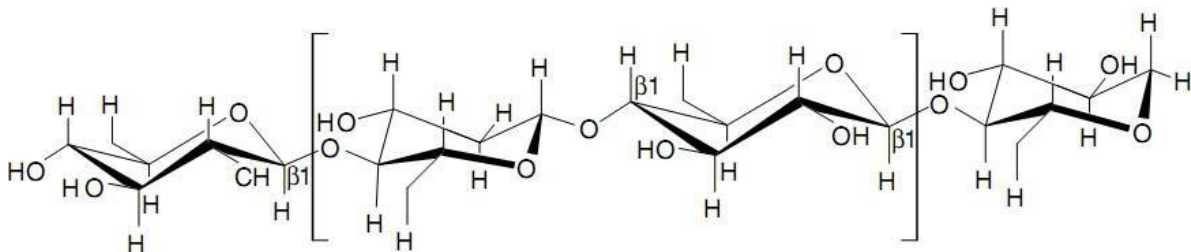


Figure I.6 : Structure de la cellulose [29].

➤ **L'hémicellulose** n'est pas une forme de cellulose. Elle comprend un groupe de polysaccharides composés d'une combinaison de cycles à 5 et 6 carbones. L'hémicellulose forme la matrice de support des microfibrilles de cellulose. Il diffère de la cellulose par trois aspects. Tout d'abord, elle est composée de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques alors que la cellulose ne contient que des unités 1,4- β D-glucopyranose. Deuxièmement, elle présente un degré considérable de branchements contenant des groupes latéraux à l'origine de sa nature non-cristalline. Enfin, à l'état naturel, elle a un degré de polymérisation compris entre 50 et 300, tandis que celui de la cellulose native est 10-

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

100 fois plus élevé.

L'hémicellulose est très hydrophile, soluble en milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides [30].

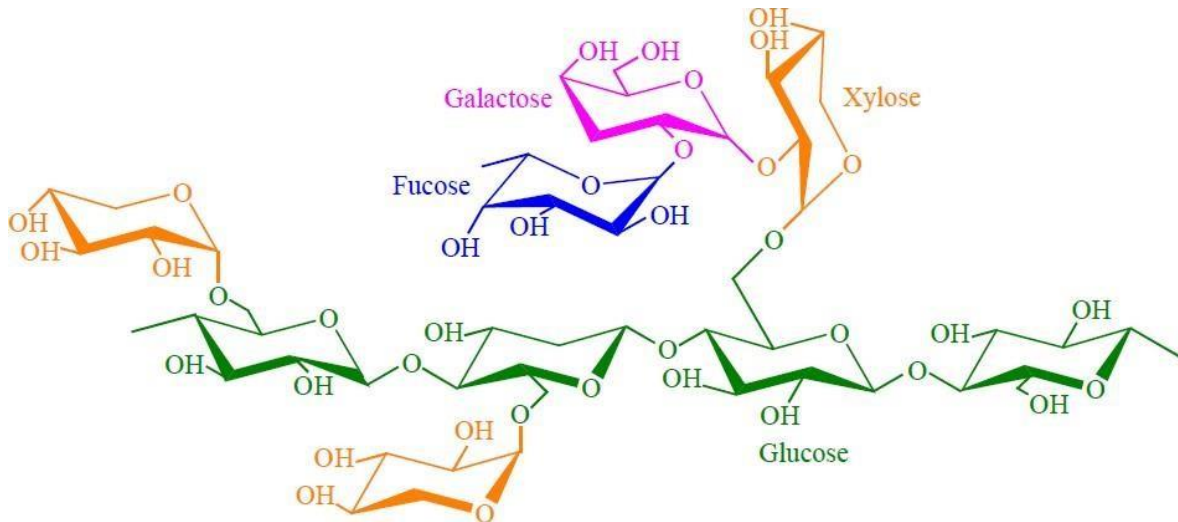


Figure I.7 : Structure chimique de l'hémicellulose [3].

- **La lignine** est la matière organique renouvelable la plus abondante après la cellulose. Elle est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels et ne possède pas de motifs répétitifs. La structure complexe de la lignine comprenant de nombreuses fonctions phénoliques, hydroxyles et éthers explique sa grande réactivité. Cependant leur accessibilité est limitée par la conformation tridimensionnelle de réseau moléculaire [31,32].

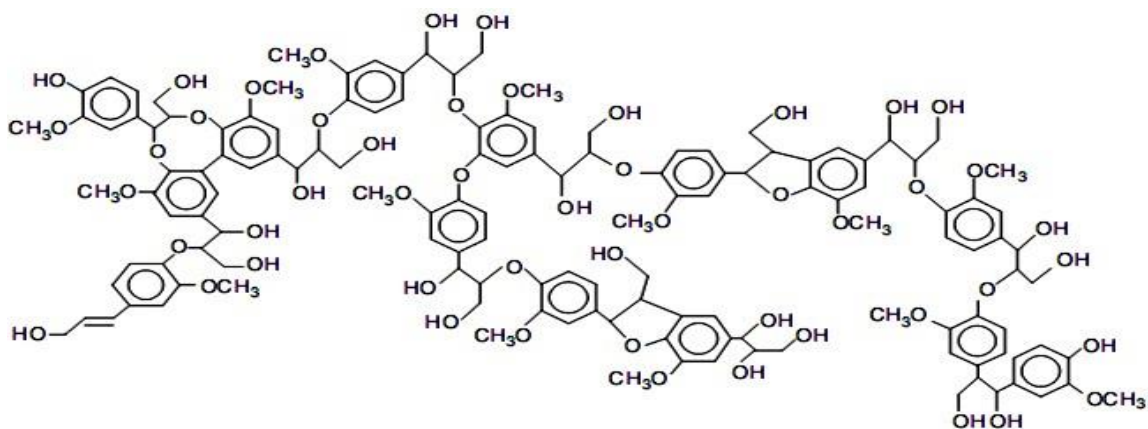


Figure I.8 : Structure de la lignine [33].

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

I.5.3. Les avantages et les inconvénients des fibres végétales

Le tableau suivant présente les principaux avantages et inconvénients des fibres végétales.

Tableau I.3 : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales [34].

AVANTAGES	INCONVENIENTS
<ul style="list-style-type: none">• Neutre pour l'émission de CO₂• Faible coût• Biodégradabilité• N'irrite pas la peau lors de la manipulation des fibres• Aucun résidu après incinération• Ressources renouvelables• Produit très peu d'énergie• Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité)• Bonne isolation thermique et phonique• Pas d'usure d'outil	<ul style="list-style-type: none">• Renforcement discontinu• Absorption de l'eau• Faible stabilité dimensionnelle• Mauvaise résistance au vieillissement• Faible résistance thermique (jusqu'à 200 à 230°C)• Fibres anisotropes• La qualité varie selon l'endroit où elle est cultivée, la météo, etc.• Pour les applications industrielles, la gestion des stocks est nécessaire

I.5.4. Le noyau de datte

Le noyau est la partie non comestible de la datte. Elle est de forme allongée, plus au moins volumineuse, lisse ou pourvue de protubérances latérales en arêtes ou en ailettes, avec un sillon ventral assez profond et un embryon dorsal, sa consistance est dure et cornée [35].

Le noyau possède un albumen (endosperme) dur et corné dont l'embryon dorsal est toujours très petit par rapport à l'albumen (2 à 3mm) (Fig.9). Les dimensions du noyau sont très variables, de 2 à 8cm de longueur et d'un poids de 2 à 8 grammes selon les variétés. Leur couleur va du blanc jaunâtre au noir en passant par les couleurs ambre, rouge, brune plus au moins foncées [36].

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

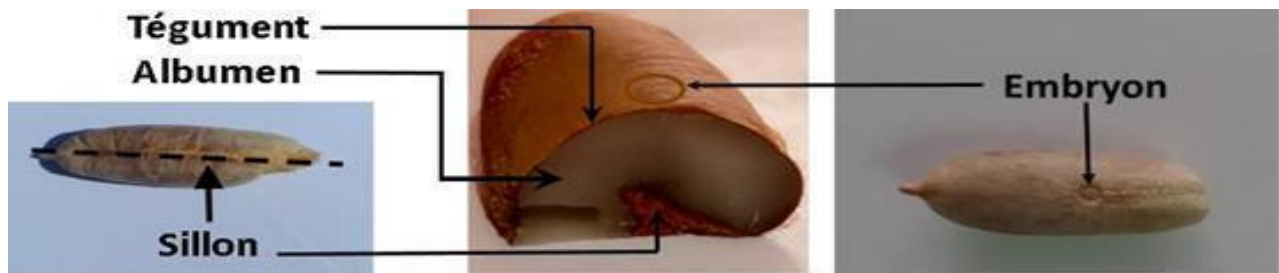


Figure I. 9 : Noyau de dattes du palmier dattier [37].

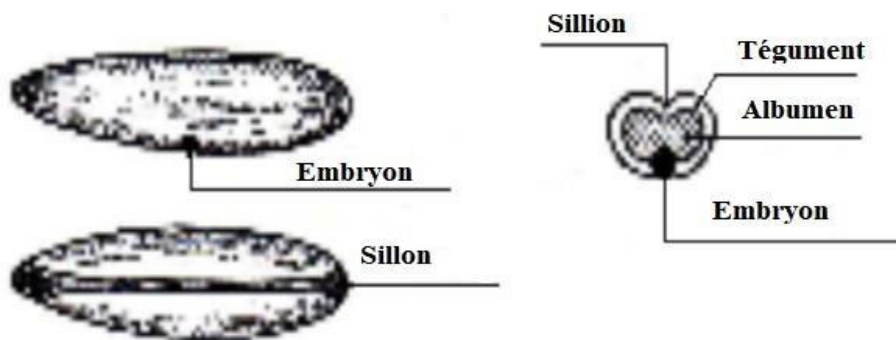


Figure I.10 : Noyau de dattes [38].

I.5.5. Préparation des noyaux

La préparation des noyaux comprend les étapes suivantes :

- Séparation pulpe- noyau : La séparation pulpe- noyau est facile, elle se fait à la main.
- Lavage : Les noyaux sont lavés à l'eau chaude pour enlever les traces de pulpe et toutes sortes d'impuretés qui collent à ces derniers.
- Séchage : Après lavage, les noyaux sont placés dans une étuve portée à une température de 120 °C pendant 24 heures afin de faciliter le broyage.
- Broyage : Le broyage a été réalisé au moyen d'un broyeur mécanique afin d'avoir de petits fragments qui sont à leurs tour broyés à l'aide d'un mixeur électrique.

La poudre obtenue est séchée dans une étuve à la température de 105 °C pendant 24 heures puis stockée dans des pots hermétiques en plastique [39].

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

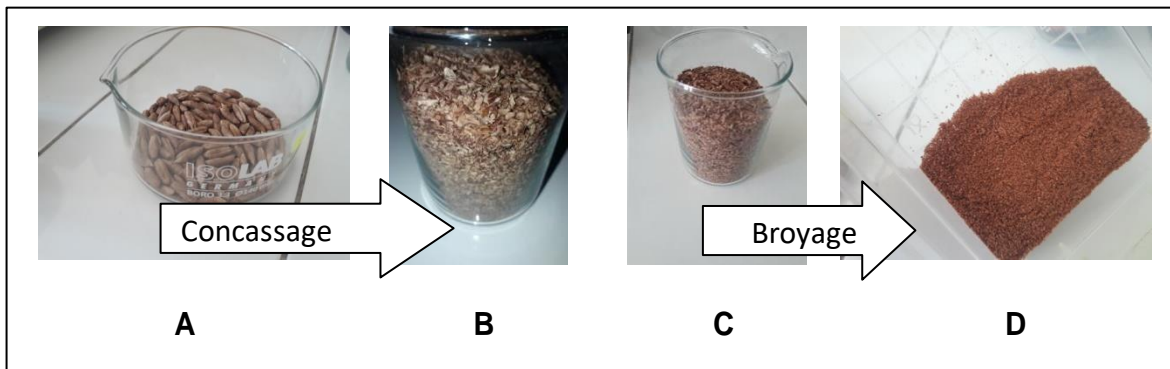


Figure I.11 : A) Noyaux de dattes entières, B) Noyaux de dattes concassés, C) Poudre de noyaux de datte en petits fragments, D) Poudre de noyaux de dattes [39].

I.5.6. Caractéristiques physico-chimiques du noyau de dattes

➤ Caractéristiques physiques du noyau de datte

De nombreuses études ont montré qu'il existe des différences significatives entre le diamètre, le poids et la longueur du noyau même lorsque les palmiers considérés proviennent de la même exploitation [40]. Ces différences peuvent être causées par le type de pollen utilisé par les producteurs de palmiers dattiers. Ce dernier a mis en évidence un effet marqué du pollen sur les caractéristiques morphologiques du noyau [41].

➤ Composition chimique du noyau de datte

Le tableau 4 ci-dessous résume la composition chimique de la farine de noyau de datte (FND).

Tableau I.4 : Composition chimique de FND [40].

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

Paramètre	Deglet Nour	Degla Baida	Ghars	Hamraya
Taux extraction (%)	76 ,00	75,00	65,00	60,00
Humidité (%)	8,08±0,09	6,37±0,04	12,42±0,37	6,79±0,02
Matière sèche (%)	91,92±0,09	93,63±0,04	87,58±0,37	93,21±0,02
Cendres	1,08±0,00	1,01±0,05	0,80±0,00	0,85±0,01

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

(%MS)				
Matière organique (%MS)	98,92±0,01	98,99±0,05	99,21±0,00	99,15±0,01
Protéines brutes (% MS)	8,59±0,68	6,61±0,17	6,51±0,11	6,72±0,29
Cellulose brute (% MS)	13,54±1,17	16,27±1,39	14,78±0,60	13,94±0,31
Sucres totaux hydrosolubles (% MS)	6,02±1,24	7,09±0,74	7,08±0,03	7,41±0,29
Matière Grasse (% MS)	9,81±1,78	8,72±1,02	11,70±1,76	10,39±2,21
Glucides totaux (%MS)	66,98±1,89	67,39±1,59	66,21±2,11	68,10±0,47
pH	5,76±0,07	5,91±0,19	6,12±0,09	5,93±0,13
Acidité Grasse (%)	0,03±0,01	0,02±0,01	0,04±0,00	0,02±0,00

I.5.7. Utilisation des noyaux de datte

Les noyaux des dattes sont des déchets de beaucoup d'industries de transformation des déchets, elles sont utilisées dans différents domaines :

- Fabrication de pain
- Alimentation du bétail
- Extraction des polysaccharides
- Fabrication de charbon actif
- Utilisation pharmacologique et cosmétologique (vitamine E) [41].

I.6. Interface d'un matériau composite : Notion D'adhésion

L'adhésion est un phénomène complexe qui consiste en la formation d'un contact interfacial au niveau moléculaire entre les différents composés. Les molécules se déplacent ensuite pour atteindre l'équilibre d'adsorption en formant des liaisons physiques, plus ou moins fortes selon leur nature et/ou réagissent chimiquement pour former des liaisons

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

covalentes. L'adhésion est donc affectée par des phénomènes de mouillabilité, de diffusion, d'adsorption, de réactivité chimique et elle peut aussi être d'origine mécanique. En effet, la surface conditionne fortement les possibilités de liens chimiques ou mécaniques à l'interface entre des matériaux. L'interface peut prendre différentes formes et conduire au concept d'interphase, l'interphase étant une zone plus ou moins large entre les deux adhérents, dans laquelle il existe un gradient de concentration de propriétés des deux composants [42].

L'interphase se crée par inter-diffusion entre deux plastiques, par diffusion d'un adhésif dans la fibre végétale ou dans un matériau poreux. C'est donc à l'interface ou dans l'interphase qu'agissent les forces qui sont à l'origine de l'adhésion.

Les fibres sont donc incompatibles avec les polymères thermoplastiques couramment utilisés pour ces composites qui sont hydrophobes et apolaires. Pour minimiser ces problèmes, beaucoup de travaux de recherches récentes ont porté sur l'amélioration d'adhésion fibre/matrice [43].

I.6.1. Les méthodes de modification de l'interface

I.6.1.1. Traitement chimique

➤ Couplage chimique

La méthode de couplage chimique est l'une des méthodes chimiques importantes, qui permet l'amélioration de l'adhérence interfaciale. La composition chimique des agents de couplage leur permet de réagir avec la surface des fibres formant un pont de liaisons chimiques entre la fibre et la matrice. En général, les agents de couplage sont des molécules possédant deux fonctions, la première fonction réagit avec les groupes -OH de la cellulose et la seconde avec les groupes fonctionnels de la matrice [44].

➤ Traitement des fibres par les silanes

La modification par les silanes est l'une des techniques les plus étudiées dans la bibliographie pour la modification des fibres lignocellulosiques. Grâce à leurs réactivités, les silanes peuvent se coupler chimiquement avec les groupements de la matrice polymère. La modification chimique des fibres par les silanes se fait par des réactions des alcoxy-silanes avec les groupes hydroxyles de la cellulose en milieu aqueux acide ou basique. Par exemple Gousse a traité des whiskers de cellulose par une série d'alkyldiméthylchlorosilane en milieu acide [45].

➤ Traitement à la soude

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

Le traitement à la soude ou mercerisage est l'un des traitements chimiques les plus utilisés avec les fibres naturelles lorsqu'elles sont utilisées pour renforcer les thermoplastiques et thermodurcissables. La modification importante apportée par un traitement alcalin est la diminution des liaisons hydrogène entre la cellulose et les deux autres principaux constituants : hémicellulose et lignine. La définition standard du mercerisage (proposée par la norme ASTM D 1965) est la suivante : procédé qui consiste à soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse concentrée d'une base forte, dans le but de provoquer un gonflement important résultant en des changements dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés mécaniques.

Le traitement par la soude change la topographie de la surface des fibres, supprime la cire, la pectine, une partie de la lignine, et l'hémicellulose ce qui est favorable à l'utilisation ultérieure des fibres comme renfort de matériaux polymères. En effet, l'élimination de ces composants est nécessaire car du fait de leur structure amorphe, ils conduisent à une résistance en traction plus faible [44].

I.7.1.2. Traitement physique

➤ Traitement des composites par irradiation gamma

L'irradiation des polymères par rayonnements ionisants tels que les rayonnements gamma, permet de créer des intermédiaires très réactifs (ions et des états excités), qui peuvent réagir par plusieurs manières, produisant ainsi des radicaux libres et par conséquent dans la disproportion, l'arrachement de l'hydrogène, arrangements et / ou la formation de nouvelles liaisons.

Le degré de ces modifications dépend essentiellement de la structure du polymère et la dose d'irradiation. La description des rayonnements nécessite de connaître la définition de plusieurs notions concernant les paramètres d'irradiation tel que :

- L'énergie du rayonnement ionisant détermine son pouvoir de pénétration dans le matériau. Dans le cas des rayons γ émis par le ^{60}Co , le radionucléide se désintègre par émission de deux photons d'énergie égale à 1,17 MeV et 1,33 MeV.
- Le flux Φ est le nombre de particules incidentes bombardant une cible par unité de temps et par unité de surface de l'échantillon cible. L'unité de flux est donc : (nombre de particules).cm⁻². s⁻¹.

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

- La dose absorbée correspond à l'énergie totale absorbée par la cible par unité de matière et est exprimée en Gray (Gy). 1 Gy équivaut à une énergie absorbée de 1 Joule par kg et correspond à 100 rads, l'unité de dose anciennement utilisée. Cette définition se différencie de celle du kerma qui représente l'énergie cinétique de toutes les particules émises lors du passage d'un rayonnement ionisant par unité de masse. Le kerma est aussi exprimé en Gy.

La différence entre dose absorbée et kerma est importante à prendre en compte dans le cas de rayonnement gamma car une partie des électrons est projetée vers l'avant de la surface du matériau. L'énergie de ces électrons n'est donc pas absorbée à la surface du matériau et dans ce cas, ne sera pas comptabilisée dans la dose absorbée mais dans le kerma

- Le débit de dose correspond à la vitesse à laquelle l'énergie est absorbée par la cible et s'exprime en $\text{Gy}\cdot\text{s}^{-1}$. Dans le cas des rayonnements gamma, le débit de dose est directement relié à l'activité de la source qui décroît avec le temps [5].

➤ **Traitement par décharge électrique (corona, plasmas froids)**

Sont très efficaces sur les polymères non actifs comme les polyoléfines. La modification des fibres cellulosiques par ce type de méthode a connu plusieurs succès dans le cadre d'études sur les composites CBP (propriétés mécaniques, réduction de la viscosité au point de fusion).

Le traitement corona, ou effet couronne, est une technique d'activation de surface par oxydation. Cela se traduit par une augmentation de la concentration des groupements aldéhyde lors de l'activation de la surface du bois [46].

➤ **Traitement aux irradiations UV**

Le traitement au rayonnement UV permet d'oxyder la surface du matériau traité. L'oxydation de la cellulose sous UV est aussi efficace que d'utiliser des méthodes chimiques. Ce traitement engendre une amélioration des performances mécaniques du composite, cependant, un temps d'exposition trop long au rayonnement UV conduit à une dégradation des fibres [47].

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

Références bibliographiques

1. DEGHBODJ S., « Matériaux Composites », (2021).
2. Li J., VAISMAN L., MAROM G., et KIM J.K., Br treated graphite nanoplatelets for improved electrical conductivity of polymer composites, Carbon vol45 N°744-750(2007).
3. SEDAN D., Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de Chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite, thèse de doctorat présenté à l'université de Limoges, (2007).
4. BATHIAS C., « Matériaux composites (L'usine nouvelle- pagination multiple) », 2ème édition, Dunod, Paris, (2005).
5. BELLILI N., Elaboration et caractérisation des composites à base d'une matrice thermoplastique chargée avec des fibres lignocellulosiques traitées par irradiation gamma présenté à l'université de A. Mira Béjaïa, (2015).
6. TROTIGNON J. P., VERDUS J., DOBRACZYNSKI A., M Piperau, Matières plastiques, structures-propriétés mise en œuvre normalisation Edition Nathan, (2006).
7. NABI SAHEB D., JOG J. P., Natural Fiber Polymer Composites A Review Advances Poly Techn, vol 18N° 351–363(1999).
8. le lien disponible sur : http://fr.wikipedia.org/wiki/Polychlorure_de_vinyle
9. CARREGA M., VERNEY V., « matières plastiques (propriétés, mise en forme et applications industrielles des matériaux polymères) » 3eme édition Dunod, paris, 664P, (2012).
10. MERCIER J.P., polymérisation des monomères vinyliques presse polytechnique Romandes, (1983).
11. OUAIL K., TADJROUNI B., Recyclage des matériaux composites PVC /farine de grignon d'olive, mémoire master, Génie des Matériaux présenté à l'université de A. Mira – Bejaia, (2021).
12. LABIDI N.E., Absorption et caractérisation de polychlorure de vinyle PVC /fibre de palmier mémoire master présenté Université Mohamed Khider de Biskra, (2017).

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

13. CARREGA M., DUNOD C., « Matériaux polymère » 2ème édition, Dunod, Paris, (2007).
14. QUENNEHEN P., Etude de la dégradation de la fonction isolation de câbles HT isolés au PVC, thèse de doctorat présenté à l'université de Grenoble (France), (2006).
15. MAÂCHE N., MOUAKI BACHIRI A., L'influence des anti-UV sur les Mélanges à base de PVC, mémoire d'un master académique, Génie chimique présenté à l'université de Mohamed Khider (Biskra), (2013). Disponible sur :
https://fr.wikipedia.org/wiki/Polychlorure_de_vinyle
16. TAHRAT I., KACIMI J., Etude des propriétés d'un nouveau matériau à base d'une matrice polymère renforcée par des fibres végétales, Mémoire de master, Génie chimique présenté à Ecole Nationale Polytechnique, (2021).
17. le lien disponible sur : <https://www.bing.com> consulté le 4/5/2023
18. le lien disponible sur : www.shinpoly.co.jp consulté le 4/5/2023
19. le lien disponible sur : <https://www.cddiscount.com> consulté le 4/5/2023
20. le lien disponible sur : <https://www.bing.com> consulté le 4/5/2023
21. MICHAUD F., Rhéologie de panneaux composites bois / thermoplastiques sous chargement thermomécanique, Aptitude au post formage Thèse de doctorat présenté à l'université de Laval (Canada), (2003).
22. le lien disponible sur :
<https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Spécial:Recherche&search=Matériau+composite+%282017%29&ns=1>
23. NILSON L., Reinforced Concrete with Sisal and other vegetable fiber Swedish Council for Building Research, document D14(1975).
24. COUTTS R.S.P., Flax fibers as a reinforcement in cement mortar the international journal of cement composites and lightweight concrete, vol5 N°4257-262 (1983).
25. KRIKER A., Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec, thèse de doctorat d'état présenté à l'université de Enp (Alger), (2005).
26. BLEDZKI A K., GASSAN J., Composites reinforced with cellulose based fibers ELSEVIER Progress in polymer science, vol24 N°221-274 (1999).

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

27. DOH G. H., LEE S. Y., KANG I. A., KONG Y.T., Composite Structures, vol68 N°103– 108 (2005).
28. ALBANO C., REYES J., ICHAZO M., GONZALEZ J., BRITO M., MORONTA D., Polymer Degradation and Stability, vol76 N°191–203 (2002).
29. LI CH., ZHANG Y., Polymer Testing, vol 22 N°191–195(2003).
30. SURINI T., Analyse Dynamique de la Biodégradation du Bois et de Composites à Base de Bois et Fibres Végétales, thèse de doctorat présenté à l'université Bordeaux 1 (2009).
31. THIEBAUD S., valorisation chimique de composés lignocellulosiques obtention de nouveaux matériaux, thèse de doctorat présenté à l'université de Toulouse (1995).
32. KRÄSSIG H., SCHURZ J., STEADMAN R. G., ALBRETCH K.SCH., MOHRING M. ET SCHLOSSER H., Cellulose Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry Wiley-VCH Verlag GmbH & Co, KGaA (2004).
33. MONTEIRO S. N., LOPES F. P. D., BARBOSA A. P., BEVITORI A. B., SILVA I. L. A. DA AND COSTA L. L. D., Natural lignocellulosic fibers as engineering materials an overview. Metallurgical and Materials Transactions A, 42(10) 2 (2011).
34. BOURBAN P. E., CARLSSON L., MANSON J. A., MERCIER J. P., Matériaux Composites A Matrice Organique Constituants Procédés Propriétés Traité des Matériaux, 15 (2004)
35. DERLEEN A., DEMASON R., SEXTON M., GORMAN, Reid J.S.G., Structure and Biochemistry of Endosperm Breakdown in Date Palm (Phoenix dactylifera L.) seeds protoplasma. vol126 N°159-167 (1985).
36. Djerbi M., Précis de phoeniciculture. FAO, 192p (1994).
37. BENMEHDI E KH., MEBARKI A., Valorisation des noyaux de dattes par production de bioénergies, mémoire de master présenté à l'université d'Adrar, (2018/2019).
38. MUNIER P., MUNIER P. M., BOURDANT J., Use of waste products in the fermentative formation of Baker's yeast biomass by Saccharomyces Cerevisiae. Bioresource Technology, (1997).

Chapitre I : Les composites Polymère /Charges lignocellulosiques

39. OULD S., CHOUHA KH., étude physico-chimique et spectroscopie infrarouge d'huile de noyaux de dattes, Mémoire de master. Présenté à l'université de Saad dahleb (Blida), (2021).
40. KHALI M., & al Effet de l'incorporation de noyaux de dattes sur les caractéristiques technologiques et fonctionnelles de la farine de blé tendre Revue, nature & technologie, B-sciences agronomiques et biologiques, vol12, N°16-26(2015).
41. BOUDECHICHE L., ARABA A., TAHAR A., OUZROUT R., Etude de la composition chimique des noyaux de dattes en vue d'une incorporation en alimentation animale. Live stock Research for Rural Développement. 21(69), (2009).
42. RAGOUBI M., Contribution A L'amélioration De La Compatibilité Interfaciale Fibres Naturelles/Matrice Thermoplastique Via Un Traitement Sous Décharge Couronne, thèse doctorat présenté à l'université de Nancy France, (2010).
43. BOUHANK S., Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne Formulations et caractérisation, thèse de doctorat présenté à l'université de Sétif 1, (2017).
44. BOUSSAHEL H., Etude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène, thèse de doctorat présente à l'université de Mohamed Khider (Biskra), (2018).
45. DERROUCHE I., Séparation et modification physicochimique de fibres lignocellulosiques du palmier en vue de leur utilisation en application textile, thèse de doctorat présenté à l'université de Monastir.
46. DAIRI B., Effet de la taille des fibres lignocellulosiques sur les propriétés thermiques et mécanique des composites polychlorure de vinyle/farine de bois, mémoire de magister présenté à l'université de A. Mira Béjaïa, (2010).
47. AMAURY L., Elaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène thèse de doctorat présenté à l'université de Limoges, (2017).

Chapitre II : Rappels bibliographiques

Chapitre II : Rappels bibliographiques

Dans ce chapitre, nous nous intéressons aux travaux et recherches menés sur les matériaux composites polymère/fibre lignocellulosiques traités par rayonnement gamma. Une synthèse bibliographique vaste sur les différentes approches utilisées pour améliorer l'interface charge naturelle/polymère par traitement de composite, ou bien par traitement de la surface des fibres lignocellulosiques avant de les incorporer dans les matrices polymères sera développée.

Bellili et al. (2014) [1], ont étudié l'effet de différentes doses de rayonnement gamma (10 et 70 kGy) sur les propriétés mécaniques thermiques et rhéologiques des composites polychlorure de vinyle (PVC) / Farine de grignon d'olive (FGO). Des formulations à base de PVC vierge notées F0, et 80% en PVC chargé avec 20% en farine de grignon d'olive notées F20, non irradiées et irradiées ont été effectuées. Les comportements mécanique, thermique et morphologique de ces mélanges ont été évalués. Une bonne dispersion de la charge et de meilleures propriétés mécaniques et thermiques des composites PVC/FGO ont été obtenues après le traitement.

Une diminution de la contrainte et de l'allongement à la rupture des composites chargés avec 20% de la farine de grignon d'olive comparés avec celle de la matrice PVC. La diminution de la contrainte est estimée à 7% pour les formulations F20 et la diminution de l'allongement à la rupture est de l'ordre de 80 % après l'ajout de 20% de la farine de grignon d'olive. Ils ont attribué cette baisse à la diminution de la force de liaison entre la charge et la matrice qui empêche la propagation de l'effort ce qui cause la fragilisation du matériau composite. Le module de Young des composites F20 a été amélioré en passant de 189 MPa pour le F0 à 193MPa pour F20. Cela a été expliqué par le fait que les particules de caractère rigide de la farine ont tendance à former une armature dans le composite conduisant à une forte résistance.

Une légère augmentation de la contrainte et de l'allongement à la rupture des échantillons irradiés a été observée et ce, quel que soit la dose d'irradiation comparée à celles des composites F20. Cette légère augmentation a été attribuée à une légère amélioration de la dispersion de la fibre et d'adhésion interfaciale après le traitement par irradiation gamma.

Les échantillons irradiés ont enregistré des modules plus importants avec l'augmentation de la dose d'irradiation.

Pour vérifier les résultats de la traction, les différents échantillons ont été analysés par la microscopie électronique à balayage et les images sont représentées sur la figure II.1.

Chapitre II : Rappels bibliographiques

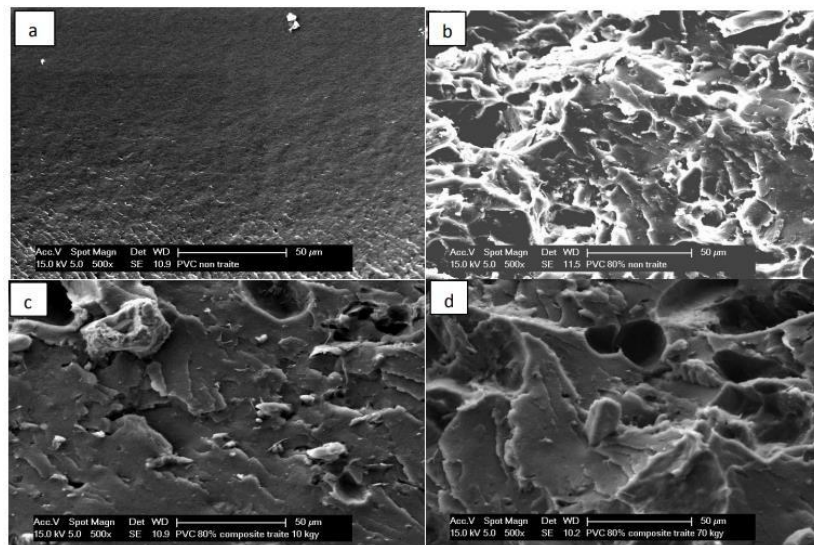


Figure II.1 : Effet des irradiations gamma sur la morphologie des composites a) F0, b) F20, c) F2010kGy, d) F2070kGy [1].

La surface de l'échantillon sans farine est lisse et homogène. L'augmentation de la rugosité des échantillons après l'incorporation de la farine de grignon d'olive est clairement observée sur la figure II.1b. La farine a été complètement arrachée de la matrice PVC en laissant des cavités en raison de la faible adhésion interfaciale matrice /charge, par conséquent les propriétés mécaniques se trouvent ainsi affectées.

Diop. P.A et al [2], ont réalisé une étude sur l'influence de la dose d'irradiation aux rayons gamma sur la morphologie et la cristallinité des composites bois/polypropylène. L'irradiation gamma (γ) a été effectuée sur le (PP) en présence de charges telles que les fibres de bois à des compositions différentes et à des doses variables. Ces composites sont constitués d'une matrice (PP) renforcée par : du bois à différents taux et pour améliorer la dispersion des fibres de bois les additifs suivant (Argile (closite 10A) et PPgMA) ont été ajoutés. Les résultats ont montré que l'irradiation a provoqué des modifications importantes sur la cristallinité mais aussi sur la morphologie des composites. Ces modifications étaient liées de la dose et de la composition des matériaux. Elles s'étaient traduites par la dégradation du composite par la présence de fissures sur les images de MEB des échantillons sans additifs à des doses inférieures à 5kGy, et une diminution du taux de cristallinité attestée par une diminution de l'intensité et de la largeur des pics avec l'augmentation du taux de bois. Ils ont constaté une amélioration considérable de compatibilité PP / bois par l'ajout

Chapitre II : Rappels bibliographiques

d'additifs tels que l'argile et le PP-g-MA, et inhibition de la dégradation causée par l'irradiation.

Bellili et al [3], ont étudié les perfectionnements des matériaux composites renforcés par une charge naturelle modifiée par irradiation gamma. La charge utilisée est la farine de résidus d'olive (ORF). Cette farine a été irradiée à des doses de 10, 25, 50 et 70 (kGy) et incorporée dans le poly (chlorure de vinyle) (PVC) dans différents taux de 10/90 et 20/80 (ORF % en poids / PVC % en poids) pour la préparation de composites.

La modification de la farine de grignon d'olive par les rayonnements gamma a été effectuée afin d'améliorer la compatibilité entre le PVC et la ORF. Etude morphologique de la farine de grignon d'olive par le microscope électronique à balayage (MEB) a été effectuée et les micrographies obtenues sont présentées dans la figures II.2. Il a été observé que la charge non traitée a tendance à s'agglomérer, on outre, après l'irradiation de la farine de grignon d'olive, la granulométrie a été réduite et les particules ont été bien dispersées

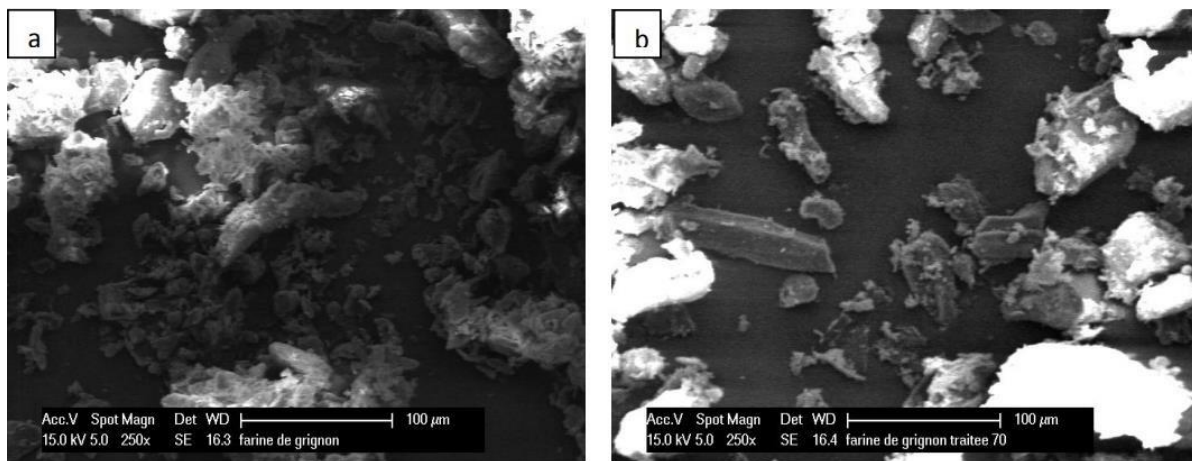


Figure II.2 : Micrographie MEB de la farine de grignon d'olive : a) F, b) F70 kGy.

La stabilité thermique de la farine de grignon d'olive après le traitement par irradiation gamma a été étudiée par l'analyse thermogravimétrie par le suivie de l'évaluation de la perte de masse en fonction de la température. Les paramètres thermiques obtenus sont résumés dans le tableau II.1.

Tableau II.1 : Paramètres thermiques obtenus par l'analyse thermogravimétrique de la farine de grignon d'olive.

Chapitre II : Rappels bibliographiques

Formulations	Température de début de décomposition (°C)	Température de 50% de perte de masse (°C)	Taux de résidu %	Vitesse maximale de perte de masse (%/min)	Température où la vitesse de perte de masse est maximale (°C)
F	216	326,7	33,312	6,12	318,5
F10kGy	215,7	311	24,18	6	311
F70kGy	216	297,4	13,85	7	261,5

La température de début de décomposition de la farine non traitée ou traitée a été enregistré à 216°C, ceci implique que l'irradiation n'a pas d'effet sur la stabilité thermique de la farine de grignon d'olive.

Le taux de résidu a été diminué pour la farine irradiée, il est passé de 33% pour F à 24% et 13% pour F10kGy et F70kGy respectivement, soulignant que le matériau de départ soumis à l'analyse thermique devient plus résistant à l'augmentation de la dose absorbée.

D'après l'étude de la mouillabilité, une amélioration de l'hydrophobicité a été observée dans le cas de la farine irradiée à 10 et 70 kGy, ceci est confirmé par la diminution d'énergie de la composante polaire après le traitement. La diminution des groupements polaires des hydroxyles sur la surface de la cellulose, le composant principal de la farine de grignons d'olive, causé par le traitement au rayonnement gamma, conduit à la réduction dans la formation des agglomérats et une meilleure adhérence avec le PVC non polaire, ceci est confirmé par la caractérisation morphologique des composites chargé avec la farine irradiée et qui présente des surfaces plus homogènes par rapport aux surfaces des composites chargées avec la farine non irradiée et par conséquent de meilleures propriétés mécaniques et thermiques ont été obtenues.

L'objectif des travaux de **Hamour et al** [4], intitulé « Effets du vieillissement par irradiation gamma sur les propriétés thermiques des composites du polypropylène renforcé avec les fibres d'alfa : Rôle des traitements de surface de fibres alfa », est d'évaluer l'effet de différentes doses d'irradiation gamma sur les propriétés physico-mécaniques des composites

Chapitre II : Rappels bibliographiques

PP/fibres alpha traités et non traités. Le module de Young des composites augmentait en présence de fibres alfa et il était plus prononcé avec la charge non traité en raison de la réticulation, tandis que l'allongement et la déformation maximale diminuaient avec l'augmentation de la dose l'irradiation.

Les résultats de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier ont montré que le PP vierge avait une meilleure stabilité à l'irradiation gamma que le composite non traité. L'analyse thermogravimétrique a montré que l'ajout de fibres traitées et non traitées améliorait significativement la stabilité thermique de la matrice polymère avant et après irradiation gamma. Les composites fabriqués à partir de fibres traitées et non traitées avaient un meilleur module de stockage que la matrice vierge.

Le PVC plastifié est une variante du PVC qui a été modifié pour améliorer sa flexibilité et sa malléabilité en y ajoutant des plastifiants. **Bellili et al** [5], ont élaboré et étudié le comportement mécanique et thermique des feuilles de 1mm d'épaisseur de PVC plastifié traité par irradiation gamma à des doses d'irradiation de 10 et 70 kGy et comparé à celui du PVC non traité. Les traitements de PVC plastifié par l'irradiation gamma a permet d'obtenir des propriétés mécaniques meilleures, une bonne stabilité thermique, avec une augmentation de sa mouillabilité, par rapport au PVC non traité. Ils ont montré que l'utilisation d'irradiation gamma comme traitement des feuilles de PVC a amélioré les propriétés mécanique (augmentation de module de Young, contrainte et l'allongement à la rupture). Ce traitement a engendré une augmentation notable de la tension de surface du PVC.

Sharma et al [6], ont préparé des composites à base de PVC / Poly aniline avec différents taux de PANI (10, 20, 30, 40 et 50 %) irradiés avec 75 kGy pour étudier les modifications des propriétés optiques et structurelles par rapport aux composites non traités. Des études des spectres FTIR d'échantillons représentées dans la figure II.3, ont montré que l'intensité du pic diminue avec l'irradiation gamma tout en se déplaçant vers des nombres d'onde inférieurs pour le PVC pur et de ses composites. Il a également été constaté que la teneur en eau diminue avec l'irradiation gamma et que du CO₂ est libéré.

Après irradiation avec 75kGy de rayonnement gamma, les spectres UV-VIS des composites PVC/PANI ont été étudiés et comparés aux composites purs. Il a été observé que la bande interdite directe, la bande interdite indirecte et l'énergie d'Urbach du PVC pur augmentaient avec l'irradiation gamma, ce qui peut être attribué à une réticulation accrue du PVC par irradiation.

Chapitre II : Rappels bibliographiques

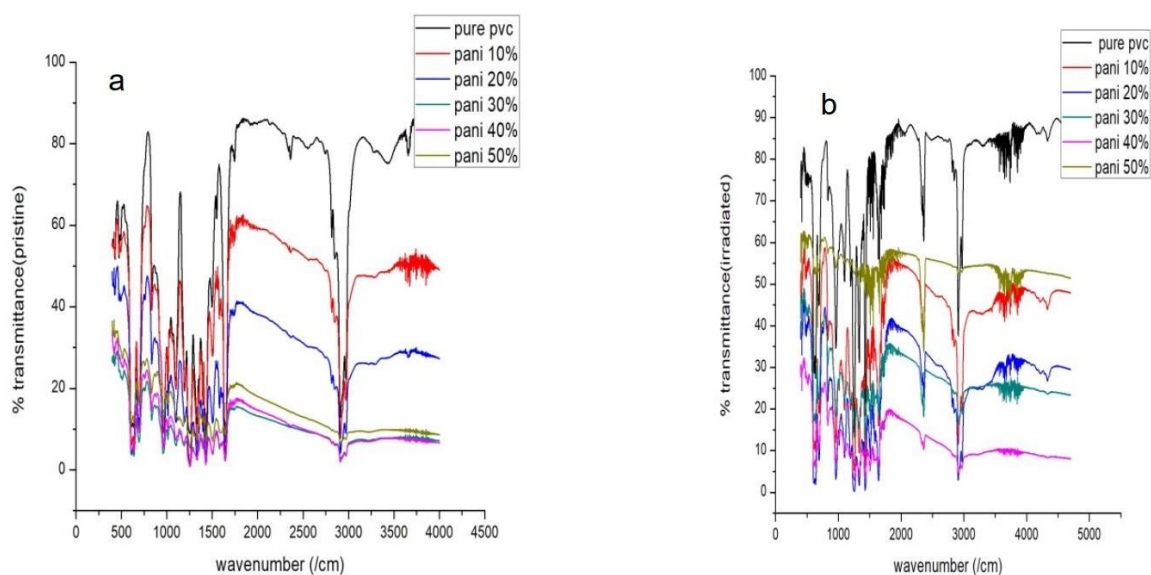


Figure II.3 : FTIR de : a) Composites non irradiés b) Composites irradiés

L'application de la spectroscopie de fluorescence des polymères conjugués s'est avérée utile pour étudier les processus photo physiques de ces polymères dans l'environnement électrochimique [6].

Les études Photoluminescence (PL), des composites ont montré un changement de couleur d'émission vers le jaune avec l'ajout de PANI. Après irradiation, la couleur d'émission est décalée vers le blanc, alors que l'effet est négligeable pour les composites à plus forte concentration en poly aniline.

La principale raison du décalage vers le rouge peut être le désordre conformationnel et l'extinction des excitons par les polarons en raison du transfert d'énergie de résonance de Forster ou des mécanismes de transfert de charge [6].

Les interactions des chaînes latérales ou principales des PVC et PANI conduisent à la variation et à l'efficacité de la luminescence et à leur évolution temporelle.

L'effet de l'irradiation sur les propriétés optiques des dosimètres à film de polyéthylène de chlorure de diméthyle jaune utilisant des plastifiants sans phtalate.

Le rayonnement gamma est souvent utilisé pour stériliser certaines fournitures médicales en plastique car il est connu pour décomposer les molécules d'ADN dans les organismes vivants. Cependant, ce type de rayonnement peut altérer la structure chimique du polymère, entraînant des modifications de ses propriétés macroscopiques, Quelques travaux publiés par **Carmen Albano et al** [8], dans le domaine des rayonnements gamma appliqués aux

Chapitre II : Rappels bibliographiques

polymères thermoplastiques tels que le polyéthylène et le polypropylène ;ont montré que l'irradiation des composites polyoléfiniques renforcés avec des charges organiques telles que les fibres de sisal et la sciure de bois, ou avec l'hydroxyapatite et les déchets marins pour des applications biomédicales peut causer des modification de leur comportement mécanique et thermique.

L'effet du rayonnement gamma sur la structure des deux polymères a été étudié par **Djamel Tahtat et Mohamed Mahlous**[9], par évaluation des propriétés mécaniques (résistance à la traction et allongement à la rupture) et par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier. Les résultats obtenus ont été traités statistiquement en calculant les paramètres de tendance centrale et de dispersion. Pour le polyéthylène, la diminution de la résistance à la rupture indique qu'une dose de rayonnement de 50 kGy modifie significativement les propriétés mécaniques quel que soit l'environnement extérieur. Au-delà de 50 kGy, la résistance à la rupture des échantillons irradiés en présence d'oxygène diminue plus rapidement avec l'augmentation de la dose d'irradiation par rapport aux échantillons irradiés sous azote et sous vide. L'allongement à la rupture semble diminuer presque linéairement avec la dose de rayonnement jusqu'à 116 kGy. Cette réduction a été observée dans des échantillons irradiés sous différentes atmosphères. A partir d'une dose de 150 kGy, l'allongement à la rupture des échantillons irradiés en présence d'oxygène diminue significativement. Alors que dans les échantillons irradiés sous atmosphère d'azote ou sous vide, une diminution similaire de l'allongement à la rupture n'a été observée qu'à partir de 250 kGy. L'analyse infrarouge à transformée de Fourier a révélé un nouveau pic à 1713 cm^{-1} pour les deux polymères, correspondant à l'étirement de la liaison -C=O . L'indice de carbonyle des deux polymères a augmenté avec la dose d'irradiation, indépendamment du milieu d'irradiation, avec l'indice de carbonyle le plus élevé dans les échantillons irradiés en présence d'oxygène. Cela peut être dû à l'oxydation du polymère sous irradiation. L'oxydation est également à l'origine de l'apparition de groupements hydroperoxydes (-COOH), observables dans le spectre infrarouge entre 3700 et 3150 cm^{-1} . Pour le polypropylène, la résistance à la traction et l'allongement à la rupture diminuent rapidement avec l'augmentation du dosage, quel que soit l'environnement extérieur. L'allongement à la rupture des échantillons irradiés en présence d'oxygène diminue rapidement au-delà d'une dose de 30 kGy.

Les modifications des propriétés structurales, chimiques et optiques des polymères entraînées sous l'effet de l'irradiation ont été étudié par **Jibrin Alhaji Yabag et al.** [10]. Des nano sphères de polystyrène ont été appliquées sur le substrat et irradiées aux rayons gamma à une

Chapitre II : Rappels bibliographiques

dose constante de 30 kGy à différents temps (1 à 5 h) dans une chambre source de césium-137 (Cs-137). La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) et la spectroscopie Raman ont été utilisées pour caractériser les propriétés chimiques du polystyrène irradié, tandis que la microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie à force atomique (AFM) ont été utilisées pour étudier les changements dans la topographie de surface des échantillons. Les déviations dans les bandes d'énergie optique des films minces ont été étudiées en utilisant des mesures de transmission et d'absorbance. Les résultats obtenus ont montré qu'avec l'augmentation du temps d'irradiation, Les propriétés optiques changent et le polystyrène passe progressivement d'un état cristallin amorphe à un état carboné. La taille moyenne des particules et la rugosité des échantillons diminuent avec l'allongement du temps d'irradiation.

DIENE N. et TIDJANI A [11], ont examiné l'effet du rayonnement gamma sur la morphologie, le comportement thermique et les propriétés mécaniques des composites de polypropylène/ Farine de bois, en effectuant une analyse thermogravimétrique (AGT) et une étude calorimétrique différentielle à balayage (DSC).

Ces échantillons ont été exposés à différentes doses gamma dans la plage 10 à 100 kGy, les résultats ont montré que le rayonnement gamma a amélioré les propriétés mécaniques tout en abaissant la stabilité thermique. Avec le rayonnement gamma, le balayage microscopique des micrographes est devenu plus lisse, et nous pouvons également observer une amélioration de l'interaction entre le polymère et la fibre de bois.

Les micrographies obtenues par le MEB des surfaces fracturées des composites non traités (figure II.4a) et irradiés (figures II.4b et c) ont présenté un comportement similaire, ils ont conclu que, le traitement par irradiation gamma ne peut pas affecter la dispersion de la charge dans la matrice mais, il peut affecter l'interaction polymère-charge ou ils ont remarqué d'après les figures II.3b et c, qu'il y a moins de cavités et de micro vides causés par l'arrachement des particules de la charge de la matrice lors de rupture par rapport aux micrographies des composites sans irradiation. En effet, ils ont révélé qu'il y a une meilleure force d'adhérence entre la matrice et la charge après irradiation.

Chapitre II : Rappels bibliographiques

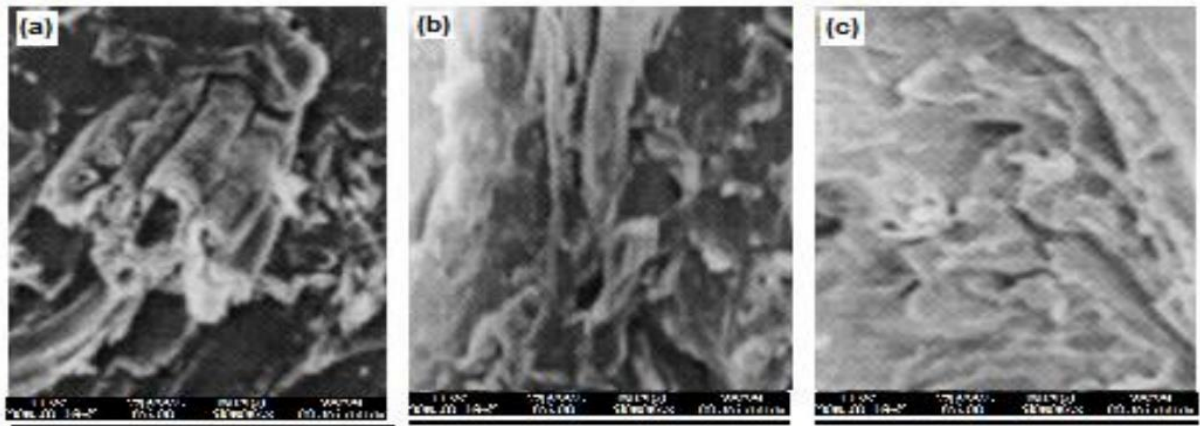


Figure II.4 : Micrographies MEB des surfaces fracturées des composites : a) non traités
b) irradiés à 50kGy c) irradiés à 100kGy

Les thermogrammes des composites obtenus par la DSC illustrés dans la figure II.5, ont montré l'apparition d'un seul pic endothermique correspondant à la fusion de PP. Ce pic a resté constant aux faible doses (< 25 kGy) ou aucun changement visible dans le comportement de fusion du WPC a été observé, puis tendent à augmenter avec l'augmentation de la dose d'irradiation. Ce comportement est généré par la dégradation oxydative du PP lorsqu'il est soumis à la dose d'irradiation importante, ce qui a favorisé la scission des chaînes polymères.

Chapitre II : Rappels bibliographiques

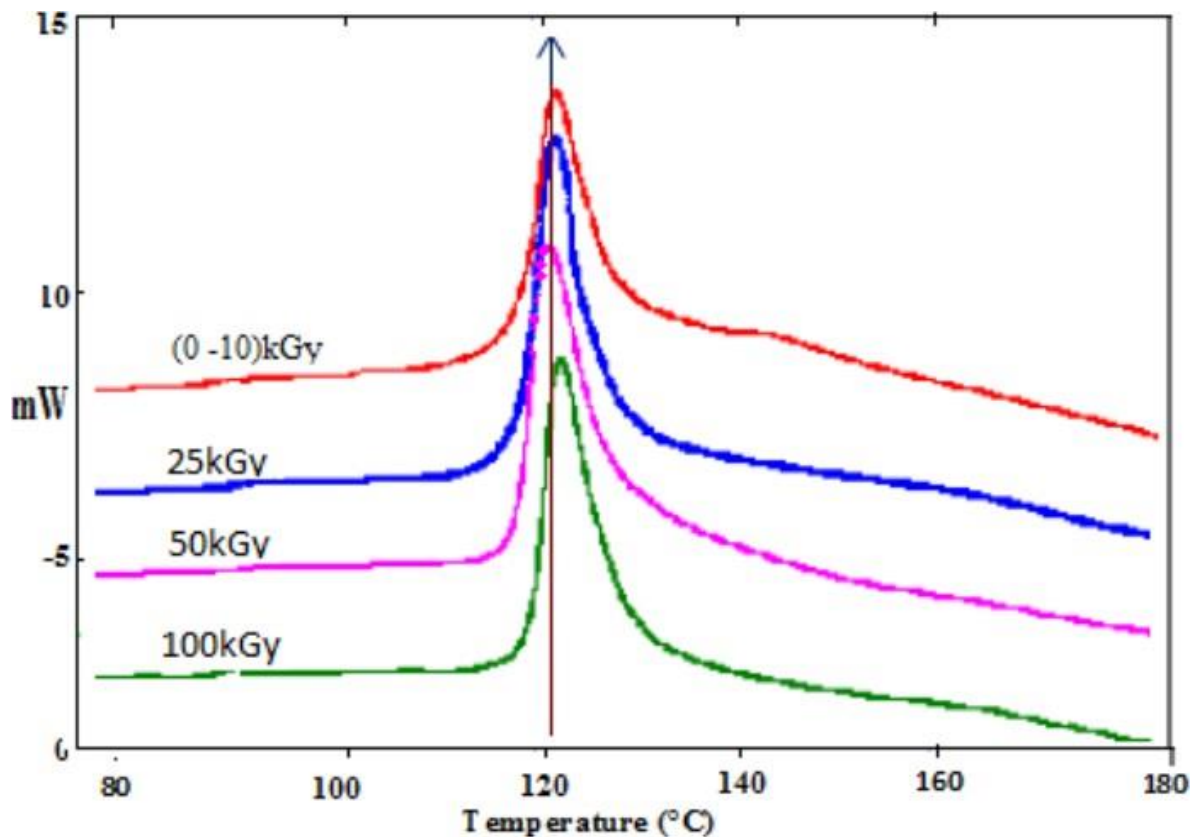


Figure II.5 : Thermo grammes obtenus par la DSC des composites traités et non traité à la présence de PP-g-MA.

Sur la figure II.6, vers 160°C, il a été observé la présence d'un pic correspondant à la fusion du polypropylène pur. Les thermo grammes des composites irradiés (25, 50,100kGy) ont présenté le même point de fusion qui est décalé légèrement vers les hautes températures, avec l'apparition d'un épaulement supplémentaire aux alentours de 175°C. Les hauteurs ont donné deux explications :

- La dose de rayonnement est suffisamment forte pour modifier la cristallisation de PP et la réapparition d'une nouvelle population de cristaux plus petits qui fusionnent à plus basse température.
- Cet épaulement provient directement des renforts qui sont sensibles aux rayons gamma. La présence de fibres diminue la stabilité thermique, le rayonnement provoque à son tour des scissions de chaînes et tous ces phénomènes génèrent une fusion précoce et elle est plus prononcée avec des échantillons sans agent de couplage. La présence de MAPP ne modifie pas significativement la température de cristallisation mais conduit à une augmentation du degré de cristallinité. Il ont mentionné aussi que le bois et le MAPP agissent comme agents de nucléation, et la présence de ces deux éléments génère la formation de plus

Chapitre II : Rappels bibliographiques

de cristaux. Cependant, plus la dose de rayonnement augmente, plus on constate que la fusion a tendance à commencer à un stade précoce. Le fait que T_c se déplace vers des températures plus élevées à la dose maximale de (100kGy) peut s'expliquer par une dose d'irradiation plus élevée agissant comme un léger précurseur de la cristallisation.

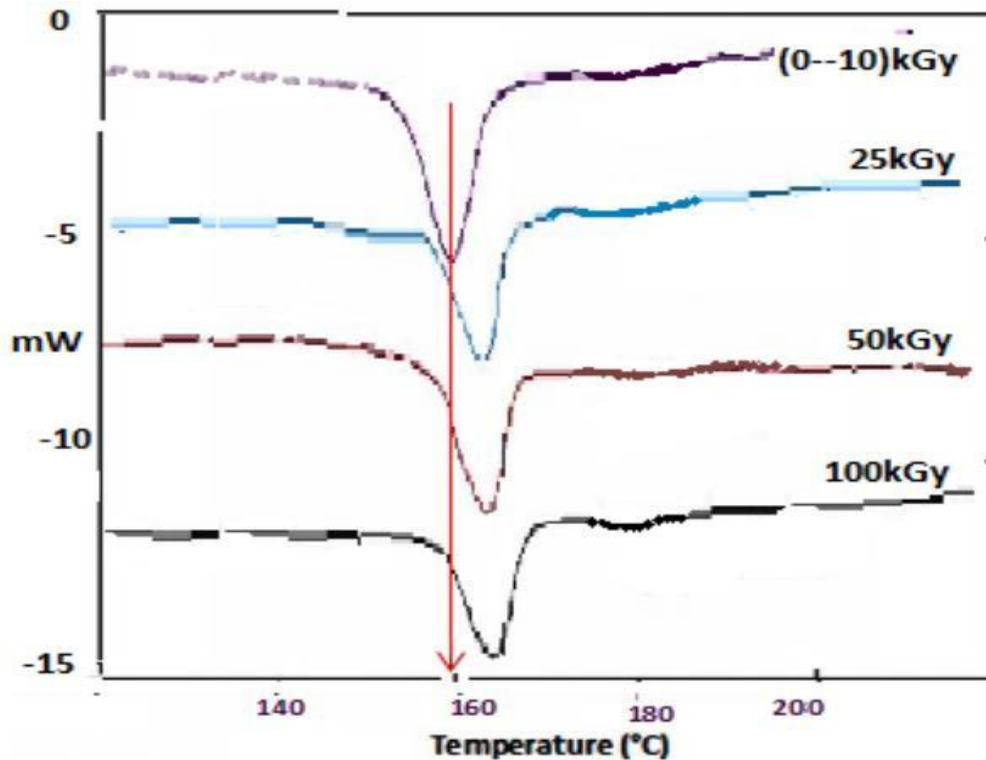


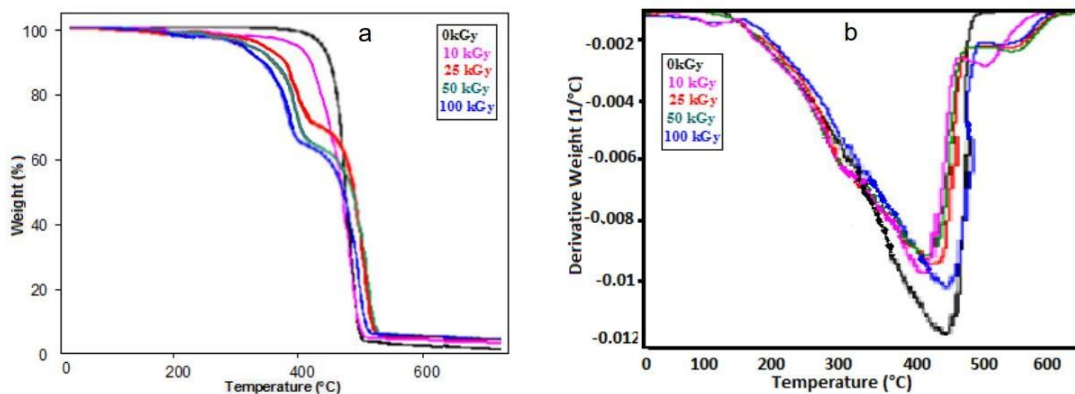
Figure II.6 : Thermogrammes obtenus par la DSC des composites traités et non traités à la

Après l'analyse des figures II.7a et II.7b qui présentent respectivement les courbes TGA et DTG des composites irradiés et non irradiés, les auteurs ont tiré les points suivants :

- La perte de masse initiale en dessous de 100°C est due à l'évaporation de l'humidité absorbée.
- La température de décomposition initiale du composite correspondant à la dégradation du bois, dans lequel la pyrolyse des composants du bois a eu lieu en dessous de 250°C. La dégradation importante. La transformation du bois commence vers 200 – 220°C et concerne les trois constituants majeurs du bois (cellulose, hémicellulose et lignine).
- Les étapes de perte de masse du PP pur se produisent très lentement sous 500°C et au-dessus de cette température, ce processus se développe rapidement.
- La stabilité thermique des composites a diminué après le traitement, ou les températures de décomposition des composites ont légèrement diminué avec l'augmentation des doses gamma.

Chapitre II : Rappels bibliographiques

- Une augmentation de la vitesse de perte de masse avec le traitement est également observée dans la première étape de la décomposition. De fortes doses d'irradiation génèrent des scissions de chaînes dans le matériau qui contribuent à leur tour à la diminution de la stabilité thermique des composites.
- Pour les composites irradiés, il a été vérifié que la vitesse de dégradation maximale était décalée vers les températures les plus basses. Ceci indique que la présence de la farine de bois a abaissé la stabilité thermique des matériaux.
- De plus, pour ces échantillons, une perte de poids (moins de 1% après une irradiation de 50 kGy et environ 1,25% après la dose de 100 kGy) a été observée et un jaunissement visible est déjà apparu après 50 kGy. Ces phénomènes étaient très probablement des signes de dégradation
- Les mesures de TGA indiquent que lorsque le polymère est chauffé, sa stabilité thermique s'apprécie généralement à partir de la perte de masse et son poids moléculaire diminue fortement du fait de la dégradation des chaînes moléculaires.



Figures II.7 : Courbes : a) TGA b) DTG des composites irradiés et non irradiés

Chapitre II : Rappels bibliographiques

Références Bibliographiques

1. BELLILI N., DJIDJELLI H., BOUKERROU A., BARRES C., FENOUILLOT F., Mechanical and Thermal Properties of Polyvinylchloride/ Olive Residue Flour Blends Treated by Gamma Irradiation, *Journal of Vinyl & Additive Technology*, (29-July-2014).
2. DIOP P. A., THIANDOUME C., DIAGNE M., NDIAYE D., SPALLART M.N., AMIRI G., TIDJANI A., Influence de la dose d'irradiation aux rayons gamma sur la morphologie et la cristallinité des composites bois - polypropylène.
3. BELLILI N., DAIR B., HAMOUR N., DJIDJELLI H., BOUKERROU A., Perfection of a composite material reinforced by a natural filler modified by a gamma irradiation treatment, *Biopolymer Applications Journal (BAJ)*, (2022).
4. HAMOUR N., BOUKERROU A., DJIDJELLI H., YEFSAH R., CORN S., EL HAGE R., BERGERET A., Effect of gamma irradiation aging on mechanical and thermal properties of alfa fiber–reinforced polypropylene composites: Role of alfa fiber surface treatments, *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 2017, (27 May 2021).
5. BELLILI N., DJIDJELLI H., BOUKERROU A., effet d'irradiation gamma sur les propriétés mécaniques, thermique, et la mouillabilité du pvc plastifié, (2013).
6. SHARMA S., PRASHER S., SINGH K. L., KUMAR M., Influence of gamma radiation on PVC/PANI composites, *Journal of Physics: Conference Series*, (2020).
7. OBEROI. P, C. MAURYA, MAHANWAR. P, Effet de la dose d'irradiation gamma sur le film mince teint en PVC exempt de phtalate dosimètre, (2019).
8. CARMEN ALBANO, ROSESTELA PERERA, PEDRO JOSE SILVA, Effets du rayonnement gamma dans les mélanges de polymères, dans les composites avec des micro-charges et des nanoparticules et dans les polyoléfines fonctionnalisées, *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, (June 2010) .
9. DJAMEL TAHTAT ET MOHAMED MAHLOUS, effets de l'irradiation gamma sur la mécanique propriétés du polyéthylène et du polypropylène, Centre de Recherche Nucléaire d'Alger, 2 bd, Frantz Fanon, BP 399 Alger-gare, Alger, Alegria (11 Mai 2008).
10. JIBRIN ALHAJI YABAGI, MOHAMMED ISAH KIMPA, MUHAMMAD NMAYAYA

Chapitre II : Rappels bibliographiques

MUHAMMAD, SAIFUL BIN RASHID, EMBONG ZAIDI ET MOHD ARIF AGAM, L'effet de l'irradiation gamma sur les produits chimiques, morphologie et propriétés optiques du polystyrène nanosphère à différents temps d'exposition.

11. DIENE N., ANSOU M. B., TIDJANI A., physical changes associated with gamma doses on wood/ polypropylene composites, (15-october-2013).

11. DIENE N. and TIDJANI A., physical changes associated with gamma doses on wood/ polypropylene composites IOP Conference Series Materials Science and Engineering 62(1):012025, DOI:10.1088/1757-899X/62/1/012025.

Partie expérimentale

*Chapitre III : Matériaux, méthodes et
techniques d'analyse*

Chapitre III : Matériaux, méthodes et techniques d'analyse

Chapitre III : Matériaux, méthodes et techniques d'analyse

Ce chapitre est consacré à la présentation des matériaux utilisés dans la préparation des différentes formulations. Nous décrirons en détail les traitements effectués sur la farine de noyau de datte, sur les composites, ainsi que les méthodes de caractérisations utilisées.

III.1. Présentation des matériaux utilisés

Le PVC de type 3000H fabriqué par CIRES (USA) (de société de calandrage plastique « CALPLAST » à Sétif, Algérie) a été utilisé pour préparer les formulations. Le plastifiant ajouté est le dioctylphtalate (DOP). Le stabilisant thermique utilisé, de qualité industrielle est un mélange d'huile de soja époxydée (HSE 100S) et NEW STAB 26, et l'acide stéarique comme lubrifiant. La charge naturelle utilisée est la farine de noyau de datte. Les noyaux de datte torréfiés et broyés ont été ramenés de la wilaya de BISKRA, Algérie.

III.1.1. Le Polychlorure de vinyle

Tableau 1 : Propriétés physico-chimiques du polychlorure de vinyle [fiche technique].

Caractéristiques	Unités	Valeurs
Valeur K	/	70-73
Polymérisation	/	Suspension
Densité apparente	(g/cm ³)	0,481- 0,561
Granulométrie	%	63 à 230 μ - 90 à 0,1 μ
Yeux de poisson	/	20
Teneur en cendre	%	0,03
Teneur en VCM	ppm	<2

III.1.2. Additifs

Les additifs utilisés lors de la mise en œuvre des différentes formulations sont :

III.1.2.1. Plastifiants

Tableau 2 : Propriétés physico-chimiques du DOP [fiche technique].

Caractéristiques	Unités	Valeurs
Poids spécifique	g/cm ³ à 20°C	0,986 \pm 0,003
Indice de réfraction	/	1,485 \pm 0,003
Couleur	APHA	20 max

Chapitre III : Matériaux, méthodes et techniques d'analyse

Acidité	KOH mg/g	0,02 max
Viscosité à 20°C	MPa.s	80-85
Point d'inflammabilité	°C	>190
Teneur en eau	%	<0,1
Volatilité	PP*% *perte en poids	0,07 max
Résistance volumique	Ω -cm, 30°C	$2,0 \times 10^{11}$ Min
Valeur d'ester	/	287 ± 3

III.1.2.2. Stabilisant thermique

Tableau 3 : Propriétés physico-chimiques de stabilisant thermique (huile de soja époxydée (HSE 100S) et NEW STAB 26) [fiche technique].

Caractéristiques	Unités	Valeurs
Densité	g/cm ³ à 20°C	0,99
Viscosité	MPa.s à 20°C	600
Couleur	Gardner	3 max
Indice de réfraction	n_D^{20}	$1,4735 \pm 0,0015$
Nombre d'acide	Mg KOH/g	1 max
Nombre d'iode	g I ₂ /100g	6 max
Oxirane Oxygène	%	$6,45 \pm 0,25$

III.1.2.3. Lubrifiant

Tableau 4 : Propriétés physico-chimiques de l'acide stéarique [fiche technique].

Caractéristiques	Unités	Valeurs
Indice d'acidité	Mg KOH/g	198,00-208,00
Indice d'iode	gI ₂ /100g	Max 3
Couleur	/	Max 2

Chapitre III : Matériaux, méthodes et techniques d'analyse



Figure. 1 : Les additives du PVC.

III.1.3. Préparation de la farine de noyaux de datte

Nous avons procédé au broyage de la farine de noyaux de datte afin de diminuer la taille des particules. Pour avoir une granulométrie homogène, la charge ainsi broyée a été tamisée manuellement par des tamis de marque NTROLS avec des différents diamètres (315 ; 200 ; 80 μm) afin d'obtenir une farine très fine ayant un diamètre inférieur ou égal à 80 μm . Ce tamisage a été réalisé au laboratoire de société algérienne des travaux routiers ALTRO (SKIKDA).



Figure. 2 : Les tamis utilisés

III.2. Préparation des échantillons

La résine de PVC, les différents additifs sont mélangés dans un bécher à l'aide d'une spatule jusqu'à ce que le mélange devienne homogène. Des feuilles d'0.5 mm d'épaisseur de F0 et des mélanges F20 non traités, et traités avec les radiations γ à des doses de 10, 15

Chapitre III : Matériaux, méthodes et techniques d'analyse

et 20 kGy ont été préparées à l'aide d'une calandre de marque OFFICINA MECCANICA E FONDERIA RODOLFO COMERIO BUSTO ARSIZIO –ITALIA représentée sur la figure ci-dessous. La température le long du mélangeur à deux cylindres est maintenue à 160°C, pendant un temps de séjour de 15 min. Les feuilles sont par la suite découpées sous la forme appropriée pour les caractériser.



Figure. 3 : La calandre utilisée dans la préparation des composites.

III.3. Irradiation des échantillons

L'irradiation de nos échantillons a été faite au centre de recherche nucléaire à Alger (CRNA) en utilisant la source de rayonnement gamma. Ces rayonnements gamma sont obtenus de la désintégration du Co^{60} .

Les formulations ont été préparées, en variant la dose de l'irradiation gamma.

-Une formulation de PVC non chargée et non traitée notée F0.

-Quatre formulations de PVC chargées avec 20% de la farine de noyaux de datte non traitée et traitée avec les radiations gamma à des doses de 10 ,15 et 20 kGy, notés : F20, F20T10kGy, F20T15kGy et F20T20kGy respectivement.

Tableau III.5 : Composition massique des formulations de PVC/ FND.

Chapitre III : Matériaux, méthodes et techniques d'analyse

Formulation	F0	F20	F20T10	F20T15	F20T20
Produits (g)					
PVC	100	100	100	100	100
NEW STAB 2	2.65	2.65	2.65	2.65	2.65
DOP	30.2	30.2	30.2	30.2	30.2
Acide stéarique	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
HSE 100 S	2	2	2	2	2
FND	0	20	20	20	20

III.4. Méthodes de caractérisations

III.4.1. Caractérisation des matériaux composites

III.4.1.1. Test d'absorption d'eau

Le problème de l'affinité des fibres naturelles pour l'eau a un impact négatif sur les performances des composites polymère/fibres naturelles. Pour déterminer le taux d'absorption d'eau des composites élaborés, les échantillons ont été séchés dans une étuve à 60 °C pendant 4 heures, puis ont été refroidis dans un dessiccateur et pesés immédiatement (m_0) sur une balance analytique avec une précision de 0,0001 g. Les échantillons ont ensuite été immergés dans de l'eau distillée à 25°C. Des prélèvements périodiques chaque 24 heures, ont été effectués, l'eau à la surface des l'échantillon a été absorbée avec un papier-absorbant et les échantillons sont à nouveau pesés (m_1). Le taux d'absorption d'eau en (%) a été calculé par la formule suivante :

$$TH = \frac{m_0 - m_1}{m_0} * 100$$

Ou :

m_0 : la masse de l'échantillon avant l'immersion

m_1 : la masse de l'échantillon après l'immersion

Chapitre III : Matériaux, méthodes et techniques d'analyse



Figure.4 : Test d'absorption (laboratoire de Génie des Procédés, Université de 20 Aout 1955 Skikda).

III.4.1.2. La densité

Pour la détermination de la densité, la méthode pycnométrique a été utilisée. Le principe de cette technique repose sur la poussée d'ARCHIMEDE, pour procéder à la mesure de la densité de différents échantillons, la fiole du pycnomètre a été remplie avec l'eau distillée et le bouchon capillaire a été ajusté, le volume d'eau débordé à travers le tube capillaire a été essuyé, le pycnomètre rempli a été pesé et noté (m_1).

Ensuite un petit morceau d'échantillon de masse (m_2), a été introduit dans la fiole en ajustant le bouchon et essuyant l'excès d'eau débordé, le pycnomètre contenant notre échantillon a été pesé et noté (m_3). La densité a été calculée à partir de la formule suivante :

$$\text{Densité}(d) = \frac{m_1 - m_0}{(m_3 - m_2) - (m_2 - m_1)} * d(\text{eau})$$

Où :

- $d(\text{eau})$: La densité de l'eau.
- m_0 : la masse du pycnomètre vide.
- m_1 : la masse du pycnomètre rempli d'eau.
- m_2 : la masse de l'échantillon.
- m_3 : la masse du pycnomètre rempli d'eau avec l'échantillon.

Chapitre III : Matériaux, méthodes et techniques d'analyse

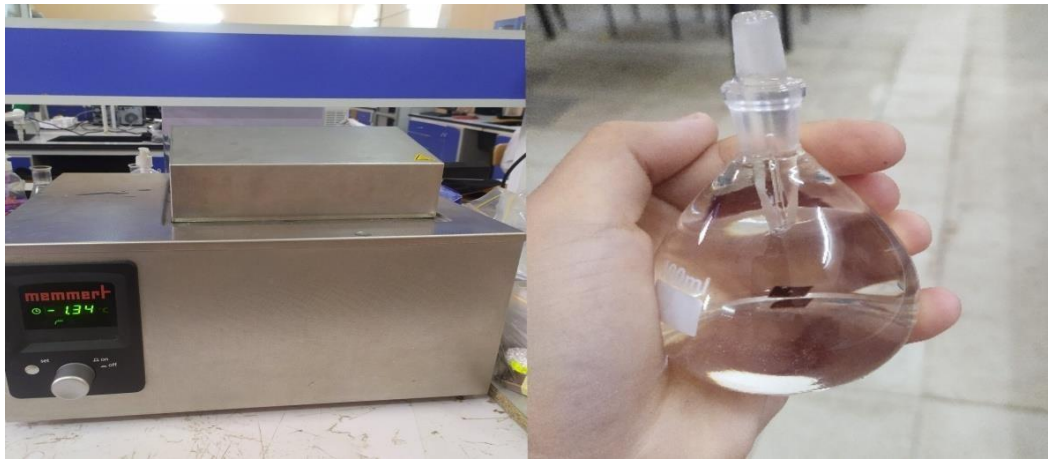


Figure. 5 : Un pycnomètre

III.4.1.3. Caractérisation de surface des composites par microscopie optique

L'observation par microscopie optique des échantillons non traitée et traitée, nous a permet de visualiser l'état de surface de différents composites et la dispersion de la charge dans la matrice sous l'effet d'irradiation. Les observations sont effectuées à l'aide d'un microscope optique Optika HC 4*0.1160/0.17 à agrandissements fois.



Figure. 6 : Microscope optique (Optika HC 4*0.1160/0.17).

III.4.1.4. Test de traction

C'est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé, qui consiste à soumettre une éprouvette en forme d'altère de type « Haltère méthode », dans les mâchoires d'un dynamomètre. La mesure des propriétés mécaniques à la rupture des plaques est effectuée au niveau de laboratoire de « CALPLAST » à Sétif Alger à l'aide d'une machine de traction de type JJ-TEST / UTM SERIES (Figure 6). La vitesse de déformation est maintenue constante à 25 mm/min.

Chapitre III : Matériaux, méthodes et techniques d'analyse

La machine est reliée à un micro-ordinateur qui effectue tous les calculs nécessaires et trace les courbes contrainte/déformation.



Figure. 6 : La machine d'essai de traction utilisée.

Le module d'Young (E) exprimé en MPa ou en GPa, appelé aussi module d'élasticité. On appelle loi de Hooke la relation :

$$\sigma = E \times \varepsilon$$

La contrainte à laquelle la rupture a eu lieu, exprimé en Pascal est donnée par la formule suivante :

$$\sigma = \frac{F}{S}$$

Où :

- σ : Contrainte à la rupture.
- S : Section de l'éprouvette.
- F : La force d'étirement

L'allongement à la rupture correspondant est exprimé en %, selon la formule suivante :

Chapitre III : Matériaux, méthodes et techniques d'analyse

$$\varepsilon\% = \frac{L - L_0}{L_0} * 100$$

Où :

- ε : Allongement à la rupture.
- L : Longueur finale de l'éprouvette.
- L_0 : Longueur initiale de l'éprouvette.

Chapitre IV : Résultats et Discussions

Chapitre IV : Résultats et Discussions

Chapitre IV : Résultats et Discussions

Les propriétés physiques, optiques et mécaniques des composites renforcés par la farine de noyaux de datte irradiées et non irradiées ont été étudiées.

IV.1. Caractérisations physiques

IV.1.1. Taux d'absorption d'eau

L'évolution de taux d'absorption d'eau des composites PVC/FND à différentes doses d'irradiation et en fonction du temps d'immersion est illustrée sur la figure IV.1.

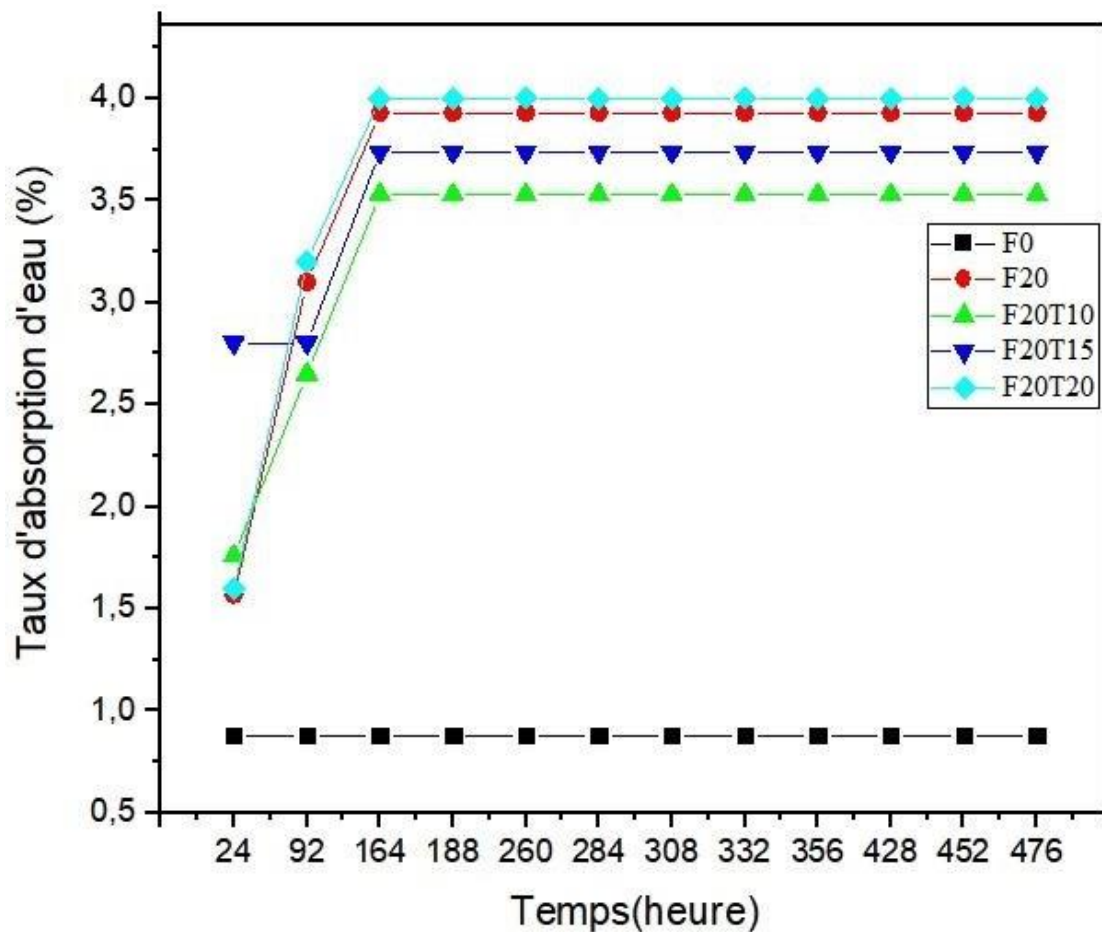


Figure IV.1 : L'évolution de taux d'absorption d'eau des composites PVC/FND à différentes doses d'irradiation, en fonction du temps d'immersion.

On remarque que le taux d'absorption d'eau augmente avec le temps d'immersion et après l'ajout de 20% de FND à la matrice PVC. Ce phénomène est attribué à la forte affinité de la charge avec l'eau. Cependant, la farine des noyaux de datte est fortement riche en

Chapitre IV : Résultats et Discussions

groupements hydroxyles, ces derniers forment avec les molécules d'eau des liaisons hydrogènes.

Les composites renforcés par la charge irradiée ont absorbé une quantité d'eau inférieure par rapport aux composites non traités. Les taux d'absorption d'eau les plus faibles sont enregistrés par les composites traités à 10 et 15kGy.

Les groupements fonctionnels formés après l'irradiation réagissent avec les groupements hydroxyle OH de la surface de la farine et empêche la farine cellulosique de se lier avec l'eau par liaisons hydrogènes, diminuant ainsi la quantité d'eau absorbée.

Pour les composites renforcés avec la charge irradiée à 10,15 et 20kGy, les taux d'absorption d'eau maximums sont estimés à 3.5, 3.7 et 4% respectivement. Pour le PVC vierge, une très faible quantité d'eau absorbée, est enregistrée d'environ 0,0414% en 24h et ne dépasse pas 0,1904% en 30 jours, ceci est due à la nature apolaire de ce polymère qui lui confère le caractère hydrophobe, ces valeurs sont confirmées par **Boukerrou** et al [1].

IV.1.2. La densité

L'étude de l'effet de la charge et l'irradiation gamma sur la densité des composites élaborés a été réalisé et les résultats obtenus sont illustrés sur la figure IV.2.

Chapitre IV : Résultats et Discussions

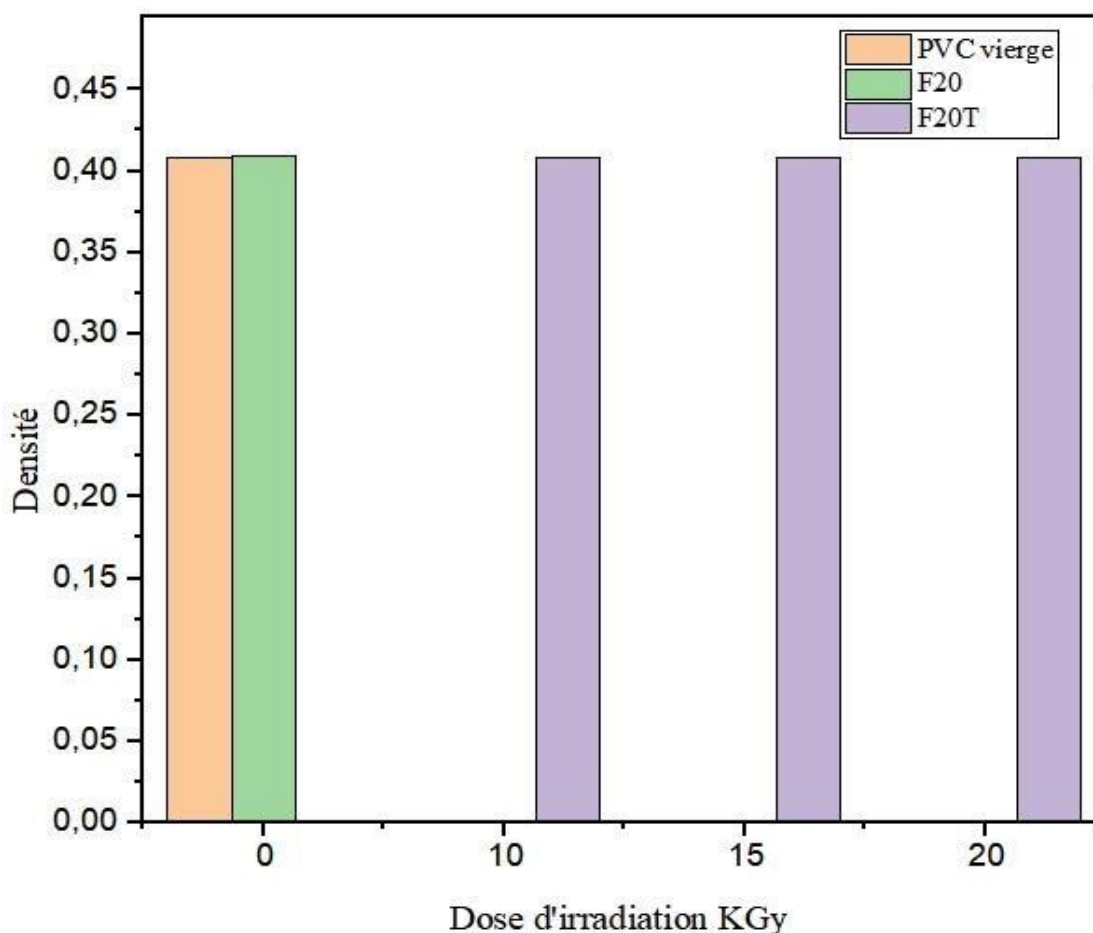


Figure IV.2 : Evolution de la densité des composites PVC/FND en fonction de la dose d'irradiation.

D'après la figure IV.2, on remarque que la densité reste constante après l'ajout de la charge et même pour les composites renforcés par la farine de noyaux de datte irradiée. On peut conclure que le traitement par irradiation gamma n'a pas d'effet sur la densité des composites.

IV.2. Caractérisation optique

La dispersion de la farine de noyaux de datte traitée et non traitée dans la matrice PVC a été vérifiée par la microscopie optique, et les micrographies obtenues sont présentées dans la figure IV.3.

Chapitre IV : Résultats et Discussions

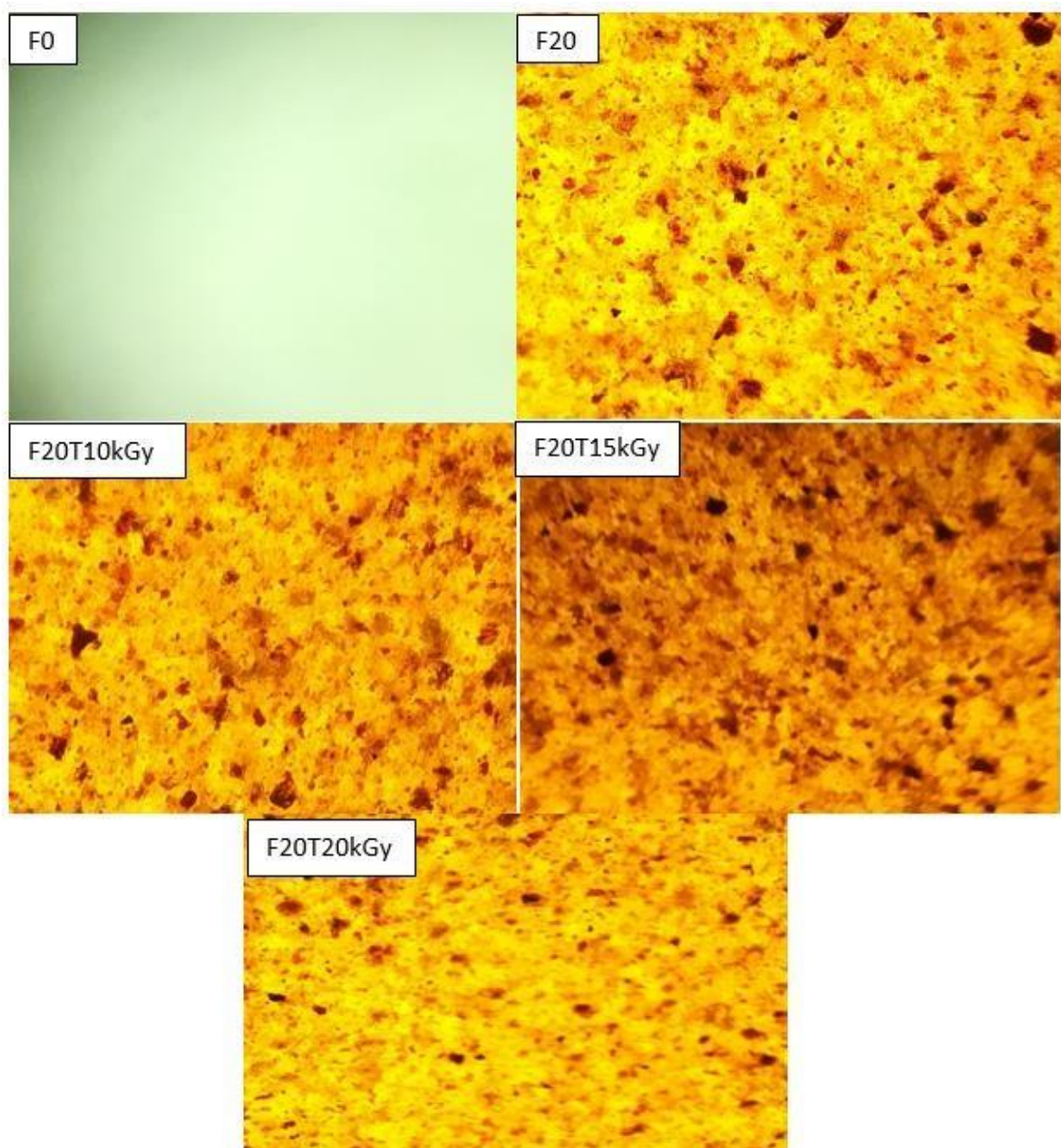


Figure IV.3 : La microscopie optique des composites renforcés par la charge traitée et non traitée

La micrographie de F0 présente une seule phase, par contre celle de la matrice renforcée par la charge non traitée montre l'apparitions d'une phase correspondant à la charge, dispersée dans une autre phase correspondant à la matrice. Un phénomène d'agglomération de la farine de noyaux de datte est observé dans les images des formulations contenant la charge non traitée. Ce phénomène a été expliqué par la mauvaise dispersion de la charge de nature hydrophile dans la matrice à caractère hydrophobe. Les micrographies des composites renforcés par la charge irradiée montrent moins d'agglomérats et la meilleure dispersion a été observée pour les composites traités à 10 kGy. On peut conclure que le traitement par

Chapitre IV : Résultats et Discussions

irradiation gamma a diminué le caractère hydrophile de la charge ce qui résulte sa bonne dispersion dans la matrice PVC. Ce résultat confirme les résultats obtenus par la mesure du taux d'absorption d'eau.

IV.3. Caractérisation mécanique

Étude de l'effet de la charge et l'irradiation gamma sur les propriétés mécaniques obtenues par la traction des composites préparés a été réalisée.

L'effet de la charge et l'irradiation gamma sur les propriétés mécaniques des composites irradiés et non irradiés a été suivi par le changement du module de Young, la contrainte et l'allongement à la rupture.

IV.3.1. Module de Young

La variation de module de Young des différents échantillons PVC/FND non traités et traités avec l'irradiation gamma sont représentés sur la figure IV.4.

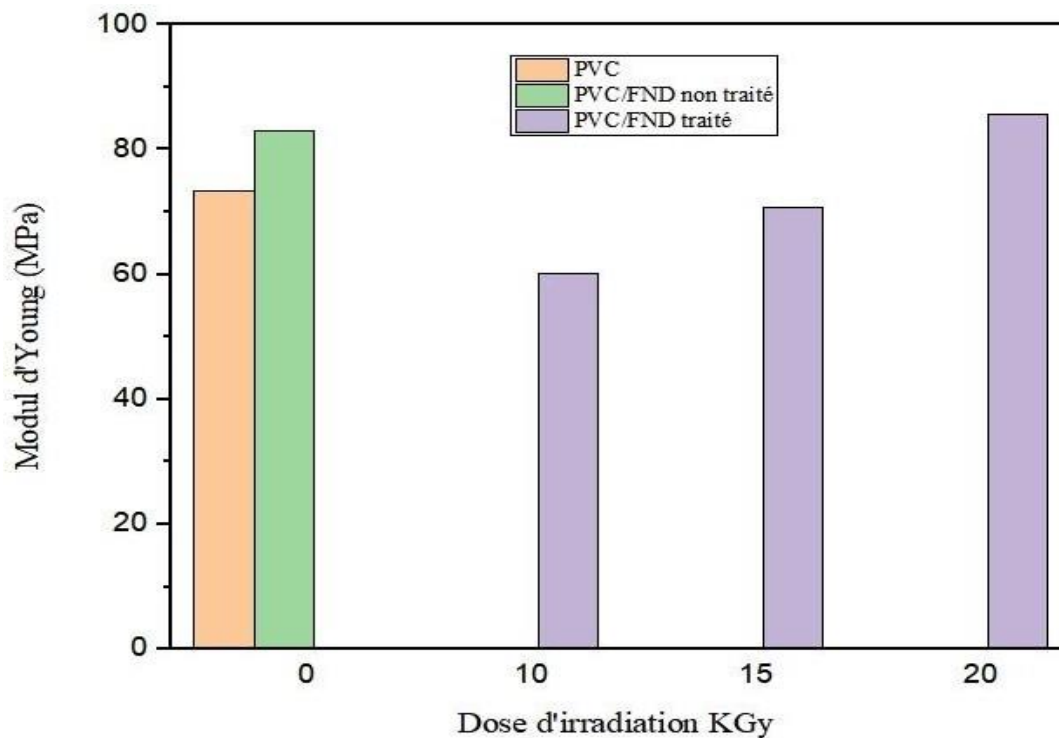


Figure IV.4 : La variation de module de Young des différents échantillons PVC/FND non traités et traités avec l'irradiation gamma.

D'après la figure IV.4 on remarque que la présence de la farine de noyaux de datte dans la matrice PVC augmente le module de Young par rapport aux PVC vierge.

Chapitre IV : Résultats et Discussions

La majorité des travaux de recherches ont constaté une augmentation de la rigidité des composites accompagnée d'une hausse du module d'Young à cause de l'utilisation d'une charge rigide [2].

Des résultats similaires ont été rapportés par **DJIDJELI** et al [3] et **SAPUANA** et al [4], ou ils ont attribué ce comportement à la phase rigide de la farine du grignon d'olive dispersée qui confère une grande rigidité à la matrice polymère.

Les composites renforcés avec la charge irradiée ont présenté de faible module par rapport aux composites non traités. La raison de la diminution de la rigidité peut être expliquée par le changement du mécanisme de déformation.

Le module de Young augmente avec l'augmentation de la dose d'irradiation, mais reste inférieur à celui du composite non traité.

IV.3.2 : Contrainte à la rupture

La variation de la contrainte et l'allongement à la rupture avant et après l'incorporation de la charge non traitée et traitée à différentes doses d'irradiation sont représentées dans la figure IV.5. et IV.6.

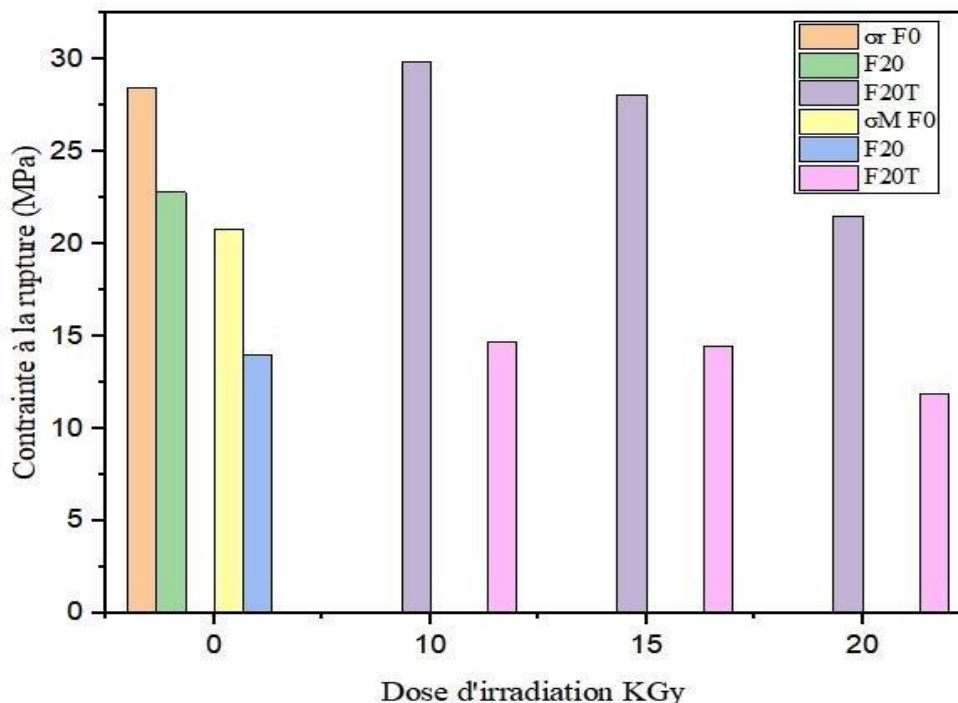


Figure IV.5 : La variation de la contrainte à la rupture avant et après l'incorporation de la charge non traitée et traitée à différentes doses d'irradiation.

Chapitre IV : Résultats et Discussions

On observe une diminution de la contrainte et de l'allongement à la rupture des composites chargés avec FND non traité comparé à celui de PVC non chargé. Ces résultats sont en accord avec beaucoup de travaux, **BOULAHIA** [5], **BELLILI** et al [6].

Cette perte en contrainte et en déformation est dû à une mauvaise adhésion interfaciale entre le PVC et la farine de noyaux de datte, et peut être aussi expliqué par une mauvaise dispersion de la charge, et par conséquent la formation d'agglomérats responsables de la fragilisation du matériau.

Une amélioration de la contrainte à la rupture a été observée pour les composites traités par rapport au composites non traités.

D'après **Bellili** [7], les modifications chimiques de la cellulose après l'irradiation sont des conséquences des réactions des radicaux unimoléculaires ou bi-moléculaires. La scission peut conduire à l'ouverture du cycle d'anhydro glucose ou rupture de liaison glucoside. Dans les deux cas, des groupements carbonyles sont produits. En raison de scission de chaînes en petits fragments, il ya possibilité de changements de conformations conduisant à l'augmentation de liaison d'hydrogène intermoléculaire, conduisant au renforcement de la structure tridimensionnelle. Ils ont constaté qu'à des faibles doses d'irradiations, la déshydrogénation de la cellulose par les rayonnements gamma conduit aux formations des liaisons intermoléculaires résultant en une augmentation de la résistance à la rupture.

Takács E. et al [8], constate que les liaisons d'hydrogènes intermoléculaires peuvent remplacer les liaisons d'hydrogènes intramoléculaires de plus en plus qu'on augmente la dose d'irradiation. Cependant, il est possible de produire une réticulation entre les chaînes voisines par l'intermédiaire des radicaux produits.

IV.3.3. Allongement à la rupture

La variation de l'allongement à la rupture avant et après l'incorporation de la charge non traitée et traitée à différentes doses d'irradiation est illustrée dans la figure IV.6.

Chapitre IV : Résultats et Discussions

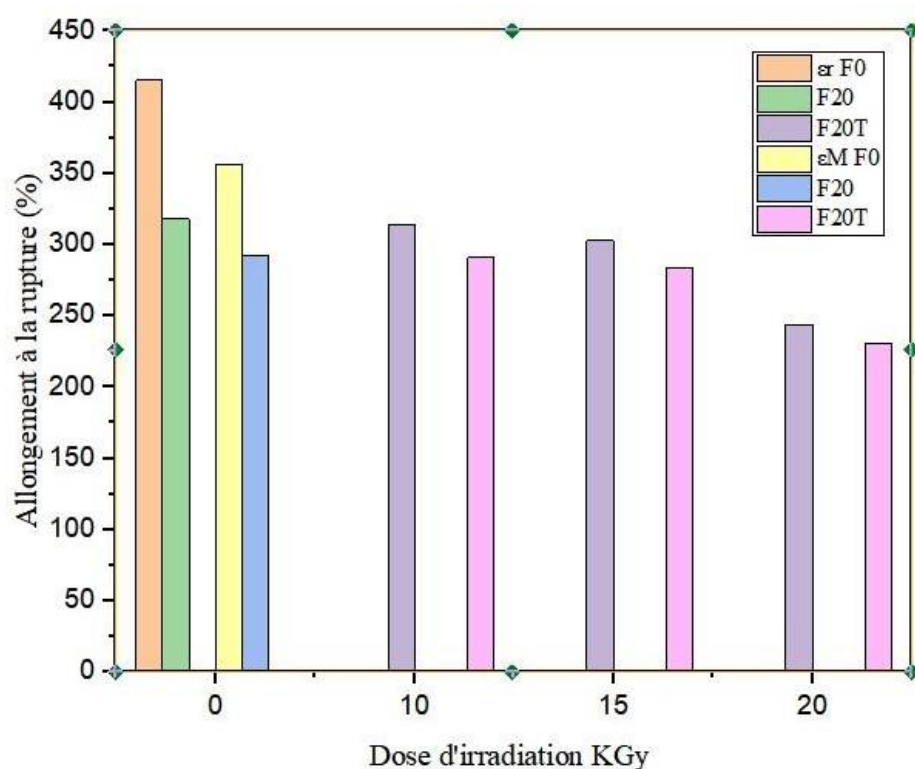


Figure IV.6 : La variation de l'allongement à la rupture avant et après l'incorporation de la charge non traitée et traitée à différentes doses d'irradiation

A partir de la figure IV.6, qui illustre l'évolution de l'allongement à la rupture du PVC et des composites PVC/FND non traité et traité avec des doses d'irradiation de 10, 15 et 20 kGy, une diminution significative de l'allongement à la rupture est remarquée avec l'augmentation de la dose d'irradiation.

John et al. [9] ont étudié l'allongement à la rupture des composites chargés avec des fibres de sisal traitées chimiquement, et ils ont enregistré des valeurs inférieures à celles des composites préparés avec des fibres non traitées. Ils ont expliqué cette diminution par la meilleure dureté et rigidité obtenues grâce à une forte adhérence entre la fibre traitée et la matrice en caoutchouc.

Chapitre IV : Résultats et Discussions

Références bibliographiques

1. BOUKERROU A., KRIM S., DJIDJELLI H., IHAMOUCHEM C., et JUAN MARTINEZ J., Study and Characterization of Composites Materials Based on Polypropylene Loaded with Olive Husk Flour, *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 122, pp. 1382-1394, (2011).
2. DAIRI B., Effet de la taille des fibres lignocellulosiques sur les propriétés thermiques et mécanique des composites polychlorure de vinyle/farine de bois, Mémoire de magister présenté à l'université de A. Mira Béjaïa, (2010).
3. DJIDJELLI H., BENACHOUR D., BOUKERROU A., ZEFOUNI O., MARTINEZ-VÉGA J., FARENC J., KACI M., Thermal, dielectric and mechanical study of poly (vinyl chloride)/olive pomace composites, *Express Polymer Letters*, (2007).
4. SAPUANA S.M., BACHTIAR D., Mechanical Properties of Sugar Palm Fibre Reinforced High Impact Polystyrene Composites, *Procedia Chemistry*, vol. 4, pp. 101 – 106, (2012).
5. BOULAHIA H., Etude du comportement physico-mécanique de nouveaux bio composites poudre de liège – PVC présenté à l'université de M'Hamed Bougara Boumerdes, (2016).
6. BELLILI N., DJIDJELLI H., BOUKERROU A., DAIRI B ET BENDIB R., Effect of acetylation on composite materials based on polypropylene/coffee husk waste, (2020).
7. BELLILI N., Elaboration et caractérisation des composites à base d'une matrice thermoplastique chargée avec des fibres lignocellulosiques traitées par irradiation gamma présenté à l'université de A. Mira Béjaïa, (2015).
8. TAKÁCS E., WOJNÁROVITS L., BORSA J., FÖLDVÁRY CS., HARGITTAI P., ZÖLD O., Effect of γ -irradiation on cotton-cellulose, *Radiation Physics and Chemistry*, (1999).
9. JOHN., Jacob Maya., FRANCIS., Bejoy., VARUGHESE., K. T., et al. Effect of chemical modification on properties of hybrid fiber biocomposites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, (2008).

Conclusion générale

Conclusion générale

L'objectif du travail présenté dans ce mémoire est d'étudier le comportement de matériaux composites constitués d'une matrice de polychlorure de vinyle renforcée par la farine de noyaux de dattes non traitée et traitée par irradiation gamma à des doses 10, 15 et 20 kGy.

Les propriétés des composites PVC/FND élaborés sont ensuite déterminées par la mesure de taux d'absorption d'eau, mesure de la densité, l'analyse au microscope optique et le test de traction.

Compte tenu des résultats obtenus, on peut tirer les conclusions suivantes :

La caractérisation physique par la mesure de taux d'absorption d'eau et la densité nous a permis de déduire que :

- La forte affinité de la charge avec l'eau conduit à une augmentation de taux d'absorption d'eau après l'ajout de 20% de FND à la matrice PVC.
- L'interaction des groupements fonctionnels formés après irradiation avec les groupements hydroxyle OH de la surface de la farine a diminué la quantité d'eau absorbée. Par contre, le traitement par irradiation gamma n'a aucun effet sur la densité des composites.
- Les micrographies obtenues par la microscopie optique ont montré que les particules de la farine de noyaux de datte non traitée, tendent à se regrouper et former des agglomérats dans la matrice PVC. En revanche, moins d'agglomérations et meilleure dispersion ont été observées pour les composites renforcés par la charge traitée.

La caractérisation mécanique des composites a montré que :

- Le comportement de la phase rigide de la farine de noyaux de datte dispersée confère une grande rigidité à la matrice PVC ce qui conduit à l'augmentation de module d'Young.
- Une perte en contrainte et en déformation est observée en raison d'une mauvaise adhésion interfaciale entre le PVC et la farine de noyaux de datte non traitée.
- La scission de chaînes en petits fragments provoquée par l'irradiation gamma conduit à la possibilité de changements de conformation, menant à l'augmentation de liaison d'hydrogène intermoléculaire, ce qui conduit à l'augmentation de la résistance à la rupture.,

Annex

Tableau 1 : Taux d'absorption d'eau

	PVC	F20	F20 T10	F20T15	F20T20
24h	0,88	1,57	1,76	2,803	1,6
92h	0,88	3,1	2,65	2,803	3,2
116h	0,88	3,1	2,65	3,738	3,2
140h	0,88	3,1	2,65	3,738	3,2
164h	0,88	3,93	3,53	3,738	4
188h	0,88	3,93	3,53	3,738	4
260h	0,88	3,93	3,53	3,738	4
284h	0,88	3,93	3,53	3,738	4
308h	0,88	3,93	3,53	3,738	4
332h	0,88	3,93	3,53	3,738	4
356h	0,88	3,93	3,53	3,738	4
428h	0,88	3,93	3,53	3,738	4
452h	0,88	3,93	3,53	3,738	4
476h	0,88	3,93	3,53	3,738	4

Tableau 2 : La densité

Formulation	PVC vierge	F20	F20T10	F20T15	F20T20
Densité	0,408	0,409	0,408	0,408	0,408

Tableau 3 : Test de traction

Grandeurs	PVC vierge	FND/PVC non traité (F₂₀)	PVC/FNDT		
			10 KGy	15 KGy	20 KGy
Module de young E (MPa)	73,4	83	60,1	70,73	85,75
Contrainte à la rupture σ (MPa)	28,46	22,80	29,90	28,10	21,51
Contrainte maximale σ (MPa)	20,8	14,02	14,71	14,46	11,92
Allongement à la rupture ε (%)	415,144	317,748	314,212	302,900	243,62
Allongement maximale ε (%)	355,704	291,760	290,649	283,368	230,50

Résumé

Dans ce modeste travail, la farine de noyaux de datte a été valorisé par son utilisation comme renfort dans la confection des composites à matrice polychlorure de vinyle avec un taux de charge de 20%. Un traitement physique par irradiation gamma à des doses de 10, 15 et 20 kGy a été effectué afin d'améliorer l'adhérence interfaciale PVC/FND. Une diminution du caractère hydrophile de la charge après le traitement a été mise en évidence par la diminution de taux d'absorption d'eau des composites renforcés par FND irradiée, et ceci est confirmé par la bonne dispersion de la charge traitée dans la matrice, observée par le microscope optique, par conséquent, de meilleures propriétés mécaniques ont été obtenues.

Mots clés : Farine de noyaux de datte, polychlorure de vinyle, irradiation gamma.

Abstract

In this modest work, date kernel flour was valorized by its use as a reinforcement in the manufacture of polyvinyl chloride matrix composites with a filler content of 20%. Physical treatment by gamma irradiation at doses of 10, 15 and 20 kGy was carried out to improve PVC/FND interfacial adhesion. A decrease in the hydrophilic character of the filler after treatment was evidenced by the lower water absorption rate of the irradiated FND-reinforced composites, and this was confirmed by the good dispersion of the treated filler in the matrix, observed by optical microscopy, as a result of which better mechanical properties were obtained.

Key words: Date stone flour, polyvinyl chloride, gamma irradiation.

المخلص ني هذا العمل المتواضع، تم تعزيز دويق زواة النمر من خلال اسخدامه كعزبزي ني نصنوع مركبات مصنونة كلوريد البولوي

نيزيل بمعدل 20%. تم إجراء عالج تشوع جاما بجرعات 10, 15 و 20 kGy لتحسين اللصاق البيزي PVC/FND. وقد ظهر انخناض ني الطابع المحب للماء للشحنة بعد المعالجة من خلال انخناض معدل امتصاص الماء للمركبات المعززة بواسطة FND المشع، وهذا ما يؤكدته التشتت الجيد للشحنة المعالجة ني المصنونة، والتي احظها المجرم البصري، لذلك تم الحصول على خصائص ميكانيكية أفضل.

الكلمات المتناحية: دويق زواة النمر، بولي (كلوريد النيزيل)، إشعاع غاما.