



République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Med Khider Biskra

Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie

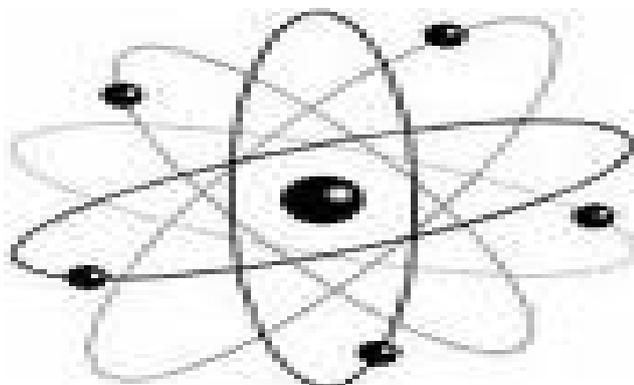


Département des Sciences de la Matière

Domaine : Sciences de la Matière

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie des matériaux



*Mémoire de fin d'étude en Master*

*Intitulé :*

***Influence du taux de PVC sur les propriétés PE/PVC  
– fibre de palmier***

*Présenté par :*

***Soudani Samia***

*Devant le jury :*

*Chadli Abdelhakim*

*Université Med Khider de Biskra*

*Président*

*Meghezzi Ahmed*

*Université Med Khider de Biskra*

*Rapporteur*

*Zekri Afaf*

*Université Med Khider de Biskra*

*Examineur*

2017-2018

# Remerciements

Après avoir remercié Dieu qui nous a guidés dans ce travail et il nous a ridiculisés avec la possibilité de le compléter.

J'ai l'honneur d'envoyer mes meilleurs mots de remerciement à la bougie qui m'a illuminé mon route dans cette travaille, le professeur qui a c'était beaucoup de patience avec moi et il m'a amené à cette belle journée, mon encadreur monsieur Ahmed MEGHEZZI.

Je profite également de l'occasion pour remercier le professeur estimé SLIMANI Mohamed ce qui nous a beaucoup aidé.

Je tiens à remercier également les membres du jury, pour l'honneur qu'ils nous ont accordé en acceptant de juger notre travail.

Enfin, je tiens à remercier tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin durant la réalisation de ce mémoire même par supplication.

**MERCI.**

# Dédicaces

Je dédie ce travail :

A qui j'ai passé de nombreuses nuits pour mon confort, mon soleil  
et ma reine ma chère mère.

Pour le bourgeon de notre maison et le poulx de notre joie est mon  
seul frère, mon frère wahide.

À mes chers frères sihem et salsabile.

Et à tous mes amis qui m'ont soutenu et souhaités un succès.

**SAMIA**

# Sommaire

Liste des figures	I
Liste des tableaux	II
Liste des abréviations	III

## Introduction générale

Introduction générale	1
-----------------------	---

## Chapitre I : Généralités sur les polymères

Introduction	4
I.1. Définition des polymères	4
I.2. Classification des polymères	6
I.2.1. Selon la nature chimique	6
I.2.1.1. Polymères minéraux	6
I.2.1.2. Polymères organiques	6
I.2.1.3. Polymères mixtes	6
I.2.2. Selon la structure de chaînes	6
I.2.2.1. Polymères linéaires et monodimensionnels	6
I.2.2.2. Polymères bidimensionnels	6
I.2.2.3. Polymères tridimensionnels	6
I.2.3. Selon leur origine	6
I.2.3.1. Polymères naturels	6
I.2.3.2. Polymères artificiels	7
I.2.3.3. Polymères synthétiques	7
I.2.4. Selon le comportement thermique	7
I.2.4.1. Thermoplastique	7
I.2.4.2. Thermodurcissable	7

I.2.4.3 Thermo élastiques	7
I.2.5. Selon les usages technologiques	7
I.2.5.1. Fibres synthétiques	7
I.2.5.2. Plastomères	7
I.2.5.3. Elastomères	7
I.2.6. Selon l'importance économique	8
I.2.7. Selon l'utilisation	8
I.2.8. Selon le cycle de vie	8
I.3. Propriétés des polymères	8
I. 3.1. Propriétés physiques des polymères	8
I.3.2. Propriétés mécaniques	9

## **Chapitre II : Le polychlorure de vinyle et polyéthylène**

II.1. Le polyéthylène	11
Introduction	11
II.1. 1. Les différents types de polyéthylène	12
II.2. Le polychlorure de vinyle	12
Introduction	12
II.2.1. Définition	12
II.2.2. Elaboration du PVC	12
II.2.3. Propriété de polychlorure de vinyle	13
II.2.3.1. Propriétés physico-chimiques	13
II.2.3.2. Propriétés électriques	13
II.2.4. Application et utilisation de PVC	14
II.3. Dégradation du PVC	14
II.4. Stabilisation du PVC	14

---

## **Chapitre III : Les mélanges de polymères et les matériaux composites**

Introduction	17
III.1. Les mélanges des polymères	17
III.1.1. Définition	17
III.1.2. Types des mélanges de polymères	17
III.1.2.1. Mélanges miscibles	18
III.1.2.2. Mélanges partiellement miscibles	18
III.1.2.3. Mélanges non miscibles	18
III.1.3. Compatibilisation	19
III.1.3.1. Mélange des polymères compatibles	19
III.1.3.2. Mélanges de polymères totalement incompatibles	19
III.1.4. Objectif de la compatibilisation	20
III.1.5. Les différentes méthodes de compatibilisation	20
III.1.5.1. Compatibilisation par création des liaisons chimiques	20
III.1.5.2. Compatibilisation par création des liaisons physiques	21
III.1.6. Méthodes de préparation des mélanges	21
III.1.6.1. Mélange mécanique	21
III.1.6.2. Mélange en solution	21
III.2. Les matériaux composites	22
III.2.1. Définition	22
III.2.2. Classification des matériaux composites	22

## **Chapitre IV : Techniques expérimentales de synthèse et de caractérisation**

Introduction	24
IV.1. Préparation des mélanges	24
IV.1.1. Matières premières	24

---

IV.1.2. La préparation des fibres	25
IV.1.3. Préparation du composite	25
IV.2. Techniques de caractérisation	26
IV.2.1. Analyse spectrale par IRTF	26
IV.2.2. Analyse spectrale par diffraction des rayons X	27
IV.2.3. Tests mécaniques	27
IV.2.3.1. Test de traction	27
IV.2.3.2. Test de la dureté Shore D	28
IV.2.4. Caractérisation physique	29
IV.2.4.1. Tests d'absorption d'eau	29
IV.2.4.2. Tests de gonflement par les solvants organiques	30

## **Chapitre V : Résultats et discussions**

Introduction	33
V.1. Résultats de test d'absorption d'eau	33
V.1.1. L'eau distillée	33
V.1.2. L'eau salée	36
V.2. Tests de gonflement de structure par emploi de solvants organiques	39
V.3. Caractérisations Mécaniques	41
V.3.1. Résultats de la dureté Shore D	41
V.3.2. Essai de traction	43
V.3. 2.1. Evolution de la résistance à la traction	43
V.3. 2.2. Evolution de l'allongement à la rupture	46
V.4. Résultats de la caractérisation structurale	48
V.4.1. Interprétation des résultats de la DRX	48
V.4.2. Interprétation des résultats de l'analyse spectroscopique infrarouge FTIR	49

## **Conclusion générale**

Conclusion générale 56

Références bibliographiques

## **Annexes**

Annexes

# Liste des figures

- Figure. I.1 :** Ensemble de macromolécules formant un polymère.
- Figure. I.2 :** Homopolymère poly méthacrylate de méthyle.
- Figure. I.3 :** Copolymère poly (méthacrylate de méthyle-Co-acrylonitrile).
- Figure I.4 :** Différentes sollicitations mécaniques.
- Figure II.1 :** schéma représentatif du polyéthylène.
- Figure II.2 :** La polymérisation du polyéthylène.
- Figure II.3 :** Formule chimique du PVC.
- Figure II.4 :** Polymérisation de PVC.
- Figure III.1 :** Mélanges non miscibles.
- Figure III.2 :** Interdépendance dans la nomenclature des mélanges de polymères.
- Figure III.3 :** Comptabilisation par création des liaisons chimiques.
- Figure III.4 :** Comptabilisation par création des liaisons physiques.
- Figure III.5:** Structure d'un matériau composite.
- Figure .IV.1 :** Préparation des plaques.
- Figure IV.2 :** Appareil infrarouge de type SHIMADZU.
- Figure IV.3 :** Diffractomètre à rayons x de type Bruker D8 ADVANCE.
- Figure IV.4 :** Machine de traction Zwick/Roell.
- Figure IV.5 :** La géométrie des éprouvettes entaillées pour les essais mécaniques.
- Figure IV.6 :** Le duromètre utilisé.
- Figure IV.7 :** Tests d'absorption d'eau distillée.
- Figure IV.8 :** Tests d'absorption d'eau salée.
- Figure IV.9 :** Gonflement par utilisation de solvant.

- Figure V.1 :** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites LDPE/PVC avec 20% de DPLF en fonction du temps.
- Figure V.2 :** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites LDPE 80/PVC20 avec 10% 20% 30% de DPLF en fonction du temps.
- Figure V.3 :** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites LDPE /PVC avec 20% de DPLF non traitée et traitée par 1% de NaOH en fonction du temps.
- Figure V.4 :** Evolution du taux d'absorption d'eau par les composites LDPE /PVC avec 30% de DPLF non traitée et traitée par 1% de composé silane en fonction du temps.
- Figure V.5 :** Evolution du taux d'absorption d'eau salée des composites LDPE /PVC en fonction du temps.
- Figure V.6 :** Evolution du taux d'absorption d'eau salée par les composites LDPE /PVC avec 20% de DPLF en fonction du temps.
- Figure V.7 :** Evolution du taux d'absorption d'eau salée des composites LDPE /PVC avec 20% de DPLF non traitée et traitée par 1% de NaOH en fonction du temps.
- Figure V.8 :** Evolution du taux d'absorption d'eau par les composites LDPE /PVC avec 20% de DPLF non traitée et traitée par 1% de composé silane en fonction du temps.
- Figure V.9 :** Evolution du mélange polymérique LDPE80/PVC20 en fonction du temps d'immersion dans les divers solvants.
- Figure. V.10 :** Evolution du mélange polymérique LDPE20/PVC80 en fonction du temps d'immersion dans les divers solvants.
- Figure .V.11 :** Evolution du mélange polymérique LDPE80/PVC20 avec 10% de DPLF en fonction du temps d'immersion dans les divers solvants.
- Figure V.12 :** Evolution de la dureté Shore des composites PE/PVC.
- Figure V.13 :** Evolution de la dureté Shore des composites PE/PVC et des composites PE/PVC avec 10% de DPLF.
- Figure V.14 :** Evolution de la contrainte à la rupture des composites LDPE/PVC en fonction du taux de PVC.
- Figure V.15 :** Evolution de la contrainte à la rupture des composites LDPE/PVC en fonction du taux de DPLF.
- Figure V.16 :** Evolution de la contrainte à la rupture des composites LDPE/PVC avec 20% de DPLF traité par NaOH.
- Figure V.17 :** Evolution de la contrainte à la rupture des composites LDPE/PVC avec 20% de DPLF traité par composé silane.
- Figure V.18 :** Evolution de l'allongement à la rupture des composites LDPE/PVC.

- Figure V.19 :** Evolution de l'allongement à la rupture des composites LDPE80/PVC20 en fonction de taux de la fibre DPLF.
- Figure V.20 :** Evolution de l'allongement à la rupture des composites LDPE80/PVC20 traités par NaOH en fonction de taux de la fibre DPLF.
- Figure V.21 :** Evolution de l'allongement à la rupture des composites LDPE80/PVC20 traités par le composé silane en fonction de taux de la fibre DPLF.
- Figure .V.22 :** Spectre DRX de composites LDPE80/PVC20.
- Figure .V.23 :** Spectre DRX du polyéthylène.
- Figure. V.24 :** Spectres IRTF du composite LDPE80/PVC20.
- Figure. V.25 :** Spectres IRTF de composite LDPE20/PVC80.
- Figure. V.26 :** Spectres IRTF de la fibre naturelle DPLF non traitée.
- Figure. V.27 :** Spectres IRTF de la fibre naturelle DPLF traitée par NaOH.
- Figure. V.28 :** Spectres IRTF de la fibre naturelle DPLF traitée par le composé silane.
- Figure V.29 :** Spectres IRTF du mélange LDPE20/PVC80 et du composite LDPE20/PVC80/DPLF30.

# *Liste des tableaux*

**Tableau. IV.1 :** Spécifications de la résine PVC.

**Tableau. IV.2 :** Ingrédients du composé à base de PVC.

**Tableau IV .3 :** Composition chimique des fibres de palmier dattier.

**Tableau IV .4 :** Les solvants utilisés.

**Tableau. V.1 :** Les valeurs de la dureté Shore.

**Tableau .V.2 :** Les valeurs des fréquences et les attributions.

**Tableau .V.3 :** Les bandes d'absorption enregistrées pour la fibre cellulosiques.

**Tableau .V.4 :** Les valeurs des fréquences présente dans la fibre traitée et non traitée.

# Liste des abréviations

<b>CMO :</b>	Composites à matrices organiques
<b>CMM :</b>	Composites à matrices métalliques
<b>CMC :</b>	Composites à matrices céramiques
<b>CPE :</b>	Polyéthylène perchloré
<b>CVM :</b>	Chlorure de vinyle monomère
<b>DMF :</b>	Diméthylforme amide
<b>DRX:</b>	Diffraction des rayons X
<b>FPLD :</b>	La fibre de la feuille de palmier dattier
<b>IRTF :</b>	Infrarouge à transformée de Fourier
<b>PE :</b>	Polyéthylène
<b>PP :</b>	Polypropylène
<b>PS :</b>	Polystyrène
<b>PVC :</b>	Polychlorure de vinyle
<b>PP :</b>	polypropylène
<b>PEBD :</b>	polyéthylène basse densité
<b>PEHD :</b>	polyéthylène haute densité
<b>PPE :</b>	Polyphénylène éther
<b>PC :</b>	polycarbonate
<b>Tg :</b>	Température de transition vitreuse
<b>THF :</b>	Tetrahydrofuran

# Introduction générale

En 1922, le chimiste allemand Hermann Staudinger introduisit la notion de macromolécule, molécule comportant plusieurs milliers à plusieurs centaines de milliers d'atomes. Cette notion permet de poser les bases de l'étude des polymères, composants essentiels des matières plastiques et des élastomères. En se substituant aux matériaux traditionnels tels que les métaux, le bois, le verre ou le textile, la production de plastiques est sans cesse croissante depuis pratiquement un siècle [1], parmi les plus connus on trouve: le polychlorure de vinyle.

Le polychlorure de vinyle pur est un matériau rigide qui résiste relativement bien aux intempéries, à l'eau et aux produits chimiques. Il est électriquement isolant mais assez instable à la chaleur et à la lumière qui entraînent une perte de chlore sous la forme de gaz chlorure d'hydrogène (HCl).

L'étude et la conception des matériaux composites suscitent depuis près d'un siècle un grand intérêt dans les domaines multiples et variés de la chimie moderne.

Récemment, les matériaux composites à fibre naturelle occupent une place importante dans l'histoire de la technologie. La mise en valeur des ressources végétales apporte une alternative forte intéressante aux problèmes environnementaux engendrés [2], [3]. La substitution des charges minérales (le talc ou le  $\text{CaCO}_3$ ) et les renforts synthétiques (fibres de verre, de carbone,...) par des fibres végétales (comme le bois, le lin,...) dans la conception des matériaux composites apparaît aujourd'hui comme une alternative forte intéressante et se fait de plus en plus courante [4], [5]. Cette nouvelle catégorie de matériaux se distingue par des propriétés, telles qu'une rigidité élevée, un bas prix, une faible densité, un caractère écologique du fait qu'ils sont issus de ressources renouvelables et biodégradables.

Notre travail se rapporte aux mélanges de polychlorure de vinyle et de polyéthylène base densité à différents pourcentages en présence et en l'absence d'ajout de fibres naturelles.

L'objet et l'intérêt de l'étude s'articule autour de l'acquisition de nouvelles propriétés favorables de ces compositions, en gommant les défauts individuels. Les premières tentatives de ces mélanges polymériques s'orientent vers l'obtention de propriétés intermédiaires entre celles des constituants pris séparément, cette dernière pouvait être mise à profit pour aboutir à des propriétés originales différentes de celles des polymères constitutifs.

Le mémoire est subdivisé en cinq chapitres, une liste de références bibliographiques, une annexe et enfin une conclusion générale.

Le premier chapitre couvre les généralités sur les polymères (définitions, notions fondamentales, etc.....)

Le deuxième chapitre aborde les diverses propriétés des polymères utilisés à savoir le polyéthylène PE et le polychlorure de vinyle PVC.

Le troisième chapitre étudie les mélanges de polymères et les matériaux composites.

Le quatrième chapitre couvre les techniques expérimentales de synthèse et de caractérisation de nos compositions polymériques.

Le cinquième chapitre est une discussion et une interprétation des résultats obtenus.

Le mémoire se termine par une conclusion générale sur le travail entrepris.

# **Chapitre I :**

## Généralités sur les polymères

## Introduction

Le terme plastique est devenu le nom générique des composés organiques macromoléculaires. Les matériaux polymères sont utilisés pour leurs propriétés mécaniques et leurs aptitudes à être facilement mis en forme. Ces qualités sont liées à la structure qui se décline à différents niveaux: de l'agencement des différents atomes et groupes d'atomes qui constituent la molécule de polymère (macromolécule) jusqu'à celui du matériau constituant l'objet final.

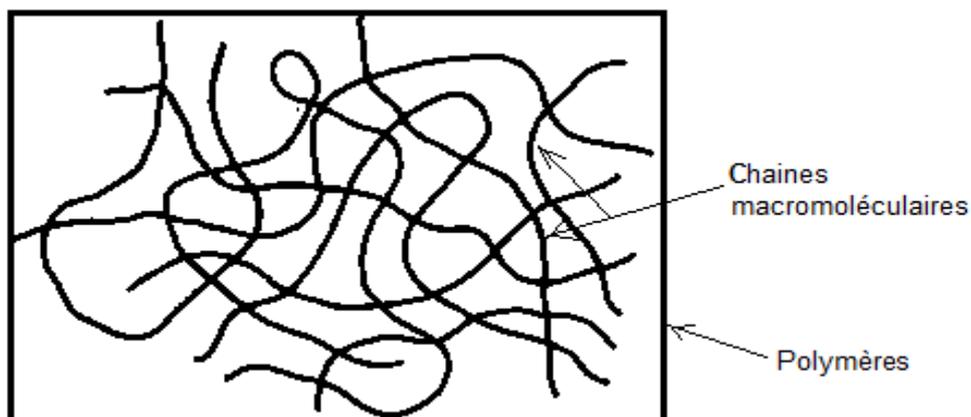
Le terme générique de matière plastique ne désigne pas un matériau unique. Comme le terme métal ne désigne pas uniquement le fer ou l'aluminium, la matière plastique désigne de manière générique des matériaux qui diffèrent les uns des autres par leurs Structures, leurs modes d'obtention, leurs compositions et leurs propriétés. Tous les plastiques ont néanmoins une chose en commun : ils sont constitués de grandes chaînes moléculaires aussi appelées macromolécules. L'unité de base de ces chaînes est les monomères, ces macromolécules, et donc par extension les matières plastiques, sont également appelés polymères (poly = plusieurs). [6]

### I.1. Définition des polymères

Les polymères sont des matières organiques constituées d'un ensemble de chaînes moléculaires, dites macromolécules, de différentes longueurs [7], (**Figure. I.1**).

Une macromolécule est une très grande molécule résultant de l'enchaînement covalent d'un motif récurrent, de bas poids moléculaire appelé monomère.

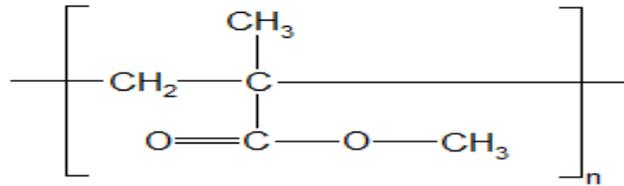
La cohésion du polymère est assurée par des liaisons de Van der Waals, (interactions dipôle-dipôle, et liaisons hydrogène si elles existent) entre les chaînes.



**Figure. I.1 :** Ensemble de macromolécules formant un polymère.

- Si les chaînes de polymère sont formées de la même unité de répétition, on parle d'homopolymère.

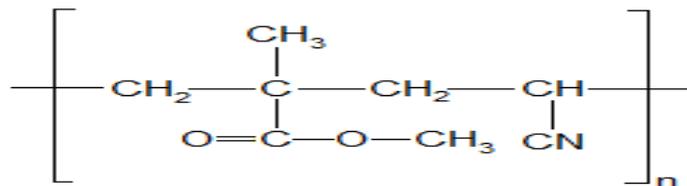
**Exemple:** le poly méthacrylate de méthyle correspond à la répétition du méthacrylate de méthyle (**Figure. I.2**).



**Figure. I.2 :** Homopolymère poly méthacrylate de méthyle.

- Si le polymère comporte dans ses chaînes deux unités de répétition différentes A et B, on parle de copolymère.

**Exemple:** le poly (méthacrylate de méthyle-Co-acrylonitrile) correspond à la Co répétition des deux unités, le méthacrylate de méthyle et l'acrylonitrile (**Figure. I.3**).



**Figure. I.3 :** Copolymère poly (méthacrylate de méthyle-Co-acrylonitrile).

Selon la distribution des monomères (A) et (B) dans les chaînes macromoléculaires, on distingue [7] :

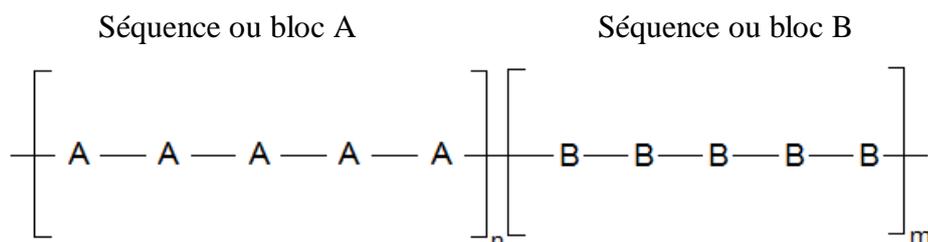
- **Les copolymères statistiques :** A—A—B—A—B—B—A—A—A—B—

Les motifs A et B sont distribués d'une manière aléatoire dans les chaînes macromoléculaires.

- **Les copolymères alternés :** A—B—A—B—A—B—

Il y a alternance des motifs A et B dans les chaînes.

- **Les copolymères blocs ou séquencés :**



## **I.2. Classification des polymères**

Il existe plusieurs manières de classer les polymères selon les propriétés retenues pour les caractériser, nous indiquons ci-après les classifications les plus courantes.

### **I.2.1. Selon la nature chimique [8]**

#### **I.2.1.1. Polymères minéraux**

Sont constitués par des chaînes renfermant un seul corps simple comme le diamant, le graphite, le phosphore et le soufre ou par des chaînes renfermant plusieurs hétéronomes comme les silicates, les acides poly phosphoriques et les chlorures de poly phosphonitriles.

#### **I.2.1.2. Polymères organiques**

C'est la classe la plus riche, ils constituent presque la totalité des polymères d'utilisation courante. Les principaux polymères organiques de synthèses sont: polyoléfines, les polyvinyles, les poly diènes, les polyamides, les polyesters et les polyacryliques.

#### **I.2.1.3. Polymères mixtes**

Sont doués de propriétés intéressantes dont une bonne résistance thermique (300-350 C°). L'hétéroatome peut être soit dans la chaîne principale soit dans les motifs latéraux.

### **I.2.2. Selon la structure de chaînes [9]**

#### **I.2.2.1. Polymères linéaires et monodimensionnels**

Enchaînement dans une seule direction de l'espace.

#### **I.2.2.2. Polymères bidimensionnels**

Enchaînement s'étendant dans deux directions de l'espace **Ex.:** Le Graphite.

#### **I.2.2.3. Polymères tridimensionnels**

Il est possible de transformer des molécules linéaires en molécules 3D par pontage. Se sont des réseaux à trois dimensions, ils représentent environ 30% des polymères industriels, il est possible de transformer des molécules linéaires en molécules 3D par pontage.

### **I.2.3. Selon leur origine [9]**

#### **I.2.3.1. Polymères naturels**

Existent en l'état dans la nature comme ils sont très nombreux, il est courant de les subdiviser suivant leur provenance végétale, animale ou minérale.

### **I.2.3.2. Polymères artificiels (ou régénérés)**

Bien que le constituant de base soit d'origine naturelle, ils résultent d'une transformation chimique des fonctions portées par les unités monomères, par exemple: les dérivés cellulosiques dont la molécule de base est la cellulose.

### **I.3.3.3. Polymères synthétiques**

Les molécules monomères qui permettent de les obtenir n'existent pas dans la nature, cependant on peut remarquer que les structures réalisées par synthèse sont souvent proche de celles des polymères naturels.

## **I.2.4. Selon le comportement thermique [10]**

### **I.2.4.1. Thermoplastique**

Soumis à une élévation de température modérée, les polymères deviennent mous mais sans modification des liaisons chimiques.

### **I.2.4.2 Thermodurcissable**

Les températures élevées provoquent des réactions de pontage et réticulation irréversibles qui conduisent à des réseaux rigides tridimensionnels.

### **I.2.4.3 Thermo élastiques**

L'objectif recherché actuellement est la mise au point de polymères capable de conserver l'élasticité à des températures modérément élevées afin de palier à la limitation thermique qui est le point faible des élastiques actuels.

## **I.2.5. Selon les usages technologiques [10]**

### **I.2.5.1. Fibres synthétiques**

On peut citer le nylon, le tergal, le coton et la soie.

### **I.2.5.2. Plastomères**

Ce sont les plastiques au sens large regroupant les thermodurcissables et les thermoplastiques.

### **I.2.5.3. Elastomères**

Sont par définition des polymères ayant des propriétés élastiques réversibles (allongement réversible important).

**Exemple:** caoutchouc naturel, polybutadiène et poly isoprène.

### I.2.6. Selon l'importance économique

Pour les polymères comme tout produit industriel, il existe une corrélation entre le tonnage et le prix. Ceci permet de distinguer trois grandes catégories de polymères commerciaux.

- **Les polymères de grande diffusion:** dont le volume des ventes et de productions est élevé et dont le prix est faible Exemple: le Polyéthylène (PE), Polypropylène (PP), Polystyrène (PS), Polychlorure de vinyle (PVC).
- **Les polymères à haute performance:** dont le volume des ventes est le plus faible et les prix les plus élevés.
- **Les polymères techniques:** dont le volume et le prix sont intermédiaires entre les deux catégories précédentes **Exemple:** polyamide.

### I.2.7. Selon l'utilisation

Colles et adhésifs, peintures, vernis, mastics, matière plastique, caoutchoucs fibre textiles et mousses etc.

### I.2.8. Selon le cycle de vie

Matériaux jetables (durée de vie inférieure à un an) durable (1 à 20 ans) pour infrastructure (durée de vie supérieure à 20 ans).

## I.3. Propriétés des polymères

### I. 3.1. Propriétés physiques des polymères

En fonction de la structure physique des polymères, on peut les classer en quatre types d'état :

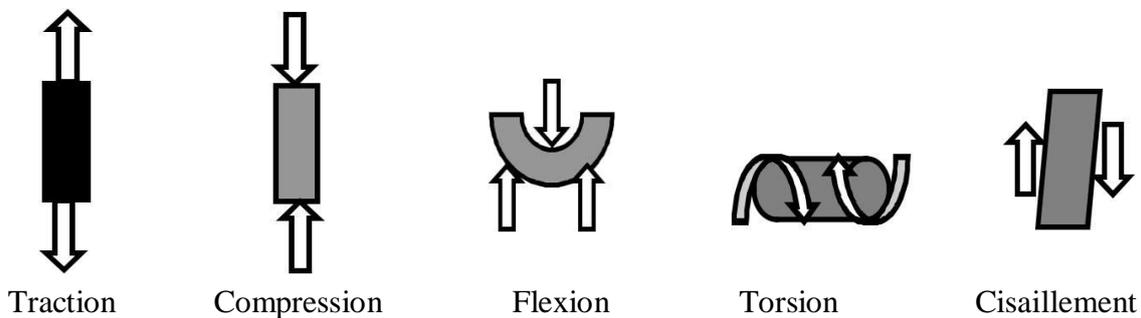
- ❖ **L'état amorphe :** dans lequel les arrangements moléculaires n'ont pas d'ordre prédéfini. Les macromolécules ont enchevêtrées en pelotes. Cette absence d'ordre engendre une absence de point de fusion, l'existence d'une température de transition vitreuse qui marque le passage d'un état vitreux (où le matériau se comporte comme un verre, c'est-à-dire dur et cassant) à un état caoutchoutique (où les chaînes peuvent glisser plus facilement), ainsi qu'une transparence dans le visible comme cela est le cas du polystyrène « cristal » ou du poly (chlorure de vinyle) « cristal » qui sont tous deux amorphes.
- ❖ **L'état amorphe orienté :** où les arrangements moléculaires sont tous orientés dans la même direction.

- ❖ **l'état cristallin** : caractérisé par un arrangement organisé des molécules. Les chaînes s'organisent de façon ordonnée et compacte. Le cristal polymère est décrit par son réseau et son motif. Le réseau caractérise la périodicité dans les trois directions de l'espace. Les principales caractéristiques de l'état cristallin sont une compacité supérieure à celle de la phase amorphe, l'existence d'un point de fusion et l'absence de transition vitreuse, une rigidité supérieure à celle de la phase amorphe.
- ❖ **l'état semi cristallin** : qui associe à la fois un arrangement organisé et des zones amorphes.

On rencontre généralement soit des polymères amorphes, soit des polymères semi-cristallins. [11]

### I.3.2. Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques décrivent le comportement des matériaux soumis à des sollicitations mécaniques telles que des pressions, des étirements, des torsions, des frottements, des cisaillements, des chocs ou sous l'effet de la pesanteur (**figure. I.4**). Elles dépendent fortement du type de contrainte appliquée.



**Figure I.4:** *Différentes sollicitations mécaniques* [11].

C'est la structure du réseau résultant de l'enchevêtrement des chaînes qui confère aux polymères leurs propriétés mécaniques les plus importantes, à savoir l'élasticité caoutchoutique et le comportement viscoélastique à l'état fondu d'une part, et un comportement à la fois vitreux et ductile à l'état solide d'autre part [11].

# Chapitre II :

*Chapitre II :*

Le polychlorure de vinyle et le polyéthylène

## II.1. Le polyéthylène

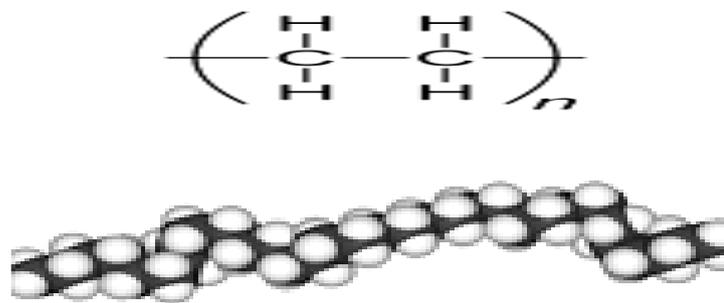
### Introduction

Le polyéthylène, ou polythène (sigle générique PE), est un des polymères les plus simples et les moins chers [12].

C'est un matériau semi cristallin obtenu par la polymérisation de l'éthylène.

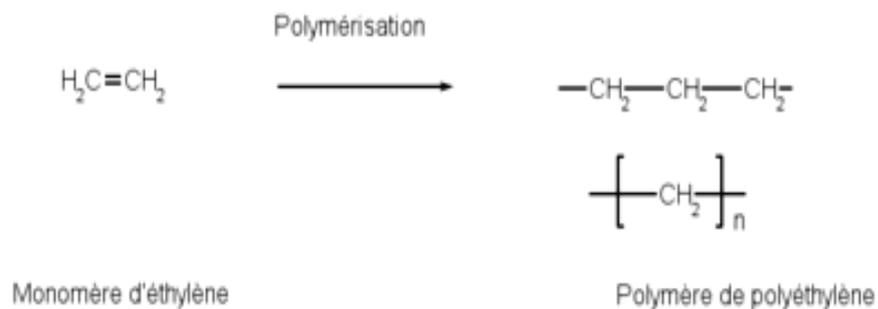
C'est le plus important polymère de synthèse, devant le polypropylène (PP), le polychlorure de vinyle (PVC) et le polystyrène (PS). Sa production mondiale était d'une quarantaine de millions de tonnes en 2010 [12].

#### ❖ Structure :



**Figure II.1 :** Schéma représentatif du polyéthylène [12].

La polymérisation du polyéthylène est représentée dans la figure suivante :



**Figure II.2 :** La polymérisation du polyéthylène [12].

### II.1. 1. Les différents types de polyéthylène [12]

Il existe différents types de polyéthylène, les polyéthylènes sont classés en fonction de leur densité qui dépend du nombre et de la longueur des ramifications présentes sur les chaînes moléculaires.

- PE-BD, polyéthylène basse densité (en anglais LDPE, Low-density polyéthylène).
- PE-HD, polyéthylène haute densité (en anglais HDPE, High-density polyéthylène).

## II.2. Le polychlorure de vinyle

### Introduction

Le polychlorure de vinyle (pvc) est un polymère très présent dans notre vie quotidienne. Il couvre tous les secteurs de l'activité économique. C'est aussi l'un des plus utilisés ces dernières années, avec une consommation mondiale de plus de 20 millions de tonnes; ceci est dû à l'ensemble de ces propriétés mécaniques et physiques et son aptitude à être modifié. [13]

#### II.2.1. Définition

PVC : ces trois lettres signifient "polychlorure de vinyle" — ou "polyvinyle chloride" en anglais — c'est-à-dire l'une des principales matières plastiques utilisées dans le monde. [14]

Le PVC est une longue chaîne composée d'éléments identiques ou monomères. Pour le PVC, il s'agit du chlorure de vinyle monomère ( $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{Cl}$ ). Une molécule de PVC contient 750 à 1500 monomères. [15]

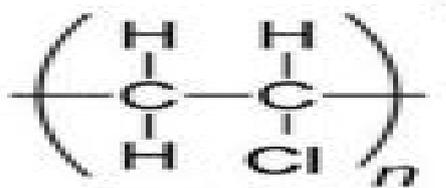


Figure II.3 : Formule chimique du PVC

#### II.2.2. Elaboration du PVC

Découvert en 1835 par le physicien français Victor Regnault, le PVC est composé à 57 % de chlore et à 43 % d'éthylène, hydrocarbure composé de carbone et d'hydrogène issu du pétrole.

Le chlore est obtenu par électrolyse du sel (chlorure de sodium: NaCl) Par suite de réactions entre le chlore et l'éthylène, on obtient le chlorure de vinyle monomère (CVM) qui, par polymérisation, donne le PVC. [16]

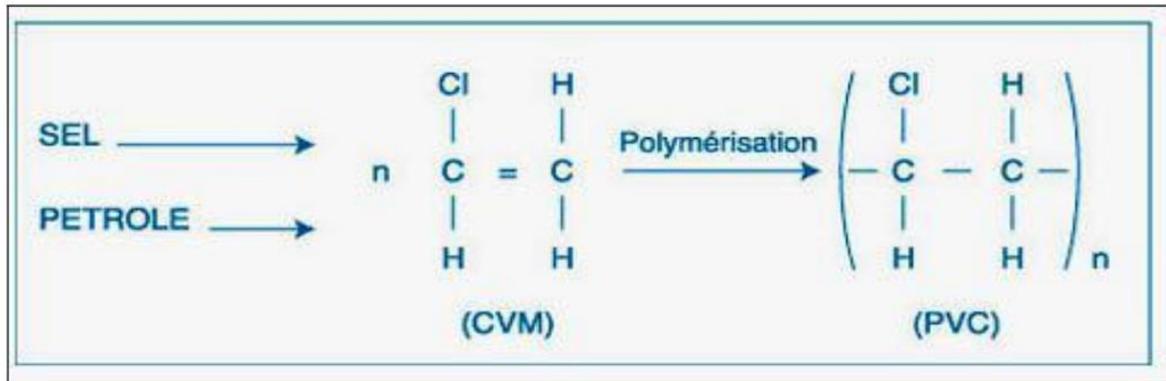


Figure II.4 : Polymérisation de PVC

## II.2.3. Propriété de polychlorure de vinyle

### II.2.3.1. Propriétés physico-chimiques

- La masse volumique des compositions de PVC varie entre 1 et 2 g/cm<sup>3</sup> à la température ambiante.
- Le PVC transmet mal la flamme, mais sa combustion entraîne le dégagement de gaz corrosifs et de fumées.
- Thermiquement, il vieillit bien. Plusieurs chercheurs ont apporté leurs contributions à l'étude de vieillissement thermique du PVC.
- Il résiste au fluage à température élevée mais il reste fragile aux basses températures.
- Le PVC rigide résiste bien aux agents chimiques inorganiques, et il est soluble dans les cétones, le cyclohexanone et le dichloroéthylène.
- La température de transition vitreuse du PVC est élevée, elle se situe entre 75°C et 80°C ce qui le rend impropre à de nombreuses applications (câbles par exemple) sans l'adjonction de plastifiants. Avec l'emploi de plastifiants, la température de transition vitreuse se situe entre -10°C et -5°C. [17] [18] [19]

### II.2.3.2. Propriétés électriques

Le PVC a de bonnes propriétés isolantes mais les pertes électriques dans le matériau sont suffisamment importantes pour permettre le soudage par haute fréquence. [20]

### II.2.4. Application et utilisation de PVC

Il est juste de dire que nous vivons, à l'heure actuelle, dans un environnement de matière plastique, puisque nous les trouvons, sous forme de biens de consommation, dans tous les domaines de:

- 1- Vêtement et textiles : sous -vêtement en nylon, survêtements : plus en acrylique, imperméables en nylon.
- 2- Maroquinerie et chaussure: sacs, valise en simili- cuir, chaussures en simili cuir, imperméables en nylon.
- 3- Ameublement: matelas en mousse polyester, tapis, coussins doublés de mousse.
- 4- Jouet, sport: poupées, jouet de plage, montre incassables.
- 5- Emballage: alimentaire: bouteilles de lait, pots de yaourt. Industriel: emballage de pièces industrielles.
- 6- Transports: citernes routières, feux de position, tapis de voiture.
- 7- Industrie électrique lourde et électrodomestique: planche de tableau en bakélite, composants pour radio, corps et aspirateurs.
- 8- Industrie chimique: revêtement de cuves, cuves de stockage.
- 9- Bâtiment: revêtement de sols et dalles, toitures et barraudages , peinture extérieures et intérieures.
- 10- Agriculture: tubes d'immigration et de drainage, bacs à fleurs, bancs de jardin.
- 11- Hygiène: biberons incassables, seringues stériles à jeter. [21]

### III.3. Dégradation du PVC

C'est une réaction organique diminuant la richesse en carbone d'une molécule. Elle résulte en générale par un changement indésirable des propriétés (mécaniques, électriques et optiques). [22]

Sa dégradation est une déshydro -chloration spontanée qui se produit lors de la mise en œuvre à des températures relativement basses (dès 160 °C). [23]

La dégradation commence par une réaction d'initiation sur des points faibles de la structure des polymères (ramification [24], instauration [25], groupe oxydes [26]).

Il existe deux types de dégradation de PVC [27] :

- La dégradation thermique (thermolyse).
- La dégradation par la lumière (photolyse).

### III.4. Stabilisation du PVC

Les stabilisants primaires les plus fréquents sont des dérivés du plomb, du calcium, de l'étain ou du zinc. Autrefois, on utilisait également le cadmium mais celui -ci a été remplacé

en raison de sa toxicité. A l'heure actuelle, on utilise également des stabilisants organiques dans certaines applications. Les co-stabilisants augmentent encore davantage la stabilité du PVC. [28]

# Chapitre III :

*Chapitre III :*

Les mélanges de polymères et les matériaux composites

## Introduction

Mélanger des polymères déjà existants est une voie très importante pour préparer de nouveaux matériaux possédant des propriétés et caractéristiques différentes de celles des composants pris séparément [29]. Ces recherches permettent de développer des technologies de recyclage des plastiques. De plus, elles permettent d'élaborer un matériau original moins coûteux et moins aléatoire que de synthétiser un polymère inconnu à partir d'un nouveau monomère [30].

Mais le caractère quasi général d'immiscibilité de ces systèmes entraîne la formation de matériaux de morphologie souvent instables et de cohésion interfaciale faible. L'instabilité de tels systèmes devient d'autant plus gênante qu'ils sont soumis à l'agitation mécanique et/ou à l'action thermique. De ce fait, leurs propriétés et caractéristiques finales sont souvent de qualité inférieure à celles de leurs composants [29]. Pour cela il faut faire appel à de nouvelles méthodes de "compatibilisation" permettant un meilleur contrôle de la morphologie des mélanges et des interfaces.

### III.1. Les mélanges de polymères

#### III.1.1. Définition

Le mélange de deux ou de plusieurs polymères représente peut-être la manière la plus facile de les modifier (du moins à l'échelle du laboratoire) de manière à obtenir un résultat voulu, en jouant sur la symbiose des propriétés des différents composants. Les mélanges de polymères, ou **blends** en anglais, sont parfois appelés **alliages**. Cependant, ce dernier terme se réfère plutôt aux polymères **compatibles**, c'est-à-dire à ceux qui sont capables de former un mélange plus ou moins intime au niveau moléculaire (l'acceptation exacte de « compatible » dépend du contexte) [31].

#### III.1.2. Types des mélanges de polymères

En général il existe trois classes de mélanges :

- Mélanges miscibles : une seule phase stable thermodynamiquement est formée
- Mélanges partiellement miscibles : ils peuvent être totalement miscibles dans certaines proportions, mais compatibles en général.
  
- Mélanges immiscibles : on distingue deux phases qui restent toujours stables même après mélangeage [32].

### III.1.2.1. Mélanges miscibles

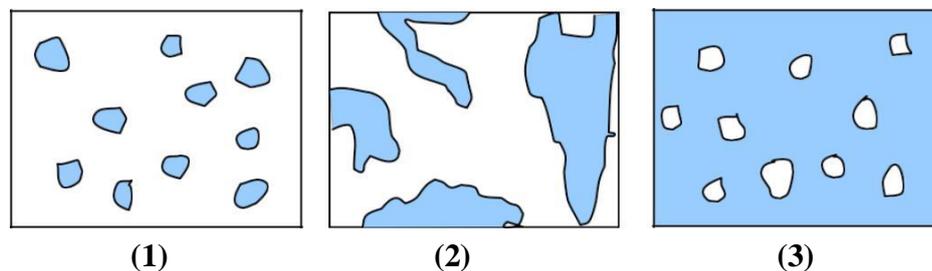
Mélange de polymères se comportant comme un système monophasé à l'échelle moléculaire. Son comportement est celui d'un homopolymère. Ses propriétés varient avec la composition suivant une loi de mélange simple. Les constituants du mélange peuvent être des polymères homologues, généralement avec des distributions en masses molaires étroites, ou bien de nature différente (exemple : poly phénylène éther/ polystyrène PPE/PS) [33].

### III.1.2.2. Mélanges partiellement miscibles

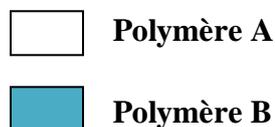
Ce sont les mélanges dont la miscibilité mutuelle correspond seulement à certains rapports. On peut citer à titre d'exemple le mélange de polystyrène avec le polycarbonate (PS/PC) [34].

### III.1.2.3. Mélanges non miscibles

La façon la plus importante de modifier la morphologie d'un mélange non miscible est de modifier la quantité relative de chacun des polymères dans le mélange. Soit à mélanger deux polymères non miscibles A et B, si la quantité de polymère A est beaucoup plus que la quantité de polymère B, le polymère B se sépare en petites sphères. Dans ce cas le polymère A est le composant majoritaire et le polymère B est le composant minoritaire (**figure III.1.1**) [32].



**Quantité relative de polymère B dans le mélange non miscible** →



**Figure III.1:** *mélanges non miscibles.*

Mais si la quantité de polymère B dans le mélange augmente progressivement, les sphères deviennent de plus en plus grosses, jusqu'à ce qu'elles se rejoignent.

Ce ne sont plus des sphères isolées, mais une phase continue. Le mélange non miscible ressemble à présent à la (**figure III.1.2**) du milieu. Les domaines de polymères B sont jointifs, ainsi que les domaines de polymère A. Dans ce cas on dit que les phases sont Co-continues.

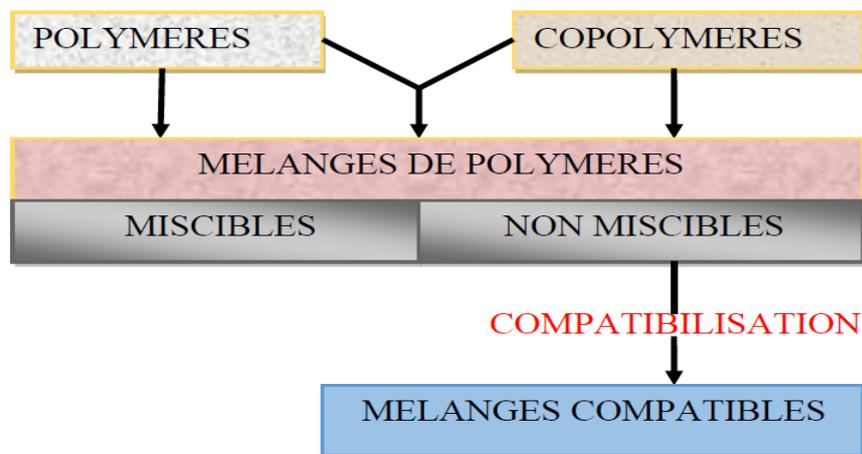
Si on continue à ajouter du polymère B, il finira par y avoir tellement de polymère B que le polymère A se retrouvera sous forme de sphères entourées d'une phase de polymère B continue, (**figure III.1.3**). Dans ce cas le polymère B est le composant majoritaire et A le composant minoritaire [32].

### III.1.3. Compatibilisation

Procédé physique ou chimique, modifiant les propriétés inter faciales des mélanges de polymères non miscibles, qui permet d'obtenir une bonne stabilité des phases en présence (évite la séparation des constituants du mélange). Cette modification conduit aux alliages [33].

#### III.1.3.1. Mélange des polymères compatibles

Il s'agit d'un groupe de mélanges de polymères mutuellement non miscibles mais compatibles de telle sorte qu'un malaxage convenable permet de former des structures dont la taille des domaines de phases miscibles est inférieure aux domaines de phases des polymères incompatibles. Les propriétés mécaniques, surtout la résistance aux chocs, sont améliorées grâce aux forces d'adhésion inter faciales [35].



**Figure III.2:** Interdépendance dans la nomenclature des mélanges de polymères.

#### III.1.3.2. Mélanges de polymères totalement incompatibles

Cette incompatibilité des composants est due soit à la structure chimique complètement différente, comme dans le cas du mélange PVC/PE, soit à la masse molaire relative très élevée. L'incompatibilité des composants provoque la formation d'une structure polyphasique composée de grosses particules ou plutôt de petits domaines ayant une

mauvaise adhésion inter faciale. Une telle structure donne généralement des propriétés mécaniques médiocres [36].

### III.1.4.Objectif de la compatibilisation

Les trois effets principaux recherchés lors de la compatibilisation d'un mélange sont :

- 1- Diminution de la tension inter faciale pour faciliter la dispersion.
- 2- Stabilisation de la morphologie afin d'éviter l'évolution de celle-ci au cours d'étapes de transformation et de mise en œuvre du matériau.
- 3- Augmentation de l'adhésion entre phases et donc amélioration des propriétés mécaniques des mélanges.

En fonction de la méthode de compatibilisation choisie et du type du compatibilisant utilisé, chacun des trois objectifs précédents peut être plus au moins bien atteint [37].

### III.1.5.Les différentes méthodes de compatibilisation

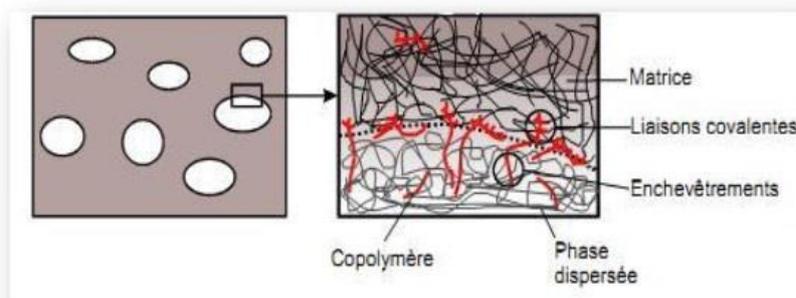
Pour parvenir à une bonne compatibilisation, il faudrait être en mesure d'améliorer l'adhésion entre les phases ainsi que diminuer la taille des nodules. Deux méthodes sont envisageables :

- Compatibilisation par création des liaisons physiques.
- Compatibilisation par création des liaisons chimiques.

Ces méthodes peuvent faire appel à la synthèse préalable de compatibilisants ou à des modifications de polymères au cours du mélange [37].

#### III.1.5.1.Compatibilisation par création des liaisons chimiques

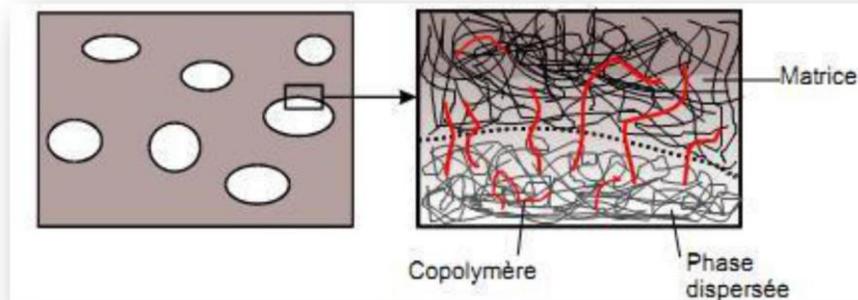
Le principe consiste en l'introduction dans le mélange d'un troisième composant polymère qui va venir se placer à l'interface des deux phases, en créant des liaisons chimiques entre les polymères immiscibles. Une partie de ce polymère sera attirée par une des deux phases avec laquelle il va s'enchevêtrer et va créer des liaisons covalentes par réaction chimique avec l'autre phase comme indiqué sur le schéma ci-après [38].



**Figure III.3:** *Compatibilisation par création des liaisons chimiques.*

### III.1.5.2. Comptabilisation par création de liaisons physiques

Cette technique consiste à générer in situ ou à introduire dans un mélange de polymères immiscibles un troisième composant, par exemple un copolymère à bloc ou polymère greffé constitué des polymères à mélanger ou de chaînes de polymères miscibles avec les polymères à mélanger, qui viendrait se placer à l'interface comme représenté sur le schéma ci-après :



**Figure III.4:** Comptabilisation par création des liaisons physiques [38].

### III.1.6. Méthodes de préparation des mélanges

Les principales méthodes d'incorporation d'un polymère par un autre polymère (préparation d'un mélange) sont :

#### III.1.6.1. Mélange mécanique

Le mélange des polymères à l'état fondu est une technique largement répandue dans l'industrie, qu'il s'agisse du cas des polyoléfines ou de la fabrication des pneumatiques. A petit échelle, on utilise assez souvent une extrudeuse double vis, un malaxeur à rouleaux ou un malaxeur interne. Dans cette méthode, la température de transformation doit être supérieure à la température de transition vitreuse (et même à la température de fusion si l'un des constituants est cristallin) pour que la dispersion soit efficace. Les forces de cisaillement engendrées par malaxage peuvent provoquer une dégradation partielle du mélange [39].

#### III.1.6.2. Mélange en solution

Cette méthode a été utilisée intensivement dans la préparation des mélanges à deux phases. Le mélange peut être obtenu à partir de la mise en solution des deux polymères dans un même solvant. Si les deux solutions sont miscibles, le mélange se fait dans des conditions idéales. Si ce n'est pas le cas, les viscosités des deux solutions doivent être proches, le mélange peut être récupéré à partir de la solution, par évaporation du solvant, par co-précipitation ou par lyophilisation [40].

## III.2. Les matériaux composites

### III.2.1. Définition [41]

Les matériaux composites sont des matériaux solides hétérogènes et anisotropes, constitués de l'assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles et de natures différentes, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont l'association confère à l'ensemble des propriétés qu'aucun des composants pris séparément ne possèdent. Ils sont constitués d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase continue est appelée matrice et la phase discontinue, qui présente usuellement des propriétés mécanique (rigidités et résistances) supérieures à celle de la matrice, est nommée renfort.

Les matériaux composites offrent d'excellents rapports masse/rigidité/résistance en comparaison avec les matériaux métalliques. Ils répondent parfaitement aux exigences mécaniques, thermique, acoustique, transparence, résistance aux feux et fatigue. Par conséquent, plusieurs secteurs utilisent actuellement les matériaux composites, comme le secteur aérospatial et aéronautique, où la légèreté des structures est un facteur stratégique.

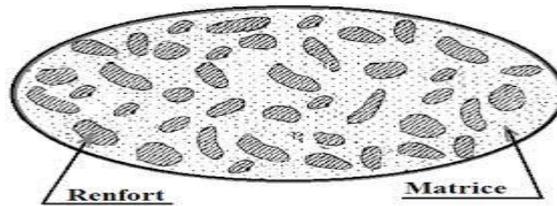


Figure III.5: Structure d'un matériau composite.

### III.2.2. Classification des matériaux composites [42]

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice:

- Les composites à matrices organiques (CMO) qui constituent, de loin, les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle.
- Les composites à matrices céramiques (CMC) réservés aux applications de très haute technicité et travaillant à haute température comme dans les domaines spatial, nucléaire et militaire, ainsi que le freinage.
- Les composites à matrices métalliques (CMM) intéressent les concepteurs des industries automobiles, électroniques et de loisirs pour répondre à des exigences mécanique spécifiques.

# Chapitre IV :

*Chapitre IV :*

Techniques expérimentales de synthèse et de caractérisation

## Introduction

Ce chapitre est consacré à la description de la méthode d'obtention des mélanges à base du polychlorure de vinyle (PVC). Nous présenterons ensuite les différentes techniques d'analyses utilisées pour caractériser les mélanges étudiés : l'analyse par diffraction des rayons X pour l'étude structurale, l'analyse mécanique pour évaluer les propriétés mécaniques [43], l'analyse spectrale par infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)...etc.

### IV.1.Préparation des mélanges

#### IV.1.1.Matières premières

Cette étude concerne deux matériaux thermoplastiques fondamentalement différents: le PVC amorphe référence 4000M et un PEBD semi-cristallin (point de fusion = 129 ° C, enthalpie spécifique de fusion = 106 J / g) produit par l'Entreprise Nationale de Pétrochimie (ENIP) Skikda, Algérie. Le PVC a les caractéristiques physiques selon le **tableau IV. 1** et avec des additifs de qualité commerciale selon le **tableau IV. 2**.

**Tableau IV.1 :** *Spécifications de la résine PVC.*

Propriété	valeur
Valeur K	67- 72
Degré de polymérisation	1250 – 1450
Densité en vrac sans compactage	0,43 - 0,50
Densité apparente après compactage	0,53 - 0,63
Libre circulation	≥ 10g/S
Teneur en humidité	≤ 0,3%
Stabilité thermique	60 min à 180 ° C

**Tableau IV.2 :** *Ingrédients du composé à base de PVC.*

Additif	Résine de PVC	Stabilisateur (Ca / Zn)	Plastifiant Bis (2-Ethyl-hexyl) phtalate (DOP)
Poids %	65	5	30

### IV.1.2. La préparation des fibres

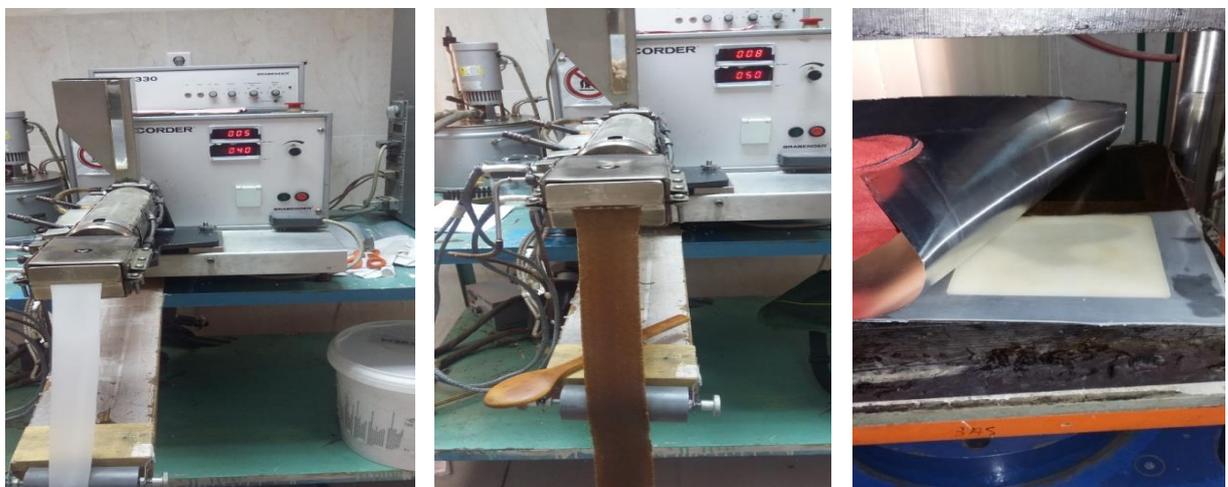
Les DPLF ont été obtenus à partir des déchets agricoles de la ferme des dattes à Biskra, en Algérie. Le DPLF a été lavé, broyé et tamisé. Le bois tamisé a été séché dans un four de laboratoire à 50 ° C jusqu'à une teneur en humidité finale de 3 à 4% et stocké dans des sacs en polyéthylène pour un mélange ultérieur. La composition chimique des fibres de palmier dattier provenant des feuilles est présentée dans le **tableau 3** [44].

**Tableau IV .3 :** *Composition chimique des fibres de palmier dattier.*

Constituants	cellulose	hémicellulose	lignine	cendre	extractif
DPLF %	40.21	12.8	32.2	10.54	4.25

### IV.1.3. Préparation du composite

Le DPLF a été séché dans un four sous vide à 80 ° C pendant une nuit, pour réduire la teneur en humidité. Un mélangeur thermocinétique Gelimat (un mélangeur à turbine à haute intensité) a été utilisé pour mélanger la charge DPLF avec la matrice polymère. Du PVC/LDPE (80/20, 50/50 et 20/80 % en poids) et des DPLF (10, 20 et 30% en poids) ont été préparés par une extrudeuse mono-vis Brabender, la température de traitement allant de 135 °C à 170 °C et presse à mouler par compression à 150 °C pendant 2 min à une pression mécanique de 300 bars. La température a été variée et optimisée non seulement pour obtenir un mélange homogène facilement transformable, mais aussi pour éviter la dégradation de tous les composites. [45]



**Figure IV.1 :** *Préparation des plaques.*

## IV.2. Techniques de caractérisation.

### IV.2.1. Analyse spectrale par IRTF

La spectroscopie IRTF est une des méthodes les plus efficaces pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. En effet, le rayonnement IR excite des modes de vibration (déformation, élongation) spécifiques de liaisons chimiques. La comparaison entre rayonnement incident et transmis à travers l'échantillon suffit alors à déterminer les principales fonctions chimiques présentes dans l'échantillon.

Les mesures de spectroscopie infrarouge des différents échantillons, ont été enregistré à l'aide d'un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) de modèle SHIMADZU FTIR-8400S qui est installé au laboratoire de chimie de l'université de Biskra (**Figure IV.2**).

Les échantillons à analyser sont préparés sous forme de pastilles. Il s'agit d'un mélange d'une petite quantité (~5% en masse) de fibres préalablement broyée (traitée, ou non traitée) à 95% en masse de bromure de potassium (KBr). La plage de balayage est comprise entre 400 et 4000  $\text{cm}^{-1}$  avec une résolution de 2  $\text{cm}^{-1}$ . [46] (Même méthode à suivre pour les autres échantillons).



**Figure IV.2:** Appareil infrarouge de type SHIMADZU.

### IV.2.2. Analyse par diffraction des rayons X

La technique de diffraction des rayons X (DRX) est très utilisée dans l'étude structurale des mélanges de polymère. Cette méthode consiste à envoyer un faisceau de rayon X de longueur d'onde  $\lambda$ , diriger sur l'échantillon et le signal diffracté est analysé. Pour chaque angle d'incidence (diffraction) du faisceau correspond une intensité du signal diffracté qui se manifeste par un pic de diffraction de rayon X. [47]

Les mesures de diffraction des rayons X des différents échantillons, ont été enregistré à l'aide d'un diffractomètre à rayons X de type Brucker D8 ADVANCE qui est installé au laboratoire de chimie de l'université de Biskra. (Figure IV.3)

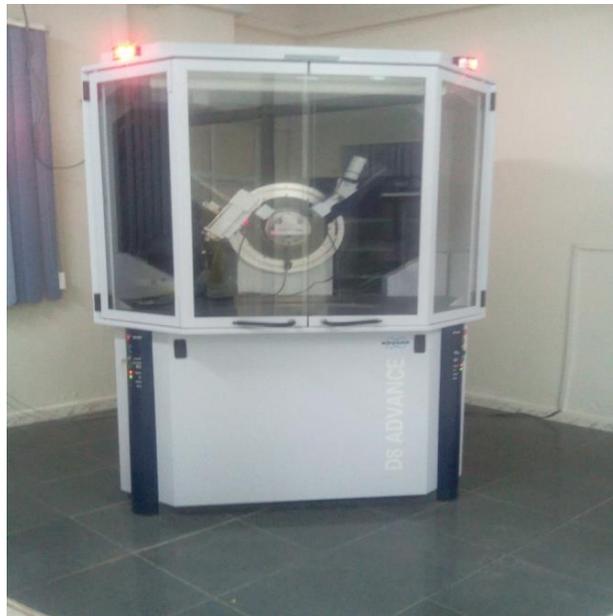


Figure IV.3: Diffractomètre à rayons x de type Brucker D8 ADVANCE.

### IV.2.3. Tests mécaniques

#### IV.2.3.1. Test de traction

C'est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé, qui consiste à soumettre une éprouvette en forme d'altère de type « H », dans les mâchoires d'un dynamomètre. La mesure des propriétés mécaniques à la rupture des plaque est effectuée au niveau de laboratoire de l'entreprise « ENICAB » de Biskra, à l'aide d'une machine de traction de type Zwick / Roell (Figure IV.4), selon la norme ISO 527. La machine est reliée à un micro-ordinateur qui effectue tous les calculs nécessaires et trace les courbes contrainte/déformation. [46]



Figure IV.4 : Machine de traction Zwick/Roell.

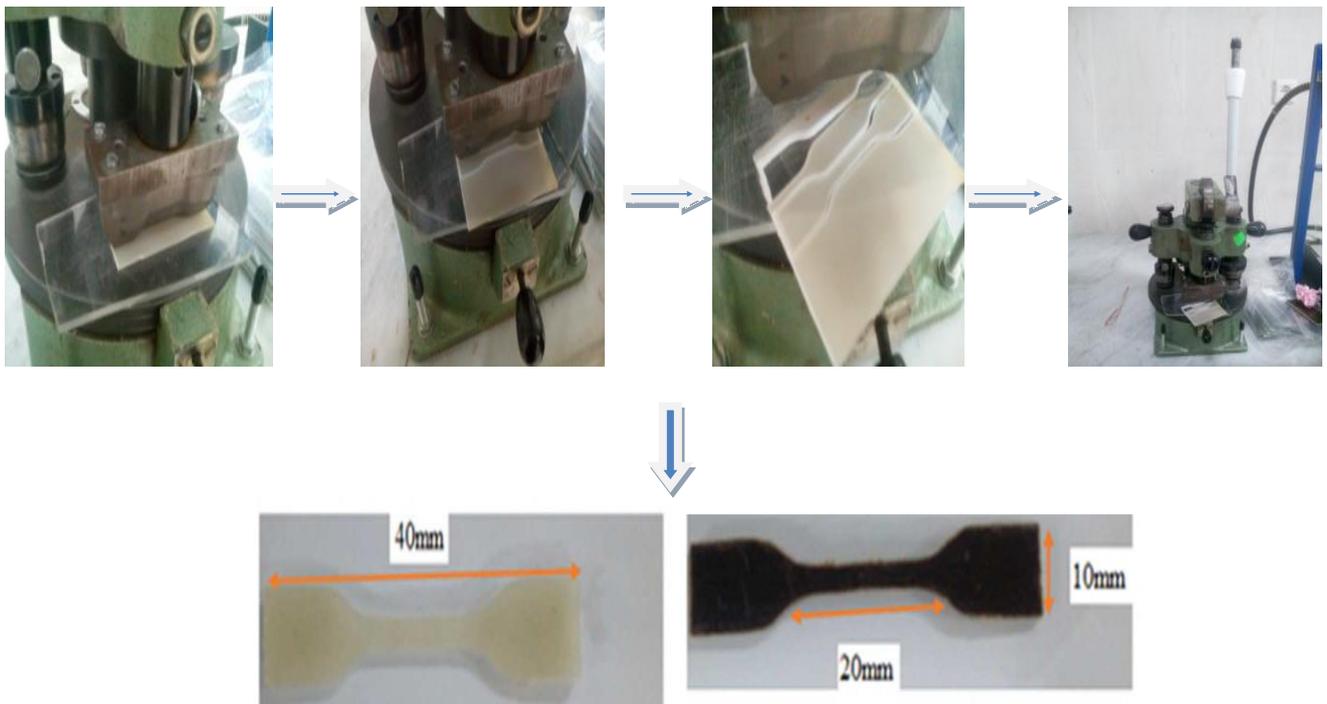


Figure IV.5: La géométrie des éprouvettes entaillées pour les essais mécaniques.

#### IV.2.3.2. Test de la dureté Shore D

La dureté d'un matériau est la résistance de celui-ci à l'enfoncement d'un pénétrateur de forme et de dimension données (bille en acier ou un cône en diamant).

On appelle indice de dureté de pénétration Shore ou plus couramment dureté Shore A ou Shore D, le résultat de la mesure effectuée selon un mode opératoire bien déterminé et réalisé à l'aide d'un duromètre Shore A ou d'un duromètre Shore D.

L'éprouvette peut avoir une forme quelconque (carrée, rectangulaire ou disque) à condition que les dimensions permettent l'obtention d'au moins cinq mesures en des emplacements différents distants entre eux d'au moins 6 mm et distants des bords de l'éprouvette d'au moins 12 mm. La face de l'éprouvette sur laquelle doit être effectuée la mesure doit être aussi plane que possible. Il est préférable d'utiliser des éprouvettes à deux faces parallèles de telle sorte à avoir la face d'essai plane et horizontale. [48]

La mesure de la dureté Shore D a été réalisée au niveau du laboratoire de « ENICAB » de Biskra. L'essai consiste à appliquer un effort tendant à enfoncer l'aiguille d'un duromètre Shore D sur des plaques. La lecture se fait directement sur le duromètre après la pénétration de 15 secondes. [46]



Figure IV.6 : Le duromètre utilisé.

## IV.2.4. Caractérisation physique

### IV.2.4.1. Tests d'absorption d'eau

#### ❖ L'eau distillée

Nous prenons de petits morceaux d'échantillons différents et on les pèse ( $m_0$ ) avec une balance analytique de précision 0,0001g. Ensuite on immerge les éprouvettes dans un récipient d'eau distillée à une température ambiante. Chaque 24 H, on prélève l'échantillon et on procède au séchage de l'eau superficielle avec du papier absorbant. On pèse de nouveau les éprouvettes ( $m$ ), l'opération se poursuit jusqu'à stabilité de la masse. La variation de masse en (%) est donnée par la formule suivante:  $\Delta m (\%) = [(m - m_0) / m_0] * 100$

(Nous avons utilisé la même méthode dans l'eau salée).



Figure IV.7 : Tests d'absorption d'eau distillée.

#### ❖ L'eau salée



Figure IV.8 : Tests d'absorption d'eau salée.

#### IV.2.4.2. Tests de gonflement par les solvants organiques.

Nous prenons de petits morceaux de différents échantillons et on les pèse ( $m_0$ ) avec une balance analytique de précision 0,0001g.

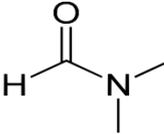
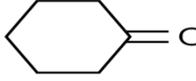
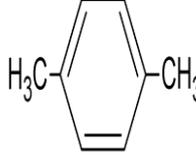
Ensuite on immerge les éprouvettes dans un récipient avec un solvant à une température ambiante. Chaque échantillon est immergé dans 4 solvants différents (THF, DMF, xylène, cyclohexanone.). Chaque 24H, on procède à la pesée de l'éprouvette (m), l'opération se poursuit jusqu'à la stabilité de la masse. La variation de masse en % est donnée par la formule suivante :

$$\Delta m(\%) = [(m - m_0) / m_0] * 100$$



Figure IV.9 : Gonflement par utilisation de solvant.

Tableau IV.4 : Les solvants utilisés.

Solvants	Formule brute	Structure chimique	T ébullition °C
Tétrahydrofurane (THF)	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O		66
Diméthylformamide (DMF)	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> NO		153
Cyclohexanone	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O		156
Xylène	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>		138.2



# **chapitre V :**

*Chapitre V :*

## Résultats et discussions

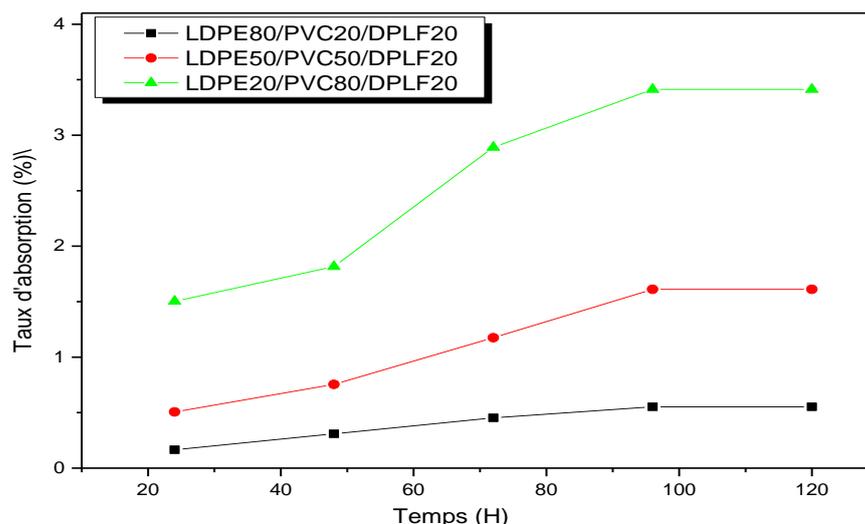
## Introduction

Après avoir eu l'idée sur le moyen de compatibilisation et sur la méthodologie de travail choisie dans le quatrième chapitre, nous essayerons dans ce qui suit d'exposer les principaux résultats obtenus à partir des résultats expérimentaux.

### V.1. Résultats du test d'absorption d'eau

#### V.1.1. L'eau distillée

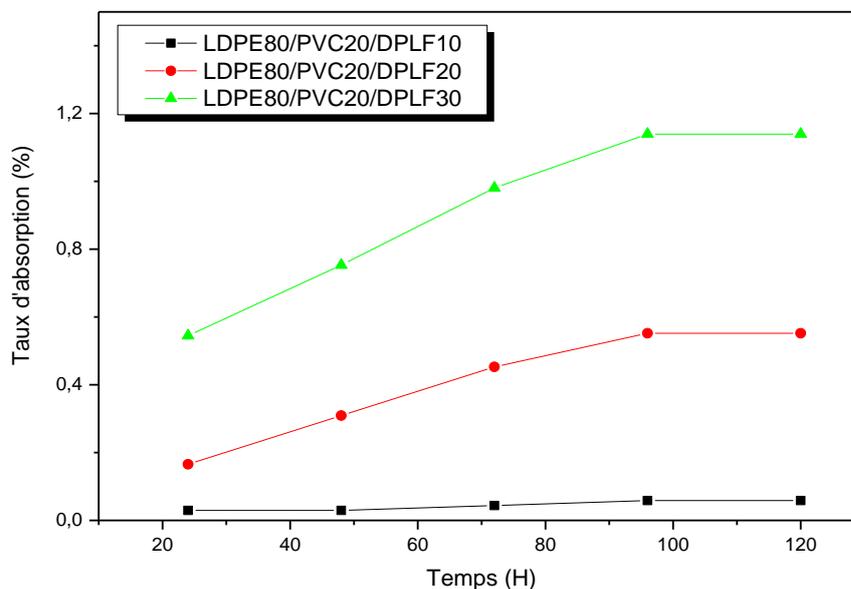
On peut voir clairement une augmentation du taux d'absorption d'eau avec le temps d'immersion et le taux de PVC dans la matrice LDPE/PVC, ce qui est tout à fait attendu, parce que le PVC a un caractère amorphe et la fibre possède une partie amorphe qui aussi absorbe l'eau, donc plus le taux du PVC est élevé dans la composition, plus le taux d'absorption d'eau est élevé. (Figure V.1).



**Figure V.1:** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites LDPE/PVC avec 20% de DPLF en fonction du temps.

En gardant la même composition dans le mélange LDPE/PVC, on constate que l'absorption d'eau augmente avec l'augmentation du taux de la fibre, parce que cette dernière est fortement riche en groupements hydroxyles, ces derniers forment avec les molécules d'eau des liaisons hydrogènes, donc plus de taux de la fibre est élevé dans le mélange, plus la concentration en hydroxyles OH croît et par conséquent le taux d'absorption devient plus important. On remarque aussi que la vitesse d'absorption d'eau des échantillons LDPE/PVC

est rapide au fur et à mesure que le temps augmente jusqu'à la saturation où le taux d'absorption d'eau devient constant. (**Figure V.2**).



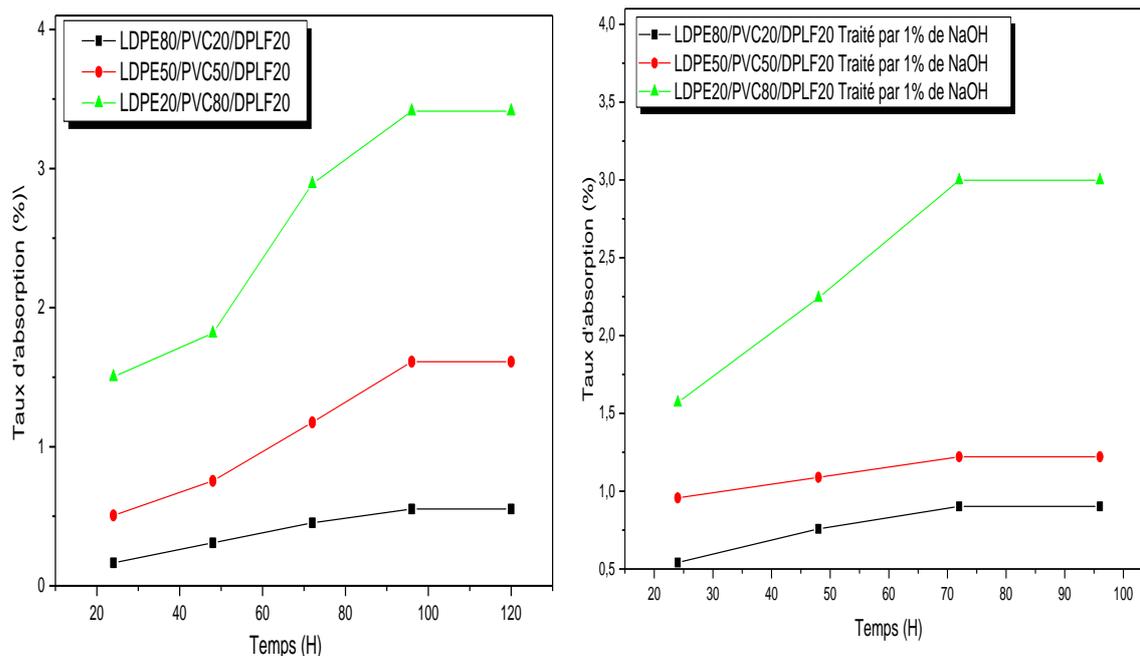
**Figure V.2:** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites LDPE 80/PVC20 avec 10% 20% 30% de DPLF en fonction du temps.

### Traitement 1% de NaOH

- L'absorption max dans LDPE20/PVC80/DPLF20 = 3,5 %
- L'absorption max dans LDPE20/PVC80/DPLF20 traité par 1% de NaOH = 3 %

Donc, l'absorption d'eau a chuté.

Traitement de la fibre par NaOH admet aussi une influence sur le taux d'absorption des composites. La figure V.3 représente l'évolution du taux d'absorption d'eau des composites LDPE/PVC avec 20% de fibre non traitée et traitée par 1% de NaOH en fonction du temps. Nous remarquons une décroissance du taux d'absorption d'eau des composites, parce que la part amorphe du composite a été supprimée tels que la lignine et l'hémicellulose, et l'action de NaOH tend à rompre les associations hydrogènes dans la structure cellulosique ce qui tend à changer la surface du composite et donc devient plus résistant à l'eau.



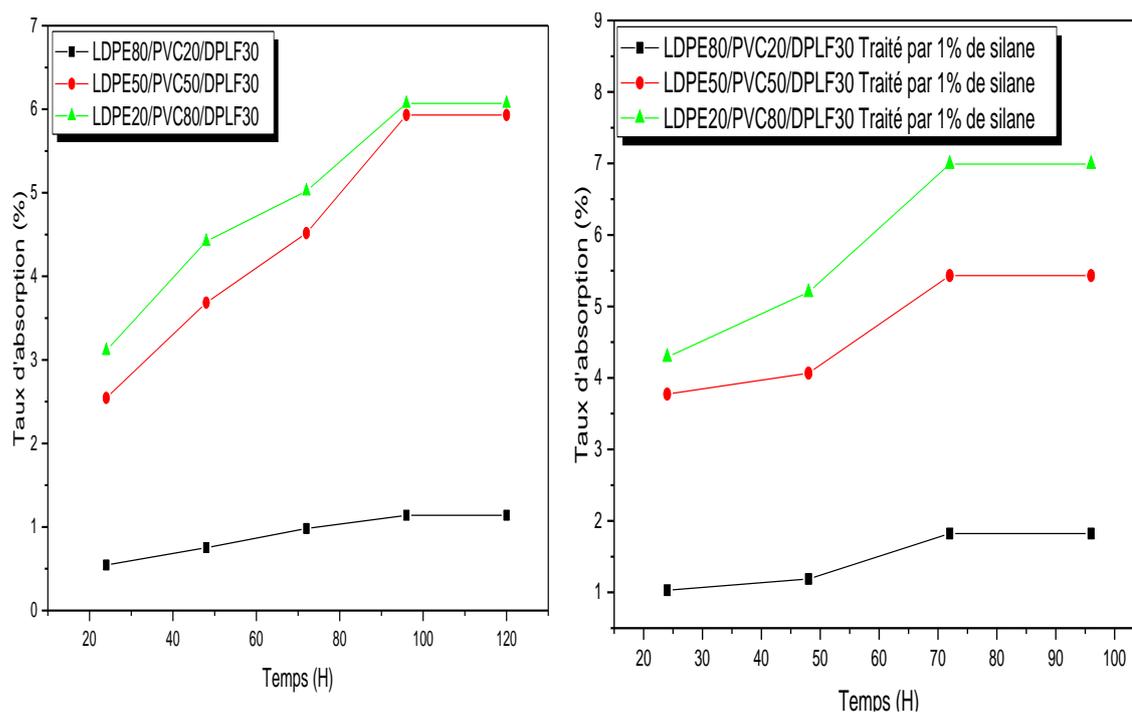
**Figure V.3 :** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites LDPE /PVC avec 20% de DPLF non traitée et traitée par 1% de NaOH en fonction du temps.

#### ➤ Traitement par 1% de composé silane

- L'absorption max dans LDPE20/PVC80/DPLF30 = 6,5 %
- L'absorption max dans LDPE20/PVC80/DPLF30 traité par 1% de silane = 7.0 %

Le traitement de la fibre par le composé silane possède aussi une influence sur le taux d'absorption des composites.

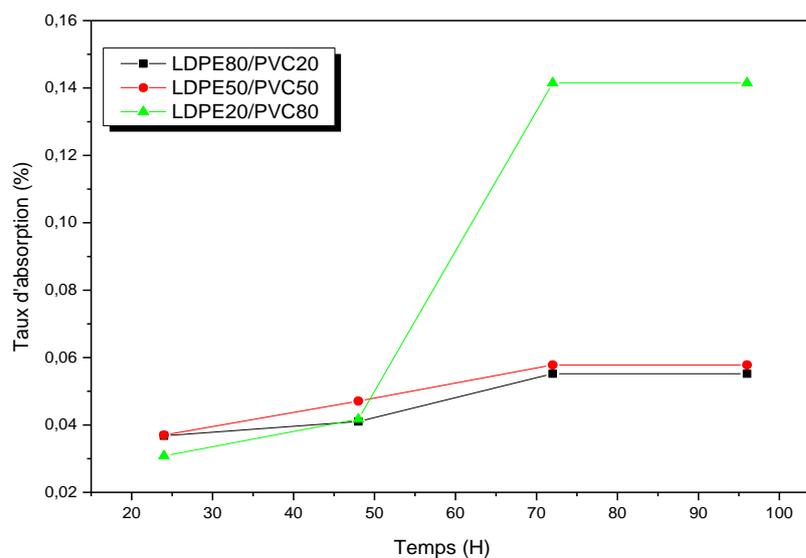
La figure V.4 représente l'évolution du taux d'absorption d'eau des composites LDPE/PVC avec 30% de fibre non traitée et traitée par 1% du composé silane en fonction du temps. Nous remarquons une augmentation du taux d'absorption d'eau des composites, parce que le silane cible le groupement hydroxyle dans la cellulose et forme ainsi une liaison **O-Si**, donc la structure de surface ne change pas, alors l'absorption d'eau par les composites tend à s'accroître.



**Figure V.4 :** Evolution du taux d'absorption d'eau par les composites LDPE /PVC avec 30% de DPLF non traitée et traitée par 1% de composé silane en fonction du temps.

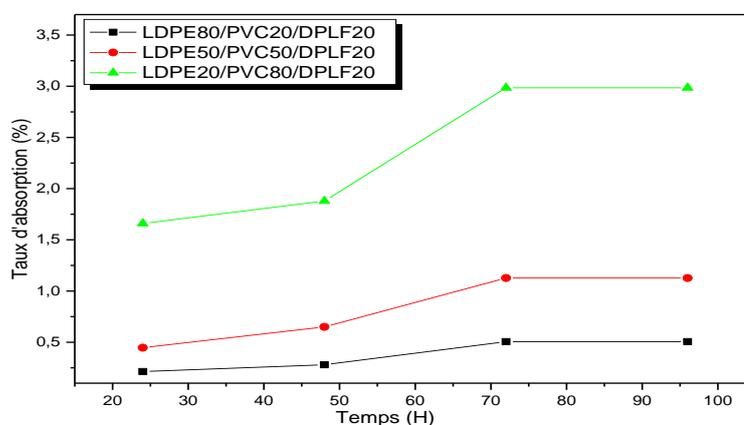
### V.1.2. L'eau salée

On peut voir clairement une augmentation du taux d'absorption d'eau salée avec le temps d'immersion et la composition du PVC dans la matrice LDPE/PVC, ce qui est tout à fait attendu, parce que les composites contiennent du PVC qui possède dans sa structure le chlore Cl et l'eau salée possède les ions  $\text{Na}^+$ , l'interaction peut avoir lieu par création de liaisons datives entre le chlore et les ions  $\text{Na}^+$ , création de structures complexes, donc plus le taux du polymère PVC est élevé, plus la concentration en Cl est grande et par conséquent le taux d'absorption d'eau salée augmente. (**Figure V.5**)



**Figure V.5 :** Evolution du taux d'absorption d'eau salée des composites LDPE /PVC en fonction du temps.

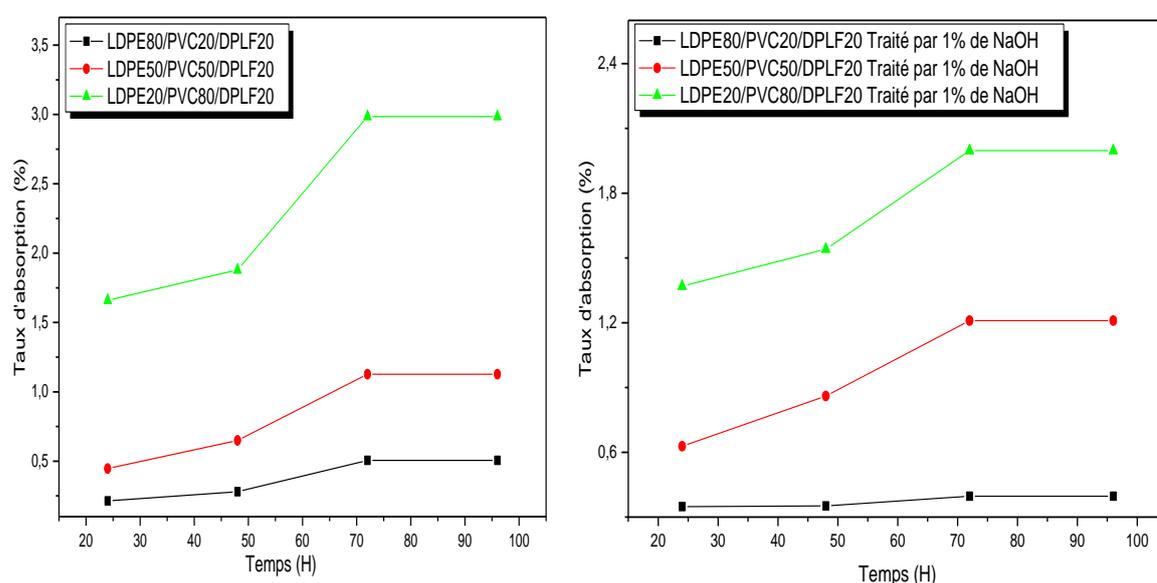
Dans le cas de la fibre existante dans les composites, Nous remarquons une augmentation du taux d'absorption d'eau des composites, parceque le NaCl cible le groupement hydroxyle dans la cellulose et forme ainsi une liaison polarisée  $O^- Na^+$ , on remarque aussi que la vitesse d'absorption d'eau salée des échantillons LDPE/PVC est rapide au fur et à mesure que le temps augmente et le taux de PVC aussi , car les chaines du PVC peuvent entrer en réaction avec les ions  $Na^+$  et ceux  $Cl^-$  , On remarque aussi que la vitesse d'absorption d'eau salée des échantillons LDPE/PVC est rapide au fur et à mesure que le temps augmente jusqu'à la saturation où le taux d'absorption d'eau devient constant. (**Figure V.6**).



**Figure V.6 :** Evolution du taux d'absorption d'eau salée par les composites LDPE /PVC avec 20% de DPLF en fonction du temps.

### ➤ Traitement par 1% de NaOH

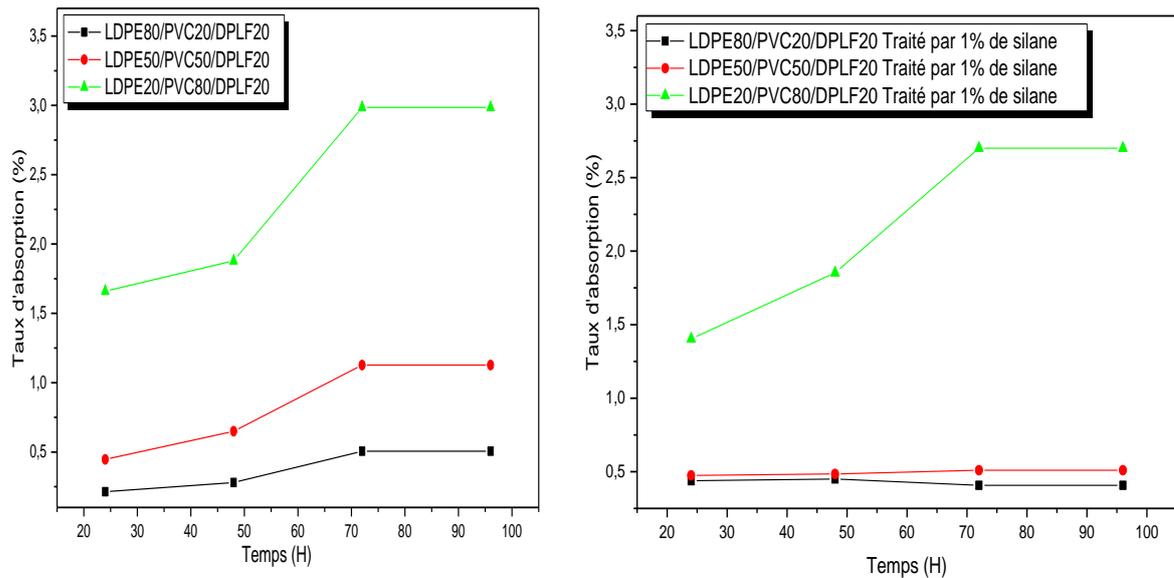
La figure V.7 représente l'évolution du taux d'absorption d'eau salée par les composites LDPE/PVC avec 20% de fibre non traitée et traitée par 1% de NaOH en fonction du temps. Nous remarquons une décroissance du taux d'absorption d'eau par les composites, parce que la partie amorphe a été supprimée lors du traitement, tels que la lignine et l'hémicellulose, et l'action de NaOH conduit à la rupture des liaisons hydrogènes des groupements hydroxyles OH dans les structures cellulosiques ce qui influe sur la surface du composite et devient ainsi résistant à l'action de l'eau alors que le NaCl n'affecte pas la structure.



**Figure V.7 :** Evolution du taux d'absorption d'eau salée des composites LDPE /PVC avec 20% de DPLF non traitée et traitée par 1% de NaOH en fonction du temps.

### ➤ Traitement par 1% de composé silane

La figure V.8 représente l'évolution du taux d'absorption d'eau par les composites LDPE/PVC contenant 20% de fibre non traitée et traitée par 1% de composé silane en fonction du temps. Nous remarquons une augmentation du taux d'absorption d'eau salée des composites, parce que le silane cible le groupement hydroxyle OH dans la structure cellulose et forme ainsi une liaison O-Si, et en présence d'ions  $\text{Na}^+$   $\text{Cl}^-$  du sel, les ions du silicium inter réagissent avec les ions du chlore  $\text{Cl}^-$  en créant des liaisons datives (structures complexantes), donc l'absorption d'eau augmente.



**Figure V.8 :** Evolution du taux d'absorption d'eau par les composites LDPE /PVC avec 20% de DPLF non traitée et traitée par 1% de composé silane en fonction du temps.

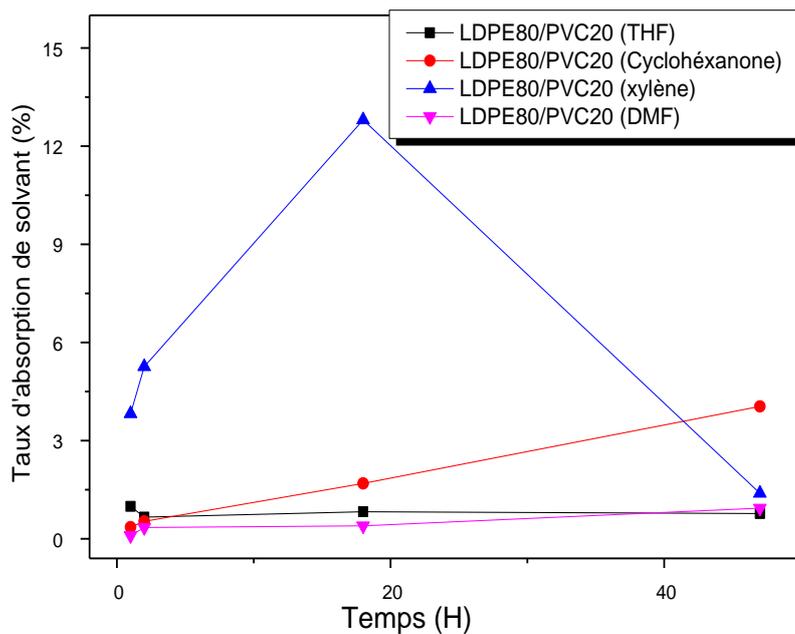
## V.2. Tests de gonflement de structure par emploi de solvants organiques.

La figure V. (9 ,10) représente l'évolution du mélange polymérique LDPE80/PVC20 et LDPE20/PVC80 en fonction de temps d'immersion dans les divers solvants, on remarque clairement une croissance du taux d'absorption du solvant avec l'augmentation du temps d'immersion, indiquant ainsi un gonflement du mélange polymérique, cette augmentation continue jusqu'à ce que le mélange arrive à saturation puis une perte en poids donc diminution, c'est-à-dire que le mélange polymérique commence à se dissoudre dans le solvant.

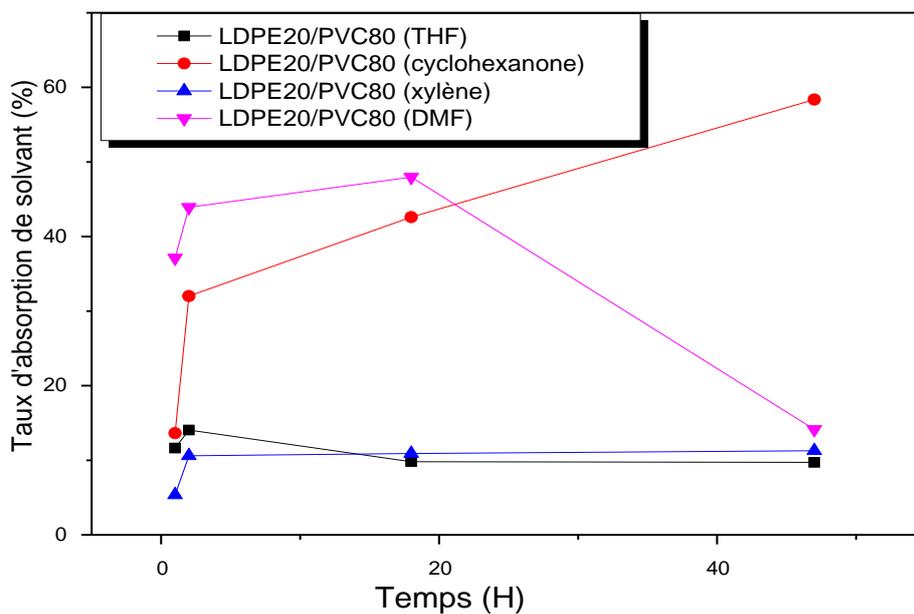
Le gonflement de structure des polymères pour les mélanges polymériques a montré que :

Le mélange polymérique 20/80PE gonfle aisément dans le solvant xylène. (Voir **figure. V.9**) car le mélange contient un taux de 80% de PE considéré comme polymère non polaire en accord avec la non polarité du solvant xylène.

Le mélange polymérique 80/20PE gonfle mieux dans le solvant cyclohexanone. (Voir **figure. V.10**) car le mélange est polaire (PVC) est la cyclohexanone est considérée comme solvant polaire aprotique.



**Figure V.9 :** Evolution du mélange polymérique LDPE80/PVC20 en fonction du temps d'immersion dans les divers solvants.

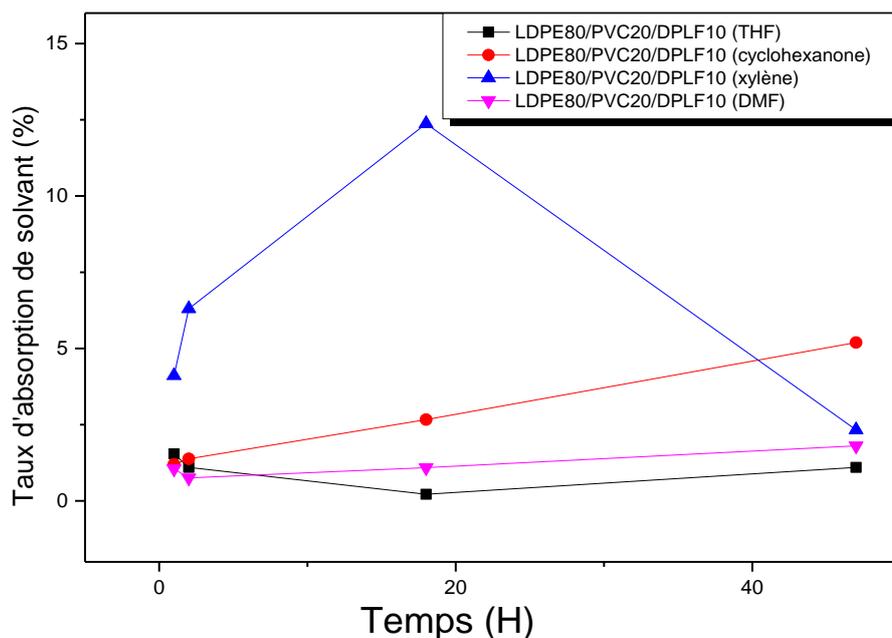


**Figure V.10 :** Evolution du mélange polymérique LDPE20/PVC80 en fonction du temps d'immersion dans les divers solvants.

Pour le mélange contenant 10 moles % de fibre, on constate le même comportement du matériau pour ce qui est du gonflement et de la dissolution.

Le mélange à fort pourcentage de PE gonfle mieux dans le solvant xylène alors que le mélange du PVC gonfle mieux dans les autres solvants tels que THF, DMF et cyclohexanone. (**Figure V.11**). (La même constatation pour les mélanges de polymère PE/PVC avec des taux de 20 et 30 moles %).

En général les solvant utilisés: polaire, polaire aprotique et apolaire affectent la composition polymérique sans aucune influence de l'additif qui est la fibre.

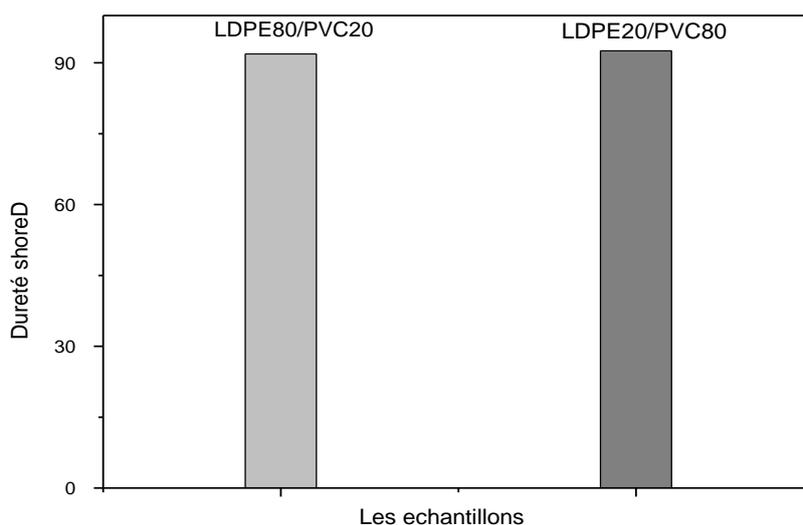


**Figure V.11** : Evolution du mélange polymérique LDPE80/PVC20 avec 10% de DPLF en fonction du temps d'immersion dans les divers solvants.

### V.3. Caractérisations mécaniques

#### V.3.1. Résultats de la dureté Shore D

La **figure V.12** montre l'évolution de la dureté Shore des composites PE/PVC. Cela montre clairement l'augmentation de la dureté avec l'augmentation du taux de PVC, parce que le polymère PVC possède le caractère amorphe, donc on assiste à une augmentation de la flexibilité et de ce fait une diminution de la rigidité des chaînes macromoléculaires.

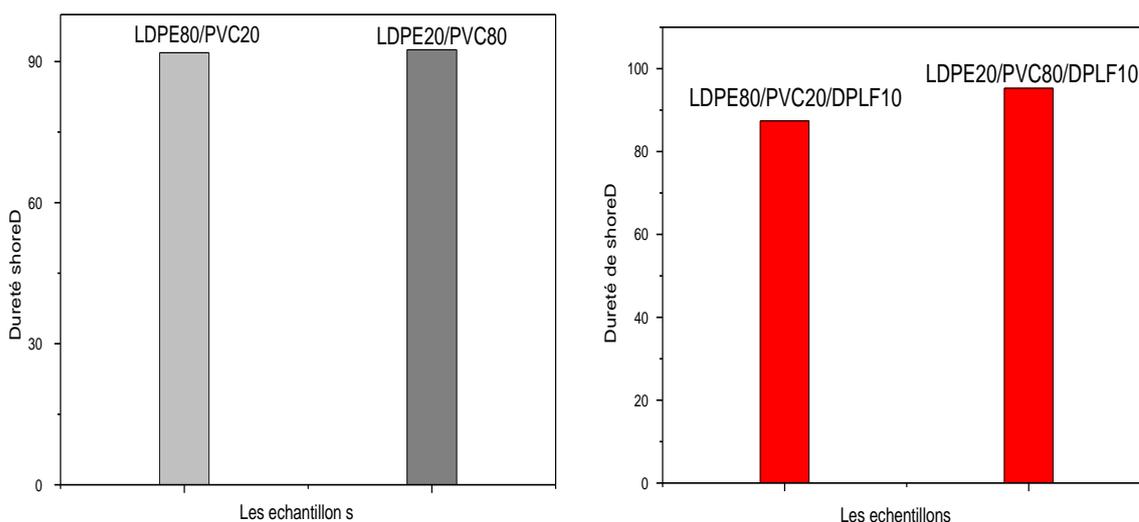


**Figure V.12 :** Evolution de la dureté Shore des composites PE/PVC.

- La dureté Shore pour la composition LDPE20/PVC80 : 92.50
- La dureté Shore pour la composition LDPE20/PVC80/DPLF10 : 95.58

Donc la dureté Shore augmente, dans le cas où la fibre existe dans les composites (**Figure V.13**), la dureté Shore augmente parce que la fibre possède un caractère amorphe, c'est-à-dire une augmentation de la flexibilité des chaînes du polymère.

(La même constatation pour les mélanges de polymères PE/PVC avec des taux de 20 et 30 moles %).



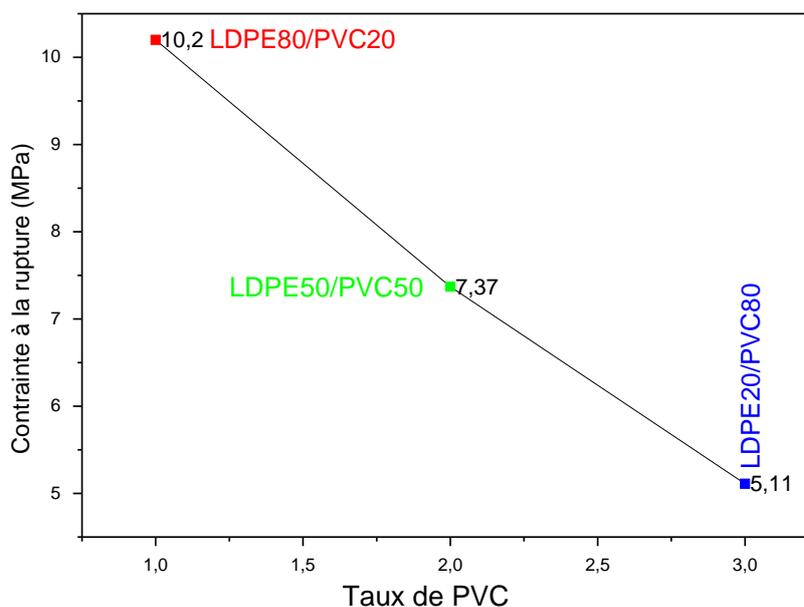
**Figure V.13 :** Evolution de la dureté Shore des composites PE/PVC et des composites PE/PVC avec 10% de DPLF

**Tableau V.1** : les valeurs de la dureté Shore

Les échantillons	Dureté Shore (moyenne)
LDPE80/PVC20	91.89
LDPE20/PVC80	92.50
LDPE80/PVC20/DPLF10	87.49
LDPE20/PVC80/DPLF10	95.58
LDPE80/PVC20/DPLF20	94.71
LDPE20/PVC80/DPLF20	94.97
LDPE80/PVC20/DPLF30	94.72
LDPE20/PVC80/DPLF30	95.32

### V.3.2. Essai de traction

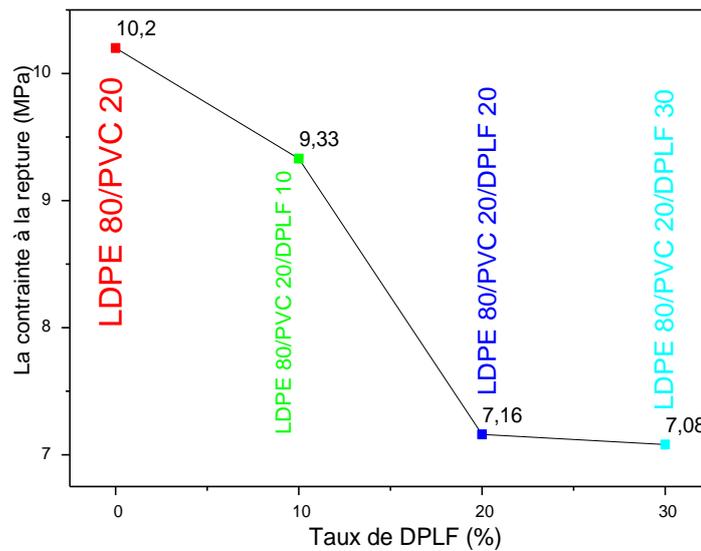
#### V.3. 2.1. Evolution de la résistance à la traction



**Figure V.14:** Evolution de la contrainte à la rupture des composites LDPE/PVC en fonction du taux de PVC.

Influence de la structure du polymère sur les propriétés mécaniques.

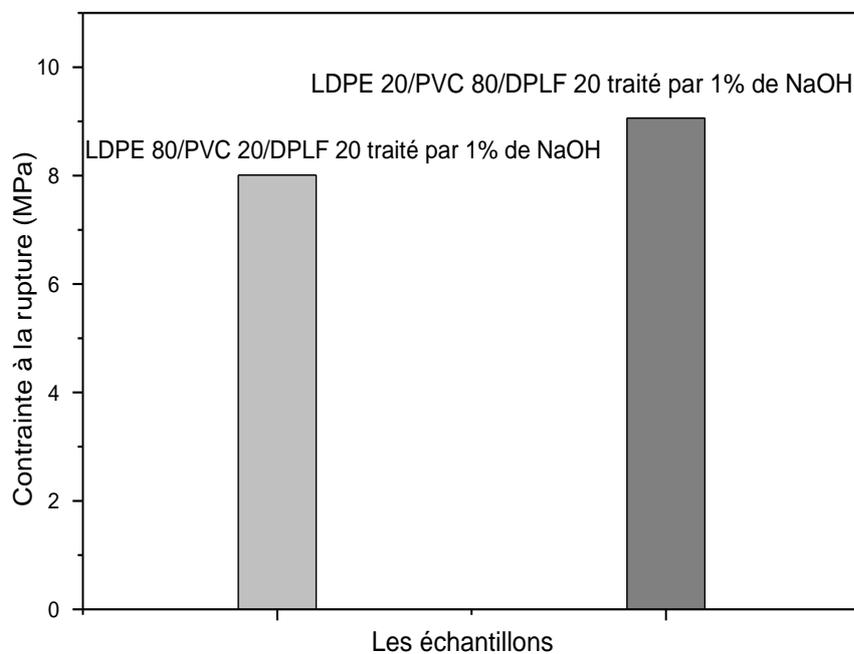
On remarque que lorsque le taux du PVC dans la composition augmente (le caractère amorphe), la résistance à la rupture diminue progressivement.



**Figure V.15:** Evolution de la contrainte à la rupture des composites LDPE/PVC en fonction du taux de DPLF.

Pour les composites contenant 10, 20 et 30 moles/%, la résistance à la rupture diminue en passant de 10 à 30 moles/%.

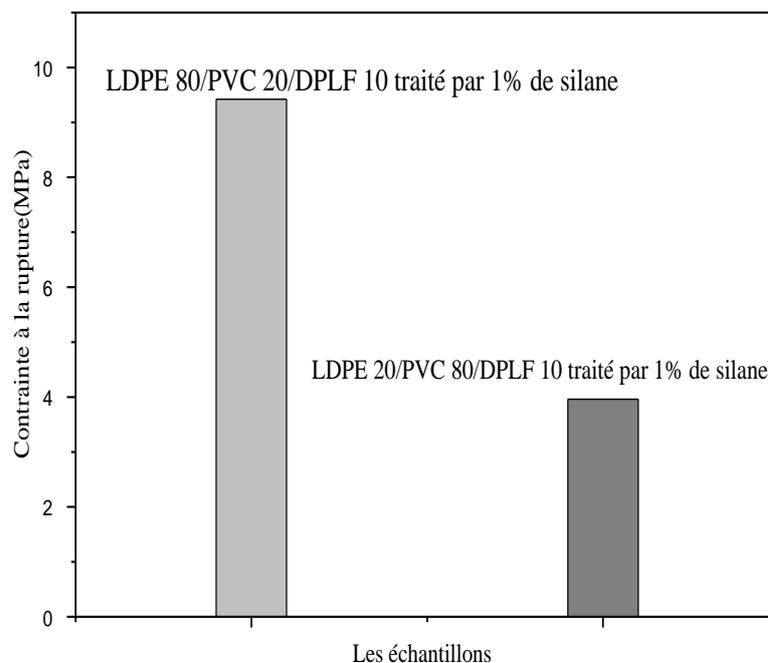
### ➤ Traitement par l'hydroxyde de sodium NaOH



**Figure V.16:** Evolution de la contrainte à la rupture des composites LDPE/PVC avec 20% de DPLF traitée par NaOH.

Les composites traités par NaOH contenant 20 moles/% de fibre traités par NaOH ont une résistance à la rupture qui augmente, à cause des interactions ou associations créées entre la fibre traitée et la structure du PVC, ce qui conduit à l'accroissement de la résistance.

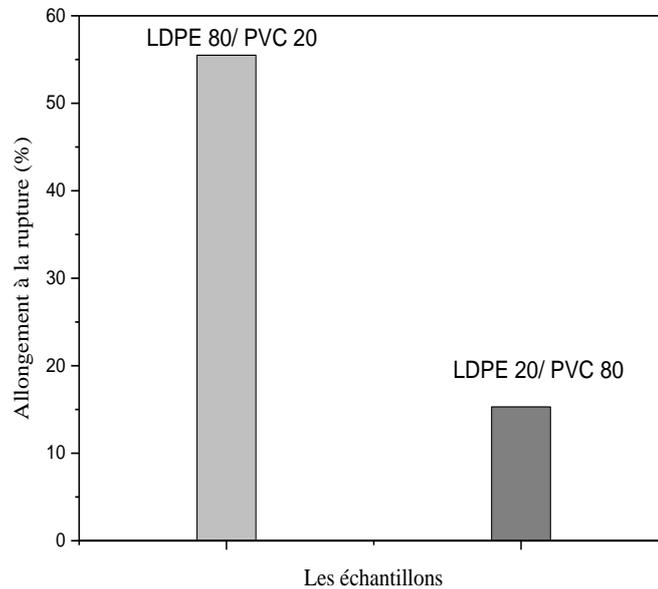
➤ **Traitement par le composé silane**



**Figure V.17:** Evolution de la contrainte à la rupture des composites LDPE/PVC avec 20% de DPLF traité par 1% composé silane.

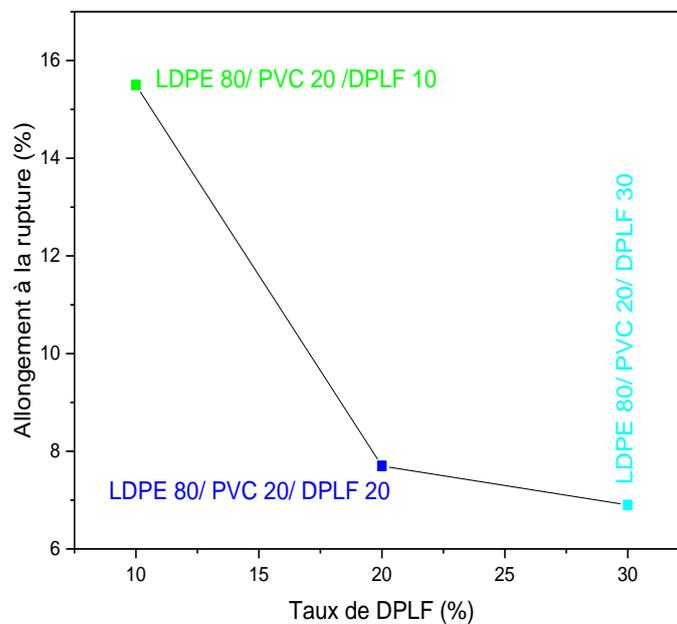
Les composites traités par le composé silane, montrent la même variation de la résistance à la rupture que dans le mélange de polymère, ce qui nous amène à conclure que le silane une fois incorporé dans la structure de la fibre, ne crée pas d'interaction. Sa présence ne provoque pas de changements.

### V.3. 2.2. Evolution de l'allongement à la rupture



**Figure V.18 :** Evolution de l'allongement à la rupture des composites LDPE/PVC.

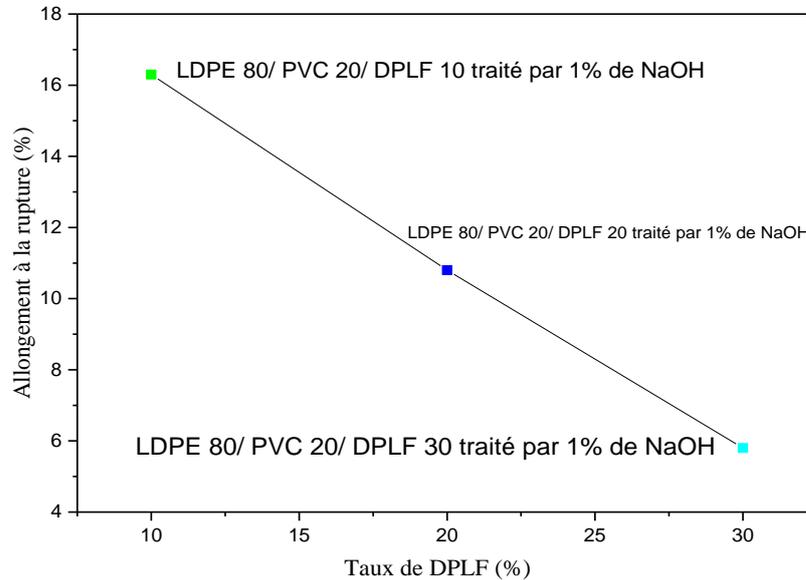
Les mélanges LDPE80/PVC20 et LDPE20/PVC80 montrent que l'allongement à la rupture augmente avec l'augmentation du caractère cristallin dans la composition polymérique.



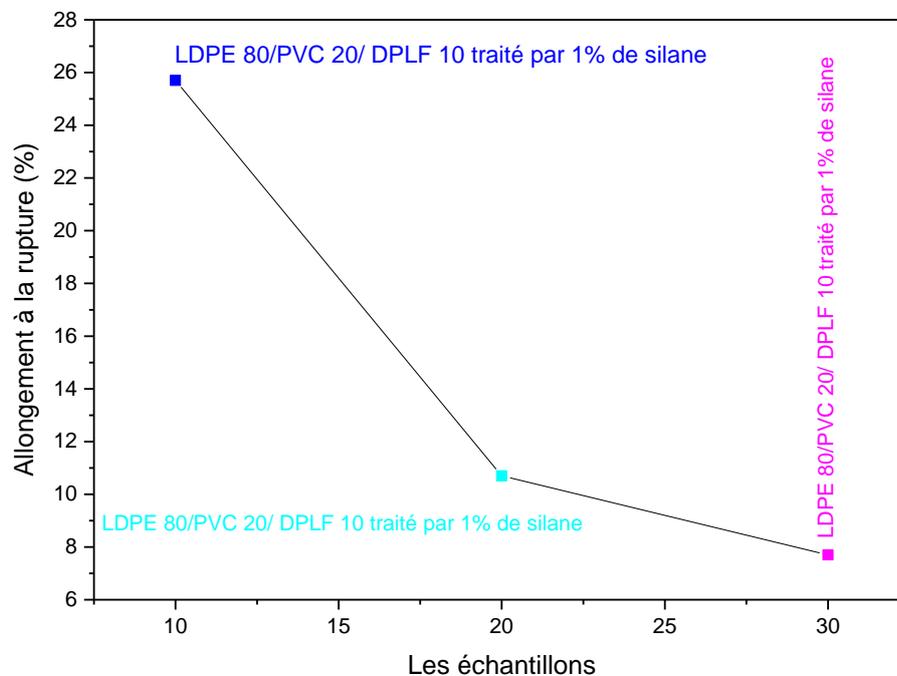
**Figure V.19 :** Evolution de l'allongement à la rupture des composites LDPE80/PVC20 en fonction du taux de la fibre DPLF.

Les composites renferment 10, 20 et 30 moles/% de fibre voient leur allongement à la rupture diminué avec l'augmentation du taux de la fibre dans la composition.

➤ **Traitement par NaOH et le composé silane**



**Figure V.20 :** Evolution de l'allongement à la rupture des composites LDPE80/PVC20 traités par NaOH en fonction du taux de la fibre DPLF.



**Figure V.21 :** Evolution de l'allongement à la rupture des composites LDPE80/PVC20 traités par le composé silane en fonction du taux de la fibre DPLF.

Les composites renfermant 10, 20 et 30 moles/% (LDPE 80/ PVC 20) traités par NaOH, ont montré une diminution dans les valeurs de l'allongement à la rupture.

La même constatation est relevée pour les composites traités par le composé silane.

#### V.4. Résultats de la caractérisation structurale

Dans un but d'une caractérisation structurale de nos compositions et nos composites, une étude par diffraction des rayons X (DRX) et une autre par spectroscopie infrarouge ont été faites.

##### V.4.1. Interprétation des résultats de la DRX

➤ Mélange LDPE 80 / PVC 20 :

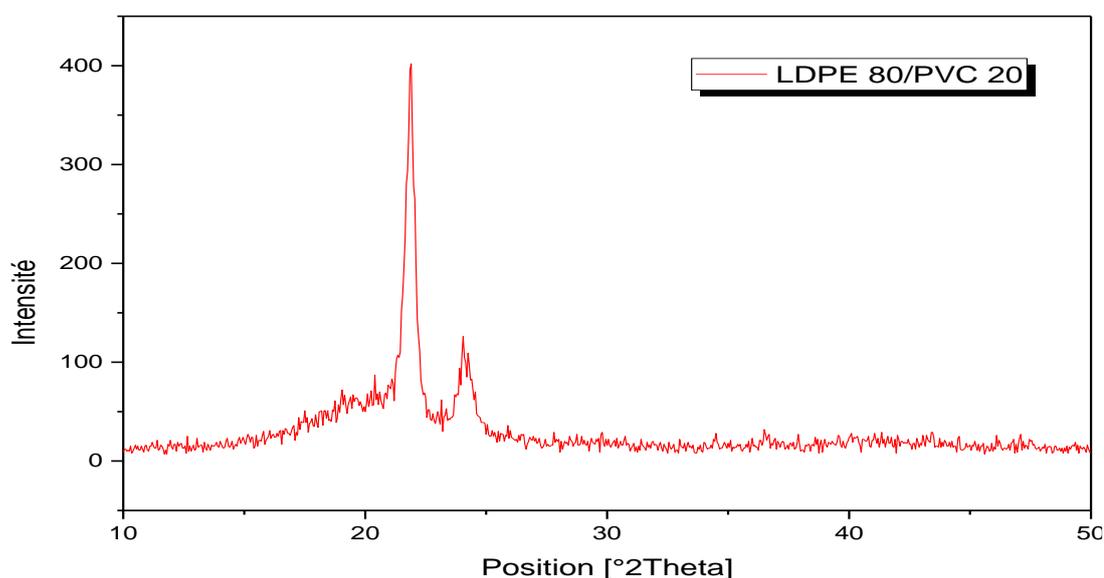


Figure V.22 : Spectre DRX de composites LDPE 80/PVC 20.

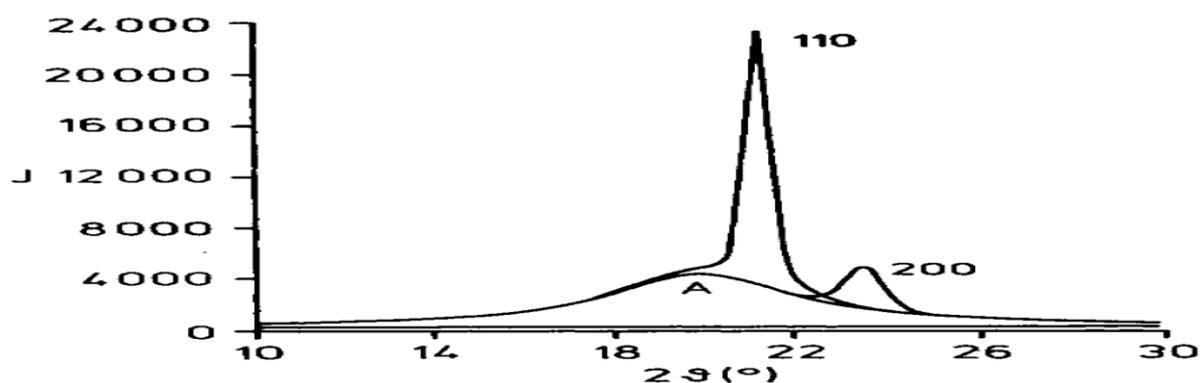


Figure V.23 : Spectre DRX du polyéthylène [49].

La figure V.22 représente le spectre de la DRX de mélange polymérique LDPE80/PVC20. Le diffractogramme DRX de la composition polymérique LDPE80/PVC20, a montré deux pics cristallins : un pic majeur pour un angle  $2\theta_1 = 21,83^\circ$  qui correspond au plan cristallographique (110), et l'autre pic présent à  $2\theta_2 = 23,88^\circ$  correspond au plan cristallographique (200).

D'après le diffractogramme tiré de la littérature [49] (figure V.23), on note deux pics, l'un à  $2\theta = 21,8$ , l'autre à  $2\theta = 24,2$  ; le premier pic admet un plan hkl : 110, l'autre admet un plan hkl : 200.

D'après l'analyse par diffraction des rayons X:

Il a été trouvé que :

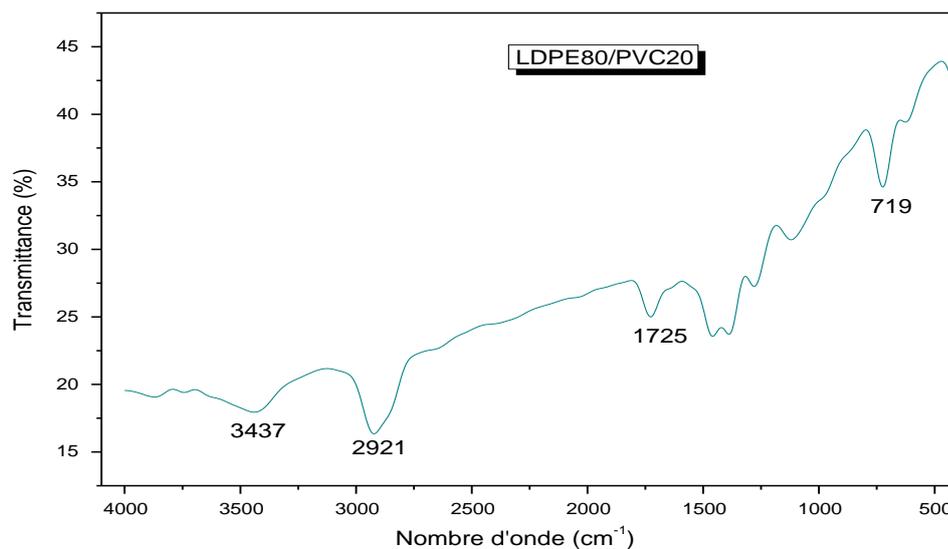
Les compositions renfermant le mélange polymérique ont un diffractogramme DRX similaire à celui du polyéthylène tiré de ressources bibliographiques, la composition renferme le polychlorure de vinyle PVC (système amorphe), son diffractogramme est dépourvu de pics  $2\theta$ .

#### V.4.2. Interprétation des résultats de l'analyse spectroscopique infrarouge FTIR

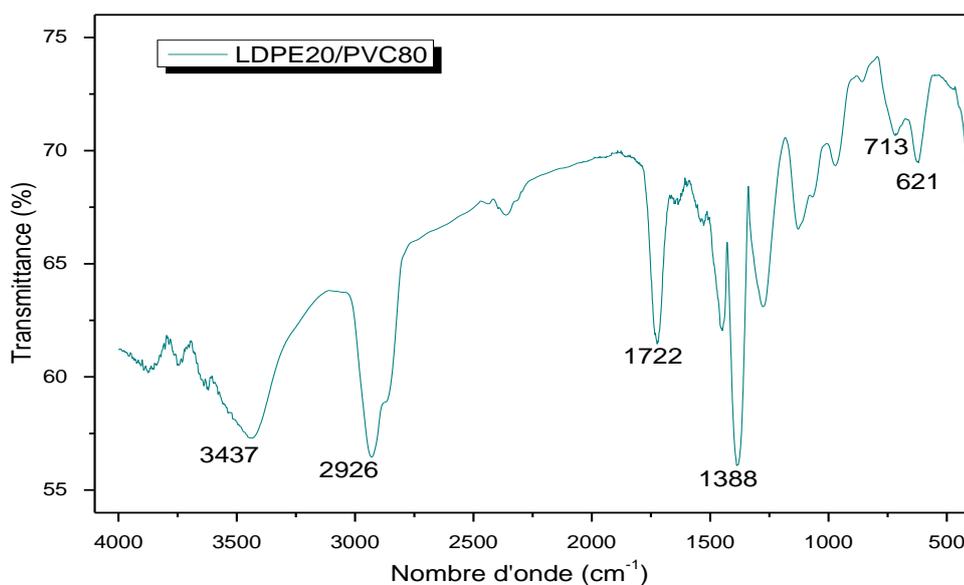
L'analyse spectroscopique des différentes compositions polymériques a montré une similitude dans les spectres des compositions LDPE80/PVC20 et LDPE20/PVC80, on notera les absorptions caractéristiques des bandes C-Cl, C-H (alcane  $\text{CH}_2$ ), C=O, OH (humidité), les valeurs des fréquences et les attributions sont regroupées dans le **tableau V.2**.

**Tableau V.2** : Les valeurs des fréquences et les attributions. [50]

Bande	C-H	C-Cl	C=O	O-H
Fréquence $\text{cm}^{-1}$	2922	713	1725	3437
Attributions	Vibration d'élongation de la liaison CH	Vibration d'élongation de la liaison C-Cl	Vibration d'élongation de la liaison C=O	Vibration d'élongation de la liaison OH associée

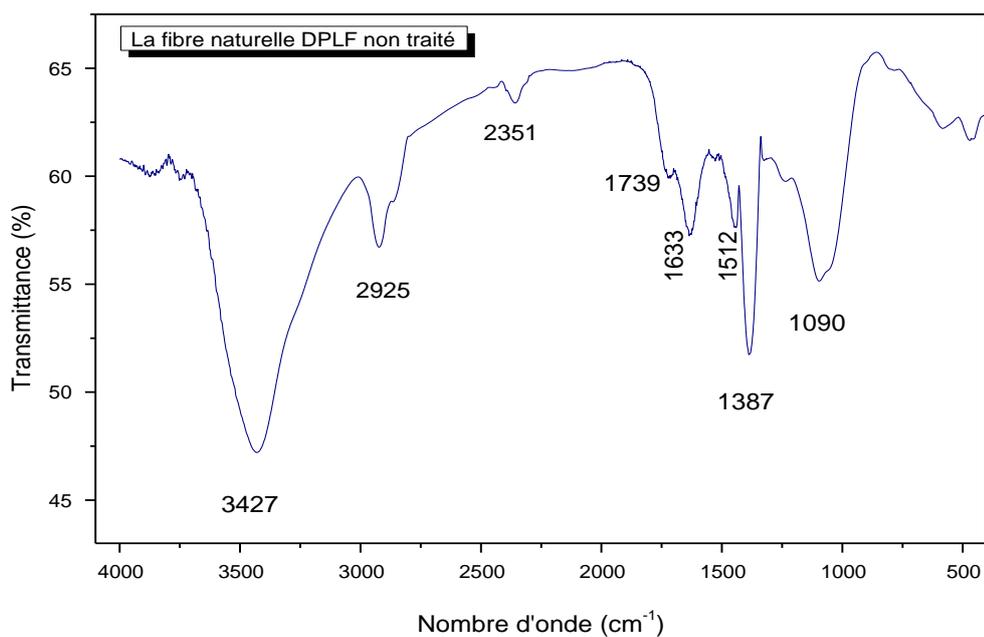


**Figure. V.24 :** Spectres IRTF du composite LDPE80/PVC20.



**Figure V.25 :** Spectres IRTF de composite LDPE20/PVC80.

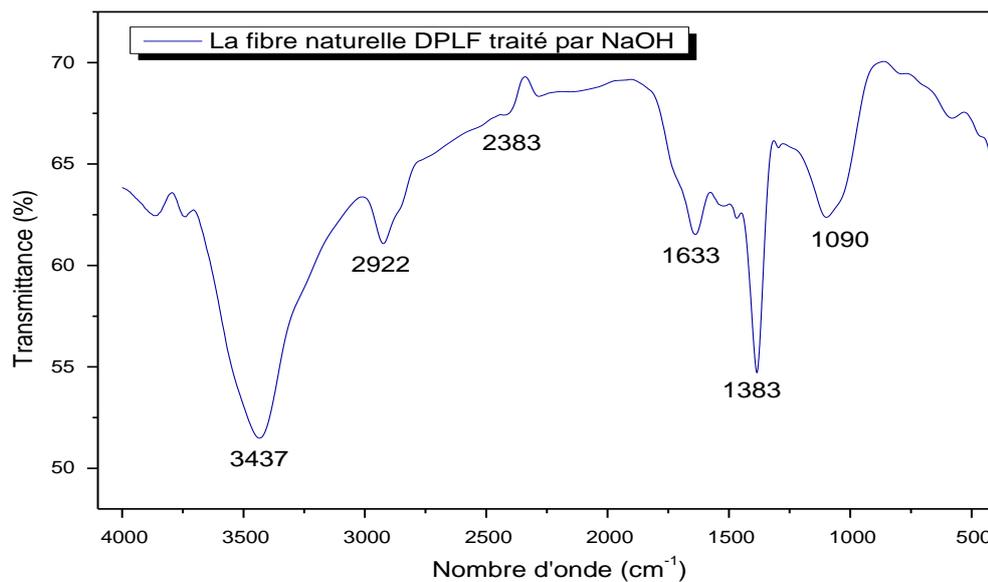
L'analyse spectroscopique infrarouge de la fibre naturelle DPLF a montré une similitude des spectres (fibre non traitée, fibre traitée par NaOH, fibre traitée par le composé silane). (Figure V. (26, 27,28))



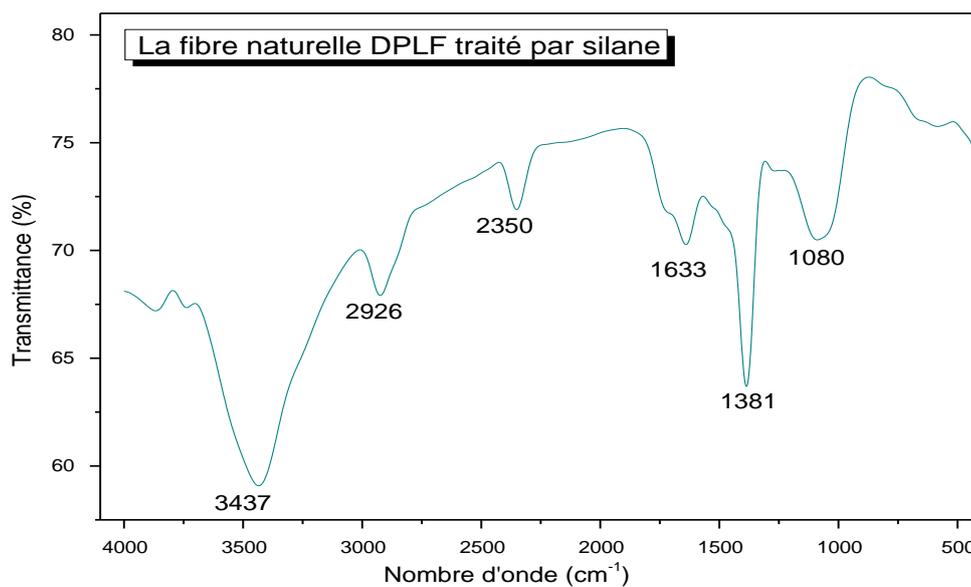
**Figure V.26 :** Spectres IRTF de la fibre naturelle DPLF non traitée.

**Tableau IV.3:** Les bandes d'absorption enregistrées pour la fibre cellulosique. [51]

Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Bande caractéristiques
<b>3000-3600</b>	Vibration d'élongation de la liaison OH.
<b>2925</b>	Vibration d'élongation de la liaison CH du groupe CH <sub>2</sub>
<b>1739</b>	Vibrations d'élongation du groupement carbonyle C=O
<b>1633</b>	Vibration d'élongation des hydroxyles OH de l'eau
<b>1383</b>	Vibrations de déformation des groupements CH <sub>2</sub> et CH <sub>3</sub>
<b>1090</b>	Vibration de déformation des liaisons C-O de la cellulose et de l'hémicellulose
<b>1512</b>	Vibration d'élongation de la liaison C=C



**Figure V.27 :** Spectres IRTF de la fibre naturelle DPLF traitée par NaOH.



**Figure V.28 :** Spectres IRTF de la fibre naturelle DPLF traitée par le composé silane.

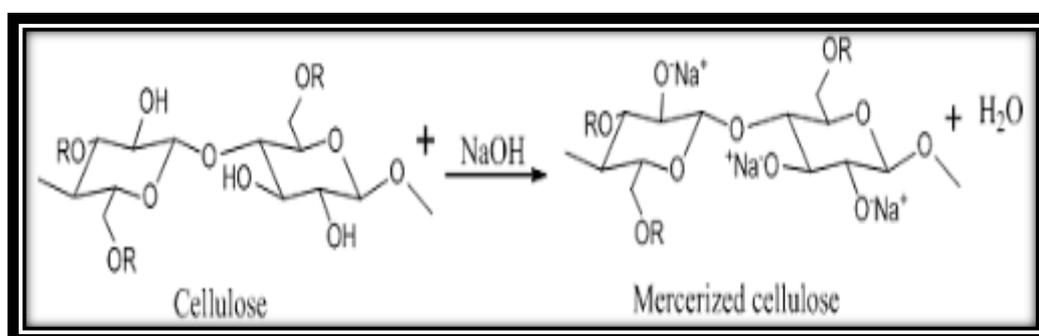
**Tableau V.4 :** Les valeurs des fréquences présentes dans la fibre traitée et non traitée.

Bande	C–O cm <sup>-1</sup>	CH <sub>3</sub> cm <sup>-1</sup>	CH <sub>2</sub> cm <sup>-1</sup>	OH associée cm <sup>-1</sup>
Fibre non traitée	1080	1387	2926	3427
Fibre traitée par NaOH	1080	1387	2926	3437
Fibre traitée par le composé silane	1080	1387	2926	3437

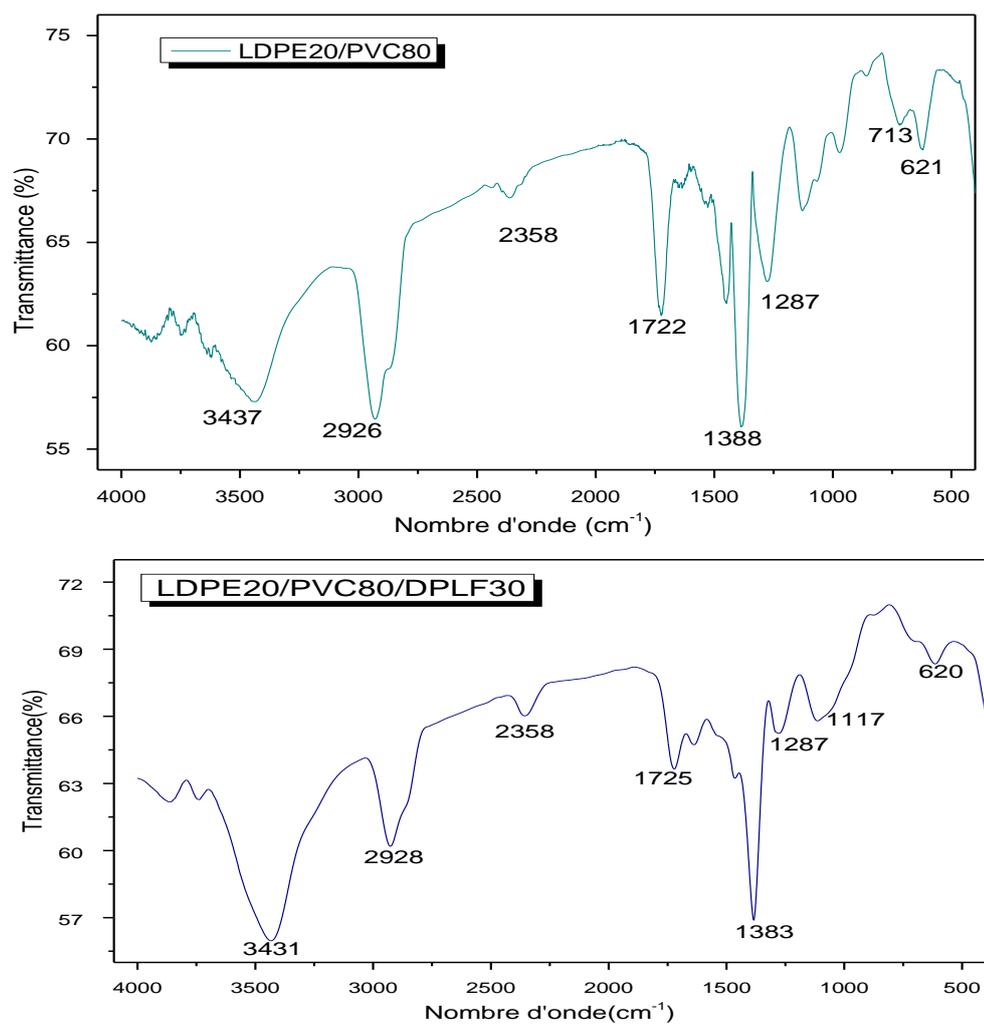
Il faut signaler le fait que pour les trois spectres la fréquence d'absorption de la bande OH associée de la cellulose se situe vers les 3427 cm<sup>-1</sup>

Cette bande, d'après les spectres tirés, voit son intensité diminuer lors du traitement alcalin par NaOH, et lors du traitement avec le composé silane, ceci est nécessairement associé à l'interaction entre les groupements OH de la cellulose et la base NaOH, et le composé silane.

La réaction entre la cellulose et la soude est décrite par le schéma suivant :



Pour les mélanges LDPE20/PVC80 et les composites renfermant 30 moles/% DPLF, on obtient des spectres presque semblables, néanmoins le taux d'humidité est supérieur pour la composition LDPE20/PVC80, car la bande d'absorption du groupement OH voit son intensité augmenter. (**Figure V.29**)



**Figure V.29 :** Spectres IRTF du mélange LDPE20/PVC80 et du composite LDPE20/PVC80/DPLF30.

Conclusion générale

Après avoir mené l'étude de l'influence du taux du polymère PVC sur les propriétés des composites PE/PVC-fibre de palmier, on a abouti à certains résultats très promettant quant à l'élargissement de leur champ d'application. Les résultats obtenus à travers les diverses techniques utilisées sont énumérés pour ces composites LDPE / PVC / DPLF comme suit :

L'analyse spectroscopique infrarouge FTIR de la fibre traitée et non traitée ainsi que les compositions a confirmé la diminution d'intensité de la bande d'absorption du groupement hydroxyle  $-OH$  située à  $3427\text{ cm}^{-1}$ . La disparition des bandes d'absorption à  $1733\text{ cm}^{-1}$  correspondantes à l'absorption du groupement carbonyle  $C=O$  de l'hémicellulose. Concernant les mélanges polymériques, l'analyse révèle une augmentation d'intensité de la bande OH aux alentours de  $3427\text{ cm}^{-1}$  lorsque le taux du polymère PVC augmente dans la composition, on notera aussi apparition des bandes à  $2921$  et  $1722\text{ cm}^{-1}$  associées aux groupements C-H et C=O respectivement.

Le comportement mécanique des composites PE/PVC/DPLF a montré qu'avec l'augmentation du taux de la fibre non traitée, ainsi que le taux du PVC dans le composite, la contrainte (résistance à la rupture) et l'allongement à la rupture diminuent, alors que la dureté Shore croît progressivement.

Le polymère polaire se comporte mieux et gonfle dans le solvant polaire à l'encontre lorsque le taux du polymère apolaire croît dans la composition, le gonflement puis la dissolution se réalise dans les solvants non polaires.

Il a été trouvé que le taux d'absorption d'eau distillée et d'eau salée dépend du temps d'immersion de nos échantillons ainsi que du pourcentage de la fibre et de celui du polymère PVC, à noter aussi l'influence du type de traitement qui confère un caractère plus au moins hydrophobe à nos compositions polymériques se traduisant ainsi par une chute du taux d'absorption.

Certains aspects non étudiés pour ces matériaux composites mériteraient d'être définis afin d'ouvrir davantage un large domaine d'application de ces nouveaux agro-matériaux. Ce qu'envisagera notre laboratoire de développer dans le proche futur.

# Références bibliographiques

- [1] **S. Jouenne**; option chimie et physicochimie des polymères, thèse de Doctorat; Université Pierre et Marie Curie, (Octobre **2005**).
- [2] **C. Ihemochene**, *Etude de la Durabilité des Matériaux Composites Polyéthylène Haute Densité / Farine de Grignons d'Olive*, Thèse de doctorat, Université de Bejaia, **2013**.
- [3] **J.A. Manson, P.E. Bourban, L. Carlsson, J.P. Mercier**, *Traité des Matériaux : Matériaux composites à matrice organique, Constituants, procédés, propriétés*, Presses polytechniques et universitaires romandes, Ecole polytechnique fédérale de Lausanne, **2004**; 15.
- [4] **D. Shanmugam, M. Thiruchitrambalam**, *Static and dynamic mechanical properties of alkali treated unidirectional continuous palmyra palm leaf stalk fiber/jute fiber reinforced hybrid polyester composites*, Materials and Design, 2013; 50: 533–542.
- [5] **M.R. Ismail, A.A.M. Yassene, H. M. H. Abd El Bary**, *Effect of Silane Coupling Agents on Rice Straw Fiber/Polymer Composites*, Apple Compos Mater, **2012**; 19:409–425.
- [6] **Simither Rapra**, *meilleures méthodes d'essai et techniques disponibles*. REACH for Polymers © 2011.
- [7] **E. Fournier, MC Gill** «Coagulation, Flocculation et Sédimentation, Filtration», University and EPFL, Mars 2008
- [8] **M. Madkour**, « *Polymères, synthèse macromoléculaire* », Tome1, Office des publications universitaires O.P.U., Alger, 1982, p: 2, 61.
- [9] **C. Oudet**, « *Polymères, structures et propriétés, Introduction* », Masson, Paris, 1994, p : 13.
- [10] **L .Djoudi**. Etude de la stabilisation du polychlorure de vinyle (PVC) et les phénomènes de dégradation, Thèse magister, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER-BISKRA, 2007.
- [11] **S. Abdoulaye**, «*Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par Co-broyage*», Thèse de doctorat, université de Toulouse, Décembre 2008.
- [12] **M. Bouterfa**. Etude de la détermination du paramètre d'interaction entre deux polymères par voie mécanique " effet du comptabilisant sur ce paramètre ", **Université Ferhat ABBAS**, 2011.

- [13] **N.Gallouze, N.Belhaneche-Benserma**, *Etude de vieillissement du PVC stabilisé à l'huile de tournesol époxyde sous l'action de pollution atmosphérique*. Journal de la société Algérienne de chimie.J.soc.Alger.Chim, **2007**,17(1) ,**51-64**
- [14] **L .Djoudi**. Etude de la stabilisation du polychlorure de vinyle (PVC) et les phénomènes de dégradation, Thèse magister, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER-BISKRA, 2007.
- [15] **Christopher. D. Anderson ET Eric. S .Daniels**, *Emulsion Polymerization and Latex applications*,*Smithers Rapra Publishing*,(2003) 160 p.
- [16] **G. Odian**, « *Principals of polymerization*», Polytechnica, Paris, (1994), 823 p.
- [17] **J.P. Crine**, *A molecular model to evaluate the impact of aging space charges in polymer dielectrics*], IEEE, Transaction son Dielectrics and Electrical Insulation], Vol. 4, N° 5, pp. **487-495**, October **1997**.
- [18] **D. Srivastava, P. Kumar, G.N. Mathur**, *Thermo-oxidative degradation studies of ternary blends of polyethylenel*], *Advances in Polymer Technology*, Vol. 23, N° 1, pp. **59-70**, **2004**.
- [19]**B. Wojtkowaik, M. Chabanel**, *Spectrochimie moléculaire*], *Technique&Documentation*, **1983**.
- [20] **Peacock A.J**. *Handbook of polyethylene: Structure, Properties, and Applications*, New York: Marcel Dekker, 534, (**2001**).
- [21] **L.DJOUDI**, *Etude de la stabilisation du polychlorure de vinyle (PVC) et les phénomènes de dégradation*, thèse de magister, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER-BISKRA, **2007**
- [22] **C.R. Duval**, *Dictionnaire de la chimie et de ses applications, Techniques et documentation*, Paris, **1978**.
- [23] **Jean P. Mercier Gérald Zambelli Wilfried Kurz.1**. *Traité des matériaux Introduction à la science des matériaux*.
- [24] **F.ROCABOY**, *comportement thermique des polymères synthétique*, Massan et Cie, **1972**
- [25] **N. Bensemara**, Thèse de Doctorat, Université claud Bernard, Lyon, **1989**.
- [26] **M .T .Benaniba**, Thèse de Doctorat, Université FERHAT-ABBES, Sétif, **2003**
- [27] **C. Geigy**, Manuel des additifs du PVC, Heidelberg, Paris, **1971**. Chapitre II le polychlorure de vinyle et le polyéthylène 20
- [28] **Wilkes, Charles .E; summers, James .W; Daniels, Charles Anthony; Berard, Mark .T**, *PVC Handbook*, *Hanser Verlag*, (**2005**).

- [29] **Guo-Huahu.** "Réactivité interfaciale et morphologie de mélange réactifs", lettre des sciences chimiques, n° 66, p. **4**, **1998**.
- [30] **M. Fontanille, Y. Gnanou.** *Technique de l'ingénieur, "Structure moléculaire et morphologie des polymères"*. A3042, P. **1-27**, **1994**.
- [31] **H. Kausch, N. Heymans, C. J. Plumer, P. Decroly,** *Traité Des Matériaux, matériaux polymères : propriétés mécanique et physiques, Principes de mise en oeuvre*, Presses polytechniques et Universitaires Romandes, **2001**.
- [32] **B. Samira,** *Comportement, rhéologique et mécanique d'un mélange de polyéthylène/polystyrène. Influence de compatibilisant*, Université M'hamed Bougara de boumerdes, Mémoire de magister, **2006**.
- [33] **K. Aouachria,** *Caractérisation des mélanges PVC/PMMA rigides et plastifiés et étude de leur dégradation thermique*, Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas de Setif, **2011**.
- [34] **C. Z. Chaui, K. Almadal ET I. Johannsen,** *Miscibility evolution of polycarbonate/polystyrene blends during compounding*, Poly. Eng. Sci. Vol. 42, N°5, p: 961-968. **2002**.
- [35] **J. E. Mcgrath, L. M. Robenson ET M. Matzner,** *Recent advanced in polymer blends, block and grafts*, Plenum Press, New York, **1975**.
- [36] **B. Meriem,** *Etude de la détermination du paramètre d'interaction entre deux polymères par voie mécanique "effet du compatibilisant sur ce parametre"*, Université Ferhat Abbas, Setif, **2011**.
- [37] **L. Leibler,** *Thermodynamique des mélanges de polymères – Aspect théorique Diagramme de phase*, Ecole supérieure de physique et de chimie industrielle, Paris, **2003**.
- [38] **K. Kossentini,** *Compatibilisation d'un mélange binaire PE/PS et étude des différentes propriétés*, Thèse de doctorat, INSA de Lyon, France, **2004**.
- [39] **X. Collin,** *Modélisation Cinétique de la Thermo oxydation de Matériaux Polymères et Composites à Hautes Performances Thermomécaniques*. Thèse ENSAM, **2001**.
- [40] **E. B. Nauman,** *Novel techniques and results for the impact modification of structural plastics by solution blend*, Ar. J. Sci. Eng., Vol. 27, **2002**.

- [41] **M. Ragoubi**, *Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne*, thèse de doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, **2010**.
- [42] **S. Maou**, *Etude des propriétés thermiques de mélanges à base de PVC et PVC-PEHD et les phénomènes de dégradation*, thèse de magister, Université Kasdi Merbah-Ouargla, **2012**.
- [43] **S.E. HACHANI**, Synthèse et caractérisation d'un nouveau matériau composite a base de polystyrène, thèse de doctorat, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER-BISKRA, **2016**.
- [44] **S. M. Mirmehdi, F. Zeinaly, F. Dabbagh**, *Compos. Part. B. Eng.*, **56**, 137 (2014).
- [45] **H. BOUSSEHEL**, *Etude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène*, thèse de doctorat, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER-BISKRA, **2017**.
- [46] **L. DJOUDI**, *Etude de la stabilisation du polychlorure de vinyle (PVC) et les phénomènes de dégradation*, thèse de magister, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER-BISKRA, **2007**
- [47] **S. Rabiej und A. Wlochowicz**, *SAXS and WAXS Investigations of the Crystallinity in Polymers*. In *Die Angewandte Makromolekulare Chemie*, 175 (2920), S. 81–97, 1990.
- [48] **H. BOUSSEHEL**, *Etude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène*, thèse de doctorat, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER-BISKRA, **2017**.

# Annexes

## Test d'absorption d'eau

L'eau distillée :

L'échantillon	Temps (h)	m(g)	$\Delta m(\%)$
LDPE 80/PVC 20/DPLF 20	0	0.9055	
	24	0.9070	0.1656
	48	0.9083	0.3092
	72	0.9096	0.4527
	96	0.9105	0.5521
	120	0.9105	0.5521

L'échantillon	Temps (h)	m(g)	$\Delta m(\%)$
LDPE 20/PVC 80/DPLF 20	0	0.9583	
	24	0.9727	1.5026
	48	0.9757	1.8157
	72	0.9860	2.8905
	96	0.9910	3.4122
	120	0.9910	3.4122

L'échantillon	Temps (h)	m(g)	$\Delta m(\%)$
LDPE 80/PVC 20/DPLF 30	0	1.0093	
	24	1.0148	0.5449
	48	1.0169	0.7529
	72	1.0192	0.9808
	96	1.0208	1.1394
	120	1.0208	1.1394

L'échantillon	Temps (h)	m(g)	$\Delta m(\%)$
LDPE 20/PVC 80/DPLF 30	0	1.0478	
	24	1.0804	3.1112
	48	1.0941	4.4187
	72	1.1004	5.0200
	96	1.1114	6.0698
	120	1.1114	6.0698

L'échantillon	Temps (h)	m(g)	$\Delta m(\%)$
LDPE 80/PVC 20/DPLF 20 traité par 1% de NaOH	0	0.2770	
	24	0.2785	
	48	0.2791	0,5415
	72	0.2795	0,7581
	96	0.2795	0,9025

### L'eau salée :

L'échantillon	Temps (h)	m(g)	$\Delta m(\%)$
LDPE 20/PVC 80	0	0.9184	
	24	0.9185	0,0108
	48	0.9186	0,0217
	72	0.9197	0,1415
	96	0.9197	0,1415

L'échantillon	Temps (h)	m(g)	$\Delta m(\%)$
LDPE 80/PVC 20/DPLF 20	0	0.7509	
	24	0.7525	0,2130
	48	0.7530	0,2796
	72	0.7547	0,5060
	96	0.7547	0,5060

L'échantillon	Temps (h)	m(g)	$\Delta m(\%)$
LDPE 80/PVC 20/DPLF 20 traité par 1% de silane	0	0.3139	
	24	0.3153	0,4384
	48	0.3147	0,2505
	72	0.3152	0,4071
	96	0.3152	0.4071

### Tests de gonflement par les solvants organiques

L'échantillon	solvant	Temps (h)	m (g)	$\Delta m(\%)$
LDPE 20/PVC 80	THF	0	0.1815	
		1	0.1833	0.9917
		2	0.1827	0.6611
		18	0.1830	0.8264
		47	0.1829	0.7713

L'échantillon	Solvants	m (0h)	m (1h)	m (2h)	m (18h)	m (47)
LDPE80/PVC20/ DPLF10	THF	0.2271	0.2306	0.2296	0.2276	0.2296
	$\Delta m(\%)$		1.5411	1.1008	0.2201	1.1008
	Cyclohexanone	0.2175	0.2301	0.2205	0.2233	0.2288
	$\Delta m(\%)$		1.1954	1.3793	2.6666	5.1954
	xylène	0.2190	0.2280	0.2328	0.2461	0.2241
	$\Delta m(\%)$		4.1095	6.3013	12.3744	2.3287
	DMF	0.2380	0.2405	0.2398	0.2406	0.2423
	$\Delta m(\%)$		1.0504	0.7563	1.0924	1.8067

## Analyse mécanique

### Essai de traction

L'échantillon	Contrainte à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture (%)
<b>LDPE80/PVC20</b>	10,2	55,5
<b>LDPE20/PVC80/DPLF20</b>	1,95	2,1
<b>LDPE20/PVC80/DPLF20 traité par NaOH</b>	9,06	8,2
<b>LDPE20/PVC80/DPLF20/traité par silane</b>	3,59	3,8

### Dureté Shore D

L'échantillon	Test 1	Test 2	Test 3	Test 4	Test 5	moyenne
LDPE80/PVC20	97.1	97.2	70.1	97.7	97.3	91.88
LDPE20/PVC80	91.8	92.0	92.9	92.2	94.0	92.52
LDPE80/PVC20/DPLF10	80.9	93.3	77.2	88.0	97.6	87.4
LDPE20/PVC80/DPLF10	97.3	96.6	83.5	97.2	97.5	94.42
LDPE80/PVC20/DPLF20	97.3	96.6	83.5	97.2	97.5	94.71
LDPE20/PVC80/DPLF20	95.5	95.6	91.2	96.4	96.6	94.97
LDPE80/PVC20/DPLF30	95.3	91.4	94.8	95.2	97.2	94.72
LDPE20/PVC80/DPLF30	96.1	94.7	96.7	96.4	96.4	95.32

## **Résumé:**

Ce mémoire étudie certaines propriétés des mélanges de polychlorure de vinyle (PVC) et de polyéthylène basse densité (PEBD), à trois différentes compositions: 20, 50 et 80% en poids de PVC. De plus, des composites à partir de ces polymères ont été préparés renforcés avec des teneurs différentes en fibre de feuilles de palmier dattier (DPLF): 10%, 20% et 30% en poids et étudiés. Le comportement mécanique de ces composites PE/PVC/DPLF a montré qu'avec l'augmentation des taux de la fibre non traitée, ainsi que du PVC dans le composite, la contrainte (résistance à la rupture) et l'allongement à la rupture diminuent, alors que la dureté Shore croît progressivement.

Il a été montré par analyse spectroscopique IR de la fibre traitée et non traitée, que l'intensité de la bande d'absorption de la bande OH croît et décroît dans les mélanges polymériques avec l'accroissement du taux de PVC.

**Mots clés: Polychlorure de vinyle, polyéthylène basse densité, la fibre, analyse spectroscopique IR.**

## **Abstract :**

This memoire investigates some properties of polyvinyl chloride (PVC) and low-density polyethylene (LDPE) blends, at three different concentrations: 20, 50 and 80 wt % of PVC. Besides, composite samples that was prepared from PVC/LDPE blend reinforced with different date palm leaf fiber (DPLF) content: 10 wt%, 20 wt% and 30 wt% were also studied. The mechanical behavior of the PE / PVC / DPLF composites showed that with the increase of the untreated fiber ratio, as well as the PVC content in the composite, the stress (breaking strength) and the elongation at the rupture decrease, while Shore hardness increases gradually.

It has been shown by IR spectroscopic analysis of the treated and untreated fiber that the intensity of the -OH absorption band decreases and increases in the polymer blend with increasing PVC content.

**Key words: Polyvinyl chloride, low density polyethylene, fiber, IR spectroscopic analysis.**