



Département des Sciences de la Matière

Réf. :

THESE

Pour l'obtention du diplôme de DOCTORAT 3^{ème} CYCLE

Domaine : Sciences de la matière
Filière : Chimie
Spécialité : Chimie des matériaux

Etude des propriétés thermiques, mécaniques et dynamiques mécaniques de composites à base de polymères thermodurcissables

Présentée et soutenue publiquement par : **Berkouk Abir**

Le : 26-10-2022

Jury :

M. Fayçal DJAZI	Pr	Université de Skikda	Président
M. Ahmed MEGHEZZI	Pr	Université de Biskra	Rapporteur
M. Nadjib MELKEMI	Pr	Université de Biskra	Examineur
M. Mokhtar SAIDI	Pr	Université de Ouargla	Examineur

Année universitaire : 2021 – 2022



Département des Sciences de la Matière

Réf. :

THESE

Pour l'obtention du diplôme de DOCTORAT 3^{ème} CYCLE

Domaine : Sciences de la matière

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie des matériaux

Etude des propriétés thermiques, mécaniques et dynamiques mécaniques de composites à base de polymères thermodurcissables

Présentée et soutenue publiquement par : **Berkouk Abir**

Le : 26-10-2022

Jury :

M. Fayçal DJAZI	Pr	Université de Skikda	Président
M. Ahmed MEGHEZZI	Pr	Université de Biskra	Rapporteur
M. Nadjib MELKEMI	Pr	Université de Biskra	Examineur
M. Mokhtar SAIDI	Pr	Université de Ouargla	Examineur

Année universitaire : 2021 – 2022

Dédicace

Je dédie cette thèse à :

Mes chers parents ; ma **mère** qui était toujours à mes côtés, mon **père** Abderrahmane.

Mes chers **frères** Djihed, Haider, leurs femmes et mes neveux : Sami et Anis.

Abir

Remerciement

Ce travail de recherche a été réalisé au sein du laboratoire de chimie appliquée (LCA), Université de Biskra sous la direction du professeur **Ahmed MEGHEZZI**, à qui je tiens à lui présenter mes sincères remerciements en tant que directeur de thèse, pour ses précieuses orientations méthodologiques et scientifiques, sa patience, ainsi que pour sa disponibilité tout au long de la réalisation et la rédaction de cette thèse et enfin pour le modèle d'enseignant universitaire qu'il représente. **Merci professeur.**

D'autre part, je tiens à remercier les membres du jury pour leurs acceptations d'évaluer ce travail de recherche chacun par son nom :

- Mr Fayçal DJAZI, Professeur à l'Université de Skikda, pour avoir accepté de présider le jury de soutenance.
- Mr Nadjib MELKEMI, Professeur à l'Université de Biskra, d'avoir accepté d'examiner ce travail.
- Mr Mokhtar SAIDI, Professeur à l'Université de Ouargla, qui a accepté d'être membre du jury de soutenance.

Je tiens à souligner qu'une partie importante de ce travail de recherche n'aurait pu voir le jour, sans la disponibilité des responsables de l'entreprise des industries du câble de Biskra (ENICAB), et précisément Mme Amina LOUCIF, ainsi que les responsables du centre de recherche scientifique et technique en analyses physico – chimiques (CRAPC-Biskra).

Je remercie également le professeur Abdelouahed CHALA ex-directeur du Laboratoire de Physique des Couches Minces et Applications (LPCMA), Université de Biskra et le professeur Mohamed Toufik Soltani directeur du Laboratoire Physique Photonique et Nanomatériaux Multifonctionnels (LPPNM), Université de Biskra, dans lesquels une partie significative de caractérisations a été réalisée.

Je n'oublierai jamais le soutien moral, les observations fructueuses de mon cher père le professeur Abderrahmane BERKOUK et mon frère le docteur Djihed BERKOUK tout au long de mes études universitaires notamment doctorales. **Ils étaient pour moi des guides et des exemples.**

Enfin, je présente mes sincères souhaits à mes collègues pour achever leurs travaux de recherches.

Résumé

Cette étude traite des possibilités de valorisation des déchets naturels à savoir les feuilles d'olivier (FO) et feuilles de palmier dattier (DPLF) associées à des matrices polymères thermodurcissables d'une résine polyester insaturée et d'une résine époxy et ceci afin d'améliorer les propriétés de ces polymères. D'autre part, on a associé à la résine époxy deux types de fibres l'une naturelle (DPLF et FO) et l'autre synthétique (carbone nano fibre). Pour cela, nous avons élaboré des plaques composites contenant des fibres FO et DPLF à des taux de 6 % et de 10 % en masse où les fibres DPLF ont été traitées avec une solution alcaline et avec un composé de silane. En plus, on a réalisé une étude spectroscopique, une étude d'absorption d'eau. D'autre part, une étude mécanique, ainsi qu'une étude morphologique par microscopie électronique à balayage (MEB). L'étude des propriétés thermiques a été menée par une analyse thermogravimétrique (ATG) et par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Ainsi, on a réalisé une étude mécanique dynamique (DMA). Les principaux résultats de cette étude montrent que les composites renfermant la fibre DPLF traitée chimiquement par NaOH et au silane, absorbe à petite échelle. Ils montrent également que la résistance à la rupture augmente lorsque le taux de fibres (FO ou DPLF) décroît dans la structure (Epoxy ou UP), et lorsque la fibre DPLF subit un traitement chimique (UP/DPLF et Epoxy/ DPLF), tandis que l'allongement à la rupture diminue. Les résultats de l'étude morphologique ont montré qu'une meilleure cohésion est obtenue lorsque le taux de la fibre (FO ou DPLF) diminue dans la structure de la matrice (UP et époxy), et lorsque la DPLF subit un traitement chimique. Les résultats des analyses thermogravimétriques et calorimétriques ont également montré que le traitement chimique de la fibre au niveau de la matrice UP et époxy donne une stabilité particulière au composite, également le carbone nano fibre augmente la stabilité du composite. Les résultats de l'analyse mécanique dynamique ont indiqué que les composites qui renferment 6 % en poids de fibres (Epoxy/fibre) ont atteint une bonne conservation de l'énergie avec l'augmentation de la température.

Mots clés : Composite, polyester insaturé, époxy, feuilles d'olivier, feuilles de palmier dattier, traitement chimique, analyse mécanique, analyse thermique, analyse morphologique, étude dynamique

Abstarct

This study discusses the possibilities of valorization of natural wastes such as olive leaves (OL) and date palm leaves (DPLF) associated with thermosetting polymer matrices of unsaturated polyester resin and epoxy resin in order to improve the properties of these polymers. In the other part, two types of fibers were combined with epoxy resin, the first one natural (DPLF and OL) and the second one synthetic (carbon nano fiber). For this purpose, we have elaborated composite plates containing OL and DPLF fibers at 6 % and 10 % by weight where the DPLF fibers have been treated with an alkaline solution and with a silane compound. In addition, we carried out a spectroscopic study, a water absorption study. Moreover, a mechanical study, and a morphological study by scanning electron microscopy (SEM) were performed. The study of thermal properties was conducted by thermogravimetric analysis (TGA) and differential scanning calorimetry (DSC). Also, a dynamic mechanical study (DMA) was carried out. The main findings of this study show that composites containing the DPLF fiber chemically treated with NaOH and silane, absorb less. They also show that the strength at break increases when the fiber content (OL or DPLF) decreases in the structure (Epoxy or UP), as well as when the DPLF fiber is chemically treated (UP/DPLF and Epoxy/ DPLF), while the elongation at break decreases. The morphological study results showed that better cohesion is obtained when the fiber (OL or DPLF) rate decreases in the matrix structure (UP and epoxy), and also when DPLF is chemically treated. The results of thermogravimetric and calorimetric analyses also showed that the chemical treatment of the fiber at the level of the UP and epoxy matrix gives a particular stability to the composite, also the nano fiber carbon increases the stability of the composite. The results of the dynamic mechanical analysis indicated that the composites containing 6 wt% fiber (Epoxy/fiber) attained good energy conservation with the increase in temperature.

Key words: Composite, unsaturated polyester, epoxy, olive leaves, date palm leaf fiber, chemical treatment, mechanical analysis, thermal analysis, morphological analysis, dynamic study

Table des matières

Dédicace.....	4
Remerciement.....	5
Résumé.....	6
Abstarct.....	7
Table des matières.....	8
Liste des figures	14
Liste des tableaux.....	18
Liste des abréviations	20
Introduction générale	22
Chapitre 1 : Généralités sur les polymères.....	26
1. Introduction	26
2. Définition des polymères.....	26
3. Différentes classes de polymères	26
3.1. Classification selon leur structure (Dimensionnalité).....	26
3.1.1. Polymères monodimensionnels (linéaires)	26
3.1.2. Polymères bidimensionnels (ramifiés)	27
3.1.3. Polymères tridimensionnels (réticulés).....	28
3.2. Classification selon la composition de la chaine polymère	28
3.2.1. Homopolymères	28
3.2.2. Copolymères.....	28
3.3. Classification selon l'origine.....	30
3.3.1. Les polymères artificiels	30

3.3.2. Les polymères naturels.....	30
3.3.3. Les polymères synthétiques	30
4. Type des polymères	31
4.1. Polymère thermoplastique	31
4.2. Polymère thermodurcissable.....	31
5. Utilisation des polymères	31
Chapitre 2 : Matériaux composites.....	34
1. Introduction	34
2. Matériaux composites	34
3. Composition des matériaux composites	34
3.1. Matrice.....	35
3.2. Renfort	36
3.3. Charges.....	36
3.4. Additifs	36
4. Classification des matériaux composites.....	37
4.1. Composites renforcés par des fibres	37
4.1.1. Fibre synthétique.....	38
4.1.2. Fibre naturelle	38
4.1.3. Fibre hybride.....	38
4.2. Composites renforcés par des particules	38
5. Modification chimique des fibres naturelles	39
5.1. Traitement alcalin	41
5.2. Traitement silane	42
6. Travaux antérieurs (état de l'art).....	42

Chapitre 3 : Techniques expérimentales d'élaboration et de caractérisation des composites ...	46
1. Introduction	46
2. Matériaux utilisés.....	46
2.1. Polyester insaturé	46
2.2. Epoxy.....	47
2.3. Feuilles de palmier dattier	48
2.4. Feuilles d'olivier	49
2.5. Carbone nano fibre	49
2.6. Hydroxyde de sodium	50
2.7. 3-(triméthoxysilyl) propyl méthacrylate	51
2.8. Acide acétique.....	51
2.9. Méthanol.....	52
3. Techniques expérimentales d'élaboration des composites	52
3.1. Préparation des fibres de palmier dattier	52
3.2. Préparation des fibres de feuilles d'olivier	53
3.3. Modification chimique des fibres de palmier dattier	54
3.3.1. Modification chimique des feuilles de palmier dattier par l'hydroxyde de sodium NaOH	54
3.3.2. Modification chimique des feuilles de palmier dattier par l'agent de couplage : le 3-(triméthoxysilyl) propyl méthacrylate (silane).....	55
3.4. Élaboration des composites polyesters insaturé / fibres et époxy / fibres	56
4. Techniques de caractérisation des composites.....	59
4.1. Spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)	59
4.2. Tests mécaniques.....	60

4.2.1. Test de traction.....	60
4.2.2. Test de dureté Shore A.....	61
4.3. Microscopie électronique à balayage (MEB).....	62
4.4. Analyse thermogravimétrique (ATG)/ analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC)	63
4.5. Test d'absorption d'eau	63
4.6. Analyse mécanique dynamique (DMA)	64
Chapitre 4: Résultats et discussions	67
1. Composites polyesters insaturé / Fibres naturelles	67
1.1. Composites polyesters insaturé/ Feuilles d'olive	67
1.1.1. Spectroscopie infrarouge FTIR des composites UP/ feuilles d'olive	67
1.1.2. Test d'absorption d'eau par les composites UP/ feuilles d'olive	69
1.1.3. Tests mécaniques des composites UP/ feuilles d'olive.....	69
1.1.4. Analyse thermogravimétrique ATG des composites UP/ feuilles d'olive.....	71
1.1.5. Analyse calorimétrique différentielle DSC des composites UP/ feuilles d'olive... ..	72
1.2. Composites polyesters insaturé/ Feuilles de palmier dattier.....	73
1.2.1. Spectroscopie infrarouge FTIR des composites polyesters insaturé/ Feuilles de palmier dattier	73
1.2.2. Test d'absorption d'eau par les composites UP/ Feuilles de palmier dattier .	74
1.2.3. Tests mécaniques des composites UP/ feuilles de palmier dattier	75
1.2.4. Etude morphologique des composites UP/ Feuilles de palmier dattier	77
1.2.5. Analyse thermogravimétrique ATG des composites UP/ Feuilles de palmier dattier	78

1.2.6.	Analyse calorimétrique différentielle DSC des composites UP/ feuilles de palmier dattier	79
1.2.7.	Analyse mécanique dynamique des composites UP/ Feuilles de palmier dattier.....	81
2.	Composites Epoxy/ Fibres naturelles	83
2.1.	Composites Epoxy / Feuilles d'olive.....	83
2.1.1.	Spectroscopie infrarouge FTIR des composites Epoxy/ feuilles d'olive	83
2.1.2.	Test d'absorption d'eau par les composites Epoxy/ feuilles d'olive	84
2.1.3.	Tests mécaniques des composites Epoxy/ feuilles d'olive	85
2.1.4.	Etude morphologique des composites Epoxy/ feuilles d'olive	87
2.1.5.	Analyse mécanique dynamique des composites Epoxy/ Feuilles d'olive	88
2.2.	Composites Epoxy / Feuilles de palmier dattier	90
2.2.1.	Spectroscopie des composites Epoxy/ feuilles de palmier dattier	90
2.2.2.	Test d'absorption d'eau pour les composites Epoxy/ feuilles de palmier dattier.....	91
2.2.3.	Tests mécaniques des composites Epoxy/ feuilles de palmier dattier	92
2.2.4.	Etude morphologique des composites Epoxy/ feuilles de palmier dattier	93
2.2.5.	Analyse thermogravimétrique ATG des composites Epoxy / Feuilles de palmier dattier	97
2.2.6.	Analyse calorimétrique différentielle DSC des composites Epoxy/ feuilles de palmier dattier	99
2.2.7.	Analyse mécanique dynamique des composites Epoxy/ Feuilles de palmier dattier	100
3.	Composites hybrides Epoxy/DPLF/fibre de carbone et Epoxy/ feuilles d'olive/ fibre de carbone	101

3.1. Spectroscopie FTIR et test d'absorption d'eau des composites Epoxy/ fibre hybride..	101
3.2. Tests mécaniques des composites Epoxy/ fibre hybride.....	104
3.3. Etude morphologique des composites Epoxy/ fibre hybride	106
3.4. Analyses thermogravimétrique ATG et calorimétrique différentielle DSC des composites Epoxy/ fibre hybride	107
3.5. Analyse mécanique dynamique des composites Epoxy/ fibre hybride	108
Conclusion générale.....	113
Références	117

Liste des figures

Figure I 1: Représentation de la chaîne d'un polymère monodimensionnel [14]	27
Figure I 2: Représentation de la chaîne d'un polymère bidimensionnel (carbone graphite) [14].	27
Figure I 3: Représentation de la chaîne d'un polymère tridimensionnel (polymère réticulé avec pont di-sulfure reliant deux chaînes) [14]	28
Figure II 1 : Classification des composites [45]	37
Figure II 2 : Organisations structurales des trois principaux constituants de la paroi cellulaire des fibres [62]	39
Figure II 3 : Structure de la cellulose [64]	40
Figure II 4 : Structure d'un type de xyloglucane [65]	40
Figure II 5 : Structure de la lignine [64]	41
Figure III. 1: Palmier dattier	48
Figure III. 2: Les feuilles d'olivier	49
Figure III. 3: Carbone nano fibre	50
Figure III. 4: La forme chimique de 3-(triméthoxysilyl) propyl méthacrylate (Silane)	51
Figure III. 5 : Préparation des fibres de palmier dattier.	53
Figure III. 6: Préparation des fibres de feuilles d'olivier	53
Figure III. 7: Préparation des fibres de palmier dattier DPLF traitées avec une solution de NaOH de 6%	54
Figure III. 8 : Préparation de fibres de palmier dattier DPLF traitées au silane 1%.	55
Figure III. 9 : Schéma représentatif de la préparation d'un composite polyester insaturé/fibre.	56
Figure III. 10 : Schéma représentatif de la préparation d'un composite époxy/fibre	57
Figure III. 11 : Spectromètre Agilent Cary 630 FTIR.	60
Figure III. 12 : Machine de traction de type Zwick/Roell Z050	61
Figure III. 13 : Duromètre Shore A de type Zwick/Roell	61
Figure III. 14 : Microscope électronique à balayage (MEB/EDX) de type TESCAN VEGA3	62
Figure III. 15 : Métalliseur de type Cressington Sputter Coater 108 auto	62

Figure III. 16 : Analyseur thermogravimétrique couplé (ATG/DSC) de SETARAM Instrumentation LABSYS evo.....	63
Figure III. 17 : Test d'absorption d'eau.....	64
Figure III. 18 : Instrument d'analyse mécanique dynamique DMA type TA, Q800.....	65
Figure III. 19 : Echantillon pour l'analyse mécanique dynamique	65
Figure IV. 1 : Spectres FTIR du polyester insaturé, feuilles d'olive et le composite UP/feuilles d'olive 6 %.	68
Figure IV. 2 : Courbe d'absorption d'eau des différentes compositions UP/feuilles d'olive.	69
Figure IV. 3 : Evolution de la résistance à la rupture (a), de l'allongement à la rupture (b), de la dureté Shore (c) de l'UP et des différents composites UP/feuilles d'olive.	70
Figure IV. 4 : Thermogrammes ATG des différents composites UP/feuilles d'olive.	71
Figure IV. 5 : Thermogrammes DSC l'UP et des différents composites UP/feuilles d'olive.	72
Figure IV. 6 : Spectres FTIR du polyester insaturé et des différents composites UP/ feuilles de palmier dattier traitées et non traitées.	74
Figure IV. 7 : Absorption d'eau du polyester insaturé et des différents composites UP/ feuilles de palmier dattier traitées et non traitées.	75
Figure IV. 8 : Evolution de la résistance à la rupture (a), de l'allongement à la rupture (b) de l'UP et des différents composites UP/ feuilles de palmier dattier.....	76
Figure IV. 9 : Micrographies MEB de (a) UP/ 6 % DPLF non traitée (B4), (b) UP/ 10 % DPLF non traitée (B3), (c) UP / 6 % DPLF traitée par NaOH (B6).	77
Figure IV. 10 : Thermogrammes ATG du polyester insaturé et des différents composites UP/feuilles de palmier dattier.	79
Figure IV. 11 : Effets endothermiques des différents composites UP/feuilles de palmier dattier (à partir du DSC).....	80
Figure IV. 12 : Module de conservation des composites UP/feuilles de palmier dattier.	82
Figure IV. 13 : Module de perte des composites UP/feuilles de palmier dattier.....	82
Figure IV. 14 : Tangente Delta des composites UP/feuilles de palmier dattier.	83
Figure IV. 15 : Spectres FTIR d'époxy, feuilles d'olive et le composite époxy/feuilles d'olive 10 %.	84

Figure IV. 16 : Courbe d'absorption d'eau des différents composites époxy /feuilles d'olive. ...	85
Figure IV. 17 : Evolution de la résistance à la rupture (a), de l'allongement à la rupture (b), de la dureté Shore (c) d'époxy et des différents composites époxy /feuilles d'olive.	86
Figure IV. 18 : Micrographies MEB de a (A0 (époxy 100 %)), b(A7 (époxy/ feuilles d'olive 6%)), c (A8(époxy/ feuilles d'olive 10%)).	87
Figure IV. 19 : Module de conservation d'époxy et des différents composites époxy /feuilles d'olive.....	88
Figure IV. 20 : Module des pertes d'époxy et des différents composites époxy /feuilles d'olive.	89
Figure IV. 21 : Tangente delta d'époxy et des différents composites époxy /feuilles d'olive.	89
Figure IV. 22 : Spectres FTIR d'époxy et des différents composites époxy/feuilles de palmier dattier traitées et non traitées.	90
Figure IV. 23 : Courbes d'absorption d'eau de l'époxy et des différents composites (a) époxy/ 6% DPLF et (b) époxy/ 10 % DPLF.	91
Figure IV. 24 : Evolution de la résistance à la rupture d'époxy et des différents composites époxy /feuilles de palmier dattier.	92
Figure IV. 25 : Evolution de l'allongement à la rupture de l'époxy et des différents composites époxy /feuilles de palmier dattier.	93
Figure IV. 26 : Micrographies MEB de : (a) époxy 100 % A0, (b) époxy/ DPLF non traitée 6 % A1, (c) époxy/ DPLF non traitée 10 % A2, (d) époxy/ DPLF traitée par NaOH 6 % A3, (e) époxy/ DPLF traitée par NaOH 10 % A4, (f) époxy/ DPLF traitée par Silane 6 % A5, (g) époxy/ DPLF traitée par Silane 10 % A6.....	94
Figure IV. 27 : EDX du composite époxy / 6 % DPLF traitée par NaOH (A3).	95
Figure IV. 28 : EDX du composite époxy / 6 % DPLF traitée au Silane (A5).....	96
Figure IV. 29 : EDX du composite époxy / 10 % DPLF traitée au Silane (A6).....	96
Figure IV. 30 : Thermogrammes ATG de l'époxy et des différents composites époxy/feuilles de palmier dattier.	98
Figure IV. 31 : Thermogrammes DSC de l'époxy et des différents composites époxy/ feuilles de palmier dattier.	99

Figure IV. 32 : Module de conservation de l'époxy et des différents composites époxy / DPLF.	100
Figure IV. 33 : Paramètres dynamiques mécaniques (a) module de conservation, (b) module de perte, (c) tangente delta de l'époxy et des différents composites époxy / 6 % DPLF.	101
Figure IV. 34 : Spectres FTIR des composites hybrides époxy / feuilles de palmier dattier/ fibre de carbone.	102
Figure IV. 35 : Spectres FTIR des composites hybrides époxy / feuilles d'olive / fibre de carbone.	102
Figure IV. 36 : Courbes d'absorption d'eau des composites hybrides époxy / feuilles de palmier dattier/ fibre de carbone.	103
Figure IV. 37 : Courbes d'absorption d'eau des composites hybrides époxy / feuilles d'olive/ fibre de carbone.	104
Figure IV. 38 : Evolution de la résistance à la rupture des composites hybrides époxy /fibre / fibre de carbone.	105
Figure IV. 39 : Evolution de l'allongement à la rupture des composites hybrides époxy /fibre / fibre de carbone.	105
Figure IV. 40 : Micrographies MEB des composites époxy/ fibre hybride : (a) époxy 96%/ DPLF traitée par le silane 3.5 % / carbone nano fibre 0.5 %, (b) époxy 96% / feuilles d'olive 3.5 % / carbone nano fibre 0.5 %.	106
Figure IV. 41 : Thermogrammes ATG des composites époxy /fibre de palmier dattier / fibre de carbone.	107
Figure IV. 42 : Thermogrammes DSC de composites époxy /fibre de palmier dattier / fibre de carbone.	108
Figure IV. 43 : Module de conservation de (a) composites époxy/ DPLF traitée au silane/ carbone nano fibre , (b) composites époxy/ feuilles d'olive/ carbone nano fibre.	110
Figure IV. 44 : Module de perte de (a) composites époxy/ DPLF traitée au silane/ carbone nano fibre , (b) composites époxy/ feuilles d'olive/ carbone nano fibre	111
Figure IV. 45 : Tan Delta (a) composites époxy/ DPLF traitée au silane/ carbone nano fibre , (b) composites époxy/ feuilles d'olive/ carbone nano fibre.	111

Liste des tableaux

Tableau III. 1 : Caractéristiques du polyester insaturé d'après la fiche technique.....	47
Tableau III. 2 : Caractéristiques de la résine époxy d'après la fiche technique.	47
Tableau III. 3 : Constituants chimiques des fibres de feuilles du palmier dattier [79].	48
Tableau III. 4 : Constituants chimiques des fibres de feuilles d'olivier [80].....	49
Tableau III. 5 : Caractéristiques de Carbone nano fibre.....	50
Tableau III. 6 : Caractéristiques de l'hydroxyde de sodium NaOH.....	50
Tableau III. 7 : Les caractéristiques de 3-(triméthoxysilyl) propyl méthacrylate (Silane).....	51
Tableau III. 8 : Caractéristiques de l'acide acétique.....	52
Tableau III. 9 : Caractéristiques du méthanol.	52
Tableau III. 10 : Formulations et proportions des différents composites.....	58
Tableau IV. 1 : Fréquences d'absorption caractéristiques des différents groupements fonctionnels du polyester insaturé.....	68
Tableau IV. 2 : Fréquences d'absorption caractéristiques des différents groupes fonctionnels du feuilles d'olive.	68
Tableau IV. 3 : Résultats des paramètres mécaniques de l'UP et des différents composites UP/feuille d'olivier.	70
Tableau IV. 4 : Masses résiduelles à la température de 450°C et 250 °C des différents composites UP/feuilles d'olive.	71
Tableau IV. 5 : Température maximale des effets endothermiques et exothermiques de différents composites UP/feuilles d'olive.....	73
Tableau IV. 6 : Masses résiduelles à la température de 450°C des différents composites UP/feuilles de palmier dattier.	79
Tableau IV. 7 : La température de décomposition des différents composites UP/feuilles de palmier dattier.	81

Tableau IV. 8 : Fréquences d'absorption caractéristiques des différents groupements fonctionnels d'Époxy.....	84
Tableau IV. 9 : Résultats des paramètres mécaniques d'époxy et des différents composites Epoxy /feuille d'olivier.	86
Tableau IV. 10 : Paramètre dynamique des composites d'époxy et des différents composites époxy /feuilles d'olive à 56 °C.....	88
Tableau IV. 11 : Masses résiduelles à la température de 250 °C et 475 °C des différents composites époxy/feuilles de palmier dattier.....	98
Tableau IV. 12 : Module de conservation des composites époxy/ DPLF traitée au silane/ carbone nano fibre à 60 °C	109
Tableau IV. 13 : Module des pertes des composites époxy/ DPLF traitée au silane/ carbone nano fibre.....	109
Tableau IV. 14 : Module de conservation des composites époxy/ feuilles d'olive/ carbone nano fibre à 60 °C.....	109
Tableau IV. 15 : Module des pertes des composites époxy/ feuilles d'olive / carbone nano fibre.	110

Liste des abréviations

- UP:** Polyester insaturé
- PE:** Polyéthylène
- PP:** Polypropylène
- PDPF:** Fibre pétiole du palmier dattier
- IRTF:** Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
- MEB:** Microscopie électronique à balayage
- ATG:** Analyse thermogravimétrique
- DSC :** Analyse calorimétrique différentielle à balayage
- DMA:** Analyse mécanique dynamique
- MEKP:** Peroxyde de méthyléthylcétone
- DPLF:** Feuilles du palmier dattier
- FO:** Feuilles d'olivier
- Silane:** 3-(triméthoxysilyl) propyl méthacrylate
- CN :** Carbone nano fibre
- ASTM:** American Society for Testing and Materials
- $M_{rés}$:** Masse résiduelle
- T_{max} :** Température maximal
- Endo:** Endothermique
- Exo:** Exothermique
- T_f :** Température finale de décomposition
- E' :** module de conservation
- E'' :** module de perte
- Tan δ :** tangente delta

Introduction générale

Introduction générale

Les polymères sont utilisés dans divers secteurs de la vie quotidienne et sont devenus de plus en plus courants au cours des dernières années en raison de leurs nombreux avantages, notamment le faible coût et la simplicité de leur mise en œuvre.

Les composites dans le présent travail de recherche sont des matériaux qui associent les propriétés de deux ou plusieurs matériaux que le polymère ou les fibres ne peuvent atteindre s'ils sont utilisés séparément. Les matériaux composites sont utilisés dans de nombreuses applications telles que l'industrie automobile, l'aéronautique, l'industrie électrique, l'emballage, l'habillement, le transport, etc. c'est ce qu'on appelle le côté application ou pratique de ces matériaux.

Parmi les types de polymères, on trouve les polymères thermodurcissables [1], tel que le polyester insaturé et la résine époxy. Le polyester insaturé est l'un des polymères les plus utilisés dans l'industrie [2], [3] ; en raison de sa structure chimique, qui en fait de lui un polymère thermodurcissable. Des études ont été menées, par Ahmad et al [4]–[6], sur des composites à base de résine époxy et de polyesters, en recherchant l'influence des nanoparticules de silice (sable) sur les propriétés mécaniques et thermiques du système composite. D'autre part, Alshammari et al [7] ont réalisé une étude sur la fabrication de composites à base de résine époxy et ont étudié les propriétés mécaniques, morphologiques, physiques, et d'absorption d'eau. Ils ont utilisé plusieurs fibres à base de palmier dattier telles que le tronc de palmier, la tige de grappe de fruits et la tige de feuille.

Cependant l'utilisation de composites renforcés par des fibres naturelles suscite un intérêt croissant durant les dernières années en raison de leur légèreté et de leur résistance significatives [8]. Parmi ces fibres naturelles, on trouve les fibres végétales qui sont apparues comme un renfort idéal, qui peuvent être incorporées dans tout type de polymères [9]. Parmi ces fibres végétales, on trouve les feuilles d'olivier et les feuilles de palmier dattier. Ces deux derniers types de fibre sont considérés comme des déchets de la nature ; à titre d'exemple les feuilles de

palmier dattier (DPLF) sont considérées comme un déchet de la nature produite dans le Sud algérien (tel que les oasis de Biskra), tandis que les feuilles d'olivier s'étendent au nord de l'Algérie. Ces feuilles offrent une stabilité particulière, c'est pour cela qu'elles sont associées comme renfort naturel aux matériaux polymères [10].

En effet, l'association des feuilles d'olivier et des feuilles de palmier dattier en tant que fibres naturelles à la structure chimique du polyester insaturé et de résine époxy contribuent d'une part à la stabilité thermique des polymères, et d'autre part à l'amélioration des propriétés mécaniques et dynamiques des composites.

C'est pour cela que cette étude a été réalisée dans le but d'élaborer et de caractériser de nouveaux matériaux composites à base de polyester insaturé et de résine époxy en tant que matrice polymérique renforcée par des feuilles d'olivier et de palmier dattier afin d'améliorer les propriétés de ces polymères et de valoriser les déchets locaux une fois associés à ces polymères. En outre, afin d'améliorer l'adhésion et l'affinité du polyester insaturé et de la résine époxy avec les feuilles de palmier dattier, il était nécessaire de les traiter avec un agent de couplage 3-(triméthoxysilyl) propyle méthacrylate (silane) et avec une solution alcaline d'hydroxyde de sodium (NaOH).

Afin d'atteindre les objectifs du présent travail de recherche, cette thèse a été structurée en quatre chapitres :

Le premier chapitre est destiné à des généralités sur les polymères, il est une sorte de synthèse des connaissances acquises sur les polymères ; définition, classifications, types des polymères et leurs applications.

Le deuxième chapitre est consacré aux matériaux composites ; tel que la composition et la classification des matériaux composites, la modification chimique des fibres naturelles et il est conclu par un état de l'art des connaissances sur les matériaux composites en particulier le polyester insaturé et la résine époxy avec des fibres naturelles.

Le troisième chapitre est subdivisé en trois parties : la première partie est destinée aux matériaux utilisés dans notre étude, la deuxième partie est consacrée à la description de la

méthode d'élaboration des différents composites la troisième partie quant à elle est une description des différentes techniques de caractérisation utilisées dans cette étude.

Le dernier chapitre est consacré à l'analyse et la discussion des résultats obtenus à la base de plusieurs techniques de caractérisations effectuées sur les composites : polyesters insaturés/ feuilles d'olive, polyester insaturé/ feuilles de palmier dattier, époxy/ feuilles d'olive et époxy/ feuilles de palmier dattier.

Enfin, cette thèse s'achève par une conclusion générale qui résume les principaux résultats obtenus dans le cadre de cette étude, en soulignant les perspectives de recherche qui peuvent être réalisées par la candidate elle-même ou par d'autres chercheurs sur des axes ou dimensions du thème de recherche qui n'ont pas été étudiés dans le présent travail de recherche.

Chapitre 1: Généralités sur les polymères

Chapitre 1 : Généralités sur les polymères

1. Introduction

Les polymères en tant que matériaux sont généralement utilisés pour leurs propriétés mécaniques spécifiques et leurs capacités dynamiques dans la vie quotidienne. Dans ce premier chapitre, nous allons exposer les connaissances acquises sur les polymères, leur définition, leurs classifications, leurs différents types et leurs applications.

2. Définition des polymères

Un polymère ou une macromolécule est un composé organique dont la structure en chaîne carbonée est définie par la répétition de son unité de base, c -à- d il est défini par la liaison covalente d'unités répétitives, cette unité est appelée monomère (A) [11], [12] .

Les polymères sont de très grosses molécules contenant des centaines ou des milliers d'atomes, constituées d'un ou deux types de petites molécules (et parfois plus) reliées de manière continue dans une structure en chaîne ou en réseau et sa consistance est obtenue grâce aux effets de deux interactions, les liaisons intramoléculaires fortes sont des liaisons covalentes entre les atomes de la chaîne, et les liaisons entre les chaînes sont fournies par de faibles liaisons de Van der Waals [11], [13] .

3. Différentes classes de polymères

On peut classer les polymères selon un choix de la structure, de la composition de la chaîne polymère, de l'origine.

3.1. Classification selon leur structure (Dimensionnalité)

Les polymères peuvent être classés en trois catégories

3.1.1. Polymères monodimensionnels (linéaires)

D'après M. Fontanille et Y. Gnanou, la séquence de monomères se produit dans une seule direction spatiale (primaire) ou une macromolécule linéaire peut être schématiquement

représentée par un trait continu divisé en intervalles figurant chacun une unité monomère, de tels systèmes correspondent à la polymérisation de monomères bivalents [14]. **Figure I.1.** illustre une représentation schématique de la chaîne d'un polymère monodimensionnel.

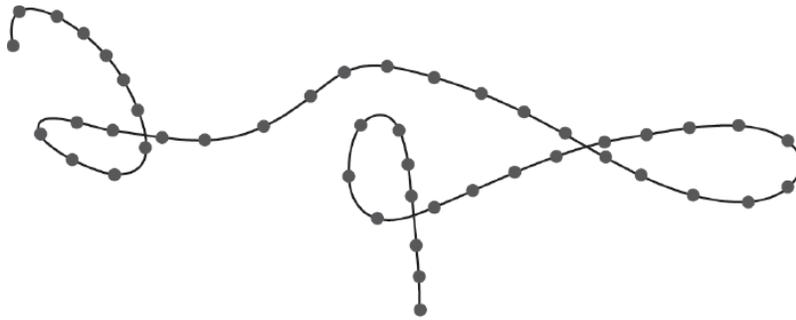


Figure I 1: Représentation de la chaîne d'un polymère monodimensionnel [14]

3.1.2. *Polymères bidimensionnels (ramifiés)*

Selon Chen et al, on peut définir les polymères bidimensionnels comme des monocouches ou des feuillets covalents de polymères, dans lesquelles des unités monomères sont périodiquement liées en deux dimensions [15].

Colson et al, définissent le polymère bidimensionnel comme un réseau de monomères connectés de manière covalente avec des liaisons périodiques dans deux directions orthogonales [16]. **Figure I.2.** illustre une représentation schématique de la chaîne d'un polymère bidimensionnel.

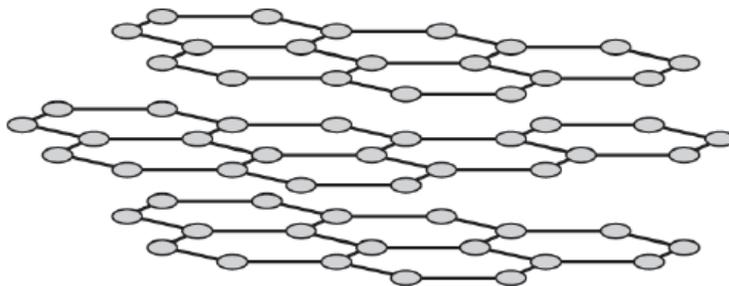


Figure I 2: Représentation de la chaîne d'un polymère bidimensionnel (carbone graphite) [14]

3.1.3. Polymères tridimensionnels (réticulés)

La réticulation est la formation de liaisons chimiques dans différentes directions de l'espace pendant le processus de polymérisation de polymères linéaires pour former un réseau tridimensionnel [17]. **Figure I.3.** illustre une représentation schématique de la chaîne d'un polymère tridimensionnel.

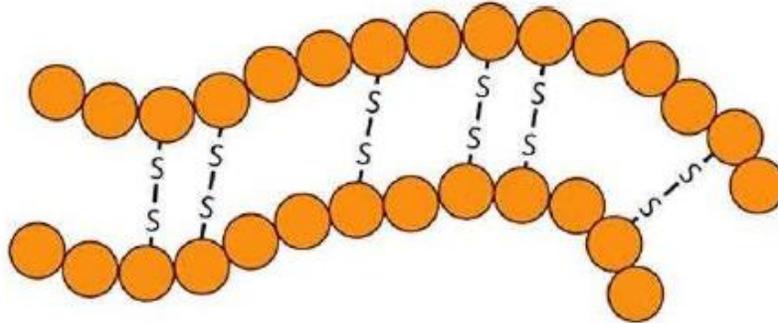


Figure I 3: Représentation de la chaîne d'un polymère tridimensionnel (polymère réticulé avec pont di-sulfure reliant deux chaînes) [14]

3.2. Classification selon la composition de la chaîne polymère

D'après la littérature la nature des motifs répétitifs dans la chaîne polymère permet de classer les polymères en homopolymères et copolymères.

3.2.1. Homopolymères

Les homopolymères sont des polymères avec une seule unité et ces homopolymères sont de longues chaînes formées par la répétition de monomères c.-à-d. A-A-A-A [18].

Exemple: le polyéthylène, le polystyrène, le poly (chlorure de vinyle) ...

Polyéthylène : $-(\text{CH}_2-\text{CH}_2)_n-$

3.2.2. Copolymères

Les copolymères sont des polymères avec plusieurs unités, et ces copolymères sont de longues chaînes formées par la répétition de plusieurs monomères. Les copolymères peuvent être divisés en différentes familles : copolymère alterné, séquencé et copolymère statistique.

Afin de pouvoir décrire la structure en chaîne du copolymère, il est nécessaire de comprendre l'arrangement des deux types de monomères dans la chaîne [13].

Il y a trois types de copolymères : le copolymère alterné, le copolymère aléatoire et le copolymère séquencé.

➤ **Copolymère alterné**

Le copolymère est appelé copolymère alterné, lorsque les motifs se succèdent régulièrement [12]. Dans ce type de copolymères, chaque monomère d'un type est lié à un monomère d'un second type c.-à-d. A-B-A-B-A-B [19].

Exemple de copolymère alterné : [20]

Polymères d'acétate de vinyle et d'anhydride maléique

Polymères de condensation de diamines et de diacides

➤ **Copolymère séquencé**

Le copolymère est appelé copolymère séquencé, lorsqu'une longue séquence de chacun des deux monomères constitutive est rencontrée [12].

Les copolymères séquencés sont des polymères de segments chimiquement distincts liés aux extrémités des chaînes, la disposition de leurs séquences peut varier de structures A-B, contenant seulement deux segments, à des copolymères de séquence A-B-A avec trois segments c.-à-d.

A-A-A-B-B-B-A-A-A-B-B-B [21].

Exemple de copolymère séquencé : [20]

Copolymères diblocs styrène-butadiène

Copolymères triséquencés styrène-butadiène-styrène

➤ Copolymère statistique

Le copolymère est appelé copolymère statistique, lorsque les monomères sont situés de façon aléatoire dans la molécule de polymère [19].

Dans une chaîne aléatoire, si un monomère de type A est placé dans une région riche en A, il portera un monomère de type B et un contact A-B défavorable se produira [22].

Exemple de copolymère statistique : [20]

Caoutchouc -styrène-butadiène

Caoutchouc -styrène-acrylonitrile

3.3. Classification selon l'origine

Les polymères classés selon leur origine :

3.3.1. Les polymères artificiels

Les polymères artificiels sont obtenus en modifiant chimiquement des polymères naturels, afin de modifier certaines de leurs propriétés ; les esters de cellulose (nitrocellulose, acétate de cellulose, etc.) ont une certaine importance économique [14].

3.3.2. Les polymères naturels

Les polymères naturels sont des matériaux que les êtres vivants synthétisent du monde végétal ou animal[23]. Cependant, au sein de cette catégorie, on peut citer la famille des protéines (laine, soie...), la famille des polysaccharides (cellulose, amidon...), le caoutchouc naturel, etc., ils ont une importance non négligeable [14].

3.3.3. Les polymères synthétiques

Les polymères synthétiques sont obtenus par le génie humain lorsque les monomères sont polymérisés [14].

4. Type des polymères

4.1. Polymère thermoplastique

Les polymères thermoplastiques sont constitués de chaînes droites ou ramifiées avec des liaisons covalentes. Par exemple, les chaînes sont maintenues ensemble par des liaisons faibles de type Van der Waals et hydrogène. Les thermoplastiques peuvent se dissoudre dans certains solvants et se ramollir lorsqu'ils sont chauffés, d'où le nom de « thermoplastiques »[17].

Les polymères thermoplastiques représentent une vaste catégorie de matières plastiques [24], par exemple : le polychlorure de vinyle (PVC), le polystyrène (PS)

4.2. Polymère thermodurcissable

Les polymères thermodurcissables sont constitués de chaînes droites qui sont réticulées entre elles. Ces chaînes sont reliées dans l'espace par de liaisons fortes de type covalent. Par conséquent, nous avons un réseau 3D qui est insoluble et infusible [17] .

Les polymères thermodurcissables comportent plusieurs intérêts par rapport aux thermoplastiques en raison de leur température de service plus élevée, de leur meilleure rigidité, de leur résistance à la fracture, d'un faible fluage, de l'absence de relaxation des contraintes et d'une relative facilité de traitement en raison d'une viscosité plus faible [25] .

Les résines thermodurcissables sont largement utilisées dans diverses applications [26].

Exemple : La résine polyester insaturée UP, la résine époxy ...

5. Utilisation des polymères

Les polymères sont utilisés dans tous les secteurs de la vie quotidienne et il n'est plus possible de les négliger. Ils ont perdu leur mauvaise réputation, grâce à l'amélioration de leurs propriétés [14].

Depuis sa découverte, l'utilisation des polymères a révolutionné l'industrie biomédicale, les transports, l'aérospatiale et la microélectronique [26], [27].

En raison de leur variété et de leurs nombreuses propriétés thermiques, mécaniques, électriques, optiques et chimiques, les polymères ont un large domaine d'application. Par conséquent, ils sont largement utilisés dans l'industrie de l'emballage, que ce soit pour les produits alimentaires ou ménagers ou pour le transport [28].

On les utilise aussi dans les domaines de la construction, de la fabrication d'appareils, de l'automobile, de l'électricité, du textile, de l'agriculture et des services de loisirs [29].

Chapitre 2: Matériaux composites

Chapitre 2 : Matériaux composites

1. Introduction

Les matériaux composites combinent les propriétés de deux ou plusieurs matériaux que la matrice ou les fibres ne peuvent atteindre lorsqu'elles sont utilisées séparément. En outre, les composites renforcés par des fibres couvrent un large éventail d'intérêts dans divers domaines. Le deuxième chapitre sera consacré aux matériaux composites et portera sur la composition et la classification des matériaux composites. De plus, il traite de la modification chimique des fibres naturelles. Enfin, dans ce chapitre on expose l'état de l'art sur les matériaux composites.

2. Matériaux composites

Les matériaux composites sont des matériaux naturels ou artificiels composés à partir de deux ou plusieurs matériaux de base possédant des propriétés chimiques ou physiques très différentes, qui restent distincts et séparés dans leur forme finale [30]. Les matériaux composites ont une variété d'applications, telles que : l'industrie automobile, l'industrie maritime, l'ameublement et plusieurs autres applications [31].

Les polymères composites sont composés de polymères ou de polymères combinés à d'autres matériaux [32].

3. Composition des matériaux composites

Les principaux composants des matériaux composites sont la matrice, les renforts et les additifs ou les charges. Le renforcement se présente sous la forme de fibres, de particules ou de filaments, alors que la matrice est un matériau métallique, un matériau polymère ou un matériau céramique [33], [34] .

3.1. Matrice

La matrice a pour rôle de relier les fibres de renforcement, de conférer une résistance chimique à la structure, de donner au matériau final la forme souhaitée et de permettre la distribution des contraintes [35], [36]. Selon l'application du composite, on peut choisir la matrice la plus appropriée [37], où la matrice est de type thermoplastique ou thermodurcissable pour les polymères.

La matrice polymère est le principal composant des matériaux composites à base de fibres, notamment la résine du polyester insaturé (UP), la résine époxy, le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP) [31].

➤ **Matrice thermoplastique**

Les polymères thermoplastiques sont constitués de chaînes ramifiées ou linéaires [38]. Les propriétés mécaniques des polymères thermoplastiques sont plus faibles, citons par exemple le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène et le chlorure de polyvinyle [39].

Ces polymères sont recyclables et facilement recyclés en raison de leur faible coût et de leur capacité à être mis en œuvre plusieurs fois par chauffage et refroidissement continu [40].

➤ **Matrice thermodurcissable**

Les polymères thermodurcissables ont une transformation irréversible, ils sont constitués de chaînes réticulées [38]. Les propriétés mécaniques des polymères thermodurcissables sont élevées, citons par exemple les résines époxy, les résines de polyester insaturé et les résines de condensation [39].

En effet, ces polymères ne peuvent être moulés qu'une seule fois; après la polymérisation par chauffage, ces résines prennent une géométrie qui ne peut être démolie que par application de grandes quantités d'énergie thermique [40].

3.2. Renfort

Le rôle des renforts est de supporter la plupart des efforts mécaniques appliqués au composite, grâce à ses propriétés mécaniques élevées (la résistance mécanique, module d'élasticité...etc.) [39], [41]. Les formes fibreuses peuvent être divisées en deux catégories en fonction de la géométrie de la fibre : les composites en fibre continue et les composites en fibre discontinue [38] .

On appelle composites en fibres continues lorsqu'ils sont renforcés par des fibres longues, alors qu'on dit composites en fibres discontinues lorsqu'ils sont renforcés par des fibres courtes [42].

3.3. Charges

On distingue deux types de charges : les charges non renforçantes sont des éléments qui sont ajoutés aux polymères afin de réduire le coût de la matrice polymère, tandis que les charges renforçantes permettent d'améliorer les caractéristiques mécaniques des polymères [39], [43]. En effet, les conditions d'utilisation de la charge doivent répondre à certaines conditions pour être utilisées , telles que la capacité à être compatible avec la matrice, la mouillabilité, etc. [41] .

3.4. Additifs

L'additif a pour rôle d'améliorer ou changer le caractère rhéologique du polymère dans la machine de fabrication, ou les caractéristiques en usage (caractéristiques physiques) du matériau final [37], [44].

Pour la conception des structures composites, les additifs sont largement utilisés, comme les agents de démoulage ou les colorants [39]. On utilise les additifs en faible proportion et ils se trouvent en général sous forme de Plastifiants, Lubrifiants, Stabilisateurs, Pigments et Colorants.. etc. [40].

4. Classification des matériaux composites

Les matériaux composites sont classés en tenant compte de leur contenu, à savoir le matériau de base et le matériau de remplissage. Le matériau de base est appelé matrice qui fixe le matériau de remplissage dans la structure, alors que le matériau de remplissage se présente sous la forme de particules, de feuilles, de fibres de matériaux naturels ou synthétiques [42]. Comme le montre la Figure II.1, les matériaux composites peuvent être divisés en deux grandes classes en se basant sur leur distribution de composition et sur leur forme [45].

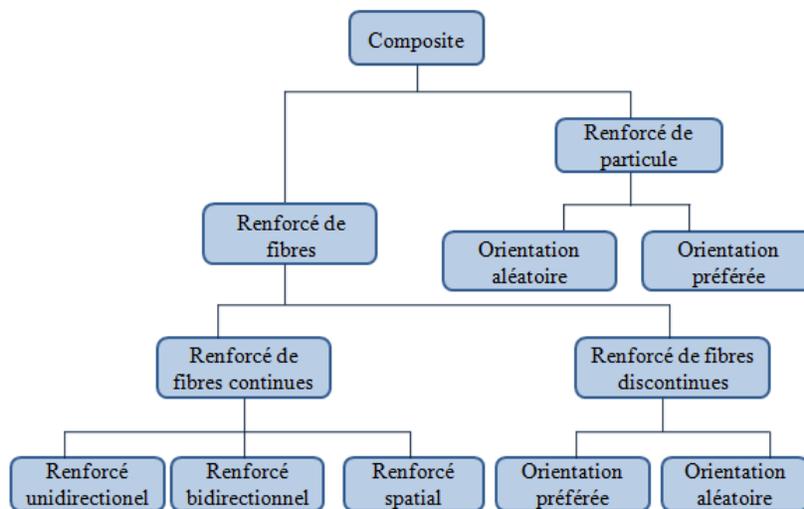


Figure II 1 : Classification des composites [45]

4.1. Composites renforcés par des fibres

Les composites renforcés par des fibres sont constitués d'une matrice où sont incorporées des fibres [46]. Les matériaux composites renforcés par des fibres sont constitués de fibres comme renfort et de polymères comme matrice [47]. En outre, les composites à base de fibres attirent beaucoup d'attention en raison de leur légèreté, de leur grande résistance et de leur stabilité [48]. Il existe des fibres synthétiques, des fibres naturelles et des fibres hybrides.

4.1.1. Fibre synthétique

Les fibres synthétiques sont produites chimiquement et fabriquées par l'homme, il peut s'agir de fibres d'aramide, de carbone, de verre... etc. [49]

Les fibres synthétiques sont très utilisées pour renforcer les plastiques tels que le nylon, l'aramide, le carbone et le verre [50].

4.1.2. Fibre naturelle

Les fibres naturelles sont des fibres non synthétiques et non fabriquées par l'homme [51]. Elles sont obtenues à partir d'animaux ou de plantes [52]. À part le coton, la plupart des fibres végétales sont constituées de cellulose, d'hémicellulose, de lignine, de cires et de certains constituants hydrosolubles où les principaux composants de ces fibres sont la cellulose, l'hémicellulose et la lignine [53].

La recherche universitaire et le secteur industriel s'intéressent de plus en plus à l'utilisation des composites renforcés de fibres naturelles [54], tels que le sisal, le chanvre, le lin, le kenaf et le jute, ainsi que les fibres de palmier dattier et les feuilles d'olivier [55].

4.1.3. Fibre hybride

Pour définir une matrice contenant au moins deux matériaux de renforcement, le terme "composite hybride" est utilisé [56]. Donc, en combinant deux différents types de fibres dans une matrice pour obtenir des composites hybrides [57]–[59].

L'utilisation de composites renforcés par des fibres mixtes permet d'améliorer les caractéristiques thermiques, mécaniques et ceux d'amortissement en comparaison avec les composites renforcés par un seul type de fibre [49].

4.2. Composites renforcés par des particules

Dans un matériau composite, lorsque le renfort se présente sous la forme de particules, on parle de composite à particules [60].

Les particules sont utilisées, d'une part, pour améliorer quelques propriétés du matériau telles que la stabilité thermique et la rigidité, et elles sont utilisées, d'autre part, comme charge

afin de réduire le coût du matériau, c'est-à-dire de rendre le matériau plus économique sans réduire ses propriétés [61].

5. Modification chimique des fibres naturelles

Les traitements chimiques sont utilisés pour modifier les propriétés de surface des fibres. Les traitements chimiques, notamment alcalins, les silanes, l'acétylation, la benzylation et l'acylation... etc. En fait dans cette recherche nous nous intéressons aux traitements alcalins et aux silanes. Tout d'abord, il est nécessaire de connaître les principaux constituants des fibres naturelles : la Cellulose, l'Hémicellulose, la Lignine, (Figure II.2).

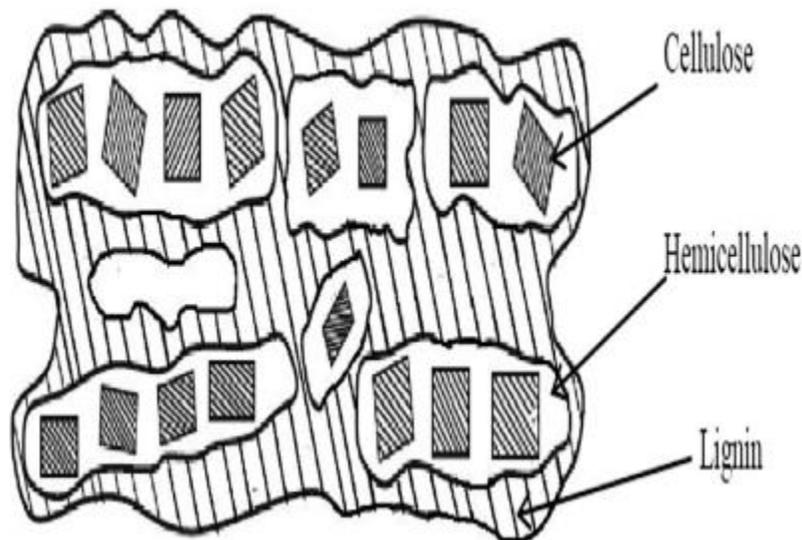


Figure II 2 : Organisations structurales des trois principaux constituants de la paroi cellulaire des fibres [62]

➤ Cellulose

La cellulose est un constituant important de la structure des fibres naturelles et représente le polymère organique le plus abondant de la planète, dont le pourcentage de cellulose est variable d'une fibre à l'autre [63].

La cellulose est un polymère hydrophile de nature glucanique constitué d'une chaîne de motifs d'anhydroglucose liés en 1,4- β et contenant des groupes hydroxyles alcooliques [64], voir (Figure II.3).

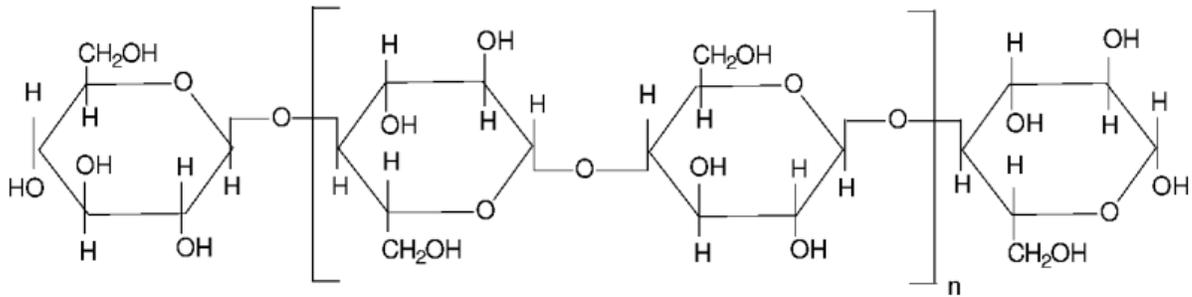


Figure II 3 : Structure de la cellulose [64]

➤ Hémicellulos

L'hémicellulose est un ensemble constitué de plusieurs polysaccharides végétaux, intégré dans les parois cellulaires des plantes, dont le pourcentage varie d'une fibre à l'autre [63]. Les polymères d'hémicellulose sont branchés, ont un poids moléculaire beaucoup plus faible que la cellulose et sont complètement amorphes [47], (Figure II.4).

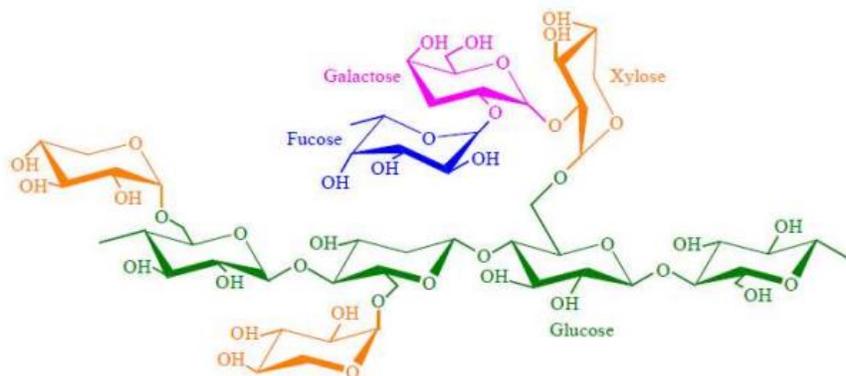


Figure II 4 : Structure d'un type de xyloglucane [65]

➤ Lignine

La lignine est un polymère biochimique qui sert de support de structure aux végétaux [64]. La lignine est un polymère structuré aromatique et de nature amorphe, très complexe formée de motifs de phénylpropane [47], [66], (Figure II.5) .

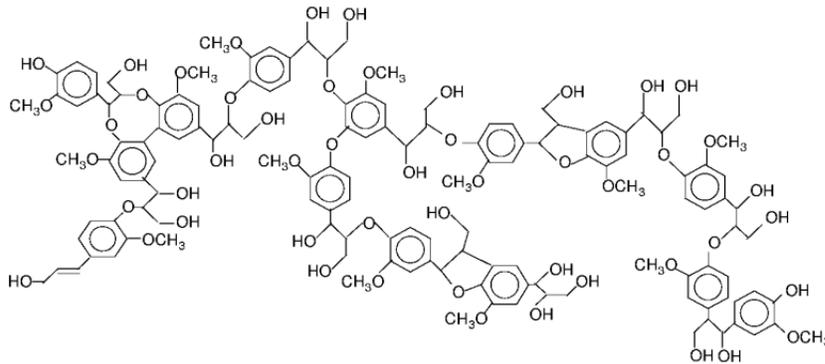


Figure II 5 : Structure de la lignine [64]

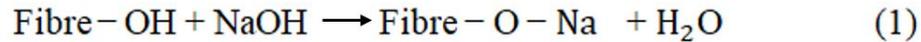
5.1. Traitement alcalin

Le traitement alcalin constitue un des principaux traitements chimiques des fibres naturelles et la modification la plus importante de ce traitement est la rupture des liaisons hydrogène dans la structure du réseau, laquelle augmente la surface rugueuse [67].

Les fibres naturelles subissent un traitement alcalin par l'ajout d'hydroxyde de sodium (NaOH) qui élimine une partie de la lignine, de la cire et de l'huile recouvrant la surface extérieure des parois cellulaires des fibres, ce qui dépolymérise la cellulose et expose les cristallites de petite taille [64].

En outre, au cours du traitement alcalin certaines matières cimentaires telles que les composés hémicellulosiques et la lignine sont éliminées, ce qui a une influence sur la composition chimique des fibres végétales, l'orientation moléculaire des cristallites de cellulose et le degré de polymérisation [68], [69] .

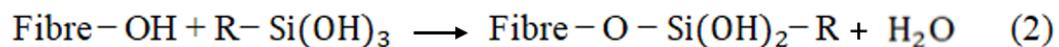
La réaction est donnée comme suit [70] :



5.2. Traitement silane

Le silane est un composé chimique dont la formule chimique est SiH_4 . Les silanes sont utilisés comme agents de couplage pour stabiliser le composite en faisant adhérer les fibres à la matrice polymère, et ils permettent de diminuer le nombre de groupes hydroxyles de la cellulose à l'interface entre la fibre et la matrice [47], [67].

La présence d'humidité entraîne la formation de silanols à partir des groupes alcoxy hydrolysables, qui réagissent alors avec les groupes hydroxyles des fibres pour former des liaisons covalentes stables avec la paroi cellulaire [53]. Ainsi, les chaînes hydrocarbonées (R) apportées par l'application du silane limitent le gonflement des fibres en diffusant dans la matrice pour former un réseau enchevêtré [71]. Le schéma de réaction est donné comme suit [70] :



En outre, le traitement au silane augmente la résistance à la traction du composite, minimise l'effet de l'humidité sur les propriétés du composite et augmente l'adhérence, augmentant ainsi la résistance du composite [70], [72].

6. Travaux antérieurs (état de l'art)

Les polymères thermodurcissables sont un choix très populaire pour être utilisés comme matériau de matrice en raison de leurs excellentes qualités. Ces dernières années, de nombreuses recherches ont été menées sur les composites à base de polymères thermodurcissables, renforcés par des fibres.

Negawo et al (2019). [73] ont réalisé des recherches sur les composites à base de polyester insaturé, afin de rechercher l'influence des fibres de tiges d'ensete traitées aux alcalins sur les

propriétés mécaniques et dynamiques des composites. Selon les résultats de leurs études, les analyses mécaniques telles que la traction et la flexion indiquent que ces propriétés ont été améliorées par le traitement alcalin. Pour l'analyse dynamique, le module de stockage et le module de perte étaient les plus élevés pour les composites à base de fibres d'ensete/UP traités à l'alcali par rapport aux composites non traités.

Zhang et al (2018). [74] ont effectué des recherches sur les composites à base de résine Epoxy, afin de rechercher ou d'étudier l'influence des fibres de bambou sur les propriétés mécaniques et thermiques des composites. Les fibres de bambou ont été traitées avec des solutions alcalines de NaOH à 2%, 6% et 10% en poids, respectivement, afin de trouver la concentration appropriée de solution alcaline de NaOH pour traiter les fibres de bambou. D'après les résultats de leurs recherches, ils ont constaté que la concentration appropriée de la solution alcaline de NaOH est de 6% en poids. En outre, les résultats de leurs études indiquent qu'après traitement avec 6 % en poids de NaOH, les fibres de bambou ont montré une forte liaison avec la matrice époxy, ce qui permet d'améliorer les propriétés mécaniques des composites. En plus, les fibres de bambou traitées avec la solution de NaOH à 6 % en poids avaient une meilleure stabilité thermique par rapport aux fibres non traitées.

Meftah et al (2020). [75] ont étudié l'influence du traitement alcalin et du sable de dune sur les propriétés de polyester insaturé renforcé par la fibre de palmier dattier DPLF en formant des systèmes composites hybrides. Les résultats de leurs études indiquent que le test d'absorption d'eau a indiqué que le caractère hydrophile de la charge après traitement à l'hydroxyde de sodium (NaOH) est diminué. L'analyse thermogravimétrique (TGA) a montré que la température de dégradation et la stabilité thermique des composites de la fibre de palmier dattier (DPLF) traité ont été meilleures que celles des composites avec DPLF non traités. Donc, l'étude a montré que les propriétés physiques de polyester insaturé ont été améliorées de manière appréciable.

Chelali et al (2021). [76] ont étudié l'influence de la fibre de palmier dattier DPLF et de la fibre d'écorce d'orange (OPF) sur les conditions de durcissement de l'UP, afin d'améliorer les propriétés mécaniques ainsi que de mesurer l'impact des fibres sur le caractère hydrophobe de la résine polyester insaturée (UP). Les résultats de leurs études indiquent que l'analyse

mécanique ainsi que l'analyse morphologique permettent au composite UP d'être hybridé avec fibre de palmier dattier / écorce d'orange, afin d'améliorer les propriétés mécaniques.

Merzoug et al (2020). [77] ont étudié l'effet du traitement alcalin qui peut améliorer la morphologie de la surface de la fibre petiole du palmier dattier (PDPF), puis suivre l'évolution des effets de l'hybridation de la fibre de glass et du PDPF sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites à base de résine vinylester. Les résultats de leurs études indiquent que le traitement à l'hydroxyde de sodium (NaOH) a permis d'éliminer les impuretés, ce qui donne une surface de fibre rugueuse et une amélioration de l'interface matrice/fibre. Ainsi que les résultats de l'analyse mécanique ont montré que les composites à 30% en poids de la fibre petiole de palmier dattier avaient des propriétés de flexion supérieures à celles de la plupart des autres composites. En effet, les propriétés mécaniques ont été améliorées par l'hybridation de fibres de verre.

Rajeshkumar et al (2020). [78] ont étudié l'influence du traitement alcalin sur les propriétés mécaniques et le comportement morphologique des composites époxy renforcés par la fibre Phoenix. Les résultats de leurs études indiquent que le traitement alcalin donne une forte liaison avec la matrice époxy. En outre, les propriétés mécaniques et dynamiques ont été améliorées par rapport à celles des composites incorporant des fibres Phoenix non traitées.

Chapitre 3 : Techniques expérimentales d'élaboration et de caractérisation des composites

Chapitre 3 : Techniques expérimentales d'élaboration et de caractérisation des composites

1. Introduction

Ce chapitre est divisé en trois parties, la première partie est consacrée à la description des matériaux utilisés dans notre étude notamment la résine polyester insaturée, la résine époxy, les feuilles de palmier dattier et d'olivier ainsi que les nano fibres de carbone. La deuxième partie quant à elle est destinée à la méthode d'élaboration des différents composites. Enfin, la troisième partie traite les différentes techniques de caractérisation.

2. Matériaux utilisés

Dans notre étude, nous avons utilisé deux types de polymères comme matrices dans le composite : une résine de polyester insaturé et une résine époxy, et comme renfort : des feuilles de palmier dattier, des feuilles d'olivier et le carbone nano fibres.

2.1. Polyester insaturé

Parmi les polymères utilisés dans notre étude, nous avons le polyester orthophtalique insaturé stratification (UP), sous forme liquide visqueux et de couleur bleue opaque, accélérée et de moyenne réactivité, nommée « LORNESTER H511 TA ». On l'utilise avec le peroxyde de méthyléthylcétone (MEKP) comme un catalyseur. Produits délivrés par la société « LORN », une société algérienne de produits chimiques. D'après la fiche technique fournie, les caractéristiques du polyester insaturé sont résumées dans le tableau III.1.

Tableau III. 1 : Caractéristiques du polyester insaturé d'après la fiche technique.

Forme	liquide visqueux
Densité	1.09
Couleur	bleue opaque
Réactivité	moyenne réactivité
Accélération	accélérée
Catégorie	Résine orthophtalique
Méthode d'application	Application manuelle/ Moulage au contact
Température de fusion	120 °C
Temps de durcissement	24 heures
Résistance mécanique	Bonnes résistance

2.2. Epoxy

Parmi les polymères utilisés dans notre étude, on trouve la résine époxy sous forme liquide visqueux, de couleur transparente. On l'utilise avec un durcisseur spécifique. Produits délivrés par la société « LORN », une société algérienne de produits chimiques. La fiche technique de ses caractéristiques est donnée dans le tableau III.2.

Tableau III. 2 : Caractéristiques de la résine époxy d'après la fiche technique.

Forme	Liquide visqueux
Densité	1.11
Couleur	Transparent
Adhérence	Très haute adhérence
Méthode d'application	Application manuelle/ Moulage au contact
Température de fusion	120 °C
Temps de durcissement	24 heures
Résistance mécanique et chimique	Bonnes résistances

2.3. Feuilles de palmier dattier

Dans notre étude, les feuilles de palmier dattier ont été collectées à partir des ressources agricoles de la région de Biskra (Tolga) en Algérie. Les feuilles du palmier dattier sont des déchets naturels (Figure III.1). La figure représente un palmier dattier. Les constituants chimiques des fibres de feuilles du palmier dattier (DPLF) sont présentés dans le tableau III.3.

Tableau III. 3 : Constituants chimiques des fibres de feuilles du palmier dattier [79].

Constituants	Valeur
Cellulose	40.21 %
Hemicellulose	12.8 %
Lignine	32.2 %
Cendres	10.54 %
Extractive	4.25 %



Figure III. 1: Palmier dattier. (Source : Auteur)

2.4. Feuilles d'olivier

Dans cette étude, les feuilles d'olivier sont des déchets naturels (Figure III.2). Elles ont été collectées à partir des ressources agricoles de la région de Biskra en Algérie. Les constituants chimiques des feuilles d'olivier (FO) sont présentés dans le tableau III.4.

Tableau III. 4 : Constituants chimiques des fibres de feuilles d'olivier [80].

Constituants	Valeur
Cellulose	11.28 %
Hemicellulose	14.73 %
Lignine	16.33 %
Autres	57.66 %



Figure III. 2: Les feuilles d'olivier. (Source : Auteur)

2.5. Carbone nano fibre

Parmi les fibres utilisées dans notre étude, le carbone nano fibre fournies par la société "SIGMA ALDRICH" (Figure III.3), ses caractéristiques sont résumées dans le tableau III.5.



Figure III. 3: Carbone nano fibre. (Source : Auteur)

Tableau III. 5 : Caractéristiques de Carbone nano fibre.

La formule	C
La masse moléculaire	12.01 g/mol
La Forme	Poudre
La couleur	Noire
La densité	1.9
La pureté	≥ 98 % base de carbone
La forme structurelle	graphitisée, plaquettes (coniques) 0,12 cm ³ /g volume moyen des pores, D x L (100 nm x 20-200 μm)

2.6. Hydroxyde de sodium

L'hydroxyde de sodium utilisé a été obtenu par la société « Biochem Chemopharma », selon sa fiche technique, ses caractéristiques sont résumées dans le tableau III.6.

Tableau III. 6 : Caractéristiques de l'hydroxyde de sodium NaOH.

La forme	Granulés
La masse moléculaire	40 g/mol
La pureté	99 %
La formule chimique	NaOH

2.7. 3-(triméthoxysilyl) propyl méthacrylate

Le 3-(triméthoxysilyl) propyle méthacrylate est un composé chimique utilisé comme agent de couplage, connu sous le nom de silane. Le 3-(triméthoxysilyl) propyle méthacrylate utilisé dans notre étude a été fourni par la société "SIGMA ALDRICH", sa formule chimique est représentée dans Figure III.4, et ses caractéristiques sont résumées dans le tableau III.7.

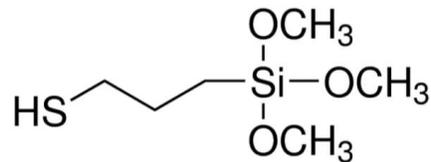


Figure III. 4: La forme chimique de 3-(triméthoxysilyl) propyle méthacrylate (Silane)

Tableau III. 7 : Les caractéristiques de 3-(triméthoxysilyl) propyle méthacrylate (Silane)

La formule chimique	C ₆ H ₁₆ O ₃ SSi
La forme	Liquide
La couleur	Incolore
La pureté	95 %
La masse moléculaire	196.34 g/mol
La densité	1.057
Stockage	2 - 8 °C
La température d'ébullition	213-215 °C
La température de fusion	96 °C - récipient fermé

2.8. Acide acétique

L'acide acétique utilisé a été obtenu par la société de « VWR CHEMICALS », ses caractéristiques sont résumées dans le tableau III.8.

Tableau III. 8 : Caractéristiques de l'acide acétique.

La formule chimique	CH ₃ COOH
La masse moléculaire	60.052 g/mol
La pureté	100 %
Forme	Liquide incolore

2.9. Méthanol

Le méthanol utilisé dans notre étude a été obtenu par la société de « VWR CHEMICALS », ses caractéristiques sont résumées dans le tableau III.9.

Tableau III. 9 : Caractéristiques du méthanol.

La formule chimique	CH ₃ OH
La masse moléculaire	32.04 g/mol
La pureté	99.9 %
Forme	Liquide incolore
Odeur	Odeur caractéristique

3. Techniques expérimentales d'élaboration des composites

Notre étude nécessite l'élaboration de composites polyester insaturé/fibre et époxy/fibre. Avant cela, nous devons préparer nos fibres puis effectuer des modifications chimiques sur celles du palmier dattier.

N. B. Les nanofibres de carbone ne nécessitent pas de préparation, des fibres synthétiques.

3.1. Préparation des fibres de palmier dattier

Les feuilles de palmier dattier ont été lavées avec du savon liquide et de l'eau du robinet, puis séchées à l'air libre pendant 48 heures et pendant 6 heures dans l'étuve à 80 °C. Ensuite, elles ont été lavées avec de l'eau distillée et séchées pendant 48 heures à l'air libre et pendant 6 heures dans une étuve à 80 °C (Figure III.5). Après séchage, elles ont été broyées à l'aide d'un moulin manuel et tamisées pour obtenir une poudre fine de fibre de palmier dattier DPLF.

NB : une quantité de feuilles de palmier dattier n'a pas été broyée, qui sera utilisée pour la modification chimique.



Figure III. 5 : Préparation des fibres de palmier dattier. (Source : Auteur)

3.2. Préparation des fibres de feuilles d'olivier

Les feuilles d'olivier ont été lavées avec de l'eau distillée et séchées pendant une semaine dans une étuve à 80°C. Après séchage, elles ont été broyées à l'aide d'un moulin manuel et tamisées pour obtenir une poudre fine (Figure III.6).



Figure III. 6 : Préparation des fibres de feuilles d'olivier. (Source : Auteur)

3.3. Modification chimique des fibres de palmier dattier

Les feuilles de palmier dattier ont été modifiées par deux méthodes : traitement à l'hydroxyde de sodium (alcalin) et le traitement au 3-(triméthoxysilyl) propyle méthacrylate (silane).

3.3.1. Modification chimique des feuilles de palmier dattier par l'hydroxyde de sodium NaOH

Les feuilles de palmier dattier ont été immergées dans une solution alcaline de NaOH à 6% à 30°C pendant 24 heures. Ensuite, elles ont été lavées plusieurs fois avec de l'eau distillée. Ces feuilles ont ensuite été neutralisées avec de l'acide acétique dilué et lavées à l'eau distillée jusqu'à ce que le pH de neutralisation soit de 7 neutre. Puis, les feuilles de palmier dattier ont été séchées à l'air libre pendant 48 heures et placées dans une étuve pendant 6 heures à 80 °C. Enfin, les feuilles de palmier dattier traitées ont été broyées et tamisées pour obtenir une poudre fine (Figure III.7), qui représente la préparation de fibres de palmier dattier DPLF traitées avec une solution de NaOH de 6%.



Figure III. 7: Préparation des fibres de palmier dattier DPLF traitées avec une solution de NaOH de 6%. (Source : Auteur)

3.3.2. Modification chimique des feuilles de palmier dattier par l'agent de couplage : le 3-(triméthoxysilyl) propyle méthacrylate (silane)

Pour réaliser la modification chimique du palmier dattier par le silane de concentration de 1 % on a suivi la procédure suivante :

On dissout au cristalliseur, 10 ml de méthacrylate de 3-(triméthoxysilyl) propyle méthacrylate (MPS) dans un mélange de 900 ml de méthanol et 100 ml d'eau distillée. Ensuite, de l'acide acétique concentré est ajouté jusqu'à ce que le pH soit de 4 sous agitation pendant 15 minutes et à une température de 30°C. Les feuilles de palmiers dattiers ont été immergées dans cette solution pendant 3 heures à une température de 40°C. Ensuite, elles ont été filtrées et séchées à l'air libre pendant 24 heures et placées dans une étuve pendant 24 heures à une température de 80°C. Enfin, les feuilles de palmier dattier traitées au silane ont été broyées et tamisées pour obtenir une poudre fine (Figure III.8), qui représente la préparation de fibres de palmier dattier DPLF traitées au silane 1% .



Figure III. 8 : Préparation de fibres de palmier dattier DPLF traitées au silane 1%. (Source : Auteur)

3.4. Élaboration des composites polyesters insaturés / fibres et époxy / fibres

La résine polyester insaturée et la résine époxy ont été renforcées par des fibres traitées et non traitées. La fabrication des composites consiste en la technique de stratification manuelle dans un moule en acier inoxydable aux dimensions de 160 mm × 160 mm × 2 mm. Ces composites ont été élaborés au sein du laboratoire de recherche de chimie appliquée (LCA) à l'Université de Biskra.

➤ Composites polyester insaturé/ fibres

La quantité de résine du polyester insaturé requise a été versée dans un bécher en verre, puis les poids de la fibre DPLF ou de la fibre des feuilles d'olivier requis ont été ajoutés de sorte que l'UP soit à 90% et 94% en poids, le mélange doit être bien agité pendant 30 minutes. Ensuite, on ajoute 1% de peroxyde de méthyléthylcétone (MEKP) et le mélange est bien agité pendant 30 minutes avant de le verser dans le moule (Figure III.9), représente un schéma de la préparation d'un composite polyester insaturé/fibre.

N. B. La silicone a été utilisée comme agent de démoulage dans le moule pour faciliter le retrait des composites.

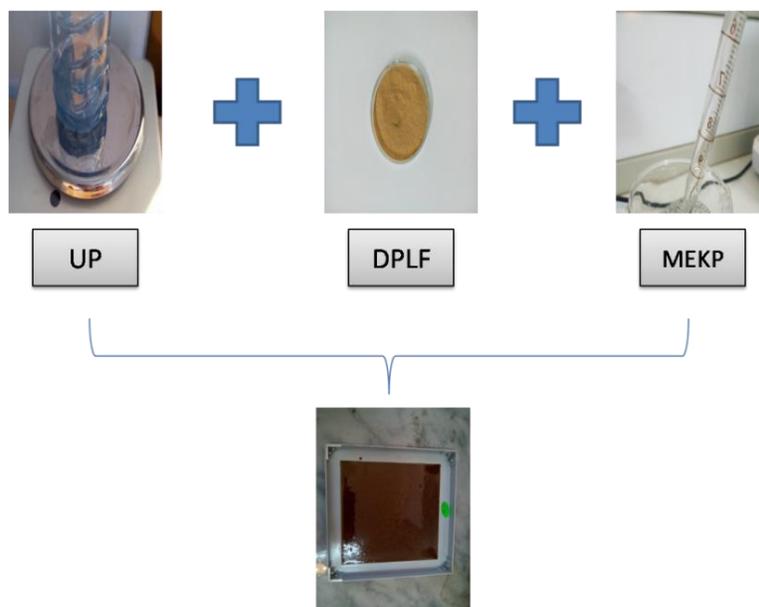


Figure III. 9 : Schéma représentatif de la préparation d'un composite polyester insaturé/fibre.

➤ **Composites époxy/ fibres**

Pour l'élaboration de composites à base de résine époxy, la quantité requise est versée dans un bécher, puis les quantités requises de DPLF ou de fibre des feuilles d'olivier ou des nanofibres de carbone sont ajoutées de sorte que l'époxy soit à 90% et 94% en poids, le mélange bien agité pendant 30 minutes. Ensuite, pour 100g de résine époxy 41g de durcisseur est utilisé, la quantité de durcisseur ajoutée au mélange est bien agitée pendant 5 minutes avant de le verser dans le moule. (Figure III.10), représente un schéma de la préparation d'un composite époxy/fibre.

NB : On utilise la silicone dans le moule pour faciliter le démoulage des composites .

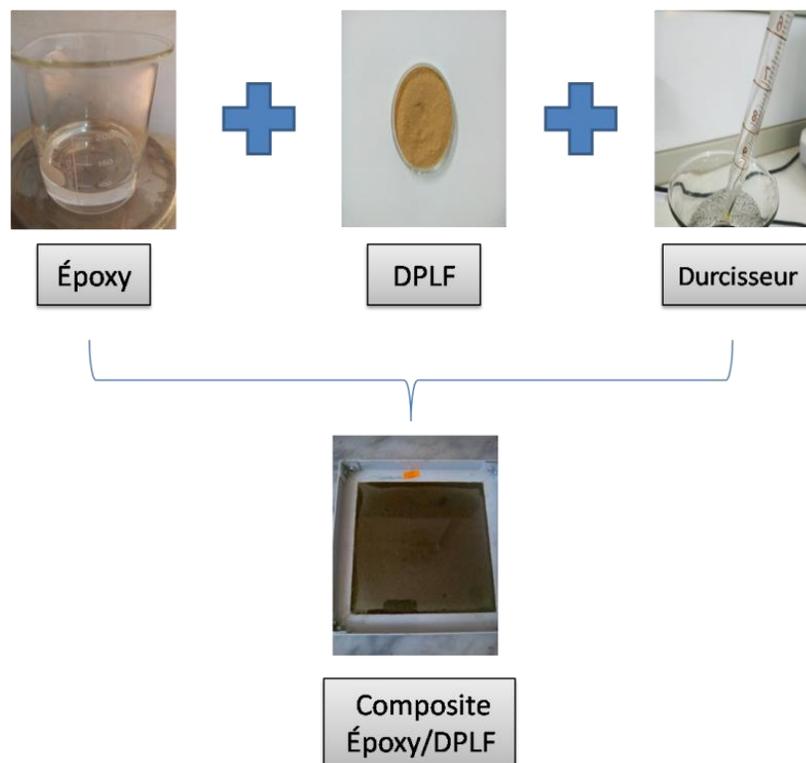


Figure III. 10 : Schéma représentatif de la préparation d'un composite époxy/fibre. (Source : Auteur)

Les différentes formulations et proportions de résine UP et de résine époxy, de fibres sont présentées dans le tableau III.10.

Tableau III. 10 : Formulations et proportions des différents composites.

Composites	Composants de composites polyester insaturé / fibres					
	UP	DPLF non traitée	DPLF traitée NaOH	DPLF traitée Silane	Feuilles d'olivier (FO)	MEKP
B0	100% (51.2g)	-	-	-	-	1%(0.51g)
B1	90% (50.23g)	-	-	-	10%(5.58g)	1%(0.56g)
B2	94% (52.46g)	-	-	-	6% (3.35g)	1%(0.56g)
B3	90% (50.23g)	10%(5.58g)	-	-	-	1%(0.56g)
B4	94% (52.46g)	6%(3.35g)	-	-	-	1%(0.56g)
B5	90% (50.23g)	-	10%(5.58g)	-	-	1%(0.56g)
B6	94% (52.46g)	-	6% (3.35g)	-	-	1%(0.56g)
B7	94% (52.46g)	-	-	6% (3.35g)	-	1%(0.56g)

Composites	Composants de composites Epoxy / fibres					
	Epoxy	DPLF non traitée	DPLF traitée NaOH	DPLF traitée Silane	Feuilles d'olivier (FO)	Durcisseur
A0	100%(56.83g)	-	-	-	-	23.30g
A1	94% (53.42g)	6% (3.41g)	-	-	-	21.90g
A2	90% (51.15g)	10%(5.68g)	-	-	-	20.97g
A3	94% (53.42g)	-	6 % (3.41g)	-	-	21.90g
A4	90% (51.15g)	-	10%(5.68g)	-	-	20.97g
A5	94% (53.42g)	-	-	6% (3.41g)	-	21.90g
A6	90% (51.15g)	-	-	10%(5.68g)	-	20.97g
A7	94% (53.42g)	-	-	-	6% (3.41g)	21.90g
A8	90% (51.15g)	-	-	-	10%(5.68g)	20.97g

Composites	Composants de composites Hybride Epoxy/ fibre				
	Epoxy	DPLF traitée Silane	Feuilles d'olivier (FO)	Carbone nano fibre (CN)	Durcisseur
C1	96% (54.56g)	3.5% (1.98g)	-	0.5% (0.28g)	22.37g
C2	96% (54.56g)	-	3.5% (1.98g)	0.5% (0.28g)	22.37g
C3	96% (54.56g)	3% (1.70g)	-	1% (0.57g)	22.37g
C4	96% (54.56g)	-	3% (1.70g)	1% (0.57g)	22.37g
C5	96% (54.56g)	2% (1.14g)	-	2% (1.14g)	22.37g
C6	96% (54.56g)	-	2% (1.14g)	2% (1.14g)	22.37g

4. Techniques de caractérisation des composites

Afin de mettre en évidence les propriétés des matériaux composites développés et leurs performances, plusieurs tests ont été réalisés pour leur caractérisation, à savoir :

- Analyse spectroscopique infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)
- Propriétés mécaniques : Test de traction, dureté Shore
- Propriétés morphologiques : Microscopie électronique à balayage (MEB)
- Propriétés thermiques : Analyse thermogravimétrique (ATG) et analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC)
- Propriétés physiques : Test d'absorption d'eau
- Propriétés dynamiques : Analyse mécanique dynamique (DMA)

4.1. Spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une technique pour analyser les propriétés structurales et chimiques des matériaux organiques et inorganiques, car les fréquences des modes vibrationnels de ces matériaux sont actives dans le domaine de l'infrarouge [81].

La spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier permet de déterminer les fonctions chimiques présentes dans le matériau à analyser en détectant les vibrations caractéristiques des liaisons chimiques de ce matériau.

Les analyses spectroscopiques infrarouges des divers échantillons ont été effectuées à l'aide d'un spectromètre Agilent Cary 630 FTIR (Figure III.11) qui est installé dans le laboratoire des plateformes technologiques d'analyses physico-chimiques CRAPC Biskra.



Figure III. 11 : Spectromètre Agilent Cary 630 FTIR. (Source : Auteur)

4.2. Tests mécaniques

Les tests mécaniques réalisés dans notre étude sont les suivants : test de traction et de dureté Shore A.

4.2.1. Test de traction

Les essais de traction sont des méthodes expérimentales utilisées pour la détermination du comportement mécanique des matériaux. Dans notre étude, des essais de traction des composites ont été réalisés ; résistance à la rupture et allongement à la rupture. Ces essais de traction ont été réalisés selon la norme ASTM D 638 en utilisant une machine de traction de type Zwick/Roell Z050 qui se trouve au niveau du laboratoire de " l'ENICAB" à Biskra, (Figure III.12).



Figure III. 12 : Machine de traction de type Zwick/Roell Z050. (Source : Auteur)

4.2.2. Test de dureté Shore A

Le test de dureté Shore A a été réalisé à l'aide d'un duromètre Shore de type Zwick/Roell au laboratoire de "l'ENICAB" à Biskra. Il mesure la résistance d'un matériau à la pénétration de la tête de l'appareil de mesure de la dureté Shore. La valeur est affichée directement sur le duromètre après la pénétration de la tête de l'appareil sur les plaques des composites, 5 mesures sont effectuées et la moyenne est calculée pour obtenir la valeur de dureté la plus précise (Figure III.13).



Figure III. 13 : Duromètre Shore A de type Zwick/Roell. (Source : Auteur)

4.3. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage est une technique qui se base sur le principe des interactions entre les électrons et la matière par un bombardement électronique, qui permet de visualiser la structure du matériau et de produire des images à haute résolution de la surface de ce dernier. Les micrographies de nos composites ont été prises par un microscope électronique à balayage (MEB/EDX) de type TESCAN VEGA3 au laboratoire de LPCMA de l'Université de Biskra, (Figure III.14).

NB : avant de réaliser l'analyse MEB, il est nécessaire de métalliser nos échantillons avec de l'argent en utilisant un métalliseur de type Cressington Sputter Coater 108 auto (Figure III.15).



Figure III. 14 : Microscope électronique à balayage (MEB/EDX) de type TESCAN VEGA3.



Figure III. 15 : Métalliseur de type Cressington Sputter Coater 108 auto. (Source : Auteur)

4.4. Analyse thermogravimétrique (ATG)/ analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une technique qui mesure le changement de masse d'un échantillon lorsqu'il est soumis à une température et à un temps programmé. Tandis que la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est une technique qui mesure le changement du flux thermique reçu ou émis par un échantillon lorsqu'il est soumis à un programme contrôlé de température et d'atmosphère. Les thermogrammes de nos composites ont été enregistrés avec un analyseur thermogravimétrique couplé (ATG/DSC) de SETARAM Instrumentation LABSYS evo de la température ambiante à 500 °C sous une atmosphère d'Ar, et à une vitesse de chauffe de 10 °C/min, au niveau du laboratoire de physique photonique et nanomatériaux multifonctionnels (LPPNM) de l'Université de Biskra, (Figure III.16).



Figure III. 16 : Analyseur thermogravimétrique couplé (ATG/DSC) de SETARAM Instrumentation LABSYS evo. (Source : Auteur)

4.5. Test d'absorption d'eau

Le test d'absorption d'eau de nos échantillons est réalisé au niveau du laboratoire de chimie appliquée (LCA) Université de Biskra. Nous découpons des morceaux carrés de nos échantillons de 15 mm et nous les mettons dans l'étuve pendant 2 heures à 50 °C. Ensuite nous les pesons (m_0) avec une balance analytique de précision. Ensuite, nous les immergeons dans des béchers contenant de l'eau distillée, nous prélevons la masse toutes les 48 heures, nous les séchons avec

du papier absorbant et nous les pesons à nouveau (m_t), (Figure III.17). le pourcentage d'absorption d'eau a été déterminé par l'équation suivante (3) [82].

$$\text{Gain de poids \%} = \frac{\text{Poids humide } (m_t) - \text{Poids sec initial } (m_0)}{\text{Poids sec initial } (m_0)} \times 100 \quad (3)$$



Figure III. 17 : Test d'absorption d'eau. (Source : Auteur)

4.6. Analyse mécanique dynamique (DMA)

L'analyse mécanique dynamique est une méthode thermique de caractérisation mécanique et dynamique des matériaux, notamment des polymères. Elle permet d'étudier les effets de la température sur la déformation mécanique appliquée au polymère.

L'étude dynamique par la technique DMA a été effectuée pour nos composites en utilisant un appareil DMA de type TA, DMA Q800 au laboratoire de chimie appliquée LCA de l'Université de Biskra (Figure III.18). Cette analyse a été réalisée dans les conditions suivantes : de la température ambiante à 120°C, avec une vitesse de chauffe de 5 °C/min. Nos composites ont été coupés pour effectuer l'analyse mécanique dynamique (Figure III.19).

N. B. Avant de lancer l'analyse de nos échantillons, des calibrations de l'instrument DMA ont été effectuées ; calibration dynamique, électronique, de position et de clamp.



Figure III. 18 : Instrument d'analyse mécanique dynamique DMA type TA, Q800. (Source : Auteur)



Figure III. 19 : Echantillon pour l'analyse mécanique dynamique. (Source : Auteur)

Chapitre 4: Résultats et discussions

Chapitre 4: Résultats et discussions

Introduction

Ce chapitre s'intéresse à l'exposition et la discussion des résultats de notre recherche en suivant une logique de structuration basée sur les différents composites étudiés à savoir : le polyester insaturé/ fibres naturelles (feuilles d'olive et feuilles de palmier), l'époxy / fibres naturelles (feuilles d'olive et feuilles de palmier) et les composites hybrides : époxy/ DPLF/fibre de carbone et époxy/ feuilles d'olive/ fibre de carbone.

1. Composites polyesters insaturés / Fibres naturelles

1.1. Composites polyesters insaturés/ Feuilles d'olive

Étant donné que les feuilles d'olive sont classées comme des fibres à caractère naturel et jouissent d'une certaine stabilité aux diverses conditions (climatiques), il était logique de les utiliser sous forme de poudre fine après séchage et broyage, comme additif à la résine polyester. Une série d'analyse a été menée, entre autres, l'analyse spectroscopique, l'absorption d'eau, les propriétés mécaniques, et les techniques d'analyse thermique ATG et DSC.

1.1.1. Spectroscopie infrarouge FTIR des composites UP/ feuilles d'olive

Dans un contexte de confirmation de la structure des constituants du composite, une étude structurale par infrarouge a été faite. Cette étude a montré que les fréquences d'absorption pour les feuilles d'olive sont contenues dans le spectre des composites UP/feuilles d'olive 6 % (Figure IV.1). On observe les fréquences d'absorption caractéristiques des différents groupements fonctionnels tels qu'OH hydroxyle, C=O carbonyle, C=C alcène et un composé aromatique, sont regroupées dans les Tableaux IV.1, IV.2.

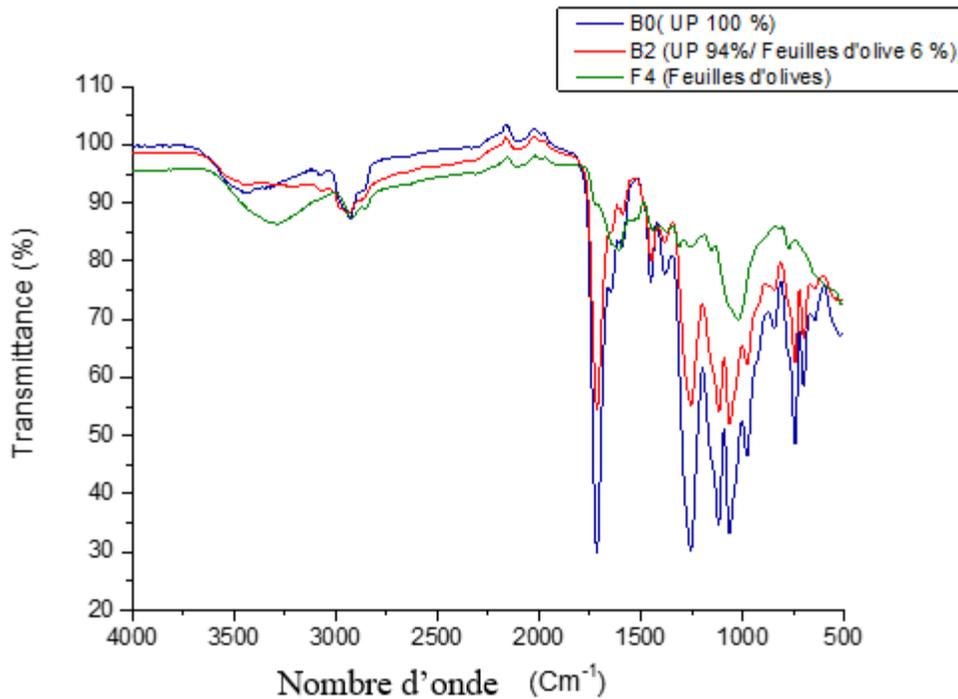


Figure IV. 1 : Spectres FTIR du polyester insaturé, feuilles d'olive et le composite UP/feuilles d'olive 6 %.

Tableau IV. 1 : Fréquences d'absorption caractéristiques des différents groupements fonctionnels du polyester insaturé.

Groupement fonctionnel	O-H	C-H	C=O	C=C	C-O
Longueur d'onde (Cm^{-1})		2929.52			
	3458.5	2861.3	1714.4	1450.2	1062.8

Tableau IV. 2 : Fréquences d'absorption caractéristiques des différents groupes fonctionnels du feuilles d'olive.

Groupement fonctionnel	O-H	C-H	C=C arom	C-O-C
Longueur d'onde (Cm^{-1})		2915.9		
	3295.4	2847.7	1618.9	1028.7

1.1.2. Test d'absorption d'eau par les composites UP/ feuilles d'olive

Il est clair d'après les courbes de l'absorption d'eau pour les composites B0, B1 et B2, que le caractère hydrophile des feuilles apparaît clairement, ainsi qu'une nette absorption d'eau en fonction du temps est élevée pour le composite B1 (taux de fibre 10 %), (Figure IV.2).

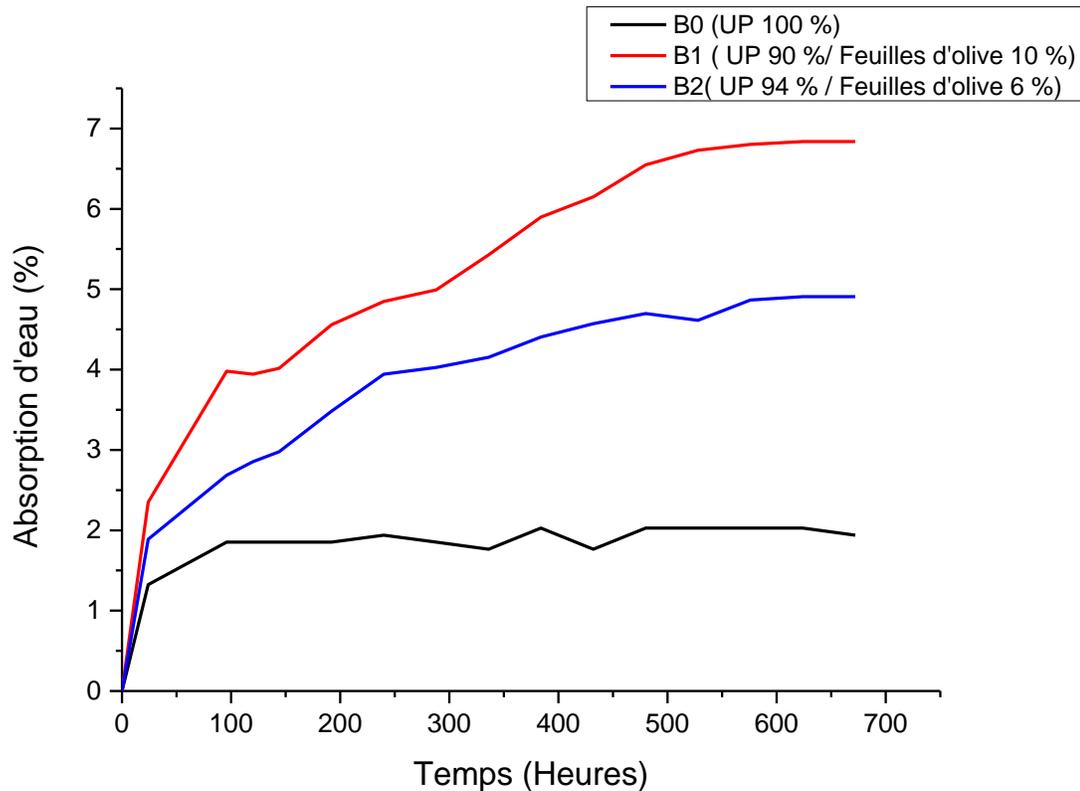


Figure IV. 2 : Courbe d'absorption d'eau des différentes compositions UP/feuilles d'olive.

1.1.3. Tests mécaniques des composites UP/ feuilles d'olive

L'étude mécanique des composites (Figures IV.3 a, IV.3 b et IV.3 c) a montré que la résistance à la rupture croît en passant de B0 à B2, ce qui confirme la stabilité de la poudre additionnée au polyester ainsi que son caractère rigide ; à l'encontre on trouve que l'allongement à la rupture décroît. A cet effet on note que les valeurs de la dureté shore A sont très proche et sans influence sur le taux de fibre dans le composite et ceci peut être lié à la nature de la matrice thermodurcissable du polymère. Voir (Tableau IV.3).

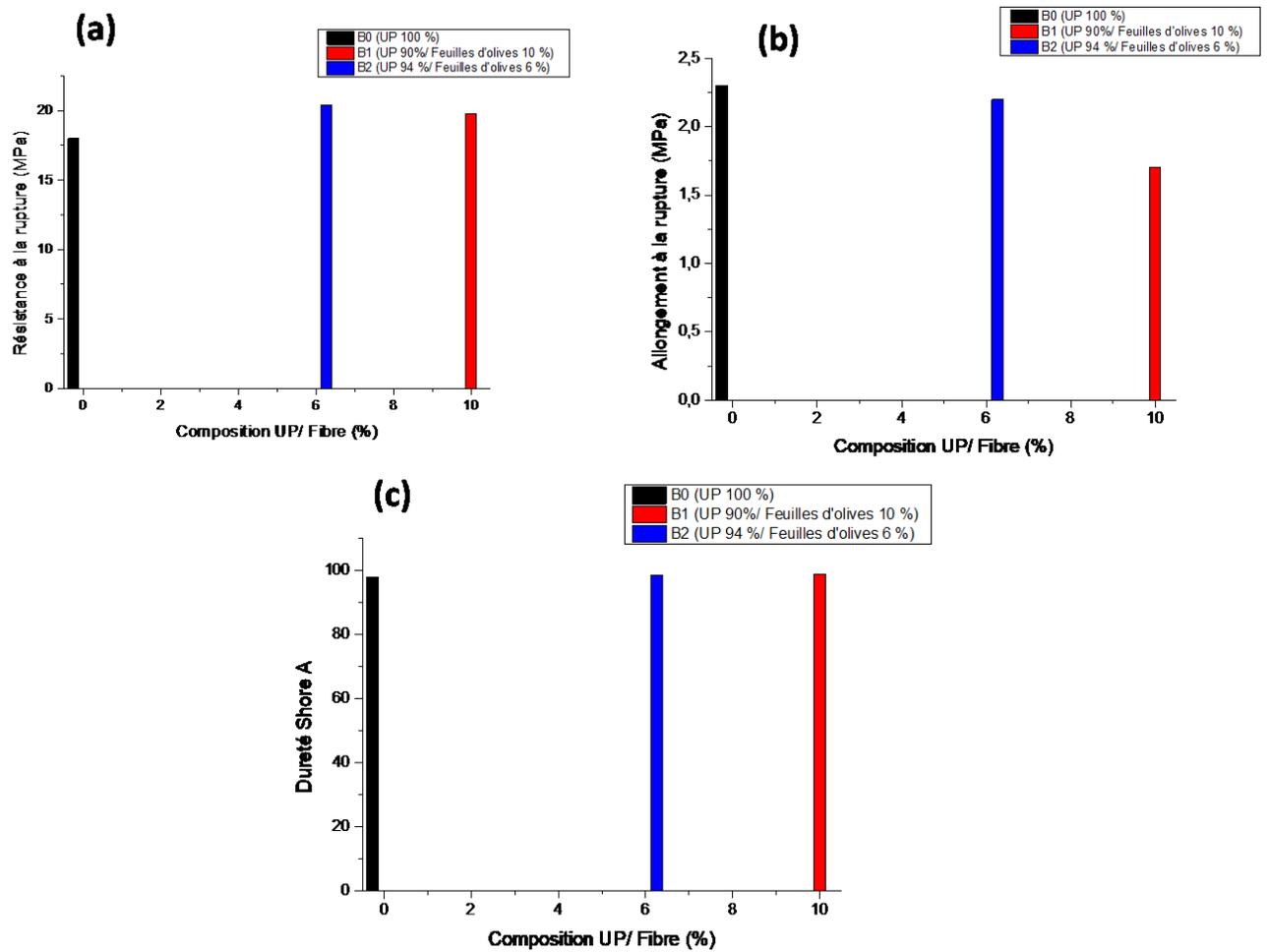


Figure IV. 3 : Evolution de la résistance à la rupture (a), de l'allongement à la rupture (b), de la dureté Shore (c) de l'UP et des différents composites UP/feuilles d'olive.

Tableau IV. 3 : Résultats des paramètres mécaniques de l'UP et des différents composites UP/feuille d'olivier.

Composites	Résistance à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture (MPa)	Dureté Shore A
B0	18.01	2.3	97.92
B2	20.4	2.2	98.54
B1	19.8	1.7	98.78

1.1.4. Analyse thermogravimétrique ATG des composites UP/ feuilles d'olive

L'analyse thermogravimétrique a montré que la dégradation thermique s'effectue en deux stades, le premier vers 70 °C relatifs à l'élimination de l'humidité (H_2O), le second effet de perte s'effectue vers les 325 °C ; relative à la thermooxydation du composite (Figure IV.4).

La composition B2 s'avère la plus stable, car le résidu en masse vers les 450 °C est de l'ordre de 14.25 mg, ce qui donne un rapport $\frac{M_{rés}}{M_0}$ 50.89 % (Tableau IV.4).

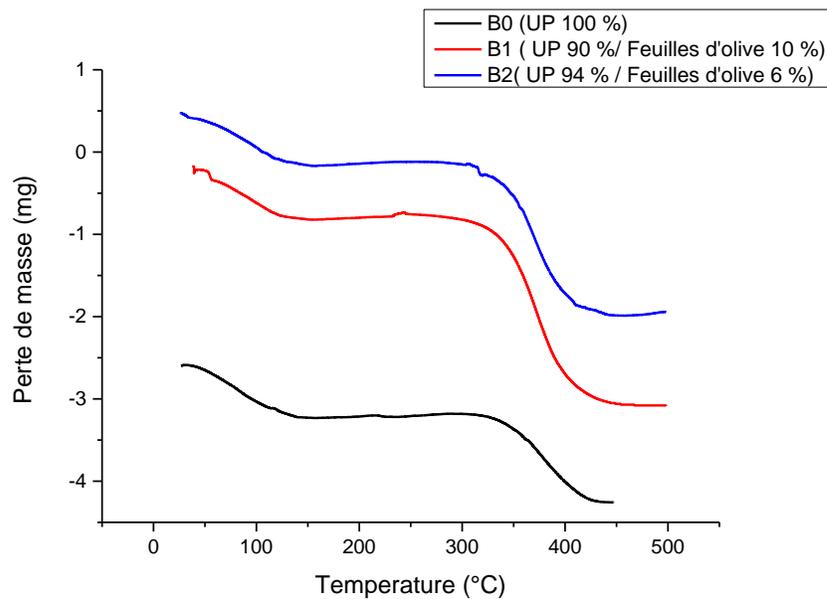


Figure IV. 4 : Thermogrammes ATG des différents composites UP/feuilles d'olive.

Tableau IV. 4 : Masses résiduelles à la température de 450°C et 250 °C des différents composites UP/feuilles d'olive.

Composite	à 250 °C	à 450 °C (mg)	
	$M_{rés}$ (mg)	$M_{rés}$ (mg)	$\frac{M_{rés}}{M_0}$ (%)
B0	21.43	4.29	14.3
B1	29.75	12.04	35.41
B2	25.46	14.25	50.89

1.1.5. Analyse calorimétrique différentielle DSC des composites UP/ feuilles d'olive

L'analyse par DSC de nos composites (Figure IV.5) a montré l'existence de deux effets endothermiques et deux effets exothermiques liés aux phénomènes d'élimination des composés volatils tels que l'eau et des composés organiques ; et des effets exothermiques relatifs à la thermooxydation des chaînes des polymères (Tableau IV.5).

En conclusion, l'étude menée pour les composites B0, B1 et B2 a bien montré la stabilité particulière pour la composition B2 renfermant un taux de fibres de 6 % en masse. En effet, les résultats de l'analyse thermique confirment ceux des propriétés mécaniques (1.1.3 Etude mécanique des composites UP/ feuilles d'olive).

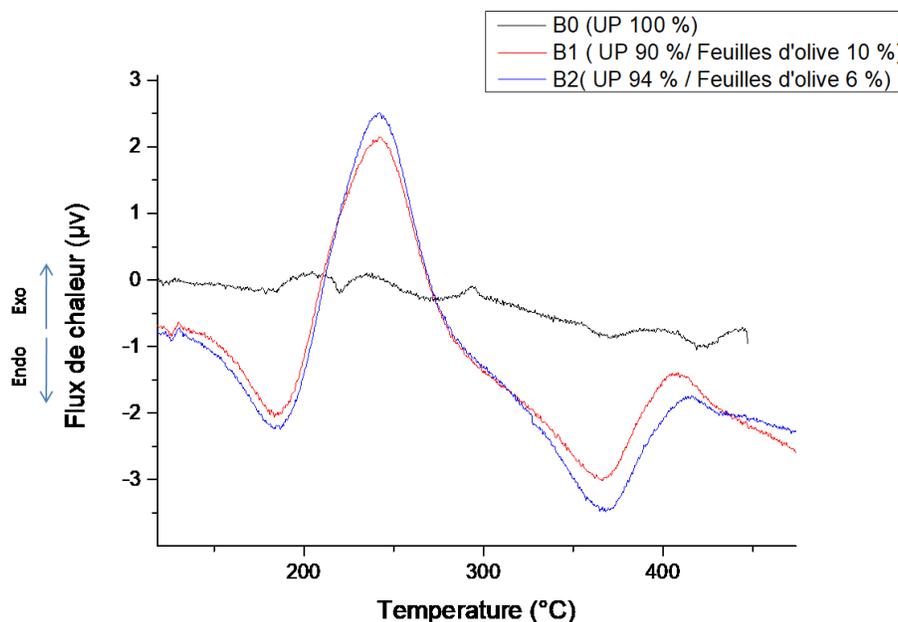


Figure IV. 5 : Thermogrammes DSC l'UP et des différents composites UP/feuilles d'olive.

Tableau IV. 5 : Température maximale des effets endothermiques et exothermiques de différents composites UP/feuilles d'olive.

Composite	T_{max} endo (°C)	T_{max} exo (°C)	T_{max} endo (°C)	T_{max} exo (°C)
B0	179.38	234.39	365.45	403.30
B1	183.29	241.73	366.45	407.27
B2	184.60	242.42	368.54	415.20

1.2. Composites polyesters insaturé/ Feuilles de palmier dattier

La fibre naturelle de palmier dattier DPLF est considérée comme un déchet de la nature. Et afin de mettre en valeur ce déchet naturel, une série de composites polyester-fibre DPLF a été préparée. L'objectif de tout cela s'articule autour d'une amélioration des propriétés des polymères. Cette fibre produite au nord du Sahara Algérien à climat désertique, apporte néanmoins une stabilité particulière et c'est la raison pour la quel on l'associe comme renfort naturel aux polymères [10].

1.2.1. Spectroscopie infrarouge FTIR des composites polyesters insaturé/ Feuilles de palmier dattier

Afin de mieux caractériser la structure de nos composites à base de DPLF, une étude spectroscopique a été faite, et que d'après la Figure IV.6 on remarque une similitude dans l'allure des spectres pour l'UP, UP/ DPLF traitée par NaOH, UP/ DPLF traitée par silane et DPLF sans traitement, on note presque les mêmes bandes d'absorption caractéristique des différents groupements fonctionnels que ceux de la Figure IV.1, propre aux composites UP/ feuilles d'olive.

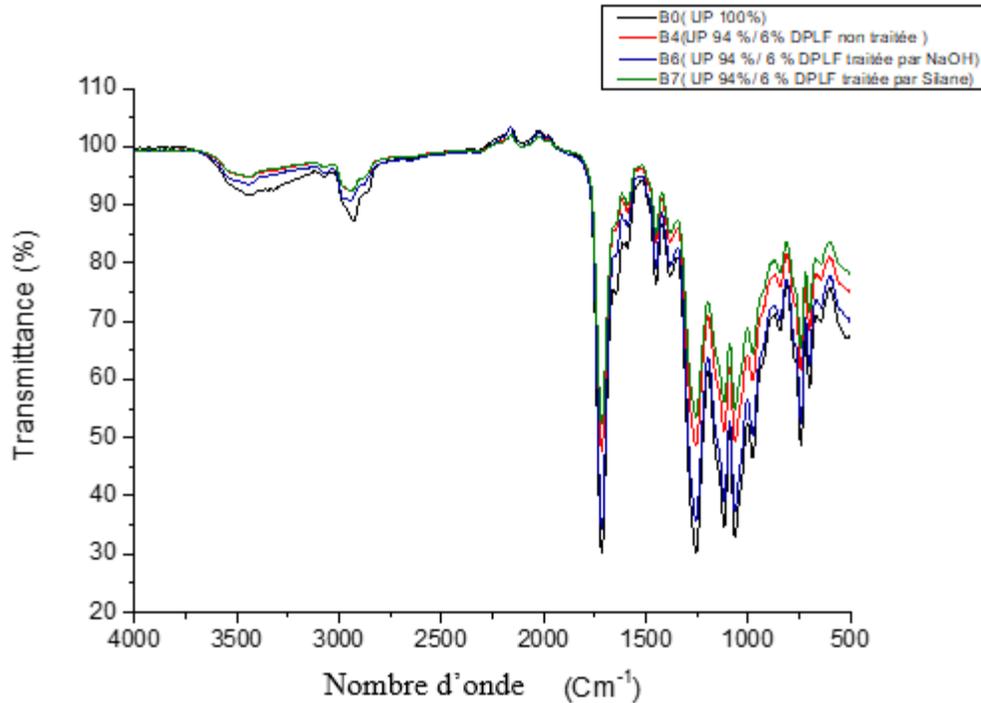


Figure IV. 6 : Spectres FTIR du polyester insaturé et des différents composites UP/ feuilles de palmier dattier traitées et non traitées.

1.2.2. Test d'absorption d'eau par les composites UP/ Feuilles de palmier dattier

Une étude de l'immersion de nos composites en fonction du temps a été menée et dont les résultats sont présentés dans la Figure IV.7. Ainsi on remarque que la fibre ayant subi le traitement chimique acquiert une diminution du caractère hydrophylque et ceci contribue à la diminution de la sensibilité du composite vis-à-vis de l'eau.

En outre, le traitement chimique favorise certaines associations intermoléculaires avec l'eau ce qui rend le composite sensible à cette substance (voir Figure IV.7), ce résultat est en accord avec ceux trouvés dans les travaux de Siala A. et al. [83].

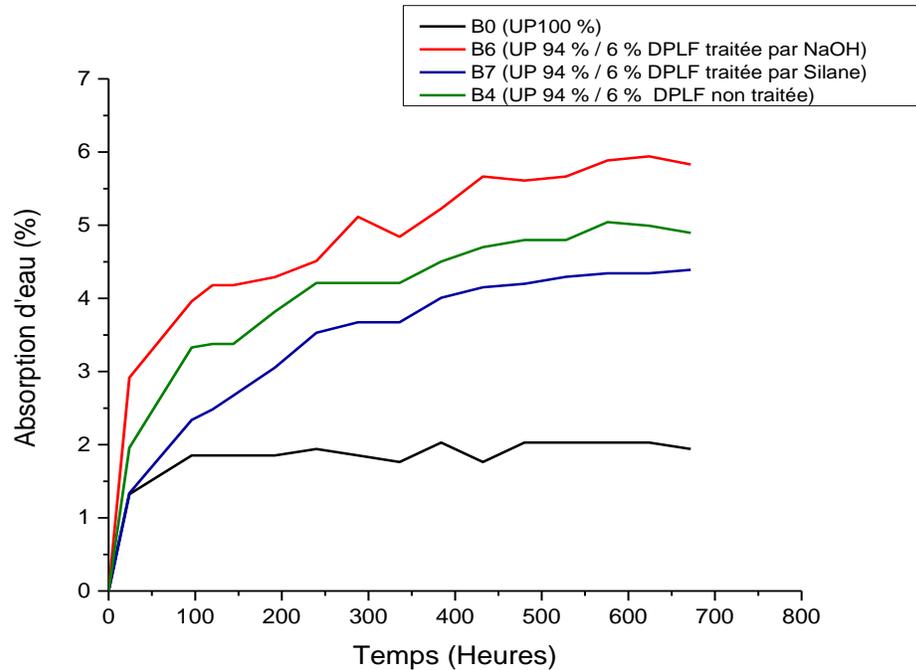


Figure IV. 7 : Absorption d’eau du polyester insaturé et des différents composites UP/ feuilles de palmier dattier traitées et non traitées.

1.2.3. Tests mécaniques des composites UP/ feuilles de palmier dattier

L’analyse mécanique (résistance et allongement à la rupture) a été faite pour les composites renfermant la fibre DPLF 6 % et 10% sans et avec traitement alcalin NaOH 6 % et au silane 1% (Figure IV.8).

Les résultats obtenus d’après cette figure montrent un bon comportement mécanique traduit par une bonne résistance à la rupture ainsi qu’un allongement favorable pour les composites B5 (18.2 MPa ; 2.2 %), B6 (22 MPa ; 2.2 %) et B7 (28.3 MPa ; 2.6 %).

D’autre part on remarque une bonne résistance mécanique pour le traitement alcalin et au silane des composites attribué à la bonne adhésion interfaciale entre la matrice et la fibre présentant le caractère cristallin après traitement chimique. Ces constatations concordent avec les travaux de Negawo T.A. et al. [84]. Une croissance du taux d’adjonction de la fibre DPLF au

polymère UP ne fait que décroître les propriétés mécaniques des composites [85] (voir figures IV.8)

L'échantillon B6 renfermant la fibre DPLF 6% traitée par NaOH a montré une résistance et un allongement à la rupture élevés 22 MPa et 2.2%, respectivement. Ces résultats sont en conformité avec ceux de Meftah Y.et.al. [75], relatifs la résistance à la rupture et à la résistance à la flexion.

Les résultats obtenus montrent que la résistance à la rupture de nos composites s'est améliorée par le traitement alcalin des fibres de palmier dattier, et cela en concordance avec ceux trouvés dans les travaux de Rahman et al.[86] et Haameem et al. [87].

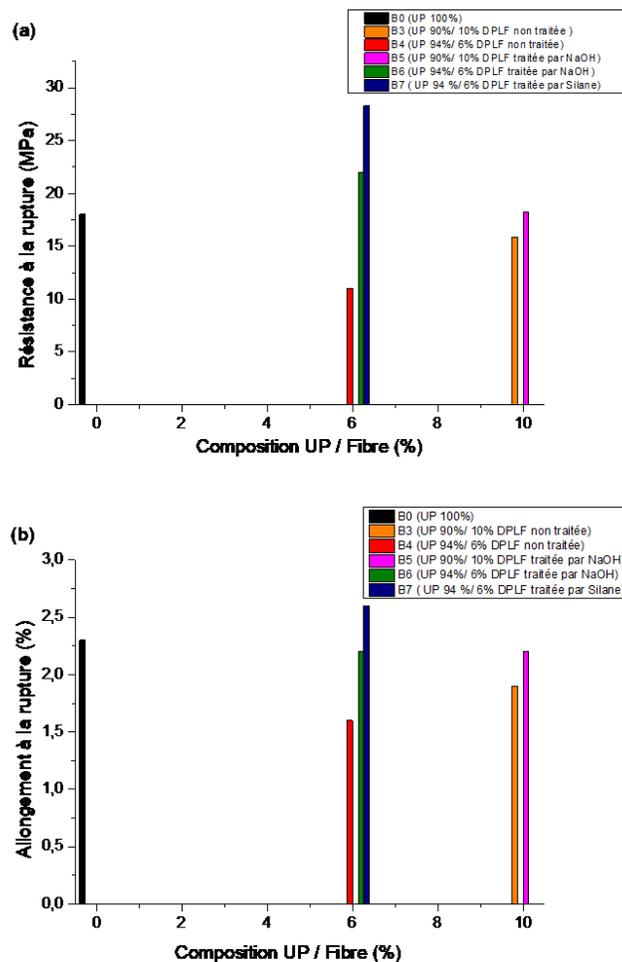


Figure IV. 8 : Evolution de la résistance à la rupture (a), de l'allongement à la rupture (b) de l'UP et des différents composites UP/ feuilles de palmier dattier.

1.2.4. Etude morphologique des composites UP/ Feuilles de palmier dattier

Afin de mettre en relief les résultats trouvés précédemment pour le comportement mécanique, une étude morphologique des composites a été faite dans un but de promouvoir la relation au niveau de la structure de la matrice polymère et la fibre introduite du palmier dattier DPLF traitée et non traitée par une solution alcaline de NaOH. La Figure IV.9 montre les images MEB des composites B4, B3 et B6 respectivement.

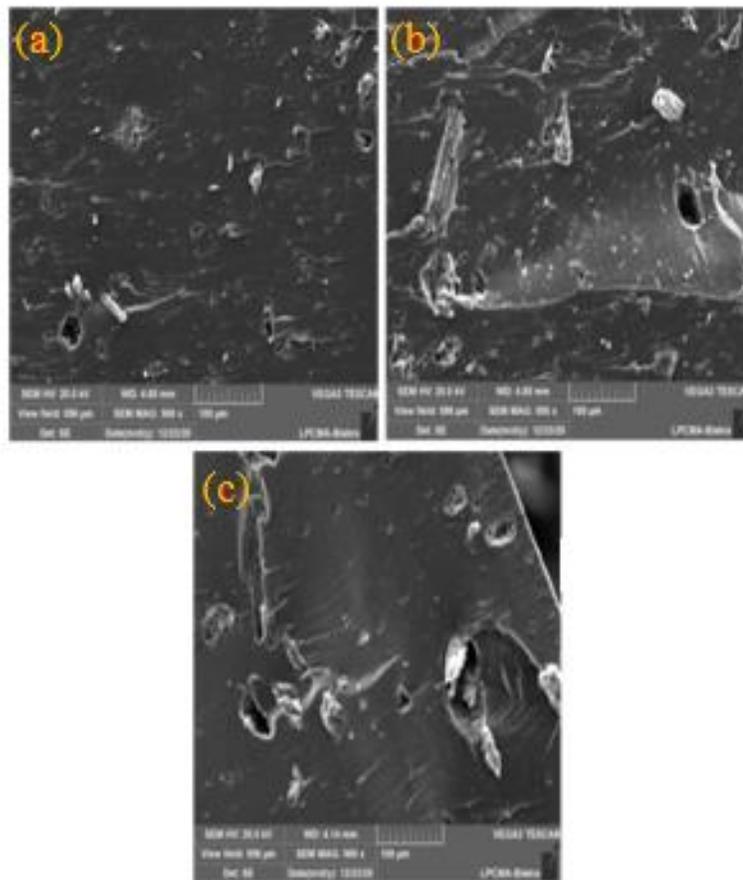


Figure IV. 9 : Micrographies MEB de (a) UP/ 6 % DPLF non traitée (B4), (b) UP/ 10 % DPLF non traitée (B3), (c) UP / 6 % DPLF traitée par NaOH (B6).

D'après les micrographes (a) et (b) de la Figure IV.9, on remarque la présence d'agglomérats et de vides (gaps) qui nous informent de la mauvaise cohésion interfaciale entre le polymère et la fibre notamment confirmée par Gharbi et al. [88]. Avec l'augmentation du taux de la fibre incorporé, l'image (Figure IV.9 b) montre que la cohésion entre le polymère et la fibre se détériore (surface non homogène) ce qui confirme les résultats de l'analyse mécanique (voir 1.2.3

Propriétés mécaniques des composites UP/ feuilles de palmier dattier). Par contre un taux acceptable de fibre traitée par NaOH (Figure IV.9 c) pour le composite B6 montre une image claire où la fibre est bien dispersée sur la matrice polymère ainsi qu'une bonne homogénéité de la structure, ceci trouve son explication par le fait que la fibre une fois traitée par la solution alcaline se débarrasse des fractions hémicellulosiques et lignines et garde la fraction cellulosique qui possède le caractère cristallin ce qui rend l'adhésion plus facile (Figure IV.9 c), ce qui confirme le comportement mécanique du composite B6.

1.2.5. Analyse thermogravimétrique ATG des composites UP/ Feuilles de palmier dattier

L'analyse thermogravimétrique ATG des composites UP/DPLF traitée et non traitée à des taux de 6 % et 10 % de fibre a été réalisée dans le but d'évaluer la stabilité thermique (Figure IV.10). Les courbes ATG des composites ont une même allure, deux pertes de masses successives, la première relative à l'élimination de l'humidité, la seconde à partir de 300 °C relative à la dégradation successive du composite. Les résultats de cette analyse ont montré à première vue que le traitement chimique de la fibre par la soude incorporée au polymère apporte une certaine stabilité thermique au composite. Cette stabilité est évaluée par la masse du résidu massique aux alentours des 450 °C. À titre d'exemple le composite B7 a une masse résiduelle de 15.014 mg (53.62 %) stable vis-à-vis des autres composites, par contre que le composite B6 a une masse de 12.492 mg (46.27 %) (Tableau IV.6). On remarque que ces résultats confirment les résultats obtenus dans les travaux entrepris par Gharbi et al. [89] , et Arrakhiz et al. [89]. Donc on déduit que le traitement chimique par la solution alcaline ou le silane confère au composite une certaine stabilité thermique traduite par le résidu en masse après la dégradation thermique. Ces résultats confirment ceux obtenus par les analyses mécaniques et morphologiques MEB citées précédemment.

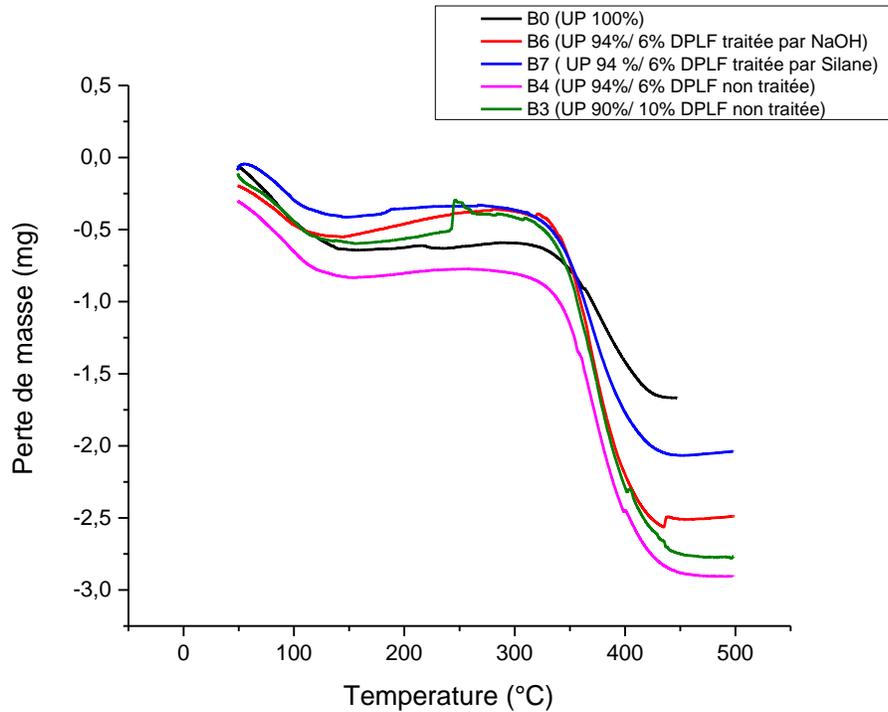


Figure IV. 10 : Thermogrammes ATG du polyester insaturé et des différents composites UP/feuilles de palmier dattier.

Tableau IV. 6 : Masses résiduelles à la température de 450° des différents composites UP/feuilles de palmier dattier.

Composite	m_0 (mg)	m_{res} (mg) at 450°C	$\frac{m_{res}}{m_0}$ %
B4	31	11.397	36.76
B6	27	12.492	46.27
B7	28	15.014	53.62

1.2.6. Analyse calorimétrique différentielle DSC des composites UP/ feuilles de palmier dattier

Dans un contexte de validation des résultats de l'analyse thermogravimétrique ATG des composites, une étude par la technique DSC a été réalisée (Figure IV.11). Les courbes DSC, montrent un palier de la température de transition vitreuse T_g dans l'intervalle 50 °C -100 °C, on

note la même observation que celle des courbes ATG; un effet endothermique de l'élimination de l'humidité aux alentours des 100 °C et un effet endothermique de dégradation successive du composite dans l'intervalle 300 °C - 450 °C, c'est ce qu'on appelle une dégradation pyrolytique qui se traduit par une scission des chaînes moléculaires conduisant à la destruction du réseau moléculaire [90], [91].

Le tableau IV.7, montre les intervalles de température de cet effet thermique pour les différents composites, d'où on observe que la température maximale de l'effet est à 370 °C. Le composite B0 (UP vierge) a une température finale de décomposition T_f à 390 °C, les composites B4, B6 et B7, dont la fibre non traitée et traitée avec NaOH et au silane respectivement, montrent une élévation significative de la température finale de décomposition d'environ 30 °C du composite, ce qu'est confirmé les résultats trouvés par l'analyse thermogravimétrique. En effet, la fibre traitée chimiquement apporte une stabilité à la composition du composite, et lui confère une stabilité particulière, à cause du changement survenu au niveau de sa structure due au traitement alcalin et à l'action du silane.

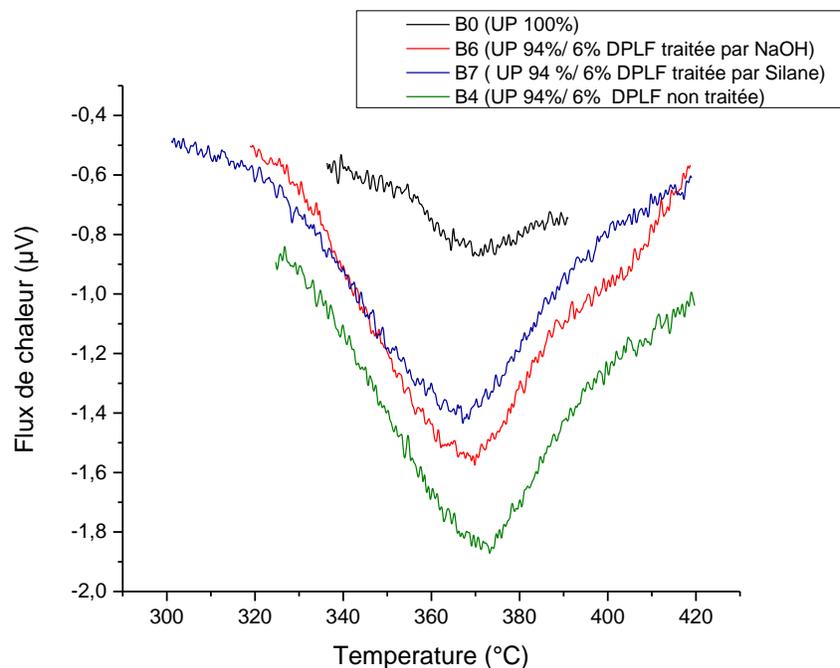


Figure IV. 11 : Effets endothermiques des différents composites UP/feuilles de palmier dattier (à partir du DSC).

Tableau IV. 7 : La température de décomposition des différents composites UP/feuilles de palmier dattier.

Composite	T_d (°C)	T_{max} (°C)	T_f (°C)
B0	347.37	370.35	390.35
B4	324.71	371.63	419.76
B6	318.85	369.37	419.76
B7	301.12	366.37	419.76

1.2.7. Analyse mécanique dynamique des composites UP/ Feuilles de palmier dattier

Une étude dynamique à travers la technique DMA a été réalisée pour les composites B0, B3 et B5 qui a donné les courbes relatives au module de perte, au module de conservation et à la tangente δ .

En outre, on a trouvé que le module de conservation (E') augmente lorsque le composite renferme un taux de fibre DPLF 10 %, traitée et non traitée, comme suit : à 70 °C, B0 (E' = 380.17 MPa), B3 (E' = 1264.46 MPa), B5 (E' =1365.70 MPa) (Figure IV.12). Ces résultats sont conformes avec les données de l'absorption d'eau, ou l'on observe une élévation de la capacité à d'absorption d'eau pour le composite renfermant la fibre traitée chimiquement.

Concernant le module de perte (E''), l'analyse a montré que le module de perte du polymère vierge UP débute à 54.69 °C ; E'' =354.33 MPa, par contre le module de perte des composites B3 et B5 sont respectivement d' E'' =245.82 MPa; T =74.31 °C et E'' =209.23 MPa ; T =79.65 °C, ce qui confirme l'effet incontestable de la fibre sur les propriétés du composite (Figure IV.13).

Pour ce qui est de la tangente δ , la valeur maximale se déplace à des degrés de températures supérieures pour les composites renfermant la fibre traitée et non traitée : pour B0 ($\tan \delta$ = 0.91 à T =82.18 °C), pour B3 ($\tan \delta$ =0.60 à T =93.90 °C), pour B5 ($\tan \delta$ = 0.65 à T =101.29 °C) (Figure IV.14).

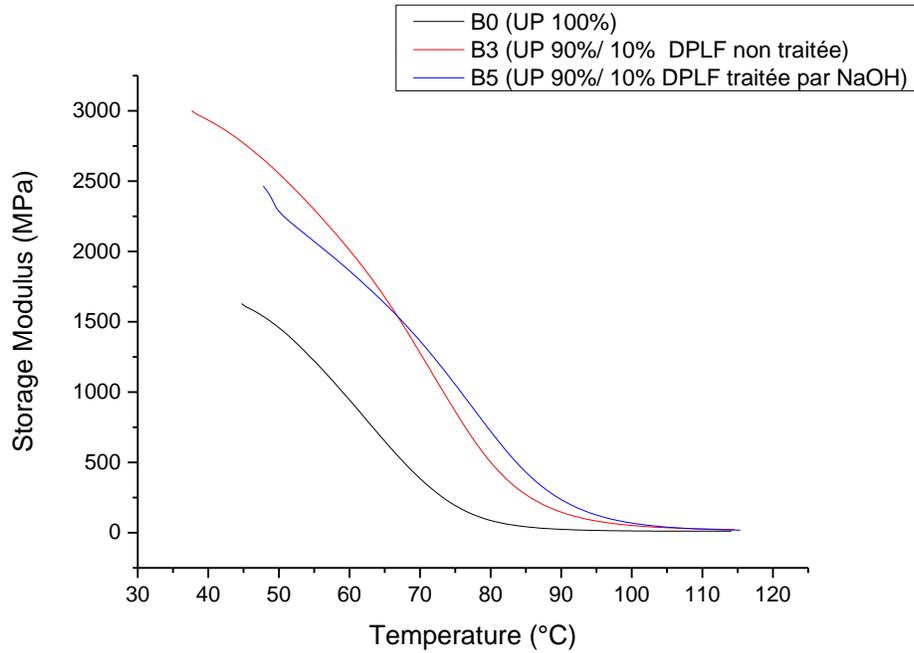


Figure IV. 12 : Module de conservation des composites UP/feuilles de palmier dattier.

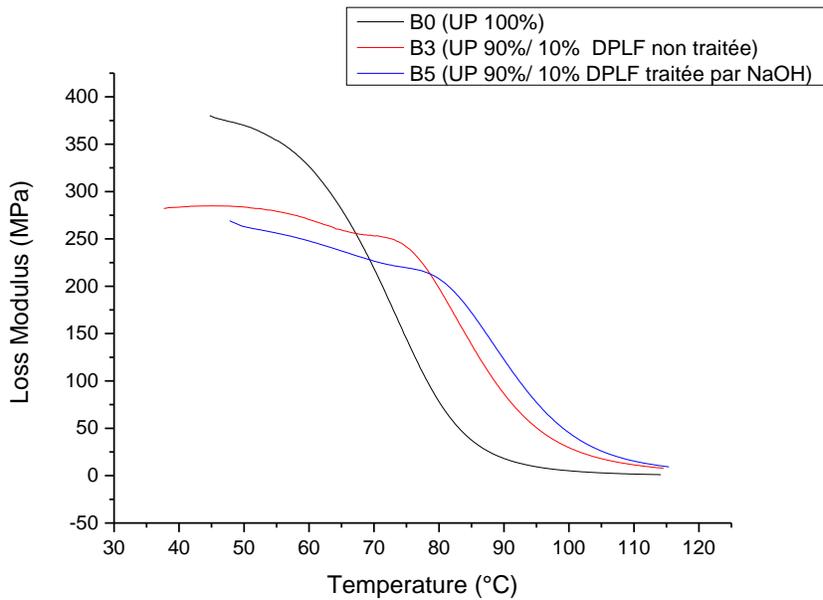


Figure IV. 13 : Module de perte des composites UP/feuilles de palmier dattier.

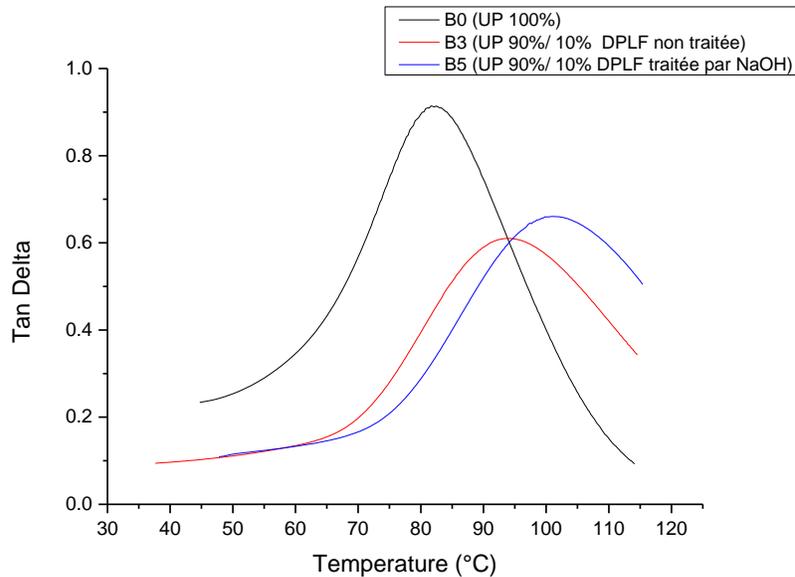


Figure IV. 14 : Tangente Delta des composites UP/feuilles de palmier dattier.

2. Composites Epoxy/ Fibres naturelles

2.1. Composites Epoxy / Feuilles d'olive

Une étude similaire à celle des composites de polyester a été réalisée sur les composites époxy/ feuilles d'olive, dont l'objectif s'articule autour d'une matrice de la résine époxy et son influence sur les propriétés des composites.

2.1.1. Spectroscopie infrarouge FTIR des composites Epoxy/ feuilles d'olive

Cette étude a été faite pour les composites A0, A8 et pour la poudre de feuilles d'olive F4, à cet effet nous avons regroupé les spectres dans la Figure IV.15, d'où on observe une similitude dans l'allure ce qui confirme l'incorporation de la poudre des feuilles d'olive dans la matrice du polymère.

D'autre part, les fréquences caractéristiques des différents groupements fonctionnels des composites sont regroupées dans le Tableau IV.8.

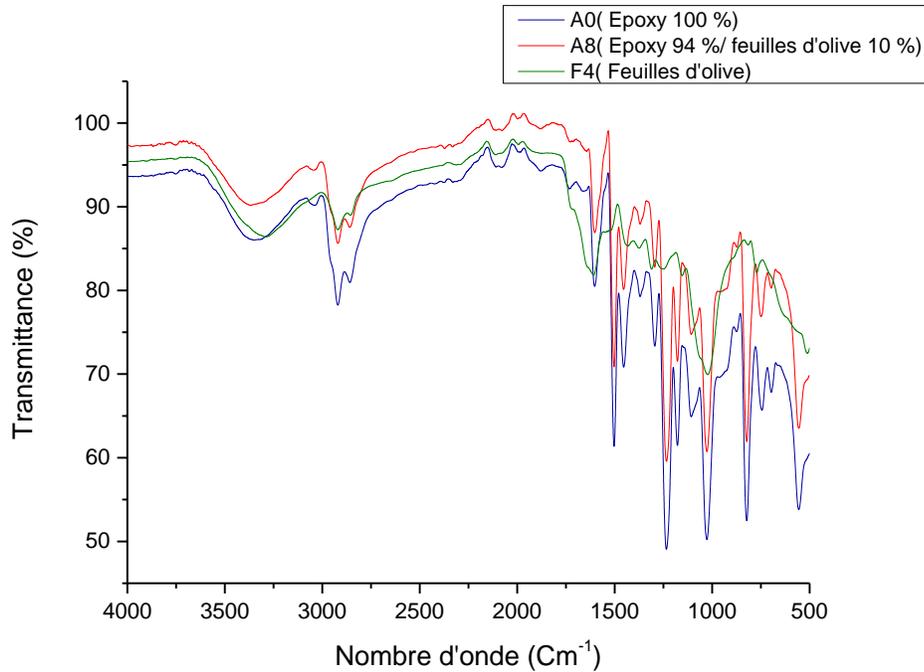


Figure IV. 15 : Spectres FTIR d'époxy, feuilles d'olive et le composite époxy/feuilles d'olive 10 %.

Tableau IV. 8 : Fréquences d'absorption caractéristiques des différents groupements fonctionnels d'Époxy.

Groupement fonctionnel	O-H	C-H	C-C arom	C=C	C-O
Longueur d'onde (Cm^{-1})		2915.9			
	3350	2861.3	1605.3	1503.7	1021.9

2.1.2. Test d'absorption d'eau par les composites Epoxy/ feuilles d'olive

Afin d'évaluer le caractère absorbant de la fibre, feuilles d'olive, une étude de l'absorption d'eau distillée a été réalisée en fonction du temps.

Les résultats sont regroupés dans la Figure IV.16. D'après les courbes, on observe que l'absorption d'eau progresse avec l'augmentation des taux de la fibre dans le composite. On constate également une nette absorption pour le composite A8, où le taux maximal de la fibre est de l'ordre de 10 %.

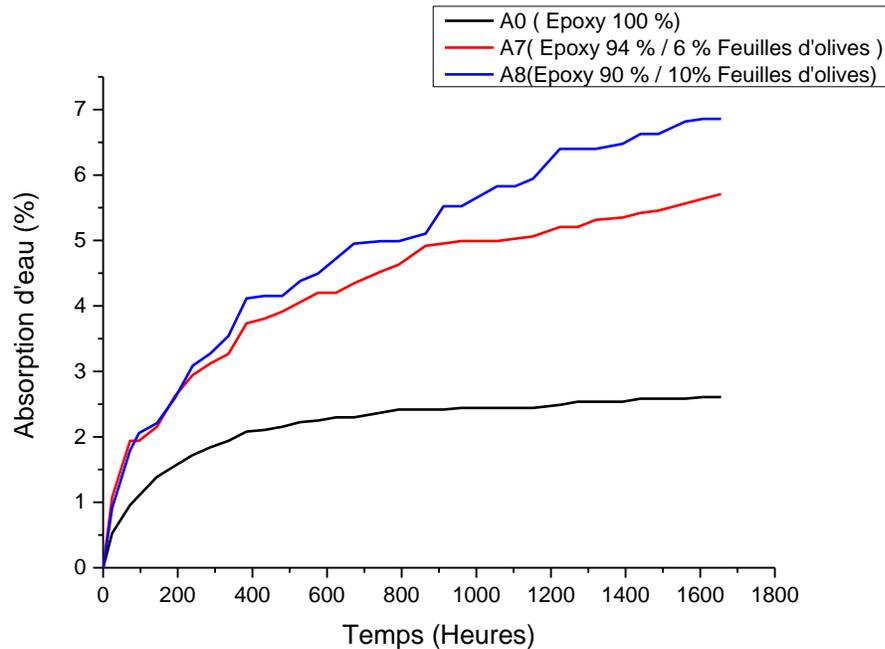


Figure IV. 16 : Courbe d'absorption d'eau des différents composites époxy /feuilles d'olive.

2.1.3. Tests mécaniques des composites Epoxy/ feuilles d'olive

D'après la Figure IV.17, on observe que la résistance à la rupture diminue avec l'augmentation du taux de la fibre dans la structure, ce qui explique que l'homogénéité de la composition apparaît à un taux de fibre de 6 %. (Voire les résultats du Tableau IV.9), alors que l'allongement à la rupture décroît avec l'augmentation du taux de la fibre change de 6 % à 10 %. Ces résultats sont similaires à ceux des composites UP/ feuilles d'olive, indiqués précédemment (voir 1.1.3 Propriétés mécaniques des composites UP/ feuilles d'olive).

En ce qui concerne la dureté Shore A (Figure IV.17 b), les résultats pour les différents composites sont sans influence notable.

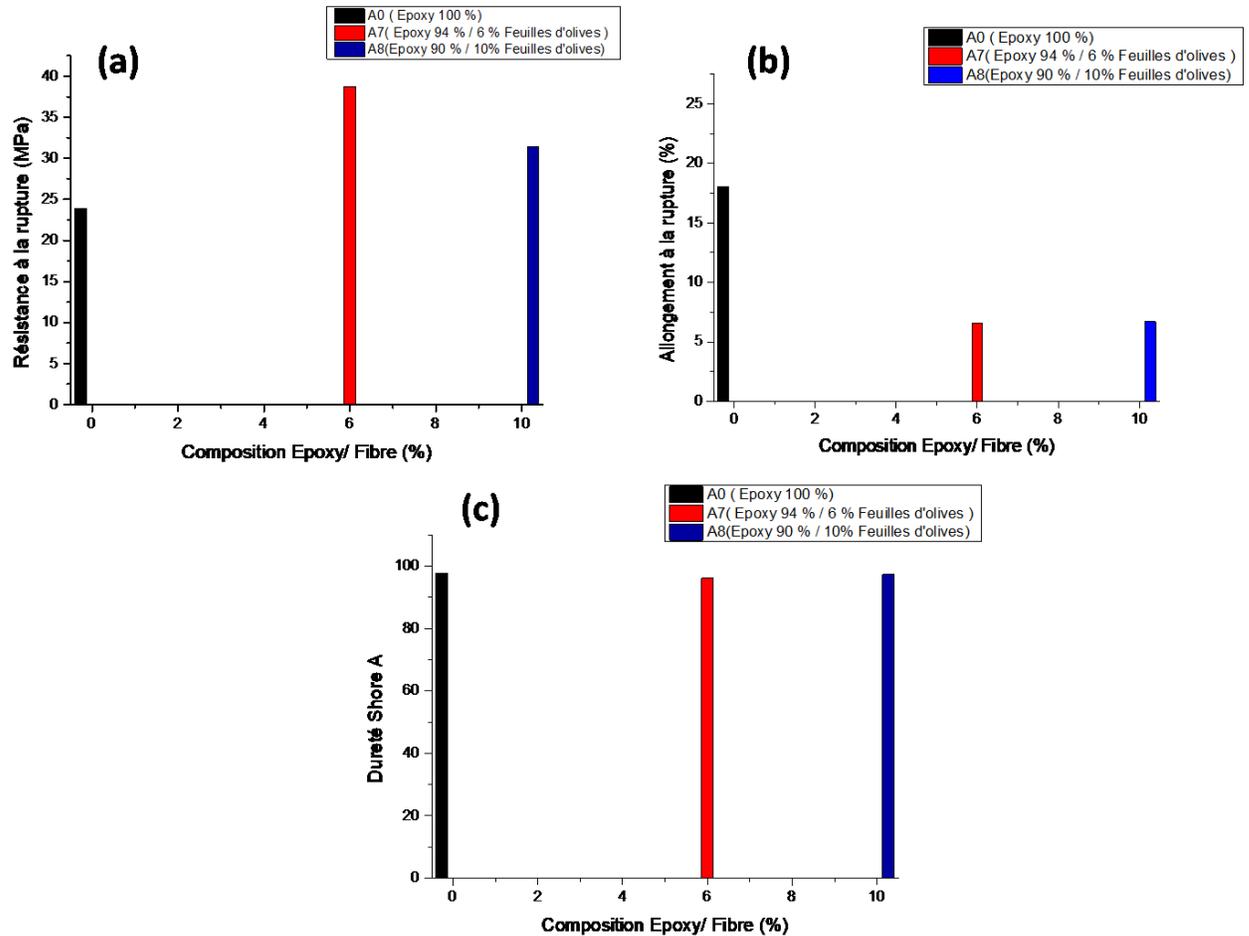


Figure IV. 17 : Evolution de la résistance à la rupture (a), de l'allongement à la rupture (b), de la dureté Shore (c) d'époxy et des différents composites époxy /feuilles d'olive.

Tableau IV. 9 : Résultats des paramètres mécaniques d'époxy et des différents composites Epoxy /feuille d'olivier.

Composites	Résistance à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture (MPa)	Dureté Shore A
A0	23.9	18.02	97.7
A7	38.7	6,6	96,22
A8	31.4	6,7	97,34

2.1.4. Etude morphologique des composites Epoxy/ feuilles d'olive

Afin d'évaluer l'homogénéité de la composition des composites, nous avons réalisé une étude morphologique (structurale), d'où on observe que d'après les micrographies dans la Figures IV.18, que le composite A7 présente une bonne adhésion de la fibre avec la matrice de la résine époxy ; moins de cavités creuses et de vides moléculaires et une bonne répartition de la fibre. Par contre le composite A8, montre beaucoup de cavités creuses, ce qui explique une faible cohésion avec la matrice organique (époxy).

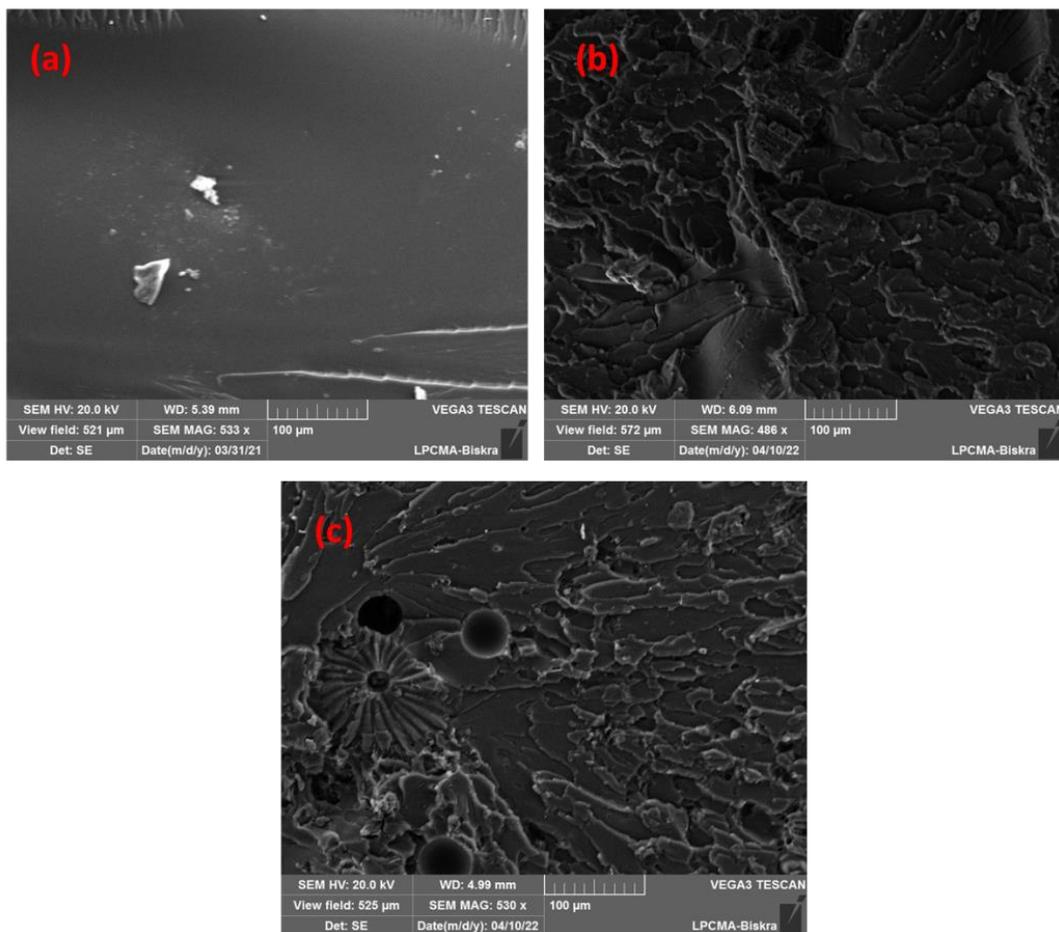


Figure IV. 18 : Micrographies MEB de a (A0 (époxy 100 %)), b(A7 (époxy/ feuilles d'olive 6%)), c(A8(époxy/ feuilles d'olive 10%)).

2.1.5. Analyse mécanique dynamique des composites Epoxy/ Feuilles d'olive

Pour conclure cette partie sur les composites époxy/ feuilles d'olive une étude mécanique dynamique c'est avérée nécessaire. D'après les figures des paramètres du module de conservation (E') ; (Figure IV.19), module des pertes (E''), (Figure IV.20) et la tangente delta (δ) (Figure IV.21), on remarque que la composition A7 est homogène d'après les valeurs de la conservation énergétique, les pertes mécaniques et la tangente delta à la température de chauffe 56 °C (Tableau IV.10).

Tableau IV. 10 : Paramètre dynamique des composites d'époxy et des différents composites époxy /feuilles d'olive à 56 °C.

Composition	Module de conservation (MPa)	Module des pertes (MPa)	Tangente delta
A0	499.1	277.8	0.53
A7	1387.2	207.4	0.14
A8	840.0	253.0	0.30

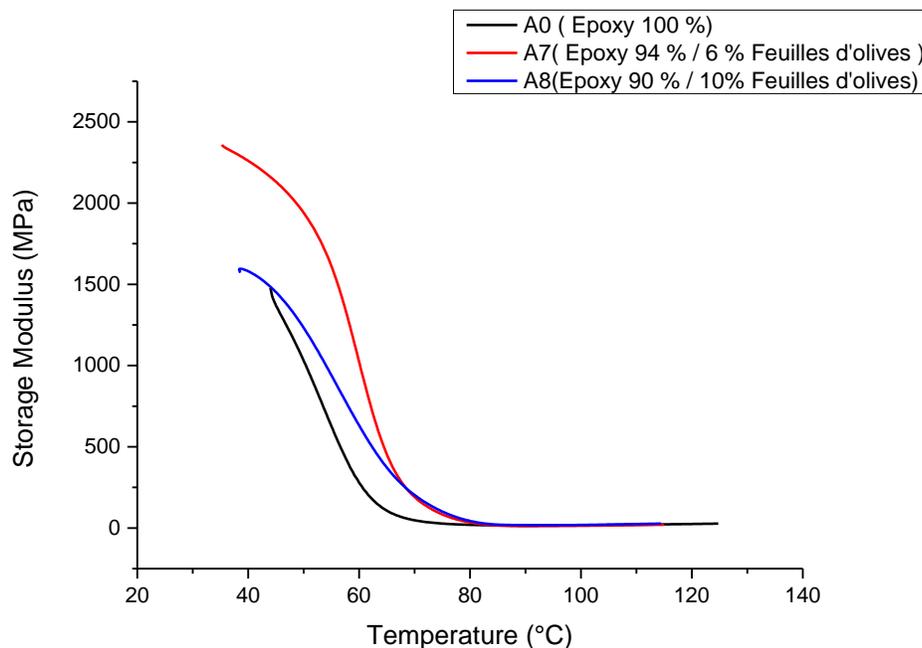


Figure IV. 19 : Module de conservation d'époxy et des différents composites époxy /feuilles d'olive.

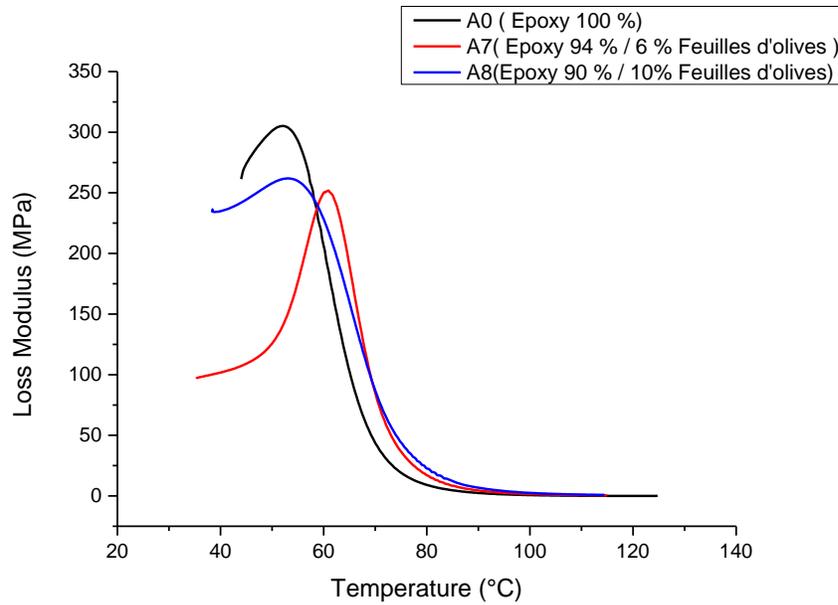


Figure IV. 20 : Module des pertes d'époxy et des différents composites époxy /feuilles d'olive.

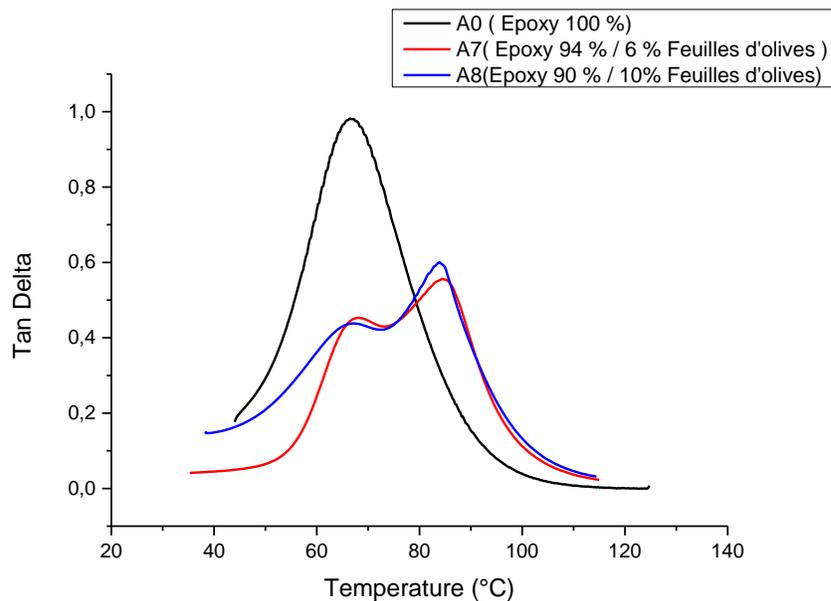


Figure IV. 21 : Tangente delta d'époxy et des différents composites époxy /feuilles d'olive.

En conclusion et au vu des résultats obtenus, le composite renfermant un taux de fibre de feuilles d'olivier de 6 % (A7) possède de meilleures propriétés, le comportent morphologique homogène concernant sa structure, lui confère des propriétés mécaniques élevées. L'analyse

mécanique dynamique vient confirmer ces résultats, pour la variation du module de conservation et celui des pertes.

2.2. Composites Epoxy / Feuilles de palmier dattier

Cette étude sur les composites époxy/ feuilles de palmier dattier a été réalisée dans le but de découvrir l'influence de ce déchet naturel sur les propriétés des composites à base de la résine époxy.

2.2.1. Spectroscopie des composites Epoxy/ feuilles de palmier dattier

L'étude spectroscopique FTIR est réalisée pour confirmer la présence de la fibre dans la matrice du polymère époxy. À cet effet, nous avons regroupé les spectres dans la Figure IV.22, d'où nous observons une similitude dans les absorptions caractéristiques relatives au polymère et à la fibre non traitée et traitée chimiquement. Ainsi nous constatons que les spectres des composites contenant des fibres traitées, admettent des fréquences d'absorption du groupement hydroxyle, avec faible intensité au voisinage de 3350 Cm^{-1} à cause de l'action de la base NaOH et du silane.

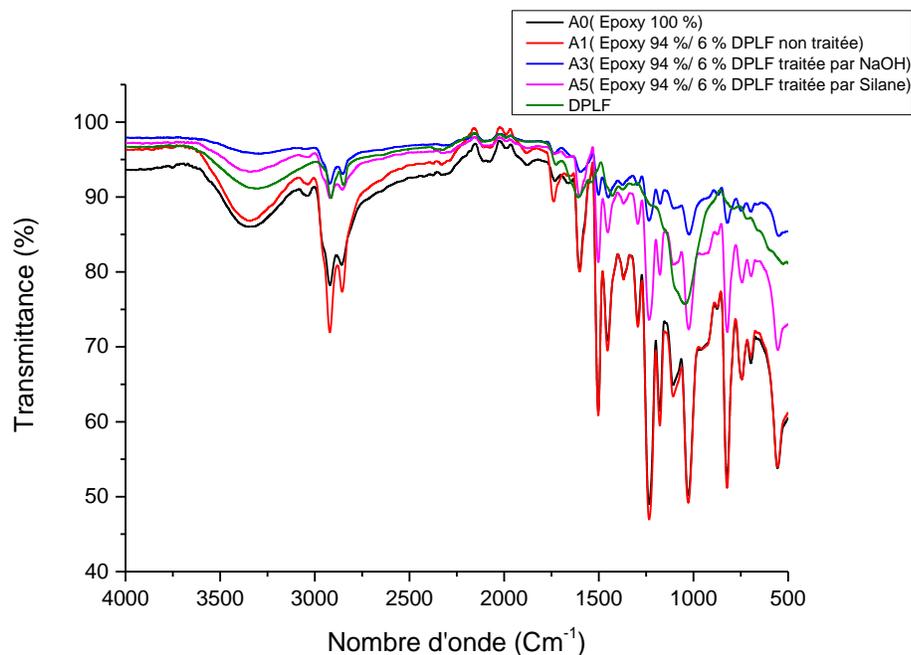


Figure IV. 22 : Spectres FTIR d'époxy et des différents composites époxy/feuilles de palmier dattier traitées et non traitées.

2.2.2. Test d'absorption d'eau pour les composites Epoxy/ feuilles de palmier dattier

Afin de contrôler le caractère absorbant de la fibre incorporée dans la matrice du polymère époxy, une étude de l'absorption d'eau à des intervalles de temps réguliers a été réalisée. D'après les résultats obtenus dans la Figure IV.23, on constate que le composite renfermant la fibre DPLF ayant subi le traitement chimique par NaOH et par le silane, est absorbant à moindre échelle, ceci s'explique par la cohésion des groupements chimiques de la fibre avec la matrice époxy d'où une diminution de l'absorption, ceci est en accord avec les résultats de Tripathy et al. [92].

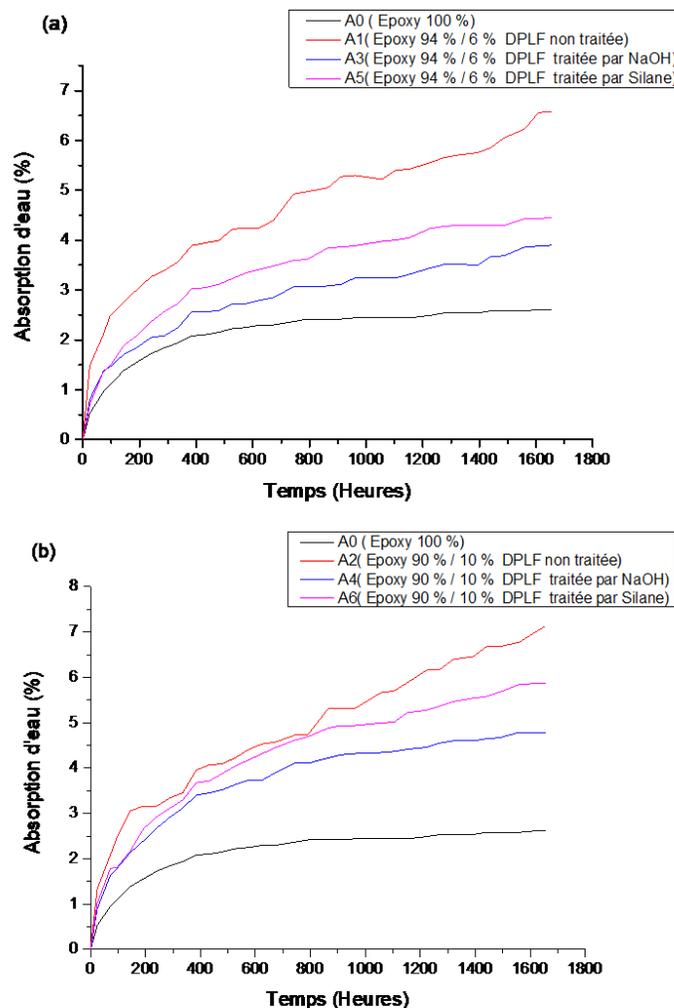


Figure IV. 23 : Courbes d'absorption d'eau de l'époxy et des différents composites (a) époxy/ 6% DPLF et (b) époxy/ 10 % DPLF.

2.2.3. Tests mécaniques des composites Epoxy/ feuilles de palmier dattier

Une étude mécanique des différents composites Epoxy/DPLF a été réalisée ou l'on remarque sur les figures IV.24 et IV.25 de la résistance à la rupture et celle de l'allongement à la rupture respectivement, les résultats suivants:

Les composites A1, A3 et A5 avec un taux de fibre de 6 % ont une résistance à la rupture élevée comparativement à celle de la résine époxy, ce qui est probablement due à la rigidité de la fibre DPLF, cette supposition n'est pas constatée pour les composites A2, A4 et A6 (Figure IV.24), ou l'on constate une diminution de la résistance, ce qui nous laisse affirmer que le taux adéquat est de 6% de la fibre DPLF. Ce résultat est en accord avec celui de l'absorption d'eau (voir paragraphe 2.2.2 Étude de l'absorption d'eau pour les composites Epoxy/ feuilles de palmier dattier).

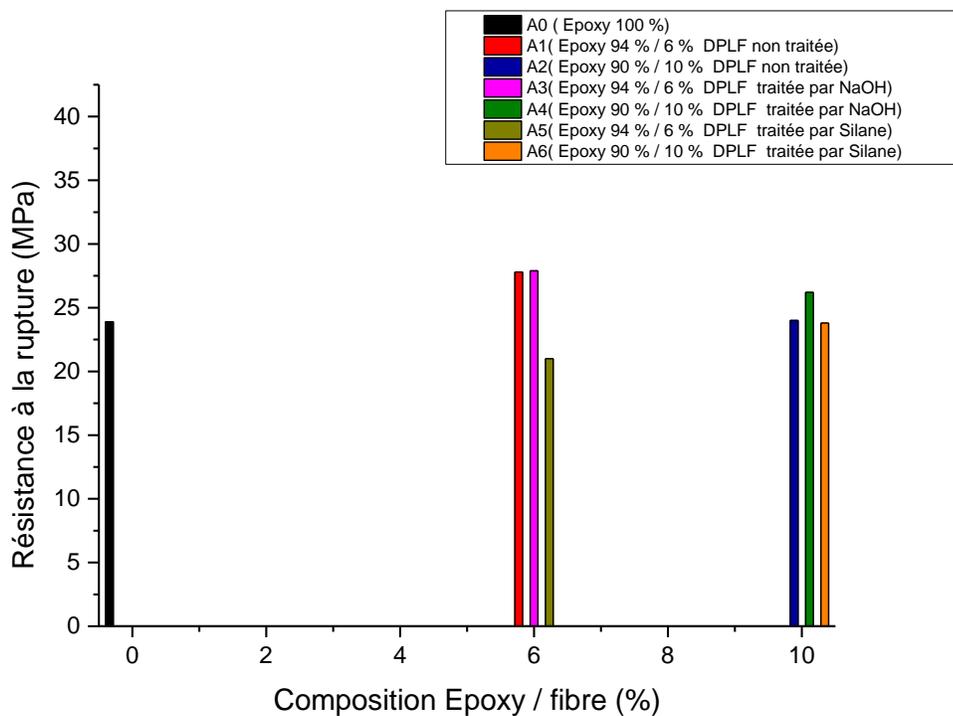


Figure IV. 24 : Evolution de la résistance à la rupture d'époxy et des différents composites époxy /feuilles de palmier dattier.

Pour ce qui est de l'allongement à la rupture (Figure IV.25), on observe une diminution des valeurs pour les composites époxy/ fibre DPLF 6% et époxy/ DPLF 10 %. D'autre part, le traitement chimique de la fibre entraîne une augmentation de la résistance et une diminution de l'allongement, ce qui s'explique par la bonne cohésion entre la matrice époxy et la fibre traitée, et cela est en parfait accord avec les résultats de Abdal-Hay et al. [93].

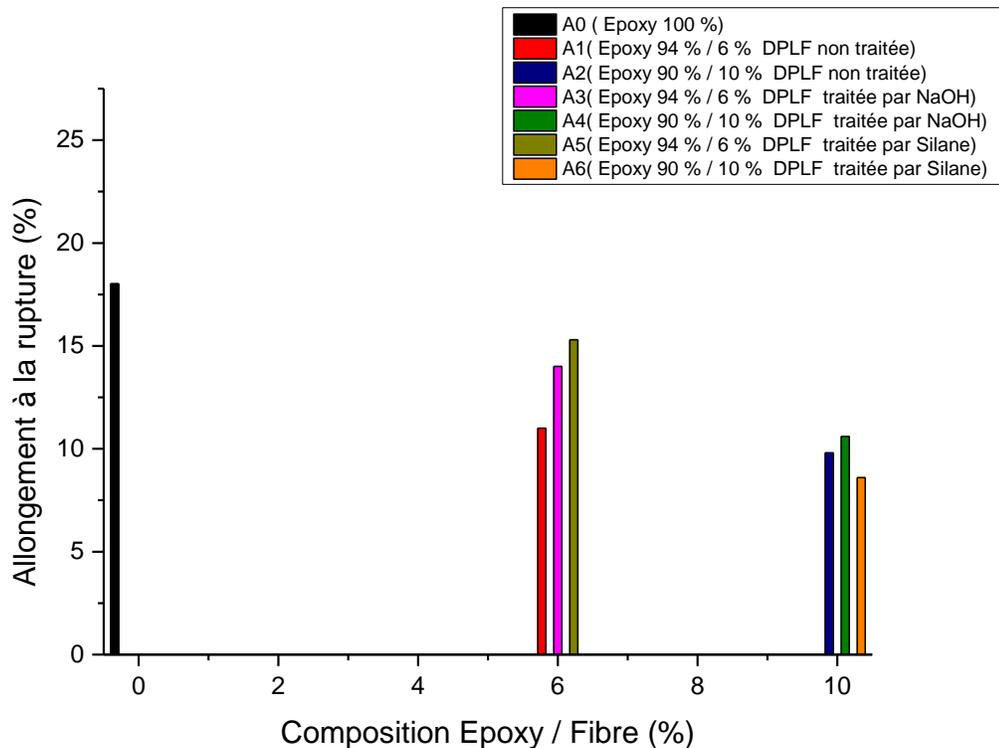


Figure IV. 25 : Evolution de l'allongement à la rupture de l'époxy et des différents composites époxy /feuilles de palmier dattier.

2.2.4. Etude morphologique des composites Epoxy/ feuilles de palmier dattier

Les micrographies MEB des différents composites ont été réalisées afin de positionner la répartition de la fibre DPLF dans la matrice du polymère (Figure IV.26). La micrographie (a) du composite A0 montre une surface très homogène, par contre celles des composites A1 et A2 respectivement (b) et (c), illustrent l'existence de répartitions de la fibre DPLF sur la surface du polymère, et l'existence de lacunes (vides).

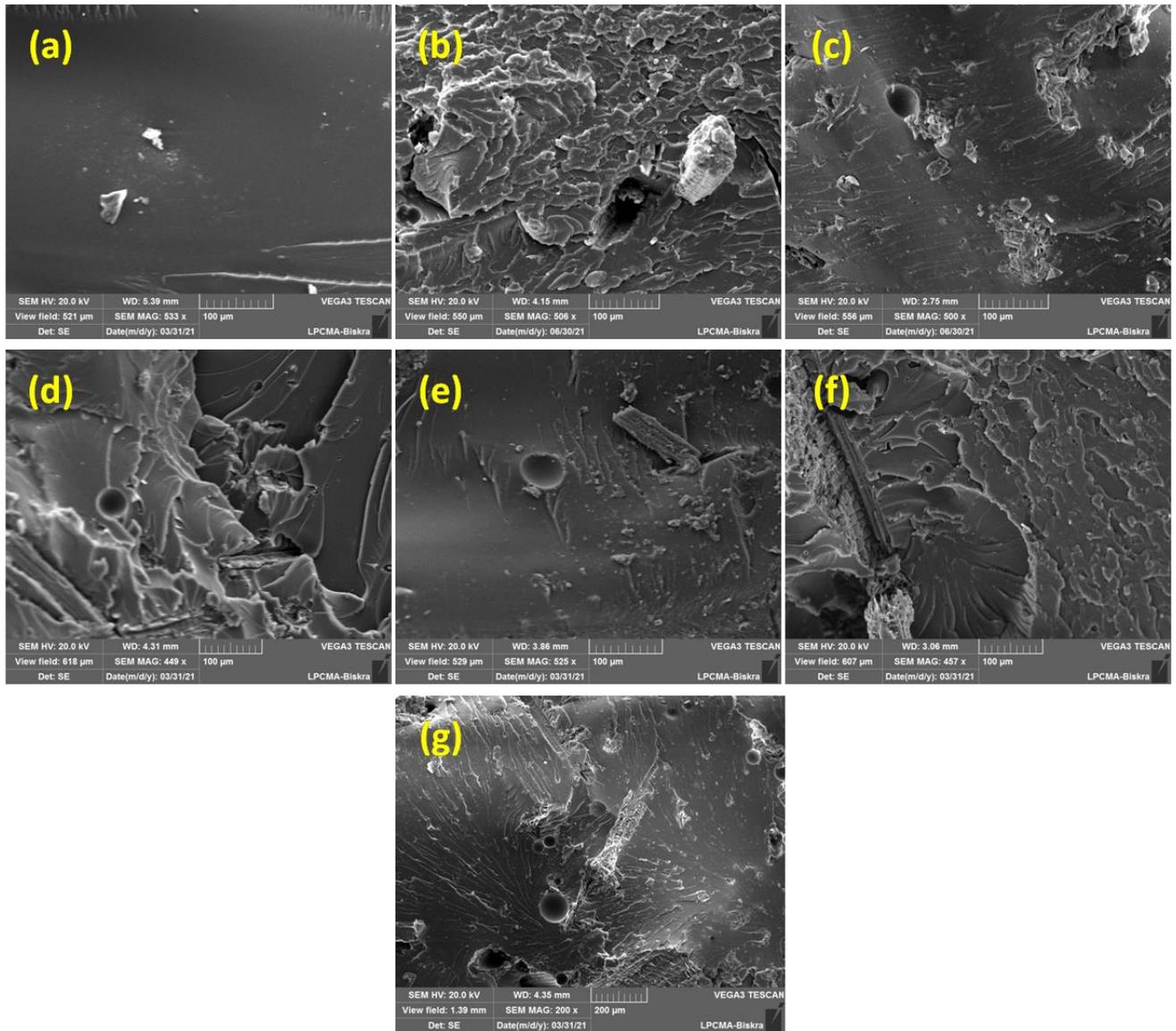


Figure IV. 26 : Micrographies MEB de : (a) époxy 100 % A0, (b) époxy/ DPLF non traitée 6 % A1, (c) époxy/ DPLF non traitée 10 % A2, (d) époxy/ DPLF traitée par NaOH 6 % A3, (e) époxy/ DPLF traitée par NaOH 10 % A4, (f) époxy/ DPLF traitée par Silane 6 % A5, (g) époxy/ DPLF traitée par Silane 10 % A6

Il est à noter que la fibre traitée chimiquement à travers les micrographies des composites A3 et A4 (Figure IV.26 d et e) est bien répartie sur la surface, avec moins de cavités, donc une meilleure cohésion avec la matrice, ce qui confirme les résultats trouvés pour le comportement mécanique (voir 2.2.3 Étude mécanique des composites époxy/ feuilles de palmier dattier), d'autre part ces résultats sont en conformité avec ceux de Abdal-Hay et al. [93] et Edeerozey et

al. [94]. La même constatation s'applique aux micrographies MEB des composites A5 et A6 (Figure IV.26 f et g), d'où la présence de la fibre traitée au silane sur la matrice époxy.

- **EDX des composites**

L'étude par EDX est faite comme analyse élémentaire nécessaire à la confirmation de présence ou absence d'éléments chimiques. D'après les résultats EDX des composites A3, A5 et A6 (Figures IV.27, IV.28, IV.29), on constate une présence des éléments de sodium et de silicium et bien sûr le carbone, qui proviennent du traitement chimique de la fibre DPLF incorporée dans la matrice époxy.

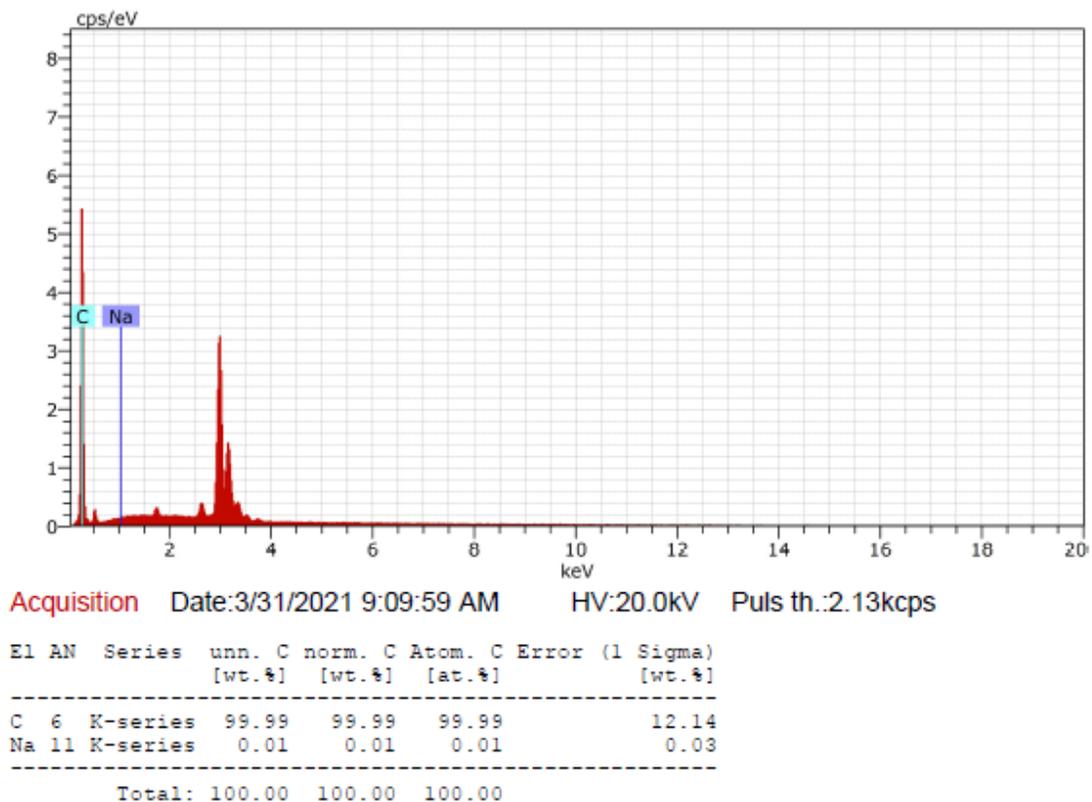


Figure IV. 27 : EDX du composite époxy / 6 % DPLF traitée par NaOH (A3).

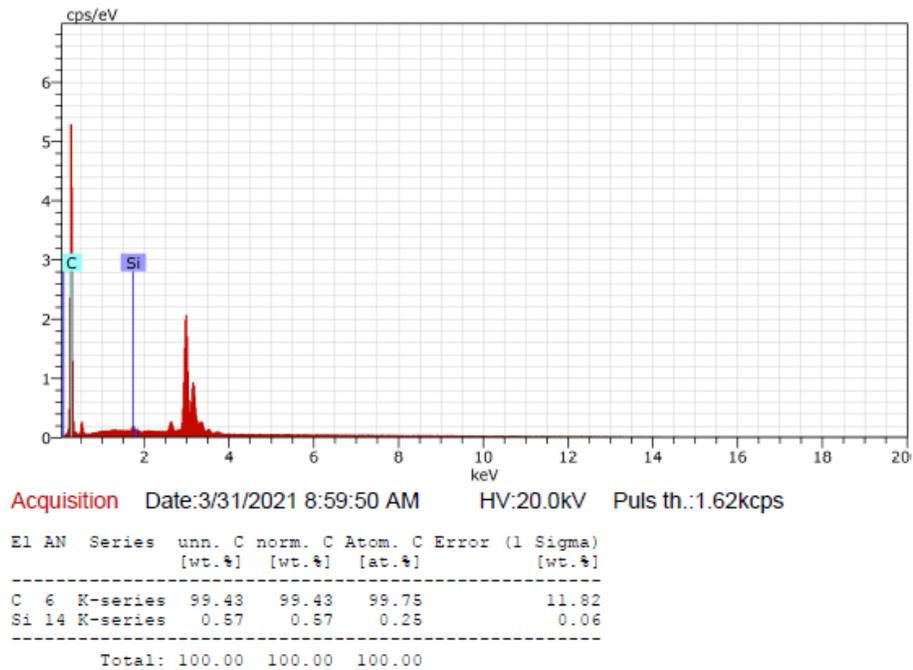


Figure IV. 28 : EDX du composite époxy / 6 % DPLF traitée au Silane (A5).

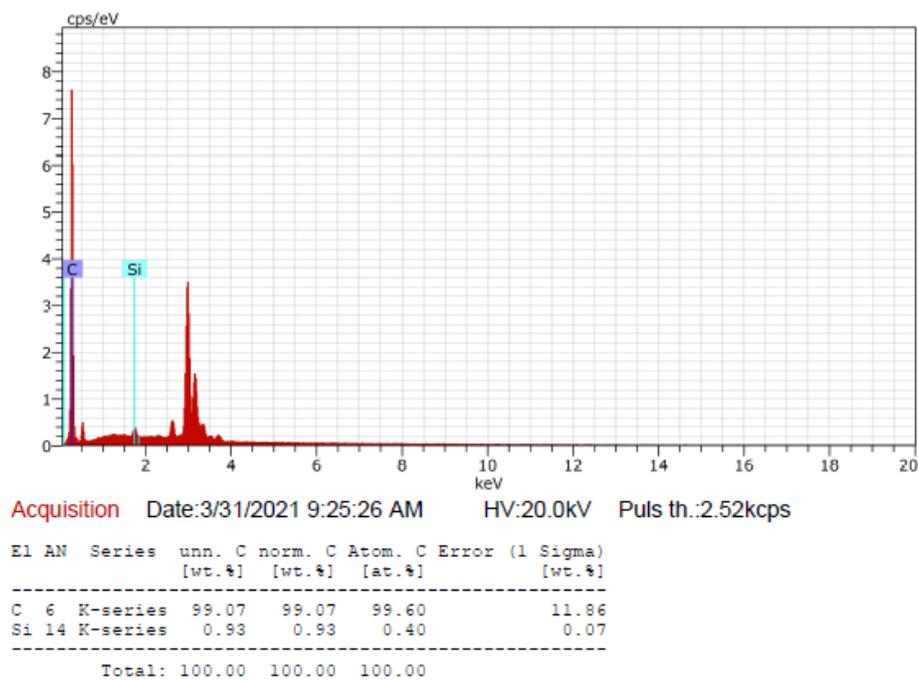


Figure IV. 29 : EDX du composite époxy / 10 % DPLF traitée au Silane (A6).

2.2.5. Analyse thermogravimétrique ATG des composites Epoxy / Feuilles de palmier dattier

Afin de confirmer les résultats obtenus précédemment, une étude thermogravimétrique ATG pour les composites Epoxy/ DPLF s'est avérée nécessaire dont les courbes ATG sont illustrées dans la Figure IV.30.

D'après l'allure des courbes qui sont presque identiques, on constate qu'aux alentours de 80 °C -120 °C, une perte de masse minimale relative à l'élimination de l'humidité, suivie de deux pertes de masse successives relatives à la thermodégradation des composites, cela est également mentionné dans les résultats des études de Gheith et al. [95], Nair et al. [96] et Puglia et al. [97]. Ainsi nous avons observé une stabilité thermique particulière selon les courbes ATG d'époxy/DPLF par rapport à la résine époxy vierge.

D'autre part, nous constatons que les composites époxy/DPLF 6 % (A1, A3 et A5) jouissent de plus de stabilité que ceux Epoxy/DPLF 10 % (A2, A4 et A6), et que le traitement chimique de la fibre confère une stabilité particulière au composite (Voir les courbes ATG des composites A3 et A4). Ces résultats sont en harmonie avec ceux obtenus par Zhang et al. [74]. Et afin de confirmer cette constatation, nous avons effectué un calcul de la masse résiduelle et dont les valeurs sont regroupées dans le Tableau IV.11, à titre d'exemple pour les valeurs des composites A3 et A5, on remarque que le traitement chimique confirme la stabilité thermique du composite qui est due à une bonne cohésion entre la matrice et la fibre DPLF traitée ; ces résultats viennent donc confirmer ceux obtenus à partir de l'absorption d'eau (2.2.2 Etude de l'absorption d'eau pour les composites Epoxy/ feuilles de palmier dattier), ainsi que ceux de l'étude mécanique (2.2.3 Etude mécanique des composites Epoxy/ feuilles de palmier dattier).

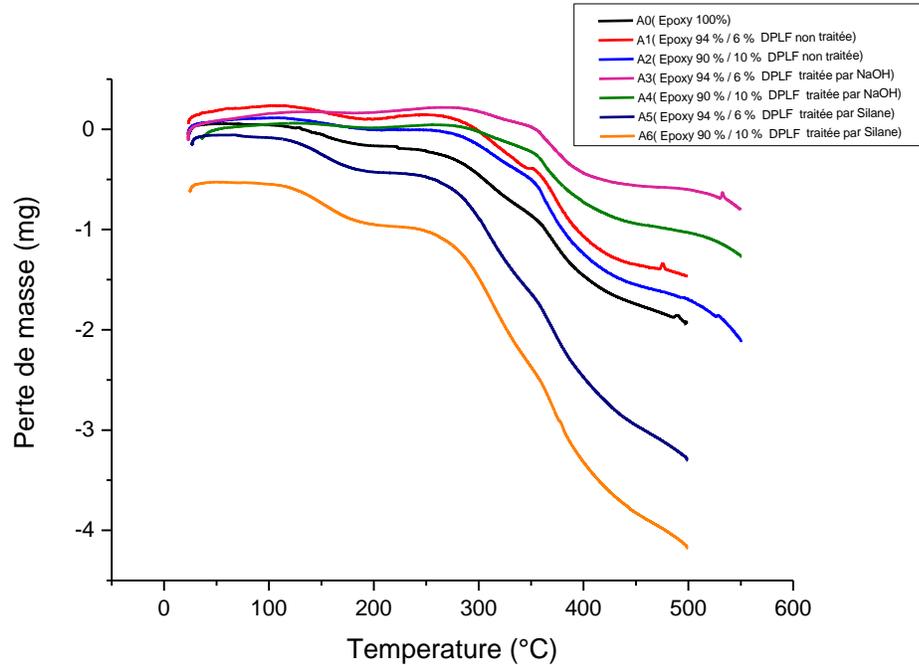


Figure IV. 30 : Thermogrammes ATG de l'époxy et des différents composites époxy/feuilles de palmier dattier.

Tableau IV. 11 : Masses résiduelles à la température de 250 °C et 475 ° des différents composites époxy/feuilles de palmier dattier.

Composites	à 250 °C		à 475 °C	
	$M_{rés}(mg)$	$M_{rés}(mg)$	$\frac{M_{rés}}{M_0} (\%)$	
A0	33.83	21	0.60	
A1	31.49	23.60	0.73	
A2	36.38	23.43	0.63	
A3	23.61	22.37	0.93	
A4	25.56	22.41	0.86	
A5	53.14	18.67	0.32	
A6	58.86	8.75	0.13	

2.2.6. Analyse calorimétrique différentielle DSC des composites Epoxy/ feuilles de palmier dattier

Une étude complémentaire à l'analyse thermogravimétrique, concernant l'analyse calorimétrique différentielle a été réalisée pour les composites époxy/ DPLF. La Figure IV.31 représente les courbes DSC des composites A0, A1, A3 et A5.

Le comportement des composites cités précédemment à travers l'étude thermique et calorifique montre une similitude des courbes avec des effets endothermiques et exothermiques. L'époxy vierge A0 présente un effet endothermique dont le maximum est à 240 °C, suivi d'un effet exothermique à 295 °C et un autre à 400 °C. Le composite A1 a une courbe similaire avec un déplacement des maximums des pics à l'échelle de la température. Pour les composites A3 et A5 dont le traitement de la fibre par NaOH et par silane, on remarque d'après les courbes, un déplacement du maximum du pic exo (le dernier pic) vers les valeurs élevées de la température aux alentours de 390 °C - 420 °C ce qui est probablement lié à la stabilité de la composition, résultat déjà obtenu précédemment par l'analyse thermogravimétrique ATG.

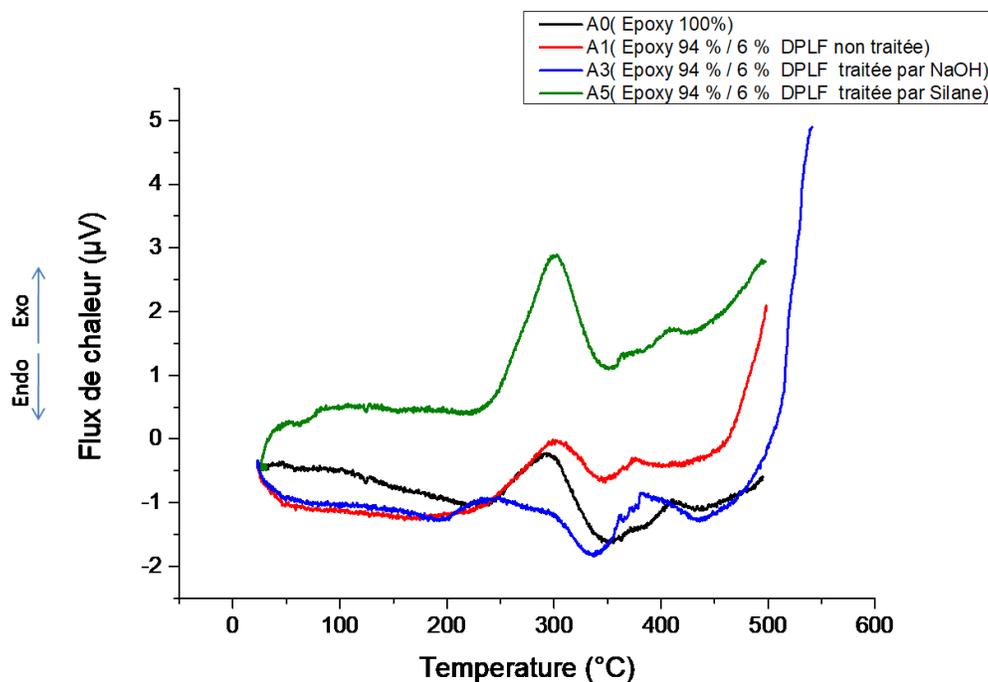


Figure IV. 31 : Thermogrammes DSC de l'époxy et des différents composites époxy/ feuilles de palmier dattier.

2.2.7. Analyse mécanique dynamique des composites Epoxy/ Feuilles de palmier dattier

Dans un but d'avoir un aperçu approfondi sur l'ensemble des propriétés mécaniques, une étude par DMA a été réalisée (Module de conservation E' , Module de pertes E'' et tangente delta δ). On remarque un déplacement de la courbe du module de conservation vers les valeurs supérieures de température pour les composites renfermant la fibre traitée (Voir Figure IV.32), et cela est confirmé par les travaux de Rajeshkumar et al. [78], on note la même constatation en ce qui concerne le module des pertes (E'') des composites A0, A1, A3 et A5 (Figure IV.33 b). Le maximum des courbes se déplace vers les valeurs supérieures de la température, ce qui nous amène à conclure que ces matériaux acquièrent une bonne conservation de l'énergie au fur et à mesure que la température augmente (Module des pertes). Tandis que sur les courbes de la tangente delta (δ) des composites A0, A1, A3 et A5 (Figure IV.33 c), on observe un déplacement du maximum vers les valeurs supérieures de la température.

En conclusion, tous les composites, à l'exception de la résine époxy, montrent une certaine élévation des valeurs des paramètres et un déplacement décroissant des modules au fur et à mesure de la croissance de la température.

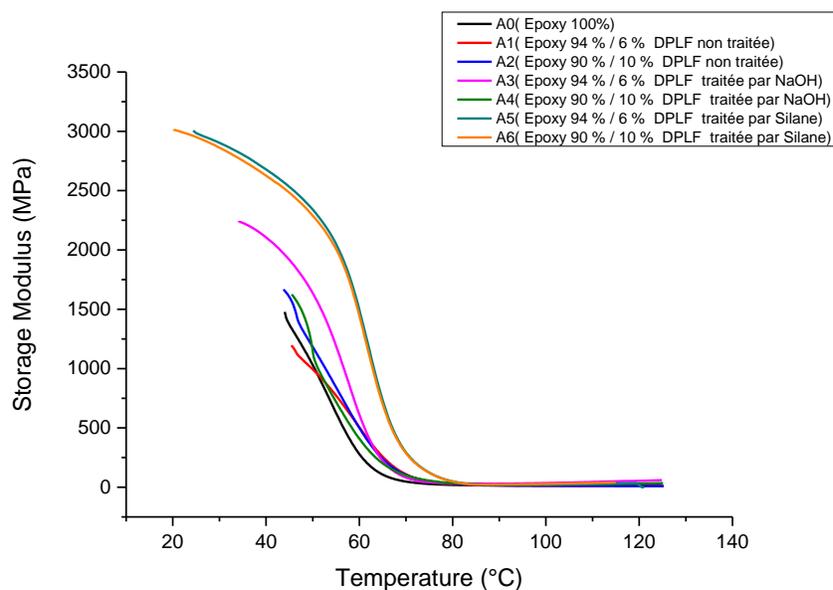


Figure IV. 32 : Module de conservation de l'époxy et des différents composites époxy / DPLF.

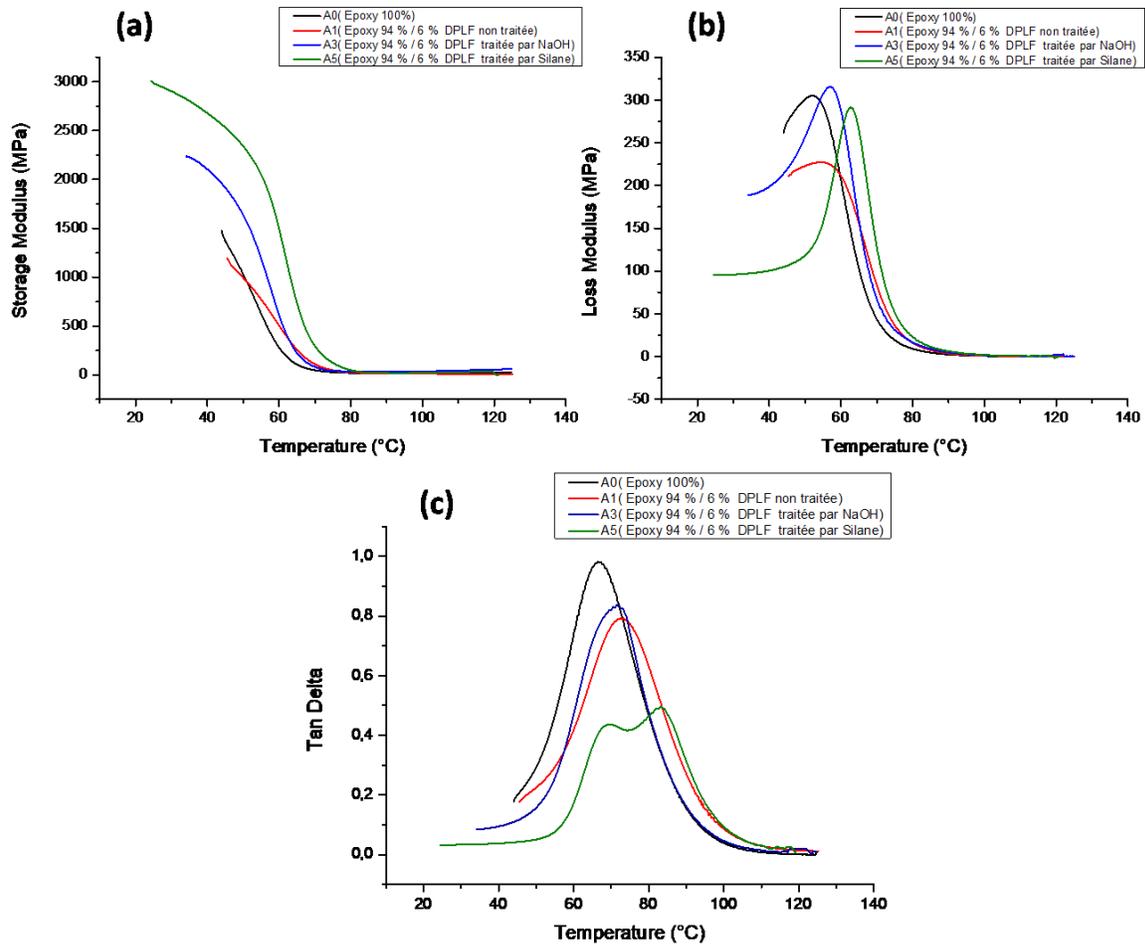


Figure IV. 33 : Paramètres dynamiques mécaniques (a) module de conservation, (b) module de perte, (c) tangente delta de l'époxy et des différents composites époxy / 6 % DPLF.

3. Composites hybrides Epoxy/DPLF/fibre de carbone et Epoxy/ feuilles d'olive/ fibre de carbone

Afin de mener à terme notre étude sur la résine époxy, en a eu recours à utiliser deux fibres, l'une naturelle à savoir la fibre DPLF ou les feuilles d'olive, et l'autre synthétique carbone-nano fibre afin de voir l'influence de ce dernier sur les propriétés des composites.

3.1. Spectroscopie FTIR et test d'absorption d'eau des composites Epoxy/ fibre hybride

L'étude par spectroscopie infrarouge est réalisée afin de confirmer l'existence des fibres naturelle et synthétique dans le composite, que l'on observe sur les spectres FTIR, une grande

analogie (existence des mêmes fréquences d'absorption sur les différents spectres), Figure IV.34, Figure IV.35.

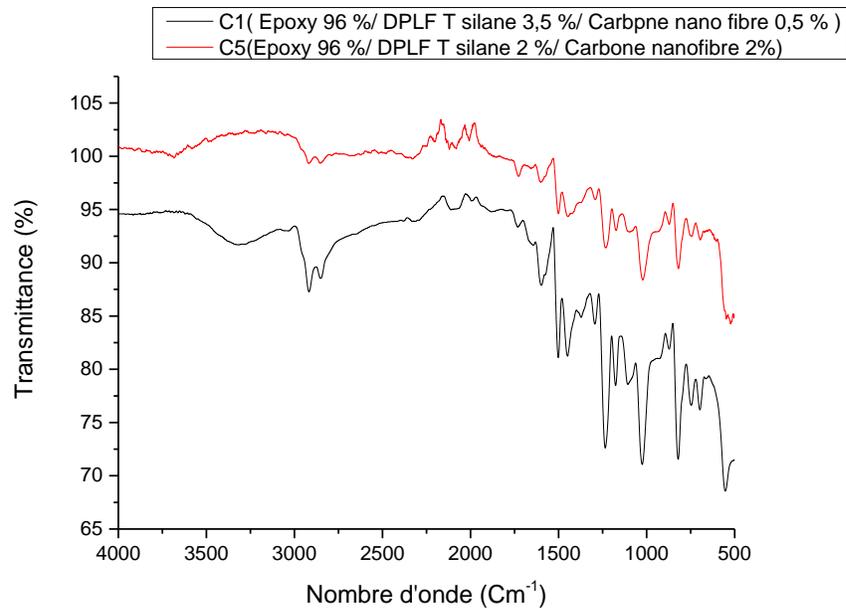


Figure IV. 34 : Spectres FTIR des composites hybrides époxy / feuilles de palmier dattier/ fibre de carbone.

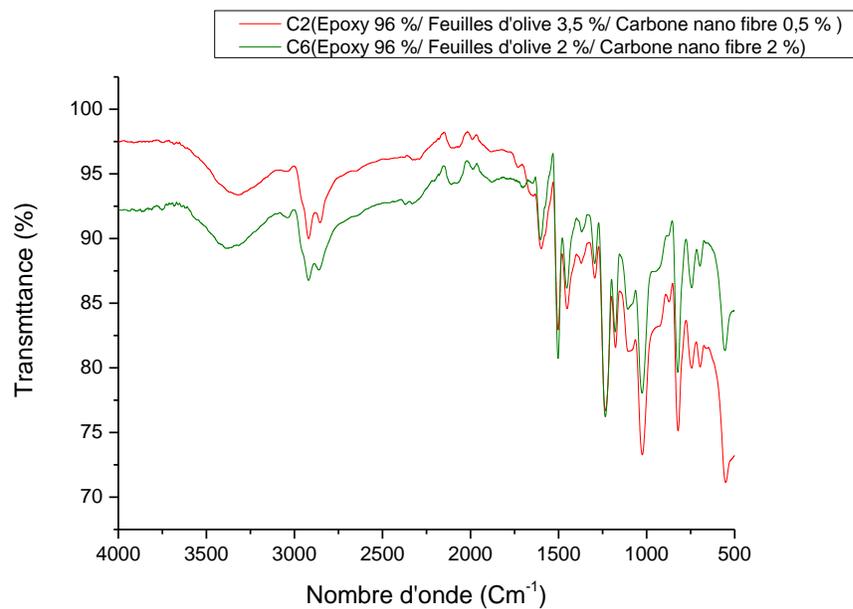


Figure IV. 35 : Spectres FTIR des composites hybrides époxy / feuilles d'olive / fibre de carbone.

Pour ce qui est de l'absorption d'eau, en remarque d'après la Figure IV.36 que le composite C5 présente une faible absorption lorsque la fibre DPLF est traitée au silane ainsi la présence de la fibre synthétique de carbone à 2 %. Chose qu'on a observée dans l'étude précédente (2.2.2 Etude de l'absorption d'eau pour les composites époxy/ feuilles de palmier dattier) qui a montré que le traitement au silane diminue la capacité d'absorption d'eau par le composite.

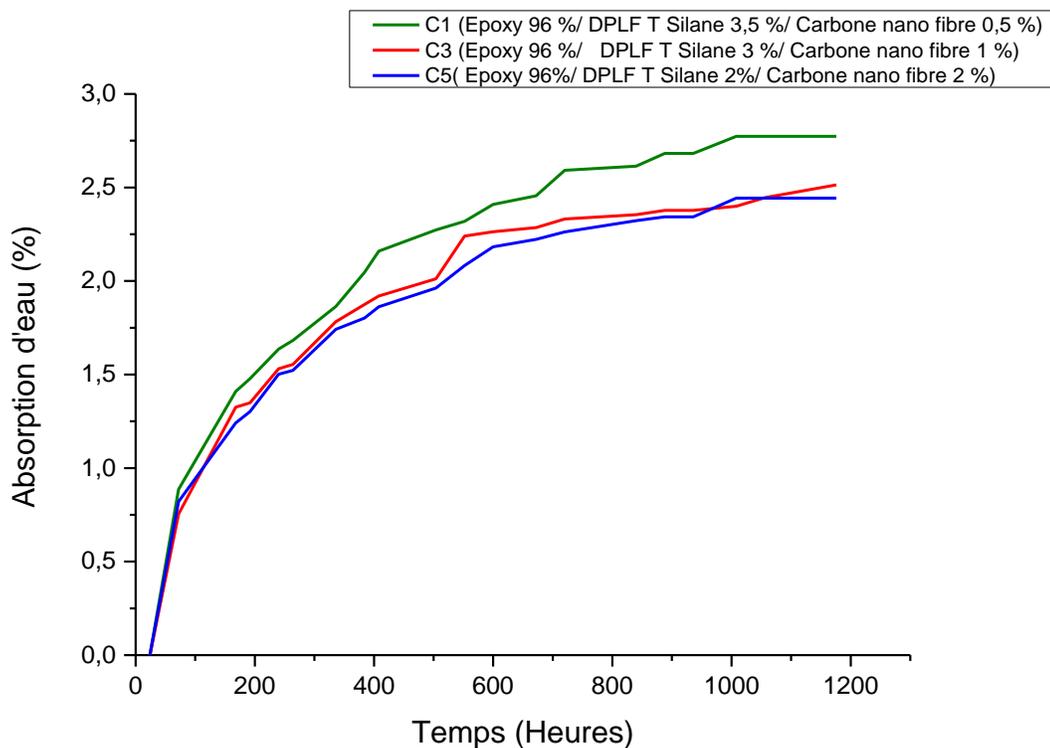


Figure IV. 36 : Courbes d'absorption d'eau des composites hybrides époxy / feuilles de palmier dattier/ fibre de carbone.

La même constatation est confirmée pour les composites époxy/ feuilles d'olive/ fibre de carbone. Figure IV.37, où la fibre synthétique du fait qu'une structure ordonnée qui s'associe à la matrice organique de la résine époxy donne une faible absorption d'eau pour le composite C6.

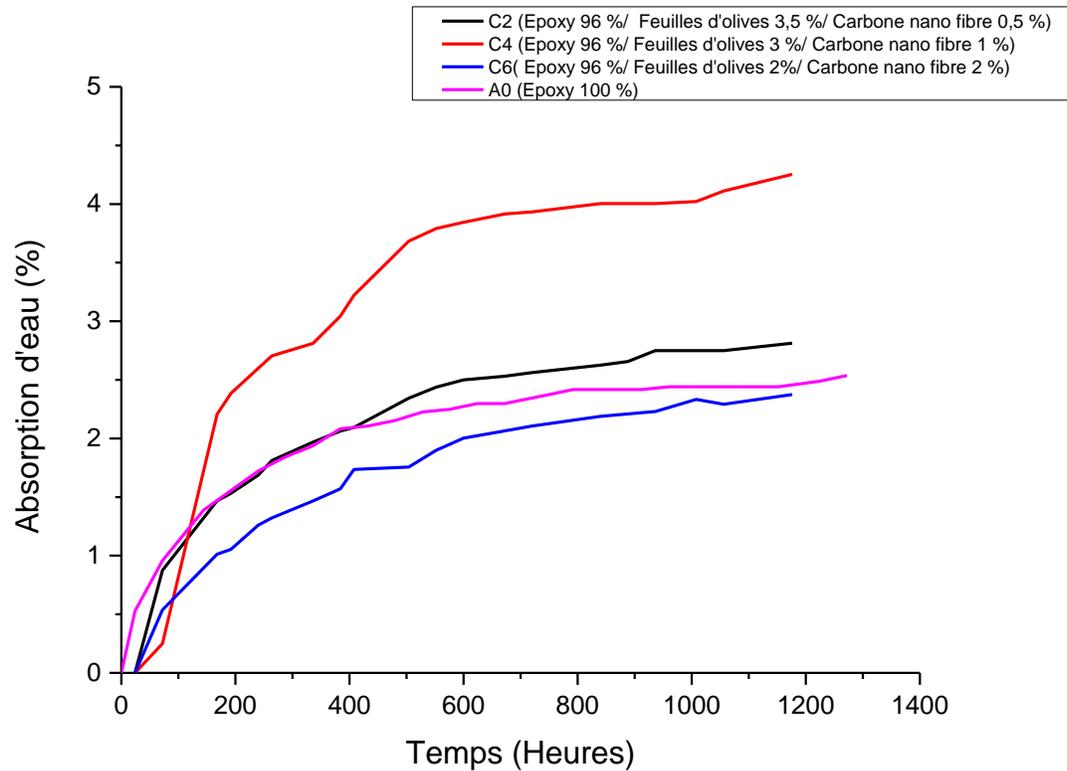


Figure IV. 37 : Courbes d'absorption d'eau des composites hybrides époxy / feuilles d'olive/ fibre de carbone.

Tests mécaniques des composites Epoxy/ fibre hybrides

Selon l'étude mécanique des composites C6 et surtout C5, on observe une augmentation de la résistance à la rupture (Figure IV.38), due à la présence de la fibre de carbone dans la structure, ce qui confirme les résultats obtenus dans l'étude de l'absorption d'eau; tandis que l'allongement à la rupture diminue à cause de la rigidité des compositions par adjonction de la fibre de carbone, (Figure IV.39).

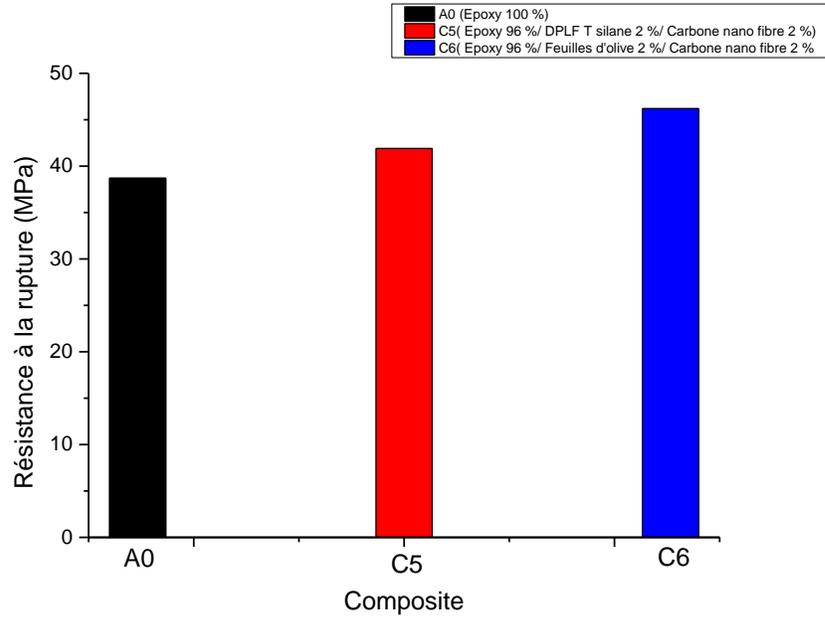


Figure IV. 38 : Evolution de la résistance à la rupture des composites hybrides époxy /fibre / fibre de carbone.

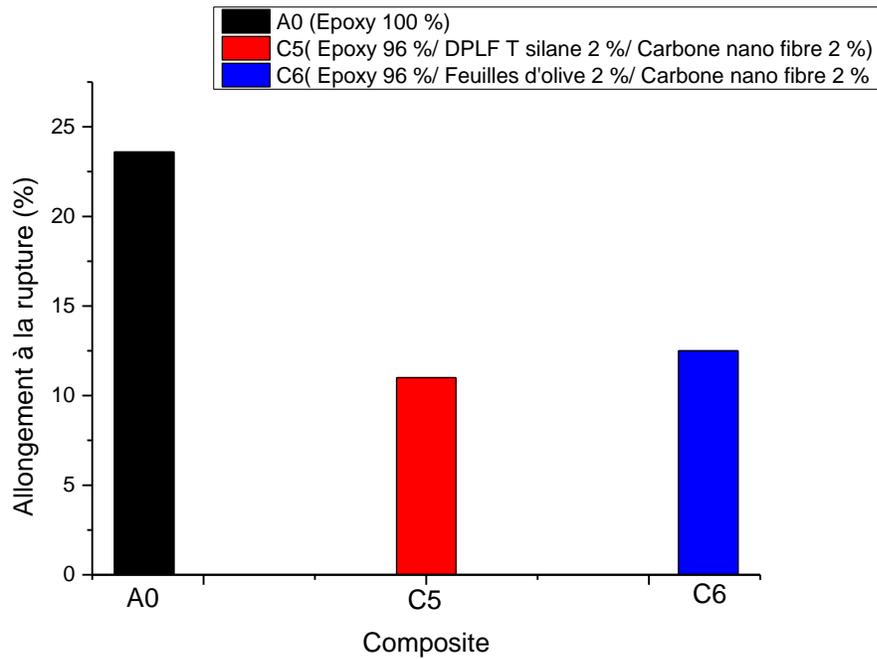


Figure IV. 39 : Evolution de l'allongement à la rupture des composites hybrides époxy /fibre / fibre de carbone.

3.2. Etude morphologique des composites Epoxy/ fibre hybride

D'après les micrographies MEB (Figure IV 40), il apparaît clairement que le composite C1 (micrographie a) présente peu de cavités et une bonne répartition de la fibre sur la matrice du polymère, même constatation relevée avec la fibre avec un taux de 6 % traitée au silane ; l'effet de l'addition du carbone nanofibre est amoindri , à l'encontre le composite C2 (micrographie b) renfermant la poudre des feuilles d'olive ; la micrographie présente des zones d'agglomération et beaucoup de cavités ainsi que des nœuds (vide moléculaire) qui influent sur l'homogénéité de la composition et donc une faible cohésion moléculaire avec la matrice organique. On remarque l'effet et la présence du carbone nanofibre sur la micrographie.

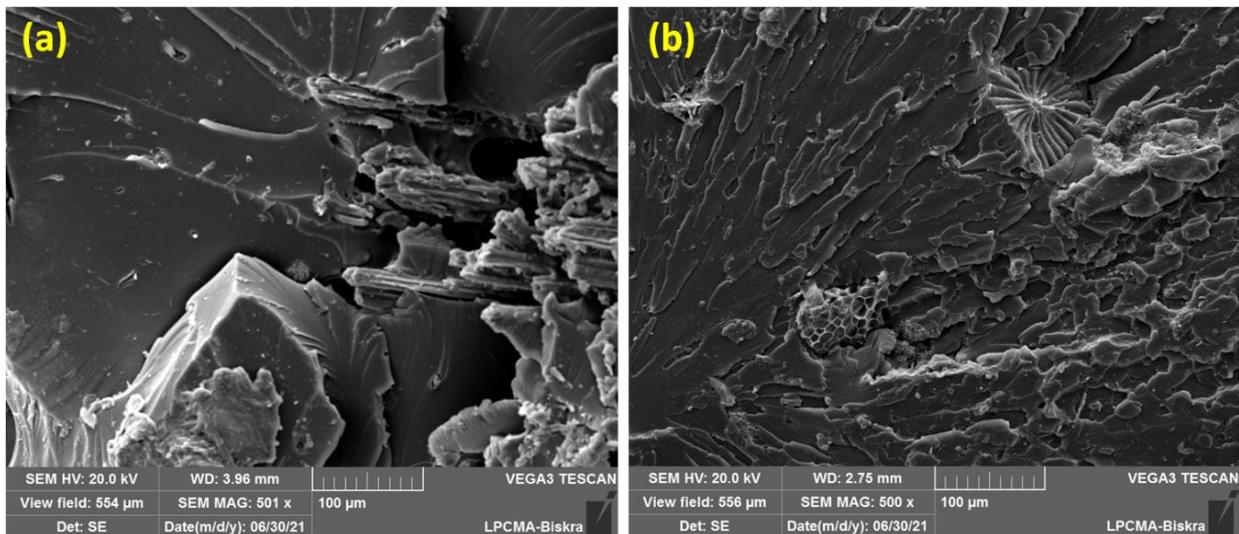


Figure IV. 40 : Micrographies MEB des composites époxy/ fibre hybride : (a) époxy 96%/ DPLF traitée par le silane 3.5 % / carbone nano fibre 0.5 %, (b) époxy 96% / feuilles d'olive 3.5 % / carbone nano fibre 0.5 %.

3.3. Analyses thermogravimétrique ATG et calorimétrique différentielle DSC des composites Epoxy/ fibre hybride

L'étude thermogravimétrique ATG des composites hybrides confirme les résultats trouvés dans l'étude de comportement mécanique où l'on observe une stabilité particulière du composite C5 déterminée par une lente dégradation (Figure IV.40). En effet, le carbone nano fibre fait accroître la stabilité du composite C5 ; du fait que le taux de la fibre synthétique incorporée dans la matrice du polymère lui confère une stabilité, traduite par une lente dégradation.

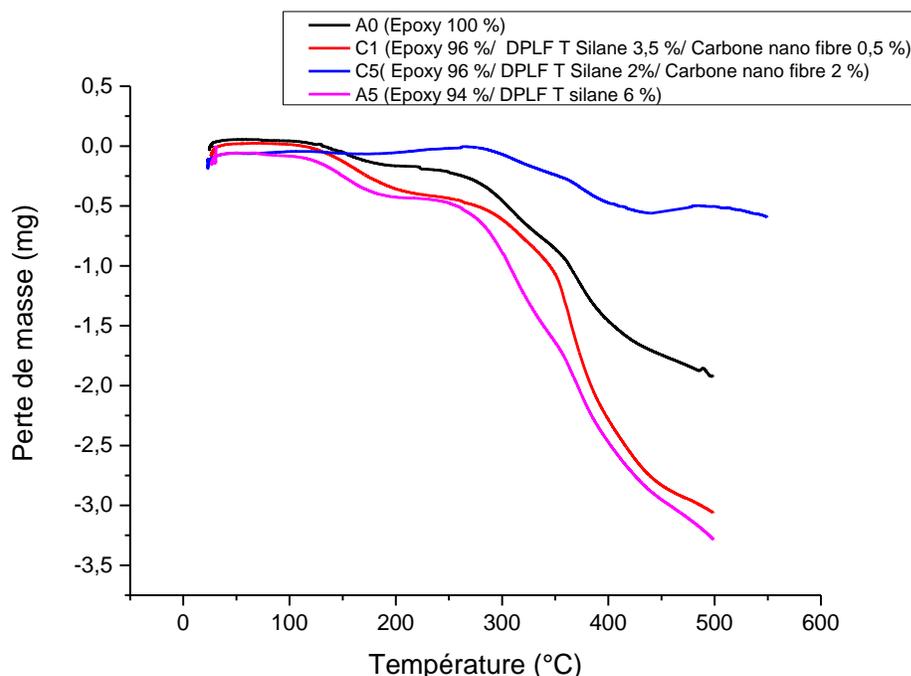


Figure IV. 41 : Thermogrammes ATG des composites époxy /fibre de palmier dattier / fibre de carbone.

De leur côté, les résultats de l'étude par la technique DSC des composites renfermant la fibre synthétique carbone nano fibre montrent une certaine similitude avec ceux de l'étude sur la fibre DPLF et les feuilles d'olive. En effet, nous observons les mêmes effets thermiques décelés (Figure IV.41) : un léger déplacement vers la température supérieure du pic exothermique dont le maximum est à 380 °C pour le composite C5 ; due à la présence de la fibre carbone nano.

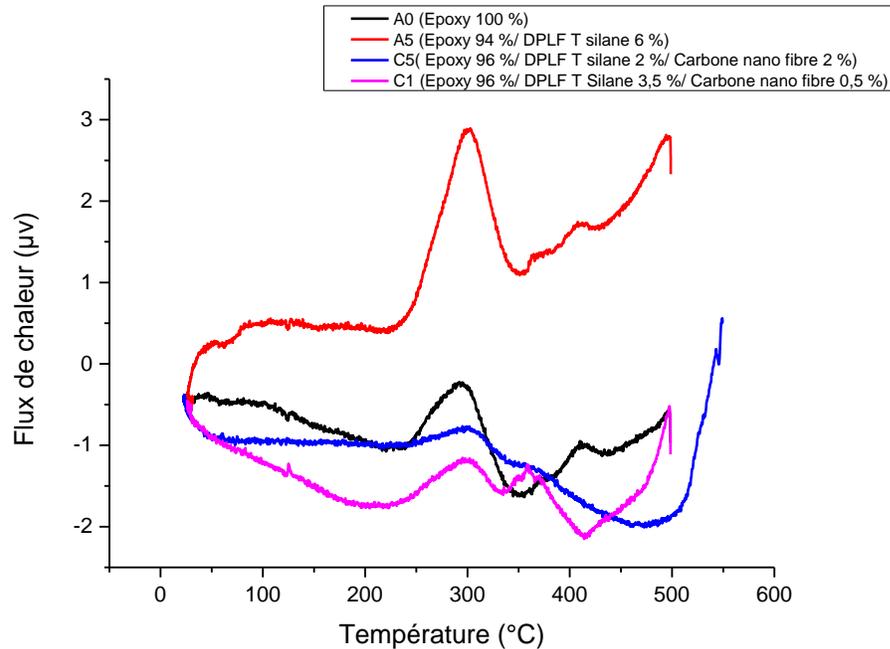


Figure IV. 42 : Thermogrammes DSC de composites époxy / fibre de palmier dattier / fibre de carbone.

3.4. Analyse mécanique dynamique des composites Epoxy/ fibre hybride

Dans le but d'évaluer l'effet de la fibre synthétique carbone nano fibre sur la structure du composite, nous avons réalisé une étude mécanique dynamique des composites à base de feuilles d'olive (composites A0, C2, C4 et C6) et à base de fibre DPLF traitée au silane (composites A0, C1, C3 et C5). Les courbes du module de conservation et celles du module des pertes ainsi que les courbes de la tangente delta sont illustrées sur les figures (Figure IV.42, Figure IV.43, Figure IV.44).

L'étude des composites A0, C1, C3 et C5 concernant la fibre DPLF associée au carbone nano fibre illustre que le module de conservation pris à 60 °C augmente de 254 ,13 MPa à 10308,88 MPa avec l'augmentation du taux de la fibre synthétique (Tableau IV.12). Par conséquent, le module des pertes (le maximum sur la courbe) diminue de 304,61 MPa à 273, 84 MPa (Tableau IV.13) ce qui nous emmène à affirmer que le matériau composite renfermant un taux de carbone nano fibre ne dépassant pas les 1 % possède de bonnes capacités de conservation de l'énergie ce qui améliore ces propriétés, néanmoins cette conservation diminue lorsque le taux dépasse 1%.

Tableau IV. 12 : Module de conservation des composites époxy/ DPLF traitée au silane/ carbone nano fibre à 60 °C

Composites	A0	C1	C3	C5
Module de conservation (MPa)	254.13	10308.88	10308.88	864.66

Tableau IV. 13 : Module des pertes des composites époxy/ DPLF traitée au silane/ carbone nano fibre.

Composites	A0	C1	C3	C5
Module de perte (MPa)	304.61	248.05	273.84	153086

D'autre part, les résultats obtenus par l'étude des composites A0, C2, C4 et C6 concernant la fibre de feuilles d'olive associée au carbone nano fibre sont regroupés dans les tableaux (IV.14 et IV.15). En effet, ces résultats illustrent que l'incorporation de la fibre synthétique carbone nano fibre dans la matrice époxy fait augmenter le module de conservation calculé à 60 °C, d'où il passe de la valeur 254,13 MPa (A0 résine époxy vierge) à la valeur 1493,80 MPa (C2 carbone nano fibre 1%) (Tableau IV.14), cette conservation de l'énergie du matériau nous emmène à affirmer que la structure du composite est compacte et qu'il y a une bonne distribution des fibres dans la matrice. Par conséquent, le module des pertes (le maximum sur la courbe) diminue de 304.61 MPa à 156.85 MPa (Tableau IV.15), d'où en remarque que ce résultat est similaire à celui obtenu précédemment concernant les composites époxy/DPLF/carbone nano fibre.

Tableau IV. 14 : Module de conservation des composites époxy/ feuilles d'olive/ carbone nano fibre à 60 °C.

Composites	A0	C2	C4	C6
Module de conservation (MPa)	254.13	1493.80	762.39	1096.86

Tableau IV. 15 : Module des pertes des composites époxy/ feuilles d'olive / carbone nano fibre.

Composites	A0	C2	C4	C6
Module de perte (MPa)	304.61	255.03	156.85	216.40

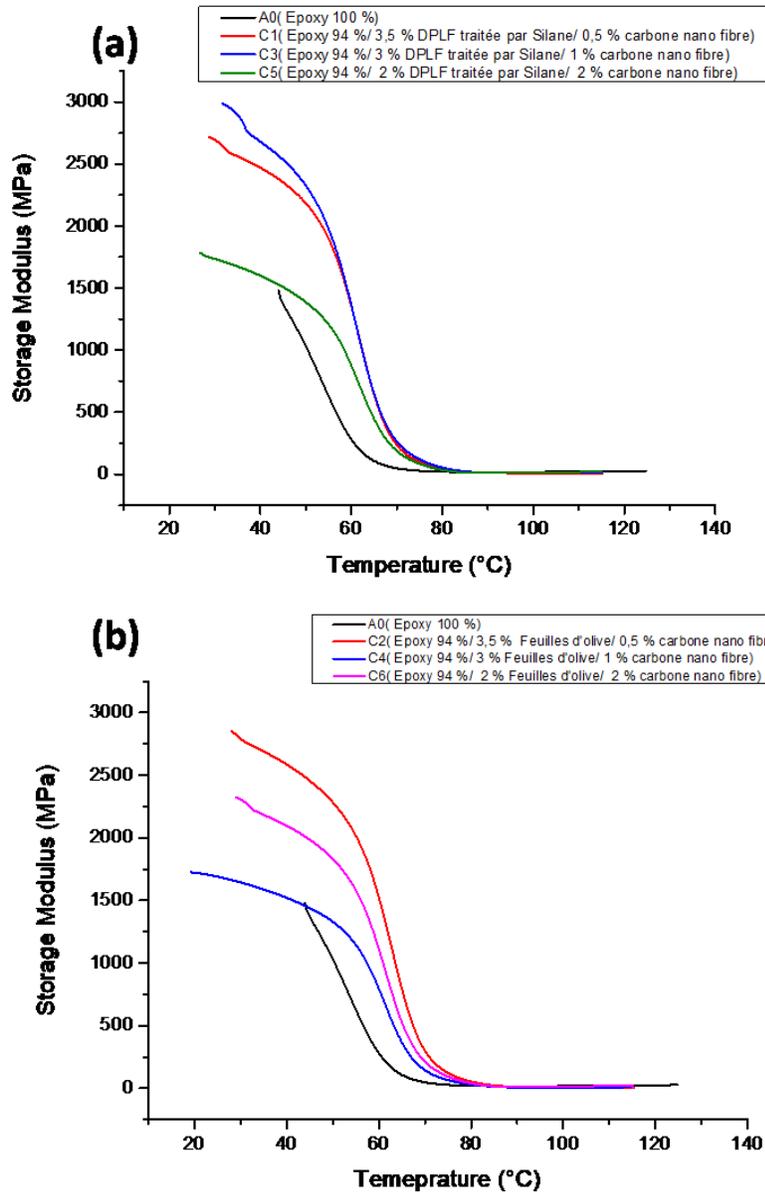


Figure IV. 43 : Module de conservation de (a) composites époxy/ DPLF traitée au silane/ carbone nano fibre , (b) composites époxy/ feuilles d'olive/ carbone nano fibre.

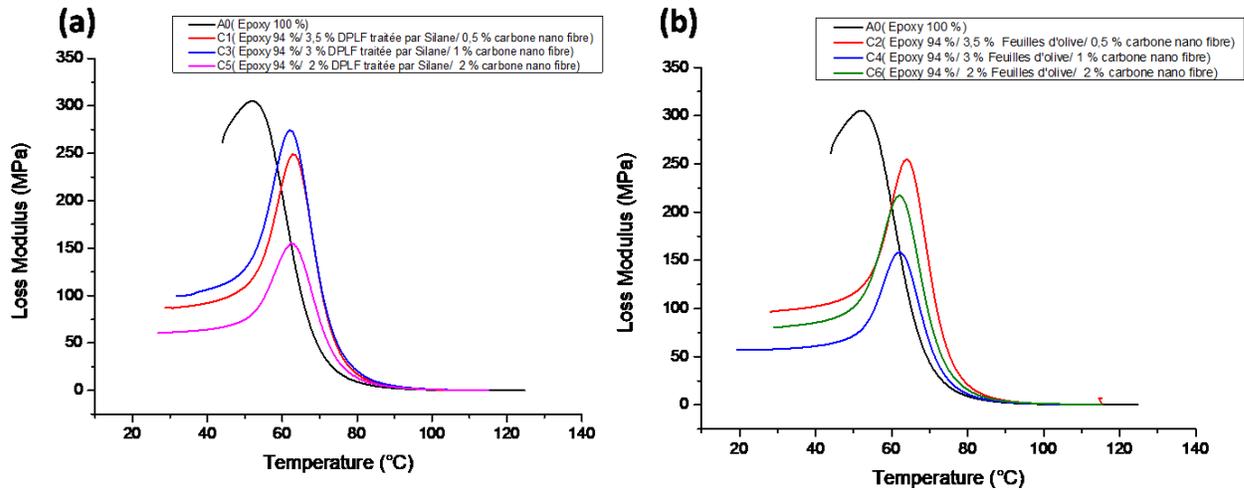


Figure IV. 44 : Module de perte de (a) composites époxy/ DPLF traitée au silane/ carbone nano fibre , (b) composites époxy/ feuilles d'olive/ carbone nano fibre

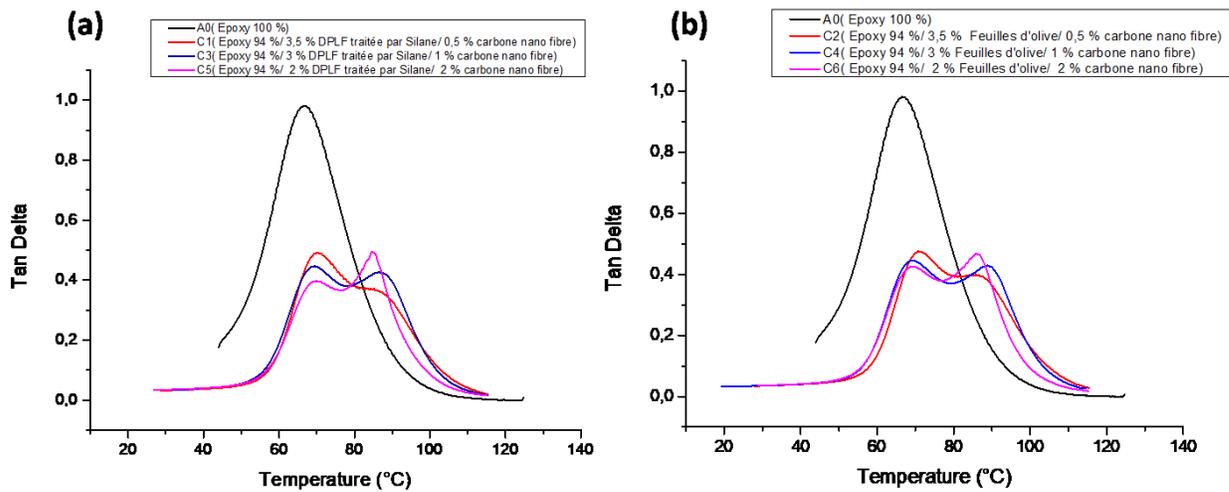


Figure IV. 45 : Tan Delta (a) composites époxy/ DPLF traitée au silane/ carbone nano fibre , (b) composites époxy/ feuilles d'olive/ carbone nano fibre.

Conclusion générale

Conclusion générale

Cette étude est consacré à l'élaboration de nouveaux matériaux composites à base de résine époxy et de polyester insaturé renforcée par des feuilles d'olivier et de palmier dattier, avec des taux de 6 et 10 % en masse, afin d'améliorer les propriétés de ces polymères et valoriser les déchets locaux une fois associée à ces polymères et afin d'obtenir une amélioration de l'affinité et l'adhésion du polyester insaturé et de la résine époxy aux fibres de DPLF on a eu recours à l'utilisation de deux types de traitement : (traitement par une solution alcaline de NaOH et traitement avec un agent de couplage le 3-(triméthoxysilyl) propyl méthacrylate silane). En plus, l'utilisation de plusieurs techniques de caractérisation sur les différents composites élaborés c'est avéré nécessaire.

Dans une première étape, nous avons étudié l'effet des feuilles d'olivier et des feuilles de palmier dattier sur les propriétés du polyester insaturé, et on a abouti à plusieurs résultats parmi lesquels on cite à titre d'exemple :

- La résistance à la rupture augmente du polyester insaturé au composite 6 % en masse (UP/feuille d'olivier), d'autre part l'allongement à la rupture décroît.
- L'analyse thermogravimétrique et l'analyse calorimétrique ont montré que le composite à taux de 6 % en masse (UP/feuille d'olivier) était le plus stable.
- L'étude de l'absorption d'eau par les différents composites UP/DPLF a montré que le traitement chimique favorise certaines associations intermoléculaires avec l'eau, ce qui rend le composite sensible à cette substance.
- Les résultats de l'étude mécanique montrent un comportement mécanique favorable pour les composites UP contenant 6 % et 10 % de fibres DPLF, avec un traitement alcalin NaOH et au Silane, ce qui est également confirmé par l'étude morphologique.
- Le traitement chimique de DPLF avec la solution alcaline et le silane confère aux composites UP/DPLF a montré une stabilité thermique convaincante par rapport à ceux dont la fibre n'a pas été traitée.

- L'étude de l'analyse mécanique dynamique a confirmée que le module de stockage augmente lorsque le composite UP/DPLF contient 10% de DPLF traité et non traité. Le module de perte montre l'effet de la fibre sur les propriétés du composite.

Dans la deuxième étape de cette étude, nous avons cherché à comprendre l'effet des feuilles d'olivier et des feuilles de palmier dattier sur les propriétés de la résine époxy et on a obtenu à titre d'exemple les résultats suivants :

- L'absorption d'eau s'élève avec l'augmentation du taux de la fibre dans le composite époxy/feuilles d'olive.
- La résistance à la rupture diminue lorsque le taux de fibre croît dans la structure, alors que l'allongement à la rupture décroît en passant de 6 à 10 % en masse. Ce résultat est confirmé par l'étude morphologique des composites et par l'analyse mécanique dynamique.
- Les composites époxy/DPLF traités chimiquement avec du NaOH et du silane, absorbent de l'eau à une moindre échelle.
- D'après les résultats de la résistance à la rupture des composites époxy/DPLF, on peut constater que le taux adéquat est de 6% de fibre DPLF.
- L'étude morphologique a montré que le traitement chimique confère une meilleure cohésion avec la matrice époxy.
- L'analyse thermogravimétrique et l'analyse calorimétrique ont montré que le traitement chimique de la fibre confère une stabilité particulière au composite.
- L'analyse mécanique dynamique a montré que les composites époxy/ DPLF 6 % en masse ont acquis une bonne conservation de l'énergie avec l'augmentation de la température.

Et afin de compléter notre étude sur la résine époxy, nous avons eu recours à l'utilisation de deux fibres, l'une naturelle à savoir la fibre DPLF ou de feuilles d'olivier, l'autre synthétique de type carbone-nano fibre, on a obtenu les principaux résultats suivants :

- Les composites époxy/fibre/fibre de carbone ont une faible absorption d'eau. De plus, la résistance à la rupture augmente dans ces composites, et l'allongement à la rupture diminue.
- Le carbone nano fibre augmente la dégradation du composite époxy/ fibre/ carbone nano fibre.

Enfin, d'autres dimensions de notre thème non étudiées dans la présente recherche peuvent être réalisées par l'auteur ou par d'autres chercheurs postérieurement, tel que l'étude de la diffraction des rayons X (DRX) pour la fibre et le composite et une éventuelle recherche comparative entre les composites polyester insaturé/fibre et époxy/ fibre.

Références bibliographiques

Références

- [1] A. Bîrcă, O. Gherasim, V. Grumezescu, et A. M. Grumezescu, « Introduction in thermoplastic and thermosetting polymers », in *Materials for Biomedical Engineering*, Elsevier, 2019, p. 1-28.
- [2] Y. Lin, S. Jiang, Y. Hu, G. Chen, X. Shi, et X. Peng, « Hybrids of aluminum hypophosphite and ammonium polyphosphate: highly effective flame retardant system for unsaturated polyester resin », *Polymer Composites*, vol. 39, n° 5, p. 1763-1770, 2018.
- [3] K. Dai, L. Song, et Y. Hu, « Study of the flame retardancy and thermal properties of unsaturated polyester resin via incorporation of a reactive cyclic phosphorus-containing monomer », *High Performance Polymers*, vol. 25, n° 8, p. 938-946, 2013.
- [4] T. Ahmad, O. Mamat, et R. Ahmad, « Studying the effects of adding silica sand nanoparticles on epoxy based composites », *Journal of Nanoparticles*, vol. 2013, 2013.
- [5] T. Ahmad *et al.*, « Effect of Thal silica sand nanoparticles and glass fiber reinforcements on epoxy-based hybrid composite », *Iranian Polymer Journal*, vol. 24, n° 1, p. 21-27, 2015.
- [6] T. Ahmad *et al.*, « Improvement in mechanical and thermal properties of unsaturated polyester-based hybrid composites », *Iranian Polymer Journal*, vol. 26, n° 4, p. 305-311, 2017.
- [7] B. A. Alshammari, N. Saba, M. D. Alotaibi, M. F. Alotibi, M. Jawaid, et O. Y. Alothman, « Evaluation of mechanical, physical, and morphological properties of epoxy composites reinforced with different date palm fillers », *Materials*, vol. 12, n° 13, p. 2145, 2019.
- [8] V. L. Narayana, L. B. Rao, et S. B. R. Devireddy, « Effect of Fiber Percentage and Stacking Sequence on Mechanical Performance of Unidirectional Hemp and Palmyra Reinforced Hybrid Composites. », *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, vol. 30, 2020.
- [9] A. N. Oumer et D. Bachtiar, « Modeling and experimental validation of tensile properties of sugar palm fiber reinforced high impact polystyrene composites », *Fibers and Polymers*, vol. 15, n° 2, p. 334-339, 2014.
- [10] S. Maou, A. Meghezzi, N. Nebbache, et Y. Meftah, « Mechanical, morphological, and thermal properties of poly (vinyl chloride)/low-density polyethylene composites filled with date palm leaf fiber », *Journal of Vinyl and Additive Technology*, vol. 25, n° s2, p. E88-E93, 2019.
- [11] F. Gehring, « Étude du comportement mécanique et de l'endommagement de composites thermoplastiques renforcés de fibres courtes de chanvre: approche expérimentale et modélisation », Université de Lorraine, 2013.
- [12] C. Aubineau, R. Audebert, et G. Champetier, *Les polymères organiques*. Presses universitaires de France, 1974.
- [13] C. Hall, *Polymer materials: an introduction for technologists and scientists*. Macmillan International Higher Education, 2017.
- [14] M. Fontanille et Y. Gnanou, *Chimie et physico-chimie des polymères*, vol. 386. Dunod Paris, 2002.
- [15] Y. Chen, M. Li, P. Payamyar, Z. Zheng, J. Sakamoto, et A. D. Schlüter, « Room temperature synthesis of a covalent monolayer sheet at air/water interface using a shape-persistent photoreactive amphiphilic monomer », *ACS Macro Letters*, vol. 3, n° 2, p. 153-158, 2014.
- [16] J. W. Colson et W. R. Dichtel, « Rationally synthesized two-dimensional polymers », *Nature chemistry*, vol. 5, n° 6, p. 453-465, 2013.

- [17] P. Weiss, « La chimie des polymères », *Université Médicale Virtuelle Francophone*, 2010.
- [18] S. Jouenne, « option chimie et physicochimie des polymères », Thèse de Doctorat, Université Pierre et Marie Curie, 2005.
- [19] A. Rudin et P. Choi, *The elements of polymer science and engineering*. Academic press, 2012.
- [20] K. D. Van, *Properties of polymers*. New York: Elsevier, 1976.
- [21] A. Noshay et J. E. McGrath, « Block copolymers: overview and critical survey », 2013.
- [22] C. D. Sfatos, A. M. Gutin, et E. I. Shakhnovich, « Phase diagram of random copolymers », *Physical Review E*, vol. 48, n° 1, p. 465, 1993.
- [23] R. Chandra et R. Rustgi, « Biodegradable polymers », *Progress in polymer science*, vol. 23, n° 7, p. 1273-1335, 1998.
- [24] J. Giboz, T. Copponnex, et P. Mélé, « Microinjection molding of thermoplastic polymers: a review », *Journal of micromechanics and microengineering*, vol. 17, n° 6, p. R96, 2007.
- [25] K. F. Adekunle, « A review of vegetable oil-based polymers: synthesis and applications », 2015.
- [26] Y.-L. Liu et T.-W. Chuo, « Self-healing polymers based on thermally reversible Diels–Alder chemistry », *Polymer Chemistry*, vol. 4, n° 7, p. 2194-2205, 2013.
- [27] R. Bhola, S. M. Bhola, H. Liang, et B. Mishra, « Biocompatible denture polymers-a review », *Trends Biomater Artif Organs*, vol. 23, n° 3, p. 129-136, 2010.
- [28] F. Dubois, « Elaboration et caractérisations électro-optique et diélectrique de composites à cristaux liquides ferroélectriques dispersés dans une matrice polymère », 2004.
- [29] H.-H. Kausch, N. Heymans, C. J. Plummer, et P. Decroly, *Matériaux polymères: propriétés mécaniques et physiques*, vol. 14. PPUR presses polytechniques, 2001.
- [30] M. A. Masuelli, « Introduction of fibre-reinforced polymers– polymers and composites: concepts, properties and processes », in *Fiber reinforced polymers-the technology applied for concrete repair*, IntechOpen, 2013.
- [31] M. B. Hoque, M. Z. I. Mollah, M. R. I. Faruque, M. A. Hannan, et R. A. Khan, « Review on the Mechanical Properties of Pineapple Leaf Fiber (PALF) Reinforced Epoxy Resin Based Composites », *Polymer*, vol. 14, n° 15, p. 16-17, 2021.
- [32] H. E. Meijer et L. E. Govaert, « Mechanical performance of polymer systems: The relation between structure and properties », *Progress in polymer science*, vol. 30, n° 8-9, p. 915-938, 2005.
- [33] S. Mazumdar, *Composites manufacturing: materials, product, and process engineering*. CrC press, 2001.
- [34] M. Rahman, S. Ramakrishna, J. R. S. Prakash, et D. C. G. Tan, « Machinability study of carbon fiber reinforced composite », *Journal of materials processing technology*, vol. 89, p. 292-297, 1999.
- [35] A. Arabpour, A. Shockravi, H. Rezaia, et R. Farahati, « Investigation of anticorrosive properties of novel silane-functionalized polyamide/GO nanocomposite as steel coatings », *Surfaces and Interfaces*, vol. 18, p. 100453, 2020.
- [36] S. Zheng *et al.*, « Waterborne bio-based epoxy coatings for the corrosion protection of metallic substrates », *Progress in Organic Coatings*, vol. 136, p. 105265, 2019.
- [37] R. Hsissou, R. Seghiri, Z. Benzekri, M. Hilali, M. Rafik, et A. Elharfi, « Polymer composite materials: A comprehensive review », *Composite structures*, vol. 262, p. 113640, 2021.

- [38] J. Vilfayeau, « Modélisation numérique du procédé de tissage des renforts fibreux pour matériaux composites », INSA de Lyon, 2014.
- [39] L. Gornet, « Généralités sur les matériaux composites », 2008.
- [40] J.-M. Berthelot et F. F. Ling, *Composite materials: mechanical behavior and structural analysis*, vol. 435. Springer, 1999.
- [41] A. Elouaer, « Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales », Reims, 2011.
- [42] D. K. Rajak, D. D. Pagar, P. L. Menezes, et E. Linul, « Fiber-reinforced polymer composites: Manufacturing, properties, and applications », *Polymers*, vol. 11, n° 10, p. 1667, 2019.
- [43] R. Kamila, « Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles », Boumerdès, 2015.
- [44] M. N. Rana, M. N. Islam, S. K. Nath, A. K. Das, M. Ashaduzzaman, et M. I. Shams, « Influence of chemical additive on the physical and mechanical properties of cement-bonded composite panels made from jute stick », *Journal of Building Engineering*, vol. 31, p. 101358, 2020.
- [45] H. Altenbach, J. Altenbach, W. Kissing, et H. Altenbach, *Mechanics of composite structural elements*. Springer, 2004.
- [46] P. K. Mallick, *Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design*. CRC press, 2007.
- [47] X. Li, L. G. Tabil, et S. Panigrahi, « Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: a review », *Journal of Polymers and the Environment*, vol. 15, n° 1, p. 25-33, 2007.
- [48] G. Yang, M. Park, et S.-J. Park, « Recent progresses of fabrication and characterization of fibers-reinforced composites: A review », *Composites Communications*, vol. 14, p. 34-42, 2019.
- [49] T. P. Sathishkumar, J. and Naveen, et S. Satheeshkumar, « Hybrid fiber reinforced polymer composites—a review », *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 33, n° 5, p. 454-471, 2014.
- [50] F. Erich, G. Antonios, et H. Michel, « Carbon fibres and their composites », *High Temperatures and High Pressures, London*, vol. 16, p. 363-392, 1984.
- [51] L. Mohammed, M. N. Ansari, G. Pua, M. Jawaid, et M. S. Islam, « A review on natural fiber reinforced polymer composite and its applications », *International Journal of Polymer Science*, vol. 2015, 2015.
- [52] A. Ticoalu, T. Aravinthan, et F. Cardona, « A review of current development in natural fiber composites for structural and infrastructure applications », in *Proceedings of the southern region engineering conference (SREC 2010)*, 2010, p. 113-117.
- [53] Hm. Akil, M. F. Omar, A. M. Mazuki, S. Safiee, Z. M. Ishak, et A. A. Bakar, « Kenaf fiber reinforced composites: A review », *Materials & Design*, vol. 32, n° 8-9, p. 4107-4121, 2011.
- [54] S. Taj, M. A. Munawar, et S. Khan, « Natural fiber-reinforced polymer composites », *Proceedings-Pakistan Academy of Sciences*, vol. 44, n° 2, p. 129, 2007.
- [55] J. Holbery et D. Houston, « Natural-fiber-reinforced polymer composites in automotive applications », *Jom*, vol. 58, n° 11, p. 80-86, 2006.
- [56] Y. Swolfs, L. Gorbatikh, et I. Verpoest, « Fibre hybridisation in polymer composites: A review », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 67, p. 181-200, 2014.

- [57] Y. Li, Y.-W. Mai, et L. Ye, « Sisal fibre and its composites: a review of recent developments », *Composites science and technology*, vol. 60, n° 11, p. 2037-2055, 2000.
- [58] M. R. Sanjay et B. Yogesha, « Studies on natural/glass fiber reinforced polymer hybrid composites: an evolution », *Materials today: proceedings*, vol. 4, n° 2, p. 2739-2747, 2017.
- [59] M. K. Gupta et R. K. Srivastava, « Mechanical properties of hybrid fibers-reinforced polymer composite: A review », *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, vol. 55, n° 6, p. 626-642, 2016.
- [60] R. Kamila, « Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles », Boumerdès, 2015.
- [61] J.-M. Berthelot, « Mécanique des matériaux et structures composites », *Institut Supérieur des Matériaux et Mécaniques Avancés*, 2010.
- [62] N. Karthi, K. Kumaresan, S. Sathish, S. Gokulkumar, L. Prabhu, et N. Vigneshkumar, « An overview: Natural fiber reinforced hybrid composites, chemical treatments and application areas », *Materials today: proceedings*, vol. 27, p. 2828-2834, 2020.
- [63] A. L. Naidu, V. Jagadeesh, et M. R. Bahubalendruni, « A review on chemical and physical properties of natural fiber reinforced composites », *Journal of Advanced Research in Engineering and Technology*, vol. 8, n° 1, p. 56-68, 2017.
- [64] A. K. Mohanty, M. Misra, et L. T. Drzal, « Surface modifications of natural fibers and performance of the resulting biocomposites: An overview », *Composite interfaces*, vol. 8, n° 5, p. 313-343, 2001.
- [65] D. Sedan, « Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment: influence sur les propriétés mécaniques du composite », Limoges, 2007.
- [66] R. A. Young, « Processing of agro-based resources into pulp and paper », *Paper and composites from agro-based resources*. Eds. Rowell, RM, Young, RA, Rowell, JK CRC Lewis Publishers, Boca Raton, FL, p. 137-245, 1997.
- [67] R. Moya et D. Camacho, « Production of natural fiber obtained from the leaves of pineapple plants (*Ananas comosus*) cultivated in Costa Rica », in *Biomass and Bioenergy*, Springer, 2014, p. 111-124.
- [68] J. Gassan et A. K. Bledzki, « Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxy composites by alkali treatment of fibres », *Composites Science and Technology*, vol. 59, n° 9, p. 1303-1309, 1999.
- [69] A. Jähn, M. W. Schröder, M. Fütting, K. Schenzel, et W. Diepenbrock, « Characterization of alkali treated flax fibres by means of FT Raman spectroscopy and environmental scanning electron microscopy », *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, vol. 58, n° 10, p. 2271-2279, 2002.
- [70] G. Bogoeva-Gaceva et al., « Natural fiber eco-composites », *Polymer composites*, vol. 28, n° 1, p. 98-107, 2007.
- [71] H. N. Dhakal, Z. and Zhang, et M. O. Richardson, « Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites », *Composites science and technology*, vol. 67, n° 7-8, p. 1674-1683, 2007.
- [72] J. George, M. S. Sreekala, et S. Thomas, « A review on interface modification and characterization of natural fiber reinforced plastic composites », *Polymer Engineering & Science*, vol. 41, n° 9, p. 1471-1485, 2001.

- [73] T. A. Negawo, Y. Polat, F. N. Buyuknalçaci, A. Kilic, N. Saba, et M. Jawaid, « Mechanical, morphological, structural and dynamic mechanical properties of alkali treated Ensete stem fibers reinforced unsaturated polyester composites », *Composite Structures*, vol. 207, p. 589-597, 2019.
- [74] K. Zhang, F. Wang, W. Liang, Z. Wang, Z. Duan, et B. Yang, « Thermal and mechanical properties of bamboo fiber reinforced epoxy composites », *Polymers*, vol. 10, n° 6, p. 608, 2018.
- [75] Y. Meftah, M. Tayefi, F. Fellouh, H. Chouieur, S. Maou, et A. Meghezzi, « Influence of Alkali Treatment and Dune Sand Content on the Properties of Date Palm Fiber Reinforced Unsaturated Polyester Hybrid Composites. », *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, vol. 30, 2020.
- [76] H. Chelali, A. Meghezzi, A. Berkouk, M. T. Soltani, et G. Winning, « Mechanical, Curing Parameters and Water Absorption of Hybrid Date Palm Leaf-Orange Peel Fibers Reinforced Unsaturated Polyester Composites. », *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, vol. 31, n° 3, 2021.
- [77] A. Merzoug, B. Bouhamida, Z. Sereir, A. Bezazi, A. Kilic, et Z. Candan, « Quasi-static and dynamic mechanical thermal performance of date palm/glass fiber hybrid composites », *Journal of Industrial Textiles*, p. 1528083720958036, 2020.
- [78] G. Rajeshkumar *et al.*, « Influence of sodium hydroxide (NaOH) treatment on mechanical properties and morphological behaviour of Phoenix sp. fiber/epoxy composites », *Journal of Polymers and the Environment*, vol. 29, n° 3, p. 765-774, 2021.
- [79] S. M. Mirmehdi, F. Zeinaly, et F. Dabbagh, « Date palm wood flour as filler of linear low-density polyethylene », *Composites Part B: Engineering*, vol. 56, p. 137-141, 2014.
- [80] F. M. Al-Oqla, « Flexural characteristics and impact rupture stress investigations of sustainable green olive leaves bio-composite materials », *Journal of Polymers and the Environment*, vol. 29, n° 3, p. 892-899, 2021.
- [81] C. de C. A. Lopes, P. H. J. O. Limirio, V. R. Novais, et P. Dechichi, « Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) application chemical characterization of enamel, dentin and bone », *Applied Spectroscopy Reviews*, vol. 53, n° 9, p. 747-769, 2018.
- [82] M. Ramesh, C. Deepa, M. T. Selvan, L. Rajeshkumar, D. Balaji, et V. Bhuvaneshwari, « Mechanical and water absorption properties of Calotropis gigantea plant fibers reinforced polymer composites », *Materials Today: Proceedings*, vol. 46, p. 3367-3372, 2021.
- [83] A. Siala, S. E. E. Khay, et J. Neji, « Contribution of the addition of reclaimed asphalt pavement and dune sand on the hot-mix asphalt performances », *REVUE DES COMPOSITES ET DES MATERIAUX AVANCES-JOURNAL OF COMPOSITE AND ADVANCED MATERIALS*, vol. 27, n° 1-2, p. 191-208, 2017.
- [84] T. A. Negawo, Y. Polat, F. N. Buyuknalçaci, A. Kilic, N. Saba, et M. Jawaid, « Mechanical, morphological, structural and dynamic mechanical properties of alkali treated Ensete stem fibers reinforced unsaturated polyester composites », *Composite Structures*, vol. 207, p. 589-597, 2019.
- [85] N. Shanmugasundaram, I. Rajendran, et T. Ramkumar, « Static, dynamic mechanical and thermal properties of untreated and alkali treated mulberry fiber reinforced polyester composites », *Polymer Composites*, vol. 39, n° S3, p. E1908-E1919, 2018.

- [86] M. R. Rahman, S. Hamdan, M. Hasan, R. Baini, et A. A. Salleh, « Physical, mechanical, and thermal properties of wood flour reinforced maleic anhydride grafted unsaturated polyester (UP) biocomposites », *BioResources*, vol. 10, n° 3, p. 4557-4568, 2015.
- [87] M. H. JA, M. A. Majid, M. Afendi, H. F. A. Marzuki, I. Fahmi, et A. G. Gibson, « Mechanical properties of Napier grass fibre/polyester composites », *Composite Structures*, vol. 136, p. 1-10, 2016.
- [88] A. Gharbi, R. B. Hassen, et S. Boufi, « Composite materials from unsaturated polyester resin and olive nuts residue: the effect of silane treatment », *Industrial Crops and Products*, vol. 62, p. 491-498, 2014.
- [89] F. Z. Arrakhiz, M. Malha, R. Bouhfid, K. Benmoussa, et A. Qaiss, « Tensile, flexural and torsional properties of chemically treated alfa, coir and bagasse reinforced polypropylene », *Composites Part B: Engineering*, vol. 47, p. 35-41, 2013.
- [90] M. K. Hossain *et al.*, « Comparative mechanical and thermal study of chemically treated and untreated single sugarcane fiber bundle », *Industrial Crops and Products*, vol. 58, p. 78-90, 2014.
- [91] J. S. Arrieta, E. Richaud, B. Fayolle, et F. Nizeyimana, « Thermal oxidation of vinyl ester and unsaturated polyester resins », *Polymer Degradation and Stability*, vol. 129, p. 142-155, 2016.
- [92] S. Tripathy, J. Dehury, et D. Mishra, « A Study On the effect of Surface treatment on the Physical and Mechanical properties of date-palm stem liber embedded epoxy composites », in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2016, vol. 115, no 1, p. 012036.
- [93] A. Abdal-Hay, N. P. G. Suardana, D. Y. Jung, K.-S. Choi, et J. K. Lim, « Effect of diameters and alkali treatment on the tensile properties of date palm fiber reinforced epoxy composites », *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, vol. 13, no 7, p. 1199-1206, 2012.
- [94] A. M. Edeerozey, H. M. Akil, A. B. Azhar, et M. Z. Ariffin, « Chemical modification of kenaf fibers », *Materials letters*, vol. 61, no 10, p. 2023-2025, 2007.
- [95] M. H. Gheith *et al.*, « Flexural, thermal and dynamic mechanical properties of date palm fibres reinforced epoxy composites », *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 8, no 1, p. 853-860, 2019.
- [96] K. M. Nair, S. Thomas, et G. Groeninckx, « Thermal and dynamic mechanical analysis of polystyrene composites reinforced with short sisal fibres », *Composites Science and Technology*, vol. 61, no 16, p. 2519-2529, 2001.
- [97] D. Puglia, M. Monti, C. Santulli, F. Sarasini, I. M. De Rosa, et J. M. Kenny, « Effect of alkali and silane treatments on mechanical and thermal behavior of Phormium tenax fibers », *Fibers and Polymers*, vol. 14, no 3, p. 423-427, 2013.



Annexes

L'analyse mécanique : Dureté Shore A

Composites	Test 1	Test 2	Test 3	Test 4	Test 5	Dureté Shore A
B0	96.9	98.7	97.3	98.2	98.5	97,92
B1	99.6	98.7	98.3	98.5	38.8	98,78
B2	98.2	98.7	98.4	98.6	98.8	98,54
B3	98.2	97.7	98.4	98.0	98.7	98,2
B4	97.4	38.9	98.7	98.3	98.4	98,34
B5	98.6	98.4	98.7	97.3	98.6	98,32
B6	97.0	98.1	98.0	97.3	97.9	97,66
B7	97.8	97.9	98.0	97.8	97.9	97,88

Composites	Test 1	Test 2	Test 3	Test 4	Test 5	Dureté Shore A
A0	98.4	98.5	97.6	97.7	96.3	97,7
A1	97.8	98.5	97.0	98.4	97.4	97,82
A2	98.2	98.3	97.6	97.3	98.5	97,98
A3	97.4	97.7	99.0	97.2	96.5	97,56
A4	96.7	98.2	95.9	97.2	98.3	97,26
A5	97.7	98.6	97.9	98.3	96.8	97,86
A6	98.0	97.8	98.1	98.1	98.3	98,06
A7	98.3	98.0	97.9	98.1	98.8	96,22
A8	97.8	96.2	97.9	97.9	96.9	97,34

Composites	Test 1	Test 2	Test 3	Test 4	Test 5	Dureté Shore A Moyenne
C1	96.3	98.3	97.4	98.2	98.3	97,52
C2	97.2	96.9	97.9	98.2	97.3	97,5
C3	98.8	97.2	98.6	97.0	98.3	97,98
C4	97.8	97.2	98.4	97.8	98.0	97,84
C5	98.5	98.9	98.0	97.9	98.8	98,42
C6	98.1	97.6	97.5	97.4	98.4	97,8

Test d'absorption d'eau

Mélange B0			
Time (H)	m0 (mg)	m(mg)	$\Delta m \%$
0	0,1134	0,1134	0
24	0,1134	0,1149	1,32275132
96	0,1134	0,1155	1,85185185
120	0,1134	0,1155	1,85185185
144	0,1134	0,1155	1,85185185
192	0,1134	0,1155	1,85185185
240	0,1134	0,1156	1,94003527
288	0,1134	0,1155	1,85185185
336	0,1134	0,1154	1,76366843
384	0,1134	0,1157	2,02821869
432	0,1134	0,1154	1,76366843
480	0,1134	0,1157	2,02821869
528	0,1134	0,1157	2,02821869
576	0,1134	0,1157	2,02821869
624	0,1134	0,1157	2,02821869
672	0,1134	0,1156	1,94003527

Mélange B1			
Time	m0(mg)	m(mg)	$\Delta m \%$
0	0,2764	0,2764	0
24	0,2764	0,2829	2,35166425
96	0,2764	0,2874	3,97973951
120	0,2764	0,2873	3,94356006
144	0,2764	0,2875	4,01591896
192	0,2764	0,289	4,55861071
240	0,2764	0,2898	4,84804631
288	0,2764	0,2902	4,99276411
336	0,2764	0,2914	5,42691751
384	0,2764	0,2927	5,89725036
432	0,2764	0,2934	6,15050651
480	0,2764	0,2945	6,54848046
528	0,2764	0,295	6,72937771
576	0,2764	0,2952	6,80173661
624	0,2764	0,2953	6,83791606
672	0,2764	0,2953	6,83791606

Mélange B2			
Time	m0	m	$\Delta m \%$
0	0,2384	0,2384	0
24	0,2384	0,2429	1,88758389
96	0,2384	0,2448	2,68456376
120	0,2384	0,2452	2,85234899
144	0,2384	0,2455	2,97818792
192	0,2384	0,2467	3,48154362
240	0,2384	0,2478	3,94295302
288	0,2384	0,248	4,02684564
336	0,2384	0,2483	4,15268456
384	0,2384	0,2489	4,40436242
432	0,2384	0,2493	4,57214765
480	0,2384	0,2496	4,69798658
528	0,2384	0,2494	4,61409396
576	0,2384	0,25	4,86577181
624	0,2384	0,2501	4,90771812
672	0,2384	0,2501	4,90771812

Mélange B3			
Time	m0	m	$\Delta m \%$
0	0,1925	0,1925	0
24	0,1925	0,196	1,81818182
96	0,1925	0,1983	3,01298701
120	0,1925	0,1984	3,06493506
144	0,1925	0,1984	3,06493506
192	0,1925	0,1992	3,48051948
240	0,1925	0,2002	4
288	0,1925	0,2004	4,1038961
336	0,1925	0,2013	4,57142857
384	0,1925	0,2017	4,77922078
432	0,1925	0,2018	4,83116883
480	0,1925	0,202	4,93506494
528	0,1925	0,202	4,93506494
576	0,1925	0,2021	4,98701299
624	0,1925	0,2021	4,98701299
672	0,1925	0,2021	4,98701299

Mélange B3				Mélange B4			
Time	m0	m	$\Delta m \%$	Time	m0(mg)	m(mg)	$\Delta m \%$
0	0,1925	0,1925	0	0	0,2043	0,2043	0
24	0,1925	0,196	1,81818182	24	0,2043	0,2083	1,95790504
96	0,1925	0,1983	3,01298701	96	0,2043	0,2111	3,32843857
120	0,1925	0,1984	3,06493506	120	0,2043	0,2112	3,3773862
144	0,1925	0,1984	3,06493506	144	0,2043	0,2112	3,3773862
192	0,1925	0,1992	3,48051948	192	0,2043	0,2121	3,81791483
240	0,1925	0,2002	4	240	0,2043	0,2129	4,20949584
288	0,1925	0,2004	4,1038961	288	0,2043	0,2129	4,20949584
336	0,1925	0,2013	4,57142857	336	0,2043	0,2129	4,20949584
384	0,1925	0,2017	4,77922078	384	0,2043	0,2135	4,5031816
432	0,1925	0,2018	4,83116883	432	0,2043	0,2139	4,6989721
480	0,1925	0,202	4,93506494	480	0,2043	0,2141	4,79686735
528	0,1925	0,202	4,93506494	528	0,2043	0,2141	4,79686735
576	0,1925	0,2021	4,98701299	576	0,2043	0,2146	5,04160548
624	0,1925	0,2021	4,98701299	624	0,2043	0,2145	4,99265786
672	0,1925	0,2021	4,98701299	672	0,2043	0,2143	4,8947626

Mélange B6				Mélange B7			
Time	m0	m(mg)	$\Delta m \%$	Time	m0	m	$\Delta m \%$
0	0,1818	0,1818	0	0	0,2096	0,2096	0
24	0,1818	0,1871	2,91529153	24	0,2096	0,2124	1,33587786
96	0,1818	0,189	3,96039604	96	0,2096	0,2145	2,33778626
120	0,1818	0,1894	4,18041804	120	0,2096	0,2148	2,48091603
144	0,1818	0,1894	4,18041804	144	0,2096	0,2152	2,67175573
192	0,1818	0,1896	4,29042904	192	0,2096	0,216	3,05343511
240	0,1818	0,19	4,51045105	240	0,2096	0,217	3,53053435
288	0,1818	0,1911	5,11551155	288	0,2096	0,2173	3,67366412
336	0,1818	0,1906	4,84048405	336	0,2096	0,2173	3,67366412
384	0,1818	0,1913	5,22552255	384	0,2096	0,218	4,00763359
432	0,1818	0,1921	5,66556656	432	0,2096	0,2183	4,15076336
480	0,1818	0,192	5,61056106	480	0,2096	0,2184	4,19847328
528	0,1818	0,1921	5,66556656	528	0,2096	0,2186	4,29389313
576	0,1818	0,1925	5,88558856	576	0,2096	0,2187	4,34160305
624	0,1818	0,1926	5,94059406	624	0,2096	0,2187	4,34160305
672	0,1818	0,1924	5,83058306	672	0,2096	0,2188	4,38931298

Spectroscopie Infrarouge FTIR

